



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104673305 A

(43) 申请公布日 2015. 06. 03

(21) 申请号 201310636401. 1

(22) 申请日 2013. 11. 27

(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 黄辉

(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 11/75(2006. 01)

H05B 33/14(2006. 01)

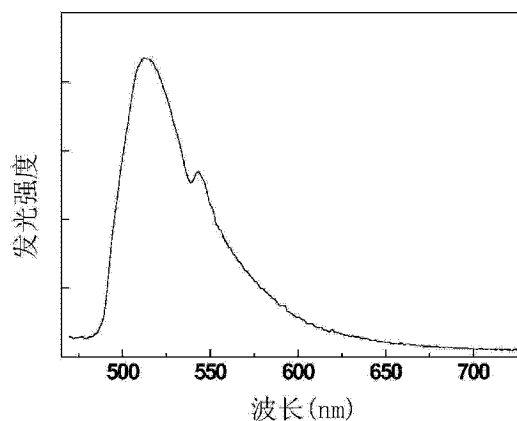
权利要求书2页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

一种镓铟酸盐发光材料及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种镓铟酸盐发光材料及其制备方法和应用。本发明提供的镓铟酸盐发光材料结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:x\text{Mn}^{4+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08, 该镓铟酸盐发光材料具有良好的结构稳定性, 在 520nm 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. 一种镓铟酸盐发光材料,其特征在于,结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

2. 如权利要求 1 所述的镓铟酸盐发光材料,其特征在于,所述 x 的取值为 0.05。

3. 一种镓铟酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

根据 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$ 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 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

将衬底和所述陶瓷靶材置于磁控溅射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之间的距离为 $45 \sim 95 \text{mm}$,通入 $10 \sim 35 \text{sccm}$ 氩气,于 $0.2 \sim 4 \text{Pa}$ 的压力下,采用磁控溅射的方法在所述衬底上沉积得到镓铟酸盐发光材料,其中,磁控溅射的功率为 $30 \sim 200 \text{W}$;

所述镓铟酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

4. 如权利要求 3 所述的镓铟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 $10 : (1-x) : 1 : 2x$ 的摩尔比分别称取 MeO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

将上述称取的粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 $900 \sim 1300^\circ\text{C}$ 下煅烧 $0.5 \sim 3$ 小时,获得块状陶瓷靶材。

5. 如权利要求 3 所述的镓铟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镓铟酸盐发光材料的过程中,包括对所得镓铟酸盐发光材料的退火处理,所述退火处理的方式为:在衬底上沉积镓铟酸盐发光材料后,调整真空镀膜室内的压强为 $0.001 \sim 0.1 \text{Pa}$,在氩气气氛下, $500 \sim 800^\circ\text{C}$ 下退火处理 $1 \sim 3$ 小时。

6. 如权利要求 3 所述的镓铟酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,所述 x 的取值为 0.05。

7. 一种薄膜电致发光器件,包括衬底、阳极、发光层和阴极,其特征在于,所述发光层的材质为镓铟酸盐发光材料,所述镓铟酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 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 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$ 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 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

将衬底和所述陶瓷靶材置于磁控溅射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之间的距离为 $45 \sim 95 \text{mm}$,通入 $10 \sim 35 \text{sccm}$ 氩气,于 $0.2 \sim 4 \text{Pa}$ 的压力下,采用磁控溅射的方法在所述衬底上沉积得到镓铟酸盐发光材料,其中,磁控溅射的功率为 $30 \text{W} \sim 200 \text{W}$;

所述镓铟酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

再在所述镓铟酸盐发光材料上蒸镀阴极,得到薄膜电致发光器件。

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 $10 : (1-x) : 1 : 2x$ 的摩尔比分别称取 MeO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体, 其中, Me 为 Mg 、 Ca 、 Sr 或 Ba , x 的取值范围为 $0.01 \sim 0.08$;

将上述称取的粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 $900 \sim 1300^\circ\text{C}$ 下煅烧 $0.5 \sim 3$ 小时, 获得块状陶瓷靶材。

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镓锑酸盐发光材料的过程中, 包括对所得镓锑酸盐发光材料的退火处理, 所述退火处理的方式为: 在衬底上沉积镓锑酸盐发光材料后, 调整真空镀膜室内的压强为 $0.001 \sim 0.1\text{Pa}$, 在氩气气氛下, $500 \sim 800^\circ\text{C}$ 下退火处理 $1 \sim 3$ 小时。

