



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103289694 B

(45) 授权公告日 2016. 04. 27

(21) 申请号 201210047767. 0

CN 1800299 A, 2006. 07. 12,

(22) 申请日 2012. 02. 28

曾取, 等. M<sub>5</sub>(P<sub>4</sub>)<sub>3</sub>F (M=Ca, Sr, Ba) 中 Sm<sup>3+</sup> 的电荷迁移态及 Sm<sup>3+</sup> 和 Eu<sup>3+</sup> 的电荷迁移能量关系. 《无机化学学报》. 2008, 第 24 卷 (第 3 期), 第 333-339 页.

(73) 专利权人 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

曾取, 等. M<sub>5</sub>(P<sub>4</sub>)<sub>3</sub>F (M=Ca, Sr, Ba) 中 Sm<sup>3+</sup> 的电荷迁移态及 Sm<sup>3+</sup> 和 Eu<sup>3+</sup> 的电荷迁移能量关系. 《无机化学学报》. 2008, 第 24 卷 (第 3 期), 第 333-339 页.

专利权人 深圳市海洋王照明技术有限公司

(72) 发明人 周明杰 王平 陈吉星 黄辉

审查员 张亚平

(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 11/73(2006. 01)

C09K 11/72(2006. 01)

H01L 33/50(2010. 01)

(56) 对比文件

CN 101460880 A, 2009. 06. 17,

CN 1938870 A, 2007. 03. 28,

CN 101012377 A, 2007. 08. 08,

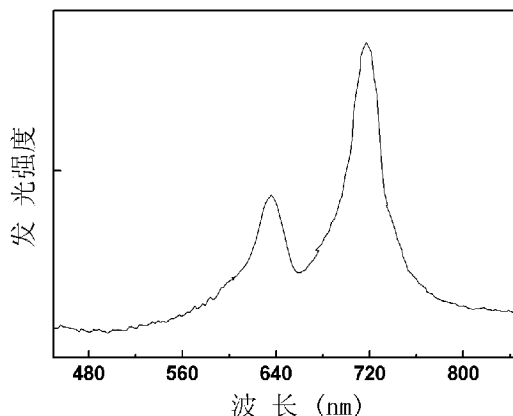
权利要求书2页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

钐掺杂氯磷酸盐发光材料、制备方法及其应用

(57) 摘要

本发明提供了钐掺杂氯磷酸盐发光材料、发光薄膜和薄膜电致发光显示器器件及它们的制备方法。该钐掺杂氯磷酸盐发光材料的化学结构式为 Me<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl : xSm<sup>3+</sup>, 其中, Me<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl 是基质, Sm 元素是激活元素, 所述 Me 选自 Mg、Ca、Sr、Zn 和 Ba 中的一种或几种, x 值为 0.01 ~ 0.05。该钐掺杂氯磷酸盐发光材料可用于制备钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜可用于制备薄膜电致发光显示器器件。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在 638nm 附近和 727nm 附近处具有强的发光峰。



1. 钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)制备发光材料:称取 $\text{MeO}$ ,  $\text{MeCl}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ 和 $\text{Sm}_2\text{O}_3$ 粉体,按摩尔比为 $9:1:3:x$ 均匀混合,在 $900\sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结 $3\sim 10\text{h}$ ,制成发光材料,所述 $\text{Me}$ 选自 $\text{Mg}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Sr}$ 、 $\text{Zn}$ 和 $\text{Ba}$ 中的一种或几种, $x$ 值为 $0.01\sim 0.05$ ;

(2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,清洗后烘干,制得洁净的衬底;

