



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103975040 B

(45)授权公告日 2016.08.31

(21)申请号 201280059761.3

(22)申请日 2012.10.10

(30)优先权数据

13/273,166 2011.10.13 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2014.06.04

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2012/059442 2012.10.10

(87)PCT国际申请的公布数据

W02013/055727 EN 2013.04.18

(73)专利权人 英特美光电(苏州)有限公司

地址 215555 江苏省苏州市常熟市辛庄镇
光华环路3号

(72)发明人 李依群 陈绪芳 谢宇铭

(74)专利代理机构 北京律盟知识产权代理有限公司 11287

代理人 王允方

(51)Int.Cl.

G09K 11/02(2006.01)

G09K 11/70(2006.01)

H01L 33/50(2006.01)

(56)对比文件

CN 101336479 A,2008.12.31,

CN 101855317 A,2010.10.06,

US 2010084962 A1,2010.04.08,

US 2006001352 A1,2006.01.05,

审查员 李亚茹

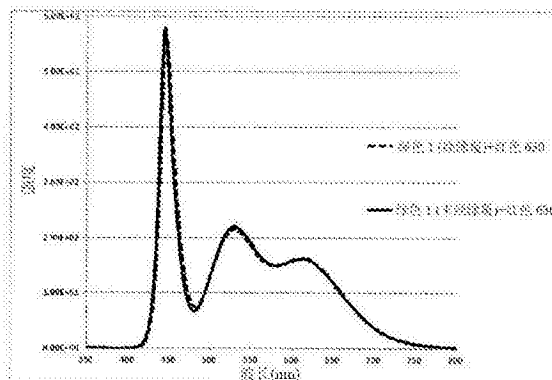
权利要求书2页 说明书12页 附图11页

(54)发明名称

具有厚且均匀的二氧化钛涂层的高度可靠的光致发光材料

(57)摘要

本文描述经涂覆的光致发光材料和制备所述经涂覆的光致发光材料的方法。更具体地,本文提供经二氧化钛涂覆的磷光体、制备经二氧化钛涂覆的磷光体的方法和包括经二氧化钛涂覆的磷光体的固态发光装置。



1. 一种合成经均匀涂覆的光致发光材料的方法,其包含:
提供第一量的呈颗粒形式的光致发光材料;
提供第二量的呈二氧化钛前体形式的二氧化钛,其中所述第二量与第一量的重量比小于0.1;
将二氧化钛层沉积于所述光致发光材料的表面上,其中:
所述二氧化钛是从呈液相的所述二氧化钛前体生成的;
所述沉积进行持续在单一涂覆循环中有效在所述光致发光材料的所述表面上沉积所述二氧化钛的均匀层达到至少80nm厚度的时间;并且
所述二氧化钛是以每小时1nm与100nm之间的速率沉积于所述表面上。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中所述沉积包含
形成所述前体、所述颗粒与溶剂的混合物;和
将水解剂逐渐添加到所述混合物中以控制(i)从所述前体形成所述二氧化钛的速率和(ii)在有效沉积所述均匀层的所述时间期间将所述二氧化钛沉积于所述光致发光材料的所述表面上的速率。
3. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二氧化钛是以每小时3nm与15nm之间的速率沉积。
4. 根据权利要求1所述的方法,其中所述前体是有机金属化合物。
5. 根据权利要求1所述的方法,其中所述前体是无机盐。
6. 一种经涂覆的光致发光材料,其是通过根据权利要求1所述的方法合成。
7. 根据权利要求6所述的经涂覆的光致发光材料,其中来自呈未经涂覆形式的所述光致发光材料的光致发光强度与来自具有所述包含二氧化钛的层的所述光致发光材料的光致发光强度相同。
8. 根据权利要求1所述的方法,其中所述光致发光材料选自由以下组成的群组:硅酸盐磷光体、铝酸盐磷光体、氮化物磷光体、氧氮化物磷光体、硫化物磷光体或氧硫化物磷光体。
9. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二氧化钛的均匀层的厚度在80nm到500nm范围内。
10. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二氧化钛的均匀层的厚度在200nm到500nm范围内。
11. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二氧化钛的均匀层的厚度在300nm到400nm范围内。
12. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二氧化钛的均匀层的厚度为350nm。
13. 根据权利要求1所述的方法,其中所述二氧化钛的均匀层的厚度变化小于2%。
14. 根据权利要求1所述的方法,其中所述沉积包含:
形成所述颗粒和溶剂的混合物,所述混合物水解所述前体;和
将所述前体逐渐添加到所述混合物中以控制(i)从所述前体形成所述二氧化钛的速率和(ii)在有效沉积所述均匀层的所述时间期间将所述二氧化钛沉积于所述光致发光材料的所述表面上的速率。
15. 根据权利要求14所述的方法,其中所述溶剂包含水。
16. 根据权利要求2所述的方法,其中所述水解剂是水。

17. 根据权利要求2所述的方法,其中所述水解剂是含水溶剂。
18. 根据权利要求17所述的方法,其中所述含水溶剂是乙醇。
19. 根据权利要求2所述的方法,其中所述沉积进一步包含连续搅拌持续有效沉积所述均匀层的所述时间。
20. 根据权利要求2所述的方法,其中所述沉积进一步包含在所述逐渐添加之前加热所述混合物。
21. 根据权利要求6所述的经涂覆的光致发光材料,其中来自呈未经涂覆形式的所述光致发光材料的光致发光强度与具有所述包含二氧化钛的层的所述光致发光材料相同。
22. 一种发光装置,其包含
固态光发射体;和
在光致发光材料的表面上包括均匀二氧化钛层的经涂覆的光致发光材料;
其中所述二氧化钛层的厚度在200nm到500nm范围内。
23. 根据权利要求22所述的发光装置,其包含硅酸盐磷光体。

具有厚且均匀的二氧化钛涂层的高度可靠的光致发光材料

技术领域

[0001] 本文提供经涂覆的光致发光材料和制备所述经涂覆的光致发光材料的方法。更具体地但非排他性地,本文提供经二氧化钛涂覆的磷光体、制备经二氧化钛涂覆的磷光体的方法和包括经二氧化钛涂覆的磷光体的固态发光装置。

背景技术

[0002] 光致发光材料是发白光二极管(LED)的整体组件,所述发白光二极管通常用作包括(例如)移动电话和液晶显示装置在内的各种显示源的背光源。最近,使用光致发光材料的发白光LED已广泛地用于照明并且已提出将其作为例如白炽灯、荧光灯和卤素灯等常规白光源的替代品。

[0003] 许多光致发光材料的问题是其对热、氧和水分的敏感性,这会影响采用这些材料的装置的寿命和/或实用性。因此,业内需要比当前可用的光对热、氧和水分更稳定的新颖的光致发光材料

发明内容

[0004] 本文中的教导通过提供对热和水分具有优异稳定性的经涂覆的光致发光材料、制备这些经涂覆的光致发光材料的方法和并入这些经涂覆的光致发光材料的LED装置来满足这些和其它需要。在一个方面中,提供经涂覆的光致发光材料。经涂覆的光致发光材料包括光致发光材料和均匀二氧化钛层。二氧化钛层可(例如)厚约80nm与约500nm之间。

[0005] 在第二方面中,提供合成经均匀涂覆的光致发光材料的方法。所述方法包括沉积二氧化钛达在单一涂覆循环中有效在光致发光材料上沉积二氧化钛的均匀层达至少约71nm的厚度的时间的步骤,其中在一些实施例中,厚度可为至少约80nm。二氧化钛是从呈液相的二氧化钛的前体生成并且以每小时约1nm与约100nm之间且在一些实施例中每小时3nm到20nm之间的速率沉积。

[0006] 在第三方面中,提供经涂覆的光致发光材料。经涂覆的光致发光材料可通过以下方法制备,所述方法包括沉积二氧化钛达在单一涂覆循环中有效在光致发光材料上沉积至少约80nm厚的二氧化钛的均匀层的时间的步骤。二氧化钛可从呈液相的二氧化钛的前体生成并且以每小时约3nm与约18nm之间的速率沉积。

[0007] 在第四方面中,提供固态发光装置。发光装置包括固态光发射体(通常为LED芯片)和经涂覆的光致发光材料。可将经涂覆的光致发光材料与透光粘合剂(例如硅酮或环氧树脂)混合,并且将所述混合物施加到LED芯片的发光表面。在替代实施例中,经涂覆的光致发光材料可作为位于LED远端的组件的表面上层提供,或并入所述组件内并且均匀分布于所述组件的整个容积内。经涂覆的光致发光材料包括光致发光材料和均匀二氧化钛层。二氧化钛层可(例如)厚约80nm与约500nm之间。

附图说明

- [0008] 图1显示根据一些实施例的经涂覆的绿色硅酸盐磷光体与未经涂覆的绿色硅酸盐磷光体之间的亮度强度的比较。
- [0009] 图2显示根据一些实施例的经涂覆的绿色硅酸盐磷光体与未经涂覆的绿色硅酸盐磷光体之间的光致发光强度的比较。
- [0010] 图3显示根据一些实施例的经涂覆的红色氮化物磷光体与未经涂覆的红色氮化物磷光体之间的光致发光强度的比较。
- [0011] 图4显示根据一些实施例的绿色硅酸盐磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对亮度强度。
- [0012] 图5显示根据一些实施例的绿色硅酸盐磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对色度偏移(CIE $\Delta -x$)。
- [0013] 图6显示根据一些实施例的绿色硅酸盐磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对色度偏移(CIE $\Delta -y$)。
- [0014] 图7显示根据一些实施例的红色氮化物磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对亮度强度。
- [0015] 图8显示根据一些实施例的氮化物磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对色度偏移(CIE $\Delta -x$)。
- [0016] 图9显示根据一些实施例的红色氮化物磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对色度偏移(CIE $\Delta -y$)。
- [0017] 图10显示根据一些实施例的具有约350nm \pm 约1.4%的厚度的均匀二氧化钛涂层。
- [0018] 图11显示根据本发明实施例的发光装置的示意性横截面视图。
- [0019] 图12显示根据本发明实施例的发光装置的平面视图和横截面视图。
- [0020] 图13和14显示根据本发明实施例的光致发光波长转换组件的示意图。

具体实施方式

[0021] 本文所提供的教示涉及对热和水分具有优异稳定性的光致发光材料。所述教示包括经涂覆的光致发光材料,其在与相同组成的未经涂覆的光致发光材料比较时通常具有例如对水分和热的优异稳定性。经涂覆的光致发光材料的优异稳定性实现所述材料(例如)在发光装置中的光致发光性能的稳定性的改进。

[0022] 因此,所述教示涉及具有厚的均匀二氧化钛涂层的可靠光致发光材料。这种经涂覆的材料包括光致发光材料和在所述光致发光材料的表面上的包含二氧化钛的层,所述层具有在以下范围内的厚度:约80nm到约500nm、约80nm到约450nm、约100nm到约400nm、约125nm到约450nm、约150nm到约375nm、约175nm到约350nm、约200nm到约400nm、约250nm到约500nm或其中的任一范围。在一些实施例中,所述涂层的厚度可为约80nm、约100nm、约120nm、约140nm、约160nm、约180nm、约200nm、约220nm、约240nm、约260nm、约280nm、约300nm、约320nm、约340nm、约360nm、约380nm、约400nm、约420nm、约440nm、约460nm、约480nm、约500nm或其中的任一厚度,增量为约5nm。

