



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104673302 A

(43) 申请公布日 2015. 06. 03

(21) 申请号 201310616838. 9

(22) 申请日 2013. 11. 27

(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 张娟娟

(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 11/75(2006. 01)

H01L 33/50(2010. 01)

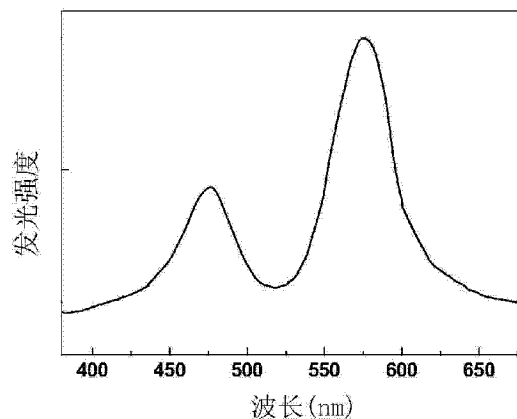
权利要求书1页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明公开了一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料,该发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}:\text{xSb}^{3+},\text{yTb}^{3+}$,其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质, Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素, R 为 Mg, Ca, Ba 或 Sr, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。该发光材料基质铅铈酸盐具有良好的热稳定性和化学稳定性以及较好的加工性能;并且在铅铈酸盐基质中掺杂铈和铽激活元素,充当主要的发光中心,得到的发光材料的电致发光谱(EL)中,在 490nm 和 580nm 位置有很强的发光峰。本发明还提供了铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法及其在薄膜电致发光器件中的应用。



1. 一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料,其特征在于,所述发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24} : x\text{Sb}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质, Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素, R 为 Mg, Ca, Ba 或 Sr, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

2. 根据权利要求 1 所述的铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料,其特征在于,所述 x 的取值为 0.02, 所述 y 的取值为 0.04。

3. 一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,所述发光材料的制备包括如下步骤:

(1) 制备组成为 $\text{R}_0 \cdot (4-x-y) \text{PbO}_2 \cdot 3\text{Sb}_2\text{O}_5 \cdot x\text{SbO}_2 \cdot y/4\text{Tb}_4\text{O}_7$ 的靶材, 其中 x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

(2) 将所述靶材和 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内, 在所述 ITO 玻璃衬底表面上沉积得到发光材料前体;

(3) 将所述发光材料前体进行退火处理, 得到所述铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料, 所述发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24} : x\text{Sb}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质, Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素, R 为 Mg, Ca, Ba 或 Sr, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

4. 根据权利要求 3 所述的铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,所述 x 的取值为 0.02, 所述 y 的取值为 0.04。

5. 根据权利要求 3 或 4 所述的铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中制备所述靶材的步骤包括:按照摩尔比为 $1 : (4-x-y) : 3 : x : y/4$ 的比例分别称取 R_0 , PbO_2 , Sb_2O_5 , SbO_2 和 Tb_4O_7 的粉体, 并将所述粉体均匀混合后在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结, 制成靶材。

6. 根据权利要求 5 所述的铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,所述靶材制备的烧结温度为 1250°C 。

7. 根据权利要求 3 或 4 所述的铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,步骤(2)中所述激光脉冲沉积过程的工艺参数为:基靶间距为 $45\text{mm} \sim 95\text{mm}$, 真空腔体的真空度为 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$, 衬底温度为 $250^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$, 脉冲激光的能量为 $80\text{mJ} \sim 300\text{mJ}$, 沉积过程中通入的氧气的流量为 $10\text{sccm} \sim 40\text{sccm}$, 脉冲激光沉积工作压强为 $0.5\text{Pa} \sim 5\text{Pa}$, 脉冲激光的频率为 $5\text{Hz} \sim 15\text{Hz}$ 。

8. 根据权利要求 7 所述的铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,所述激光脉冲沉积过程的工艺参数为:所述基靶间距为 60mm , 所述真空腔体的真空度为 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$, 所述衬底温度为 500°C , 所述脉冲激光的能量为 150mJ , 所述沉积过程中通入的氧气的流量为 20sccm , 所述脉冲激光沉积工作压强为 3Pa , 所述脉冲激光的频率为 10Hz 。