一种镓锑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,尤其涉及一种镓锑酸盐发光薄膜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,镓锑酸盐发光薄膜仍未见报道。

发明内容

[0004] 为了解决上述问题,本发明提供了一种镓锑酸盐发光材料,本发明提供的镓锑酸盐发光材料优选为镓锑酸盐发光薄膜,本发明还提供了该镓锑酸盐发光材料的制备方法和应用。

[0005] 第一方面,本发明提供了一种镓锑酸盐发光材料,结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$,其中,Me为Mg、Ca、Sr或Ba,x的取值范围为0.01~0.08。

[0006] 所述镓锑酸盐中, $\text{Me}_5\text{GaSbO}_9$ 为基质, Mn^{4+} 为激活元素, $\text{Me}_5\text{GaSbO}_9$ 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,因此,其作为光电转换材料,耗电少,光能转换率高。对于掺杂离子,过渡金属离子 Mn^{4+} 具有丰富的能级和窄的发射谱线, Mn^{4+} 发生 ${}^4\text{T}_1 \rightarrow {}^6\text{A}_1$ 能级之间的跃迁,辐射出520nm的绿光。

[0007] 优选地,所述x的取值为0.05。

[0008] 优选地,所述镓锑酸盐发光材料为发光薄膜。发光薄膜的厚度可根据实际需要制备。优选地,所述发光薄膜的厚度为80~350nm。

[0009] 更优选地,所述发光薄膜的厚度为150nm。

[0010] 本发明制备了锰掺杂的镓锑酸盐发光材料 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$,以 $\text{Me}_5\text{GaSbO}_9$ 为基质, Mn^{4+} 为激活元素,在材料中充当主要的发光中心。本发明提供的锰掺杂的镓锑酸盐发光材料 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$ 在520nm位置附近有很强的绿光发光峰。

[0011] 第二方面,本发明提供了一种镓锑酸盐发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0012] 根据 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9:\text{xMn}^{4+}$ 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或Ba,x的取值范围为0.01~0.08;

[0013] 将衬底和所述陶瓷靶材置于磁控溅射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之间的距离为 $45 \sim 95\text{mm}$, 通入 $10 \sim 35\text{sccm}$ 氩气, 于 $0.2 \sim 4\text{Pa}$ 的压力下, 采用磁控溅射的方法在所述衬底上沉积得到镓锑酸盐发光材料, 其中, 磁控溅射的功率为 $30 \sim 200\text{W}$;

[0014] 所述镓锑酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9 : x\text{Mn}^{4+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 $0.01 \sim 0.08$ 。

[0015] 本发明采用磁控溅射的方法制备镓锑酸盐发光材料, 先提供或制备陶瓷靶材, 再进行磁控溅射沉积得到发光材料。

[0016] 优选地, 所述提供或制备陶瓷靶材的步骤包括:

[0017] 按 $10 : (1-x) : 1 : 2x$ 的摩尔比分别称取 MeO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 $0.01 \sim 0.08$;

[0018] 将上述称取的粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 $900 \sim 1300^\circ\text{C}$ 下煅烧 $0.5 \sim 3$ 小时, 获得块状陶瓷靶材。

[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 1.5。

[0020] 优选地, 所述获得的块状陶瓷靶材的大小为 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 。

[0021] 优选地, 所述 x 的取值为 0.05。

[0022] 优选地, 所述磁控溅射设备的真空镀膜室的真空度为 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 。

[0023] 优选地, 所述衬底为玻璃。

[0024] 优选地, 所述衬底的温度为 500°C 。

[0025] 优选地, 所述衬底和陶瓷靶材之间的距离为 60mm 。

[0026] 优选地, 所述在衬底上沉积得到所述镓锑酸盐发光材料的过程中, 真空镀膜室内的压力为 2Pa 。

[0027] 优选地, 所述磁控溅射的功率为 120W 。

[0028] 优选地, 所述沉积的时间为 $10 \sim 30\text{min}$ 。

[0029] 优选地, 所述氩气的流量为 25sccm 。

[0030] 上述制备的镓锑酸盐发光材料为发光薄膜。发光薄膜可根据实际需要制备不同的厚度。优选地, 所述发光薄膜的厚度为 $80 \sim 350\text{nm}$ 。

