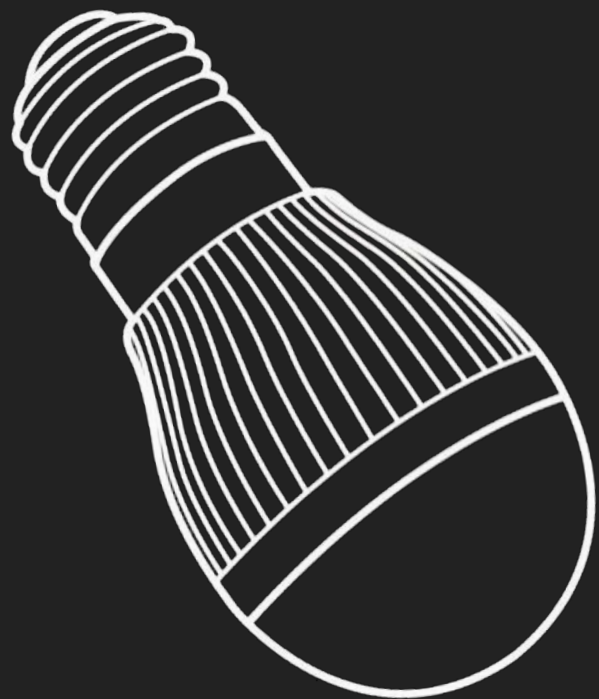




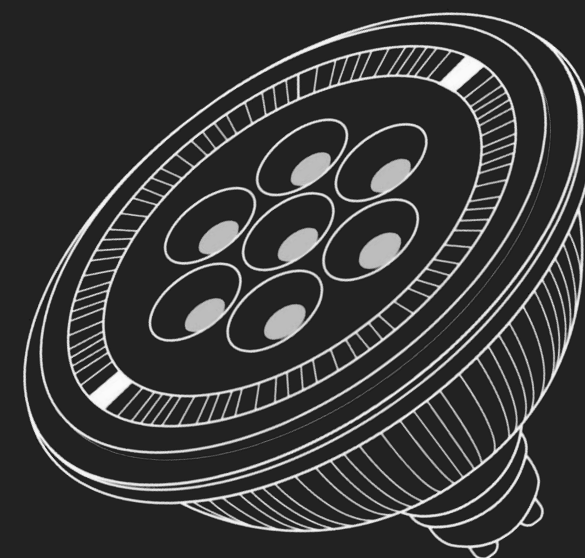
Cr离子激活近红外荧光粉的研制

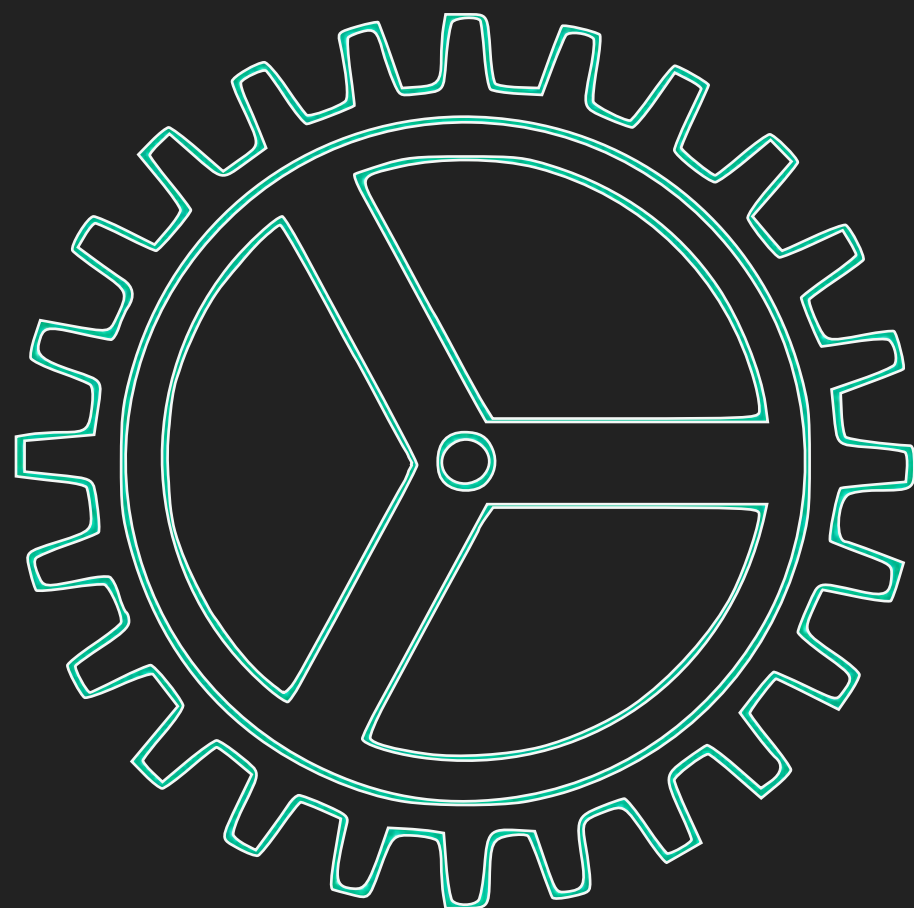
答辩人：宋冠洲
指导老师：邵起越



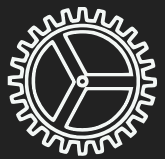
目录

1. 研究背景
2. 研究目的与思路
3. 实验方法与内容
4. 实验结果与分析
5. 实验结论



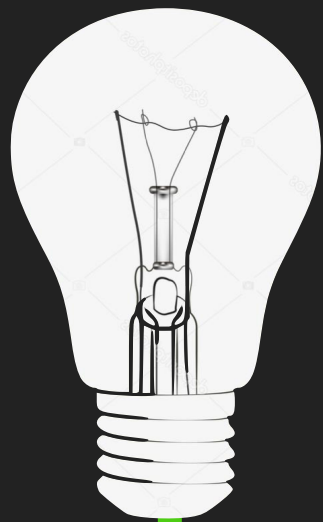


研究背景



研究背景

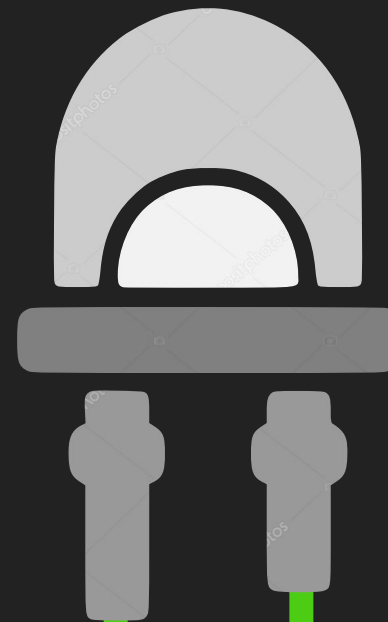
近红外光



1879
白炽灯



1938
荧光灯

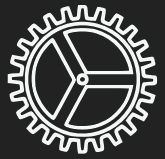


1969
LED

LED

发光二极管

通过电子空穴复合，将电能转换为光能
节能环保，效率高，寿命长
产生特定波长光线，应用于特种照明领域

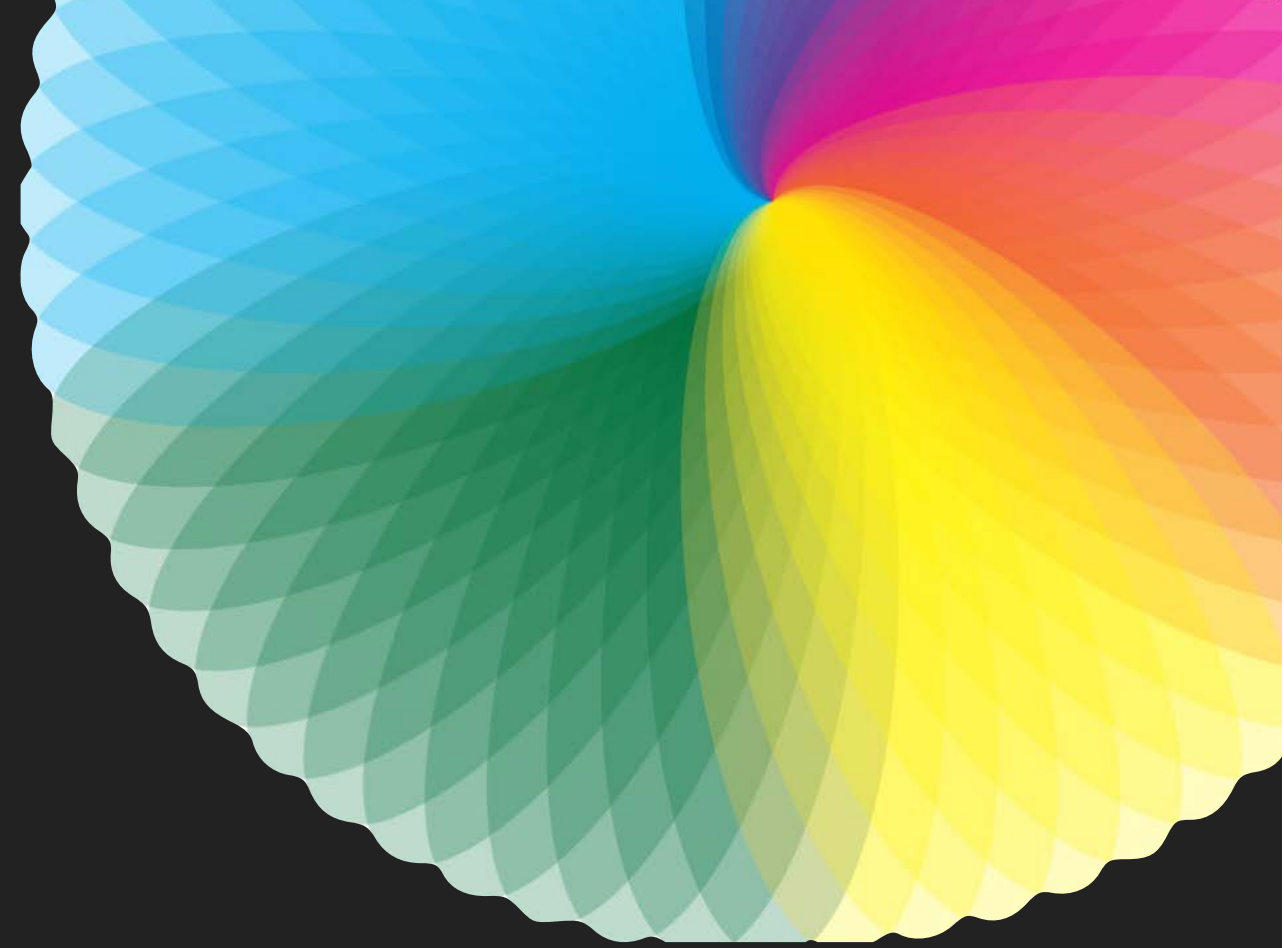


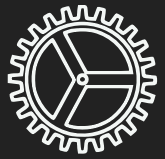
研究背景
近红外光

近红外光

波长位于780~2500nm的电磁波
穿透性好，受干扰少

应用于军事侦查，弱光监控，生物分析等领域





研究背景
近红外光应用