[0023] 本文所教示的涂层对光致发光材料的光生成几乎没有影响。例如,来自呈未经涂覆形式的光致发光材料的光致发光的强度和色度可与具有包含二氧化钛的层的光致发光

材料的光致发光强度相同或实质上相同。

[0024] 在一些实施例中,光致发光涂覆材料的性能参数的可靠性可大于相同组成的未经涂覆的光致发光材料,其中可(例如)使用亮度稳定性、色彩稳定性或其组合的量度在所比较的包含不同光致发光材料的发光装置之间比较材料之间的性能可靠性,所述发光装置在其它方面相同。在其它实施例中,光致发光亮度稳定性或色彩稳定性大于其它经涂覆的光致发光材料。可使用术语“稳定性”(例如)来指示在一段时间内对性能参数变化或劣化的耐受性,例如发光装置在所述时间段内的输出强度或输出一致性。在一些实施例中,在一组用于比较发光装置内或之间的性能参数的性能可靠性的操作或测试条件下,所述时间段可为(例如)1000hr、1250hr、1500hr、1750hr、2000hr、3000hr、4000hr、5000hr或10,000hr。

[0025] 二氧化钛层可沉积为均匀或实质上均匀的层。均匀性可使用所属领域的技术人员已知的任何量度表示,例如从对本文所教导的涂层的测量获得的数据的统计学量度。例如,倘若认为层的均匀性的变化对如所打算的所述层保护光致发光材料的能力几乎不造成影响,那么所述层可视为“均匀的”。倘若认为层的均匀性的变化对如所打算所述层保护光致发光材料的能力造成小于实质性的影响,使得对性能参数或性能可靠性只有微小影响,并且所述装置的使用者将相信所述层至少实质上如所打算的增强装置的可靠性,那么所述层可视为“实质上均匀的”。

[0026] 在一些实施例中,术语“实质性”可用于指示所寻求的与所实现的之间的差异。在一些实施例中,所述差异可超过10%、20%、30%或35%或中间的任一量,并且可视为非实质性的差异量可取决于所考虑的量度。例如,倘若不至少以最低所寻求程度满足性能特性,那么变化可为实质性的。同样,在一些实施例中,术语“约”可用于指示量或变量,其中倘若差异产生小于相关性性能特性的实质性变化,那么可将所述量或变量的量度差异视为非实质性的。

[0027] 层的均匀性可使用已施加到光致发光材料的表面的层的平均厚度的变动百分比来测量和比较。厚度的变动百分比可在(例如)约1%到约33%范围内,且包括其中的任何1%增量,其中在一些实施例中,层的最小厚度不低于80nm。在一些实施例中,二氧化钛层的厚度的变化小于2%。在其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化为约2%。在另外其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化为约2.0%到约2.8%或其间的任何0.2%增量。在另外其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化小于3%。在另外其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化小于4%。在另外其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化小于5%。在另外其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化小于10%。在另外其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化为约1.0%到约10.0%或其间的任何0.5%增量。在另外其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化小于20%。在另外其它实施例中,二氧化钛层的厚度的变化小于30%。应了解,倘若变动百分比超过可接受量,那么涂覆层也可降到可接受厚度以下,从而提供(例如)阻水性低于所需的光致发光材料。

[0028] 可接受变动量将取决于涂层的平均厚度。在一些实施例中,可接受变动量是导致涂覆层的最小厚度大于80nm的量。因此,术语“均匀性”可用于指使用所属领域的技术人员已知的任何方法(例如,电子显微镜法)测量的厚度变化。在一些实施例中,厚度变化可为 $\pm 5\text{nm}$ 、 $\pm 10\text{nm}$ 、 $\pm 15\text{nm}$ 、 $\pm 20\text{nm}$ 、 $\pm 25\text{nm}$ 、 $\pm 30\text{nm}$ 、 $\pm 35\text{nm}$ 、 $\pm 40\text{nm}$ 、 $\pm 45\text{nm}$ 、 $\pm 50\text{nm}$ 、 $\pm 60\text{nm}$ 、 $\pm 70\text{nm}$ 、 $\pm 80\text{nm}$ 、 $\pm 90\text{nm}$ 或 $\pm 100\text{nm}$ 。在一些实施例中,变化小于30nm、

20nm、10nm、5nm、3nm、2nm或1nm。在一些实施例中,变化可为 $\pm 5\%$ 、 $\pm 10\%$ 、 $\pm 15\%$ 、 $\pm 20\%$ 、 $\pm 25\%$ 、 $\pm 30\%$ 或 $\pm 35\%$ 。在一些实施例中,变化小于30%、20%、10%、5%、3%、2%或1%。

[0029] 在一些实施例中,二氧化钛层可厚约80nm到约500nm之间。在其它实施例中,二氧化钛层可厚约100nm到约500nm之间。在另外其它实施例中,二氧化钛层可厚约200nm到约500nm之间。在另外其它实施例中,二氧化钛层可厚约400nm到约500nm之间。在另外其它实施例中,二氧化钛层可厚约200nm到约400nm之间。在另外其它实施例中,二氧化钛层可厚约300nm到约400nm之间。在另外其它实施例中,二氧化钛层可厚约350nm。在一些实施例中,二氧化钛层可具有约100nm、200nm、300nm、400nm、500nm或其间任何10nm增量的厚度。

[0030] 在一些实施例中,经涂覆材料的大小在约 $2\mu\text{m}$ 与约 $50\mu\text{m}$ 之间。在其它实施例中,经涂覆材料的大小在约 $5\mu\text{m}$ 与约 $20\mu\text{m}$ 之间。经涂覆材料的大小可使用所属领域的技术人员已知的任何方法测定。

[0031] 在一些实施例中,光致发光材料是磷光体。在其它实施例中,光致发光材料是硅酸盐磷光体、铝酸盐磷光体、氮化物磷光体、氧氮化物磷光体、硫化物磷光体或氧硫化物磷光体。在另外其它实施例中,光致发光材料是硅酸盐磷光体。

[0032] 在一些实施例中,磷光体是硫化物磷光体,例如, $(\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})(\text{Al}, \text{In}, \text{Ga})_{254}:\text{Eu}$ 、 $(\text{Ca}, \text{Sr})\text{S}:\text{Eu}$ 、 $\text{CaS}:\text{Eu}$ 、 $(\text{Zn}, \text{Cd})\text{S}:\text{Eu}:\text{Ag}$ 。在其它实施例中,磷光体是氮化物磷光体,例如, $(\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})_2\text{Si}_5\text{N}_8:\text{Eu}$ 、 $\text{CaAlSiN}_3:\text{Eu}$ 、 $\text{Ce}(\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})\text{Si}_7\text{N}_{10}:\text{Eu}$ 或 $(\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})\text{SiN}_2:\text{Eu}$ 。其它实例性磷光体包括 Ba^{2+} 、 Mg^{2+} 共掺杂的 Sr_2SiO_4 、 $(\text{Y}, \text{Gd}, \text{Lu}, \text{Sc}, \text{Sm}, \text{Tb}, \text{Th}, \text{Ir}, \text{Sb}, \text{Bi})_3(\text{Al}, \text{Ga})_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ (具有或不具有Pr)、 $\text{YSiO}_2\text{N}:\text{Ce}$ 、 $\text{Y}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4:\text{Ce}$ 、 $\text{Gd}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4:\text{Ce}$ 、 $(\text{Y}, \text{Gd}, \text{Tb}, \text{Lu})_3\text{Al}_{5-x}\text{Si}_x\text{O}_{12-x}:\text{Ce}$ 、 $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}$ (具有或不具有Mn)、 $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}$ 、 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}:\text{Eu}$ 、 $(\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}_2:\text{Eu}$ 、 $\text{SrSi}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{N}_2:\text{Eu}$ 、 $(\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}_2:\text{Eu}$ 、 $(\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})\text{SiN}_2:\text{Eu}$ 和 $(\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})\text{SiO}_4:\text{Eu}$ (温克勒(Winkler)等人,美国专利申请案第2010/0283076号;李(Lee)等人,应用表面科学(Applied Surface Science)257,(2011)8355-8369)。

[0033] 在一些实施例中,磷光体是式 $(\text{Sr}_{1-x}\text{M}_x\text{T}_y)_3\text{mEu}_m(\text{Si}_{1-z}\text{Al}_z)\text{O}_5$ 的具有混合二价和三价阳离子的基于硅酸铝的橙红色磷光体,其中M是Ba、Mg和Zn中的至少一者,T是三价金属, $0 \leq x \leq 0.4$, $0 \leq y \leq 0.4$, $0 \leq z \leq 0.2$ 且 $0.001 \leq m \leq 0.4$ (刘(Liu)等人,美国专利申请案第2008/0111472号)。

[0034] 在其它实施例中,磷光体是式 $(\text{Y}, \text{A})_3(\text{Al}, \text{B})_5(\text{O}, \text{C})_{12}:\text{Ce}^{3+}$ 的YAG:Ce磷光体,其中A选自由Tb、Gd、Sm、La、Sr、Ba、Ca组成的群组,且其中A以在约0.1%到100%范围内的量取代Y;B选自由Si、Ge、B、P和Ga组成的群组,且其中B以在约0.1%到100%范围内的量取代Al;并且C选自由F、Cl、N和S组成的群组且其中C以在约0.1%到100%范围内的量取代O(陶(Tao)等人,美国专利申请案第2008/0138268号)。

[0035] 在另外其它实施例中,磷光体是式 $\text{A}_2\text{SiO}_4:\text{Eu}^{2+}\text{D}$ 的基于硅酸盐的黄绿色磷光体,其中A是Sr、Ca、Ba、Mg、Zn和Cd;且D是选自由F、Cl、Br、I、P、S和N组成的群组的掺杂剂(王(Wang)等人,美国专利第7,311,858号)。

[0036] 在另外其它实施例中,磷光体是式 $(\text{M}_{1-x}\text{Eu}_x)_{2-z}\text{Mg}_z\text{Al}_y\text{O}_{[2+(3/2)y]}$ 的基于铝酸盐的蓝色磷光体,其中M是Ba和Sr中的至少一者, $(0.05 < x < 0.5; 3 \leq y \leq 8; \text{且} 0.8 \leq z \leq 1 < 1.2)$ 或 $(0.2 < x < 0.5; 3 \leq y \leq 8; \text{且} 0.8 \leq z \leq 1 < 1.2)$ 或 $(0.05 < x < 0.5; 3 \leq y \leq 12; \text{且} 0.8 \leq z \leq 1 < 1.2)$ 。

1.2)或 $(0.2 < x < 0.5; 3 \leq y \leq 12; \text{且} 0.8 \leq z \leq 1 < 1.2)$ 或 $(0.05 < x < 0.5; 3 \leq y \leq 6; \text{且} 0.8 \leq z \leq 1.2)$ (董(Dong)等人,美国专利第7,390,437号)。

[0037] 在另外其它实施例中,磷光体是式 $(\text{Gd}_{1-x}\text{A}_x)(\text{V}_{1-y}\text{B}_y)(\text{O}_{4-z}\text{C}_z)$ 的黄色磷光体,其中A是Bi、Tl、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu;B是Ta、Nb、W和Mo;C是N、F、Br和I; $0 < x < 0.2; 0 < y < 0.1; \text{且} 0 < z < 0.1$ (黎(Li)等人,美国专利第7,399,428号)。

