



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106635005 A

(43)申请公布日 2017.05.10

(21)申请号 201610410969.5

(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 11/78(2006.01)

H01L 33/26(2010.01)

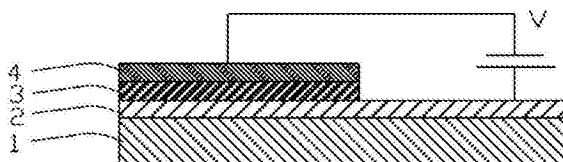
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种铈掺杂氧化钆发光材料、制备方法及其
应用

(57)摘要

一种铈掺杂氧化钆发光材料,其化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中,x为0.01~0.08。该铈掺杂氧化钆发光材料制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中,在506nm绿光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。本发明还提供该铈掺杂氧化钆发光材料的制备方法及其应用。



1. 一种铈掺杂氧化钆发光材料,其特征在于:其化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中,x的值为0.01~0.08。

2. 一种铈掺杂氧化钆发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

根据 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 各元素的化学计量比称取,其中,x为0.01~0.08,优选0.05;及

有机源分别选用三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆 $Gd(DPM)_3$ 和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铈 $Eu(DPM)_3$,其摩尔比为 $1-x:x$,

用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2} Pa \sim 1.0 \times 10^{-3} Pa$,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 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 的材料。

3. 一种铈掺杂氧化钆发光薄膜,其特征在于,该铈掺杂氧化钆发光薄膜的材料的化学通式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中,x为0.01~0.08。

4. 如权利要求3所述铈掺杂氧化钆发光薄膜,其特征在于,所述薄膜的厚度为80~300nm。

5. 如权利要求4所述铈掺杂氧化钆发光薄膜,其特征在于,所述薄膜的厚度为150nm。

6. 一种铈掺杂氧化钆薄膜的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

根据 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 各元素的化学计量比称取,其中,x为0.01~0.08;及

有机源分别选用三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆 $Gd(DPM)_3$ 和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铈 $Eu(DPM)_3$,其摩尔比为 $1-x:x$,

用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2} Pa \sim 1.0 \times 10^{-3} Pa$,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 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 的薄膜。

7. 如权利要求6所述铈掺杂氧化钆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 $4.0 \times 10^{-4} Pa$,衬底底5、根据权利要求4所述的铈掺杂氧化钆发光薄膜的制备方法,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铈掺杂氧化钆发光材料,该铈掺杂氧化钆发光材料的化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中,x为0.01~0.08。

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铈掺杂氧化钆发光材料,该铈掺杂氧化钆发光材料的化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中,x为0.01~0.08;

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 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 各元素的化学计量比称取,其中,x为0.01~0.08;及

有机源分别选用三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆 $Gd(DPM)_3$ 和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铈 $Eu(DPM)_3$,其摩尔比为 $1-x:x$,

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 $10 \sim 30$ 分钟,调节衬底托的转速为 $50 \sim 1000$ 转/分,通入载气Ar气,气流量为 $5 \sim 15$ sccm,然后通入氧气,流量为 $10 \sim 200$ sccm,开始薄膜的沉积,得到化学式为 $\text{Gd}_2\text{O}_3: x\text{Eu}^{3+}$ 的材料。

一种铈掺杂氧化钆发光材料、制备方法及其应用

【技术领域】

[0001] 本发明涉及一种铈掺杂氧化钆发光材料、其制备方法、铈掺杂氧化钆发光薄膜、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。

[0003] 对于氧化钆室温和低温下的光谱及激光性质,很多研究工作者已经有不少文献报道。但是,以此类物质作发光材料制备成电致发光的薄膜,仍未见报道。

【发明内容】

[0004] 基于此,有必要提供一种铈掺杂氧化钆发光材料,其化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中, x 为0.01~0.08。

[0005] 一种铈掺杂氧化钆发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0006] 根据 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 各元素的化学计量比称取,其中, x 为0.01~0.08;及

[0007] 有机源分别选用三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆 $Gd(DPM)_3$ 和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铈 $Eu(DPM)_3$,其摩尔比为 $1-x:x$,

[0008] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}Pa \sim 1.0 \times 10^{-3}Pa$,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 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 的材料;