9. 根据权利要求 3 或 4 所述的铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中所述真空退火处理中的退火温度为 $800^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$, 退火时间为 $0.5\text{h} \sim 3\text{h}$ 。

10. 一种薄膜电致发光器件,所述薄膜电致发光器件包括依次层叠设置的 ITO 玻璃衬底、发光层和阴极,其特征在于,所述发光层采用的发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24} : x\text{Sb}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质, Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素, R 为 Mg, Ca, Ba 或 Sr, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及半导体光电材料技术领域,具体涉及一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料、其制备方法、应用该发光材料的薄膜电致发光器件及其制备方法。

背景技术

[0002] 薄膜电致发光显示器(TFELD)由于其主动发光、全固体化、耐冲击、反应快、视角大、适用温度宽、工序简单等优点,已引起了广泛的关注,且发展迅速。目前,研究彩色及至全色的薄膜电致发光显示器(TFELD),开发多波段发光的材料,是该课题的发展方向。

[0003] 硼铝磷酸盐体系绿粉因其合成温度适中、发光亮度高、色坐标X值较大而倍受研究者青睐,是发光二极管(LED)荧光粉的热门研究材料。但是由于该材料本身的热稳定性不够好,而该材料的制备都是在高温条件下进行的,这样在制备的过程中会有氧化磷被蒸发出来,导致磷酸根与稀土元素的比例无法控制,不利于发光材料的制备。

发明内容

[0004] 为解决上述问题,本发明提供了一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料,其中铅铈酸盐是发光材料基质,具有良好的热稳定性和化学稳定性以及较好的加工性能,在铅铈酸盐基质中掺杂铈和铽激活元素,充当主要的发光中心,得到的发光材料的电致发光谱(EL)中,在490nm和580nm位置有很强的发光峰。本发明还提供了该发光材料的制备方法以及其在薄膜电致发光器件中的应用。

[0005] 第一方面,本发明提供了一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料,所述发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24} : x\text{Sb}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质, Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素, R 为 Mg, Ca, Ba 或 Sr, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

[0006] 优选地,所述 x 的取值为 0.02,所述 y 的取值为 0.04。

[0007] 第二方面,本发明提供了一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料的制备方法,所述发光材料的制备包括如下步骤:

[0008] (1) 制备组成为 $\text{RO} \cdot (4-x-y)\text{PbO}_2 \cdot 3\text{Sb}_2\text{O}_5 \cdot x\text{SbO}_2 \cdot y/4\text{Tb}_4\text{O}_7$ 的靶材, 其中 x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

[0009] (2) 将所述靶材和 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内,在所述 ITO 玻璃衬底表面上沉积得到发光材料前体;

[0010] (3) 将所述发光材料前体进行退火处理,得到所述铈铽共掺杂铈钒酸盐发光材料,所述发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24} : x\text{Sb}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质, Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素, R 为 Mg, Ca, Ba 或 Sr, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

[0011] 步骤(1)中所述陶瓷靶材的组成为 $\text{RO} \cdot (4-x-y)\text{PbO}_2 \cdot 3\text{Sb}_2\text{O}_5 \cdot x\text{SbO}_2 \cdot y/4\text{Tb}_4\text{O}_7$, 组成表达式借鉴了硅酸盐玻璃以及水泥行业关于组成的氧化物表达法,其具体含义为:所述陶瓷靶材中含有 $\text{RO}-\text{PbO}_2-\text{Sb}_2\text{O}_5-\text{SbO}_2-\text{Tb}_4\text{O}_7$ 这五种氧化物构成的复杂的铈酸盐和铅

铋酸盐；所述陶瓷靶材中可能还含有氧化物 R_2O , PbO_2 , Sb_2O_5 , SbO_2 和 Tb_4O_7 中的一种或多种；所述陶瓷靶材的材质为铋酸盐，铅铋酸盐以及氧化物组成的混合物，混合物的组成满足表达式

[0012] $\text{R}_2\text{O} \cdot (4-x-y)\text{PbO}_2 \cdot 3\text{Sb}_2\text{O}_5 \cdot x\text{SbO}_2 \cdot y/4\text{Tb}_4\text{O}_7$ 中元素的配比要求。

