



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0054943
(43) 공개일자 2018년05월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) H01L 51/50 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C09K 11/06 (2013.01)
H01L 51/5012 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0151043
(22) 출원일자 2016년11월14일
심사청구일자 2016년11월14일

(71) 출원인
주식회사 효성
서울특별시 마포구 마포대로 119 (공덕동)
(72) 발명자
임서영
서울특별시 서초구 서초중앙로8길 89
고다현
서울특별시 용산구 이촌로 100-8 103동 1201호 (이촌동, 동아그린아파트)
(74) 대리인
조철현

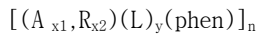
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 녹색 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치

(57) 요약

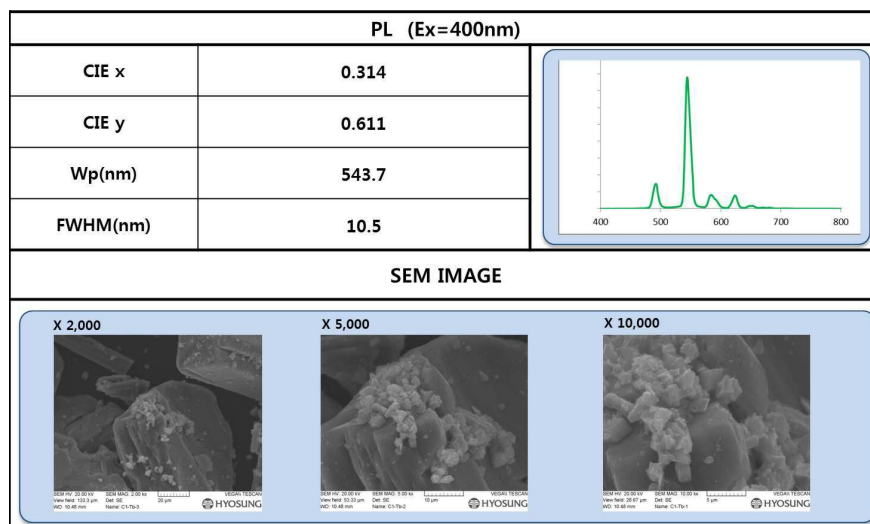
본 발명은 녹색 유무기 복합 발광 재료를 적용한 LED 발광 장치에 관한 것으로, 활성제로 Tb³⁺가 첨가된 구조를 기본으로 하며, 아래 화학식 1의 조성을 갖는 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치이다.

[화학식 1]



화학식 1에서, A는 Y, La, Ga, Lu, Zn 또는 Ti의 2가 내지 4가 양이온 금속으로 이루어진 군에서 선택되는 1종이고, R은 Tb 또는 Tb화합물에서 선택되는 1종을 의미하며, $0 < x_1 + x_2 \leq 2$ 를 나타내고, L은 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid 또는 benzophenone-4,4'-dicarboxylate를 포함하며 y는 2 또는 3을 의미하고, phen은 phenanthroline 유도체 중에서 선택되는 1종을 의미하고, n은 1~∞에서 선택되어지는 정수이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C09K 2211/1007 (2013.01)

C09K 2211/182 (2013.01)

(72) 발명자

김영식

서울특별시 강동구 천호대로 1055 105동 502호 (천호동, 태영아파트)

류정곤

경기도 화성시 동탄숲속로 96 849동 302호 (능동, 숲속마을모아미래도1단지아파트)

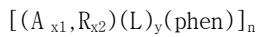
명세서

청구범위

청구항 1

활성제로 Tb³⁺가 첨가된 구조를 기본으로 하며, 아래 화학식 1의 조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료.

[화학식 1]



화학식 1에서, A는 Y, La, Ga, Lu, Zn 또는 Ti의 2가 내지 4가 양이온 금속으로 이루어진 군에서 선택되는 1종이고, R은 Tb 또는 Tb화합물에서 선택되는 1종을 의미하며, x_1 과 x_2 는 $0 < x_1 + x_2 \leq 2$ 를 나타내고, L은 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid 또는 benzophenone-4,4'-dicarboxylate를 포함하며, y는 2 또는 3을 의미하고, phen은 페난트롤린(phenanthroline) 유도체 중에서 선택되는 1종을 의미하며, n은 1~∞에서 선택되어지는 정수이다.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 Tb 화합물은 Tb(NO₃)₃·6H₂O 또는 TbCl₃·6H₂O인 것을 특징으로 하는 녹색 유무기 복합 발광 재료.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 페난트롤린 유도체는 1,10-페난트롤린(1,10-phenanthroline), 2,2'-바이피리딘(2,2'-bipyridine), 피라지노[2,3-f][1,10] 페난트롤린 (pyrazino[2,3-f][1,10]phenanthroline), 피리도[2',3':5,6]피라지노[2,3-f][1,10]페난트롤린(pyrido[2',3':5,6]pyrazino[2,3-f][1,10]phenanthroline), 5-아미노-1,10-페난트롤린(5-amino-1,10-phenanthroline), 네오쿠프로인(neocuproine), 베스오쿠프로인(bathocuproine)중에서 선택되는 1종인 것을 특징으로 하는 녹색 유무기 복합 발광 재료.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

상기 화학식 1은 $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(1,10-phenanthroline)]_n$, $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(5-amino-1,10-phenanthroline)]_n$, $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(neocuproine)]_n$, $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(bathocuproine)]_n$ 또는 $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(pyrido[2',3':5,6]pyrazino[2,3-f][1,10]phenanthroline)]_n$, $[(Ca, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(1,10-phenanthroline)]_n$, $[(La, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(1,10-phenanthroline)]_n$ 인 것을 특징으로 하는 녹색 유무기 복합 발광 재료.

