



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0089337
(43) 공개일자 2008년10월06일

(51) Int. Cl.

C09K 11/58 (2006.01) *C09K 11/56* (2006.01)
C09K 11/64 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7013045

(22) 출원일자 2008년05월30일

심사청구일자 **없음**

번역문제출일자 2008년05월30일

(86) 국제출원번호 PCT/US2007/060539

국제출원일자 2007년01월15일

(87) 국제공개번호 WO 2007/087480

국제공개일자 2007년08월02일

(30) 우선권주장

60/766,543 2006년01월26일 미국(US)

(71) 출원인

오스람 실바니아 인코포레이티드

미국 매사추세츠 01923 댄버스 엔디콧 스트리트
100

(72) 발명자

관, 첸-웬

미국 펜실베니아 18840 세이레 샤론 애버뉴 126
랭, 투안미국 펜실베니아 18840 세이레 제이콥스 스트리트
86

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

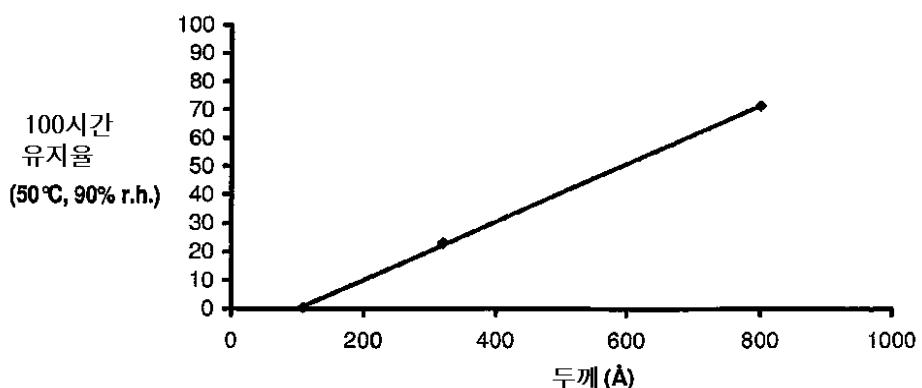
차윤근

전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 초기 명도가 높은 방습성 전계발광 인광물질 및 이의제조방법

(57) 요약

본 발명은 각 개별적 인광물질 입자가 원자 층 증착(ALD) 코팅법에 의해 적용된 무기 코팅 내에 캡슐화되어 있는 전계발광 인광물질이다. 바람직한 양태에서, 코팅은 알루미늄 옥시하이드록사이드이다. 캡슐화된 인광물질은 대기 수분에 대해 극도의 불감성을 나타내고 램프에서 초기 명도의 최소 손실률만을 나타낸다.

대 표 도 - 도3

(72) 발명자

코벨레스키, 조엔

미국 펜실베니아 18840 세이레 샌드라 애버뉴 214

슈왑, 프랭크

미국 펜실베니아 18848 토완다 박스 351 알.알.#3

벤자민, 데일

미국 펜실베니아 18810 아덴스 박스 230 알.알.#2

헵庠, 데이비드

미국 펜실베니아 18840 세이레 펜실베니아 애버뉴
205 엔.

특허청구의 범위

청구항 1

황화아연계 전계발광 인광물질의 개별 입자를 포함하는 전계발광 인광물질로서, 각 입자가 무기 코팅 내에 캡슐화되어 있고, 상기 인광물질은 50°C, 90% 상대습도 환경에서 100V, 400Hz로 작동되는 전계발광 램프에 도입되었을 때, 초기 명도 존속률이 적어도 95%이며, 100시간 유지율이 적어도 60%인 전계발광 인광물질.

청구항 2

제1항에 있어서, 100시간 유지율이 적어도 75%인 전계발광 인광물질.

청구항 3

제1항에 있어서, ZnS:Cu인 전계발광 인광물질.

청구항 4

제1항에 있어서, 무기 코팅이 알루미늄 옥시하이드록사이드인 전계발광 인광물질.

청구항 5

제4항에 있어서, 100시간 유지율이 적어도 75%인 전계발광 인광물질.

청구항 6

제4항에 있어서, ZnS:Cu인 전계발광 인광물질.

청구항 7

(a) 전계발광 인광물질 입자의 유동상을 형성시키는 단계;

(b) 상기 유동상 내로 제1 증기 상 전구체를 도입시키는 단계;

(c) 상기 유동상을 정화시키는 단계;

(d) 상기 유동상 내로 제2 증기 상 전구체를 도입시켜 제1 전구체와 반응시키고 인광물질 입자 위에 무기 코팅을 형성시키는 단계;

(e) 상기 유동상을 정화시키는 단계; 및

(f) 상기 단계 (a) 내지 (e)를, 최종 코팅 두께가 적어도 약 900Å에 도달할 때까지 반복하는 단계를 포함하여, 전계발광 인광물질을 캡슐화하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 제1 또는 제2 증기 상 전구체가 기화된 트리메틸알루미늄 또는 수증기이고, 코팅이 알루미늄 옥시하이드록사이드인 방법.