(3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将所述发光材料和所述洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,所述发光材料和所述衬底之间的距离为 $45\sim 95\text{mm}$ ,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0\times 10^{-3}\sim 1.0\times 10^{-5}\text{Pa}$ ,将所述衬底加热至 $250\sim 750^\circ\text{C}$ ,所述过程中通入氧气,所述氧气的流量为 $10\sim 40\text{sccm}$ ,所述氧气的压强为 $0.5\sim 5\text{Pa}$ ,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为 $80\sim 300\text{W}$ ,制得化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ 的钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质, $\text{Sm}$ 元素是激活元素,所述 $\text{Me}$ 选自 $\text{Mg}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Sr}$ 、 $\text{Zn}$ 和 $\text{Ba}$ 中的一种或几种, $x$ 值为 $0.01\sim 0.05$ 。

2. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤(1)中所述烧结的温度为 $1250^\circ\text{C}$ 。

3. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤(3)中所述发光材料和衬底之间的距离为 $60\text{mm}$ ,所述真空度为 $5.0\times 10^{-4}\text{Pa}$ ,所述衬底加热至 $500^\circ\text{C}$ 。

4. 钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜,其特征在于,化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ ,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质, $\text{Sm}$ 元素是激活元素,所述 $\text{Me}$ 选自 $\text{Mg}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Sr}$ 、 $\text{Zn}$ 和 $\text{Ba}$ 中的一种或几种, $x$ 值为 $0.01\sim 0.05$ ;所述钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜由权利要求1所述制备方法制得。

5. 薄膜电致发光显示器器件,包括依次层叠的具有阳极的衬底、发光层以及阴极层,其特征在于,所述发光层的材质为钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜,所述钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜的化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ ,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质, $\text{Sm}$ 元素是激活元素,所述 $\text{Me}$ 选自 $\text{Mg}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Sr}$ 、 $\text{Zn}$ 和 $\text{Ba}$ 中的一种或几种, $x$ 值为 $0.01\sim 0.05$ ;所述钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜由权利要求1所述制备方法制得。

6. 薄膜电致发光显示器器件的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

制备具有阳极的衬底;

在所述阳极上形成发光层,所述发光层的材质为化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ 的钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质, $\text{Sm}$ 元素是激活元素,所述 $\text{Me}$ 选自 $\text{Mg}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Sr}$ 、 $\text{Zn}$ 和 $\text{Ba}$ 中的一种或几种, $x$ 值为 $0.01\sim 0.05$ ,所述钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜通过以下方法制得:

(1)制备发光材料:称取 $\text{MeO}$ ,  $\text{MeCl}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ 和 $\text{Sm}_2\text{O}_3$ 粉体,按摩尔比为 $9:1:3:x$ 均匀混合,在 $900\sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结 $3\sim 10\text{h}$ ,制成发光材料;

(2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,清洗后烘干,制得洁净的衬底;

(3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将所述发光材料和所述洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,所述发光材料和所述衬底之间的距离为 $45\sim 95\text{mm}$ ,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0\times 10^{-3}\sim 1.0\times 10^{-5}\text{Pa}$ ,将所述衬底加热至 $250\sim 750^\circ\text{C}$ ,所述过程中通入氧气,所述氧气的流量为 $10\sim 40\text{sccm}$ ,所述氧气的压强为 $0.5\sim 5\text{Pa}$ ,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为 $80\sim 300\text{W}$ ,制得化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ 的钇掺杂氯磷酸盐发光薄膜;

在所述发光层上蒸镀金属层形成阴极。

7. 如权利要求6所述的制备方法,其特征在于,步骤(3)中所述发光材料和衬底之间的距离为60mm,所述真空度为 $5.0 \times 10^{-4}$ Pa,所述衬底加热至500°C。

## 钐掺杂氯磷酸盐发光材料、制备方法及其应用

### 技术领域

[0001] 本发明属于电致发光材料领域,具体涉及钐掺杂氯磷酸盐发光材料、发光薄膜和薄膜电致发光显示器器件及它们的制备方法。

### 背景技术

[0002] 薄膜电致发光显示器(TFELD)因具有主动发光、全固体化、耐冲击、反应快、视角大、适用温度宽和工序简单等优点,已引起了广泛的关注且发展迅速。目前,彩色及至全色TFELD的研究开发(开发多波段发光材料)是该领域的重要发展方向。