청구항 5

청구항 1에 있어서,

반치폭이 20 nm 이하인 것을 특징으로 하는 녹색 유무기 복합 발광 재료.

청구항 6

청구항 1 내지 청구항 5중 어느 한 항에 따른 녹색 유무기 복합 발광 재료를 적용한 LED 발광 장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 녹색 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 UV 영역 및 블루(Blue) 영역에서 여기하여 발광하고, 고휘도를 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 본 발명은 녹색 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 UV 영역 및 블루(Blue) 영역에서 여기하여 발광하고, 고휘도를 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치에 관한 것이다.

[0003] 종래 상업적으로 광범위하게 사용되는 백색 LED 구현 기술의 형광체 조합으로는 Blue LED 칩에 황색 및 적색 형광체를 도포하여 소자를 제조함으로써 백색을 구현하고 있다. 일반적으로 사용되는 황색 형광체는 산화물계 형광체가 주로 사용되고 있고, 녹색 형광체는 질화물계 형광체가 사용되고 있다.

[0004] 현재 고연색성 조명 및 고색재현 디스플레이의 수요가 증가함에 따라 이에 대응하는 발광 재료의 니즈가 증가하고 있는데, 기존 무기 발광재료는 고 신뢰성 및 고 휘도를 갖는 재료이지만, 발광 파장의 반치폭이 넓고 구현 파장이 제한되는 문제가 있다.

[0005] 따라서, 최근에 이의 한계를 극복하고자 녹색(green)의 반치폭이 좁고 휘도가 향상된 형광체가 연구되고 있으나 수분 및 열에 취약하고, 제조 과정의 안정성에 문제가 있다.

[0006] 또한, 기존 유기 발광재료는 구현 파장 조절이 쉬운 고 휘도의 재료이나, 여전히 안정성 취약으로 사용에 제약에 따른다.

[0007] 따라서 기존의 유/무기 발광재료의 문제를 해소하기 위해, 반치폭이 좁으며 녹색 파장을 구현할 수 있는 적색 형광체에 대한 개발이 요구되며 그에 따라 새로운 발광 재료에 대한 관심과 연구가 집중되고 있다.

[0008] '백색 반도체 발광장치'를 발명의 명칭으로 하는 한국등록특허 제10-0527921호에 의하면, 발광층이 반도체인 반도체 발광소자와 반도체 발광소자에 의해 발광된 가시광 영역 하의 광에 의해 여기되어 발광하는 터븀 보레이트 황색 형광체를 이용한 백색광(White Color)을 갖는 반도체 발광장치에 관한 것으로서, 반도체 발광소자의 발광층으로부터의 광과, 반도체 발광소자의 발광층을 피복하는 투광성 수지중에 터븀 보레이트 황색 형광체를 함유 시킴으로써, 반도체 발광소자에 의해 발광된 청색 광의 일부를 흡수해서 광을 방출하는 터븀 보레이트 황색 형광체로부터의 황색광과 청색광의 혼색광인 백색(White) 및 청백색(Blush White Color) 구현이 가능한 발광장치가 제공된다.

[0009] [화학식 A]

[0010] $(\text{Tb}_{1-x-y}\text{A}_x)_3\text{Al}_2\text{B}_{5-z}\text{O}_{12}:\text{Ce}_y$

[0011] 상기 [화학식 1]에서 A는 Y, Lu, Sc, La, Gd 및 Sm으로 이루어진 그룹에서 선택되는 적어도 하나의 원소이고, x는 $0 < x \leq 0.5$ 이고, y는 $0.0001 \leq y \leq 0.5$ 이고, z는 $0 < z \leq 5$ 이다.

[0012] 상기 특허는 모체 부분을 Tb로 형광체로 사용하였지만, 본 발명은 리간드(유기물)과 금속 Tb를 배위시켜 녹색의 유무기 복합 발광재료로 발광장치에 이용했다는 점에서 차이가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0013] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제10-0527921호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0014] 본 발명은 UV 영역 및 블루(Blue) 영역에서 여기하여 발광하고, 고휘도를 갖는 발광 재료의 유기 금속 배위 고분자에 대한 연구가 필요하다는 요구에 따라 완성된 것으로, 기존의 유기 금속 배위 고분자의 발광 재료보다 고휘도를 갖고, UV 및 블루 영역에서 여기가 가능한 녹색 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치를 제공하는데 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

- [0015] 본 발명은 녹색 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치에 관한 것으로, 활성제로 Tb^{3+} 가 첨가된 구조를 기본으로 하며, 아래 화학식 1의 조성을 갖는 유무기 복합 발광 재료 및 이를 적용한 LED 발광 장치를 제공한다.
- [0016] [화학식 1]
- [0017] $[(A_{x1}, R_{x2})(L)_y(phen)]_n$
- [0018] 화학식 1에서, A는 Y, La, Ga, Lu, Zn 또는 Ti의 2가 내지 4가 양이온 금속으로 이루어진 군에서 선택되는 1종이고, R은 Tb 또는 Tb화합물에서 선택되는 1종을 의미하며, x_1 과 x_2 는 $0 < x_1 + x_2 \leq 2$ 를 나타내고, L은 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid 또는 benzophenone-4,4'-dicarboxylate를 포함하며, y는 2 또는 3을 의미하고, phen은 페난트롤린(phenanthroline) 유도체 중에서 선택되는 1종을 의미하며, n은 1~ ∞ 에서 선택되는 정수이다.