청구항 9

제7항에 있어서, 최종 코팅 두께가 적어도 약 1200Å인 방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 단계 (f) 중의 최종 코팅 두께가 단계 (a)부터 (e)까지 약 800 사이클을 반복한 후 달성되는 방법.

청구항 11

(a) ZnS:Cu 전계발광 인광물질 입자의 유동상을 형성시키는 단계;

(b) 상기 유동상 내로 기화된 트리메틸알루미늄을 도입시키는 단계;

- (c) 상기 유동상을 정화시키는 단계;
- (d) 상기 유동상 내로 수증기를 도입시켜 트리메틸알루미늄과 반응시키고 인광물질 입자 위에 알루미늄 옥시하이드록사이드 코팅을 형성시키는 단계;
- (e) 상기 유동상을 정화시키는 단계; 및
- (f) 상기 단계 (a) 내지 (e)를, 최종 코팅 두께가 적어도 약 900Å에 도달할 때까지 반복하는 단계를 포함하여, 전계발광 인광물질을 캡슐화하는 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 최종 코팅 두께가 적어도 약 1200Å인 방법.

청구항 13

제12항에 있어서, 단계 (f)에서 최종 코팅 두께가 단계 (a) 내지 (e)를 약 800 사이클 반복한 후 달성되는 방법.

청구항 14

제11항에 있어서, 기화된 트리메틸알루미늄이 단계 (d)에서 도입되고 수증기가 단계 (b)에서 도입되는 방법.

청구항 15

제14항에 있어서, 최종 코팅 두께가 적어도 약 1200Å인 방법.

청구항 16

제15항에 있어서, 단계 (f) 중의 최종 코팅 두께가 단계 (a)부터 (e)까지 약 800 사이클을 반복한 후 달성되는 방법.

청구항 17

황화아연계 전계발광 인광물질의 개별 입자를 포함하되, 각 입자가 알루미늄 옥시하이드록사이드 코팅 내에 캡슐화되어 있고, 이러한 인광물질이 초기 명도 준속률이 적어도 95%이고, CVD 코팅된 인광물질의 알루미늄 함량이 3.8중량%인 알루미늄 옥시하이드록사이드 코팅을 보유하는 CVD 코팅된 인광물질과 동등한 방습성을 보유하는, 코팅된 전계발광 인광물질.

청구항 18

제17항에 있어서, 코팅된 전계발광 인광물질의 알루미늄 함량이 1.6중량%인, 코팅된 전계발광 인광물질.

명세서

기술 분야

<1>

관련 출원에 대한 설명

<2>

본 출원은 2006년 1월 26일에 출원된 미국 특허 임시출원번호 60/766,543을 우선권 주장하는 출원이다.

<3>

본 발명은 전계발광 인광물질, 더 상세하게는 방습성이 되도록 처리된 전계발광 인광물질에 관한 것이다. 더욱 더 상세하게는, 본 발명은 수분에 의한 분해가 크게 감소되고 초기 명도가 높은 전계발광 인광물질에 관한 것이다.

배경 기술

<4>

전계발광(EL) 램프는 일반적으로 2가지 종류로 분류될 수 있다: (1) 보통 CVD 또는 스퍼터링과 같은 증착 기법을 이용하여 경성 유리 기판 위에 인광물질과 유전 물질의 막을 교대로 증착시켜 제조한 박막 EL 램프; 및 (2) 수지에 분산된 미립자 물질로 제조되고 플라스틱 시트 위에 교호 층으로 코팅되는 후막 EL 램프. 후자의 경우, 후막 전계발광 램프는 얇은 가요성 조명 기구로서 제작되어 더욱 광범위한 용도들에 적합하게 이용될 수 있다.