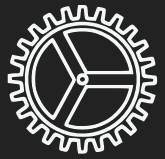
弱光环境监控

虹膜扫描

遥控装置

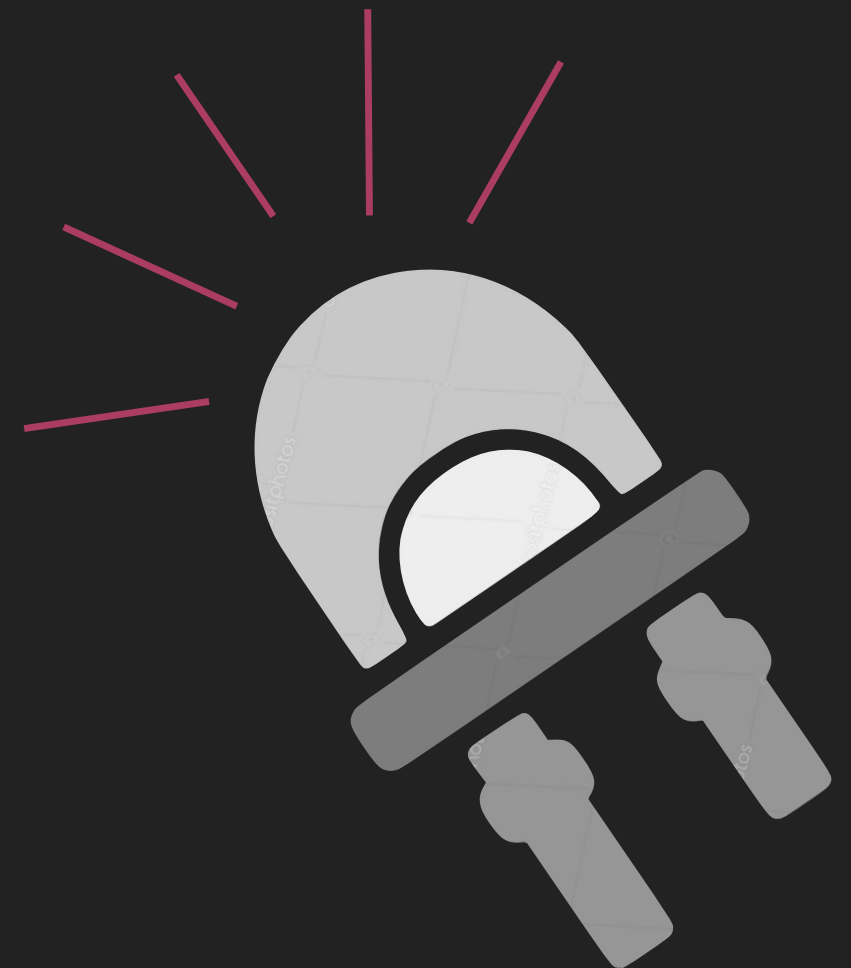


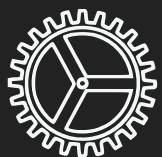
近红外线的应用



近红外光获取

1. 传统光源过滤
2. 陶瓷棒光源
3. 红外LED—直接激发





研究背景

蓝光激发近红外LED

蓝光激发近红外LED

蓝光芯片发射450nm光->蓝光激发荧光粉->荧光粉发射近红外光

优势

大功率蓝光芯片已量产，成本大幅下降

波长可控，调节荧光粉可获得不同波长近红外光

发光稳定

直接激发近红外LED

PN结直接发射红外光

单颗功率小 (< 1W)

固定发射波长

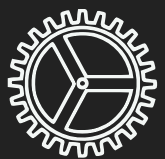
蓝光激发近红外LED

蓝光芯片激发荧光粉

荧光粉发射固定波长近红外光

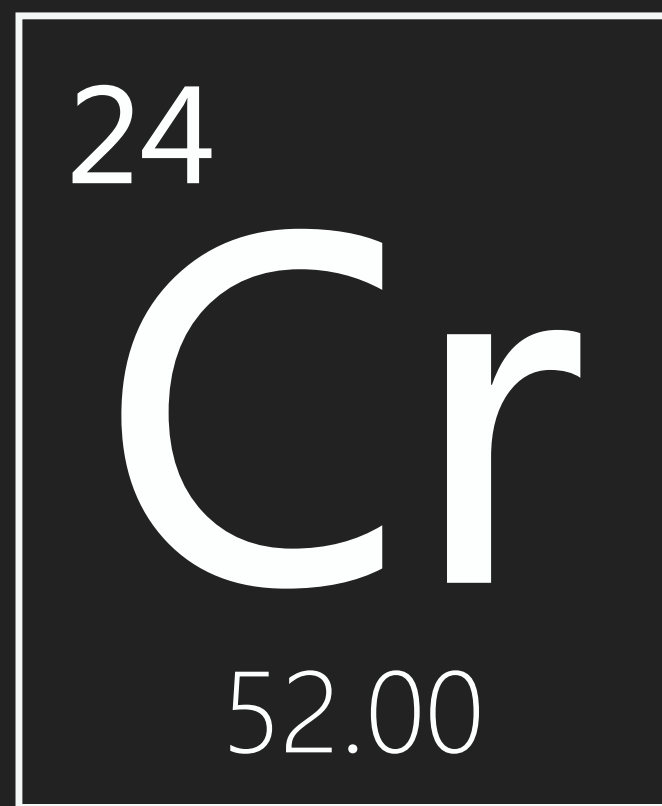
功率可达数十w

发射波长可控



研究背景

Cr离子



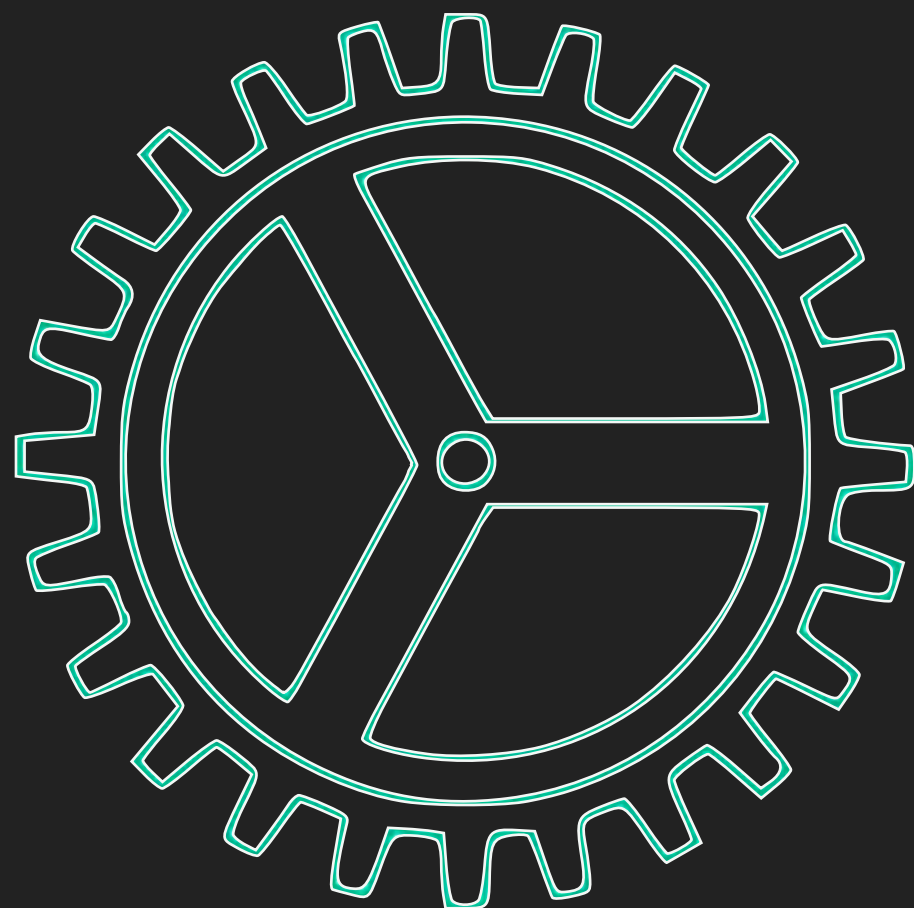
chromium

Why Cr?

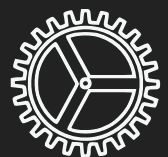
Cr具有丰富的能级。由于外层电子易受晶体场影响，可产生不同波长光线，发射光分布于红光至近红外光。

