



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104650888 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 27

(21) 申请号 201310580909. 4

(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 王平 陈吉星 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)

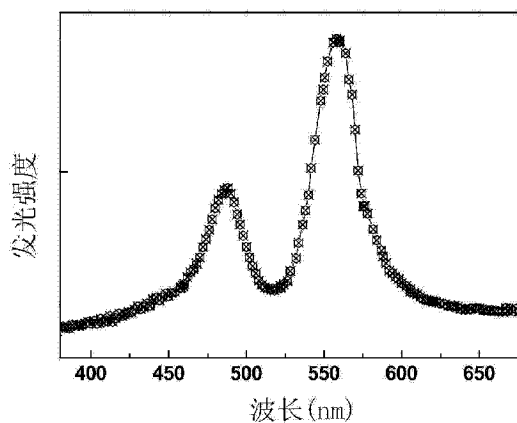
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用。本发明提供的铅砷酸盐发光材料结构式为 $MePb_{4-x-y}As_6O_{24}:xCe^{3+}, yTb^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08, 该铅砷酸盐发光材料具有良好的结构稳定性, 在 490nm 和 560nm 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 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, 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 所述的铅砷酸盐发光材料,其特征在于, x 的取值为 0.02, y 的取值为 0.04。

3. 一种铅砷酸盐发光材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

以摩尔比为 1:4-x-y:6:x:y 的双环戊二烯碱土盐、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源;

在真空度为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 的气相沉积设备中,将衬底转速设置为 50 ~ 1000 转/分,通入含有反应源的惰性气体,气流量为 5 ~ 15sccm,再通入氧气,在所述衬底上沉积得到所述铅砷酸盐发光材料;

所述铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, 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 所述的制备方法,其特征在于, x 的取值为 0.02, y 的取值为 0.04。

5. 如权利要求 3 所述的制备方法,其特征在于,所述双环戊二烯碱土盐为双环戊二烯镁、双环戊二烯钙、双环戊二烯锶或双环戊二烯钡。

6. 如权利要求 3 所述的制备方法,其特征在于,所述氧气的气流量为 10 ~ 200sccm。

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

8. 如权利要求 7 所述的薄膜电致发光器件,其特征在于, x 的取值为 0.02, y 的取值为 0.04。

9. 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:

提供清洁的衬底;

以摩尔比为 1:4-x-y:6:x:y 的双环戊二烯碱土盐、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源;

在真空度为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 的气相沉积设备中,将衬底转速设置为 50 ~ 1000 转/分,通入含有反应源的惰性气体,气流量为 5 ~ 15sccm,再通入氧气,在所述衬底上沉积得到所述铅砷酸盐发光材料,所述铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, 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。

10. 如权利要求 9 所述的薄膜电致发光器件,其特征在于, x 的取值为 0.02, y 的取值为 0.04。

一种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,发光材料在对比度、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,发光材料在诸如阴极射线管(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,铈铽共掺杂铅砷酸盐发光材料仍未见报道。

发明内容

[0004] 为了解决上述问题,本发明提供了一种铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用。

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

[0006] 所述铅砷酸盐中, $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}$ 为基质, Tb^{3+} 和 Ce^{3+} 是掺杂离子, $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}$ 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,因此,其作为光电转换材料,耗电少,光能转换率高。

[0007] 对于掺杂离子,稀土离子 Tb^{3+} 和 Ce^{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, Tb^{3+} 和 Ce^{3+} 的能级寿命较长,很适合作为发射中心,有较高的发光效率;在本发明提供的铈铽共掺杂铅砷酸盐薄膜中, Tb^{3+} 和 Ce^{3+} 作为激活元素,在薄膜中充当发光中心, Tb^{3+} 发生 $^5\text{D}_4 \rightarrow ^7\text{F}_6$ 能级之间的跃迁,辐射出 490nm 的蓝光, Ce^{3+} 发生 $^4\text{F}_1 \rightarrow ^5\text{D}_1$ 能级之间的跃迁,辐射出 560nm 的绿光。