- <5> 종래 후막 EL 램프의 횡단면도는 도 1에 도시했다. 램프(2)는 2개의 유전층(20 및 22)을 보유한다. 흑연과 같은 제1 전도성 물질(4)은 플라스틱 막(12b) 위에 코팅되어 램프(2)의 제1 전극을 형성하고(이 전극은 또한 금속 박을 포함할 수 있다); 이에 반해 인듐 틴 옥사이드와 같은 투명한 전도성 물질의 박층(6)은 제2 플라스틱 막(12a) 위에 코팅되어 제2 전극을 형성한다. 두 전도성 전극(4) 및 (6) 사이에는 시아노에틸 셀룰로스, 시아노에틸 스타치, 폴리(메틸메타크릴레이트/에틸아크릴레이트) 및/또는 폴루오로카본 폴리머 등일 수 있는 유전 물질(14)의 2 층(20 및 22)이 샌드위치되어 있다. 제1 전극(4) 옆에는 강유전성 물질(10), 바람직하게는 바륨 티타네이트의 입자가 매립되어 있는 유전 물질 층(14)이 위치한다. 제2 전극(6) 옆에는 전계발광 인광물질(8)의 입자가 매립되어 있는 유전 물질 층(14)이 위치한다. 이러한 전극들에 교류 전압이 적용되면, 인광물질로부터 가시광이 방출한다.
- <6> 후막 EL 램프에 이용할 수 있는 전계발광 인광물질은 다양한 활성체(activator), 예컨대 Cu, Au, Ag, Mn, Br, I 및 Cl이 혼입된 황화 아연으로 주로 구성된다. 황화 아연계 EL 인광물질의 예는 미국 특허 5,009,808, 5,702,643, 6,090,311 및 5,643,496에 기술되어 있다. 바람직한 EL 인광물질에는 Cl 및/또는 Mn이 함께 혼입될 수 있는 ZnS:Cu 인광물질이 있다.
- <7> 전계발광 인광물질, 구체적으로 ZnS:Cu 인광물질의 명도는 전기장의 적용 동안 수분의 존재로 인해 크게 저하한다. 황화 아연계 인광물질의 명도 저하는 다음과 같은 반응에 의해 생겨나는 황 빈격자점(vacancy)의 증가로 일어난다:
- <8>
- $$\text{ZnS} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SO}_2 + \text{Zn} + 2\text{H}_2$$
- <9> 황은 SO₂ 형태로 인광물질로부터 이탈하고; 결과적으로, 황 빈격자점과 아연만이 인광물질에 남는다.
- <10> 따라서, EL 램프의 발광을 지속시키기 위해서는 방습 대책을 마련하는 것이 중요하다. 일반적으로, EL 인광물질의 각 입자는 수분에 의한 분해 내성을 향상시키기 위해 무기 코팅으로 캡슐화된다. 이러한 코팅의 예는 미국 특허 5,220,243, 5,244,750, 6,309,700 및 6,064,150에 기술되어 있다. 이러한 무기 코팅은 인광물질 입자가 가스 유동 상 내에 혼탁되어 있는 동안 화학증착(CVD) 반응을 통해 형성된다. 일반적으로, 인광 입자의 표면에는 훈지만 연속적인 코팅이 중착되고, 이로 인해 대기 수분이 영향으로부터 인광 입자가 보호된다.
- <11> EL 인광물질의 바람직한 코팅은 트리메틸알루미늄(TMA)의 가수분해로부터 일어난다. 가수분해된 TMA 코팅 및 CVD 방법은 본원에 참고인용되는 미국 특허 5,080,928 및 5,220,243에 기술되어 있다. 가수분해된 TMA 코팅의 조성은 주로 알루미늄 옥시하이드록사이드(AlOOH)인 것으로 생각되지만, 반응 조건에 따라서 알루미늄 옥사이드와 알루미늄 하이드록사이드 간에 조성은 변화될 수 있다. 편리함을 위해, 가수분해된 TMA 코팅의 조성은 이하 알루미늄 옥시하이드록사이드(AlOOH)라고 할 것이지만, 이는 모든 조성 범위의 알루미늄 옥사이드(Al₂O₃) 대 알루미늄 하이드록사이드(Al(OH)₃)를 포함하는 것으로 생각되어야 한다. TMA와 물의 반응은 다음과 같이 나타낼 수 있다:
- <12>
- $$\text{Al}(\text{CH}_3)_3 + (3+n)/2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{AlO}_{(3-n)/2}(\text{OH})_n + 3\text{CH}_4 \quad (0 \leq n \leq 3)$$
- <13> 도 2는 50°C, 90% 상대습도 하에 EL 램프에서 작동하는 종래 AlOOH CVD 코팅된 EL 인광물질에 존재하는 알루미늄 함량(코팅 두께)의 함수로서 100시간 유지율을 도시한 그래프이다. 여기서 볼 수 있듯이, 약 3.8wt% 알루미늄에 해당하는 코팅 두께(코팅된 인광물질 총 중량의 백분율로서)는 종래의 CVD 방법의 경우에는 초기 명도 준속률과 높은 방습성의 최적 조합에 해당하는 코팅 두께를 나타낸다. 본 명세서에 사용된, 100시간 유지율은 100시간 광 출력량을 0시간 광 출력량으로 나눈 다음 100%를 곱한 값, 즉 (100시간/0시간) x 100%로서 정의되는 값이다. CVD 캡슐화된 EL 인광물질은 무코팅 인광물질에 비해, 코팅 공정의 결과로서 초기 명도의 상당한 손실을 항상 일으킨다. 이러한 감소는 외측 코팅의 존재로 인해, 인광물질 입자 내부에 전기장이 감소하여 일어날 수 있는 것으로 생각된다.
- <14> 발명의 개요
- <15> 본 명세서에 사용된, 초기 명도(IB)란 용어는, 램프가 최초로 작동할 때 전계발광 램프에 존재하는 인광물질의 명도를 의미한다. 측정이 실시되고 램프의 광 출력이 안정화되기 위해서는 수 분의 짧은 기간이 소요될 수 있다. 이 역시 0시간 명도라고 불린다. 수분에 의한 분해로 인해 일어나는 명도의 급속한 감소로 인해, 무코팅 인광물질을 함유하는 EL 램프는 초기 명도를 측정하기 위해 방습 패키지(package)에 적층시키는 것이 바람직하다. 코팅된 EL 인광물질의 초기 명도 준속률(RIB)은 백분율로서 나타내며, 동일한 조건 하에 EL 램프에서 작동