발명의 효과

- [0019] 본 발명의 녹색 유무기 복합 발광 재료는 유기 발광 리간드에 금속을 배위시킨 구조(-frameworks)로서 기존 유기 발광 재료보다 안정성이 우수하고, 무기 발광 재료보다 반치폭이 좁으므로 재흡수가 발생하지 않아 휘도가 우수하며, 적은량의 희토류 금속인 Tb를 사용하게 되어 합성 원가가 절감될 수 있는 효과가 있다. 또한, UV/Blue LED 발광장치의 고 색재현 및 고 연색성 구현이 가능하며 특히 프리머엄급 디스플레이의 재료로 효과적이다.

도면의 간단한 설명

- [0020] 도 1은 본 발명 실시예 1의 PL 스펙트럼 그래프 및 SEM 이미지를 나타낸 도면이다.
- 도 2는 본 발명 실시예 1의 발광 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 3은 본 발명 실시예 1의 여기 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 4는 본 발명 실시예 2의 여기 및 발광 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 5는 본 발명 실시예 3의 여기 및 발광 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 6는 본 발명 실시예 4의 여기 및 발광 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 7는 본 발명 실시예 5의 여기 및 발광 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 8은 본 발명 실시예 6의 여기 및 발광 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 9는 본 발명 실시예 7의 여기 및 발광 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 10은 본 발명 실시예 1과 비교예에 따른 발광 스펙트럼을 나타낸 도면이다.
- 도 11는 본 발명에 따른 UV LED 패키지 그래프를 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

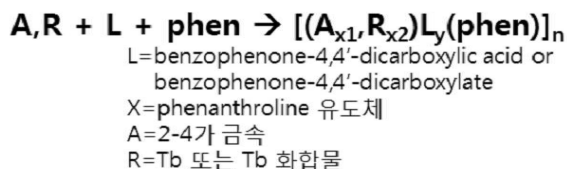
- [0021] 이와 같은 본 발명을 다음에서 상세하게 설명하기로 하며, 다음의 실시예는 단지 예시하기 위한 것으로 본 발명이 반드시 이에 한정되는 것은 아니다.

- [0022] 본 발명은 녹색 유무기 복합 발광재료 및 이를 적용한 UV LED 또는 Blue LED에서 선택되는 1종 이상의 여기원을 포함하는 LED 발광 장치이다.
- [0023] 본 발명에 따른 녹색 유무기 복합 발광재료는 유기 금속 배위 고분자의 발광재료로서 350 내지 420 nm의 UV 및 블루 영역에 의해 여기되어 530 내지 550 nm 발광 파장을 나타내며, 20 nm 이하의 반치폭을 갖는 녹색 유무기 복합 발광재료이다.
- [0024] 구체적으로, 본 발명에 따른 한 구현예에 의하면, 상기 녹색 유무기 복합 발광재료를 적용한 LED 발광 장치는 활성제로 Tb³⁺가 첨가된 구조를 기본으로 하며, 아래 화학식 1의 조성을 갖는 유무기 복합 발광 재료를 적용한 LED 발광 장치이다.
- [0025] [화학식 1]
- [0026] $[(A_{x_1}, R_{x_2})(L)_y(phen)]_n$
- [0027] 상기 화학식 1에서, A는 Y, La, Ga, Lu, Zn 또는 Ti의 2가 내지 4가 양이온 금속으로 이루어진 군에서 선택되는 1종이고, R은 Tb 또는 Tb화합물에서 선택되는 1종을 의미하며, x_1 과 x_2 는 $0 < x_1 + x_2 \leq 2$ 를 나타내고, L은 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid 또는 benzophenone-4,4'-dicarboxylate를 포함하며, y는 2 또는 3을 의미하고, phen은 페난트롤린(phenanthroline) 유도체 중에서 선택되는 1종 의미하며, n은 1~∞에서 선택되는 정수이다.
- [0028] 상기 화학식 1은 $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(1,10-phenanthroline)]_n$, $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(5-amino-1,10-phenanthroline)]_n$, $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(neocuproine)]_n$, $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(bathocuproine)]_n$ 또는 $[(Zn, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(pyrido[2',3':5,6]pyrazino[2,3-f][1,10]phenanthroline)]_n$, $[(Ca, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(1,10-phenanthroline)]_n$, $[(La, Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)_3(1,10-phenanthroline)]_n$ 이 바람직하다.
- [0029] 상기 화학식 1에서 $x_1 + x_2$ 는 $0 < x_1 + x_2 \leq 2$ 이고, x_1 와 x_2 는 0이 아닌 것이 바람직한데, A_{x_1} 과 R_{x_2} 모두를 포함하는 구성은 R_{x_2} 만 포함하는 구성에 비해 휘도가 향상되고, 희토류 금속을 적게 사용하기 때문에 원가 절감에 대한 이점을 갖는다.
- [0030] 상기 Tb 화합물은 $Tb(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 또는 $TbCl_3 \cdot 6H_2O$ 인 것이 바람직하다. Tb를 사용하면 Tb 특성 피크(characteristic peak)를 갖게 되는데, 이는 녹색의 좁은 반치폭을 갖기 때문에 LED에 사용하게 되면 고 색재현이 가능하게 된다.
- [0031] 상기 phenanthroline 유도체는 1,10-페난트롤린(1,10-phenanthroline), 2,2'-바이피리딘(2,2'-bipyridine), 피라지노[2,3-f][1,10] 페난트롤린 (pyrazino[2,3-f][1,10]phenanthroline), 피리도[2',3':5,6]피라지노[2,3-f][1,10]페난트롤린(pyrido[2',3':5,6]pyrazino[2,3-f][1,10]phenanthroline), 5-아미노-1,10-페난트롤린(5-amino-1,10-phenanthroline), 네오쿠프로인(neocuproine), 베스오쿠프로인(bathocuproine)중에서 선택되는 1종인 것이 바람직하며, 특히 1,10-phenanthroline가 더 바람직하다.
- [0032] 페난트롤린 유도체를 사용하게 되면 페난트롤린 유도체를 사용하지 않은 경우에 비해서 휘도 향상에 효과가 있다.
- [0033] 상기한 화학식 1조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료를 적용한 LED 발광 장치의 제조 방법은,
- [0034] 먼저 녹색 유무기 복합 발광 재료를 제조하기 위해 Y, La, Ga, Lu, Zn 또는 Ti의 2가 내지 4가 양이온 금속으로 이루어진 군에서 선택되는 1종, Tb 또는 Tb 화합물, benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid 또는 benzophenone-4,4'-dicarboxylate, phenanthroline 유도체 중에서 선택되는 1종을 칭량한다. 상기과 같이 칭량된 원료를 물(H₂O)과 같은 용매에 50 ml~100 ml를 넣고 균일하게 혼합한다. 마지막으로 혼합물을 90~210 °C 온도에서 합성한다.

