



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106635006 A

(43)申请公布日 2017. 05. 10

(21)申请号 201610412575.3

(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 33/50(2010.01)

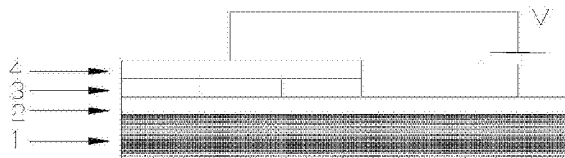
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种锰掺杂铈酸铈发光材料、制备方法及其
应用

(57)摘要

一种锰掺杂铈酸铈发光材料,其化学式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $0.01 \leq \text{x} \leq 0.08$ 。该锰掺杂铈酸铈发光材料制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中,在520nm波长区都有很强的发光峰,能够得到良好的绿光到蓝光的激发。本发明还提供该锰掺杂铈酸铈发光材料的制备方法锰掺杂铈酸铈发光薄膜、其制备方法及薄膜电致发光器件。



1. 一种锰掺杂铈酸铈发光材料,其特征在于:其化学式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

2. 根据权利要求1所述的锰掺杂铈酸铈发光材料,其特征在于,x为0.05。

3. 一种锰掺杂铈酸铈发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一、根据 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$ 各元素的化学计量比称取 CeO_2 , Sb_2O_5 , MnO_2 粉体并混合均匀,其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$;

步骤二、将混合均匀的粉体在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结0.5小时~5小时即得到所述锰掺杂铈酸铈发光材料。

4. 根据权利要求3所述的锰掺杂铈酸铈发光材料的制备方法,其特征在于,x为0.05。

5. 根据权利要求3所述的锰掺杂铈酸铈发光材料的制备方法,其特征在于,步骤二中将混合均匀的粉体在 1250°C 下烧结3小时。

6. 一种锰掺杂铈酸铈发光薄膜,其特征在于,该锰掺杂铈酸铈发光薄膜的材料的化学通式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}$ 是基质, Mn^{4+} 离子是激活元素, $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

7. 根据权利要求6所述的锰掺杂铈酸铈发光薄膜,其特征在于,x为0.05。

8. 一种锰掺杂铈酸铈发光薄膜的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一、根据 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$ 各元素化学计量比称取 CeO_2 , Sb_2O_5 , MnO_2 粉体并混合均匀在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结0.5小时~5小时制成靶材,其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$;

步骤二、将步骤一中得到的靶材以及衬底装入磁控溅射镀膜设备的真空腔体,并将真空腔体的真空度设置为 $1.0 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-5} \text{Pa}$;

步骤三、调整磁控溅射镀膜工艺参数为:基靶间距为45nm~90mm,磁控溅射工作压强 $0.2 \text{Pa} \sim 4 \text{Pa}$,氩气工作气体的流量为 $10 \text{sccm} \sim 35 \text{sccm}$,衬底温度为 $250^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$;接着进行制膜,得到薄膜样品;

步骤四、将步骤三中得到的薄膜样品于 $500^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ 下真空退火处理1h~3h,得到所述锰掺杂铈酸铈发光薄膜。

9. 根据权利要求8所述的锰掺杂铈酸铈发光薄膜的制备方法,其特征在于,步骤一中x为0.05;步骤三中,基靶间距为60mm,磁控溅射工作压强 2Pa ,氩气工作气体的流量为 25sccm ,衬底温度为 500°C ;步骤四中,薄膜样品于 600°C 下真空退火处理2h。

10. 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锰掺杂铈酸铈发光材料,该锰掺杂铈酸铈发光材料的化学式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

一种锰掺杂铈酸铈发光材料、制备方法及其应用

【技术领域】

[0001] 本发明涉及一种锰掺杂铈酸铈发光材料、其制备方法、锰掺杂铈酸铈发光薄膜、其制备方法及其薄膜电致发光器件。

【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。

[0003] 在LED荧光粉的研究中,铈酸铈是一类基质晶体结构稳定、化学稳定性好的可用于近紫外激发的绿色发光粉,其激发光谱能够较好地匹配现有的近紫外LED的发射光谱能够得到良好的红光到蓝光的激发。但是,用铈酸铈制备成薄膜电致发光材料的,仍未见报道。

