



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년09월12일  
(11) 등록번호 10-2577454  
(24) 등록일자 2023년09월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C09K 11/02 (2006.01) C09K 11/77 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
C09K 11/025 (2021.01)  
C09K 11/7734 (2023.05)  
(21) 출원번호 10-2017-7010397  
(22) 출원일자(국제) 2015년09월10일  
심사청구일자 2020년09월10일  
(85) 번역문제출일자 2017년04월17일  
(65) 공개번호 10-2017-0056677  
(43) 공개일자 2017년05월23일  
(86) 국제출원번호 PCT/EP2015/070707  
(87) 국제공개번호 WO 2016/041838  
국제공개일자 2016년03월24일  
(30) 우선권주장  
14185078.4 2014년09월17일  
유럽특허청(EPO)(EP)  
(56) 선행기술조사문헌  
JP2006052250 A\*  
JP2006265326 A\*  
WO2013175336 A1\*  
WO2014128676 A1\*  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
루미리즈 홀딩 비.브이.  
네델란드 씨엘 스키폴 1118 에버트 반 드 벡스트  
라트 1 타워 비5 유닛 107 더 베이스  
(72) 발명자  
슈미트, 페터  
네델란드 엔엘-5656 에이이 아인트호벤 하이 테크  
캠퍼스 5 내  
투엑스, 안드레아스  
네델란드 엔엘-5656 에이이 아인트호벤 하이 테크  
캠퍼스 5 내  
슈라이네마허, 베이비-세리야티  
네델란드 엔엘-5656 에이이 아인트호벤 하이 테크  
캠퍼스 5 내  
(74) 대리인  
양영준, 백만기

전체 청구항 수 : 총 9 항

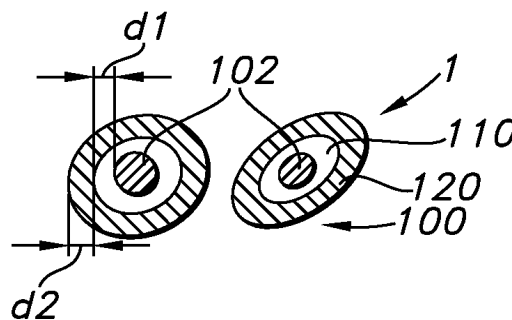
심사관 : 송이화

(54) 발명의 명칭 하이브리드 코팅을 갖는 인광체 및 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 (i) 졸-겔 코팅 방법의 적용에 의해 제1 코팅 층(110)을 발광 입자(100) 상에 제공하여 코팅된 발광 입자를 제공하는 단계; 및 (ii) 원자층 증착 방법의 적용에 의해 제2 코팅 층(120)을 코팅된 발광 입자 상에 제공하는 단계를 포함하는, 하이브리드 코팅을 갖는 발광 입자(100)의 제공 방법을 제공한다. 또한, 본 발명은 발광 코어(102), 50-300 nm 범위의 제1 코팅 층 두께(d1)를 갖는 제1 코팅 층(110) 및 5-250 nm 범위의 제2 코팅 층 두께(d2)를 갖는 제2 코팅 층(120)을 포함하는 발광 입자(100)를 제공한다.

대표도 - 도2b



(52) CPC특허분류  
*C23C 16/45529* (2013.01)

---

**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

하이브리드 코팅을 갖는 발광 입자(100)를 제공하는 방법으로서, 상기 발광 입자(100)는 니트라이드(nitride) 발광 물질을 포함하고, 상기 방법은,

(i) 상기 발광 입자(100) 상에 졸-겔 코팅 방법의 적용에 의해 20-500 nm 범위의 두께를 갖는 제1 코팅 층(110)을 제공하여 코팅된 발광 입자(100a)를 제공하는 단계 - 상기 제1 코팅 층(110)은 SiO<sub>2</sub>로 이루어짐 -; 및

(ii) 코팅된 발광 입자(100a) 상에 원자층 증착 방법의 적용에 의해 5-250 nm 범위의 두께를 갖는 제2 코팅 층(120)을 제공하는 단계

를 포함하며, 여기서 상기 제2 코팅 층(120)은 상이한 화학 조성을 갖는 층들(1121)을 갖는 다중층(1120)을 포함하고, 원자층 증착 방법에서, 금속 산화물 전구체는 Al, Hf, Ta, Zr, Ti 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택된 금속들의 금속 산화물 전구체들의 군으로부터 선택되고, 상기 다중층(1120)은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 및 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>의 교호층을 포함하는, 방법.

**청구항 2**

삭제

**청구항 3**

삭제

**청구항 4**

제1항에 있어서, 발광 입자(100)가 SrLiAl<sub>3</sub>N<sub>4</sub>:Eu<sup>2+</sup> 부류로부터 선택된 발광 물질을 포함하는 것인 방법.

**청구항 5**

제1항에 있어서, 졸-겔 코팅 방법이

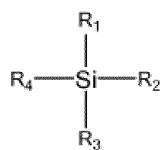
ia) 알콜, 암모니아, 물, 발광 입자(100) 및 금속 알콕시드 전구체의 혼합물을 혼합물 교반 하에 제공하고, 제1 코팅이 발광 입자(100) 상에 형성되게 하는 단계; 및

ib) 혼합물로부터 발광 입자(100)를 회수하고, 발광 입자(100)를 열 처리하여 상기 코팅된 발광 입자(100a)를 제공하는 단계

를 포함하는 것인 방법.

**청구항 6**

제1항에 있어서,



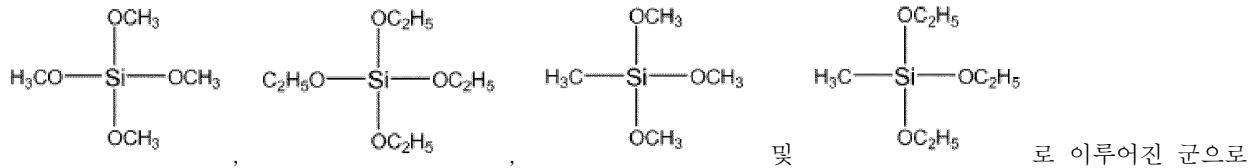
졸-겔 코팅 방법에서 로 이루어진 화합물의 군으로부터 선택된 규소 알콕시드 전구체가 사용되고, 여기서, R1, R2, R3은 가수분해성 알콕시 모이어티로 이루어진 군으로부터 선택되고, R4는 C1-C6 선형 알킬 모이어티, 가수분해성 알콕시 모이어티 및 페닐 모이어티로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 방법.

**청구항 7**

삭제

**청구항 8**

제6항에 있어서, 규소 알콕시드 전구체가



로 이루어진 군으로부터 선택되고, 원자층 증착 방법에서  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ ,  $\text{Hf}(\text{CH}_3)_2$ ,  $\text{Hf}(\text{N}(\text{CH}_3)_2)_4$ ,  $\text{Hf}(\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_2)_4$ ,  $\text{Hf}[\text{N}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_3)]_4$ ,  $\text{TaCl}_5$ ,  $\text{Ta}(\text{N}(\text{CH}_3)_2)_5$ ,  $\text{Ta}\{\text{N}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_3)\}_3\text{N}(\text{C}(\text{CH}_3)_3)\}$ ,  $\text{ZrCl}_4$ ,  $\text{Zr}(\text{N}(\text{CH}_3)_2)_4$ ,  $\text{TiCl}_4$ ,  $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_4$ ,  $\text{Ti}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$ ,  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$  및  $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$ 로 이루어진 군으로부터 선택된 금속 산화물 전구체 및  $\text{H}_2\text{O}$  및  $\text{O}_3$ 로 이루어진 군으로부터 선택된 산소 공급원이 사용되는 것인 방법.

**청구항 9**

삭제

**청구항 10**

제1항에 따른 방법에 의해 수득가능한 발광 입자(100)를 포함하는 발광 물질(1).

**청구항 11**

발광 코어(102), 20-500 nm 범위의 제1 코팅 층 두께(d1)를 갖는 제1 코팅 층(110) 및 5-250 nm 범위의 제2 코팅 층 두께(d2)를 갖는 제2 코팅 층(120)을 포함하는 발광 입자(100)를 포함하며, 여기서 제2 코팅 층(120)은 상이한 화학 조성을 갖는 층들(1121)을 갖는 다중층(1120)을 포함하고, 다중층(1120)은 Al, Hf, Ta, Zr, Ti 및 Si 중 하나 이상의 산화물을 포함하는 하나 이상의 층을 포함하고, 상기 발광 입자(100)는 니트라이드 발광 물질을 포함하고, 상기 제1 코팅 층(110)은  $\text{SiO}_2$ 로 이루어지고, 상기 다중층(1120)은  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 의 교호층을 포함하는 발광 물질(1).

**청구항 12**

제11항에 있어서, 발광 코어(102)가 비-산화물을 포함하고, 발광 코어(102)와 제1 코팅 층(110) 사이에 중간 산화물 층(105)이 존재하는 것인 발광 물질(1).

**청구항 13**

삭제

**청구항 14**

삭제

**청구항 15**

삭제

**청구항 16**

광원 방사선(11)을 발생시키도록 구성된 광원(10) 및 제1항에 따라 수득가능한 또는 제11항 또는 제12항에 정의된 발광 물질(1)을 포함하는 파장 전환기(30)를 포함하며, 여기서 파장 전환기(30)는 광원 방사선(11)의 적어도 일부를 파장 전환기 광(31)으로 전환시키도록 구성된 것인 조명 디바이스(20).

**발명의 설명**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 코팅된 발광 물질의 제공 방법, 이러한 발광 물질 뿐만 아니라, 과장 전환을 위하여 이러한 발광 물질을 포함하는 조명 디바이스에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 발광 물질의 코팅은 관련 기술분야에 공지되어 있다. US5309069호에는, 예를 들어 인광체 입자를 둘러싼 실리카를 둘러싸는 알루미늄의 연속적인 보호용 이중층 코팅을 갖는, 알칼리 토류 할로포스페이트 (쿨-화이트(Cool-White)) 인광체, 예를 들어 칼슘 할로포스페이트 인광체를 포함하는 형광등이 기재되어 있다. 램프는, 알칼리 토류 할로포스페이트 인광체의 제1 층이 램프 엔벨로프(envelope)의 내부 표면을 코팅하고, 인광체의 제2 층이 인광체의 제1 층 위에 놓인 고 연색 형광등일 수 있다. 인광체의 제2 층은 적색, 청색 및 녹색 방출 인광체의 혼합물이며, 이들 중 적어도 하나는 아연 실리케이트 인광체이다. 알칼리 토류 할로포스페이트 및 아연 실리케이트 인광체 각각은 알루미늄의 코팅이 인광체를 둘러싼 실리카의 코팅을 둘러싸는 이중층 코팅을 갖는다.

[0003] WO2014128676호에는 코팅된 발광 입자, 발광 변환 요소, 광원, 조명 기구가 기재되어 있으며, 코팅 발광 입자의 제조 방법이 제공되어 있다. 코팅된 발광 입자는 발광 입자, 제1 코팅 층 및 제2 코팅 층을 포함한다. 발광 입자는 제1 스펙트럼 범위에서 광을 흡수하고, 흡수된 광을 제2 스펙트럼 범위의 광으로 전환시키는 발광 물질을 포함한다. 발광 물질은 물에 민감하다. 제1 코팅 층은 물에 대한 제1 장벽을 형성하고, 금속 산화물 또는 질화물, 인화물, 황화물 기재 코팅을 포함한다. 제2 코팅 층은 물에 대한 제2 장벽을 형성하고, 규소 기재 중합체를 포함하거나, 물질  $AlPO_4$ ,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$  및  $LaPO_4$  중 하나의 연속적인 층을 포함한다. 제1 코팅 층 및 제2 코팅 층은 광 투과성이다. 제1 코팅 층은 발광 입자를 캡슐화하고, 제2 코팅 층은 제1 코팅 층을 갖는 발광 입자를 캡슐화한다.

[0004] US2007125984호에는 산화물의 코팅으로 코팅된 광 발광 인광체가 기재되어 있으며, 상기 인광체는 (1) (a) 금속 티오갈레이트 인광체 및 (b) 금속 황화물 인광체로부터 선택된 무기 인광체 및 (2) 적어도 1종의 산화물을 갖는 적어도 하나의 층을 포함하는 코팅을 포함한다. US2007125984호의 코팅된 광 발광 인광체는 그것이 코팅되지 않을 때 물-유도 분해에 대해 보다 내성이 있다는 주장이 제기되어 있다.

**발명의 내용**

[0005] 감습성 발광 분말 물질은 수분 공격에 의한 분해 속도를 감소시키기 위하여 무정형 또는 유리질 물질의 컨포멀(conformal) 층으로 코팅될 수 있다.

[0006] 코팅은 현탁액 중 용해된 무기 전구체의 (예를 들어, 졸-겔 법에 의한) 반응에 의해 또는 기체 상으로부터의 침착 (예를 들어, 화학 증착 또는 원자층 증착 (ALD) 방법)에 의해 입자 표면에 물질을 침착시킴으로써 적용될 수 있다. 원자층 증착은 분말 입자 상에 다양한 무기 물질의 얇은 컨포멀 코팅을 침착시키기에 적합한 방법일 수 있다. 예를 들어, 방법을 사용하여 ALD 코팅 방법 동안 입자를 유동화시켜 코팅 품질의 감소를 초래하는 입자-입자 응집을 방지함으로써 코팅 품질을 개선시킬 수 있다. 다수의 공지된 코팅 방법은 하나 이상의 단점, 예컨대 응집, (비코팅된 물질에 비해) 코팅된 발광 물질의 양자 효율의 감소 또는 비-컨포멀 코팅을 갖는다.

[0007] 따라서, 본 발명의 한 측면은, 바람직하게는 추가로 상기한 결점 중 하나 이상을 적어도 부분적으로 제거한 대안적인 코팅 방법을 제공하는 것이다.

[0008] 졸-겔 코팅 방법을 사용하면, 발광 물질의 특징만이 충분히 개선되지 않는 것으로 나타났다. 또한, ALD를 사용하면, 발광 물질의 특징이 충분히 개선되지 않는 것으로 나타났다. 놀랍게도, 먼저 졸-겔 코팅 층을 적용한 후, ALD 코팅 층, 특히 비교적 두꺼운 졸-겔 코팅 층 및 비교적 얇은 ALD 코팅 층을 제공하면, 안정성이 상당히 향상되는 반면, 발광 물질의 양자 효율은 거의 영향을 받지 않거나 영향을 받지 않는 것으로 나타났다. 따라서, 졸-겔 유형 방법의 적용에 의해 제1 코팅 층을 침착시키고, ALD 방법, 예컨대 정적 원자층 증착 방법의 적용에 의해 제2 층을 침착시켜 균일하게 코팅된, 비-응집된 분말을 얻는 것으로 이루어진 발광 분말 물질을 위한 하이브리드 코팅 방법이 본원에 제공된다. 놀랍게도, 발광 입자의 졸-겔 1차 코팅이 다양한 방식으로 전체적인 성능을 개선시킬 수 있다는 것이 발견되었다: a) 졸-겔 1차 코팅은, 초박 ALD 막 층 품질을 감소시키는 실질적으로 모든 표면의 오염성 서브미크론 입자가 코팅 방법 동안 표면으로부터 제거되기 때문에 매우 깨끗한 입자 표면을 생성하고; b) 1차 졸-겔 코팅은 입자 유동성을 크게 개선시키는 것으로 보이며, 응집체 형성을 감소시키고; c) 1차 졸-겔 코팅은 그의 "모스 아이(moth eye)" (또는 "딸기" 또는 "파크트(pocked)") 패턴화된 표

면 토폴로지로 인해 발광 입자의 광 추출 특성을 심지어 개선시킬 수 있고; (d) 1차 졸-겔 코팅은 응집체를 형성하지 않고 충분한 키포멀 ALD 제2 코팅 층을 허용한다.

