



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104650887 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 27

(21) 申请号 201310580807. 2

(22) 申请日 2013. 11. 18

(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 张振华

(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 11/74(2006. 01)

H01L 33/50(2010. 01)

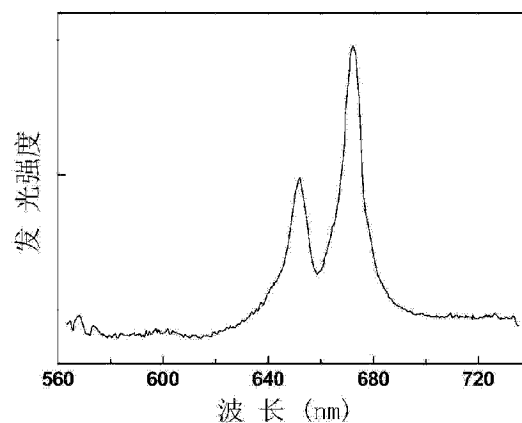
权利要求书2页 说明书11页 附图2页

(54) 发明名称

一种碱土铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种碱土铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用。本发明提供的碱土铅砷酸盐发光材料结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:\text{xMn}^{4+}, \text{yCr}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08, 该碱土铅砷酸盐发光材料具有良好的结构稳定性, 在 650nm 和 675nm 位置附近有很强的发光峰, 在发光与显示技术、激光与光电子技术以及探测技术等领域具有诱人的应用前景。本发明还提供了一种薄膜电致发光器件及其制备方法。



1. 一种碱土铅砷酸盐发光材料,其特征在于,结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+}, y\text{Cr}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

2. 如权利要求 1 所述的碱土铅砷酸盐发光材料,其特征在于,所述 x 的取值为 0.03, 所述 y 的取值为 0.04。

3. 一种碱土铅砷酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

根据 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+}, y\text{Cr}^{3+}$ 各元素的化学计量比提供或制备陶瓷靶材,其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

将衬底和所述陶瓷靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中,设置真空度为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-5} \text{Pa}$,衬底温度为 $250 \sim 750^\circ\text{C}$,所述衬底和陶瓷靶材的距离为 45 ~ 95mm,通入氧气,于 0.5 ~ 5Pa 的压力下,采用脉冲激光沉积的方法在所述衬底上沉积得到所述碱土铅砷酸盐发光材料,其中,脉冲激光的频率为 5 ~ 15Hz,脉冲激光的能量为 80 ~ 300mJ,所述氧气的流量为 10 ~ 40sccm;

所述碱土铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+}, y\text{Cr}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

4. 如权利要求 3 所述的碱土铅砷酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,所述提供或制备陶瓷靶材的步骤包括:

按 1 : 4-x-y : 3 : x : 0.5y 的摩尔比分别称取氧化物、二氧化铅、五氧化二砷、二氧化锰和三氧化二铬粉体,其中,所述 x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08, 所述氧化物为氧化镁、氧化钙、氧化锶、氧化钡或氧化锌;

将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 $900 \sim 1300^\circ\text{C}$ 下煅烧 1 ~ 3 小时,获得所述陶瓷靶材。

5. 如权利要求 3 所述的碱土铅砷酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,所述在衬底上沉积得到碱土铅砷酸盐发光材料的过程中,包括对所得碱土铅砷酸盐发光材料的退火处理,所述退火处理的方式为:调整真空镀膜室内的压强为 0.001 ~ 0.1Pa,在 $500 \sim 800^\circ\text{C}$ 下退火 1 ~ 3 小时,其中,退火气氛为氧气。

6. 如权利要求 3 所述的碱土铅砷酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,所述 x 的取值为 0.03, 所述 y 的取值为 0.04。

7. 一种薄膜电致发光器件,包括衬底、发光层和阴极,其特征在于,所述发光层的材质为碱土铅砷酸盐发光材料,所述碱土铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+}, y\text{Cr}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

8. 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:

根据 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+}, y\text{Cr}^{3+}$ 各元素的化学计量比提供或制备陶瓷靶材,其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

将衬底和所述陶瓷靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中,设置真空度为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-5} \text{Pa}$,衬底温度为 $250 \sim 750^\circ\text{C}$,所述衬底和陶瓷靶材的距离为 45 ~ 95mm,通入氧气,于 0.5 ~ 5Pa 的压力下,采用脉冲激光沉积的方法在所述衬底上沉积得到所述碱土铅砷酸盐发光材料,其中,脉冲激光的频率为 5 ~ 15Hz,脉冲激光的能量为 80 ~ 300mJ,所述氧气的流量为 10 ~ 40sccm;

所述碱土铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+}, y\text{Cr}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

继续通入氧气,待冷却后在所述发光材料上蒸镀阴极;

