



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
1-0049600
(51)^{2021.01} C09K 11/02; C09K 11/64; H01L 33/50; (13) B
C09K 11/08

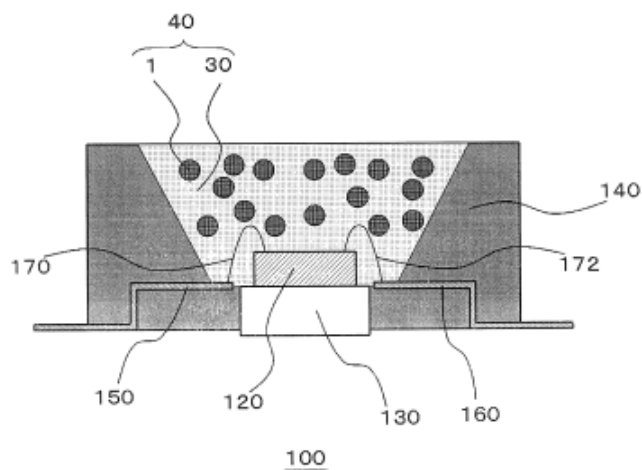
(21) 1-2022-06911 (22) 19/03/2021
(86) PCT/JP2021/011488 19/03/2021 (87) WO 2021/200287 A1 07/10/2021
(30) 2020-061212 30/03/2020 JP
(45) 25/08/2025 449 (43) 26/12/2022 417A
(73) DENKA COMPANY LIMITED (JP)
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 1038338 Japan
(72) TANAKA Moeko (JP); NOMIYAMA Tomohiro (JP); TAKAMURA Marina (JP).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) BỘT PHOSPHO, COMPOSIT, THIẾT BỊ PHÁT SÁNG VÀ PHƯƠNG PHÁP
ĐIỀU CHẾ BỘT PHOSPHO

(21) 1-2022-06911

(57) Sáng chế đề cập đến bột phospho bao gồm phospho đỏ được thể hiện bằng công thức chung $(\text{Sr}_x, \text{Ca}_{1-x-y}, \text{Eu}_y)\text{AlSi}(\text{N}, \text{O})_3$ có pha tinh thể giống như pha tinh thể của CASN. Trong công thức chung này, mỗi quan hệ $x < 1$ và $1 - x - y > 0$ được thỏa mãn. Ngoài ra, bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang, trong trường hợp mà trong đó bột phospho được chiếu ánh sáng kích thích màu xanh da trời có bước sóng 455nm là bằng hoặc lớn hơn 600nm và bằng hoặc nhỏ hơn 610nm, và độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang này là bằng hoặc nhỏ hơn 73nm.

Fig. 1



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến bột phospho, composit, thiết bị phát sáng và phương pháp điều chế bột phospho.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Để sản xuất LED trắng, phospho đỏ mà biến đổi ánh sáng xanh da trời từ chip LED xanh da trời thành ánh sáng đỏ đang được nghiên cứu. Để làm phospho đỏ, chất được gọi là CASN, SCASN, và tương tự là đã biết.

Theo một ví dụ cụ thể, tài liệu sáng chế 1 bộc lộ phospho chứa pha tinh thể được thể hiện bằng công thức chung, $M_aSr_bCa_cAl_dSi_eN_f$ và có tỷ lệ duy trì hiệu suất lượng tử bằng hoặc lớn hơn 85% ở năng lượng kích thích quang học 4000 mW/mm^2 . Trong công thức chung này, M là nguyên tố hoạt hóa, $0 < a < 0,05$, $0,95 \leq b \leq 1$, $0 \leq c < 0,1$, $a + b + c = 1$, $0,7 \leq d \leq 1,3$, $0,7 \leq e \leq 1,3$, và $2,5 \leq f \leq 3,5$.

Tài liệu liên quan

Tài liệu sáng chế

[Tài liệu sáng chế 1] Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định số 2019-077800

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Cho đến nay, các cải tiến khác nhau đã được thực hiện đối với phospho đỏ để biến đổi ánh sáng xanh da trời từ chip LED xanh da trời thành ánh sáng đỏ. Tuy nhiên, vẫn cần cải thiện về độ sáng khi LED trắng được sử dụng.

Sáng chế đã được tạo ra khi xem xét các tình huống này. Một trong số các mục đích của sáng chế là cải thiện độ sáng của LED trắng bằng cách cải thiện phospho đỏ.

Giải pháp cho vấn đề

Các tác giả sáng chế đã hoàn thành sáng chế được đưa ra dưới đây và giải quyết

vấn đề được mô tả ở trên.

Theo sáng chế, đã đề xuất:

bột phospho bao gồm phospho đỏ được thể hiện bằng công thức chung $(\text{Sr}_x, \text{Ca}_{1-x-y}, \text{Eu}_y)\text{AlSi}(\text{N}, \text{O})_3$ có pha tinh thể giống như pha tinh thể của CASN, các mối quan hệ $x < 1$ và $1 - x - y > 0$ được thỏa mãn, bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang trong trường hợp mà trong đó ánh sáng kích thích màu xanh da trời ở bước sóng 455nm được phát ra là bằng hoặc lớn hơn 600nm và bằng hoặc nhỏ hơn 610nm, và độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang là bằng hoặc nhỏ hơn 73nm.

Ngoài ra, theo sáng chế, đã đề xuất composit bao gồm bột phospho này, và vật liệu gắn để gắn bột phospho này.

Ngoài ra, theo sáng chế, đã đề xuất thiết bị phát sáng bao gồm phần tử phát sáng để phát ra ánh sáng kích thích, và composit để biến đổi bước sóng của ánh sáng kích thích này.

Ngoài ra, theo sáng chế, đã đề xuất phương pháp điều chế bột phospho, phương pháp này bao gồm bước trộn để trộn nguyên liệu ban đầu để tạo ra bột nguyên liệu hỗn hợp, và bước nung để nung bột nguyên liệu hỗn hợp để thu được sản phẩm nung, trong đó nguyên liệu ban đầu chứa các hạt nhân phospho SCASN có đường kính hạt trung bình bằng hoặc lớn hơn $5\mu\text{m}$ và bằng hoặc nhỏ hơn $30\mu\text{m}$.

Các hiệu quả có lợi của sáng chế

Bằng cách sử dụng phospho đỏ theo sáng chế, độ sáng của LED trắng có thể được cải thiện.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ mặt cắt ngang dạng lược đồ thể hiện ví dụ về cấu trúc của thiết bị phát sáng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, một phương án của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dựa vào các hình vẽ.

Trong các hình vẽ này, các bộ phận giống nhau được ký hiệu bằng các số chỉ dẫn giống nhau, và mô tả về nó sẽ không được nhắc lại.

Để tránh phức tạp, trong trường hợp mà trong đó có nhiều bộ phận giống nhau trong cùng một hình vẽ, chỉ một trong số các bộ phận này có thể được ký hiệu và không phải tất cả chúng có thể được ký hiệu trong một số trường hợp.

Các hình vẽ là chỉ nhằm mục đích giải thích. Hình dạng hoặc tỷ lệ kích thước của mỗi bộ phận trên hình vẽ không nhất thiết tương ứng với sản phẩm thực tế.

Theo sáng chế, trừ khi được mô tả rõ theo cách khác, thuật ngữ “gần như” để chỉ rằng dung sai sản xuất, sự biến thiên khi lắp ráp, và tương tự được bao gồm trong khoảng.