- [0009] 따라서, 제1 측면에서, 본 발명은 (i) 졸-겔 코팅 방법의 적용에 의해 제1 코팅 층("제1 코팅" 또는 "졸-겔 코팅" 또는 "졸-겔 코팅 층")을 발광 입자 상에 제공하여 코팅된 발광 입자를 제공하는 단계; 및 (ii) 원자층 증착 방법의 적용에 의해 제2 코팅 층("제2 코팅" 또는 "ALD 코팅" 또는 "ALD 코팅 층")을 코팅된 발광 입자 상에 제공하는 단계를 포함하는, 하이브리드 코팅을 갖는 발광 입자의 제공 방법, 특히 제2 코팅 층이 상이한 화학 조성을 갖는 층들을 갖는 다중층을 포함하는 방법을 제공하며, 여기서 원자층 증착 방법에서 금속 산화물 전구체는 - 특히 - Al, Hf, Ta, Zr, Ti 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택된 금속의 금속 산화물 전구체의 군으로부터 선택된다.
- [0010] 또 다른 측면에서, 본 발명은 또한 이러한 방법에 의해 수득가능한 발광 입자를 포함하는 발광 물질을 제공한다. 특히, 본 발명은 추가의 측면에서, 발광 코어(core), 특히 5-500 nm, 특히 10-500 nm, 보다 더 특히 5-500 nm, 특히 10-500 nm, 보다 더 특히 20-500 nm, 특히 50-300 nm, 예컨대 적어도 100 nm 범위의 제1 코팅 층 두께(d1)를 갖는 제1 코팅 층 ("졸-겔 코팅 층") 및 특히 5-250 nm, 예컨대 특히 5-200 nm 범위의 제2 코팅 층 두께(d2)를 갖는 제2 코팅 층 ("ALD 코팅 층")을 포함하는 발광 입자를 포함하는 발광 물질을 제공하며, 보다 더 특히 여기서 제2 코팅 층은 상이한 화학 조성을 갖는 층들을 갖는 다중층을 포함하고, 다중층은 Al, Hf, Ta, Zr, Ti 및 Si 중 하나 이상의 산화물을 포함하는 하나 이상의 층을 포함한다.
- [0011] 이러한 발광 물질, 즉 이러한 (하이브리드 코팅된) 입자를 포함하는 이러한 발광 물질을 사용하면, 원래 그대로의 (비-코팅된) 발광 물질에 근접한 또는 그와 동일한 양자 효율을 갖고, 비-코팅된 또는 비-하이브리드 코팅된 발광 입자보다 매우 높고 우수한 물 및/또는 (습한) 공기에 대한 안정성을 갖는 비교적 안정한 발광 물질이 제공된다.
- [0012] 따라서, 출발 물질은 미립자 발광 물질 또는 미립자로 제조된 발광 물질이다. 미립자 발광 물질의 발광 입자는 본원에 기재된 바와 같이 코팅된다. 용어 "발광 입자" 및 유사 용어는 입자가 특히 UV 및/또는 청색 방사선(광원 방사선, 하기 참조)을 사용한 여기하에 발광하는 것을 나타낸다.
- [0013] 제1 코팅 층은 임의로 다중층을 포함할 수 있다. 그러나, 제1 코팅 층의 (다중-)층은 모두 졸-겔 층이다. 따라서, 제1 층은 본원에서 졸-겔 층으로도 나타내진다(따라서, 임의로 졸-겔 다중층을 포함함). 제1 코팅 층은 특히 규소 산화물 (특히 SiO<sub>2</sub>)을 포함한다. 다중층의 예는, 예를 들어 SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (졸-겔) 다중층, 예컨대 3개 이상의 (졸-겔) 층의 스택 (여기서, SiO<sub>2</sub> 및 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>이 교호함)을 포함할 수 있다.
- [0014] 또한, 제2 코팅 층은 임의로 다중층을 포함할 수 있다. 그러나, 제2 코팅 층의 다중층은 모두 ALD 층이다. 따라서, 제2 층은 ALD 층으로서 나타내진다(따라서, 임의로 ALD 다중층을 포함함). 특히, 제2 코팅 층은 다중층을 포함하며, 또한 하기를 참조한다. 또한, 특히 제2 코팅 층이 중간층 없이 제1 코팅 층 상에 제공된다. 임의로, 제2 코팅 층 상에, 추가의 코팅 층이 제공될 수 있다. 제2 코팅 층은 특히 적어도 하나 이상의 알루미늄 산화물 (특히 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 코팅 층을 포함한다. 특히, 제1 코팅 층 및 제2 코팅 층은 둘 다 임의로 또한 수산화물이 이들 층 중 하나 이상에 포함될 수 있기는 하지만, 독립적으로 금속 산화물을 포함한다. 또한, 독립적으로 제1 코팅 층 및 제2 코팅 층은 혼합 산화물 층을 포함할 수 있다. 또한, 코팅 층은 관련 기술분야에 공지된 바와 같이, 반드시 완전한 화학량론적 산화물일 필요는 없다.
- [0015] 일반적으로, 제1 코팅 층의 두께는 제2 코팅 층의 두께보다 클 것이며, 예를 들어 적어도 1.2, 예컨대 적어도 1.5, 예컨대 적어도 2배 더 크거나, 심지어 적어도 4배 또는 적어도 5배 더 클 것이다. 특정 실시양태에서, 본 발명의 방법은 (i) 상기 졸-겔 코팅 방법의 적용에 의해 특히 20-500 nm, 예컨대 적어도 50 nm, 보다 더 특히 50-300 nm, 예컨대 적어도 100 nm 범위의 제1 코팅 층 두께(d1)를 갖는 제1 코팅 층을 발광 입자 상에 제공하여 상기 코팅된 발광 입자를 제공하는 단계; 및 (ii) 상기 원자층 증착 방법의 적용에 의해 특히 5-250 nm, 예컨대 5-200 nm, 특히 적어도 10 nm, 보다 더 특히 10-100 nm, 예컨대 15-75 nm, 보다 더 특히 15-50 nm 범위의 제2 코팅 층 두께(d2)를 갖는 제2 코팅 층을 상기 코팅된 발광 입자 상에 제공하는 단계를 포함한다. 따라서, 상기 지시된 바와 같이, 발광 입자는 한 실시양태에서, 발광 코어, 특히 5-500 nm, 특히 10-500 nm, 보다 더 특히 20-500 nm, 보다 더 특히 50-300 nm, 예컨대 적어도 100 nm 범위의 제1 코팅 층 두께(d1)를 갖는 제1 코팅 층 및 특히 5-250 nm, 보다 더 특히 15-50 nm 범위, 예컨대 15-35 nm 범위의 제2 코팅 층 두께(d2)를 갖는 제2 코팅 층을 포함한다. 보다 두꺼운 제1 층은 보다 얇은 층보다 더 우수한 결과를 제공하는 것으로 나타났다. 따라서, 특히 제1 코팅 층은 적어도 50 nm, 예컨대 적어도 약 100 nm의 제1 코팅 층 두께를 갖는다.

- [0016] 관심 발광 입자는 원칙적으로 각각의 유형의 발광 입자를 포함할 수 있다. 그러나, 공기 또는 물 또는 습한 환경에서 덜 안정할 수 있는 유형의 발광 입자, 예컨대 (옥시)술피드, (옥시)니트라이드 등이 특히 관심 대상이다. 따라서, 한 실시양태에서, 발광 입자는 니트라이드 발광 물질, 옥시니트라이드 발광 물질, 할로게나이드 발광 물질, 옥시할로게나이드 발광 물질, 술피드 발광 물질 및 옥시술피드 발광 물질 중 하나 이상을 포함한다. 추가로 또는 별법으로, 발광 입자는 셀레나이드 발광 물질을 포함할 수 있다. 따라서, 용어 "발광 입자"는 또한 상이한 유형의 발광 물질의 입자의 조합을 나타낼 수 있다.
- [0017] 특정 실시양태에서, 발광 입자는 다음의 발광 물질 시스템의 군으로부터 선택될 수 있다:  $MLiAl_3N_4:Eu$  ( $M = Sr, Ba, Ca, Mg$ ),  $M_2SiO_4:Eu$  ( $M = Ba, Sr, Ca$ ),  $MSe_{1-x}S_x:Eu$  ( $M = Sr, Ca, Mg$ ),  $MSr_2S_4:Eu$  ( $M = Sr, Ca$ ),  $M_2SiF_6:Mn$  ( $M = Na, K, Rb$ ),  $MSiAlN_3:Eu$  ( $M = Ca, Sr$ ),  $M_3Mg(SiO_4)_4Cl_2:Eu$  ( $M = Ca, Sr$ ),  $M_3MgSi_2O_8:Eu$  ( $M = Sr, Ba, Ca$ ),  $MSi_2O_2N_2:Eu$  ( $M = Ba, Sr, Ca$ ),  $M_2Si_{5-x}Al_xO_xN_{8-x}:Eu$  ( $M = Sr, Ca, Ba$ ). 그러나, 다른 시스템이 또한 하이브리드 코팅에 의해 보호하기 위한 관심 대상일 수 있다. 또한, 2종 이상의 상이한 발광 물질의 입자의 조합, 예컨대 녹색 또는 황색 발광 물질이 적색 발광 물질과 조합하여 적용될 수 있다.
- [0018] "M = Sr, Ba, Ca, Mg"와 같은 용어는, 관련 기술분야에 공지된 바와 같이, M이 Sr, Ba, Ca 및 Mg 중 하나 이상을 포함한다는 것을 나타낸다. 예를 들어,  $MSiAlN_3:Eu$  ( $M = Ca, Sr$ )을 참조하면, 이것은 예를 들어  $CaSiAlN_3:Eu$ , 또는  $SrSiAlN_3:Eu$ , 또는  $Ca_{0.8}Sr_{0.2}SiAlN_3:Eu$  등을 의미할 수 있다. 또한, 화학식 " $MLiAl_3N_4:Eu$  ( $M = Sr, Ba, Ca, Mg$ )"는 화학식  $(Sr,Ba,Ca,Mg)LiAl_3N_4:Eu$ 와 동일하다. 마찬가지로, 이것은 본원에 나타낸 무기 발광 물질의 다른 화학식에 적용된다.
- [0019] 추가의 특정 실시양태에서, 발광 입자는 다음의 발광 물질 시스템의 군으로부터 선택될 수 있다:  $M_{1-x-y-z}A_aB_bC_cD_dE_eN_{4-n}O_n:ES_x,RE_y$  (여기서, M = Ca (칼슘), Sr (스트론튬) 및 Ba (바륨)으로 이루어진 군으로부터 선택됨; Z는 1가 Na (나트륨), K (칼륨) 및 Rb (루비듐)으로 이루어진 군으로부터 선택됨; A = 2가 Mg (마그네슘), Mn (망가니즈), Zn (아연) 및 Cd (카드뮴)으로 이루어진 군으로부터 선택됨 (특히, A = 2가 Mg (마그네슘), Mn (망가니즈) 및 Zn (아연)으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 보다 더 특히 2가 Mg (마그네슘), Mn (망가니즈)로 이루어진 군으로부터 선택됨); B = 3가 B (붕소), Al (알루미늄) 및 Ga (갈륨)으로 이루어진 군으로부터 선택됨; C = 4가 Si (규소), Ge (게르마늄), Ti (티타늄) 및 Hf (하프늄)으로 이루어진 군으로부터 선택됨; D는 1가 Li (리튬) 및 Cu (구리)로 이루어진 군으로부터 선택됨; E는 P (원소 인), V (바나듐), Nb (니오븀) 및 Ta (탄탈럼)으로 이루어진 군으로부터 선택됨; ES = 2가 Eu (유로퓸), Sm (사마륨) 및 이테르븀으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 특히 2가 Eu 및 Sm으로 이루어진 군으로부터 선택됨; RE = 3가 Ce (세륨), Pr (프라세오디뮴), Nd (네오디뮴), Sm (사마륨), Eu (유로퓸), Gd (가돌리늄), Tb (테르븀), Dy (디스프로슘), Ho (홀름), Er (에르븀) 및 Tm (툴륨)으로 이루어진 군으로부터 선택됨;  $0 \leq x \leq 0.2$ ;  $0 \leq y \leq 0.2$ ;  $0 < x+y \leq 0.4$ ;  $0 \leq z < 1$ ;  $0 \leq n \leq 0.5$ ;  $0 \leq a \leq 4$  (예컨대  $2 \leq a \leq 3$ );  $0 \leq b \leq 4$ ;  $0 \leq c \leq 4$ ;  $0 \leq d \leq 4$ ;  $0 \leq e \leq 4$ ;  $a + b + c + d + e = 4$ ; 및  $2a + 3b + 4c + d + 5e = 10 - y - n + z$ ). 특히,  $z \leq 0.9$ , 예컨대  $z \leq 0.5$ . 또한, 특히  $x+y+z \leq 0.2$ .
- [0020] 등식  $a + b + c + d + e = 4$ ; 및  $2a + 3b + 4c + d + 5e = 10 - y - n + z$ 는 각각 특히 격자에서 Z, A, B, C, D 및 E 양이온 및 O 및 N 음이온을 결정하여, 시스템의 전하 중성을 (또한) 한정한다. 예를 들어, 전하 보상은 식  $2a + 3b + 4c + d + 5e = 10 - y - n + z$ 에 의해 커버된다. 그것은, 예를 들어 0 함량을 감소시켜 전하 보상 또는 C 양이온을 B 양이온으로 치환 또는 B 양이온을 A 양이온으로 치환하여 전하 보상 등을 커버한다. 예를 들어,  $x = 0.01$ ,  $y = 0.02$ ,  $n = 0$ ,  $a = 3$ ; 그러면,  $6 + 3b + 4c = 10 - 0.02$ 이고; 여기서,  $a+b+c = 4$ :  $b = 0.02$ ,  $c = 0.98$ 이다.
- [0021] 통상의 기술자에게 명백한 바와 같이, a, b, c, d, e, n, x, y, z는 항상 0 이상이다. a가 등식  $a + b + c + d + e = 4$ ; 및  $2a + 3b + 4c + d + 5e = 10 - y - n + z$ 와 조합하여 정의될 때, 원칙적으로, b, c, d 및 e는 더 이상 정의될 필요가 없다. 그러나, 완벽을 기하기 위하여, 본원에서 또한  $0 \leq b \leq 4$ ;  $0 \leq c \leq 4$ ;  $0 \leq d \leq 4$ ;  $0 \leq e \leq 4$ 가 정의된다.
- [0022]  $SrMg_2Ga_2N_4:Eu$ 와 같은 시스템을 생각해보자. 여기서,  $a=2$ ,  $b=2$ ,  $c=d=e=y=z=n=0$ 이다. 이러한 시스템에서,  $2 + 2 + 0 + 0 + 0 = 4$  및  $2*2+3*2+0+0+0=10-0-0+0=10$ 이다. 따라서, 두 등식이 준수된다. 0.5 0가 도입된다고 가정해보자. 0.5 0를 갖는 시스템은, 예를 들어 0.5 Ga-N이 0.5 Mg-O에 의해 대체될 때 얻어질 수 있다(이것은

전하 중성 대체임). 이것은  $\text{SrMg}_{2.5}\text{Ga}_{1.5}\text{N}_{3.5}\text{O}_{0.5}:\text{Eu}$ 를 초래할 것이다. 여기서, 이러한 시스템에서,  $2.5 + 1.5 + 0 + 0 + 0 = 4$  및  $2*2.5 + 3*1.5 + 0 + 0 + 0 = 10 - 0 - 0.5 + 0 = 9.5$ 이다. 따라서, 또한 여기서 두 등식이 준수된다.

