

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C09K 11/00 (2006.01)

H01J 1/63 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200610058561.2

[43] 公开日 2006 年 9 月 20 日

[11] 公开号 CN 1834197A

[22] 申请日 2006.3.16

[74] 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司

[21] 申请号 200610058561.2

代理人 顾晋伟 刘继富

[30] 优先权

[32] 2005.3.18 [33] JP [31] 2005-079662

[71] 申请人 株式会社藤仓

地址 日本东京都

共同申请人 独立行政法人特质·材料研究机构

[72] 发明人 佐久间健 木村直树 大道浩儿

庄崎尚登

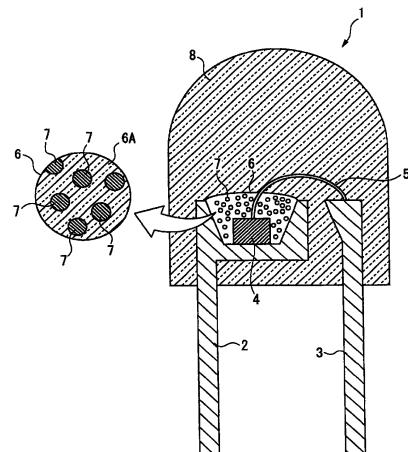
权利要求书 2 页 说明书 27 页 附图 16 页

[54] 发明名称

粉末荧光材料及其制造方法、发光器件和照明装置

[57] 摘要

一种由可见光激发并发射可见光的粉末荧光材料，含有含量低于 2 质量% 的 $20 \mu m$ 或更小粒径的颗粒。制造该粉末荧光材料的方法包括下列步骤：烧结荧光材料的原料粉末，在所述烧结之后用酸溶液化学处理所烧结的粉末。



1. 一种由可见光激发并发射可见光的粉末荧光材料，该粉末荧光材料包含含量低于 2 质量% 的粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒。
2. 根据权利要求 1 的粉末荧光材料，其中该粉末荧光材料的中值粒径不小于 $30\mu\text{m}$ 并且不大于 $80\mu\text{m}$ 。
3. 根据权利要求 1 的粉末荧光材料，其中该粉末荧光材料的 90% 粒径为 $100\mu\text{m}$ 或更小。
4. 根据权利要求 1 的粉末荧光材料，其中该粉末荧光材料的 10% 粒径为 $30\mu\text{m}$ 或更大并且其中值粒径不小于 $40\mu\text{m}$ 并不大于 $70\mu\text{m}$ 。
5. 根据权利要求 1 的粉末荧光材料，当受蓝光激发时该荧光材料发射蓝绿光和红光范围之间的可见光。
6. 根据权利要求 1 的粉末荧光材料，该荧光材料是氮氧化物荧光材料或氮化物荧光材料。
7. 根据权利要求 1 的粉末荧光材料，该荧光材料是铕激活 SiAlON。
8. 根据权利要求 1 的粉末荧光材料，该荧光材料是钙 α -SiAlON。
9. 制造粉末荧光材料的方法，包括下列步骤：

烧结荧光材料的原料粉末，和
在所述烧结之后，用酸溶液化学处理所烧结的粉末。
10. 根据权利要求 9 的制造粉末荧光材料的方法，其中所述酸溶液是包含氢氟酸、硫酸和水的酸混合物溶液。
11. 制造粉末荧光材料的方法，包括下列步骤：

造粒步骤，其中将湿混合原料粉末置于筛中，将其摇动或振动以获得所述原料粉末的团聚体；和
烧结步骤，其中烧结经所述造粒之后的荧光材料原料粉末。
12. 根据权利要求 11 的制造粉末荧光材料的方法，其中所述筛具有 $40\mu\text{m}$ - $200\mu\text{m}$ 的标称筛目尺寸。
13. 制造粉末荧光材料的方法，包括下列步骤：

烧结荧光材料的原料粉末；

在所述烧结之后将粉末分散在液体中，并搅拌或进行摇动；和

除去所述液体，其中在所述搅拌或经过所述摇动之后，微细粉末被分散的同时所述粉末处于悬浮状态而没有沉淀，从而仅获得沉淀的粗颗粒。

14. 根据权利要求 13 的制造粉末荧光材料的方法，其中在液体被搅拌或液体经过摇动之后，其中含有悬浮微细颗粒的液体在 2 分钟内被去除。

15. 根据权利要求 9 的制造粉末荧光材料的方法，其中所述粉末荧光材料是氮化物荧光材料或由稀土元素激活的氮氧化物荧光材料。

16. 根据权利要求 15 的制造粉末荧光材料的方法，其中至少一种所述稀土元素是铕。

17. 根据权利要求 16 的制造粉末荧光材料的方法，其中所述荧光材料是钙 α -SiAlON。

18. 一种光学器件，包含：

发射可见光的半导体发光元件；和

根据权利要求 1 的粉末荧光材料，安置所述粉末荧光材料使得当其被所述半导体发光元件发射的可见光激发时发射光。

19. 根据权利要求 18 的发光器件，其中所述半导体发光元件是蓝色 LED 元件，所述粉末荧光材料是铕激活钙 α -SiAlON。

20. 根据权利要求 18 的发光器件，还包含荧光材料分散树脂层，所述粉末荧光材料分散在透明树脂中，所述树脂层包围所述半导体发光元件。

21. 照明装置，包含作为光源的根据权利要求 18 的发光器件。

粉末荧光材料及其制造方法、发光器件和照明装置

发明领域

5 本发明一般性涉及照明用发光器件，具体而言涉及制造用于改善提供在所述器件中的粉末荧光材料发光效能的粉末荧光材料的方法、发光效能改善的粉末荧光材料、发光效能改善的发光器件和提供有所述发光器件的照明装置。

本发明要求享有在 2005 年 3 月 18 日提交的日本专利申请 2005-079662 的优先权，该申请的内容通过引用并入本文。

10

背景技术

通常，众所周知，发光二极管（下文中称为“LED”）元件发射短波长范围的光例如蓝光，并且白色 LED 灯使用荧光元件，该荧光元件发射荧光例如长波长侧的黄光并且在吸收全部或部分由 LED 发射的光之后而被激发。涉及为此而使用的白色
15 LED 灯和荧光材料（磷光体）的现有技术已经在各种文件中被公开。

一个这样的实例是包括化合物半导体蓝色 LED 元件和铈激活的锢-铝-镓（下文中称为 YAG）荧光材料的白色 LED 灯，该 YAG 吸收蓝光并发射与蓝色成互补色的黄色荧光，这在日本专利 No. 2927279 等中已有描述。

参考图 4 说明常规 LED 灯的构造。

20 常规白色 LED 灯 101 包含两条引线 102 和 103。在引线 102 中形成凹陷，将蓝色 LED 元件 104 置于该凹陷中。提供在这种蓝色 LED 元件 104 底侧的下电极连接至引线 102 的凹陷的底表面上。提供在蓝色 LED 元件 104 上表面的上电极通过接合线 105 电连接至另一引线 103。蓝色 LED 元件 104 被荧光材料分散树脂层 106 所覆盖，该荧光材料包括在透明树脂 106A 中具有不同粒径的粉末荧光材料 107a、107b 和 107c
25 （下文中统称为“荧光材料 107”），透明树脂 106A 填充所述凹陷。包含凹陷的引线 102 和 103 的端部、蓝色 LED 元件 104 和荧光材料分散树脂层 106 被透明模塑树脂 108 密封，同时引线 102 和 103 的下端从透明模塑树脂 108 伸出并暴露。透明模塑树

脂 108 整体上具有近似圆柱体形状，它的前端被模制为透镜形式的曲面。由于它的形状，这种白色 LED 灯 101 被称为“子弹形” LED。上述粉末荧光材料 107 分散在常规白色 LED 灯 101 中的荧光材料分散树脂层 106 中。在这种情况下，应该使粉末荧光材料 107 的粒径最优化。

5 如果粉末荧光材料的粒径大，那么通常它的发光效率优异。亦即，具有低发光效率的层（低效率层）存在于荧光材料层的表面，其发光效率比荧光材料内部要低，并且当粒径小时，在高电压下电子束穿过低效率层的频数增加。结果，不能保证发光效率（例如，参考“Phosphor Handbook”，Japanese Edition，edited by Phosphor Research Society，1987，172-173 页）。

10 另一方面，大尺寸颗粒具有较差的涂布性能。

因此，考虑上述发光效率和涂布性能后，对于荧光灯中的铝酸盐基荧光材料和 $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ 使用尺寸约 $3\mu\text{m}$ 的颗粒；而尺寸约 $8\mu\text{m}$ 的颗粒用于卤磷酸钙中。尺寸约 $5-7\mu\text{m}$ 的颗粒用于阴极射线管的荧光材料中。甚至正在对白色 LED 灯用荧光材料的粒径进行研究。对于发光颜料（荧光材料），推荐粒径为约 $20\mu\text{m}$ 或更小和 d_{50} 值小于 15 $5\mu\text{m}$ 。而且， $1\mu\text{m}-2\mu\text{m}$ 的 d_{50} 值被认为是最理想的（例如，参考日本专利 No.3364229）。

上述 d_{50} 值是占全部颗粒数量或质量 50% 的颗粒的平均尺寸。

白色 LED 灯是一种考虑环境因素的无汞灯，具有长使用寿命；因此，无需更换灯管。结果，可以制成无须维护的照明装置。考虑到这些优点，白色 LED 灯有望成为下一代照明装置的核心光源。

20 目前，可以从市场购得大量具有高发光效能和充足发射强度的白色 LED 照明装置，但是，为了进一步扩展应用以及节约能量，迫切需要进一步提高发射强度和改善发光效能。

为此，不仅需要改善蓝色 LED 元件特性的研究，而且通过改善荧光材料波长转化效率以及通过改善安装设计来提高光提取效率的研究也是必不可少的。

25 在过去，荧光材料被分散在用作覆盖蓝色 LED 元件的涂层的透明树脂中。亦即，从蓝色 LED 元件发射的光在穿过其中散布有荧光材料的树脂层之后，那些没有吸收到荧光材料中的部分被提取出 LED 灯。而且，通过荧光材料颗粒从蓝光转化而来的

黄光位于荧光材料的更外侧，该黄光也在穿过荧光材料分散树脂层之后被提取出 LED 灯。

根据日本未审查专利申请首次公开 No.2002-299692 和 K.YAMADA, Y. IMAI 和 K.ISHII 的“Optical Simulation of Light Source Devices Composed of Blue LEDs and YAG Fluorescent material,” J.Light & Vis. Env., Vol.27, No.2(2003), pp.70-74, 当在荧光材料分散树脂中的荧光材料百分比含量增加超过一特定值时，它的透射率变得不足。如果 LED 灯中荧光材料分散树脂层的透射率不足，则光提取效率劣化。

为了解决上述问题，未审查专利申请公开 No. 2002-299692 以及 K.YAMADA, Y. IMAI 和 K.ISHII 的“Optical Simulation of Light Source Devices Composed of Blue LEDs and YAG Fluorescent material,” J.Light & Vis. Env., Vol.27, No.2(2003), pp.70-74 提出了一种反射型结构。但是，该反射型结构比白色 LED 灯的常规结构更复杂，并且需要大量荧光材料，因此也存在一定问题。

发明内容

根据上述背景，本发明的目的是提供粉末荧光材料、其制造方法以及能够提高荧光材料分散树脂的可见光透射率的发光器件，该发光器件用于改善具有与常规白色 LED 灯同样简单和廉价结构的白色 LED 灯的发光效能。

为了实现上述目的，本发明提供由可见光激发并发射可见光的粉末荧光材料，该荧光材料包含含量低于 2 质量% 的粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的粉末荧光材料颗粒。

本发明的粉末荧光材料可具有不小于 $30\mu\text{m}$ 和不大于 $80\mu\text{m}$ 的中值粒径。

本发明的粉末荧光材料的 90% 的粒径优选是 $100\mu\text{m}$ 或更小。

本发明的粉末荧光材料的 10% 的粒径优选可以是 $30\mu\text{m}$ 或更大，并且中值粒径可以是不小于 $40\mu\text{m}$ 和不大于 $70\mu\text{m}$ 。

本发明的粉末荧光材料可以由蓝光激发并且可以发射在蓝绿光和红光范围之间的可见光。

本发明的粉末荧光材料可以是氮氧化物荧光材料或氮化物荧光材料。

本发明的粉末荧光材料可以是铕激活 SiAlON。

另外，上述 SiAlON 可以是钙 α -SiAlON。

本发明还提供制造粉末荧光材料的方法，该方法包括下列步骤：烧结荧光材料的原料粉末和在烧结之后在酸溶液中化学处理所烧结的粉末。

在上述制造粉末荧光材料的方法中，所述酸溶液可以是包含氢氟酸、硫酸和水
5 的酸混合物溶液。

本发明还提供制造粉末荧光材料的方法，该方法包括下列步骤：造粒步骤，其中将湿混合原料粉末置于筛中，将其摇动或振动以获得所述原料粉末的团聚体；和烧结步骤，其中将所述造粒之后的荧光材料原料粉末烧结。

在上述制造粉末荧光材料的方法中，所述筛可以具有 $40\mu\text{m}$ - $200\mu\text{m}$ 的标称筛目
10 尺寸。

本发明提供制造粉末荧光材料的方法，该方法包括下列步骤：烧结荧光材料的原料粉末；在所述烧结之后将粉末分散在液体中，并搅拌或进行摇动；以及除去所述液体，其中在所述搅拌或经过所述摇动之后，微细粉末被分散，同时所述粉末处于悬浮状态并没有沉淀，从而仅获得沉淀的粗颗粒。

15 在制造所述粉末荧光材料的方法中，在搅拌或摇动完成之后，含有悬浮微细颗粒的液体可以在 2 分钟内除去。

在本发明的制造粉末荧光材料的方法中，所述粉末荧光材料可以是氮化物荧光材料或由稀土元素激活的氮氧化物荧光材料。

在本发明的制造粉末荧光材料的方法中，至少一种所述稀土元素可以是铕。

20 在本发明的制造粉末荧光材料的方法中，所述荧光材料可以是钙 α -SiAlON。

另外，本发明提供发光器件，该发光器件包含发射可见光的发光元件以及根据本发明的所述粉末荧光材料，安置该粉末材料使得该发光器件受所述半导体发光元件发射的可见光激发而发射荧光。

在本发明的发光器件中，所述半导体发光元件可以是蓝色 LED 元件，所述粉末
25 荧光材料可以是铕激活钙 α -SiAlON。

也可以安置荧光材料分散树脂层，所述树脂层通过将所述粉末荧光材料分散在透明树脂中以包围所述半导体发光元件而形成。

本发明还提供照明装置，该照明装置具有作为光源的上述本发明的发光器件。

通过将粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒在本发明粉末荧光材料中的含量设定为小于 2 质量% 和通过将所述颗粒分散在透明材料例如透明树脂中，可以抑制 Mie 散射；当将荧光材料分散树脂置于发光器件例如白色 LED 灯中时，可以提高所述树脂的可见光透射率，可以改善发光器件例如白色 LED 灯的光提取效率。
5

根据本发明的制造粉末荧光材料的方法，当在烧结荧光材料的原料粉末之后制造粉末荧光材料时，通过实施将烧结后粉末在酸溶液中进行化学处理的步骤而溶解微细颗粒例如粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒。粉末荧光材料表面上的玻璃物质溶解并且颗粒分离。微细颗粒难于粘附在所需粒径的粉末荧光材料上并且难于保持，通过在化学
10 处理后冲洗粉末荧光材料，只有微细颗粒可容易地被冲洗掉。这使得能够高效率制造具有低微细颗粒含量的粉末荧光材料。

本发明的发光器件包含半导体发光元件和荧光材料分散树脂层，该树脂层中分散有含量低于 2 质量% 的粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的粉末荧光材料并且该树脂层覆盖半导体发光元件，所述荧光材料抑制在所述荧光材料分散树脂层中出现 Mie 散射。由于
15 可以提高荧光材料分散树脂层的可见光透射率，因此可以提供具有优异光提取效率的发光器件。

附图说明

- 图 1 是作为本发明发光器件的一个实施方案的子弹形白色 LED 灯的截面图。
20 图 2 是作为本发明发光器件的一个实施方案的片状白色 LED 灯的截面图。
图 3 是示出在本发明实施例中制造的粉末荧光材料和市售荧光材料的发射光谱和激发光谱的图。
图 4 是常规子弹形白色 LED 灯的实施例的截面图。
图 5 是表示按尺寸分成样品 S、M 和 L 的实验 1 的市售 YAG 基荧光材料粒径分
25 布测量结果图。
图 6 是表示根据频数分布按尺寸分成样品 S、M 和 L 的实验 1 的市售 YAG 基荧光材料粒径分布图。