Cr掺杂荧光粉对蓝光的吸收好。由于在448nm具有吸收峰，导致Cr掺杂的发光材料能够很好的匹配蓝光芯片450nm左右的发射波长，对450nm波长的光线强烈吸收。

Cr离子与Al具有很好的晶体匹配性。由于匹配度良好，在Cr代替Al离子后晶体结构未发生非常大的改变，在能够形成单相晶体的情况下发挥Cr离子的光学性能。



研究目的与内容



研究目的与内容

研究目的

制备相组成纯净且发光特性优异的YAB:Cr,Yb荧光粉

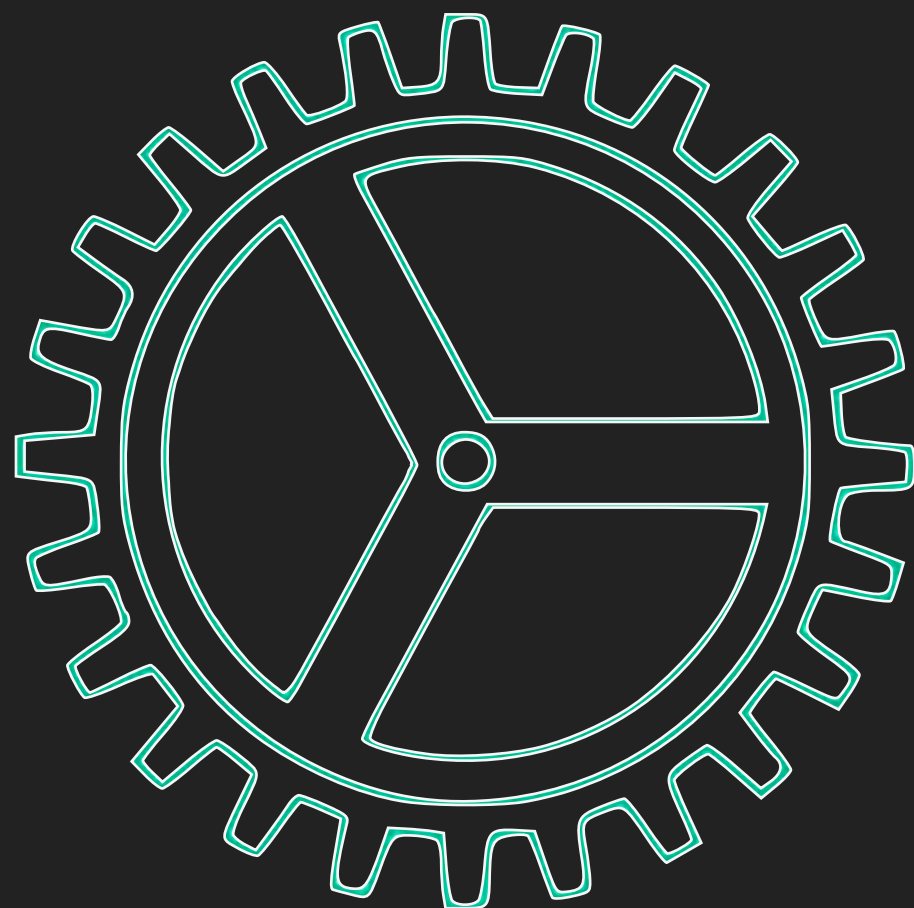
研究内容

1. 制备工艺

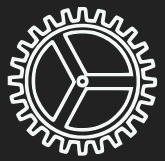
烧结温度，预烧结，升温曲线等的影响

2. 化学成分

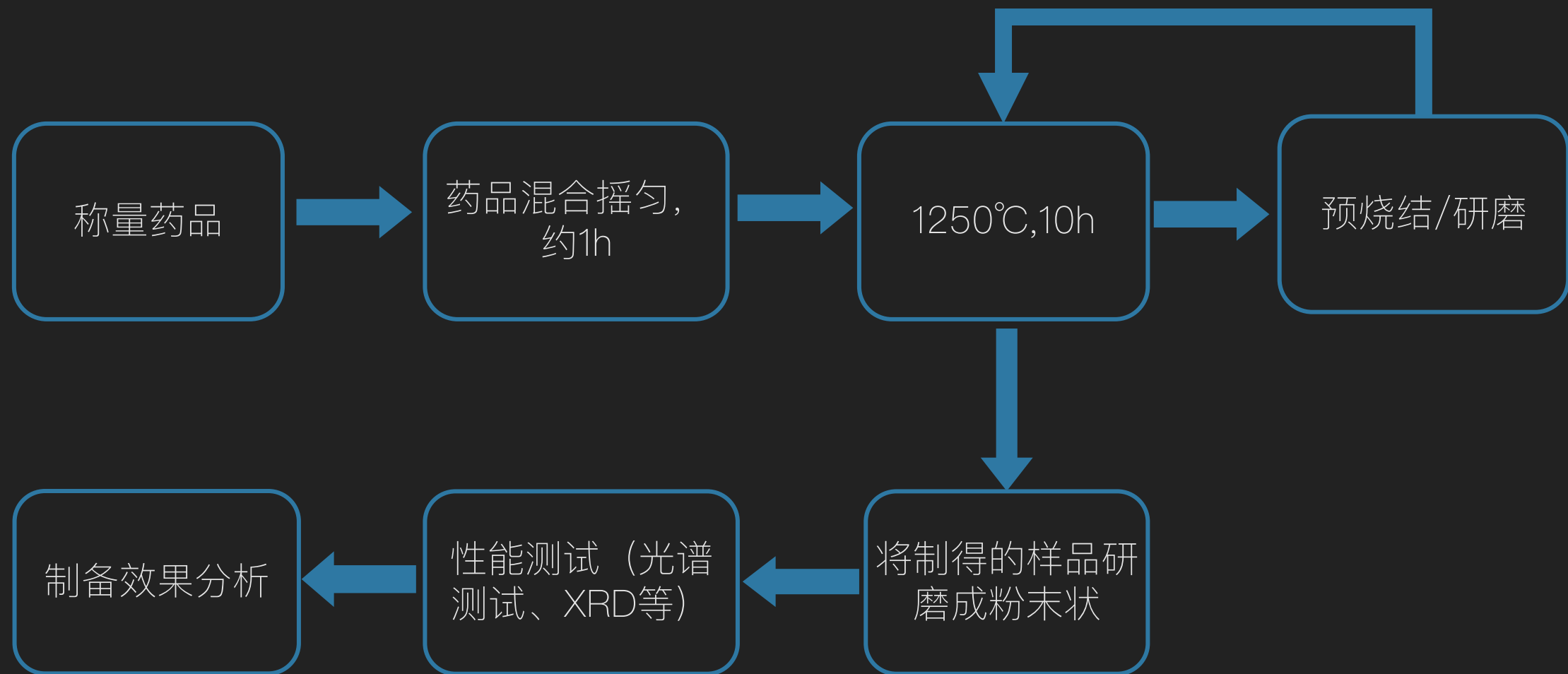
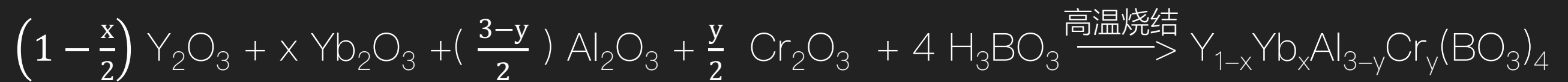
Cr含量影响，掺杂元素含量影响，硼酸过量分数影响



实验内容与方法



YAB:Cr,Yb荧光粉的制备



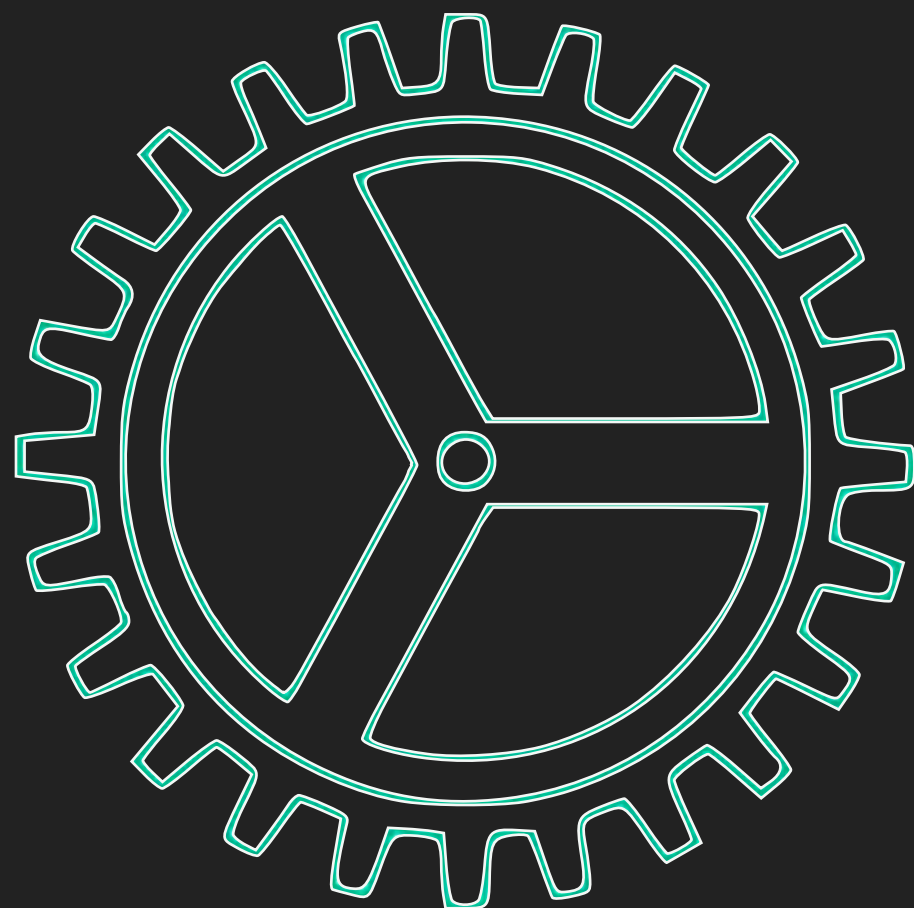


荧光粉性能测试

荧光光度计，积分球，XRD等

测试项目

激发光谱，发射光谱，XRD图谱，量子效率等



实验结果与分析



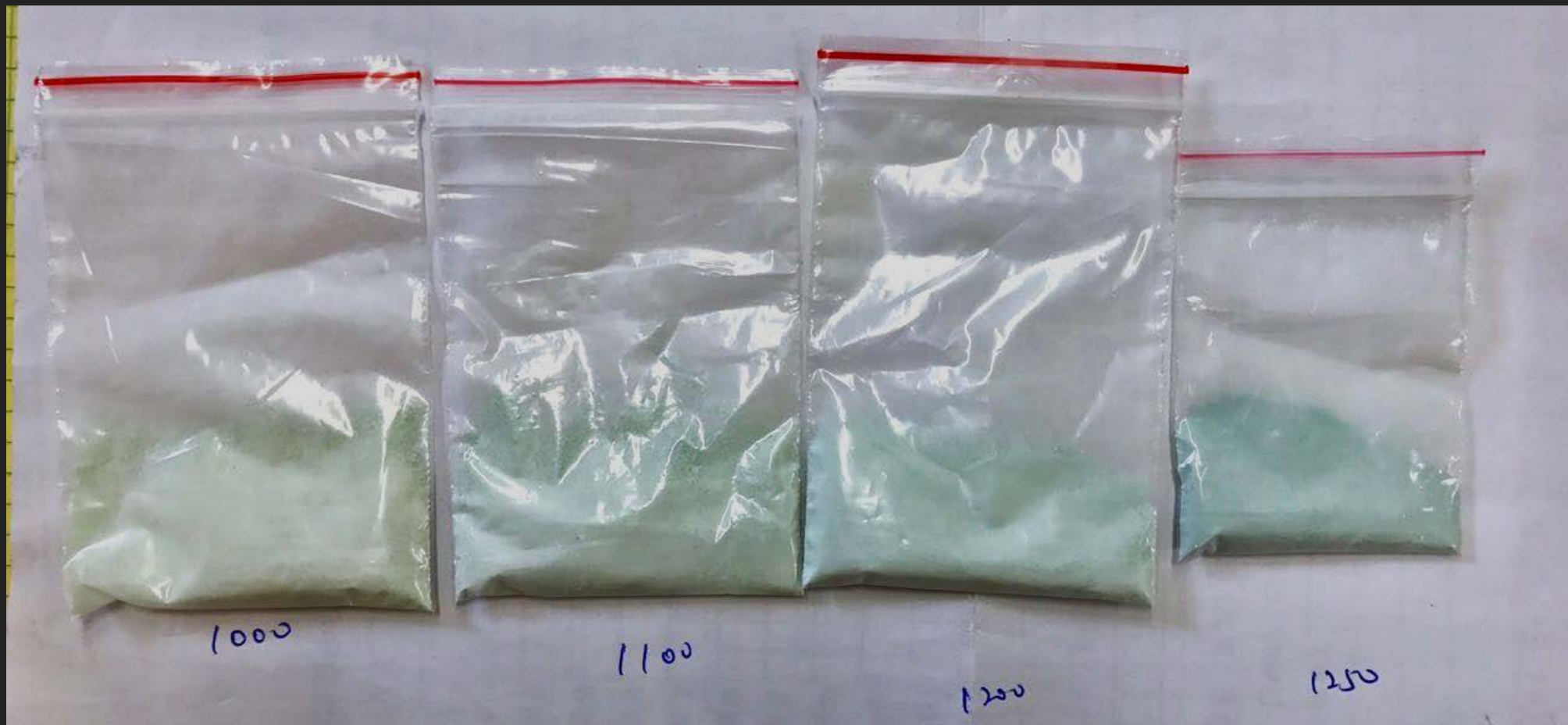
实验结果与分析

烧结温度影响

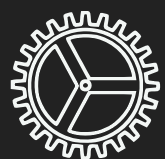
保持化学成分一致(2at% Cr)

