



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106147757 A

(43)申请公布日 2016.11.23

(21)申请号 201610421217.9

(22)申请日 2016.06.13

(71)申请人 郑甘裕

地址 518000 广东省深圳市南山区桃园东路
巷头新村24-2

(72)发明人 郑甘裕

(74)专利代理机构 深圳青年人专利商标代理有限公司 44350

代理人 傅俏梅

(51)Int.Cl.

C09K 11/59(2006.01)

H01L 33/50(2010.01)

H01L 27/32(2006.01)

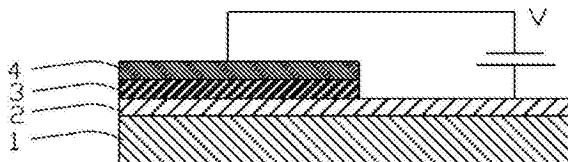
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种碱土氮硅酸盐发光材料、制备方法及其应用

(57)摘要

一种碱土氮硅酸盐发光材料，其化学式为 $Me_{1-x}Si_2O_2N_2:xMn^{2+}$ ，其中， x 为 $0.01\sim0.08$ ， Me 选自镁元素，钙元素，锶元素，钡元素中至少一种， Mn^{2+} 离子是激活元素。该碱土氮硅酸盐发光材料制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中，在 $655nm$ 波长区都有很强的发光峰，能够应用于薄膜电致发光显示器中。本发明还提供该碱土氮硅酸盐发光材料的制备方法及其应用。



1. 一种碱土氮硅酸盐发光材料,其特征在于:其化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$,其中,x为0.01~0.08,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种, Mn^{2+} 离子是激活元素。

2. 一种碱土氮硅酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

根据 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 各元素的化学计量比称取,其中,x为0.01~0.05,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种;及

有机金属源分别选用环戊二烯碱土盐(C_5H_5)₂Me、硅烷SiH₄和甲基二茂锰(MCP),其摩尔比为(1-x):2:x,

用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,衬底进行700℃热处理10~30分钟,调节衬底托的转速为50~1000转/分,通入载气Ar气,气流量为5~15sccm,然后通入氧气,流量为10~200sccm,开始薄膜的沉积,得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 的材料。

3. 一种碱土氮硅酸盐发光薄膜,其特征在于,该碱土氮硅酸盐发光薄膜的材料的化学通式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$,其中,x为0.01~0.08,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种, Mn^{2+} 离子是激活元素。

4. 如权利要求3所述碱土氮硅酸盐发光薄膜,其特征在于,所述薄膜的厚度为80~300nm。

5. 如权利要求4所述碱土氮硅酸盐发光薄膜,其特征在于,所述薄膜的厚度为150nm。

6. 一种碱土氮硅酸盐发光薄膜的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

根据 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 各元素的化学计量比称取,其中,x为0.01~0.05,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种;及

有机金属源分别选用环戊二烯碱土盐(C_5H_5)₂Me、硅烷SiH₄和甲基二茂锰(MCP),其摩尔比为(1-x):2:x,

用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,衬底进行700℃热处理10~30分钟,调节衬底托的转速为50~1000转/分,通入载气Ar气,气流量为5~15sccm,然后通入氧气,流量为10~200sccm,开始薄膜的沉积,得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 的薄膜。

7. 如权利要求6所述碱土氮硅酸盐发光薄膜的制备方法,其特征在于,所述真空腔体的真空度为 $4.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$,衬底托的转速为300转/分,Ar气流量为10sccm,氧气流量为120sccm。

8. 一种薄膜电致发光器件,该薄膜电致发光器件包括依次层叠的衬底、阳极层、发光层以及阴极层,其特征在于,所述发光层的材料为碱土氮硅酸盐发光材料,该碱土氮硅酸盐发光材料的化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$,其中,x为0.01~0.08,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种, Mn^{2+} 离子是激活元素。

