



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104650896 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 27

(21) 申请号 201310574950. 0

H01L 51/54(2006. 01)

(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 11/78(2006. 01)

H01L 51/50(2006. 01)

H01L 51/52(2006. 01)

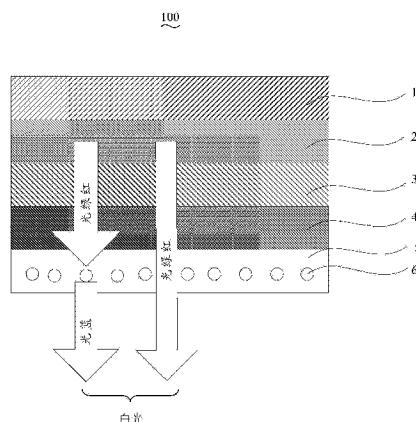
权利要求书1页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料、制备  
方法及其应用

(57) 摘要

一种钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，  
其化学通式为  $\text{MeSc}_2\text{B}_5: \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$ ，其中，x 为  
0.01 ~ 0.08，y 为 0 ~ 0.1，Me 为锂元素、钠元素、  
钾元素、铷元素或铯元素。该钕镱共掺杂钪硼酸盐  
上转换发光材料的光致发光光谱中，钕镱共掺杂  
钪硼酸盐上转换发光材料可由红外至绿光的长波  
辐射激发，在 482nm 波长区由  $\text{Nd}^{3+}$  离子  $^2\text{P}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$   
的跃迁辐射形成发光峰，可以作为蓝光发光材料。  
本发明还提供该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光  
材料的制备方法及使用该钕镱共掺杂钪硼酸盐上  
转换发光材料的有机发光二极管。



1. 一种钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，其特征在于，具有如下化学通式： $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$ ，其中，x 为  $0.01 \sim 0.08$ ，y 为  $0 \sim 0.1$ ，Me 为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。

2. 根据权利要求 1 所述的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，其特征在于，所述 x 为  $0.05$ ，y 为  $0.06$ 。

3. 一种钕镱共掺杂钪硼酸盐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  $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$  各元素的化学计量比分别称取  $\text{Me}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Nd}_2\text{O}_3$  和  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  粉体，其中，x 为  $0.01 \sim 0.08$ ，y 为  $0 \sim 0.1$ ，所述  $\text{Me}_2\text{CO}_3$  为碳酸锂、碳酸钠、碳酸钾、碳酸铷或碳酸铯；

将称取的粉体混合均匀后，溶于强酸中得到浓度为  $0.01 \sim 0.3\text{mol/L}$  的混合溶液；然后在所述混合溶液中加入草酸和氨水，同时搅拌直至不再产生沉淀物后，停止滴加草酸，继续滴加氨水，调节 pH 值至  $7.5 \sim 9$ ，静置 2 小时；

将所述沉淀物过滤纯化后得到固体粉末，将所述固体粉末在  $900 \sim 1400^\circ\text{C}$  下焙烧，焙烧时间为  $0.5 \sim 3\text{h}$ ，得到化学通式为  $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$  的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，其中，x 为  $0.01 \sim 0.08$ ，y 为  $0 \sim 0.1$ ，Me 为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。

4. 根据权利要求 3 所述的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备方法，其特征在于，所述 x 为  $0.05$ ，y 为  $0.06$ 。

5. 根据权利要求 3 所述的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备方法，其特征在于，所述焙烧温度为  $1200^\circ\text{C}$ ，所述焙烧时间为  $2\text{h}$ ，所述 pH 值为 8。

6. 根据权利要求 3 所述的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备方法，其特征在于，所述强酸为盐酸、硝酸或硫酸。

7. 根据权利要求 3 所述的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备方法，其特征在于，所述纯化为将所述沉淀物采用洗涤液洗涤，所述洗涤液为蒸馏水和无水乙醇。

8. 根据权利要求 3 所述的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备方法，其特征在于，所述氨水的浓度为  $0.1 \sim 0.8\text{mmol/L}$ ，所述草酸的浓度为  $0.01 \sim 0.2\text{mmol/L}$ 。

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、透明阳极及透明封装层，其特征在于，所述透明封装层中分散有钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，所述钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的化学通式为  $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$ ，其中，x 为  $0.01 \sim 0.08$ ，y 为  $0 \sim 0.1$ ，Me 为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。

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  $0.05$ ，y 为  $0.06$ 。

## 钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料、制备方法及其应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料、制备方法及其应用。

### 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钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料,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共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料、制备方法及使用该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的有机发光二极管。

[0005] 一种钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料,具有如下化学通式: $\text{MeSc}_2\text{B}_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$ ,其中,x为0.01~0.08,y为0~0.1,Me为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。

