



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0027936

(51)⁷ C09K 11/61; C09K 11/64; H01L 33/50; (13) B
C09K 11/69; C09K 11/85; C09K 11/62;
C09K 11/67

(21) 1-2017-04824

(22) 18/05/2015

(86) PCT/US2015/031300 18/05/2015

(87) WO2016/186636 24/11/2016

(45) 25/04/2021 397

(43) 26/03/2018 360A

(73) GENERAL ELECTRIC COMPANY (US)

1 River Road, Schenectady, NY 12345, United States of America

(72) SISTA, Srinivas, Prasad (US); SETLUR, Anant, Achyut (US).

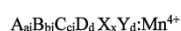
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) QUY TRÌNH TỔNG HỢP CHẤT LÂN QUANG PHA TẠP Mn^{4+} BỀN MÀU

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình tổng hợp chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu, trong đó quy trình này bao gồm bước cho tiền chất có công thức I, II, III hoặc IV tiếp xúc với tác nhân oxy hóa chứa flo ở dạng khí ở nhiệt độ cao để tạo thành chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu:



(I)



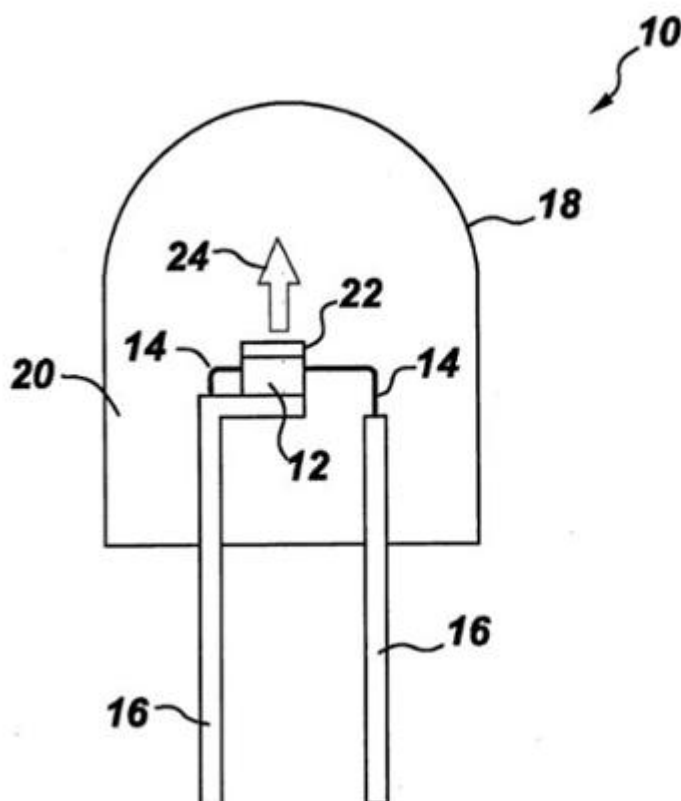
(II)



(III)



(IV)



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

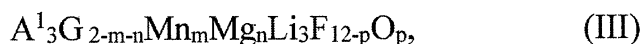
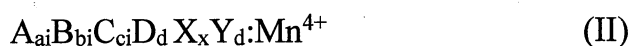
Sáng chế đề cập đến quy trình tổng hợp chất lân quang florua pha tạp Mn^{4+} bền màu, chất lân quang florua pha tạp Mn^{4+} bền màu được tổng hợp bằng quy trình này và các thiết bị bao gồm chất lân quang này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất lân quang florua phức hợp Mn^{4+} có các ưu điểm đối với các nguồn sáng có gam màu/cho màu sắc cao mà có hiệu quả cao. Tuy nhiên, độ nhạy của vật liệu với sự thủy phân hoặc sự thoái hóa do ánh sáng có thể giới hạn khả năng ứng dụng của chúng trong các sản phẩm thương mại. Do đó, sự cải thiện về độ ổn định của vật liệu là điều mong muốn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Tóm lại, theo một khía cạnh, sáng chế đề cập đến quy trình tổng hợp chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu. Tiền chất có công thức I, II, III hoặc IV được cho tiếp xúc với chất oxy hóa chứa flo ở dạng khí ở nhiệt độ cao để tạo ra chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu:



trong đó

A là Li, Na, K, Rb, Cs, hoặc hỗn hợp của chúng;

B là Be, Mg, Ca, Sr, Ba, hoặc hỗn hợp của chúng;

C là Sc, Y, B, Al, Ga, In, Tl, hoặc hỗn hợp của chúng;

D là Ti, Zr, Hf, Rf, Si, Ge, Sn, Pb, hoặc hỗn hợp của chúng;

X là F hoặc hỗn hợp của F và ít nhất một Br, Cl, và I;

Y là O, hoặc hỗn hợp của O và ít nhất một S và Se;

A^1 là Na hoặc K, hoặc hỗn hợp của chúng;

G là Al, B, Sc, Fe, Cr, Ti, In, hoặc hỗn hợp của chúng;

Z là La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sc, Y, In, hoặc hỗn hợp của chúng;

$$0 \leq a < 2;$$

$$0 \leq b < 1;$$

$$0 \leq c < 1;$$

$$0 \leq d \leq 1;$$

$$0,8 \leq a_i \leq 1,2;$$

$$0,8 \leq b_i \leq 1,2;$$

$$0 \leq c_{iii} \leq 1,2;$$

$$5,0 \leq x \leq 7;$$

$$0,8 \leq c + d \leq 1,2;$$

$$a + 2b + 3c + 4d = x;$$

$$0,8 \leq c_i + d \leq 1;$$

$$5,0 \leq x + d \leq 7,0;$$

$$a_i + 2b_i + 3c_i + 4d = x + 2d;$$

$$0,02 \leq m \leq 0,2;$$

$$0 \leq n \leq 0,4; \text{ và}$$

$$0 \leq p < 1.$$

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu mà có thể được sản xuất bởi quy trình, và sự chiếu sáng, nguồn sáng chiếu sáng nền và các thiết bị trình chiếu tinh thể lỏng sử dụng chất lân quang này.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các dấu hiệu, khía cạnh, và ưu điểm này và khác của sáng chế sẽ được hiểu rõ hơn khi đọc phần mô tả sau có dựa vào hình vẽ kèm theo trong đó các chi tiết được đánh số thống nhất trong toàn bộ các hình vẽ, trong đó:

FIG. 1 là hình chiếu cắt ngang dưới dạng giản đồ của thiết bị chiếu sáng theo một phương án của sáng chế;

FIG. 2 là hình chiếu cắt ngang dưới dạng giản đồ của thiết bị chiếu sáng theo khác phương án của sáng chế;

FIG. 3 là hình chiếu cắt ngang dưới dạng giản đồ của thiết bị chiếu sáng theo phương án khác nữa của sáng chế;

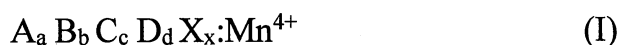
FIG. 4 là hình phối cảnh cắt trích của thiết bị chiếu sáng theo một phương án của sáng chế;

FIG. 5 là hình phối cảnh dưới dạng giản đồ của thiết bị được gắn vào bề mặt (surface-mounted device-SMD) của đèn nền LED.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong các quy trình theo sáng chế, tiền chất không bền màu thành chất lân quang bền màu được tôi, hoặc được cho tiếp xúc với nhiệt độ cao, trong khi tiếp xúc với môi trường khí chứa chất oxy hóa chứa flo. Tiền chất không bền màu có thành phần danh định giống hoặc rất tương tự với chất lân quang bền màu nhưng thiếu tính bền màu ở sản phẩm cuối cùng.

Tiền chất có công thức I được mô tả trong công bố đơn quốc tế số WO2014/104143, được chuyển nhượng cho Mitsubishi Chemical Corporation



trong đó

A là Li, Na, K, Rb, Cs, hoặc hỗn hợp của chúng;

B là Be, Mg, Ca, Sr, Ba, hoặc hỗn hợp của chúng;

C là Sc, Y, B, Al, Ga, In, Tl, hoặc hỗn hợp của chúng;

D là Ti, Zr, Hf, Rf, Si, Ge, Sn, Pb, hoặc hỗn hợp của chúng;

X là F hoặc hỗn hợp của F và ít nhất một Br, Cl, và I;

$$0 \leq a < 2;$$

$$0 \leq b < 1;$$

$$0 \leq c < 1;$$

$$0 \leq d \leq 1;$$

$$0,8 \leq c + d \leq 1,2;$$

$$5,0 \leq x \leq 7; \text{ và}$$

$$a + 2b + 3c + 4d = x.$$

Ví dụ về các tiền chất có công thức I bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các hợp chất có công thức $NaBaAlF_6:Mn^{4+}$, $K_2SrAlF_6:Mn^{4+}$, và $Na_2SrGaF_6:Mn^{4+}$. Các ví dụ bổ sung và sự điều chế của các hợp chất được mô tả trong công bố đơn quốc tế số WO 2014/104143.

Các tiền chất có công thức II cũng được mô tả trong công bố đơn quốc tế số WO 2014/104143



trong đó

Y là O, hoặc hỗn hợp của O và ít nhất một S và Se;

$$0,8 \leq a_i \leq 1,2$$

$$0,8 \leq b_i \leq 1,2$$

$$0 \leq c_i \leq 1,2$$

$$0,8 \leq c_i + d_i \leq 1$$

$$5,0 \leq x + d \leq 7,0;$$

$$a_i + 2b_i + 3c_i + 4d = x + 2d; \text{ và}$$

Y là O, hoặc hỗn hợp của O và ít nhất một S và Se;

Ví dụ về các tiền chất có công thức II bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các hợp chất có công thức $\text{NaBaTiF}_5\text{O}$ và $\text{KCaAl}_{0,5}\text{Ti}_{0,5}\text{F}_{5,5}\text{O}_{0,5}$. Các ví dụ bổ sung và sự điều chế của các hợp chất được mô tả trong công bố đơn quốc tế số WO 2014/104143.

Các tiền chất có công thức I và II được mô tả trong công bố đơn quốc tế số WO 2014/104143 là đã được cải thiện sự chịu nước và sự thoái hóa theo thời gian giảm đi. Tuy nhiên, việc ủ vật liệu theo các quy trình theo sáng chế có thể cải thiện các đặc tính như độ chịu nước và tính ổn định trong thời gian dài thậm chí là cao hơn.

Các tiền chất có công thức III được mô tả trong đơn sáng chế US 2012/0305972, được chuyển nhượng cho Koninklijke Philips Electronics N.V.



trong đó

A^1 là Na hoặc K, hoặc hỗn hợp của chúng;

G là Al, B, Sc, Fe, Cr, Ti, In, hoặc hỗn hợp của chúng;

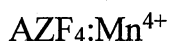
$$0,02 \leq m \leq 0,2;$$

$$0 \leq n \leq 0,4; \text{ và}$$

$$0 \leq p < 1.$$

Ví dụ về tiền chất có công thức III $\text{Na}_3\text{Al}_{1,94}\text{Mn}_{0,03}\text{Mg}_{0,03}\text{Li}_3\text{F}_{12}$, việc điều chế các tiền chất được bộc lộ trong đơn sáng chế US 2012/0305972.

Các tiền chất có công thức IV được mô tả trong đơn sáng chế CN 102827601, được chuyển nhượng cho Fujian Institute of Structure of Matter



(IV)

trong đó

Z là La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sc, Y, In, hoặc hỗn hợp của chúng.

Ví dụ về tiền chất có công thức IV là $\text{NaYF}_4:\text{Mn}^{4+}$, việc điều chế các tiền chất được bộc lộ trong đơn sáng chế CN 102827601.

Mặc dù các tác giả sáng chế không mong muốn bị ràng buộc theo bất kỳ lý thuyết cụ thể nào để giải thích sự cải thiện về tính bền màu thu được từ việc áp dụng quy trình theo sáng chế cho tiền chất, nguyên lý cơ bản là tiền chất có thể có các nhược điểm như có sự chuyển vị trí, trống F^- , trống cation, có các ion Mn^{3+} , các ion Mn^{2+} , có sự thế bằng OH^- cho F^- , hoặc bề mặt hoặc các nhóm H^+/OH^- ở các khe mà tạo ra các con đường tái hỗn hợp không bức xạ, và chúng được gắn hoặc loại bỏ bằng cách tiếp xúc với tác nhân oxy hóa ở nhiệt độ cao.