되는, 무코팅 상태인 동일한 EL 인광물질의 초기 명도에 대하여 측정한다: $RIB = (IB(\text{코팅})/IB(\text{무코팅})) \times 100\%$. 본 발명의 코팅된 EL 인광물질은 초기 명도 준속률이 적어도 95%인 것이 바람직하다.

<16> 원자 층 증착(ALD)은 종래의 CVD 방법보다 EL 인광물질 입자 위에 더 얇은 코팅을 제공하면서, 이와 동시에 더 높은 초기 명도 수준 및 동등한 방습 수준을 유지시킬 수 있는 것으로 밝혀졌다. ALD는 증착 공정 동안 원자 수준의 조절이 가능하기 때문에 바람직한 박막 증착 기술이다. ALD 코팅은 밀착성(conformality), 균일성, 반복성 및 정확한 두께 조절과 같은 많은 우수한 특징을 보유한다. 사실상, ALD는 2가지 화학적 증기 전구체가 반응기에서 동시에 증기 상으로 존재하지 않는 방식으로 증착 시스템에 주기적으로 사출되는 2가지 화학적 증기 전구체를 이용하는 특별한 타입의 CVD이다. 이와 같이 수행하는 목적은 전구체가 ALD 증착 동안 기체 상에서가 아닌 기판 위에서 반응하도록 하기 위해서다. ALD 코팅 공정의 예는 본원에 참고인용되는 미국 특허 6,913,827 및 6,613,383에 기술되어 있다.

<17> ALD 증착 공정에서, 하나의 전구체는 단층으로서 표면에 흡착된다; 이 시스템은 그 다음 과량의 전구체를 제거하기 위해 정화된다; 흡착된 물질과 반응하도록 제2 전구체를 주입한다; 그 다음 시스템은 다시 정화된다. 각 전구체 펄스 후 시스템의 정화에는 운반 기체 흐름(보통 N_2)과 진공 펌프가 이용된다. ALD 증착 사이클은 각 전구체의 투입 시간을 10 내지 20초 정도로 하여, 필요한 막 두께가 달성될 때까지 반복한다. 이것은 반도체 소자상의 높은 종횡비 특징(feature)과 같은 매우 복잡한 표면 위에 매우 균일한 증착을 유도한다. 이 반응은 자기제어성이며 일반적으로 성장 속도는 1사이클당 0.1 내지 1.5 Å 정도이어서 결점이 매우 적은 막이 수득된다. 코팅은 대부분 한번에 하나의 단층으로 형성되기 때문에, ALD는 종래 CVD 방법보다 더 치밀한 코팅을 달성할 가능성이 더 크다.

<18> ALD에 의해 적용된 알루미늄 옥시하이드록사이드 코팅에서는 코팅 두께가 적어도 약 900 Å, 더욱 바람직하게는 약 1200 Å이어야 EL 인광물질을 수분 유도 분해로부터 효과적으로 보호하는 것으로 확인되었다. 약 1200 Å의 두께를 달성하기 위해서는 800회 정도의 ALD 증착을 수행해야 한다. ALD 코팅된 인광물질의 초기 명도 준속률은 적어도 95%이고, 100시간 유지율은 50°C, 90% 상대습도 하에 EL 램프에서 작동될 때 적어도 60%인 것이 바람직하다. 특히, 초기 명도 준속률이 적어도 95%이고, 100시간 유지율이 50°C, 90% 상대습도 하에 EL 램프에서 작동될 때 적어도 75%인 것이 바람직하다. A100H가 바람직한 코팅이지만, 다른 무기 코팅도 유사한 장점을 나타내면서 전계발광 인광물질 위에 ALD에 의해 적용될 수 있을 것으로 생각된다. 이러한 다른 무기 코팅에는 질화알루미늄, 이산화규소 및 이산화티탄이 있으나, 이에 국한되는 것은 아니다.