[0003] 在LED荧光粉的研究中,已出现稀土掺杂氯磷酸盐荧光粉的报道,其激发光谱能够较好地匹配现有的近紫外LED的发射光谱得到良好的绿光到蓝光的激发。但是,用氯磷酸盐类发光材料制备成电致发光薄膜至今仍未见报道。

### 发明内容

[0004] 为克服上述现有技术的缺陷,本发明提供了钐掺杂氯磷酸盐发光材料、钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜和薄膜电致发光显示器器件及它们的制备方法。该钐掺杂氯磷酸盐发光材料可用于制备钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜可用于制备薄膜电致发光显示器器件。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱(EL)在638nm附近和727nm附近处具有强的发光峰。

[0005] 本发明提供了钐掺杂氯磷酸盐发光材料,其化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ ,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质,Sm元素是激活元素,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05。

[0006]  $\text{Sm}^{3+}$ 离子在钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜中充当主要的发光中心。优选地,x值为0.02。该钐掺杂氯磷酸盐发光材料可用于制备钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜。

[0007] 本发明提供了钐掺杂氯磷酸盐发光材料的制备方法,包括以下步骤:称取MeO, $\text{MeCl}_2$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ 和 $\text{Sm}_2\text{O}_3$ 粉体,按摩尔比为9:1:3:x均匀混合,在900~1300°C下烧结3~10小时,得到化学式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ 的发光材料,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质,Sm元素是激活元素,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05。

[0008]  $\text{Sm}^{3+}$ 离子在钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜中充当主要的发光中心。优选地,x值为0.02。

[0009] 本发明提供了钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜,其化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ ,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质,Sm元素是激活元素,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05。

[0010]  $\text{Sm}^{3+}$ 离子在钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜中充当主要的发光中心。优选地,x值为0.02。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜采用脉冲激光沉积法(PLD)制得,其电致发光谱(EL)在638nm附近和727nm附近处具有强的发光峰。

[0011] 本发明提供了钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜的制备方法,包括以下步骤:

[0012] (1)制备发光材料:称取MeO, $\text{MeCl}_2$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ 和 $\text{Sm}_2\text{O}_3$ 粉体,按摩尔比为9:1:3:x均匀混

合,在900~1300°C下烧结3~10h,制成发光材料,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05;

[0013] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,清洗后烘干,制得洁净的衬底;

[0014] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将所述发光材料和所述洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,所述发光材料和所述衬底之间的距离为45~95mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-5}$ Pa,将所述衬底加热至250~750°C,所述过程中通入氧气,所述氧气的流量为10~40sccm,所述氧气的压强为0.5~5Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为80~300W,制得化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ 的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质,Sm元素是激活元素,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05。

[0015]  $\text{Sm}^{3+}$ 离子在钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜中充当主要的发光中心。优选地,x值为0.02。

[0016] 步骤(1)为通过高温烧结制备发光材料。优选地,步骤(1)中所述烧结的温度为1250°C。

[0017] 步骤(2)为清洗衬底,制备洁净的衬底。优选地,清洗过程为依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理。

[0018] 步骤(3)为采用脉冲激光沉积系统制备钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜。优选地,步骤(3)中所述发光材料和衬底之间的距离为60mm,所述真空度为 $5.0 \times 10^{-4}$ Pa,所述衬底加热至500°C。优选地,通入氧气的流量为20sccm,氧气的压强为3Pa。优选地,激光的能量为150W。

[0019] 该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜采用脉冲激光沉积法(PLD)制得,其电致发光谱(EL)在638nm附近和727nm附近处具有强的发光峰。

[0020] 本发明提供了薄膜电致发光显示器(TFELD)器件,包括依次层叠的具有阳极的衬底、发光层以及阴极层,所述发光层的材质为钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜,所述钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜的化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ ,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质,Sm元素是激活元素,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05。