以上步骤完成后,得到所述薄膜电致发光器件。

9. 如权利要求 8 所述的薄膜电致发光器件的制备方法,其特征在于,所述提供或制备陶瓷靶材的步骤包括:

按 1:4-x-y:3:x:0.5y 的摩尔比分别称取氧化物、二氧化铅、五氧化二砷、二氧化锰和三氧化二铬粉体,其中,所述 x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08,所述氧化物氧化镁、氧化钙、氧化锶、氧化钡或氧化锌;

将所述粉体进行混合均匀后置入煅烧装置中,于 900 ~ 1300℃ 下煅烧 1 ~ 3 小时,获得所述陶瓷靶材。

10. 如权利要求 8 所述的薄膜电致发光器件的制备方法,其特征在于,所述在衬底上沉积得到碱土铅砷酸盐发光材料的过程中,包括对所得碱土铅砷酸盐发光材料的退火处理,所述退火处理的方式为:调整真空镀膜室内的压强为 0.001 ~ 0.1Pa,在 500 ~ 800℃ 下退火 1 ~ 3 小时,其中,退火气氛为氧气。

一种碱土铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及无机发光材料领域,尤其涉及一种碱土铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 与传统的发光粉制作的显示屏相比,发光薄膜在对比度、分辨率、热传导、均匀性、与基底的附着性、释气速率等方面都显示出较强的优越性。因此,作为功能材料,发光薄膜在诸如阴极射线管(CRTs)、电致发光显示(ELDs)及场发射显示(FEDs)等平板显示领域中有着广阔的应用前景。

[0003] 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。然而,锰铬共掺杂碱土铅砷酸盐发光薄膜仍未见报道。

发明内容

[0004] 为了解决上述问题,本发明提供了一种碱土铅砷酸盐发光材料,本发明提供的碱土铅砷酸盐发光材料优选为碱土铅砷酸盐发光薄膜,本发明还提供了该碱土铅砷酸盐发光材料的制备方法和应用。

[0005] 第一方面,本发明提供了一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+},y\text{Cr}^{3+}$,其中,Me为Mg、Ca、Sr、Ba或Zn,x的取值范围为0.01~0.05,y的取值范围为0.01~0.08。

[0006] 所述碱土铅砷酸盐中, $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}$ 为基质, Mn^{4+} 和 Cr^{3+} 为激活元素, $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}$ 基质具有较高的热学和力学稳定性,以及良好的光学透明性和较低的声子能量,为发光离子提供了优良的晶场,从而在光电能量转换的过程中产生较少无辐射跃迁,相比普通的硅酸盐 $\text{Me}_3\text{As}_2\text{O}_8$ 基质,增加了铅元素的基质具有更宽的吸收谱,可为激活元素提供更多的激发能量。对于掺杂离子, Mn^{4+} 离子作为发光中心,3d轨道电子与基质晶场结合稳定,发光效率高, ${}^4\text{T}_1 \rightarrow {}^6\text{A}_1$ 的跃迁辐射形成强烈的红色发光峰;而 Cr^{3+} 离子在体系中充当敏化离子,把基质晶场的能量转移到发光中心,提高了整个材料体系的发光效率。本发明提供的碱土铅砷酸盐发光材料具有较高的发光效率和发光强度。

[0007] 优选地,所述x的取值为0.03,所述y的取值为0.04。

[0008] 优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为40~300nm。

[0009] 更优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为200nm。

[0010] 本发明制备了锰铬共掺杂碱土铅砷酸盐 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+},y\text{Cr}^{3+}$ 发光材料,以 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}$ 为基质, Mn^{4+} 和 Cr^{3+} 是激活元素,在薄膜中充当主要的发光中心。本发明提供的锰铬共掺杂碱土铅砷酸盐发光材料($\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+},y\text{Cr}^{3+}$)在650nm和675nm位置附近有很强的红光的发光峰。

[0011] 第二方面,本发明提供了一种碱土铅砷酸盐发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0012] 根据 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+}, y\text{Cr}^{3+}$ 各元素的化学计量比提供或制备陶瓷靶材,其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

[0013] 将衬底和所述陶瓷靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中,设置真空度为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-5} \text{Pa}$,衬底温度为 $250 \sim 750^\circ\text{C}$,所述衬底和陶瓷靶材的距离为 45 ~ 95mm,通入氧气,于 0.5 ~ 5Pa 的压力下,采用脉冲激光沉积的方法在所述衬底上沉积得到所述碱土铅砷酸盐发光材料,其中,脉冲激光的频率为 5 ~ 15Hz,脉冲激光的能量为 80 ~ 300mJ,所述氧气的流量为 10 ~ 40sccm;

[0014] 所述碱土铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+}, y\text{Cr}^{3+}$ 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