[0013] 优选地，所述 x 的取值为 0.02，所述 y 的取值为 0.04。

[0014] 优选地，步骤(1)中制备所述靶材的步骤包括：按照摩尔比为 $1:(4-x-y):3:x:y/4$ 的比例分别称取 R_2O , PbO_2 , Sb_2O_5 , SbO_2 和 Tb_4O_7 的粉体，并将所述粉体均匀混合后在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结，制成靶材。

[0015] 更优选地，所述靶材制备的烧结温度为 1250°C 。

[0016] 优选地，步骤(2)中所述激光脉冲沉积过程的工艺参数为：基靶间距为 $45\text{mm} \sim 95\text{mm}$ ，真空腔体的真空度为 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$ ，衬底温度为 $250^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$ ，脉冲激光的能量为 $80\text{mJ} \sim 300\text{mJ}$ ，沉积过程中通入的氧气的流量为 $10\text{sccm} \sim 40\text{sccm}$ ，脉冲激光沉积工作压强为 $0.5\text{Pa} \sim 5\text{Pa}$ ，脉冲激光的频率为 $5\text{Hz} \sim 15\text{Hz}$ 。

[0017] 更优选地，所述激光脉冲沉积过程的工艺参数为：所述基靶间距为 60mm ，所述真空腔体的真空度为 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$ ，所述衬底温度为 500°C ，所述脉冲激光的能量为 150mJ ，所述沉积过程中通入的氧气的流量为 20sccm ，所述脉冲激光沉积工作压强为 3Pa ，所述脉冲激光的频率为 10Hz 。

[0018] 优选地，步骤(3)中所述真空退火处理中的退火温度为 $800^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ ，退火时间为 $0.5\text{h} \sim 3\text{h}$ 。

[0019] 更优选地，所述真空退火处理中的退火温度为 900°C ，退火时间为 2h 。

[0020] 第三方面，本发明还提供了一种薄膜电致发光器件，所述薄膜电致发光器件包括依次层叠设置的 ITO 玻璃衬底、发光层和阴极，所述发光层采用的发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24} : x\text{Sb}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$ ，其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质， Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素， R 为 Mg , Ca , Ba 或 Sr ， x 的取值范围为 $0.01 \sim 0.05$ ， y 的取值范围为 $0.01 \sim 0.08$ 。

[0021] 优选地，所述 x 的取值为 0.02，所述 y 的取值为 0.04。

[0022] 第四方面，本发明进一步提供了一种薄膜电致发光器件的制备方法，所述薄膜电致发光器件包括依次层叠设置的 ITO 玻璃衬底、发光层和阴极，所述发光层采用的发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24} : x\text{Sb}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$ ，其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质， Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素， R 为 Mg , Ca , Ba 或 Sr ， x 的取值范围为 $0.01 \sim 0.05$ ， y 的取值范围为 $0.01 \sim 0.08$ ，所述薄膜电致发光器件的制备包括如下步骤：

[0023] (1) 按照摩尔比为 $1:(4-x-y):3:x:y/4$ 的比例分别称取 R_2O , PbO_2 , Sb_2O_5 , SbO_2 和 Tb_4O_7 的粉体，并将所述粉体均匀混合后在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结，制成靶材；

[0024] (2) 将所述靶材和 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内，并将所述真空腔体的真空度设置为 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$ ；

[0025] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数，进行发光材料前体的制备：基靶间距为 $45\text{mm} \sim 95\text{mm}$ ，衬底温度为 $250^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$ ，脉冲激光的能量为 $80\text{mJ} \sim 300\text{mJ}$ ，沉积过程中通入的氧气的流量为 $10\text{sccm} \sim 40\text{sccm}$ ，脉冲激光沉积工作压强为 $0.5\text{Pa} \sim 5\text{Pa}$ ，脉冲激光的频率为 $5\text{Hz} \sim 15\text{Hz}$ ；

[0026] (4) 将所述制得的发光材料前体于 $800^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ 下真空退火处理 $0.5\text{h} \sim 3\text{h}$ ，得