制备工艺只改变烧结温度

分别在1000,1100,1200,1250,1300°C烧结10小时



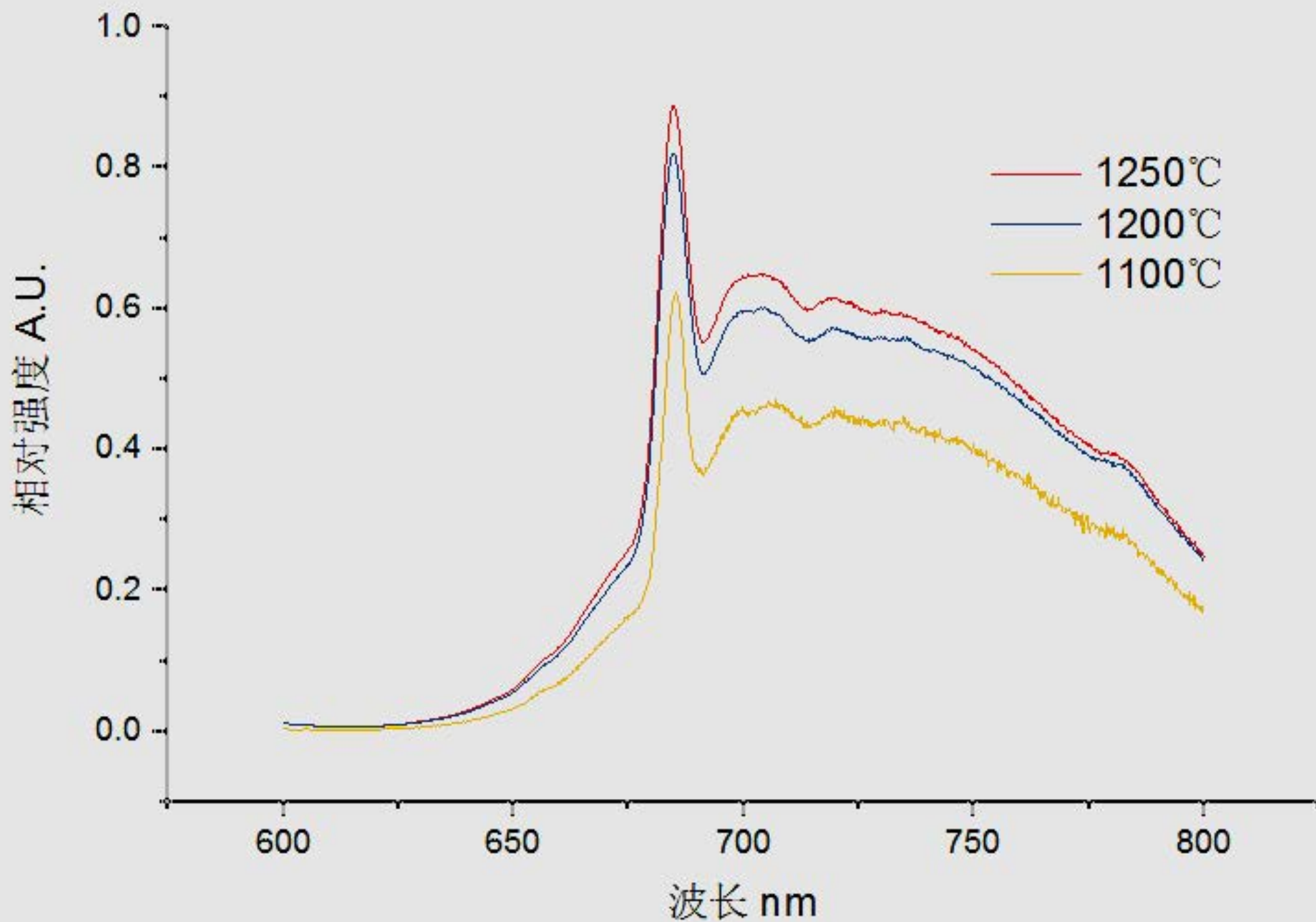
1300°C样品已熔融，无法得到产物

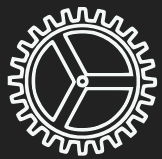


实验结果与分析

烧结温度影响

不同烧结温度产物发射光谱





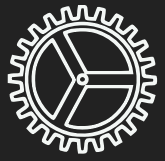
实验结果与分析

烧结温度影响

不同烧结温度产物量子效率

样品烧结温度	入射光子数	剩余光子数	发射光子数	内量子效率	蓝光吸收率
1100℃	1.70E16	1.02E16	1.28E15	18.82%	40%
1200℃	1.68E16	9.68E5	3.94E15	55.34%	42.38%
1250℃	1.70E16	8.89E15	7.2E15	88.78%	47.71%

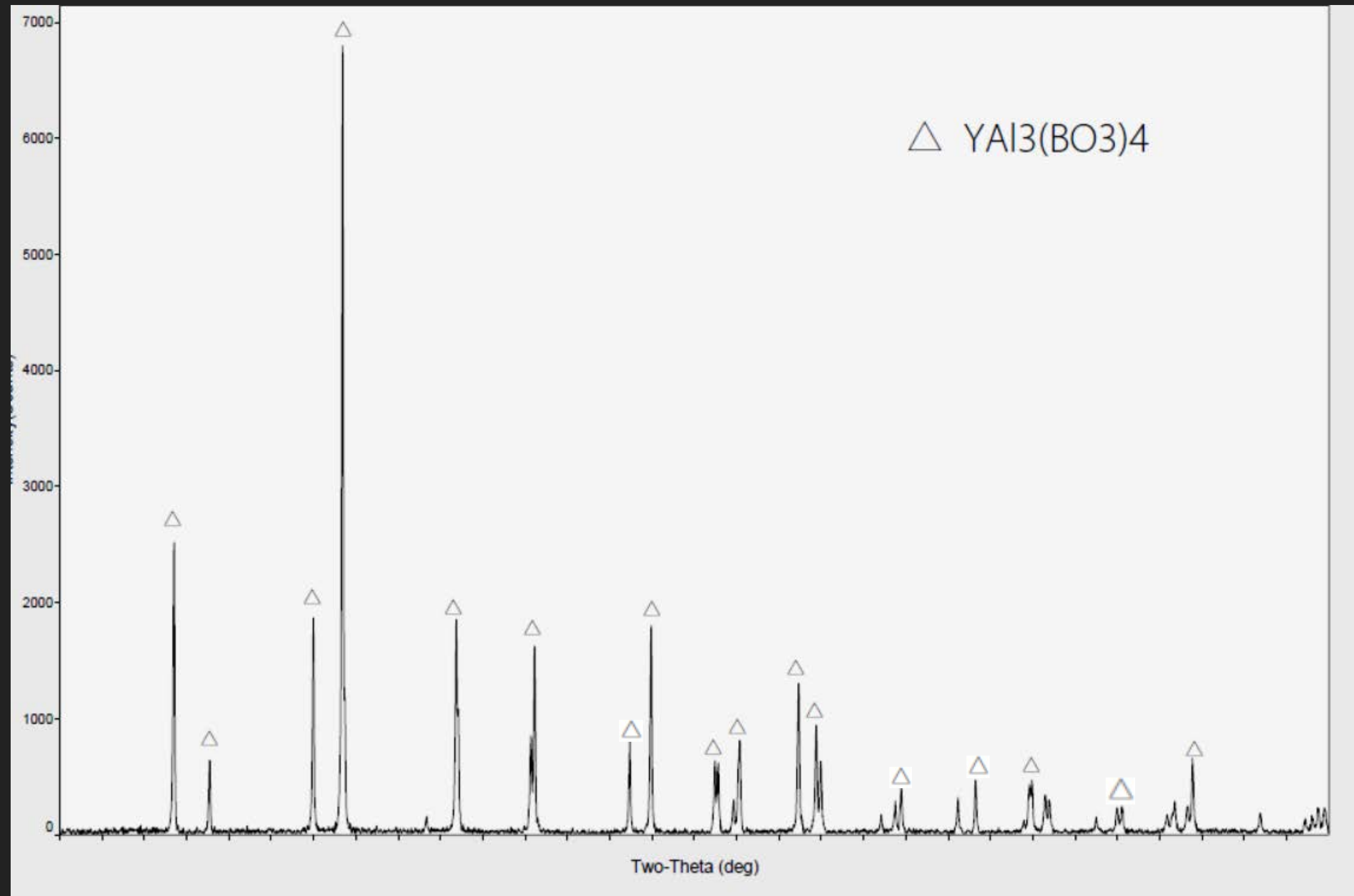
量子效率的增加——同等条件下发光效率更高，发光强度越大



实验结果与分析

烧结温度影响

1250°C烧结产物XRD图谱





实验结果与分析

预烧结影响

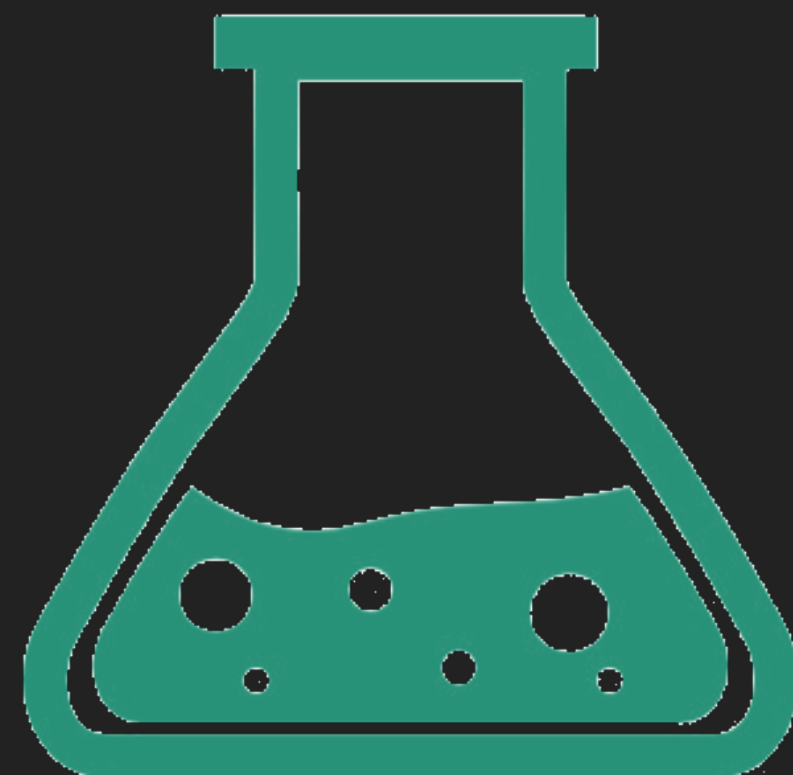
预烧结的作用

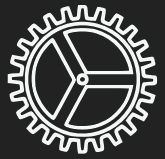
直接烧结后发现，产物硬度极高，粉碎后颗粒粗大，为细化产物颗粒，研究预烧结工艺对细化颗粒的作用。