[0015] 本发明采用脉冲激光沉积法(PLD)制备碱土铅砷酸盐发光材料,先提供或制备陶瓷靶材,再进行脉冲激光沉积得到发光材料。

[0016] 优选地,所述提供或制备陶瓷靶材的步骤包括:

[0017] 按 1 : 4-x-y : 3 : x : 0.5y 的摩尔比分别称取氧化物、二氧化铅(PbO_2)、五氧化二砷(As_2O_5)、二氧化锰(MnO_2)和三氧化二铬(Cr_2O_3)粉体,其中,所述 x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08,所述氧化物为氧化镁、氧化钙、氧化锶、氧化钡或氧化锌;

[0018] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 $900 \sim 1300^\circ\text{C}$ 下煅烧 1 ~ 3 小时,获得所述陶瓷靶材。

[0019] 进一步优选地,将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中进行煅烧的过程中,所述煅烧温度为 1250°C ,煅烧时间为 1.5h。

[0020] 优选地,本发明采用的陶瓷靶材还可用行业内其他常用方法制备。

[0021] 优选地,所述获得的块状陶瓷靶材的大小为 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 。

[0022] 优选地,所述 x 的取值为 0.03,所述 y 的取值为 0.04。

[0023] 优选地,所述脉冲激光沉积设备的真空镀膜室的真空度为 $5.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 。

[0024] 优选地,衬底为玻璃。

[0025] 优选地,所述衬底的温度为 500°C 。

[0026] 优选地,所述衬底和陶瓷靶材的距离为 60mm。

[0027] 优选地,所述在衬底上沉积得到所述碱土铅砷酸盐发光材料的过程中,真空镀膜室内的压力为 3Pa。

[0028] 优选地,所述脉冲激光的频率为 10Hz。

[0029] 优选地,所述脉冲激光的能量为 150mJ。

[0030] 优选地,所述沉积时间为 10 ~ 30min,

[0031] 进一步优选地,所述沉积时间为 20min。

[0032] 优选地,所述氧气的流量为 20sccm。

[0033] 优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 40 ~ 300nm。

[0034] 更优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 200nm。

[0035] 第三方面,本发明提供了一种薄膜电致发光器件,该薄膜电致发光器件包括衬底、

阳极、发光层和阴极,所述发光层的材质为碱土铅砷酸盐发光材料,所述碱土铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+},y\text{Cr}^{3+}$,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

[0036] 优选地,所述 x 的取值为 0.03,所述 y 的取值为 0.04。

[0037] 优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 40 ~ 300nm。

[0038] 更优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 200nm。

[0039] 优选地,所述在衬底上沉积得到碱土铅砷酸盐发光材料的过程中,包括对所得碱土铅砷酸盐发光材料的退火处理,所述退火处理的方式为:在衬底上沉积碱土铅砷酸盐发光材料后,调整真空镀膜室内的压强为 0.001 ~ 0.1Pa,在 500 ~ 800℃ 下退火处理 1 ~ 3 小时,其中,退火气氛为氧气。

[0040] 第四方面,本发明提供了一种薄膜电致发光器件的制备方法,包括以下步骤:

[0041] 根据 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+},y\text{Cr}^{3+}$ 各元素的化学计量比提供或制备陶瓷靶材,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

[0042] 将衬底和所述陶瓷靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中,设置真空度为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$,衬底温度为 250 ~ 750℃,所述衬底和陶瓷靶材的距离为 45 ~ 95mm,通入氧气,于 0.5 ~ 5Pa 的压力下,采用脉冲激光沉积的方法在所述衬底上沉积得到所述碱土铅砷酸盐发光材料,其中,脉冲激光的频率为 5 ~ 15Hz,脉冲激光的能量为 80 ~ 300mJ,所述氧气的流量为 10 ~ 40sccm;

[0043] 所述碱土铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+},y\text{Cr}^{3+}$,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr、Ba 或 Zn, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

[0044] 继续通入氧气,待冷却后在所述发光材料上蒸镀阴极;

[0045] 以上步骤完成后,得到所述薄膜电致发光器件。

[0046] 本发明采用脉冲激光沉积法(PLD)制备碱土铅砷酸盐发光材料,先提供或制备陶瓷靶材,再进行脉冲激光沉积得到发光材料。

[0047] 优选地,所述提供或制备陶瓷靶材的步骤包括:

[0048] 按 1 : 4-x-y : 3 : x : 0.5y 的摩尔比分别称取氧化物(MeO)、二氧化铅(PbO_2)、五氧化二砷(As_2O_5)、二氧化锰(MnO_2)和三氧化二铬(Cr_2O_3)粉体,其中,所述 x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08,所述氧化物为氧化镁、氧化钙、氧化锶、氧化钡或氧化锌;

[0049] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 900 ~ 1300℃ 下煅烧 1 ~ 3 小时,获得所述陶瓷靶材。