- [0023] 상기 지시된 바와 같이, 유리한 실시양태에서,  $d>0$  및/또는  $z>0$ , 특히 적어도  $d>0$ 이다. 특히, 인광체는 적어도 리튬을 포함한다.
- [0024] 또 다른 실시양태에서,  $2 \leq a \leq 3$ , 및 특히 또한  $d=0$ ,  $e=0$  및  $z=0$ 이다. 이러한 예에서, 인광체는 특히  $a + b + c = 4$ ; 및  $2a + 3b + 4c = 10 - y - n$ 인 것을 특징으로 한다.
- [0025] 상기 실시양태들과 조합될 수 있는 추가의 특정 실시양태에서,  $e=0$ 이다. 상기 실시양태들과 조합될 수 있는 추가의 특정 실시양태에서, M은 Ca 및/또는 Sr이다.
- [0026] 따라서, 특정 실시양태에서, 인광체는 화학식  $\text{M}(\text{Ca}$  및/또는  $\text{Sr})_{1-x-y}\text{Mg}_a\text{Al}_b\text{Si}_c\text{N}_{4-n}\text{O}_n:\text{ES}_x,\text{RE}_y$  (I)를 가지며, 여기서 ES = 2가 Eu (유로퓸) 또는 Sm (사마륨) 또는 Yb (이테르븀)으로 이루어진 군으로부터 선택됨; RE = 3가 Ce (세륨), Pr (프라세오디뮴), Nd (네오디뮴), Sm (사마륨), Eu (유로퓸), Gd (가돌리늄), Tb (테르븀), Dy (디스프로슘), Ho (홀뮴), Er (에르븀) 및 Tm (툴륨)으로 이루어진 군으로부터 선택됨, 여기서  $y/x < 0.1$ , 특히  $<0.01$ , 및  $n \leq 0.1$ , 특히  $<0.01$ , 보다 더 특히  $<0.001$ , 보다 더 특히  $<0.0001$ 이다. 따라서, 이러한 실시양태에서, 실질적으로 사마륨 및/또는 유로퓸 함유 인광체가 기재된다. 예를 들어, 2가 Eu이 존재할 경우,  $x=0.05$  이고, 예를 들어 Pr에 대한  $y_1$ 은 0.001일 수 있고, Tb에 대한  $y_2$ 는 0.001이어서,  $y=y_1+y_2=0.002$ 를 초래할 수 있다. 이러한 경우에,  $y/x = 0.04$ 이다. 보다 더 특히,  $y=0$ 이다. 그러나, 다른 곳에 지시된 바와 같이, Eu 및 Ce가 적용될 경우, 비  $y/x$ 는 0.1보다 클 수 있다.
- [0027] 조건  $0 < x+y \leq 0.4$ 는 M이 총 40% 이하의 ES 및/또는 RE로 치환될 수 있다는 것을 나타낸다. 조건 " $0 < x+y \leq 0.4$ "는 x 및 y가 0 내지 0.2라는 것과 조합되어, ES 및 RE 중 적어도 하나가 존재한다는 것을 나타낸다. 반드시 두가지 유형이 존재하는 것은 아니다. 상기 지시된 바와 같이, ES 및 RE 둘 다는 각각 개별적으로 하나 이상의 아종을 지칭할 수 있으며, 예를 들어 ES는 Sm 및 Eu 중 하나 이상을 지칭하고, RE는 Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er 및 Tm 중 하나 이상을 지칭할 수 있다.
- [0028] 특히, 유로퓸이 2가 발광 중 또는 도판트 (즉  $\text{Eu}^{2+}$ )로서 적용될 경우, 사마륨과 유로퓸 사이의 몰비(Sm/Eu)는  $<0.1$ , 특히  $< 0.01$ , 특히  $<0.001$ 이다. 이테르븀과 조합된 유로퓸이 적용될 경우, 동일하게 적용된다. 유로퓸이 2가 발광 중 또는 도판트로서 적용될 경우, 이테르븀과 유로퓸 사이의 몰비(Yb/Eu)는  $<0.1$ , 특히  $< 0.01$ , 특히  $<0.001$ 이다. 3개가 모두 함께 적용될 경우, 동일한 몰비가 적용될 것이며, 즉  $((\text{Sm}+\text{Yb})/\text{Eu})$ 는  $<0.1$ , 특히  $< 0.01$ , 특히  $<0.001$ 이다.
- [0029] 특히, x는 0.001-0.2 (즉  $0.001 \leq x \leq 0.2$ ), 예컨대 0.002-0.2, 예컨대 0.005-0.1, 특히 0.005-0.08 범위이다. 특히 본원에 기재된 시스템에서 2가 유로퓸의 경우, 몰 백분율은 0.1-5% ( $0.001 \leq x \leq 0.05$ ), 예컨대 0.2-5%, 예컨대 0.5-2% 범위일 수 있다. 다른 발광 이온의 경우, x는 실시양태들에서 1% 이상(x는 0.01 이상)일 수 있다(그러나, 반드시 그런 것은 아니다).
- [0030] 특정 실시양태에서, 인광체는  $(\text{Sr},\text{Ca})\text{Mg}_3\text{SiN}_4:\text{Eu}$ ,  $(\text{Sr},\text{Ca})\text{Mg}_2\text{Al}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $(\text{Sr},\text{Ca})\text{LiAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}$  및  $(\text{Sr},\text{Ca})\text{Li}_2\text{Mg}_2\text{Al}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ 로 이루어진 군으로부터 선택되며, 여기서 a, b, d는 상기 정의된 바와 같다.
- [0031] 또한, 본원에 지시된 바와 같이, 표기법 "(Sr,Ca)", 및 다른 원소들을 갖는 유사한 표기법은, M-위치가 Sr 및/또는 Ca 양이온 (또는 각각 다른 원소)으로 점유된 것을 나타낸다.
- [0032] 추가의 특정 실시양태에서, 인광체는  $\text{Ba}_{.95}\text{Sr}_{.05}\text{Mg}_2\text{Ga}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{BaMg}_2\text{Ga}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{SrMg}_3\text{SiN}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{SrMg}_2\text{Al}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{SrMg}_2\text{Ga}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{BaMg}_3\text{SiN}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{CaLiAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{SrLiAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{CaLi}_{0.5}\text{MgAl}_{2.5}\text{N}_4:\text{Eu}$ , 및  $\text{SrLi}_{0.5}\text{MgAl}_{2.5}\text{N}_4:\text{Eu}$ 로 이루어진 군으로부터 선택된다. 이러한 인광체에 대한 추가의 (비-제한적인) 예는, 예를 들어  $(\text{Sr}_{0.8}\text{Ca}_{0.2})_{0.995}\text{LiAl}_{2.91}\text{Mg}_{0.09}\text{N}_{3.91}\text{O}_{0.09}:\text{Eu}_{0.005}$ ;  $(\text{Sr}_{0.9}\text{Ca}_{0.1})_{0.905}\text{Na}_{0.09}\text{LiAl}_3\text{N}_{3.91}\text{O}_{0.09}:\text{Eu}_{0.005}$ ;  $(\text{Sr}_{0.8}\text{Ca}_{0.03}\text{Ba}_{0.17})_{0.989}\text{LiAl}_{2.99}\text{Mg}_{0.01}\text{N}_4:\text{Ce}_{0.01},\text{Eu}_{0.001}$ ;  $\text{Ca}_{0.995}\text{LiAl}_{2.995}\text{Mg}_{0.005}\text{N}_{3.995}\text{O}_{0.005}:\text{Yb}_{0.005}$  (YB(II));  $\text{Na}_{0.995}\text{MgAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}_{0.005}$ ;  $\text{Na}_{0.895}\text{Ca}_{0.1}\text{Mg}_{0.9}\text{Li}_{0.1}\text{Al}_3\text{N}_4:\text{Eu}_{0.005}$ ;  $\text{Sr}_{0.99}\text{LiMgAlSiN}_4:\text{Eu}_{0.01}$ ;  $\text{Ca}_{0.995}\text{LiAl}_{2.955}\text{Mg}_{0.045}\text{N}_{3.96}\text{O}_{0.04}:\text{Ce}_{0.005}$ ;  $(\text{Sr}_{0.9}\text{Ca}_{0.1})_{0.998}\text{Al}_{1.99}\text{Mg}_{2.01}\text{N}_{3.99}\text{O}_{0.01}:\text{Eu}_{0.002}$ ;  $(\text{Sr}_{0.9}\text{Ba}_{0.1})_{0.998}\text{Al}_{1.99}\text{Mg}_{2.01}\text{N}_{3.99}\text{O}_{0.01}:\text{Eu}_{0.002}$ 이다.

- [0033] 추가의 특정 실시양태에서, 인광체는  $(\text{Sr}, \text{Ca})\text{Mg}_3\text{SiN}_4:\text{Eu}$  및  $(\text{Sr}, \text{Ca})\text{Mg}_2\text{Al}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ 로 이루어진 군으로부터 선택된다. 또 다른 특정 실시양태에서, 인광체는  $\text{Ba}_{0.95}\text{Sr}_{0.05}\text{Mg}_2\text{Ga}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{BaMg}_2\text{Ga}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{SrMg}_3\text{SiN}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{SrMg}_2\text{Al}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{SrMg}_2\text{Ga}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ , 및  $\text{BaMg}_3\text{SiN}_4:\text{Eu}$ 로 이루어진 군으로부터 선택된다. 특히, 이러한 인광체 및 보다 더 특히  $(\text{Sr}, \text{Ca})\text{Mg}_3\text{SiN}_4:\text{Eu}$  및  $(\text{Sr}, \text{Ca})\text{Mg}_2\text{Al}_2\text{N}_4:\text{Eu}$ 는 특히 스펙트럼 위치 및 발광 분포의 면에서 양호한 발광 특성을 갖는 인광체일 수 있다.
- [0034] 특정 관심 대상은, 인광체가  $0 \leq x \leq 0.2$ ,  $y/x < 0.1$ 을 따르고, M이 적어도 Sr을 포함하고,  $z \leq 0.1$ ,  $a \leq 0.4$ ,  $2.5 \leq b \leq 3.5$ , B가 적어도 Al을 포함하고,  $c \leq 0.4$ ,  $0.5 \leq d \leq 1.5$ , D가 적어도 Li를 포함하고,  $e \leq 0.4$ ,  $n \leq 0.1$ , ES가 적어도 Eu를 포함하는 인광체이다. 특히,  $y+z \leq 0.1$ 이다. 또한, 특히  $x+y+z \leq 0.2$ 이다. 또한, 특히 a는 0에 근접하거나 0이다. 또한, 특히 b는 약 3이다. 또한, 특히 c는 0에 근접하거나 0이다. 또한, 특히 d는 약 1이다. 또한, 특히 e는 0에 근접하거나 0이다. 또한, 특히 n은 0에 근접하거나 0이다. 또한, 특히 y는 0에 근접하거나 0이다. 특히 양자 효율 및 가수분해 안정성의 면에서 양호한 시스템은  $z + d > 0$ 이며, 즉 Na, K, Rb, Li 및 Cu(I) 중 하나 이상, 특히 적어도 Li가 이용가능한 시스템, 예컨대  $(\text{Sr}, \text{Ca})\text{LiAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}$  및  $(\text{Sr}, \text{Ca})\text{Li}_d\text{Mg}_a\text{Al}_b\text{N}_4:\text{Eu}$  (a, b, d는 상기 정의된 바와 같음)이다. 추가의 특정 실시양태에서, 인광체는  $\text{CaLiAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{SrLiAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}$ ,  $\text{CaLi}_{0.5}\text{MgAl}_{2.5}\text{N}_4:\text{Eu}$ , 및  $\text{SrLi}_{0.5}\text{MgAl}_{2.5}\text{N}_4:\text{Eu}$ 로 이루어진 군으로부터 선택된다. 또한, 특정 관심 대상의 인광체는 M 이온으로서 적어도 Sr, B 이온으로서 적어도 Al 및 D 이온으로서 적어도 Li를 포함하는  $(\text{Sr}, \text{Ca}, \text{Ba})(\text{Li}, \text{Cu})(\text{Al}, \text{B}, \text{Ga})_3\text{N}_4:\text{Eu}$ 이다.
- [0035] 따라서, 특정 실시양태에서, 발광 입자는  $\text{SrLiAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}^{2+}$  부류로부터 선택된 발광 물질을 포함한다. 본원에서 용어 "부류"는 특히 동일한 결정학적 구조(들)를 갖는 물질의 군을 의미한다. 또한, 용어 "부류"는 또한 양이온 및/또는 음이온의 부분 치환을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기한 부류 중 일부에서 Al-O는 부분적으로 Si-N으로 대체될 수 있다(또는 반대로).  $\text{SrLiAl}_3\text{N}_4:\text{Eu}^{2+}$  부류의 예가 상기에 제공되어 있다. 그러나, 다른 발광 물질이 또한 가능할 수 있다.
- [0036] 이러한 발광 입자는 0.1-50  $\mu\text{m}$  범위, 예컨대 0.5-40  $\mu\text{m}$  범위, 예컨대 특히 0.5-20  $\mu\text{m}$  범위로부터 선택될 수 평균화된 입자 크기를 가질 수 있다. 따라서, 발광 코어는 예컨대 최대 약 500  $\mu\text{m}$ , 예컨대 최대 100  $\mu\text{m}$ , 예컨대 최대 약 50  $\mu\text{m}$ 의 치수를 가질 수 있다. 특히 더 큰 입자 크기를 가지면, 실질적으로 단지 개별 입자만이 코팅되어, 약 50  $\mu\text{m}$  이하의 발광 코어 치수를 초래할 수 있다. 따라서, 본 발명은 입자의 코팅에 관한 것이다. 나노입자 또는 양자점이 미립자 발광 물질에 대한 기반으로 사용될 경우, 발광 코어의 치수는 실질적으로 더 작을 수 있다. 이러한 경우에, 코어는 약 1  $\mu\text{m}$ 보다 작거나, 실질적으로 더 작을 수 있다(QD의 치수에 대해서는 하기를 또한 참조한다).
- [0037] 별법으로 또는 또한, 발광 입자는 발광 양자점을 포함한다. 용어 "양자점" 또는 "발광 양자점"은 실시양태들에서 또한 상이한 유형의 양자점들, 즉 상이한 스펙트럼 특성을 갖는 양자점들의 조합을 의미할 수 있다. QD는 본원에서 또한 "과장 전환기 나노입자" 또는 "발광 나노입자"로서 지시된다. 용어 "양자점"은 특히 (적합한 방사선, 예컨대 UV 방사선으로 여기할 때) UV, 가시선 및 IR 중 하나 이상에서 발광하는 양자점을 의미한다. 본원에서 과장 전환기 나노입자로서 지시된 양자점 또는 발광 나노입자는, 예를 들어 CdS, CdSe, CdTe, ZnS, ZnSe, ZnTe, HgS, HgSe, HgTe, CdSeS, CdSeTe, CdSTe, ZnSeS, ZnSeTe, ZnSTe, HgSeS, HgSeTe, HgSTe, CdZnS, CdZnSe, CdZnTe, CdHgS, CdHgSe, CdHgTe, HgZnS, HgZnSe, HgZnTe, CdZnSeS, CdZnSeTe, CdZnSTe, CdHgSeS, CdHgSeTe, CdHgSTe, HgZnSeS, HgZnSeTe 및 HgZnSTe(로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점)로 이루어진 군으로부터 선택된 II-VI족 화합물 반도체 양자점을 포함할 수 있다. 또 다른 실시양태에서, 발광 나노입자는, 예를 들어 GaN, GaP, GaAs, AlN, AlP, AlAs, InN, InP, InGaP, InAs, GaNP, GaNAs, GaPAs, AlNP, AlNAs, AlPAs, InNP, InNAs, InPAs, GaAlNP, GaAlNAs, GaAlPAs, GaInNP, GaInNAs, GaInPAs, InAlNP, InAlNAs 및 InAlPAs(로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점)로 이루어진 군으로부터 선택된 III-V족 화합물 반도체 양자점일 수 있다. 추가의 실시양태에서, 발광 나노입자는, 예를 들어  $\text{CuInS}_2$ ,  $\text{CuInSe}_2$ ,  $\text{CuGaS}_2$ ,  $\text{CuGaSe}_2$ ,  $\text{AgInS}_2$ ,  $\text{AgInSe}_2$ ,  $\text{AgGaS}_2$  및  $\text{AgGaSe}_2$ (로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점)로 이루어진 군으로부터 선택된 I-III-VI2 황동석-유형 반도체 양자점일 수 있다. 추가의 실시양태에서, 발광 나노입자는, 예를 들어  $\text{LiAsSe}_2$ ,  $\text{NaAsSe}_2$  및  $\text{KAsSe}_2$ (로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점)로 이루어진 군으로부터 선택된 것과 같은 I-V-VI2 반도체 양자점(으로 이루어진 군으로부터 선

택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점)일 수 있다. 추가의 실시양태에서, 발광 나노입자는, 예를 들어 IV-VI족 화합물 반도체 나노 결정, 예컨대 SbTe(로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점)일 수 있다. 특정 실시양태에서, 발광 나노입자는 InP, CuInS<sub>2</sub>, CuInSe<sub>2</sub>, CdTe, CdSe, CdSeTe, AgInS<sub>2</sub> 및 AgInSe<sub>2</sub>(로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점)로 이루어진 군으로부터 선택된다. 추가의 실시양태에서, 발광 나노입자는, 예를 들어 내부 도판트, 예컨대 ZnSe:Mn, ZnS:Mn을 갖는 상기한 물질로부터 선택된 II-VI, III-V, I-III-V 및 IV-VI족 화합물 반도체 나노 결정(으로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점) 중 하나일 수 있다. 도판트 원소는 Mn, Ag, Zn, Eu, S, P, Cu, Ce, Tb, Au, Pb, Tb, Sb, Sn 및 Tl로부터 선택될 수 있다. 본원에서, 발광 나노입자 기재 발광 물질은 또한 상이한 유형의 QD, 예컨대 CdSe 및 ZnSe:Mn을 포함할 수 있다.