图 7 是表示按尺寸分成样品 S、M 和 L 的实验 1 的市售 YAG 基荧光材料的发射光谱图（激发波长 460nm）。

图 8 是表示提供有实验 1 中样品 S、M 和 L 的白色 LED 灯的发射光谱图。

图 9 是表示提供有在实验 2 中制备的 α -SiAlON 粉末荧光材料（样品 2A、2B、
5 2C）的白色 LED 灯发光效能频数分布图。

图 10 是表示在化学处理实验 3 中所制备的 α -SiAlON 粉末荧光材料（样品 FY10-45 和 FY10-63）之前的样品发射光谱图。

图 11 是表示在化学处理实验 3 中所制备的 α -SiAlON 粉末荧光材料（样品 FY10-45 和 FY10-63）之后的样品发射光谱图。

10 图 12 是表示在化学处理实验 3 中所制备的样品 FY10-45 的 α -SiAlON 粉末荧光材料之后的频数分布图。

图 13 是表示在化学处理实验 3 中所制备的样品 FY10-63 的 α -SiAlON 粉末荧光材料之后的频数分布图。

图 14 是表示在实验 5 中所制备的 α -SiAlON 粉末荧光材料的扫描电子显微图。

15 图 15 是表示在实施例 2 中所制备的白色 LED 灯的发射光谱图。

图 16 是表示在实施例 2 所制备的白色 LED 灯和市售产品的发射光谱的比较图。

具体实施方式

对本发明粉末荧光材料和发光器件的考虑事项如下。

20 考虑事项 1

光不能穿过密集分散有微细颗粒的透明膜的现象是已知的光 Anderson 局域化问题（例如，参见 Toshiaki Iwai, Takashi Okamoto 和 Toshimitsu Asakura, “New Developments of Laser Light-Scattering Phenomena,” OYO BUTURI, Vol.63, No.1, pp.14-22）。

25 当光入射到分散有直径与入射光波长相同或更小的颗粒的透明溶液中时，并且如果溶液是稀溶液，则入射光仅在颗粒中被散射一次，然后发射至样品外。如果样品中颗粒的浓度增加，则入射光将被大量颗粒反复散射。即，光的平均自由行程变得更

短。随着样品中颗粒浓度的增加，由于前向散射因此直接向前传输的光减少，散射光部分占出射光能量的主要部分，并且它的强度分布将均匀分布在宽广的空间区域。此时，在入射光相反的方向上的所谓“增强背散射”的反向多重散射光中可以观察到相干散射光峰。近年来，广泛开展了对背散射峰的研究。发生光 **Anderson** 局域化的要素包括高折射率的散射体、高强度的散射和尺寸与光波长大致相当。

考虑因素 2

可以考虑 **Naganuma** 等人的涉及颗粒分散透明材料的透射率研究的系列论文。在该研究中，从通过抑制散射来改善透射率的角度出发，对颗粒粒径和体积分数对颗粒分散光学组合物材料的透射率的影响进行了研究，并且公开了用于改善透射率的颗粒形态的指导。

根据 **T.NAGANUMA** 和 **Y.KAGAWA** 的“EFFECT OF PARTICLE ON LIGHT TRANSMITTANCE OF GLASS PARTICLE DISPERSSED EPOXY MATRIX OPTICAL COMPOSITES,” *Acta Mater.*, Vol.47, No.17, pp.4321-4327(1999)，随着平均粒径 d_p 增加，在具有分散于环氧树脂中的玻璃颗粒的复合材料中，该复合材料的透射率得到改善。相关论文的实验中所用样品的 d_p 是 $26\mu\text{m}$ 、 $42\mu\text{m}$ 、 $59\mu\text{m}$ 和 $85\mu\text{m}$ 。可以通过等式 $T_c(\lambda)/T_m(\lambda)=b_1 \exp[-b_2 \langle Sa \rangle \{\Delta Nc(\lambda)\}]$ 来表示标准化的透射率。在上述等式中， $T_c(\lambda)$ 是复合材料（复合物）的透射率， $T_m(\lambda)$ 是环氧树脂（基体）的透射率， b_1 和 b_2 是常数。 $\langle Sa \rangle$ 是标准化（normalized）颗粒的总表面积，并且定义如下： $\langle Sa \rangle = S/V_c = S_p f_p \rho_p$ ，其中， S 是总表面积， V_c 是复合材料的体积， S_p 是单位质量颗粒的比表面积（由 BET 方法测定）， f_p 是颗粒的体积分数， ρ_p 是颗粒的密度。 $\Delta Nc(\lambda)$ 是参数，其中引入了颗粒和环氧树脂的不同折射率的影响。该论文推断，复合材料的透射率可以通过减少标准化颗粒的总面积即颗粒和基体之间界面的面积而得以改善。

对颗粒体积分数 f_p 为 0.0001-0.4 的复合材料透射率的研究结果已经在 **Tamaki Naganuma** 和 **Yutaka Kagawa** 的“Effect of total particle surface area on the light transmittance of glass particle-dispersed epoxy matrix optical composites,” *J.Mater. Res., VOL.17, No.12(2002)* 中报道。论文实验中所用的两个样品的 d_p 是 $26\mu\text{m}$ 和 $85\mu\text{m}$ ，

并且这些是几何光学区中的研究结果。在颗粒体积分数 $f_p < 0.01$ 的范围内，当颗粒体积分数增加时透射率仅非常轻微地下降。但是，在 $f_p > 0.01$ 的范围内，随着颗粒体积分数比率的增加透射率急剧减小。而且，由于粒径减小导致透射率也显著减少。所述论文阐明，颗粒体积分数和粒径对粉末荧光材料组合物的光透射率的影响可以通过引

5 入相对总表面积 $\langle S \rangle$ 来解释， $\langle S \rangle$ 表示单位体积的复合材料中所包括的全部颗粒的总表面积。结果，为了增加在几何光学区中复合材料的光透射率，优选使得 $\langle S \rangle$ 尽可能的小，其中在所述几何光学区中粒径远大于入射光的波长。即，该报道说明了对于颗粒形态的指导，即优选具有较大尺寸并且具有接近球形形状的颗粒。注意：这里的 $\langle S \rangle$ 与前述的 $\langle S_a \rangle$ 相同。

10 此外，“选择尽可能接近球形的颗粒并且利用远大于入射光波长的几十个微米数量级或更大的粒径”已经在 Naganuma 的名为“Development of glass particle-dispersed epoxy optical composite materials”(Tamaki Naganuma, University of Tokyo thesis submitted March 2002) 的论文中推荐作为颗粒形态的一般指导。

15 考虑因素 3

日本专利 No. 3364229 仅提及当荧光材料粒径小时，“特别是 d_{50} 值为 $5\mu\text{m}$ 或更小的发光颜料粉末具有显著的团聚作用”为该荧光材料的特征，并没有提及任何具体关于除团聚作用以外的缺点。而且，不存在给出粒径下限的其它已知文献。但是，本发明的发明人在行星式球磨机中将粉末荧光材料研磨至更细的粉末之后，利用所述粉末来制造白色 LED 灯，并测量它的亮度。结果发现，当荧光材料粒径非常小且在亚微米级到约 $1\mu\text{m}$ 的范围时，并且当使用这些颗粒时，从白色 LED 灯发射的光的强度明显减小。具体地，在子弹形白色 LED 灯前测量的亮度减少到初始亮度的五分之一。

原因之一可能是由于球磨机研磨而劣化了粉末荧光材料的表面条件。激发效率的下降也可能是一个原因，但是由于荧光材料的粒径大约与可见光波长相同，因此，25 Mie 散射可能是一个原因。Mie 散射是指当光穿过包含尺寸与波长几乎相同的颗粒(散射体)的介质时，光前进的方向发生变化而不改变光的波长或能量的现象。

表示光颗粒散射特征的颗粒散射参数 x 可以由等式 $x = \pi D / \lambda$ 给出，其中 D 是粒

径， λ 是光波长。当上述颗粒散射参数 x 是一位数时，指示 Mie 散射特征（例如参见国际专利公开 WO 02/006859），并且如果可见光的波长在 400-700nm 之间，则颗粒散射参数为 1-9 时的粒径 D 的范围是 $0.13\mu\text{m}$ - $2.0\mu\text{m}$ 。

描述 Mie 散射的等式已经通过以电磁学解决作为电磁波的光与颗粒之间的相互作用而导出，并且它可用于一般粉末分散体系（参见由 Fluorescent material Research Society 编辑的“Fluorescent material Handbook”，1987，pp.172-173,p.395）。

当发生 Mie 散射时，激发光没有穿过荧光材料颗粒，并且从颗粒表面被反射。在这种情况下，荧光材料不能充分地显示其作为波长转换材料的功能，激发光在各个方向被散射而其波长没有被转换。源于荧光材料的散射在日本专利 No. 3364229 中描述如下：“无机发光物质 YAG:Ce 的特别的优点在于它是折射率为约 1.84 的不溶性彩色颜料。结果，除波长转换外还发生分散和散射作用，并且蓝色二极管光束和黄色转换光束的混合得到改善。”。因此，仅报道了散射效应是优点这一点。

然而，如果发生复合散射，从蓝色 LED 元件发射的蓝光以及从荧光材料发射的黄光经过非常复杂的路径直到白色 LED 灯外部，其中所述蓝光应该穿过荧光材料分散树脂层。在该路径中，由于各种材料的吸收（可以考虑荧光材料本身的非发射吸收），发射强度减少，这可能最终导致光提取效率的降低。

结论

根据上述考虑事项 1-3，白色 LED 灯是用于穿过荧光材料分散树脂层的可见光的器件，在所述树脂层中粉末荧光材料被密集地分散在透明树脂中，该白色 LED 灯须满足下列两个要求。

要求 1：施用荧光材料分散树脂的方法容易实施而没有任何问题；

要求 2：根据光学设计，荧光材料以适当比例对激发光进行波长转换。在这两个要求的范围内，尽可能减少粉末荧光材料引起的散射可以改善荧光材料分散树脂层的可见光透射率。可以推断，这将提高白色 LED 灯的光提取效率并产生进步。

为了提高具有与常规白色 LED 灯同样简单和便宜结构的白色 LED 灯的光提取效能，以及为了改善荧光材料分散树脂层的可见光透射率，重要的是从粉末荧光材料

中选择性除去粒径约为 $2\text{-}3\mu\text{m}$ 或更小的小颗粒并且尽可能抑制 Mie 散射发生。

第二，优选粉末荧光材料的粒径在几何光学区中尽可能大，在该几何光学区粒径远大于入射光波长。更具体而言，重要的是粒径具有几十个微米数量级或更大并选择满足上述要求 1 的尺寸上限的粒径。

5 第三，优选单位体积的颗粒表面积小。因此，重要的是选择形状近似球形的颗粒。考虑到该第三点，甚至可以通过使颗粒体积分数足够小而使单位表面积的颗粒表面积较小；但是如果满足上述要求 2 并且使器件的尺寸变小，则难于将颗粒体积分数变得足够小。

为了实现提高白色 LED 灯的发光效能，同时保持与常规白色 LED 灯同样简单
10 和便宜的结构，本发明的粉末荧光材料的特征在于粉末荧光材料由可见光激发并发射可见光，其中粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒的含量小于 2 质量%。如果使粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒的含量小于 2 质量%，则可以抑制 Mie 散射的发生，可以提高荧光材料分散树脂层的可见光透射率，并且可以改善白色 LED 灯的光提取效率。如果粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒的含量大于 2 质量%，则发生 Mie 散射，荧光材料分散树脂层
15 的可见光透射率降低，并且白色 LED 灯的光提取效率下降。

本发明的粉末荧光材料优选具有不小于 $30\mu\text{m}$ 和不大于 $80\mu\text{m}$ 的中值粒径。在本发明的说明书中，中值粒径是指粉末粒径分布的中心值。当中值粒径小于 $30\mu\text{m}$ 时，
20 $20\mu\text{m}$ 或更小粒径的颗粒含量增加，荧光材料分散树脂层的可见光透射率由于 Mie 散射而下降，这可导致白色 LED 灯的光提取效率下降。另一方面，如果中值粒径大于 $80\mu\text{m}$ ，则粒径变得过大，这可引起对施用荧光材料分散树脂层的布置过程的妨碍。

在本发明粉末荧光材料的优选实施方案中，粉末荧光材料的 90% 粒径优选是 $100\mu\text{m}$ 或更小。在本发明的说明书中，90% 粒径是指累积重量达到 90% (d_{90}) 处的颗粒尺寸。如果 90% 粒径超过 $100\mu\text{m}$ ，则粒径变得过大，这可引起对施用荧光材料分散树脂层的布置过程的妨碍。

25 另外，对于这种粉末荧光材料，10% 粒径优选为 $30\mu\text{m}$ 或更大，并且中值粒径优选不小于 $40\mu\text{m}$ 和不大于 $70\mu\text{m}$ 。在本发明的说明书中，10% 粒径是指累积重量达到 10% (d_{10}) 处的颗粒尺寸。如果 10% 粒径小于 $30\mu\text{m}$ 和中值粒径小于 $40\mu\text{m}$ ，则

微细颗粒含量增加，这可导致荧光材料分散树脂层的可见光透射率下降，以及白色 LED 灯的光提取效率减小。另一方面，如果中值粒径大于 $70\mu\text{m}$ ，这可以使得施用荧光材料分散树脂层的布置过程变得困难。

本发明的粉末荧光材料由可见光激发并发射可见光，并且如果它满足上述粒径 5 条件，则它是符合要求的并且对它的组成没有限制。

在本发明粉末荧光材料的优选实施方案中，所述粉末荧光材料优选由蓝光激发，并优选发射蓝绿光和红光范围内的可见光。具体地，优选由蓝光激发并发射黄色光的黄色荧光材料。可以通过组合蓝色激发光和黄色荧光材料从而构成发射白光的发光器件。

10 本发明的粉末荧光材料优选是氮氧化物荧光材料或氮化物荧光材料。另外，本发明的粉末荧光材料优选是铕（特别是 Eu^{2+} ）激活的 SiAlON，而且，SiAlON 优选是钙 α -SiAlON。通过该二价铕激活的钙 α -SiAlON 一般由通式： $\text{Ca}_p\text{Si}_{12-(m+n)}\text{Al}_{m+n}\text{O}_n\text{N}_{16-n}:\text{Eu}^{2+}$ 来表示。

通过将粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒在本发明粉末荧光材料中的含量设定为小于 2 15 质量% 和通过将所述颗粒分散在透明材料例如透明树脂中，可以抑制 Mie 散射；当将其提供在发光器件例如白色 LED 灯中时，可以提高荧光材料分散树脂层的可见光透射率，可以改善发光器件例如白色 LED 灯的光提取效率。

本发明还提供制造粉末荧光材料的方法，该方法包括下列步骤：按照用于制造上述根据本发明的粉末荧光材料的优选方法制造粉末荧光材料时，烧结荧光材料的原 20 料粉末，烧结之后在酸溶液中化学处理所烧结的荧光材料原料粉末。

制造根据本发明的粉末荧光材料的方法可广泛应用于烧结荧光材料原料粉末之后的粉末荧光材料的制造中，但是具体优选由稀有元素激活的氮化物或氮氧化物荧光材料等，尤其优选由通式： $\text{Ca}_p\text{Si}_{12-(m+n)}\text{Al}_{m+n}\text{O}_n\text{N}_{16-n}:\text{Eu}^{2+}$ 表示的二价铕激活的钙 α -SiAlON。下面描述用于制造包括由二价铕激活的钙 α -SiAlON 的粉末荧光材料的方法，以作为用于制造本发明粉末荧光材料的方法的第一实施方案。

用于本发明实施方案中的荧光材料的原料粉末优选是化合物粉末，例如氮化硅 (Si_3N_4)、氮化铝 (AlN)、碳酸钙 (CaCO_3)、氧化铕 (Eu_2O_3)，上述化合物粉末可

以与包括构成由二价铕激活的钙 α -SiAlON 的各种元素的化合物适当组合使用。称取这些原料粉末并均匀混合从而获得待制造的粉末荧光材料的组合物。这些原料粉末优选在加入乙醇等之后利用球磨机等湿混合。

5 湿混合原料粉末优选利用蒸发器等充分干燥，利用 $40\mu\text{m}$ - $200\mu\text{m}$ 的标称筛目尺寸的筛进行筛分，经过振动或冲击，并经过造粒过程以在烧结之前获得通过筛网的所述原料粉末的团聚体。通过进行这种造粒，可以在烧结之后获得具有与团聚体尺寸几乎相同的粉末荧光材料。用于造粒的筛优选为标称筛目尺寸大约是待制造的粉末荧光材料中值粒径两倍的筛。由造粒过程获得的原料粉末团聚体被小心地储存在用于烧结的容器中。