[0050] 进一步优选地,将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中进行煅烧的过程中,所述煅烧温度为 1250℃,煅烧时间为 1.5h。

[0051] 优选地,所述获得的块状陶瓷靶材的大小为 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 。

[0052] 优选地,所述 x 的取值为 0.03,所述 y 的取值为 0.04。

[0053] 优选地,所述脉冲激光沉积设备的真空镀膜室的真空度为 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 。

[0054] 优选地,衬底为玻璃。

[0055] 优选地,所述衬底的温度为 500℃。

[0056] 优选地,所述衬底和陶瓷靶材的距离为 60mm。

[0057] 优选地,所述在衬底上沉积得到所述碱土铅砷酸盐发光材料的过程中,真空镀膜室内的压力为 3Pa。

[0058] 优选地,所述脉冲激光的频率为 10Hz。

[0059] 优选地,所述脉冲激光的能量为 150mJ。

[0060] 优选地,所述沉积时间为 10 ~ 30min,

[0061] 进一步优选地,所述沉积时间为 20min。

[0062] 优选地,所述氧气的流量为 20sccm。

[0063] 优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 40 ~ 300nm。

[0064] 更优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 200nm。

[0065] 优选地,所述在衬底上沉积得到碱土铅砷酸盐发光材料的过程中,包括对所得碱土铅砷酸盐发光材料的退火处理,所述退火处理的方式为:在衬底上沉积碱土铅砷酸盐发光材料后,调整真空镀膜室内的压强为 0.001 ~ 0.1Pa,在 500 ~ 800℃下退火处理 1 ~ 3 小时,其中,退火气氛为氧气。

[0066] 优选地,所述阴极为银。

[0067] 本发明提供的锰铬共掺杂碱土铅砷酸盐发光材料($\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:x\text{Mn}^{4+},y\text{Cr}^{3+}$)以 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}$ 为基质, Mn^{4+} 和 Cr^{3+} 是激活元素,在薄膜中充当主要的发光中心。在 650nm 和 675nm 位置附近有很强的发光峰,由于这些优越的性能,在发光与显示技术、激光与光电子技术以及探测技术等领域具有诱人的应用前景。此外,本发明提供的碱土铅砷酸盐发光薄膜的制备方法采用 PLD,得到的产品厚度均匀、成膜质量高、缺陷少、发光效率高,并且条件易于控制、有较好的可操作性。

附图说明

[0068] 图 1 为本发明实施例 1 制备的发光材料的电致发光光谱图;

[0069] 图 2 为本发明实施例 1 制备的发光材料的 XRD 图;

[0070] 图 3 为本发明实施例 16 提供的薄膜电致发光器件的结构示意图;

[0071] 图 4 是实施例 16 制备的薄膜电致发光器件的电压与电流和亮度关系图。

具体实施方式

[0072] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0073] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明。

[0074] 实施例 1

[0075] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{MgPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+},0.04\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0076] 分别称取 1mmol,3.93mmol,3mmol,0.03mmol,0.02mmol 的 MgO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0077] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 1250℃下煅烧 1.5h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0078] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 60mm;

[0079] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 5.0×10^{-4} Pa,衬底温度为 500°C ,然后通入氧气,气流量为 20sccm,于 3Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器(Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 150mJ,脉冲激光的频率为 10Hz,沉积时间为 20min,沉积结束后,再在 0.01Pa 的氩气压强,以及 600°C 的温度下退火 2 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料的结构式为 $\text{MgPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$,厚度为 200nm。

[0080] 图 1 为本发明实施例 1 制备的发光材料的电致发光光谱图。从图中可以看到,结构式为 $\text{MgPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$ 的样品均在 650nm 和 675nm 的位置附近有明显的发光峰,说明两种激活元素在本发光材料中可并存,实现多色发光并不影响发光效率。

[0081] 图 2 为实施例 1 制备的锰铬共掺杂碱土铅砷酸盐发光材料的 XRD 曲线,测试对照标准 PDF 卡片。从图 2 中可以看出图中 X 射线衍射峰对应的是碱土铅砷酸盐的特征峰,没有出现掺杂元素及杂质相关的峰,说明锰、铬掺杂离子进入了碱土铅砷酸盐的晶格,样品具有良好的结晶性质。

[0082] 实施例 2

[0083] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{MgPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0084] 分别称取 1mmol, 3.98mmol, 3mmol, 0.01mmol, 0.005mmol 的 MgO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0085] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 900°C 下煅烧 3h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0086] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0087] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-3} Pa,衬底温度为 250°C ,然后通入氧气,气流量为 10sccm,于 0.5Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器(Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 80mJ,脉冲激光的频率为 5Hz,沉积时间为 10min,沉积结束后,再在 0.001Pa 的氩气压强,以及 500°C 的温度下退火 1 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料的结构式为 $\text{MgPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 40nm。

