



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0031103
(43) 공개일자 2020년03월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G02B 5/20 (2006.01) C09K 11/66 (2006.01)
H01L 33/50 (2010.01)
(52) CPC특허분류
G02B 5/20 (2013.01)
C09K 11/66 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-7001741
(22) 출원일자(국제) 2018년07월26일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2020년01월17일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2018/028064
(87) 국제공개번호 WO 2019/022194
국제공개일자 2019년01월31일
(30) 우선권주장
JP-P-2017-146318 2017년07월28일 일본(JP)

(71) 출원인
수미토모 케미칼 컴퍼니 리미티드
일본 도쿄도 주오구 신가와 2초메 27-1
(72) 발명자
나이토 쇼타
일본 이바라키켄 츠쿠바시 기타하라 6반 수미토모
케미칼 컴퍼니 리미티드 내
마세 겐타로
일본 오사카후 오사카시 고노하나구 가스가테나카
3초메 1반 98고 수미토모 케미칼 컴퍼니 리미티드
내
(74) 대리인
특허법인태평양

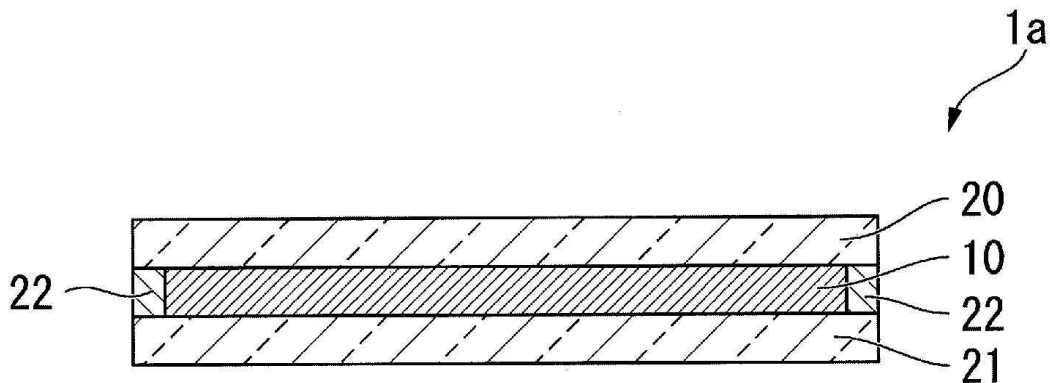
전체 청구항 수 : 총 22 항

(54) 발명의 명칭 **조성물, 필름, 적층 구조체, 발광 장치 및 디스플레이**

(57) 요약

본 발명은 하기 (1) 성분과 하기 (2) 성분을 포함하는 발광성을 가지는 조성물에 관한 것이다. (1) 성분은 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물이고, (2) 성분은 비표면적이 $0.01\text{m}^2/\text{g}$ 이상, $150\text{m}^2/\text{g}$ 이하인 무기 미립자이며, A는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 6면체의 각 정점에 위치하는 성분으로서, 1가의 양이온이며, X는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 8면체의 각 정점에 위치하는 성분을 나타내고, 할로겐화물 이온 및 티오시안산 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 음이온이며, B는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, A를 정점에 배치하는 6면체 및 X를 정점에 배치하는 8면체의 중심에 위치하는 성분으로서, 금속 이온이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

H01L 33/50 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

하기 (1) 성분과, 하기 (2) 성분을 포함하는 발광성을 가지는 조성물.

(1) 성분: A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물

(A는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 6면체의 각 정점에 위치하는 성분으로서, 1가의 양이온이다.

X는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 8면체의 각 정점에 위치하는 성분을 나타내고, 할로겐화물 이온 및 티오시안산 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 음이온이다.

B는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, A를 정점에 배치하는 6면체 및 X를 정점에 배치하는 8면체의 중심에 위치하는 성분으로서, 금속 이온이다.)

(2) 성분: 비표면적이 $0.01\text{m}^2/\text{g}$ 이상 $150\text{m}^2/\text{g}$ 이하인 무기 미립자

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 무기 미립자의 비표면적이 $0.1\text{m}^2/\text{g}$ 이상 $70\text{m}^2/\text{g}$ 이하인 조성물.

청구항 3

청구항 2에 있어서,

상기 무기 미립자의 비표면적이 $0.4\text{m}^2/\text{g}$ 이상 $10\text{m}^2/\text{g}$ 이하인 조성물.

청구항 4

청구항 1 내지 청구항 3 중 어느 한 항에 있어서,

상기 무기 미립자의 평균 입경이 100nm 이상 $100\mu\text{m}$ 이하인 조성물.

청구항 5

청구항 4에 있어서,

상기 무기 미립자의 평균 입경이 150nm 이상 $30\mu\text{m}$ 이하인 조성물.

청구항 6

청구항 5에 있어서,

상기 무기 미립자의 평균 입경이 170nm 이상 $5\mu\text{m}$ 이하인 조성물.

청구항 7

청구항 1 내지 청구항 6 중 어느 한 항에 있어서,

상기 (2) 성분이 산화물의 무기 미립자인 조성물.

청구항 8

청구항 1 내지 청구항 7 중 어느 한 항에 있어서,

상기 (2) 성분이 결정성의 무기 미립자인 조성물.

청구항 9

청구항 8에 있어서,

상기 산화물이 산화 알루미늄, 산화 아연 및 산화 니오브로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 조성물.

청구항 10

청구항 8에 있어서,

상기 산화물이 산화 알루미늄 및 산화 니오브로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 조성물.

청구항 11

청구항 8에 있어서,

상기 산화물이 산화 니오브인 조성물.

청구항 12

청구항 1 내지 청구항 11 중 어느 한 항에 있어서,

상기 (1) 성분이 3차원 구조를 가지는 페로브스카이트 화합물인 조성물.

청구항 13

청구항 1 내지 청구항 12 중 어느 한 항에 있어서,

상기 (1) 성분이 A 성분으로서 세슘 이온을 포함하는 페로브스카이트 화합물인 조성물.

청구항 14

청구항 1 내지 청구항 13 중 어느 한 항에 있어서,

추가로, 하기 (3) 성분 및 하기 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는 조성물.

(3) 성분: 용매

(4) 성분: 중합성 화합물 또는 그의 중합체

청구항 15

청구항 1 내지 청구항 13 중 어느 한 항에 있어서,

추가로, 하기 (4') 성분을 포함하고, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 상기 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상인 조성물.

(4') 성분: 중합체

청구항 16

청구항 1 내지 청구항 15 중 어느 한 항에 있어서,

추가로, 하기 (5) 성분을 포함하는 조성물.

(5) 성분: 암모니아, 아민 및 카르복시산, 및 이들의 염 또는 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종

청구항 17

청구항 1 내지 청구항 16 중 어느 한 항에 있어서,

추가로, 하기 (6) 성분을 포함하는 조성물.

(6) 성분: 실라잔 또는 그의 개질체

청구항 18

청구항 17에 있어서,
상기 (6) 성분이 폴리실라잔 또는 그의 개질체인 조성물.

청구항 19

청구항 15에 기재된 조성물로 이루어진 필름.

청구항 20

청구항 19에 기재된 필름을 포함하는 적층 구조체.

청구항 21

청구항 20에 기재된 적층 구조체를 구비하는 발광 장치.

청구항 22

청구항 20에 기재된 적층 구조체를 구비하는 디스플레이.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 조성물, 필름, 적층 구조체, 발광 장치 및 디스플레이에 관한 것이다.

[0002] 본 출원은 2017년 7월 28일에 일본에 출원된 특원 2017-146318호에 근거하여 우선권을 주장하고, 그 내용을 여기에 원용한다.

배경 기술

[0003] 청색 LED와 발광성을 가지는 조성물을 구비하는 LED 백라이트가 개발되고 있다. 근래, 상기 조성물에 포함되는 발광성을 가지는 화합물로서 페로브스카이트 화합물에 대한 관심이 높아지고 있다(비특허문헌 1).

선행기술문헌

비특허문헌

[0004] (비특허문헌 0001) L. Protesescu, S. Yakunin, M. I. Bodnarchuk, F. Krieg, R. Caputo, C. H. Hendon, R. X. Yang, A. Walsh, and M. V. Kovalenko, Nano Letters, 15, p.3692-3696 (2015)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 그렇지만, 상기 비특허문헌 1에 기재된 바와 같은 페로브스카이트 화합물을 포함하는 조성물은 발광 재료로서 산업 분야에서 응용됨에 있어서, 추가적인 양자 수율의 향상이 요구되고 있다.

[0006] 본 발명은 상기 과제를 감안하여 이루어진 것으로서, 페로브스카이트 화합물을 포함하는 양자 수율이 높은 조성물, 및 상기 조성물을 이용한 필름, 적층 구조체, 발광 장치 및 디스플레이를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 과제를 해결하기 위해서, 본 발명자들은 열심히 검토한 결과, 페로브스카이트 화합물과, 비표면적이 0.01 m²/g 이상 150m²/g 이하인 무기 미립자를 포함하는 조성물은 양자 수율이 높은 것을 알아냈다.

[0008] 즉, 본 발명의 실시형태는 하기 [1]~[22]의 발명을 포함한다.

- [0009] [1] 하기 (1) 성분과, 하기 (2) 성분을 포함하는 발광성을 가지는 조성물.
- [0010] (1) 성분: A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물
- [0011] (A는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 6면체의 각 정점에 위치하는 성분으로서, 1가의 양이온이다.
- [0012] X는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 8면체의 각 정점에 위치하는 성분을 나타내고, 할로겐화물 이온 및 티오시안산 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 음이온이다.
- [0013] B는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, A를 정점에 배치하는 6면체 및 X를 정점에 배치하는 8면체의 중심에 위치하는 성분으로서, 금속 이온이다.)
- [0014] (2) 성분: 비표면적이 $0.01\text{m}^2/\text{g}$ 이상 $150\text{m}^2/\text{g}$ 이하인 무기 미립자
- [0015] [2] 상기 무기 미립자의 비표면적이 $0.1\text{m}^2/\text{g}$ 이상 $70\text{m}^2/\text{g}$ 이하인 [1]에 기재된 조성물.
- [0016] [3] 상기 무기 미립자의 비표면적이 $0.4\text{m}^2/\text{g}$ 이상 $10\text{m}^2/\text{g}$ 이하인 [2]에 기재된 조성물.
- [0017] [4] 상기 무기 미립자의 평균 입경이 100nm 이상 $100\mu\text{m}$ 이하인 [1]~[3] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0018] [5] 상기 무기 미립자의 평균 입경이 150nm 이상 $30\mu\text{m}$ 이하인 [4]에 기재된 조성물.
- [0019] [6] 상기 무기 미립자의 평균 입경이 170nm 이상 $5\mu\text{m}$ 이하인 [5]에 기재된 조성물.
- [0020] [7] 상기 (2) 성분이 산화물의 무기 미립자인 [1]~[6] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0021] [8] 상기 (2) 성분이 결정성의 무기 미립자인 [1]~[7] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0022] [9] 상기 산화물이 산화 알루미늄, 산화 아연 및 산화 니오브로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 [8]에 기재된 조성물.
- [0023] [10] 상기 산화물이 산화 알루미늄 및 산화 니오브로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 [8]에 기재된 조성물.
- [0024] [11] 상기 산화물이 산화 니오브인 [8]에 기재된 조성물.
- [0025] [12] 상기 (1) 성분이 3차원 구조를 가지는 페로브스카이트 화합물인 [1]~[11] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0026] [13] 상기 (1) 성분이 A 성분으로서 세슘 이온을 포함하는 페로브스카이트 화합물인 [1]~[12] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0027] [14] 추가로, 하기 (3) 성분 및 하기 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는, [1]~[13] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0028] (3) 성분: 용매
- [0029] (4) 성분: 중합성 화합물 또는 그의 중합체
- [0030] [15] 추가로, 하기 (4') 성분을 포함하고, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 상기 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상인 [1]~[13] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0031] (4') 성분: 중합체
- [0032] [16] 추가로, 하기 (5) 성분을 포함하고, [1]~[15] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0033] (5) 성분: 암모니아, 아민 및 카르복시산, 및 이들의 염 또는 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종
- [0034] [17] 추가로, 하기 (6) 성분을 포함하는, [1]~[16] 중 어느 하나에 기재된 조성물.
- [0035] (6) 성분: 실라잔 또는 그의 개질체
- [0036] [18] 상기 (6) 성분이 폴리실라잔 또는 그의 개질체인 [17]에 기재된 조성물.
- [0037] [19] [15]에 기재된 조성물로 이루어진 필름.