在 1250°C 烧结前，预先在 500°C 停留数小时，能够有效细化颗粒。

二次研磨

粉末预烧结后呈蜂窝状疏松多孔结构，通过二次研磨可以促进颗粒接触，同时进一步均匀粉末。

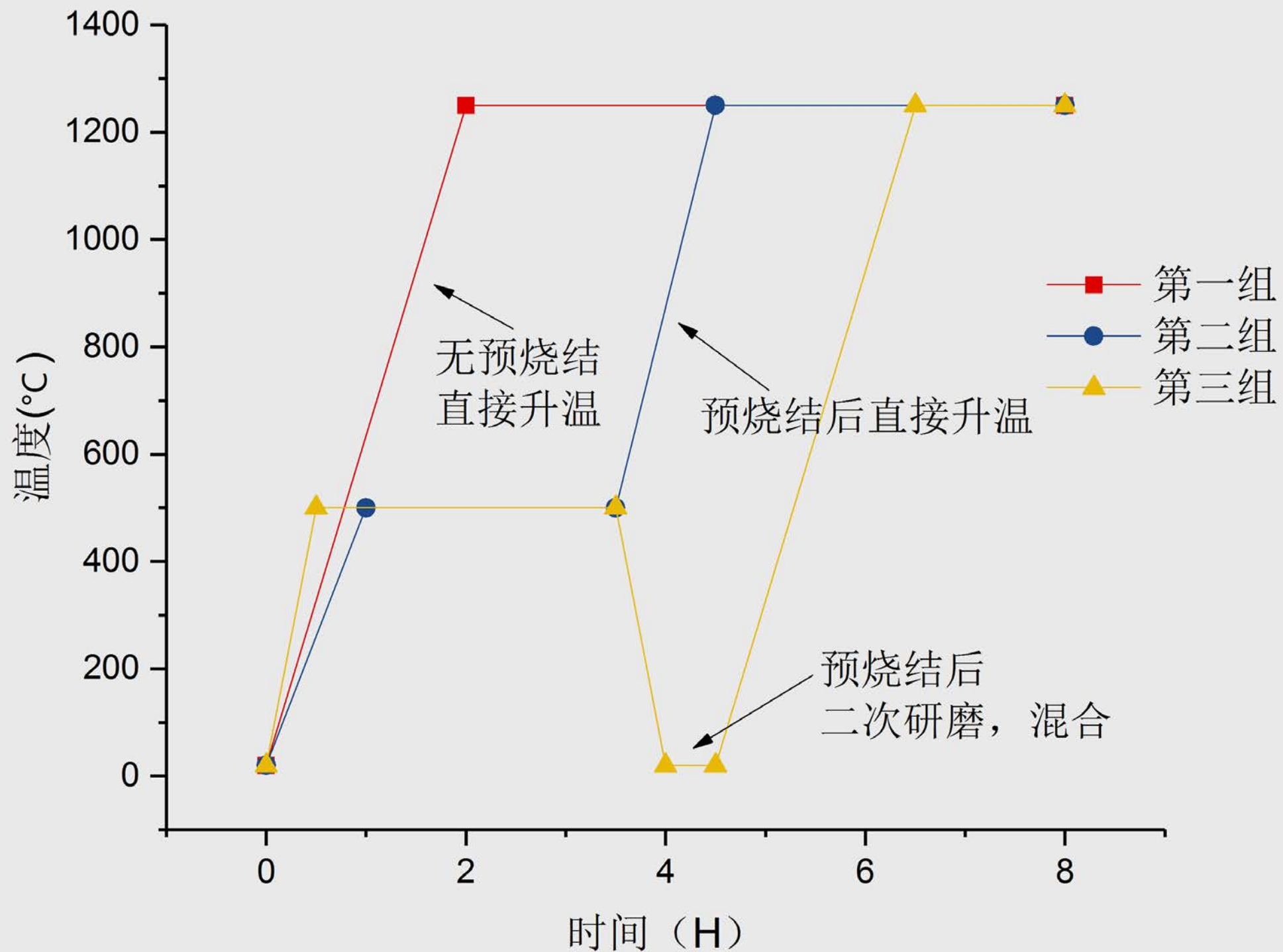




实验结果与分析

预烧结影响

不同烧结升温曲线





实验结果与分析

预烧结影响

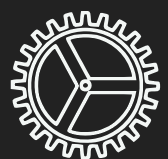
产物颗粒大小



无预烧结处理



预烧结处理+二次研磨



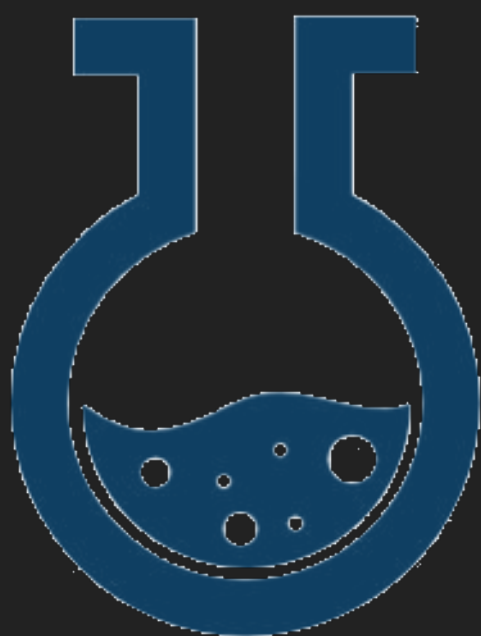
实验结果与分析

预烧结影响

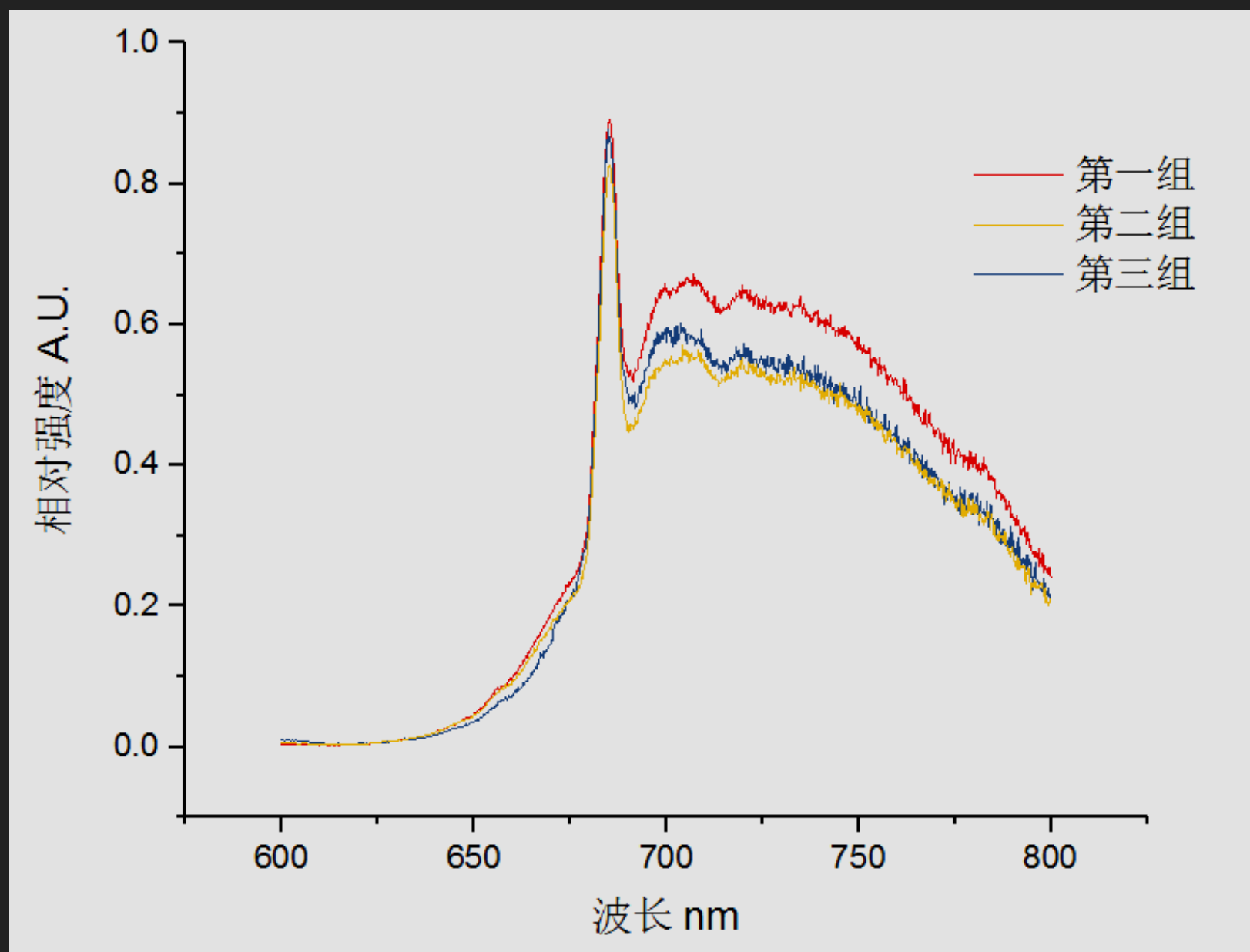
第一组 直接烧结

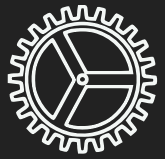
第二组 500°C预烧结

