



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104342131 A

(43) 申请公布日 2015. 02. 11

(21) 申请号 201310348184. 6

(22) 申请日 2013. 08. 09

(71) 申请人 海洋王照明科技股份有限公司

地址 518000 广东省深圳市南山区南海大道  
海王大厦 A 座 22 层

申请人 深圳市海洋王照明技术有限公司  
深圳市海洋王照明工程有限公司

(72) 发明人 周明杰 陈吉星 王平 冯小明

(74) 专利代理机构 广州三环专利代理有限公司  
44202

代理人 郝传鑫 熊永强

(51) Int. Cl.

C09K 11/64 (2006. 01)

H01L 51/54 (2006. 01)

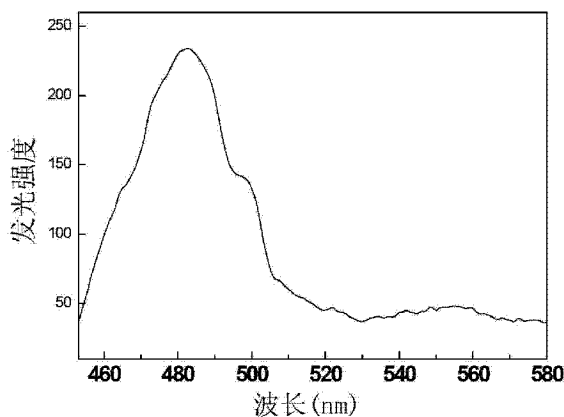
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料及其制备方法和有机发光二极管

(57) 摘要

本发明提供了一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料,其化学式为  $aMS-bAl_2S_3-cSiS_2: xDy^{3+}$ , 其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba, 0.2 \leq a \leq 0.5, 0.22 \leq b \leq 0.39, 0.1 \leq c \leq 0.5, 0.01 \leq x \leq 0.08$ 。该镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料可由红外至绿光的长波辐射激发,在 482nm 波长区由  $Dy^{3+}$  离子  $^4F_{9/2} \rightarrow ^6F_{15/2}$  的跃迁辐射形成发射峰,可作为蓝光发光材料。本发明还提供了该镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法以及使用该镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的有机发光二极管。



1. 一种镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料,其特征在于,其化学式为  $aMS-bAl_2S_3-cSiS_2 : xDy^{3+}$ , 其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba$ ,  $0.2 \leq a \leq 0.5$ ,  $0.22 \leq b \leq 0.39$ ,  $0.1 \leq c \leq 0.5$ ,  $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

2. 如权利要求 1 所述的镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料,其特征在于,所述  $x$  为 0.04。

3. 如权利要求 1 所述的镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料,其特征在于,所述  $a$  为 0.3,  $b$  为 0.26,  $c$  为 0.4。

4. 一种镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)根据摩尔比  $a : b : c : 0.5x$  称取  $MS, Al_2S_3, SiS$  和  $Dy_2S_3$  粉体,其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba$ ,  $0.2 \leq a \leq 0.5$ ,  $0.22 \leq b \leq 0.39$ ,  $0.1 \leq c \leq 0.5$ ,  $0.01 \leq x \leq 0.08$ ;

(2)将步骤(1)中称取的粉体溶于硫化氢、硫化氢铵或硫化铵水溶液中,然后蒸干得到结晶物;

(3)将步骤(2)中所得的结晶物溶于蒸馏水或蒸馏水与无水乙醇的混合溶剂中得到混合溶液,再加入氨水调节混合溶液的 PH 值至 7.5 ~ 10;

(4)将(3)中的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 150 ~ 500°C 下保温 2 ~ 10h,得到固体粉末,所述固体粉末即为镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料,其化学式为  $aMS-bAl_2S_3-cSiS_2 : xDy^{3+}$ , 其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba$ ,  $0.2 \leq a \leq 0.5$ ,  $0.22 \leq b \leq 0.39$ ,  $0.1 \leq c \leq 0.5$ ,  $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