Nhiệt độ tại đó tiền chất được cho tiếp xúc với chất oxy hóa chứa flo có thể nằm trong khoảng từ 200°C đến khoảng 700°C , cụ thể là nằm trong khoảng từ 350°C đến khoảng 600°C trong quá trình tiếp xúc, và theo một số phương án từ khoảng 200°C đến khoảng 700°C . Theo một số phương án của sáng chế, nhiệt độ ít nhất là 100°C , cụ thể ít nhất là 225°C , và cụ thể hơn ít nhất là 350°C . Tiền chất lân quang được cho tiếp xúc với chất oxy hóa trong thời gian đủ để chuyển hóa nó thành chất lân quang bền màu. Thời gian và nhiệt độ là có liên quan với nhau, và có thể được điều chỉnh cùng với nhau, ví dụ, tăng thời gian trong khi giảm nhiệt độ, hoặc tăng nhiệt độ trong khi giảm thời gian. Theo phương án cụ thể, thời gian ít nhất là một giờ, đặc biệt là ít nhất bốn giờ, đặc biệt hơn là ít nhất sáu giờ, và đặc biệt nhất là ít nhất tám giờ. Theo phương án cụ thể, tiền chất được tiếp xúc với tác nhân oxy hóa trong khoảng thời gian ít nhất là tám giờ và nhiệt độ ít nhất là 250°C , ví dụ, ở khoảng 250°C trong khoảng bốn giờ và sau đó ở nhiệt độ khoảng 350°C trong khoảng bốn giờ.

Chất oxy hóa chứa flo có thể là F_2 , HF , SF_6 , BrF_5 , NH_4HF_2 , NH_4F , KF , AlF_3 , SbF_5 , ClF_3 , BrF_3 , KrF , XeF_2 , XeF_4 , NF_3 , SiF_4 , PbF_2 , ZnF_2 , SnF_2 , CdF_2 , hoặc hỗn hợp của chúng. Theo phương án cụ thể, chất oxy hóa chứa flo là F_2 . Lượng chất oxy hóa trong môi trường khí có thể thay đổi để thu được chất lân quang bền màu, cụ thể là cùng

với sự thay đổi của thời gian và nhiệt độ. Khi chất oxy hóa chứa flo là F_2 , môi trường khí có thể bao gồm ít nhất là 0,5% F_2 , mặc dù nồng độ thấp hơn cũng có thể hữu hiệu trong một vài phương án. Cụ thể, môi trường khí có thể bao gồm ít nhất là 5% F_2 và cụ thể hơn, ít nhất là 20% F_2 . Môi trường khí còn có thể bao gồm nitơ, heli, neon, argon, krypton, xenon, trong hỗn hợp bất kỳ với chất oxy hóa chứa flo. Theo phương án cụ thể, môi trường khí gồm có khoảng 20% F_2 và khoảng 80% nitơ.

Cách cho tiền chất tiếp xúc với chất oxy hóa chứa flo không bị giới hạn và có thể được thực hiện theo cách bất kỳ đủ để chuyển hóa tiền chất thành chất lân quang bền màu có đặc tính mong muốn. Theo một số phương án, khoang chứa tiền chất có thể được định liều và tiếp theo bị kín sao cho tạo ra sự quá áp khi buồng này được đun nóng, và trong buồng khác, hỗn hợp flo và nitơ được thổi qua quy trình tôi để đảm bảo áp suất đồng nhất hơn. Theo một số phương án, một lượng chất oxy hóa chứa flo bổ sung có thể được đưa vào sau một khoảng thời gian.

Thiết bị chiếu sáng hoặc hỗn hợp phát sáng hoặc đèn 10 theo một phương án của sáng chế được thể hiện trên FIG. 1. Thiết bị chiếu sáng 10 bao gồm nguồn phát xạ chất bán dẫn, được thể hiện dưới dạng vi mạch điốt phát quang (light emitting diode-LED) 12, và dây chì 14 được nối điện với vi mạch LED. Dây chì 14 có thể là dạng dây mảnh được đỡ bởi khung chì dày hơn 16 hoặc dây chì này có thể là điện cực tự đỡ và có thể bỏ qua khung chì. Dây chì 14 cung cấp dòng điện cho vi mạch LED 12 và do đó, làm nó phát xạ.

Đèn có thể bao gồm nguồn sáng UV hoặc màu xanh dương UV bằng chất bán dẫn bất kỳ mà có thể tạo ra ánh sáng trắng khi bức xạ phát ra của nó được hướng vào chất lân quang. Theo một phương án, nguồn sáng bằng chất bán dẫn là LED phát màu xanh dương pha tạp nhiều tạp chất khác nhau. Do đó, LED có thể bao gồm điốt bán dẫn dựa trên các lớp bán dẫn III-V, II-VI hoặc IV-IV thích hợp bất kỳ và có bước sóng phát ra nằm trong khoảng từ 250 đến 550nm. Cụ thể, LED có thể chứa ít nhất một lớp bán dẫn chứa GaN, ZnSe hoặc SiC. Ví dụ, LED có thể gồm hợp chất bán dẫn nitrua được thể hiện bằng công thức $In_iGa_jAl_kN$ (trong đó $0 \leq i$; $0 \leq j$; $0 \leq k$ và $i + j + k = 1$) có bước sóng phát lớn hơn khoảng 250nm và nhỏ hơn khoảng 550nm. Theo các phương án cụ thể, vi mạch là LED phát tia UV gần hoặc phát màu xanh dương có bước sóng phát đỉnh nằm trong khoảng từ 400 đến khoảng 500nm. Các chất bán dẫn dùng cho LED là đã biết

rõ trong lĩnh vực này. Nguồn phát xạ được mô tả trong bản mô tả này ở dạng LED cho thuận tiện. Tuy nhiên, như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ này dùng để chỉ tất cả các nguồn phát xạ bán dẫn bao gồm, ví dụ, điốt laze bán dẫn. Ngoài ra, mặc dù sự thảo luận chung của các kết cấu để làm ví dụ theo sáng chế được đề cập trong bản mô tả này được tập trung vào các nguồn sáng trên cơ sở LED vô cơ, nhưng cần hiểu rằng vi mạch LED có thể được thay thế bởi nguồn phát xạ khác trừ khi có quy định khác và chỉ dẫn bất kỳ đến chất bán dẫn, LED bán dẫn, hoặc vi mạch LED sẽ chỉ là đại diện của nguồn phát xạ thích hợp bất kỳ, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, điốt phát quang hữu cơ.