[0021] 本发明提供了薄膜电致发光显示器(TFELD)器件的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0022] 制备具有阳极的衬底;

[0023] 在所述阳极上形成发光层,所述发光层的材质为化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ 的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质,Sm元素是激活元素,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05,

[0024] 在所述发光层上蒸镀金属层形成阴极。

[0025] 优选地,所述钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜的制备包括以下步骤:

[0026] (1)制备发光材料:称取MeO,MeCl<sub>2</sub>,P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:x均匀混合,在900~1300°C下烧结3~10h,制成发光材料,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05;

[0027] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,清洗后烘干,制得洁净的衬底;

[0028] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将所述发光材料和所述洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,所述发光材料和所述衬底之间的距离为45~95mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-5}$ Pa,将所述衬底加热至250~750°C,

所述过程中通入氧气,所述氧气的流量为10~40sccm,所述氧气的压强为0.5~5Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为80~300W,制得化学结构式为 $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:x\text{Sm}^{3+}$ 的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜,其中, $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质,Sm元素是激活元素,所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种,x值为0.01~0.05。

[0029] 更优选地,步骤(3)中所述发光材料和衬底之间的距离为60mm,所述真空度为 $5.0 \times 10^{-4}$ Pa,所述衬底加热至500℃。

[0030] 本发明提供的钐掺杂氯磷酸盐发光材料、钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜和薄膜电致发光显示器器件及它们的制备方法。该钐掺杂氯磷酸盐发光材料可用于制备钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜可用于制备薄膜电致发光显示器器件。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱(EL)在638nm附近和727nm附近处具有强的发光峰。

### 附图说明

[0031] 图1是本发明实施例1制得的薄膜电致发光显示器器件;

[0032] 图2是本发明实施例1制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜的电致发光谱图;

[0033] 图3为本发明实施例1制备的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜的XRD曲线。

### 具体实施方式

[0034] 以下所述是本发明的优选实施方式。应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和调整,这些改进和调整也视为在本发明的保护范围内。

[0035] 实施例1:

[0036] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0037] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的SrO, SrCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.02(即9:1:3:x, x值为0.02)均匀混合后,在1250℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0038] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0039] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为60mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $5.0 \times 10^{-4}$ Pa,将衬底加热至500℃,所述过程中通入氧气,氧气的流量为20sccm,氧气的压强为3Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为150W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜( $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:0.02\text{Sm}^{3+}$ )。

[0040] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0041] 图1是本发明实施例1制得的薄膜电致发光显示器器件,如图1所示,1为玻璃衬底,2为ITO,作为阳极,3为钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜,4为Ag层,作为阴极。

[0042] 图2是本发明实施例1制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜的电致发光谱图。从图2中可以看出,电致发光谱在638nm和727nm处具有强的发光峰。

[0043] 图3为本发明实施例1制备的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜的XRD曲线。测试对照标准

PDF卡片。从图3中可以看出,是氯磷酸盐的结晶峰,没有出现掺杂元素以及其它杂质的衍射峰;说明该制备方法得到的产品具有良好的结晶质量。

[0044] 实施例2:

[0045] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0046] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的MgO, MgCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.02(即9:1:3:x, x值为0.02)均匀混合后,在1250℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0047] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0048] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为60mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $5.0 \times 10^{-4}$ Pa,将衬底加热至500℃,所述过程中通入氧气,氧气的流量为20sccm,氧气的压强为3Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为150W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜(Mg<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl:0.02Sm<sup>3+</sup>)。

[0049] 其中,脉冲沉积系统主要包括脉冲激光器、光路系统(光阑扫描器、会聚透镜、激光窗等),沉积系统(真空腔、抽真空泵、充气系统、靶材-基材加热器);辅助设备(测控装置、监控装置、电极冷却系统)等。

[0050] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0051] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在635nm和720nm处具有强的发光峰。