- [0038] [20] [19]에 기재된 필름을 포함하는 적층 구조체.
- [0039] [21] [20]에 기재된 적층 구조체를 구비하는 발광 장치.
- [0040] [22] [20]에 기재된 적층 구조체를 구비하는 디스플레이.

발명의 효과

- [0041] 본 발명에 따르면, 페로브스카이트 화합물을 포함하는 양자 수율이 높은 조성물, 및 상기 조성물을 이용한 필름, 적층 구조체, 발광 장치 및 디스플레이를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0042] 도 1은 본 발명에 관한 적층 구조체의 일 실시형태를 나타내는 단면도이다.
- 도 2는 본 발명에 관한 디스플레이의 일 실시형태를 나타내는 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0043] <조성물>
- [0044] 본 실시형태의 조성물은 발광성을 갖는다. 「조성물의 발광성」이란, 조성물이 광을 발하는 성질을 가리킨다. 조성물은 여기 에너지를 흡수함으로써 발광하는 성질을 가지는 것이 바람직하고, 여기광에 의한 여기에 의해 발광하는 성질인 것이 보다 바람직하다. 여기광의 파장은, 예를 들면, 200nm 이상 800nm 이하이어도 되고, 250nm 이상 750nm 이하이어도 되며, 300nm 이상 700nm 이하이어도 된다.
- [0045] 본 실시형태의 조성물은 하기 (1) 성분과, 하기 (2) 성분을 포함한다.
- [0046] (1) 성분: A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물. 이하, 「(1) 성분」이라고 기재한다.
- [0047] A는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 6면체의 각 정점에 위치하는 성분으로서, 1가의 양이온이다.
- [0048] X는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 8면체의 각 정점에 위치하는 성분을 나타내고, 할로겐화물 이온 및 티오시안산 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 음이온이다.
- [0049] B는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, A를 정점에 배치하는 6면체 및 X를 정점에 배치하는 8면체의 중심에 위치하는 성분으로서, 금속 이온이다.
- [0050] (2) 성분: 비표면적이 0.01m²/g 이상 150m²/g 이하인 무기 미립자. 이하, 「(2) 성분」이라고 기재한다.
- [0051] 본 실시형태의 조성물은 (2) 성분을 함유함으로써, 페로브스카이트 화합물을 열화시키는 것 없이, 조성물 중을 통과하는 광을 효율적으로 페로브스카이트 화합물이 흡수하고, 나아가 페로브스카이트 화합물의 결함 사이트 수를 감소시켜, 여기한 전자가 결함 사이트에 트랩하는 확률을 감소시킴으로써, 광의 흡수 효율 및 양자 수율이 향상된다고 생각된다.
- [0052] 본 실시형태의 조성물은, 추가로, 하기 (3) 성분 및 하기 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0053] (3) 성분: 용매. 이하, 「(3) 성분」이라고 기재한다.
- [0054] (4) 성분: 중합성 화합물 또는 그의 중합체. 이하, 「(4) 성분」이라고 기재한다.
- [0055] 본 실시형태에 있어서, (1) 성분은 (3) 성분 및 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종에 분산되어 있는 것이 바람직하다.
- [0056] 본 실시형태의 조성물은, 추가로 하기 (5) 성분을 포함하고 있어도 된다.
- [0057] (5) 성분: 암모니아, 아민 및 카르복시산, 및 이들의 염 또는 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물 또는 이온. 이하 「(5) 성분」이라고 기재한다.
- [0058] 본 실시형태의 조성물은, 추가로 하기 (6) 성분을 포함하고 있어도 된다.
- [0059] (6) 성분: 실라잔 또는 그의 개질체.

- [0060] 본 명세서에 있어서, 「실라잔의 개질체」란, 실라잔이 개질 처리됨으로써 생성되는 화합물을 의미한다. 개질 처리 방법에 대해서는 후술한다.
- [0061] 본 실시형태의 조성물은 상술의 (1) 성분~(6) 성분 이외의 그 외의 성분을 가지고 있어도 된다.
- [0062] 그 외의 성분으로는, 예를 들면, 약간의 불순물 및 페로브스카이트 화합물을 구성하는 원소 성분으로 이루어진 아모퍼스 구조를 가지는 화합물, 중합 개시제를 들 수 있다.
- [0063] 그 외의 성분의 함유 비율은 조성물의 총 질량에 대해서 10질량% 이하인 것이 바람직하고, 5질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 1질량% 이하인 것이 더욱 바람직하고, 0질량%인 것이 특히 바람직하다.
- [0064] 본 실시형태의 조성물은, 추가로 하기 (4') 성분을 포함하고, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 상기 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상인 것이 바람직하다.
- [0065] (4') 성분: 중합체.
- [0066] 본 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분은 (4') 성분에 분산되어 있는 것이 바람직하다.
- [0067] 본 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율은 상기 조성물의 총 질량에 대해서 95질량% 이상이어도 되고, 99질량% 이상이어도 되며, 100질량%이어도 된다.
- [0068] 본 실시형태의 조성물은, 추가로 상기 (5) 성분 및 상기 (6) 성분 중 어느 한쪽 또는 양쪽을 포함하고 있어도 된다. (1) 성분, (2) 성분, (4') 성분, (5) 성분 및 (6) 성분 이외의 성분으로는, 상술의 그 외의 성분과 동일한 성분을 들 수 있다.
- [0069] (1) 성분 및 (2) 성분을 필수 구성으로 하고, 추가로, (3) 성분 및 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니다. 본 실시형태의 조성물에 있어서는, 페로브스카이트 화합물을 응집시키기 어렵게 하는 관점, 및 농도 소광을 막는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 하기의 범위가 바람직하다.
- [0070] 구체적으로는, 50질량% 이하인 것이 바람직하고, 1질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 0.5질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 양호한 양자 수율을 얻는 관점에서, 0.0001질량% 이상인 것이 바람직하고, 0.0005질량% 이상인 것이 보다 바람직하며, 0.001질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다.
- [0071] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.
- [0072] 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 통상 0.0001질량% 이상 50질량% 이하이다.
- [0073] 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 0.0001질량% 이상 1질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.0005질량% 이상 1질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 0.001질량% 이상 0.5질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.
- [0074] 본 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율이 상기 범위 내인 조성물은 (1) 성분의 응집이 생기기 어렵고, 높은 발광성을 발휘하는 점에서 바람직하다.
- [0075] (1) 성분 및 (2) 성분을 필수 구성으로 하고, 추가로, (3) 성분 및 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니다. 본 실시형태의 조성물에 있어서는, 높은 양자 수율을 얻을 수 있는 관점 및 높은 흡수율을 얻을 수 있는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 하기의 범위가 바람직하다.
- [0076] 구체적으로는, 30질량% 이하인 것이 바람직하고, 20질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 10질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 높은 양자 수율을 얻을 수 있는 관점 및 높은 흡수율을 얻을 수 있는 관점에서, 0.01질량% 이상인 것이 바람직하고, 0.1질량% 이상인 것이 보다 바람직하며, 0.5질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다.
- [0077] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.
- [0078] 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 통상 0.01질량% 이상 30질량% 이하이다.
- [0079] 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 0.1질량% 이상 20질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.5질량% 이상 10질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 1질량% 이상 8질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.

- [0080] 본 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율이 상기 범위 내인 조성물은 높은 양자 수율을 얻을 수 있는 관점 및 높은 흡수율을 얻을 수 있는 관점에서 바람직하다.
- [0081] (1) 성분 및 (2) 성분을 필수 구성으로 하고, 추가로, (3) 성분 및 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니다. 본 실시형태에 있어서는, 페로브스카이트 화합물을 응집시키기 어렵게 하는 관점 및 농도 소광을 막는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 하기의 범위가 바람직하다.
- [0082] 구체적으로는, 60질량% 이하인 것이 바람직하고, 40질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 30질량% 이하인 것이 더욱 바람직하고, 20질량% 이하인 것이 특히 바람직하다. 또한, 양호한 양자 수율을 얻는 관점에서, 1질량% 이상인 것이 바람직하고, 3질량% 이상인 것이 보다 바람직하며, 4질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다.
- [0083] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.
- [0084] 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 통상 1질량% 이상 60질량% 이하이다.
- [0085] 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 2질량% 이상 40질량% 이하인 것이 바람직하고, 3질량% 이상 30질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 4질량% 이상 20질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.
- [0086] 본 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율이 상기 범위 내인 조성물은 (1) 성분의 응집이 생기기 어렵고, 발광성도 양호하게 발휘되는 점에서 바람직하다.
- [0087] (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 필수 구성으로서 포함하고, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 상기 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상인 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니다. 본 실시형태에 있어서는, (1) 성분을 응집시키기 어렵게 하는 관점 및 농도 소광을 막는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 50질량% 이하인 것이 바람직하고, 1질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 0.5질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 양호한 발광 강도를 얻는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 0.0001질량% 이상인 것이 바람직하고, 0.0005질량% 이상인 것이 보다 바람직하며, 0.001질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다.
- [0088] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.
- [0089] 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 통상 0.0001질량% 이상 50질량% 이하이다.
- [0090] 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율은 0.0001질량% 이상 1질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.0005질량% 이상 1질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 0.001질량% 이상 0.5질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.
- [0091] 본 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분의 함유 비율이 상기 범위 내인 조성물은 발광성이 양호하게 발휘되는 점에서 바람직하다.
- [0092] (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 필수 구성으로서 포함하고, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 상기 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상인 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니다. 본 실시형태에 있어서는, 높은 양자 수율을 얻을 수 있는 관점 및 높은 흡수율을 얻을 수 있는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 30질량% 이하인 것이 바람직하고, 20질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 10질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.
- [0093] 또한, 높은 양자 수율을 얻을 수 있는 관점 및 높은 흡수율을 얻을 수 있는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 0.01질량% 이상인 것이 바람직하고, 0.1질량% 이상인 것이 보다 바람직하며, 0.5질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다.
- [0094] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.
- [0095] 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 통상 0.01질량% 이상 30질량% 이하이다.
- [0096] 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율은 0.1질량% 이상 20질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.5질량% 이상 10질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 1질량% 이상 8질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.