5. 如权利要求 4 所述的镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,其特征在于,所述  $x$  为 0.04。

6. 如权利要求 4 所述的镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,其特征在于,所述  $a$  为 0.3,  $b$  为 0.26,  $c$  为 0.4。

7. 如权利要求 4 所述的镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中调节所述混合溶液的 PH 值至 8。

8. 如权利要求 4 所述的镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,其特征在于,步骤(4)中,所述混合溶液在不锈钢反应釜中,在 300°C 下保温 3h。

9. 如权利要求 4 所述的镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,其特征在于,步骤(4)进一步包括,将所述固体粉末用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤后,并于 60 ~ 100°C 下蒸干。

10. 一种有机发光二极管,该有机发光二极管包括依次层叠的基板、阴极、有机发光层、透明阳极以及透明封装层,其特征在于,所述透明封装层中分散有镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料,其化学式为  $aMS-bAl_2S_3-cSiS_2 : xDy^{3+}$ , 其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba$ ,  $0.2 \leq a \leq 0.5$ ,  $0.22 \leq b \leq 0.39$ ,  $0.1 \leq c \leq 0.5$ ,  $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

## 一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料及其制备方法和有机发光二极管

### 技术领域

[0001] 本发明属于半导体光电材料领域,具体涉及一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料及其制备方法和有机发光二极管。

### 背景技术

[0002] 有机发光二极管(OLED)是一种以有机材料为发光材料,能把施加的电能转化为光能的能量转化装置。它具有超轻薄、自发光、响应快、低功耗等突出性能,在显示、照明等领域有着极为广泛的应用前景。但由于目前得到稳定高效的 OLED 蓝光材料比较困难,极大的限制了白光 OLED 器件及光源行业的发展。

[0003] 上转换荧光材料能够在长波(如红外)辐射激发下发射出可见光,甚至紫外光,在光纤通讯技术、纤维放大器、三维立体显示、生物分子荧光标识、红外辐射探测等领域具有广泛的应用前景。但是,可由红外,红绿光等长波辐射激发出蓝光发射的镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料,仍未见报道。

### 发明内容

[0004] 有鉴于此,本发明提供了一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料及其制备方法和有机发光二极管。本发明提供的镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料可由红绿光长波辐射激发出蓝光短波发光,从而弥补目前蓝光发光材料的不足。

[0005] 第一方面,本发明提供了一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料,其化学式为  $aMS-bAl_2S_3-cSiS_2 : xDy^{3+}$ , 其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba, 0.2 \leq a \leq 0.5, 0.22 \leq b \leq 0.39, 0.1 \leq c \leq 0.5, 0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0006] 优选地,所述  $x$  为 0.04。

[0007] 优选地,所述  $a$  为 0.3,  $b$  为 0.26,  $c$  为 0.4。

[0008] 硫代铝硅酸盐基质具有较宽的辐射吸收能级,因此可以诱发更强的波段辐射;而  $Dy^{3+}$  离子发生  ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^6F_{15/2}$  的跃迁辐射形成 482nm 波长区的发射峰,从而提供了白光器件所需要的蓝色光。

[0009] 第二方面,本发明提供了一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0010] (1) 根据摩尔比  $a : b : c : 0.5x$  称取  $MS, Al_2S_3, SiS$  和  $Dy_2S_3$  粉体,其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba, 0.2 \leq a \leq 0.5, 0.22 \leq b \leq 0.39, 0.1 \leq c \leq 0.5, 0.01 \leq x \leq 0.08$ ;

[0011] (2) 将步骤(1)中称取的粉体溶于硫化氢、硫化氢铵或硫化铵水溶液中,然后蒸干得到结晶物;

[0012] (3) 将步骤(2)中所得的结晶物溶于蒸馏水或蒸馏水与无水乙醇的混合溶剂中得到混合溶液,再加入氨水调节混合溶液的 PH 值至 7.5 ~ 10;