[0006] 优选地,所述x为0.05,y为0.06。

[0007] 所述钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料中 $\text{MeSc}_2\text{B}_5$ 是基质, $\text{Nd}^{3+}$ 和 $\text{Yb}^{3+}$ 是掺杂元素。 $\text{MeSc}_2\text{B}_5$ 为基质,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,从而在光致发光能量转换的过程中产生较少无辐射跃迁。对于掺杂离子,稀土离子 $\text{Nd}^{3+}$ 和 $\text{Yb}^{3+}$ 具有丰富的能级和窄的发射谱线,由于受4f能级外层电子的屏蔽作用, $\text{Nd}^{3+}$ 和 $\text{Yb}^{3+}$ 的能级寿命较长,很适合作为发上转换发射中心。

[0008] 一种钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0009] 根据 $\text{MeSc}_2\text{B}_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$ 各元素的化学计量比分别称取 $\text{Me}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Nd}_2\text{O}_3$ 和 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 粉体,其中,x为0.01~0.08,y为0~0.1, $\text{Me}_2\text{CO}_3$ 为碳酸锂、碳酸钠、碳酸钾、碳酸铷或碳酸铯;

[0010] 将称取的粉体混合均匀后,溶于强酸中得到浓度为0.01~0.3mol/L的混合溶液;然后在所述混合溶液中加入草酸和氨水,同时搅拌直至不再产生沉淀物后,停止滴加草酸,继续滴加氨水,调节pH值至7.5~9,静置2小时;

[0011] 将所述沉淀物过滤纯化后得到固体粉末,将所述固体粉末在900~1400°C下焙烧,焙烧时间为0.5~3h,得到化学通式为 $\text{MeSc}_2\text{B}_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$ 的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料,其中,x为0.01~0.08,y为0~0.1,Me为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。

[0012] 优选地,所述x为0.05,y为0.06。

- [0013] 优选地，所述焙烧温度为1200℃，所述焙烧时间为2h，所述pH值为8。
- [0014] 优选地，所述强酸为盐酸、硝酸或硫酸。
- [0015] 优选地，所述纯化为将所述沉淀物采用洗涤液洗涤，所述洗涤液为蒸馏水和无水乙醇。
- [0016] 优选地，所述氨水的浓度为0.1～0.8mmol/L，所述草酸的浓度为0.01～0.2mmol/L。
- [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、透明阳极及透明封装层，所述透明封装层中分散有钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，所述钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的化学通式为 $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$ ，其中，x为0.01～0.08，y为0～0.1，Me为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。
- [0018] 优选地，所述x为0.05，y为0.06。
- [0019] 上述钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备采用化学沉淀法，采用化学共沉淀法制备上转换发光材料具有组成均匀、纯度高、颗粒细、合成温度低等优点。
- [0020] 制备的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的光致发光光谱中，钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料可由红绿光长波辐射激发出蓝光短波发光，在482nm的发光峰对应的是 $\text{Nd}^{3+}$ 离子 $^2\text{P}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$ 的跃迁辐射发光，实现了由红外至绿光的长波辐射激发出蓝光短波发光；有机发光二极管的透明封装层中分散有钬掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，钬掺杂钪硼酸盐上转换发光材料可由红绿光长波辐射激发出蓝光短波发光，在482nm的发光峰对应的是 $\text{Nd}^{3+}$ 离子 $^2\text{P}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$ 的跃迁辐射发光形成发光峰，由红绿光激发可以发射蓝光，蓝光与红绿光混合后形成白光的有机发光二极管。

## 附图说明

- [0021] 图1为一实施方式的有机发光二极管的结构示意图；
- [0022] 图2为实施例1制备的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的光致发光谱图；
- [0023] 图3为实施例1制备的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的XRD图；
- [0024] 图4为实施例1制备的透明封装层中分散有钕镱共掺杂钪硼酸盐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

[0025] 下面结合附图和具体实施例对钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料及其制备方法进一步阐明。

[0026] 一实施方式的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，具有如下化学通式： $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : \text{xNd}^{3+}, \text{yYb}^{3+}$ ，其中，x为0.01～0.08，y为0～0.1，Me为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。

[0027] 优选地，所述x为0.05，y为0.06。

[0028] 该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料中 $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5$ 是基质， $\text{Nd}^{3+}$ 和 $\text{Yb}^{3+}$ 是掺杂元素。 $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5$ 为基质，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，从而在光致发光能量转换的过程中产生较少无辐射跃迁。对于掺杂离子，稀土离子 $\text{Nd}^{3+}$ 和 $\text{Yb}^{3+}$ 具有丰富的能级和窄的发射谱线，由于受4f能