- [0097] 본 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (2) 성분의 함유 비율이 상기 범위 내인 조성물은 높은 양자 수율을 얻을 수 있는 관점 및 높은 광 흡수율을 얻을 수 있는 관점에서 바람직하다.
- [0098] (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 필수 구성요소로서 포함하고, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 상기 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상인 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니다. 본 실시형태에 있어서는, (1) 성분을 응집시키기 어렵게 하는 관점 및 농도 소광을 막는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 60질량% 이하인 것이 바람직하고, 40질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 30질량% 이하인 것이 더욱 바람직하고, 20질량% 이하인 것이 특히 바람직하다. 또한, 양호한 양자 수율을 얻는 관점에서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 1질량% 이상인 것이 바람직하고, 2질량% 이상인 것이 보다 바람직하며, 4질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다.
- [0099] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.
- [0100] 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 통상 1질량% 이상 60질량% 이하이다.
- [0101] 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율은 2질량% 이상 40질량% 이하인 것이 바람직하고, 3질량% 이상 30질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 4질량% 이상 20질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.
- [0102] 본 실시형태의 조성물에 있어서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분 및 (2) 성분의 합계 함유 비율이 상기 범위 내인 조성물은 발광성이 양호하게 발휘되는 점에서 바람직하다.
- [0103] 이하, 본 발명에서의 조성물에 대하여 실시형태를 나타내어 설명한다.
- [0104] <<(1)성분>>
- [0105] (1) 성분은 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트형 결정 구조를 가지는 화합물이다(이하, 「페로브스카이트 화합물」이라고 기재함). 이하, (1) 성분에 대해 설명한다.
- [0106] 본 실시형태의 조성물에 포함되는 페로브스카이트 화합물은 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물이다.
- [0107] A는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 6면체의 각 정점에 위치하는 성분으로서, 1가의 양이온이다.
- [0108] X는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 8면체의 각 정점에 위치하는 성분을 나타내고, 할로겐화물 이온 및 티오시안산 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 음이온이다.
- [0109] B는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, A를 정점에 배치하는 6면체 및 X를 정점에 배치하는 8면체의 중심에 위치하는 성분으로서, 금속 이온이다.
- [0110] A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물로는, 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되지 않고, 3차원 구조, 2차원 구조, 의사(擬似) 2차원 구조 중 어느 구조를 가지는 화합물이어도 된다.
- [0111] 본 발명의 하나의 측면으로는, A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물로는, 3차원 구조를 가지는 화합물인 것이 바람직하다.
- [0112] 3차원 구조의 경우, 페로브스카이트 화합물의 조성식은 $ABX_{(3+\delta)}$ 로 표시된다.
- [0113] 2차원 구조의 경우, 페로브스카이트 화합물의 조성식은 $A_2BX_{(4+\delta)}$ 로 표시된다.
- [0114] 여기서, δ 는 B의 전하 밸런스에 따라 적절히 변경이 가능한 수이고, -0.7 이상 0.7 이하이며, 결정 구조를 안정시키는 관점에서, -0.3 이상 0.3 이하가 바람직하고, -0.1 이상 0.1 이하가 보다 바람직하며, 0이 더욱 바람직하다.
- [0115] 페로브스카이트 화합물은 하기 일반식 (1)로 나타내지는 페로브스카이트 화합물인 것이 바람직하다.
- [0116] $ABX_{(3+\delta)}$ ($-0.7 \leq \delta \leq 0.7$) ... (1)
- [0117] 상기 A는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, 상기 B를 중심으로 하는 6면체의 각 정점에 위치하는 성분으로서, 1가의 양이온이다.

[0118] 상기 X는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, 상기 B를 중심으로 하는 8면체의 각 정점에 위치하는 성분을 나타내고, 할로젠화물 이온 및 티오시안산 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 음이온이다.

[0119] 상기 B는 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서 상기 A를 정점에 배치하는 6면체 및 상기 X를 정점에 배치하는 8면체의 중심에 위치하는 성분으로서, 금속 이온이다.

[0120] [A]

[0121] 페로브스카이트 화합물 중, A는 상기 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 6면체의 각 정점에 위치하는 성분으로서, 1가의 양이온이다. 1가의 양이온으로는, 세슘 이온, 유기 암모늄 이온 또는 아미디늄 이온을 들 수 있다.

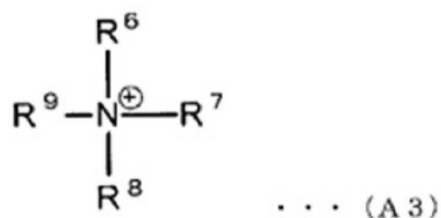
[0122] 페로브스카이트 화합물에 있어서, A가 세슘 이온, 탄소 원자수가 3 이하의 유기 암모늄 이온 또는 탄소 원자수가 3 이하인 아미디늄 이온인 경우, 일반적으로 페로브스카이트 화합물은 $ABX_{(3+\delta)}$ 로 나타내지는 3차원 구조를 갖는다.

[0123] 페로브스카이트 화합물 중의 A는 세슘 이온 또는 유기 암모늄 이온이 바람직하고, 세슘 이온이 보다 바람직하다.

[0124] 페로브스카이트 화합물 중의 A의 총 몰수를 100 몰%로 했을 때의 세슘 이온의 함유 비율은 10~130 몰%가 바람직하고, 70~120 몰%가 보다 바람직하다.

[0125] A의 유기 암모늄 이온으로서 구체적으로는, 하기 일반식 (A3)으로 나타내지는 양이온을 들 수 있다.

[0126] [화학적식 1]



[0127]

[0128] 일반식 (A3) 중, $R^6 \sim R^9$ 는 각각 독립적으로 수소 원자, 치환기로서 아미노기를 가지고 있어도 되는 알킬기 또는 치환기로서 알킬기 또는 아미노기를 가지고 있어도 되는 시클로알킬기를 나타낸다. 단, $R^6 \sim R^9$ 가 동시에 수소 원자가 되는 것은 아니다.

[0129] $R^6 \sim R^9$ 로 나타내지는 알킬기는 각각 독립적으로 직쇄상이어도, 분기쇄상이어도 되고, 치환기로서 아미노기를 가지고 있어도 된다.

[0130] $R^6 \sim R^9$ 가 알킬기인 경우, 탄소 원자수는 각각 독립적으로 통상 1~20이며, 1~4인 것이 바람직하고, 1~3인 것이 보다 바람직하며, 1인 것이 더욱 바람직하다.

[0131] $R^6 \sim R^9$ 로 나타내지는 시클로알킬기는 각각 독립적으로 치환기로서 알킬기를 가지고 있어도 되고, 아미노기를 가지고 있어도 된다.

[0132] $R^6 \sim R^9$ 로 나타내지는 시클로알킬기의 탄소 원자수는 각각 독립적으로 통상 3~30이며, 3~11인 것이 바람직하고, 3~8인 것이 보다 바람직하다. 탄소 원자수는 치환기의 탄소 원자수도 포함한다.

[0133] $R^6 \sim R^9$ 로 나타내지는 기로는, 각각 독립적으로 수소 원자 또는 알킬기인 것이 바람직하다.

[0134] 일반식 (A3)에 포함될 수 있는 알킬기 및 시클로알킬기의 수를 줄이는 것, 및 알킬기 및 시클로알킬기의 탄소 원자수를 작게 함으로써, 발광 강도가 높은 3차원 구조의 페로브스카이트형 결정 구조를 가지는 화합물을 얻을 수 있다.

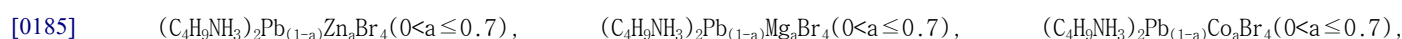
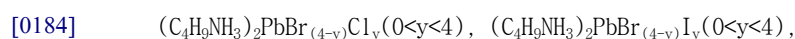
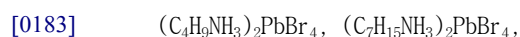
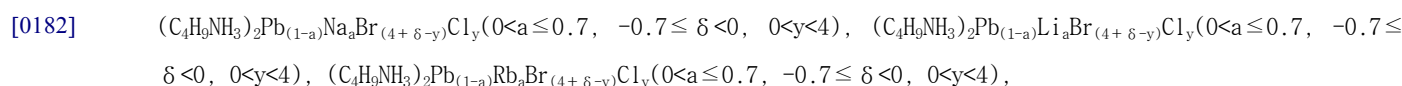
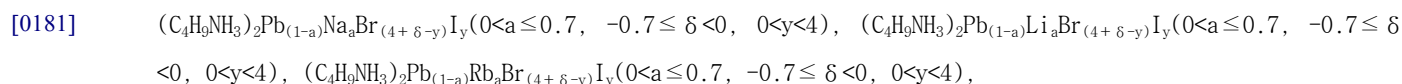
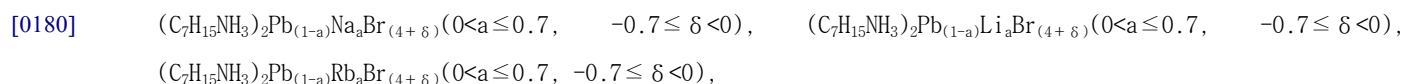
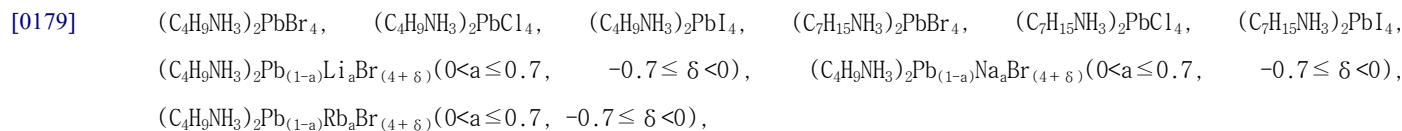
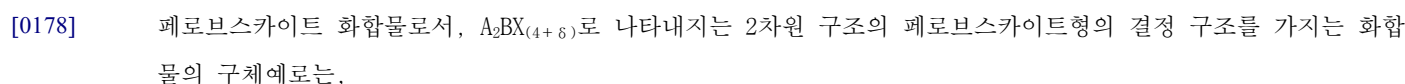
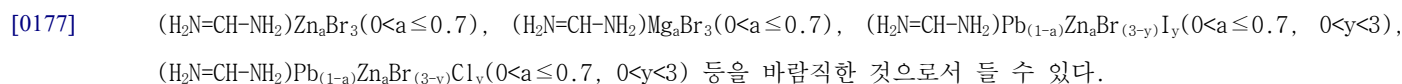
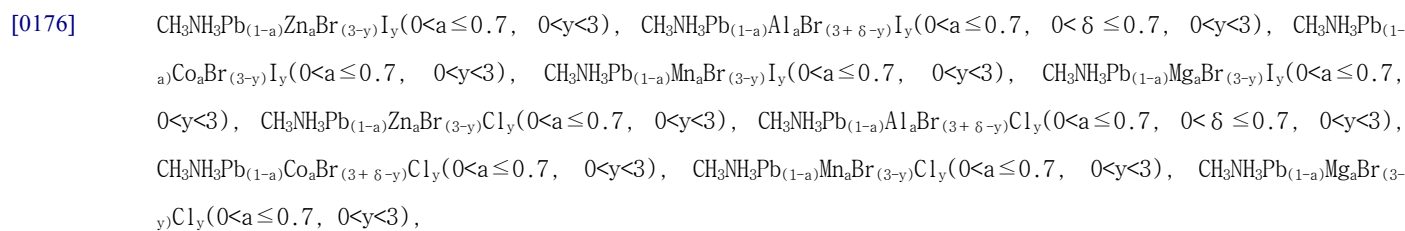
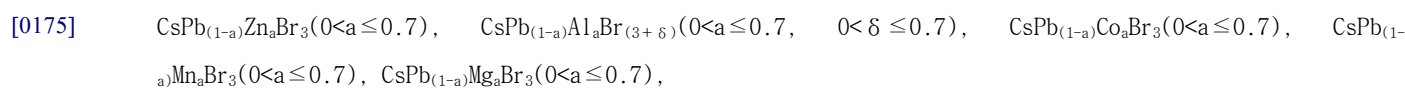
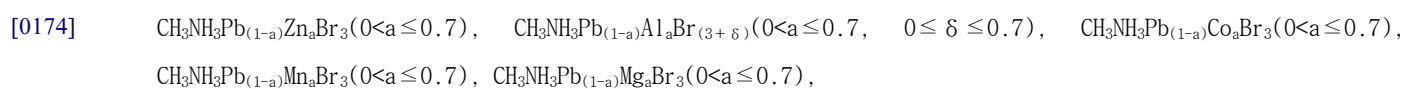
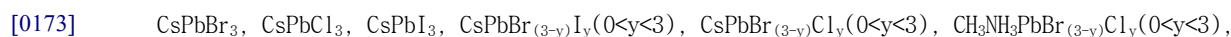
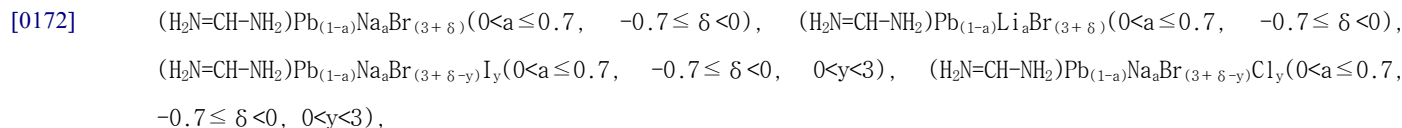
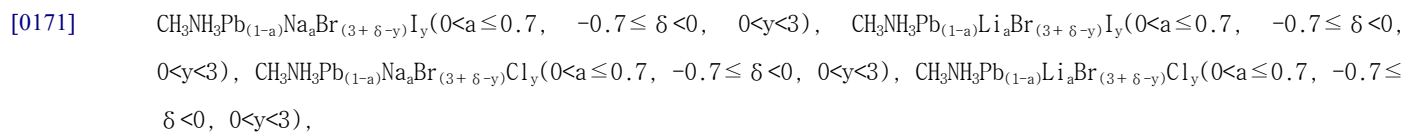
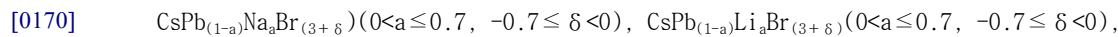
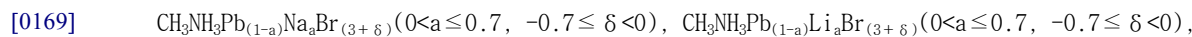
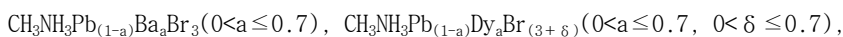
[0135] 알킬기 또는 시클로알킬기의 탄소 원자수가 4 이상인 경우, 2차원 및/또는 의사 이차원(quasi-2D)의 페로브스카이트형의 결정 구조를 일부 또는 전체에 가지는 화합물을 얻을 수 있다. 2차원의 페로브스카이트형 결정 구조가