[0052] 实施例3:

[0053] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0054] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的MgO, MgCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.05(即9:1:3:x, x值为0.05)均匀混合后,在900℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0055] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0056] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为45mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-3}$ Pa,将衬底加热至250℃,所述过程中通入氧气,氧气的流量为10sccm,氧气的压强为0.5Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为80W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜(Mg<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl:0.05Sm<sup>3+</sup>)。

[0057] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0058] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在630nm和729nm处具有强的发光峰。

[0059] 实施例4:

[0060] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0061] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的MgO, MgCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.01(即9:1:3:x, x值为0.01)均匀混合后,在1300℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0062] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0063] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为95mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-5}$ Pa,将衬底加热至750℃,所述过程中通入氧气,氧气的流量为40sccm,氧气的压强为5Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为300W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜(Mg<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl:0.01Sm<sup>3+</sup>)。

[0064] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0065] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在640nm和730nm处具有强的发光峰。

[0066] 实施例5:

[0067] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0068] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的CaO, CaCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.02(即9:1:3:x, x值为0.02)均匀混合后,在1250℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0069] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0070] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为60mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $5.0 \times 10^{-4}$ Pa,将衬底加热至500℃,所述过程中通入氧气,氧气的流量为20sccm,氧气的压强为3Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为150W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜(Ca<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl:0.02Sm<sup>3+</sup>)。

[0071] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0072] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在620nm和710nm处具有强的发光峰。

[0073] 实施例6:

[0074] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0075] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的CaO, CaCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.05(即9:1:3:x, x值为0.05)均匀混合后,在900℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0076] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0077] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为45mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至

真空度为 $1.0 \times 10^{-3}$ Pa,将衬底加热至 $250^{\circ}\text{C}$ ,所述过程中通入氧气,氧气的流量为 $10\text{sccm}$ ,氧气的压强为 $0.5\text{Pa}$ ,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为 $80\text{W}$ ,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:0.05\text{Sm}^{3+}$ )。

[0078] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0079] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在 $625\text{nm}$ 和 $720\text{nm}$ 处具有强的发光峰。

[0080] 实施例7:

[0081] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0082] (1)制备发光材料:取纯度为 $99.99\%$ 的CaO,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ 和 $\text{Sm}_2\text{O}_3$ 粉体,按摩尔比为 $9:1:3:0.01$ (即 $9:1:3:x$ ,  $x$ 值为 $0.01$ )均匀混合后,在 $1300^{\circ}\text{C}$ 下烧结,制成 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的发光材料;

[0083] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0084] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为 $95\text{mm}$ ,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-5}$ Pa,将衬底加热至 $750^{\circ}\text{C}$ ,所述过程中通入氧气,氧气的流量为 $40\text{sccm}$ ,氧气的压强为 $5\text{Pa}$ ,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为 $300\text{W}$ ,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:0.01\text{Sm}^{3+}$ )。

[0085] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0086] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在 $633\text{nm}$ 和 $733\text{nm}$ 处具有强的发光峰。

[0087] 实施例8:

[0088] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0089] (1)制备发光材料:取纯度为 $99.99\%$ 的SrO,  $\text{SrCl}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ 和 $\text{Sm}_2\text{O}_3$ 粉体,按摩尔比为 $9:1:3:0.05$ (即 $9:1:3:x$ ,  $x$ 值为 $0.05$ )均匀混合后,在 $900^{\circ}\text{C}$ 下烧结,制成 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的发光材料;

[0090] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0091] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为 $45\text{mm}$ ,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-3}$ Pa,将衬底加热至 $250^{\circ}\text{C}$ ,所述过程中通入氧气,氧气的流量为 $10\text{sccm}$ ,氧气的压强为 $0.5\text{Pa}$ ,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为 $80\text{W}$ ,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜( $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:0.05\text{Sm}^{3+}$ )。