【发明内容】

[0004] 基于此,有必要提供一种可应用于薄膜电致发光器件的锰掺杂铈酸铈发光材料、其制备方法、锰掺杂铈酸铈发光薄膜、其制备方法和使用该锰掺杂铈酸铈发光材料的薄膜电致发光器件。

[0005] 一种锰掺杂铈酸铈发光材料,其化学式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $0.01 \leq \text{x} \leq 0.08$ 。

[0006] 在优选的实施例中,x为0.05。

[0007] 一种锰掺杂铈酸铈发光材料的制备方法,包括以下步骤:步骤一、根据 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$ 各元素的化学计量比称取 CeO_2 , Sb_2O_5 , MnO_2 粉体并混合均匀,其中 $0.01 \leq \text{x} \leq 0.08$;步骤二、将混合均匀的粉体在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结0.5小时~5小时即可得到所述锰掺杂铈酸铈发光材料。

[0008] 在优选的实施例中,x为0.05。

[0009] 在优选的实施例中,步骤二中将混合均匀的粉体在 1250°C 下烧结3小时。

[0010] 一种锰掺杂铈酸铈发光薄膜,该锰掺杂铈酸铈发光薄膜的材料的化学通式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}$ 是基质, Mn^{4+} 元素是激活元素, $0.01 \leq \text{x} \leq 0.08$ 。

[0011] 在优选的实施例中,x为0.05。

[0012] 一种锰掺杂铈酸铈发光薄膜的制备方法,包括以下步骤:步骤一、根据 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$ 各元素化学计量比称取 CeO_2 , Sb_2O_5 , MnO_2 粉体并混合均匀在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结0.5小时~5小时制成靶材,其中 $0.01 \leq \text{x} \leq 0.08$;步骤二、将步骤一中得到的靶材以及衬底装入磁控溅射镀膜设备的真空腔体,并将真空腔体的真空度设置为 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$;步骤三、调整磁控溅射镀膜工艺参数为:基靶间距为45mm~90mm,磁控溅射工作压强0.2Pa~4Pa,氩气工作气体的流量为10sccm~35sccm,衬底温度为 $250^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$;接着进行制膜,得到薄膜样品;步骤四、将步骤三中得到的薄膜样品于 $500^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ 下真空退火处理1h~3h,得到所述锰掺杂铈酸铈发光薄膜。

[0013] 在优选的实施例中,步骤一中x为0.05;步骤三中,基靶间距为60mm,磁控溅射工作压强2Pa,氩气工作气体的流量为25sccm,衬底温度为 500°C ;步骤四中,薄膜样品于 600°C 下

真空退火处理2h。

[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锰掺杂铈酸铈发光材料,该锰掺杂铈酸铈发光材料的化学式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0015] 上述锰掺杂铈酸铈发光材料($\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$)制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中,在520nm波长区都有很强的发光峰,能够得到良好的绿光到蓝光的激发。

【附图说明】

[0016] 图1为一实施方式的薄膜电致发光器件的结构示意图;

[0017] 图2为实施例1制备的锰掺杂铈酸铈发光薄膜的电致发光图谱。

[0018] 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,作为阴极。

[0019] 下面结合附图和具体实施例含蒽醌单元的共轭聚合物及其制备方法和应用进一步阐明。

[0020] 一实施方式的锰掺杂铈酸铈发光材料,其化学式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$,优选的,x为0.05。

[0021] 该锰掺杂铈酸铈发光材料中 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$ 是基质, Mn^{4+} 元素是激活元素,能够得到良好的绿光到蓝光的激发,是电致发光器件的发展材料。

[0022] 上述锰掺杂铈酸铈发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0023] 步骤S11、根据 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$ 各元素化学计量比称取 CeO_2 , Sb_2O_5 , MnO_2 粉体,其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0024] 该步骤中,优选的,x为0.05。

[0025] 步骤S12、将混合均的粉体在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结0.5小时~5小时即可得到目标产物。

[0026] 该步骤中,优选的在 1250°C 下烧结3小时。

[0027] 一实施方式的锰掺杂铈酸铈发光薄膜,该锰掺杂铈酸铈发光薄膜的材料的化学通式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}$ 是基质, Mn^{4+} 元素是激活元素, $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0028] 优选的,x为0.05。