10 接下来，将存有已造粒的原料粉末团聚体的容器送入烧结炉中，在加压氮气气氛中于 1600 - 1900°C 之间烧结所述粉末，优选在 1700 - 1800°C 之间，烧结时间持续 10 - 100 小时，优选持续 20 - 48 小时。通过烧结，原料粉末混合物中的元素在加压氮气气氛下反应，并且由二价铕激活的钙 α -SiAlON 形成荧光材料。

15 在烧结之后，将容器从烧结炉中移出，根据需要，将所得烧结物质破碎，然后置于酸溶液中并搅拌。将烧结后的粉末在酸溶液中化学处理，粉末荧光材料表面上的玻璃物质被溶解，同时，溶解并去除微细颗粒。例如，包含氢氟酸、硫酸和水的酸混合物溶液可优先用作化学处理中的酸溶液。混合酸溶液可溶解粉末荧光材料表面上的微细颗粒和玻璃物质。

20 优选将酸溶液中的酸浓度和这种化学处理过程的处理时间设定为使得粉末荧光材料表面上的微细颗粒和玻璃物质被溶解，同时较大尺寸的粉末荧光材料不被溶解。例如，可使用通过将 5ml 浓度为 46.0 - 48.0% 的氢氟酸、 5ml 浓度大于 95% 的硫酸和 390ml 的纯水混合而制备的酸溶液，并且可将烧结后的粉末置于该溶液中进行化学处理同时搅拌约 30 分钟。

25 酸处理后，停止搅拌并使搅拌溶液静置约 30 分钟。所需粒径的粉末荧光材料被允许沉淀，例如在微细颗粒沉淀之前用滴管抽吸并移除酸溶液使得沉淀的颗粒不被吸走。当不再存在溶液时，再加入纯水，进行多次这种水洗涤。

而且，冲洗的粉末荧光材料被分散在纯水中，冲洗的同时施加超声波，并将其

静置约 30 秒。所需尺寸的粉末荧光材料沉淀，并且例如在微细颗粒沉淀之前用滴管抽吸并移除水，使得沉淀的荧光材料不被吸走。

通过过滤或通过离心分离将冲洗的粉末荧光材料从水中分离，并将其干燥。

通过进行上述加工，可以获得由钙 α -SiAlON 构成的粉末荧光材料，该荧光材料 5 由二价铕激活并且粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒的含量小于 2 质量%。

根据制造粉末荧光材料的本方法，当在烧结荧光材料的原料粉末后制造粉末荧光材料时，通过实施烧结后在酸溶液中化学处理粉末的步骤从而将微细颗粒例如粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小的颗粒溶解。粉末荧光材料表面上的玻璃物质溶解并且颗粒分离。微细颗粒难于粘附在所需粒径的粉末荧光材料上并且难于保持。通过在化学处理后冲洗 10 粉末荧光材料，可容易地通过冲洗而仅除去微细颗粒。这使得能够高效率制造具有低微细颗粒含量的粉末荧光材料。

另外，本发明提供包含发射可见光的半导体发光元件的发光器件，安置根据本发明的所述粉末荧光材料使其受所述半导体发光元件发射的可见光激发而发射荧光。

下面结合附图描述本发明发光器件的实施方案。在本实施方案中，说明了包含 15 用作半导体发光元件的蓝色 LED 元件和各种粒径的粉末荧光材料的白色 LED 灯，其中所述粉末荧光材料由上述铕激活钙 α -SiAlON 构成并且被用作粉末荧光材料。

图 1 示出根据本发明的白色 LED 灯的第一实施方案的截面图。在图 1 中，附图标记 1 是子弹形白色 LED 灯，附图标记 2 和 3 是引线，附图标记 4 是蓝色 LED 元件（发光元件），附图标记 5 是接合线例如细金属线，附图标记 6 是荧光材料分散树脂层，附图标记 6A 是透明树脂，附图标记 7 是粉末荧光材料，附图标记 8 是模塑树脂。 20

白色 LED 灯 1 包含两条引线 2 和 3。在一引线 2 中形成凹陷，蓝色 LED 元件 4 被置于该凹陷中。提供在这种蓝色 LED 元件 4 底侧的下电极连接至引线 2 的凹陷的底表面上。提供在蓝色 LED 元件 4 上表面的上电极通过接合线 5 电连接至另一引线 3。蓝色 LED 元件 4 被填充凹陷的荧光材料分散树脂层 6 覆盖，该荧光材料分散树脂层 6 包含其中均匀分散有上述各种粒径的粉末荧光材料 7 的透明树脂 6A。包括凹陷的引线 2 和 3 的端部、蓝色 LED 元件 4 和荧光材料分散树脂层 6 被透明模塑树脂 8 密封，同时引线 2 和 3 的下端从透明模塑树脂 8 伸出并暴露。模塑树脂 8 整体上具有 25

近似圆柱体形状，它的前端被模制为具有透镜形式的曲面的子弹形状。

蓝色 LED 元件 4 优选发射蓝光，但是对于它的每一层的材料和结构没有特别的限制。例如，可以使用具有包含在碳化硅（SiC）衬底上形成的氮化镓镓（InGaN）半导体发光层和提供在其上表面和下表面的电极的结构的元件。

5 当在这种白色 LED 灯 1 的两引线 2 和 3 之间施加电压时，从蓝色 LED 元件 4 发出蓝光，该蓝光部分被荧光材料分散树脂层 6 中的粉末荧光材料 7 吸收，粉末荧光材料 7 被激发并发射黄光。剩余的蓝光与从粉末荧光材料 7 发射的黄光的混合光穿过荧光材料分散树脂层 6 和模塑树脂 8，并发射到灯外部。由于这种蓝光和黄光具有互补关系，因此从灯中发射出高亮度的白光。可以通过粉末荧光材料 7 的量来调节混合
10 光的色度。更具体而言，调节其中均匀分散有粉末荧光材料 7 的待施用的荧光材料分散树脂层 6 的量使得所述混合光色度坐标与黑体辐射轨迹一致。

本发明实施方案包含荧光材料分散树脂层 6，其中分散有含量少于 2 质量% 的
20 μm 或更小粒径的颗粒的粉末荧光材料 7。这抑制在荧光材料分散树脂层 6 中的 Mie 散射，并且增强荧光材料分散树脂层 6 的透射率。因此，本实施方案可以提供具有优
15 异光提取效率的白色 LED 灯 1。

可以利用下述方法来制造本实施方案的白色 LED 灯 1。

- (1) 首先，利用导电糊剂将凹陷中的蓝色 LED 元件 4 在引线 2 中提供来安置元件的所述凹陷中进行小片接合（die bonded），。
- (2) 接着，用细金属线将蓝色 LED 元件 4 的上电极 8 和另一引线 3 小片接合。
- 20 (3) 接着，将其中分散有粉末荧光材料 7 的荧光材料分散树脂层 6 填充在凹陷中，使其覆盖蓝色 LED 元件 4，然后固化，形成荧光材料分散树脂层 6。
- (4) 接着，利用透明模塑树脂 8 例如环氧树脂包围白色 LED 灯 1 的主要部分，然后固化树脂。

通过上述制造方法制造图 1 中所示的白色 LED 灯 1。在制造白色 LED 灯 1 期间
25 制备荧光材料分散树脂层 6 所用的透明树脂 6A 和模塑树脂 8 可以是相同的树脂也可以是不同的树脂。

图 2 是示出根据本发明白色 LED 灯的另一个实施方案的截面图。在图 2 中，附

图标记 51 是片状白色 LED 灯，附图标记 52 和 53 是引线，附图标记 54 是蓝色 LED 元件（发光元件），附图标记 55 是接合线例如细金属线，附图标记 56 是透明树脂，附图标记 57 是粉末荧光材料、附图标记 58 是密封树脂，附图标记 59 和 60 是电极图案，附图标记 61 是支撑衬底，附图标记 62 是具有凹陷的壁元件。

5 本发明的片状白色 LED 灯 51 包含形成在支撑衬底 61 上的由导电材料制成的多个电极图案 59 和 60。引线 52 和 53 分别电连接至电极图案 59 和 60，蓝色 LED 元件 54 小片接合在一电极图案 59 上。该电极图案 59 和蓝色 LED 元件 54 的下电极电连接。蓝色 LED 元件 54 的上电极与另一电极图案 60 通过由细电线制成的小片接合线 55 电连接。此外，蓝色 LED 元件 54 被荧光材料分散树脂层 56 覆盖。

10 支撑衬底 61 包含具有碗状孔的壁表面元件 62，该元件 62 由对可见光具有高反射率的材料例如氧化铝陶瓷制成，并以一定的方式排列以便在所述孔中容纳蓝色 LED 元件 54 和荧光材料分散树脂层 56。透明密封树脂 58 填充壁表面元件 62 的孔，从而密封孔中蓝色 LED 元件 54 和荧光材料分散树脂层 56。

15 支撑衬底 61 上的电极图案 59 和 60 例如可以通过溅射法来形成，其中在支撑衬底 61 上形成所需图案的导电金属薄膜例如铜膜。电极图案 59 和 60 的厚度为几微米数量级，并且在这些图案和支撑衬底 61 之间实际不存在电平差（level difference）。

这种荧光材料分散树脂层 56 包含透明树脂 56A，在透明树脂 56A 中均匀分散有上述各种粒径的粉末荧光材料 57。

20 当在这种白色 LED 灯 51 的两引线 52 和 53 之间施加电压时，从蓝色 LED 元件 54 发出蓝光，该蓝光部分被荧光材料分散树脂层 56 中的粉末荧光材料 57 吸收，粉末荧光材料 57 被激发并发射黄光。剩余的蓝光与从粉末荧光材料 57 发射的黄光的混合光穿过荧光材料分散树脂层 56 和密封树脂 58，并发射到灯外部。由于这种蓝光和黄光具有互补关系，因此从灯中发射出高亮度的白光。可以通过粉末荧光材料 57 的量来调节混合光的色度。更具体而言，调节其中均匀分散有粉末荧光材料 57 的待施用的荧光材料分散树脂层 56 的量使得所述混合光色度坐标与黑体辐射轨迹一致。

本发明实施方案包含荧光材料分散树脂层 56，其中分散有含量少于 2 质量% 的 20 μm 或更小粒径的颗粒的粉末荧光材料 7。这抑制在荧光材料分散树脂层 6 中的 Mie

散射，并且增强荧光材料分散树脂层 6 的透射率。因此，本实施方案可以提供具有优异光提取效率的白色 LED 灯 51。而且，当将本实施方案的白色 LED 灯 51 置于衬底上作为照明装置时，优点在于其能够安装在表面，这与需要在衬底上制作孔的子弹形白色 LED 灯不同。

5 可以利用下述过程来制造本实施方案的白色 LED 灯 51。

(1) 通过溅射在支撑衬底 61 表面上形成由导电材料例如铜制成的多个电极图案 59 和 60。

(2) 通过高熔点焊剂等将引线 52 和 53 连接至电极图案 59 和 60。

(3) 将由氧化铝陶瓷构成并具有碗状孔的壁表面元件 62 安装并固定在支撑衬底 61
10 表面上。

(4) 将蓝色 LED 元件 54 置于电极图案 59 上，利用导电糊剂将下电极和电极图案 59 电连接。

(5) 在线接合之后，通过接合线 55 将蓝色 LED 元件 54 和另一个电极图案 60 电连接。

15 (6) 在透明树脂 56A 中分散有粉末荧光材料 57 的树脂组合物，使其覆盖蓝色 LED 元件 54，然后固化，形成荧光材料分散树脂层 56。

(7) 用透明密封树脂 58 例如环氧树脂填充壁表面元件的凹陷，然后固化。

上述步骤 (3) 可以在过程 (4) - (6) 中任意一个的之前或之后实施。上述步骤 (2) 可以与步骤 (3) 同时实施。

20 通过上述制造方法制造图 2 中所示的白色 LED 灯 51。在制造白色 LED 灯 51 期间制备荧光材料分散树脂层 66 所用的透明树脂 56A 和密封树脂 58 可以是相同的树脂也可以是不同的树脂。

本发明还提供具有作为光源的根据本发明发光器件例如图 1 或图 2 中所示白色 LED 灯的照明装置。本发明照明装置可以形成长寿命的照明装置，并且由于它包括
25 上述白色 LED 灯因此可以以较小功率消耗来提供高亮度的白光。

实施例

实验 1

提供市售 YAG 基的荧光材料，该荧光材料可以由通式 $(Y,Gd)_3Al_5O_{12}:Ce$ 表示并且是公知的白色 LED 灯荧光材料。这种荧光材料的激发峰波长和发光峰波长分别是 468nm 和 563nm，并且已经将这种粉末的粒径形成为小于或等于 10 μm 。利用激光衍射/分散型颗粒分布测量装置测量的该荧光材料的中值粒径（中值尺寸：粒径分布的中心值）为 7.13 μm 。该颗粒被采用作为样品 M。样品 M 被分散在保证级试剂乙醇中，利用沉淀速度的差异，颗粒被分成较大尺寸的颗粒（样品 L）和较小尺寸的颗粒（样品 S）。

图 5 示出利用激光衍射/分散型颗粒分布测量装置测量的样品 S、M 和 L 的颗粒分布。该图表示相对累积频数分布。样品 S 的中值粒径是 6.04 μm ，样品 M 是 7.13 μm ，样品 L 是 8.34 μm 。从上述测量结果来计算，粒径在 0.1-2 μm （即小于或等于 2 μm ）之间的质量百分比对样品 S 是 13%，样品 M 是 12%，样品 L 是 9%。

图 6 示出作为频数分布的样品 S、样品 M 和样品 L 粒径分布。图中每一分布均已采用频数峰值的粒径范围为基而归一化。如图所示，样品 S 中较小尺寸的颗粒组分明显高于样品 M 和 L。另一方面，在样品 M 和 L 中较大尺寸的颗粒组分没有大的差别。样品 L 的分布表明尺寸小于 5 μm 的颗粒已经从样品 M 中排除。

接着，参考图 7，在此描述了通过荧光分光光度计测量的样品 S、M 和 L 的发射强度。假设使用蓝色 LED 元件则选择 460nm 作为激发波长。采用在样品 M 发射峰波长处发射的光强度作为 1 来使图中所示的发射强度归一化。上述测量的结果证实，样品 L 的发射强度提高了 4% 而样品 S 则下降了 9%。需要注意的是，样品 L 是从样品 M 去除样品 S 后获得的剩余物。即，可以确认，粉末荧光材料的发光效率可通过仅选择性去除微细颗粒而提高。如上所述，在该实验中，由于除从粉末荧光材料中选择性去除微细颗粒外没有进行其它加工，因此有助于样品 L 中光发射的颗粒与样品 M 中的一样。因此，可以确认，从样品 M 中选择性去除微细颗粒（样品 S）已经导致发光效能的退化或在光发射到外部后光提取效率的下降。

为了验证上文所述，利用来自上述样品 S、M 和 L 的粉末荧光材料制成图 4 中所示的子弹形白色 LED 灯，利用紫外和可见光分光光度计测量每一个白色 LED 灯

前的亮度。图 8 表示测量结果。提供有样品 L 的白色 LED 灯发射的黄光强度大于提供有样品 M 的白色 LED 灯发射的黄光，同时传输的蓝光强度也增加。这表示通过选择性从荧光材料中去除 2-3 μm 之间尺寸的小颗粒明显改善了发光二极管的光提取效率。另一方面，不仅提供有样品 S 的白色 LED 灯发射的黄光强度的下降大于提供有 5 样品 M 的白色 LED 灯发射的黄光，同时传输的蓝光强度也下降。从该实验可知，对于粉末荧光材料，可以确定上述样品 L 适用于白色 LED 灯中。

实验 2

通过下述程序制备 α -SiAlON 黄色荧光材料的三个样品（样品 2A、样品 2B 和样 10 品 2C）。每一个样品均用于制造用来测试和评估的白色 LED 灯中。

二价铕激活的钙 α -SiAlON 通常由通式： $\text{Ca}_p\text{Si}_{12-(m+n)}\text{Al}_{m+n}\text{O}_n\text{N}_{16-n}:\text{Eu}^{2+}$ 来表示。对于本实验，采用下列值： $p=0.875$ ， $q=0.0833$ ，根据 p 和 q 确定的 m 和 n 如下：
 $m=1.9999$ ， $n=0.99995$ 。因此，该组合物是 $\text{Ca}_{0.875}\text{Si}_{9.00015}\text{Al}_{2.99985}\text{O}_{0.99995}\text{N}_{15.00005}:\text{Eu}^{2+}$
 $0.0833\circ$