Nói đúng ra, "độ sáng" là một đại lượng vật lý (đơn vị: cd/m^2) được xác định bằng cách sử dụng cường độ ánh sáng của nguồn sáng và góc đối diện với bề mặt của nguồn sáng. Tuy nhiên, thuật ngữ "độ sáng" được sử dụng theo sáng chế được sử dụng với nghĩa rộng hơn. Thuật ngữ "độ sáng" theo sáng chế có nghĩa là “độ sáng của ánh sáng được cảm nhận bởi con người” hoặc “cường độ ánh sáng cảm giác khi xem xét độ nhạy thị giác của mắt người”.

Bột phospho

Bột phospho theo phương án này bao gồm phospho đỏ được thể hiện bằng công thức chung $(\text{Sr}_x, \text{Ca}_{1-x-y}, \text{Eu}_y)\text{AlSi}(\text{N}, \text{O})_3$ có pha tinh thể giống như pha tinh thể của CASN. Trong công thức chung này, mối quan hệ $x < 1$ và $1 - x - y > 0$ được thỏa mãn.

Ngoài ra, bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang, trong trường hợp mà trong đó bột phospho theo phương án này được chiếu ánh sáng kích thích màu xanh da trời có bước sóng 455nm là bằng hoặc lớn hơn 600nm và bằng hoặc nhỏ hơn 610nm, và tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 602nm và bằng hoặc nhỏ hơn 609nm. Ngoài ra, độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang này là bằng hoặc nhỏ hơn 73nm, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 70nm và bằng hoặc nhỏ hơn 73nm, và tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 71nm và bằng hoặc nhỏ hơn 73nm.

Để cải thiện độ sáng của LED trắng bằng cách cải thiện phospho đỏ, có thể đơn giản là tăng cường độ đỉnh của phổ phát xạ ánh sáng của phospho đỏ.

Trong khi đó, trong trường hợp ánh sáng đỏ, độ sáng có thể được cải thiện bằng cách rút ngắn “bước sóng” đỉnh của phổ phát xạ ánh sáng (huỳnh quang) do mối quan

hệ của độ nhạy thị giác. Tức là, trong vùng bước sóng của ánh sáng đỏ, con người có xu hướng cảm nhận "độ sáng hơn" trong ánh sáng có bước sóng ngắn hơn là trong ánh sáng có bước sóng dài. Theo phương án này, dựa trên điều này, phospho được thiết kế sao cho bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang, trong trường hợp mà trong đó ánh sáng kích thích màu xanh da trời ở bước sóng 455nm được phát ra, là bằng hoặc lớn hơn 600nm và bằng hoặc nhỏ hơn 610nm, trong phospho đỏ được thể hiện bằng công thức chung $(\text{Sr}_x, \text{Ca}_{1-x-y}, \text{Eu}_y) \text{AlSi}(\text{N}, \text{O})_3$ có pha tinh thể giống như pha tinh thể của CASN. Bằng cách "rút ngắn bước sóng đỉnh" này, độ sáng của LED trắng có thể được cải thiện.

Ngoài ra, theo các phát hiện của các tác giả sáng chế, trong lĩnh vực liên quan, trong trường hợp mà trong đó bước sóng đỉnh của phospho đỏ được thiết kế rút ngắn, cường độ đỉnh có thể giảm đi, nhưng theo phương án này, phospho đỏ được thiết kế sao cho độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang là bằng hoặc nhỏ hơn 73nm, bằng cách đó làm tăng cường độ đỉnh của phổ huỳnh quang (không làm như vậy chóp đỉnh là thấp).

Các hạt phospho theo phương án này, trong đó bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang là bước sóng ngắn và độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang là nhỏ, tốt hơn là được sử dụng để cải thiện độ sáng của LED trắng.

Bột phospho theo phương án này có thể thu được bằng cách chọn thích hợp các nguyên liệu, và chọn tỷ lệ sử dụng của mỗi nguyên liệu, quy trình điều chế, điều kiện điều chế, và tương tự. Việc chọn các nguyên liệu và tỷ lệ lượng của các nguyên liệu tốt hơn là bao gồm sử dụng lượng lớn của nguyên liệu chứa Sr, sử dụng lượng nhỏ của nguyên liệu chứa Eu, bổ sung "nhân" mà sẽ được mô tả sau, và tương tự. Quy trình điều chế và điều kiện điều chế tốt hơn là bao gồm thực hiện quá trình nung bằng cách sử dụng bộ phận chứa được làm bằng kim loại nóng chảy cao, ví dụ, bộ phận chứa được làm bằng vonfram, molypden, hoặc tantan, và tương tự. Các chi tiết này sẽ được mô tả sau.

Mô tả về bột phospho theo phương án này sẽ được tiếp tục.

Cấu trúc tinh thể, thành phần nguyên tố, và tương tự

Các hạt phospho theo phương án này bao gồm phospho đỏ được thể hiện bằng công thức chung $(\text{Sr}_x, \text{Ca}_{1-x-y}, \text{Eu}_y) \text{AlSi}(\text{N}, \text{O})_3$ có pha tinh thể giống như pha tinh thể của

CASN (tức là, CaAlSiN_3). Trong công thức chung này, mối quan hệ $x < 1$ và $1 - x - y > 0$ được thỏa mãn. Ở đây, (N,O) có nghĩa là một phần của N không tránh khỏi được thay thế bằng O.

Pha tinh thể có thể được khẳng định bằng phương pháp nhiễu xạ bột tia X. Pha tinh thể tốt hơn là pha đơn của tinh thể, nhưng có thể chứa pha dị thể miễn là nó không ảnh hưởng đáng kể đến các đặc tính của phospho. Sự có mặt hoặc không có mặt của pha dị thể có thể được xác định, ví dụ, bằng phương pháp nhiễu xạ bột tia X dựa trên sự có mặt hoặc không có mặt của đỉnh khác với đỉnh do pha tinh thể mục tiêu.

Cấu trúc khung của CASN có cấu hình với các tứ diện đều (Si,Al)- N_4 được liên kết với nhau, và các nguyên tử Ca được nằm trong khoảng trống của khung này. Một phần của Ca^{2+} được thay bằng Eu^{2+} , nó hoạt động như tâm phát sáng, để tạo ra phospho đỏ.

Đối với x, tốt hơn là $0,9 < x < 1$, tốt hơn nữa là $0,92 < x < 1$, và thậm chí tốt hơn nữa là $0,95 < x < 1$. Theo các phát hiện của của tác giả sáng chế, trong trường hợp mà trong đó lượng Sr trong các hạt phospho theo phương án này là lớn, bước sóng đỉnh hoặc độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang có thể nằm trong các khoảng bằng số được mô tả ở trên.

Để làm chỉ số khác theo quan điểm "lượng Sr lớn", tỷ lệ mol $\text{Sr}/(\text{Sr} + \text{Ca})$ tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,96 và bằng hoặc nhỏ hơn 0,999 và tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,97 và bằng hoặc nhỏ hơn 0,999.

Đối với y, tốt hơn là $y < 0,01$, tốt hơn nữa là $0,0005 < y < 0,005$, và thậm chí tốt hơn nữa là $0,001 < y < 0,005$. Nói chung, theo quan điểm cường độ đỉnh, tốt hơn là các hạt phospho chứa một lượng lớn của Eu đến mức nào đó, nhưng theo quan điểm rút ngắn bước sóng, tốt hơn là lượng Eu là tương đối nhỏ theo phương án này.