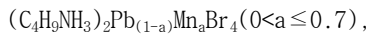
무한대로 적층되면 3차원의 페로브스카이트형 결정 구조와 동등하게 된다(참고 문헌: P. P. Boix 등, J. Phys. Chem. Lett. 2015, 6, 898-907 등).

- [0136] $R^6 \sim R^9$ 로 나타내지는 알킬기에 포함되는 탄소 원자수의 합계는 1~4인 것이 바람직하고, $R^6 \sim R^9$ 로 나타내지는 시클로알킬기에 포함되는 탄소 원자수의 합계는 3~4인 것이 바람직하다. $R^6 \sim R^9$ 중 하나가 탄소 원자수 1~3의 알킬기이며, $R^6 \sim R^9$ 중 3개가 수소 원자인 것이 보다 바람직하다.
- [0137] $R^6 \sim R^9$ 의 알킬기로는, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 이소프로필기, n-부틸기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, n-펜틸기, 이소펜틸기, 네오펜틸기, tert-펜틸기, 1-메틸부틸기, n-헥실기, 2-메틸펜틸기, 3-메틸펜틸기, 2,2-디메틸부틸기, 2,3-디메틸부틸기, n-헵틸기, 2-메틸헥실기, 3-메틸헥실기, 2,2-디메틸펜틸기, 2,3-디메틸펜틸기, 2,4-디메틸펜틸기, 3,3-디메틸펜틸기, 3-에틸펜틸기, 2,2,3-트리메틸부틸기, n-옥틸기, 이소옥틸기, 2-에틸헥실기, 노닐기, 데실기, 운데실기, 도데실기, 트리데실기, 테트라데실기, 펜타데실기, 헥사데실기, 헵타데실기, 옥타데실기, 노나데실기, 이코실기를 예시할 수 있다.
- [0138] 이 중에서도 $R^6 \sim R^9$ 의 알킬기로는, 메틸기, 에틸기가 바람직하고, 에틸기가 보다 바람직하다.
- [0139] $R^6 \sim R^9$ 의 시클로알킬기로는, 각각 독립적으로 $R^6 \sim R^9$ 의 알킬기로 예시한 탄소 원자수 3 이상의 알킬기가 환을 형성한 것을 들 수 있고, 일례로서 시클로프로필기, 시클로부틸기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 시클로헵틸기, 시클로옥틸기, 시클로노닐기, 시클로데실기, 노르보르닐기, 이소보르닐기, 1-아다만틸기, 2-아다만틸기, 트리시클로데실기 등을 예시할 수 있다.
- [0140] A로 나타내지는 유기 암모늄 이온으로는, $CH_3NH_3^+$ (메틸암모늄 이온이라고도 함), $C_2H_5NH_3^+$ (에틸암모늄 이온이라고도 함) 또는 $C_3H_7NH_3^+$ (프로필암모늄 이온이라고도 함)인 것이 바람직하고, $CH_3NH_3^+$ 또는 $C_2H_5NH_3^+$ 인 것 보다 바람직하며, $CH_3NH_3^+$ 인 것이 더욱 바람직하다.
- [0141] A로 나타내지는 아미디늄 이온으로는, 예를 들면, 하기 일반식 (A4)로 나타내지는 아미디늄 이온을 들 수 있다.
- [0142] $(R^{10} R^{11} N=CH-NR^{12} R^{13})^+ \cdots (A4)$
- [0143] 일반식 (A4) 중, $R^{10} \sim R^{13}$ 는 각각 독립적으로 수소 원자, 치환기로서 아미노기를 가지고 있어도 되는 알킬기 또는 치환기로서 알킬기 또는 아미노기를 가지고 있어도 되는 시클로알킬기를 나타낸다.
- [0144] $R^{10} \sim R^{13}$ 로 나타내지는 알킬기는 각각 독립적으로 직쇄상이어도, 분기쇄상이어도 되고, 치환기로서 아미노기를 가지고 있어도 된다.
- [0145] $R^{10} \sim R^{13}$ 로 나타내지는 알킬기의 탄소 원자수는 각각 독립적으로 통상 1~20이며, 1~4인 것이 바람직하고, 1~3인 것이 보다 바람직하다.
- [0146] $R^{10} \sim R^{13}$ 로 나타내지는 시클로알킬기는 각각 독립적으로 치환기로서 알킬기를 가지고 있어도 되고, 아미노기를 가지고 있어도 된다.
- [0147] $R^{10} \sim R^{13}$ 로 나타내지는 시클로알킬기의 탄소 원자수는 각각 독립적으로 통상 3~30이며, 3~11인 것이 바람직하고, 3~8인 것이 보다 바람직하다. 탄소 원자수는 치환기의 탄소 원자수를 포함한다.
- [0148] $R^{10} \sim R^{13}$ 의 알킬기의 구체예로는, 각각 독립적으로 $R^6 \sim R^9$ 에서 예시한 알킬기를 들 수 있다.
- [0149] 이 중에서도 $R^{10} \sim R^{13}$ 의 알킬기로는, 메틸기, 에틸기가 바람직하고, 메틸기가 보다 바람직하다.
- [0150] $R^{10} \sim R^{13}$ 의 시클로알킬기의 구체예로는, 각각 독립적으로 $R^6 \sim R^9$ 에서 예시한 시클로알킬기를 들 수 있다.
- [0151] $R^{10} \sim R^{13}$ 로 나타내지는 기로는, 각각 독립적으로 수소 원자 또는 알킬기가 바람직하다.
- [0152] 일반식 (A4)에 포함되는, 알킬기 및 시클로알킬기의 수를 줄이는 것 및 알킬기 및 시클로알킬기의 탄소 원자수

를 작게 함으로써, 발광 강도가 높은 3차원 구조의 페로브스카이트 화합물을 얻을 수 있다.