9. 一种薄膜电致发光器件的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

提供具有阳极的衬底;

在所述阳极上形成发光层,所述发光层的材料为碱土氮硅酸盐发光材料,该碱土氮硅酸盐发光材料的化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$,其中,x为0.01~0.08,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种, Mn^{2+} 离子是激活元素;

在所述发光层上形成阴极。

10. 根据权利要求9所述的薄膜电致发光器件的制备方法,其特征在于,所述发光层的

制备包括以下步骤：

根据 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2 : x\text{Mn}^{2+}$ 各元素的化学计量比称取，其中，x为0.01~0.05，Me选自镁元素，钙元素，锶元素，钡元素中至少一种；及

有机金属源分别选用环戊二烯碱土盐 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Me}$ 、硅烷 SiH_4 和甲基二茂锰(MCp)，其摩尔比为 $(1-x) : 2 : x$ ，

用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，衬底进行 700°C 热处理10~30分钟，调节衬底托的转速为50~1000转/分，通入载气Ar气，气流量为5~15sccm，然后通入氧气，流量为10~200sccm，开始薄膜的沉积，得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2 : x\text{Mn}^{2+}$ 的材料。

一种碱土氮硅酸盐发光材料、制备方法及其应用

【技术领域】

[0001] 本发明涉及一种碱土氮硅酸盐发光材料、其制备方法、碱土氮硅酸盐发光薄膜、其制备方法、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TFELD,开发多波段发光的材料,是该课题的发展方向。但是,可应用于薄膜电致发光显示器的碱土氮硅酸盐发光材料,仍未见报道。

【发明内容】

[0003] 基于此,有必要提供一种碱土氮硅酸盐发光材料,其化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$,其中,x为0.01~0.08,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种, Mn^{2+} 离子是激活元素。

[0004] 一种碱土氮硅酸盐发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0005] 根据 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 各元素的化学计量比称取,其中,x为0.01~0.05,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种;及

[0006] 有机金属源分别选用环戊二烯碱土盐(C_5H_5)₂Me、硅烷 SiH_4 和甲基二茂锰(MCp),其摩尔比为(1-x):2:x,

[0007] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,衬底进行700℃热处理10~30分钟,调节衬底托的转速为50~1000转/分,通入载气Ar气,气流量为5~15sccm,然后通入氧气,流量为10~200sccm,开始薄膜的沉积,得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 的材料;

[0008] 一种碱土氮硅酸盐发光薄膜,该碱土氮硅酸盐发光薄膜的材料的化学通式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$,其中,x为0.01~0.08,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种, Mn^{2+} 离子是激活元素;

[0009] 一种碱土氮硅酸盐发光薄膜的制备方法,包括以下步骤:

[0010] 根据 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 各元素的化学计量比称取,其中,x为0.01~0.05,Me选自镁元素,钙元素,锶元素,钡元素中至少一种;及

[0011] 有机金属源分别选用环戊二烯碱土盐(C_5H_5)₂Me、硅烷 SiH_4 和甲基二茂锰(MCp),其摩尔比为(1-x):2:x,

[0012] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,衬底进行700℃热处理10~30分钟,调节衬底托的转速为50~1000转/分,通入载气Ar气,气流量为5~15sccm,然后通入氧气,流量为10~200sccm,开始薄膜的沉积,得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 的薄膜。

[0013] 一种薄膜电致发光器件,该薄膜电致发光器件包括依次层叠的衬底、阳极层、发光

层以及阴极层，所述发光层的材料为碱土氮硅酸盐发光材料，该碱土氮硅酸盐发光材料的化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ ，其中，x为0.01~0.08，Me选自镁元素，钙元素，锶元素，钡元素中至少一种， Mn^{2+} 离子是激活元素；

