

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103045237 A

(43) 申请公布日 2013. 04. 17

(21) 申请号 201110316210. 8

(22) 申请日 2011. 10. 17

(71) 申请人 海洋王照明科技股份有限公司

地址 518100 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

(72) 发明人 周明杰 王平 陈吉星 黄辉

(74) 专利代理机构 广州华进联合专利商标代理
有限公司 44224

代理人 何平

(51) Int. Cl.

C09K 11/61 (2006. 01)

H01L 51/54 (2006. 01)

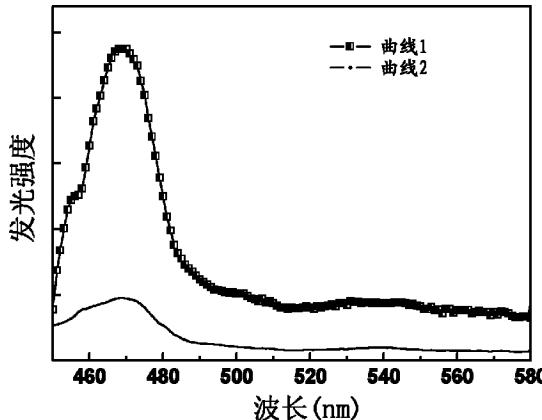
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 2 页

(54) 发明名称

钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料、制备方法及其应用

(57) 摘要

一种钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料，其化学式为 $BaCl_2: xNd^{3+}, yYb^{3+}$ ，其中，x 为 0.01 ~ 0.05，y 为 0.01 ~ 0.06。该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的光致发光光谱中，钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的激发波长为 586nm，在 469nm 波长区由 Nd^{3+} 离子 $^2P_{3/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ 的跃迁辐射形成发光峰，发出蓝光短波发光。本发明还提供该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法及使用该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的有机发光器件。



1. 一种钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料, 其特征在于: 其化学式为 $\text{BaCl}_2 \cdot x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$, 其中, x 为 $0.01 \sim 0.05$, y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。

2. 根据权利要求 1 所述的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料, 其特征在于, x 为 0.02 , y 为 0.03 。

3. 一种钕镱双掺杂氯化钡上转换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 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Nd_2O_3 和 Yb_2O_3 各粉体按摩尔比为 (89 ~ 98) : (1 ~ 5) : (1 ~ 6) ;

步骤二、将步骤一中称取的粉体混合均匀得到前驱体;

步骤三、将所述前驱体在 $500^\circ\text{C} \sim 900^\circ\text{C}$ 下灼烧 0.5 小时 ~ 5 小时, 之后冷却到 $100^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$, 再保温 0.5 小时 ~ 3 小时得到钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料, 其中化学式为 $\text{BaCl}_2 \cdot x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$, 其中, x 为 $0.01 \sim 0.05$, y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。

4. 根据权利要求 3 所述的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法, 其特征在于, x 为 0.02 , y 为 0.03 。

5. 根据权利要求 3 所述的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法, 其特征在于, 步骤二中将粉体在刚玉钵体中研磨 20 分钟 ~ 60 分钟。

6. 根据权利要求 3 所述的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法, 其特征在于, 步骤三种将所述前驱体在 750°C 下灼烧 3 小时。

7. 根据权利要求 3 所述的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法, 其特征在于, 步骤三中将所述前驱体在 750°C 下灼烧 3 小时, 之后冷却到 200°C , 再保温 2 小时得到钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料。

8. 根据权利要求 3 所述的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法, 其特征在于, 步骤三中所述前驱体在 $500^\circ\text{C} \sim 900^\circ\text{C}$ 下灼烧 0.5 小时 ~ 5 小时, 之后冷却到 $100^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$, 再保温 0.5 小时 ~ 3 小时后随炉冷却到室温得到块状材料, 将所述块状材料粉碎得到目标产物。

9. 根据权利要求 3 所述的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法, 其特征在于, 步骤二中, 将步骤一中称取的粉体球磨得到混合均匀的前驱体。

10. 一种有机发光器件, 该有机发光器件包括依次层叠的阴极、发光层、导电层及阳极, 其特征在于, 所述发光层的材料为钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料, 该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的化学式为 $\text{BaCl}_2 \cdot x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$, 其中, x 为 $0.01 \sim 0.05$, y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。

钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料、制备方法及其应用

【技术领域】

[0001] 本发明涉及一种钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料、制备方法及有机发光器件。