级外层电子的屏蔽作用,  $\text{Nd}^{3+}$  和  $\text{Yb}^{3+}$  的能级寿命较长, 很适合作为发上转换发射中心。

[0029] 该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的光致发光光谱中, 钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料可由红绿光长波辐射激发出蓝光短波发光, 当材料受到长波长(如 980nm)的辐射的时候,  $\text{Nd}^{3+}$  离子  $^2\text{P}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$  的跃迁辐射发光, 发出 482nm 的蓝光, 可以作为蓝光发光材料。

[0030] 上述钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备方法, 包括以下步骤:

[0031] 步骤 S11、根据  $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$  各元素的化学计量比分别称取  $\text{Me}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Nd}_2\text{O}_3$  和  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  粉体, 其中,  $x$  为  $0.01 \sim 0.08$ ,  $y$  为  $0 \sim 0.1$ ,  $\text{Me}_2\text{CO}_3$  为碳酸锂、碳酸钠、碳酸钾、碳酸铷或碳酸铯;

[0032] 该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料中  $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5$  是基质,  $\text{Nd}^{3+}$  和  $\text{Yb}^{3+}$  是掺杂元素。

[0033] 所述  $\text{Me}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Nd}_2\text{O}_3$  和  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  粉体的摩尔比为  $1 : 2 : 1 : x : y$ ;  $x$  为  $0.01 \sim 0.08$ ,  $y$  为  $0 \sim 0.1$ ;

[0034] 该步骤中, 优选地, 所述  $x$  为  $0.05$ ,  $y$  为  $0.06$ 。

[0035] 步骤 S12、将称取的粉体混合均匀后, 溶于强酸中得到浓度为  $0.01 \sim 0.3\text{mol/L}$  的混合溶液; 然后在所述混合溶液中加入草酸和氨水, 同时搅拌直至不再产生沉淀物后, 停止滴加草酸, 继续滴加氨水, 调节 pH 值至  $7.5 \sim 9$ , 静置 2 小时;

[0036] 该步骤中, 优选地, 所述 pH 值为 8。

[0037] 优选地, 所述强酸为盐酸、硝酸或硫酸。

[0038] 优选地, 所述氨水的浓度为  $0.1 \sim 0.8\text{mmol/L}$ , 所述草酸的浓度为  $0.01 \sim 0.2\text{mmol/L}$ 。

[0039] 更优选地, 所述氨水的浓度为  $0.4\text{mmol/L}$ , 所述草酸的浓度为  $0.08\text{mmol/L}$ 。

[0040] 步骤 S13、将所述沉淀物过滤纯化后得到固体粉末, 将所述固体粉末在  $900 \sim 1400^\circ\text{C}$  下焙烧, 焙烧时间为  $0.5 \sim 3\text{h}$ , 得到化学通式为  $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$  的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料, 其中,  $x$  为  $0.01 \sim 0.08$ ,  $y$  为  $0 \sim 0.1$ ,  $\text{Me}$  为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。

[0041] 优选地, 所述焙烧温度为  $1200^\circ\text{C}$ , 所述焙烧时间为  $2\text{h}$ 。

[0042] 优选地, 所述纯化为将所述沉淀采用洗涤液洗涤, 所述洗涤液为蒸馏水和无水乙醇。

[0043] 上述钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备采用化学沉淀法, 采用化学共沉淀法制备上转换发光材料具有组成均匀、纯度高、颗粒细、合成温度低等优点。

[0044] 制备的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的光致发光光谱中, 钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料可由红绿光长波辐射激发出蓝光短波发光, 在 482nm 的发光峰对应的是  $\text{Nd}^{3+}$  离子  $^2\text{P}_{3/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$  的跃迁辐射发光, 实现了由红外至绿光的长波辐射激发出蓝光短波发光。

[0045] 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 以及透明封装层 5。透明封装层 5 中分散有钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料 6, 钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的化学式为  $\text{MeSc}_2\text{B}_0_5 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$ , 其中,  $x$  为  $0.01 \sim 0.08$ ,  $y$  为  $0 \sim 0.1$ ,  $\text{Me}$  为锂元素、钠元素、钾元

素、铷元素或铯元素。

[0046] 有机发光二极管 100 的透明封装层 5 中分散有钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料 6, 钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料可由红绿光长波辐射激发出蓝光短波发光, 在 482nm 波长区由 Nd<sup>3+</sup> 离子  $^2P_{3/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$  的跃迁辐射形成发光峰, 可由红外至绿光等长波长辐射激发出蓝光发射, 从而弥补目前蓝光发光材料的不足, 红光和绿光以及蓝光混合形成白光, 促进白光 OLED 器件的发展。