第三组 500°C预烧结+二次研磨



不同升温曲线产物发射光谱



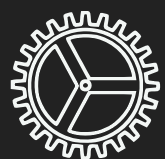


过量硼酸的影响

由于硼酸熔点低，在烧结时容易挥发，化学计量比改变，导致无法形成预定产物，因此需要添加过量的硼酸。需要研究最佳的硼酸过量比。

通过添加不同含量硼酸，对比烧结产物水洗后的发射光谱。

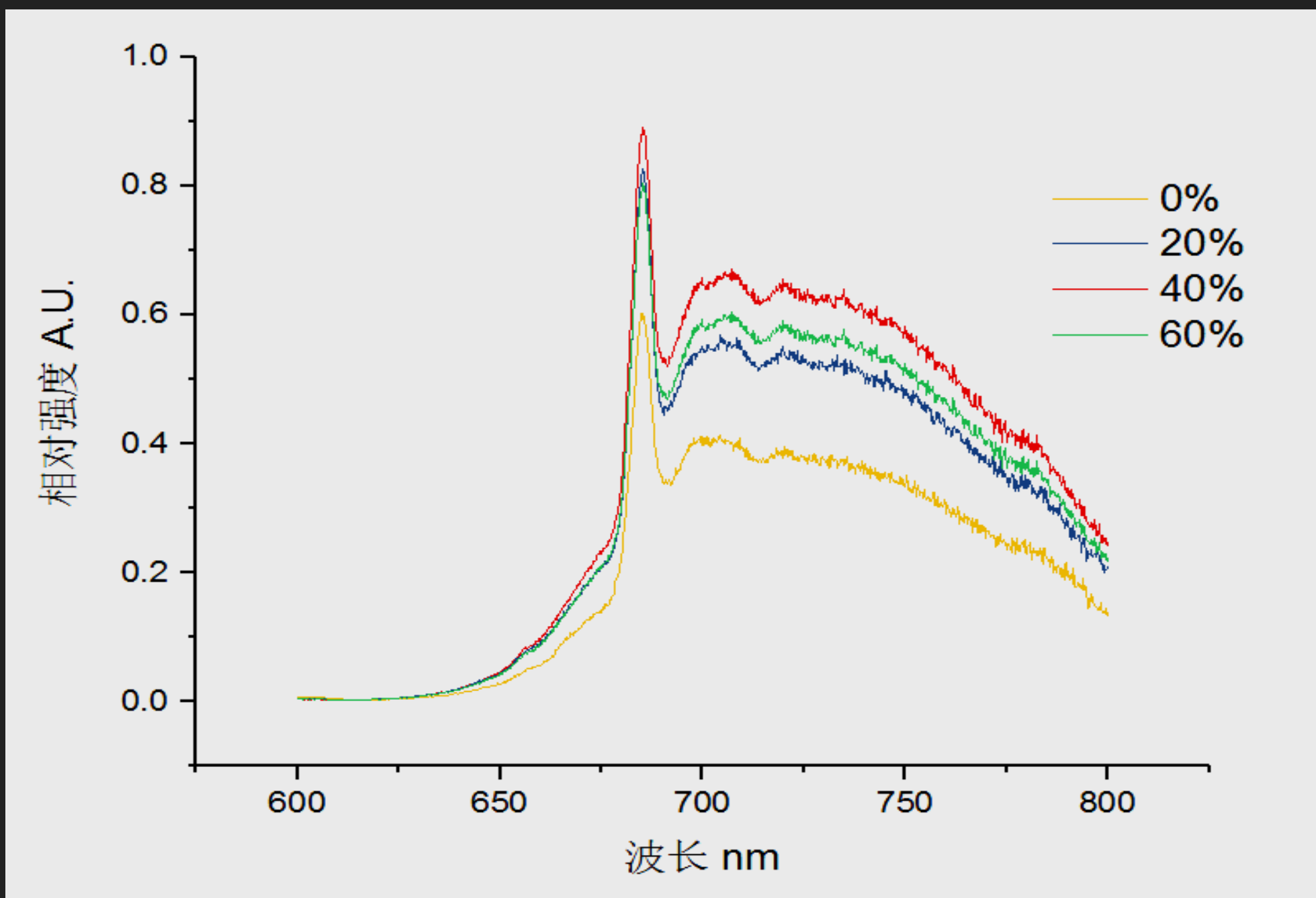




实验结果与分析

硼酸过量影响

硼酸过量分率对产物性能的影响





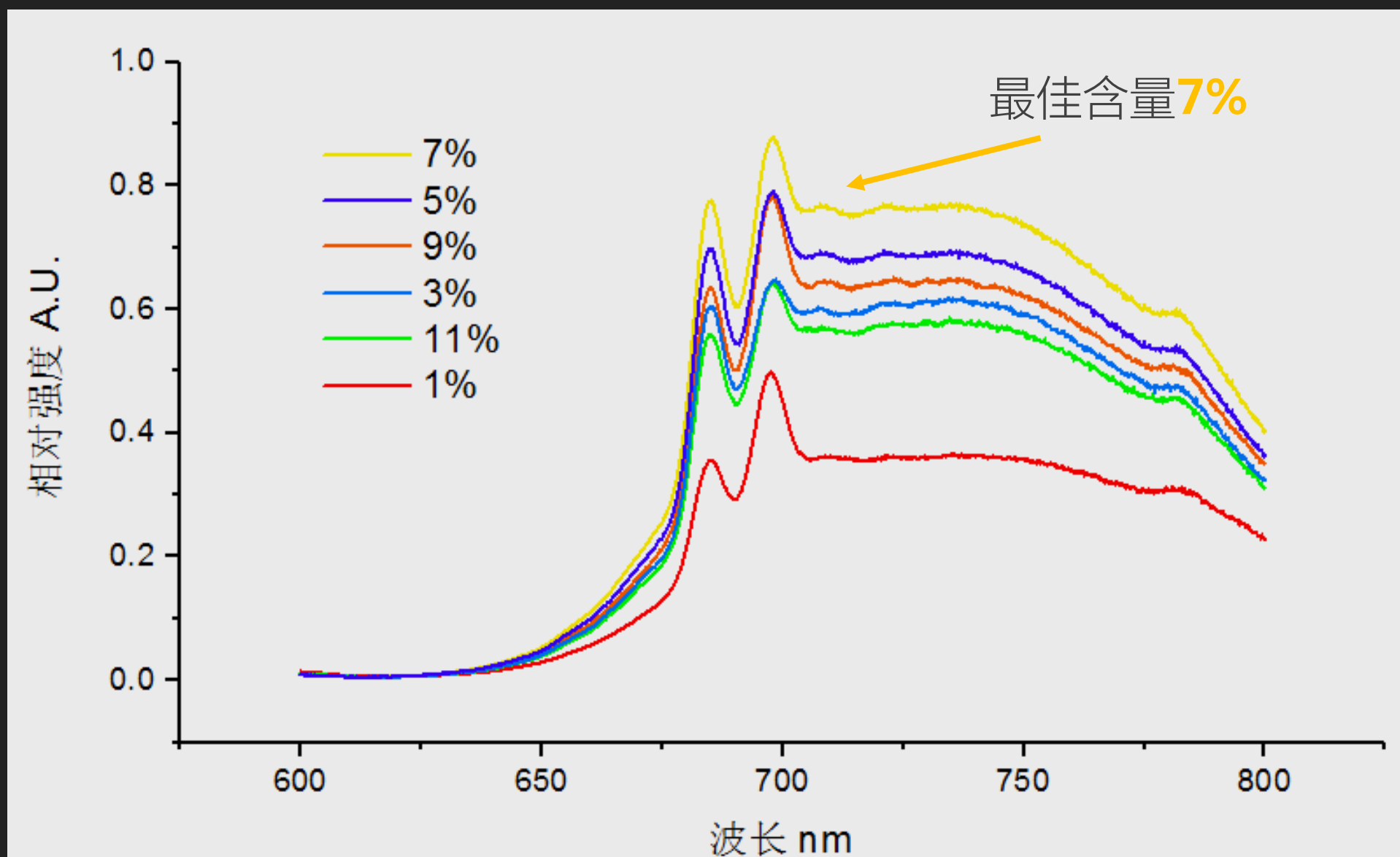
实验结果与分析

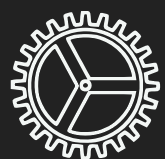
元素含量影响

Cr含量的影响

制备条件均为500°C预烧结二次研磨，1250°C烧结10小时