[0013] (4) 将(3)中的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 150 ~

500℃下保温 2 ~ 10h, 得到固体粉末, 所述固体粉末即为镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料, 其化学式为  $aMS-bAl_2S_3-cSiS_2 : xDy^{3+}$ , 其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba$ ,  $0.2 \leq a \leq 0.5$ ,  $0.22 \leq b \leq 0.39$ ,  $0.1 \leq c \leq 0.5$ ,  $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0014] 优选地, 所述  $x$  为 0.04。

[0015] 优选地, 所述  $a$  为 0.3,  $b$  为 0.26,  $c$  为 0.4。

[0016] 本发明采用水热法制备镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料, 其中, 步骤(2)是将称取的  $MS$ ,  $Al_2S_3$ ,  $SiS$  和  $Dy_2S_3$  粉体分散溶解, 使各粉体物质以离子状态均匀混合, 再形成结晶物的过程。步骤(3)中, 在  $PH$  为 7.5 ~ 10 的条件下, 混合溶液中的离子开始沉淀。步骤(4)中, 在不锈钢反应釜中, 蒸馏水或蒸馏水与无水乙醇的混合溶剂作为水热介质, 在 150 ~ 500℃下保温 2 ~ 10h, 混合溶液中的离子完全沉淀并形成结晶体, 最后形成固体粉末, 即镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料。

[0017] 优选地, 所述步骤(3)中调节所述混合溶液的  $PH$  值至 8。

[0018] 优选地, 步骤(4)中, 所述混合溶液在不锈钢反应釜中, 在 300℃下保温 3h。

[0019] 优选地, 步骤(4)进一步包括, 将所述固体粉末用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤后, 并于 60 ~ 100℃下蒸干。

[0020] 第三方面, 本发明提供了一种有机发光二极管, 该有机发光二极管包括依次层叠的基板、阴极、有机发光层、透明阳极以及透明封装层, 所述透明封装层中分散有镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料, 其化学式为  $aMS-bAl_2S_3-cSiS_2 : xDy^{3+}$ , 其中,  $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba$ ,  $0.2 \leq a \leq 0.5$ ,  $0.22 \leq b \leq 0.39$ ,  $0.1 \leq c \leq 0.5$ ,  $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0021] 镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料可由红外至绿光的长波辐射激发, 得在 482nm 波长区由  $Dy^{3+}$  离子  ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^6F_{15/2}$  的跃迁辐射形成发射峰, 即可得到白光有机发光二极管所需要的蓝色光。

[0022] 综上, 本发明提供的镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料可由红外至绿光的长波辐射激发出蓝光短波发光, 在 482nm 波长区由  $Dy^{3+}$  离子  ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^6F_{15/2}$  的跃迁辐射形成发射峰, 可作为蓝光发光材料, 从而弥补目前蓝光发光材料的不足, 促进白光 OLED 器件的发展。本发明提供的镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法, 具有反应条件相对温和、合成温度低、产物粒度和形貌可控等优点, 制备的镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料粉体结晶完好, 不需要研磨, 无团聚, 分散性好。且本发明制备工艺易于控制, 有利于器件的工业化生产, 以及加工成本低廉, 具有极为广阔的商业化发展前景。

## 附图说明

[0023] 下面将结合附图及实施例对本发明作进一步说明, 附图中:

[0024] 图 1 为本发明实施例 1 的镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的光致发光光谱;

[0025] 图 2 为本发明实施例 1 的镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的拉曼光谱图;

[0026] 图 3 为本发明实施例 13 中有机发光二极管的结构示意图。

## 具体实施方式

[0027] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白, 以下结合附图及实施例, 对本发明进行进一步详细说明。应当理解, 此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明, 并

不用于限定本发明。

[0028] 实施例 1

[0029] 一种镉掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,步骤包括:

[0030] (1) 称取  $\text{MgS}$ ,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ ,  $\text{SiS}$  和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体,分别为 0.3mmol,0.26mmol,0.4mmol,0.02mmol;

