



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104099097 A

(43) 申请公布日 2014. 10. 15

(21) 申请号 201310121305. 3

(22) 申请日 2013. 04. 09

(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 王平 陈吉星 钟铁涛

(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 11/67 (2006. 01)

H01L 51/54 (2006. 01)

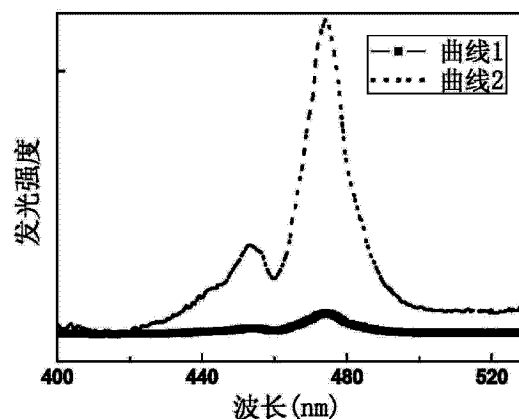
权利要求书1页 说明书5页 附图4页

### (54) 发明名称

铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料、制备方法  
及有机发光二极管

### (57) 摘要

一种铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料，具有如下化学通式  $\text{ZrF}_4 \cdot x\text{Tm}^{3+} \cdot y\text{Ho}^{3+}$ ，其中， $x$  为  $0.002 \sim 0.06$ ， $y$  为  $0.002 \sim 0.04$ 。该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的光致发光光谱中，铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的激发波长为  $650\text{nm}$ ，在  $454\text{nm}$  和  $476\text{nm}$  的发光峰分别对应的是  $\text{Tm}^{3+}$  离子  $^1\text{D}_2 \rightarrow ^3\text{H}_4$  和  $^1\text{G}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$  的跃迁辐射形成发光峰，本发明还提供该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法及使用该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的有机发光二极管。



1. 一种铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料,其特征在于:具有如下化学通式  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$ , 其中,  $x$  为  $0.002 \sim 0.06$ ,  $y$  为  $0.002 \sim 0.04$ 。

2. 根据权利要求 1 所述的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料,其特征在于,所述  $x$  为  $0.03$ ,  $y$  为  $0.01$ 。

3. 一种铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

根据  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$  各元素的化学计量比称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体,其中,  $x$  为  $0.002 \sim 0.06$ ,  $y$  为  $0.002 \sim 0.04$ ;

将称取的粉体溶解于硝酸中配制成金属阳离子的浓度为  $0.5\text{mol/L} \sim 3\text{mol/L}$  的溶液;

将所述溶液雾化成气雾状后随载气一起通入温度为  $150^\circ\text{C} \sim 220^\circ\text{C}$  的石英管生成前驱体,其中,石英管的直径为  $30\text{mm} \sim 150\text{mm}$ , 长度为  $0.5\text{m} \sim 3\text{m}$ , 载气的流量为  $1\text{L/min} \sim 15\text{L/min}$ ;

将所述前驱体在  $600^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$  下煅烧 2 小时  $\sim$  5 小时得到化学式  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$  的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料。

4. 根据权利要求 3 所述的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法,其特征在于,所述  $x$  为  $0.03$ ,  $y$  为  $0.01$ 。

5. 根据权利要求 3 所述的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法,其特征在于,所述将称取的粉体溶于硝酸中配制成溶液的步骤还包括:往所述溶液中添加分散剂,所述分散剂的浓度为  $0.005\text{mol/L} \sim 0.05\text{mol/L}$ 。

6. 根据权利要求 3 所述的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法,其特征在于,所述分散剂为草酸、乙醇、三乙醇胺、水溶性淀粉或聚乙二醇。

7. 根据权利要求 3 所述的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法,其特征在于,将所述溶液雾化成气雾状的步骤为,将载气及所述溶液一起通入雾化器中使所述溶液雾化成气雾状,所述载气为惰性气体或还原性气体。

8. 根据权利要求 3 所述的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法,其特征在于,所述载气的流量为  $5\text{L/min} \sim 8\text{L/min}$ 。

9. 一种有机发光二极管,包括依次层叠的基板、阴极、有机发光层、阳极及透明封装层,其特征在于,所述透明封装层中掺杂有铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料,所述铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的化学通式为  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$ , 其中,  $x$  为  $0.002 \sim 0.06$ ,  $y$  为  $0.002 \sim 0.04$ 。

10. 根据权利要求 9 所述的有机发光二极管,其特征在于,所述  $x$  为  $0.03$ ,  $y$  为  $0.01$ 。

## 铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料、制备方法及有机发光二极管

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料、制备方法及有机发光二极管。

### 背景技术

[0002] 有机发光二极管(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铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料,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铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料、制备方法及使用该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的有机发光二极管。