到发光材料,形成发光层;

[0027] (5) 在所述发光层表面蒸镀一层 Ag, 作为阴极, 得到所述薄膜电致发光器件。

[0028] 本发明提供一种铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料及其制备方法和应用, 其具有的有益效果为:

[0029] (1) 本发明提供的铈铽共掺杂铅铈酸盐发光材料中, 铅铈酸盐是发光材料基质, 具有良好的热稳定性和化学稳定性以及较好的加工性能; 在铅铈酸盐基质中掺杂铈和铽激活元素, 充当主要的发光中心, 得到的发光材料的电致发光谱(EL)中, 在 490nm 和 580nm 位置有很强的发光峰, 因此, 该发光材料在显示显像、固体激光、光存储以及光通讯等技术领域具有广阔的应用前景;

[0030] (2) 本发明采用的脉冲激光沉积法的工艺兼容性好, 适应性强, 便于控制薄膜的生长取向、形貌和微观结构; 同时, 其反应过程迅速, 沉积速率高, 可以实现一步合成, 组分不会变化; 并且该方法还克服了发光薄膜表面大颗粒的产生, 提高了发光薄膜的均匀性; 通过该方法得到的无机发光薄膜致密、附着力强、均匀, 是合成高质量的无机发光薄膜的一种有效的方法;

[0031] (3) 本发明提供的薄膜电致发光器件具有较好的发光效率和较高的稳定性。

附图说明

[0032] 图 1 是本发明提供的薄膜电致发光器件的结构示意图;

[0033] 图 2 是本发明实施例 1 得到的发光材料的 EL 光谱;

[0034] 图 3 是本发明实施例 1 得到的发光材料的 XRD 图。

具体实施方式

[0035] 下面将结合本发明实施例中的附图, 对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述, 显然, 所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例, 而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例, 本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例, 都属于本发明保护的范围。

[0036] 图 1 是本发明提供的薄膜电致发光器件的结构示意图, 如图 1 所示, 该薄膜电致发光器件自下而上依次包括玻璃衬底(1)、ITO 透明导电薄膜(2)、发光层(3)和阴极(4)。

[0037] 实施例 1

[0038] 一种薄膜电致发光器件的制备方法, 包括如下步骤:

[0039] (1) 首先, 按照摩尔比为 1 : 3.94 : 3 : 0.02 : 0.01 的比例分别称取 MgO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体, 并将这些粉体均匀混合后在 1250℃下烧结, 制成直径为 50mm, 厚度为 2mm 的陶瓷靶材; 然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0040] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底, 并对其进行氧等离子处理; 然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内, 并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 5.0×10^{-4} Pa;

[0041] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数, 进行发光材料前体的制备: 基靶间距为 60mm, 衬底温度为 500℃, 脉冲激光的能量为 150mJ, 沉积过程中通入的氧气的流量为 20sccm, 脉冲激光沉积工作压强为 3Pa, 脉冲激光的频率为 10Hz;

[0042] (4) 将制得的发光材料前体于 900℃ 下真空退火处理 2h, 得到发光材料, 形成发光层;

[0043] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag, 作为阴极, 得到薄膜电致发光器件。

[0044] 图 2 是实施例 7 得到的发光材料的 EL 光谱; 图 2 显示, 本实施例得到的发光材料的电致发光谱(EL) 中, 在 490nm 和 580nm 位置有很强的发光峰。

[0045] 图 3 中为实施 1 制备的铋钽共掺杂铅铋酸盐发光材料的 XRD 曲线, 测试对照标准 PDF 卡片。图中衍射峰对应是铅铋酸盐的结晶特征峰, 没有掺杂离子或杂质的其它杂相出现, 说明该制备方法得到的产品具有良好的结晶质量。

[0046] 实施例 2

[0047] 一种薄膜电致发光器件的制备方法, 包括如下步骤:

[0048] (1) 首先, 按照摩尔比为 1:3.91:3:0.01:0.02 的比例分别称取 MgO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体, 并将这些粉体均匀混合后在 900℃ 下烧结, 制成直径为 50mm, 厚度为 2mm 的陶瓷靶材; 然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0049] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底, 并对其进行氧等离子处理; 然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内, 并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 1.0×10^{-3} Pa;