[0008] 优选地, x 的取值为 0.02, y 的取值为 0.04。

[0009] 优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 80 ~ 300nm。

[0010] 更优选地,所述发光薄膜的厚度为 150nm。

[0011] 本发明制备了铈铽共掺杂铅砷酸盐 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$ 发光材料,以 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}$ 为基质, Ce^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素,在薄膜中充当主要的发光中心。本发明提供的铈铽共掺杂铅砷酸盐发光材料 ($\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$) 分别在 490nm、560nm 位置附近有很强的蓝绿的发光峰。

[0012] 第二方面,本发明提供了一种铅砷酸盐发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0013] 以摩尔比为 $1:4-x-y:6:x:y$ 的双环戊二烯碱土盐、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源；

[0014] 在真空度为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^{-3}$ Pa 的气相沉积设备中,将衬底转速设置为 50 ~ 1000 转 / 分,通入含有反应源的惰性气体,气流量为 5 ~ 15 sccm,再通入氧气,在所述衬底上沉积得到所述铅砷酸盐发光材料；

[0015] 所述铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

[0016] 本发明采用金属有机气相沉积设备(MOCVD)制备铅砷酸盐发光材料,以双环戊二烯碱土盐、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源,通过沉积得到发光材料。

[0017] 优选地,双环戊二烯碱土盐为双环戊二烯镁($(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Mg}$)、双环戊二烯钙($(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Ca}$)、双环戊二烯锶($(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Sr}$)或双环戊二烯钡($(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Ba}$)。

[0018] 优选地, x 的取值为 0.02, y 的取值为 0.04。

[0019] 优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 80 ~ 300 nm。

[0020] 更优选地,所述发光薄膜的厚度为 150 nm。

[0021] 优选地,气相沉积设备的真空度为 4.0×10^{-3} Pa。

[0022] 优选地,衬底为玻璃。

[0023] 优选地,衬底的转速设置为 300 转 / 分。

[0024] 优选地,惰性气体为氩气。

[0025] 优选地,含有反应源的惰性气体气流量为 10 sccm。

[0026] 优选地,氧气的气流量为 10 ~ 200 sccm。

[0027] 更优选地,氧气的气流量为 120 sccm。

[0028] 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铅砷酸盐发光材料,所述铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08。

[0029] 优选地, x 的取值为 0.02, y 的取值为 0.04。

[0030] 优选地,所述发光材料为发光薄膜,所述发光薄膜的厚度为 80 ~ 300 nm。

[0031] 更优选地,所述发光薄膜的厚度为 150 nm。

[0032] 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：

[0033] 提供清洁的衬底；

[0034] 以摩尔比为 $1:4-x-y:6:x:y$ 的双环戊二烯碱土盐、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源；

[0035] 在真空度为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^{-3}$ Pa 的气相沉积设备中,将衬底转速设置为 50 ~ 1000 转 / 分,通入含有反应源的惰性气体,气流量为 5 ~ 15 sccm,再通入氧气,在所述衬底上沉积得到所述铅砷酸盐发光材料,所述铅砷酸盐发光材料的结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.05, y 的取值范围为 0.01 ~ 0.08；

[0036] 继续通入氧气,待冷却后在所述发光材料上蒸镀阴极；

[0037] 以上步骤完成后,得到所述薄膜电致发光器件。

- [0038] 优选地, x 的取值为 0.02, y 的取值为 0.04。
- [0039] 优选地, 气相沉积设备的真空度为 4.0×10^{-3} Pa。
- [0040] 优选地, 衬底为氧化铟锡(ITO)玻璃。
- [0041] 优选地, 衬底的转速设置为 300 转 / 分。
- [0042] 优选地, 惰性气体为氩气。
- [0043] 优选地, 含有反应源的惰性气体气流量为 10sccm。
- [0044] 优选地, 氧气的气流量为 10 ~ 200sccm。
- [0045] 更优选地, 氧气的气流量为 120sccm。
- [0046] 优选地, 阴极为银。
- [0047] 优选地, 所述发光材料为发光薄膜, 所述发光薄膜的厚度为 80 ~ 300nm。
- [0048] 更优选地, 所述发光薄膜的厚度为 150nm。
- [0049] 本发明提供的铈铽共掺杂铅砷酸盐发光材料($\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$)以 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24}$ 为基质, Ce^{3+} 和 Tb^{3+} 是激活元素, 在薄膜中充当主要的发光中心。在 490nm 和 560nm 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, 本发明提供的铅砷酸盐发光材料的制备方法采用 MOCVD, 使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