化学成分除 Y_2O_3 ， Al_2O_3 ， H_3BO_3 外分别添加1,3,5,7,9,11at% Cr_2O_3 。

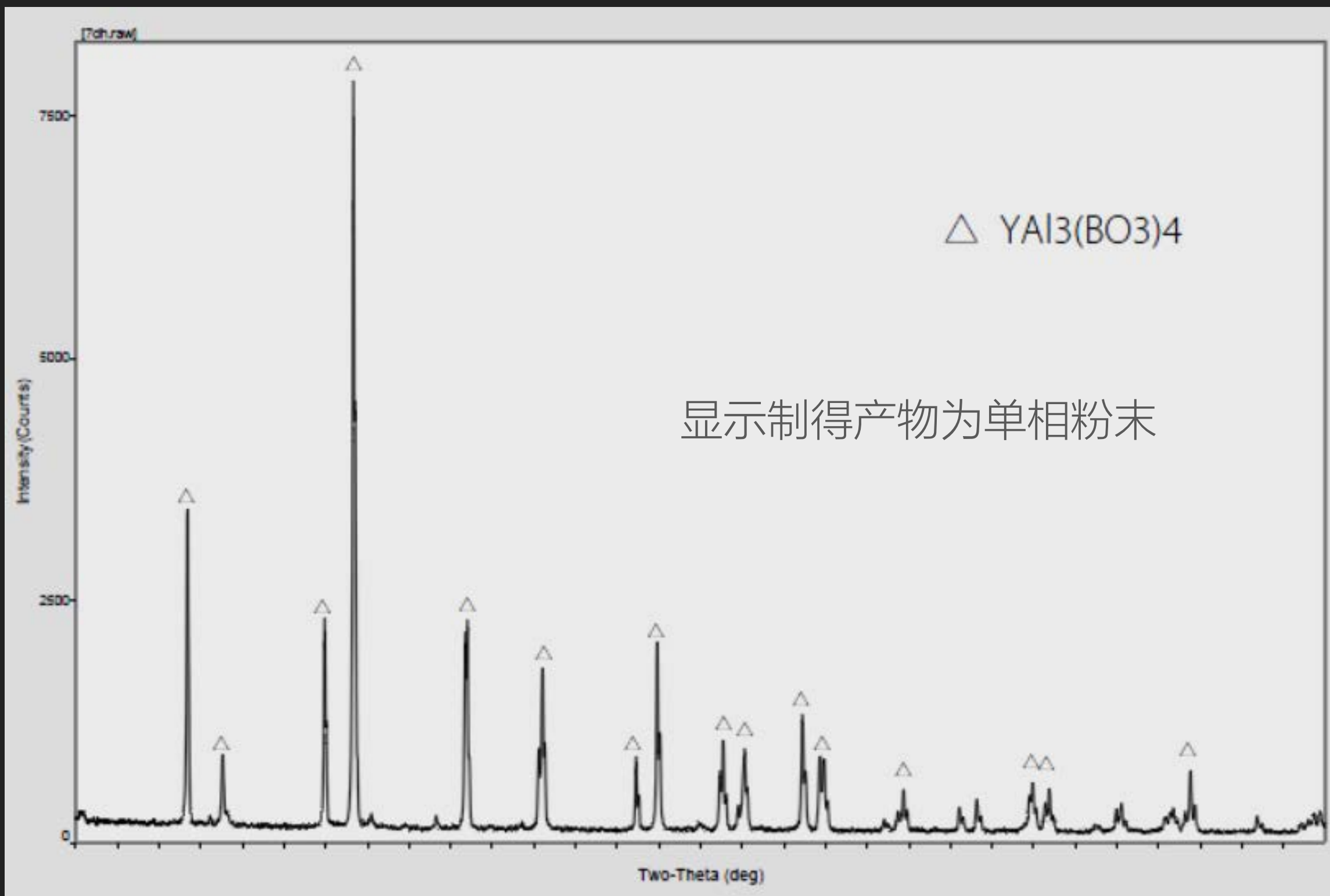


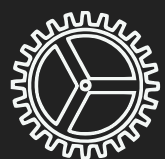


实验结果与分析

元素含量影响

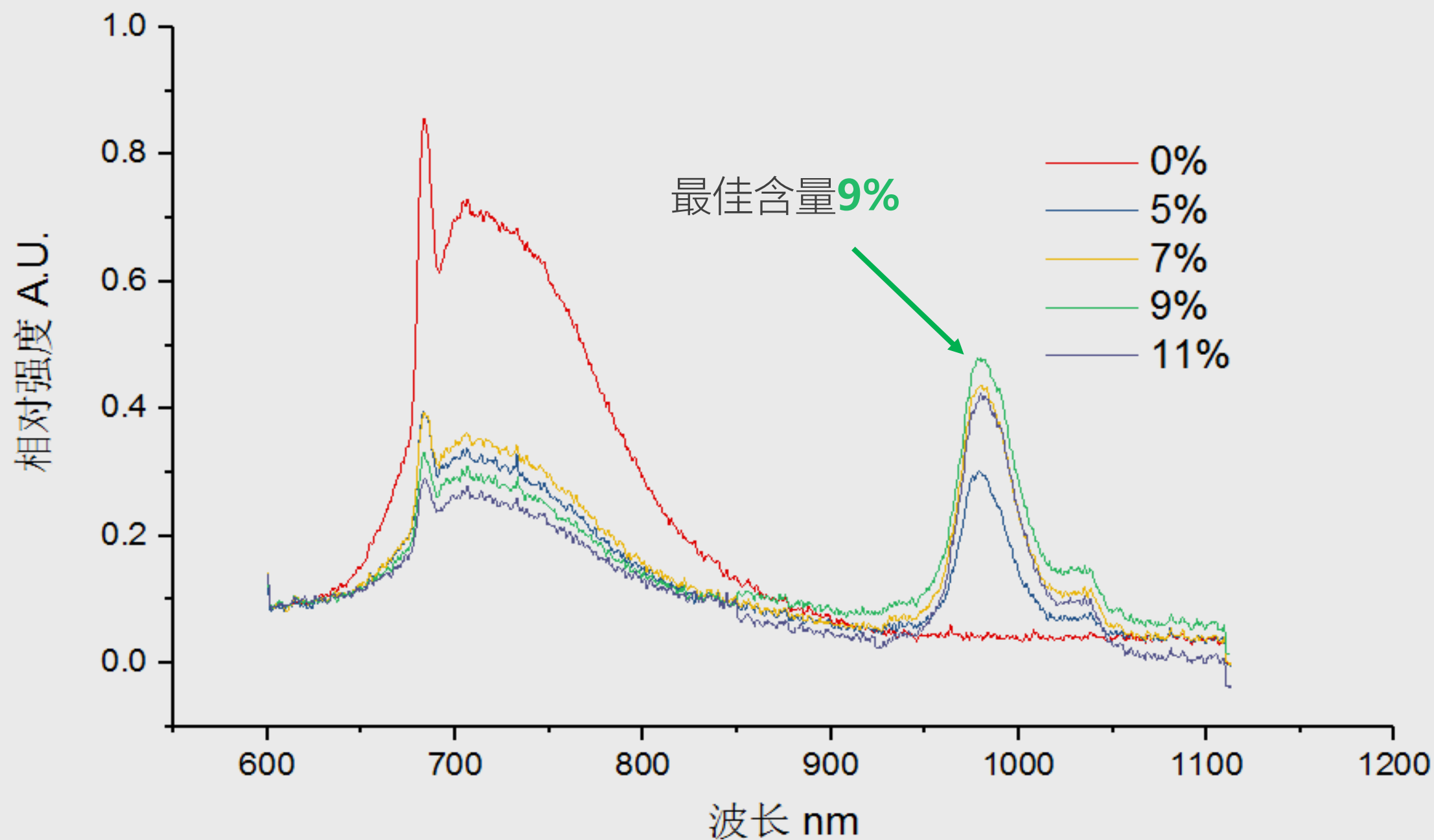
7%Cr的YAB:Cr荧光粉XRD图谱

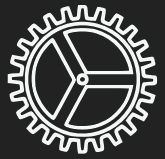




Yb含量影响

7%Cr, 不同含量Yb产物的发射光谱

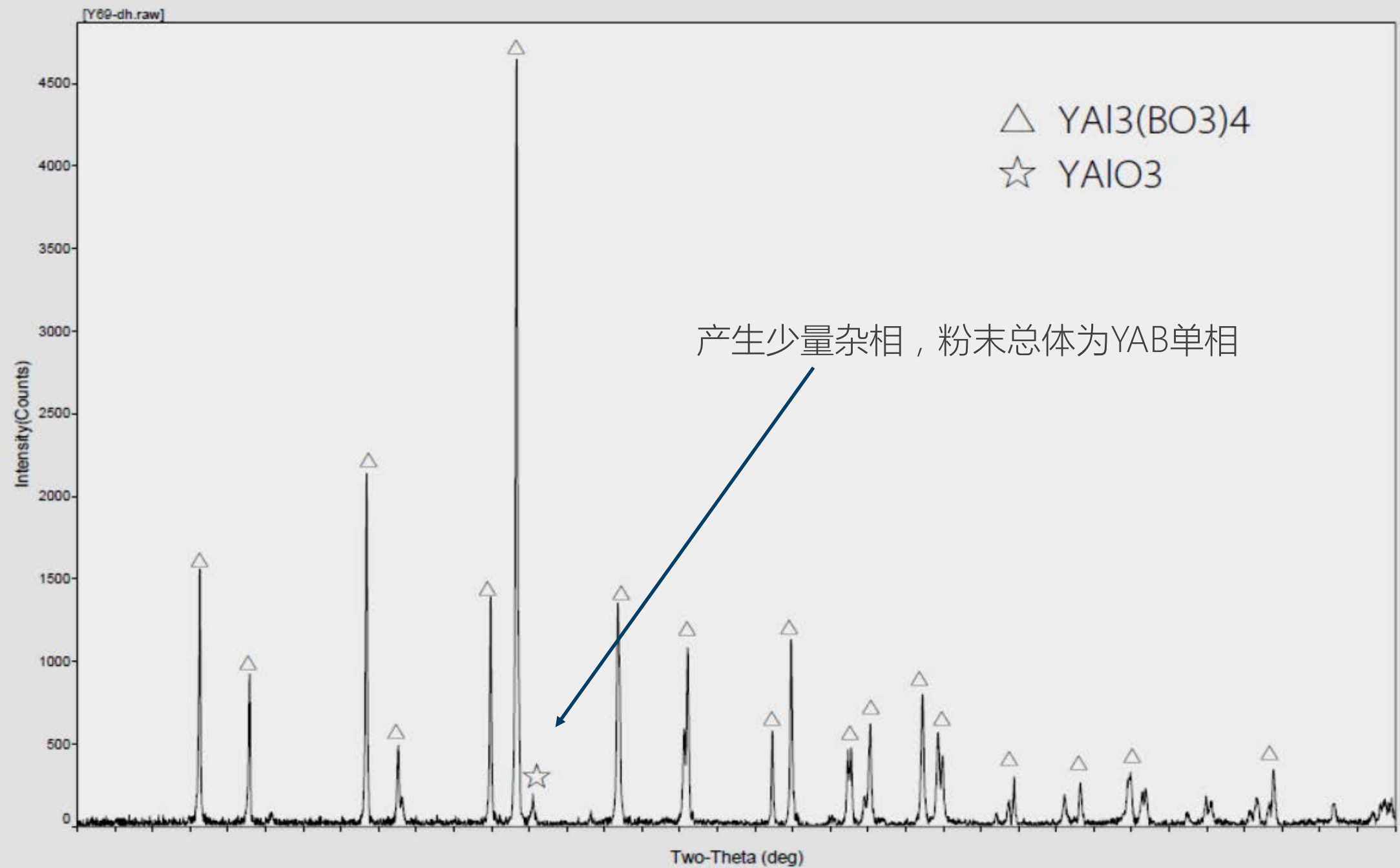


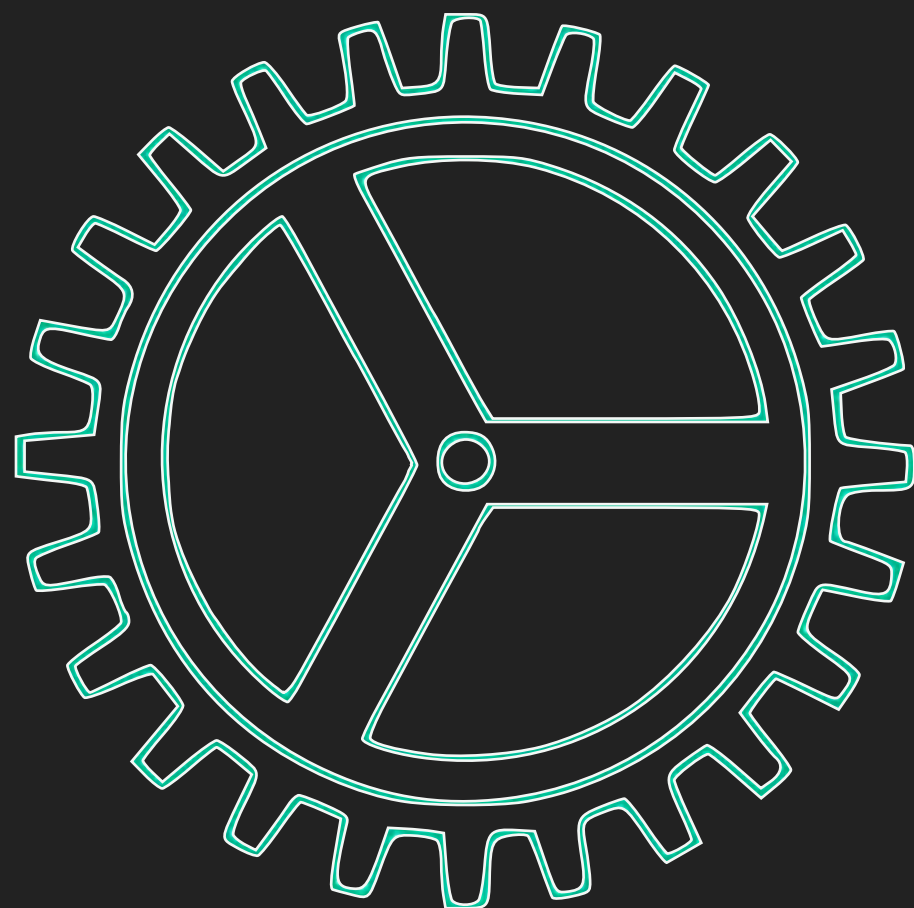


实验结果与分析

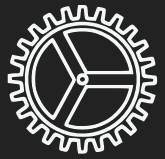