[0035] 상기 혼합물은 90 ℃ 이하의 온도에서는 발광재료가 형성이 되지 않고, 210 ℃ 이상의 온도에서 발광재료의 휘도 저하 현상을 보인다. 이는 원하는 최적 휘도나 원하는 입자 크기에 따라 농도, 온도, 시간을 유동적으로 조합할 수 있다. 그러나 임계 농도, 온도, 시간 내에 조건을 충족시키지 못하면, 원하는 결정의 발광체를 수득하지 못할 수 있다.

[0036] 이와 같은 제조 방법을 반응식 1로 나타내면 다음과 같다.

[0037] [반응식 1]



[0038]

[0039] 상기 반응식 1과 같이, 본 발명의 유기 금속 배위 고분자의 발광 재료는 A 부분에 양이온 금속을 도핑하므로서 기존의 금속-유기 골격체가 R에 Tb만 도핑한 것과는 다르게 전자 이동의 효과 및 골격 구조의 결정성을 향상하여 발광 특성을 향상시킬 수 있는 장점이 있다.

[0040] 이와 같이 만들어진 녹색 유무기 복합 발광 재료 1 ~ 10 wt%와 실리콘 봉지재(다우 社, OE6630A:OE6630B, 1:4의 비율)를 혼합한 후 400 nm UV LED 칩(spec. 5630) 또는 Blue LED 칩에 45~50 mg을 도포한 후 150 ℃에서 2시간 정도를 유지하여 경화시켜 LED 장치에 사용한다. 녹색 유무기 복합 발광 재료는 좌표에 따라서 1-10 wt%까지 첨가할 수 있으나 그 이상이 되는 경우 칩에서 나오는 빛을 가두어 효율이 떨어지게 된다.

[0042] 상기 방법으로 제조된 상기 화학식 1조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광재료는 UV 및 블루 영역의 여기 광에 대한 발광 파장이 530 내지 550 nm이며, 기존의 형광체에 비해서 20 nm 이하의 좁은 반치폭과 고휘도를 갖는 녹색 발광 재료의 특성을 보이게 된다.

[0043] 따라서, 상기 녹색 유무기 복합 발광재료를 UV 또는 Blue LED칩에 도포하여 발광 특성을 살펴봄으로써 LED 장치에 사용 가능함을 확인할 수 있다.

[0045] 이하 본 발명을 실시예 및 비교예를 들어 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0047] 실시예

[0048] 실시예 1

[0049] 0.5 mol의 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0.5 mol의 $\text{Tb}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1 mol의 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid, 1 mol의 1,10-phenanthroline을 칭량하고, 칭량된 원료를 물(H_2O)에 50 ml를 넣고 균일하게 혼합한 다음 상기 혼합물을 150 ℃ 온도에서 합성하여 하기의 화학식 조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 $[(\text{Zn}, \text{Tb})_2(\text{benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid})_3(1,10\text{-phenanthroline})]_n$ 를 제조하였다.

[0050] 실시예 2

[0051] 0.5 mol의 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0.5 mol의 $\text{Tb}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1 mol의 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid, 1 mol의 5-amino-1,10-phenanthroline을 칭량하고, 칭량된 원료를 물(H_2O)에 50 ml를 넣고 균일하게 혼합한 다음 상기 혼합물을 150 ℃ 온도에서 합성하여 하기의 화학식 조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 $[(\text{Zn}, \text{Tb})_2(\text{benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid})_3(5\text{-amino-1,10-phenanthroline})]_n$ 를 제조하였다. 제조 결과도 4와 같은 여기 스펙트럼 및 발광 스펙트럼을 갖는다.

[0052] 실시예 3

[0053] 0.5 mol의 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0.5 mol의 $\text{Tb}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1 mol의 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid, 1 mol의

neocuproine 을 칭량하고, 칭량된 원료를 물(H₂O)에 50 ml를 넣고 균일하게 혼합한 다음 상기 혼합물을 150 ℃ 온도에서 합성하여 하기의 화학식 조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 [(Zn,Tb)₂(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)₃(neocuproine)]_n를 제조하였다. 제조 결과 도 5와 같은 여기 스펙트럼 및 발광 스펙트럼을 갖는다.