발명의 상세한 설명

<22> 다른 추가 목적, 장점 및 역량과 함께 본 발명의 더욱 상세한 이해를 위해, 전술한 도면과 관련하여 기술한 다음 상세한 설명과 후속 청구의 범위를 참조한다.

<23> 본 발명은 각각의 인광물질 입자가 원자 층 증착(ALD) 코팅법으로 적용된 무기 코팅에 캡슐화되어 있는 전계발광 인광물질이다. 바람직한 양태에서, 코팅은 알루미늄 옥시하이드록사이드이다. 캡슐화된 인광물질은 대기 수분에 극도의 불감성을 나타내고, 램프에서 초기 명도의 손실이 최소이다.

<24> 구체적으로, 본 발명의 방법은 유동 상에서 ALD 방법을 이용하여 무기 막으로 코팅되는 EL 인광물질 입자를 수반한다. 바람직한 방법에서, ALD 코팅은 인광물질 입자의 유동 상 내로 증기화된 트리메틸알루미늄(TMA)과 수증기 투입량을 ABAB...순서로 교대로 연속 도입시켜 알루미늄 옥시하이드록사이드 막을 한번에 거의 하나의 단층으로 인광물질 입자의 표면에 증착시킴으로써 형성된다. 이러한 두 전구체들은 불활성 운반 기체 중에서 코팅 반응기 내로 순차로 펄싱되고, 각 펄스 사이에 증기 상 반응을 방지하기 위해 정화가 실시된다. 유동 상 반응기는 450K, 1토르(torr) 압력으로 유지된다. 각 전구체 펄스 쌍(1 사이클)은 거의 단층의 막을 생산하기 때문에, 최종 막의 두께는 증착 사이클의 횟수로 정확하게 조절할 수 있다.

<25> 코팅 두께는 인광물질 위에 증착된 알루미늄의 양과 상관성이 있을 수 있다. 코팅 두께는 참조 물질로서 표준 Ta_2O_5 막과 SNMS(Sputtered Neutral Mass Spectroscopy) 측정법을 이용하여 평가한다. 50°C/90% 상대습도 조건 하에서 EL 램프에 필요한 100시간 유지율을 충족시키기 위해, ALD 공정은 증착된 알루미늄의 총 양이 적어도 1.6wt%에 이를 때까지 약 800 사이클 동안 계속되어야 하는 것이 바람직하다.

<26> 본 발명은 이하 실시예를 참조로 더 상세히 설명될 것이다. 하지만, 이 구체적 실시예는 본 발명을 제한하는 어떠한 수단도 아니라는 것을 알고 있어야 한다.

실시 예

<27>

후막 전계발광 시험 램프는 다음과 같은 일반적인 방법으로 제작한다. 인광물질을 결합제(DuPont Microcircuit Materials Luxprint 8155 결합제)와 혼합한다. 액체 결합제 내의 인광물질의 백분율은 60wt%이다. 인광물질 혼탁액은 CP 필름즈(Films) 사에서 입수할 수 있는 OC-200과 같은, 투명한 전도성 인듐-산화주석 층을 보유하는 0.0065 내지 0.0075in 두께의 PET 막 위에 스크린 인쇄한다. 폴리에스테르 스크린은 1인치당 137 또는 140개의 실을 보유한다. 건조 후, 인광물질 층 위에 적용되고 적용 사이에 건조되는, 바륨 티타네이트 충전된 유전성 잉크(DuPont Microcircuit Materials Luxprint® 8153 Electroluminescent Dielectric Insulator)를 2회 적용하여 유전층을 제조한다. 유전층을 건조한 후, 이 유전층 위에 후면 탄소 전극(DuPont Microcircuit Materials Luxprint® 7144 Carbon Conductor)을 적용한다. 이러한 층들을 전계발광 램프에 적용하는 바람직한 방법은 "슬크 스크리닝"이라고도 불리는 스크린 인쇄다. 하지만, 드로우 블레이드 코팅 및 로울 대 로울 코팅과 같은 다른 코팅 기술도 성공적으로 사용될 수 있다. 건조 후, 전계발광 램프는 명도 및 유지율 검사를 위해 준비한다. 가습실에서 검사되는 램프는 이 램프에 액체인 물이 유입되지 않도록 후면 탄소 전극이 보호될 필요가 있다. 이러한 경우에는 얇은 감압 접착제 테이프(3M Scotch 821 테이프)를 탄소 전극에 적용한다.