[0047] 下面为具体实施例。

[0048] 实施例 1

[0049] 按照摩尔比为 1 :2 :1 :0. 05 :0. 06 的比例分别称取 Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉体, 全部溶于盐酸后得到浓度为 0. 1mol/L 混合溶液, 边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0. 04mmol/L 的草酸和 0. 08mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物, 继续滴加氨水, 将 pH 值调节到 8, 静置 2 小时后, 将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤, 最后在 1000℃下焙烧 2 小时, 得到化学式为 LiSc<sub>2</sub>BO<sub>5</sub> :0. 05Nd<sup>3+</sup>, 0. 06Yb<sup>3+</sup> 的上转换发光材料。

[0050] 请参阅图 2, 图 2 所示为本实施例得到的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料和不掺杂镱元素的对比的光致发光光谱图。由图 2 可以看出, 本实施例得到的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的激发波长为 980nm, Yb<sup>3+</sup> 吸收光能, 向 Nd<sup>3+</sup> 离子传递, 使 Nd<sup>3+</sup> 离子产生  $^2P_{3/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$  的跃迁辐射形成 482nm 波长区发光峰, 该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料可作为蓝光发光材料。曲线 1 是实施例 1 制备得到上转换发光材料的光致发光谱, 曲线 2 是和实施例 1 相同制备条件下未掺杂镱元素的对比例, 对比可知钕镱双掺杂能够得到更好的发光效果。钕离子是发光中心, 而镱离子充当了光转化的敏化离子, 增强发光。

[0051] 请参阅图 3, 图 3 中曲线为实施 1 制备的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的 XRD 图, 对照 PDF 卡片, 可看出图中的衍射峰为钪硼酸盐的晶体结构, 没有出现掺杂元素及杂质相关的峰, 说明该制备方法得到的产品具有良好的结晶质量。

[0052] 在玻璃基板 1 上采用真空镀膜沉积技术沉积厚度为 120nm 的金属铝 (Al), 作为器件的阴极 2, 然后在阴极 2 上沉积一层厚度为 50nm 的双(2-苯基喹啉)(乙酰丙酮)合铱 (III) (Ir(2-phq)<sub>2</sub>(acac)) 作为器件的有机发光层 3, 再在有机发光层 3 上沉积一层厚度为 100nm、方块电阻为 10 ~ 20 Ω / □ 的氧化铟锡 (ITO) 作为透明阳极 4, 最后在透明阳极 4 上设置一层厚度为 300nm 的透明封装层 5, 该透明封装层 5 的 SiO 中分散有实施例 1 中制得的钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料, 如 6 所示, 因此, 该有机电致发光器件的具体结构可以表示为基板 /Al(120nm)/Ir(2-phq)<sub>2</sub>(acac)(50nm)/ITO(100nm)/SiO:(LiSc<sub>2</sub>BO<sub>5</sub>:0. 05Nd<sup>3+</sup>, 0. 06Yb<sup>3+</sup>)(300nm), 其中, 斜杠 “/” 表示层状结构, 冒号 “:” 表示掺杂; 该有机电致发光器件使用时, 发光层 3 的部分红光激发发光材料 6 发出蓝光, 该蓝光与发光层 3 中剩余的红光混合后发出白光。

[0053] 请参阅图 4, 图 4 中曲线 1 为透明封装层中分散有实施例 1 得到的钕镱共掺杂钪硼酸盐玻璃上转换发光材料的有机发光二极管的光谱图, 曲线 2 为未加入钕镱共掺杂钪硼酸盐玻璃上转换发光材料的对比。图中可看出, 钕镱共掺杂钪硼酸盐玻璃上转换发光材料可以由长波的红色光, 激发出短波的蓝色光, 该蓝光与发光层中剩余的红光混合后发出白光。

[0054] 实施例 2

[0055] 按照摩尔比为 1 :2 :1 :0. 08 :0. 1 的比例分别称取 Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

粉体,全部溶于盐酸后得到浓度为 0.01mol/L 混合溶液,边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.08mmol/L 的草酸和 0.2mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物,继续滴加氨水,将 pH 值调节到 7.5,静置 2 小时后,将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,最后在 900℃下焙烧 2 小时,得到化学式为  $\text{LiSc}_2\text{B}_0_5 : 0.08\text{Nd}^{3+}, 0.1\text{Yb}^{3+}$  的上转换发光材料。