[0038] II-VI 양자점을 사용하는 것이 특히 유리한 것으로 나타났다. 따라서, 한 실시양태에서, 반도체 기재 발광 양자점은 특히 CdS, CdSe, CdTe, ZnS, ZnSe, ZnTe, HgS, HgSe, HgTe, CdSeS, CdSeTe, CdSTe, ZnSeS, ZnSeTe, ZnSTe, HgSeS, HgSeTe, HgSTe, CdZnS, CdZnSe, CdZnTe, CdHgS, CdHgSe, CdHgTe, HgZnS, HgZnSe, HgZnTe, CdZnSeS, CdZnSeTe, CdZnSTe, CdHgSeS, CdHgSeTe, CdHgSTe, HgZnSeS, HgZnSeTe 및 HgZnSTe(로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점)로 이루어진 군으로부터 선택된, 보다 더 특히 CdS, CdSe, CdSe/CdS 및 CdSe/CdS/ZnS로 이루어진 군으로부터 선택된 II-VI 양자점을 포함한다.

[0039] 한 실시양태에서, 과장 전환기 나노입자는 약 1 내지 약 1000 나노미터 (nm) 범위, 및 바람직하게는 약 1 내지 약 100 nm 범위의 평균 입자 크기를 갖는다. 한 실시양태에서, 나노입자는 약 1 내지 약 20 nm 범위의 평균 입자 크기를 갖는다. 한 실시양태에서, 나노입자는 약 1 내지 약 10 nm 범위의 평균 입자 크기를 갖는다. 발광 나노입자(코팅 없음)는 약 2-50 nm, 예컨대 2-20 nm, 특히 2-10 nm, 보다 더 특히 2-5 nm 범위의 치수를 가질 수 있고; 특히 나노입자의 적어도 90%는 각각 지시된 범위의 치수를 갖는다(즉, 예를 들어 나노입자의 적어도 90%는 2-50 nm 범위의 치수를 갖거나, 특히 나노입자의 적어도 90%는 2-5 nm 범위의 치수를 가짐). 용어 "치수"는 특히 나노입자의 형상에 따라 길이, 폭 및 직경 중 하나 이상과 관련이 있다. 전형적인 점은 2원 합금, 예컨대 카드뮴 셀레나이드, 카드뮴 술피드, 인듐 아르세나이드 및 인듐 포스파이드로 제조된다. 그러나, 점은 또한 3원 합금, 예컨대 카드뮴 셀레나이드 술피드로부터 제조될 수 있다. 이러한 양자점은 10 내지 50 원자의 직경을 갖는 양자점 부피내에 겨우 100 내지 100,000개의 원자를 함유할 수 있다. 이것은 약 2 내지 10 나노미터에 상응한다. 예를 들어, 약 3 nm의 직경을 갖는 구형 입자, 예컨대 CdSe, InP 또는 CuInSe<sub>2</sub>가 제공될 수 있다. 발광 나노입자(코팅 없음)는 10 nm 미만의 한 치수의 크기를 갖는 구, 정육면체, 막대, 와이어, 디스크, 멀티-포드(multi-pod) 등의 형상을 가질 수 있다. 예를 들어, 20 nm의 길이 및 4 nm의 직경을 갖는 CdSe의 나노막대가 제공될 수 있다. 따라서, 한 실시양태에서, 반도체 기재 발광 양자점은 코어-셸 양자점을 포함한다. 또 다른 실시양태에서, 반도체 기재 발광 양자점은 도트-인-로드(dots-in-rods) 나노입자를 포함한다. 상이한 유형의 입자의 조합이 또한 적용될 수 있다. 여기서, 용어 "상이한 유형"은 반도체 발광 물질의 상이한 유형 뿐만 아니라, 상이한 기하학적 구조와 관련될 수 있다. 따라서, 2개 이상의 (상기 지시된) 양자점 또는 발광 나노입자의 조합이 또한 적용될 수 있다.

[0040] 한 실시양태에서, 나노입자는 제1 반도체 물질을 포함하는 코어 및 제2 반도체 물질을 포함하는 셸을 포함하는 반도체 나노결정을 포함할 수 있으며, 여기서 셸은 코어의 표면의 적어도 일부분 상에 배치된다. 코어 및 셸을 포함하는 반도체 나노결정은 "코어/셸" 반도체 나노결정으로도 칭해진다. 상기 지시된 물질 중 어느 것이 특히 코어로서 사용될 수 있다. 따라서, 구 "~로 이루어진 군으로부터 선택된 코어를 갖는 코어-셸 양자점"은 양자점 물질의 상기 목록 중 일부에 적용된다. 용어 "코어-셸"은 그래디언트(gradient) 합금 셸 또는 도트 인 로드 등을 포함하는 "코어-셸-셸" 등을 칭할 수도 있다.

[0041] 예를 들어, 반도체 나노결정은 화학식 MX를 갖는 코어를 포함할 수 있으며, 여기서 M은 카드뮴, 아연, 마그네슘, 수은, 알루미늄, 갈륨, 인듐, 탈륨 또는 이들의 혼합물일 수 있고, X는 산소, 황, 셀레늄, 텔루륨, 질소, 인, 비소, 안티모니 또는 이들의 혼합물일 수 있다. 반도체 나노결정 코어로서 사용하기에 적합한 물질의 예는 ZnO, ZnS, ZnSe, ZnTe, CdO, CdS, CdSe, CdTe, MgS, MgSe, GaAs, GaN, GaP, GaSe, GaSb, HgO, HgS, HgSe, HgTe, InAs, InN, InP, InGaP, InSb, AlAs, AlN, AlP, AlSb, TiN, TiP, TlAs, TlSb, PbO, PbS, PbSe, PbTe, Ge, Si, 3원 및 4원 혼합물 또는 합금을 포함하는 상기 중 어느 것을 포함하는 합금 및/또는 상기 중 어느 것을 포함하는 혼합물을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0042] 셸은 코어의 조성과 동일한 또는 상이한 조성을 갖는 반도체 물질일 수 있다. 셸은 IV족 원소, II-VI족 화합물, II-V족 화합물, III-VI족 화합물, III-V족 화합물, IV-VI족 화합물, I-III-VI족 화합물, II-IV-VI족

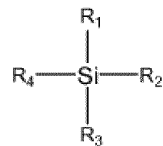
화합물, II-IV-V족 화합물, 3원 및 4원 혼합물 또는 합금을 포함하는 상기 중 어느 것을 포함하는 합금 및/또는 상기 중 어느 것을 포함하는 혼합물을 포함할 수 있는 코어 반도체 나노결정의 표면 상에 반도체 물질의 오버코팅을 포함한다. 예는 ZnO, ZnS, ZnSe, ZnTe, CdO, CdS, CdSe, CdTe, MgS, MgSe, GaAs, GaN, GaP, GaSe, GaSb, HgO, HgS, HgSe, HgTe, InAs, InN, InP, InGaP, InSb, AlAs, AlN, AlP, AlSb, TiN, TiP, TlAs, TlSb, PbO, PbS, PbSe, PbTe, Ge, Si, 상기 중 어느 것을 포함하는 합금 및/또는 상기 중 어느 것을 포함하는 혼합물을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, ZnS, ZnSe 또는 CdS 오버코팅은 CdSe 또는 CdTe 반도체 나노결정 상에서 성장될 수 있다. 오버코팅 방법은, 예를 들어 미국 특허 6,322,901호에 기재되어 있다. 오버코팅 동안 반응 혼합물의 온도를 조정하고, 코어의 흡수 스펙트럼을 모니터링함으로써, 높은 방출 양자 효율 및 좁은 크기 분포를 갖는 오버코팅된 물질이 얻어질 수 있다. 오버코팅은 하나 이상의 층을 포함할 수 있다. 오버코팅은 코어의 조성파 동일한 또는 상이한 적어도 1종의 반도체 물질을 포함한다. 바람직하게는, 오버코팅은 약 1 내지 약 10개의 단층의 두께를 갖는다. 오버코팅은 또한 10개 초과 단층의 두께를 가질 수 있다. 한 실시양태에서, 1개 초과 오버코팅이 코어 상에 포함될 수 있다.

[0043] 한 실시양태에서, 주위의 "셸" 물질은 코어 물질의 밴드 갭 초과 밴드 갭을 가질 수 있다. 특정 다른 실시양태에서, 주위의 셸 물질은 코어 물질의 밴드 갭 미만의 밴드 갭을 가질 수 있다. 한 실시양태에서, 셸은 "코어" 기재의 것에 근접한 원자 간격을 갖도록 선택될 수 있다. 특정 다른 실시양태에서, 셸 및 코어 물질은 동일한 결정 구조를 가질 수 있다.

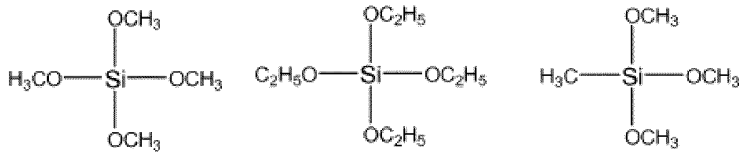
[0044] 반도체 나노결정 (코어)셸 물질의 예는 비제한적으로 적색 (예를 들어, (CdSe)ZnS (코어)셸), 녹색 (예를 들어, (CdZnSe)CdZnS (코어)셸 등), 및 청색 (예를 들어, (CdS)CdZnS (코어)셸을 포함한다(추가로 또한 반도체를 기재로 하는 특정 파장 전환기 나노입자의 예에 대하여 상기를 참조한다).

[0045] 따라서, 한 실시양태에서, 발광 입자는 CdS, CdSe, ZnS 및 ZnSe로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 코어 물질을 포함하는 발광 양자점으로 이루어진 군으로부터 선택된 발광 물질을 포함한다. 따라서, 한 실시양태에서, 발광 입자는 또한 조성 MX(M = Cd, Zn, X = Se, S)의 발광 나노입자, 예컨대 양자점 또는 양자 막대의 군으로부터 선택될 수 있다. 이러한 입자는 1-50 nm 범위로부터 선택될 수 평균화된 입자 크기 (즉 특히 길이/폭/높이, 직경)를 가질 수 있다.

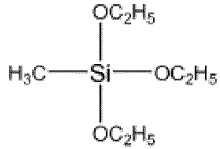
[0046] 상기 지시된 바와 같이, 전형적으로 5-500 nm, 특히 10-500 nm, 보다 더 특히 20-500 nm, 보다 더 특히 50-300 nm 범위의 평균 두께를 갖는 제1 코팅 층은 졸-겔 유형 방법에 의해 형성된다. 이러한 방법에서, 무기 네트워크가 졸 (콜로이드성 현탁액)을 형성하기 위한 후속 가수분해 및 이어서 분말 표면에 화학적으로 결합된 겔 (가교된 고체 네트워크)을 형성하기 위한 축합에 의해 전구체의 균질 용액으로부터 형성된다. 바람직하게는, 제1 코팅 물질은 실리카이며, 졸-겔 침착 방법은 문헌(Stoerber, W., A. Fink, et al., "Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range." Journal of Colloid and Interface Science 26(1): 62-69)에 기재된 소위 스토이버(Stoerber) 반응에 상응한다. 이러한 목적을 위하여, 발광 물질을 알콜, 예컨대 지방족 알콜 R-OH, 예컨대 메탄올 CH<sub>3</sub>OH, 에탄올 C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH 또는 이소-프로판올 C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OH에 분산시킨 후, 암모니아 (물중 NH<sub>3</sub> 용액) 및 규소 알콕시드 전구체를 첨가한다. 규소 알콕시드 전구체는 알콜 + 암모니아 혼합물에 용해되어 가수분해되기 시작한다. 가수분해된, 아직 용해된 졸 종과 입자 표면의 반응성 기(예를 들어, 아민 또는 실라놀 기)의 반응, 이어서 가수분해, 핵형성 및 축합 반응 단계로 이루어진 시딩된(seeded) 성장 방법에 의해 큰 포멀 실리카 코팅이 입자 표면의 상부 상에 형성된다.



[0047] 규소 알콕시드 전구체는  $\begin{array}{c} R_1 \\ | \\ R_4 - Si - R_2 \\ | \\ R_3 \end{array}$  로 형성된 화합물의 군으로부터 선택되고, 여기서 a) R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>은 가수분해성 알콕시 기이고, R<sub>4</sub>는 C1-C6 선형 알킬 기, 가수분해성 알콕시 기 및 페닐 기의 군으로부터 선택되거나, b) R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>은 개별적으로 -OCH<sub>3</sub> 및 -OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>로부터 선택되고, R<sub>4</sub>는 -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, -OCH<sub>3</sub>, -OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> 및 페닐 기로부터 선택된다. 임의로, 실리콘 기재 중합체가



[0048] 및

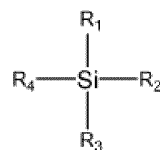


[0049] 의 군으로부터의 물질로부터 취득된다.

[0050] 따라서, 규소 알콕시드 전구체는 이러한 군으로부터 선택될 수 있는 기로부터 선택된다. 특히, 규소 알콕시드 전구체는 Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>4</sub> 또는 Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>의 군으로부터 선택되고, 보다 특히 Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>가 실리콘 알콕시드 전구체로서 사용된다. 또 다른 금속, 예컨대 Al을 기재로 한 유사한 전구체가 또한 사용될 수 있다.

[0051] 전형적인 제1 코팅 방법은 다음의 단계를 포함할 수 있다: (a) 발광 분말을 교반 또는 초음파 처리하면서 알콜-수성 암모니아 용액 혼합물에 현탁시킨다. 입자 분산을 개선시키기 위하여, 또한 분말을 먼저 알콜 및 소량의 규소 (또는 다른 금속) 알콕시드와 혼합한 후, 암모니아 용액을 첨가한다. (b) 현탁액의 교반하에 규소 (또는 다른 금속) 알콕시드 전구체를 첨가한다. 알콜 용매 중 실리콘 (또는 다른 금속) 알콕시드, 암모니아 및 물의 전형적인 농도는 각각 0.02-0.7, 0.3-1.5, 및 1-16 몰/1이다. (c) 코팅이 형성될 때까지 현탁액을 교반 또는 초음파 처리한다. (d) 코팅된 분말을 알콜로 세척하고, 건조시킨 후, 공기 또는 진공에서 200-300°C에서 소성시킨다.

[0052] 따라서, 한 실시양태에서, 졸-겔 코팅 방법은 (ia) 알콜, 암모니아, 물, 발광 입자 및 금속 알콕시드 전구체의 혼합물을 혼합물 교반 하에 제공하고, 제1 코팅이 발광 입자 상에 형성되게 하며, 여기서 금속 알콕시드 전구체는 특히 티타늄 알콕시드, 규소 알콕시드 및 알루미늄 알콕시드로 이루어진 군으로부터 선택되는 단계; 및 (ib) 혼합물로부터 발광 입자를 회수하고, 임의로 발광 입자를 열 처리하여 상기 코팅된 발광 입자를 제공하는 단계를 포함한다. 혼합물로부터 (코팅된) 발광 물질의 회수 방법은, 예를 들어 여과, 원심 분리, 디켄팅(decanting) (침전물 상 액체) 등 중 하나 이상을 포함할 수 있다. 열 처리는 건조 및 소성 중 하나 이상, 특히 둘 다, 즉 예를 들어 70-130°C 범위의 온도에서 건조 단계 후 소성 단계(공기 중; 또는 진공 또는 (다른) 불활성 분위기)를 포함할 수 있다. 따라서, 열 처리 시간의 일부 동안, (코팅된) 발광은 불활성 환경, 예컨대 진공, 또는 N<sub>2</sub> 및 희가스 중 하나 이상 등에서 존재할 수 있다. 열 처리는 발광 물질의 안정성을 개선시키는 것으로 보인다. 또한, 상기 지시된 바와 같이, 졸-겔 코팅 방법에서 규소 (또는 다른 금속; 하기 화학식은 Si를



나타내기는 하지만) 알콕시드, 특히 전구체는 로 이루어진 화합물의 군으로부터 선택되어 사용될 수 있고, 여기서, R1, R2, R3은 가수분해성 알콕시 모이어티(moiety)로 이루어진 군으로부터 선택되고, R4는 C1-C6 선형 알킬 모이어티, 가수분해성 알콕시 모이어티 및 페닐 모이어티로 이루어진 군으로부터 선택된다. 임의로 알콕시드 이외의 다른 리간드가 졸-겔 법을 위한 전구체에 적용될 수 있다.