Trong thiết bị chiếu sáng 10, chế phẩm lân quang 22 được ghép phát xạ vào vi mạch LED 12. Việc được ghép phát xạ được có nghĩa là các bộ phận được kết hợp với nhau nhờ đó sự phát xạ được phát ra từ bộ phận này được truyền đến bộ phận khác. Chế phẩm chất lân quang 22 được lắng phủ lên LED 12 bằng phương pháp thích hợp bất kỳ. Ví dụ, huyền phù trên nền nước chứa (các) chất lân quang có thể được tạo thành, và phủ dưới dạng lớp chất lân quang lên bề mặt LED. Theo một phương pháp dạng này, vữa silicon trong đó các hạt chất lân quang được tạo huyền phù một cách ngẫu nhiên được bố trí xung quanh LED. Phương pháp này chỉ là ví dụ về các vị trí có thể của chế phẩm lân quang 22 và LED 12. Do đó, chế phẩm lân quang 22 có thể được phủ lên hoặc trực tiếp lên bề mặt phát sáng của vi mạch LED 12 bằng cách phủ và sấy khô huyền phù chất lân quang trên vi mạch LED 12. Trong trường hợp huyền phù trên nền silicon, huyền phù này được lưu hóa ở nhiệt độ thích hợp. Cả vỏ 18 và chất bao 20 đều phải trong suốt để cho phép ánh sáng trắng 24 truyền qua được các chi tiết này. Mặc dù không nhằm mục đích giới hạn, theo một số phương án, cỡ hạt trung bình của chế phẩm lân quang nằm trong khoảng từ 1 đến khoảng 50 micron, đặc biệt là từ khoảng 15 đến khoảng 35 micron.

Theo phương án khác, chế phẩm lân quang 22 được đặt rải rác bên trong vật liệu chất bao 20, thay cho việc được tạo thành trực tiếp trên vi mạch LED 12. Chất lân quang (ở dạng bột) có thể được đặt rải rác bên trong một vùng của vật liệu chất bao 20 hoặc trong toàn bộ thể tích của vật liệu chất bao. Ánh sáng màu xanh dương được phát bởi vi mạch LED 12 trộn với ánh sáng được phát bởi chế phẩm lân quang 22, và ánh sáng hỗn hợp hiện ra dưới dạng ánh sáng trắng. Nếu chất lân quang được đặt rải rác bên trong vật liệu chất bao 20, thì bột chất lân quang có thể được bổ sung vào tiền chất polyme hoặc

silicon, được nạp xung quanh vi mạch LED 12, và sau đó, tiền chất polyme có thể được lưu hóa để hóa rắn vật liệu polyme hoặc silicon. Các phương pháp đặt chất lân quang rải rác đã biết khác cũng có thể được sử dụng, như nạp chuyển.

Theo một số phương án, vật liệu chất bao 20 là nền silicon có chỉ số khúc xạ R , và chứa, ngoài chế phẩm lân quang 22, chất pha loãng có độ hấp thụ nhỏ hơn khoảng 5% và chỉ số khúc xạ $R \pm 0,1$. Chất pha loãng có chỉ số khúc xạ $\leq 1,7$, đặc biệt là $\leq 1,6$, và đặc biệt hơn là $\leq 1,5$. Theo phương án cụ thể, chất pha loãng là có công thức II, và có chỉ số khúc xạ là khoảng 1,4. Việc bổ sung vật liệu không hoạt động quang học vào hỗn hợp chất lân quang/silicon có thể tạo ra sự phân phối thông lượng ánh sáng từ từ hơn xuyên suốt hỗn hợp chất lân quang/chất bao và có thể dẫn đến làm giảm hư tổn chất lân quang. Các chất thích hợp làm chất pha loãng bao gồm hợp chất florua như LiF , MgF_2 , CaF_2 , SrF_2 , AlF_3 , K_2NaAlF_6 , KMgF_3 , CaLiAlF_6 , K_2LiAlF_6 , và K_2SiF_6 , có chỉ số khúc xạ nằm trong khoảng từ 1,38 (AlF_3 và K_2NaAlF_6) đến khoảng 1,43 (CaF_2), và polyme có chỉ số khúc xạ nằm trong khoảng từ 1,254 đến khoảng 1,7. Ví dụ không giới hạn về các polyme thích hợp để làm chất pha loãng bao gồm polycacbonat, polyeste, nylon, polyeteimit, polyeteketon, và polyme có nguồn gốc từ styren, acrylat, metacrylat, vinyl, vinyl axetat, etylen, propylen oxit, và etylen oxit monome, và copolyme của chúng, bao gồm các dẫn xuất halogen hóa và không halogen hóa. Các bột polyme này có thể được kết hợp trực tiếp vào chất bao silicon trước khi lưu hóa silicon.

Theo phương án khác nữa, chế phẩm lân quang 22 được phủ lên bề mặt của vỏ 18, thay cho việc được tạo thành trên vi mạch LED 12. Tốt hơn, nếu chế phẩm lân quang được phủ lên bề mặt bên trong của vỏ 18, mặc dù chất lân quang có thể được phủ lên bề mặt bên ngoài của vỏ, nếu muốn. Chế phẩm chất lân quang 22 có thể được phủ lên toàn bộ bề mặt của vỏ hoặc chỉ phần trên cùng của bề mặt của vỏ. Ánh sáng màu xanh dương/UV được phát bởi vi mạch LED 12 trộn với ánh sáng được phát ra bởi chế phẩm lân quang 22, và ánh sáng hỗn hợp hiện ra dưới dạng ánh sáng trắng. Tất nhiên, chất lân quang có thể nằm ở hai hoặc toàn bộ ba vị trí bất kỳ hoặc ở vị trí bất kỳ thích hợp khác, như tách rời khỏi vỏ hoặc tích hợp vào LED.