[0005] 一种铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料,具有如下化学式  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$ , 其中,  $\text{x}$  为  $0.002 \sim 0.06$ ,  $\text{y}$  为  $0.002 \sim 0.04$ 。

[0006]  $\text{x}$  为  $0.03$ ,  $\text{y}$  为  $0.01$ 。

[0007] 一种铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0008] 根据  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$  各元素的化学计量比称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体,其中,  $\text{x}$  为  $0.002 \sim 0.06$ ,  $\text{y}$  为  $0.002 \sim 0.04$ ;

[0009] 将称取的粉体溶解于硝酸中配制成金属阳离子的浓度为  $0.5\text{mol/L} \sim 3\text{mol/L}$  的溶液;

[0010] 将所述溶液雾化成气雾状后随载气一起通入温度为  $150^\circ\text{C} \sim 220^\circ\text{C}$  的石英管生成前驱体,其中,石英管的直径为  $30\text{mm} \sim 150\text{mm}$ ,长度为  $0.5\text{m} \sim 3\text{m}$ ,载气的流量为  $1\text{L/min} \sim 15\text{L/min}$ ;

[0011] 将所述前驱体在  $600^\circ\text{C} \sim 1300^\circ\text{C}$  下煅烧 2 小时  $\sim$  5 小时得到化学式  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$  的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料。

[0012] 所述  $\text{x}$  为  $0.03$ ,  $\text{y}$  为  $0.01$ 。

[0013] 所述将称取的粉体溶于硝酸中配制成溶液的步骤还包括:往所述溶液中添加分散剂,所述分散剂的浓度为  $0.005\text{mol/L} \sim 0.05\text{mol/L}$ 。

[0014] 将所述溶液雾化成气雾状的步骤为,将载气及所述溶液一起通入雾化器中使所述溶液雾化成气雾状,所述载气为惰性气体或还原性气体。

[0015] 所述分散剂为草酸、乙醇、三乙醇胺、水溶性淀粉或聚乙二醇。

[0016] 所述载气的流量为 5L/min ~ 8L/min。

[0017] 一种有机发光二极管,包括依次层叠的基板、阴极、有机发光层、阳极及封装层,所述封装层中掺杂有铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料,该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的化学通式为  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$ , 其中,  $\text{x}$  为 0.002 ~ 0.06,  $\text{y}$  为 0.002 ~ 0.04。

[0018] 上述铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的水热方法条件温和、合成温度低较易控制,产物的粒度和形貌可控,制备的粉体结晶完好,分散性好,成本较低,同时反应过程中无三废产生,较为环保;制备的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的光致发光光谱中,铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的激发波长为 650nm,在 454nm 和 476nm 的发光峰分别对应的是  $\text{Tm}^{3+}$  离子  $^1\text{D}_2 \rightarrow ^3\text{H}_4$  和  $^1\text{G}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$  的跃迁辐射形成发光峰,可以作为蓝光发光材料。

#### 附图说明

[0019] 图 1 为一实施方式的有机发光二极管的结构示意图;

[0020] 图 2 为一实施方式的喷雾热解设备的结构示意图;

[0021] 图 3 为实施例 1 制备的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的光致发光光谱图;

[0022] 图 4 为实施例 1 制备的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的 XRD 谱图;

[0023] 图 5 为实施例 1 制备的透明封装层中掺杂有铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的有机发光二极管的光谱图。

#### 具体实施方式

[0024] 下面结合附图和具体实施例对铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料及其制备方法进一步阐明。

[0025] 一实施方式的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料,具有如下化学通式  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$ , 其中,  $\text{x}$  为 0.002 ~ 0.06,  $\text{y}$  为 0.002 ~ 0.04。

[0026] 优选的,  $\text{x}$  为 0.03,  $\text{y}$  为 0.01。

[0027] 该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的光致发光光谱中,铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的激发波长为 650nm,在 454nm 和 476nm 的发光峰分别对应的是  $\text{Tm}^{3+}$  离子  $^1\text{D}_2 \rightarrow ^3\text{H}_4$  和  $^1\text{G}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$ , 可以作为蓝光发光材料。

[0028] 上述铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法,包括以下步骤;

[0029] 步骤 S101、按照  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$  各元素的化学计量比称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体,其中,  $\text{x}$  为 0.002 ~ 0.06,  $\text{y}$  为 0.002 ~ 0.04。

[0030] 优选的,  $\text{x}$  为 0.03,  $\text{y}$  为 0.01。

[0031] 可以理解,该步骤中也可按照摩尔比 (0.996 ~ 0.9):(0.001 ~ 0.03):(0.001 ~ 0.02) 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体。

[0032] 优选的,该步骤中也可按照摩尔比 0.96:0.015:0.005 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体。