[0031] (2) 将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中,然后蒸干得到结晶物;再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液,并在混合溶液中加入氨水,调节 PH 值到 8;

[0032] (3) 将 PH 为 8 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 300℃ 保温 3h,得到固体粉末,再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤,100℃ 下蒸干,得到最终产物  $0.3\text{MgS}-0.26\text{Al}_2\text{S}_3-0.4\text{SiS}_2:0.04\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0033] 经光谱扫描获知,本实施例所得  $0.3\text{MgS}-0.26\text{Al}_2\text{S}_3-0.4\text{SiS}_2:0.04\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉的较佳激发波长为 796nm。图 1 是实施例 1 的  $0.3\text{MgS}-0.26\text{Al}_2\text{S}_3-0.4\text{SiS}_2:0.04\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉的光致发光光谱。图 1 显示,在激发波长 796nm 下,得到 482nm 的发光峰,该发射峰对应的是  $\text{Dy}^{3+}$  离子  ${}^4\text{F}_{9/2} \rightarrow {}^6\text{F}_{15/2}$  的跃迁辐射发光。

[0034] 图 2 为实施例 1 制备的镉掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的拉曼光谱图,图 2 中的拉曼峰所示为硫代铝硅酸盐特征峰,没有出现掺杂元素以及其它杂质的峰,说明镉掺杂元素与硫代铝硅酸盐基质材料形成了良好的键合。

[0035] 实施例 2

[0036] 一种镉掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,步骤包括:

[0037] (1) 称取  $\text{MgS}$ ,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ ,  $\text{SiS}$  和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体,分别为 0.5mmol,0.39mmol,0.1mmol,0.005mmol;

[0038] (2) 将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中,然后蒸干得到结晶物;再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液,并在混合溶液中加入氨水,调节 PH 值到 7.5;

[0039] (3) 将 PH 为 7.5 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 150℃ 保温 2h,得到固体粉末,再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤,100℃ 下蒸干,得到最终产物  $0.5\text{MgS}-0.39\text{Al}_2\text{S}_3-0.1\text{SiS}_2:0.01\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0040] 实施例 3

[0041] 一种镉掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,步骤包括:

[0042] (1) 称取  $\text{MgS}$ ,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ ,  $\text{SiS}$  和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体,分别为 0.2mmol,0.22mmol,0.5mmol,0.04mmol;

[0043] (2) 将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中,然后蒸干得到结晶物;再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液,并在混合溶液中加入氨水,调节 PH 值到 9;

[0044] (3) 将 PH 为 9 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 300℃ 保温 3h,得到固体粉末,再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤,100℃ 下蒸干,得到最终产物  $0.2\text{MgS}-0.22\text{Al}_2\text{S}_3-0.5\text{SiS}_2:0.08\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0045] 实施例 4

[0046] 一种镉掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,步骤包括:

[0047] (1) 称取  $\text{CaS}$ ,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ ,  $\text{SiS}$  和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体,分别为 0.3mmol,0.26mmol,0.4mmol,0.02mmol;

[0048] (2)将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中,然后蒸干得到结晶物;再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液,并在混合溶液中加入氨水,调节 PH 值到 10;

[0049] (3)将 PH 为 10 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 300℃ 保温 3h,得到固体粉末,再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤,100℃ 下蒸干,得到最终产物  $0.3\text{CaS}-0.26\text{Al}_2\text{S}_3-0.4\text{SiS}_2:0.04\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0050] 实施例 5

[0051] 一种镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,步骤包括:

[0052] (1)称取 CaS,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ , SiS 和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体,分别为 0.5mmol,0.39mmol,0.1mmol,0.005mmol;

[0053] (2)将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中,然后蒸干得到结晶物;再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液,并在混合溶液中加入氨水,调节 PH 值到 9.5;

[0054] (3)将 PH 为 9.5 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 150℃ 保温 2h,得到固体粉末,再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤,100℃ 下蒸干,得到最终产物  $0.5\text{CaS}-0.39\text{Al}_2\text{S}_3-0.1\text{SiS}_2:0.01\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0055] 实施例 6

