



УКРАЇНА

(19) UA (11) 21281 (13) A(51) 6 H 01 J 29/22ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДбез проведення експертизи по суті
на підставі Постанови Верховної Ради України
№ 3769-XII від 23.XII. 1993 р.Публікується
в редакції заявника

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ЛЮМІНЕСЦЕНТНОГО ЕКРАНА ПРОЕКЦІЙНОГО КІНЕСКОПА

1

2

(21) 93005130

(22) 17.03.93

(24) 04.11.97

(46) 27.02.98. Бюл. № 1

(47) 04.11.97

(56) Патент Англії № 986636, опубл.
17.03.65.(72) Герасимович Зіновія Миколаївна, Гав-
рилів Віра Дмитрівна, Галас Оксана Мико-
лаївна, Опайнич Михайло Дмитрович, Пігрук
Володимир Володимирович, Солтис Михай-
ло Миколайович, Шарабун Стефанія Сте-
фанівна, Яремко Зіновія Михайлович(73) Відкрите акціонерне товариство
"Кінескоп", Львівський державний
університет ім. І.Франка(57) 1. Спосіб изготовления люминесцент-
ного екрана проекционного кинескопа,
включающий осаждение люминофора из

суспензии в водном растворе силиката ка-
лия, закрепление люминофорного слоя за-
крепляющей смесью, о т л и ч а ю щ и й с я
тем, что осаждение люминофора проводят
из фракционированной суспензии со сред-
ним размером частиц 6,5-7,0 мкм и фракци-
онным распределением 5,0-9,0 мкм в
0,10-0,15% водном растворе силиката калия,
а закрепление сформированного покрытия к
поверхности подложки проводят закрепля-
ющей смесью с рН, равным 11,2-11,4.

2. Спосіб по п.1, о т л и ч а ю щ и й с я
тем, что при закреплении в систему вводят
щелочной раствор коагулятора нитрата
стронция, получаемый при смешивании 0,6-
0,8% водного раствора силиката калия и
0,03-0,05% водного раствора нитрата строн-
ция.

Изобретение относится к электронным
вакуумным приборам, а именно к способам
изготовления люминесцентных экранов
проекционных кинескопов, в частности к
получению однородных, высокопрочных по-
крытий методом осаждения люминофора из
фракционированной суспензии и последую-
щим закреплением люминофорного слоя за-
крепляющей смесью.

Известен способ изготовления люми-
несцентных экранов методом осаждения,
заключающийся в осаждении люминофор-
ных частиц на дно колбы электронно-луче-

вой трубки из суспензии, содержащей люми-
нофор, силикат калия, азотнокислый строн-
ций и воду [Шехмейстер Е.И. Общая
технология электровакуумного производст-
ва.- М.: Высшая школа, 1984, с. 120].

Недостаток описанного способа состоит
в том, что присутствие в суспензии нитрата
стронция способствует агрегации частиц
люминофора и получаемые люминесцент-
ные покрытия характеризуются неравно-
мерной, рыхлой структурой, невысокой
разрешающей способностью и плотностью
упаковки частиц.

(19) UA (11) 21281 (13) A

Известен также способ изготовления люминесцентного экрана, включающий ультразвуковую обработку люминофора в водном растворе силиката натрия, последующее отделение люминофора от жидкой фазы, его высушивание и осаждение из суспензии в водном растворе коагулятора — азотнокислой или уксуснокислой соли бария или стронция [Авт. св. СССР № 744779, кл. Н 01 J 9/22, опублик. 30.06.80].

Недостатком этого способа является использование нефракционированного люминофора, суспензии которого характеризуются полидисперсностью и широким фракционным распределением, что способствует процессу агрегации частиц. Осаждение агрегированного люминофора из водного раствора коагулятора в свою очередь усугубляет агрегацию частиц и на поверхность подложки переходят крупные конгломераторы, а получаемое люминофорное покрытие характеризуется низкой плотностью и прочностью сцепления частиц между собой и с твердой поверхностью.

