

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl. ⁷
C09K 11/01

(11) 공개번호 특2002 - 0048876
(43) 공개일자 2002년06월24일

(21) 출원번호 10 - 2001 - 0079451
(22) 출원일자 2001년12월14일

(30) 우선권주장 60/256,278 2000년12월18일 미국(US)
09/963,963 2001년09월26일 미국(US)

(71) 출원인 오스람 실바니아 인코포레이티드
조셉 에스. 로마나우
미국 매사추세츠 01923 댄버스 엔디콧 스트리트 100

(72) 발명자 진저리치리차드지.더블유.
미국펜실베이니아18848토완다요크애버뉴201
팬첸 - 웬
미국펜실베이니아18840사이르샤론애버뉴214
클린딘스트케이쓰에이.
미국매사추세츠01749허드슨26 - 씨브리검스트리트111

(74) 대리인 차윤근

심사청구 : 없음

(54) 캡슐화된 물질로부터 전기발광 형광체의 회수

요약

자기 교반 막대를 포함한 회수 용기를 선택하고; 회수 용기에 탈이온수, 제 1 배치의 농염산 및 캡슐화된 형광체를 첨가하여 교반된 현탁액을 형성하며; 교반된 현탁액을 약 2시간 동안 약 90°C로 가열한 다음; 교반된 현탁액을 정치시키고; 모액을 따라 버린 다음 남은 고형물을 제 2 배치의 염산과 물을 이용하여 슬러리 형성하고; 용액을 따라 버린 다음 남은 고형물을 탈이온수로 세척하고; 남은 고형물을 여과시켜 필터 케이크를 형성하여; 필터 케이크를 공기중에서 110°C에서 건조된 필터 케이크를 형성하기에 충분한 시간동안 가열한 다음; 건조된 필터 케이크를 -325 메쉬 스크린을 통해 선별하여 회수된 기본 형광체를 얻는 단계를 포함하는, 캡슐화된 형광체로부터 기본 형광체의 회수방법.

색인어

캡슐화된 형광체, 기본 형광체의 회수방법

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 출원은 2000년 12월 18일자에 출원된 가 특허 출원 60/ , , 의 우선권을 주장한다.

기술분야

본 발명은 전기발광 형광체, 좀더 구체적으로 말하면 수명 - 연장 코팅제로 캡슐화된 형광체에 관한 것이다. 더욱더 구체적으로 말하면, 본 발명은 이러한 캡슐화된 물질로부터 기본 전기발광 형광체를 회수하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

형광체는 또다른 종류의 에너지에 의해 여기될 때 보통 스펙트럼의 가시광선 영역의 전자기선을 방출하는 공지된 일 부류의 물질이다. 형광체는 보통 자신에게 민감한 에너지 종류의 이름을 따서 명명되어진다. 예를 들어, 음극발광 형광체는 전자 또는 음극선의 충돌에 의해 여기되어 방출되고; 광발광 형광체는 화학선의 충돌에 의해 여기되어 방출되며; x - 선 형광체는 x - 선의 충돌에 의해 여기되어 방출되며; 전기발광 형광체는 보통 교류 전류에 의해 공급된 전기장의 작용에 의해 여기되어 방출된다. 본 발명은 후자 타입의 형광체에 가장 관련된다.

시판되는 전기발광 형광체는 호스트 구조에 도입되는 1 이상의 활성제(이 중에는 구리 및/또는 망간 및/또는 클로라이드가 존재함)에 의해 활성화된 아연 셀파이드의 호스트 물질에 대부분 기초하고 있다. 이러한 형광체는 램프 또는, 판독 장치 또는 시계 표면에 대한 조명으로로서의 용도를 가진다. 두가지 기본적인 종류가 이용되는데, 일 종류는 형광체가 유기 결합제에 분산되어 플라스틱에서 라미네이팅되고, 두번째 종류는 형광체가 세라믹 유전체에서 분산되어 금속 플레이트에 융합된다.