[0088] 实施例 3

[0089] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{MgPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0090] 分别称取 1mmol, 3.87mmol, 3mmol, 0.05mmol, 0.04mmol 的 MgO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0091] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 1300°C 下煅烧 1h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0092] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0093] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-5} Pa,衬底温度为 750°C ,然后通入氧气,气流量为 40sccm,于 5Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器(Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 300mJ,脉冲激光的频率为 15Hz,沉积时间为 30min,沉积结束后,再在 0.1Pa 的氩气压强,以及 800°C 的温度下退火 3 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料的结构式为 $\text{MgPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 300nm。

[0094] 实施例 4

[0095] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{CaPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0096] 分别称取 1mmol, 3.93mmol, 3mmol, 0.03mmol, 0.02mmol 的 CaO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0097] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 1250°C 下煅烧 1.5h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0098] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 60mm;

[0099] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 5.0×10^{-4} Pa,衬底温度为 500°C ,然后通入氧气,气流量为 20sccm,于 3Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器(Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 150mJ,脉冲激光的频率为 8Hz,沉积时间为 15min,沉积结束后,再在 0.008Pa 的氩气压强,以及 600°C 的温度下退火 2 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料的结构式为 $\text{CaPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 230nm。

[0100] 实施例 5

[0101] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{CaPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0102] 分别称取 1mmol, 3.98mmol, 3mmol, 0.01mmol, 0.005mmol 的 CaO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0103] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 900°C 下煅烧 2.5h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0104] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0105] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-3} Pa,衬底温度为 250°C ,然后通入氧气,气流量为 10sccm,于 0.5Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器(Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 80mJ,脉冲激光的频率为 12Hz,沉积时间为 25min,沉积结束后,再在 0.004Pa 的氩气压强,以及

500℃的温度下退火 1 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料的结构式为 $\text{CaPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 85nm。

[0106] 实施例 6

[0107] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{CaPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0108] 分别称取 1mmol, 3.87mmol, 3mmol, 0.05mmol, 0.04mmol 的 CaO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0109] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 1300℃下煅烧 1.5h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0110] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0111] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$,衬底温度为 750℃,然后通入氧气,气流量为 40sccm,于 5Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器 (Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM) 产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 300mJ,脉冲激光的频率为 10Hz,沉积时间为 20min,沉积结束后,再在 0.05Pa 的氩气压强,以及 800℃的温度下退火 3 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料结构式为 $\text{CaPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 60nm。

[0112] 实施例 7

[0113] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{SrPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0114] 分别称取 1mmol, 3.93mmol, 3mmol, 0.03mmol, 0.02mmol 的 SrO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0115] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 1250℃下煅烧 2h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0116] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 60mm;

[0117] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$,衬底温度为 500℃,然后通入氧气,气流量为 20sccm,于 3Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器 (Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM) 产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 150mJ,脉冲激光的频率为 13Hz,沉积时间为 15min,沉积结束后,再在 0.01Pa 的氩气压强,以及 600℃的温度下退火 2 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料的结构式为 $\text{SrPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 100nm。

[0118] 实施例 8

[0119] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{SrPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0120] 分别称取 1mmol, 3.98mmol, 3mmol, 0.01mmol, 0.005mmol 的 SrO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0121] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 900℃下煅烧 3h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0122] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0123] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,衬底温度为 250℃,然后通入氧气,气流量为 10sccm,于 0.5Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器(Lambda physics LPX205,248nm,25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 80mJ,脉冲激光的频率为 15Hz,沉积时间为 10min,沉积结束后,再在 0.001Pa 的氩气压强,以及 500℃的温度下退火 1 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料的结构式为 $\text{SrPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 200nm。

[0124] 实施例 9

[0125] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{SrPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0126] 分别称取 1mmol,3.87mmol,3mmol,0.05mmol,0.04mmol 的 SrO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0127] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 1300℃下煅烧 1h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0128] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0129] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$,衬底温度为 750℃,然后通入氧气,气流量为 40sccm,于 5Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器(Lambda physics LPX205,248nm,25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积,脉冲激光的能量为 300mJ,脉冲激光的频率为 5Hz,沉积时间为 10min,沉积结束后,再在 0.07Pa 的氩气压强,以及 800℃的温度下退火 3 小时,得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料,所述发光材料的结构式为 $\text{SrPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 120nm。

[0130] 实施例 10

[0131] 一种碱土铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{BaPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0132] 分别称取 1mmol,3.93mmol,3mmol,0.03mmol,0.02mmol 的 BaO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0133] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 1250℃下煅烧 2.5h,获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材,并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0134] 以 ITO 玻璃为衬底,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,并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室,设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 60mm;