Đường kính trung bình

Đường kính trung bình của các hạt phospho theo phương án này tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn $1\mu\text{m}$ và bằng hoặc nhỏ hơn $40\mu\text{m}$ và tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn $10\mu\text{m}$ và bằng hoặc nhỏ hơn $30\mu\text{m}$. Nhằm mục đích biến đổi ánh sáng xanh da trời từ LED xanh da trời thành ánh sáng đỏ, đường kính trung bình này là được ưu tiên theo

quan điểm cân bằng các tính năng khác nhau như độ sáng hoặc hiệu suất biến đổi.

Đường kính trung bình có thể được xác định dưới dạng giá trị dựa trên thể tích bằng phương pháp tán xạ nhiễu xạ laze.

Đường kính trung bình có thể được điều chỉnh bằng cách áp dụng thích hợp các cách đã biết như nghiền thành bột và rây. Các chi tiết về chúng sẽ được mô tả sau.

Phương pháp điều chế bột phospho

Bột phospho theo phương án này có thể thu được bằng cách chọn thích hợp các nguyên liệu, và chọn tỷ lệ sử dụng của mỗi nguyên liệu, quy trình điều chế, điều kiện điều chế, và tương tự. Cụ thể, bột phospho theo phương án này tốt hơn là được điều chế bằng các bước sau đây.

- Bước trộn để trộn nguyên liệu ban đầu để tạo ra bột nguyên liệu hỗn hợp
- Bước nung để nung bột nguyên liệu hỗn hợp để thu được sản phẩm nung.

Ngoài ra, trong quá trình điều chế bột phospho, có thể có các bước bổ sung khác với các bước này.

Sau đây, bước trộn, bước nung, và các bước bổ sung khác với các bước này sẽ được mô tả.

Bước trộn

Trong bước trộn, các nguyên liệu ban đầu được trộn để tạo ra bột nguyên liệu hỗn hợp.

Các ví dụ về nguyên liệu ban đầu bao gồm hợp chất europi, hợp chất stronti như stronti nitrua, hợp chất canxi như canxi nitrua, silic nitrua, và nhôm nitrua.

Dạng của mỗi nguyên liệu ban đầu tốt hơn là trạng thái bột.

Các ví dụ về hợp chất europi bao gồm oxit chứa europi, hydroxit chứa europi, nitrua chứa europi, oxynitrua chứa europi, và halogenua chứa europi. Các hợp chất này có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Trong số chúng, europi oxit, europi nitrua và europi florua tốt hơn là được sử dụng một mình, và europi oxit tốt hơn nữa là được sử dụng một mình.

Trong bước nung, europi được chia thành một phần được làm chất phụ gia, một

phần bay hơi, và phần còn lại dưới dạng thành phần pha dị thể. Thành phần pha dị thể chứa europi này có thể được loại bỏ bằng cách xử lý bằng axit hoặc tương tự. Tuy nhiên, trong trường hợp mà trong đó lượng tương đối lớn của nó được tạo ra, thành phần không tan bởi quá trình xử lý bằng axit có thể được tạo ra và độ sáng có thể giảm đi. Ngoài ra, miễn là nó là pha dị thể không hấp thụ ánh sáng quá mức, nó có thể ở tình trạng dư, và europi có thể được chứa trong pha dị thể này.

Lượng hợp chất europi được sử dụng là không bị giới hạn, nhưng cho rằng tỷ lệ nạp được phản ánh trực tiếp trong tỷ lệ thành phần cuối, y trong công thức chung được mô tả ở trên tốt hơn là được sử dụng với lượng $y < 0,01$, tốt hơn nữa là $0,0005 < y < 0,005$, và thậm chí tốt hơn nữa là $0,001 < y < 0,005$. Ngoài ra, trong trường hợp sử dụng các hạt nhân mà sẽ được mô tả sau, y trong các bất đẳng thức này không chứa lượng europi trong các hạt nhân.

Theo quan điểm rút ngắn bước sóng, tốt hơn là lượng europi là tương đối nhỏ theo phương án này.

Trong khi đó, liên quan đến lượng hợp chất stronti, cho rằng tỷ lệ nạp được phản ánh trực tiếp trong tỷ lệ thành phần cuối, x trong công thức chung được mô tả ở trên tốt hơn là được sử dụng với lượng $0,9 \leq x < 1$, tốt hơn nữa là $0,92 \leq x < 1$, và tốt hơn nữa là $0,95 \leq x < 1$. Ngoài ra, trong trường hợp sử dụng các hạt nhân mà sẽ được mô tả sau, x trong các bất đẳng thức này không chứa lượng stronti trong các hạt nhân.

Theo quan điểm rút ngắn bước sóng, tốt hơn là lượng stronti là tương đối lớn theo phương án này.

Theo phương án này, tốt hơn là nguyên liệu ban đầu (bột nguyên liệu hỗn hợp) chứa các hạt nhân phospho SCASN có đường kính trung bình bằng hoặc lớn hơn $5\mu\text{m}$ và bằng hoặc nhỏ hơn $30\mu\text{m}$. Tức là, tốt hơn là một phần của nguyên liệu ban đầu là các hạt nhân phospho SCASN có đường kính hạt trung bình bằng hoặc lớn hơn $5\mu\text{m}$ và bằng hoặc nhỏ hơn $30\mu\text{m}$. Đường kính hạt trung bình tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn $10\mu\text{m}$ và bằng hoặc nhỏ hơn $20\mu\text{m}$.

Theo sáng chế, các hạt nhân phospho SCASN còn được gọi đơn giản là "các hạt nhân", "các nhân", và tương tự.

Mặc dù chi tiết là không rõ ràng, đã cho rằng, do các hạt nhân được sử dụng, quá trình kết tinh diễn ra từ các hạt nhân làm điểm bắt đầu trong bước nung tiếp theo. Do đó, đã cho rằng phương pháp phát triển tinh thể là khác với trường hợp trong đó bước nung được thực hiện mà không sử dụng các hạt nhân (ví dụ, đã cho rằng, bằng cách sử dụng nhân này, thành phần của mỗi hạt có khả năng được căn chỉnh, so với trường hợp trong đó nhân này không được sử dụng). Sau đó, có lẽ kết quả là, đã cho rằng để dàng thu được bột phospho trong đó bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang, trong trường hợp mà trong đó ánh sáng kích thích màu xanh da trời có bước sóng 455nm được phát ra, là bằng hoặc lớn hơn 600nm và bằng hoặc nhỏ hơn 610nm và độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang là bằng hoặc nhỏ hơn 73nm.

Theo một ví dụ, các hạt nhân có thể là phospho đỏ được thể hiện bằng công thức chung giống như của phospho đỏ của phương án này được mô tả ở trên. Tức là, liên quan đến các hạt nhân, theo một ví dụ, bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang, trong trường hợp mà trong đó ánh sáng kích thích màu xanh da trời có bước sóng 455nm được phát ra, là không nhất thiết bằng hoặc lớn hơn 600nm và bằng hoặc nhỏ hơn 610nm, và/hoặc độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang là không bằng hoặc nhỏ hơn 73nm, nhưng thành phần là giống như hoặc tương tự như của phospho đỏ theo phương án này.