[0056] 实施例 3

[0057] 按照摩尔比为 1:2:1:0.01 的比例分别称取  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  和  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  粉体,全部溶于盐酸后得到浓度为 0.05mol/L 混合溶液,边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.06mmol/L 的草酸和 0.1mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物,继续滴加氨水,将 pH 值调节到 9,静置 2 小时后,将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,最后在 1300℃下焙烧 2 小时,得到化学式为  $\text{LiSc}_2\text{B}_0_5 : 0.01\text{Nd}^{3+}$  的上转换发光材料。

[0058] 实施例 4

[0059] 按照摩尔比为 1:2:1:0.05:0.06 的比例分别称取  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  和  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  粉体,全部溶于盐酸后得到浓度为 0.15mol/L 混合溶液,边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.07mmol/L 草酸和 0.8mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物,继续滴加氨水,将 pH 值调节到 8,静置 2 小时后,将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,最后在 1000℃下焙烧 2 小时,得到化学式为  $\text{NaSc}_2\text{B}_0_5 : 0.05\text{Nd}^{3+}, 0.06\text{Yb}^{3+}$  的上转换发光材料。

[0060] 实施例 5

[0061] 按照摩尔比为 1:2:1:0.08:0.1 的比例分别称取  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  和  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  粉体,全部溶于盐酸后得到浓度为 0.02mol/L 混合溶液,边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.1mmol/L 的草酸和 0.1mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物,继续滴加氨水,将 pH 值调节到 8,静置 2 小时后,将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,最后在 900℃下焙烧 3 小时,得到化学式为  $\text{NaSc}_2\text{B}_0_5 : 0.08\text{Nd}^{3+}, 0.1\text{Yb}^{3+}$  的上转换发光材料。

[0062] 实施例 6

[0063] 按照摩尔比为 1:2:1:0.01 的比例分别称取  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  粉体,全部溶于盐酸后得到浓度为 0.06mmol/L 混合溶液,边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.08mmol/L 的草酸和 0.6mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物,继续滴加氨水,将 pH 值调节到 8,静置 2 小时后,将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,最后在 1400℃下焙烧 0.5 小时,得到化学式为  $\text{NaSc}_2\text{B}_0_5 : 0.01\text{Nd}^{3+}$  的上转换发光材料。

[0064] 实施例 7

[0065] 按照摩尔比为 1:2:1:0.05:0.06 的比例分别称取  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  和  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  粉体,全部溶于盐酸后得到浓度为 0.25mol/L 混合溶液,边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.05mmol/L 的草酸和 0.3mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物,继续滴加氨水,将 pH 值调节到 8,静置 2 小时后,将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,最后在 1000℃下焙烧 2 小时,得到化学式为  $\text{KSc}_2\text{B}_0_5 : 0.05\text{Nd}^{3+}, 0.06\text{Yb}^{3+}$  的上转换发光材料。

[0066] 实施例 8

[0067] 按照摩尔比为 1:2:1:0.08:0.1 的比例分别称取  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  和  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  粉体,全部溶于盐酸后得到浓度为 0.02mol/L 混合溶液,边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.1mmol/L 的草酸和 0.1mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物,继续滴加氨水,将 pH 值调节到 8,静置 2 小时后,将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,最后在 900℃下焙烧 3 小

时,得到化学式为  $KSc_2B_0_5 : 0.08Nd^{3+}, 0.1Yb^{3+}$  的上转换发光材料。

[0068] 实施例 9

[0069] 按照摩尔比为 1:2:1:0.01 的比例分别称取  $K_2CO_3$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$  粉体, 全部溶于硝酸后得到浓度为 0.3mol/L 混合溶液, 边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.01mmol/L 的草酸和 0.8mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物, 继续滴加氨水, 将 pH 值调节到 8, 静置 2 小时后, 将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤, 最后在 1300℃下焙烧 2 小时, 得到化学式为  $KSc_2B_0_5 : 0.01Nd^{3+}$  的上转换发光材料。

[0070] 实施例 10

[0071] 按照摩尔比为 1:2:1:0.05:0.06 的比例分别称取  $Rb_2CO_3$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$  和  $Yb_2O_3$  粉体, 全部溶于硫酸后得到浓度为 0.01mol/L 的混合溶液, 边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.06mmol/L 草酸和 0.2mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物, 继续滴加氨水, 将 pH 值调节到 8, 静置 2 小时后, 将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤, 最后在 1000℃下焙烧 2 小时, 得到化学式为  $RbSc_2B_0_5 : 0.05Nd^{3+}, 0.06Yb^{3+}$  的上转换发光材料。