[0038] 在另外其它实施例中,磷光体是式 $\text{A}[\text{Sr}_x(\text{M}_1)_{1-x}]_z\text{SiO}_4 \cdot (1-a)[\text{Sr}_y(\text{M}_2)_{1-y}]_u\text{SiO}_5$: Eu^{2+}D 的黄色磷光体,其中 M_1 和 M_2 是例如Ba、Mg、Ca和Zn等二价金属中的至少一者; $0.6 \leq a \leq 0.85; 0.3 \leq x \leq 0.6; 0.85 \leq y \leq 1; 1.5 \leq z \leq 2.5; \text{且} 2.6 \leq u \leq 3.3$ 并且Eu和D在0.0001与约0.5之间;D是选自由F、Cl、Br、S和N组成的群组的阴离子并且至少一些D替代主体晶格中的氧(黎等人,美国专利第7,922,937号)。

[0039] 在另外其它实施例中,磷光体是式 $(\text{Sr}, \text{A}_1)_x(\text{Si}, \text{A}_2)(\text{O}, \text{A}_3)_{2+x}$: Eu^{2+} 的基于硅酸盐的绿色磷光体,其中 A_1 是至少一种二价金属离子,例如Mg、Ca、Ba、Zn或+1与+3离子的组合; A_2 是3+、4+或5+阳离子,包括B、Al、Ga、C、Ge、P中的至少一者; A_3 是1-、2-或3-阴离子,包括F、Cl和Br;且 $1.5 \leq x \leq 2.5$ (黎等人,美国专利申请案第2009/0294731号)。

[0040] 在另外其它实施例中,磷光体是式 $\text{M}_a\text{M}_b\text{M}_c(\text{N}, \text{D}):\text{Eu}^{2+}$ 的基于氮化物的红色磷光体,其中 M_a 是二价金属离子,例如Mg、Ca、Sr、Ba; M_b 是三价金属,例如Al、Ga、Bi、Y、La、Sm; M_c 是四价元素,例如Si、Ge、P和B;N是氮;且D是卤素,例如F、Cl或Br(刘等人,美国专利申请案第2009/0283721号)。

[0041] 在另外其它实施例中,磷光体是式 $(\text{Sr}, \text{A}_1)_x(\text{Si}, \text{A}_2)(\text{O}, \text{A}_3)_{2+x}$: Eu^{2+} 的基于硅酸盐的橙色磷光体,其中 A_1 是至少一种二价金属离子,例如Mg、Ca、Ba、Zn或+1与+3离子的组合; A_2 是3+、4+或5+阳离子,包括B、Al、Ga、C、Ge、P中的至少一者; A_3 是1-、2-或3-阴离子,包括F、Cl和Br;且 $1.5 \leq x \leq 2.5$ (程(Cheng)等人,美国专利第7,655,156号)。

[0042] 在另外其它实施例中,磷光体是式 $\text{M}_{1-x}\text{Eu}_x\text{Mg}_{1-y}\text{Mn}_y\text{Al}_z\text{O}_{[(x+y)+3z/2]}$ 的基于铝酸盐的绿色磷光体,其中 $0.1 < x < 1.0; 0.1 < y < 1.0; 0.2 < x+y < 2.0; \text{且} 2 \leq z \leq 14$ (王等人,美国专利第7,755,276号)。

[0043] 本文所提供的教示涉及将包含二氧化钛的涂层施加于多种光致发光衬底(例如,本文所述的那些)中的任一者上。在一些实施例中,二氧化钛可由二氧化钛的前体生成。在一些实施例中,前体是有机金属化合物。在其它实施例中,有机金属化合物是乙醇钛($\text{Ti}(\text{EtO})_4$)、丙醇钛($\text{Ti}(\text{PrO})_4$)、异丙醇钛($\text{Ti}(\text{i-PrO})_4$)、正丁醇钛($\text{Ti}(\text{n-BuO})_4$)、异丁醇钛($\text{Ti}(\text{i-BuO})_4$)、叔丁醇钛($\text{Ti}(\text{t-BuO})_4$)、四(二乙基氨基)钛 $[(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{N}]_4$ 、 $\text{Ti}(\text{AcAc})_4$ 、 $\text{Ti}(\text{CH}_3)_4$ 、 $\text{Ti}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ 或其组合。在一些实施例中,前体是无机盐。在其它实施例中,无机盐是氧化钛(TiO_2)、氯化钛(TiCl_4)、氟化钛(TiF_4)、硝酸钛($\text{Ti}(\text{NO}_3)_4$)、溴化钛(TiBr_4)、碘化钛(TiI_4)或硝酸钛(TiOSO_4)。

[0044] 本文中的教示还提供制备对热和水分具有优异稳定性的光致发光材料的方法。在一些实施例中,所述方法可包括沉积二氧化钛达在单一涂覆循环中有效在光致发光材料上沉积厚度为至少约80nm的二氧化钛的均匀层的时间。在一些实施例中,所述方法包括将二氧化钛层沉积于光致发光材料的表面上,其中二氧化钛可从呈液相的二氧化钛的前体生成。沉积可发生达在单一涂覆循环中有效在光致发光材料的表面上产生二氧化钛的均匀层达至少约80nm所需厚度的时间。在一些实施例中,所述方法包括形成前体与溶剂的混合物,

和将水逐渐添加到所述混合物以控制(i)从所述前体形成所述二氧化钛的速率和(ii)在有效沉积所述均匀层的时间期间将所述二氧化钛沉积于所述光致发光材料的所述表面上的速率。在一些实施例中,所述溶剂可包含水;醇,例如甲醇、乙醇、丙醇、异丙醇、丁醇、戊醇和己醇;丙酮;甲基乙基酮;其它烃;或其混合物。

[0045] 在一些实施例中,合成经涂覆的光致发光材料的方法可包括以下步骤:将光致发光材料添加到溶剂以形成第一混合物;调节第一混合物的pH以为二氧化钛前体的水解做准备;将二氧化钛前体添加到第一混合物以形成第二混合物,其中可将所述前体以受控速率添加到第一混合物,且所述前体的添加量与光致发光材料的重量相比可使得存在小于约10重量%的二氧化钛;将第二混合物混合一段时间以使二氧化钛沉积于光致发光材料的表面上;洗涤经涂覆的光致发光材料;纯化经涂覆的光致发光材料;干燥经涂覆的光致发光材料;和煅烧经涂覆的光致发光材料。

[0046] 应了解,可将任何数量的额外步骤添加到所述工艺。例如,涂覆工艺可包括额外反应步骤、固化步骤、干燥步骤、热处理步骤等。例如,所述工艺可包括添加水与溶剂的混合物以形成第三“固化”混合物;在第二时间段加热第三混合物和/或使其反应;和可能在第三时间段添加额外步骤。在一些实施例中,例如,光致发光材料的浓度可在约0.0001g/mL与约10.0g/mL之间。

[0047] 应了解,在一些实施例中,可利用本文所提供的教示将二氧化钛沉积于表面上的速率控制到原子层沉积水平。沉积速率可用于选择反应时间。所属领域的技术人员将了解,反应时间的选择将至少部分地取决于工艺设计,所述工艺设计可包括前体、试剂浓度、试剂添加速率、反应温度和所需涂层厚度的选择。这些工艺条件决定二氧化钛沉积于光致发光材料的表面上的速率。在一些实施例中,二氧化钛以每小时约1nm与约100nm之间的速率沉积。在一些实施例中,二氧化钛以每小时约5nm与约20nm之间的速率沉积于光致发光材料上。在其它实施例中,二氧化钛以每小时约3nm与约18nm之间的速率沉积于光致发光材料上。在另外其它实施例中,二氧化钛以每小时约6nm与约15nm之间的速率沉积于光致发光材料上。在另外其它实施例中,二氧化钛以每小时约5nm与约7nm之间的速率沉积于光致发光材料上。在另外其它实施例中,将第二层二氧化钛沉积于光致发光材料上。

[0048] 在一些实施例中,可通过计量添加反应物来控制浓度。例如,可将前体稀释于溶剂中并且以受控速率添加水以控制前体的水解。在一些实施例中,前体可为溶解于异丙醇中的 $Ti(i-PrO)_4$,并且可通过计量添加逐渐添加水以控制前体的水解速率。在另一实例中,可将光致发光材料与溶剂的第一混合物调节到所需pH以为前体的水解做准备,其中然后利用计量添加将所述前体添加到具有所需pH的第一混合物中以控制前体的水解速率。

[0049] 反应物的计量添加可使用所属领域的技术人员已知的任何方法实现。在一些实施例中,可将前体逐滴添加到含有水解所述前体的条件的混合物。在一些实施例中,可利用细针连续注射前体。在一些实施例中,可将水解剂(例如水或含有水的有机溶剂)逐滴添加到前体与溶剂的混合物中。例如,方法可包括形成前体与溶剂的混合物,和将水逐渐添加到所述混合物以控制(i)从所述前体形成所述二氧化钛的速率和(ii)在有效沉积所述均匀层的时间期间将所述二氧化钛沉积于所述光致发光材料的所述表面上的速率。

[0050] 在一些实施例中,可以在约0.0001mL/min到200mL/min之间的速率添加前体。在一些实施例中,可以在约2mL/min到30mL/min之间的速率添加前体。在一些实施例中,可以在

约6mL/min到20mL/min之间的速率添加前体。在一些实施例中,可以在约5mL/min到60mL/min之间的速率添加前体。

[0051] 对沉积速率的控制提供对用于将所需厚度的二氧化钛层沉积于光致发光材料的表面上的反应时间的控制。反应时间可在(例如)以下范围内:0.1.0hr到10天、1.0hr到7天、2hr到5天、1.0hr到4天、0.5hr到3天、0.5hr到2天、0.5hr到1天、1.0hr到18hr、0.5hr到12hr、0.5hr到8hr、1.0hr到6hr、0.5hr到4hr、0.5hr到2hr或其中的任一范围。

[0052] 在一些实施例中,可将反应混合物加热到在约30°C到溶剂沸点+/-10°C范围内的温度。在其它实施例中,可将反应混合物加热到在约40°C与约80°C之间的温度。应了解,在一些实施例中,术语“反应(react、reacting和reaction)”可用于指(例如)水解前体以形成二氧化钛、将二氧化钛层沉积于光致发光材料的表面上等,其中分子结构之间的键结变化可发生于所述过程中的所述步骤期间。

[0053] 在一些实施例中,经涂覆的光致发光材料可经纯化。例如,经涂覆的光致发光材料可通过用溶剂洗涤、之后过滤来纯化。在其它实施例中,经涂覆的光致发光材料可通过离心、沉降和倾析来纯化。可使用所属领域的技术人员已知的任何纯化方法。

[0054] 在一些实施例中,经涂覆的光致发光材料可在约60°C与约200°C之间的温度下干燥。在其它实施例中,经涂覆的光致发光材料可在约85°C与约200°C之间的温度下干燥。且在一些实施例中,干燥可包括真空干燥、冷冻干燥或临界点干燥。在另外其它实施例中,经涂覆的光致发光材料可在约200°C与约600°C之间的温度下煅烧。

[0055] 本文提供合成经涂覆的光致发光材料的其它方法。将光致发光材料添加到溶剂以形成第一混合物。调节第一混合物的pH以与二氧化钛的无机前体反应。将所述前体以受控速率添加到第一混合物中以形成第二混合物,其中前体的添加量小于光致发光材料的约10重量%。将第二混合物加热一段时间且然后使其反应达第二时间段。将经涂覆的光致发光材料纯化,干燥且然后煅烧。在一些实施例中,将第二混合物在约40°C与约80°C之间的温度下加热并且持续在约0.1小时与约10天之间的时间段。在其它实施例中,使第二混合物反应达在约0.1小时与约10天之间的第二时间段。