- [0153] 알킬기 또는 시클로알킬기의 탄소 원자수가 4 이상인 경우, 2차원 및/또는 의사 이차원(quasi-2D)의 페로브스카이트형 결정 구조를 일부 혹은 전체에 가지는 화합물을 얻을 수 있다. 또한, $R^{10} \sim R^{13}$ 로 나타내지는 알킬기에 포함되는 탄소 원자수의 합계는 1~4인 것이 바람직하고, $R^{10} \sim R^{13}$ 로 나타내지는 시클로알킬기에 포함되는 탄소 원자수의 합계는 3~4인 것이 바람직하다. R^{10} 가 탄소 원자수 1~3의 알킬기이며, $R^{11} \sim R^{13}$ 가 수소 원자인 것이 보다 바람직하다.
- [0154] [B]
- [0155] 페로브스카이트 화합물 중, B는 상기 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, A를 정점에 배치하는 6면체 및 X를 정점에 배치하는 8면체의 중심에 위치하는 성분으로서, 금속 이온이다. B 성분인 금속 이온은 1가의 금속 이온, 2가의 금속 이온 및 3가의 금속 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1 종류로 이루어진 금속 이온이어도 된다. B는 2가의 금속 이온을 포함하는 것이 바람직하고, 납 및 주석으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1 종류의 금속 이온을 포함하는 것이 보다 바람직하다.
- [0156] [X]
- [0157] 페로브스카이트 화합물 중, X는 상기 페로브스카이트형 결정 구조에 있어서, B를 중심으로 하는 8면체의 각 정점에 위치하는 성분을 나타내고, 할로겐화물 이온 및 티오시안산 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 음이온을 나타낸다. X는 염화물 이온, 브롬화물 이온, 불화물 이온, 요오드화물 이온 및 티오시안산 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 음이온이어도 된다.
- [0158] X는 원하는 발광 파장에 따라 적절히 선택할 수 있지만, 예를 들면 X는 브롬화물 이온을 포함할 수 있다.
- [0159] X가 2종 이상의 할로겐화물 이온인 경우, 상기 할로겐화물 이온의 함유 비율은 발광 파장에 의해 적절히 선택할 수 있고, 예를 들면, 브롬화물 이온과 염화물 이온의 조합, 또는 브롬화물 이온과 요오드화물 이온의 조합으로 할 수 있다.
- [0160] 페로브스카이트 화합물이 3차원 구조인 경우, B를 중심으로 하고, 정점을 X로 하는 BX_6 로 나타내지는 정점 공유 팔면체의 삼차원 네트워크를 갖는다.
- [0161] 페로브스카이트 화합물이 2차원 구조인 경우, B를 중심으로 하고, 정점을 X로 하는 BX_6 로 나타내지는 팔면체가 동일 평면의 4개의 정점의 X를 공유함으로써, 2차원적으로 늘어선 BX_6 로 이루어진 층과 A로 이루어진 층이 번갈아 적층된 구조를 형성한다.
- [0162] B는 X에 대해서 팔면체 배위를 취할 수 있는 금속 양이온이다.
- [0163] 본 명세서에 있어서, 페로브스카이트 구조는 X선 회절 패턴에 의해 확인할 수 있다.
- [0164] 상기 3차원 구조의 페로브스카이트형 결정 구조를 가지는 화합물의 경우, $CuK\alpha$ 선으로 측정한 X선 회절 패턴에 있어서, 통상 $2\theta=12\sim 18^\circ$ 의 위치에 $(hkl)=(001)$ 에 유래하는 피크, 또는 $2\theta=18\sim 25^\circ$ 의 위치에 $(hkl)=(110)$ 에 유래하는 피크가 확인된다. $2\theta=13\sim 16^\circ$ 의 위치에 $(hkl)=(001)$ 에 유래하는 피크가, 또는 $2\theta=20\sim 23^\circ$ 의 위치에 $(hkl)=(110)$ 에 유래하는 피크가 확인되는 것이 보다 바람직하다.
- [0165] 본 발명의 하나의 측면으로는, (1) 성분인 페로브스카이트 화합물의 총 질량에 대한 3차원 구조의 페로브스카이트형 결정 구조를 가지는 화합물의 함유 비율은 10~100질량%가 바람직하고, 70~100질량%가 보다 바람직하다.
- [0166] 상기 2차원 구조의 페로브스카이트형 결정 구조를 가지는 화합물의 경우, $CuK\alpha$ 선으로 측정한 X선 회절 패턴에 있어서, 통상 $2\theta=1\sim 10^\circ$ 의 위치에 $(hkl)=(002)$ 유래의 피크가 확인되고, $2\theta=2\sim 8^\circ$ 의 위치에 $(hkl)=(002)$ 유래의 피크가 확인되는 것이 보다 바람직하다.
- [0167] 페로브스카이트 화합물로서, $ABX_{(3+\delta)}$ 로 나타내지는 3차원 구조의 페로브스카이트형의 결정 구조를 가지는 화합물의 구체예로는, $CH_3NH_3PbBr_3$, $CH_3NH_3PbCl_3$, $CH_3NH_3PbI_3$, $CH_3NH_3PbBr_{(3-y)}I_y(0<y<3)$, $CH_3NH_3PbBr_{(3-y)}Cl_y(0<y<3)$, $(H_2N=CH-NH_2)PbBr_3$, $(H_2N=CH-NH_2)PbCl_3$, $(H_2N=CH-NH_2)PbI_3$,
- [0168] $CH_3NH_3Pb_{(1-a)}Ca_aBr_3(0<a\leq 0.7)$, $CH_3NH_3Pb_{(1-a)}Sr_aBr_3(0<a\leq 0.7)$, $CH_3NH_3Pb_{(1-a)}La_aBr_{(3+\delta)}(0<a\leq 0.7, 0<\delta\leq 0.7)$,





[0186] $(C_7H_{15}NH_3)_2Pb_{(1-a)}Zn_aBr_4(0 < a \leq 0.7),$ $(C_7H_{15}NH_3)_2Pb_{(1-a)}Mg_aBr_4(0 < a \leq 0.7),$ $(C_7H_{15}NH_3)_2Pb_{(1-a)}Co_aBr_4(0 < a \leq 0.7),$
 $(C_7H_{15}NH_3)_2Pb_{(1-a)}Mn_aBr_4(0 < a \leq 0.7),$

[0187] $(C_4H_9NH_3)_2Pb_{(1-a)}Zn_aBr_{(4-y)}I_y(0 < a \leq 0.7, 0 < y < 4),$ $(C_4H_9NH_3)_2Pb_{(1-a)}Mg_aBr_{(4-y)}I_y(0 < a \leq 0.7, 0 < y < 4),$ $(C_4H_9NH_3)_2Pb_{(1-a)}Co_aBr_{(4-y)}I_y(0 < a \leq 0.7, 0 < y < 4),$ $(C_4H_9NH_3)_2Pb_{(1-a)}Mn_aBr_{(4-y)}I_y(0 < a \leq 0.7, 0 < y < 4),$

[0188] $(C_4H_9NH_3)_2Pb_{(1-a)}Zn_aBr_{(4-y)}Cl_y(0 < a \leq 0.7, 0 < y < 4),$ $(C_4H_9NH_3)_2Pb_{(1-a)}Mg_aBr_{(4-y)}Cl_y(0 < a \leq 0.7, 0 < y < 4),$ $(C_4H_9NH_3)_2Pb_{(1-a)}Co_aBr_{(4-y)}Cl_y(0 < a \leq 0.7, 0 < y < 4),$ $(C_4H_9NH_3)_2Pb_{(1-a)}Mn_aBr_{(4-y)}Cl_y(0 < a \leq 0.7, 0 < y < 4)$ 등을 바람직한 것으로서 들 수 있다.

[0189] 본 발명의 하나의 측면으로는, 페로브스카이트 화합물로서, $ABX_{(3+\delta)}$ 로 나타내지는 3차원 구조의 페로브스카이트 형의 결정 구조를 가지는 화합물로는 $CsPbBr_3$ 가 바람직하다.

[0190] · 발광 스펙트럼

[0191] 페로브스카이트 화합물은 가시광 파장 영역에 형광을 발할 수 있는 발광체이다.

[0192] X가 브롬화물 이온인 경우, 페로브스카이트 화합물은 통상 480nm 이상, 바람직하게는 500nm 이상, 보다 바람직하게는 510nm 이상이고, 또한, 통상 700nm 이하, 바람직하게는 600nm 이하, 보다 바람직하게는 580nm 이하의 파장 영역의 범위에 발광 강도의 극대 피크가 있는 형광을 발할 수 있다.

[0193] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.

[0194] 본 발명의 다른 측면으로는, X가 브롬화물 이온인 경우, 페로브스카이트 화합물은 통상 480nm 이상 700nm 이하, 바람직하게는 500nm 이상 600nm 이하, 보다 바람직하게는 510nm 이상 580nm 이하의 파장 영역의 범위에 발광 강도의 극대 피크가 있는 형광을 발할 수 있다.

[0195] X가 요오드화물 이온인 경우, 페로브스카이트 화합물은 통상 520nm 이상, 바람직하게는 530nm 이상, 보다 바람직하게는 540nm 이상이고, 또한, 통상 800nm 이하, 바람직하게는 750nm 이하, 보다 바람직하게는 730nm 이하의 파장 범위에 발광 강도의 극대 피크가 있는 형광을 발할 수 있다.

[0196] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.

[0197] 본 발명의 다른 측면으로는, X가 요오드화물 이온인 경우, 페로브스카이트 화합물은 통상 520nm 이상 800nm 이하, 바람직하게는 530nm 이상 750nm 이하, 보다 바람직하게는 540nm 이상 730nm 이하의 파장 영역의 범위에 발광 강도의 극대 피크가 있는 형광을 발할 수 있다.

[0198] X가 염화물 이온인 경우, 페로브스카이트 화합물은 통상 300nm 이상, 바람직하게는 310nm 이상, 보다 바람직하게는 330nm 이상이고, 또한, 통상 600nm 이하, 바람직하게는 580nm 이하, 보다 바람직하게는 550nm 이하의 파장 범위에 발광 강도의 극대 피크가 있는 형광을 발할 수 있다.

[0199] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.

[0200] 본 발명의 다른 측면으로는, X가 염화물 이온인 경우, 페로브스카이트 화합물은 통상 300nm 이상 600nm, 바람직하게는 310nm 이상 580nm 이하, 보다 바람직하게는, 330nm 이상 550nm 이하의 파장 영역의 범위에 발광 강도의 극대 피크가 있는 형광을 발할 수 있다.

[0201] 본 실시형태의 조성물에 포함되는 (1) 성분(1차 입자)의 평균 입경은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니다. 본 실시형태의 조성물에 있어서는, 양호하게 (1) 성분의 결정 구조를 유지시키는 관점에서, (1) 성분의 평균 입경이 1nm 이상인 것이 바람직하고, 2nm 이상인 것이 보다 바람직하며, 3nm 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 본 실시형태의 조성물에 있어서는, (1) 성분이 침강하기 어려워지는 관점에서, (1) 성분의 평균 입경이 10 μ m 이하인 것이 바람직하고, 1 μ m 이하인 것이 보다 바람직하며, 500nm 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0202] 상기의 상한치 및 하한치는 임의로 조합할 수 있다.

[0203] 본 실시형태의 조성물에 포함되는, (1) 성분(1차 입자)의 평균 입경은 특별히 한정되는 것은 아니지만, 조성물

에서 (1) 성분이 침강하기 어려워지는 관점 및 양호하게 결정 구조를 유지시키는 관점에서, 평균 입경이 1nm 이상 10 μ m 이하인 것이 바람직하고, 2nm 이상 1 μ m 이하인 것이 보다 바람직하며, 3nm 이상 500nm 이하인 것이 더욱 바람직하다.