[0054] 실시예 4

[0055] 0.5 mol의 Zn(NO₃)₂ · 6H₂O, 0.5 mol의 Tb(NO₃)₃ · 6H₂O, 1 mol의 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid, 1 mol의 bathocuproine을 칭량하고, 칭량된 원료를 물(H₂O)에 50 ml를 넣고 균일하게 혼합한 다음 상기 혼합물을 150 ℃ 온도에서 합성하여 하기의 화학식 조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 [(Zn,Tb)₂(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)₃(bathocuproine)]_n를 제조하였다. 제조 결과 도 6와 같은 여기 스펙트럼 및 발광 스펙트럼을 갖는다.

[0056] 실시예 5

[0057] 0.5 mol의 Zn(NO₃)₂ · 6H₂O, 0.5 mol의 Tb(NO₃)₃ · 6H₂O, 1 mol의 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid, 1 mol의 pyrido[2',3':5,6]pyrazino[2,3-f][1,10]phenanthroline 을 칭량하고, 칭량된 원료를 물(H₂O)에 50 ml를 넣고 균일하게 혼합한 다음 상기 혼합물을 150 ℃ 온도에서 합성하여 하기의 화학식 조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 [(Zn,Tb)₂(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)₃(pyrido[2',3':5,6]pyrazino[2,3-f][1,10]phenanthroline)]_n를 제조하였다. 제조 결과 도 7와 같은 여기 스펙트럼 및 발광 스펙트럼을 갖는다.

[0058] 실시예 6

[0059] 0.5 mol의 Ca(NO₃)₂ · 4H₂O, 0.5 mol의 Tb(NO₃)₃ · 6H₂O, 1 mol의 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid, 1 mol의 1,10-phenanthroline을 칭량하고, 칭량된 원료를 물(H₂O)에 50 ml를 넣고 균일하게 혼합한 다음 상기 혼합물을 150 ℃ 온도에서 합성하여 하기의 화학식 조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 [(Ca,Tb)₂(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)₃(1,10-phenanthroline)]_n를 제조하였다. 제조 결과 도 8와 같은 여기 스펙트럼 및 발광 스펙트럼을 갖는다.

[0060] 실시예 7

[0061] 0.5 mol의 La(NO₃)₃ · 6H₂O, 0.5 mol의 Tb(NO₃)₃ · 6H₂O, 1 mol의 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid, 1 mol의 1,10-phenanthroline을 칭량하고, 칭량된 원료를 물(H₂O)에 50 ml를 넣고 균일하게 혼합한 다음 상기 혼합물을 150 ℃ 온도에서 합성하여 하기의 화학식 조성을 갖는 녹색 유무기 복합 발광 재료 [(La,Tb)₂(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)₃(1,10-phenanthroline)]_n를 제조하였다. 제조 결과 도 9와 같은 여기 스펙트럼 및 발광 스펙트럼을 갖는다.

[0063] 상기 실시예 1 내지 5에 따라 제조된 녹색 유무기 복합 재료 5 wt%와 실리콘 봉지재(다우社, OE6630A:OE6630B, 1:4의 비율)를 혼합한 후 400 nm UV LED 칩(spec. 5630)에 45~50 mg을 도포한 후 150, 2시간 정도를 유지하여 경화시켜 구동전류 100 mA, 구동전압 3 V로 측정하였다.

[0065] **비교예**

[0066] 비교예 1

[0067] 1 mol의 Tb(NO₃)₃ · 6H₂O, 1 mol의 benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid, 1 mol의 1,10-phenanthroline을 칭량하고, 칭량된 원료를 물(H₂O)에 50 ml를 넣고 균일하게 혼합한 다음 상기 혼합물을 150 ℃ 온도에서 합성하여 하기의 화학식 조성을 갖는 유기 금속 배위 고분자의 유무기 복합 발광 재료 [Tb₂(benzophenone-4,4'-dicarboxylic acid)₃(1,10-phenanthroline)]_n을 제조하였다. 제조 결과 도 10과 같이 실시예 1로 합성한 재료

$[(Zn,Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic\ acid)_3(1,10-phenanthroline)]_n$ 가 더 높은 휘도를 갖음을 알 수 있다.

[0069] 실험예

[0070] 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 녹색 유무기 복합 발광재료 $[(Zn,Tb)_2(benzophenone-4,4'-dicarboxylic\ acid)_3(1,10-phenanthroline)]_n$ 를 UV LED 칩을 이용하여 시장 평가를 한 결과 400 nm의 near UV 영역에서 여기되어 LED 발광 재료로 사용이 가능하다.

[0071] 이와 같이 만들어진 녹색 유무기 복합 발광 재료를 5 wt%와 실리콘 봉지재(다우 社, OE6630A:OE6630B, 1:4의 비율)를 혼합한 후 400 nm UV LED 칩(spec. 5630) 또는 Blue LED 칩에 45~50 mg을 도포한 후 150 °C에서 2시간 정도를 유지하여 경화시켜 PKG 실장 평가를 한 결과 아래 표 1과 도 11와 같다.

