



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104674539 B

(45)授权公告日 2017.04.05

(21)申请号 201310641778.6

C23C 14/06(2006.01)

(22)申请日 2013.12.03

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104674539 A

CN 102337671 A, 2012.02.01,

谢伟等.射频磁控溅射制备铝酸铟长余辉
发光薄膜.《材料研究与应用》.2013,第7卷(第3
期),第188-192页.

(43)申请公布日 2015.06.03

(73)专利权人 香港理工大学

地址 中国香港九龙红磡

审查员 李涛

(72)发明人 姜绶祥 陈卓明 陶肖明 尚颂民

郭荣辉 苗大刚 江红 张雷

(74)专利代理机构 深圳市顺天达专利商标代理

有限公司 44217

代理人 郭伟刚

(51)Int.Cl.

D06M 11/45(2006.01)

C23C 14/35(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种制备发光纤维和面料的方法

(57)摘要

本发明提供了一种制备发光纤维和面料的方法,利用溶胶-凝胶法制备了发光性能良好的铟和镓共掺杂的铝酸铟发光粉末,通过射频磁控溅射技术,在纤维和面料表面沉积均匀致密的发光层。本发明的发光纤维和面料的制备方法工艺简单方便、可操作性强、易于批量生产和控制发光层的范围,由该方法制备的发光纤维和面料的发光效果好,发光层与基底的结合牢固。

1. 一种制备发光纤维和面料的方法,其特征在于,所述方法以纤维和面料为基底,以发光材料为溅射靶材,利用射频磁控溅射技术将发光材料溅射并沉积到纤维和面料表面的方法;

所述纤维和面料为棉布、涤纶布、不锈钢、玻璃纤维或陶瓷纤维布;

所述发光材料为铕和镝共掺杂的铝酸锶;所述铕和镝共掺杂的铝酸锶的化学式为 $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$;

所述发光材料由溶胶-凝胶法制备获得。

一种制备发光纤维和面料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及功能性纤维和面料以及镀覆技术领域,更具体涉及一种制备发光纤维和面料的方法。

背景技术

[0002] 发光纤维以及发光面料作为新型的功能材料,拥有优良的发光性能,在紫外光照射下能吸收并储存光能,等激发停止后,在黑暗环境中以可见光的形式释放能量从而发光,或者发光纤维以及发光面料在连接电源后也能持续发光数分钟甚至数小时。发光纤维以及发光面料应用于夜间操作行业,军事产业以及航海作业,也应用于民用领域以提供安全照明以及装饰功能。

[0003] 目前,国内外对于发光纺织材料的研究重点大多集中于在纺丝液中添加发光粉以制备发光纤维,然而,此操作处于水性环境中,发光粉的发光性能会受到水汽影响而下降,并且工艺复杂效率低、自动化程度低而不易操作,纤维的后续处理也将降低发光纤维的发光性能,另外发光粉与纤维的结合能力差,可控性低因而难以适应个性化产品的生产。

[0004] 目前较少见到采用镀覆技术制备发光纤维以及发光面料的有关报道,且尚未见到采用射频磁控溅射技术制备发光纤维以及发光面料的研究。

[0005] 铈和镧共掺杂的铝酸锶发光粉在日光、紫外光或者人造光的照射下,发光材料在基态和激发态之间存在能级跃迁($4f^65d^1 \rightarrow 4f^7$),在基态能级中留下空穴,此外,空穴也可以被共掺杂的镧离子捕获;在光激发停止后,电子从激发态跃迁回基态释放能量而发光,或者空穴与电子重新结合而发光。由于添加了铈离子以外的第二种激发离子——镧离子,因此可以显著提高发光材料的发光性能,其余辉时间也将明显得到增强。其具有优异的发光性能,其发光强度高,余辉时间长,化学性能稳定,对环境污染少,将其沉积在纤维以及面料上,将赋予纤维以及面料良好的发光性能以及装饰功能。然而,以纤维以及面料为基底,发光材料为溅射靶材,使用射频磁控溅射制备发光纤维及面料的研究较少,沉积技术对发光纤维及面料的发光性能的影响研究更少。因此,采用射频磁控溅射技术,以纤维及面料为基底,发光材料为溅射靶材制备发光纤维及面料是当今发光纺织材料开发的创新领域以及重要研究课题之一。

发明内容

[0006] 针对上述缺点,开发一种制备发光效果好、镀层结合力好的发光纤维和面料的方法。

[0007] 进一步的,还需要开发一种工艺简单方便、可操作性强、易于批量生产,且能适应个性化产品生产的发光纤维和面料的制备方法。

[0008] 本发明提供了一种制备发光纤维和面料的方法,所述方法以纤维和面料为基底,以发光材料为溅射靶材,利用射频磁控溅射技术将发光材料溅射并沉积到纤维和面料表面的方法。