[0050] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数, 进行发光材料前体的制备: 基靶间距为 45mm, 衬底温度为 250℃, 脉冲激光的能量为 80mJ, 沉积过程中通入的氧气的流量为 10sccm, 脉冲激光沉积工作压强为 0.5Pa, 脉冲激光的频率为 5Hz;

[0051] (4) 将制得的发光材料前体于 800℃ 下真空退火处理 3h, 得到发光材料, 形成发光层;

[0052] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag, 作为阴极, 得到薄膜电致发光器件。

[0053] 实施例 3

[0054] 一种薄膜电致发光器件的制备方法, 包括如下步骤:

[0055] (1) 首先, 按照摩尔比为 1:3.94:3:0.05:0.0025 的比例分别称取 MgO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体, 并将这些粉体均匀混合后在 1300℃ 下烧结, 制成直径为 50mm, 厚度为 2mm 的陶瓷靶材; 然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0056] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底, 并对其进行氧等离子处理; 然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内, 并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 1.0×10^{-5} Pa;

[0057] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数, 进行发光材料前体的制备: 基靶间距为 95mm, 衬底温度为 750℃, 脉冲激光的能量为 300mJ, 沉积过程中通入的氧气的流量为 40sccm, 脉冲激光沉积工作压强为 5Pa, 脉冲激光的频率为 15Hz;

[0058] (4) 将制得的发光材料前体于 1000℃ 下真空退火处理 0.5h, 得到发光材料, 形成发光层;

[0059] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag, 作为阴极, 得到薄膜电致发光器件。

[0060] 实施例 4

[0061] 一种薄膜电致发光器件的制备方法, 包括如下步骤:

[0062] (1) 首先, 按照摩尔比为 1:3.94:3:0.02:0.01 的比例分别称取 CaO, PbO₂, Sb₂O₅,

SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体,并将这些粉体均匀混合后在 1250℃下烧结,制成直径为 50mm,厚度为 2mm 的陶瓷靶材;然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0063] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底,并对其进行氧等离子处理;然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内,并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 5.0×10^{-4} Pa;

[0064] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数,进行发光材料前体的制备:基靶间距为 60mm,衬底温度为 500℃,脉冲激光的能量为 150mJ,沉积过程中通入的氧气的流量为 20sccm,脉冲激光沉积工作压强为 3Pa,脉冲激光的频率为 10Hz;

[0065] (4) 将制得的发光材料前体于 900℃下真空退火处理 2h,得到发光材料,形成发光层;

[0066] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag,作为阴极,得到薄膜电致发光器件。

[0067] 实施例 5

[0068] 一种薄膜电致发光器件的制备方法,包括如下步骤:

[0069] (1) 首先,按照摩尔比为 1:3.91:3:0.01:0.02 的比例分别称取 CaO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体,并将这些粉体均匀混合后在 900℃下烧结,制成直径为 50mm,厚度为 2mm 的陶瓷靶材;然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0070] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底,并对其进行氧等离子处理;然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内,并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 1.0×10^{-3} Pa;

[0071] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数,进行发光材料前体的制备:基靶间距为 45mm,衬底温度为 250℃,脉冲激光的能量为 80mJ,沉积过程中通入的氧气的流量为 10sccm,脉冲激光沉积工作压强为 0.5Pa,脉冲激光的频率为 5Hz;

[0072] (4) 将制得的发光材料前体于 800℃下真空退火处理 3h,得到发光材料,形成发光层;

[0073] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag,作为阴极,得到薄膜电致发光器件。

[0074] 实施例 6

[0075] 一种薄膜电致发光器件的制备方法,包括如下步骤:

[0076] (1) 首先,按照摩尔比为 1:3.94:3:0.05:0.0025 的比例分别称取 CaO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体,并将这些粉体均匀混合后在 1300℃下烧结,制成直径为 50mm,厚度为 2mm 的陶瓷靶材;然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0077] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底,并对其进行氧等离子处理;然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内,并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 1.0×10^{-5} Pa;