<28>

실시예 1

<29>

녹색 발광성 ZnS:Cu 전계발광 인광물질(Type 728, OSRAM SYLVANIA Products, Inc., Towanda, PA) 약 200g을, ALD 코팅을 위해 진탕되는 유동 상 반응기에 주입한다. 유동 상 반응기는 기체 분배기로서 다공성 금속 디스크를 구비한 스테인레스 강 컬럼이다. 유동 기체로서 고순도 질소를 사용했다. 전체 반응기를 조개껍질형 노에 씌워서 반응기 온도를 450K로 유지시켰다. 트리메틸알루미늄(TMA)과 탈이온수를 전구체로서 사용하고 반응을 2가지 자기 제어성 반쪽반응으로 나누어 알루미늄 옥시하이드록사이드 코팅을 중착시켰다. 코팅 사이클 동안 전구체의 자동 연속 용량주입은 일련의 기압 활성화 벨브로 조절했다. 두 전구체는 모두 각각의 증기압을 통해 전달했고, 시스템은 탈기시키고 항상 1.0 Torr의 낮은 압력으로 유지시켰다. 각 전구체 주입 후, 시스템은 질소로 세척하여 미반응 좋은 물론 반응 동안 형성된 임의의 메탄을 제거했다. 반응기의 상부에는 비산(elutriation)을 감소시키기 위한 필터가 존재하기 때문에, 각 사이클 후 필터에 수집된 분말을 필터로부터 방출시키기 위해 역류(blowback) 단계를 사용한다. 인광물질은 100회 코팅 사이클 동안 코팅했다.

<30>

실시예 2

<31>

본 실시예 중의 인광물질은 코팅 사이클의 횟수를 300회로 증가시킨 것을 제외하고는 실시예 1에서와 같이 제조했다.

<32>

실시예 3

<33>

본 실시예 중의 인광물질은 코팅 사이클의 횟수를 600회로 증가시킨 것을 제외하고는 실시예 1에서와 같이 제조했다.

<34>

실시예 1 내지 3에서 사용된 것과 같은 무코팅 인광물질로 제조된 종래의 CVD 코팅된 인광물질은 ALD 코팅된 샘플과 비교하기 위한 대조군으로서 제조했다. CVD 코팅은 기화된 TMA와 수증기 전구체를, 대기압과 450K로 유지되는 유동 상 반응기 내로 동시에 도입시켜 적용했다.

<35>

후막 전계발광 시험 램프는 캡슐화된 인광물질은 물론 무코팅 인광물질을 함유하는 것으로 제조했다. 무코팅 인광물질을 함유하는 대조 램프는 특별히 허니웰 잉크(Honeywell Inc.) 사의 불투수성(water-impermeable) 투명 막인 ACLAR로 포장하여 무코팅 인광물질의 수분 민감성이 최소화될 수 있도록 했다. 캡슐화된 인광물질을 함유하는 동일한 램프는 2가지 환경에서 100시간 동안 100V, 400Hz 하에 작동시켰다. 램프 시험 #1에서, 조건은 21 °C, 50% 상대습도였다. 램프 시험 #2에서, 가속화된 환경 시험은 50°C, 90% 상대습도인 가습실에서 수행했다. 이 램프들의 시험 결과는 표 1에 정리했다. ALD 코팅된 인광물질의 알루미늄 함량은 코팅된 총 인광물질 중량의 백분율(Al wt%)로서 나타내고, 대략적인 코팅 두께도 옹스트롬으로 나타냈다.

<36>

표 1에서 볼 수 있듯이, ALD 코팅된 EL 인광물질의 100시간 유지율은 코팅 사이클의 횟수 증가에 의해 성취되는 코팅 두께의 증가에 따라 증가한다. 하지만, 600사이클 ALD 코팅된 인광물질의 100시간 유지율은 가속화된 환경 시험(50°C, 90% r.h.)에서 표준 CVD 코팅된 인광물질의 100시간 유지율보다 약 10% 더 낮았다. 도 3에서와 같이 100시간 유지율에 대한 ALD 코팅 두께를 그래프로 작도하여, 코팅 두께가 900Å인 ALD 코팅된 인광물질이 CVD 코팅된 대조군과 유사한 100시간 유지율 성능을 달성할 수 있는 것으로 추정되었다.