- [0050] 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；
- [0051] 图 2 为本发明实施例 1 制备的发光材料的 XRD 图；
- [0052] 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；
- [0053] 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

[0054] 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。

[0055] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明。

[0056] 实施例 1

[0057] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 $\text{MgPb}_{3.94}\text{As}_6\text{O}_{24} : 0.02\text{Ce}^{3+}, 0.04\text{Tb}^{3+}$, 通过以下方法制得：

[0058] 以摩尔比为 1 : 3.94 : 6 : 0.02 : 0.04 的双环戊二烯镁、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源；

[0059] 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, 氮气风干后送入设备反应室；用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 4.0×10^{-3} Pa, 然后把衬底进行 700℃ 热处理 20 分钟, 然后温度降为 500℃；

[0060] 打开旋转电机, 调节衬底托的转速为 300 转 / 分, 通入含有反应源的载气 Ar 气, 气流量为 10sccm, 再通入氧气, 气流量为 120sccm, 进行沉积得到结构式为 $\text{MgPb}_{3.94}\text{As}_6\text{O}_{24} :$

0.02Ce³⁺, 0.04Tb³⁺ 的发光材料, 厚度为 150nm。

[0061] 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 MgPb_{3.94}As₆O₂₄:0.02Ce³⁺, 0.04Tb³⁺ 的样品在 490nm 和 560nm 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。

[0062] 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 2 中可以看出图中 X 射线衍射峰对应的是铅砷酸盐的特征峰, 没有出现掺杂元素及杂质相关的峰, 说明铈铽掺杂离子进入了铅砷酸盐的晶格, 样品具有良好的结晶性质。

[0063] 实施例 2

[0064] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 MgPb_{3.94}As₆O₂₄:0.05Ce³⁺, 0.01Tb³⁺, 通过以下方法制得:

[0065] 以摩尔比为 1:3.94:6:0.05:0.01 的双环戊二烯镁、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、β 二酮酸铽为反应源;

[0066] 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, 氮气风干后送入设备反应室; 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10⁻³Pa, 然后把衬底进行 700℃热处理 10 分钟, 然后温度降为 250℃;

[0067] 打开旋转电机, 调节衬底托的转速为 50 转/分, 通入含有反应源的载气 Ar 气, 气流量为 10sccm, 再通入氧气, 气流量为 10sccm, 进行沉积得到结构式为 MgPb_{3.94}As₆O₂₄:0.05Ce³⁺, 0.01Tb³⁺ 的发光材料, 厚度为 80nm。

[0068] 实施例 3

[0069] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 MgPb_{3.91}As₆O₂₄:0.01Ce³⁺, 0.08Tb³⁺, 通过以下方法制得:

[0070] 以摩尔比为 1:3.91:6:0.01:0.08 的双环戊二烯镁、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、β 二酮酸铽为反应源;

[0071] 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, 氮气风干后送入设备反应室; 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10⁻²Pa, 然后把衬底进行 700℃热处理 30 分钟, 然后温度降为 650℃;

[0072] 打开旋转电机, 调节衬底托的转速为 1000 转/分, 通入含有反应源的载气 Ar 气, 气流量为 10sccm, 再通入氧气, 气流量为 200sccm, 进行沉积得到结构式为 MgPb_{3.91}As₆O₂₄:0.01Ce³⁺, 0.08Tb³⁺ 的发光材料, 厚度为 300nm。