[0078] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数,进行发光材料前体的制备:基靶间距为 95mm,衬底温度为 750℃,脉冲激光的能量为 300mJ,沉积过程中通入的氧气的流量为 40sccm,脉冲激光沉积工作压强为 5Pa,脉冲激光的频率为 15Hz;

[0079] (4) 将制得的发光材料前体于 1000℃下真空退火处理 0.5h,得到发光材料,形成发光层;

[0080] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag,作为阴极,得到薄膜电致发光器件。

[0081] 实施例 7

[0082] 一种薄膜电致发光器件的制备方法,包括如下步骤:

[0083] (1) 首先,按照摩尔比为 1:3.94:3:0.02:0.01 的比例分别称取 SrO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体,并将这些粉体均匀混合后在 1250℃ 下烧结,制成直径为 50mm,厚度为 2mm 的陶瓷靶材;然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0084] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底,并对其进行氧等离子处理;然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内,并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 5.0×10^{-4} Pa;

[0085] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数,进行发光材料前体的制备:基靶间距为 60mm,衬底温度为 500℃,脉冲激光的能量为 150mJ,沉积过程中通入的氧气的流量为 20sccm,脉冲激光沉积工作压强为 3Pa,脉冲激光的频率为 10Hz;

[0086] (4) 将制得的发光材料前体于 900℃ 下真空退火处理 2h,得到发光材料,形成发光层;

[0087] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag,作为阴极,得到薄膜电致发光器件。

[0088] 实施例 8

[0089] 一种薄膜电致发光器件的制备方法,包括如下步骤:

[0090] (1) 首先,按照摩尔比为 1:3.91:3:0.01:0.02 的比例分别称取 SrO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体,并将这些粉体均匀混合后在 900℃ 下烧结,制成直径为 50mm,厚度为 2mm 的陶瓷靶材;然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0091] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底,并对其进行氧等离子处理;然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内,并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 1.0×10^{-3} Pa;

[0092] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数,进行发光材料前体的制备:基靶间距为 45mm,衬底温度为 250℃,脉冲激光的能量为 80mJ,沉积过程中通入的氧气的流量为 10sccm,脉冲激光沉积工作压强为 0.5Pa,脉冲激光的频率为 5Hz;

[0093] (4) 将制得的发光材料前体于 800℃ 下真空退火处理 3h,得到发光材料,形成发光层;

[0094] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag,作为阴极,得到薄膜电致发光器件。

[0095] 实施例 9

[0096] 一种薄膜电致发光器件的制备方法,包括如下步骤:

[0097] (1) 首先,按照摩尔比为 1:3.94:3:0.05:0.0025 的比例分别称取 SrO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体,并将这些粉体均匀混合后在 1300℃ 下烧结,制成直径为 50mm,厚度为 2mm 的陶瓷靶材;然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0098] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底,并对其进行氧等离子处理;然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内,并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 1.0×10^{-5} Pa;

[0099] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数,进行发光材料前体的制备:基靶间距为 95mm,衬底温度为 750℃,脉冲激光的能量为 300mJ,沉积过程中通入的氧气的流量为 40sccm,脉冲激光沉积工作压强为 5Pa,脉冲激光的频率为 15Hz;

[0100] (4) 将制得的发光材料前体于 1000℃ 下真空退火处理 0.5h, 得到发光材料, 形成发光层;

[0101] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag, 作为阴极, 得到薄膜电致发光器件。

[0102] 实施例 10

[0103] 一种薄膜电致发光器件的制备方法, 包括如下步骤:

[0104] (1) 首先, 按照摩尔比为 1:3.94:3:0.02:0.01 的比例分别称取 BaO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体, 并将这些粉体均匀混合后在 1250℃ 下烧结, 制成直径为 50mm, 厚度为 2mm 的陶瓷靶材; 然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0105] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底, 并对其进行氧等离子处理; 然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内, 并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 5.0×10^{-4} Pa;

