



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104673296 A

(43) 申请公布日 2015. 06. 03

(21) 申请号 201310616965. 9

(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 11/67(2006. 01)

H01L 33/50(2010. 01)

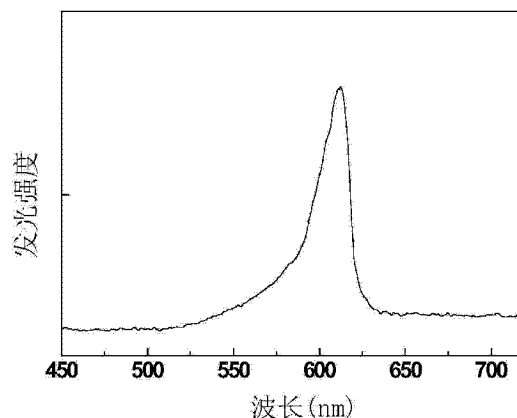
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料及其制备方法和应用。本发明提供的铈掺杂的铝铌酸盐发光材料结构式为 $Me_3Al_2Nb_2O_{11}:xCe^{3+}$ ，其中，Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba，x 的取值范围为 0.01 ~ 0.1，该铈掺杂的铝铌酸盐发光材料具有良好的结构稳定性，在 611nm 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. 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,其特征在于,结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$,其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.1。

2. 如权利要求 1 所述的铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,其特征在于, x 的取值为 0.06。

3. 一种铈掺杂的铝铌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 3:2:2:x 的双环戊二烯碱土盐、三甲基铝、氧化二乙酰丙酮合铌和四基庚二酮酸铈为反应源;

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铈掺杂的铝铌酸盐发光材料;

所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$,其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.1。

4. 如权利要求 3 所述的制备方法,其特征在于, x 的取值为 0.06。

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 ~ 200 sccm。

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铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$,其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.1。

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 0.06。

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 3:2:2:x 的双环戊二烯碱土盐、三甲基铝、氧化二乙酰丙酮合铌和四基庚二酮酸铈为反应源;

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铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$,其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.1;

继续通入氧气,待冷却后在所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料上蒸镀阴极,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 0.06。

一种铈掺杂的铝铌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,尤其涉及一种铈掺杂的铝铌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,铈掺杂的铝铌酸盐发光材料仍未见报道。

发明内容

[0004] 为了解决上述问题,本发明提供了一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料及其制备方法和应用。

[0005] 第一方面,本发明提供了一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$,其中,Me为Mg、Ca、Sr或Ba,x的取值范围为0.01~0.1。

[0006] 所述铈掺杂的铝铌酸盐中,以 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$ 为基质, Ce^{3+} 是掺杂离子, $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$ 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,稀土离子 Ce^{3+} 具有丰富的能级和窄的发射谱线,外层电子受4f电子的屏蔽作用,发光峰不受基质的影响,材料辐射出611nm的红光属于 Ce^{3+} 离子4f→5d的跃迁。

[0007] 优选地,x的取值为0.06。

[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80~300nm。

[0009] 更优选地,所述发光薄膜的厚度为150nm。

[0010] 本发明制备了铈掺杂的铝铌酸盐发光材料 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$,以 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$ 为基质, Ce^{3+} 为激活元素,在材料中充当主要的发光中心。本发明提供的铈掺杂的铝铌酸盐发光材料($\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$)分别在611nm位置附近有很强的发光峰。

[0011] 第二方面,本发明提供了一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料的制备方法,包括以下步骤:

[0012] 以摩尔比为3:2:2:x的双环戊二烯碱土盐 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Me}$ 、三甲基铝TMAL、氧化二乙酰丙酮合铌 $\text{NbO}(\text{acac})_2$ 和四基庚二酮酸铈 $\text{Ce}(\text{TMHD})_4$ 为反应源;

[0013] 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 ~ 15sccm, 再通入氧气, 在所述衬底上沉积得到所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料;

[0014] 所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.1。

[0015] 本发明采用金属有机气相沉积设备 (MOCVD) 制备铈掺杂的铝铌酸盐发光材料, 以双环戊二烯碱土盐 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Me}$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铌 $\text{NbO}(\text{acac})_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源, 通过沉积得到发光材料。

[0016] 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 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Ba}$ 。

[0017] 优选地, x 的取值为 0.06。

[0018] 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。

[0019] 更优选地, 所述发光薄膜的厚度为 150nm。

[0020] 优选地, 气相沉积设备的真空度为 $4.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。