[0029] 上述锰掺杂铈酸铈发光薄膜的制备方法,包括以下步骤:

[0030] 步骤S21、根据 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$ 各元素化学计量比称取 CeO_2 , Sb_2O_5 , MnO_2 粉体并混合均匀在 $900^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$ 下烧结N小时制成靶材,其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0031] 该步骤中,优选的,x为0.05。

[0032] 步骤S22、将步骤S21中得到的靶材以及衬底装入磁控溅射镀膜设备的真空腔体,并将真空腔体的真空度设置为 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa} \sim 1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$ 。

[0033] 该步骤中,优选的,真空度为 $5 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 。

[0034] 步骤S23、调整磁控溅射镀膜工艺参数为:基靶间距为45mm~90mm,磁控溅射工作压强 $0.2\text{Pa} \sim 4\text{Pa}$,氩气工作气体的流量为 $10\text{sccm} \sim 35\text{sccm}$,衬底温度为 $250^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$;接着进行制膜,得到薄膜样品。

[0035] 该步骤中,优选的基靶间距为60mm,磁控溅射工作压强 2Pa ,氩气工作气体的流量

为25sccm,衬底温度为500℃。

[0036] 步骤S24、将步骤S23中得到的薄膜样品于500℃~800℃下真空退火处理1h~3h,得到化学通式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$,其中 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}$ 是基质, Mn^{4+} 元素是激活元素, $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0037] 该步骤中,优选的,薄膜样品在600℃下真空退火处理2h。

[0038] 请参阅图1,一实施方式的薄膜电致发光器100,该薄膜电致发光器件100包括依次层叠的衬底1、阳极层2、发光层3以及阴极层4,所述发光层3的材料为锰掺杂铈酸铈发光材料,该锰掺杂铈酸铈发光材料的化学式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$, $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。

[0039] 本发明采用磁控溅射设备,利用锰掺杂铈酸铈发光材料制备锰掺杂铈酸铈发光薄膜($\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:\text{xMn}^{4+}$),得到薄膜的电致发光谱(EL)中,在520nm位置有很强的发光峰。

[0040] 下面为具体实施例。

[0041] 实施例1

[0042] 选用纯度为99.99%的粉体,将1mmoI的 CeO_2 ,2.5mmoI的 Sb_2O_5 ,0.03mmoI的 MnO_2 ,经过均匀混合后,在1250℃下烧结3小时成直径为50mm,厚度为2mm的陶瓷靶材,并将靶材装入真空腔体内。然后,先后用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带氧化铟锡(ITO)的玻璃衬底,并用对其进行氧等离子处理,放入真空腔体。把靶材和衬底的距离设定为60mm。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽到 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$,氩气的工作气体流量为25sccm,压强调节为2.0Pa,衬底温度为500℃。得到的样品在0.01Pa真空炉中退火2h,退火温度为600℃。然后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0043] 本实施例中得到的锰掺杂铈酸铈发光薄膜的化学通式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:0.03\text{Mn}^{4+}$,其中 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}$ 是基质, Mn^{4+} 元素是激活元素。

[0044] 请参阅图2,图2所示为得到的锰掺杂铈酸铈发光薄膜的电致发光谱(EL)。由图2可以看出,电致发光谱中,在520nm波长区都有很强的发光峰。

[0045] 实施例2

[0046] 选用纯度为99.99%的粉体,1mmoI的 CeO_2 ,2.5mmoI的 Sb_2O_5 ,0.08mmoI的 MnO_2 ,经过均匀混合后,在900℃下烧结成直径为50mm,厚度为2mm的陶瓷靶材,并将靶材装入真空腔体内。然后,先后用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带ITO的玻璃衬底,并用对其进行氧等离子处理,放入真空腔体。把靶材和衬底的距离设定为45mm。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽到 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,氩气的工作气体流量为10sccm,压强调节为0.2Pa,衬底温度为250℃。得到的样品在0.01Pa真空炉中退火1h,退火温度为500℃。然后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0047] 本实施例中得到的锰掺杂铈酸铈发光薄膜的化学通式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:0.08\text{Mn}^{4+}$,其中 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}$ 是基质, Mn^{4+} 元素是激活元素。

