

# FAAS 测定铜对 CaS DCEL 粉末包铜工艺的指导

任新光<sup>1</sup>, 许力军<sup>2</sup>, 侯尚公<sup>1</sup>

(1. 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所, 吉林 长春 130021; 2. 白求恩医科大学第一附属医院, 吉林 长春 130021)

**摘要:** 利用火焰原子吸收光谱法(FAAS), 建立了以 CaS 为基质的粉末发光材料, 包铜量的定量分析方法, 回收率和相对标准偏差分别为 99.4~100.6 与 0.4%。在准确度满足工艺要求的情况下, 通过分析得到的测试数据及曲线, 给出了在包铜过程中, 包铜液的浓度, 温度, 时间等参数对包铜量的影响, 改进了操作模式, 使材料的性能得到了提高。

**关键词:** 火焰原子吸收; 直流电致发光(DCEL); 包铜; 硫化钙

**中图分类号:** TN873.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-7032-(2000)0156-03

## 1 引 言

随着电子学与材料科学迅速的发展, 电致发光(EL)技术在亮度, 色泽, 寿命, 效率, 存储等诸多方面都明显的得到改善, 世界各国竞相进入一个研制高潮<sup>[1]</sup>。以硫化钙基质掺杂稀土离子的发光材料, 因具有较高的发光强度和量子效率, 吸引国内外有关学者纷纷开展此类材料的研制工作, 目前已取得较大的进展, 实现了红, 蓝, 绿的多色显示或全色显示, 展现了 DCEL 美好的应用前景<sup>[2]</sup>。但是也存在一些急待解决的问题, 发光材料表面 P 型高导电层的形成, 就是其中之一。

为了实现 DCEL, 需要有电流流过 CaS 粉末, 这就要求发光体于电极间有良好的接触, 因此在制屏前, 须对灼烧后的 CaS 粉末进行包铜处

理, 使粉末表面形成 P 型高导电层, 从而实现直流发光的目的。然而在包铜过程中, 铜盐的浓度, 铜液的温度, 浸泡时间等工艺条件, 直接影响 DCEL 屏的质量, 本文通过定量分析 CaS 粉末的包铜量, 选择出包铜过程的最佳浓度, 温度, 时间。打破了繁杂的选择模式, 成功地建立了科学的控制工艺条件, 将制屏工艺推向一个新水平。

## 2 实验和结果

### 2.1 主要仪器与试剂

岛津 AA-646 型原子吸收分光光度计; 铜标准溶液由纯金属(99.99%)配制;

溶解样品的盐酸, 硝酸均为优级, 水为二次石英亚沸水。

### 2.2 仪器工作参数(见表 1)

表 1 仪器工作参数

Table 1 Work parameter of instrument.

分析元素	波长 $\lambda/\text{nm}$	灯电流 $I/\text{mA}$	乙炔流量 $q_v/\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$	光谱通带宽 $\Delta\lambda/\text{nm}$	燃烧器高度 $h/\text{mm}$
铜	324.8	7	120	0.38	6

### 2.3 样品处理和测定

准确称取 100 mg 经干燥恒重后的 CaS 包铜粉末, 置于石英烧杯中, 加入少量水使样品润湿后, 将石英烧杯放在微热电炉上, 少量多次加入 1.2 N 的盐酸, 随着硫化氢气体的溢出, 样品逐渐溶解, 加入几滴 1.5N 的硝酸使溶液澄清。蒸至溶液近干, 再加入 1.2N 盐酸 2ml, 待  $\text{CaCl}_2$  完全溶解后, 将溶液分次冲洗到 25ml 容量瓶中,

定溶待测。

根据仪器的工作参数, 选用背景校正(BGC)测量模式, 预喷时间和积分均选择 3 秒, 重复测定三次。分析结果经过仪器终端的计算机处理后, 分别打印出每次的测量结果, 三次测量的平均值和相对标准偏差(RSD)。当 RSD 满足分析精度情况下, 取平均值为最后测量值。

收稿日期: 2000-03-15; 修订日期: 2000-04-14

作者简介: 任新光(1951-), 男, 工程师, 主要从事发射原子吸收, 荧光, 紫外等光谱分析及其相关的发光研究。

2.4 样品参数的改变对包铜量的影响

本实验通过分别改变包铜液的浓度;包铜温度;包铜时间等条件并对包铜量进行了测定。

2.4.1 改变包铜液的浓度

在体积一定的情况下,选取包铜温度:

60℃,包铜时间:10分。通过改变包铜液的浓度,测定结果见图1。

2.4.2 改变包铜液的温度

选取包铜时间:10分,加入铜的浓度:10 mg · g<sup>-1</sup>粉。通过改变包铜温度,测定结果见图2。

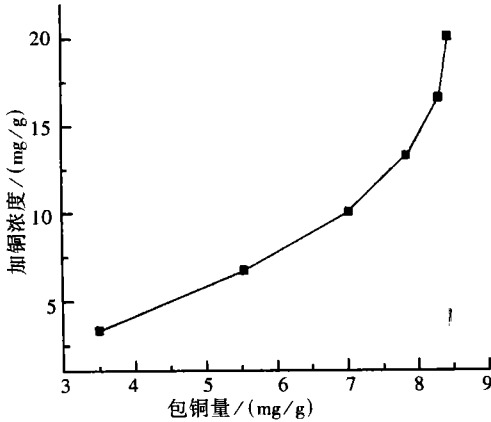


图 1 包铜量

Fig.1 The copper-coating content.