[0033] 步骤 S102、将称取的粉体溶于硝酸中配制成金属阳离子的浓度为 0.5mol/L ~ 3mol/L 的溶液。

[0034] 溶液中的金属阳离子为  $\text{Zr}^{4+}$ ,  $\text{Tm}^{3+}$ ,  $\text{Ho}^{3+}$ 。

[0035] 优选的,将称取的粉体溶于硝酸中配制成溶液的步骤还包括:往溶液中添加分散

剂,分散剂的浓度为  $0.005\text{mol/L} \sim 0.05\text{mol/L}$ 。

[0036] 优选的分散剂可以包括草酸、乙醇、三乙醇胺、水溶性淀粉或聚乙二醇。

[0037] 本实施方式中,分散剂为聚乙二醇。

[0038] 请参阅图 2,图 2 所示的喷雾热解设备 100 包括储液罐 10、储气罐 20、雾化器 30、石英管 40 及收集器 50。

[0039] 本实施方式中,步骤 S102 制备的溶液存放于储液罐 10。

[0040] S103、将溶液雾化成气雾状后随载气一起通入温度为  $150^{\circ}\text{C} \sim 220^{\circ}\text{C}$  的石英管 40 生成前驱体,其中石英管 40 的直径为  $30\text{mm} \sim 150\text{mm}$ ,长度为  $0.5\text{m} \sim 3\text{m}$ ,载气的流量为  $1\text{L/min} \sim 15\text{L/min}$ 。

[0041] 优选的,石英管的直径为  $95\text{mm}$ ,长度为  $1.4\text{m}$ 。

[0042] 本实施方式中,使用雾化器 30 将溶液雾化,雾化器 30 为压缩雾化器。具体的,将储气罐 20 内储存的载气及储液罐 10 内储存的溶液一同通入雾化器 30 使溶液雾化成气雾状。载气为惰性气体或还原性气体,如:氮气、氩气及氢气中的至少一种,载气的流量为  $5\text{L/min} \sim 8\text{L/min}$ 。

[0043] 石英管 40 外壁缠绕着电阻丝 42。

[0044] 溶液雾化成气雾状后自石英管 40 的一端通入,在石英管 40 内生成前驱体,前驱体为细微的粉末,粉末状的前驱体随载气自石英管的另一端喷出。进一步的,前驱体自石英管 40 流出后使用收集器 50 收集。本实施方式中,收集器 50 为微孔耐酸滤过漏斗。

[0045] S104、将前驱体在  $600^{\circ}\text{C} \sim 1300^{\circ}\text{C}$  下煅烧 2 小时  $\sim$  5 小时得到化学式为  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$  的铪钬共掺杂氟化锆上转换发光材料。

[0046] 优选的,前驱体置于程序控温炉中在  $800^{\circ}\text{C}$  下灼烧 3 小时。

[0047] 上述铪钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法为喷雾热解法,原料在溶液状态下混合,可保证组分分布均匀,而且工艺过程简单,组分损失少,可精确控制化学计量比,尤其适合制备多组分复合粉末;微粉由悬浮在空气中的液滴干燥而来,颗粒一般呈规则的球形,而且少团聚,无需后续的洗涤研磨,保证产物的高纯度,高活性;整个过程在短短的几秒钟迅速完成,因此液滴在反应过程中来不及发生组分偏析,进一步保证组分分布的均一性;反应工序简单,一步即获得成品,无过滤、洗涤、干燥、粉碎过程,操作简单方便,生产过程连续,产能大,生产效率高,非常有利于大工业化生产;制备的铪钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的光致发光光谱中,铪钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的激发波长为  $650\text{nm}$ ,在  $454\text{nm}$  和  $476\text{nm}$  的发光峰分别对应的是  $\text{Tm}^{3+}$  离子  $^1\text{D}_2 \rightarrow ^3\text{H}_4$  和  $^1\text{G}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$  的跃迁辐射形成发光峰,实现了由红外至绿光的长波辐射激发出蓝光短波发光。

[0048] 请参阅图 1,一实施方式的有机发光二极管 100,该有机发光二极管 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 以及封装层 5。封装层 5 中分散有铪钬共掺杂氟化锆上转换发光材料 6,铪钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的化学通式为  $\text{ZrF}_4:\text{xTm}^{3+}, \text{yHo}^{3+}$ ,其中,  $\text{x}$  为  $0.002 \sim 0.06$ ,  $\text{y}$  为  $0.002 \sim 0.04$ 。