[0048] 实施例3

[0049] 选用纯度为99.99%的粉体,1mmoI的 CeO_2 ,2.5mmoI的 Sb_2O_5 ,0.08mmoI的 MnO_2 ,经过均匀混合后,在1300℃下烧结成直径为50mm,厚度为2mm的陶瓷靶材,并将靶材装入真空腔体内。然后,先后用丙酮、无水乙醇和去离子水超声清洗带ITO的玻璃衬底,并用对其进行氧等离子处理,放入真空腔体。把靶材和衬底的距离设定为95mm。用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽到 $1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$,氩气的工作气体流量为35sccm,压强调节为4.0Pa,衬底温度为750

℃。得到的样品在0.01Pa真空炉中退火3h,退火温度为800℃。然后在发光薄膜上面蒸镀一层Ag,作为阴极。

[0050] 本实施例中得到的锰掺杂铋酸铈发光薄膜的化学通式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}:0.01\text{Mn}^{4+}$,其中 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14}$ 是基质, Mn^{4+} 元素是激活元素。

[0051] 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。

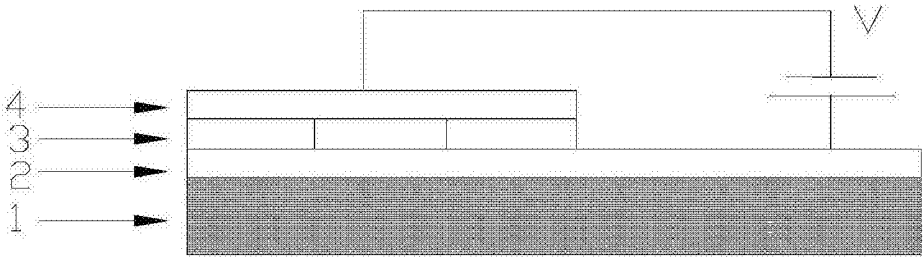


图1

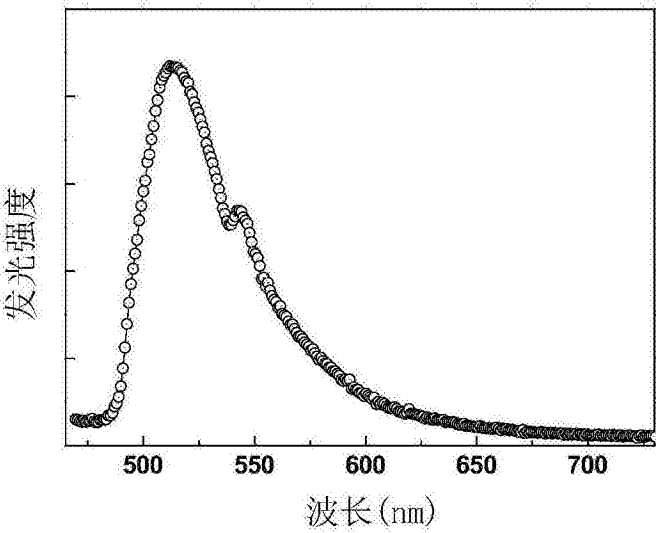


图2

专利名称(译)	一种锰掺杂铈酸铈发光材料、制备方法及其应用		
公开(公告)号	CN106635006A	公开(公告)日	2017-05-10
申请号	CN201610412575.3	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 H01L33/50		
CPC分类号	C09K11/7716 H01L33/502 H01L2933/0041		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

一种锰掺杂铈酸铈发光材料，其化学式为 $\text{CeSb}_5\text{O}_{14} : x\text{Mn}^{4+}$ ，其中 $0.01 \leq x \leq 0.08$ 。该锰掺杂铈酸铈发光材料制成的发光薄膜的电致发光光谱(EL)中，在520nm波长区都有很强的发光峰，能够得到良好的绿光到蓝光的激发。本发明还提供该锰掺杂铈酸铈发光材料的制备方法锰掺杂铈酸铈发光薄膜、其制备方法及薄膜电致发光器件。