【背景技术】

[0002] 有机发光器件 (OLED) 由于组件结构简单、生产成本便宜、自发光、反应时间短、可弯曲等特性,而得到了极广泛的应用。但由于目前得到稳定高效的 OLED 蓝光材料比较困难,极大的限制了白光 OLED 器件及光源行业的发展。

[0003] 上转换荧光材料能够在长波 (如红外) 辐射激发下发射出可见光,甚至紫外光,在光纤通讯技术、纤维放大器、三维立体显示、生物分子荧光标识、红外辐射探测等领域具有广泛的应用前景。但是,可由红外,红绿光等长波辐射激发出蓝光发射的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料,仍未见报道。

【发明内容】

[0004] 基于此,有必要提供一种可由长波辐射激发出蓝光的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料、制备方法及使用该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的有机发光器件。

[0005] 一种钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料,其化学式为 $\text{BaCl}_2 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$, 其中, x 为 $0.01 \sim 0.05$, y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。

[0006] 在优选的实施例中, x 为 0.02, y 为 0.03。

[0007] 一种钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法,包括以下步骤:步骤一、根据 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Nd_2O_3 和 Yb_2O_3 各粉体按摩尔比为 $(89 \sim 98) : (1 \sim 5) : (1 \sim 6)$;

[0008] 步骤二、将步骤一中称取的粉体混合均匀得到前驱体;

[0009] 步骤三、将所述前驱体在 $500^\circ\text{C} \sim 900^\circ\text{C}$ 下灼烧 0.5 小时~5 小时,之后冷却到 $100^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$,再保温 0.5 小时~3 小时得到钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料,其中化学式为 $\text{BaCl}_2 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$,其中, x 为 $0.01 \sim 0.05$, y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。

[0010] 在优选的实施例中, x 为 0.02, y 为 0.03。

[0011] 在优选的实施例中,步骤二中将粉体在刚玉钵体中研磨 20 分钟~60 分钟。

[0012] 在优选的实施例中,步骤三种将所述前驱体在 750°C 下灼烧 3 小时。

[0013] 在优选的实施例中,步骤三中将所述前驱体在 750°C 下灼烧 3 小时,之后冷却到 200°C ,再保温 2 小时得到钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料。

[0014] 在优选的实施例中,步骤三中所述前驱体在 $500^\circ\text{C} \sim 900^\circ\text{C}$ 下灼烧 0.5 小时~5 小时,之后冷却到 $100^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$,再保温 0.5 小时~3 小时后随炉冷却到室温得到块状材料,将所述块状材料粉碎得到目标产物。

[0015] 在优选的实施例中,步骤二中,将步骤一中称取的粉体球磨得到混合均匀的前驱体。

[0016] 一种有机发光器件,该有机发光器件包括依次层叠的阴极、发光层、导电层及阳极,所述发光层的材料为钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料,该钕镱双掺杂氯化钡上转换

发光材料的化学式为 $\text{BaCl}_2 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$, 其中, x 为 $0.01 \sim 0.05$, y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。

[0017] 上述钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法较为简单, 成本较低, 同时反应过程中无三废产生, 较为环保; 制备的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的光致发光光谱中, 钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的激发波长为 586nm , 在 469nm 波长区由 Nd^{3+} 离子 $^2\text{P}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$ 的跃迁辐射形成发光峰, 发出蓝光短波发光。

【附图说明】

[0018] 图 1 为一实施方式的有机发光器件的结构示意图。

[0019] 图 2 为实施例 1 制备的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的光致发光谱图。

[0020] 图 3 为实施例 1 制备的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的 XRD 谱图。

【具体实施方式】

[0021] 下面结合附图和具体实施例对钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料及其制备方法进一步阐明。

[0022] 一实施方式的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料, 其化学式为 $\text{BaCl}_2 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$, 其中, x 为 $0.01 \sim 0.05$, y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。

[0023] 优选的, x 为 0.02 , y 为 0.03 。

[0024] 该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的光致发光光谱中, 钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法较为简单, 成本较低, 同时反应过程中无三废产生, 较为环保; 制备的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的光致发光光谱中, 钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的激发波长为 586nm , 在 469nm 波长区由 Nd^{3+} 离子 $^2\text{P}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$ 的跃迁辐射形成发光峰, 发出蓝光短波发光。

[0025] 上述钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法, 包括以下步骤:

[0026] 步骤 S11、根据 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Nd_2O_3 和 Yb_2O_3 各粉体按摩尔比为 $(86 \sim 96) : (1 \sim 5) : (1 \sim 6)$ 。