- [0204] 상기 (1) 성분(1차 입자)의 평균 입경으로는, 1차 입자 20개의 입경의 평균치를 채용할 수 있다. 각 1차 입자의 입경은 투과형 전자현미경(이하, 「TEM」라고도 함)에 의해, 1차 입자의 외주부의 도형에 외접하는 직사각형의 세로 및 가로 길이를 측정하여, 큰 쪽의 값(본 명세서에 있어서, 「페렛 지름(feret diameter)」이라고 기재하는 경우가 있음)으로 한다.
- [0205] 본 실시형태의 조성물에 포함되는 (1) 성분(1차 입자)의 메디안 지름(D₅₀)은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니다. 본 실시형태의 조성물에 있어서는, (1) 성분이 결정 구조를 양호하게 유지하는 관점에서, (1) 성분의 메디안 지름인 D₅₀이 3nm 이상인 것이 바람직하고, 4nm 이상인 것이 보다 바람직하며, 5nm 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 본 실시형태의 조성물에 있어서는, (1) 성분이 침강하기 어려워지는 관점에서, (1) 성분의 메디안 지름(D₅₀)이 5 μ m 이하인 것이 바람직하고, 500nm 이하인 것이 보다 바람직하며, 100nm 이하인 것이 더욱 바람직하다.
- [0206] 본 발명의 다른 측면으로는, 조성물에 포함되는 (1) 성분의 메디안 지름(D₅₀)이 3nm~5 μ m인 것이 바람직하고, 4nm~500nm인 것이 보다 바람직하며, 5nm~100nm인 것이 더욱 바람직하다.
- [0207] 본 명세서에 있어서, 조성물에 포함되는 (1) 성분의 메디안 지름은, 예를 들면 TEM, 주사형 전자현미경(이하, 「SEM」이라고도 함)에 의해 측정할 수 있다. 구체적으로는, TEM 또는 SEM에 의해, 상기 조성물 중에 포함되는 20개의 (1) 성분의 페렛 지름을 관찰하고, 그들의 분포로부터 상기 메디안 지름(D₅₀)을 구할 수 있다.
- [0208] <<(2) 성분>>
- [0209] (2) 성분은 비표면적이 0.01m²/g 이상 150m²/g 이하인 무기 미립자이다.
- [0210] 상기 비표면적은 조성물 중을 통과한 광을 효율적으로 페로브스카이트 화합물에 흡수시키는 관점 및 페로브스카이트 화합물을 열화시키지 않고 표면의 결함 사이트 수를 감소시켜, 여기한 전자가 결함 사이트에 트랩하는 확률을 감소시키는 관점에서, 0.05m²/g 이상 100m²/g 이하가 바람직하고, 0.1m²/g 이상 70m²/g 이하가 보다 바람직하며, 0.1m²/g 이상 30m²/g 이하가 더욱 바람직하고, 0.4m²/g 이상 15m²/g 이하가 특히 바람직하며, 0.4m²/g 이상 10m²/g 이하가 가장 바람직하다.
- [0211] 상기 (2) 성분의 비표면적은 이하의 BET법에 의해, 비표면적 측정 장치(예를 들면, Macsorb, mountech 제를 사용할 수 있음)를 이용해 측정할 수 있다.
- [0212] (2) 성분인 무기 미립자는 결정성의 무기 미립자인 것이 바람직하다. 단, (2) 성분은 (1) 성분과는 상이하다. 즉, (2) 성분은 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물 이외의 비표면적이 0.01m²/g 이상 150m²/g 이하인 무기 미립자이다. 여기서 결정성의 무기 미립자란, 무기 미립자를 구성하는 원소가 규칙적으로 배열해 결정 구조를 가지고 있는 것을 말한다.
- [0213] 무기 미립자는 시판품이어도 된다.
- [0214] 무기 미립자가 질화물인 경우, 무기 미립자를 구성하는 질산염, 염화물염, 황산염 등의 원료를, 질소를 포함하는 원료와 혼합한 후에 소성하여 질화시켜서 질화물을 얻어도 된다.
- [0215] 무기 미립자가 탄화물인 경우, 무기 미립자를 구성하는 질산염, 염화물염, 황산염 등의 원료를, 탄소를 포함하는 원료와 혼합한 후에 소성하여 탄화시켜서 탄화물을 얻어도 된다.
- [0216] 무기 미립자가 산화물인 경우, 무기 미립자를 구성하는 질산염, 염화물염, 황산염 등의 원료를 소성하여 산화시켜서 산화물을 얻어도 된다.
- [0217] 무기 미립자가 산화 알루미늄인 경우, 시판품이어도 된다. 질산 알루미늄, 염화 알루미늄, 수산화 알루미늄 및 알루미늄 알콕시드 등의 원료를 소성하여 산화 알루미늄을 얻어도 된다.
- [0218] 무기 미립자가 산화 니오브인 경우, 시판품이어도 된다. 염화 니오브, 니오브 알콕시드 등의 원료를 소성하여 산화 니오브를 얻어도 된다.
- [0219] 무기 미립자가 산화 아연인 경우, 시판품이어도 된다. 염화 아연, 질산 아연, 황산 아연 등의 원료를 소성하여

산화 아연을 얻어도 된다.

- [0220] (2) 성분인 무기 입자의 비표면적을 $0.01\text{m}^2/\text{g}$ 이상 $150\text{m}^2/\text{g}$ 이하로 하는 방법으로는 예를 들면, (2) 성분인 무기 입자의 제조에 있어서 소성 온도를 100°C 이상 1900°C 이하의 범위에서 실시하는 것을 예로서 들 수 있다.
- [0221] 소성 온도는 충분히 산화시키는 관점에서 200°C 이상 1800°C 이하가 바람직하고, 500°C 이상 1300°C 이하가 바람직하다.
- [0222] 소성 분위기는 충분히 산화시키는 관점에서 산소를 포함하는 분위기인 것이 바람직하다.
- [0223] 또한, (2) 성분인 무기 미립자의 비표면적은 후술의 제조 방법에 의해 조성물로 하기 전후에 변하지 않는다는 것은 확인 완료되었다. 조성물 중의 (2) 성분의 비표면적은 (1) 성분, (3) 성분, (4) 성분, (4') 성분 등과 분리를 실시한 후에 측정할 수 있다. (1) 성분과의 분리의 예로는, N,N-디메틸포름아미드 등의 양용매(良溶媒)를 이용해 (1) 성분을 용해하고, 그 후, 여과 등으로 고액 분리, 필요에 따라서 세정, 건조를 실시하는 방법을 예로서 들 수 있다. (3) 성분, (4) 성분과의 분리의 예로는, 여과 등으로 고액 분리, 필요에 따라서 세정, 건조를 실시하는 방법을 예로서 들 수 있다. (4') 성분과의 분리의 예로는, 소성을 실시함으로써 (4') 성분을 제거하는 방법을 예로서 들 수 있다.
- [0224] 본 명세서에 있어서, 무기 미립자의 결정성은, 예를 들면, X선 회절에 의한 회절 패턴에 의해 결정 구조에 유래하는 피크의 유무에 의해서 확인할 수 있고, X선 회절 측정 장치(XRD, Cu K α 선, X'pert PRO MPD, 스펙트리스사 제)를 이용해 측정할 수 있다.
- [0225] 결정성 무기 미립자가 산화 알루미늄(α 알루미나)을 포함하는 경우, $2\theta=35^\circ$, 43° , 57° 의 위치에 α 알루미나 유래의 피크를 확인할 수 있다.
- [0226] 결정성 무기 미립자가 산화 아연(ZnO)을 포함하는 경우, $2\theta=32^\circ$, 34° , 36° 의 위치에 결정성 산화 아연 유래의 피크를 확인할 수 있다.
- [0227] 결정성 무기 미립자가 산화 니오브(Nb_2O_5)를 포함하는 경우, $2\theta=27^\circ$, 28° , 37° 의 위치에 결정성 산화 니오브 유래의 피크를 확인할 수 있다.
- [0228] 본 발명의 하나의 측면으로는, (2) 성분의 총 질량에 대한 결정성의 무기 미립자의 함유량은 10~100질량%인 것이 바람직하고, 30~100질량%인 것이 보다 바람직하며, 80~100질량%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0229] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자로는, 예를 들면, 산화물, 수산화물, 황화물, 질화물, 탄화물, 염화물, 브롬화물, 요오드화물 및 불화물 등의 공지의 무기 화합물을 포함하는 미립자를 들 수 있고, 조성물 중을 통과한 광을 효율적으로 페로브스카이트 화합물에 흡수시키는 관점 및 페로브스카이트 화합물을 열화시키지 않고 표면의 결함 사이트 수를 감소시켜, 여기한 전자가 결함 사이트에 트랩하는 확률을 감소시키는 관점에서, 산화물이 바람직하다.
- [0230] 상기 (2) 성분은 주성분인 무기 화합물 이외에, 불순물로서 미량의 흡착 수분, 중간 수분, 결정 수분, 무기 화합물을 합성할 때의 원료 유래의 미반응물이나, 열분해 물질, 연소 물질 등의 유기물을 포함하고 있어도 된다.
- [0231] (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 무기 화합물의 함유량은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 50~100질량%인 것이 보다 바람직하며, 70~100질량%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0232] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 산화물로는, 산화 규소, 산화 알루미늄, 산화 아연, 산화 니오브, 산화 지르코늄, 산화 티탄, 산화 마그네슘, 산화 세륨, 산화 이트륨, 산화 스트론튬, 산화 바륨, 산화 칼슘, 산화 텅스텐, 산화 인듐 및 산화 갈륨 등의 공지의 산화물, 또는 그들의 혼합물을 들 수 있고, 산화 알루미늄, 산화 아연, 산화 니오브가 바람직하고, 산화 알루미늄, 산화 니오브가 더욱 바람직하며, 산화 니오브가 가장 바람직하다.
- [0233] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 산화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0234] (2) 성분이 산화 알루미늄을 포함하는 경우, (2) 성분의 총 질량에 대한 산화 알루미늄의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0235] (2) 성분이 산화 아연을 포함하는 경우, (2) 성분의 총 질량에 대한 산화 아연의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.

- [0236] (2) 성분이 산화 니오브를 포함하는 경우, (2) 성분의 총 질량에 대한 산화 니오브의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0237] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 산화 알루미늄으로는, α 알루미나, γ 알루미나, θ 알루미나, δ 알루미나, η 알루미나, κ 알루미나 및 χ 알루미나 등의 공지의 산화 알루미늄을 들 수 있고, 상기 (1) 성분의 열화를 억제하는 관점에서, α 알루미나, γ 알루미나가 바람직하며, α 알루미나가 보다 바람직하다.
- [0238] 상기 (2) 성분에 있어서, 산화 알루미늄은 시판품이어도 되고, 질산 알루미늄, 염화 알루미늄 및 알루미늄 알콕시드 등의 원료를 소성하여 알루미늄을 얻어도 된다. 시판품인 산화 알루미늄으로는, AKP-20(스미토모화학사 제), AKP-30(스미토모화학사 제), AKP-50(스미토모화학사 제), AKP-53(스미토모화학사 제), AKP-3000(스미토모화학사 제), AA-02(스미토모화학사 제), AA-03(스미토모화학사 제), AA-04(스미토모화학사 제), AA-05(스미토모화학사 제), AA-07(스미토모화학사 제), AA-1.5(스미토모화학사 제), AA-3(스미토모화학사 제) 및 AA-18(스미토모화학사 제)을 들 수 있고, 양자 수율 및 흡수율의 관점에서 AA-02(스미토모화학사 제), AA-3(스미토모화학사 제), AA-18(스미토모화학사 제), AKP-20(스미토모화학사 제), AKP-3000(스미토모화학사 제), AKP-53(스미토모화학사 제), AKP-30(스미토모화학사 제), AKP-50(스미토모화학사 제)이 바람직하고, AA-02(스미토모화학사 제), AA-3(스미토모화학사 제), AKP-53(스미토모화학사 제), AKP-3000(스미토모화학사 제), AKP-30(스미토모화학사 제), AKP-50(스미토모화학사 제)이 더욱 바람직하다.
- [0239] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 수산화물로는, 수산화 알루미늄, 수산화 아연, 수산화 마그네슘, 수산화 세륨, 수산화 이트륨, 수산화 스트론튬, 수산화 바륨, 수산화 칼슘, 수산화 인듐 및 수산화 갈륨 등의 공지의 산화물, 또는 그들의 혼합물을 들 수 있고, 수산화 알루미늄, 수산화 아연이 바람직하다.
- [0240] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 수산화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0241] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 황화물로는, 황화 규소, 황화 알루미늄, 황화 아연, 황화 니오브, 황화 지르코늄, 황화 티탄, 황화 마그네슘, 황화 세륨, 황화 이트륨, 황화 스트론튬, 황화 바륨, 황화 칼슘, 황화 텅스텐, 황화 인듐 및 황화 갈륨 등의 공지의 황화물, 또는 그들의 혼합물을 들 수 있고, 황화 알루미늄, 황화 아연, 황화 니오브가 바람직하며, 황화 아연, 황화 니오브가 더욱 바람직하고, 황화 니오브가 가장 바람직하다.
- [0242] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 황화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0243] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 질화물로는, 질화 규소, 질화 알루미늄, 질화 아연, 질화 니오브, 질화 지르코늄, 질화 티탄, 질화 마그네슘, 질화 세륨, 질화 이트륨, 질화 스트론튬, 질화 바륨, 질화 칼슘, 질화 텅스텐, 질화 인듐 및 질화 갈륨 등의 공지의 질화물, 또는 그들의 혼합물을 들 수 있고, 질화 알루미늄, 질화 아연, 질화 니오브가 바람직하며, 질화 알루미늄, 질화 니오브가 더욱 바람직하고, 질화 니오브가 가장 바람직하다.
- [0244] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 질화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0245] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 탄화물로는, 탄화 규소, 탄화 알루미늄, 탄화 아연, 탄화 니오브, 탄화 지르코늄, 탄화 티탄, 탄화 마그네슘, 탄화 세륨, 탄화 이트륨, 탄화 스트론튬, 탄화 바륨, 탄화 칼슘, 탄화 텅스텐, 탄화 인듐 및 탄화 갈륨 등의 공지의 탄화물, 또는 그들의 혼합물을 들 수 있고, 탄화 알루미늄, 탄화 아연, 탄화 니오브가 바람직하며, 탄화 알루미늄, 탄화 니오브가 더욱 바람직하고, 탄화 니오브가 가장 바람직하다.
- [0246] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 탄화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0247] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 염화물로는, 염화 규소, 염화 알루미늄, 염화 아연, 염화 니오브, 염화 지르코늄, 염화 티탄, 염화 마그네슘, 염화 세륨, 염화 이트륨, 염화 스트론튬, 염화 바륨, 염화 칼슘, 염화 텅스텐, 염화 인듐 및 염화 갈륨 등의 공지의 염화물, 또는 그들의 혼합물을 들 수 있고, 염화 알루미늄, 염화 아연, 염화 니오브가 바람직하며, 염화 알루미늄, 염화 니오브가 더욱 바람직하고, 염화 니오브가 가장 바람직하다.

