

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.⁷
C09K 9/00

(11) 공개번호 특2001-0007237
(43) 공개일자 2001년01월26일

(21) 출원번호	10-2000-0030732
(22) 출원일자	2000년06월05일
(30) 우선권주장	09/327,029 1999년06월07일 미국(US)
(71) 출원인	오스람 실바니아 인코포레이티드 조셉 에스. 로마나우 미국 매사추세츠 01923 덴버스 엔디콧 스트리트 100
(72) 발명자	바디부치레디 미국펜실베이니아18840세이르오크힐드라이브59
(74) 대리인	차윤근

심사청구 : 없음

(54) 고휘도 전기발광 형광물질

요약

기본 형광물질로서 주어진 휘도를 갖도록 전기발광 형광물질을 형성하고; 기본 형광물질을 충분한 온도에서 충분한 시간 동안 어닐링하여 기본 형광물질의 주어진 휘도를 증가시킨 다음 어닐링된 형광물질을 형성하는 단계를 포함하는, 전기발광 형광물질의 휘도를 증가시키는 방법. 휘도는 동일한 방법으로 제조되었지만 어닐링되지 않은 대조군보다 8% 내지 약 33% 증가할 수 있다.

색인어

형광물질, 휘도, 어닐링

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

기술분야

본 발명은 전기발광 형광물질 및 특히 이러한 형광물질의 휘도를 증가시키는 방법에 관한 것이다.

배경기술

전기발광 형광물질은 전계에 의해 에너지가 제공되면 빛을 방출하는 물질이다. 이러한 형광물질은 야광, 시계 페이스, LCD 컴퓨터 스크린의 후광, 복사기, 자동차의 대시보드, 제어 스위치 조명 등으로 사용된다. U.S. 특허 제3,076,767호; 제4,859,361호; 제5,110,499호 및 제5,009,808호는 ZnS:Cu,Cl 전기발광 형광물질의 제조방법에 관한 것이지만; 기본 전기발광 형광물질의 휘도를 개선시키는 문제를 언급하지는 않는다. 더 높은 휘도는 특히 사람들이 더 낮은 전력소비(즉, 낮은 전압 적용)로 더 높은 광출력을 필요로 할 때, 전기발광 형광물질의 중요한 필요조건이다.

발명이 이루고자하는 기술적 과제

발명의 설명

그러므로, 본 발명의 목적은 선행기술의 단점을 제거하는 것이다.

본 발명의 다른 목적은 전기발광 형광물질을 향상시키는 것이다.

본 발명의 다른 목적은 높은 휘도를 가지는 전기발광 형광물질의 제조방법의 제공이다.

본 발명의 일면에서, 이러한 목적은:

기본 형광물질로서 전기발광 형광물질을 주어진 휘도를 갖도록 형성하고;

충분한 온도에서 충분한 시간 동안 기본 형광물질을 어닐링하여 기본 형광물질의 주어진 휘도를 증가시킨 다음 어닐링된 형광물질을 형성하는 단계를 포함하는, 전기발광 형광물질의 휘도를 증가시키기 위한 방법의 제공에 의해 성취된다.

이 방법으로부터 약 8% 내지 약 33% 휘도 증가가 달성된다.

발명의 구성 및 작용

본 발명을 실행하기 위한 최선의 방법

본 발명의 더 확실한 이해를 위해, 본 발명의 기타 및 추가 목적, 이의 장점 및 성능과 함께, 하기의 설명과 첨부된 특허 청구범위를 전술한 도면과 함께 참조한다.

이제 더 상세하게 제조방법을 언급하면, 기본 ZnS:Cu,Cl 전기발광 형광물질이 하기와 같이 제조된다; S-10이라고 표시된 ZnS를 함유하는 클로라이드 45.34 kg; 제 1 활성제로서 CuSO₄ 97.0 g; 황 3.629 kg 및 ZnO 227.0 g을 S-10 ZnS 원료의 중량을 기준으로, 3 wt% BaCl₂; 3 wt% MgCl₂; 및 2 wt% NaCl을 포함하는 플럭스 물질과 함께 블렌딩한다. 블렌드를 1205°C에서 5시간 15분 동안 용광로의 밀폐된 도가니에서 연소한다. 소입자 크기의 전기발광 형광물질(즉, 19-24 마이크로 범위의 입자 크기를 가지는 형광물질)의 경우에는, 1165°C에서 3시간 45분 동안 연소될 것이다. 이러한 초기 연소 후에, 연소된 물질은 실질적으로 6각형의 결정 구조를 가진다. 연소된 케익을 용광로로부터 제거하고, 냉각시킨 다음 탈이온수로 세척하여 플럭스를 제거하고 건조시킨다. 이어서 6각형의 ZnS를 입방체 ZnS로 변형을 유도할 정도의 충분한 시간 동안 제분 장치에서 건조물질에 기계적인 충격을 가한다. 이 공정 단계에서 물질은 실질적으로 전기발광적으로 불활성이고 제 1 연소 물질(FFM)로 언급된다.