FIG. 2 minh họa kết cấu thứ hai của hệ thống theo sáng chế. Các số tương ứng với các hình từ FIG. 1-4 (ví dụ 12 trên FIG. 1 và 112 trên FIG. 2) liên quan đến các kết cấu tương ứng trong mỗi hình vẽ, trừ khi có quy định khác. Kết cấu của phương án theo

FIG. 2 tương tự như kết cấu theo FIG. 1, ngoại trừ chế phẩm lân quang 122 là được đặt rải rác bên trong vật liệu chất bao 120, thay cho việc được tạo thành trực tiếp trên vi mạch LED 112. Chất lân quang (ở dạng bột) có thể được đặt rải rác bên trong một vùng của vật liệu chất bao hoặc trong toàn bộ thể tích của vật liệu chất bao. Việc phát xạ (được thể hiện bằng mũi tên 126) được phát bởi vi mạch LED 112 trộn với ánh sáng được phát bởi chất lân quang 122, và ánh sáng hỗn hợp hiện ra dưới dạng ánh sáng trắng 124. Nếu chất lân quang được đặt rải rác bên trong vật liệu chất bao 120, thì bột chất lân quang có thể được bổ sung vào tiền chất polyme, và nạp xung quanh vi mạch LED 112. Tiếp theo, tiền chất polyme hoặc silicon có thể được lưu hóa để hóa rắn polyme hoặc silicon. Các phương pháp đặt chất lân quang rải rác đã biết khác cũng có thể được sử dụng, như đúc chuyển.

FIG. 3 minh họa kết cấu có thể thứ ba của hệ thống theo sáng chế. Kết cấu của phương án được thể hiện trên FIG. 3 tương tự với kết cấu của FIG. 1, ngoại trừ chế phẩm lân quang 222 được phủ lên bề mặt của vỏ 218, thay cho việc được tạo thành trên vi mạch LED 212. Tốt hơn, nếu chế phẩm lân quang 222 được phủ lên bề mặt bên trong của vỏ 218, mặc dù chất lân quang có thể được phủ lên bề mặt bên ngoài của vỏ, nếu muốn. Chế phẩm chất lân quang 222 có thể được phủ lên toàn bộ bề mặt của vỏ, hoặc chỉ phần trên cùng của bề mặt của vỏ. Ánh sáng phát xạ 226 được phát bởi vi mạch LED 212 trộn với ánh sáng được phát bởi chế phẩm lân quang 222, và ánh sáng hỗn hợp hiện ra dưới dạng ánh sáng trắng 224. Tất nhiên, các kết cấu của các hình từ FIG. 1-3 có thể được kết hợp, và chất lân quang có thể nằm ở bất kỳ hai hoặc tất cả ba vị trí, hoặc ở vị trí thích hợp bất kỳ khác, như tách rời khỏi vỏ, hoặc tích hợp vào LED.

Trong kết cấu bất kỳ trong số các kết cấu nêu trên, đèn còn có thể bao gồm nhiều hạt tán xạ (không được thể hiện trên hình vẽ), được nhúng trong vật liệu chất bao. Hạt tán xạ có thể bao gồm, ví dụ, nhôm oxit hoặc titan oxit. Các hạt tán xạ tán xạ một cách hữu hiệu ánh sáng định hướng phát ra từ vi mạch LED, tốt hơn nếu với một lượng hấp thụ không đáng kể.

Như được thể hiện trong kết cấu thứ tư trên FIG. 4, vi mạch LED 412 có thể được gắn vào trong cốc phản chiếu 430. Cốc 430 này có thể được làm từ hoặc được phủ bằng chất điện môi, như nhôm oxit, titan oxit, hoặc các bột điện môi khác đã biết trong lĩnh vực này, hoặc được phủ bằng kim loại phản chiếu, như nhôm hoặc bạc. Phần còn lại của

kết cấu của phương án trên FIG. 4 là tương tự như phần còn lại bất kỳ của các hình vẽ trên đây, và có thể bao gồm hai dây chì 416, dây dẫn 432, và vật liệu chất bao 420. Cốc phản chiếu 430 được đỡ bởi dây chì thứ nhất 416 và dây dẫn 432 được sử dụng để nối điện với vi mạch LED 412 bằng dây chì thứ hai 416.

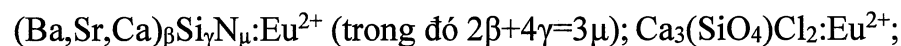
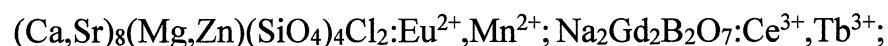
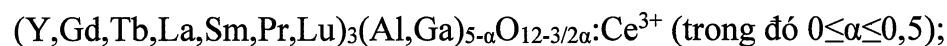
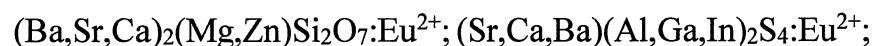
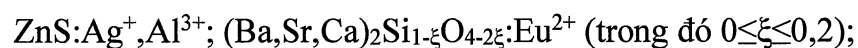
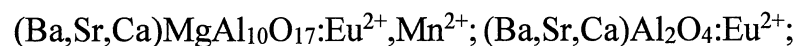
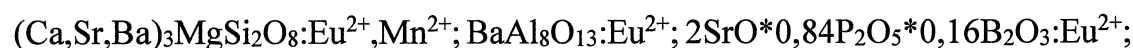
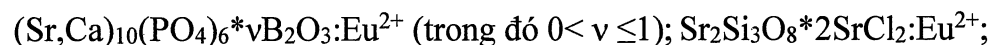
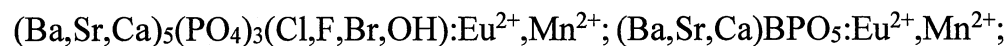
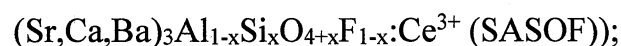
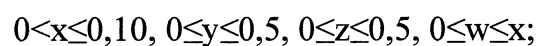
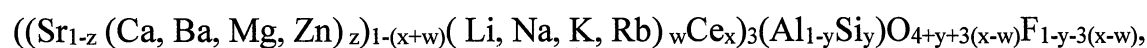
Kết cấu khác (đặc biệt cho ứng dụng đèn nền) là điốt phát quang 550 loại gắn vào bề mặt ("SMD"), ví dụ như được minh họa trên FIG. 5. SMD này là "loại phát phụ" và có cửa sổ phát sáng 552 trên phần nhô ra của bộ phận dẫn ánh sáng 554. Gói SMD có thể bao gồm vi mạch LED như được xác định trên đây, và chất lân quang được kích thích bởi ánh sáng phát ra từ vi mạch LED. Theo các phương án khác, đèn LED trên các FIG. 1-4 có thể được sử dụng làm thiết bị chiếu sáng nền được đặt trên bề mặt sau của tấm nền tinh thể lỏng. Các thiết bị có thiết bị hiển thị bao gồm nguồn sáng bán dẫn; và chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu theo sáng chế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, TV, máy tính, điện thoại thông minh, máy tính xách tay và các thiết bị cầm tay khác.