[0072] 实施例 11

[0073] 按照摩尔比为 1:2:1:0.08:0.1 的比例分别称取  $Rb_2CO_3$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$  和  $Yb_2O_3$  粉体, 全部溶于盐酸后得到浓度为 0.04mol/L 的混合溶液, 边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.2mmol/L 的草酸和浓度为 0.8mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物, 继续滴加氨水, 将 pH 值调节到 8, 静置 2 小时后, 将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤, 最后在 900℃下焙烧 3 小时, 得到化学式为  $RbSc_2B_0_5 : 0.08Nd^{3+}, 0.1Yb^{3+}$  的上转换发光材料。

[0074] 实施例 12

[0075] 按照摩尔比为 1:2:1:0.01 的比例分别称取  $Rb_2CO_3$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$  粉体, 全部溶于盐酸后得到浓度为 0.01mol/L 的混合溶液, 边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.1mmol/L 的草酸和 0.2mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物, 继续滴加氨水, 将 pH 值调节到 8, 静置 2 小时后, 将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤, 最后在 1300℃下焙烧 2 小时, 得到化学式为  $RbSc_2B_0_5 : 0.01Nd^{3+}$  的上转换发光材料。

[0076] 实施例 13

[0077] 按照摩尔比为 1:2:1:0.05:0.06 的比例分别称取  $Cs_2CO_3$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$  和  $Yb_2O_3$  粉体, 全部溶于盐酸后得到浓度为 0.1mol/L 的混合溶液, 边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.04mmol/L 的草酸和 0.6mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物, 继续滴加氨水, 将 pH 值调节到 8, 静置 2 小时后, 将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤, 最后在 1000℃下焙烧 2 小时, 得到化学式为  $CsSc_2B_0_5 : 0.05Nd^{3+}, 0.06Yb^{3+}$  的上转换发光材料。

[0078] 实施例 14

[0079] 按照摩尔比为 1:2:1:0.08:0.1 的比例分别称取  $Cs_2CO_3$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$  和  $Yb_2O_3$  粉体, 全部溶于盐酸后得到浓度为 0.3mol/L 的混合溶液, 边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.08mmol/L 草酸和 0.1mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物, 继续滴加氨水, 将 pH 值调节到 8, 静置 2 小时后, 将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤, 最后在 900℃下焙烧 2 小时, 得到化学式为  $CsSc_2B_0_5 : 0.08Nd^{3+}, 0.1Yb^{3+}$  的上转换发光材料。

[0080] 实施例 15

[0081] 按照摩尔比为 1:2:1:0.01 的比例分别称取  $Cs_2CO_3$ ,  $Sc_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$  粉体, 全

部溶于盐酸后得到浓度为 0.01mol/L 的混合溶液,边搅拌边往混合溶液中滴入浓度为 0.03mmol/L 的草酸和 0.8mmol/L 的氨水。直至不再生成沉淀物,继续滴加氨水,将 pH 值调节到 8,静置 2 小时后,将沉淀物用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,最后在 1300°C 下焙烧 2 小时,得到化学式为  $CsSc_2B0_5 : 0.01Nd^{3+}$  的上转换发光材料。