Trong trường hợp mà trong đó các hạt nhân được sử dụng, lượng của nó là, ví dụ, bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 20% khối lượng và tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 2% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 15% khối lượng, trong tổng khối lượng của bột nguyên liệu hỗn hợp.

Các hạt nhân có thể thu được, ví dụ, bằng cách thực hiện bước gần như tương tự với bước của bột phospho theo phương án này. Tức là, trong bước điều chế bột phospho theo phương án này, các hạt nhân có thể thu được theo cách gần như giống hệt, chỉ khác là các hạt nhân không được bổ sung trong bước trộn. Thành phần của các hạt nhân (công thức chung) còn tốt hơn là giống như của bột phospho theo phương án này.

Trong bước trộn, bột nguyên liệu hỗn hợp có thể thu được bằng cách sử dụng, ví dụ, phương pháp trộn khô nguyên liệu đầu, phương pháp trộn ướt trong dung môi trơ về cơ bản không phản ứng với mỗi nguyên liệu đầu, và sau đó loại bỏ dung môi, hoặc tương

tự. Để làm thiết bị trộn, ví dụ, máy trộn nghiền cỡ nhỏ, máy trộn kiểu chữ V, máy trộn lắc, máy nghiền bi, máy nghiền rung, hoặc tương tự có thể được sử dụng. Sau khi trộn bằng cách sử dụng thiết bị này, các khối kết có thể được loại bỏ bằng rây, nếu cần, để thu được bột nguyên liệu hỗn hợp.

Để ngăn sự hư hỏng của nguyên liệu ban đầu và sự trộn lẫn oxy không chủ ý, tốt hơn là bước trộn được thực hiện trong môi trường nitơ hoặc trong môi trường trong đó hàm lượng nước (độ ẩm) càng thấp càng tốt.

Bước nung

Trong bước nung, bột nguyên liệu hỗn hợp thu được trong bước trộn được nung để thu được sản phẩm nung.

Nhiệt độ nung trong bước nung tốt hơn là bằng hoặc cao hơn 1800°C và bằng hoặc thấp hơn 2100°C và tốt hơn nữa là bằng hoặc cao hơn 1900°C và bằng hoặc thấp hơn 2000°C. Bằng cách thiết đặt nhiệt độ nung ở giá trị giới hạn dưới này hoặc cao hơn, sự phát triển hạt của các hạt phospho diễn ra hiệu quả hơn. Do đó, tỷ lệ hấp thụ ánh sáng, hiệu suất lượng tử nội, và hiệu suất lượng tử ngoại có thể được cải thiện hơn. Bằng cách thiết đặt nhiệt độ nung tới giá trị giới hạn trên hoặc thấp hơn, sự phân hủy của các hạt phospho có thể được ngăn chặn hơn nữa. Do đó, tỷ lệ hấp thụ ánh sáng, hiệu suất lượng tử nội, và hiệu suất lượng tử ngoại có thể được cải thiện hơn.

Các điều kiện khác như thời gian nung nóng, tốc độ nung nóng, thời gian duy trì nung nóng, và áp suất trong bước nung là không bị giới hạn cụ thể, và có thể được điều chỉnh thích hợp theo các nguyên liệu được sử dụng. Thông thường, thời gian duy trì nung nóng tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 3 giờ và bằng hoặc ít hơn 30 giờ, và áp suất tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,6 MPa và bằng hoặc nhỏ hơn 10 MPa (áp suất theo áp kế). Theo quan điểm kiểm soát nồng độ oxy, tốt hơn là bước nung được thực hiện trong môi trường khí nitơ. Tức là, tốt hơn là bước nung được thực hiện trong môi trường khí nitơ có áp suất bằng hoặc lớn hơn 0,6 MPa và bằng hoặc nhỏ hơn 10 MPa (áp suất theo áp kế).

Ở thời điểm nung, tốt hơn là nạp hỗn hợp vào bộ phận chứa mà không dễ dàng phản ứng với hỗn hợp trong quá trình nung, ví dụ, bộ phận chứa được làm bằng kim loại nóng chảy cao, cụ thể là bộ phận chứa có thành bên trong được làm bằng vonfram,

molybden, hoặc tantan và nung nóng hỗn hợp này. Do đó, sự tạo ra pha dị thể có thể được ngăn chặn.

Bước nghiền thành bột

Để làm bước bổ sung, bước nghiền thành bột có thể được thực hiện. Sản phẩm nung thu được qua bước nung thường là sản phẩm nung kết dạng hạt hoặc dạng cục. Trong trường hợp mà trong đó sản phẩm nung là dạng cục và khó thao tác, sản phẩm nung này có thể được nghiền thành bột ngay để thu được bột nung kết bằng cách sử dụng các phương pháp xử lý như nghiền, nghiền thành bột, và phân loại một mình hoặc kết hợp.

Các ví dụ cụ thể về phương pháp xử lý bao gồm phương pháp nghiền sản phẩm nung kết tới cỡ hạt được xác định trước bằng cách sử dụng máy nghiền thông thường như máy nghiền bi, máy nghiền rung, hoặc máy nghiền phun. Tuy nhiên, cần chú ý đối với việc nghiền quá mức, do các hạt mịn mà dễ dàng tán xạ ánh sáng có thể được tạo ra hoặc các khuyết tật tinh thể có thể được gây ra trên bề mặt hạt, dẫn đến sự giảm hiệu suất phát ánh sáng.

Bước ủ

Để làm bước bổ sung, bước ủ có thể được thực hiện. Cụ thể, sau bước nung, có thể có bước ủ để ủ bột đã nung ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ nung trong bước nung để thu được bột đã ủ.

Bước ủ tốt hơn là được thực hiện trong khí trơ như khí hiếm và khí nitơ, khí khử như khí hydro, khí cacbon monoxit, khí hydrocacbon, và khí amoniac, hoặc khí hỗn hợp của chúng, hoặc trong môi trường không oxy hóa khác với nitơ tinh khiết như chân không. Bước ủ đặc biệt tốt hơn là được thực hiện trong môi trường khí hydro hoặc môi trường argon.

Bước ủ có thể được thực hiện dưới áp suất khí quyển, gia áp, hoặc giảm áp. Nhiệt độ xử lý nhiệt trong bước ủ tốt hơn là bằng hoặc cao hơn 1300°C và bằng hoặc thấp hơn 1400°C. Thời gian của bước ủ là không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 3 giờ và bằng hoặc ít hơn 12 giờ và tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 5 giờ và bằng hoặc ít hơn 10 giờ.

Bằng cách thực hiện bước ủ, hiệu suất phát sáng của các hạt phospho có thể được cải thiện đủ. Ngoài ra, sự sắp xếp lại các nguyên tố sẽ loại bỏ biến dạng và khuyết tật, nên độ trong suốt cũng có thể được cải thiện.

Trong bước ủ, các pha dị thể có thể xuất hiện. Tuy nhiên, chúng có thể được loại bỏ đủ bằng bước mà sẽ được mô tả sau.

Bước xử lý bằng axit

Để làm bước bổ sung, bước xử lý bằng axit có thể được thực hiện. Trong bước xử lý bằng axit, bột đã ủ thu được trong bước ủ thường được xử lý bằng axit. Do đó, ít nhất một phần của các tạp chất mà không góp phần vào sự phát sáng có thể được loại bỏ. Ngoài ra, đã cho rằng các tạp chất mà không góp phần vào sự phát sáng được tạo ra trong bước nung và bước ủ.