[0021] 优选地, 衬底为玻璃。

[0022] 优选地, 衬底的转速设置为 300 转 / 分。

[0023] 优选地, 惰性气体为氩气。

[0024] 优选地, 含有反应源的惰性气体气流量为 10sccm。

[0025] 优选地, 氧气的气流量为 10 ~ 200sccm。

[0026] 更优选地, 氧气的气流量为 120sccm。

[0027] 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铈掺杂的铝铌酸盐发光材料, 所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.1。

[0028] 优选地, x 的取值为 0.06。

[0029] 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。

[0030] 更优选地, 所述发光薄膜的厚度为 150nm。

[0031] 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:

[0032] 提供清洁的衬底;

[0033] 以摩尔比为 3:2:2:x 的双环戊二烯碱土盐、三甲基铝、氧化二乙酰丙酮合铌和四基庚二酮酸铈为反应源;

[0034] 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铈掺杂的铝铌酸盐发光材料, 所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料的结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$, 其中, Me 为 Mg、Ca、Sr 或 Ba, x 的取值范围为 0.01 ~ 0.1;

[0035] 继续通入氧气, 待冷却后在所述铈掺杂的铝铌酸盐发光材料上蒸镀阴极, 得到所述薄膜电致发光器件。

[0036] 优选地, x 的取值为 0.06。

[0037] 优选地, 气相沉积设备的真空度为 $4.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。

[0038] 优选地, 衬底为氧化铟锡 (ITO) 玻璃。

- [0039] 优选地,衬底的转速设置为 300 转 / 分。
- [0040] 优选地,惰性气体为氩气。
- [0041] 优选地,含有反应源的惰性气体气流量为 10sccm。
- [0042] 优选地,氧气的气流量为 10 ~ 200sccm。
- [0043] 更优选地,氧气的气流量为 120sccm。
- [0044] 优选地,阴极为银。
- [0045] 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。
- [0046] 更优选地,所述发光薄膜的厚度为 150nm。
- [0047] 本发明提供的铈掺杂的铝铌酸盐发光材料 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$, 以 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$ 为基质, Ce^{3+} 是激活元素,在材料中充当主要的发光中心。在 611nm 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,本发明提供的铈掺杂的铝铌酸盐发光材料的制备方法采用金属有机化学气相沉积法(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

- [0048] 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 ;
- [0049] 图 2 为本发明实施例 1 制备的发光材料的 XRD 图 ;
- [0050] 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 ;
- [0051] 图 4 是本发明实施例 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

[0052] 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。

[0053] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明。

[0054] 实施例 1

[0055] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $\text{Mg}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : 0.06\text{Ce}^{3+}$, 通过以下方法制得 :

[0056] 以摩尔比为 3:2:2:0.06 的双环戊二烯镁 (C_5H_5)₂Mg、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铌 $\text{NbO}(\text{acac})_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源 ;

[0057] 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 $4.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,然后把衬底进行 700℃ 热处理 20 分钟,然后温度降为 500℃ ;

[0058] 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 $\text{Mg}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : 0.06\text{Ce}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 150nm。

[0059] 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 $\text{Mg}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : 0.06\text{Ce}^{3+}$ 的样品在 611nm 位置附近有明显的发光峰,说明该材料具有良好

的发光特性,可作为电致发光器件的应用。

[0060] 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 X 射线衍射峰对应的是铝铌酸盐的特征峰,没有出现掺杂元素及杂质相关的峰,说明铈掺杂离子进入了铝铌酸盐的晶格,样品具有良好的结晶性质。

[0061] 实施例 2

[0062] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $Mg_3Al_2Nb_2O_{11}:0.01Ce^{3+}$,通过以下方法制得:

[0063] 以摩尔比为 3:2:2:0.01 的双环戊二烯镁 $(C_5H_5)_2Mg$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铌 $NbO(acac)_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源;

[0064] 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 $1.0 \times 10^{-3} Pa$,然后把衬底进行 700°C 热处理 10 分钟,然后温度降为 250°C;

[0065] 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 $Mg_3Al_2Nb_2O_{11}:0.01Ce^{3+}$ 的发光材料,厚度为 80nm。

[0066] 实施例 3

[0067] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $Mg_3Al_2Nb_2O_{11}:0.1Ce^{3+}$,通过以下方法制得:

[0068] 以摩尔比为 3:2:2:0.1 的双环戊二烯镁 $(C_5H_5)_2Mg$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铌 $NbO(acac)_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源;