- [0248] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 염화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 30~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0249] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 브롬화물로는, 브롬화 규소, 브롬화 알루미늄, 브롬화 아연, 브롬화 니오브, 브롬화 지르코늄, 브롬화 티탄, 브롬화 마그네슘, 브롬화 세륨, 브롬화 이트륨, 브롬화 스트론튬, 브롬화 바륨, 브롬화 칼슘, 브롬화 텅스텐, 브롬화 인듐 및 브롬화 갈륨 등의 공지의 브롬화물, 또는 그들의 혼합물을 들 수 있고, 브롬화 알루미늄, 브롬화 아연, 브롬화 니오브가 바람직하며, 브롬화 알루미늄, 브롬화 니오브가 더욱 바람직하고, 브롬화 니오브가 가장 바람직하다.
- [0250] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 브롬화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0251] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 요오드화물로는, 요오드화 규소, 요오드화 알루미늄, 요오드화 아연, 요오드화 니오브, 요오드화 지르코늄, 요오드화 티탄, 요오드화 마그네슘 및 요오드화 갈륨, 요오드화 세륨, 요오드화 이트륨, 요오드화 스트론튬, 요오드화 바륨, 요오드화 칼슘, 요오드화 텅스텐, 요오드화 인듐 등의 공지의 요오드화물, 또는 그의 혼합물을 들 수 있고, 요오드화 알루미늄, 요오드화 아연, 요오드화 니오브가 바람직하며, 요오드화 알루미늄, 요오드화 니오브가 더욱 바람직하고, 요오드화 니오브가 가장 바람직하다.
- [0252] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 요오드화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0253] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자에 포함되는 불화물로는, 불화 규소, 불화 알루미늄, 불화 아연, 불화 니오브, 불화 지르코늄, 불화 티탄, 불화 마그네슘, 불화 세륨, 불화 이트륨, 불화 스트론튬, 불화 바륨, 불화 칼슘, 불화 텅스텐, 불화 인듐 및 불화 갈륨 등의 공지의 불화물, 또는 그들의 혼합물을 들 수 있고, 불화 알루미늄, 불화 아연, 불화 니오브가 바람직하며, 불화 알루미늄, 불화 니오브가 더욱 바람직하고, 불화 니오브가 가장 바람직하다.
- [0254] 상기 (2) 성분의 총 질량에 대한 상기 불화물의 함유 비율은 30~100질량%인 것이 바람직하고, 70~100질량%인 것이 보다 바람직하다.
- [0255] 본 발명의 실시형태의 조성물에 이용하는 (2) 성분의 평균 입경은 특별히 제한은 없지만, 100nm 이상 100 μ m 이하인 것이 바람직하고, 조성물 중을 통과하는 광을 효율적으로 페로브스카이트 화합물에 흡수시키는 관점 및 페로브스카이트 화합물을 열화시키지 않고 표면의 결함 사이트 수를 감소시켜, 여기한 전자가 결함 사이트에 트랩하는 확률을 감소시키는 관점에서, 150nm 이상 30 μ m 이하가 보다 바람직하고, 160nm 이상 10 μ m 이하가 더욱 바람직하며, 170nm 이상 5 μ m 이하가 특히 바람직하다.
- [0256] (2) 성분의 형상은 특별히 제한은 없다.
- [0257] (2) 성분의 평균 입경이란, 복수 있는 (2) 성분의 입자의 입경의 평균치를 의미하고, 평균치를 취하는 입경으로는, (2) 성분의 입자 1개가 단독으로 존재하고 있는 상태의 입자(이하, 1차 입자라고 기재하는 경우가 있음)에 대해서는 1차 입자의 입경을 채용하고, (2) 성분의 입자가 응집하고 있는 상태의 입자(이하, 2차 입자라고 기재하는 경우가 있음)에 대해서는 2차 입자의 입경을 채용한다.
- [0258] 조성물에 이용하는 (2) 성분의 평균 입경은 산란식의 입자 지름 분포 측정 장치를 이용해 측정할 수 있다. 예를 들면, (2) 성분의 평균 입경은 산란식의 입자 지름 분포 측정 장치를 이용해 입도 분포를 측정했을 때의, d50의 입경으로 할 수 있다.
- [0259] 본 발명의 실시형태의 조성물 중에 있어서의 상기 (2) 성분의 평균 입경을 측정하는 방법으로서, 예를 들면, 주사형 전자현미경(SEM) 또는 TEM 등을 이용해 관찰하는 방법도 들 수 있다. 또한, SEM 또는 TEM를 이용한 EDX 측정에 의해서, 상세한 원소 분포를 해석할 수 있다.
- [0260] 본 발명의 실시형태의 조성물에 이용하는 (2) 성분 부피 밀도(중량)는 특별히 제한은 없지만, 0.01 g/cm³ 이상 5 g/cm³ 이하이어도 되고, 발광 특성을 향상시키는 관점에서 0.4 g/cm³ 이상 4 g/cm³ 이하이어도 되며, 0.7 g/cm³ 이상 2.5 g/cm³ 이하라도 된다.
- [0261] 상기 (2) 성분에 있어서, 부피 밀도(중량(重裝))는 예를 들면, 중량 부피 비중(JIS R 9301-2-3, 1999)의 방법으로 측정할 수 있다.
- [0262] 상기 (2) 성분에 있어서, 무기 미립자의 흡착 수분, 충전 수분, 결정 수분, 열분해 물질, 연소 물질의 모든 질

량의 시료 질량에 대한 비(L.O.I,%)는 특별히 제한은 없지만, 20% 이하이어도 되고, 상기 (1) 성분의 열화를 억제하는 관점에서 0.1% 이하가 바람직하고, 0.08% 이하가 보다 바람직하며, 0.05% 이하가 더욱 바람직하다.

[0263] 상기 (2) 성분에서 있어서, 무기 미립자의 L.O.I는 $1100 \pm 25^\circ\text{C}$ 강열 감량법(JIS R 9301-3-2, 1999)를 이용해 측정할 수 있다.

[0264] <<(3) 성분>>

[0265] (3) 성분은 용매이다. 용매는 상기 (1) 성분을 분산시킬 수 있는 매체이면 특별히 한정되지 않지만, (1) 성분을 용해하기 어려운 것이 바람직하다.

[0266] 본 명세서에서 「용매」란, 1 기압, 25°C 에서 액체 상태를 취하는 물질을 말한다(단, 중합성 화합물 및 중합체를 제외함).

[0267] 본 명세서에서 「분산하고 있다」란, (1) 성분이 용매, 중합성 화합물, 중합체 등에 부유 혹은 현탁되어 있는 상태를 말하며, 일부는 침강하고 있어도 된다.

[0268] 용매로는, 예를 들면, 메틸포르메이트, 에틸포르메이트, 프로필포르메이트, 펜틸포르메이트, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 펜틸아세테이트 등의 에스테르; γ -부티로락톤, 아세톤, 디메틸케톤, 디이소부틸케톤, 시클로펜타논, 시클로헥사논, 메틸시클로헥사논 등의 케톤; 디에틸에테르, 메틸-tert-부틸에테르, 디이소프로필에테르, 디메톡시메탄, 디메톡시에탄, 1,4-디옥산, 1,3-디옥소란, 4-메틸디옥소란, 테트라히드로퓨란, 메틸테트라히드로퓨란, 아니솔, 페넨톨 등의 에테르; 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 1-부탄올, 2-부탄올, tert-부탄올, 1-펜탄올, 2-메틸-2-부탄올, 메톡시프로판올, 디아세톤알코올, 시클로헥산올, 2-플루오로에탄올, 2,2,2-트리플루오로에탄올, 2,2,3,3-테트라플루오로-1-프로판올 등의 알코올; 에틸렌글리콜모노메틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르아세테이트, 트리에틸렌글리콜디메틸에테르 등의 글리콜에테르; N-메틸-2-피롤리돈, N,N-디메틸포름아미드, 아세트아미드, N,N-디메틸아세트아미드 등의 아미드기를 가지는 유기용매; 아세토니트릴, 이소부티로니트릴, 프로피오니트릴, 메톡시아세토니트릴 등의 니트릴기를 가지는 유기용매; 에틸렌카보네이트, 프로필렌카보네이트 등의 카보네이트기를 가지는 유기용매; 염화 메틸렌, 클로로포름 등의 할로젠화한 탄화수소기를 가지는 유기용매; n-펜탄, 시클로헥산, n-헥산, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소기를 가지는 유기용매; 디메틸술폭시드, 1-옥타데센 등을 들 수 있다.

[0269] 이들 중에서도 메틸포르메이트, 에틸포르메이트, 프로필포르메이트, 펜틸포르메이트, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 펜틸아세테이트 등의 에스테르; γ 부티로락톤, 아세톤, 디메틸케톤, 디이소부틸케톤, 시클로펜타논, 시클로헥사논, 메틸시클로헥사논 등의 케톤; 디에틸에테르, 메틸-tert-부틸에테르, 디이소프로필에테르, 디메톡시메탄, 디메톡시에탄, 1,4-디옥산, 1,3-디옥소란, 4-메틸디옥소란, 테트라히드로퓨란, 메틸테트라히드로퓨란, 아니솔, 페넨톨 등의 에테르, 아세토니트릴, 이소부티로니트릴, 프로피오니트릴, 메톡시아세토니트릴 등의 니트릴기를 가지는 유기용매; 에틸렌카보네이트, 프로필렌카보네이트 등의 카보네이트기를 가지는 유기용매; 염화 메틸렌, 클로로포름 등의 할로젠화한 탄화수소기를 가지는 유기용매; n-펜탄, 시클로헥산, n-헥산, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소기를 가지는 유기용매는 극성이 낮고, (1) 성분을 용해하기 어렵다고 생각되기 때문에 바람직하고, 염화 메틸렌, 클로로포름 등의 할로젠화한 탄화수소기를 가지는 유기용매; n-펜탄, 시클로헥산, n-헥산, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소기를 가지는 유기용매가 보다 바람직하다.

[0270] <<(4) 성분>>

[0271] (4) 성분은 중합성 화합물 또는 중합체이다.