Наиболее близким к предлагаемому техническому решению является способ получения люминесцентного слоя методом осаждения нефракционированного люминофора на подложку из суспензии в 0,0035% растворе силиката калия. После осаждения порошка, через капиллярную трубку, погружаемую в осветленный раствор, вводят закрепляющую смесь, состоящую из 0,12% раствора силиката калия, 0,16% раствора коагулятора нитрата бария и 0,1 н. раствора соляной кислоты pH которой составляет 9,1 [Патент Англии № 986636, кл. C 4/C 09 K/, опублик. 17.03.65, прототип].

Недостаток этого способа состоит в том, что используются нефракционированные суспензии, имеющие широкое фракционное распределение частиц и множество конгломераторов. Поэтому, получаемые из таких суспензий покрытия характеризуются неравномерной, рыхлой структурой. В таких покрытиях имеется слабая связь между частицами за счет использования нефракционированного люминофора, имеющего множество конгломераторов, а также за счет его осаждения из раствора, содержащего незначительное количество связующего вещества — силиката калия. В результате этого происходит нарушение слоя люминофора при приливании закрепляющей смеси. Введение в систему коагулятора незначительно повышает адгезионную прочность сформированного в неоптимальных технологических условиях люминофорного покрытия. В случае низкой адгезионной прочности наблюдается отрыв отдельных частиц люмино-

фора при сливании раствора коагулятора, что приводит к дефектам покрытия. Все это сказывается на светотехнических параметрах люминесцентных экранов получаемых ЭЛП, в частности на разрешающей способности, светоотдаче и приводит к сокращению срока службы приборов.

В заявляемом способе изготовления люминесцентного экрана проекционного кинескопа, включающем осаждение люминофора из суспензии в водном растворе силиката натрия, закрепление люминофорного слоя закрепляющей смесью, согласно изобретению осаждение люминофора проводят из фракционированной суспензии со средним размером частиц 6,5-7,0 мкм и фракционным распределением 5,0-9,0 мкм в 0,10-0,15% водном растворе силиката калия, а закрепление сформированного покрытия к поверхности подложки проводят закрепляющей смесью с pH равным 11,2-11,4, причем при закреплении в систему вводят щелочной раствор коагулятора нитрата стронция, получаемый при смешивании 0,6-0,8% водного раствора силиката калия и 0,03-0,05% водного раствора нитрата стронция.

Сопоставительный анализ показывает, что заявляемое решение отличается от известного тем, что осаждение люминофора проводят из фракционированной суспензии со средним размером частиц 6,5-7,0 мкм и фракционным распределением 5,0-9,0 мкм в 0,10-0,15% водном растворе силиката калия, а закрепление сформированного покрытия к поверхности подложки проводят закрепляющей смесью с pH равным 11,2-11,4, причем при закреплении в систему вводят щелочной раствор коагулятора нитрата стронция, получаемый при смешивании 0,6-0,8% водного раствора силиката калия и 0,03-0,05% водного раствора нитрата стронция.

Сопоставительный анализ показывает, что заявляемое решение отличается от известного тем, что осаждение люминофора проводят из фракционированной суспензии со средним размером частиц 6,5-7,0 мкм и фракционным распределением 5,0-9,0 мкм в 0,10-0,15% водном растворе силиката калия, а закрепление сформированного покрытия к поверхности подложки проводят закрепляющей смесью с pH равным 11,2-11,4, причем при закреплении в систему вводят щелочной раствор коагулятора нитрата стронция, получаемый при смешивании 0,6-0,8% водного раствора силиката калия и 0,03-0,05% водного раствора нитрата стронция.

Таким образом, заявляемый способ соответствует критерию изобретения "новизна".

Сравнение заявляемого решения не только с прототипом, но и с другими техническими решениями в данной области техники не позволило выявить в них признаки, отличающие заявляемое решение от прототипа, что позволяет сделать вывод о соответствии критерию "существенные отличия".