[0069] 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 $1.0 \times 10^{-2} Pa$,然后把衬底进行 700°C 热处理 30 分钟,然后温度降为 650°C;

[0070] 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 $Mg_3Al_2Nb_2O_{11}:0.1Ce^{3+}$ 的发光材料,厚度为 300nm。

[0071] 实施例 4

[0072] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $Ca_3Al_2Nb_2O_{11}:0.06Ce^{3+}$,通过以下方法制得:

[0073] 以摩尔比为 3:2:2:0.06 的双环戊二烯镁 $(C_5H_5)_2Ca$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铌 $NbO(acac)_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源;

[0074] 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 $4.0 \times 10^{-3} Pa$,然后把衬底进行 700°C 热处理 20 分钟,然后温度降为 500°C;

[0075] 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 $Ca_3Al_2Nb_2O_{11}:0.06Ce^{3+}$ 的发光材料,厚度为 150nm。

[0076] 实施例 5

[0077] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $Ca_3Al_2Nb_2O_{11}:0.01Ce^{3+}$,通过以下方法

制得：

[0078] 以摩尔比为 3:2:2:0.01 的双环戊二烯镁 $(C_5H_5)_2Ca$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铝铌 $NbO(acac)_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源；

[0079] 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 $1.0 \times 10^{-3} Pa$ ，然后把衬底进行 700℃ 热处理 10 分钟，然后温度降为 250℃；

[0080] 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 $Ca_3Al_2Nb_2O_{11} : 0.01Ce^{3+}$ 的发光材料，厚度为 80nm。

[0081] 实施例 6

[0082] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料，结构式为 $Ca_3Al_2Nb_2O_{11} : 0.1Ce^{3+}$ ，通过以下方法制得：

[0083] 以摩尔比为 3:2:2:0.1 的双环戊二烯镁 $(C_5H_5)_2Ca$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铌 $NbO(acac)_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源；

[0084] 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 $1.0 \times 10^{-2} Pa$ ，然后把衬底进行 700℃ 热处理 30 分钟，然后温度降为 650℃；

[0085] 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 $Ca_3Al_2Nb_2O_{11} : 0.1Ce^{3+}$ 的发光材料，厚度为 300nm。

[0086] 实施例 7

[0087] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料，结构式为 $Sr_3Al_2Nb_2O_{11} : 0.06Ce^{3+}$ ，通过以下方法制得：

[0088] 以摩尔比为 3:2:2:0.06 的双环戊二烯镁 $(C_5H_5)_2Sr$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铝铌 $NbO(acac)_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源；

[0089] 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 $4.0 \times 10^{-3} Pa$ ，然后把衬底进行 700℃ 热处理 20 分钟，然后温度降为 500℃；

[0090] 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 $Sr_3Al_2Nb_2O_{11} : 0.06Ce^{3+}$ 的发光材料，厚度为 150nm。

[0091] 实施例 8

[0092] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料，结构式为 $Sr_3Al_2Nb_2O_{11} : 0.01Ce^{3+}$ ，通过以下方法制得：

[0093] 以摩尔比为 3:2:2:0.01 的双环戊二烯镁 $(C_5H_5)_2Sr$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铝铌 $NbO(acac)_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源；

[0094] 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 $1.0 \times 10^{-3} Pa$ ，然后把衬底进行 700℃ 热处理 10 分钟，然后温度降为 250℃；

[0095] 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 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}:0.01\text{Ce}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 80nm。

[0096] 实施例 9

[0097] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}:0.1\text{Ce}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0098] 以摩尔比为 3:2:2:0.1 的双环戊二烯镁 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Sr}$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铝铌 $\text{NbO}(\text{acac})_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源;

[0099] 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 ;

[0100] 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 $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}:0.1\text{Ce}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 300nm。

[0101] 实施例 10

[0102] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}:0.06\text{Ce}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0103] 以摩尔比为 3:2:2:0.06 的双环戊二烯镁 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Ba}$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铝铌 $\text{NbO}(\text{acac})_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源;

[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,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 $4.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,然后把衬底进行 700°C 热处理 20 分钟,然后温度降为 500°C ;

[0105] 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 $\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}:0.06\text{Ce}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 150nm。

[0106] 实施例 11

[0107] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}:0.01\text{Ce}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0108] 以摩尔比为 3:2:2:0.01 的双环戊二烯镁 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Ba}$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铝铌 $\text{NbO}(\text{acac})_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源;