15 氮化硅 (Si_3N_4)、氮化铝 (AlN)、碳酸钙 (CaCO_3)、氧化铕 (Eu_2O_3) 被用作原料。根据上述组合物设计，在电子天平上称取 32.570g 氮化硅、9.515g 氮化铝、6.780g 碳酸钙和 1.135g 氧化铕，每一批次重 50g，在湿行星式球磨机中将该组合物混合 2 小时。然后在旋转蒸发仪中干燥该组合物，在干燥的条件下，利用研钵将其充分粉碎。利用实验筛使该粉末成为适当粒径的颗粒，所述筛由符合 JIS Z 8801 的标称尺寸 20 125 μm 的不锈钢网制成，将该颗粒小心地储存在由氮化硼制成的带盖容器中。接下来，将存有粉末的容器送入烧结炉中，在 5 个大气压力下的氮气气氛中在 1700°C 下烧结，烧结时间设为 24 小时。烧结后，当从装置中去除粉末时，通过在研钵中施加轻微的压力，从而粉碎已经硬化成块的烧结物质。

从这种粉末中，利用符合 JIS Z 8801 的标称尺寸 45 μm 的不锈钢网制成的实验 25 筛来分离粒径为 45 μm 或更小的颗粒，将这些颗粒作为样品 2B。

利用标称筛目尺寸 63 μm 的不锈钢实验筛将剩余粒径为 45 μm 或更大的颗粒分级为具有 63 μm 或更小粒径的颗粒粉末，将这些粉末作为样品 2C。

剩余粒径为 $63\mu\text{m}$ 或更大的粉末在行星式球磨机中湿研磨。使用的容器是氮化硅容器，研磨介质是氮化硅球体，使用的溶剂是乙醇。在 150rpm 下将该粉末研磨 1 小时，随着乙醇一起经过标称筛目尺寸 $45\mu\text{m}$ 的不锈钢实验筛进行湿分级。没有通过筛的颗粒在行星式球磨机中湿研磨 1 小时，然后经过相同的筛。将通过筛的颗粒置于 5 烧杯中，将其静置直到干燥，然后收集粉末。由于因为球磨机研磨所引起缺陷的增加将导致发射强度下降，因此为了恢复光学特性而将干燥的粉末再次在气体加压的烧结炉中进行热处理。此阶段的热处理条件是 1600°C 、 5atms 的氮气和 4 小时的加热时间。将获得粉末作为样品 2A。

利用激光衍射/分散型颗粒分布测量装置（Cilas 制造的 CILAS 1064）测量全部 10 样品 2A、2B 和 2C 的颗粒分布。样品 2A 的中值粒径、10% 粒径和 90% 粒径分别是 $16.11\mu\text{m}$ 、 $4.41\mu\text{m}$ 和 $27.33\mu\text{m}$ 。通常，通过标称筛目尺寸 $45\mu\text{m}$ 的不锈钢实验分级的样品具有 $20\text{-}25\mu\text{m}$ 的中值粒径，因此，样品 2A 比样品 2B 更细。

利用样品 2A、2B 和 2C 的每一种来制作类似于图 4 中子弹形白色 LED 灯，并测量它们的发光效能。测量发光效能的频数分布在图 9 中表示。样品 2A、样品 2B 15 和样品 2C 的白色 LED 灯的平均发光效能（计为 lm/W ）分别为 $11.4\text{lm}/\text{W}$ 、 $13.2\text{lm}/\text{W}$ 和 $15.6\text{lm}/\text{W}$ 。结果表明粉末荧光材料的粒径越大，白色 LED 灯的发光效能越高。

实验 3

利用下文描述的程序制备 $\alpha\text{-SiAlON}$ 黄色粉末荧光材料的两个样品（样品 20 FY10-45 和样品 FY10-63），并化学处理这些样品。

二价铕激活的钙 $\alpha\text{-SiAlON}$ 一般由通式： $\text{Ca}_p\text{Si}_{12-(m+n)}\text{Al}_{m+n}\text{O}_n\text{N}_{16-n}:\text{Eu}^{2+}_q$ 来表示。对于本实验，采用下列值： $p=0.88$ ， $q=0.05$ ，根据 p 和 q 确定的 m 和 n 如下： $m=1.91$ ， $n=0.955$ 。因此，该组合物是 $\text{Ca}_{0.88}\text{Si}_{9.135}\text{Al}_{2.865}\text{O}_{0.955}\text{N}_{15.0455}:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。

氮化硅 (Si_3N_4)、氮化铝 (AlN)、碳酸钙 (CaCO_3)、氧化铕 (Eu_2O_3) 被用作 25 原料。根据上述组合物设计，在电子天平上称取 33.295g 氮化硅、 9.150g 氮化铝、 6.865g 碳酸钙和 0.865g 氧化铕，每一批次重 50g ，在湿行星式球磨机中将该组合物混合 2 小时。然后在旋转蒸发仪中干燥该组合物，在干燥的条件下，利用研钵将其充分粉碎。

利用实验筛使该粉末成为适当粒径的颗粒，所述筛由符合 JIS Z 8801 的标称尺寸 $125\mu\text{m}$ 的不锈钢网制成，将该颗粒小心地储存在由氮化硼制成的带盖容器中。接下来，将存有粉末的容器送入烧结炉中，在 5 个大气压力下的氮气气氛中在 1700°C 下烧结，烧结时间设定为 24 小时。烧结后，当从装置中去除粉末时，通过在研钵中施加轻微的压力，而粉碎已经硬化成块的烧结物质。

从这种粉末中，利用符合 JIS Z 8801 的标称尺寸 $45\mu\text{m}$ 的不锈钢网制成的实验筛来分离粒径为 $45\mu\text{m}$ 或更小的颗粒，将这些颗粒作为样品 FY10-45。利用标称筛目尺寸 $63\mu\text{m}$ 的不锈钢实验筛将剩余粒径为 $45\mu\text{m}$ 或更大的颗粒分级为具有 $63\mu\text{m}$ 或更小粒径的颗粒粉末，将这些粉末作为样品 FY10-63。

接着，样品 FY10-45 和样品 FY10-63 各取 5g 并对这些样品进行化学处理以去除表面或界面处的玻璃相。更具体而言，利用由氢氟酸、硫酸和水制备的酸溶液来进行溶解处理。在氟树脂烧杯中将 5ml 氢氟酸 (HF)、5ml 硫酸 (H_2SO_4) 和 390ml 纯水混合并在氟树脂磁力型搅拌器中搅拌 5 分钟。由 Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 生产的用作保证试剂 (guaranteed reagent) 的氢氟酸的浓度为 46.0-48.0%，同时由 Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 生产的硫酸为 Wako 1 级并具有 95.0% 或更高的浓度。将 5g 样品 FY10-45 置于这种酸中，利用搅拌器搅拌混合物 30 分钟。搅拌后，使溶液静置 30 秒，利用滴管小心移除酸溶液而不吸走沉淀的粉末荧光材料，当完全移除溶液后，再加入纯水并以同样的方式将粉末冲洗五次。再将水加入烧杯中到并在超声波容器中施加超声波 15 分钟。透明的水变成白色并混浊。使溶液静置 30 秒，利用滴管小心移除水而不吸走沉淀的粉末荧光材料，当完全移除溶液后，再加入纯水并以同样的方式将粉末冲洗五次。最后，用滤纸提取粉末，干燥并作为化学处理样品 FY10-45 后的样品。

对样品 FY10-63 实施相同的化学处理，并作为化学处理样品 FY10-63 后的样品。

图 10 示出在化学处理前利用荧光分光光度计 (Hitachi,Ltd.生产的 F-4500) 测量的样品 FY10-45 和样品 FY10-63 的发射光谱图。激发波长为 450nm。从图 10 中可知，在峰发射强度方面，样品 FY10-63 比样品 FY10-45 亮度约高 4%。

图 11 示出在化学处理后利用类似方法测量的样品 FY10-45 和样品 FY10-63 的发

射光谱图。从图 11 中可知，在峰发射强度方面，样品 FY10-63 比样品 FY10-45 亮度约高 2%。

图 12 和 13 分别表示在化学处理后利用激光衍射/分散型颗粒分布测量装置（Cilas 生产的 CILAS 1064）测量的样品 FY10-45 和样品 FY10-63 的粒径分布图。

5 在图 12 中，化学处理后，样品 FY10-45 的中值粒径为 $36.76\mu\text{m}$ ，10% 粒径为 $25.05\mu\text{m}$ ，90% 粒径是 $54.75\mu\text{m}$ 。而且，累积频数分布显示粒径为 $20\mu\text{m}$ 或更小颗粒的百分比低于 2%。

10 在图 13 中，化学处理后，样品 FY10-63 的中值粒径为 $53.58\mu\text{m}$ ，10% 粒径为 $38.60\mu\text{m}$ ，90% 粒径是 $74.58\mu\text{m}$ 。而且，累积频数分布显示粒径为 $32\mu\text{m}$ 或更小颗粒的百分比低于 2%。

从这些颗粒分布测量结果可知，化学处理后的两种样品中均基本不包含微细颗粒，所述微细颗粒的大小与光波长相同并可引起 Mie 散射。还发现，使用中值粒径约 $54\mu\text{m}$ 颗粒的白色 LED 灯比使用中值粒径约 $37\mu\text{m}$ 颗粒的白色 LED 灯亮约 2%。

15 化学处理去除微细颗粒的贡献较大。首先，微细颗粒溶于酸中的同时玻璃相溶解。并不是所有酸溶液均可令人满意；由于玻璃相和 α -SiAlON 均被溶解，因此用于本发明中的特定酸溶液是优选的。第二，由于去除酸溶液或水而不需要等待相对较长的时间，同时当施加超声波后去除白色混浊水或者利用滴管去除酸溶液时微细颗粒处于悬浮状，因此微细颗粒可与溶液或水一起被去除。大颗粒在短时间内沉淀，因此仅微细颗粒可被去除。更具体而言，优选在搅拌或在施加超声波后几十秒到几分钟内完成去除。如果使溶液静置几十分钟以使上清液变得透明，则结果是微细颗粒也沉淀并保留在粉末荧光材料中。

实验 4

25 在前面的实验 3 中，分离并分级样品 FY10-45 和样品 FY10-63 后剩余的粒径大于 $63\mu\text{m}$ 的样品 FY10 通过标称筛目尺寸为 $125\mu\text{m}$ 的筛进一步分级，通过筛的粉末作为样品 FY10-125。

利用样品 FY10-125 来制作类似于在图 4 中所示的子弹形白色 LED 灯，用于施

用荧光材料分散环氧树脂的分配器引起阻塞并且不能施用树脂。因此，确定几十微米数量级的粉末荧光材料的粒径比较合适，几百微米数量级的粒径太大。

实验 5

5 合成 α -SiAlON 粉末荧光材料的已知常规方法是利用热压法通过机械装置来将烧结的小球研磨成粉末（例如，参见日本专利申请、首次公开 No.2002-363554 和 R-J.Xie, M.Mitomo, K.Uheda, F.-F.Xu 和 Y.Akimune 的“**Preparation and Luminecence Spectra of Calcium-and Rare-earth (R=Eu、Tb and Pr) -Co-doped α -SiAlON Ceramics,**” J.Am. Ceram.Soc., Vol.85[5],pp.1229-1234(2002)）。

10 在这种方法中研磨由具有非常高 Mohs 硬度 9 的陶瓷制成的 α -SiAlON 小球。因此，获得的粉末具有带尖角的不规则形状，很难说这种形状接近球形。而且，当颗粒分散在透明树脂例如环氧树脂中并加热固化时，由于树脂固化时收缩速率或者由于树脂和颗粒的线性膨胀系数的不同，固化后在树脂中产生残余应力。如果这些颗粒具有尖角，还将产生应力集中，并且树脂折射率变化变得更大。这种树脂折射率局部变化
15 可以导致光散射并且不是优选的。

近年来已经公开了用于制造粉末形式的 α -SiAlON 荧光材料的几种方法。气体加压烧结法是一种，例如该方法在 R-J.Xie, N.Hirosaki, M.Mitomo, Y.Yamamoto, T.Suehiro, K.Sakuma 的“**Optical Properties of Eu²⁺ in α -SiAlON,**” J.Phys. Chem.B, Vol.108, pp.12027-12031(2004) 中有描述。这篇参考文献报道了如何获得收集形式的 0.5-1.8 μm 的结晶颗粒，并给出了扫描电子显微 (SEM) 图以及颗粒分布的测量结果。SEM 图示出由几个初始颗粒凝聚形成的二次颗粒，很难说二次颗粒的形状是球形的。而且，颗粒的分布从亚微米级到 20 μm ；颗粒分布的中心在 1-2 μm ，该粒径太小且不适当。为了获得几十个微米数量级的颗粒，需要其它的措施。

另一种技术公开在日本专利申请、首次公开 No.2004-238505 和 2004-238506 中，
25 其特征在于通过调整作为原材料的硝化硅烷化合物和/或无定形氮化硅的氧含量以及将 α -SiAlON 粉末加入预先制备的原料粉末中。但是，即使在公开的技术中，获得的粉末中值粒径也小于或等于 8 μm ；因此，粒径太小且不适当。

根据这种背景，本发明的发明人对它们本身所需的“获得大于几十微米粒径的颗粒方法”进行研究，以获得“接近球形”的 α -SiAlON 荧光材料颗粒。

研究结果表明，当使原料粉末成为具有恒定粒径的颗粒并在气压下烧结时，这些粒状颗粒的形状实际上在烧结期间得以保持，并且本研究推荐一种使原料粉末成为 5 几十微米数量级颗粒的高效方法。更具体而言，如上文实验 3 的说明中所述，利用湿型球磨机将原材料粉末混合 2 小时，在旋转蒸发仪中干燥原材料粉末后并在干燥的条件下，使用研钵充分研碎。利用符合 JIS Z 8801 的标称尺寸 $125\mu\text{m}$ 的不锈钢网制成的实验筛来使粉末成为适当粒径的颗粒，将该粉末小心地储存在由氮化硼制成的带盖容器中。将容器中粉末置于气压烧结炉中，并在气压下烧结。在此利用筛的造粒过程 10 是重要的。如果将粉末置于筛中以及施加到该筛的外力下，不仅粒径小于标称筛目尺寸的颗粒团聚体通过筛，而且当大粒径团聚体撞击筛时被粉碎为更小的颗粒，尺寸变得更小从而能够通过筛。最终结果是，已经通过筛的粉末（颗粒）表现出在大约一半标称筛目尺寸处集中的粒径分布。这意味着如果用标称尺寸 $125\mu\text{m}$ 的筛造粒，可以获得 $60\text{-}70\mu\text{m}$ 的中心分布。另外，如果用标称尺寸 $63\mu\text{m}$ 筛造粒，可以获得 $20\text{-}40\mu\text{m}$ 15 的中心分布。在通过这种方法将粉末造粒并烧结后获得的 α -SiAlON 荧光材料通常具有相同的粒径分布。在利用筛的造粒过程中，诸如手动摇晃筛、敲打筛或利用各种装置施加外震动等方法均是有效的方法。还优选在筛上施加超声波的方法。当施加到筛上的外力适当时，造粒过程的效率增加。

图 14 示出以这种方式获得的 α -SiAlON 粉末荧光材料的扫描电子显微图。根据 20 本发明，可以发现，可以获得所需粒径即“大于几十微米的粒径”并且可以获得“形状接近球形”的 α -SiAlON 粉末荧光材料。在图 14 中所示的样品与在上文实验 3 中说明的一样，但是有两点不同：烧结时间是 2 小时，烧结后粉末没有分级。

实施例 1

25 参考上述实验结果来制备本发明的粉末荧光材料。本实施例 1 是在对上述实验 3 中制备的样品 FY10-63 进行化学处理后获得的粉末荧光材料。

选择 α -SiAlON 黄色荧光材料作为粉末荧光材料。

二价铕激活的钙 α -SiAlON 一般由通式: $\text{Ca}_p\text{Si}_{12-(m+n)}\text{Al}_{m+n}\text{O}_n\text{N}_{16-n}:\text{Eu}^{2+}_q$ 来表示。

对于本实施例 1, 采用下列值: $p=0.88$, $q=0.05$, 根据 p 和 q 确定的 m 和 n 如下:

$m=1.91$, $n=0.955$ 。因此, 该组合物是 $\text{Ca}_{0.88}\text{Si}_{9.135}\text{Al}_{2.865}\text{O}_{0.955}\text{N}_{15.045}:\text{Eu}^{2+}_{0.05}$ 。

5 氮化硅 (Si_3N_4)、氮化铝 (AIN)、碳酸钙 (CaCO_3)、氧化铕 (Eu_2O_3) 被用作
原料。根据上述组合物设计, 在电子天平上称取 33.295g 氮化硅、9.150g 氮化铝、6.865g
10 碳酸钙和 0.865g 氧化铕, 每一批次重 50g, 在湿行星式球磨机中将该组合物混合 2
小时。然后在旋转蒸发仪中干燥该组合物, 在干燥的条件下, 利用研钵将其充分粉碎。
利用实验筛使该粉末成为适当粒径的颗粒, 所述筛由符合 JIS Z 8801 的标称尺寸
15 $125\mu\text{m}$ 的不锈钢网制成, 将该颗粒小心地储存在由氮化硼制成的带盖容器中。接下
来, 将存有粉末的容器送入烧结炉中, 在 5 个大气压力下的氮气气氛中在 1800°C 下
烧结, 烧结时间设定为 24 小时。烧结后, 当从装置中去除粉末时, 通过在研钵中施
10 加轻微的压力, 从而粉碎已经硬化成块的烧结物质。