플라스틱류가 좀더 경제적이지만; Mylar™ 과 같은 저가 플라스틱에 삽입된 형광체의 광 방출은 빠르게 감퇴하며, 이러한 형광체는 400 Hz 및 100볼트에서 작업시 약 50시간의 반감기를 가진다. (형광체의 반감기는 이의 광 방출이 초기 광 방출의 1/2 정도로 감소되는 시점임). Aclar™ 과 같은 좀더 값비싼 플라스틱 라미나에 형광체의 도입은 보다 긴 수명(예, 400 Hz 및 100 볼트의 작업 수준에서 500 내지 2000 시간의 반감기)을 가진 램프를 생산할 것이지만, 동시에 램프의 원가를 상승시킨다.

전기발광 형광체의 수명을 더욱 증가시키기 위해, 개개 형광체 입자를 연속된, 공형의, 유전성, 습기 - 억제 물질로 캡슐화시키는 방법이 알려져 있는데, 이로인해 좀더 덜 비싼 플라스틱 물질에서 형광체를 사용할 수 있다.

예를 들어, 미국 특허 6,064,150은 알루미늄 나이트라이드 또는 알루미늄 나이트라이드 아민 코팅을 지닌 전기발광 형광체에 관해 교시하고 있다. 다른 코팅제는 알루미늄 옥사이드 히드록사이드를 포함했다. 후자의 예는 1998년 9월 16일자에 출원되어 본 발명의 양수인에게 양도된 S.N. 09/153,978에 설명되어 있다.

캡슐화된 물질로부터 기본 전기발광 형광체를 회수하는 방법을 제공할 수 있다면 업계에서 진보적일 것이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명의 목적은 캡슐화된 형광체로부터 기본 형광체를 회수하는 방법을 제공하는 데 있다.

본 발명의 또다른 목적은 경제적인 회수 방법을 제공하는 데 있다.

이러한 목적들은 본 발명의 일 측면에서는 자기 교반 막대를 포함하는 회수 용기를 선택하고; 회수 용기에 탈이온수, 제 1 배치의 농염산 및 캡슐화된 형광체를 첨가하여 교반된 현탁액을 형성하며; 교반된 현탁액을 약 90°C로 약 2시간 동안 가열한 다음; 교반된 현탁액을 정치시켜; 모액을 따라 버린 다음 남은 고형물을 제 2 배치의 염산과 물을 이용하여 슬러리 형성하고; 용액을 따라 버린 다음 남은 고형물을 탈이온수로 세척하고; 남은 고형물을 여과시켜 필터 케이크를 형성하며; 필터 케이크를 110°C의 공기중에서 건조된 필터 케이크를 형성하기에 충분한 시간동안 가열한 다음; 건조된 필터 케이크를 -325 메쉬 스크린을 통해 선별하여 회수된 기본 형광체를 얻는 단계를 포함하는, 캡슐화된 형광체로부터 기본 형광체를 회수하는 방법에 의해 달성된다.

본 공정은 경제적이면서 우수한 성능을 지닌 기본 형광체를 만들어 낸다.

발명의 구성 및 작용

본 발명의 보다 충분한 이해를 위해, 본 발명의 여타 및 추가 목적, 이점 및 가능성과 더불어, 하기의 상세한 설명 및 첨부된 청구항이 참조된다.

기본 형광체를 두가지 상이한 물질의 코팅을 만드는 두가지 상이한 공정에 의해 코팅된 캡슐화된 형광체로부터 회수했다. 첫번째 물질은 표 1과 2에서 ANE로서 명명되고 있다. 이러한 물질은 앞서 언급된 미국 특허 6,064,150에 기술된 공정에 의해 알루미늄 나이트라이드 아민으로 코팅된 아연 설파이드계 전기발광 형광체이다. 두번째 물질은 표 3에서 TNE로서 명명되어 있다. 이러한 물질은 또한 앞서 인용된 동시 계류중인 출원 S.N. 09/153,978에 기술된 공정에 의해 알루미늄 옥사이드 히드록사이드로 코팅된 아연 설파이드계 전기발광 형광체이다.