Khi được sử dụng với LED phát ở bước sóng nằm trong khoảng từ 350 đến 550nm và một hoặc nhiều chất lân quang thích hợp khác, hệ thống chiếu sáng thu được sẽ tạo ra ánh sáng có màu trắng. Đèn 10 còn có thể bao gồm hạt tán xạ (không được thể hiện trên hình vẽ), được nhúng trong vật liệu chất bao. Hạt tán xạ có thể bao gồm, ví dụ, nhôm oxit hoặc titan oxit. Các hạt tán xạ tán xạ một cách hữu hiệu ánh sáng định hướng phát ra từ vi mạch LED, tốt hơn nếu với một lượng hấp thụ không đáng kể.

Ngoài chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu, chế phẩm lân quang 22 có thể bao gồm một hoặc nhiều chất lân quang khác. Khi được sử dụng trong thiết bị chiếu sáng kết hợp với LED phát xạ màu xanh dương hoặc UV gần trong khoảng từ 250 đến 550nm, ánh sáng thu được được phát bởi hỗn hợp này sẽ là ánh sáng trắng. Các nguồn chất lân quang khác như các chất lân quang màu xanh lá, màu xanh dương, màu vàng, màu đỏ, màu da cam, hoặc chất lân quang màu khác có thể được sử dụng trong hỗn hợp này để tùy biến màu trắng của ánh sáng thu được và tạo ra sự phân phối công suất phổ đặc trưng. Các chấm lượng tử có màu sắc mong muốn bất kỳ cũng có thể được sử dụng trong chế phẩm lân quang 22, hoặc có thể được đặt trong lớp tách biệt với chế phẩm lân quang 22. Các chất khác thích hợp để sử dụng trong chế phẩm lân quang 22 bao gồm polyme điện phát quang như polyflorene, tốt hơn là poly(9,9-dioctyl floren) và copolyme của chúng, như poly(9,9'-dioctylflorene-co-bis-N,N'-(4-butylphenyl)diphenylamin) (F8-TFB);

poly(vinylcarbazol) và polyphenylenvinylen và các dẫn xuất của chúng. Ngoài ra, lớp phát sáng có thể bao gồm thuốc nhuộm hoặc phức kim loại lân quang màu xanh dương, màu vàng, màu da cam, màu xanh lá hoặc màu đỏ, hoặc kết hợp của chúng. Các chất thích hợp để sử dụng làm thuốc nhuộm lân quang bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, tris(1-phenylisoquinolin) iridi (III) (thuốc nhuộm màu đỏ), tris(2-phenylpyridin) iridi (thuốc nhuộm màu xanh lá) và iridi (III) bis(2-(4,6-diflophenyl)pyridinato-N,C2) (thuốc nhuộm màu xanh dương). Các phức kim loại huỳnh quang và lân quang có bán trên thị trường của ADS (American Dyes Source, Inc.) cũng có thể được sử dụng. Thuốc nhuộm màu xanh lá ADS bao gồm ADS060GE, ADS061GE, ADS063GE, và ADS066GE, ADS078GE, và ADS090GE. Thuốc nhuộm màu xanh dương ADS bao gồm ADS064BE, ADS065BE, và ADS070BE. Thuốc nhuộm màu đỏ ADS bao gồm ADS067RE, ADS068RE, ADS069RE, ADS075RE, ADS076RE, ADS067RE, và ADS077RE.

Nguồn lân quang thích hợp để sử dụng trong chế phẩm lân quang 22 bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở:



$0 \leq w \leq 0,2$); $(Y, Lu, Gd)_{2-\varphi} Ca_{\varphi} Si_4 N_{6+\varphi} C_{1-\varphi} : Ce^{3+}$, (trong đó $0 \leq \varphi \leq 0,5$); (Lu, Ca, Li, Mg, Y) , α -SiAlON được pha tạp với Eu^{2+} and/or Ce^{3+} ; $(Ca, Sr, Ba) SiO_2 N_2 : Eu^{2+}, Ce^{3+}$; β -SiAlON: $Eu^{2+}, 3,5MgO \cdot 0,5MgF_2 \cdot GeO_2 : Mn^{4+}$; $Ca_{1-c-r} Ce_c Eu_r Al_{1+c} Si_{1-c} N_3$, (trong đó $0 \leq c \leq 0,2, 0 \leq f \leq 0,2$); $Ca_{1-h-r} Ce_h Eu_r Al_{1-h} (Mg, Zn)_h SiN_3$, (trong đó $0 \leq h \leq 0,2, 0 \leq r \leq 0,2$); $Ca_{1-2s-t} Ce_s (Li, Na)_s Eu_t AlSiN_3$, (trong đó $0 \leq s \leq 0,2, 0 \leq f \leq 0,2, s+t > 0$); $(Sr, Ca) AlSiN_3 : Eu^{2+}$ và $Ca_{1-\sigma-\chi-\phi} Ce_{\sigma} (Li, Na)_{\chi} Eu_{\phi} Al_{1+\sigma-\chi} Si_{1-\sigma+\chi} N_3$, (trong đó $0 \leq \sigma \leq 0,2, 0 \leq \chi \leq 0,4, 0 \leq \phi \leq 0,2$).

Tỷ lệ của mỗi loại chất lân quang riêng rẽ trong hỗn hợp chất lân quang có thể thay đổi tùy thuộc vào đặc điểm của ánh sáng xuất ra mong muốn. Tỷ phần tương đối của mỗi chất lân quang trong các phương án hỗn hợp chất lân quang có thể được điều chỉnh sao cho khi việc phát của chúng được trộn và sử dụng trong thiết bị chiếu sáng LED, sẽ tạo ra ánh sáng nhìn thấy có trị số x và y đã định trên biểu đồ sắc độ CIE. Như đã nêu, tốt hơn nếu ánh sáng trắng được tạo ra. Ánh sáng màu trắng này, ví dụ, có thể có trị số x nằm trong khoảng từ 0,20 đến khoảng 0,55, và trị số y nằm trong khoảng từ 0,20 đến khoảng 0,55. Tuy nhiên, như đã nêu độ đồng nhất chính xác và lượng của mỗi loại chất lân quang trong chế phẩm lân quang có thể thay đổi theo nhu cầu của người sử dụng cuối cùng. Ví dụ, các vật liệu có thể được sử dụng cho LED được dự định để dùng cho đèn nền màn hình tinh thể lỏng (liquid crystal display-LCD). Trong ứng dụng này, điểm màu LED sẽ được điều chỉnh một cách thích hợp dựa trên màu trắng, màu đỏ, màu xanh lá, và màu xanh dương mong muốn sau khi đi qua LCD/kết hợp bộ lọc màu.

Chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu theo sáng chế có thể được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác ngoài các ứng dụng được mô tả trên đây. Ví dụ, các chất này có thể được sử dụng làm chất lân quang trong đèn huỳnh quang, trong ống tia âm cực, trong thiết bị màn hình plasma hoặc trong màn hình tinh thể lỏng (LCD). Chất này còn có thể được sử dụng làm thiết bị đếm nhấp nháy trong nhiệt lượng kế điện từ, trong máy ảnh tia gama, trong máy chụp cắt lớp hoặc trong máy laze. Các ứng dụng này chỉ nhằm mục đích ví dụ và không giới hạn sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Mẫu $Na_2Ba_{0,5} AlF_6 : Mn^{4+}$ được đặt trong phòng buồng lò cao. Buồng lò cao được hút chân không sử dụng bơm cơ khí và thổi nhiều lần bằng nitơ và hỗn hợp nitơ, flo. Sau vài

chu trình bơm và thổi, buồng lò cao được nạp với môi trường khí chứa 20% khí flo và 80% khí nitơ đến áp suất khoảng 1 atm. Buồng sau đó được đốt đến khoảng 540°C. Sau khi giữ khoảng 12 giờ, buồng được làm lạnh đến nhiệt độ phòng. Hỗn hợp nitơ và flo được hút ra, buồng được nạp và thổi vài lần bằng nitơ để đảm bảo loại bỏ hoàn toàn khí flo trước khi mở buồng.

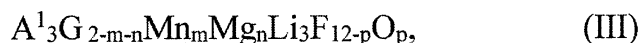
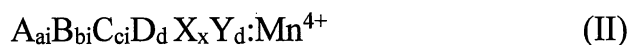
Ví dụ 2

Mẫu $\text{NaBaTiF}_5\text{O:Mn}^{4+}$ được đặt trong buồng lò cao. Buồng lò cao được hút chân không sử dụng bơm cơ khí và thổi nhiều lần bằng nitơ và hỗn hợp nitơ, flo. Sau vài chu trình bơm và thổi, buồng lò cao được nạp với môi trường khí chứa 20% khí flo và 80% khí nitơ đến áp suất khoảng 1 atm. Buồng sau đó được đốt đến khoảng 500°C. Sau khi giữ khoảng bốn giờ, buồng được làm lạnh đến nhiệt độ phòng. Hỗn hợp nitơ và flo được hút ra, buồng được nạp và thổi vài lần bằng nitơ để đảm bảo loại bỏ hoàn toàn khí flo trước khi mở buồng.

Mặc dù chỉ một số dấu hiệu nhất định của sáng chế được minh họa và mô tả trong bản mô tả này, các cải biến và thay đổi khác có thể được tiến hành bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực này. Do đó, cần phải hiểu rằng các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo được nhằm để bao gồm tất cả các cải biến và thay đổi nằm trong đúng phạm vi của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tổng hợp chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu, trong đó quy trình này bao gồm bước cho tiền chất có công thức I, II, III hoặc IV:



tiếp xúc với tác nhân oxy hóa chứa flo ở dạng khí ở nhiệt độ cao để tạo thành chất lân quang pha tạp Mn^{4+} bền màu; trong đó:

A là Li, Na, K, Rb, Cs, hoặc hỗn hợp của chúng;

B là Be, Mg, Ca, Sr, Ba, hoặc hỗn hợp của chúng;

C là Sc, Y, B, Al, Ga, In, Tl, hoặc hỗn hợp của chúng;

D là Ti, Zr, Hf, Rf, Si, Ge, Sn, Pb, hoặc hỗn hợp của chúng;

X là F hoặc hỗn hợp của F và ít nhất một Br, Cl, và I;

Y là O, hoặc hỗn hợp của O và ít nhất một S và Se;

A^1 là Na hoặc K, hoặc hỗn hợp của chúng;

G là Al, B, Sc, Fe, Cr, Ti, In, hoặc hỗn hợp của chúng;

Z là La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sc, Y, In, hoặc hỗn hợp của chúng;

$$0 \leq a < 2;$$

$$0 \leq b < 1;$$

$$0 \leq c < 1;$$

$$0 \leq d \leq 1;$$

$$0,8 \leq a_i \leq 1,2;$$

$$0,8 \leq b_i \leq 1,2;$$

$$0 \leq c_i \leq 1,2;$$

$$5,0 \leq x \leq 7;$$

$$0,8 \leq c + d \leq 1,2;$$

$$a + 2b + 3c + 4d = x;$$

$$0,8 \leq c_i + d \leq 1;$$

$$5,0 \leq x + d \leq 7,0;$$

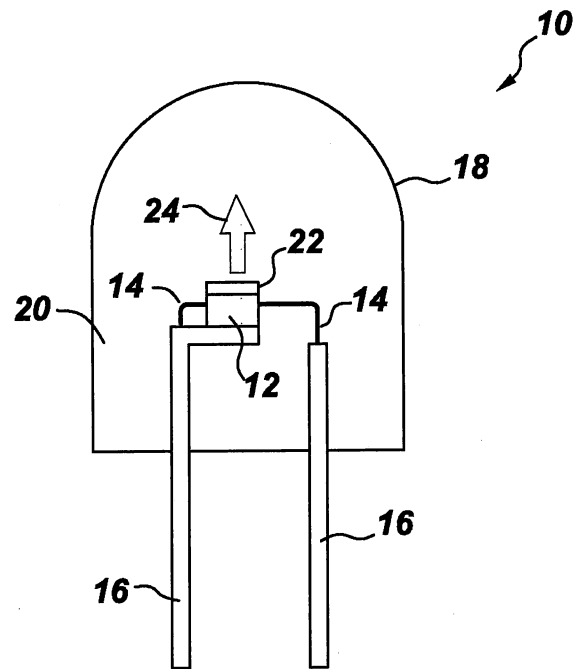
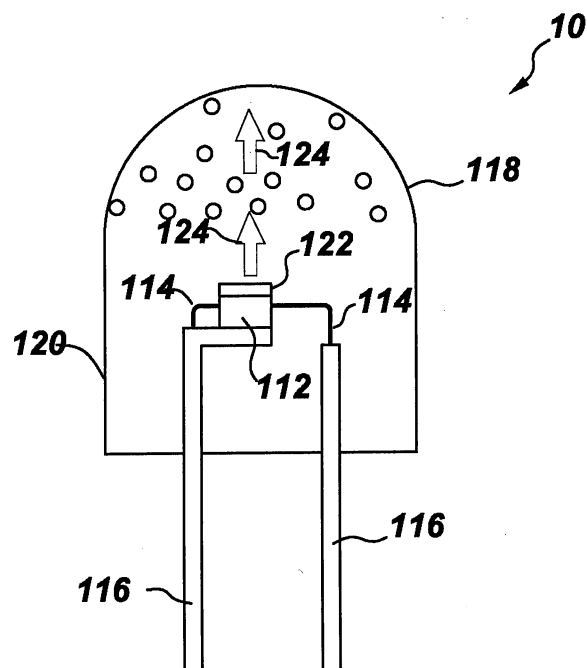
$$a_i + 2b_i + 3c_i + 4d = x + 2d;$$