[0014] 一种薄膜电致发光器件的制备方法，包括以下步骤：

[0015] 提供具有阳极的衬底；

[0016] 在所述阳极上形成功能层，所述功能层的材料为碱土氮硅酸盐发光材料，该碱土氮硅酸盐发光材料的化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ ，其中，x为0.01~0.08，Me选自镁元素，钙元素，锶元素，钡元素中至少一种， Mn^{2+} 离子是激活元素；

[0017] 在所述功能层上形成阴极；

[0018] 一种薄膜电致发光器件的制备方法，发光层的制备包括以下步骤：

[0019] 根据 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 各元素的化学计量比称取，其中，x为0.01~0.05，Me选自镁元素，钙元素，锶元素，钡元素中至少一种；及

[0020] 有机金属源分别选用环戊二烯碱土盐 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Me}$ 、硅烷 SiH_4 和甲基二茂锰(MCp)，其摩尔比为 $(1-x):2:x$ ，

[0021] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，衬底进行700℃热处理10~30分钟，调节衬底托的转速为50~1000转/分，通入载气Ar气，气流量为5~15sccm，然后通入氧气，流量为10~200sccm，开始薄膜的沉积，得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 的材料。

[0022] 上述碱土氮硅酸盐发光材料($\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$)制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中，在655nm波长区都有很强的发光峰，能够应用于薄膜电致发光显示器中。

【附图说明】

[0023] 图1为一实施方式的薄膜电致发光器件的结构示意图；

[0024] 图2为实施例1制备的碱土氮硅酸盐发光薄膜的电致发光谱图；

【具体实施方式】

[0025] 下面结合附图和具体实施例对碱土氮硅酸盐发光材料、其制备方法、碱土氮硅酸盐发光薄膜、其制备方法、薄膜电致发光器件及其制备方法进一步阐明。

[0026] 一实施方式的碱土氮硅酸盐发光材料，其化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ ，其中，x为0.01~0.08，Me选自镁元素，钙元素，锶元素，钡元素中至少一种， Mn^{2+} 离子是激活元素。

[0027] 优选的，x为0.05。

[0028] 该碱土氮硅酸盐发光材料中 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 是基质， Mn^{2+} 离子是激活元素。该碱土氮硅酸盐发光材料制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中，在655nm波长区都有很强的发光峰，能够应用于薄膜电致发光显示器中。

[0029] 上述碱土氮硅酸盐发光材料的制备方法，包括以下步骤：

[0030] 步骤S11、根据 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 各元素的化学计量比称取，其中，x为0.01~0.05，Me选自镁元素，钙元素，锶元素，钡元素中至少一种。

[0031] 步骤S12、有机金属源分别选用环戊二烯碱土盐 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Me}$ 、硅烷 SiH_4 和甲基二茂锰(MCp)，其摩尔比为 $(1-x):2:x$ ，用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，衬底进行700℃热处理10~30分钟，调节衬底托的转速为50~1000转/分，通入载气Ar气，气流量为5~15sccm，然后通入氧气，流量为10~200sccm，开始薄膜的沉积，得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 的材料。

10^{-3} Pa, 衬底进行700℃热处理10~30分钟, 调节衬底托的转速为50~1000转/分, 通入载气Ar气, 气流量为5~15sccm, 然后通入氧气, 流量为10~200sccm, 开始薄膜的沉积, 得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 的材料。

[0032] 请参阅图1, 一实施方式的薄膜电致发光器件100, 该薄膜电致发光器件100包括依次层叠的衬底1、阳极2、发光层3以及阴极4。

[0033] 衬底1为玻璃衬底。阳极2为形成于玻璃衬底上的氧化铟锡(ITO)。发光层3的材料为碱土氮硅酸盐发光材料, 该碱土氮硅酸盐发光材料的化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$, 其中, x为0.01~0.08, Me选自镁元素, 钙元素, 锶元素, 钡元素中至少一种, Mn^{2+} 离子是激活元素。阴极4的材质为银(Ag)。

[0034] 上述薄膜电致发光器件的制备方法, 包括以下步骤:

[0035] 步骤S31、提供具有阳极2的衬底1。

[0036] 本实施方式中, 衬底1为玻璃衬底, 阳极2为形成于玻璃衬底上的氧化铟锡(ITO)。具有阳极2的衬底1先后用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗并用对其进行氧等离子处理。

[0037] 步骤S32、在阳极2上形成发光层3, 发光层3的材料为碱土氮硅酸盐发光材料, 该碱土氮硅酸盐发光材料的化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$, 其中, x为0.01~0.08, Me选自镁元素, 钙元素, 锶元素, 钡元素中至少一种, Mn^{2+} 离子是激活元素。

[0038] 本实施方式中, 发光层3由以下步骤制得:

[0039] 首先, 将根据 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 各元素的化学计量比称取, 其中, x为0.01~0.05, Me选自镁元素, 钙元素, 锶元素, 钡元素中至少一种。

[0040] 其次, 有机金属源分别选用环戊二烯碱土盐(C_5H_5)₂Me、硅烷SiH₄和甲基二茂锰(MCp), 其摩尔比为(1-x):2:x。

[0041] 然后, 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-2} Pa~ 1.0×10^{-3} Pa, 衬底进行700℃热处理10~30分钟, 调节衬底托的转速为50~1000转/分, 通入载气Ar气, 气流量为5~15sccm, 然后通入氧气, 流量为10~200sccm, 开始薄膜的沉积, 得到化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{xMn}^{2+}$ 的材料, 镀膜, 在阳极2上形成发光层3。

[0042] 步骤S33、在发光层3上形成阴极4。

[0043] 本实施方式中, 阴极4的材料为银(Ag), 由蒸镀形成。

[0044] 下面为具体实施例。

[0045] 实施例1: 衬底为南玻公司购买的ITO玻璃, 先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟, 然后用蒸馏水冲洗干净, 氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 4.0×10^{-3} Pa; 然后把衬底进行700℃热处理20分钟, 然后温度降为500℃。打开旋转电机, 调节衬底托的转速为300转/分, 通入环戊二烯镁(C_5H_5)₂Mg、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气, 其摩尔流量比为0.95:2:0.05, 流量为10sccm。通入氧气, 流量为120sccm, 开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至150nm, 关闭有机源和载气, 继续通氧气, 温度降到100℃以下, 取出样品 $\text{Mg}_{0.95}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:0.05\text{Mn}^{2+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag, 作为阴极。

[0046] 实施例2: 衬底为南玻公司购买的ITO玻璃, 先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟, 然后用蒸馏水冲洗干净, 氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-3} Pa; 然后把衬底进行700℃热处理10分钟, 然后温度降为250℃。打开旋转