실시예

2.5 인치 x 0.5 인치 자기 교반 막대가 구비된 600 ml 비이커에 하기 물질을 연속 첨가한다:

탈이온수 92 ml;

농염산(36 중량%) 8 ml; 및

캡슐화된 전기발광 형광체(롯 34740 - 77, 표 1) 20.01 mg.

생성된 현탁액을 교반하고 2시간에 걸쳐 약 90°C로 가열했다. 가열 후 현탁액을 약 5분간 정치시키고 모액을 따라 버렸다. 다음, 분해된 고형물을 1M 염산 100 ml와 100 ml 탈이온수 3 회분을 이용하여 연속적으로 슬러리 형성하고, 정치시킨 다음 용액을 따라 버렸다. 최종 수세척에서 나온 물질을 Buchner 깔때기상의 Whatman 42 여과지상에서 여과했다. 이렇게 형성된 필터 케이크를 공기중 오븐에서 110°C에서 3시간 동안 건조시킨 다음 -325 메쉬 스테인레스강 스크린을 통해 선별했다. 결과는 기본 형광체 16.75 mg이었다. 회수된 EL, 롯 넘버 34757 - 8에 대한 물리적, 화학적 및 광학적 성질이 표 1에 도시되어 있다. 표 1로부터 알루미늄과 수소 제거가 실제로 완벽했음을 알 수 있을 것이다.

[표 1]

로트넘버	설명	%Al	O ₂ ppm	%N ₂	색X Y	24시간Ft.L.	½수명시간	효율Lm/w	
HB728 - 60 A	기본 EL ¹	- - -	1200	< 0.0001	0.188	0.469	32.4	1052	1.75
34740 - 77	ANE ²	3.3	2000	2.4	0.193	0.485	25.8	1838	7.16
34757 - 8	회수 EL ¹	< 0.001	340	< 0.0001	0.191	0.464	32.9	939	2.93

유사한 결과를 지닌 유사 ANE 형광체의 제 2 배치를 이용하는 두번째 실시예는 표 2에 도시되어 있고 TNE 코팅된 형광체(알루미늄 옥사이드)를 이용하는 세번째 실시예는 표 3에 도시되어 있다. 각각의 경우에, 코팅 물질을 제거하고 기본 형광체를 회수한다.

[표 2]

로트넘버	설명	%Al	O ₂ ppm	%N ₂	색X Y	24시간Ft.L.	½수명시간	효율Lm/w	
H728X106	기본 EL ¹	- - -	1500	< 0.0001	0.191	0.482	33.6	1007	- -
34740 - 35	ANE ²	3.6	7300	2.1	0.194	0.505	22.1	2002	6.50
34757 - 9	회수 EL ¹	< 0.001	1000	0.0011	0.199	0.488	31.6	1668	2.65

[표 3]

로트넘버	설명	%Al	O ₂ ppm	%N ₂	색X Y	24시간Ft.L.	½수명시간	효율Lm/w	
ELB - 762	기본 EL ¹	- - -	1900	0.0010	0.183	0.397	32.0	737	2.14
EL - 190	TNE ²	1.5	18000	0.0150	0.184	0.409	20.9	35.6	- - -
34763 - 5	회수 EL ¹	< 0.001	640	0.0014	0.184	0.394	31.2	771	2.62

표에서, " 설명" 란에 표시된 첨자: 세로열은 시험된 램프에서 사용된 물질을 나타낸다. 첨자 1은 AclarTM 을 이용하여 램프에서 시험된 형광체를 나타내고 첨자 2는 MylarTM 을 이용하여 램프에서 시험된 형광체를 나타낸다.

이에 따라 캡슐화된 형광체로부터 기본 형광체를 회수하는 방법이 제공된다.