[0073] 实施例 4

[0074] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 CaPb_{3.94}As₆O₂₄:0.02Ce³⁺, 0.04Tb³⁺, 通过以下方法制得:

[0075] 以摩尔比为 1:3.94:6:0.02:0.04 的双环戊二烯钙、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、β 二酮酸铽为反应源;

[0076] 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, 氮气风干后送入设备反应室; 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 4.0×10⁻³Pa, 然后把衬底进行 700℃热处理 20 分钟, 然后温度降为 500℃;

[0077] 打开旋转电机, 调节衬底托的转速为 300 转/分, 通入含有反应源的载气 Ar 气, 气流量为 10sccm, 再通入氧气, 气流量为 120sccm, 进行沉积得到结构式为 CaPb_{3.94}As₆O₂₄:

0.02Ce³⁺, 0.04Tb³⁺ 的发光材料, 厚度为 150nm。

[0078] 实施例 5

[0079] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 CaPb_{3.94}As₆O₂₄:0.05Ce³⁺, 0.01Tb³⁺, 通过以下方法制得:

[0080] 以摩尔比为 1:3.94:6:0.05:0.01 的双环戊二烯钙、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、β 二酮酸铈为反应源;

[0081] 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, 氮气风干后送入设备反应室; 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10⁻³Pa, 然后把衬底进行 700℃热处理 10 分钟, 然后温度降为 250℃;

[0082] 打开旋转电机, 调节衬底托的转速为 50 转/分, 通入含有反应源的载气 Ar 气, 气流量为 10sccm, 再通入氧气, 气流量为 10sccm, 进行沉积得到结构式为 CaPb_{3.94}As₆O₂₄:0.05Ce³⁺, 0.01Tb³⁺ 的发光材料, 厚度为 80nm。

[0083] 实施例 6

[0084] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 CaPb_{3.91}As₆O₂₄:0.01Ce³⁺, 0.08Tb³⁺, 通过以下方法制得:

[0085] 以摩尔比为 1:3.91:6:0.01:0.08 的双环戊二烯钙、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、β 二酮酸铈为反应源;

[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, 氮气风干后送入设备反应室; 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10⁻²Pa, 然后把衬底进行 700℃热处理 30 分钟, 然后温度降为 650℃;

[0087] 打开旋转电机, 调节衬底托的转速为 1000 转/分, 通入含有反应源的载气 Ar 气, 气流量为 10sccm, 再通入氧气, 气流量为 200sccm, 进行沉积得到结构式为 CaPb_{3.91}As₆O₂₄:0.01Ce³⁺, 0.08Tb³⁺ 的发光材料, 厚度为 300nm。

[0088] 实施例 7

[0089] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 SrPb_{3.94}As₆O₂₄:0.02Ce³⁺, 0.04Tb³⁺, 通过以下方法制得:

[0090] 以摩尔比为 1:3.94:6:0.02:0.04 的双环戊二烯锶、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、β 二酮酸铈为反应源;

[0091] 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, 氮气风干后送入设备反应室; 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 4.0×10⁻³Pa, 然后把衬底进行 700℃热处理 20 分钟, 然后温度降为 500℃;

[0092] 打开旋转电机, 调节衬底托的转速为 300 转/分, 通入含有反应源的载气 Ar 气, 气流量为 10sccm, 再通入氧气, 气流量为 120sccm, 进行沉积得到结构式为 SrPb_{3.94}As₆O₂₄:0.02Ce³⁺, 0.04Tb³⁺ 的发光材料, 厚度为 150nm。

[0093] 实施例 8

[0094] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 SrPb_{3.94}As₆O₂₄:0.05Ce³⁺, 0.01Tb³⁺, 通过以下方法制得:

[0095] 以摩尔比为 1:3.94:6:0.05:0.01 的双环戊二烯锶、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、β 二酮酸铈为反应源;

[0096] 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,氮气风干后送入设备反应室;用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-3} Pa,然后把衬底进行 700°C 热处理 10 分钟,然后温度降为 250°C;