[0135] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$,衬底温度为 500℃,然后通入氧气,气流量为 20sccm,于 3Pa 的工作压强下,采用 KrF 激光器(Lambda physics LPX205,

248nm, 25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积, 脉冲激光的能量为 150mJ, 脉冲激光的频率为 8Hz, 沉积时间为 15min, 沉积结束后, 再在 0.01Pa 的氩气压强, 以及 600℃ 的温度下退火 2 小时, 得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{BaPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料, 厚度为 90nm。

[0136] 实施例 11

[0137] 一种碱土铅砷酸盐发光材料, 结构式为 $\text{BaPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$, 通过以下方法制得:

[0138] 分别称取 1mmol, 3.98mmol, 3mmol, 0.01mmol, 0.005mmol 的 BaO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0139] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 900℃ 下煅烧 1h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0140] 以 ITO 玻璃为衬底, 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, 并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0141] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$, 衬底温度为 250℃, 然后通入氧气, 气流量为 10sccm, 于 0.5Pa 的工作压强下, 采用 KrF 激光器 (Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积, 脉冲激光的能量为 80mJ, 脉冲激光的频率为 9Hz, 沉积时间为 15min, 沉积结束后, 再在 0.01Pa 的氩气压强, 以及 500℃ 的温度下退火 1 小时, 得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{BaPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料, 厚度为 200nm。

[0142] 实施例 12

[0143] 一种碱土铅砷酸盐发光材料, 结构式为 $\text{BaPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$, 通过以下方法制得:

[0144] 分别称取 1mmol, 3.87mmol, 3mmol, 0.05mmol, 0.04mmol 的 BaO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0145] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 1300℃ 下煅烧 3h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0146] 以 ITO 玻璃为衬底, 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, 并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0147] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$, 衬底温度为 750℃, 然后通入氧气, 气流量为 40sccm, 于 5Pa 的工作压强下, 采用 KrF 激光器 (Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM)产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积, 脉冲激光的能量为 300mJ, 脉冲激光的频率为 8Hz, 沉积时间为 20min, 沉积结束后, 再在 0.05Pa 的氩气压强, 以及 800℃ 的温度下退火 3 小时, 得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{BaPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料, 厚度为 150nm。

[0148] 实施例 13

[0149] 一种碱土铅砷酸盐发光材料, 结构式为 $\text{ZnPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$, 通过以下方法制得:

[0150] 分别称取 1mmol, 3.93mmol, 3mmol, 0.03mmol, 0.02mmol 的 ZnO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0151] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 1250°C 下煅烧 2h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0152] 以 ITO 玻璃为衬底, 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, 并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 60mm;

[0153] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$, 衬底温度为 500°C , 然后通入氧气, 气流量为 20sccm, 于 3Pa 的工作压强下, 采用 KrF 激光器 (Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM) 产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积, 脉冲激光的能量为 150mJ, 脉冲激光的频率为 14Hz, 沉积时间为 30min, 沉积结束后, 再在 0.001Pa 的氩气压强, 以及 600°C 的温度下退火 2 小时, 得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{ZnPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料, 厚度为 220nm。

[0154] 实施例 14

[0155] 一种碱土铅砷酸盐发光材料, 结构式为 $\text{ZnPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$, 通过以下方法制得:

[0156] 分别称取 1mmol, 3.98mmol, 3mmol, 0.01mmol, 0.005mmol 的 ZnO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0157] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 900°C 下煅烧 1.5h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0158] 以 ITO 玻璃为衬底, 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, 并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0159] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$, 衬底温度为 250°C , 然后通入氧气, 气流量为 10sccm, 于 0.5Pa 的工作压强下, 采用 KrF 激光器 (Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM) 产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积, 脉冲激光的能量为 80mJ, 脉冲激光的频率为 15Hz, 沉积时间为 30min, 沉积结束后, 再在 0.002Pa 的氩气压强, 以及 500°C 的温度下退火 1 小时, 得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{ZnPb}_{3.98}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Mn}^{4+}, 0.01\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料, 厚度为 280nm。

[0160] 实施例 15

[0161] 一种碱土铅砷酸盐发光材料, 结构式为 $\text{ZnPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$, 通过以下方法制得:

[0162] 分别称取 1mmol, 3.87mmol, 3mmol, 0.05mmol, 0.04mmol 的 ZnO , PbO_2 , As_2O_5 , MnO_2 和 Cr_2O_3 粉体;

[0163] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 1300°C 下煅烧 3h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室中;