[0031] 更优选地, 所述发光薄膜的厚度为 150nm 。

[0032] 优选地, 所述在衬底上沉积得到镓锑酸盐发光材料的过程中, 包括对所得镓锑酸盐发光材料的退火处理, 所述退火处理的方式为: 在衬底上沉积镓锑酸盐发光材料后, 调整真空镀膜室内的压强为 $0.001 \sim 0.1\text{Pa}$, 在氩气气氛下, $500 \sim 800^\circ\text{C}$ 下退火处理 $1 \sim 3$ 小时。

[0033] 优选地, 退火温度为 600°C 。优选地, 退火时间为 2 小时。

[0034] 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镓锑酸盐发光材料, 所述镓锑酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9 : x\text{Mn}^{4+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 $0.01 \sim 0.08$ 。

[0035] 优选地, 所述 x 的取值为 0.05。

[0036] 优选地, 所述衬底为玻璃。优选地, 所述阳极为 ITO 薄膜。优选地, 所述阴极的材质为银。

[0037] 所述镓锑酸盐发光材料为发光薄膜。发光薄膜的厚度可根据实际需要制备。优选地,所述发光薄膜的厚度为 80 ~ 350nm。

[0038] 更优选地,所述发光薄膜的厚度为 150nm。

[0039] 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:

[0040] 根据 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9 : x\text{Mn}^{4+}$ 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 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

[0041] 将衬底和所述陶瓷靶材置于磁控溅射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之间的距离为 45 ~ 95mm,通入 10 ~ 35sccm 氩气,于 0.2 ~ 4Pa 的压力下,采用磁控溅射的方法在所述衬底上沉积得到镓锑酸盐发光材料,其中,磁控溅射的功率为 30 ~ 200W;

[0042] 所述镓锑酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9 : x\text{Mn}^{4+}$,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

[0043] 再在所述镓锑酸盐发光材料上蒸镀阴极,得到薄膜电致发光器件。

[0044] 优选地,所述提供或制备陶瓷靶材的步骤包括:

[0045] 按 10 : (1-x) : 1 : 2x 的摩尔比分别称取 MeO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体,其中,Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.08;

[0046] 将上述称取的粉体混合均匀后置入煅烧装置中,于 900 ~ 1300℃ 下煅烧 0.5 ~ 3 小时,获得块状陶瓷靶材。

[0047] 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。

[0048] 优选地,所述获得的块状陶瓷靶材的大小为 $\Phi 50 \times 2 \text{mm}$ 。

[0049] 优选地,所述 x 的取值为 0.05。

[0050] 优选地,所述磁控溅射设备的真空镀膜室的真空度为 $50 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 。

[0051] 优选地,所述衬底为玻璃。

[0052] 优选地,所述衬底的温度为 500℃。

[0053] 优选地,所述衬底和陶瓷靶材之间的距离为 60mm。

[0054] 优选地,所述在衬底上沉积得到所述镓锑酸盐发光材料的过程中,真空镀膜室内的压力为 2Pa。

[0055] 优选地,所述磁控溅射的功率为 120W。

[0056] 优选地,所述沉积的时间为 10 ~ 30min。

[0057] 优选地,所述氩气的流量为 25sccm。

[0058] 所述的镓锑酸盐发光材料为发光薄膜。发光薄膜可根据实际需要制备不同的厚度。优选地,所述发光薄膜的厚度为 80 ~ 350nm。

[0059] 更优选地,所述发光薄膜的厚度为 150nm。

[0060] 优选地,所述在衬底上沉积得到镓锑酸盐发光材料的过程中,包括对所得镓锑酸盐发光材料的退火处理,所述退火处理的方式为:在衬底上沉积镓锑酸盐发光材料后,调整真空镀膜室内的压强为 0.001 ~ 0.1Pa,在氩气气氛下,500 ~ 800℃ 下退火处理 1 ~ 3 小时。

[0061] 优选地,退火温度为 600℃。优选地,退火时间为 2 小时。

[0062] 优选地,所述阴极的材质为银。

[0063] 本发明提供的锰掺杂的镓锑酸盐发光材料 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9 : x\text{Mn}^{4+}$, 以 $\text{Me}_5\text{GaSbO}_9$ 为基质, Mn^{4+} 为激活元素, 在材料中充当主要的发光中心。本发明提供的锰掺杂的镓锑酸盐发光材料 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9 : x\text{Mn}^{4+}$ 在 520nm 位置附近有很强的绿光发光峰。该发光材料在发光与显示技术、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, 本发明提供的镓锑酸盐发光薄膜的制备方法采用磁控溅射的方法, 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, 可精确控制薄膜的厚度和形状大小。