元素含量影响

7%Cr, 9%Yb的YAB:Cr,Yb荧光粉XRD图谱

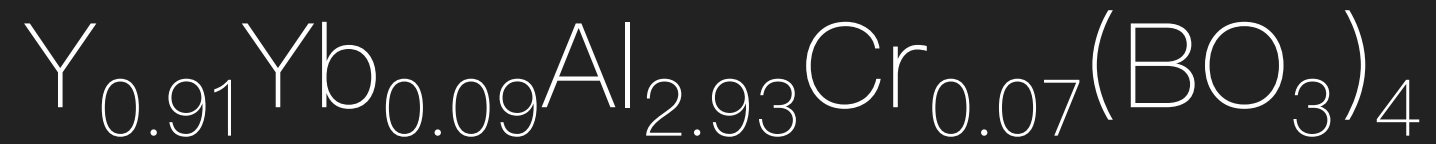




实验结论



实验结论



7% Cr

9% Yb

最佳制备条件

化学成分

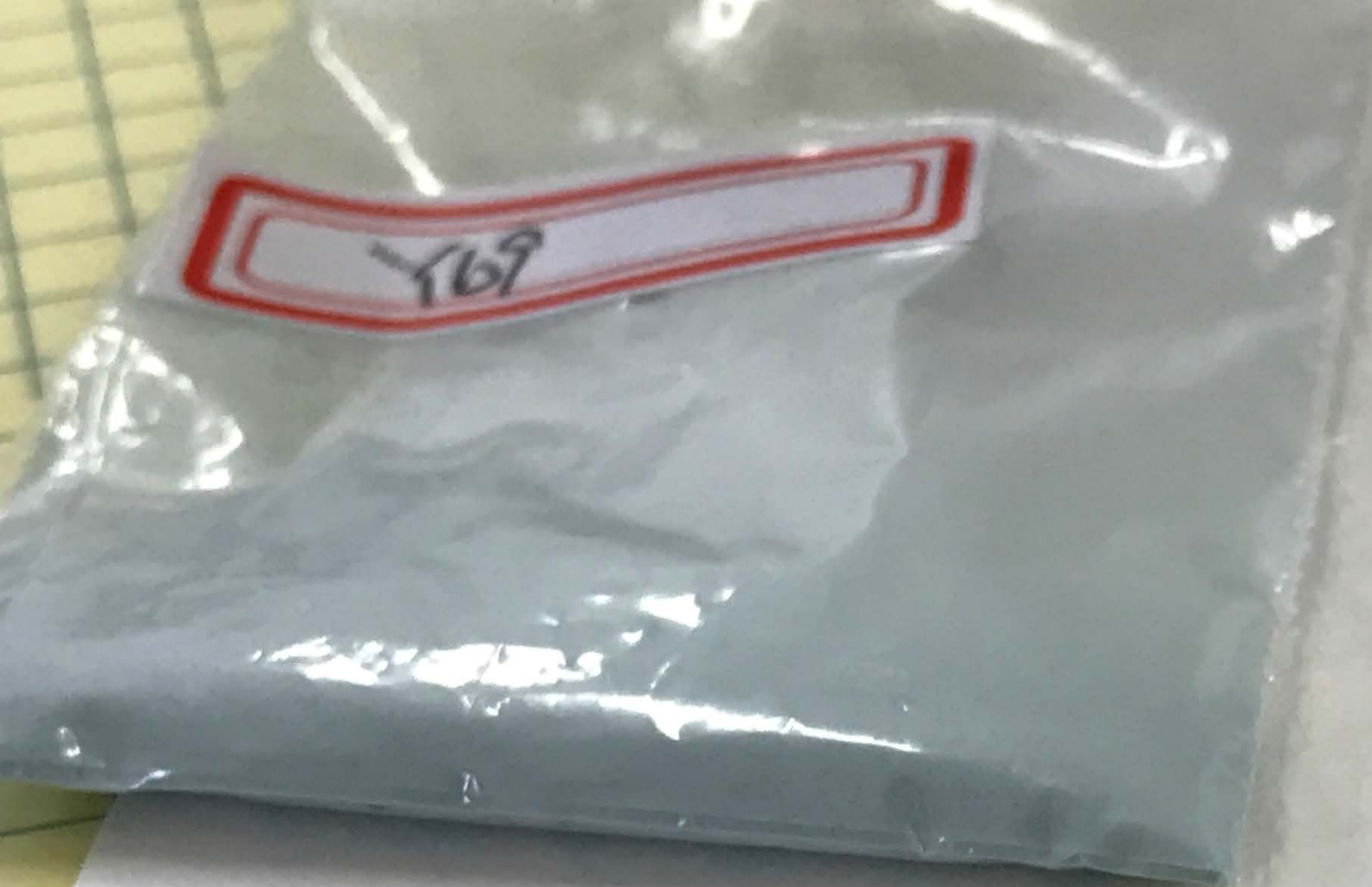
7at% Cr, 9%Yb, 140%硼酸

制备工艺

500°C预烧结3小时, 二次研磨

1250摄氏度烧结10小时, 水洗





Yb





实验结论

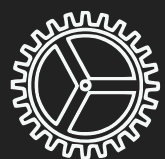
内量子效率

91.2%

蓝光吸收率

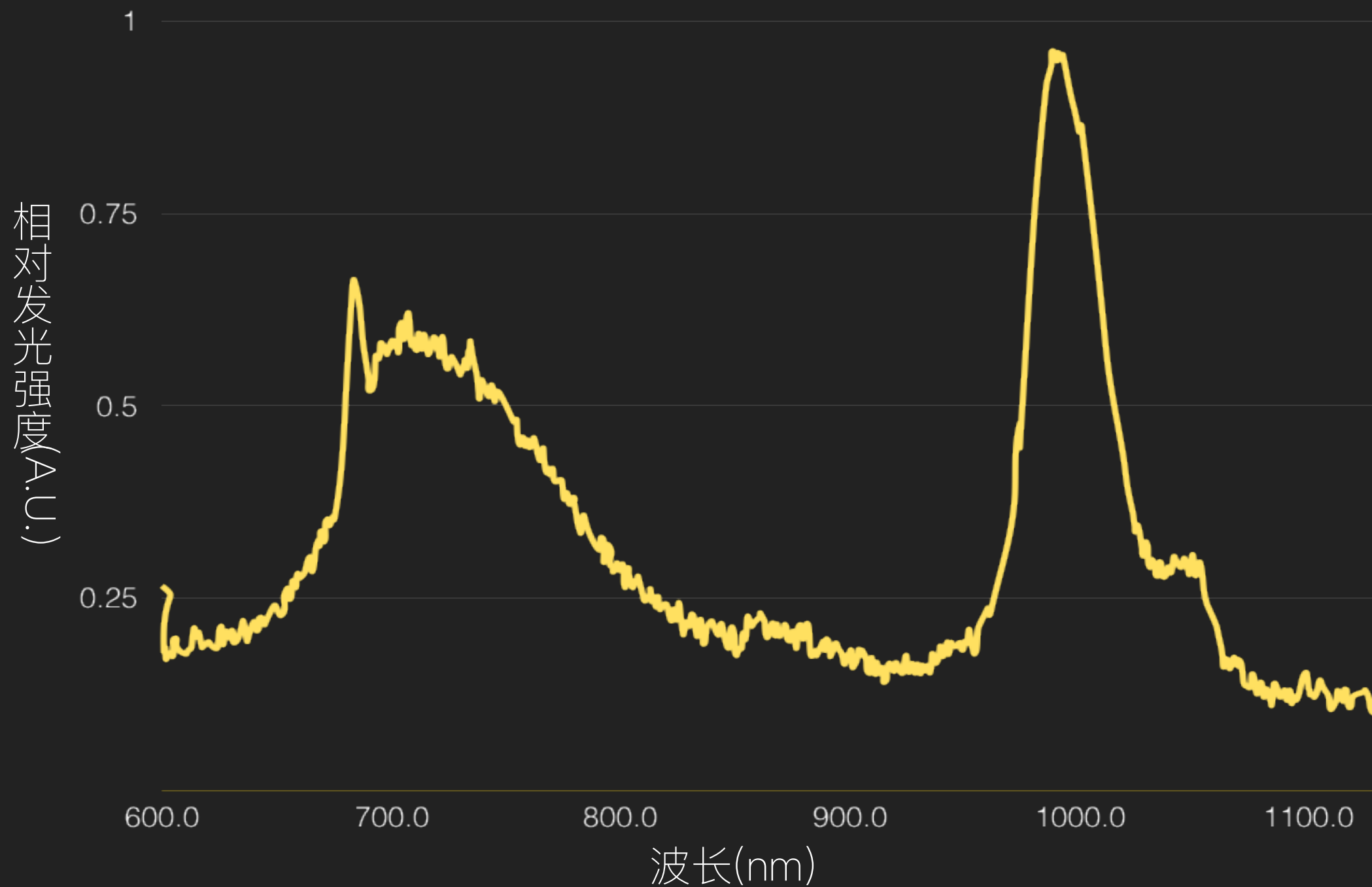
47.7%





实验结论

YAB:0.07Cr,0.09Yb荧光粉发射光谱



Thank you