从这种粉末中, 利用符合 JIS Z 8801 的标称尺寸 $45\mu\text{m}$ 的不锈钢网制成的实验
筛来分离粒径为 $45\mu\text{m}$ 或更小的颗粒。利用标称筛目尺寸 $63\mu\text{m}$ 的不锈钢实验筛将剩
15 余粒径为 $45\mu\text{m}$ 或更大的颗粒分级为具有 $63\mu\text{m}$ 或更小粒径的颗粒粉末, 将这些粉末
作为样品 FY10-63。

接着, 对样品 FY10-63 进行化学处理以去除表面或界面处的玻璃相。更具体而
言, 利用由氢氟酸、硫酸和水制备的酸溶液来进行溶解处理。在氟树脂烧杯中将 5ml
10 氢氟酸 (HF)、5ml 硫酸 (H_2SO_4) 和 390ml 纯水混合并在氟树脂磁力型搅拌器中搅
拌 5 分钟。由 Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 生产的用作保证试剂 (guaranteed
reagent) 的氢氟酸的浓度为 46.0-48.0%, 同时由 Wako Pure Chemical Industries, Ltd.
生产的硫酸为 Wako 1 级并具有 95.0% 或更高的浓度。将 5g 样品 FY10-63 置于这种
20 酸中, 利用搅拌器搅拌混合物 30 分钟。搅拌后, 使溶液静置 30 秒, 利用滴管小心移
除酸溶液而不吸走沉淀的粉末荧光材料, 当完全移除溶液后, 再加入纯水并以同样的
方式将粉末冲洗五次。再将水加入烧杯中并在超声波容器中施加超声波 15 分钟。
透明的水变成白色并混浊。使溶液静置 30 秒, 利用滴管小心移除水而不吸走沉淀的
25 粉末荧光材料, 当完全移除溶液后, 再加入纯水并以同样的方式将粉末冲洗五次。最

后，用滤纸提取粉末，干燥并作为样品 FY10-63 化学处理后的样品。

利用激光衍射/分散型颗粒分布测量装置（Cilas 制造的 CILAS 1064）测量实施例 1 的粉末荧光材料的颗粒分布，也就是化学处理样品 FY10-63 后获得样品的颗粒分布。图 13 示出测量结果。中值粒径为 $53.58\mu\text{m}$ ，10% 粒径为 $38.60\mu\text{m}$ ，90% 粒径是 $74.58\mu\text{m}$ 。而且，累积频数分布显示粒径为 $32\mu\text{m}$ 或更小颗粒的百分比低于 2%。

利用荧光分光光度计（Hitachi,Ltd.生产的 F-4500）测量实施例 1 的粉末荧光材料的激发光谱和发射光谱。在用荧光分光光度计测量期间利用 Rhodamine B 法和标准光源校准光谱。利用 450nm 的激发波长来测量发射光谱。利用 585nm 的发射监测波长来测量激发光谱。结果如图 3 所示。

图 3 示出通常称为 YAG:Ce 的市售 YAG 基荧光材料（通式 $(\text{Y},\text{Gd})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ ）的用于比较的激发光谱图和发射光谱。在 460nm 的激发波长下测量这种 YAG 基荧光材料的发射光谱，同时在 562nm 的发射检测波长下测量激发光谱。在测量发射光谱期间将激发峰波长设定为激发波长，并在测量激发光谱期间将发射峰波长设定为发射监测波长。

由图 3 可知，实施例 1 的粉末荧光材料的发射光谱在发射峰波长处与市售 YAG:Ce 相比具有 135% 的强度比，而且，发射光谱的总积分能量值也更好。与市售 YAG:Ce 荧光材料相比激发带也更宽和更平。在 CIE1931 色度表上指示实施例 1 粉末荧光材料的发光色度的色度坐标为（1.52,1.48）。

20 实施例 2

制造具有在实施例 1 中制备的粉末荧光材料的白色 LED 灯。

图 1 示出在实施例 2 中制造的白色 LED 灯的截面图。拥有球面和透镜功能的顶部的白色 LED 灯具有近似圆柱体形状或类似于圆屋顶的形状，该白色 LED 灯包含引线 2 和 3、蓝色 LED 元件 4、由细金属线制成的接合线 5、具有在实施例 1 中制作并分散在透明树脂中粉末荧光材料 7 的荧光材料分散树脂层 6 和透明模塑树脂 8。通过导电糊剂（图中没有示出）将蓝色 LED 元件 4 与一引线 2 电连接，并通过接合线 5 电连接至另一引线 3。在实施例 1 中制作的粉末荧光材料 7 被分散在透明树脂中，

并且这种荧光材料分散树脂层 6 覆盖蓝色 LED 元件 4。粉末荧光材料 7 被蓝色 LED 元件 4 发射的蓝光激发并发射黄光。蓝色 LED 元件 4 发射的蓝光和粉末荧光材料 7 发射的黄光具有互补关系。调节施用的粉末荧光材料 7 的量使得混合光色度坐标与黑体辐射轨迹一致。实际上，调节散布有粉末荧光材料 7 的荧光材料分散树脂层 6 的量。

5 在这种方式中，LED 灯 1 是白色 LED 灯，其中色度与黑体辐射轨迹一致。

图 15 示出实施例 2 中的白色 LED 灯的发射光谱图。利用由 Optronic Laboratories, Inc. 制造的高速 LED 试验测量设备 OL-779-LED 来测量光学特性。在 CIE1931 色度表上发射光色度的色度坐标为 (1.52, 1.48) 并且相关色温是 2750K。在 JIS Z 9112-1990“根据色度和显色性的荧光灯的分类”中分成五种白色，即日光白色、
10 中性白色、白色、暖白色和白炽灯色。30.42 lm/W (流明/瓦) 的发光效能是非常高的。具有白炽灯色的市售白色 LED 灯的发光效能为 20-23 lm/W。

图 16 示出实施例 2 的白色 LED 灯和具有白炽灯色的市售白色 LED 灯的发射光谱的比较结果。具有白炽灯色的市售白色 LED 灯的发光效能为 22.5 lm/W，在此作为比较。可以发现，实施例 2 的白色 LED 灯发光强度是极佳的。白色 LED 灯的发光
15 效能由三个因素决定，即蓝色 LED 灯的效率、荧光材料的效率和排列构造。但是，实施例 2 的白色 LED 灯的发光效能比市售灯高 30%-50%。因此，源于本发明技术的粉末荧光材料效率的增加和排列构造的改善被认为很大程度上有助于白色 LED 灯发光效率的提高。

20 实施例 3

图 2 是示出根据本发明实施例 3 的片状白色 LED 灯的截面图。

片状白色 LED 灯 51 包含提供在支撑衬底 61 上的电极图案 59 和 60、电连接至所述电极图案的引线 52 和 53、安装在电极图案 59 上的蓝色 LED 元件 54、电连接蓝色 LED 元件 54 和电极图案 60 的接合线 55、涂覆并固化荧光材料分散树脂层 56，以便利用其中分散有在实施例 1 中制造的粉末荧光材料 57 的环氧树脂来覆盖蓝色 LED 元件 54、连接在支撑衬底 61 上的具有碗状孔的壁表面元件 62 以及用于密封所述碗状孔的透明密封树脂 58。

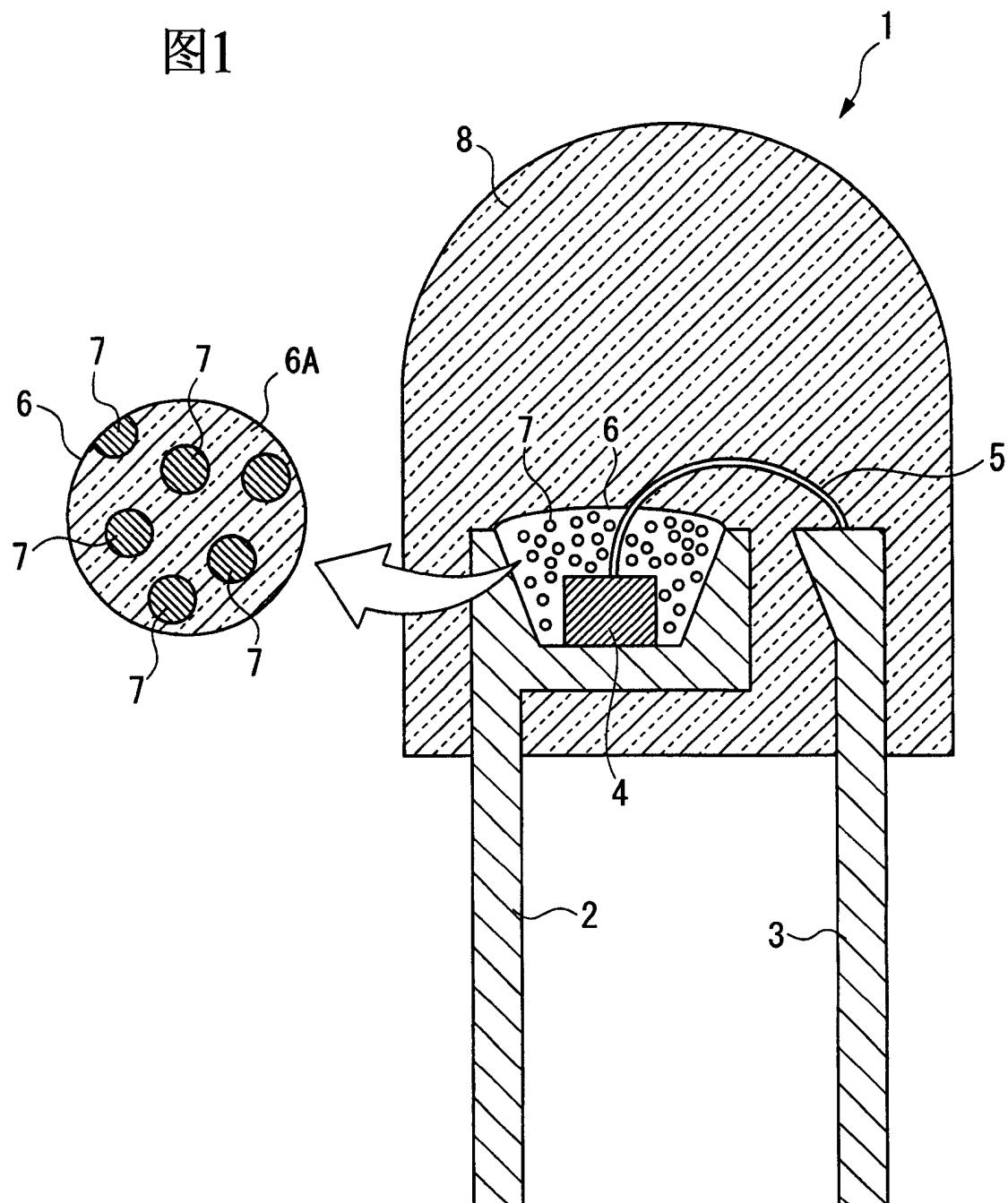
方形氧化铝陶瓷片被用作支撑衬底 61。通过在支撑衬底 61 上溅射而形成由铜制成的几个微米数量级厚的电极图案 59 和 60。并且在这些电极图案 59、60 和支撑衬底 61 之间实际不存在电平差。通过高熔点焊剂将每一个电极图案 59 和 60 的一部分与每一引线 52 和 53 连接。电极图案 59 的末端延伸至支撑衬底 61 的中心，蓝色 LED 元件 54 被安装并固定在该中心部分。通过导电糊剂（图中没有示出）将蓝色 LED 元件 54 的下电极与一引线 59 电连接。通过由细金属线制成的接合线 55 将上电极与另一电极图案 60 电连接。

支撑衬底 61 包含具有碗状孔的壁表面元件 62，该元件 62 由对可见光具有高反射率的材料例如氧化铝陶瓷制成，并以一定的方式排列以便在所述凹陷中容纳蓝色 LED 元件 54 和荧光材料分散树脂层 56。透明密封树脂 58 填充壁表面元件 62 的孔并固化以密封孔中蓝色 LED 元件 54 和荧光材料分散树脂层 56。在实施例 1 中制作的粉末荧光材料 57 敷布在透明树脂 56A 中，并且这种荧光材料分散树脂层 56 覆盖蓝色 LED 元件 54。粉末荧光材料 57 受蓝色 LED 元件 54 激发并发射黄光。蓝色 LED 元件 54 发射的蓝光和粉末荧光材料 57 发射的黄光具有互补关系。调节施用的粉末荧光材料 57 的量使得混合光色度坐标与黑体辐射轨迹一致。实际上，调节分散有粉末荧光材料 57 的荧光材料分散树脂层 56 的量。在这种方式中，LED 灯 1 是白色 LED 灯，其中色度与黑体辐射轨迹一致。

实施例 3 的白色 LED 灯的光学特性与实施例 2 中的灯类似。本实施例的片状白色 LED 灯的优点在于其能够安装在表面，这与需要在衬底上制作孔的子弹形白色 LED 灯不同。

虽然上文已经描述和举例说明了本发明的优选实施方案，但应该理解的是，上述优选实施方案是本发明的代表性例子并且不认为是限制性的。可以在不偏离本发明的实质和范围的情况下进行添加、省略、替代和其它修改。因此，本发明并不局限于前述说明书，而仅受限于所附的权利要求的范围。