[0049] 有机发光二极管 100 的封装层 5 中分散有铪钬共掺杂氟化锆上转换发光材料 6,铪钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的激发波长为  $650\text{nm}$ ,在  $454\text{nm}$  和  $476\text{nm}$  的发光峰分别对应的是  $\text{Tm}^{3+}$  离子  $^1\text{D}_2 \rightarrow ^3\text{H}_4$  和  $^1\text{G}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$  的跃迁辐射形成发光峰,由红绿光激发可以发射蓝光,蓝光与红绿光混合后形成发白光的有机发光二极管。

[0050] 下面为具体实施例。

[0051] 实施例 1

[0052] 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体的摩尔数分别为 0.96mmol, 0.015mmol, 0.005mmol, 溶于硝酸中配制成 1.5mol/L 的溶液, 并加入 0.01mol/L 的聚乙二醇添加剂。然后把溶液放入雾化装置, 之后向雾化装置通入 5L/min 的氩气。溶液前驱体随氩气载气进入温度为 110℃ 的石英管生成前驱体, 其中石英管的直径为 95mm, 长度为 1.4m。然后荧光粉随气流进入冷凝器, 最后被微孔耐酸滤过漏斗所收集。收集荧光粉的前驱体, 置于程序控温炉中煅烧 3 小时, 煅烧温度 1100℃, 得到  $\text{ZrF}_4:0.03\text{Tm}^{3+}, 0.01\text{Ho}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0053] 依次层叠的基板 1 使用钠钙玻璃、阴极 2 使用金属 Ag 层、有机发光层 3 使用  $\text{Ir}(\text{piq})_2(\text{acac})$  中文名叫二 (1- 苯基 - 异喹啉) (乙酰丙酮) 合铱 (III)、透明阳极 4 使用氧化铟锡 ITO, 以及透明封装层 5 聚四氟乙烯。透明封装层 5 中分散有铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料 6, 铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的化学式为  $\text{ZrF}_4:0.03\text{Tm}^{3+}, 0.01\text{Ho}^{3+}$ 。

[0054] 请参阅图 3, 图 3 所示为本实施得到的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料化学通式为  $\text{ZrF}_4:0.03\text{Tm}^{3+}, 0.01\text{Ho}^{3+}$  的光致发光光谱图。由图 3 可以看出, 曲线 2 本实施例得到的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的激发波长为 650nm, 在 454nm 和 476nm 的发光峰分别对应的是  $\text{Tm}^{3+}$  离子  $^1\text{D}_2 \rightarrow ^3\text{H}_4$  和  $^1\text{G}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$  的跃迁辐射形成发光峰, 该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料可作为蓝光发光材料, 曲线 1 为不掺杂  $\text{Ho}^{3+}$  的发光峰, 可以看出增加了  $\text{Ho}^{3+}$  元素共掺杂的样品可以得到更好的发光效率。

[0055] 请参阅图 4, 图 4 中曲线为实施 1 制备的铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的 XRD 曲线, 测试对照标准 PDF 卡片。对照 PDF 卡片, 可看出衍射峰所示为氟化锆的晶向。没有出现杂质的峰, 也没有出现稀土离子的峰。说明离子是掺杂进入了氟化锆的晶格。

[0056] 图 5 为实施例 1 制备的透明封装层中有铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料形成的有机发光二极管的光谱图, 曲线 2 为未加入荧光粉的对比。图中可看出, 荧光粉可以由长波的红色光, 激发出短波的蓝色光, 混成白光。

[0057] 实施例 2

[0058] 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体的摩尔数分别为 0.95mmol, 0.03mmol, 0.02mmol, 溶于硝酸中配制成 3mol/L 的溶液, 并加入 0.05mol/L 的聚乙二醇添加剂。然后把溶液放入雾化装置, 之后向雾化装置通入 1L/min 的氩气。溶液前驱体随氩气载气进入温度为 220℃ 的石英管生成前驱体, 其中石英管的直径为 150mm, 长度为 3m。然后荧光粉随气流进入冷凝器, 最后被微孔耐酸滤过漏斗所收集。收集荧光粉的前驱体, 置于程序控温炉中煅烧 5 小时, 煅烧温度 1300℃, 得到  $\text{ZrF}_4:0.06\text{Tm}^{3+}, 0.04\text{Ho}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0059] 实施例 3

[0060] 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体的摩尔数分别为 0.996mmol, 0.001mmol, 0.001mmol, 溶于硝酸中配制成 0.5mol/L 的溶液, 并加入 0.005mol/L 的聚乙二醇添加剂。然后把溶液放入雾化装置, 之后向雾化装置通入 15L/min 的氩气。溶液前驱体随氩气载气进入温度为 150℃ 的石英管生成前驱体, 其中石英管的直径为 30mm, 长度为 3m。然后荧光粉随气流进入冷凝器, 最后被微孔耐酸滤过漏斗所收集。收集荧光粉的前驱体, 置于程序控温炉中煅烧 2 小时, 煅烧温度 600℃, 得到  $\text{ZrF}_4:0.002\text{Tm}^{3+}, 0.002\text{Ho}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0061] 实施例 4