[0082] 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

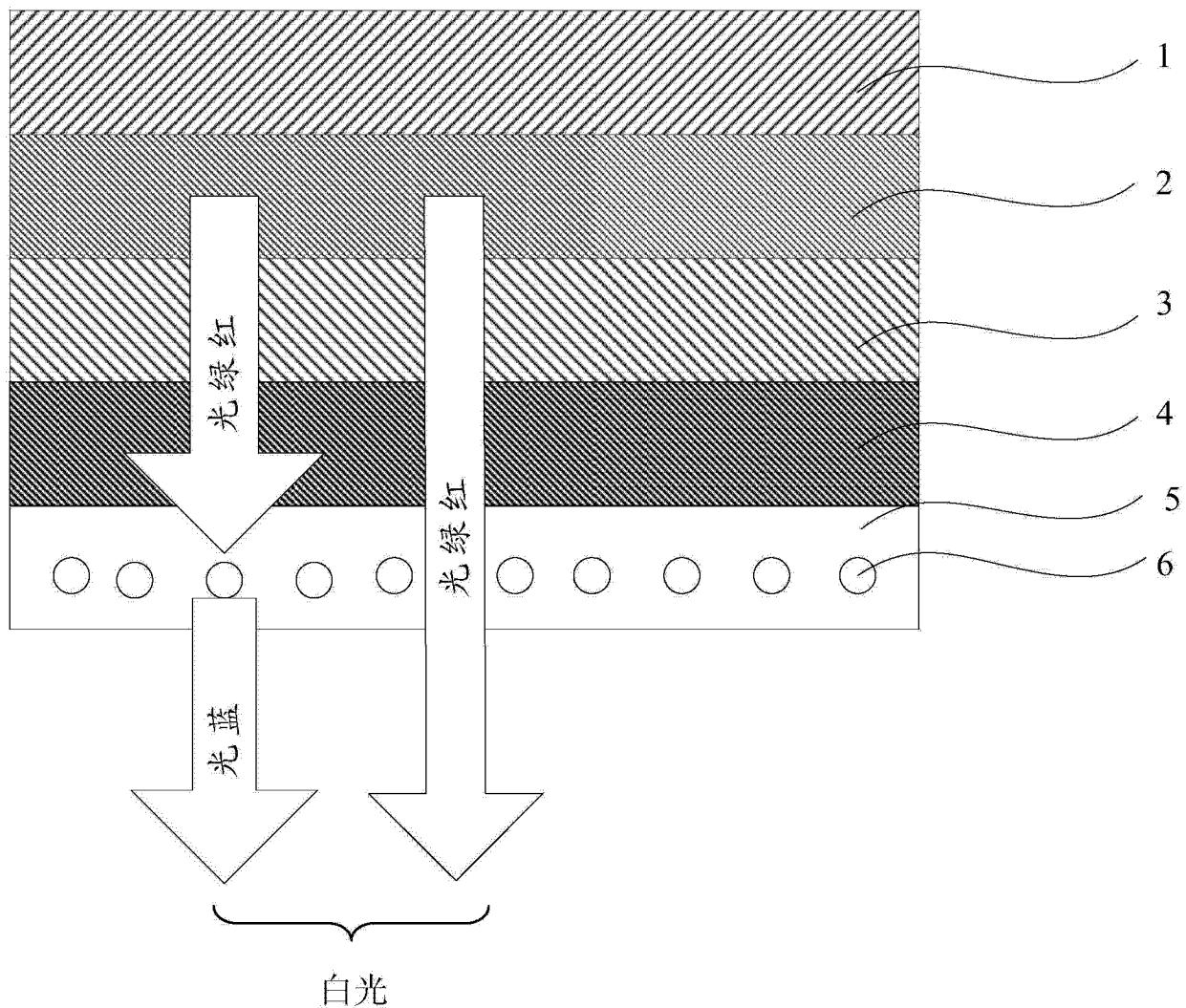


图 1

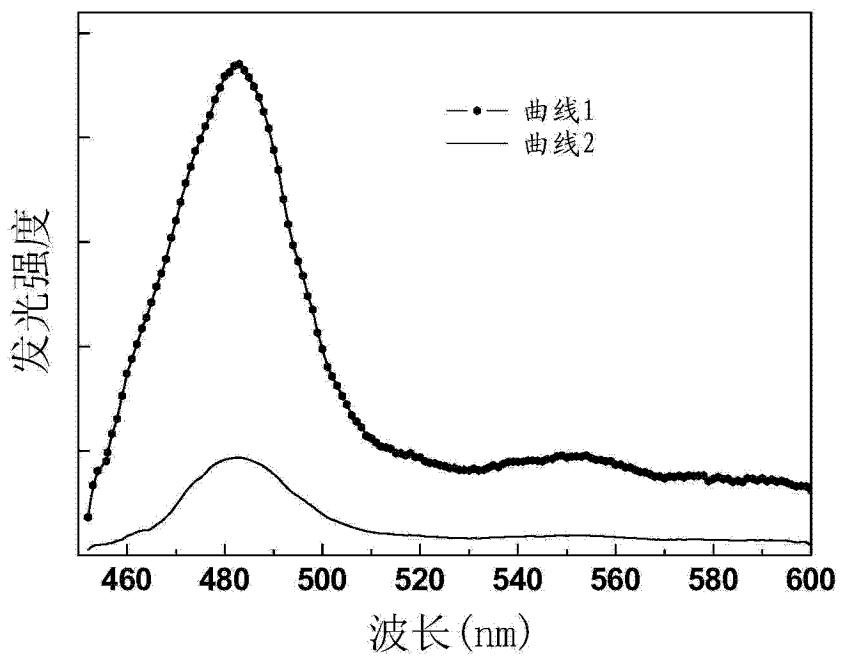


图 2

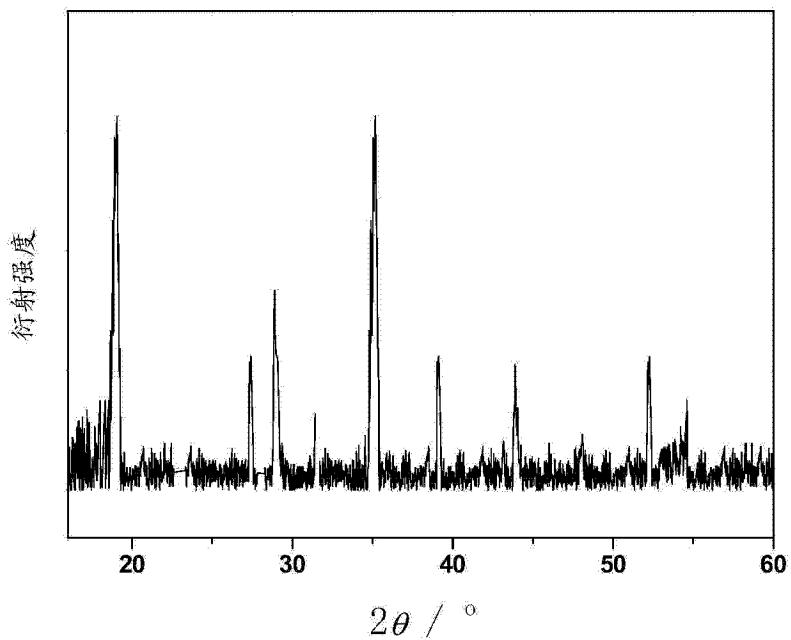


图 3

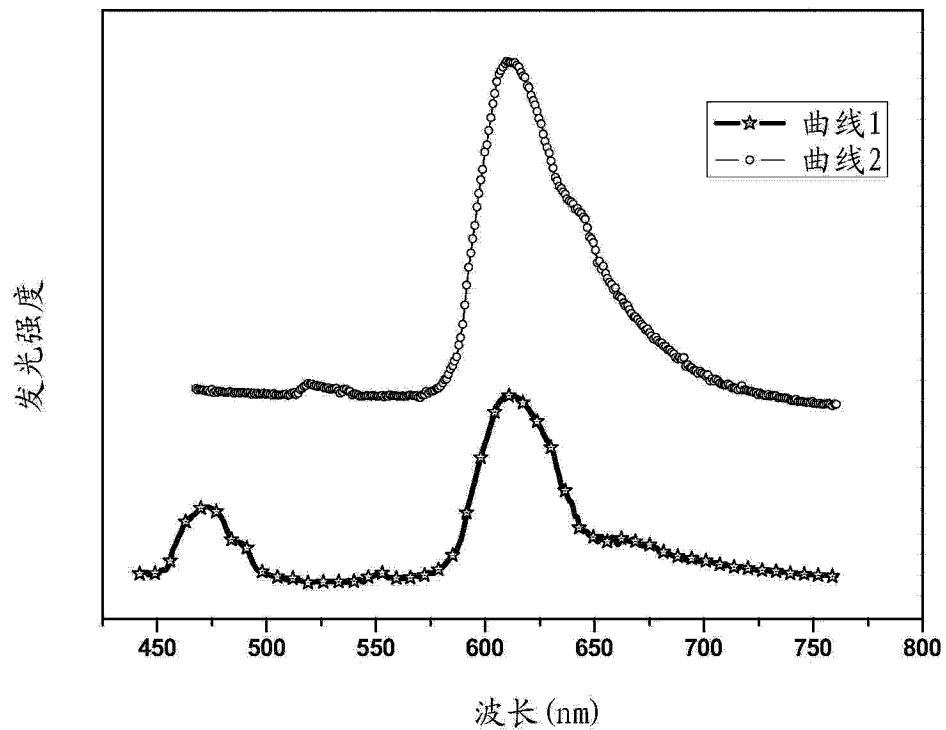


图 4

专利名称(译)	钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料、制备方法及其应用		
公开(公告)号	<a href="#">CN104650896A</a>	公开(公告)日	2015-05-27
申请号	CN201310574950.0	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	C09K11/78 H01L51/50 H01L51/52 H01L51/54		
代理人(译)	熊永强		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">Sipo</a>		

## 摘要(译)

一种钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料，其化学通式为 $\text{MeSc}_2\text{BO}_5 : x\text{Nd}^{3+}, y\text{Yb}^{3+}$ ，其中， $x$ 为 $0.01 \sim 0.08$ ， $y$ 为 $0 \sim 0.1$ ， $\text{Me}$ 为锂元素、钠元素、钾元素、铷元素或铯元素。该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的光致发光光谱中，钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料可由红外至绿光的长波辐射激发，在 $482\text{nm}$ 波长区由 $\text{Nd}^{3+}$ 离子 $2\text{P}_{3/2} \rightarrow 4\text{I}_{15/2}$ 的跃迁辐射形成发光峰，可以作为蓝光发光材料。本发明还提供该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的制备方法及使用该钕镱共掺杂钪硼酸盐上转换发光材料的有机发光二极管。