[0056] 一种镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,步骤包括:

[0057] (1)称取 CaS,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ , SiS 和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体,分别为 0.2mmol,0.22mmol,0.5mmol,0.04mmol;

[0058] (2)将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中,然后蒸干得到结晶物;再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液,并在混合溶液中加入氨水,调节 PH 值到 8;

[0059] (3)将 PH 为 8 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 300℃ 保温 3h,得到固体粉末,再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤,100℃ 下蒸干,得到最终产物  $0.2\text{CaS}-0.22\text{Al}_2\text{S}_3-0.5\text{SiS}_2:0.08\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0060] 实施例 7

[0061] 一种镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,步骤包括:

[0062] (1)称取 SrS,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ , SiS 和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体,分别为 0.3mmol,0.26mmol,0.4mmol,0.02mmol;

[0063] (2)将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中,然后蒸干得到结晶物;再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液,并在混合溶液中加入氨水,调节 PH 值到 8;

[0064] (3)将 PH 为 8 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 300℃ 保温 3h,得到固体粉末,再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤,100℃ 下蒸干,得到最终产物  $0.3\text{SrS}-0.26\text{Al}_2\text{S}_3-0.4\text{SiS}_2:0.04\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0065] 实施例 8

[0066] 一种镝掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法,步骤包括:

[0067] (1)称取 SrS,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ , SiS 和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体,分别为 0.5mmol,0.39mmol,0.1mmol,0.005mmol;

[0068] (2)将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中,然后蒸干得到结晶物;再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液,并在混合溶液中加入氨水,调节 PH 值到 8;

[0069] (3)将 PH 为 8 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中,在 150℃

保温 2h, 得到固体粉末, 再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤, 90°C 下蒸干, 得到最终产物  $0.5\text{SrS}-0.39\text{Al}_2\text{S}_3-0.1\text{SiS}_2:0.01\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0070] 实施例 9

[0071] 一种镧掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法, 步骤包括:

[0072] (1) 称取 SrS,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ , SiS 和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体, 分别为 0.2mmol, 0.22mmol, 0.5mmol, 0.04mmol;

[0073] (2) 将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中, 然后蒸干得到结晶物; 再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液, 并在混合溶液中加入氨水, 调节 PH 值到 8;

[0074] (3) 将 PH 为 8 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中, 在 300°C 保温 3h, 得到固体粉末, 再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤, 80°C 下蒸干, 得到最终产物  $0.2\text{SrS}-0.22\text{Al}_2\text{S}_3-0.5\text{SiS}_2:0.08\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0075] 实施例 10

[0076] 一种镧掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法, 步骤包括:

[0077] (1) 称取 BaS,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ , SiS 和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体, 分别为 0.3mmol, 0.26mmol, 0.4mmol, 0.02mmol;

[0078] (2) 将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中, 然后蒸干得到结晶物; 再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液, 并在混合溶液中加入氨水, 调节 PH 值到 8;

[0079] (3) 将 PH 为 8 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中, 在 300°C 保温 3h, 得到固体粉末, 再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤, 100°C 下蒸干, 得到最终产物  $0.3\text{BaS}-0.26\text{Al}_2\text{S}_3-0.4\text{SiS}_2:0.04\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0080] 实施例 11

[0081] 一种镧掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法, 步骤包括:

[0082] (1) 称取 BaS,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ , SiS 和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体, 分别为 0.5mmol, 0.39mmol, 0.1mmol, 0.005mmol;

[0083] (2) 将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中, 然后蒸干得到结晶物; 再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液, 并在混合溶液中加入氨水, 调节 PH 值到 8;

[0084] (3) 将 PH 为 8 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中, 在 150°C 保温 2h, 得到固体粉末, 再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤, 60°C 下蒸干, 得到最终产物  $0.5\text{BaS}-0.39\text{Al}_2\text{S}_3-0.1\text{SiS}_2:0.01\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0085] 实施例 12