[0009] 优选地,根据本发明所述的制备发光纤维和面料的方法中,发光材料为铕和镝共掺杂的铝酸铈发光粉。

[0010] 优选地,根据本发明所述的制备发光纤维和面料的方法中,铕和镝共掺杂的铝酸铈的化学式为 $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ 。

[0011] 优选地,根据本发明所述的制备发光纤维和面料的方法中,发光材料由溶胶-凝胶法制备。

[0012] 优选地,根据本发明所述的制备发光纤维和面料的方法中,棉布、涤纶布、不锈钢、玻璃纤维和陶瓷纤维布等。

[0013] 本发明利用溶胶-凝胶法制备了发光性能良好的铕和镝共掺杂的铝酸铈发光材料的粉末,通过射频磁控溅射技术,在纤维及面料表面沉积均匀致密的发光层。本发明的发光纤维及面料的制备方法工艺简单方便、可操作性强、易于批量生产和控制发光层的范围,由该方法制备的发光纤维和面料的发光效果好,发光层与基底的结合牢固。

[0014] 下面通过实施例对本发明做进一步说明。

具体实施方式

[0015] 本实施例的具体工艺流程如下:

[0016] (1) 通过溶胶-凝胶法制备粉末状的铕和镝共掺杂的铝酸铈发光材料:

[0017] a. 称取0.94mol的 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 和2mol的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$,并溶于少量的去离子水;称取0.01mol的 Eu_2O_3 和0.02mol的 Dy_2O_3 溶于500mL的稀 HNO_3 制备成硝酸盐溶液,然后将两种硝酸盐溶液混合成复合硝酸盐溶液以备待用。

[0018] b. 称取20g的柠檬酸溶于50mL去离子水,制备成柠檬酸溶液。

[0019] c. 将上述柠檬酸溶液缓慢加入到上述复合溶液中,然后在80℃恒温水浴和磁控搅拌条件下,用氨水调节所述复合溶液的pH值为7.0,搅拌5h得到凝胶。

[0020] d. 将上述凝胶在105℃的恒温箱中干燥11.5h以除去多余水分,从而获得发光材料的前驱体粉末。

[0021] e. 将上述前驱体粉末在杭州卓驰仪器有限公司生产的SX3-3L-1400型智能马弗炉中,于450℃下预烧1h后,以10℃/min的升温速率升至1200℃,在活性炭粉提供的还原气氛下煅烧3h,得到化学式为 $\text{Sr}_{0.94}\text{Eu}_{0.02}\text{Dy}_{0.04}\text{Al}_2\text{O}_4$ 的粉末状发光材料。

[0022] 在活性炭粉提供的还原气氛下煅烧时,三价的铕离子被还原成二价的铕离子,最终获得铕和镝共掺杂的铝酸铈发光粉。以这种方法制备的铕和镝共掺杂的铝酸铈发光材料发光强度高、发光效率高、余辉时间长。

[0023] (2) 制备溅射靶材:

[0024] 将制备的粉末状的铕和镝共掺杂的铝酸铈发光材料倒入尺寸为 $\Phi 90\text{mm} \times 8\text{mm}$ 的模具中,用3855型美国CARVER手动标准型压片机在19吨静压力下将上述发光材料压制1h后得到圆饼状的溅射靶材,其厚度约为6mm。

[0025] 以这种方法制备的溅射靶材,由于压制时间长,不需要进行退火烧结处理即可使用,工艺简单、效率高。

[0026] (3) 纺织面料前处理:

[0027] 将60mm×60mm大小的不锈钢纤维布,依次用无水乙醇和丙酮分别清洗40min,再用

去离子水将多余的溶剂清洗干净,然后放入80℃的烘箱内干燥24h以除去多余的水分。

[0028] 以这种方法清洗并干燥的不锈钢纤维布表面洁净,残留水分极少,非常适合射频控溅射,能够得到较好的发光层。

[0029] (4)磁控溅射沉积:

[0030] a.将烘干的不锈钢纤维布安装在沈阳市超高真空应用技术研究所以研制的POLED/PET-磁控溅射沉积真空系统的真空腔的基底支架上,将溅射靶材安装在靶材支架上,并保持基材和靶材的距离为10cm。

[0031] b.在本底真空度为0.0001Pa、沉积压强为0.6Pa、氩气通气量为40sccm、样品转速为100r/min、沉积功率为500W的工艺参数条件下,预溅射沉积5min,溅射沉积时间为15min,所溅射的发光粉厚度约为2 μ m。

[0032] 在本实施例的工艺条件下制备的发光面料发光强度高,余辉时间长,发光效率高,发光层和面料的结合性好,并且得到的发光层形状分布可控,产品适应性高。

[0033] 本发明中,纺织纤维及面料并不限于棉布、涤纶布、不锈钢、玻璃纤维和陶瓷纤维布,如还可以为普通的涤棉布,丝绸布,以及碳纤维,石墨化碳纤维等特殊纤维布料。

[0034] 上述实施例子应理解为仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的保护范围。在阅读了本发明记载的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等效变化和修饰同样落入本发明权利要求所限定的范围。