[0097] 打开旋转电机,调节衬底托的转速为 50 转/分,通入含有反应源的载气 Ar 气,气流量为 10sccm,再通入氧气,气流量为 10sccm,进行沉积得到结构式为 $\text{SrPb}_{3.94}\text{As}_6\text{O}_{24} : 0.05\text{Ce}^{3+}, 0.01\text{Tb}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 80nm。

[0098] 实施例 9

[0099] 一种铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{SrPb}_{3.91}\text{As}_6\text{O}_{24} : 0.01\text{Ce}^{3+}, 0.08\text{Tb}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0100] 以摩尔比为 1 : 3.91 : 6 : 0.01 : 0.08 的双环戊二烯锗、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源;

[0101] 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,氮气风干后送入设备反应室;用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-2} Pa,然后把衬底进行 700°C 热处理 30 分钟,然后温度降为 650°C;

[0102] 打开旋转电机,调节衬底托的转速为 1000 转/分,通入含有反应源的载气 Ar 气,气流量为 10sccm,再通入氧气,气流量为 200sccm,进行沉积得到结构式为 $\text{SrPb}_{3.91}\text{As}_6\text{O}_{24} : 0.01\text{Ce}^{3+}, 0.08\text{Tb}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 300nm。

[0103] 实施例 10

[0104] 一种铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{BaPb}_{3.94}\text{As}_6\text{O}_{24} : 0.02\text{Ce}^{3+}, 0.04\text{Tb}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0105] 以摩尔比为 1 : 3.94 : 6 : 0.02 : 0.04 的双环戊二烯钡、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源;

[0106] 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,氮气风干后送入设备反应室;用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 4.0×10^{-3} Pa,然后把衬底进行 700°C 热处理 20 分钟,然后温度降为 500°C;

[0107] 打开旋转电机,调节衬底托的转速为 300 转/分,通入含有反应源的载气 Ar 气,气流量为 10sccm,再通入氧气,气流量为 120sccm,进行沉积得到结构式为 $\text{BaPb}_{3.94}\text{As}_6\text{O}_{24} : 0.02\text{Ce}^{3+}, 0.04\text{Tb}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 150nm。

[0108] 实施例 11

[0109] 一种铅砷酸盐发光材料,结构式为 $\text{BaPb}_{3.94}\text{As}_6\text{O}_{24} : 0.05\text{Ce}^{3+}, 0.01\text{Tb}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0110] 以摩尔比为 1 : 3.94 : 6 : 0.05 : 0.01 的双环戊二烯钡、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铽为反应源;

[0111] 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,氮气风干后送入设备反应室;用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 1.0×10^{-3} Pa,然后把衬底进行 700°C 热处理 10 分钟,然后温度降为 250°C;

[0112] 打开旋转电机,调节衬底托的转速为 50 转/分,通入含有反应源的载气 Ar 气,气流量为 10sccm,再通入氧气,气流量为 10sccm,进行沉积得到结构式为 $\text{BaPb}_{3.94}\text{As}_6\text{O}_{24} : 0.05\text{Ce}^{3+}, 0.01\text{Tb}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 80nm。

[0113] 实施例 12

[0114] 一种铅砷酸盐发光材料, 结构式为 $\text{BaPb}_{3.91}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Ce}^{3+}, 0.08\text{Tb}^{3+}$, 通过以下方法制得:

[0115] 以摩尔比为 1 : 3.91 : 6 : 0.01 : 0.08 的双环戊二烯钡、醋酸铅、砷烷、四甲基庚二酮铈、 β 二酮酸铯为反应源;

[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, 氮气风干后送入设备反应室; 用机械泵和分子泵把腔体的真空度抽至 $1.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$, 然后把衬底进行 700°C 热处理 30 分钟, 然后温度降为 650°C ;

[0117] 打开旋转电机, 调节衬底托的转速为 1000 转 / 分, 通入含有反应源的载气 Ar 气, 气流量为 10sccm, 再通入氧气, 气流量为 200sccm, 进行沉积得到结构式为 $\text{BaPb}_{3.91}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.01\text{Ce}^{3+}, 0.08\text{Tb}^{3+}$ 的发光材料, 厚度为 300nm。