[0086] 一种镧掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法, 步骤包括:

[0087] (1) 称取 BaS,  $\text{Al}_2\text{S}_3$ , SiS 和  $\text{Dy}_2\text{S}_3$  粉体, 分别为 0.2mmol, 0.22mmol, 0.5mmol, 0.04mmol;

[0088] (2) 将上述称取的粉体全部溶于硫化氢水溶液中, 然后蒸干得到结晶物; 再将所得结晶物溶于蒸馏水得到混合溶液, 并在混合溶液中加入氨水, 调节 PH 值到 8;

[0089] (3) 将 PH 为 8 的混合溶液转移到有聚四氟乙烯衬里的不锈钢反应釜中, 在 300°C 保温 3h, 得到固体粉末, 再将固体粉末用乙醇和蒸馏水反复洗涤, 100°C 下蒸干, 得到最终产物  $0.2\text{BaS}-0.22\text{Al}_2\text{S}_3-0.5\text{SiS}_2:0.08\text{Dy}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0090] 实施例 13

[0091] 一种有机发光二极管,结构如图3所示,包括依次层叠的基板101、阴极102、有机发光层103、透明阳极104以及透明封装层105,所述透明封装层105中分散有本发明实施例1制备的镧掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料 $0.3\text{MgS}-0.26\text{Al}_2\text{S}_3-0.4\text{SiS}_2:0.04\text{Dy}^{3+}$ 上转换荧光粉106。