图1



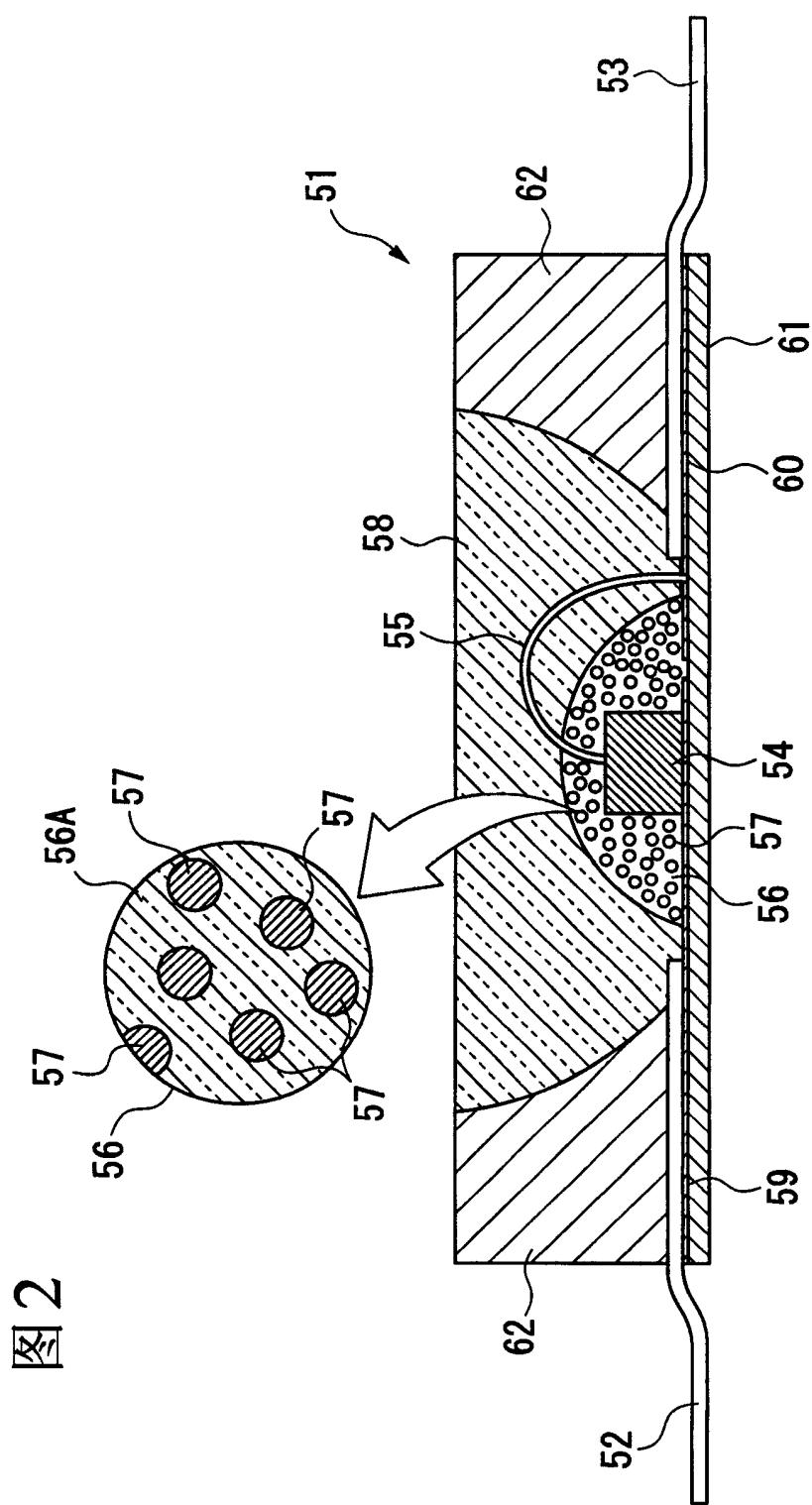


图 3

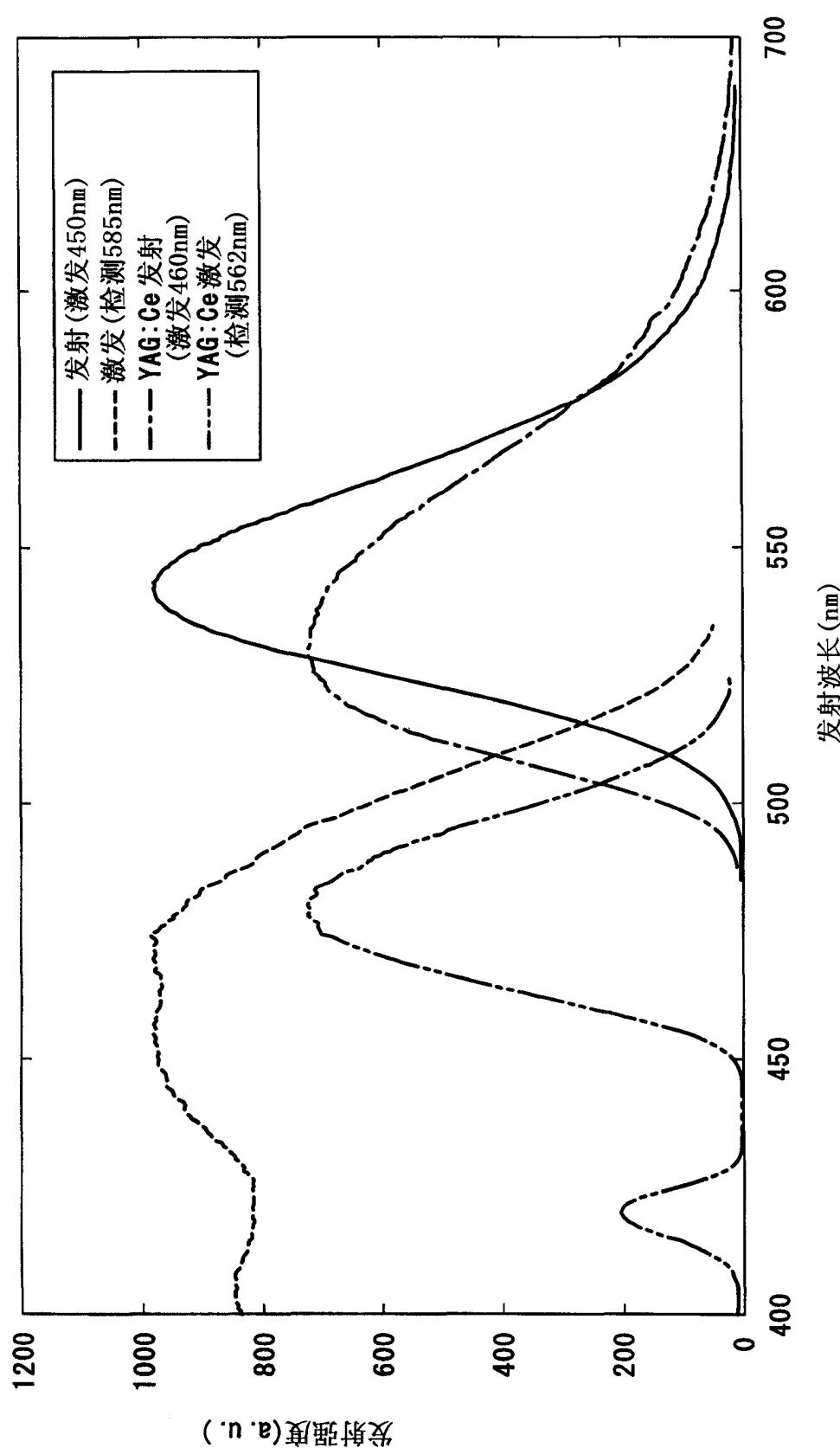


图4

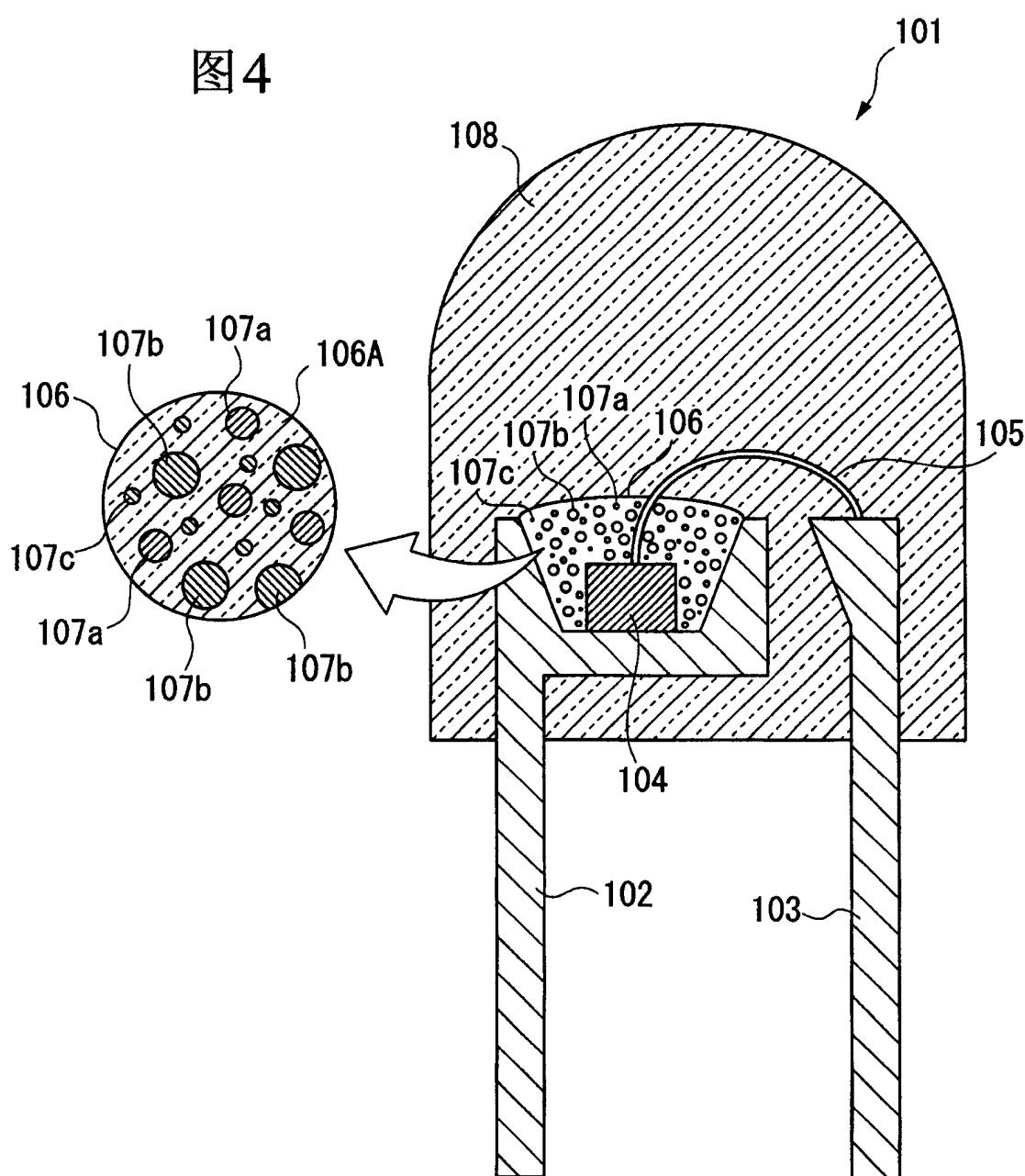
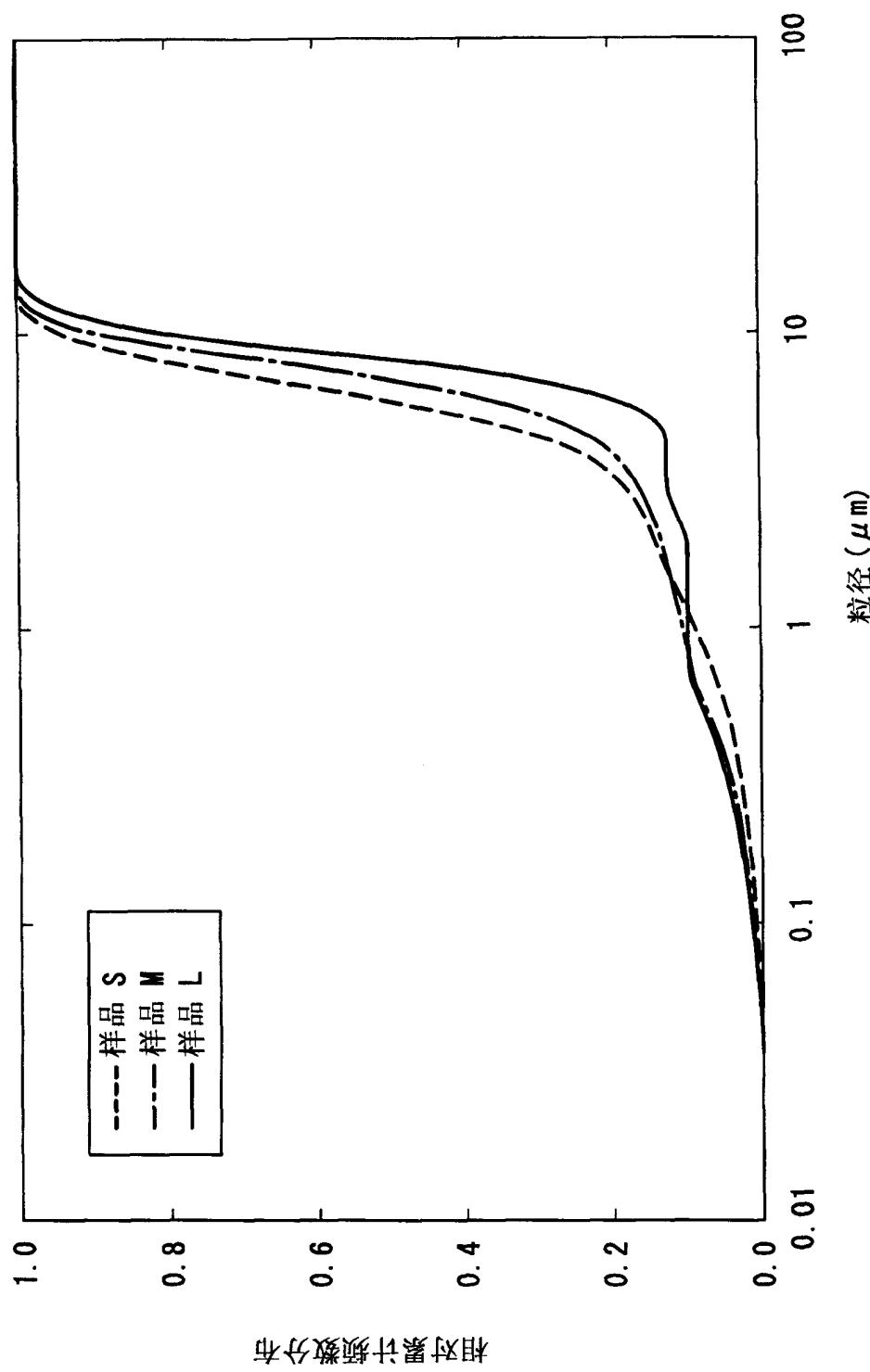


图 5



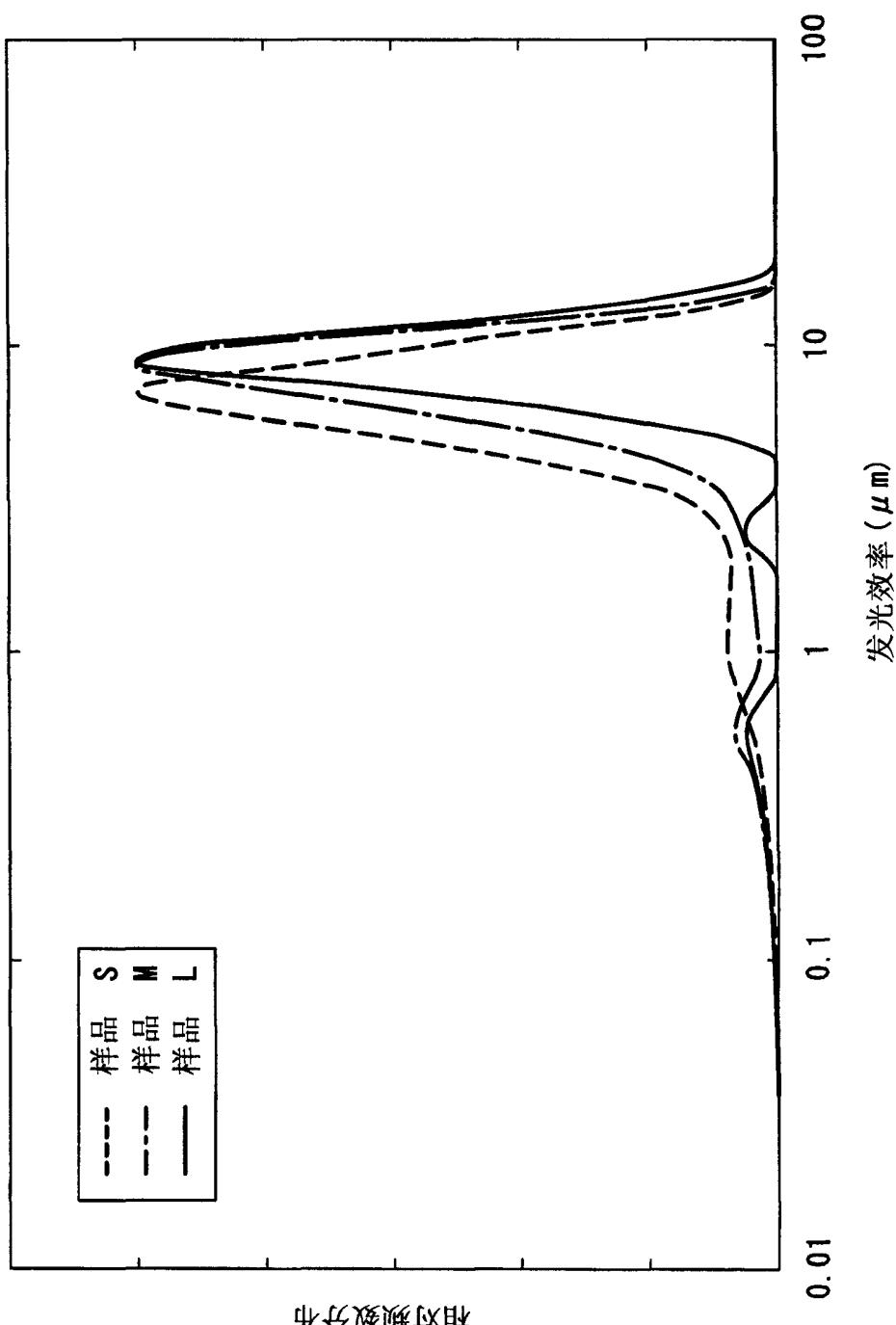
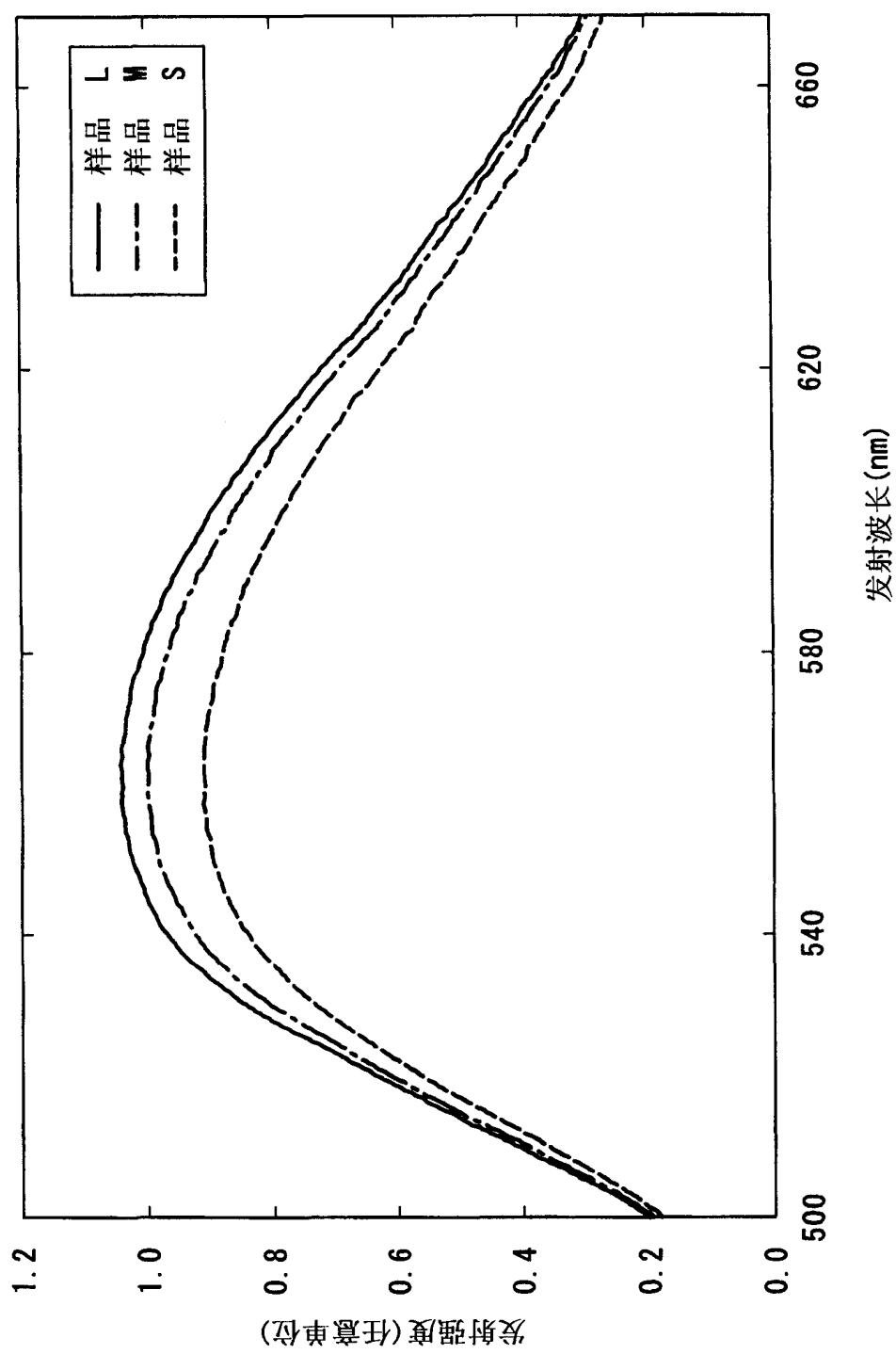