附图说明

[0064] 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;

[0065] 图 2 为本发明实施例 1 制备的发光材料的 XRD 图;

[0066] 图 3 为本发明实施例 13 提供的薄膜电致发光器件的结构示意图;

[0067] 图 4 是实施例 13 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

[0068] 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。

[0069] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明。

[0070] 实施例 1

[0071] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Mg}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9 : 0.05\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0072] 分别称取 10mmol, 0.95mmol, 1mmol, 0.1mmol 的 MgO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0073] 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, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0074] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材之间的距离为 60mm;

[0075] 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 , 然后通入氩气, 气流量为 25sccm, 于 2Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 120W, 沉积时间为 30min, 沉积结束后, 在 0.01Pa 压强下, 氩气氛中, 600°C 下退火 2 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Mg}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9 : 0.05\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 150nm。

[0076] 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 $\text{Mg}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9 : 0.05\text{Mn}^{4+}$ 的样品在 520nm 的位置附近有明显的发光峰, 这是 Mn^{4+} 离子 ${}^4\text{T}_1 \rightarrow {}^6\text{A}_1$ 能级之间的跃迁, 辐射出的绿光发光峰。

[0077] 图 2 为实施例 1 制备的发光材料的 XRD 曲线, 测试对照标准 PDF 卡片。从图 1 中可以看出图中 X 射线衍射峰对应的是镓锑酸盐的特征峰, 没有出现掺杂元素及杂质相关的峰, 说明锰掺杂离子进入了镓锑酸盐的晶格, 样品具有良好的结晶性质。

[0078] 实施例 2

[0079] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Mg}_5\text{Ga}_{0.92}\text{SbO}_9:0.08\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0080] 分别称取 10mmol, 0.92mmol, 1mmol, 0.16mmol 的 MgO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0081] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 900°C 下煅烧 0.5h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0082] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0083] 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 , 然后通入氩气, 气流量为 10sccm, 于 0.2Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 30W, 沉积时间为 10min, 沉积结束后, 在 0.1Pa 压强下, 氩气气氛中, 500°C 下退火 1 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Mg}_5\text{Ga}_{0.92}\text{SbO}_9:0.08\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 80nm。

[0084] 实施例 3

[0085] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Mg}_5\text{Ga}_{0.99}\text{SbO}_9:0.01\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0086] 分别称取 10mmol, 0.99mmol, 1mmol, 0.02mmol 的 MgO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0087] 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, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0088] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0089] 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°C , 然后通入氩气, 气流量为 35sccm, 于 4Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 200W, 沉积时间为 15min, 沉积结束后, 在 0.001Pa 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镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Mg}_5\text{Ga}_{0.99}\text{SbO}_9:0.01\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 350nm。

[0090] 实施例 4

[0091] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Ca}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9:0.05\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0092] 分别称取 10mmol, 0.95mmol, 1mmol, 0.1mmol 的 CaO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0093] 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, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0094] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 60mm;

[0095] 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 , 然后通入氩气, 气流量为 25sccm, 于 2Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 30W, 沉积时间为 10min, 沉积结束后, 在 0.01Pa 压强下, 氩气气氛中, 600°C 下退火 2 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Ca}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9:0.05\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 190nm。

[0096] 实施例 5

[0097] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Ca}_5\text{Ga}_{0.92}\text{SbO}_9:0.08\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0098] 分别称取 10mmol, 0.92mmol, 1mmol, 0.16mmol 的 CaO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0099] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 900°C 下煅烧 0.5h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0100] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0101] 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 , 然后通入氩气, 气流量为 10sccm, 于 0.2Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 80W, 沉积时间为 30min, 沉积结束后, 在 0.1Pa 压强下, 氩气气氛中, 500°C 下退火 1 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Ca}_5\text{Ga}_{0.92}\text{SbO}_9:0.08\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 100nm。