Использование для нанесения люминесцентных покрытий фракционированной суспензии со средним размером частиц 6,5-7,0 мкм и фракционным распределением 5,0-9,0 мкм позволяет получать однородные, равномерные и плотные покрытия. Более широкое фракционное распределение (наличие частиц меньших, чем 5 мкм и больших, чем 9 мкм) способствует образованию конгломератов и ухудшает плотность упаковки частиц.

Осаждение на поверхность подложки фракции со средним размером частиц менее 6,5 мкм уменьшает яркость свечения получаемого экрана, а при осаждении фракции со средним размером частиц более 7,0 мкм формируется неравномерное, рыхлое покрытие с низкой светоотдачей.

Введение в фракционированную суспензию силиката калия в процессе ее осаждения на подложку в количестве ниже 0,1% уменьшает сцепление люминофорных частиц с подложкой. Повышение концентрации силиката калия выше 0,15% приводит к укрупнению суспензии и расширению ее фракционного распределения, что отрицательно сказывается на структуре и плотности получаемого люминесцентного покрытия.

Введение в систему после формирования люминесцентного покрытия щелочного раствора коагулятора, получаемого при смешивании 0,6-0,8% водного раствора силиката калия и 0,03-0,05% водного раствора нитрата стронция является оптимальным и обеспечивает высокую адгезионную прочность люминесцентного покрытия.

Эффект повышения прочности сцепления люминофорных частиц с подложкой, обеспечение высокой адгезионной прочности и качества покрытий достигается за счет повышения в щелочной среде с pH равным 11,2-11,4 степени ионизации силиката калия и поверхностных групп стеклянной подложки.

Таким образом, осаждение на подложку люминофорной фракции со средним размером частиц 6,5-7,0 мкм и фракционным распределением 5,0-9,0 мкм из 0,10-0,15% водного раствора силиката калия и закрепление сформированного люминофорного слоя щелочным раствором коагулятора с pH равным 11,2-11,4, получаемым при смешива-

нии 0,6-0,8% раствора силиката калия и 0,03-0,05% раствора нитрата стронция, дает возможность получить однородные, плотные покрытия, обладающие высокой адгезионной прочностью, что соответствует критерию "существенные отличия".

Способ был опробован при нанесении люминесцентных покрытий ЭЛТ с диаметром 50 мм.

Примеры конкретной реализации способа.

Пример 1. 1 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$) смешивают с 7 мл дистиллированной воды и 12 мл 0,5 фракционированной суспензии люминофора $ZnS : Ag$ со средним размером частиц 6,5 мкм. Полученную смесь заливают в оболочку с диаметром 50 мкм. Люминофорные частицы осаждают на стеклянную поверхность в гравитационном поле в течении 1,5 часа. Сформированное люминофорное покрытие закрепляют в щелочной среде, с pH равным 11,2, добавляя в систему смесь нитрата стронция и силиката калия, получаемую при смешивании 6 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$), 0,4 мл 1,6% раствора нитрата стронция и 13,6 мл дистиллированной воды. Через 30 минут происходит закрепление слоя люминофора. Жидкость сливают, а люминофорное покрытие высушивают. Удельная навеска полученного покрытия составляет 4,0 мг/см².

Пример 2. 1,25 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$) смешивают с 8,75 мл дистиллированной воды и 10 мл 0,5% фракционированной суспензии люминофора $Y_2O_3:Eu$ со средним размером частиц 6,6 мкм. Полученную смесь заливают в оболочку диаметром 50 мм. Люминофорные частицы осаждают на стеклянную поверхность в гравитационном поле в течение 1,5 часа. Сформированное люминофорное покрытие закрепляют в щелочной среде с pH равным 11,3, добавляя в систему смесь нитрата стронция и силиката калия, полученную при смешивании 7 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$), 0,5 мл 1,6% раствора нитрата стронция и 12,5 мл дистиллированной воды. Через 30 мин. происходит закрепление слоя люминофора. Жидкость сливают, а люминофорное покрытие высушивают. Удельная навеска полученного покрытия составляет 3,5 мг/см².