图6

图7



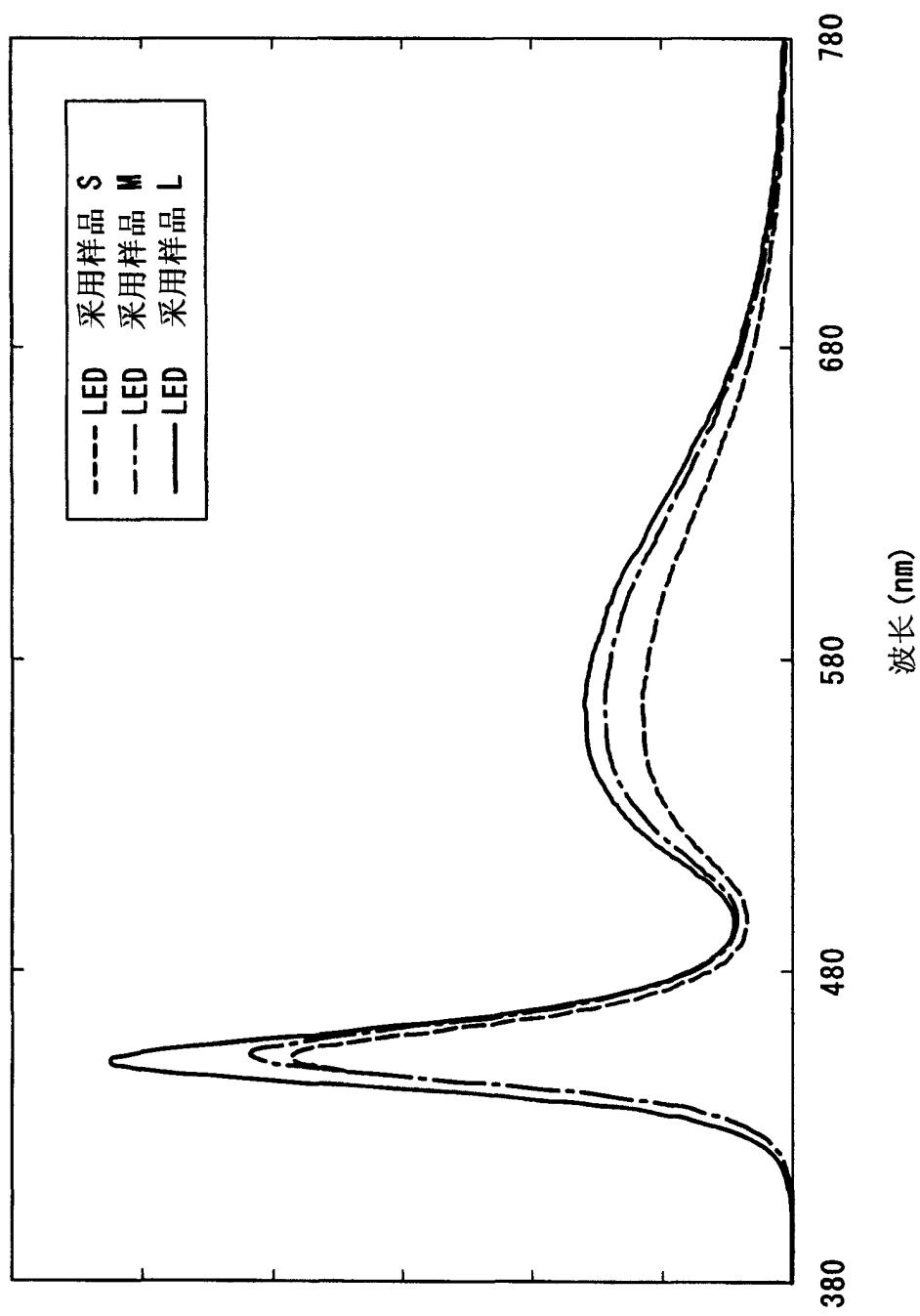


图8

发射强度(任意强度)