표 1

<37>

램프 시험	램프 속성	무코팅된 인광물질 대조군	표준 CVD 코팅된 대조군	ALD 100 사이클	ALD 300 사이클	ALD 600 사이클
	CIE x 좌표	0.178	0.179	0.180	0.177	0.179
	CIE y 좌표	0.453	0.457	0.461	0.456	0.456
1	0hr , cd/m ²	106.2	84.5	100.5	101.9	102.3
1	초기 명도 존속률, 0hr , %	100	79.6	94.6	96.0	96.3
1	24hr , cd/m ²	97.4	78.4	67.2	95.0	95.6
1	100hr , cd/m ²	88.6	73.1	37.1	77.9	89.6
2	0hr , cd/m ²		76.4	90.8	90.8	99.0
2	100hr , cd/m ²		61.7	0.3	20.9	70.6
2	유지율% 100hr /0hr		80.8	0.3	23.0	71.3
	Al, 코팅 wt%		3.6	0.18	0.45	1.2
	SNMS 코팅 두께 (Å)		2080	110	320	800

<38>

실시예 4

<39>

본 실시예의 인광물질은 코팅 사이클의 횟수를 800회로 증가시키고 인광물질이 다른 녹색 발광성 ZnS:Cu 전계발광 인광물질 (Type 729, OSRAM SYLVANIA Products Inc., Towanda, PA)인 것을 제외하고는 실시예 1에서와 같이 제조했다. 이러한 ALD 코팅된 인광물질 및 동일한 인광물질에 CVD 코팅하여 제조한 대조군의 램프 데이터 및 분석 결과는 이하 표 2에 제시하여 비교했다. CVD 코팅된 대조군의 코팅 두께(3.8wt% Al)는 높은 100시간 유지율과 초기 명도 존속률 측면에서 이 인광물질의 최적 두께인 것으로 생각되었다.

<40>

코팅 사이클의 횟수를 800회로 증가시켜, ALD 코팅된 인광물질 위에 알루미늄 코팅 중량을 1.6wt%로 증가시켰다. SNMS 측정에 기초하여, 800회 인광물질 위의 Al100H 코팅 두께는 1160Å인 것으로 추정되었고, 이것은 표준 CVD 코팅된 EL 인광물질 두께의 약 절반이었다. 이와 같이 ALD 코팅된 인광물질 및 CVD 코팅된 대조군은 램프에서 거의 동일한 100시간 유지율을 나타낸다. 하지만, ALD 코팅된 EL 인광물질은 초기 명도의 약 96%를 유지하는 반면, CVD 코팅된 인광물질은 초기 명도의 80%만을 유지했다.

표 2

<41>

램프 시험	램프 속성	무코팅된 인광물질 대조군	표준 CVD 코팅된 대조군	ALD 800 사이클
	CIE x 좌표	0.181	0.184	0.180
	CIE y 좌표	0.464	0.478	0.462
1	0hr , cd/m ²	100.7	80.4	96.4
1	초기 명도 존속률, 0hr , %	100	79.8	95.7
1	24hr , cd/m ²	92.8	74.5	90.0

1	100hr , cd/m ²	85.5	69.2	83.1
2	0hr , cd/m ²	--	74.6	90.3
2	100hr , cd/m ²	--	56.8	69.4
2	유지율% 100hr/0hr	--	76.1	76.9
	Al, 코팅 wt%	--	3.8	1.6
	SNMS 코팅 두께(Å)	--	2000	1160

<42> 본 발명의 바람직한 양태들은 현재 연구되고 있는 것을 제시하여 설명한 것이지만, 당업자에게는 첨부되는 청구의 범위에 의해 한정되는 바와 같은 본 발명의 범주에서 벗어나지 않는 다양한 변화와 변형이 가능할 수 있다는 것이 자명하다.

도면의 간단한 설명

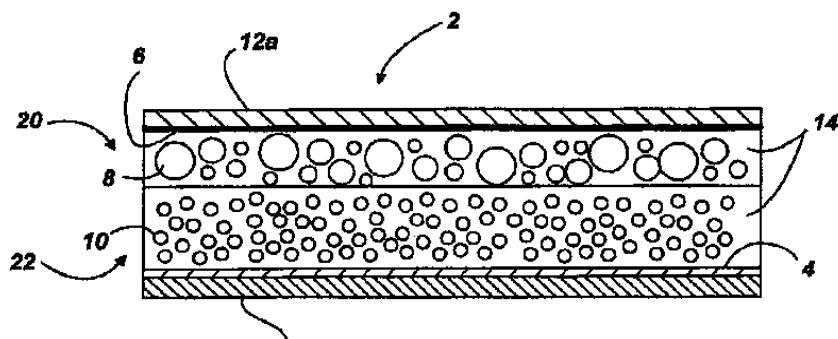
<19> 도 1은 종래 후막 EL 램프의 획단면도이다.

<20> 도 2는 50°C, 90% 상대습도 하에 EL 램프에서 작동되는 종래 CVD 코팅된 EL 인광물질의 알루미늄 함량의 함수로서 100시간 유지율을 도시한 그래프이다.