[0092] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

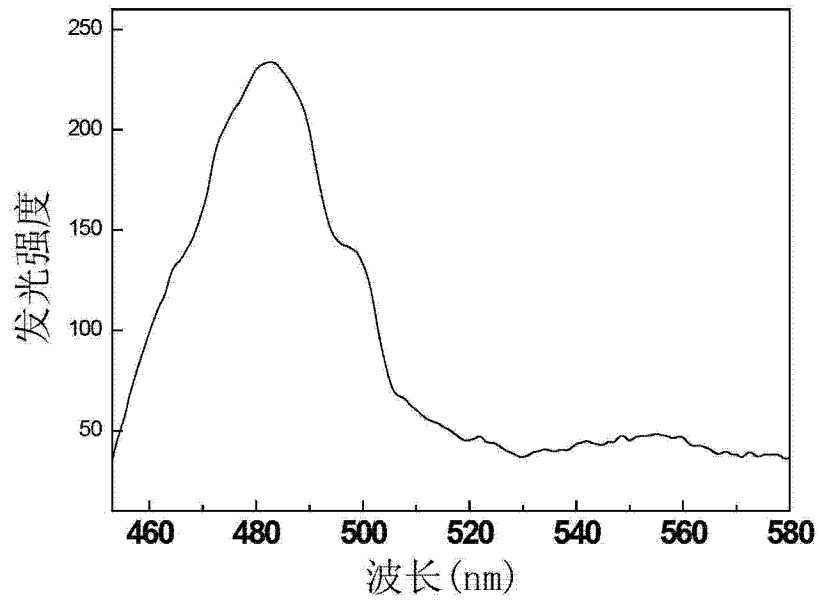


图 1

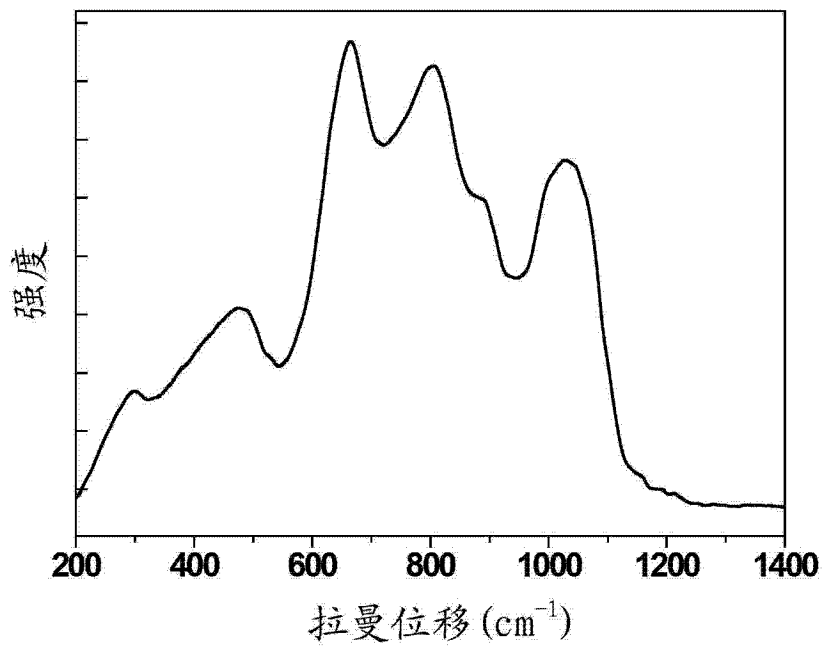


图 2

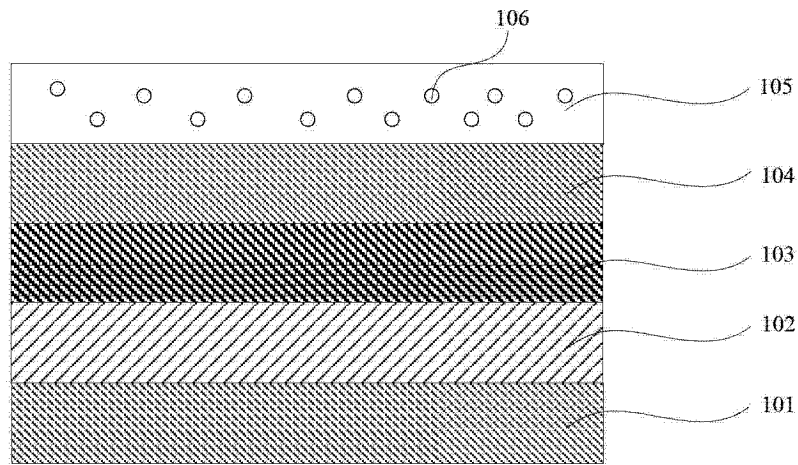


图 3

专利名称(译)	一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料及其制备方法和有机发光二极管		
公开(公告)号	<a href="#">CN104342131A</a>	公开(公告)日	2015-02-11
申请号	CN201310348184.6	申请日	2013-08-09
[标]申请(专利权)人(译)	海洋王照明科技股份有限公司 深圳市海洋王照明工程有限公司		
申请(专利权)人(译)	海洋王照明科技股份有限公司 深圳市海洋王照明技术有限公司 深圳市海洋王照明工程有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	海洋王照明科技股份有限公司 深圳市海洋王照明技术有限公司 深圳市海洋王照明工程有限公司		
[标]发明人	周明杰 陈吉星 王平 冯小明		
发明人	周明杰 陈吉星 王平 冯小明		
IPC分类号	C09K11/64 H01L51/54		
代理人(译)	熊永强		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

摘要(译)

本发明提供了一种镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料，其化学式为  $aMS-bAl_2S_3-cSiS_2 \cdot xDy^{3+}$ ，其中， $M=Mg, Ca, Sr$  或  $Ba$ ， $0.2 \leq a \leq 0.5$ ， $0.22 \leq b \leq 0.39$ ， $0.1 \leq c \leq 0.5$ ， $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。该镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料可由红外至绿光的长波辐射激发，在482nm波长区由 $Dy^{3+}$ 离子 $4F_9/2 \rightarrow 6F_{15/2}$ 的跃迁辐射形成发射峰，可作为蓝光发光材料。本发明还提供了该镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的制备方法以及使用该镱掺杂硫代铝硅酸盐上转换发光材料的有机发光二极管。