[0164] 以 ITO 玻璃为衬底, 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, 并用等离子处理机对其进行等离子处理后置于脉冲激光沉积设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0165] 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-5} Pa, 衬底温度为 750°C , 然后通入氧气, 气流量为 40sccm, 于 5Pa 的工作压强下, 采用 KrF 激光器 (Lambda physics LPX205, 248nm, 25nsFmJHM) 产生的脉冲轰击陶瓷靶材并进行沉积, 脉冲激光的能量为 300mJ, 脉冲激光的频率为 12Hz, 沉积时间为 25min, 沉积结束后, 再在 0.1Pa 的氩气压强, 以及 800°C 的温度下退火 3 小时, 得到沉积在衬底上的碱土铅砷酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{ZnPb}_{3.87}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.05\text{Mn}^{4+}, 0.08\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料, 厚度为 200nm。

[0166] 实施例 16

[0167] 一种薄膜电致发光器件, 该薄膜电致发光器件的结构为依次层叠的玻璃衬底 1、阳极 2, 为 ITO 透明导电薄膜、发光层 3, 为发光材料、阴极 4, 为 Ag, 其中发光层 3 中的发光材料为实施例 1 中制得的结构式为 $\text{MgPb}_{3.93}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.03\text{Mn}^{4+}, 0.04\text{Cr}^{3+}$ 的发光材料。

[0168] 图 3 为本发明实施例 13 提供的薄膜电致发光器件, 其中 1 为玻璃衬底; 2 为阳极; 3 为发光层; 4 为阴极。

[0169] 图 4 为实施例 1 制备的薄膜电致发光器件的电压与电流和亮度关系图, 在图 4 中曲线 1 是电压与电流密度关系曲线, 可看出器件从 5.5V 开始发光, 曲线 2 是电压与亮度关系曲线, 最大亮度为 $80\text{cd}/\text{m}^2$, 表明器件具有良好的发光特性。

[0170] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已, 并不用以限制本发明, 凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等, 均应包含在本发明的保护范围之内。