[0109] 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 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$,然后把衬底进行 700°C 热处理 10 分钟,然后温度降为 250°C ;

[0110] 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 $\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}:0.01\text{Ce}^{3+}$ 的发光材料,厚度为 80nm。

[0111] 实施例 12

[0112] 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料,结构式为 $\text{Ba}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}:0.1\text{Ce}^{3+}$,通过以下方法制得:

[0113] 以摩尔比为 3:2:2:0.1 的双环戊二烯镁 $(C_5H_5)_2Ba$ 、三甲基铝 TMAL、氧化二乙酰丙酮合铝铌 $NbO(acac)_2$ 、四基庚二酮酸铈为反应源；

[0114] 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 $1.0 \times 10^{-2} Pa$,然后把衬底进行 $700^\circ C$ 热处理 30 分钟,然后温度降为 $650^\circ C$;

[0115] 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 $Ba_3Al_2Nb_2O_{11}:0.1Ce^{3+}$ 的发光材料,厚度为 300nm。

[0116] 实施例 13

[0117] 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 $Mg_3Al_2Nb_2O_{11}:0.06Ce^{3+}$ 的发光材料。

[0118] 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 5.5V 开始发光,曲线 2 是电压与亮度关系曲线,最大亮度为 $165 cd/m^2$,表明器件具有良好的发光特性。