[0062] 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体的摩尔数分别为 0.97mmol, 0.005mmol, 0.01mmol, 溶于硝酸中配制成 1mol/L 的溶液, 并加入 0.008mol/L 的聚乙二醇添加剂。然后把溶液放入雾化装置, 之后向雾化装置通入 5L/min 的氩气。溶液前驱体随氩气载气进入温度为 180℃ 的石英管生成前驱体, 其中石英管的直径为 95mm, 长度为 1.4m。然后荧光粉随气流进入冷凝器, 最后被微孔耐酸滤过漏斗所收集。收集荧光粉的前驱体, 置于程序控温炉中煅烧 3 小时, 煅烧温度 1100℃, 得到  $\text{ZrF}_4:0.01\text{Tm}^{3+}, 0.02\text{Ho}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0063] 实施例 5

[0064] 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体的摩尔数分别为 0.92mmol, 0.01mmol, 0.02mmol, 溶于硝酸中配制成 1.5mol/L 的溶液, 并加入 0.01mol/L 的聚乙二醇添加剂。然后把溶液放入雾化装置, 之后向雾化装置通入 5L/min 的氩气。溶液前驱体随氩气载气进入温度为 180℃ 的石英管生成前驱体, 其中石英管的直径为 95mm, 长度为 1.4m。然后荧光粉随气流进入冷凝器, 最后被微孔耐酸滤过漏斗所收集。收集荧光粉的前驱体, 置于程序控温炉中煅烧 3 小时, 煅烧温度 1100℃, 得到  $\text{ZrF}_4:0.02\text{Tm}^{3+}, 0.04\text{Ho}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0065] 实施例 6

[0066] 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体的摩尔数分别为 0.93mmol, 0.025mmol, 0.01mmol, 溶于硝酸中配制成 2.5mol/L 的溶液, 并加入 0.016mol/L 的聚乙二醇添加剂。然后把溶液放入雾化装置, 之后向雾化装置通入 5L/min 的氩气。溶液前驱体随氩气载气进入温度为 180℃ 的石英管生成前驱体, 其中石英管的直径为 95mm, 长度为 1.4m。然后荧光粉随气流进入冷凝器, 最后被微孔耐酸滤过漏斗所收集。收集荧光粉的前驱体, 置于程序控温炉中煅烧 3 小时, 煅烧温度 1100℃, 得到  $\text{ZrF}_4:0.05\text{Tm}^{3+}, 0.02\text{Ho}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0067] 实施例 7

[0068] 称取  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  和  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  粉体的摩尔数分别为 0.92mmol, 0.02mmol, 0.02mmol, 溶于硝酸中配制成 0.8mol/L 的溶液, 并加入 0.033mol/L 的聚乙二醇添加剂。然后把溶液放入雾化装置, 之后向雾化装置通入 5L/min 的氩气。溶液前驱体随氩气载气进入温度为 180℃ 的石英管生成前驱体, 其中石英管的直径为 95mm, 长度为 1.4m。然后荧光粉随气流进入冷凝器, 最后被微孔耐酸滤过漏斗所收集。收集荧光粉的前驱体, 置于程序控温炉中煅烧 3 小时, 煅烧温度 1100℃, 得到  $\text{ZrF}_4:0.04\text{Tm}^{3+}, 0.04\text{Ho}^{3+}$  上转换荧光粉。