[0092] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0093] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在 $635\text{nm}$ 和 $735\text{nm}$ 处具有强的发光峰。

[0094] 实施例9:

[0095] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0096] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的SrO, SrCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.01(即9:1:3:x, x值为0.01)均匀混合后,在1300℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0097] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0098] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为95mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-5}$ Pa,将衬底加热至750℃,所述过程中通入氧气,氧气的流量为40sccm,氧气的压强为5Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为300W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜(Sr<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl:0.01Sm<sup>3+</sup>)。

[0099] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0100] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在628nm和733nm处具有强的发光峰。

[0101] 实施例10:

[0102] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0103] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的BaO, BaCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.02(即9:1:3:x, x值为0.02)均匀混合后,在1250℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0104] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0105] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为60mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $5.0 \times 10^{-4}$ Pa,将衬底加热至500℃,所述过程中通入氧气,氧气的流量为20sccm,氧气的压强为3Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为150W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜(Ba<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl:0.02Sm<sup>3+</sup>)。

[0106] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0107] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在619nm和721nm处具有强的发光峰。

[0108] 实施例11:

[0109] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0110] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的BaO, BaCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.05(即9:1:3:x, x值为0.05)均匀混合后,在900℃下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0111] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0112] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为45mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-3}$ Pa,将衬底加热至250°C,所述过程中通入氧气,氧气的流量为10sccm,氧气的压强为0.5Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为80W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜( $\text{Ba}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:0.05\text{Sm}^{3+}$ )。

[0113] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0114] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在623nm和722nm处具有强的发光峰。

[0115] 实施例12:

[0116] 一种薄膜电致发光显示器器件的制备方法,包括以下步骤:

[0117] (1)制备发光材料:取纯度为99.99%的BaO, BaCl<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体,按摩尔比为9:1:3:0.01(即9:1:3:x, x值为0.01)均匀混合后,在1300°C下烧结,制成Φ50×2mm的发光材料;

[0118] (2)制备衬底:取带ITO的玻璃衬底,依次用丙酮、无水乙醇和去离子水对带ITO的玻璃衬底进行超声波清洗,随后进行氧等离子处理,烘干,制得洁净的衬底;

[0119] (3)镀膜:按照脉冲激光沉积法,将发光材料和洁净的衬底安装在脉冲激光系统的真空腔内,发光材料和衬底之间的距离为95mm,随后用机械泵和分子泵将真空腔抽真空至真空度为 $1.0 \times 10^{-5}$ Pa,将衬底加热至750°C,所述过程中通入氧气,氧气的流量为40sccm,氧气的压强为5Pa,同时打开激光开始沉积薄膜,激光的能量为300W,制得钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜( $\text{Ba}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:0.01\text{Sm}^{3+}$ )。

[0120] (4)制备阴极:在步骤(3)中制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜表面蒸镀一层Ag,作为阴极,即制得薄膜电致发光显示器(TFELD)器件。

[0121] 本发明实施例制得的钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在622nm和720nm处具有强的发光峰。