[0102] 实施例 6

[0103] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Ca}_5\text{Ga}_{0.99}\text{SbO}_9:0.01\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0104] 分别称取 10mmol, 0.99mmol, 1mmol, 0.02mmol 的 CaO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0105] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 1300°C 下煅烧 2.5h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0106] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0107] 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°C , 然后通入氩气, 气流量为 35sccm, 于 4Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 100W, 沉积时间为 30min, 沉积结束后, 在 0.06Pa 压强下, 氩气气氛中, 800°C 下退火 3 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Ca}_5\text{Ga}_{0.99}\text{SbO}_9:0.05\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 300nm。

[0108] 实施例 7

[0109] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Sr}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9:0.05\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0110] 分别称取 10mmol, 0.95mmol, 1mmol, 0.05mmol 的 SrO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0111] 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, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0112] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 60mm;

[0113] 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 , 然后通入氩气, 气流量为 25sccm, 于 2Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 180W, 沉积时间为 10min, 沉积结束后, 在 0.01Pa 压强下, 氩气气氛中, 600°C 的温度下退火 2 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Sr}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9:0.05\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 155nm。

[0114] 实施例 8

[0115] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Sr}_5\text{Ga}_{0.92}\text{SbO}_9:0.08\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0116] 分别称取 10mmol, 0.92mmol, 1mmol, 0.16mmol 的 SrO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0117] 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, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0118] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0119] 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 , 然后通入氩气, 气流量为 10sccm, 于 0.2Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 60W, 沉积时间为 25min, 沉积结束后, 在 0.09Pa 压强下, 氩气气氛中, 500°C 的温度下退火 1 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Sr}_5\text{Ga}_{0.92}\text{SbO}_9:0.08\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 85nm。

[0120] 实施例 9

[0121] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Sr}_5\text{Ga}_{0.99}\text{SbO}_9:0.01\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0122] 分别称取 10mmol, 0.99mmol, 1mmol, 0.02mmol 的 SrO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0123] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 1300°C 下煅烧 1.5h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0124] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0125] 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°C , 然后通入氩气, 气流量为 35sccm, 于 4Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 150W, 沉积时间为 20min, 沉积结束后, 在 0.01Pa 压强下, 氩气气氛中, 800°C 的温度下退火 3 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Sr}_5\text{Ga}_{0.99}\text{SbO}_9:0.01\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 320nm。

[0126] 实施例 10

[0127] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Ba}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9:0.05\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0128] 分别称取 10mmol, 0.95mmol, 1mmol, 0.1mmol 的 BaO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0129] 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, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0130] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 60mm;

[0131] 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 , 然后通入氩气, 气流量为 25sccm, 于 2Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 180W, 沉积时间为 30min, 沉积结束后, 在 0.08Pa 压强下, 氩气气氛中, 600°C 的温度下退火 2 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Ba}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9:0.05\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 120nm。

[0132] 实施例 11

[0133] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Ba}_5\text{Ga}_{0.92}\text{SbO}_9:0.08\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0134] 分别称取 10mmol, 0.92mmol, 1mmol, 0.16mmol 的 BaO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0135] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 900°C 下煅烧 1h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0136] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 45mm;

[0137] 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 , 然后通入氩气, 气流量为 10sccm, 于 0.2Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 70W, 沉积时间为 15min, 沉积结束后, 在 0.006Pa 压强下, 氩气气氛中, 500°C 的温度下退火 1 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Ba}_5\text{Ga}_{0.92}\text{SbO}_9:0.08\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 100nm。

[0138] 实施例 12

[0139] 一种镓锑酸盐发光材料, 结构式为 $\text{Ba}_5\text{Ga}_{0.99}\text{SbO}_9:0.01\text{Mn}^{4+}$, 通过以下方法制得:

[0140] 分别称取 10mmol, 0.99mmol, 1mmol, 0.02mmol 的 BaO , Ga_2O_3 , Sb_2O_5 和 MnO_2 粉体;

[0141] 将所述粉体混合均匀后置入煅烧装置中, 于 1300°C 下煅烧 1.5h, 获得 $\Phi 50 \times 2\text{mm}$ 的块状陶瓷靶材, 并将该靶材置于磁控溅射设备的真空镀膜室中;

[0142] 取 ITO 玻璃衬底, 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磁控溅射设备的真空镀膜室, 设置所述衬底和所述陶瓷靶材的距离为 95mm;