Để làm axit, dung dịch nước chứa một hoặc nhiều axit được chọn từ axit flohydric, axit sulfuric, axit phosphoric, axit clohydric, và axit nitric có thể được sử dụng. Cụ thể, axit flohydric, axit nitric, và axit hỗn hợp của axit flohydric và axit nitric là được ưu tiên.

Việc xử lý bằng axit có thể được thực hiện bằng cách phân tán bột đã ủ trong dung dịch nước chứa axit được mô tả ở trên. Thời gian khuấy, ví dụ, là bằng hoặc lớn hơn 10 phút và bằng hoặc ít hơn 6 giờ và tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 30 phút và bằng hoặc ít hơn 3 giờ. Nhiệt độ ở thời gian khuấy có thể là, ví dụ, bằng hoặc cao hơn 40°C và bằng hoặc thấp hơn 90°C và tốt hơn là bằng hoặc cao hơn 50°C và bằng hoặc thấp hơn 70°C.

Sau bước xử lý bằng axit, chất lỏng trong đó bột đã ủ được phân tán có thể được đun sôi.

Sau bước xử lý bằng axit, các chất khác với bột phospho có thể được tách bằng cách lọc, và nếu cần, chất bám vào các hạt phospho có thể được rửa bằng nước. Sau khi rửa bằng nước, nói chung, bột phospho được làm khô bằng cách làm khô tự nhiên hoặc làm khô trong lò sấy. Bột phospho khô có thể được cho vào chén nung và nung để làm thay đổi bề mặt.

Bột phospho theo phương án này có thể thu được bằng dãy các bước được mô tả

ở trên.

Composit

Composit bao gồm, ví dụ, bột phospho được mô tả ở trên và vật liệu gắn để gắn bột phospho. Trong composit này, bột phospho đã mô tả ở trên được phân tán trong vật liệu gắn.

Để làm vật liệu gắn, vật liệu đã biết rõ như nhựa, thủy tinh, và gốm có thể được sử dụng. Các ví dụ về nhựa được sử dụng cho vật liệu gắn bao gồm các nhựa trong suốt như nhựa silicon, nhựa epoxy, và nhựa uretan.

Các ví dụ về phương pháp điều chế composit bao gồm phương pháp điều chế để bổ sung bột phospho theo phương án này vào nhựa lỏng, thủy tinh, gốm, hoặc tương tự, trộn đồng nhất hỗn hợp, và sau đó hóa rắn hoặc nung kết hỗn hợp bằng cách xử lý nhiệt.

Thiết bị phát sáng

Fig.1 là hình vẽ mặt cắt ngang dạng lược đồ thể hiện ví dụ về cấu trúc của thiết bị phát sáng. Như được thể hiện trên Fig.1, thiết bị phát sáng 100 bao gồm phần tử phát sáng 120, bộ phận tản nhiệt 130, hộp 140, khung chì thứ nhất 150, khung chì thứ hai 160, dây nối 170, dây nối 172, và composit 40.

Phần tử phát sáng 120 được lắp trong vùng được xác định trước trên mặt trên của bộ phận tản nhiệt 130. Bằng cách lắp phần tử phát sáng 120 trên bộ phận tản nhiệt 130, sự tản nhiệt của phần tử phát sáng 120 có thể tăng lên. Ngoài ra, nền đóng gói có thể được sử dụng thay cho bộ phận tản nhiệt 130.

Phần tử phát sáng 120 là phần tử bán dẫn để phát ra ánh sáng kích thích. Để làm phần tử phát sáng 120, ví dụ, chip LED mà tạo ra ánh sáng ở bước sóng bằng hoặc lớn hơn 300nm và bằng hoặc nhỏ hơn 500nm, tương ứng với ánh sáng tử ngoại gần đến xanh da trời, có thể được sử dụng. Một điện cực (không được thể hiện trên hình vẽ này) được bố trí ở phía mặt trên của phần tử phát sáng 120 được nối với bề mặt của khung chì thứ nhất 150 thông qua dây nối 170 như dây bằng vàng. Ngoài ra, điện cực khác (không được thể hiện trên hình vẽ này) được tạo ra trên mặt trên của phần tử phát sáng 120 được nối với bề mặt của khung chì thứ hai 160 thông qua dây nối 172 như dây bằng vàng.

Trong hộp 140, hốc lõm có dạng gần như hình phễu có đường kính lỗ tăng dần về phía mặt trên từ mặt đáy được tạo ra. Phần tử phát sáng 120 được bố trí trên mặt đáy của hốc lõm này. Bề mặt thành của hốc lõm bao quanh phần tử phát sáng 120 dùng làm tấm phản xạ.

Hốc lõm có bề mặt thành bên được tạo ra bởi hộp 140 được nạp đầy composit 40. Composit 40 là thành phần biến đổi bước sóng để biến đổi ánh sáng kích thích phát ra từ phần tử phát sáng 120 thành ánh sáng ở bước sóng dài hơn. Composit theo phương án này được sử dụng làm composit 40, và bột phospho 1 được mô tả ở trên trong vật liệu gắn 30 như nhựa được phân tán. Thiết bị phát sáng 100 phát ra màu hỗn hợp của ánh sáng của phần tử phát sáng 120 và ánh sáng được tạo ra từ bột phospho 1 được kích thích bằng cách hấp thụ ánh sáng của phần tử phát sáng 120. Để thu được màu trắng là màu hỗn hợp (làm cho thiết bị phát sáng 100 trở thành LED trắng), tốt hơn là composit 40 chứa, ví dụ, bột phospho LuAG, ngoài bột phospho 1 (tốt hơn là bột phospho LuAG được phân tán trong vật liệu gắn 30, ngoài bột phospho 1).

Theo phương án này, do bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang của bột phospho 1 hoặc độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ là nằm trong các khoảng bằng số nhất định, ánh sáng trắng tuyệt vời có thể dễ dàng thu được.

Ngoài ra, trên Fig. 1, thiết bị phát sáng thuộc loại lắp trên bề mặt được minh họa, nhưng thiết bị phát sáng là không bị giới hạn ở thiết bị thuộc loại lắp trên bề mặt này. Thiết bị phát sáng có thể thuộc loại đạn pháo, loại chíp trên bảng mạch (chip-on-board, COB), hoặc đóng gói quy mô chíp (chip-scale-package, CSP).

Các phương án của sáng chế đã được mô tả ở trên, nhưng các phương án này là các ví dụ của sáng chế và các cấu hình khác nhau khác với các ví dụ này cũng có thể được chọn. Ngoài ra, sáng chế là không bị giới hạn ở phương án được mô tả, và các cải biến, cải tiến, và tương tự trong phạm vi mà trong đó đối tượng theo sáng chế có thể đạt được được bao gồm trong sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phương án theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dựa trên các ví dụ và các ví dụ so sánh. Lưu ý rằng, chỉ là để chắc chắn, sáng chế là không bị giới hạn chỉ ở các ví dụ này.

Ví dụ điều chế các hạt nhân

Trước hết, trong bộ phận chứa, 61,38g silic nitrua dạng α (Si_3N_4 , được sản xuất bởi Ube Kosan Co., Ltd., loại SN-E10), 53,80g nhôm nitrua (AlN , được sản xuất bởi Tokuyama Corporation, loại E), và 0,92g europi oxit (Eu_2O_3 , được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) được bổ sung và trộn trước.