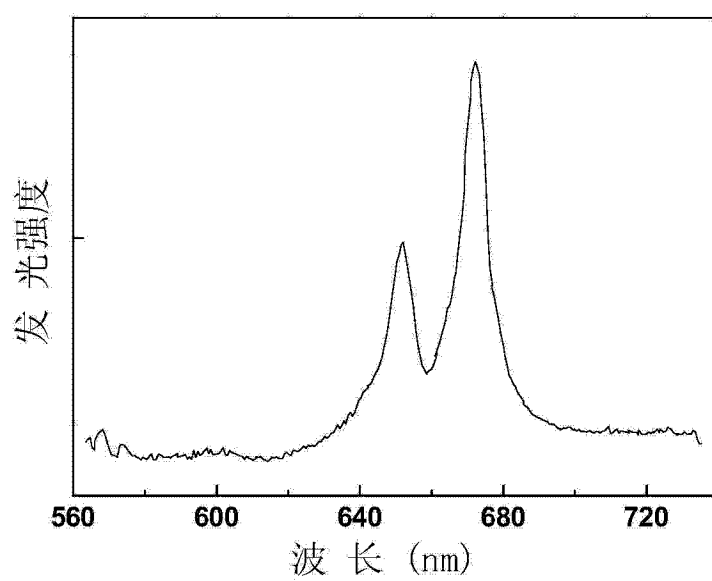


图 1

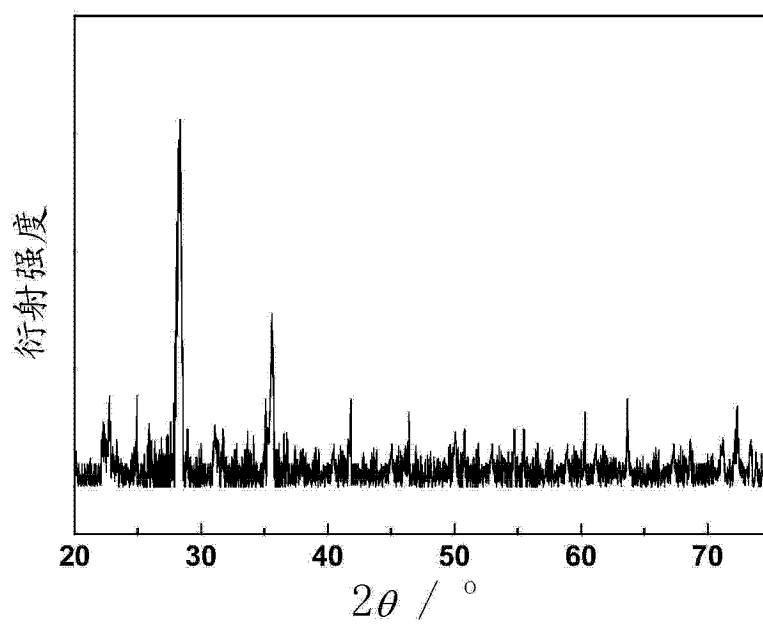


图 2

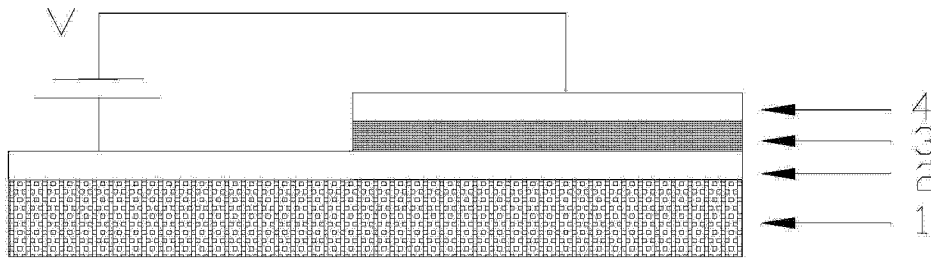


图 3

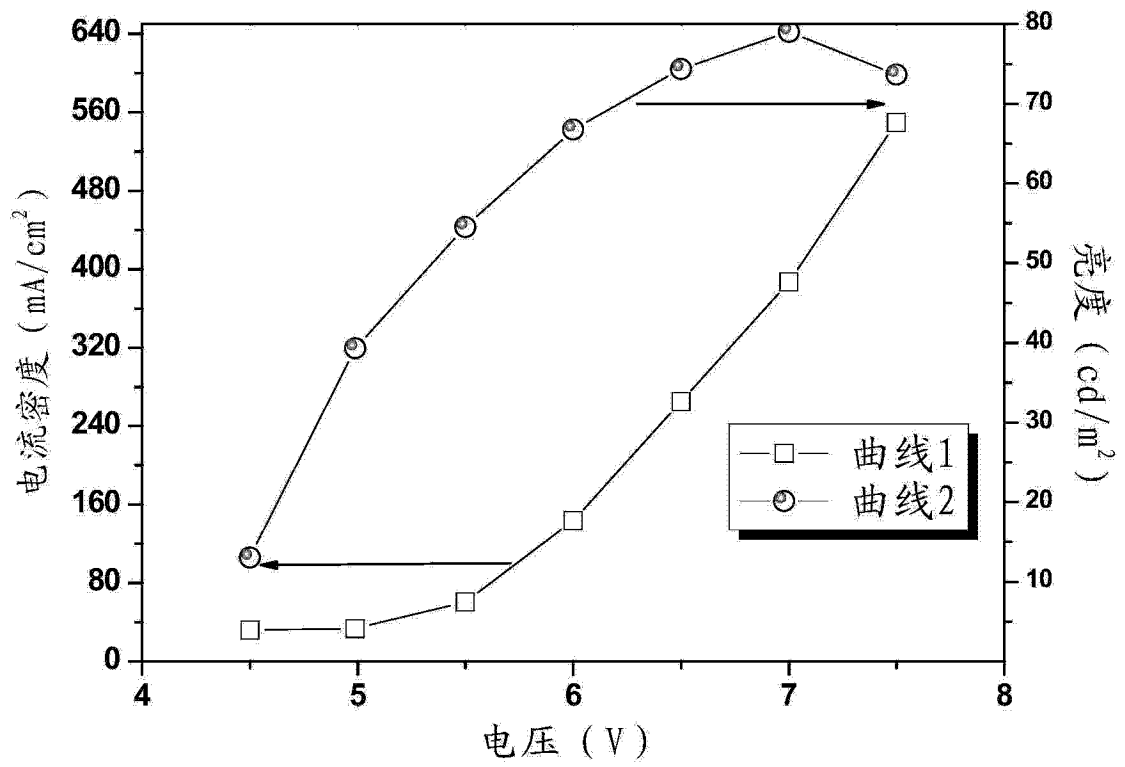


图 4

专利名称(译)	一种碱土铅磷酸盐发光材料及其制备方法和应用		
公开(公告)号	CN104650887A	公开(公告)日	2015-05-27
申请号	CN201310580807.2	申请日	2013-11-18
[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 张振华		
发明人	周明杰 陈吉星 王平 张振华		
IPC分类号	C09K11/74 H01L33/50		
代理人(译)	熊永强		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明提供了一种碱土铅磷酸盐发光材料及其制备方法和应用。本发明提供的碱土铅磷酸盐发光材料结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}:\text{xMn}^{4+}, \text{yCr}^{3+}$ ，其中，Me为Mg、Ca、Sr、Ba或Zn，x的取值范围为0.01~0.05，y的取值范围为0.01~0.08，该碱土铅磷酸盐发光材料具有良好的结构稳定性，在650nm和675nm位置附近有很强的发光峰，在发光与显示技术、激光与光电子技术以及探测技术等领域具有诱人的应用前景。本发明还提供了一种薄膜电致发光器件及其制备方法。