电机,调节衬底托的转速为50转/分,通入环戊二烯镁($C_5H_5)_2Mg$ 、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气,其摩尔流量比为0.99:2:0.01,通入氧气,流量为10sccm,开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至80nm,关闭有机源和载气,继续通氧气,温度降到100℃以下,取出样品 $Mg_{0.99}Si_2O_2N_2:0.01Mn^{2+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0047] 实施例3:衬底为南玻公司购买的ITO玻璃,先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟,然后用蒸馏水冲洗干净,氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}Pa$;然后把衬底进行700℃热处理30分钟,然后温度降为650℃。打开旋转电机,调节衬底托的转速为1000转/分,通入环戊二烯镁($C_5H_5)_2Mg$ 、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气,其摩尔流量比为0.92:2:0.08,通入氧气,流量为200sccm,开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至300nm,关闭有机源和载气,继续通氧气,温度降到100℃以下,取出样品 $Mg_{0.92}Si_2O_2N_2:0.08Mn^{2+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0048] 实施例4:衬底为南玻公司购买的ITO玻璃,先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟,然后用蒸馏水冲洗干净,氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $4.0 \times 10^{-3}Pa$;然后把衬底进行700℃热处理20分钟,然后温度降为500℃。打开旋转电机,调节衬底托的转速为300转/分,通入环戊二烯镁($C_5H_5)_2Ca$ 、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气,其摩尔流量比为0.95:2:0.05,流量为10sccm。通入氧气,流量为120sccm,开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至150nm,关闭有机源和载气,继续通氧气,温度降到100℃以下,取出样品 $Ca_{0.95}Si_2O_2N_2:0.05Mn^{2+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0049] 实施例5:衬底为南玻公司购买的ITO玻璃,先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟,然后用蒸馏水冲洗干净,氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-3}Pa$;然后把衬底进行700℃热处理10分钟,然后温度降为250℃。打开旋转电机,调节衬底托的转速为50转/分,通入环戊二烯镁($C_5H_5)_2Ca$ 、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气,其摩尔流量比为0.99:2:0.01,通入氧气,流量为10sccm,开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至80nm,关闭有机源和载气,继续通氧气,温度降到100℃以下,取出样品 $Ca_{0.99}Si_2O_2N_2:0.01Mn^{2+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0050] 实施例6:衬底为南玻公司购买的ITO玻璃,先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟,然后用蒸馏水冲洗干净,氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}Pa$;然后把衬底进行700℃热处理30分钟,然后温度降为650℃。打开旋转电机,调节衬底托的转速为1000转/分,通入环戊二烯镁($C_5H_5)_2Ca$ 、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气,其摩尔流量比为0.92:2:0.08,通入氧气,流量为200sccm,开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至300nm,关闭有机源和载气,继续通氧气,温度降到100℃以下,取出样品 $Ca_{0.92}Si_2O_2N_2:0.08Mn^{2+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0051] 实施例7:衬底为南玻公司购买的ITO玻璃,先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟,然后用蒸馏水冲洗干净,氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $4.0 \times 10^{-3}Pa$;然后把衬底进行700℃热处理20分钟,然后温度降为500℃。打开旋转电机,调节衬底托的转速为300转/分,通入环戊二烯镁($C_5H_5)_2Sr$ 、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气,其摩尔流量比为0.95:2:0.05,流量为10sccm。通入氧气,流量为120sccm,开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至150nm,关闭有机源和载气,继续通氧气,温度降到100℃以下,取出样品 $Sr_{0.95}Si_2O_2N_2:0.05Mn^{2+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0052] 实施例8:衬底为南玻公司购买的ITO玻璃,先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟,然后用蒸馏水冲洗干净,氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-3} Pa;然后把衬底进行700℃热处理10分钟,然后温度降为250℃。打开旋转电机,调节衬底托的转速为50转/分,通入环戊二烯镁(C_5H_5)₂Sr、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气,其摩尔流量比为0.99:2:0.01,通入氧气,流量为10sccm,开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至80nm,关闭有机源和载气,继续通氧气,温度降到100℃以下,取出样品Sr_{0.99}Si₂O₂N₂:0.01Mn²⁺。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0053] 实施例9:衬底为南玻公司购买的ITO玻璃,先后用甲苯、丙酮和乙醇超声清洗5分钟,然后用蒸馏水冲洗干净,氮气风干后送入设备反应室。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-2} Pa;然后把衬底进行700℃热处理30分钟,然后温度降为650℃。打开旋转电机,调节衬底托的转速为1000转/分,通入环戊二烯镁(C_5H_5)₂Sr、硅烷和甲基二茂锰(MCp)的载气Ar气,其摩尔流量比为0.92:2:0.08,通入氧气,流量为200sccm,开始薄膜的沉积。薄膜的厚度沉积至300nm,关闭有机源和载气,继续通氧气,温度降到100℃以下,取出样品Sr_{0.92}Si₂O₂N₂:0.08Mn²⁺。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0054] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明专利的保护范围应以所附权利要求为准。