Пример 3. 1,5 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$) смешивают с 6,5 мл дистиллированной воды и 12 мл 1,5% фракционированной суспензии люминофора $Gd_2O_3:Sb$ со средним размером частиц 6,7 мкм. Полученную смесь заливают в оболочку диаметром 50 мм. Люминофорные частицы осаждают на стеклянную подложку в грави-

тационном поле в течение 1,5 часа. Сформированное люминофорное покрытие закрепляют в щелочной среде с pH равным 11,4, добавляя в систему смесь нитрата стронция и силиката калия, полученную при смешивании 8 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$), 0,6 мл 1,6% раствора нитрата стронция и 11,4 мл дистиллированной воды. Через 30 минут происходит закрепление слоя люминофора. Жидкость сливают, а люминофорное покрытие высушивают. Удельная навеска полученного покрытия составляет 12 мг/см².

Пример 4. 1,5 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$) смешивают с 6,5 мл дистиллированной воды и 12 мл 0,5% фракционированной суспензии люминофора ZnS:Ag со средним размером частиц 6,5 мкм. Полученную смесь заливают в оболочку с диаметром 50 мм. Люминофорные частицы осаждают на стеклянную поверхность в гравитационном поле в течение 1,5 часа. Сформированное люминофорное покрытие закрепляют в щелочной среде с pH равным 11,4, добавляя в систему смесь нитрата стронция и силиката калия, полученную при смешивании 8 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$), 0,6 мл 1,6% раствора нитрата стронция и 11,4 мл дистиллированной воды. Через 30 минут происходит закрепление слоя люминофора. Жидкость сливают, а люминофорное покрытие высушивают. Удельная навеска полученного покрытия составляет 4,0 мг/см².

Пример 5. 1,5 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$) смешивают с 8,5 мл дистиллированной воды и 10 мл 0,5% фракционированной суспензии люминофора Y₂O₃:Eu со средним размером частиц 6,6 мкм.

Полученную смесь заливают в оболочку с диаметром 50 мм. Люминофорные частицы осаждают на стеклянную поверхность в гравитационном поле в течение 1,5 часа. Сформированное люминофорное покрытие закрепляют в щелочной среде с pH равным 11,4, добавляя в систему смесь нитрата стронция и силиката калия, полученную при смешивании 8 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$), 0,6 мл 1,6% раствора нитрата стронция и 11,4 мл дистиллированной воды. Через 30 мин происходит закрепление слоя люминофора. Жидкость сливают, а люминофорное покрытие высушивают. Удельная навеска полученного покрытия составляет 3,5 мг/см².

Пример 6. 1 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,66$) смешивают с 7 мл дистиллированной воды и 12 мл 1,5% фракционированной суспензии люминофора Cd₂O₂S:Tb со средним диаметром частиц 6,7 мкм. Полученную смесь заливают в оболочку диаметром 50 мм. Люминофорные частицы осаждают на стеклянную подложку в гравитационном поле в течение 1,5 часа. Сформированное люминофорное покрытие закрепляют в щелочной среде с pH равным 11,2, добавляя в систему смесь нитрата стронция и силиката калия, полученную при смешивании 6 мл 2% раствора силиката калия ($M = 1,55$), 0,4 мл 1,6% раствора нитрата стронция и 13,6 мл дистиллированной воды. Через 30 минут происходит закрепление слоя люминофоров. Жидкость сливают, а люминофорное покрытие высушивают. Удельная навеска полученного покрытия составляет 12 мг/см².

Сравнительные технические характеристики экранов приведены в таблице.

№ экрана	Условия получения экрана	Природа люминофора	Величина "мокрой" адгезии, %
317	Получен по известному способу	ZnS:Ag	20
321	Получен по предлагаемому способу	ZnS:Ag	84
a51	Получен по известному способу	Y ₂ O ₃ :Eu	16
a33	Получен по предлагаемому способу	Y ₂ O ₃ :Eu	72
a91	Получен по известному способу	Gd ₂ O ₂ S:Tb	18
305	Получен по предлагаемому способу	Gd ₂ O ₂ S:Tb	80

Упорядник

Техред М.Келемеш

Корректор М. Куль

Замовлення 4427

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101