[0009] 一种铈掺杂氧化钆发光薄膜,该铈掺杂氧化钆发光薄膜的材料的化学通式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中, x 为0.01~0.08;

[0010] 一种铈掺杂氧化钆发光薄膜的制备方法,包括以下步骤:

[0011] 根据 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 各元素的化学计量比称取,其中, x 为0.01~0.08;及

[0012] 有机源分别选用三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆 $Gd(DPM)_3$ 和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铈 $Eu(DPM)_3$,其摩尔比为 $1-x:x$,

[0013] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2}Pa \sim 1.0 \times 10^{-3}Pa$,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 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 的薄膜。

[0014] 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铈掺杂氧化钆发光材料,该铈掺杂氧化钆发光材料的化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中, x 为0.01~0.08;

[0015] 一种薄膜电致发光器件的制备方法,包括以下步骤:

- [0016] 提供具有阳极的衬底；
- [0017] 在所述阳极上形成发光层，所述发光层的材料为铕掺杂氧化钆发光材料，该铕掺杂氧化钆发光材料的化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ ，其中， x 为0.01~0.08；
- [0018] 在所述发光层上形成阴极；
- [0019] 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：
- [0020] 根据 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 各元素的化学计量比称取，其中， x 为0.01~0.08；及
- [0021] 有机源分别选用三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆 $Gd(DPM)_3$ 和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铕 $Eu(DPM)_3$ ，其摩尔比为 $1-x:x$ ，
- [0022] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2} Pa \sim 1.0 \times 10^{-3} Pa$ ，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 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 的材料。
- [0023] 上述铕掺杂氧化钆发光材料($Gd_2O_3:xEu^{3+}$)制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中，在506nm绿光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】

- [0024] 图1为一实施方式的薄膜电致发光器件的结构示意图；
- [0025] 图2为实施例1制备的铕掺杂氧化钆发光薄膜的电致发光光谱图；
- 其中，1为玻璃衬底；2为ITO透明导电薄膜作为阳极；3为发光材料薄膜层；4为Ag层，图2中曲线1是实施例1得到薄膜样品的EL光谱，曲线2是无铜元素掺杂的对比例。

【具体实施方式】

- [0026] 下面结合附图和具体实施例对铕掺杂氧化钆发光材料、其制备方法、铕掺杂氧化钆发光薄膜、其制备方法、薄膜电致发光器件及其制备方法进一步阐明。
- [0027] 一实施方式的铕掺杂氧化钆发光材料，其化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ ，其中， x 为0.01~0.08。
- [0028] 优选的， x 为0.05。
- [0029] 该铕掺杂氧化钆发光材料中 Gd_2O_3 是基质 Eu^{3+} 离子是激活元素。该铕掺杂氧化钆发光材料制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中，在506nm绿光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。
- [0030] 上述铕掺杂氧化钆发光材料的制备方法，包括以下步骤：
- [0031] 步骤S11、根据 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 各元素的化学计量比称取，其中， x 为0.01~0.08。
- [0032] 步骤S12、有机源分别选用三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆 $Gd(DPM)_3$ 和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铕 $Eu(DPM)_3$ ，其摩尔比为 $1-x:x$ ，用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2} Pa \sim 1.0 \times 10^{-3} Pa$ ，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 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 的材料。
- [0033] 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。

[0034] 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的材料为铕掺杂氧化钆发光材料,该铕掺杂氧化钆发光材料的化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中,x为0.01~0.08。阴极4的材质为银(Ag)。

[0035] 上述薄膜电致发光器件的制备方法,包括以下步骤:

[0036] 步骤S31、提供具有阳极2的衬底1。

[0037] 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。

[0038] 步骤S32、在阳极2上形成发光层3,发光层3的材料为铕掺杂氧化钆发光材料,该铕掺杂氧化钆发光材料的化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$,其中,x为0.01~0.08。

[0039] 本实施方式中,发光层3由以下步骤制得:

[0040] 首先,将根据 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 各元素的化学计量比称取,其中,x为0.01~0.08,。

[0041] 其次,有机源分别选用三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆Gd(DPM)₃和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铕Eu(DPM)₃,其摩尔比为1-x:x。

[0042] 然后,用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2} Pa \sim 1.0 \times 10^{-3} Pa$,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 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ 的材料,镀膜,在阳极2上形成发光层3。