[0069] 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。

100

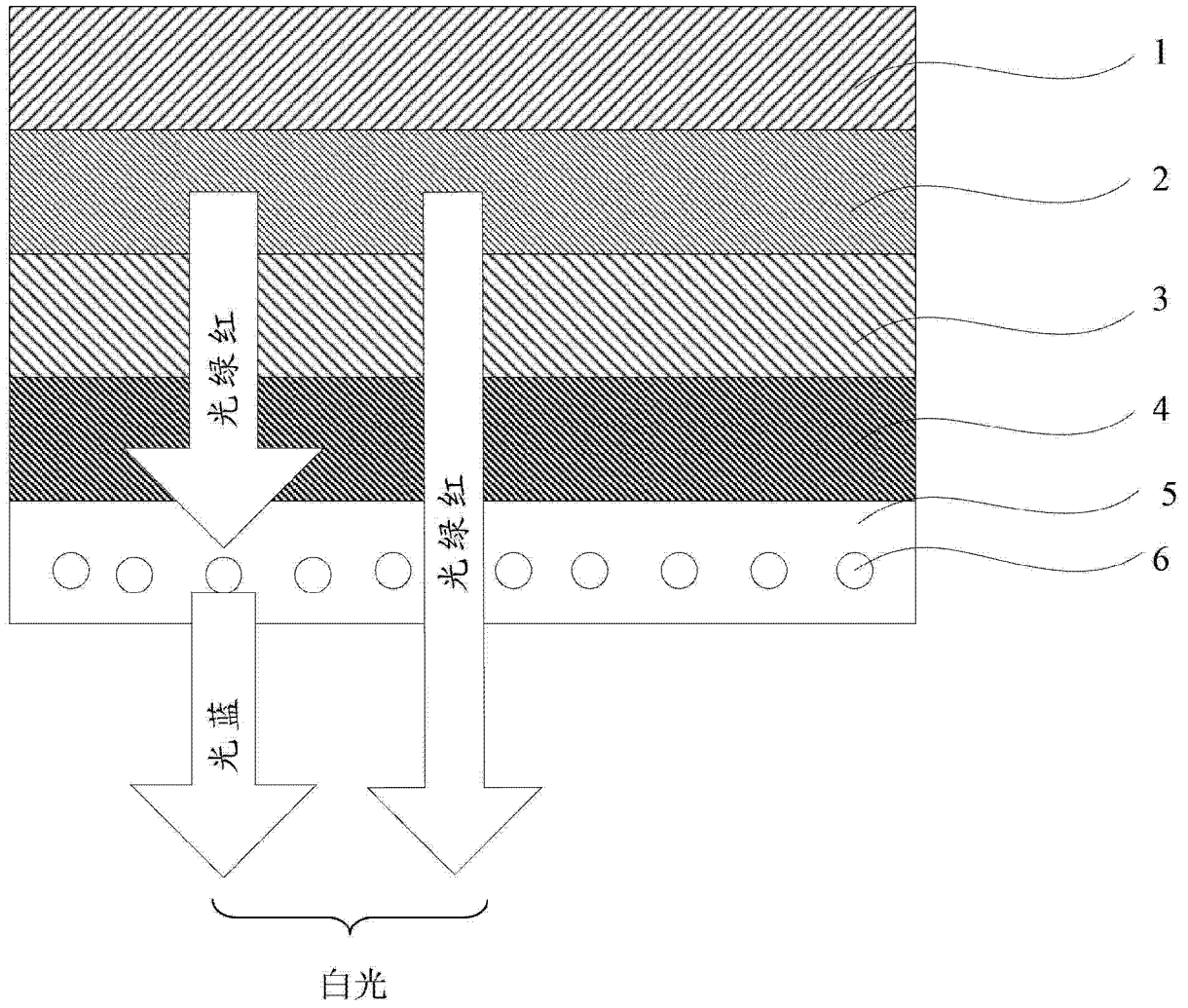


图 1



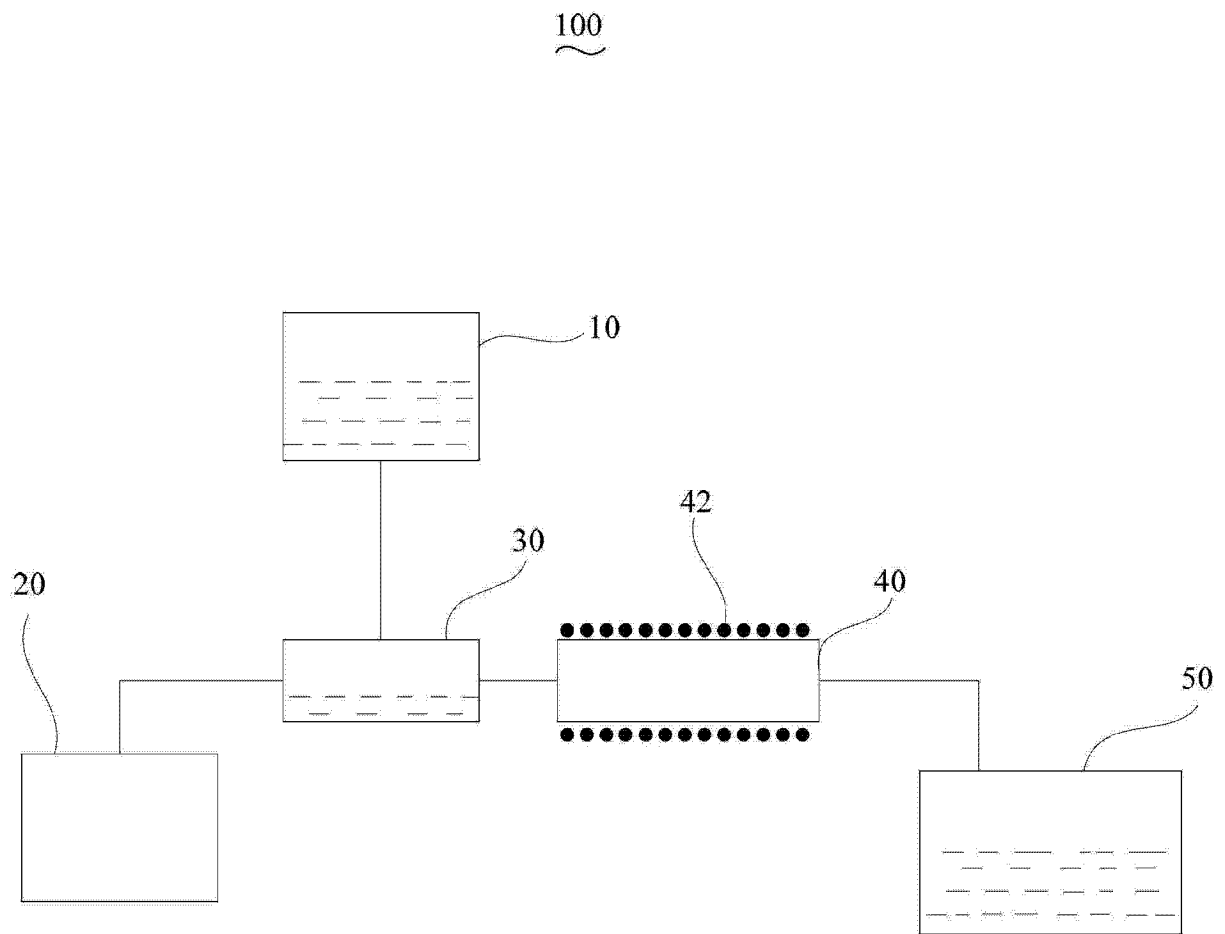


图 2

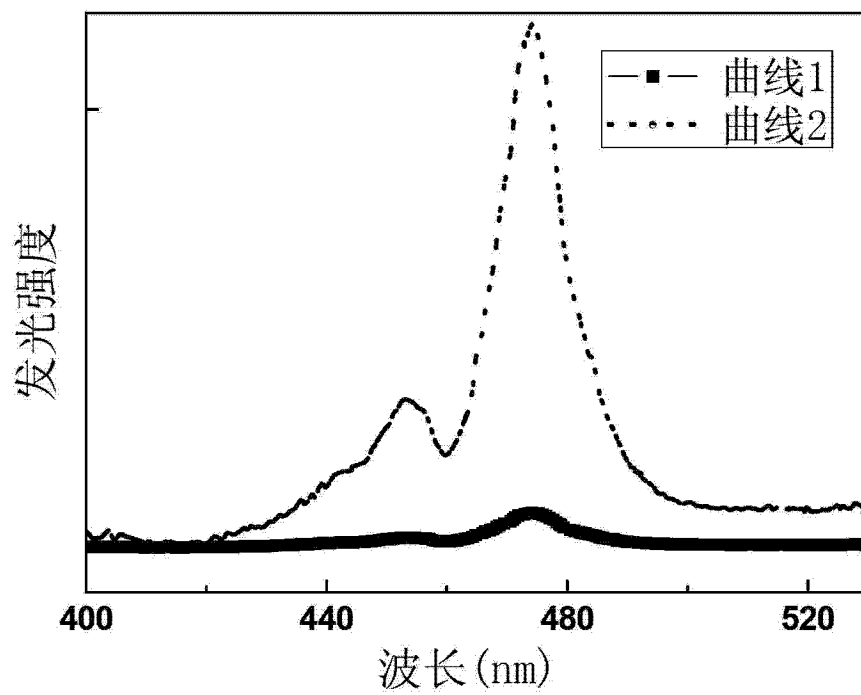


图 3

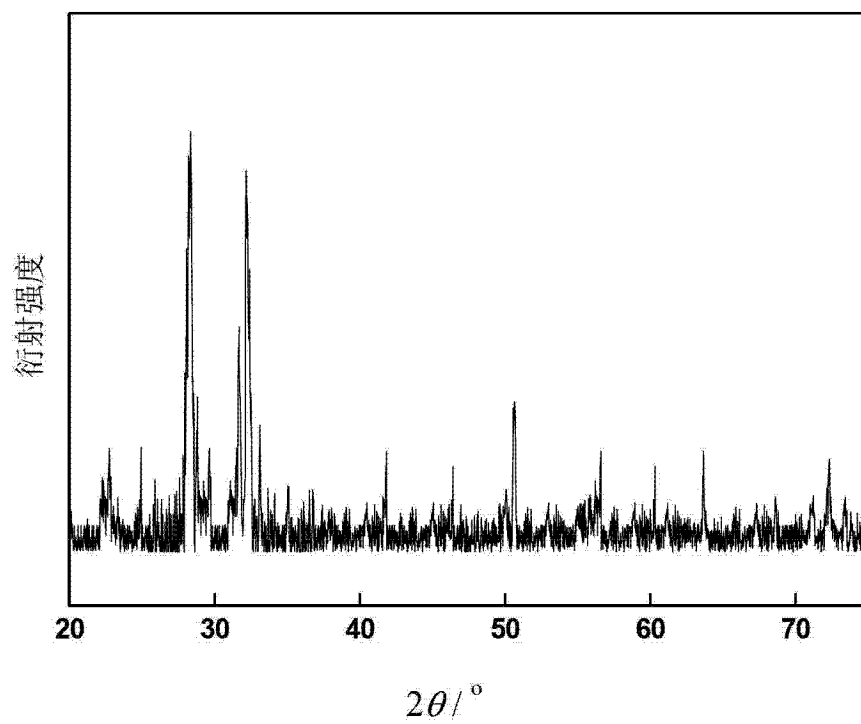


图 4

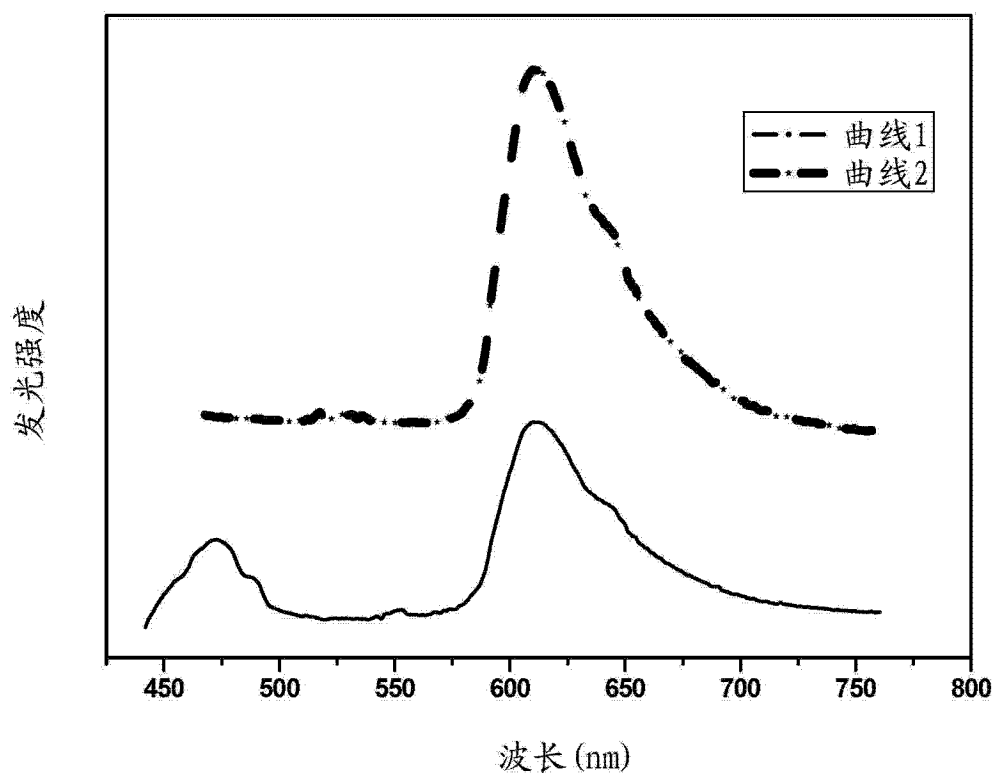


图 5

专利名称(译)	铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料、制备方法及其有机发光二极管		
公开(公告)号	<a href="#">CN104099097A</a>	公开(公告)日	2014-10-15
申请号	CN201310121305.3	申请日	2013-04-09
[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 王平 陈吉星 钟铁涛		
发明人	周明杰 王平 陈吉星 钟铁涛		
IPC分类号	C09K11/67 H01L51/54		
代理人(译)	熊永强		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

#### 摘要(译)

一种铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料，具有如下化学通式 $ZrF_4 \cdot xTm^{3+} \cdot yHo^{3+}$ ，其中， $x$ 为0.002~0.06， $y$ 为0.002~0.04。该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的光致发光光谱中，铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的激发波长为650nm，在454nm和476nm的发光峰分别对应的是 $Tm^{3+}$ 离子 $1D_2 \rightarrow 3H_4$ 和 $1G_4 \rightarrow 3H_6$ 的跃迁辐射形成发光峰，本发明还提供该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的制备方法和使用该铥钬共掺杂氟化锆上转换发光材料的有机发光二极管。