图9

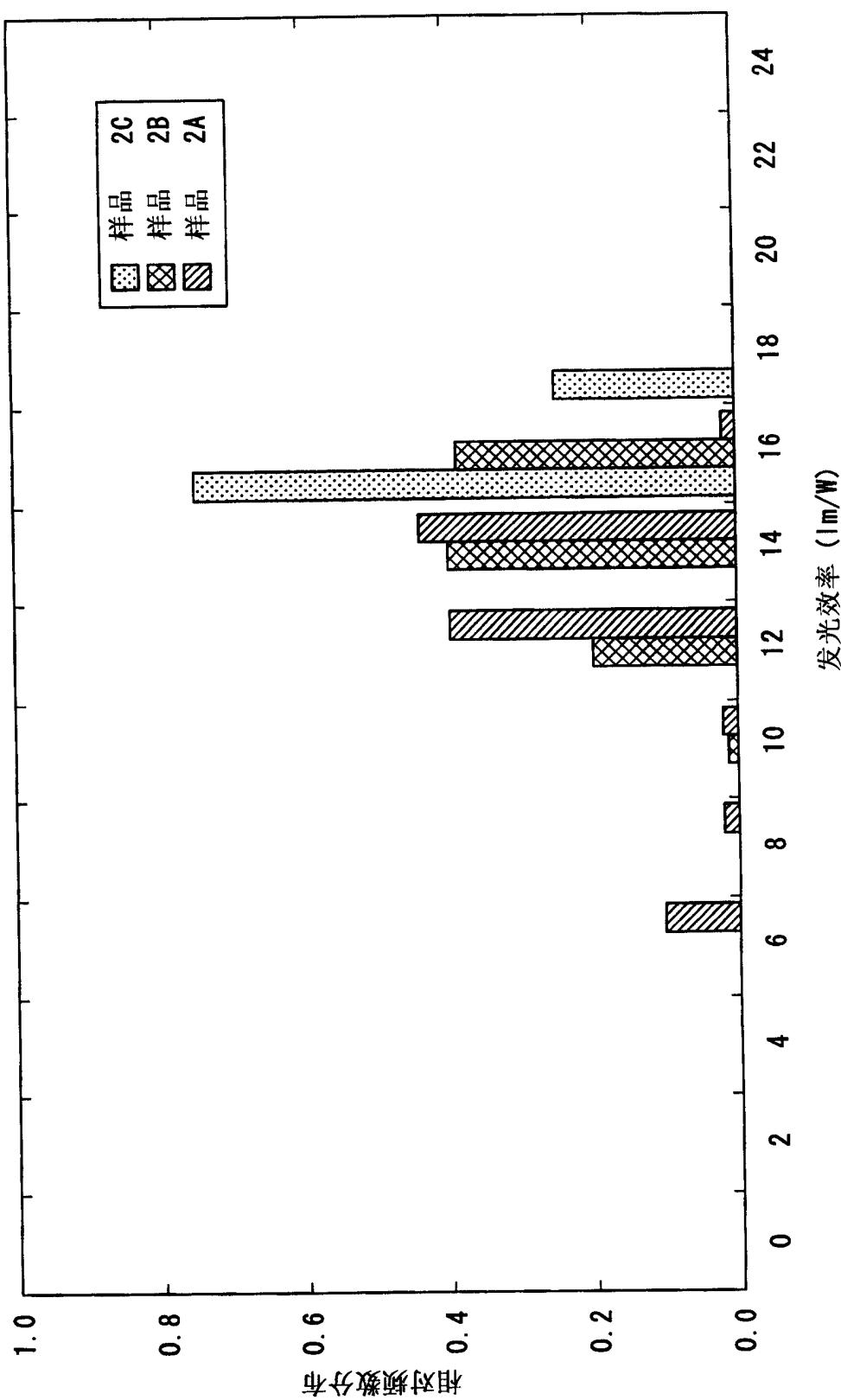


图 10

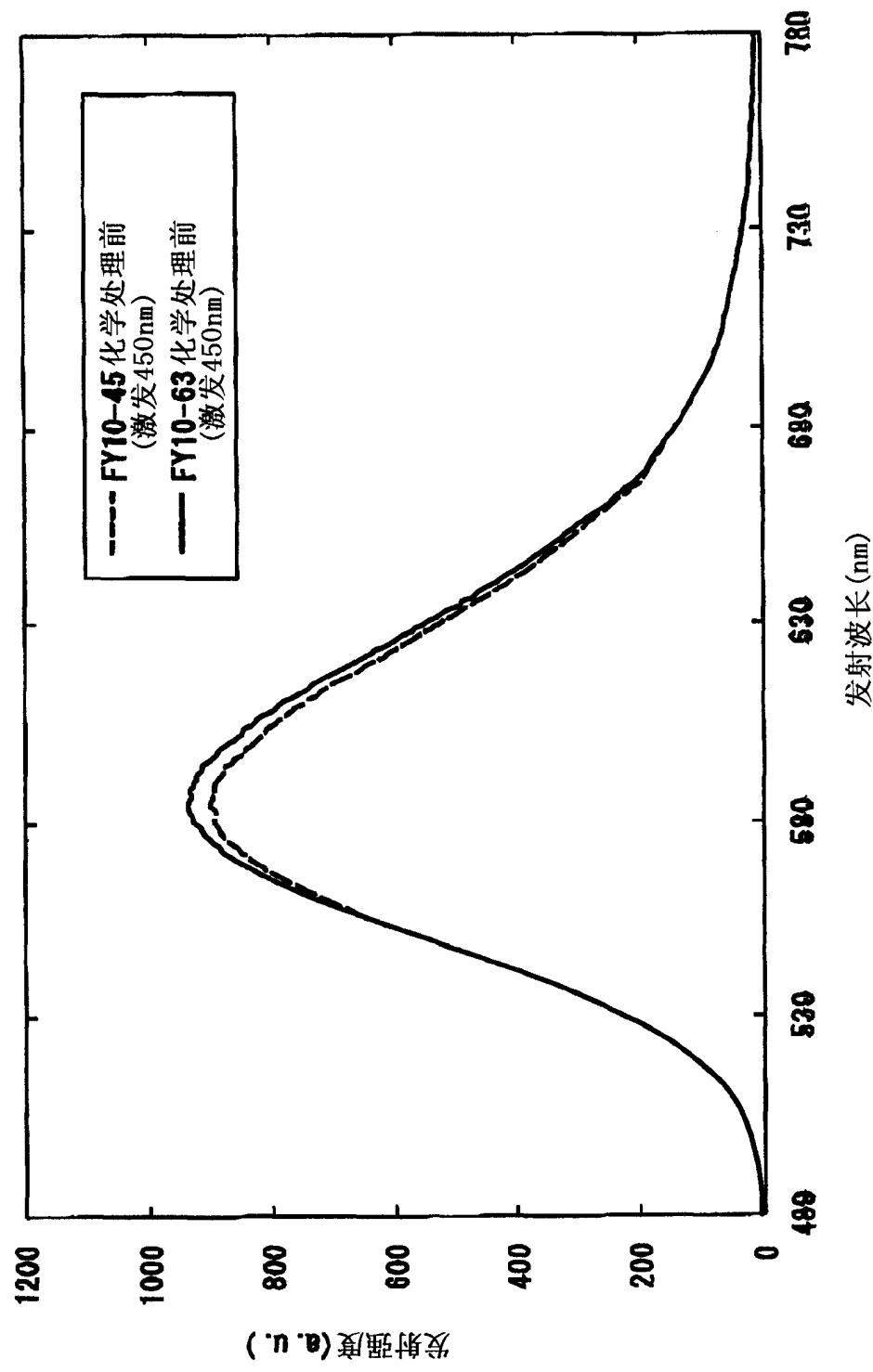


图 11

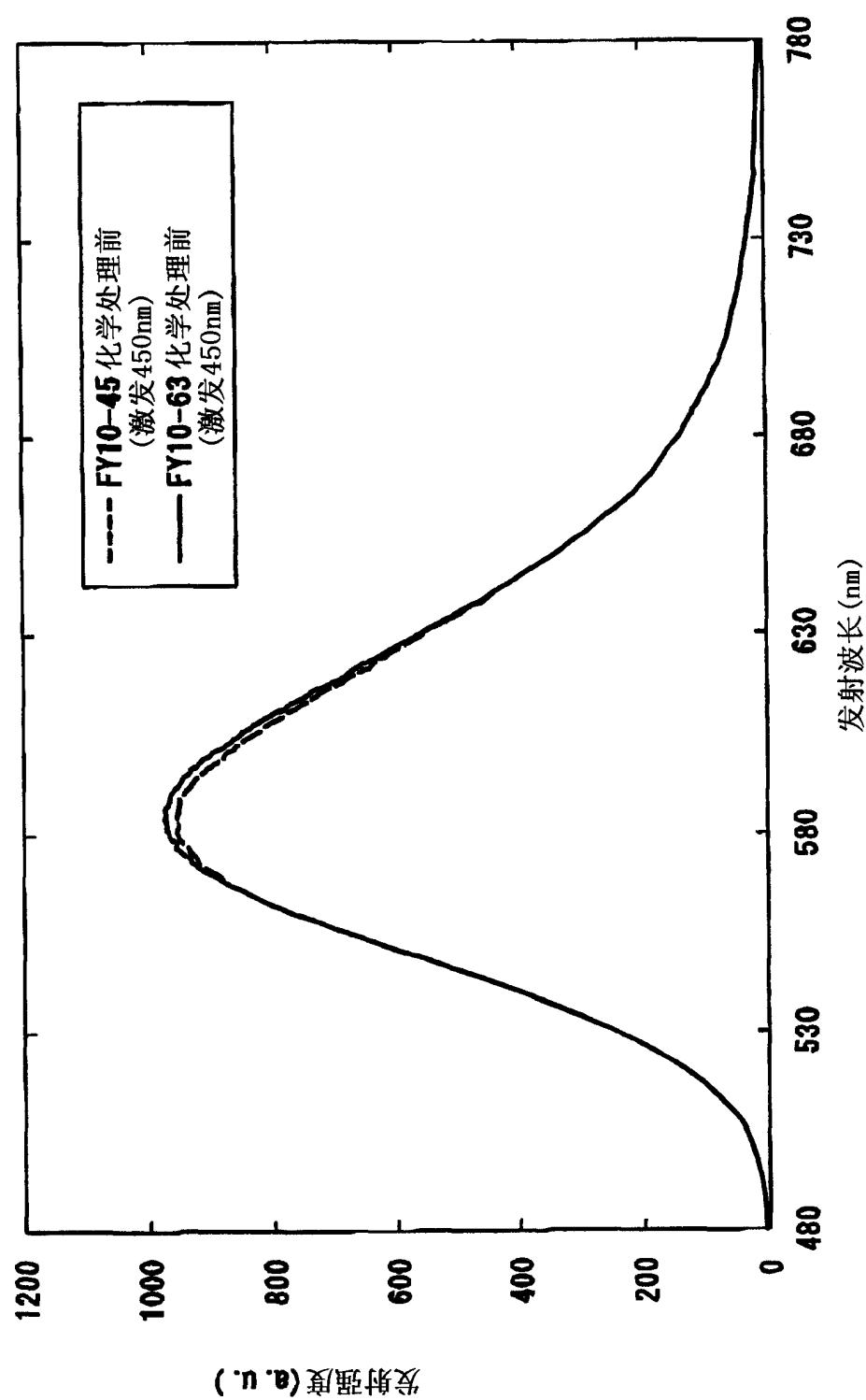


图12

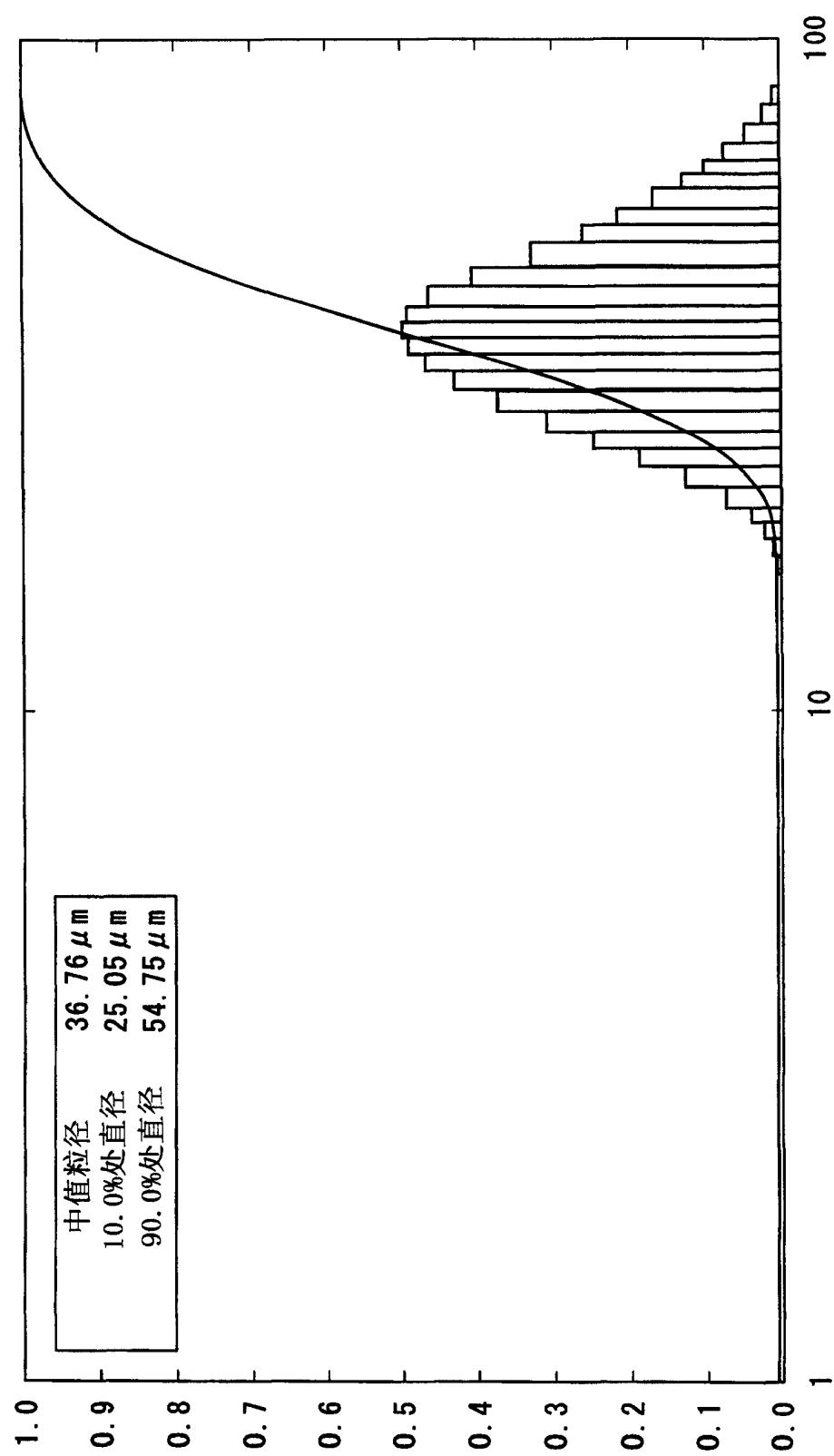
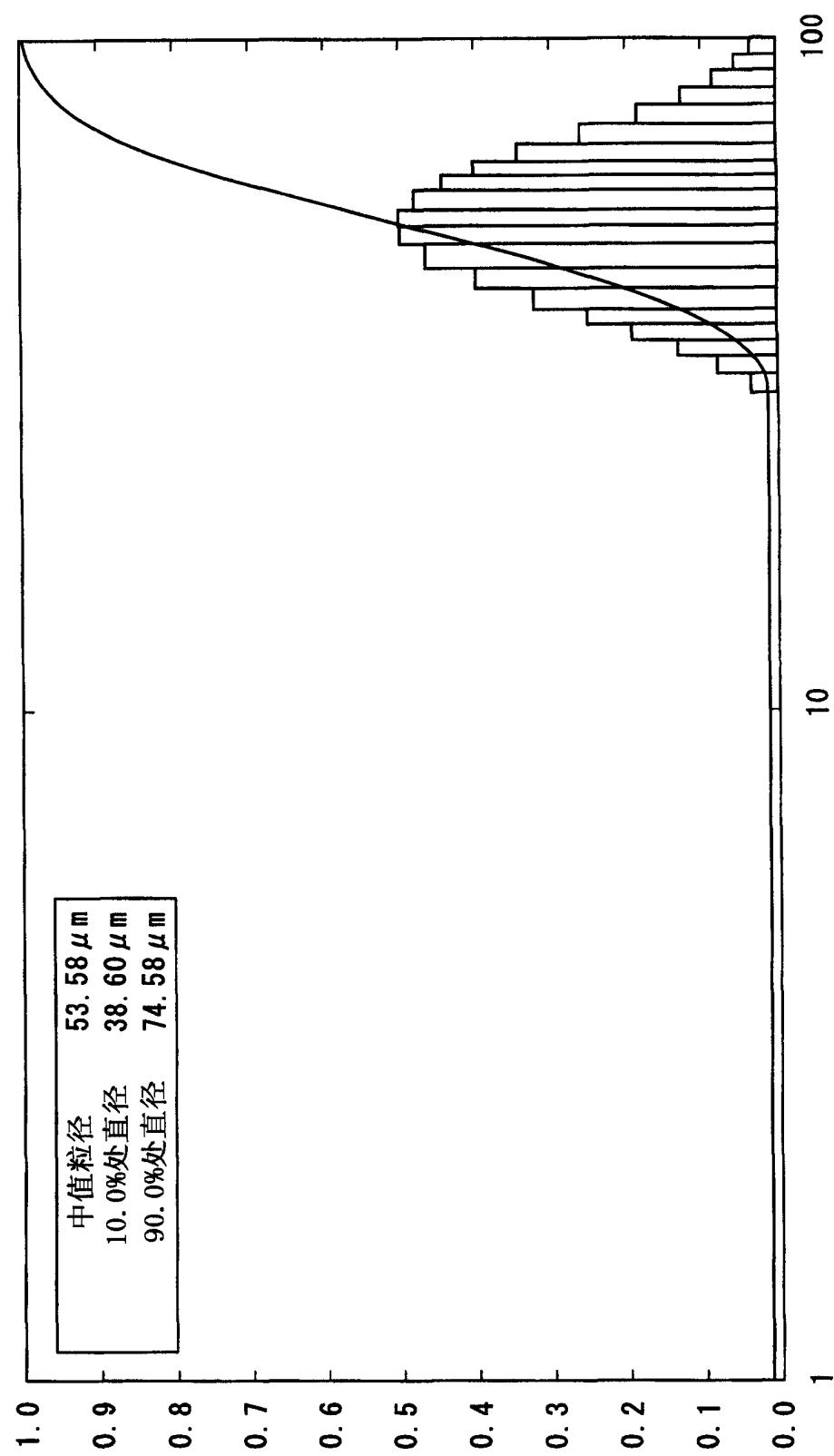


图13



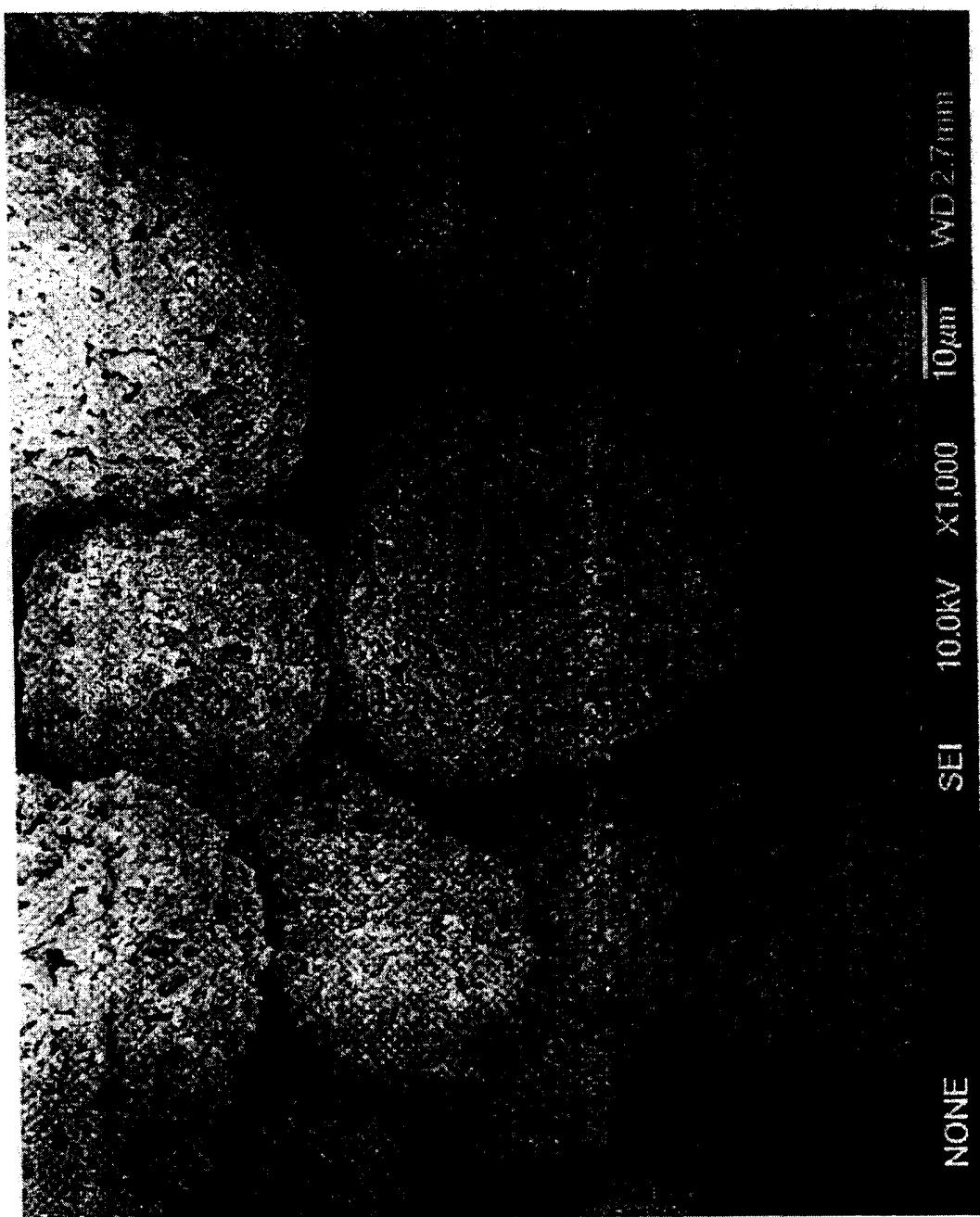


图14

图15

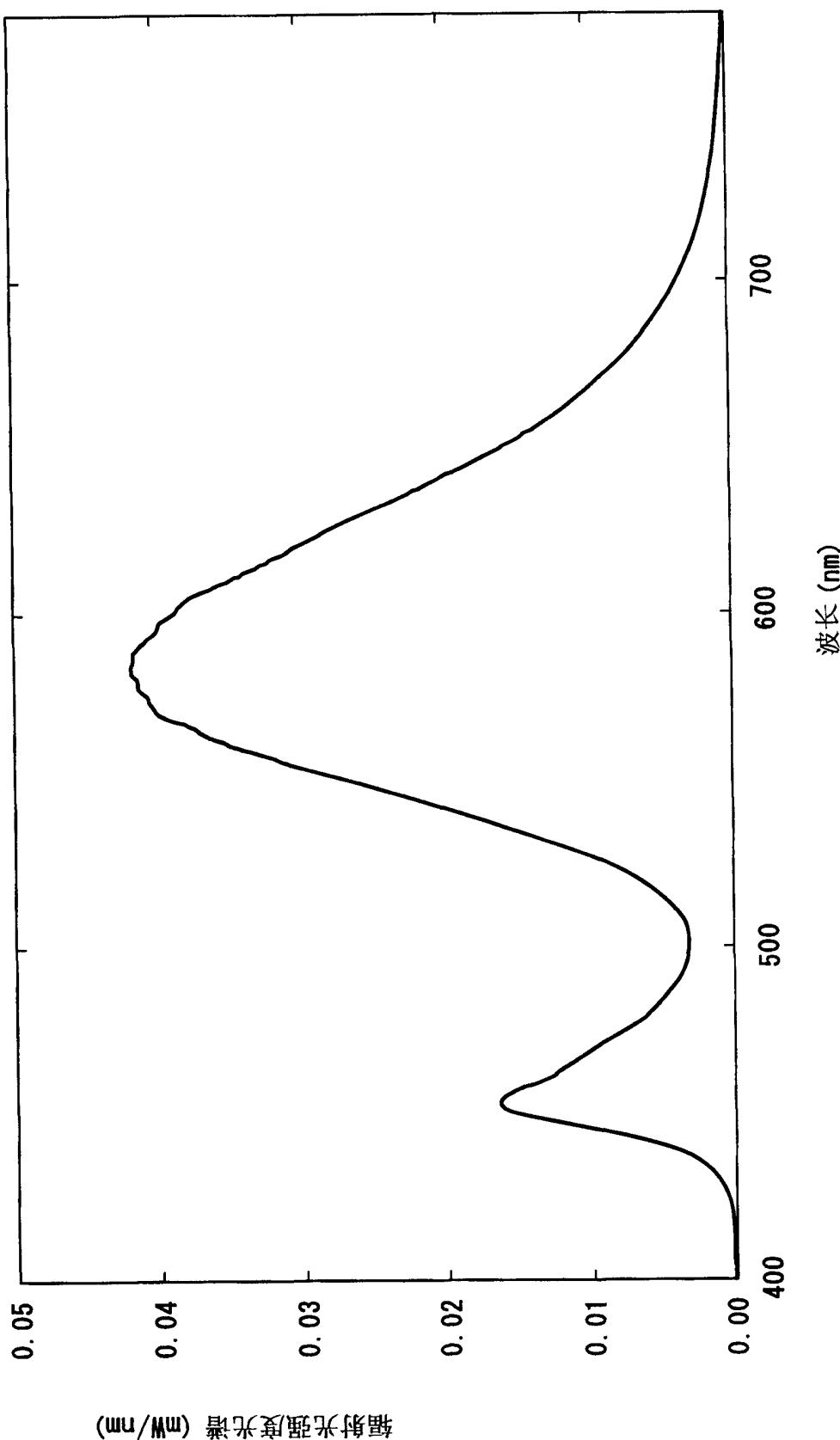


图16