Tiếp theo, trong hộp găng tay được duy trì trong môi trường nitơ trong đó hơi ẩm được điều chỉnh tới bằng hoặc nhỏ hơn 1 ppm khối lượng và nồng độ oxy được điều chỉnh tới bằng hoặc nhỏ hơn 50 ppm, trong bộ phận chứa, 2,98g canxi nitrua (Ca_3N_2 , được sản xuất bởi Materion) và 120,92g stronti nitrua (Sr_3N_2 , độ tinh khiết 2N, được sản xuất bởi High Purity Chemical Laboratory Co., Ltd.) được bổ sung thêm và được trộn khô. Từ quá trình nêu trên, bột nguyên liệu (bột hỗn hợp) đã thu được.

Trong hộp găng tay, bộ phận chứa có nắp được làm bằng vonfram được nạp 240g bột nguyên liệu nêu trên. Sau khi đóng nắp của bộ phận chứa này bằng nắp, bộ phận chứa được lấy ra khỏi hộp găng tay và đặt trong lò điện bao gồm bộ phận nung cacbon. Sau đó, áp suất trong lò điện được hút chân không đủ đến khi áp suất trở thành bằng hoặc nhỏ hơn 0,1 PaG.

Trong khi tiếp tục hút chân không, nhiệt độ bên trong lò điện được tăng tới 600°C. Sau khi đạt tới 600°C, khí nitơ được đưa vào lò điện, và áp suất trong lò điện được điều chỉnh tới 0,9 MPaG. Sau đó, trong môi trường khí nitơ, nhiệt độ bên trong lò điện được tăng tới 1950°C, và sau khi nhiệt độ đạt 1950°C, quá trình xử lý nhiệt được thực hiện trong 8 giờ. Sau đó, quá trình nung này được kết thúc và hỗn hợp được làm nguội tới nhiệt độ trong phòng. Sau khi làm nguội tới nhiệt độ trong phòng, khối màu đỏ được thu hồi từ bộ phận chứa. Các cục thu hồi được này được nghiền và rây trong cối để điều chỉnh cỡ hạt.

Bằng cách thay đổi phương pháp điều chỉnh cỡ hạt, các hạt nhân có đường kính hạt trung bình 11 μm và các hạt nhân có đường kính hạt trung bình 18 μm được tạo ra.

Điều chế bột phospho

Ví dụ 1

Trong bộ phận chứa, 54,96g silic nitrua loại α (Si_3N_4 , được sản xuất bởi Ube

Kosan Co., Ltd., loại SN-E10), 48,18g nhôm nitrua (AlN , được sản xuất bởi Tokuyama Corporation, loại E), 0,41g europi oxit (Eu_2O_3 , được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), và 24,00g nhân có đường kính hạt trung bình $18\mu\text{m}$ được tạo ra ở trên được bổ sung và trộn trước.

Tiếp theo, trong hộp găng tay được duy trì trong môi trường nitơ trong đó hơi ẩm được điều chỉnh tới bằng hoặc nhỏ hơn 1ppm khối lượng và nồng độ oxy được điều chỉnh tới bằng hoặc nhỏ hơn 50ppm, trong bộ phận chứa, 1,34g canxi nitrua (Ca_3N_2 , được sản xuất bởi Materion) và 111,11g stronti nitrua (Sr_3N_2 , độ tinh khiết 2N, được sản xuất bởi High Purity Chemical Laboratory Co., Ltd.) được bổ sung thêm và được trộn khô. Do đó, bột nguyên liệu (bột hỗn hợp) đã thu được.

Trong hộp găng tay, bộ phận chứa có nắp được làm bằng vonfram được nạp 240g bột nguyên liệu nêu trên. Sau khi đóng nắp của bộ phận chứa này bằng nắp, bộ phận chứa được lấy ra khỏi hộp găng tay và đặt trong lò điện bao gồm bộ phận nung cacbon. Sau đó, áp suất trong lò điện được hút chân không đủ đến khi áp suất trở thành bằng hoặc nhỏ hơn 0,1 PaG.

Trong khi tiếp tục hút chân không, nhiệt độ bên trong lò điện được tăng tới 600°C . Sau khi đạt tới 600°C , khí nitơ được đưa vào lò điện, và áp suất trong lò điện được điều chỉnh tới 0,9 MPaG. Sau đó, trong môi trường khí nitơ, nhiệt độ bên trong lò điện được tăng tới 1950°C , và sau khi nhiệt độ đạt 1950°C , quá trình xử lý nhiệt được thực hiện trong 8 giờ. Sau đó, quá trình nung này được kết thúc và hỗn hợp được làm nguội tới nhiệt độ trong phòng. Sau khi làm nguội tới nhiệt độ trong phòng, khối màu đỏ được thu hồi từ bộ phận chứa. Các cục thu hồi được này được nghiền và rây, và cỡ hạt được điều chỉnh để thu được phospho đỏ (bột đã nung).

Bộ phận chứa bằng vonfram được nạp bột đã nung thu được, và bộ phận chứa này được chuyển nhanh vào lò điện bao gồm bộ phận nung cacbon và được hút chân không đủ cho đến khi áp suất trong lò trở thành bằng hoặc nhỏ hơn 0,1 PaG. Quá trình nung được bắt đầu trong khi tiếp tục hút chân không, và khi nhiệt độ đạt 600°C , khí argon được đưa vào lò để điều chỉnh áp suất trong môi trường lò tới áp suất khí quyển. Ngay cả sau khi bắt đầu đưa khí argon vào, nhiệt độ được tăng liên tục tới 1350°C . Sau khi nhiệt độ đạt 1350°C , quá trình xử lý nhiệt được thực hiện trong 8 giờ. Sau đó, quá

trình nung này được kết thúc và hỗn hợp được làm nguội tới nhiệt độ trong phòng. Sau khi làm nguội tới nhiệt độ trong phòng, bột đã ủ được thu hồi từ bộ phận chứa. Bột thu được này được cho đi qua rây để điều chỉnh cỡ hạt. Từ quá trình nêu trên, phospho đỏ (bột đã ủ) đã thu được.

Bột đã ủ được bổ sung vào axit clohydric 2,0M ở nhiệt độ trong phòng để nồng độ huyền phù đặc là 25% khối lượng, và được ngâm trong 1 giờ. Do đó, quá trình xử lý bằng axit được thực hiện. Sau khi xử lý bằng axit, huyền phù đặc trong axit clohydric được đun sôi trong 1 giờ trong khi khuấy.

Huyền phù đặc sau khi xử lý đun sôi được làm nguội tới nhiệt độ trong phòng và lọc, và chất lỏng của quá trình xử lý bằng axit được tách ra khỏi bột tổng hợp. Bột tổng hợp sau khi tách chất lỏng của quá trình xử lý bằng axit được cho vào thiết bị sấy có nhiệt độ đặt trong khoảng từ 100°C đến 120°C trong 12 giờ.

Chén nung oxit nhôm được nạp sản phẩm khô sau bước xử lý bằng axit, nung trong môi trường ở tốc độ tăng nhiệt độ 10°C/phút, và nung ở 400°C trong 3 giờ. Sau khi xử lý nhiệt, sản phẩm này được để yên cho đến khi nó đạt nhiệt độ trong phòng.

Từ quá trình nêu trên, bột phospho của ví dụ 1 đã thu được.