표 1

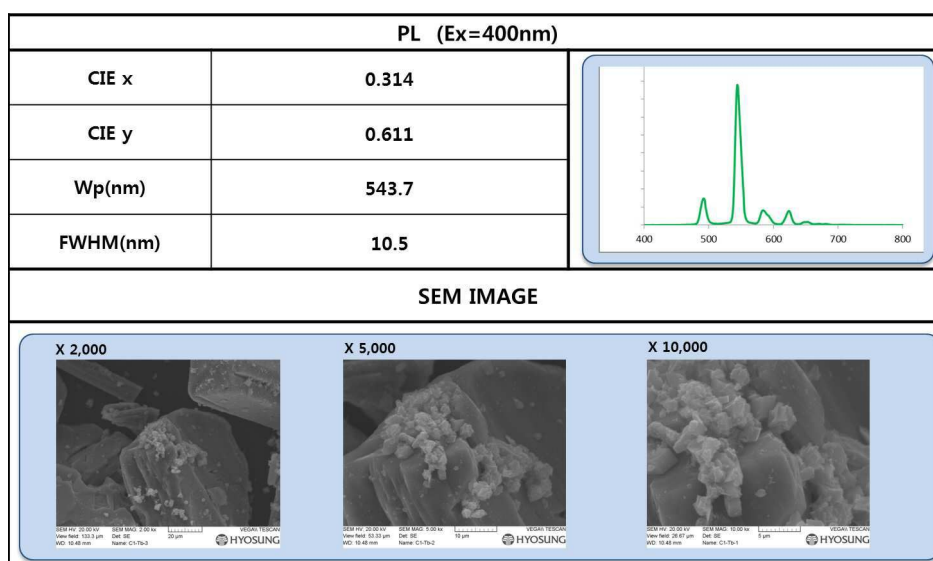
UV LED PKG characteristics (5630)			
Phosphor(wt%)		구동 전류(100mA), 구동전압(3V)	
		-	
400nm Green	5	Main peak	573.9
		CIE-x	0.155
		CIE-y	0.042

[0072]

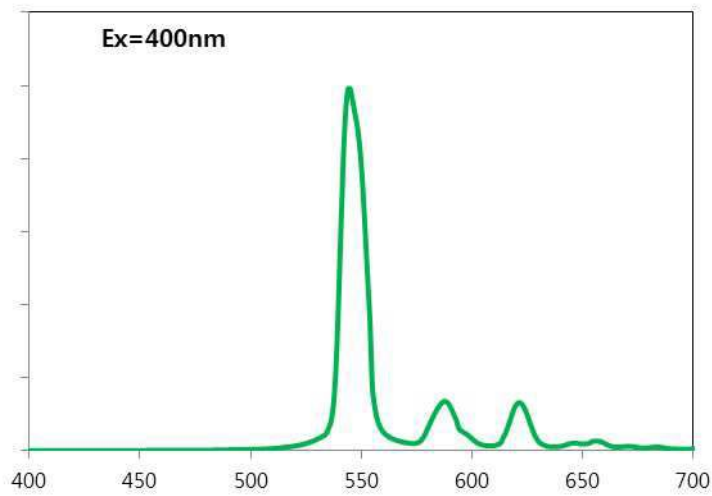
[0073] 이상에서 실시예를 참조하여 설명하였지만, 해당 기술 분야의 숙련된 당업자는 하기의 특허청구범위에 기재된 본 발명의 기술적 사상으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