지금까지 본 발명의 바람직한 양태로 간주되는 것들을 나타내고 기술하였지만, 당업자는 첨부된 청구항에서 규정한 본 발명의 범위에서 벗어남이 없이 다양한 변화 및 수정을 행할 수 있다.

발명의 효과

본 공정은 경제적이면서 우수한 성능을 지닌 기본 형광체를 만들어 낸다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

자기 교반 막대를 포함한 회수 용기를 선택하고;

회수 용기에 탈이온수, 제 1 배치의 농염산 및 캡슐화된 형광체를 첨가하여 교반된 현탁액을 형성하며;

교반된 현탁액을 약 2시간 동안 약 90°C로 가열한 다음;

교반된 현탁액을 정치시키고;

모액을 따라 버린 다음 남은 고형물을 제 2 배치의 염산과 물을 이용하여 슬러리 형성하고;

용액을 따라 버린 다음 남은 고형물을 탈이온수로 세척하고;

남은 고형물을 여과시켜 필터 케이크를 형성하여;

필터 케이크를 공기중 110°C에서 건조된 필터 케이크를 형성하기에 충분한 시간동안 가열한 다음;

건조된 필터 케이크를 - 325 메쉬 스크린을 통해 선별하여 회수된 기본 형광체를 얻는 단계를 포함하는, 캡슐화된 형광체로부터 기본 형광체의 회수방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 제 1 배치의 농염산이 36 중량%인 방법.

청구항 3.

제 2 항에 있어서, 제 2 배치의 염산이 1 몰인 방법.

청구항 4.

제 3 항에 있어서, 건조된 필터 케이크를 형성하는데 충분한 시간이 약 3시간인 방법.

专利名称(译)	从封装材料中回收电致发光磷光体		
公开(公告)号	KR1020020048876A	公开(公告)日	2002-06-24
申请号	KR1020010079451	申请日	2001-12-14
[标]申请(专利权)人(译)	奥斯拉姆施尔凡尼亚公司		
申请(专利权)人(译)	오스람 실바니아인코포레이티드		
当前申请(专利权)人(译)	오스람 실바니아인코포레이티드		
[标]发明人	GINGERICH RICHARDG W 진저리치리차드지더블유 FAN CHEN WEN 팬첸웬 KLINEDINST KEITHA 클린딘스트케이쓰에이		
发明人	진저리치리차드지더블유. 팬첸 웬 클린딘스트케이쓰에이.		
IPC分类号	H05B33/14 C09K11/01		
CPC分类号	C09K11/01 Y02W30/72		
优先权	09/963963 2001-09-26 US 60/256278 2000-12-18 US		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

目的：提供一种从封装的磷光体中回收基础磷光体的方法和从封装材料中回收电致发光磷光体的经济方法。组成：从封装的磷光体中回收基础荧光粉的方法包括选择包括磁力搅拌棒的回收容器的步骤;向回收容器中加入去离子水，第一批浓盐酸和封装的磷光体，形成搅拌悬浮液;将搅拌的悬浮液加热至约90℃约2小时;沉淀搅拌的悬浮液;离心和洗涤液，并用第二批盐酸和水将剩余的固体浆化;用去离子水倾析并洗涤剩余的固体;过滤剩余的固体，形成滤饼;将滤饼在110℃下在空气中加热足够的时间以形成干燥的滤饼;通过325目筛筛分干燥的滤饼，得到回收的基础荧光粉，其中第一批浓盐酸为36重量%，第二批盐酸为1摩尔，时间足以形成干燥的滤饼约3小时。

[표 1]

투입비	설명	%Al	O ₂ ppm	%N ₂	색도 Y	24시간후 L.L.	%수명시간	효율lm/w	
H8728- 60 A	기판 EL ¹	...	1200	< 0.0001	0.188	0.469	32.4	1052	1.75
34740- 77	ANE ²	3.3	2000	2.4	0.193	0.485	25.8	1838	7.16
34757- 8	화수 EL ¹	< 0.001	340	< 0.0001	0.191	0.464	32.9	939	2.93