[0027] 该步骤中, 优选的, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Nd_2O_3 和 Yb_2O_3 各粉体按摩尔比为 $90 : 2 : 3$ 。

[0028] 步骤 S13、将步骤 S11 中称取的粉体混合均匀得到前驱体。

[0029] 该步骤中, 将粉体在刚玉钵体中研磨 20 分钟~60 分钟得到混合均匀的前驱体, 优选的研磨 40 分钟。

[0030] 步骤 S15、将前驱体在 $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 900\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧 0.5 小时~5 小时, 之后冷却到 $100\text{ }^\circ\text{C} \sim 300\text{ }^\circ\text{C}$, 再保温 0.5 小时~3 小时得到钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料, 其中化学式为 $\text{BaCl}_2 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$, 其中, x 为 $0.01 \sim 0.05$, y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。

[0031] 在优选的实施例中, x 为 0.02 , y 为 0.03 。

[0032] 优选的, 前驱体在 $750\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧 3 小时。

[0033] 优选的, 在 $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 900\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧 0.5 小时~5 小时后冷却到 $200\text{ }^\circ\text{C}$, 再保温 2 小时。

[0034] 优选的, 前驱体放入马弗炉在 $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 900\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧 0.5 小时~5 小时, 之后冷却到 $100\text{ }^\circ\text{C} \sim 300\text{ }^\circ\text{C}$, 再保温 0.5 小时~3 小时后随炉冷却到室温得到块状材料, 再把块状材料粉碎得到钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料。

[0035] 上述钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法较为简单,成本较低,同时反应过程中无三废产生,较为环保;制备的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的光致发光光谱中,钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的激发波长为586nm,在469nm波长区由Nd³⁺离子²P_{3/2}→⁴I_{15/2}的跃迁辐射形成发光峰,发出蓝光短波发光。

[0036] 请参阅图1,一实施方式的有机发光器件100,该有机发光器件100包括依次层叠的基板1、阴极2、有机发光层3、透明阳极4以及混有上转换荧光粉6的透明封装层5,透明封装层5中的荧光粉6材料为钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料,其化学式为BaCl₂·xNd³⁺,yYb³⁺,其中,x为0.01~0.05,y为0.01~0.06,该器件中的有机发光层3发出红绿光,部分红绿光激发透明封装层5中分散有钕镱共掺杂氧化锆上转换发光材料6发出蓝色光,最后红绿蓝三色就混成白光。

[0037] 有机发光器件100的发光层2的材料为钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料,钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的激发波长为586nm,在469nm波长区由Nd³⁺离子²P_{3/2}→⁴I_{15/2}的跃迁辐射形成发光峰,发出蓝光短波发光。图2的曲线1是应用了钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的发光图,曲线2是不含该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的对比例。可见上转换发光材料可由红绿光激发出蓝光,混色成白光的器件。

[0038] 下面为具体实施例。

[0039] 实施例1

[0040] 选用纯度为99.99%的粉体,将10mmol NH₄Cl,95mmol BaCl₂·2H₂O,2mmol Nd₂O₃和3mmol Yb₂O₃粉体在刚玉研钵中研磨40分钟使其均匀混合,然后在750℃下灼烧3小时,然后冷却到200℃保温2小时,再随炉冷却到室温取出,得到块体材料,粉碎后可得到化学通式为BaCl₂·0.02Nd³⁺,0.03Yb³⁺上转换荧光粉。

[0041] 请参阅图2,曲线1为本实施例样品的光致发光光谱,曲线2为不掺杂镱的样品对比例。本实施例得到的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的激发波长为586nm,当材料受到长波长(如586nm)的辐射的时候,Nd³⁺离子吸收该光照的能量,此时Nd³⁺离子就处于了²P_{3/2}激发态,然后向⁴I_{15/2}跃迁,就发出469nm的蓝光,可以作为蓝光发光材料。

[0042] 请参阅图3,图3中曲线为实施1制备的钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的XRD曲线,对照PDF卡片,衍射峰所示为氯化钡的晶向,没有出现钕镱元素相关的峰,说明两种元素是进入了氯化钡的晶格。

[0043] 实施例2

[0044] 选用纯度为99.99%的粉体,将22mmol NH₄Cl,89mmol BaCl₂·2H₂O,5mmol Nd₂O₃和6mmol Yb₂O₃粉体在刚玉研钵中研磨40分钟使其均匀混合,然后在900℃下灼烧0.5小时,然后冷却到100℃保温0.5小时,再随炉冷却到室温取出,得到块体材料,粉碎后可得到化学通式为BaCl₂·0.01Nd³⁺,0.06Yb³⁺上转换荧光粉。