도면

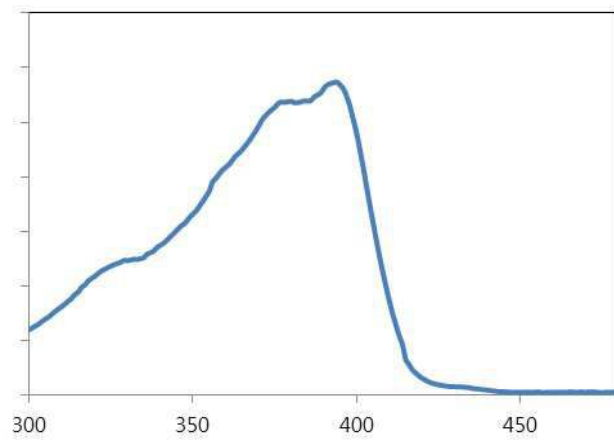
도면1



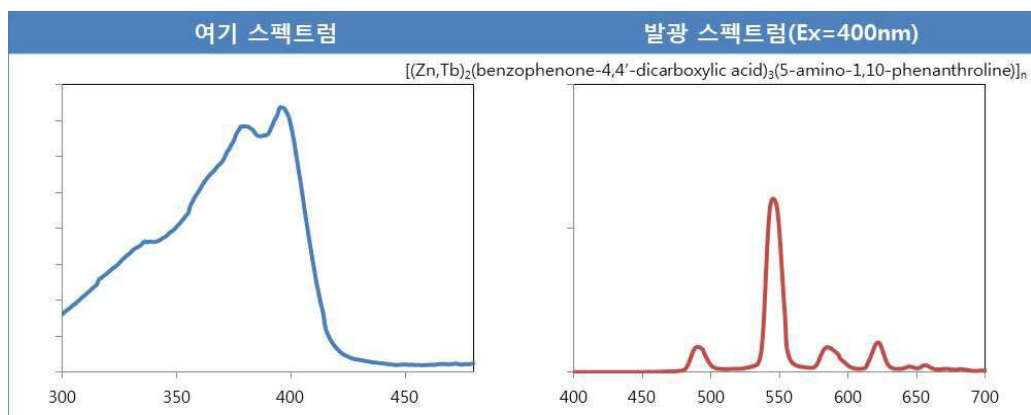
도면2



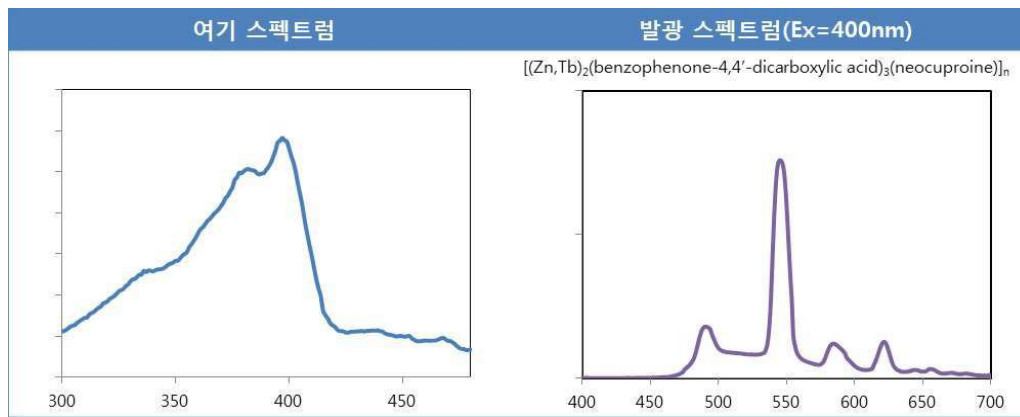
도면3



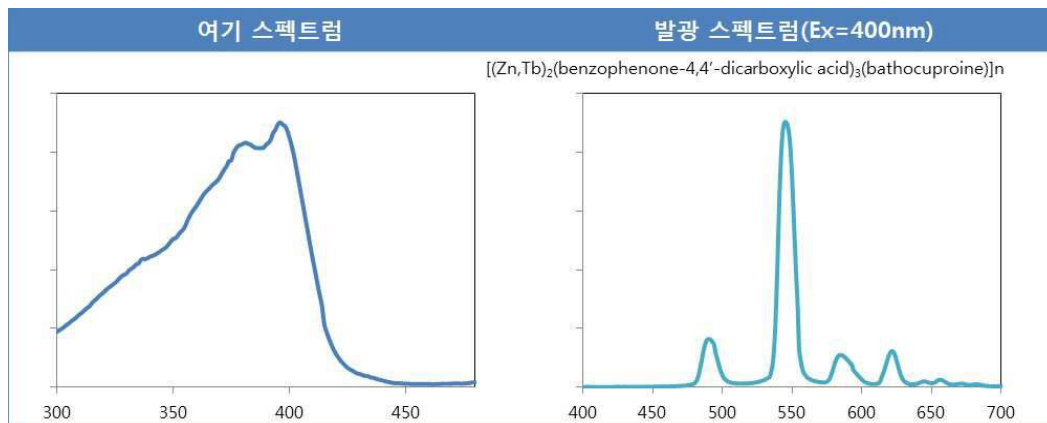
도면4



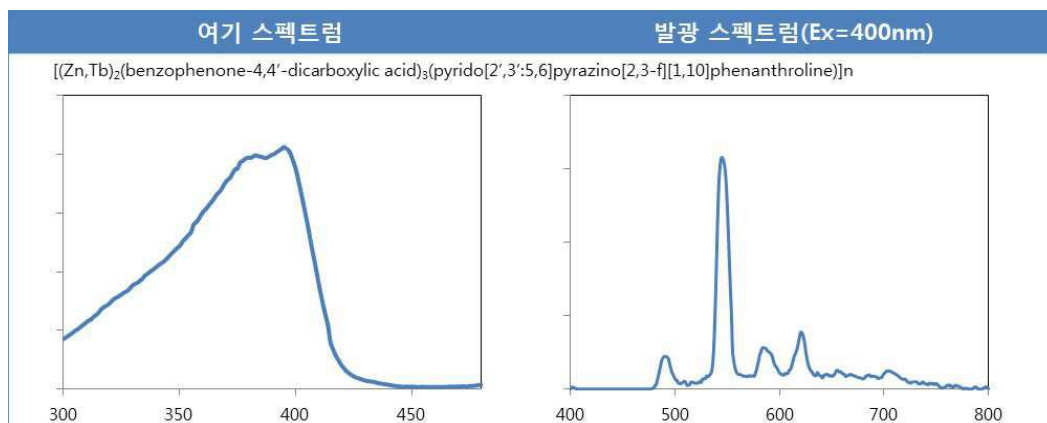
도면5



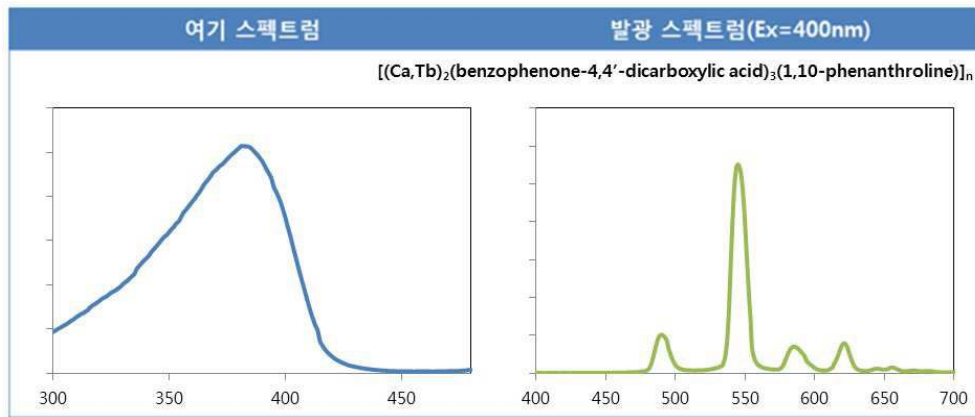
도면6



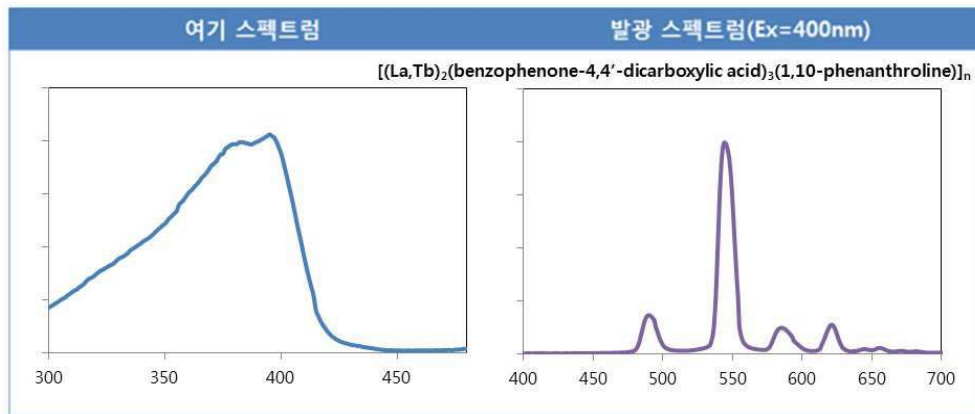
도면7



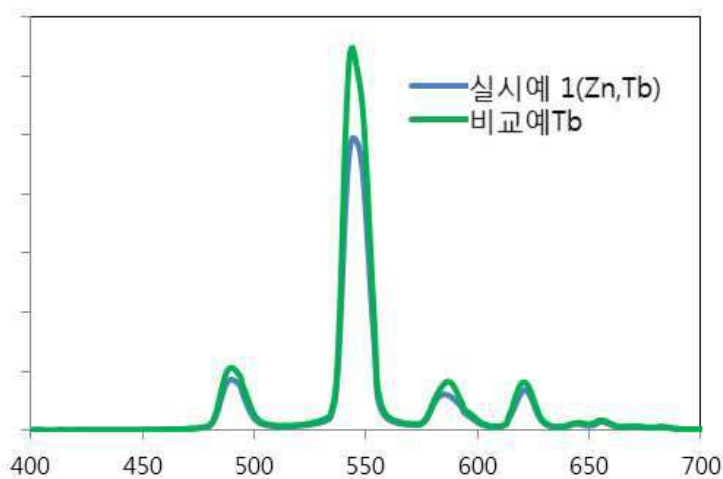
도면8



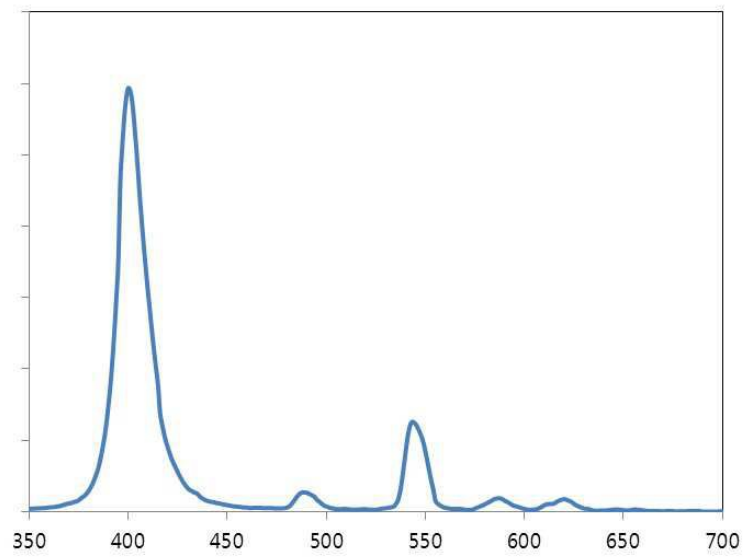
도면9



도면10



도면11



专利名称(译)	绿色有机 - 无机混合发光材料和使用其的LED发光装置		
公开(公告)号	KR1020180054943A	公开(公告)日	2018-05-25
申请号	KR1020160151043	申请日	2016-11-14
[标]申请(专利权)人(译)	株式会社晓星		
申请(专利权)人(译)	주식회사효성		
当前申请(专利权)人(译)	주식회사효성		
[标]发明人	IM SEO YOUNG 임서영 GO DA HYEON 고다현 KIM YOUNG SIC 김영식 RYU JEONG GON 류정곤		
发明人	임서영 고다현 김영식 류정곤		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50		
CPC分类号	C09K11/06 H01L51/5012 C09K2211/182 C09K2211/1007		
代理人(译)	Jocheolhyeon		

摘要(译)

3+ 本发明涉及使用绿色有机 - 无机复合发光材料的LED发光装置，其基于其中添加Tb作为活化剂的结构，并且是具有由下面的化学式1表示的组成的有机/无机复合发光材料和使用其的LED发光装置。[化学式1] 其中A是选自Y，La，Ga，Lu，Zn或Ti的二价至四价阳离子金属；R是选自Tb或Tb化合物中的一种， $0 < x_1 + x_2 \leq 2$ ，L是二苯甲酮-4,4'-二羧酸或二苯甲酮-4,4'-二羧酸盐，y代表2或3，phen代表选自菲咯啉衍生物的一种，n代表选自1至 ∞ 的整数。