[0143] 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°C , 然后通入氩气, 气流量为 35sccm, 于 4Pa 的工作压强下, 采用磁控溅射产生的离子轰击陶瓷靶材并进行沉积, 磁控溅射的功率为 180W, 沉积时间为 30min, 沉积结束后, 在 0.03Pa 压强下, 氩气气氛中, 800°C 的温度下退火 3 小时, 得到沉积在衬底上的镓锑酸盐发光材料, 所述发光材料的结构式为 $\text{Ba}_5\text{Ga}_{0.99}\text{SbO}_9:0.01\text{Mn}^{4+}$, 为发光薄膜, 发光薄膜厚度为 330nm。

[0144] 实施例 13

[0145] 一种薄膜电致发光器件, 如图 3 所示, 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、发光层 3 和阴极 4, 其中, 阳极 2 为 ITO 透明导电薄膜, 阴极 4 的材质为 Ag, 发光层 3 的材质为本发明实施例 1 中制得的结构式为 $\text{Mg}_5\text{Ga}_{0.95}\text{SbO}_9:0.05\text{Mn}^{4+}$ 的发光材料。

[0146] 图 4 为本实施例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 6.0V 开始发光, 曲线 2 是电压与亮度关系曲线, 最大亮度为 $200\text{cd}/\text{m}^2$, 表明器件具有良好的发光特性。