[0106] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数, 进行发光材料前体的制备: 基靶间距为 60mm, 衬底温度为 500℃, 脉冲激光的能量为 150mJ, 沉积过程中通入的氧气的流量为 20sccm, 脉冲激光沉积工作压强为 3Pa, 脉冲激光的频率为 10Hz;

[0107] (4) 将制得的发光材料前体于 900℃ 下真空退火处理 2h, 得到发光材料, 形成发光层;

[0108] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag, 作为阴极, 得到薄膜电致发光器件。

[0109] 实施例 11

[0110] 一种薄膜电致发光器件的制备方法, 包括如下步骤:

[0111] (1) 首先, 按照摩尔比为 1:3.91:3:0.01:0.02 的比例分别称取 BaO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体, 并将这些粉体均匀混合后在 900℃ 下烧结, 制成直径为 50mm, 厚度为 2mm 的陶瓷靶材; 然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0112] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底, 并对其进行氧等离子处理; 然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内, 并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 1.0×10^{-3} Pa;

[0113] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数, 进行发光材料前体的制备: 基靶间距为 45mm, 衬底温度为 250℃, 脉冲激光的能量为 80mJ, 沉积过程中通入的氧气的流量为 10sccm, 脉冲激光沉积工作压强为 0.5Pa, 脉冲激光的频率为 5Hz;

[0114] (4) 将制得的发光材料前体于 800℃ 下真空退火处理 3h, 得到发光材料, 形成发光层;

[0115] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag, 作为阴极, 得到薄膜电致发光器件。

[0116] 实施例 12

[0117] 一种薄膜电致发光器件的制备方法, 包括如下步骤:

[0118] (1) 首先, 按照摩尔比为 1:3.94:3:0.05:0.0025 的比例分别称取 BaO, PbO₂, Sb₂O₅, SbO₂ 和 Tb₄O₇ 的粉体, 并将这些粉体均匀混合后在 1300℃ 下烧结, 制成直径为 50mm, 厚度为 2mm 的陶瓷靶材; 然后将制得的陶瓷靶材装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内;

[0119] (2) 分别用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带 ITO 透明导电薄膜的玻璃衬底, 并对其进行氧等离子处理; 然后将清洁后的 ITO 玻璃衬底装入脉冲激光沉积镀膜设备的真空腔体内, 并且用机械泵和分子泵把真空腔体的真空度抽到 1.0×10^{-5} Pa;

[0120] (3) 调整脉冲激光沉积镀膜工艺参数,进行发光材料前体的制备:基靶间距为 95mm,衬底温度为 750℃,脉冲激光的能量为 300mJ,沉积过程中通入的氧气的流量为 40sccm,脉冲激光沉积工作压强为 5Pa,脉冲激光的频率为 15Hz;

[0121] (4) 将制得的发光材料前体于 1000℃下真空退火处理 0.5h,得到发光材料,形成发光层;

[0122] (5) 在形成的发光层表面蒸镀一层 Ag,作为阴极,得到薄膜电致发光器件。

[0123] 以上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润饰,这些改进和润饰也视为本发明的保护范围。