[0056] 在一些实施例中,提供发光二极管装置。发光二极管装置包括芯片和经涂覆的光致发光材料。经涂覆的光致发光材料包括光致发光材料和均匀二氧化钛层。所述二氧化钛层厚80nm与500nm之间。在一些实施例中,所述装置的亮度稳定性和色彩稳定性高于具有发光二极管芯片和呈未经涂覆形式的光致发光材料的第二装置。可(例如)在至少1000hr的操作时期内测试并比较亮度稳定性和色彩稳定性。在一些实施例中,所述装置具有厚度在约200nm到约500nm之间范围内的二氧化钛层。在此实施例中,所述装置的亮度稳定性和色彩稳定性高于包含发光二极管芯片和呈未经涂覆形式的光致发光材料的第二装置。在一些实施例中,二氧化钛涂层可在71nm到500nm范围内。在一些实施例中,二氧化钛层的厚度为例如至少80nm、90nm或100nm;且在其它实施例中为例如约200nm、约300nm、约400nm或约500nm。因此,由本文中的教示所提供的发光装置的亮度稳定性或色彩稳定性可超过包含经涂覆的光致发光材料的其它所述装置。可在至少1000hr的操作时期内再次测试亮度稳定性和色彩稳定性。

[0057] 实例1:二氧化钛前体的选择

[0058] 涂覆工艺是可使用二氧化钛的有机金属前体或二氧化钛的无机前体的液体工艺。

所选前体的类型将影响溶剂、反应温度和反应时间以及反应物添加速率的选择。可使用二氧化钛的有机金属前体或无机前体。

[0059] 有机金属前体的使用通常将包括首先将前体分散于不含水或实质上不含水的溶剂介质中。由此避免了在光致发光材料的表面上可发生沉积之前前体发生不必要的水解反应。例如,在使用在与水接触后会水解的有机金属前体的工艺中,异丙醇可以不含水的相对纯的形式获得,因此其为(例如)一般所有有机金属前体的良好候选溶剂。

[0060] 前体的选择可基于工艺控制条件。例如,如果我们选择(例如)正丁醇钛或异丙醇钛,那么因为我们了解其在水中非常快地水解,因此我们(例如)通过将水添加到异丙醇中来控制醇溶剂中的水浓度从而控制反应速率。另一方面,可选择无机前体并分散于(例如)直接作为主要溶剂的水中,且然后(例如)通过添加氨逐渐使pH的碱性变大,以控制反应速率。

[0061] 实例2:制备经二氧化钛涂覆的光致发光材料的一般程序。

[0062] 此实例描述制备经涂覆的光致发光材料的一般方法。所述方法包括选择(i)工艺组份,例如光致发光材料(“磷光体”)、二氧化钛前体和溶剂;和(ii)工艺条件,例如组份浓度、反应物的添加速率、反应温度和反应时间。

[0063] 在已选择工艺组份后,可使用所属领域的技术人员已知的方法来选择工艺条件。例如,所属领域的技术人员将了解如何设计出一系列具有不同反应物浓度和添加速率以及反应温度的工艺条件。注意,在每一试样中应使用小于10%总二氧化钛/磷光体重量的浓度(wt/wt)以促使二氧化钛沉积于磷光体的表面上。针对沉积反应所添加的二氧化钛的量的选择可随磷光体量和磷光体大小而变化。平均磷光体粒径可(例如)在约2 μ m到约30 μ m直径范围内,且例如,绿色硅酸盐磷光体的平均直径可为约12 μ m到约20 μ m。多种磷光体类型的实际大小分布可在约1 μ m到约100 μ m范围内。添加速率可包括(例如)在所述系列中的每一试样中以受控速率添加“水解剂”(例如水或另一含水溶剂(例如,乙醇)),同时也保持系列内的不同温度和反应时间。进行搅拌并且等待所选反应时间结束以得到想要的涂层厚度。测试系列内的每一经涂覆磷光体在发光装置中的性能可靠性,其中最高可靠性表明

[0064] 使用所选工艺组份和条件,将磷光体、二氧化钛前体与溶剂混合在一起以形成第一混合物。将第一混合物加热到所选反应温度,以受控速率将所选水解剂(例如水或另一含水溶剂(例如乙醇))添加到第一混合物中以控制前体的水解速率。这也提供了对于二氧化钛沉积于磷光体上的速率的控制。搅拌所选反应时间以获得所需涂层厚度。

[0065] 厚涂层与高均匀度(低厚度变化)的组合与经涂覆磷光体在发光装置中的高可靠性相关。平衡涂层厚度与均匀性已显示通过保护涂层实现磷光体的稳定能量输出,从而提供可靠的发光装置。

[0066] 实例3:用于对绿色硅酸盐和红色氮化物磷光体涂覆二氧化钛的所选工艺组份和条件

[0067] 在此实例中涂覆绿色硅酸盐磷光体(“绿色1”)。绿色1属于由式($Sr_{1-x-y}Ba_xMg_y$) $_2SiO_4Cl_z:Eu$ 代表的类别;其中 $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 0.5$ 且 $0 \leq z \leq 0.5$ 。

[0068] 向带有加热夹套和搅拌的玻璃反应器中添加异丙醇(IPA,3.0L)。然后在搅拌的同时添加绿色1(200g)以形成悬浮液。通过注射器将正丁醇钛(30mL)添加到悬浮液。将悬浮液在室温下搅拌2.0小时。将去离子水与异丙醇的混合物(20mL:20mL)逐滴添加到所述悬浮

液。在添加后,将所得悬浮液加热到40℃并保持0.5小时。使其冷却到室温并且在室温下进一步搅拌20小时。将所述悬浮液加热到60℃并保持1.5小时且在室温下进一步搅拌22小时。然后将第二部分去离子水和异丙醇(80mL:50mL)逐滴添加到悬浮液。将悬浮液在40℃下加热1.0小时且在室温下再搅拌2.5小时。去除搅拌组合件。使混合物沉降10分钟。倾析出溶液的顶部层并且添加更多IPA以洗涤2次,然后借助布氏漏斗(Büchner funnel)过滤。将漏斗中的固体在110℃真空烘箱中干燥1.0小时。干燥后,将经涂覆磷光体在350℃箱式炉中烧制1.0小时。

[0069] 也在此实例中涂覆红色氮化物磷光体(“红色1”)。红色1属于由式 $(Ca_{1-x}Sr_x)SiN_3:Eu$ 代表的类别,其中 $0 \leq x \leq 1$ 。

[0070] 向带有加热夹套和搅拌棒的玻璃反应器中添加异丙醇(IPA, 280mL)。然后在搅拌的同时添加红色1(10g)以形成悬浮液。通过注射器将正丁醇钛(1.5mL)添加到悬浮液。将悬浮液在室温下搅拌2.0小时。将去离子水与异丙醇的混合物(2mL:20mL)逐滴添加到所述悬浮液。将所得悬浮液加热到40℃并保持0.5小时。使其冷却到室温并且在室温下进一步搅拌20小时。将所述悬浮液加热到60℃并保持1.5小时且在室温下搅拌额外22小时。然后将第二部分去离子水和异丙醇(4mL:20mL)逐滴添加到所述悬浮液。将悬浮液在40℃下加热1.0小时且在室温下进一步搅拌25小时。去除搅拌棒,并且使混合物沉降10分钟。倾析出溶液的顶部层并且添加更多IPA以洗涤两次,然后借助布氏漏斗过滤。将漏斗中的固体在110℃真空烘箱中干燥1.0小时。干燥后,将经涂覆磷光体在350℃箱式炉中烧制1.0小时。

[0071] 实例4:比较经涂覆磷光体与未经涂覆磷光体之间的亮度和光致发光强度

[0072] 图1显示根据一些实施例的经涂覆的绿色硅酸盐磷光体与未经涂覆的绿色硅酸盐磷光体之间的亮度强度的比较。将绿色1与红色磷光体红色630于透光粘合剂中混合以得到白光($x=0.30$, 且 $y=0.30$)。将混合凝胶置于LED芯片中并固化。在蓝光下操作装置并测量亮度。可以看出,涂层并未使具有绿色硅酸盐磷光体的LED装置的亮度强度实质性降低。表1进一步显示,并没有来自涂层的实质性强度损失。

[0073] 表1.

[0074]

名称	绿色1(经涂覆)+红色630	绿色1(未经涂覆)+红色630
比率	G/R=73/27	G/R=72.5/27.5
亮度	8.671E-03	8.793E-03
CRI(Ra)	89.4	87.5
R9	90.8	97.6

[0075] 图2显示根据一些实施例的经涂覆的绿色硅酸盐磷光体与未经涂覆的绿色硅酸盐磷光体之间的光致发光强度的比较。将绿色1置于浅盘中并且将其捣固以实现平坦表面。然后通过外部光源(蓝光LED)激发磷光体并且然后测量发射光谱。在图2中可以看出,没有因涂层所致的实质性光致发光损失。

[0076] 图3显示根据一些实施例的经涂覆的红色氮化物磷光体与未经涂覆的红色氮化物磷光体之间的光致发光强度的比较。将红色1置于浅盘中并且将其捣固以实现平坦表面。然后通过外部光源(蓝光LED)激发磷光体并且然后测量发射光谱。在图3中可以看出,没有因涂层所致的实质性光致发光损失。

[0077] 实例5:具有经二氧化钛涂覆的磷光体的发光装置的可靠性测试。

[0078] 将绿色1与透光粘合剂混合。将混合凝胶置于LED芯片中并固化。将经封装装置置于85°C和85%湿度的烘箱中并且连续地操作。以不同时间间隔,从烘箱去除所述装置并且通过用蓝光进行激发来测量发射光谱。收集数据以计算色彩变化和亮度。

[0079] 图4显示根据一些实施例的绿色硅酸盐磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对亮度强度。如图4中所示,当与未经涂覆的磷光体比较时,观察到具有经二氧化钛涂覆的磷光体的发光装置的高亮度稳定度。

[0080] 图5显示根据一些实施例的绿色硅酸盐磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对色度偏移(CIE $\Delta -x$)。如图5中所示,当与未经涂覆的磷光体比较时,观察到具有经二氧化钛涂覆的磷光体的发光装置的高色彩稳定度。

[0081] 图6显示根据一些实施例的绿色硅酸盐磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对色度偏移(CIE $\Delta -y$)。如图6中所示,当与未经涂覆的磷光体比较时,观察到具有经二氧化钛涂覆的磷光体的发光装置的高色彩稳定度。

[0082] 将红色1与透光粘合剂混合。将混合凝胶置于LED芯片中并固化。将经封装装置置于85°C和85%湿度的烘箱中并且连续地操作。以不同时间间隔,从烘箱去除所述装置并且通过用蓝光进行激发来测量发射光谱。收集数据以计算色彩变化和亮度。

[0083] 图7显示根据一些实施例的红色氮化物磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对亮度强度。如图7中所示,当与未经涂覆的磷光体比较时,观察到具有经二氧化钛涂覆的磷光体的发光装置的高亮度稳定度。

[0084] 图8显示根据一些实施例的氮化物磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对色度偏移(CIE $\Delta -x$)。如图8中所示,当与未经涂覆的磷光体比较时,观察到具有经二氧化钛涂覆的磷光体的发光装置的高色彩稳定度。

[0085] 图9显示根据一些实施例的红色氮化物磷光体在超过1000hr的时间间隔下的相对色度偏移(CIE $\Delta -y$)。如图9中所示,当与未经涂覆的磷光体比较时,观察到具有经二氧化钛涂覆的磷光体的发光装置的高色彩稳定度。