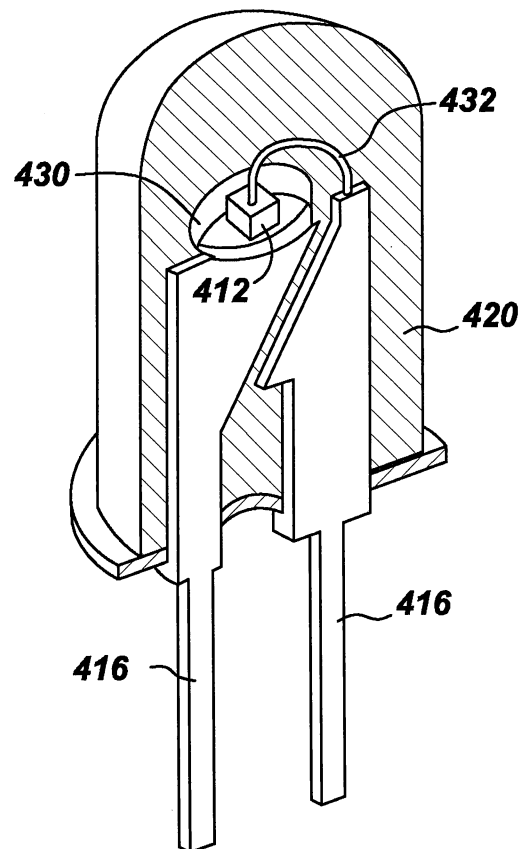
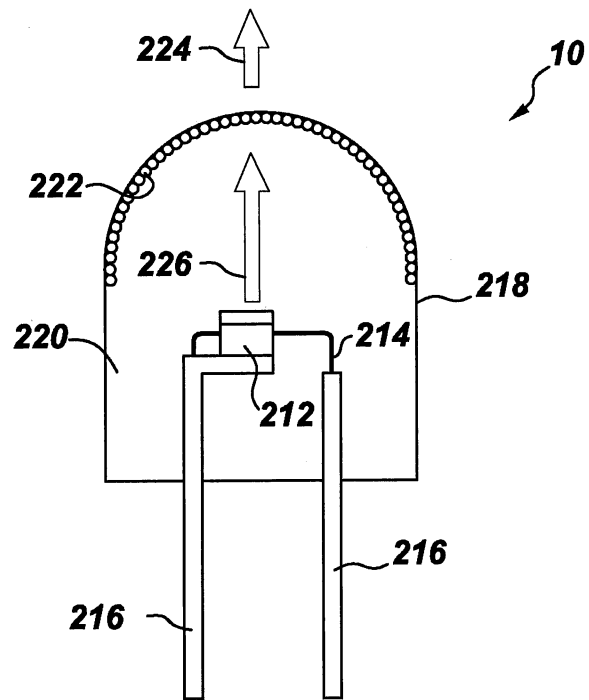
$$0,02 \leq m \leq 0,2;$$

$$0 \leq n \leq 0,4; \text{ và}$$

$$0 \leq p < 1.$$

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó tiền chất có công thức I.
3. Quy trình theo điểm 1, trong đó tiền chất có công thức II.
4. Quy trình theo điểm 1, trong đó tiền chất có công thức III hoặc công thức IV.
5. Quy trình theo điểm 1, trong đó X là F.
6. Quy trình theo điểm 1, trong đó Y là O.
7. Quy trình theo điểm 1, trong đó B là Ca, Sr, Ba, hoặc hỗn hợp của chúng.
8. Quy trình theo điểm 1, trong đó C là Al, Ga, hoặc hỗn hợp của chúng.
9. Quy trình theo điểm 1, trong đó D là Si, Ge, Ti, hoặc hỗn hợp của chúng.
10. Quy trình theo điểm 1, trong đó chất oxy hóa chứa flo là F₂.
11. Quy trình theo điểm 1, trong đó nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 700°C.

**Fig. 1****Fig. 2**



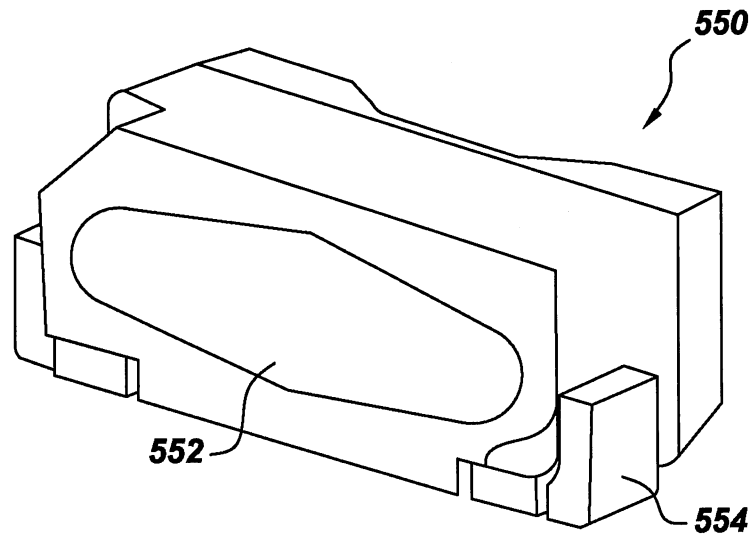


Fig. 5