제 1 연소 물질에 약 3.9 wt% CuSO₄ 및 25.56 wt% ZnSO₄ · 7H₂O를 첨가한 다음 재-블렌딩하고 약 2시간 15분 동안 약 700°C-730°C에서 연소한다. 이 단계의 물질은 제 2 단계-연소된 물질(SFM)이라고 불린다. SFM 물질을 탈이온수로 2회 세척하고; 아세트산(SFM 75g 당 증류수 0.777 ℓ + 빙초산 148.8 ml)으로 세척하여, 과량의 구리, ZnO 및 기타 플럭스 첨가물 및 불순물을 제거한다. 이어서 SFM을 세척액의 산이 유리될 때까지(즉, 약 6.0의 pH) 뜨거운 탈이온수로 다시 세척한다.

이어서 무산 물질을 KCN 용액으로 세척하여 바람직하지 않은 구리 화합물을 제거한다. 이러한 세척 단계는 물질의 실체색을 밝게한다. 이어서 물질을 다시 잔여 시아나이드가 유리될 때까지 뜨거운 탈이온수로 다시 세척하고; 여과하여 4 내지 16시간 동안 약 120°C에서 건조시킨 다음; -325 메쉬 스테인리스 강 시이브를 통해 체질한다. 이제 물질은 전기발광 형광물질이다.

이어서 상기에서 제조된 물질을 어닐링을 위해 50 g 분획으로 나눈다. 하기의 표 1에서 647-54-1 대조군으로 표시된 첫번째 샘플을 추가의 처리 없이 휘도를 시험하여 내부 대조군을 제공하고 남아있는 분획을 15 내지 60분 동안 150°C 내지 300°C의 온도에서 어닐링 단계로 처리한다.

어닐링된 샘플을 용광로 밖으로 취하여, 냉각시키며, 체로 친다. 이어서 체로 분리된 물질의 휘도를 측정한다.

샘플의 발광을 "오일 셀 방법"으로 시험한다. 이 방법은 전기발광 형광물질을 피마자유에 분산시켜 현탁액을 형성한 다음 전기 전도판 사이에 현탁액을 끼워서 거기에 전압을 인가하는 것으로 이루어진다.

결과는 하기의 표 1에서 모두 보여진다.

[표 1]

샘플	어닐링 온도, °C	어닐링 시간, 분	마이크로트랙 P. 크기, μm	% 휘도 @ 200 V	% 휘도 @ 400 V	명도 X	명도 Y
647-54-1 대조군	0	0	24.7	100	100	0.180	0.436
647-54-2	200	15	24.5	108	102	0.181	0.440
647-54-3	200	30	24.5	121	109	0.194	0.470
647-54-4	200	45	23.7	119	111	0.196	0.469
647-54-5	200	60	24.9	124	108	0.196	0.474
647-54-6	150	30	24.4	101	98	0.181	0.440
647-54-7	200	30	24.4	115	110	0.193	0.464
647-54-8	250	30	24.1	133	118	0.202	0.485
647-54-9	300	30	24.9	129	116	0.213	0.518

표 1에서 보여진 것처럼 본원에서 도입된 어닐링 단계는 형광물질의 휘도의 실질적인 향상을 제공하고, 30 내지 60분 동안 200°C의 공기중에서 어닐링된 형광물질의 휘도는 8% 내지 24% 증가한다; 반면에 30분 동안 250°C에서의 어닐링은 약 33%의 향상을 일으킨다. 이러한 증가는 대조군, 즉 647-45-1과 비교해서 측정된 것이다.