Phương pháp nhiễu xạ bột tia X sử dụng tia $\text{CuK}\alpha$ được thực hiện đối với mẫu phospho thu được bằng cách sử dụng nhiễu xạ kế tia X (Ultima IV được sản xuất bởi Rigaku Corporation). Trong nhiễu xạ đồ tia X thu được, nhiễu xạ đồ giống như tinh thể CaAlSiN_3 được nhận ra, và đã khẳng định rằng pha tinh thể chính có cấu trúc tinh thể giống như cấu trúc tinh thể của tinh thể CaAlSiN_3 .

Ví dụ 2

Bột phospho của ví dụ 2 đã thu được theo cách giống như ví dụ 1, chỉ khác là, đối với các nguyên liệu được sử dụng, $\text{Si}_3\text{N}_4 = 54,68\text{g}$, $\text{AlN} = 47,93\text{g}$, $\text{Eu}_2\text{O}_3 = 0,41\text{g}$, $\text{Ca}_3\text{N}_2 = 0,17\text{g}$, $\text{Sr}_3\text{N}_2 = 112,81\text{g}$, và nhân (đường kính hạt trung bình 18 μm) = 24,00g.

Ví dụ 3

Bột phospho của ví dụ 3 đã thu được theo cách giống như ví dụ 1, chỉ khác là, đối với các nguyên liệu được sử dụng, $\text{Si}_3\text{N}_4 = 54,94\text{g}$, $\text{AlN} = 48,18\text{g}$, $\text{Eu}_2\text{O}_3 = 0,41\text{g}$, $\text{Ca}_3\text{N}_2 = 1,34\text{g}$, $\text{Sr}_3\text{N}_2 = 111,13\text{g}$, và nhân (đường kính hạt trung bình 11 μm) = 24,00g.

Ví dụ so sánh 1

Bột phospho của ví dụ so sánh 1 đã thu được theo cách giống như ví dụ 1, chỉ khác là, đối với các nguyên liệu được sử dụng, $\text{Si}_3\text{N}_4 = 61,47\text{g}$, $\text{AlN} = 53,88\text{g}$, $\text{Eu}_2\text{O}_3 = 0,46\text{g}$, $\text{Ca}_3\text{N}_2 = 3,12\text{g}$, $\text{Sr}_3\text{N}_2 = 121,07\text{g}$, và nhân không được sử dụng.

Ví dụ so sánh 2

Bột phospho của ví dụ so sánh 2 đã thu được theo cách giống như ví dụ 1, chỉ khác là, đối với các nguyên liệu được sử dụng, $\text{Si}_3\text{N}_4 = 61,38\text{g}$, $\text{AlN} = 53,80\text{g}$, $\text{Eu}_2\text{O}_3 = 0,92\text{g}$, $\text{Ca}_3\text{N}_2 = 2,98\text{g}$, $\text{Sr}_3\text{N}_2 = 120,92\text{g}$, và nhân không được sử dụng.

Ví dụ so sánh 3

Bột phospho của ví dụ so sánh 3 đã thu được theo cách giống như ví dụ 1, chỉ khác là, đối với các nguyên liệu được sử dụng, $\text{Si}_3\text{N}_4 = 60,98\text{g}$, $\text{AlN} = 53,46\text{g}$, $\text{Eu}_2\text{O}_3 = 0,92\text{g}$, $\text{Ca}_3\text{N}_2 = 1,35\text{g}$, $\text{Sr}_3\text{N}_2 = 123,29\text{g}$, và nhân không được sử dụng.

Ví dụ so sánh 4

Bột phospho của ví dụ so sánh 4 đã thu được theo cách giống như ví dụ 1, chỉ khác là, đối với các nguyên liệu được sử dụng, $\text{Si}_3\text{N}_4 = 60,91\text{g}$, $\text{AlN} = 53,39\text{g}$, $\text{Eu}_2\text{O}_3 = 0,92\text{g}$, $\text{Ca}_3\text{N}_2 = 1,03\text{g}$, $\text{Sr}_3\text{N}_2 = 123,75\text{g}$, và nhân không được sử dụng.

Xác định đường kính trung bình

Việc xác định này được thực hiện bằng phương pháp tán xạ nhiều xạ laser dựa trên JIS R1629: 1997, bằng cách sử dụng Microtrac MT3300EX II (được sản xuất bởi MicrotracBEL Corporation). 0,5g bột phospho được cho vào 100cc nước trao đổi ion, hỗn hợp này được xử lý phân tán bằng máy làm đồng nhất siêu âm US-150E (Nissei Corporation, kích thước chip: $\varnothing 20\text{ mm}$, biên độ: 100%, tần số dao động: 19,5 KHz, biên độ rung: khoảng $31\mu\text{m}$) trong 3 phút, và sau đó cỡ hạt được xác định bằng MT3300EX II. Đường kính trung bình được xác định từ phân bố cỡ hạt thu được.

Đo phổ huỳnh quang

Việc đo huỳnh quang được thực hiện bằng cách sử dụng phổ kế huỳnh quang (F-7000, được sản xuất bởi Hitachi High-Technologies Corporation) được hiệu chỉnh bằng Rodamin B và nguồn sáng tiêu chuẩn phụ. Bộ phận chứa mẫu chất rắn được gắn với

quang kế được sử dụng để đo, và phổ huỳnh quang ở bước sóng kích thích 455nm đã thu được. Từ phổ huỳnh quang thu được, bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang và độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang đã thu được. Ngoài ra, cường độ đỉnh (cường độ đỉnh phát sáng tương đối) cũng đã thu được.

Cường độ đỉnh (cường độ đỉnh phát sáng tương đối) sẽ được mô tả thêm.

Cường độ đỉnh phát sáng tương đối là chiều cao đỉnh của phổ phát xạ ánh sáng thu được bằng cách chiếu YAG:Ce (P46Y3 được sản xuất bởi Kasei Optonics Co., Ltd.) bằng ánh sáng đơn sắc ở 455nm được đặt là 100% và chiều cao đỉnh thu được bởi các hạt phospho để làm chất cần đo được biến đổi theo cường độ đỉnh tương đối (%). Nói ngắn gọn, các cường độ đỉnh trong các ví dụ và các ví dụ so sánh là các giá trị tương đối so với mẫu chuẩn này.

Đánh giá độ sáng

Độ sáng được đánh giá, như được mô tả dưới đây, bằng cách tính giá trị I thu được bằng cách tích phân tích số của cường độ phổ huỳnh quang ở mỗi bước sóng và độ nhạy thị giác trong vùng mà ở đó bước sóng nằm trong khoảng từ 500nm đến 780nm với bước sóng được đặt làm biến số tích phân. Giá trị của độ nhạy thị giác là dựa trên hiệu suất phát sáng quang phổ trong đó ánh sáng ở bước sóng 555nm = 1 được xác định.

Có thể cho rằng bột phospho SCASN có giá trị lớn I có thể tốt hơn là được sử dụng để điều chế LED trắng có độ sáng cao.

[Công thức 1]

$$I = \int_{500}^{780} \{(\text{độ nhạy thị giác}) \times (\text{cường độ phổ huỳnh quang})\}$$

Bảng 1 thể hiện chung tỷ lệ nạp của các nguyên liệu và các kết quả đo/đánh giá khác nhau.

Trong bảng 1, “bổ sung lượng lớn Sr” có nghĩa là Sr_3N_2 được sử dụng với lượng sao cho x trong công thức chung được mô tả ở trên là $0,95 \leq x < 1$ ít nhất trong tỷ lệ nạp của các nguyên liệu.