[0053] 졸-겔 코팅 방법으로 취득된 입자는 임의로 하나 초과와 핵을 포함할 수 있다. 예를 들어, 양자점의 경우, 졸-겔 코팅 또는 제1 코팅 층을 갖는 응집체가 취득될 수 있다. 따라서, 실리카 전구체 (또는 다른 금속 산화물 전구체)가 또한 다수의 QD를 얇은 단일 셸로 코팅하여 코팅된 응집체를 형성할 수 있다. 이것은 특히 양자점의 농도 등에 따라 달라질 수 있다.

[0054] 상기에, 졸-겔 코팅을 위한 전구체가 특히 규소 알콕시드 전구체와 관련하여 기재되어 있다. 그러나, 또한 알루미늄 (또는 또 다른 금속) 알콕시드 전구체(들)가 사용될 수 있다. 또한, 2종 이상의 화학적으로 상이한 전구체의 조합이 졸-겔 코팅 층 또는 제1 코팅 층의 제공을 위하여 적용될 수 있다.

[0055] 용어 "제1 코팅 방법"은 또한 복수의 제1 코팅 방법에 관한 것일 수 있다. 복수의 제1 코팅 방법을 사용하면, (예를 들어, 제1 코팅 방법에서 각각의 코팅 스테이지 또는 단계가 실질적으로 동일한 물질을 침착시키는 것을

포함할 경우) 전체 층 두께를 통해 동일한 조성을 실질적으로 포함하는 (다중-)층을 제공할 수 있거나, 상이한 조성을 갖는 2개 이상의 층, 예컨대 각각 2층 이상의 상이한 조성을 갖는 2개 이상의 (졸-겔) 층의 스택을 갖는 다중-층을 제공할 수 있다. 한 예는, 예를 들어 SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (졸-겔) 다중층, 예컨대 SiO<sub>2</sub> 및 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 교호하는 3개 이상의 (졸-겔) 층의 스택일 수 있다(또한, 상기 참조).

[0056] 상기 지시된 바와 같이, 제2 코팅 층은 전형적으로 5-250 nm, 특히 15-75 nm 범위의 층 두께를 가질 수 있다. 층은 원자층 증착 유형 방법에 의해 형성될 수 있다. 이러한 방법에서, 중합체 네트워크는 기체 상에서 산소 공급원, 예컨대 물 및/또는 오존과 금속 산화물 전구체의 반응에 의해 형성된다. 졸-겔 법에서와 달리, ALD 반응은 (적어도) 두 부분으로 나누어진다. 제1 단계에서, 금속 (산화물) 전구체가 a(n ALD) 반응기로 공급되고, 입자 표면 상 반응성 기를 흡착하고/거나 이와 반응하고, 실질적으로 모든 비-반응된 또는 흡착된 전구체 분자가 반응기 퍼징에 의해 제거된다. 제2 단계에서, 산소 공급원이 반응기로 공급되고, 입자 표면 상 금속 공급원과 반응한 후, 반응기의 퍼징에 의해 실질적으로 모든 잔류 산소 공급원 분자 및 축합 반응에 의해 형성된 가수 분해 생성물이 제거된다. 두 단계는 표면 반응의 자기-제한 성질로 인하여, 원자층(또는 단층)의 형성을 초래한다. 이러한 원자층 반응 단계를 다수회 반복하여 최종 ALD 코팅을 형성한다. 용어 금속 산화물 전구체는 특히 금속 산화물의 전구체를 지시한다. 전구체 그 자체는 금속 산화물일 수 없지만, 예를 들어 금속 유기 분자를 포함할 수 있다. 따라서, 특히 ALD를 위한 금속 (산화물) 전구체는 전형적으로 금속 할라이드, 알콕시드, 아미드, 및 다른 금속 (유기) 화합물을 포함할 수 있다.

[0057] ALD 방법의 단계적인(step by step) 특성은 한정된 층 두께를 용이하게 침착시킬 수 있게 한다. ALD 방법은 또한 상이한 금속 산화물 전구체를 반응기에 연속적으로 공급하여 상이한 조성의 층을 침착시켜 다성분 층 또는 나노라미네이트를 형성할 수 있게 한다. 따라서, 특정 실시양태에서, 제2 층은 다중층을 포함한다(또한 하기 참조).

[0058] ALD 방법을 위하여, 특히 유동층 반응기가 사용될 수 있다.

[0059] 따라서, 특정 실시양태에서, 제2 코팅 층은 상기 원자층 증착 방법의 적용에 의해 제공된다. 한 실시양태에서, 정적 분말층이 졸-겔 코팅된 발광 분말 입자의 ALD 코팅에 사용된다. 그러나, 또한, 유동층이 적용될 수 있다. 다른 유형의 반응기가 또한 사용될 수 있다. 입자 응집은 구조화된 나노다공성 표면을 갖는 제1 졸-겔 코팅을 적용함으로써 실질적으로 방지될 수 있다. 방법은 쉽게 확장될 수 있으며, ALD 코팅 동안 분말 손실이 거의 관찰되지 않는다. 예를 들어 카트리지 샘플 홀더를 갖는 분말 코팅을 위한 상업적으로 입수가 가능한 ALD 반응기는, 피코선 오이(Picosun Oy)에 의해 시판되고 있다 (포카(POCA)<sup>TM</sup>). ALD를 위해 사용될 수 있는 시스템은, 예를 들어 WO 2013171360 A1호에 기재되어 있으며, 다른 시스템도 또한 사용될 수 있다.

[0060] ALD 제2 코팅 층을 위한 (비-제한된) 다수의 적합한 물질이 하기 표에 열거되어 있다:

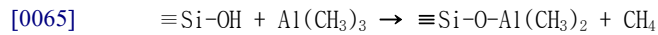
산화물 물질	금속 (산화물) 전구체	산소 공급원	침착 T [°C]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> (TMA) 또는 HAl(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O 또는 O <sub>3</sub>	100 - 400
HfO <sub>2</sub>	Hf(N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> 또는 Hf(N(CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ) <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O	80 - 300
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	TaCl <sub>5</sub> 또는 Ta(N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ) <sub>5</sub>	H <sub>2</sub> O	80 - 300
ZrO <sub>2</sub>	ZrCl <sub>4</sub> 또는 Zr(N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ) <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O	80 - 300
TiO <sub>2</sub>	TiCl <sub>4</sub> , Ti(OCH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> 또는 Ti(OEt) <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O	80 - 300
SiO <sub>2</sub>	SiCl <sub>4</sub> , H <sub>2</sub> N(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> Si(OEt) <sub>3</sub> 또는 Si(OEt) <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O 또는 O <sub>3</sub>	150-300

[0061] 별법으로 또는 또한, 니오븀 산화물 (특히 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) 또는 이트륨 산화물 (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)이 사용될 수 있다. 이들의 금속 전구체는, 각각 예를 들어 tert-부틸이미도)-트리스(디에틸아미노)-니오븀, NbF<sub>5</sub> 또는 NbCl<sub>5</sub> 및 트리스(에틸실클로펜타디에닐) 이트륨이다.

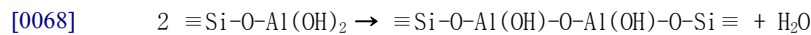
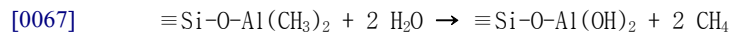
[0063] 그러나, 다른 물질이 또한 사용될 수 있다. 따라서, 원자층 증착 방법에서, 금속 산화물 전구체는 특히 Al, Hf, Ta, Zr, Ti 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택된 금속의 금속 산화물 전구체의 군으로부터 선택될 수 있다. 별법으로 또는 또한, Ga, Ge, V 및 Nb 중 하나 이상이 사용될 수 있다. 보다 더 특히, 이러한 전구체의 2종 이상의 교호 층이 적용되며, 여기서 적어도 1종의 전구체는 Al 금속 산화물 전구체 및 Si 금속 산화물 전구체, 특히 Al 금속 산화물 금속 산화물 전구체로 이루어진 군으로부터 선택되고, 또 다른 전구체는 Hf 금속 산화물 전

구체, Ta 금속 산화물 전구체, Zr 금속 산화물 전구체 및 Ti 금속 산화물 전구체로 이루어진 군으로부터 선택되며, 특히 Hf 금속 산화물 전구체, Ta 금속 산화물 전구체 및 Zr 금속 산화물 전구체, 보다 더 특히 Ta 금속 산화물 전구체로 이루어진 군으로부터 선택된다. 특히 Hf, Zr 및 Ta가 비교적 광 투과성 층을 제공하는 것으로 보이는 반면, Ti는, 예를 들어, 비교적 덜 광 투과성 층을 제공할 수 있다. Ta, Hf 및 Zr을 이용한 가공은 예를 들어 Si보다 비교적 용이한 것으로 보인다. 용어 "산화물 전구체" 또는 "금속 산화물 전구체" 또는 "금속(산화물) 전구체"는 또한 2종 이상의 화학적으로 상이한 전구체의 조합을 의미할 수 있다. 이러한 전구체는, 특히 산소 공급원과의 반응시 산화물을 형성한다(따라서, 금속 산화물 전구체로서 지시됨).

[0064] 예를 들어, 졸-겔 제1 코팅 층의 나노다공성 표면에서 실라놀 기 (실리카 제1 코팅 층이라고 가정함)는 초기 층의 ALD 동안 반응성 위치로서 작용한다. 한 실시양태에서, 알루미늄이나 금속 산화물 전구체로서  $Al(CH_3)_3$  (TMA) 및 산소 공급원으로서 물(에 후속적으로 노출)을 사용하여 침착된다. 제1 반응 단계에서, TMA는 하기 식에 따라 실리카 졸 겔 층의 표면 실라놀 기와 반응한다:



[0066] 이어서, 물이 제2 반응 단계에서 가수분해 후 축합 반응에 의해 금속 산화물 전구체와 반응한다:



[0069] 200-350°C 범위의 침착 온도가 제1 코팅 층에 대한 알루미늄이나 ALD에 가장 적합한 것으로 밝혀졌으며, 바람직하게는 온도는 250-300°C 범위이다. 유사한 온도가 ALD 층(들)을 위한 다른 금속 산화물 전구체의 ALD에 적용될 수 있다.

[0070] 특히, ALD 알루미늄(또는 다른 금속 산화물) 층은 5-120 nm의 두께, 보다 특히 10-75 nm의 두께, 보다 더 특히 15-50 nm 범위의 두께를 갖는다.

[0071] 알루미늄 ALD 층의 물 기체 침투 장벽 특성은, 상이한 산화물 물질, 예컨대  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $Y_2O_3$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $HfO_2$ ,  $Ta_2O_5$ 의 적어도 하나의 추가의 층을 침착시킴으로써 추가로 개선될 수 있다. 특히, 추가의 물질 층의 두께는 1-40 nm 범위, 보다 바람직하게는 1-10 nm 범위이다.  $Al_2O_3$ 와  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $Y_2O_3$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $HfO_2$ ,  $Ta_2O_5$ 의 군으로부터의 제2 산화물 물질의 교호층의 나노라미네이트 스택이 보다 더 바람직하다. 적합한 나노라미네이트 스택, 예를 들어 20 x (1 nm  $Al_2O_3$  (10 ALD 사이클) + 1 nm  $ZrO_2$  (11 ALD 사이클))이 250°C에서 침착되어 제1 졸-겔 코팅의 상부 상에 40 nm의 두께의 나노라미네이트된 제2 코팅을 형성할 수 있다.

[0072] 본 발명은 특히 한 실시양태에서, 제2 코팅 층이 상이한 화학 조성을 갖는 층들을 갖는 다중층을 포함하고, 원자층 증착 방법에서 금속 산화물 전구체가 - 특히 - Al, Hf, Ta, Zr, Ti, Si, Ga, Ge, V 및 Nb로 이루어진 군으로부터 선택된 금속의 금속 산화물 전구체의 군으로부터 선택되고, 특히 금속 산화물 전구체가 Al, Hf, Ta, Zr, Ti 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택된 금속의 금속 산화물 전구체의 군으로부터 선택되는 방법을 제공한다. 또한, 이러한 전구체의 2종 이상의 조합, 예를 들어 알루미늄 - 지르코늄 및 hafnium의 혼합산화물 - 알루미늄 등을 포함하는 다중층이 사용될 수 있다.

[0073] 따라서, 한 실시양태에서 제2 코팅 층은 상이한 화학 조성을 갖는 층들을 갖는 다중층을 포함할 수 있고, 여기서 다중층은 Al, Hf, Ta, Zr, Ti, Si, Ga, Ge, V 및 Nb 중 하나 이상의 산화물을 포함하는 하나 이상의 층을 포함하고, 특히 다중층은 Al, Hf, Ta, Zr, Ti 및 Si 중 하나 이상의 산화물을 포함하는 하나 이상의 층을 포함한다. 이러한 다중층 중 하나 이상의 층은 또한 혼합산화물, 예컨대 상기 지시된 것을 포함할 수 있다.

[0074] 특히, 적어도 2개의 (ALD) 층("AB"), 보다 더 특히 적어도 3개의 층(예를 들어, "ABA"), 보다 더 적어도 4개의 층을 포함하는 a(n ALD) 다중층 코팅이 수득되는 방법이 적용된다. 보다 더 특히, 2개의 (ALD) 층("AB"), 예컨대  $(AB)_n$ (여기서 n은 2 이상, 예컨대 2-20, 예컨대 2-10임)의 서브세트의 2개 이상의 스택을 포함하는 적어도 스택이 적용된다.

[0075] 특히, 다중층의 층들 중 적어도 하나는 Al 및 Si(이들의 조합 포함)의 산화물 중 하나 이상을 포함하고, 다중층의 층들 중 적어도 하나는 Hf, Ta, Zr, Ti, Ga, Ge, V 및 Nb의 산화물 중 하나 이상을 포함한다. 이러한 층은 임의로 또한 Al, Hf, Ta, Zr, Ti, Si, Ga, Ge, V 및 Nb를 포함할 수 있으며, 여기서 Si 또는 Al은 다중층의 다른 층(들)이 각각 실리카 또는 알루미늄의 산화물을 포함할 경우, 다른 지시된 원소 중 하나 이상과 함께 층에

존재한다. 상기 지시된 용어 "ALD 다중층" 또는 "다중층"은 특히 상이한 화학 조성을 갖는 층들을 의미한다. 구 "상이한 화학 조성을 갖는 층들"은, 예컨대 "ABC"의 경우 또는  $(AB)_n$ 의 경우 상이한 화학 조성을 갖는 적어도 2개의 층이 존재한다는 것을 지시한다.

[0076]  $(AB)_n$ 의 구체적인 예는, A가 Si 및 Al, 특히 Al의 산화물 중 하나 이상으로부터 선택되고, B가 Al, Hf, Ta, Zr, Ti, Si, Ga, Ge, V 및 Nb의 산화물 중 하나 이상으로부터 선택되고, 다중층 중 다른 층(들)이 각각 실리카 또는 알루미늄의 산화물을 포함할 경우, Si 또는 Al이 다른 지시된 원소 중 하나 이상과 함께 층에 존재하고, 특히 B가 Hf, Ta, Zr, Ti, Ga, Ge, V 및 Nb의 산화물 중 하나 이상으로부터 선택되고, 보다 더 특히 B가 Hf, Ta, Zr 및 Ti의 산화물 중 하나 이상으로부터 선택되고, 보다 특히 B가 Hf, Ta 및 Zr의 산화물 중 하나 이상으로부터 선택되는 다중층을 포함한다.

[0077] 이러한 ALD 다중층은 따라서 특히 졸-겔 층 상에 제공된다. 또한, 상기 지시된 바와 같이, ALD 다중층의 상부 상에 임의로 하나 이상의 추가의 층이 적용될 수 있다.

[0078] 따라서, 특정 실시양태에서, 제2 코팅 층은 상이한 화학 조성을 갖는 인접한 층들을 갖는 층의 스택을 갖는 다중층을 포함한다. 특히, 다중층의 층은 각각 독립적으로 1-40 nm, 특히 1-10 nm 범위의 두께를 갖는다. 또한, 특히 다중층은 하나 이상의 알루미늄 층 및 하나 이상의 금속 산화물 층을 포함하며, 금속은 Hf, Ta, Zr 및 Ti의 군으로부터 선택된다.