[0147] 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。

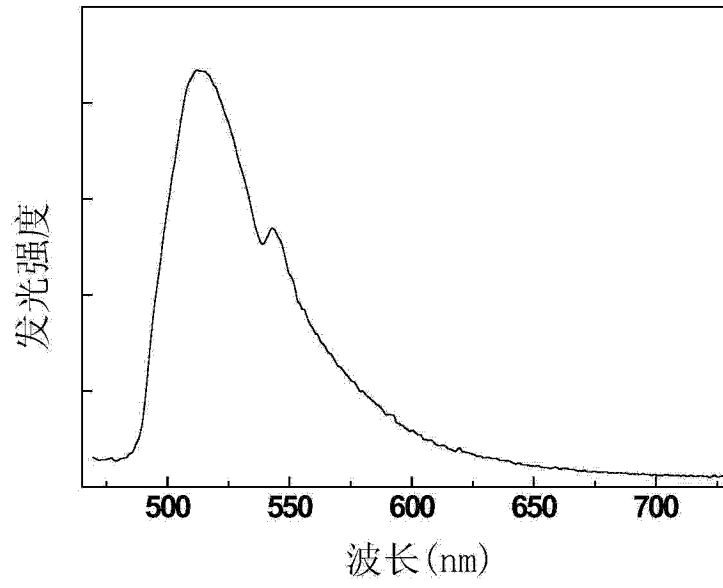


图 1

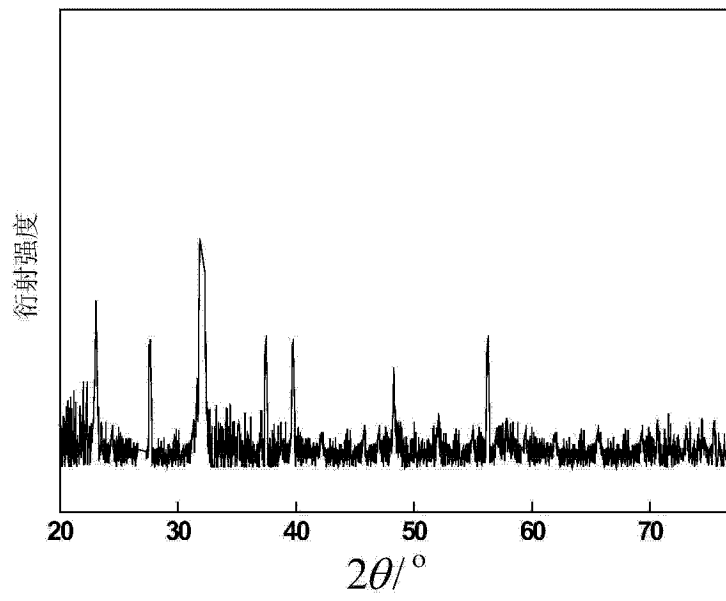


图 2

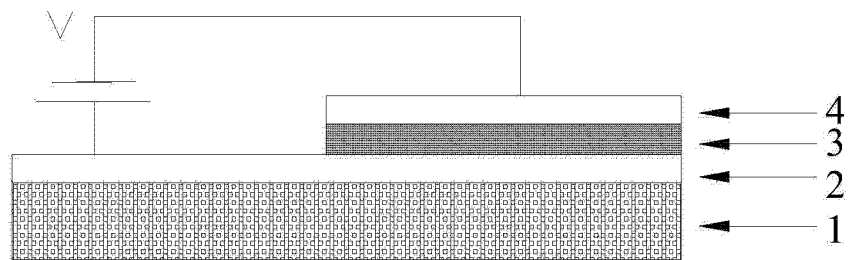


图 3

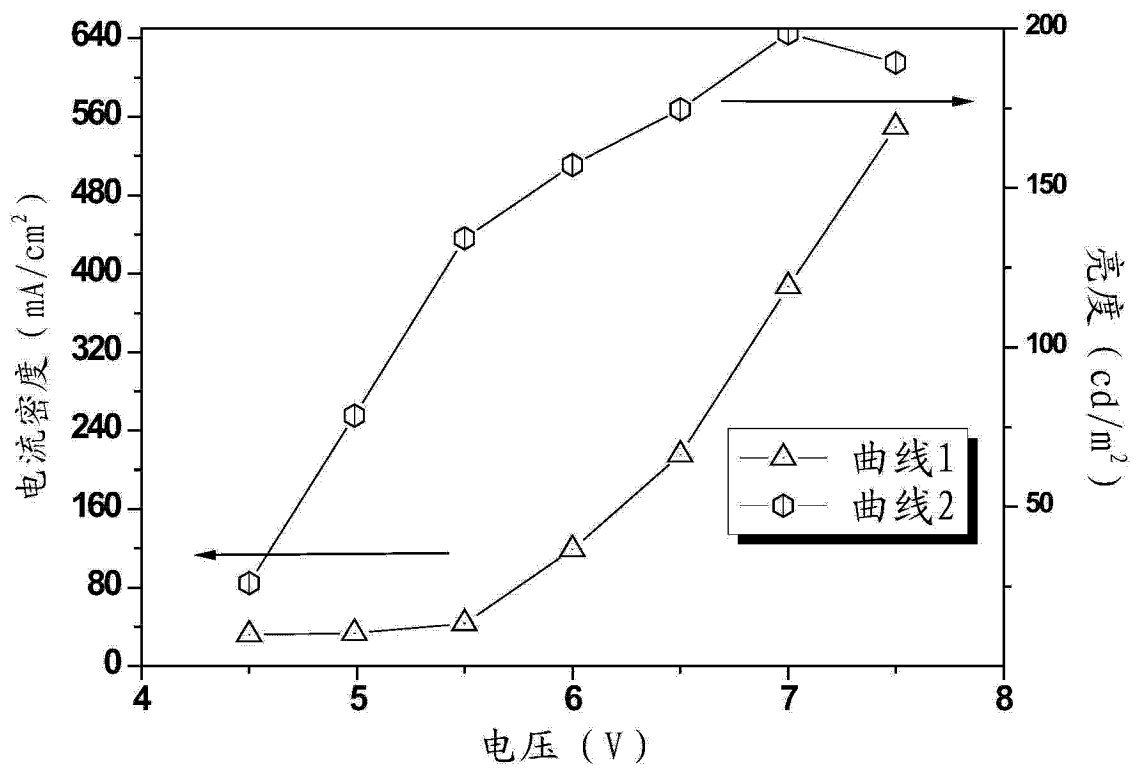


图 4

专利名称(译)	一种镓铟酸盐发光材料及其制备方法和应用		
公开(公告)号	CN104673305A	公开(公告)日	2015-06-03
申请号	CN201310636401.1	申请日	2013-11-27
[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 黄辉		
发明人	周明杰 陈吉星 王平 黄辉		
IPC分类号	C09K11/75 H05B33/14		
代理人(译)	熊永强		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明提供了一种镓铟酸盐发光材料及其制备方法和应用。本发明提供的镓铟酸盐发光材料结构式为 $\text{Me}_5\text{Ga}_{1-x}\text{SbO}_9 : x\text{Mn}^{4+}$ ，其中，Me为Mg、Ca、Sr或Ba，x的取值范围为0.01~0.08，该镓铟酸盐发光材料具有良好的结构稳定性，在520nm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。