[0119] 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。

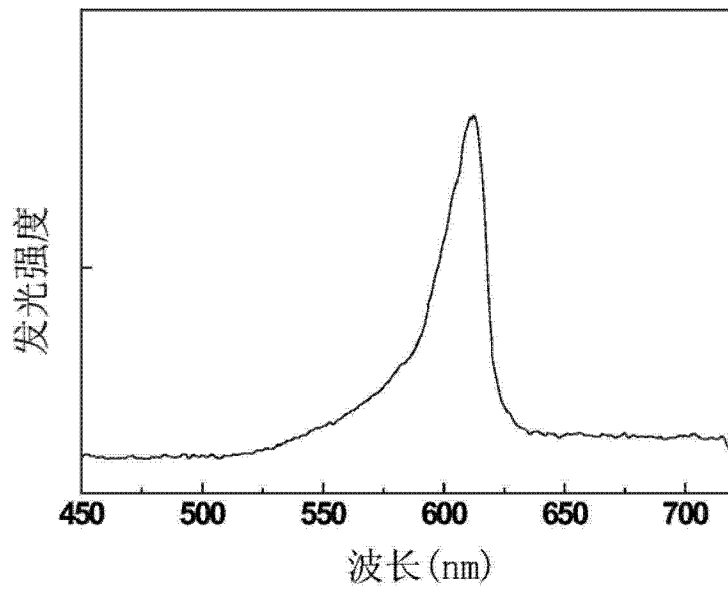


图 1

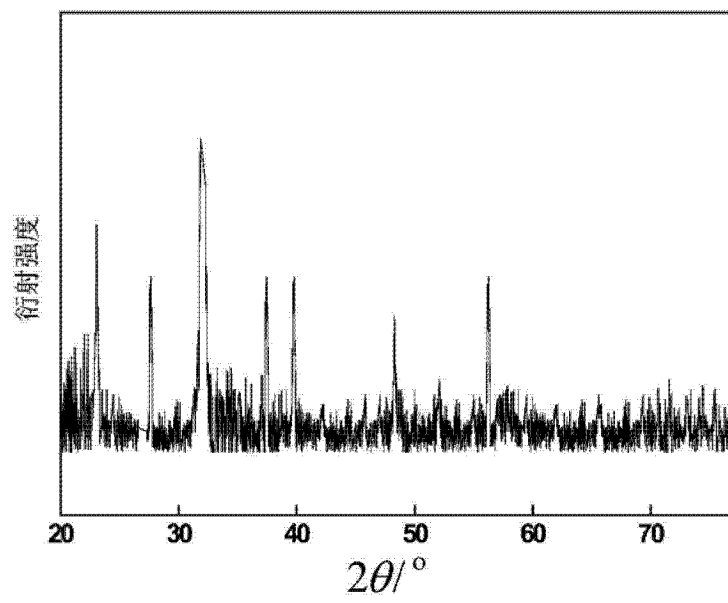


图 2

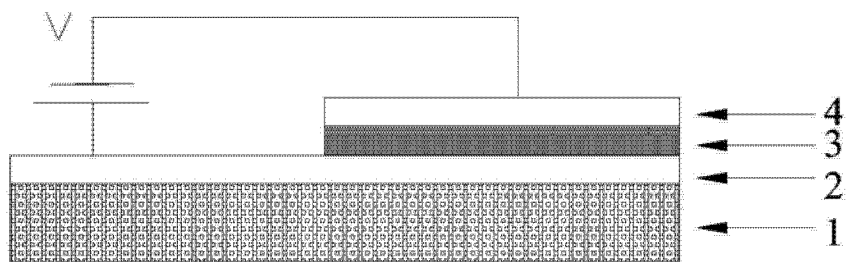


图 3

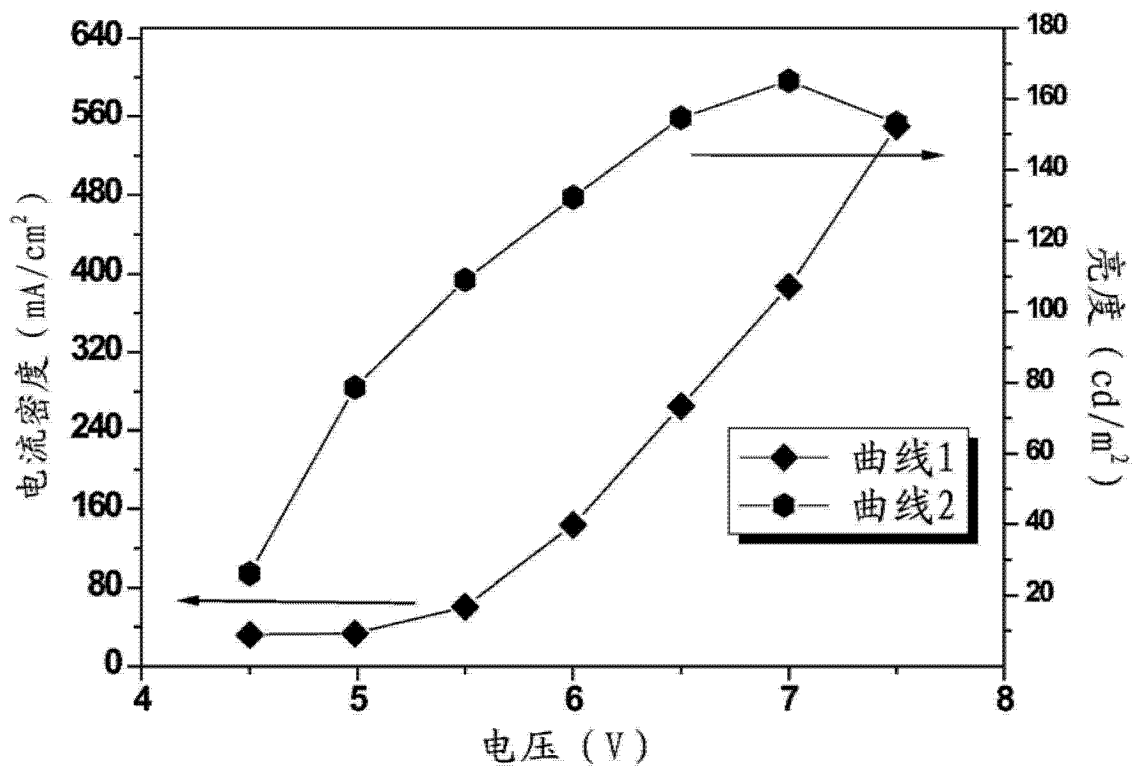


图 4

| | | | |
|----------------|---|---------|------------|
| 专利名称(译) | 一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料及其制备方法和应用 | | |
| 公开(公告)号 | CN104673296A | 公开(公告)日 | 2015-06-03 |
| 申请号 | CN201310616965.9 | 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 | C09K11/67 H01L33/50 | | |
| 代理人(译) | 熊永强 | | |
| 外部链接 | Espacenet SIPO | | |

摘要(译)

本发明提供了一种铈掺杂的铝铌酸盐发光材料及其制备方法和应用。本发明提供的铈掺杂的铝铌酸盐发光材料结构式为 $\text{Me}_3\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11} : x\text{Ce}^{3+}$ ，其中，Me为Mg、Ca、Sr或Ba，x的取值范围为0.01~0.1，该铈掺杂的铝铌酸盐发光材料具有良好的结构稳定性，在611nm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。