[0079] 따라서, 특정 실시양태에서, 원자층 증착 방법에서,  $Al(CH_3)_3$ ,  $Hf(CH_3)_2$ ,  $Hf(N(CH_3)_2)_4$ ,  $Hf(N(CH_2CH_3)_2)_4$ ,  $Hf[N(CH_3)(CH_2CH_3)]_4$ ,  $TaCl_5$ ,  $Ta(N(CH_3)_2)_5$ ,  $Ta\{[N(CH_3)(CH_2CH_3)]_3N(C(CH_3)_3)\}$ ,  $ZrCl_4$ ,  $Zr(N(CH_3)_2)_4$ ,  $TiCl_4$ ,  $Ti(OCH_3)_4$ ,  $Ti(OCH_2CH_3)_4$ ,  $SiCl_4$ ,  $H_2N(CH_2)_3Si(OCH_2CH_3)_3$  및  $Si(OCH_2CH_3)_4$ 로 이루어진 군으로부터 선택된 금속 산화물 전구체, 및  $H_2O$  및  $O_3$ 으로 이루어진 군으로부터 선택된 산소 공급원이 적용된다. 상기 지시된 바와 같이, 또한 2종 이상의 상이한 금속 산화물 전구체 및/또는 2종 이상의 상이한 산소 공급원이 적용될 수 있다.

[0080] 또한, 방법의 다른 실시양태에서, 원자층 증착 방법에서 층들이 상이한 화학 조성을 갖는 다중층이 제공되며, 여기서 하나 이상의 층은 탄탈럼 산화물 (특히  $Ta_2O_5$ )을 포함한다. 따라서, 본 발명은 또한 한 실시양태에서 발광 물질을 제공하며, 여기서 제2 코팅 층은 상이한 화학 조성을 갖는 층들을 갖는 다중층을 포함하고, 하나 이상의 층은 특히  $Ta_2O_5$ 를 포함할 수 있다. 또한, 방법의 한 실시양태에서, 원자층 증착 방법에서 층들이 상이한 화학 조성을 갖는 다중층이 제공되며, 여기서 하나 이상의 층은 탄탈럼 산화물 (특히  $Ta_2O_5$ ), 하프늄 산화물 및 지르코늄 산화물 중 하나 이상을 포함한다. 따라서, 본 발명은 또한 한 실시양태에서 발광 물질을 제공하며, 여기서 제2 코팅 층은 층들이 상이한 화학 조성을 갖는 다중층을 포함하며, 하나 이상의 층은 특히 탄탈럼 산화물, 하프늄 산화물 및 지르코늄 산화물 중 하나 이상을 포함할 수 있다. 예를 들어, 다중층 스택은 또한 예를 들어, 알루미늄이 탄탈럼 산화물 (특히  $Ta_2O_5$ ), 하프늄 산화물 및 지르코늄 산화물 중 하나 이상과 교호하는 교호 층을 갖는 스택, 예컨대 알루미늄-탄탈럼 산화물-알루미늄-하프니아(Hafnia)-알루미늄-탄탈럼 산화물 등을 포함하는 스택을 포함할 수 있다.

[0081] 또한, 먼저 ALD 코팅이 발광 물질 입자 상에 제공될 때(따라서, 예를 들어 후속 졸-겔 층보다 선행될 때), ALD 층이 바람직한 것보다 덜 균일한 것으로 나타났다. 따라서, 양호한 ALD 층을 얻기 위하여, ALD 층 두께는 원칙적으로 필요한 것보다 더 증가되어야 할 것이며, 이것은 투과율의 불필요한 감소 (비록 일부 경우에 작을지라도)를 초래할 수 있다. 또한, ALD 코팅은 졸-겔 수득된 코팅에 보다 용이하게 코팅되는 반면, 졸-겔 코팅은 ALD 코팅에 덜 용이하게 코팅될 수 있다. 또한, ALD 층 상 졸-겔 법은 ALD 층에 유해할 수 있다.

[0082] 최종 층, 즉 금속이 Hf, Ta, Zr 및 Ti의 군으로부터 선택된 금속 산화물 층을 포함하는 발광 코어로부터 멀리 떨어진 층의 사용은 안정성의 면에서 특히 이로운 것으로 보인다. 또한, 예컨대 약 10 nm, 예컨대 적어도 5 nm, 예컨대 적어도 1 nm보다 더 얇은, 얇은 개별 층의 사용은 발광 물질의 안정성을 증가시키는 것으로 보인다.

[0083] 따라서, 제2 코팅 층의 총 층 두께는 특히 5-250 nm, 예컨대 10-200 nm, 특히 예컨대 15-120 nm, 예컨대 15-50 nm, 예컨대 20-75 nm 범위이다.

[0084] 비-산화물 발광 물질이 본 발명의 방법, 즉 특히 제1 코팅 방법 동안 및/또는 그 전에 적용될 경우, 산소 함유 층이 발광 물질의 입자 상에 형성되어 코어와 제1 코팅 층 사이에 중간 산소 함유 층이 생성될 수 있다. 따라서, 추가의 실시양태에서, 발광 코어는 비-산화물을 포함하며, 발광 코어와 제1 코팅 층 사이에 중간 산화물 층

이 존재한다. 이러한 중간층의 두께는 0.5-50 nm, 예컨대 1-20 nm 범위일 수 있다.

- [0085] 본원에 기재된 층 두께는 특히 평균 층 두께이다. 그러나, 특히 각각의 층의 면적의 적어도 50%, 보다 더 특히 적어도 80%는 이러한 지시된 층 두께를 갖는다. 특히, 이것은 이러한 층의 면적의 적어도 50%하에 이러한 두께가 발견될 것이라는 것을 지시한다.
- [0086] 제1 코팅 층 및 제2 코팅 층은 광 투과성이며, 이것은 각각의 층을 침범하는 광의 적어도 일부가 각각의 층을 통해 투과된다는 것을 의미한다. 따라서, 제1 층 및 제2 층은 완전히 또는 부분적으로 투명하거나, 반투명할 수 있다. 한 실시양태에서, 코팅 층을 침범하는 (가시) 광의 90% 초과가 코팅 층을 통해 투과된다. 제1 코팅 층 및/또는 제2 코팅 층은 코팅 층이 제조된 물질의 특징으로 인해 광 투과성일 수 있다. 예를 들어, 코팅 층은, 층이 비교적 두껍더라도, 투명한 물질로부터 제조될 수 있다. 또 다른 실시양태에서, 제1 코팅 층 및/또는 제2 코팅 층은 비교적 두꺼운 층으로 제조될 때 층이 제조되는 물질이 투명 또는 반투명하지 않으면서 각각의 층이 광 투과성이 되도록 충분히 얇다. 본원에 기재된 물질은 (가시) 광에 대해 모두 투과성이거나, (가시) 광에 대해 투과성인 적합한 층 두께로 제조될 수 있다.
- [0087] 추가의 측면에서, 본 발명은 또한 광원 방사선, 특히 청색 및 UV 중 하나 이상을 생성하도록 구성된 광원, 및 본원에 기재된 바와 같은 발광 물질을 포함하는 파장 전환기를 포함하며, 여기서 파장 전환기는 광원 방사선의 적어도 일부를 파장 전환기 광 (예컨대, 녹색, 황색, 오렌지색 및 적색 광 중 하나 이상)으로 전환시키도록 구성된 조명 디바이스를 제공한다. 파장 전환기는 특히 광원과 방사선적으로 커플링된다. 용어 "방사선적으로 커플링된다"는 특히 광원에 의해 방출된 방사선의 적어도 일부가 발광 물질에 의해 수용되도록 (그리고 적어도 부분적으로 발광으로 전환되도록) 광원 및 발광 물질이 서로 관련된 것을 의미한다. 따라서, 입자의 발광 코어는 광원 방사선에 의해 여기되어 코어 중 발광 물질의 발광을 제공할 수 있다. 한 실시양태에서, 파장 전환기는 발광 물질 (입자)을 포함하는 매트릭스 (물질)를 포함한다. 예를 들어, 매트릭스 (물질)는 투과성 유기 물질 지지체로 이루어진 군으로부터 선택된, 예컨대 PE (폴리에틸렌), PP (폴리프로필렌), PEN (폴리에틸렌 나프탈레이트), PC (폴리카르보네이트), 폴리메틸아크릴레이트 (PMA), 폴리메틸메타크릴레이트 (PMMA) (플렉시글라스(Plexiglas) 또는 퍼스펙스(Perspex)), 셀룰로스 아세테이트 부티레이트 (CAB), 실리콘, 폴리비닐클로라이드 (PVC), 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET), (PETG) (글리콜 개질된 폴리에틸렌 테레프탈레이트), PDMS (폴리디메틸실록산) 및 COC (시클로 올레핀 공중합체)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 물질을 포함할 수 있다. 방법으로 또는 또한, 매트릭스 (물질)는 에폭시 수지를 포함할 수 있다.
- [0088] 조명 디바이스는, 예를 들어 사무실 조명 시스템, 가정 적용 시스템, 상점 조명 시스템, 가정 조명 시스템, 액센트 조명 시스템, 스폿 조명 시스템, 극장 조명 시스템, 광섬유 적용 시스템, 투영 시스템, 자체-발광 디스플레이 시스템, 픽셀화 디스플레이 시스템, 세그먼트화 디스플레이 시스템, 경고 표시 시스템, 의료 조명 적용 시스템, 지시기 표시 시스템, 장식용 조명 시스템, 휴대용 시스템, 자동차 적용, 온실 조명 시스템, 원예 조명 또는 LCD 백라이트의 일부분이거나, 이들에 적용될 수 있다.
- [0089] 상기 지시된 바와 같이, 조명 유닛은 LCD 디스플레이 디바이스에서 백라이트 유닛으로 사용될 수 있다. 따라서, 본 발명은 또한 백라이트 유닛으로서 구성된, 본원에 정의된 바와 같은 조명 유닛을 포함하는 LCD 디스플레이 디바이스를 제공한다. 또한, 본 발명은 추가의 측면에서, 백 라이트 유닛을 포함하는 액정 디스플레이 디바이스를 제공하며, 여기서 백 라이트 유닛은 본원에 정의된 바와 같은 하나 이상의 조명 디바이스를 포함한다.
- [0090] 특히, 광원은 작동 동안 200-490 nm 범위로부터 선택된 파장에서 (광원 방사선) 적어도 광을 방출하는 광원, 특히 작동 동안 400-490 nm 범위, 보다 더 특히 440-490 nm 범위로부터 선택된 파장에서 적어도 광을 방출하는 광원이다. 이러한 광은 부분적으로 파장 전환기 나노입자에 의해 사용될 수 있다(추가로 또한 하기 참조). 따라서, 특정 실시양태에서, 광원은 청색 광을 발생하도록 구성된다. 특정 실시양태에서, 광원은 고체 상태 LED 광원 (예컨대 LED 또는 레이저 다이오드)을 포함한다. 용어 "광원"은 또한 복수의 광원, 예컨대 2-20개의 (고체 상태) LED 광원에 관한 것일 수 있다. 따라서, 용어 LED는 또한 복수의 LED를 의미할 수 있다. 본원에서 용어 백색광은 통상의 기술자에게 공지되어 있다. 그것은 특히 약 2000 내지 20000 K, 특히 2700-20000 K, 일반적인 조명의 경우 특히 약 2700 K 내지 6500 K 범위, 및 백라이트 목적의 경우 특히 약 7000 K 내지 20000 K 범위 및 특히 BBL (흑체 궤적)로부터 약 15 SDCM (배색의 표준 편차)내, 특히 BBL로부터 약 10 SDCM내, 보다 더 특히 BBL로부터 약 5 SDCM 내의 상관 색 온도 (CCT)를 갖는 광에 관한 것이다. 한 실시양태에서, 광원은 또한 약 5000 내지 20000 K의 상관 색 온도 (CCT)를 갖는 광원 방사선, 예를 들어 직접 인광체 전환 LED (예를 들어 10000 K의 획득을 위한 인광체의 박층을 갖는 청색 광 방출 다이오드)를 제공할 수 있다. 따라서, 특정 실시양

태에서, 광원은 5000-20000 K 범위, 보다 더 특히 6000-20000 K, 예컨대 8000-20000 K 범위에서 상관 색 온도를 갖는 광원 방사선을 제공하도록 구성된다. 비교적 높은 색 온도의 이점은 광원 방사선에 비교적 높은 청색 성분이 존재할 수 있다는 것일 수 있다.

[0091] 용어 "상류" 및 "하류"는 광 발생 수단 (여기서, 특히 제1 광원)으로부터 광의 전파에 대한 물품 또는 특징부의 배치에 관한 것이며, 여기서 광 발생 수단으로부터의 광의 빔내의 제1 위치에 대하여, 광 발생 수단에 더 근접한 광의 빔내의 제2 위치는 "상류"이고, 광 발생 수단으로부터 더 멀리 떨어진 광의 빔내의 제3 위치는 "하류"이다.

[0092] 본원에서, 예컨대 "실질적으로 모든 광" 또는 "실질적으로 이루어진다"에서 용어 "실질적으로"는 통상의 기술자에 의해 이해될 것이다. 용어 "실질적으로"는 또한 "전부", "완전히", "모든" 등을 갖는 실시양태를 포함할 수 있다. 따라서, 실시양태에서, 형용사 실질적으로는 또한 제거될 수 있다. 해당하는 경우, 용어 "실질적으로"는 90% 이상, 예컨대 95% 이상, 특히 99% 이상, 보다 더 특히 99.5% 이상 (100% 포함)과 관련될 수 있다. 용어 "포함하다"는 또한 용어 "포함하다"가 "~로 이루어지다"를 의미하는 실시양태를 포함한다. 용어 "및/또는"은 특히 "및/또는" 앞뒤에 언급된 사항 중 하나 이상에 관한 것이다. 예를 들어, 구 "사항 1 및/또는 사항 2" 및 유사한 구는 사항 1 및 사항 2 중 하나 이상에 관한 것일 수 있다. 용어 "포함하는"은 한 실시양태에서 "~로 이루어진"을 의미하지만, 또 다른 실시양태에서 또한 "적어도 한정된 중 및 임의로 1종 이상의 다른 종을 함유하는"을 의미할 수 있다.

[0093] 또한, 발명의 상세한 설명 및 청구항에서 용어 제1, 제2, 제3 등은 유사한 요소들 사이의 구별을 위하여 사용되며, 반드시 순차적인 또는 발생 순서를 기술하기 위하여 사용되는 것은 아니다. 이렇게 사용된 용어는 적절한 상황하에서 상호교환가능하고, 본원에 기재된 본 발명의 실시양태는 본원에 기재된 또는 예시된 것과 다른 순서로 작동할 수 있다는 것을 이해해야 한다.

[0094] 본원에서 디바이스는 특히 작동 동안에 대해 기재된다. 통상의 기술자에게 명백한 바와 같이, 본 발명은 작동 방법 또는 작동 중인 디바이스에 제한되지 않는다.

[0095] 상기한 실시양태는 본 발명을 제한하기보다는 예시하는 것이며, 통상의 기술자는 첨부된 청구범위의 범위를 벗어남 없이 다수의 대안적인 실시양태를 설계할 수 있을 것이라는 것을 인지하여야 한다. 청구항에서, 괄호안의 임의의 참조 부호는 청구항을 제한하는 것으로 해석되어서는 안된다. 동사 "포함하다" 및 그의 동사 활용형의 사용은 청구항에 언급된 것 이외의 요소 또는 단계의 존재를 배제하지 않는다. 단수 표현은 복수의 이러한 요소의 존재를 배제하지 않는다. 본 발명은 몇개의 별개의 요소를 포함하는 하드웨어에 의해 그리고 적절하게 프로그래밍된 컴퓨터에 의해 구현될 수 있다. 몇개의 수단들을 열거하는 디바이스 청구항에서, 이러한 수단들 중 몇몇은 하나의 동일한 하드웨어 아이템에 의해 구현될 수 있다. 특정 측정치가 서로 다른 종속항에 언급되어 있다는 단순한 사실만으로 이러한 측정치의 조합을 활용할 수 없다는 것을 의미하지는 않는다.

[0096] 또한, 본 발명은 발명의 상세한 설명에 기재되고/거나 첨부된 도면에 도시된 특정 특징부들 중 하나 이상을 포함하는 디바이스에 적용된다. 본 발명은 또한 발명의 상세한 설명에 기재되고/거나 첨부된 도면에 도시된 특정 특징부들 중 하나 이상을 포함하는 방법 또는 공정에 관한 것이다.