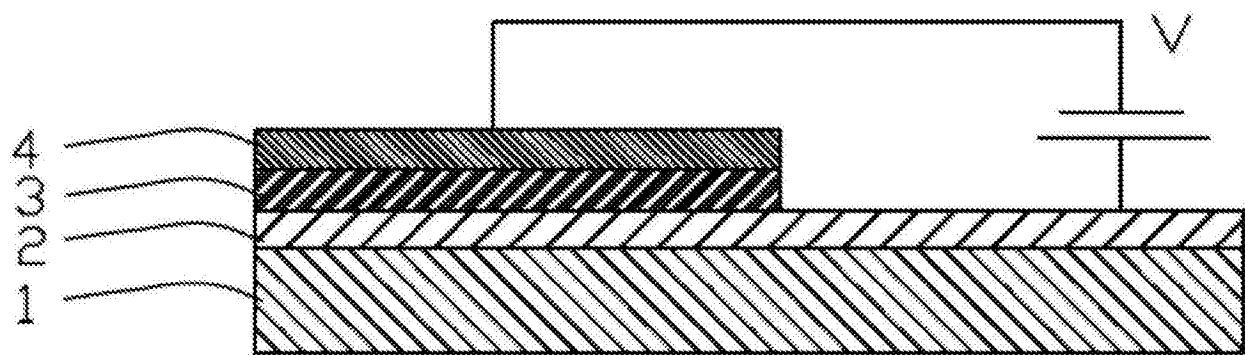


图1

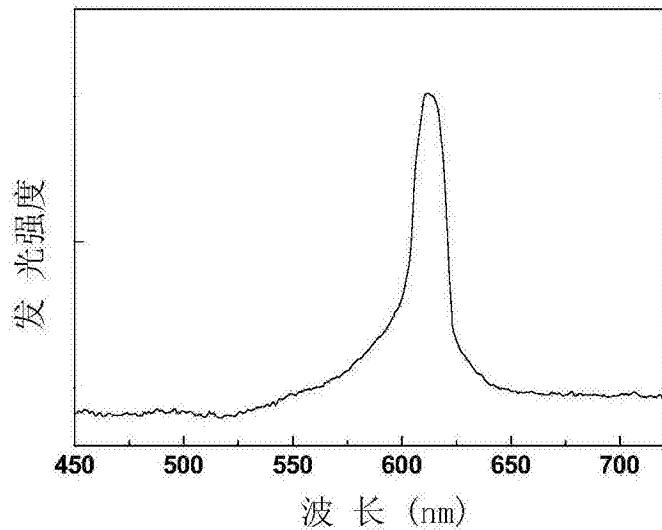


图2

专利名称(译)	一种碱土氮硅酸盐发光材料、制备方法及其应用		
公开(公告)号	CN106147757A	公开(公告)日	2016-11-23
申请号	CN201610421217.9	申请日	2016-06-13
[标]申请(专利权)人(译)	郑甘裕		
申请(专利权)人(译)	郑甘裕		
当前申请(专利权)人(译)	郑甘裕		
[标]发明人	郑甘裕		
发明人	郑甘裕		
IPC分类号	C09K11/59 H01L33/50 H01L27/32		
CPC分类号	C09K11/592 H01L27/32 H01L33/502 H01L2933/0041		
外部链接	Espacenet	Sipo	

摘要(译)

一种碱土氮硅酸盐发光材料，其化学式为 $\text{Me}_{1-x}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2 : x\text{Mn}^{2+}$ ，其中， x 为 $0.01 \sim 0.08$ ， Me 选自镁元素，钙元素，锶元素，钡元素中至少一种， Mn^{2+} 离子是激活元素。该碱土氮硅酸盐发光材料制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中，在 655nm 波长区都有很强的发光峰，能够应用于薄膜电致发光显示器中。本发明还提供该碱土氮硅酸盐发光材料的制备方法及其应用。