2.4.3 改变包铜的时间

选取包铜液的温度:60℃,加入铜量1.5mg。通过改变包铜时间,测定结果见图3。

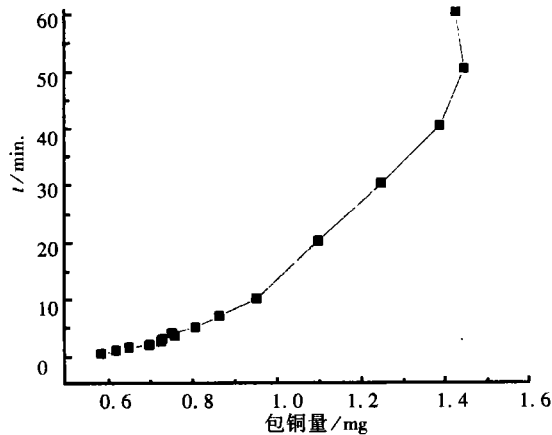


图 3 包铜量

Fig.3 The copper-coating content.

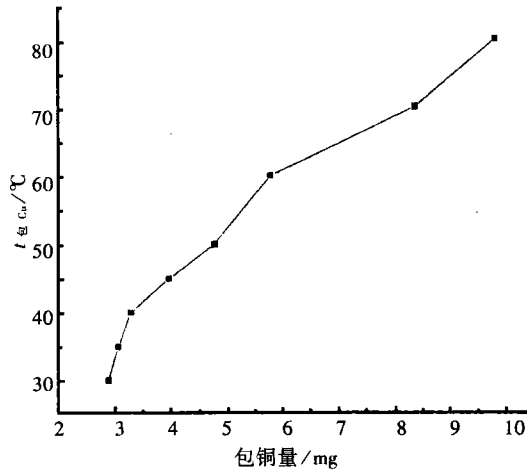


图 2 包铜量

Fig.2 The copper-coating content.

100μg 铜(由铜标准液中分取),于样品同样处理并测定,结果如下:

99.6μg, 100.5μg, 99.8μg, 100.3μg, 100.3μg, 99.4μg, 100.1μg, 100.3μg, 100.0μg, 100.6μg。

方法的回收率和相对标准偏差分别为 99.4~100.6% 和 0.4% 说明在全分析过程中大量基体存在对测定无影响,而且铜没有损失,证明了方法的可靠性。

3.2 包铜反应过程分析

图 1 表明,当加入铜浓度较低时,加入铜离子大部分转化为 Cu<sub>x</sub>S 表面相,随着加入铜浓度增大,包铜量逐渐趋于饱和。图 2 表明,包铜量随着温度的增加而逐渐增大,但增加到一定温度时包铜量接近加入铜离子的量。图 3 表明,包铜反应在初期进行较快,随着反应时间的增加,反应速度逐渐减慢;继续增加反应时间,包铜量接近加入铜离子的量。通过包铜量的测量和进行反应过程分析,可调整与选择操作参数,改善工艺条件,为 CaS 粉末 DCEL 屏的研制提供科学依据,使屏的性能得到提高。

3 结果与讨论

3.1 测量结果的准确度和精密性

为了验证大量 CaS 基体存在对铜测定的影响,准确称取 100mg 未掺铜的 CaS 粉末,加入

参 考 文 献

[1] Zhang Xinyi. *Electronic Display Technology* [M]. Published by Peking University of Engineering and Science, 1995.  
 [2] Huang Shihua, Li Wenlian. Laser Selective Excitation in CaS:Pr, Na [J]. *Chin. J. Lumin.*, 1997, 18(1): 1-8 (in Chinese).

## FAAS for Improvement in Process of Copper-Coating by Terminating Copper on CaS DCEL Powder

REN Xin-guang<sup>1</sup>, XU Li-jun<sup>2</sup>, HOU Shang-gong<sup>1</sup>

(1. Changchun Institute of Optics and Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130021, China;

2. First Clinical Hospital, Norman Bethune University of Medical Sciences, Changchun 130021, China)

### Abstract

CaS doped with rare-earth ions as a kind of powder phosphors has higher luminescent intensity and quantum efficiency. It is also considered CaS phosphors to be direct current electroluminescent material. It is known that in order to be excited by direct current, DCEL phosphor must be covered with surface conducting layer. So the copper-coating process (forming the surface p-type  $\text{Cu}_x\text{S}$  conducting layer) is important to DCEL.

In this paper, a FAAS (Fire atom absorption spectrum) method is used to determine the copper content in the surface of CaS DCEL powder. The rate of recovery and the relative standard deviation of this method are 99.4% ~ 100.6%, and 0.4%, respectively.

The dependence of copper-coating volume on the solution concentration, solution temperature and the processing time was studied experimentally as volume of solution was definite. When temperature of solution and processing time are defined (60°C, 10min), fig. 1 shows that the greater part of copper ions are changed into  $\text{Cu}_x\text{S}$  surface-phase when concentration of copper ions is lower, but when its concentration becomes higher, copper-coating volume is saturated. When processing time and concentration of adding copper ions are selected (10min, 10mg·g<sup>-1</sup>), fig. 2 shows that copper-coating volume increases with temperature. As temperature goes on the copper-coating volume is adjacent to the content of adding copper ions. Fig. 3 shows that the copper-coating volume increases with the increasing of copper-coating process time and gradually goes to saturate and that speed of this process is gradually slower down (60°C, 1.5mg).

By means of this method, the preparation process and electroluminescence (EL) properties of CAS were improved.

**Key words:** FAAS; DCEL; coating-copper; CaS