[0118] 实施例 13

[0119] 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 $\text{MgPb}_{3.94}\text{As}_6\text{O}_{24}:0.02\text{Ce}^{3+}, 0.04\text{Tb}^{3+}$ 的发光材料。

[0120] 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。

[0121] 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 $215\text{cd}/\text{m}^2$, 表明器件具有良好的发光特性。

[0122] 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。

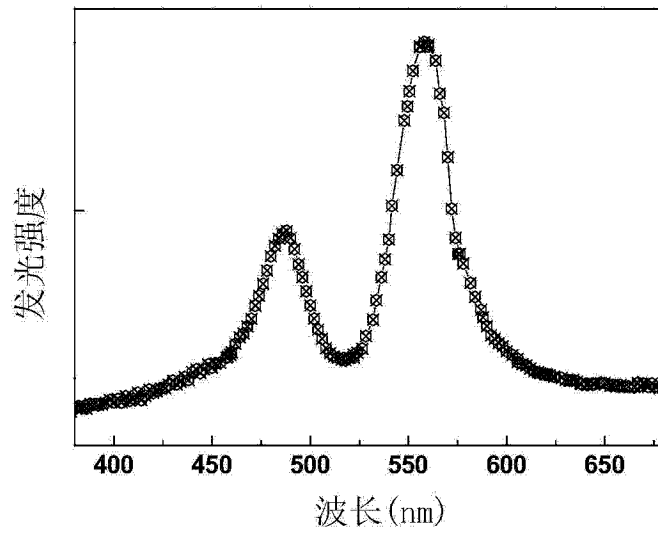


图 1

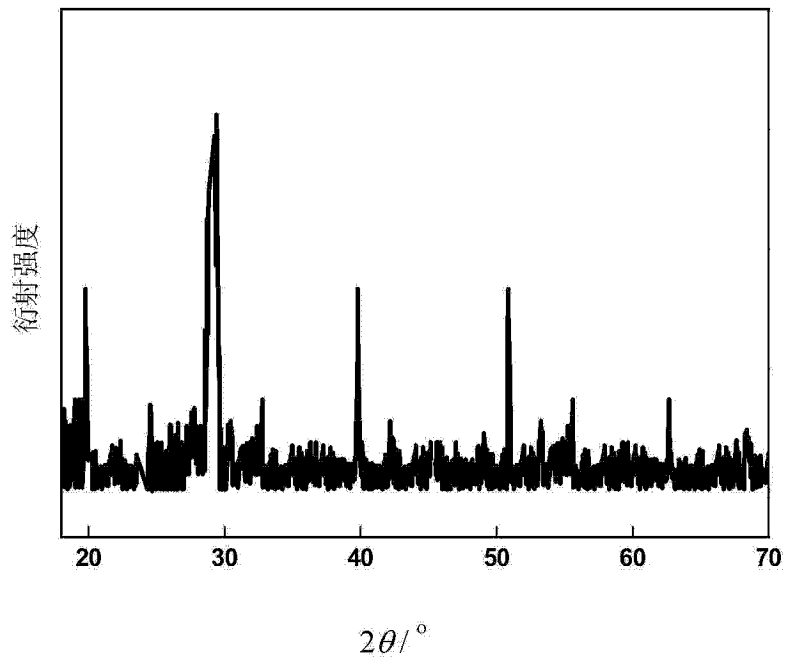


图 2

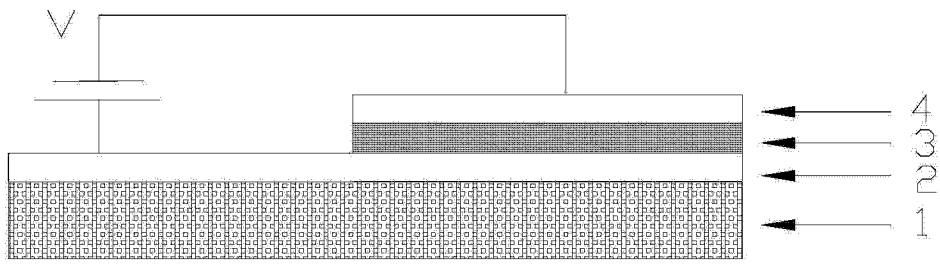


图 3