따라서, 비교적 저온에서의 어닐링은 상당한 이점을 제공한다. 또한, x-y 좌표로부터 보여질 것처럼, 방출광의 색깔은 녹색으로 변한다. 부가적으로, 어닐링된 샘플 모두는 Fourier Transform InfraRed(FTIR)에 의해 측정될 경우 표면에서 황산염 농도의 증가를 보였다.

따라서, 이러한 형광물질의 경우, 최적-어닐링 온도는 대략 250°C이다. 최적 온도는 예를 들면, 형광물질의 입자 크기 및 어닐링을 위한 용기에 취해진 형광물질의 양에 따라 기타 형광물질에 대해서 약간 변

할 수 있다. 더 적은 양은 감소된 시간 또는 온도를 요하는 반면 더 많은 양은 효과적인 어닐링을 일으키기 위해 더 장시간이 걸리거나 더 고온을 요할 수 있다.

본 발명의 바람직한 양태로 고려되는 것을 보여주고 설명하면서, 첨부된 청구범위에 의해 정의된 본 발명의 범위와 동떨어지지 않는다면 본원의 다양한 변화 및 수정이 당업자에게 일어날 수 있음이 확실해질 것이다.

발명의 효과

본 발명에 따라, 휘도가 향상된 전기발광 형광물질이 제공된다. 이는 동일한 방법으로 제조되었지만 어닐링되지 않은 형광물질에 비해서 약 8% 내지 약 33% 증가한 휘도를 보인다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

기본 형광물질로서 주어진 휘도를 갖도록 전기발광 형광물질을 형성하고; 기본 형광물질을 충분한 온도에서 충분한 시간 동안 어닐링하여 기본 형광물질의 주어진 휘도를 증가시킨 다음 어닐링된 형광물질을 형성하는 단계를 포함하는, 전기발광 형광물질의 휘도를 증가시키는 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 온도가 약 150℃ 내지 약 300℃인 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 시간이 약 15 내지 약 60분인 방법.

청구항 4

제 2 항에 있어서, 시간이 약 15 내지 60분인 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서, 형광물질이 ZnS:Cu,Cl인 방법.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항의 방법에 의해 제조된 어닐링된 형광물질.

청구항 7

제 6 항에 있어서, 어닐링된 형광물질이 기본 형광물질보다 그것의 표면에서 더 고농도의 황산염을 가지는 어닐링된 형광물질.

专利名称(译)	高亮度电致发光荧光材料		
公开(公告)号	KR1020010007237A	公开(公告)日	2001-01-26
申请号	KR1020000030732	申请日	2000-06-05
[标]申请(专利权)人(译)	奥克兰姆施尔凡尼亚公司		
申请(专利权)人(译)	오스람실바니아인코포레이티드		
当前申请(专利权)人(译)	오스람실바니아인코포레이티드		
[标]发明人	VADDI BUTCHIEREDDY 바디부치레디		
发明人	바디부치레디		
IPC分类号	C09K11/56 C09K11/08 C09K9/00 C09K11/61 H05B33/10 C09K11/00 H05B33/14		
CPC分类号	C09K11/08 C09K11/612		
优先权	09/327029 1999-06-07 US		
其他公开文献	KR100641528B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

作为基础荧光材料，提高电致发光荧光材料的亮度的方法包括形成荧光材料的步骤，该荧光材料在形成电致发光荧光材料之后退火以具有预定的亮度并在该温度下退火基础荧光材料这足以使基础荧光材料的预定亮度随时间增加并增加基础荧光材料的预定亮度。它可以比对照组增加，其中亮度由相同的方法制成，但是它不退火为8%至约33%。荧光材料，亮度和退火。

[표 1]

샘플	어닐링 온 도, °C	어닐링 시 간, 분	마이크로트 랙 P. 크기, μm	% 휘도 @ 200 V	% 휘도 @ 400 V	명도 X	명도 Y
647-54-1 대조군	0	0	24.7	100	100	0.180	0.436
647-54-2	200	15	24.5	108	102	0.181	0.440
647-54-3	200	30	24.5	121	109	0.194	0.470
647-54-4	200	45	23.7	119	111	0.196	0.469
647-54-5	200	60	24.9	124	108	0.196	0.474
647-54-6	150	30	24.4	101	98	0.181	0.440
647-54-7	200	30	24.4	115	110	0.193	0.464
647-54-8	250	30	24.1	133	118	0.202	0.485
647-54-9	300	30	24.9	129	116	0.213	0.518