[0045] 实施例3

[0046] 选用纯度为99.99%的粉体,将4mmol NH₄Cl,98mmol BaCl₂·2H₂O,1mmol Nd₂O₃和1mmol Yb₂O₃粉体在刚玉研钵中研磨60分钟使其均匀混合,然后在500℃下灼烧5小时,然后冷却到300℃保温3小时,再随炉冷却到室温取出,得到块体材料,粉碎后可得到化学通式为BaCl₂·0.05Nd³⁺,0.01Yb³⁺上转换荧光粉。

[0047] 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。

100

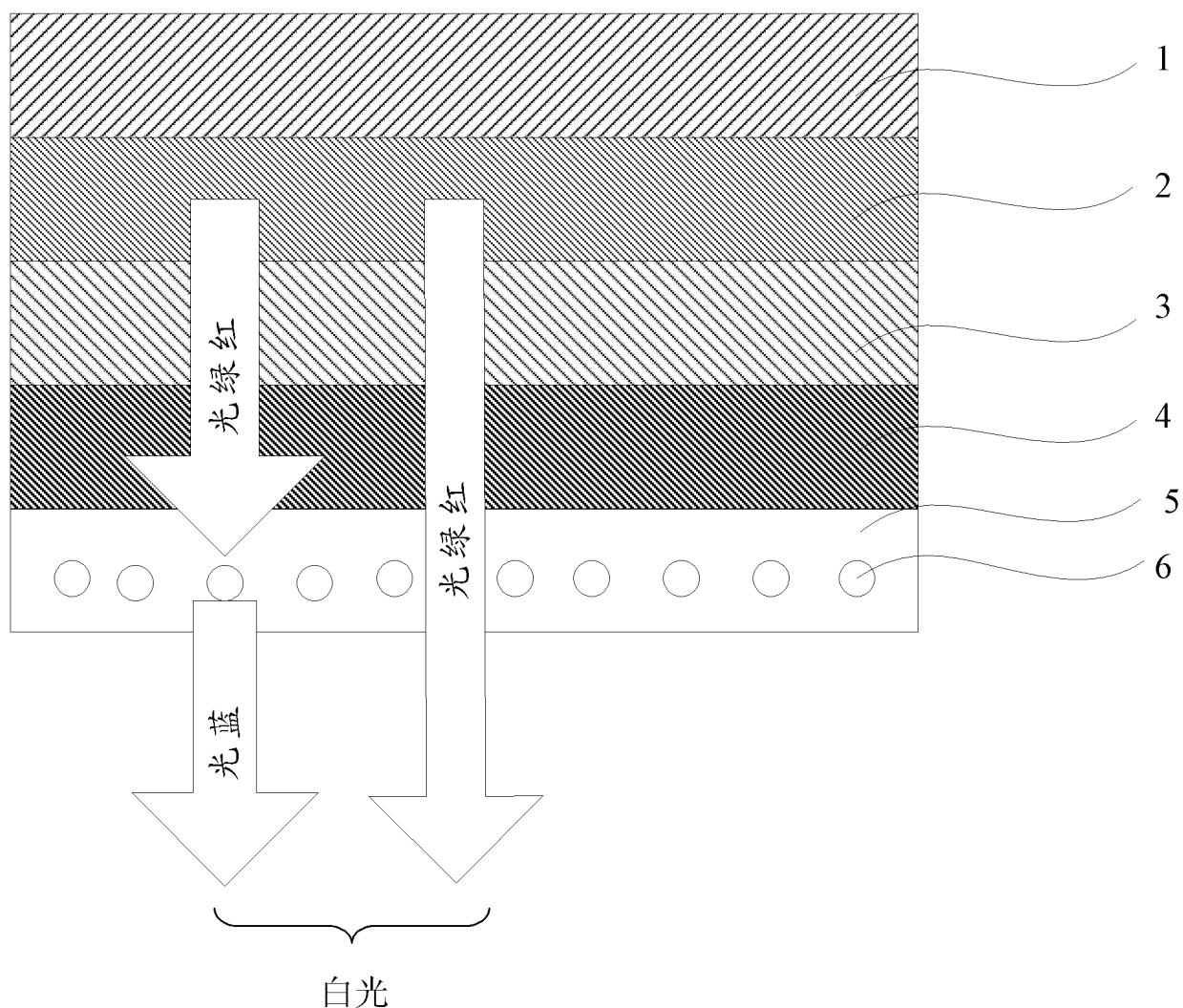


图 1

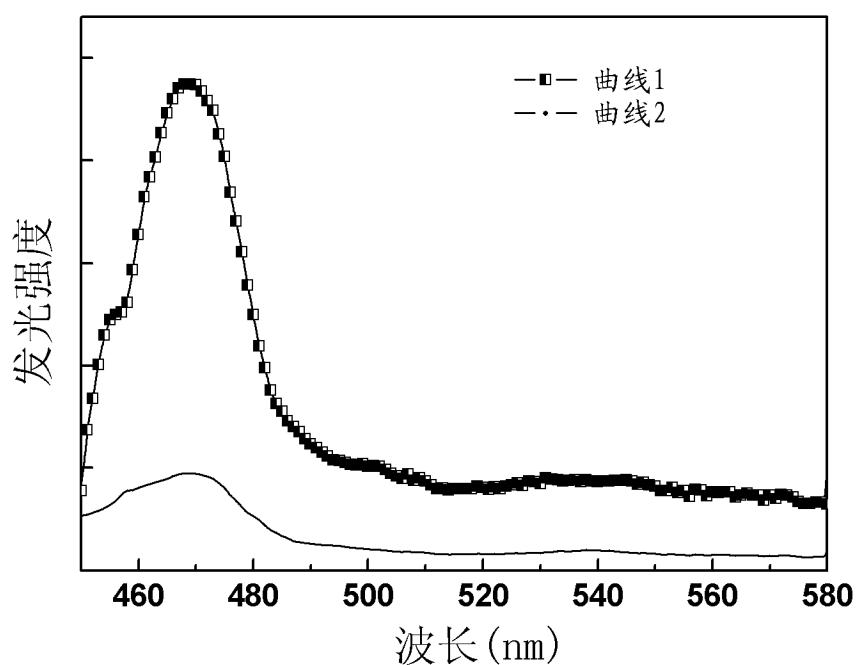


图 2

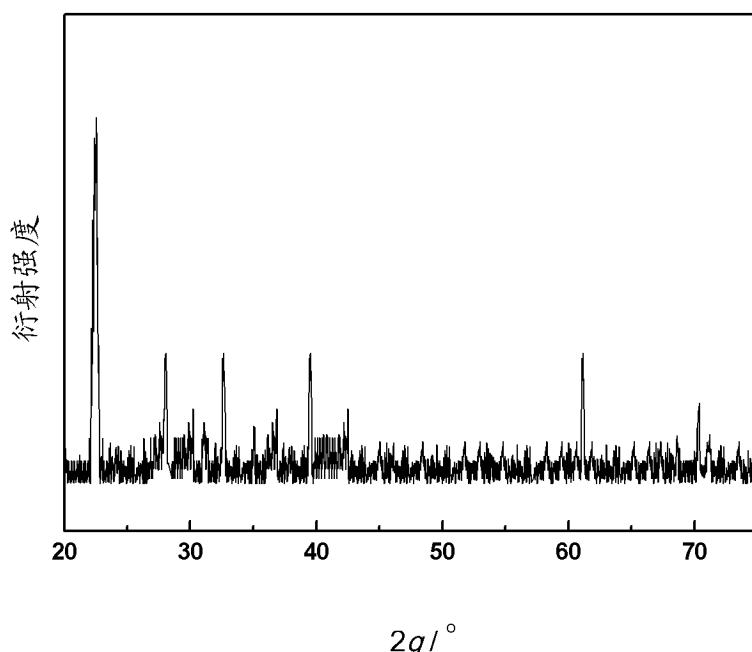


图 3

专利名称(译)	钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料、制备方法及其应用		
公开(公告)号	CN103045237A	公开(公告)日	2013-04-17
申请号	CN201110316210.8	申请日	2011-10-17
[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	C09K11/61 H01L51/54		
代理人(译)	何平		
其他公开文献	CN103045237B		
外部链接	Espacenet Sipo		

摘要(译)

一种钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料，其化学式为 $BaCl_2:xNd^{3+}, yYb^{3+}$ ，其中， x 为 $0.01 \sim 0.05$ ， y 为 $0.01 \sim 0.06$ 。该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的光致发光光谱中，钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的激发波长为 $586nm$ ，在 $469nm$ 波长区由 Nd^{3+} 离子 $2P3/2 \rightarrow 4I15/2$ 的跃迁辐射形成发光峰，发出蓝光短波发光。本发明还提供该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的制备方法及使用该钕镱双掺杂氯化钡上转换发光材料的有机发光器件。