Trong bảng 1, các giá trị bằng số trong các cột Si (tỷ lệ mol), Al (tỷ lệ mol), Eu (tỷ lệ mol), Ca (tỷ lệ mol), Sr (tỷ lệ mol), Eu + Sr + Ca, Sr/(Sr + Ca) không bao gồm các

nguyên tố trong các hạt nhân.

Trong bảng 1, giá trị bằng số trong cột $\text{Sr}/(\text{Sr} + \text{Ca})$ tương ứng với giá trị của $x/(1-y)$ trong công thức chung được mô tả ở trên.

Bảng 1

	Phương pháp điều chế		Tỷ lệ nạp							Kết quả					
	Bổ sung nhân	Bổ sung lượng lớn Sr	Nhân (% khối lượng)	Si (tỷ lệ mol)	Al (tỷ lệ mol)	Eu (tỷ lệ mol)	Ca (tỷ lệ mol)	Sr (tỷ lệ mol)	Eu + Sr + Ca	Sr/(Sr + Ca)	Đường kính trung bình (μm)	Bước sóng đỉnh (nm)	Độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ (nm)	Cường độ đỉnh	Độ sáng I
Ví dụ 1	Được thực hiện	Được thực hiện	10	1	1	0,002	0,023	0,975	1	0,977	28,2	607,8	72,3	230,8	173,8523
Ví dụ 2	Được thực hiện	Được thực hiện	10	1	1	0,002	0,003	0,995	1	0,997	26,9	604,0	71,5	223,6	172,0903
Ví dụ 3	Được thực hiện	Được thực hiện	10	1	1	0,002	0,023	0,975	1	0,977	20,5	605,0	72,8	224,3	176,7784
Ví dụ so sánh 1	-	-	-	1	1	0,002	0,048	0,95	1	0,952	14,3	606,5	73,8	208,8	161,8511
Ví dụ so sánh 2	-	-	-	1	1	0,004	0,046	0,95	1	0,954	13,9	610,5	73,5	233,3	162,1
Ví dụ so sánh 3	-	Được thực hiện	-	1	1	0,004	0,021	0,975	1	0,979	19	611,5	72,3	237,4	166,7851
Ví dụ so sánh 4	-	Được thực hiện	-	1	1	0,004	0,016	0,98	1	0,984	22,9	610,3	71,8	237,0	168,3959

Xem xét các ví dụ và các ví dụ so sánh

Mặc dù bước sóng đỉnh của bột phospho của các ví dụ 1 đến 3 là tương đối ngắn (bằng hoặc lớn hơn 600nm và bằng hoặc nhỏ hơn 610nm), các cường độ đỉnh của bột phospho là các giá trị lớn tới mức giống như các cường độ đỉnh trong các ví dụ so sánh 2 đến 4 (bước sóng đỉnh vượt quá 610nm). Đã phỏng đoán rằng điều này có thể là do bột phospho của các ví dụ 1 đến 3 được thiết kế sao cho độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ là bằng hoặc nhỏ hơn 73nm.

Ngoài ra, so với các ví dụ 1 đến 3 và Ví dụ so sánh 1 có cùng bước sóng đỉnh, Ví dụ so sánh 1 có cường độ đỉnh nhỏ có lẽ là do độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ là lớn hơn 73nm.

Độ sáng I của bột phospho của các ví dụ 1 đến 3 trong đó "cường độ đỉnh là lớn mặc dù bước sóng đỉnh là tương đối ngắn" là bằng hoặc lớn hơn 170, đây rõ ràng là giá trị lớn hơn so với độ sáng của các ví dụ so sánh 1 đến 4. Từ điều này, đã phát hiện được rằng bột phospho của các ví dụ 1 đến 3 có thể tốt hơn là được sử dụng để tạo ra LED trắng có độ sáng cao.

Đơn này yêu cầu hưởng quyền ưu tiên dựa trên Đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2020-061212 nộp ngày 30.3.2020, nội dung bộc lộ của nó được đưa vào đây bằng cách viện dẫn toàn bộ.

Danh mục các ký hiệu chỉ dẫn

- 1: bột phospho
- 30: vật liệu gắn
- 40: composit
- 100: thiết bị phát sáng
- 120: linh kiện phát sáng
- 130: bộ phận tản nhiệt
- 140: hộp
- 150: khung chì thứ nhất

160: khung chì thứ hai

170: dây nối

172: dây nối

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Bột phospho bao gồm phospho đỏ được thể hiện bằng công thức chung $(\text{Sr}_x, \text{Ca}_{1-x-y}, \text{Eu}_y)\text{AlSi}(\text{N}, \text{O})_3$ có pha tinh thể giống như pha tinh thể của CASN,

trong đó các mối quan hệ $x < 1$ và $1 - x - y > 0$ được thỏa mãn,

bước sóng đỉnh của phổ huỳnh quang trong trường hợp mà trong đó ánh sáng kích thích màu xanh da trời ở bước sóng 455nm được phát ra là bằng hoặc lớn hơn 600nm và bằng hoặc nhỏ hơn 610nm, và

độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang là bằng hoặc nhỏ hơn 73nm.

2. Bột phospho theo điểm 1,

trong đó mối quan hệ $y < 0,01$ được thỏa mãn.

3. Bột phospho theo điểm 1 hoặc 2,

trong đó tỷ lệ mol $\text{Sr}/(\text{Sr} + \text{Ca})$ của bột phospho là bằng hoặc lớn hơn 0,96 và bằng hoặc nhỏ hơn 0,999.

4. Bột phospho theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3,

trong đó độ rộng tối đa ở một nửa chiều cao đỉnh phổ của phổ huỳnh quang là bằng hoặc lớn hơn 70nm và bằng hoặc nhỏ hơn 73nm.

5. Bột phospho theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4,

trong đó đường kính trung bình là bằng hoặc lớn hơn $1\mu\text{m}$ và bằng hoặc nhỏ hơn $40\mu\text{m}$.

6. Composit, composit này chứa:

bột phospho theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5; và

vật liệu gắn để gắn bột phospho này.

7. Thiết bị phát sáng, thiết bị này chứa:

linh kiện phát sáng để phát ra ánh sáng kích thích; và

composit theo điểm 6, để biến đổi bước sóng của ánh sáng kích thích này.

8. Phương pháp điều chế bột phospho theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, phương pháp này bao gồm:

bước trộn để trộn nguyên liệu ban đầu để tạo ra bột nguyên liệu hỗn hợp; và

bước nung để nung bột nguyên liệu hỗn hợp này để thu được sản phẩm nung,

trong đó nguyên liệu ban đầu chứa các hạt nhân phospho SCASN có đường kính hạt trung bình bằng hoặc lớn hơn $5\mu\text{m}$ và bằng hoặc nhỏ hơn $30\mu\text{m}$.

9. Phương pháp điều chế bột phospho theo điểm 8, phương pháp này còn bao gồm:

bước ủ để ủ bột đã nung ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ nung trong bước nung để thu được bột đã ủ, sau bước nung.

10. Phương pháp điều chế bột phospho theo điểm 9, phương pháp này còn bao gồm:

bước xử lý bằng axit để thực hiện quá trình xử lý bằng axit đối với bột đã ủ thu được trong bước ủ.

Fig. 1