[0086] 实例6:确定二氧化钛层的厚度和均匀性

[0087] 根据上文实例2的一般教导,测试每一试样的可靠性,并且假定具有最高可靠性的试样与最佳条件组相关。发现涂层均匀性与厚度的组合是促成具有高可靠性的发光装置的经涂覆磷光体的基础。发现厚度与均匀性之间的平衡对于获得磷光体的所需能量输出和涂层保护磷光体的密封能力是非常重要的。

[0088] 图10显示根据一些实施例的具有约350nm \pm 约1.4%的厚度的均匀二氧化钛涂层。使用原位FIB顶出(Lift out)技术在FEI双束830FIB/SEM上从每一粉末制备TEM备用试样。首先用铱和铂的保护层封盖粒子的待横切区域。这些层在FIB研磨过程期间保护涂层表面。利用以亮视野(BF)TEM模式和高分辨率(HR)模式在200kV下操作的FEI特科耐(Tecnai)TF-20FEG/TEM使TEM备用试样成像。进行测量以测定厚度和厚度的均匀性,其中厚度在345nm到355nm范围内,且平均为约350nm,从而提供具有高均匀度且估计变化为约 \pm 1.4%的涂层。

[0089] 根据本发明实施例的发光装置10的实例示于图11中。所述装置可包含容纳于封装14内的发蓝光GaN(氮化镓)LED芯片12。可(例如)包含低温共烧制陶瓷(LTCC)或高温聚合物

的封装14包含上部主体部分16和下部主体部分18。上部主体部分16界定凹槽20,所述凹槽经常为圆形,其经配置以接纳LED芯片12。封装14进一步包含电连接器22、24,所述电连接器也界定凹槽20的底面上的相应电极接触垫26、28。LED芯片12利用粘着剂或焊料安装到凹槽20的底面。LED芯片的电极垫利用接合线30、32电连接到所述封装的底面上的相应电极接触垫26、28,且凹槽20完全经通常为硅酮的透明聚合物材料34填充,其加载有经涂覆的磷光体材料粉末,使得LED芯片12的暴露表面经磷光体/聚合物材料混合物覆盖。为了增强装置的发射亮度,使凹槽的壁倾斜并且具有光反射表面。

[0090] 现在将参考图12来描述根据本发明实施例的固态发光装置100,所述图12显示所述装置的示意性部分剖面平面视图和截面视图。装置100经配置以生成具有约3000K的CCT(相关色温)和约1000流明的光能量的暖白光且可用作筒灯或其它照明器件的一部分。

[0091] 装置100包含由圆盘形底座104、空心圆柱壁部分106和可拆卸环状顶部108构成的空心圆柱体102。为了帮助热耗散,优选由铝、铝合金或任何具有高导热性的材料制作底座104。如图12中所指示,底座104可通过螺钉或螺栓或通过其它紧固件或借助粘着剂附接到壁部分106。

[0092] 装置100进一步包含多个(在所图解说明的实例中为4个)与圆形MCPCB(金属核心印刷电路板)114热连通安装的发蓝光LED112(蓝光LED)。蓝光LED112可包含12个0.4W基于GaN(基于氮化镓)的蓝光LED芯片的陶瓷封装阵列,所述12个芯片配置为3行×4列的矩形阵列。

[0093] 为了使光发射最大化,装置100可进一步包含光反射表面116、118,所述光反射表面分别覆盖MCPCB114的面和顶部108的内弯曲表面。装置100进一步包含光致发光波长转换组件120,所述光致发光波长转换组件可操作地吸收一定比例的由LED112生成的蓝光并通过光致发光过程将其转换成不同波长的光。装置100的发射产物包含由LED112和光致发光波长转换组件120生成的组合光。波长转换组件位于LED112远端并且在空间上与LED分隔开。在本专利说明书中,“远端地”和“远端”意指呈间隔或分离关系。波长转换组件120经配置以完全覆盖外壳开口,使得所有由灯发射的光穿过组件120。如所显示,波长转换组件120可利用顶部108可拆卸地安装到壁部分106的顶部,从而使得能够容易地改变灯的组件及发射色彩。

[0094] 如图13中所显示,波长转换组件120按顺序包含透光衬底122和含有一或多种经涂覆的光致发光材料的波长转换层124。透光衬底122可为波长在380nm到740nm范围内的光实质上可透射的任何材料,且可包含透光聚合物(例如聚碳酸酯)或丙烯酸系物或玻璃(例如硼硅酸盐玻璃)。对于图12的装置100,衬底122包含直径 $\phi = 62 \text{ mm}$ 且厚度 t_1 通常为0.5mm到3mm的平面圆盘。在其它实施例中,衬底可包含其它几何形状,例如为凸或凹的形式,例如为穹顶形或圆柱形。

[0095] 波长转换层124是通过以已知比例充分地混合经涂覆的光致发光材料与液体透光粘合剂材料以形成悬浮液并将所得磷光体组合物“磷光体油墨”直接沉积到所述衬底122上来沉积。波长转换层可通过丝网印刷、狭缝模具式涂覆、旋转涂覆或刮刀涂覆来沉积。

[0096] 在如图14中所示的替代实施例中,经涂覆的光致发光材料可并入波长转换组件中并且均匀地分布于所述组件的整个容积中。

[0097] 应注意,有实施本文中的教示的替代方式。因此,应将本发明实施例视为说明性而

非限制性的,且不应将本发明限制于本文中所给出的细节,而是可在所附权利要求书的范围和等效物内进行修改。根据涂层材料组合物、尤其是涂层材料的折射率,可影响所需涂层厚度。例如,对于本文所教导的二氧化钛涂层来说,涂层厚度可在约80nm到约500nm范围内,从而提供对热和水分具有优异稳定性的光致发光材料。可使用液相沉积利用呈液相的涂层材料的前体(例如有机金属或有机前体)将涂层材料施加到光致发光材料。在一些实施例中,涂层的沉积速率可控制到每小时约1nm与约100nm之间的速率,从而使得能够(例如)在约10小时到72小时内于单一过程中沉积厚涂层。如从本文中的教导可以看出,可控制沉积速率。例如,可通过前体浓度、前体的添加速率和/或工艺温度来控制沉积速率。通过与气相原子层沉积(ALD)进行类比,本文中所教导的实施例可视为使得能够在光致发光材料上沉积厚得多的材料涂层的液体原子层生长方法。而且,虽然使用本文所教导的涂层和衬底已经显示出特别令人惊讶的结果,但预期使用本文所教导关于多种光致发光材料中的任一种的涂层和方法也可获得有益结果。