[0097] 본 특허에서 논의된 다양한 측면들을 조합하여 추가의 이점을 제공할 수 있다. 또한, 특징들 중 일부는 하나 이상의 분할 출원을 위한 기반을 형성할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0098] 본 발명의 실시양태는 이제 상응하는 참조 부호가 상응하는 부분을 나타내는 첨부된 개략적인 도면을 참조로 단지 예로서 기재될 것이다.

도 1은 조명 디바이스를 개략적으로 도시한다.

도 2a는 줄-겔 제1 코팅을 갖는 발광 분말 입자를 개략적으로 도시한다. 도 2b-2d는 미립자 발광 물질의 몇가지 추가의 측면을 개략적으로 도시한다.

도 3a-3b는 단일 그레이의 표면 구조를 나타내는 건조 후 SiO<sub>2</sub> 코팅된 분말의 SEM 이미지를 나타낸다. 도 3c는 하이브리드 코팅된 입자의 TEM 사진을 나타낸다.

도 4a는 ALD 코팅 (SiO<sub>2</sub> 상 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 전(SiO<sub>2</sub> 단독) 및 후에 인광체 분말에 대한 분해 시간(시)의 함수로서 상대

광 출력 (LO)을 나타낸다; 분해 조건: 60°C/100% 상대 습도: ALD-1: 인광체 상 20 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; ALD-2: 인광체 상 40 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; ALD-3: SiO<sub>2</sub> 코팅 상에 침착된 20 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; SiO<sub>2</sub>-1: 인광체 상 졸-겔 SiO<sub>2</sub> 코팅 (ALD-3의 기반);

도 4b는 시간으로 제공된 분해 시간의 함수로서 상대 광 출력 (LO)(85°C/100%RH)을 나타낸다; ALD-3: SiO<sub>2</sub> 코팅 상 20 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; ALD-4: 20 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 나노라미네이트; 얇은 SiO<sub>2</sub> 층(<10 nm) 상에 침착됨; ALD-5: 20 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 나노라미네이트; SiO<sub>2</sub> 코팅 상에 침착됨; ALD-6: 20 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/HfO<sub>2</sub> 나노라미네이트; SiO<sub>2</sub> 코팅 상에 침착됨.

도 4c는 시간으로 제공된 분해 시간의 함수로서 상대 광 출력 (LO)(85°C/100%RH)을 나타낸다: 상기 기재된 바와 같은 ALD-3 및 ALD-6 샘플; ALD-7: 얇은 SiO<sub>2</sub> 층(<10 nm) 상 20 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/HfO<sub>2</sub> 나노라미네이트, 나노라미네이트 설계: 4 x [1.5 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / 3.5 nm HfO<sub>2</sub>]; ALD-8: 얇은 SiO<sub>2</sub> 층(<10 nm) 상 10 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/HfO<sub>2</sub> 나노라미네이트, 나노라미네이트 설계: 2 x [1.5 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / 3.5 nm HfO<sub>2</sub>]. 졸-겔 SiO<sub>2</sub> 코팅은 일반적으로 달리 지시되지 않는 한, 150-200 nm 범위의 층 두께를 갖는다. <10 nm의 두께로 지시된 얇은 SiO<sub>2</sub> 층은 일반적으로 약 1-10 nm 범위의 평균 층 두께를 가질 것이다.

개략도는 반드시 일정한 비율은 아니다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0099] 도 1은 본원에 정의된 바와 같은 입자를 갖는 발광 물질(1)을 포함하는 파장 변환기(30) 뿐만 아니라, 광원 방사선(11), 특히 청색 및 UV 중 하나 이상을 발생시키도록 구성된 광원(10)을 포함하는 조명 디바이스(20)를 개략적으로 도시한다. 파장 변환기(30)는, 예를 들어 코팅된 입자가 매립된 매트릭스, 예컨대 실리콘 또는 유기 중합체 매트릭스를 포함할 수 있다. 파장 변환기(30)는 광원 방사선(11)의 적어도 일부를 적어도 파장 변환기 광(31) 및 임의로 또한 광원 방사선(11)을 포함하는 파장 변환기 광(21)으로 (파장) 변환시키도록 구성된다. 파장 변환기 광(31)은 적어도 본원에 기재된 코팅된 입자로부터의 발광을 포함한다. 그러나, 파장 변환기(30)는 임의로 또한 1종 이상의 다른 발광 물질을 포함할 수 있다. 파장 변환기(30), 또는 보다 특히 발광 물질 (1)은 비-제로 거리(d3), 예컨대 0.1-100 mm의 거리에서 배열될 수 있다. 그러나, 임의로 거리는, 예를 들어 발광 물질이 LED 다이 상 돔에 매립될 때 0일 수 있다. 거리(d3)는 광원, 예컨대 LED 다이의 광 방출 표면과 파장 변환기(30), 보다 특히 발광 물질(1) 사이의 가장 짧은 거리이다.

[0100] 도 2a는 제2 코팅의 ALD 동안 정적 분말층을 형성하는 졸-겔 제1 코팅을 갖는 발광 분말 입자를 개략적으로 도시한다. 입자는 참조 번호 100으로 지시되어 있으며, 졸-겔 코팅 또는 제1 코팅 층은 참조 번호 110으로 지시되어 있다. 발광 코어는 참조 번호 102로 지시되어 있고, 예를 들어 발광 질화물 또는 황화물 인광체의 마이크로미터 치수 입자를 포함할 수 있지만, 또한 다른 (더 작은) 물질, 예컨대 발광 나노입자를 포함할 수 있다(추가로 도 2c 참조). 도 2a에 개략적으로 나타난 바와 같이, 제1 코팅 층(110)의 외형은 SEM에서 알 수 있는 바와 같이, 약간 파크트 형상을 가질 수 있다(추가로 도 3b 참조). 예를 들어, 도 2a에서 더 작은 입자는, 예를 들어 ALD 전구체를 나타낸다(추가로 하기 참조). 참조 번호 100a는 단지 졸-겔 제1 코팅 층(110)만을 갖는 발광 입자(100)를 나타내기 위하여 사용된다.

[0101] 도 2b-2d는 미립자 발광 물질의 몇가지 추가의 측면을 개략적으로 도시하며; 도 2b는 발광 물질(1), 여기서 예를 들어 발광 코어(102), 및 두께(d1)를 갖는 제1 코팅 층(110) (졸-겔 코팅에 의해 형성됨), 및 두께(d2)를 갖는 제2 코팅 층(120) (ALD에 의해 형성됨)을 갖는 2개의 입자를 나타낸다. 두께는 반드시 일정한 비율은 아니다. 제1 코팅 층(110)에서 가능한 아이덴테이션(indentation)은 도시되지 않는다. 두께(d1)는 특히 제1 코팅 층(110)에 대해 평균된 평균 두께일 수 있으며; 마찬가지로, 이것은 제2 두께(d2) 등에 적용될 수 있다(또한 하기 참조).

[0102] 도 2c는 발광 코어(102)가 발광 나노입자, 여기서 예를 들어 양자점(130)을 포함하는 실시양태를 개략적으로 도시한다. 이러한 예에서 양자점은 (반도체) 코어 물질(106), 예컨대 ZnSe, 및 쉘(107), 예컨대 ZnS를 갖는 양자막대를 포함한다. 물론, 다른 발광 나노입자가 또한 사용될 수 있다. 이러한 발광 양자점(130)에는 또한 하이브리드 코팅이 제공될 수 있다.

[0103] 상기 지시된 바와 같이, 코팅 층은 다중층을 포함할 수 있고; 특히 제2 코팅 층(120)은 다중층 코팅을 포함할 수 있다. 이것은 도 2d에 개략적으로 도시되어 있으며, 여기서 제2 코팅 층(120)은 층(1121)을 갖는 ALD 다중

층(1120)을 포함한다. 참조 번호 1121a, 1121b 및 1121c는, 예를 들어 각각 교호  $Al_2O_3$  층(예를 들어 1121b) 및  $Ta_2O_5$  층(예를 들어 1121a, 1121c)일 수 있는 개별 층을 개략적으로 나타낸다. 참조 번호 d2는 전체 제2 코팅 층(120)의 두께를 지시한다. 개별 ALD 층은, 예를 들어 0.5-20 nm 범위의 두께를 가질 수 있다.

[0104] 도 2d는 참조 번호 17, 27, 37, 47 및 57로 각각의 층의 표면을 지시한다. 상기 지시된 바와 같이, 본원에 기재된 층 두께는 특히 평균 층 두께이다. 각각의 층의 면적의 특히 적어도 50%, 보다 더 특히 적어도 80%는 이러한 지시된 층 두께를 갖는다. 따라서, 표면(17)과 표면(47) 사이의 두께(d2)를 참조하면, 표면(17)의 적어도 50% 아래에, 예를 들어 5-250 nm 범위의 층 두께가 발견될 수 있고, 표면적(17)의 다른 적어도 50% 미만은, 예를 들어 더 작은 또는 더 큰 두께가 발견될 수 있지만, 제2 코팅 (다중-)층(120)의 평균(d2)내에 존재하고, 5-250의 지시된 범위에 있다. 마찬가지로, 이것은 다른 본원에 지시된 두께에 적용될 수 있다. 예를 들어, 표면(47)과 표면(57) 사이의 두께(d1)를 참조하면, 이러한 두께는 (47)의 면적의 적어도 50%에 걸쳐 20-500 nm 범위 일 수 있고, 표면적(47)의 다른 적어도 50% 미만은, 예를 들어 더 작은 또는 더 큰 두께가 발견될 수 있지만, 제1 층(110)의 평균(d1)내에 존재하고, 5-500 nm, 예컨대 특히 20-500의 지시된 범위에 있다.

[0105] 도 2a-2d는 단일 핵을 갖는 발광 입자(100)를 개략적으로 도시한다. 그러나, 임의로 또한 제1 및 제2 코팅 층으로 캡슐화된 응집체가 형성될 수 있다. 이것은 특히 발광 코어로서 양자점에 적용될 수 있다.

[0106] 도 3a-3b는 단일 그레이의 표면 구조를 나타내는 건조 후  $SiO_2$  코팅된 분말의 SEM 이미지를 나타내며, 특히 더 높은 분해능을 갖는 SEM으로 측정된 도 3b는 본원에서 또한 "모스-아이"로서 지시된 파크트 표면을 나타낸다. 도 3c는 하이브리드 코팅된 입자의 TEM 사진을 나타낸다. 좌측 도면에서 참조 번호 M은 TEM 측정의 목적을 위하여 입자가 매립된 TEM 매트릭스, 예컨대 수지를 지시한다. 참조 번호 120은 제1 코팅 층(110) 상 다중층 제2 코팅 층, 여기서 3-층 다중층을 지시한다. 우측 TEM 도면에서, 발광 코어(102)와 제1 코팅 층(110) 사이에 전이층 또는 중간층(105)이 존재하는 것을 볼 수 있다. 여기서, 비-산화성 발광 물질이 적용되었다. 중간층은 산화물 층이다(즉, 비-산화성 발광 물질, 예컨대 니트라이드 발광 물질의 표면에 산화물 형성).

[0107] 도 4a는 ALD 코팅( $SiO_2$  상  $Al_2O_3$ ) 전( $SiO_2$  단독) 및 후에 인광체 분말에 대한 분해 시간 (시)의 함수로서 상대 광 출력을 나타낸다; 분해 조건: 60°C/100% 상대 습도; ALD-1: 인광체 상 20 nm  $Al_2O_3$ ; ALD-2: 인광체 상 40 nm  $Al_2O_3$ ; ALD-3:  $SiO_2$  코팅 상에 침착된 20 nm  $Al_2O_3$ ;  $SiO_2$ -1: 인광체 상 졸-겔  $SiO_2$  코팅(ALD-3의 기반). 단지 졸-겔 코팅된 물질 또는 단지 ALD 코팅된 물질만은 하이브리드 코팅보다 열등하다는 것이 명백하다.

[0108] 도 4b는 시간으로 제공된 분해 시간의 함수로서 상대 광 출력(85°C/100%RH)을 나타낸다; ALD-3:  $SiO_2$  코팅 상 20 nm  $Al_2O_3$ ; ALD-4: 20 nm  $Al_2O_3/Ta_2O_5$  나노라미네이트; 얇은  $SiO_2$  층(<10 nm) 상에 침착됨; ALD-5: 20 nm  $Al_2O_3/Ta_2O_5$  나노라미네이트;  $SiO_2$  코팅 상에 침착됨; ALD-6: 20 nm  $Al_2O_3/HfO_2$  나노라미네이트;  $SiO_2$  상에 침착됨. 특히, 이러한 도면으로부터  $Al_2O_3$  및 제2 산화물의 ALD 다중층이 "단순"  $Al_2O_3$  ALD 코팅보다 우수한 거동을 제공하는 것으로 결론을 내릴 수 있다. 도 4a에서 ALD-3 샘플은 도 4b에서와 동일하지만; 측정 조건(온도)은 상이하였다.

[0109] 도 4c는 시간으로 제공된 분해 시간의 함수로서 상대 광 출력 (LO)(85°C/100%RH)을 나타낸다; ALD-3 및 ALD-6 샘플은 상기 기재된 바와 같음; 얇은  $SiO_2$  층(<10 nm) 상 20 nm  $Al_2O_3/HfO_2$  나노라미네이트 (나노라미네이트 설계: 4 x [1.5 nm  $Al_2O_3$  / 3.5 nm  $HfO_2$ ])를 갖는 ALD-7 및 얇은  $SiO_2$  층(<10 nm) 상 10 nm  $Al_2O_3/HfO_2$  나노라미네이트 (나노라미네이트 설계: 2 x [1.5 nm  $Al_2O_3$  / 3.5 nm  $HfO_2$ ])를 갖는 ALD-8. 보다 두꺼운 졸-겔 층 및/또는 보다 스택된 나노라미네이트가 얇은 졸-겔 층 또는 단지 몇개의 층을 갖는 다중층 스택을 갖는 것보다 우수한 결과를 제공한다는 것은 명확하다. ALD-5 및 ALD-6은 약 100-200 nm 범위의 졸-겔 코팅을 갖는다.

[0110] 실험

[0111] **발광 분말의  $SiO_2$  코팅**

[0112] 본 실험을 위하여, 10 g의  $SrLiAl_3N_4:Eu$  인광체 분말을 3-목 유리 플라스크에서 100 ml의 EtOH 중에서 질소 가스의 일정한 흐름하에 교반하였다. 100  $\mu$ l의 테트라메톡시실란 (TMOS) 및 15 ml의 25%  $NH_3$  용액의 첨가 후, 50.4 g의 EtOH에 용해시킨 8.5 g의 테트라에톡시실란 (TEOS)을 첨가하고, 현탁액을 적어도 3시간 동안 교반하였

다.

[0113] 코팅된 분말을 여과하고, EtOH로 세척하였다. 마지막으로, 코팅된 분말을 200°C에서 공기중에서 24시간 동안 건조시켰다. 도 3a는 단일 그레이의 표면 구조를 나타내는 건조 후 SiO<sub>2</sub> 코팅된 분말의 SEM 이미지를 나타낸다.

[0114] SiO<sub>2</sub> 코팅된 발광 분말의 ALD 코팅

[0115] 포카™ 샘플 홀더를 갖는 피코션 오이 R150 ALD 반응기에서 5 g의 규모로 ALD 코팅을 제조하였다. 다음의 전구체 물질을 사용하여 단일 물질 ALD 코팅 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 또는 다중층상 나노라미네이트 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/HfO<sub>2</sub>)를 침착시켰다: Al에 대해 트리메틸알루미늄, Ta에 대해 트리스(에틸메틸아미도)(tert.-부틸이미도)탄탈럼(V), Hf에 대해 테트라키스(에틸메틸아미도)하프늄, 및 O에 대해 H<sub>2</sub>O. 20 nm 및 40 nm 두께의 순수한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 코팅을 300°C에서 침착시켰다. 침착 온도를 250°C로 저하시켜 20 nm 또는 100 nm 두께의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 나노라미네이트 (nx [5 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 5 nm Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>]; n= 2 또는 10) 또는 20 nm 두께의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/HfO<sub>2</sub> 나노라미네이트 (4 x [1.5 nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 3.5 nm HfO<sub>2</sub>])를 제조하였다. 응집체에 대한 확인을 위하여, 모든 분말을 ALD 코팅 후 63 μm POM 체로 건조-체질하였다.