<21> 도 3은 본 발명의 ALD 방법으로 만든 코팅된 인광물질의 코팅 두께에 대한 100시간 유지율을 도시한 그래프이다.

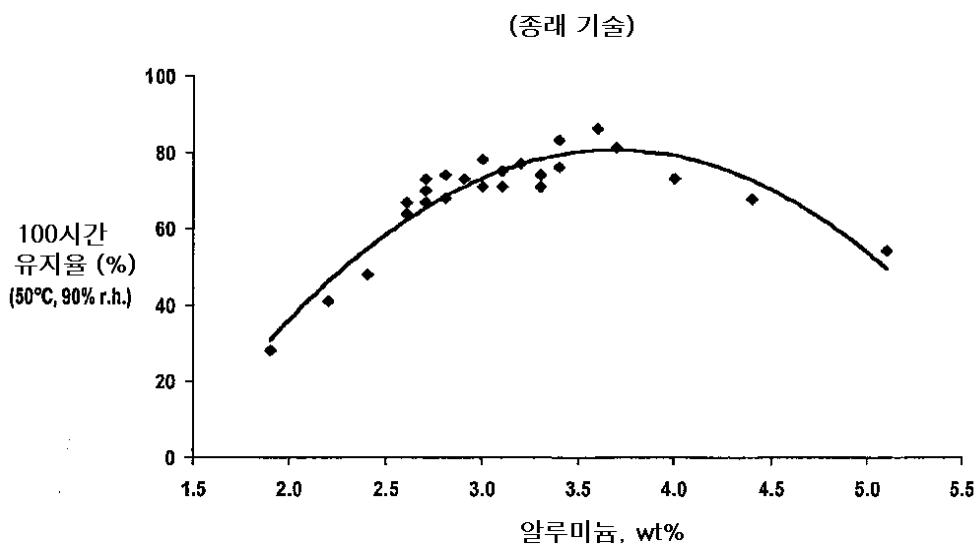
도면

도면1

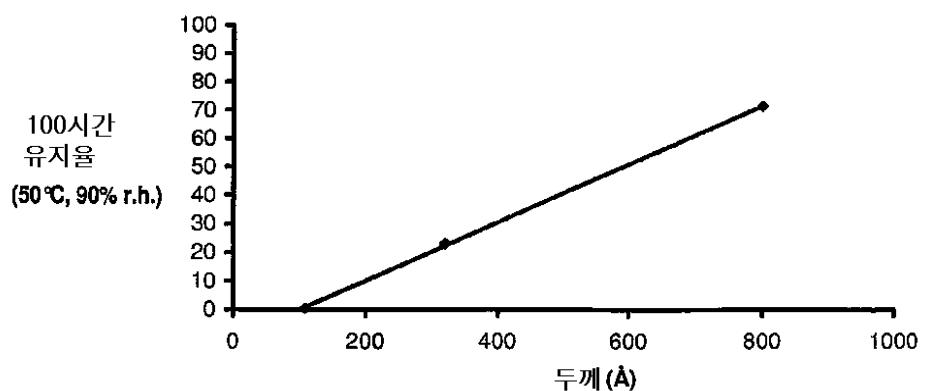


(종래 기술)

도면2



도면3



专利名称(译)	具有高初始亮度的防潮电致发光磷光材料及其制造方法		
公开(公告)号	KR1020080089337A	公开(公告)日	2008-10-06
申请号	KR1020087013045	申请日	2007-01-15
[标]申请(专利权)人(译)	环球钨和粉末公司 •全球钨粉粒尺寸		
申请(专利权)人(译)	全球钨粉和大鼻子.		
当前申请(专利权)人(译)	全球钨粉和大鼻子.		
[标]发明人	FAN CHEN WEN 판천웬 DANG TUAN 댕투안 COVELESKIE JOAN 코벨레스키조안 SCHWAB FRANK 슈왑프랭크 BENJAMIN DALE 벤자민데일 SHEPPECK DAVID 쉘펙데이비드		
发明人	판,천 웬 댕,투안 코벨레스키,조안 슈왑,프랭크 벤자민,데일 쉘펙,데이비드		
IPC分类号	C09K11/58 C09K11/64 C09K11/56		
CPC分类号	C09K11/025 C09K11/02 C09K11/584 H05B33/14 Y10T428/2991 Y10T428/2993		
代理人(译)	但是车		
优先权	60/766543 2006-01-26 US		
其他公开文献	KR101385780B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明是一种电致发光荧光体，其中每个单独的荧光体颗粒被包封在通过原子层沉积 (ALD) 涂覆方法施加的无机涂层中。在优选的实施方案中，涂层是羟基氧化铝。封装的磷光体显示出对大气湿度的极端不敏感性，并且在灯中仅遭受微小的初始亮度损失。