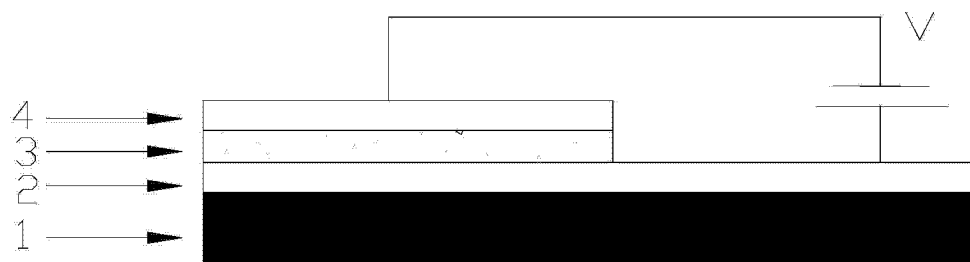


图 1

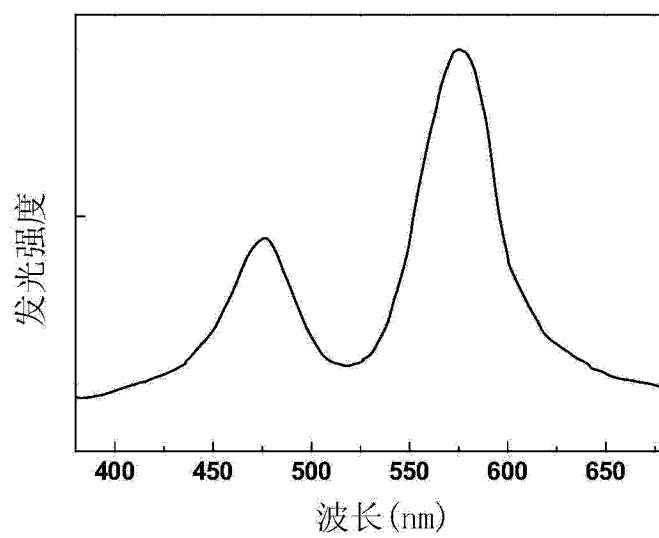


图 2

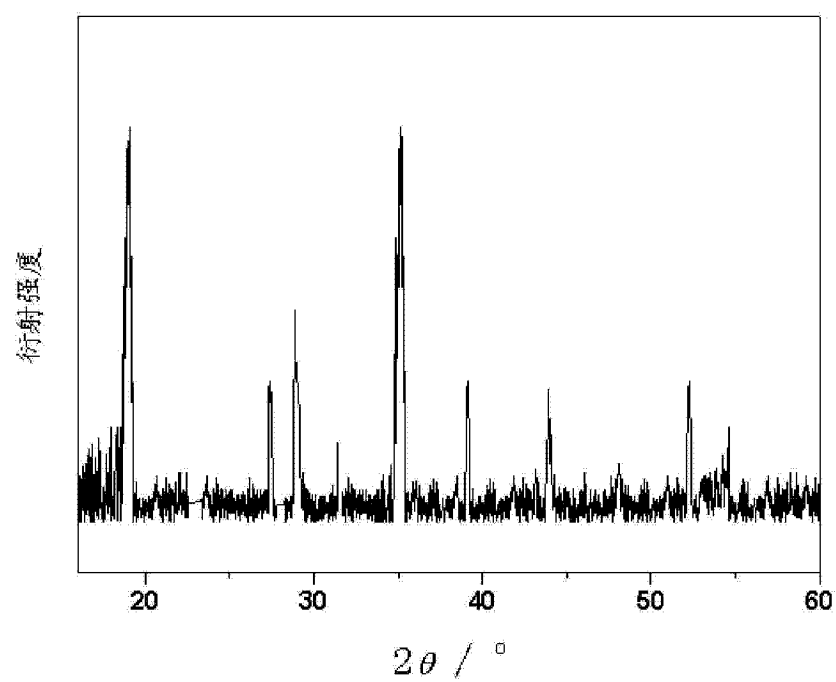


图 3

专利名称(译)	一种铈铕共掺杂铅铋酸盐发光材料及其制备方法和应用		
公开(公告)号	CN104673302A	公开(公告)日	2015-06-03
申请号	CN201310616838.9	申请日	2013-11-27
[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 张娟娟		
发明人	周明杰 陈吉星 王平 张娟娟		
IPC分类号	C09K11/75 H01L33/50		
代理人(译)	熊永强		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明公开了一种铈铕共掺杂铅铋酸盐发光材料，该发光材料的分子表达式为 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24} : x\text{Sb}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$ ，其中 $\text{RPb}_{4-x-y}\text{Sb}_6\text{O}_{24}$ 是基质， Sb^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素，R为Mg, Ca, Ba或Sr，x的取值范围为0.01~0.05，y的取值范围为0.01~0.08。该发光材料基质铅铋酸盐具有良好的热稳定性和化学稳定性以及较好的加工性能；并且在铅铋酸盐基质中掺杂铈和铕激活元素，充当主要的发光中心，得到的发光材料的电致发光谱(EL)中，在490nm和580nm位置有很强的发光峰。本发明还提供了铈铕共掺杂铅铋酸盐发光材料的制备方法及其在薄膜电致发光器件中的应用。