[0116] 수분 안정성 시험

[0117] 인광체 분말 (ALD 코팅이 있는 것 및 없는 것)의 수분 안정성을 시험 및 비교하기 위하여, 2 vol.-% 인광체를 갖는 인광체/실리콘 슬러리를 제조하였다. 균질한 슬러리를 테플론(Teflon)®으로 제조된 샘플 홀더에 침착시켰다. 실리콘을 150°C에서 공기중에서 경화시킨 후, 440 nm에서 양자 효율 및 흡수를 측정하고, 이를 사용하여 광 출력 LO = A\*QE을 계산하였다. 초기 측정 후, 샘플 홀더를 몇 ml의 탈염수를 또한 함유하는 기밀 유리병에 넣었다(물과 샘플 사이에 직접적인 접촉은 없음, 완전한 증발을 방지하기 위하여 과량의 물이 존재함). 밀봉된 용기를 50-100°C의 온도에서 건조 챔버에 두었다. 약 25시간의 전형적인 간격 후, 분해가 중단되고, 샘플을 제거하여 QE 및 흡수를 측정하였다. t = 0에 대한 광 출력을 플로팅하여(도 4a) 인광체 분말의 가수분해 관련 분해를 설명하였다.

[0118] 또한, 도 4b에 도시된 바와 같은 코팅된 물질의 여러가지 예를 사용하여 수분 안정성 시험을 수행하였다. 특히, 발광 코어로서 니트라이드 발광 물질을 갖는 다음의 입자를 제조하였다:

	제 1 코팅	제 2 코팅
1	SiO <sub>2</sub> (<10 nm)	2x [5nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /5nm Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ], 총 두께 20nm
2		10x [5nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /5nm Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ], 총 두께 100nm
3	SiO <sub>2</sub> (~100-200 nm)	2x [5nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /5nm Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ], 총 두께 20nm
4		10x [5nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /5nm Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ], 총 두께 100nm

[0119] 특히 이러한 샘플들에 대한 데이터로부터, 적어도 50 nm의 제1 코팅 층으로 특히 양호한 결과를 얻을 수 있다고 결론을 내릴 수 있었다.

[0121] 도 3c는 제3 샘플의 TEM 이미지를 나타낸다. 좌측에 AlO<sub>x</sub>/TaO<sub>x</sub>-다중층이 나타나있으며, 우측에 SiO<sub>x</sub>/그레이 계면이 나타나있다. 이러한 배열은 그레이의 에지를 이미지화하기 위하여 사용될 수 있는 가장 높은 배열이었으며: 우측 이미지에서 볼 수 있는 것과 같은 계면 층의 박리(애콜레이드(accolade) 참조)가 상당히 빠르게 발생하였다. 계면 층은 산화된 그레이 물질 (EDS 결과 참조)인 것으로 보인다. 그레이와 그레이의 산화된 부분 사이에서 밝은 선은 밀도가 낮은 (또는 부재) 물질을 나타낸다. 좌측 이미지에서, 더 어두운 층은 TaO<sub>x</sub>에 상응하는 한편, 더 밝은 층은 AlO<sub>x</sub>에 상응한다. SiO<sub>x</sub>-층에 인접한 AlO<sub>x</sub>-층이 포착될 수 있다. 상기 설명된 것과 유사하게 추가의 일련의 샘플을 제조하고 시험하였다:

ALD-7	얇은 SiO <sub>2</sub> 층 (<10nm) 상 20nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /HfO <sub>2</sub> 나노라미네이트, 나노라미네이트 설계: 4 x [1.5nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 3.5nm HfO <sub>2</sub> ]
ALD-8	얇은 SiO <sub>2</sub> 층 (<10nm) 상 10nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /HfO <sub>2</sub> 나노라미네이트, 나노라미네이트 설계: 2 x [1.5nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 3.5nm HfO <sub>2</sub> ]
ALD-9	얇은 SiO <sub>2</sub> 층 (<10nm) 상 10nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 나노라미네이트, 나노라미네이트 설계: 2 x [5nm Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 5nm Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ]

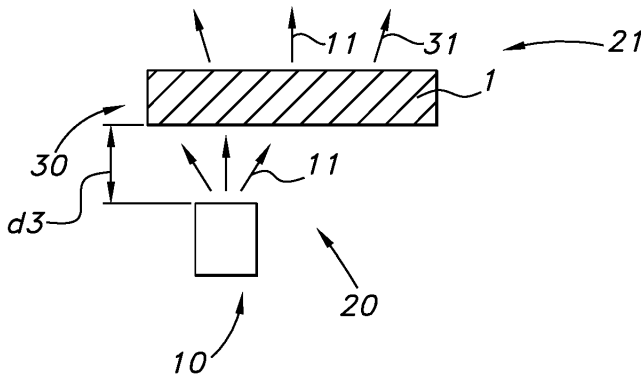
[0122]

[0123]

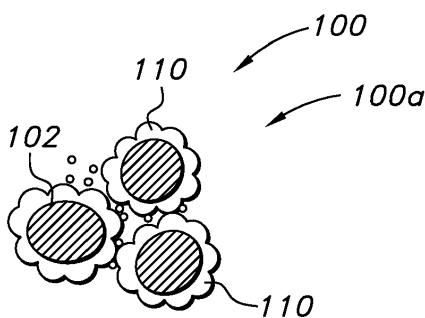
승은 및 100% RH에서 시간에 대한 광 출력 의존성에 관한 실험 결과가 도 4c에 나타나있다 (상기 참조). ALD-9와 관련하여, 초기 감소 후 (또한 ALD-5 참조), 시간 안정성은 매우 양호하였다. 또한, ALD-5를 상이한 온도에서 100% RH에서 시험하였다. 약 800시간 후, 상대 강도 (0시간에 비해)는 약 98% (85°C에서), 약 97% (100°C에서) 및 약 92% (130°C에서)이었다. 이것은 강도의 상당한 감소없이 심각한 조건을 견딜 수 있는 매우 안정한 인광체가 얻어졌다는 것을 보여준다.

도면

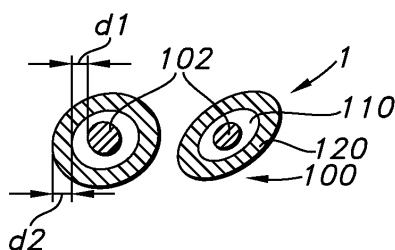
도면1



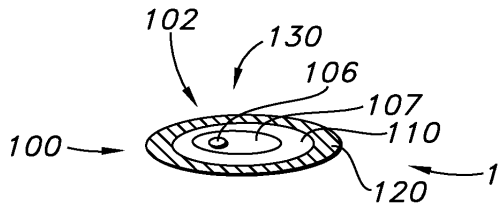
도면2a



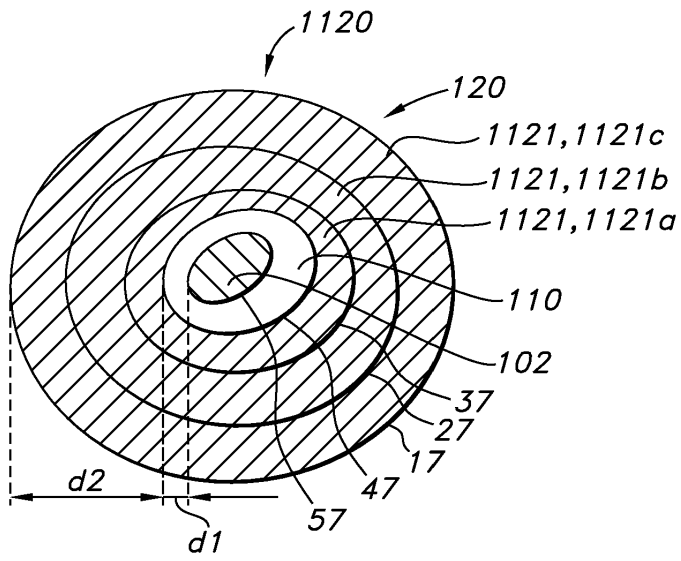
도면2b



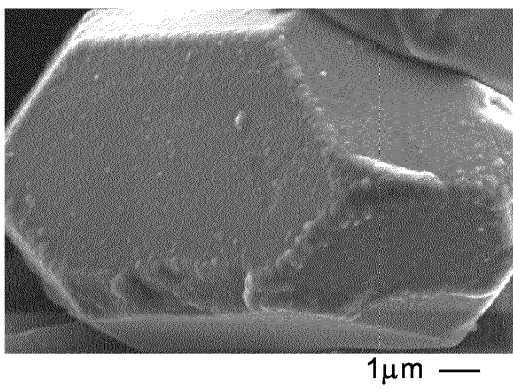
도면2c



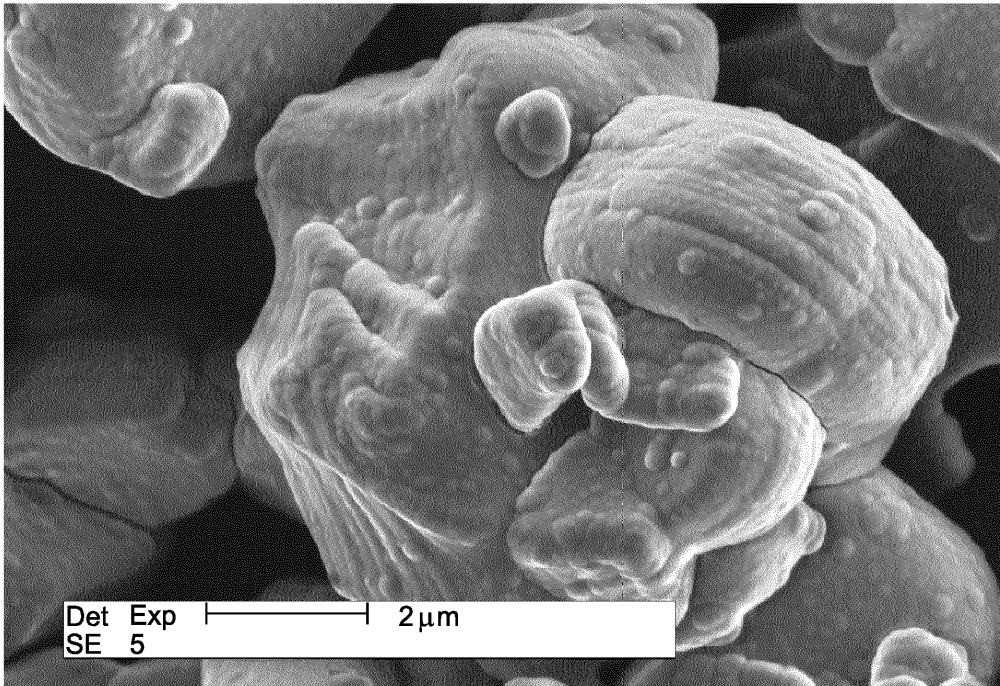
도면2d



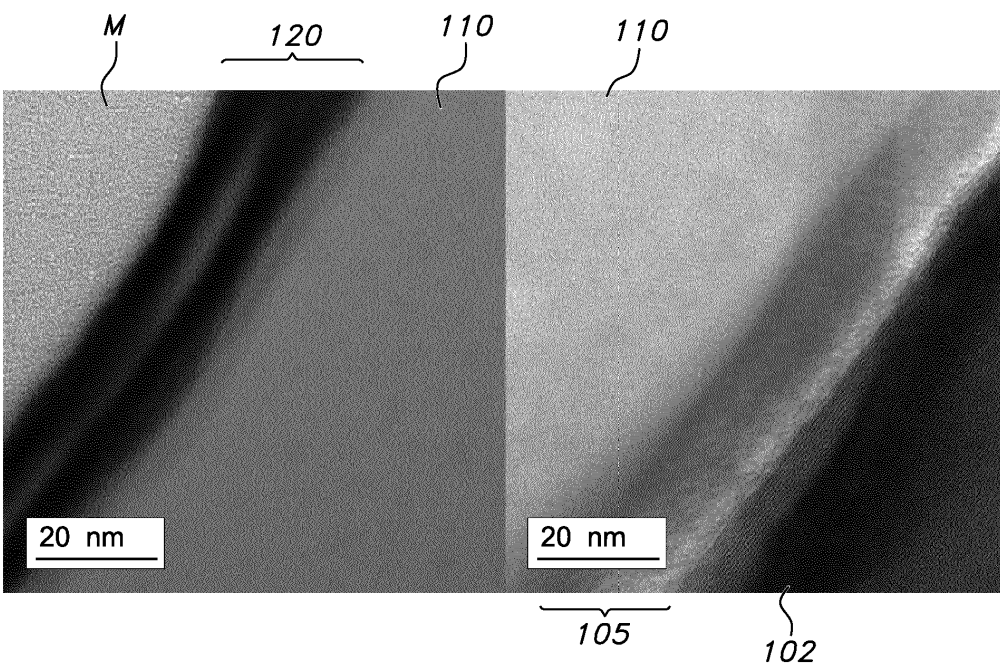
도면3a



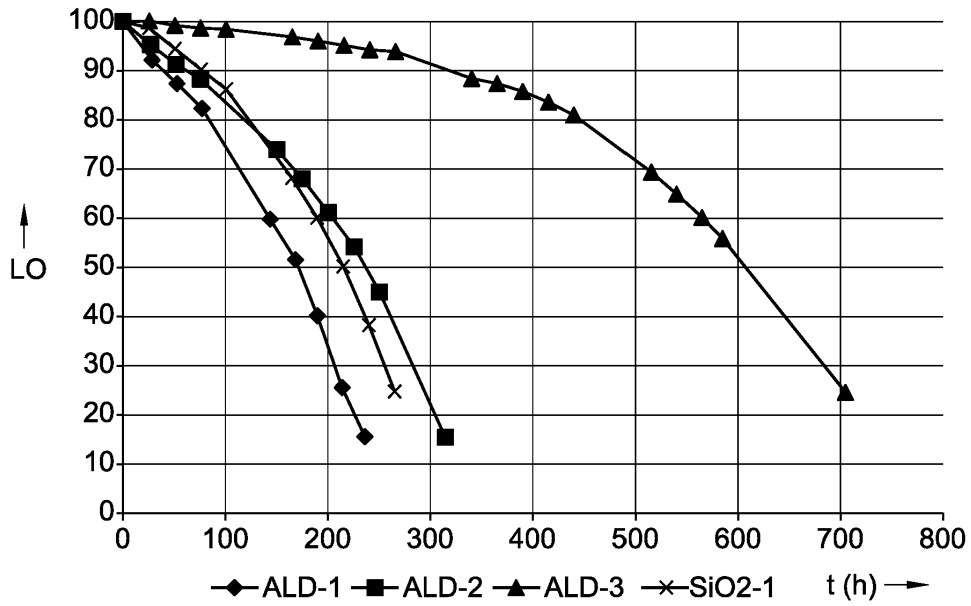
도면3b



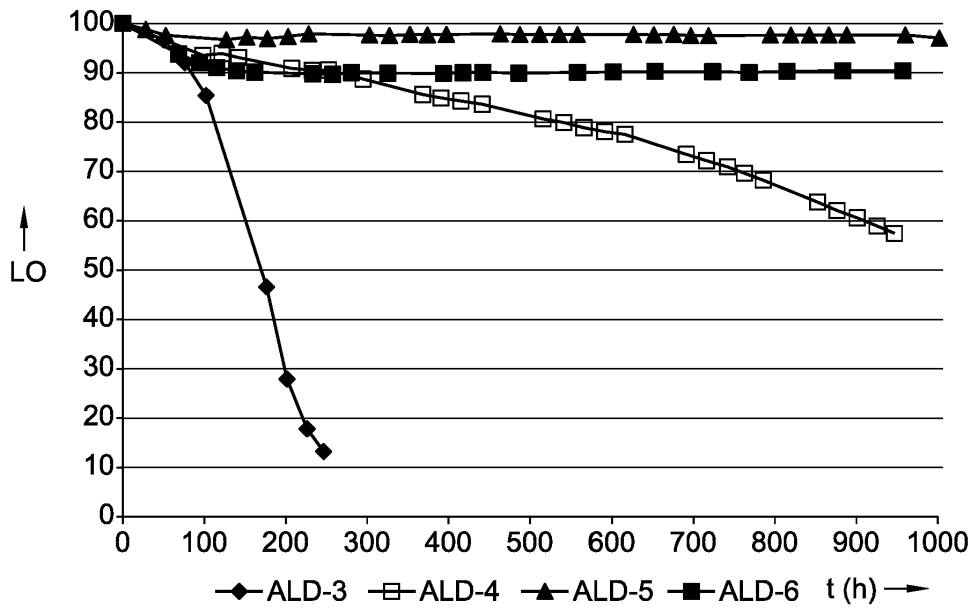
도면3c



도면4a



도면4b



도면4c