[0098] 本文所引用的所有出版物和专利的全部内容均以引用方式并入本文中。

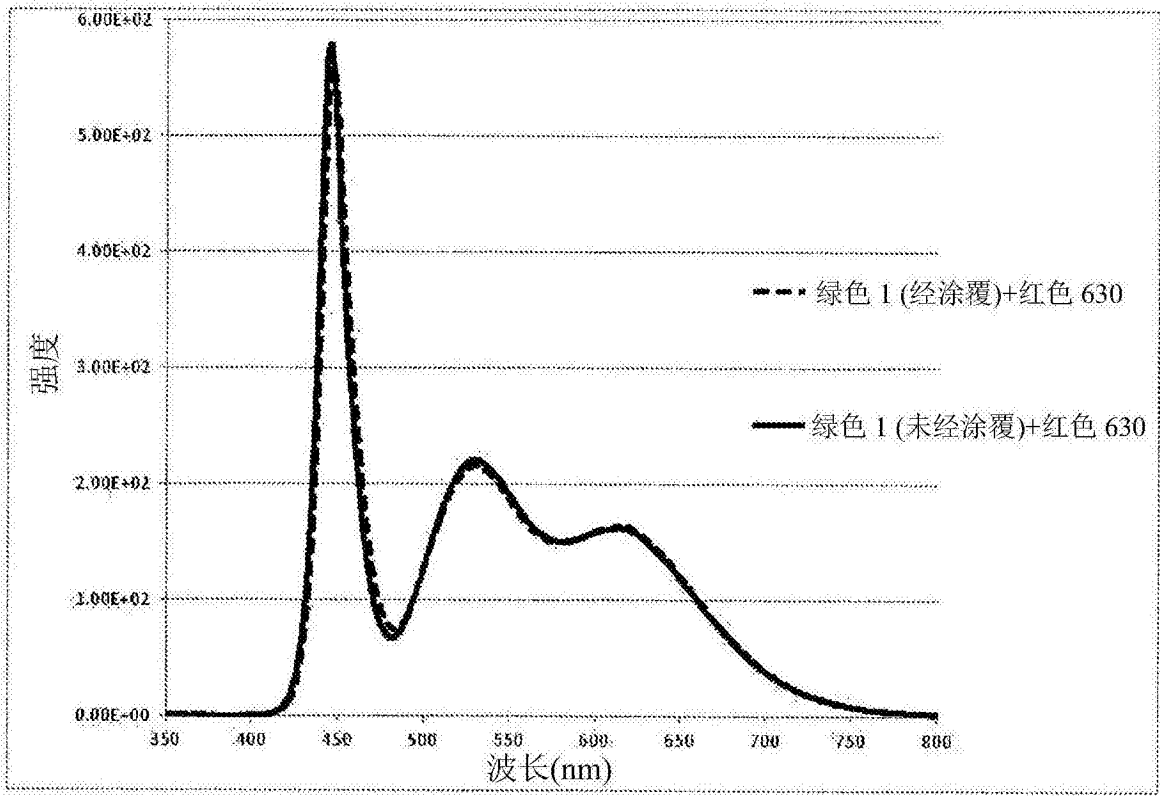


图1

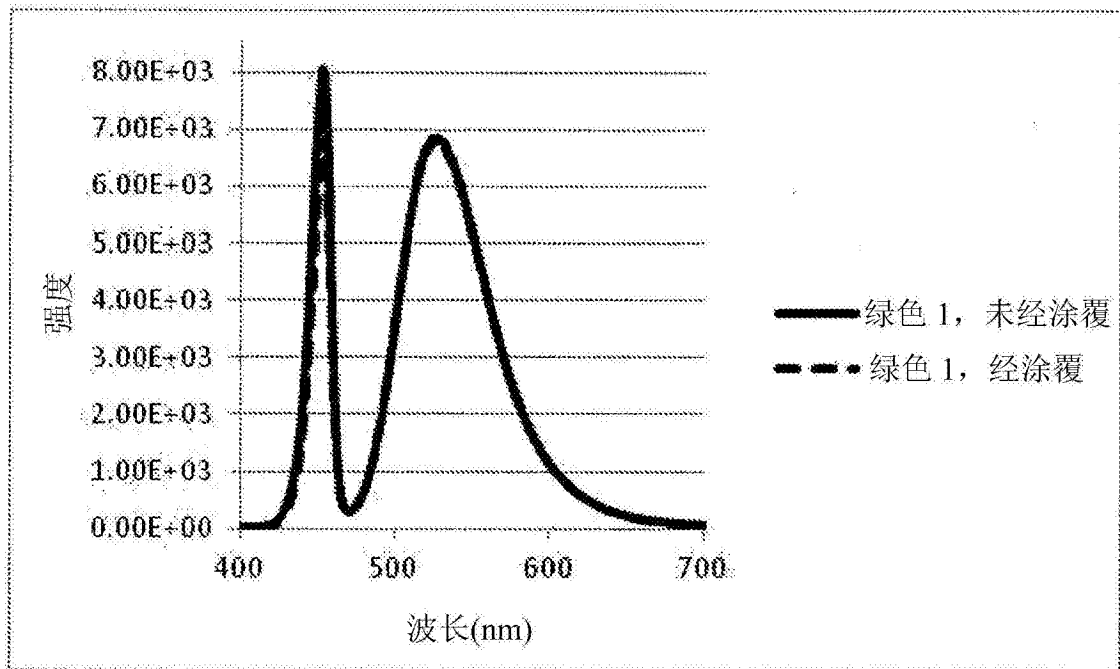


图2

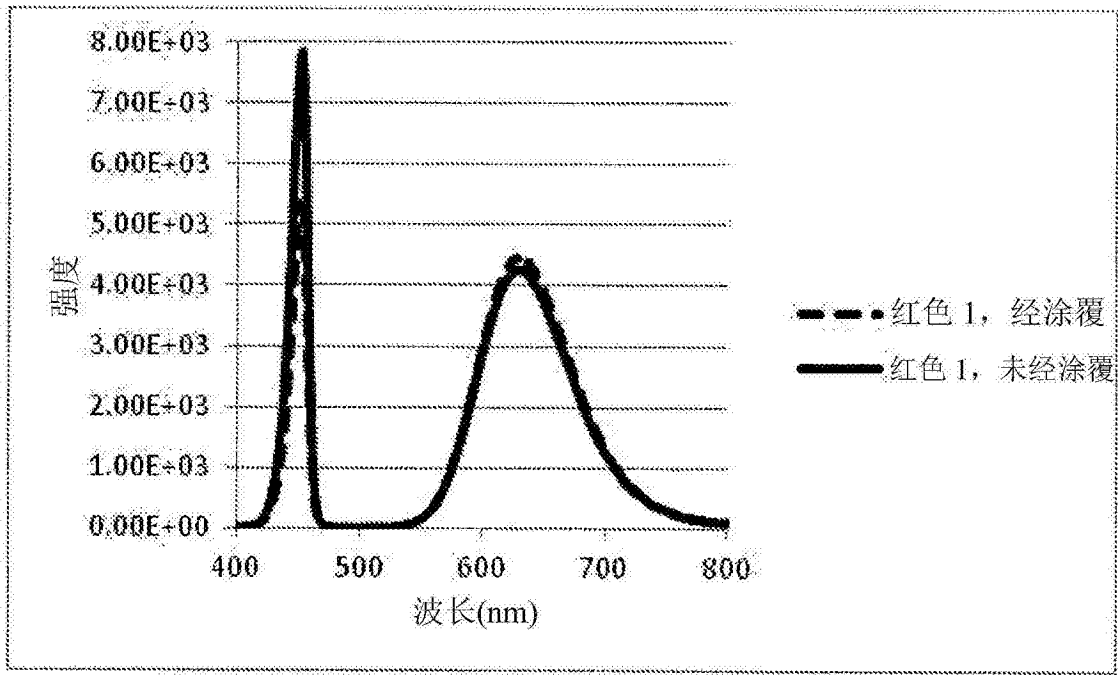


图3

亮度的可靠性测试(85°C/85%湿度)

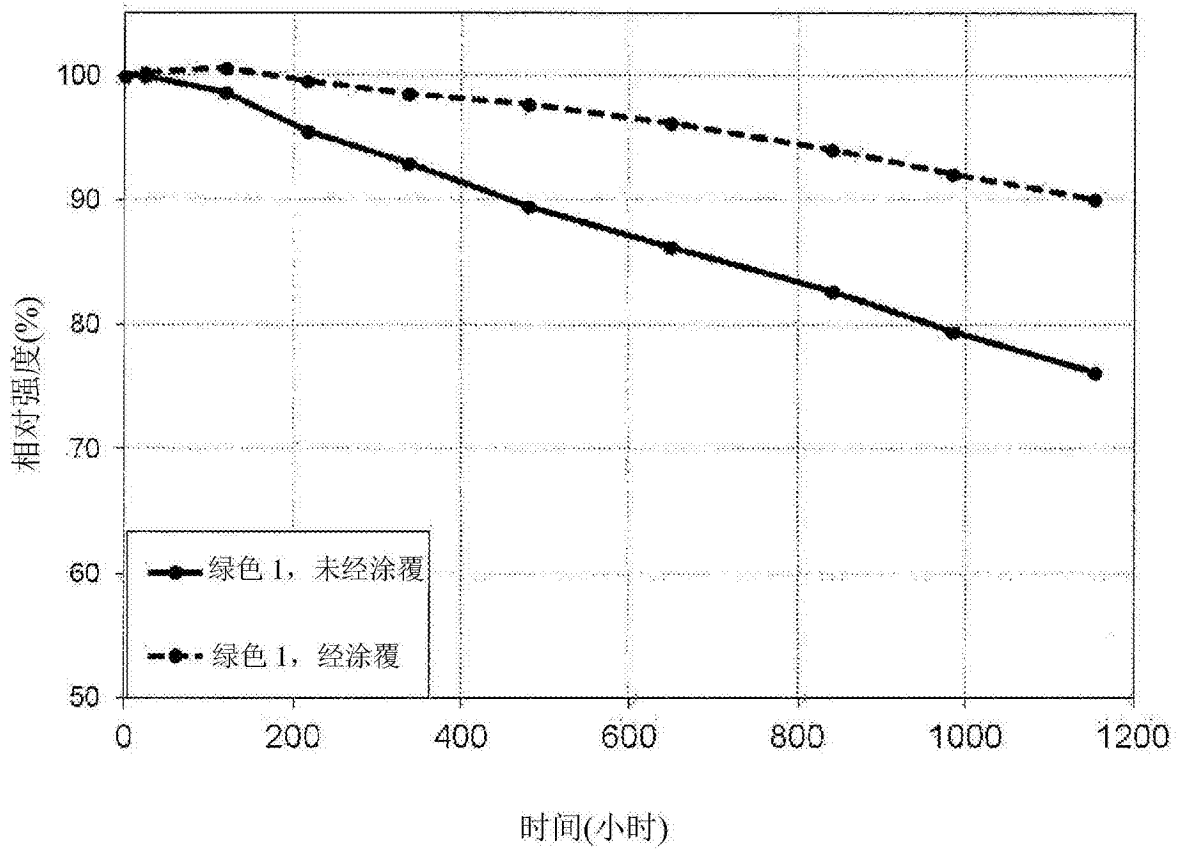


图4

CIE Δx 的可靠性测试(85°C/85%湿度)

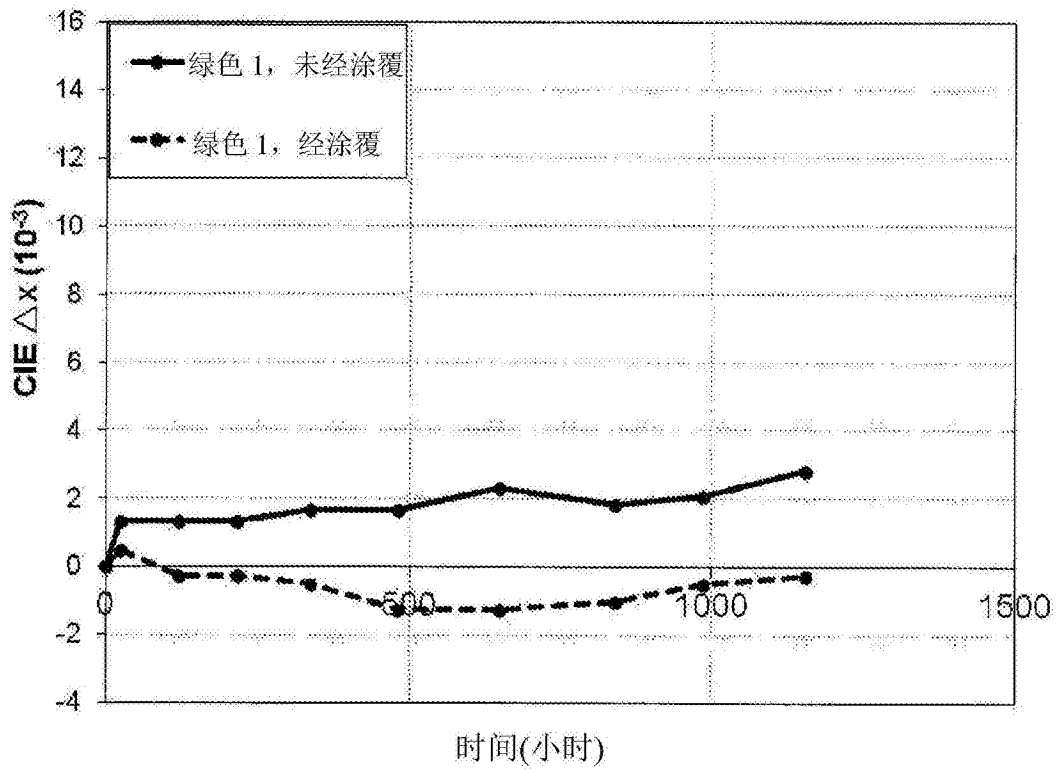


图5

CIE Δy 的可靠性测试(85°C/85%湿度)

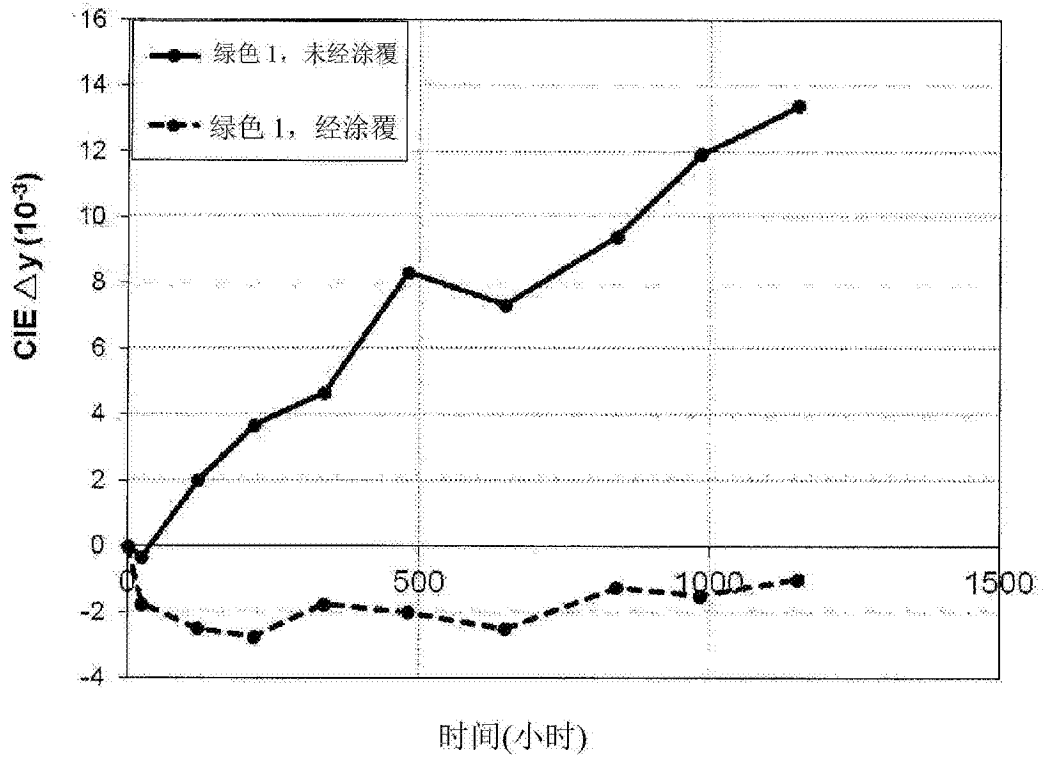


图6

亮度的可靠性测试(85°C/85%湿度)