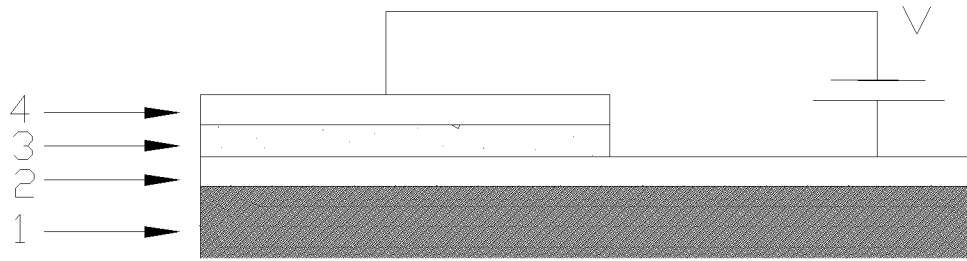


图1

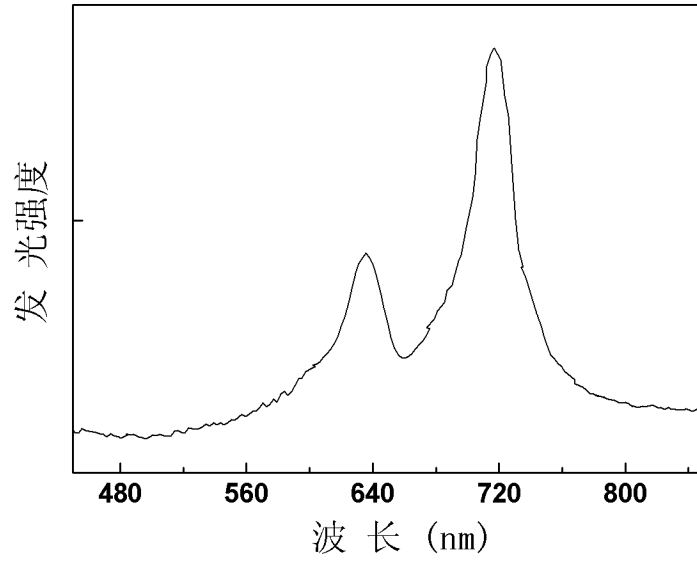


图2

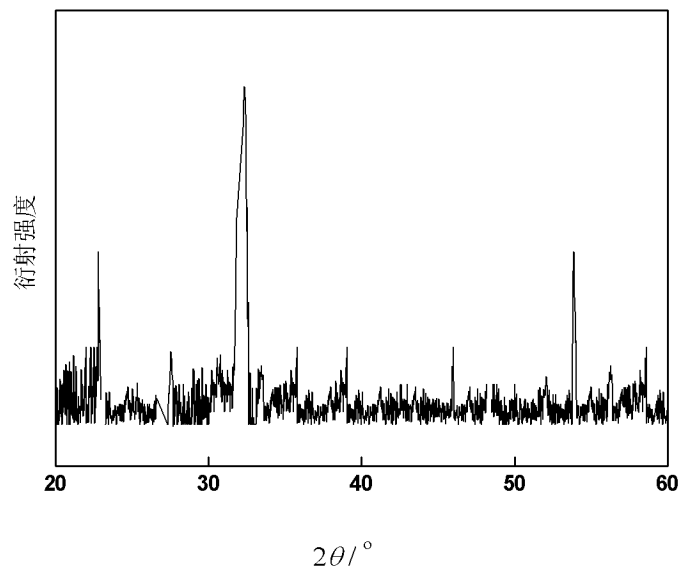


图3

专利名称(译)	钐掺杂氯磷酸盐发光材料、制备方法及其应用		
公开(公告)号	<a href="#">CN103289694B</a>	公开(公告)日	2016-04-27
申请号	CN201210047767.0	申请日	2012-02-28
[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		
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		
[标]发明人	周明杰 王平 陈吉星 黄辉		
发明人	周明杰 王平 陈吉星 黄辉		
IPC分类号	C09K11/73 C09K11/72 H01L33/50		
代理人(译)	熊永强		
审查员(译)	张亚平		
其他公开文献	CN103289694A		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

摘要(译)

本发明提供了钐掺杂氯磷酸盐发光材料、发光薄膜和薄膜电致发光显示器器件及它们的制备方法。该钐掺杂氯磷酸盐发光材料的化学结构式为  $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:\text{xSm}^{3+}$ ，其中， $\text{Me}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ 是基质，Sm元素是激活元素，所述Me选自Mg、Ca、Sr、Zn和Ba中的一种或几种，x值为0.01~0.05。该钐掺杂氯磷酸盐发光材料可用于制备钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜可用于制备薄膜电致发光显示器器件。该钐掺杂氯磷酸盐发光薄膜电致发光谱在638nm附近和727nm附近处具有强的发光峰。