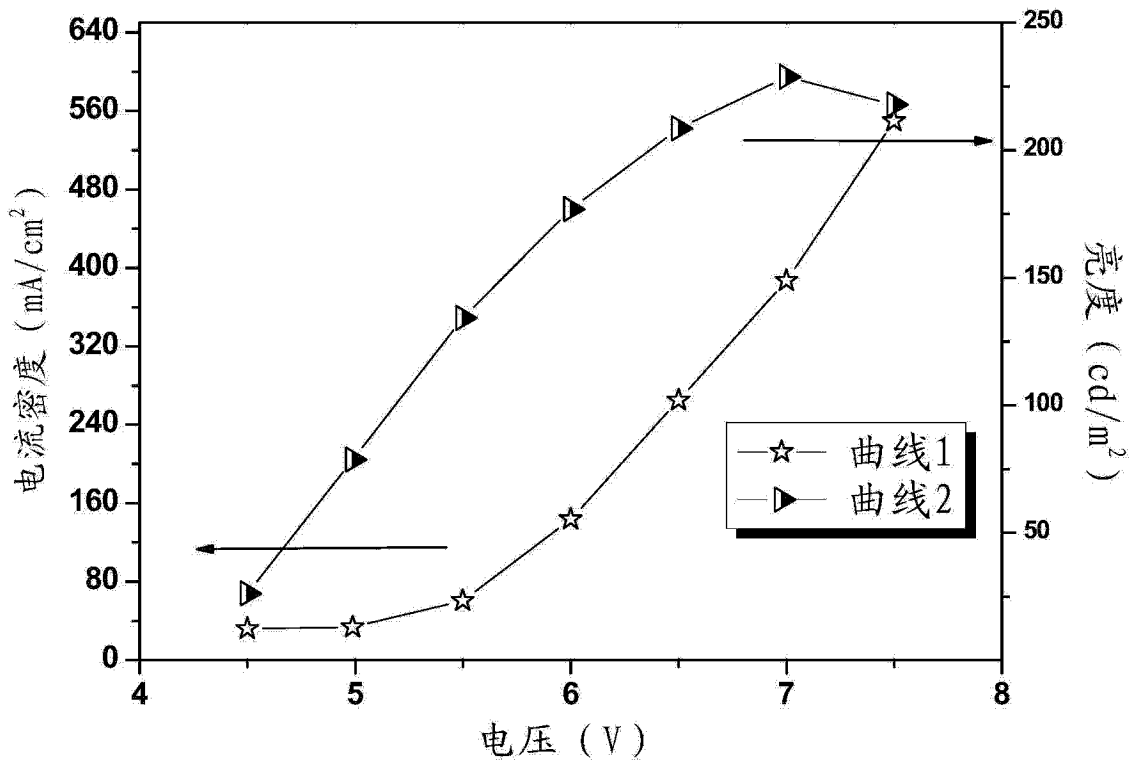


图 4

专利名称(译)	一种铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用		
公开(公告)号	CN104650888A	公开(公告)日	2015-05-27
申请号	CN201310580909.4	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 王平 陈吉星 张振华		
发明人	周明杰 王平 陈吉星 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)

本发明提供了一种铅砷酸盐发光材料及其制备方法和应用。本发明提供的铅砷酸盐发光材料结构式为 $\text{MePb}_{4-x-y}\text{As}_6\text{O}_{24} : x\text{Ce}^{3+}, y\text{Tb}^{3+}$ ，其中，Me为Mg、Ca、Sr或Ba，x的取值范围为0.01~0.05，y的取值范围为0.01~0.08，该铅砷酸盐发光材料具有良好的结构稳定性，在490nm和560nm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。