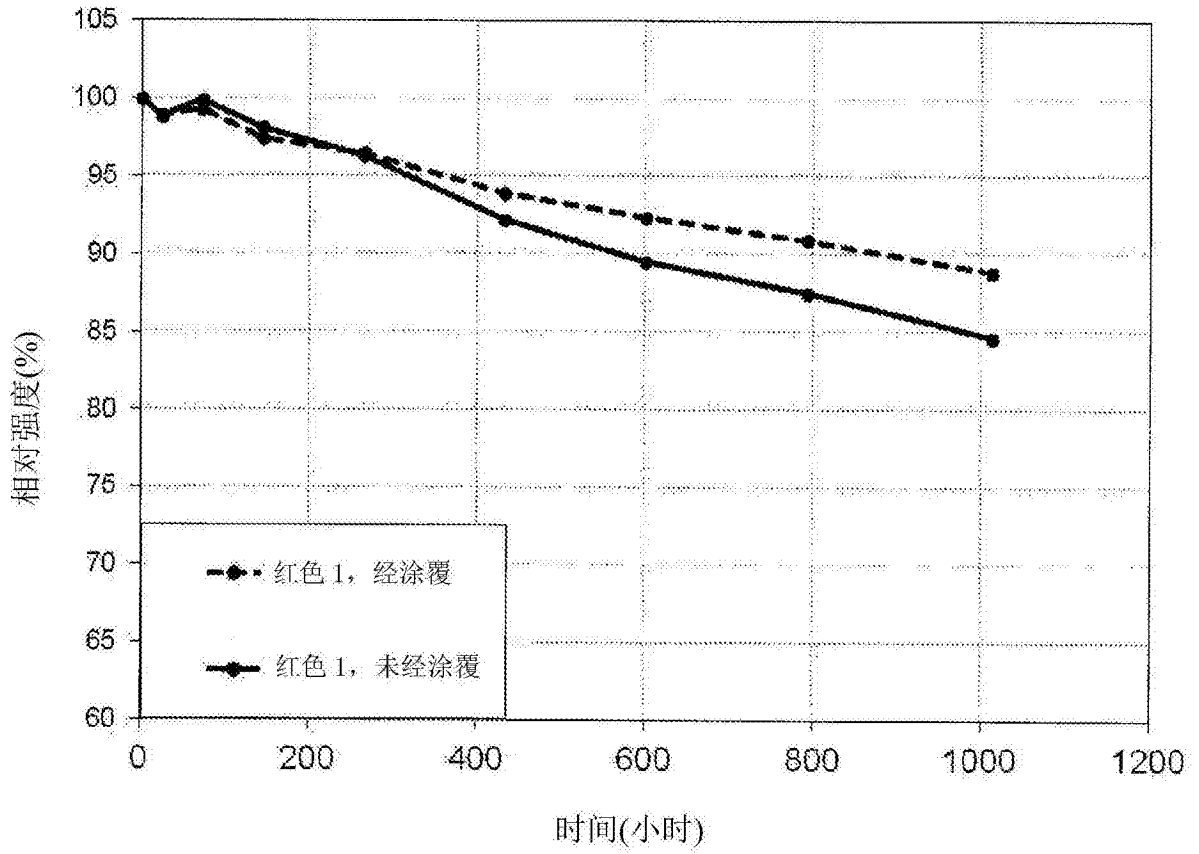


图7

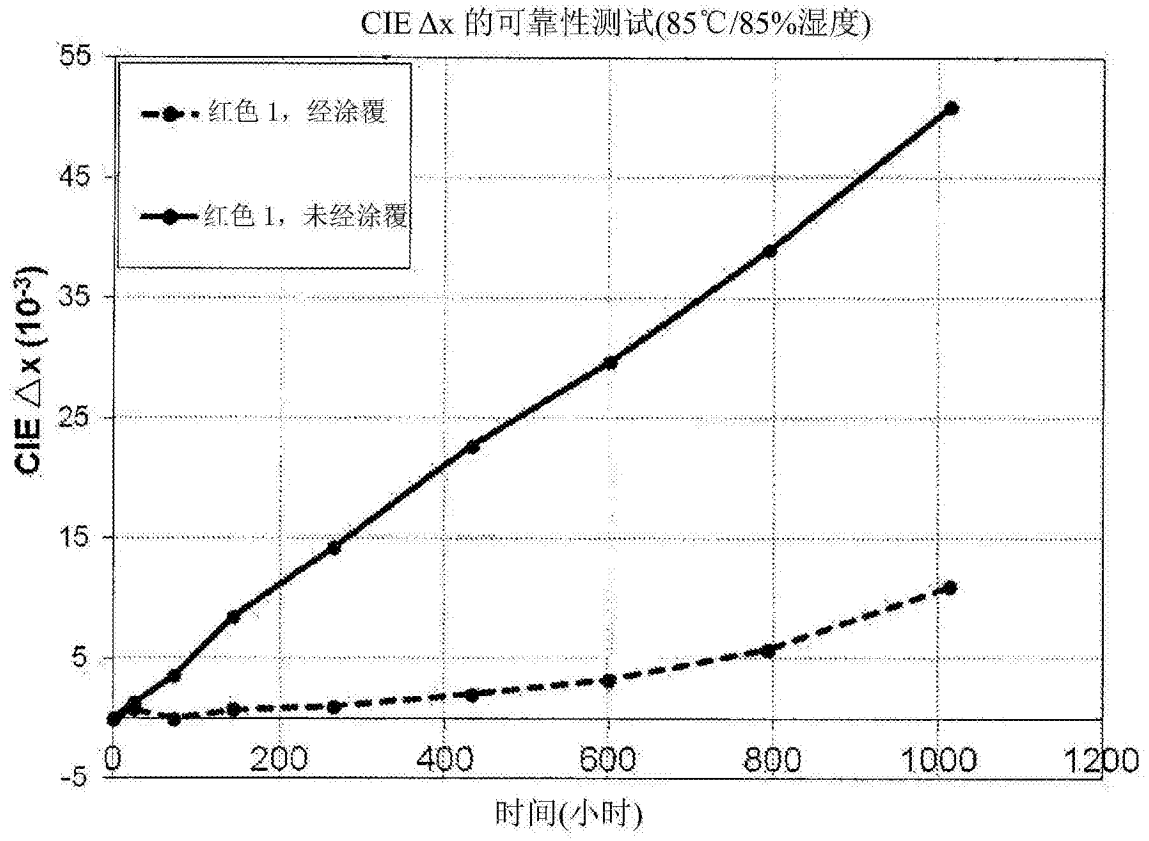


图8

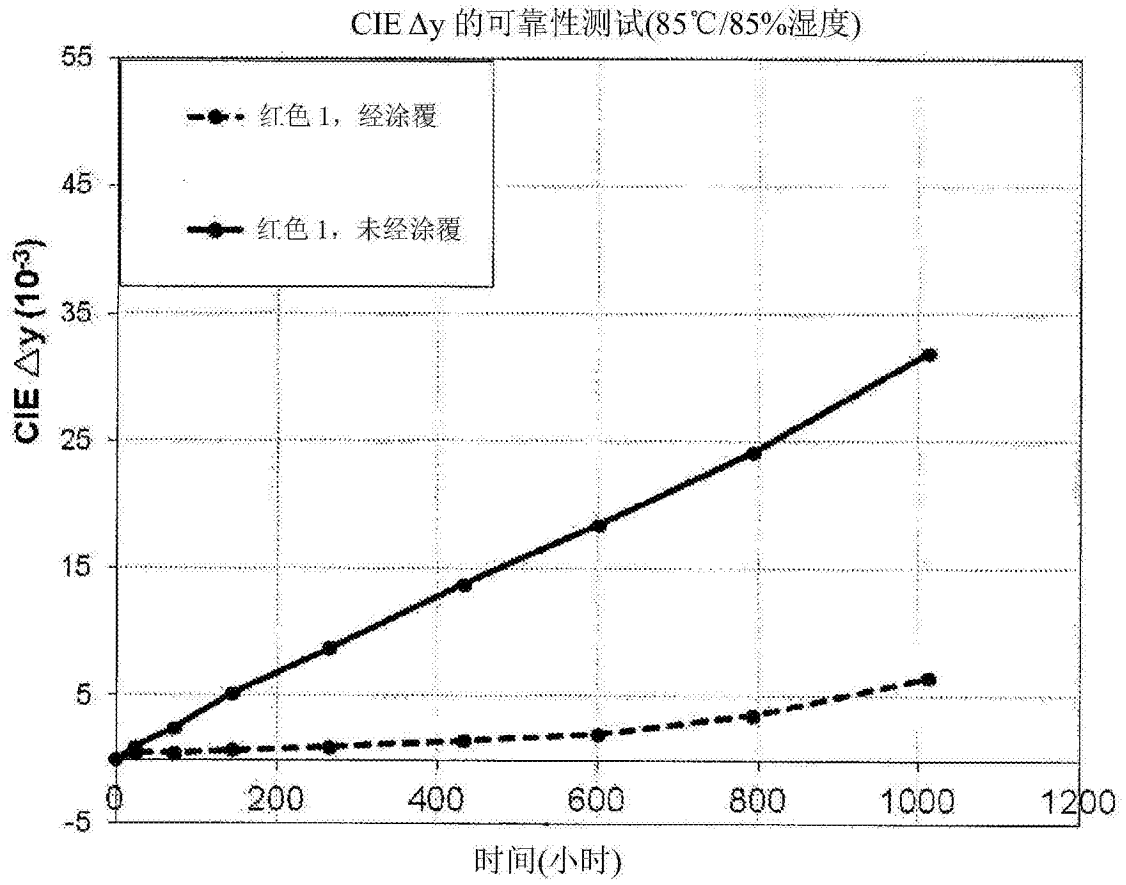


图9

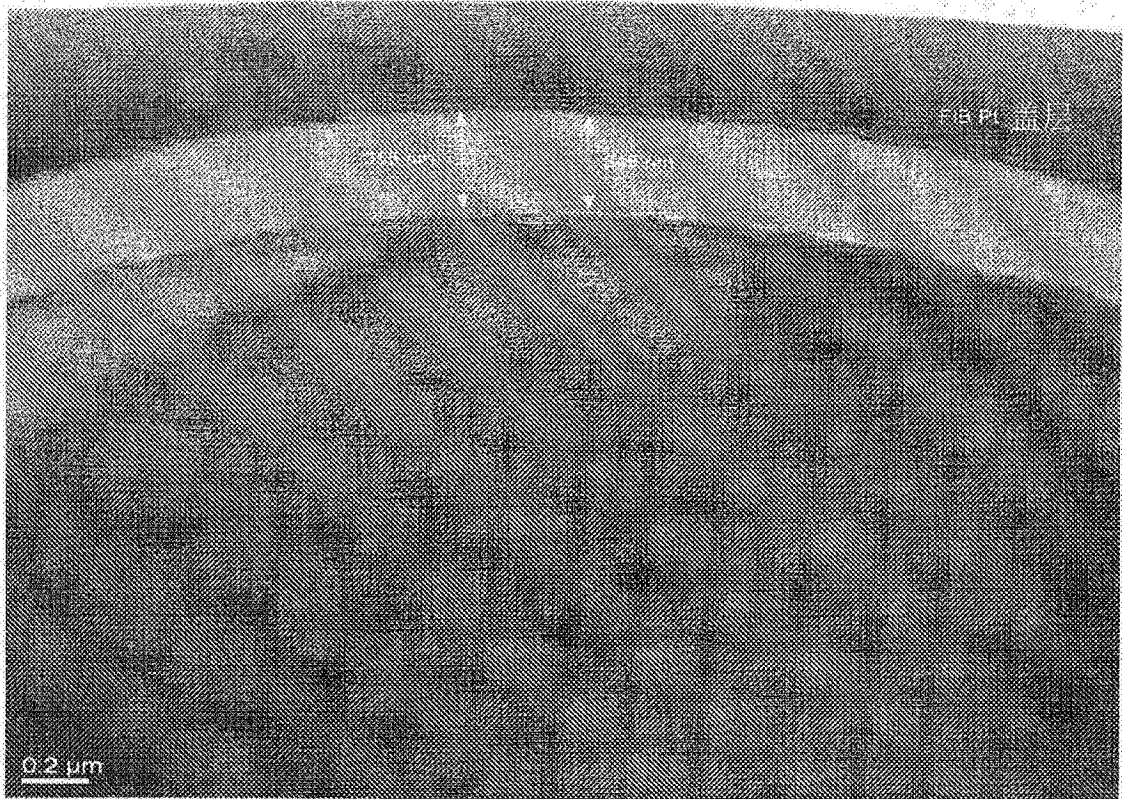


图10

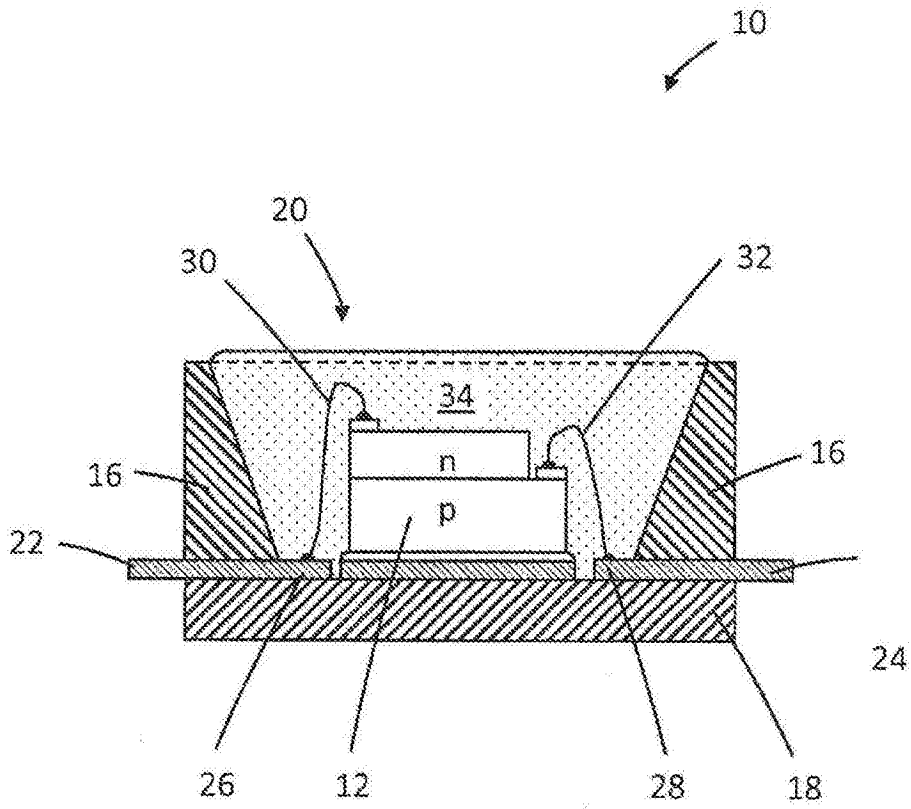


图11

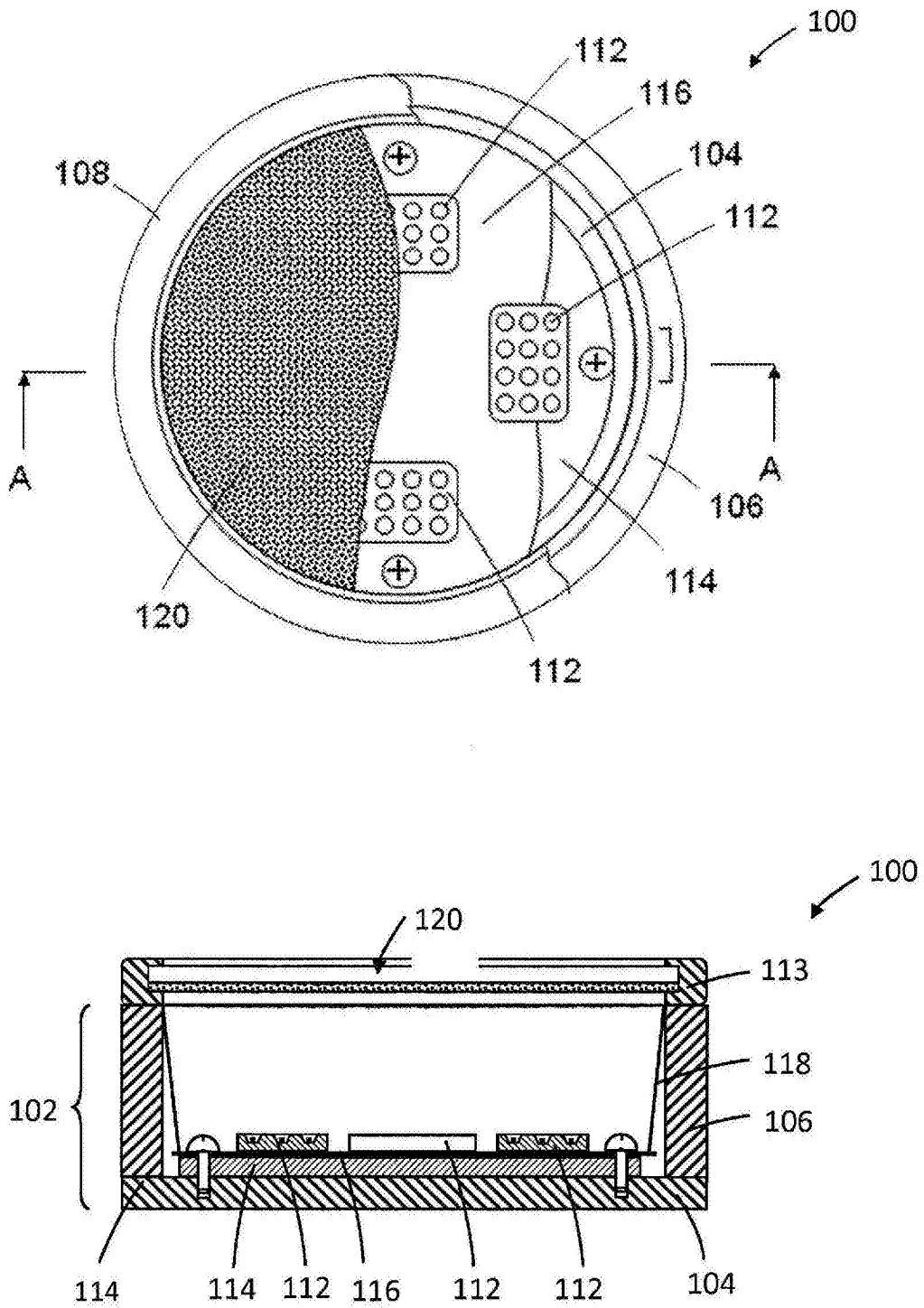


图12

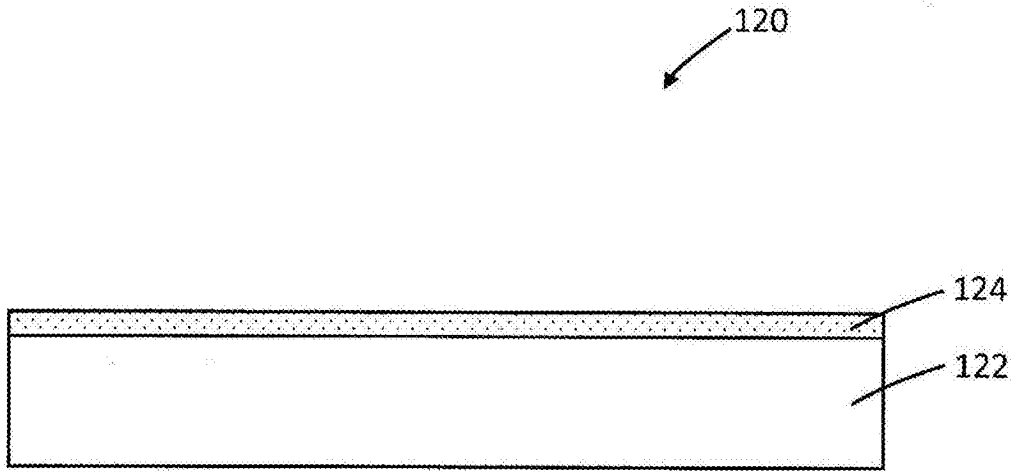


图13

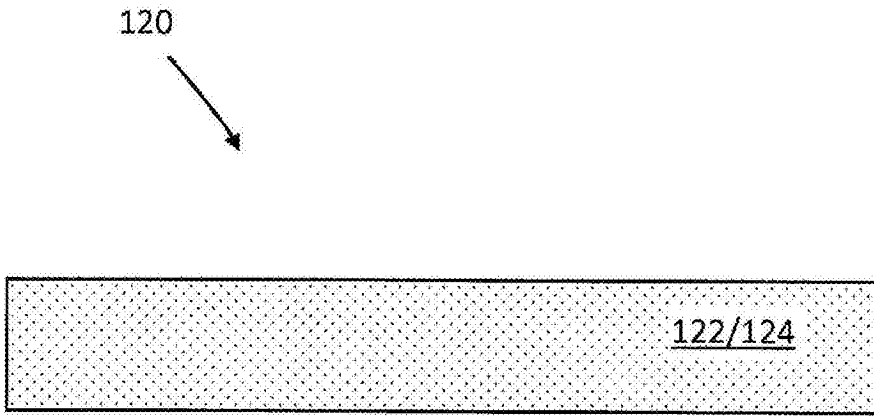


图14

专利名称(译)	具有厚且均匀的二氧化钛涂层的高度可靠的光致发光材料		
公开(公告)号	CN103975040B	公开(公告)日	2016-08-31
申请号	CN201280059761.3	申请日	2012-10-10
[标]申请(专利权)人(译)	英特曼帝克司公司		
申请(专利权)人(译)	英特曼帝克司公司		
当前申请(专利权)人(译)	英特美光电(苏州)有限公司		
[标]发明人	李依群 陈绪芳 谢宇铭		
发明人	李依群 陈绪芳 谢宇铭		
IPC分类号	C09K11/02 C09K11/70 H01L33/50		
CPC分类号	C09K11/025 C09K11/0883 C09K11/7734 F21Y2105/10 F21Y2115/10 H01L33/44 H01L33/501 H01L2224/48091 H01L2224/48247 H01L2224/48464 H01L2224/49107 H01L2224/73265 H01L2924/00014		
审查员(译)	李亚茹		
优先权	13/273166 2011-10-13 US		
其他公开文献	CN103975040A		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本文描述经涂覆的光致发光材料和制备所述经涂覆的光致发光材料的方法。更具体地，本文提供经二氧化钛涂覆的磷光体、制备经二氧化钛涂覆的磷光体的方法和包括经二氧化钛涂覆的磷光体的固态发光装置。