[0043] 步骤S33、在发光层3上形成阴极4。

[0044] 本实施方式中,阴极4的材料为银(Ag),由蒸镀形成。

[0045] 下面为具体实施例。

[0046] 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 $4.0 \times 10^{-3} Pa$;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,通入三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆Gd(DPM)₃和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铕Eu(DPM)₃的载气Ar气,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 $Gd_2O_3:0.05Eu^{3+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0047] 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 $1.0 \times 10^{-3} Pa$;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,通入三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆Gd(DPM)₃和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铕Eu(DPM)₃的载气Ar气,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 $Gd_2O_3:0.01Eu^{3+}$ 。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0048] 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,通入三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)钆Gd(DPM)₃和三(2,2,6,6-四甲基-3,5-庚二酮酸)铕Eu(DPM)₃的载气Ar气,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Gd₂O₃:0.08Eu³⁺。最后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0049] 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。

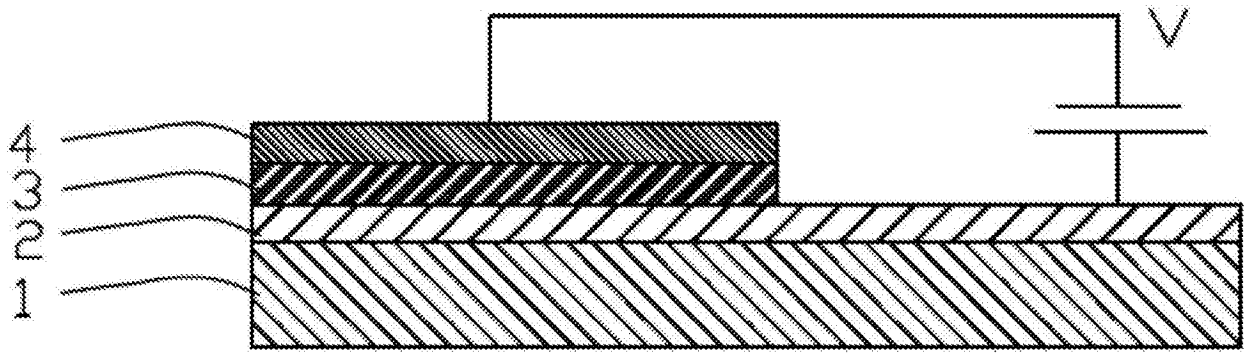


图1

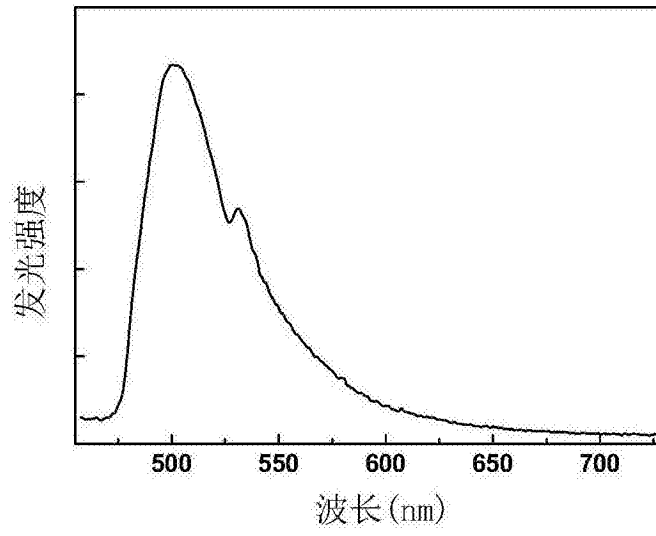


图2

专利名称(译)	一种铈掺杂氧化钆发光材料、制备方法及其应用		
公开(公告)号	CN106635005A	公开(公告)日	2017-05-10
申请号	CN201610410969.5	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	C09K11/78 H01L33/26		
CPC分类号	C09K11/7787 H01L33/26		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

一种铈掺杂氧化钆发光材料，其化学式为 $Gd_2O_3:xEu^{3+}$ ，其中， x 为0.01~0.08。该铈掺杂氧化钆发光材料制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中，在506nm绿光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。本发明还提供该铈掺杂氧化钆发光材料的制备方法及其应用。