[0272] 본 실시형태의 조성물에 포함되는 중합성 화합물은 본 발명의 효과를 가지는 한, 특별히 한정되는 것은 아니고, 1종류이어도 2종류이어도 된다. 중합성 화합물로는, 본 실시형태의 조성물을 제조하는 온도에 있어서, (1) 성분의 용해도가 낮은 중합성 화합물이 바람직하다.

[0273] 본 명세서에 있어서, 「중합성 화합물」이란, 중합성기를 가지는 단량체의 화합물을 의미한다.

[0274] 예를 들면, 실온, 상압 하에서, 본 실시형태의 조성물을 제조하는 경우, 중합성 화합물로는 특별히 제한은 없지만, 예를 들면, 스티렌, 아크릴산 에스테르, 메타크릴산 에스테르, 아크릴로니트릴 등의 공지의 중합성 화합물을 들 수 있다. 중에서도, 중합성 화합물로는, 아크릴계 수지의 단량체 성분인 아크릴산 에스테르와 메타크릴산 에스테르 중 어느 한쪽 또는 양쪽이 바람직하다.

- [0275] 본 실시형태의 조성물에 포함되는 상기 중합체는 특별히 한정되는 것은 아니고, 1종류이어도 2종류이어도 된다. 중합체로는, 본 실시형태의 조성물을 제조하는 온도에 있어서, (1) 성분의 용해도가 낮은 중합체가 바람직하다.
- [0276] 예를 들면, 실온, 상압 하에서, 본 실시형태의 조성물을 제조하는 경우, 중합체로는 특별히 제한은 없지만, 예를 들면, 폴리스티렌, 아크릴계 수지, 에폭시 수지 등의 공지의 중합체를 들 수 있다. 중에서도, 중합체로는, 아크릴계 수지가 바람직하다. 아크릴계 수지는 아크릴산 에스테르와 메타크릴산 에스테르 중 어느 한쪽 또는 양쪽에 유래하는 구성 단위를 포함한다.
- [0277] 본 실시형태의 조성물에 있어서, (4) 성분의 중합성 화합물 또는 중합체에 포함되는 모든 구성 단위에 대해, 아크릴산 에스테르와 메타크릴산 에스테르 중 어느 한쪽 또는 양쪽, 및 그들에 유래하는 구성 단위는 몰%로 나타냈을 경우, 10몰% 이상이어도 되고, 30몰% 이상이어도 되며, 50몰% 이상이어도 되고, 80몰% 이상이어도 되며, 100몰%이어도 된다.
- [0278] 상기 중합체의 중량 평균 분자량은 100~1200,000인 것이 바람직하고, 1,000~800,000인 것이 보다 바람직하며, 5,000~150,000인 것이 더욱 바람직하다.
- [0279] 본 명세서에서 「중량 평균 분자량」이란, 겔·퍼미에이션·크로마토그래피(GPC) 법에 의해 측정되는 폴리스티렌 환산치를 의미한다.
- [0280] <<(5) 성분>>
- [0281] (5) 성분은 암모니아, 아민 및 카르복시산, 및 이들의 염 또는 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물 또는 이온이다.
- [0282] (5) 성분으로는, 암모니아, 아민 및 카르복시산 및 상기 화합물을 취할 수 있는 형태로서, 이들의 염 또는 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물 또는 이온을 들 수 있다.
- [0283] 즉, (5) 성분은 암모니아, 아민, 카르복시산, 암모니아의 염, 아민의 염, 카르복시산의 염, 암모니아의 이온, 아민의 이온 및 카르복시산의 이온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물 또는 이온을 들 수 있다.
- [0284] 암모니아, 아민 및 카르복시산, 및 이들의 염 또는 이온은 통상 캐핑 배위자로서 작용한다. 「캐핑 배위자」란, (1) 성분의 표면에 흡착하여, (1) 성분을 조성물 중에 안정되게 분산시키는 작용을 가지는 화합물이다. 암모니아 또는 아민의 이온, 혹은 염(암모늄염 등)으로는, 후술하는 일반식 (A1)로 나타내지는 암모늄 양이온과, 그것을 포함하는 암모늄염을 들 수 있다. 카르복시산의 이온 또는 염(카르복시산 염 등)으로는, 후술하는 일반식 (A2)로 나타내지는 카르복실레이트 음이온과, 그것을 포함하는 카르복시산 염을 들 수 있다. 본 실시형태의 조성물은 암모늄염 등 및 카르복시산 염 등 중 어느 한쪽을 포함하고 있어도 되고, 양쪽 모두를 포함하고 있어도 된다.
- [0285] (5) 성분은 일반식 (A1)로 나타내지는 암모늄 양이온, 일반식 (A1)로 나타내지는 암모늄 양이온으로부터, $R^1 \sim R^4$ 중 어느 1개의 기를 제외함으로써 얻어지는 아민, 또는 그것을 포함하는 암모늄염이어도 된다.
- [0286] [화학식 2]
- $$\begin{array}{c} R^1 \\ | \\ R^4 - N^+ - R^2 \\ | \\ R^3 \end{array} \quad \dots (A1)$$
- [0287]
- [0288] 일반식 (A1) 중, $R^1 \sim R^3$ 는 수소 원자를 나타내고, R^4 는 수소 원자 또는 1가의 탄화수소기를 나타낸다. R^4 로 나타내지는 탄화수소기는 포화 탄화수소기(즉, 알킬기 또는 시클로알킬기)이어도 되고, 불포화 탄화수소기이어도 된다.
- [0289] R^4 로 나타내지는 알킬기는 직쇄상이어도, 분기쇄상이어도 된다.
- [0290] R^4 로 나타내지는 알킬기의 탄소 원자수는 통상 1~20이며, 5~20인 것이 바람직하고, 8~20인 것이 보다 바람직하

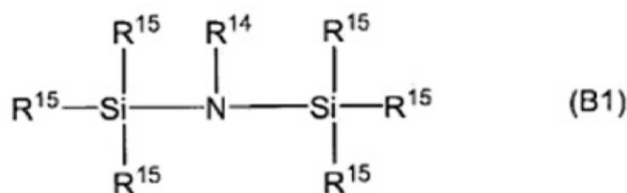
다.

- [0291] R^4 로 나타내지는 시클로알킬기는 치환기로서 알킬기를 가지고 있어도 된다. 시클로알킬기의 탄소 원자수는 통상 3~30이며, 3~20인 것이 바람직하고, 3~11인 것이 보다 바람직하다. 탄소 원자수는 치환기의 탄소 원자수를 포함한다.
- [0292] R^4 의 불포화 탄화수소기는 직쇄상이어도, 분기쇄상이어도 된다.
- [0293] R^4 의 불포화 탄화수소기의 탄소 원자수는 통상 2~20이며, 5~20인 것이 바람직하고, 8~20인 것이 보다 바람직하다.
- [0294] R^4 는 수소 원자, 알킬기 또는 불포화 탄화수소기인 것이 바람직하다. 불포화 탄화수소기로는, 알케닐기가 바람직하다. R^4 는 탄소 원자수 8~20의 알케닐기인 것이 바람직하다.
- [0295] R^4 의 알킬기의 구체예로는, $R^6 \sim R^9$ 에서 예시한 알킬기를 들 수 있다.
- [0296] R^4 의 시클로알킬기의 구체예로는, $R^6 \sim R^9$ 에서 예시한 시클로알킬기를 들 수 있다.
- [0297] R^4 의 알케닐기로는, $R^6 \sim R^9$ 에서 예시한 상기 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기에 있어서, 어느 하나의 탄소 원자간의 단결합(C-C)이 이중 결합(C=C)으로 치환된 것을 예시할 수 있으며, 이중 결합의 위치는 한정되지 않는다.
- [0298] 이와 같은 알케닐기의 바람직한 것으로는, 예를 들면, 에테닐기, 프로페닐기, 3-부테닐기, 2-부테닐기, 2-펜테닐기, 2-헥세닐기, 2-노네닐기, 2-도데세닐기, 9-옥타데세닐기를 들 수 있다.
- [0299] 암모늄 양이온이 염을 형성하는 경우, 반대 음이온으로는, 특별히 제한은 없지만 Br^- , Cl^- , I^- , F^- 의 할로젠화물 이온이나, 카르복실레이트 이온 등을 바람직한 예로서 들 수 있다.
- [0300] 일반식 (A1)로 나타내지는 암모늄 양이온과 반대 음이온을 가지는 암모늄염으로는, n-옥틸암모늄염, 올레일암모늄염을 바람직한 예로서 들 수 있다.
- [0301] (5) 성분은 일반식 (A2)로 나타내지는 카르복실레이트 음이온, 일반식 (A2)로 나타내지는 카르복실레이트 음이온에 프로톤이 결합한 카르복시산, 또는 그것을 포함하는 카르복시산염이어도 된다.
- [0302] $R^5-CO_2^- \cdots (A2)$
- [0303] 일반식 (A2) 중, R^5 는 1가의 탄화수소기를 나타낸다. R^5 로 나타내지는 탄화수소기는 포화 탄화수소기(즉, 알킬기, 시클로알킬기)이어도 되고, 불포화 탄화수소기이어도 된다.
- [0304] R^5 로 나타내지는 알킬기는 직쇄상이어도 분기쇄상이어도 된다. R^5 로 나타내지는 알킬기의 탄소 원자수는 통상 1~20이며, 5~20인 것이 바람직하고, 8~20인 것이 보다 바람직하다.
- [0305] R^5 로 나타내지는 시클로알킬기는 치환기로서 알킬기를 가지고 있어도 된다. 시클로알킬기의 탄소 원자수는 통상 3~30이며, 3~20인 것이 바람직하고, 3~11인 것이 보다 바람직하다. 탄소 원자수는 치환기의 탄소 원자수도 포함한다.
- [0306] R^5 로 나타내지는 불포화 탄화수소기는 직쇄상이어도, 분기쇄상이어도 된다.
- [0307] R^5 로 나타내지는 불포화 탄화수소기의 탄소 원자수는 통상 2~20이며, 5~20인 것이 바람직하고, 8~20인 것이 보다 바람직하다.
- [0308] R^5 는 알킬기 또는 불포화 탄화수소기인 것이 바람직하다. 불포화 탄화수소기로는, 알케닐기가 바람직하다.
- [0309] R^5 의 알킬기의 구체예로는, $R^6 \sim R^9$ 에서 예시한 알킬기를 들 수 있다.
- [0310] R^5 의 시클로알킬기의 구체예로는, $R^6 \sim R^9$ 에서 예시한 시클로알킬기를 들 수 있다.

- [0311] R^5 의 알케닐기의 구체예로는, R^4 에서 예시한 알케닐기를 들 수 있다.
- [0312] 이 중에서도 R^5 의 알케닐기로는, 9-옥타데세닐기가 바람직하다.
- [0313] 일반식 (A2)로 나타내지는 카르복실레이트 음이온은 올레인산 음이온이 바람직하다.
- [0314] 카르복실레이트 음이온이 염을 형성하는 경우, 반대 양이온으로는, 특별히 제한은 없지만, 알칼리 금속 양이온, 알칼리토류 금속 양이온, 암모늄 양이온 등을 바람직한 예로서 들 수 있다.
- [0315] ≪(6) 성분≫
- [0316] (6) 성분은 실라잔 또는 그의 개질체이다.
- [0317] 본 발명에 관한 조성물은 양자 수율 및 흡수율을 향상시키는 관점에서, 실라잔 또는 그의 개질체를 포함하고 있는 것이 바람직하다.
- [0318] 실라잔은 Si-N-Si 결합을 가지는 화합물이다.
- [0319] 실라잔은 직쇄상, 분기쇄상 또는 환상의 어느 하나이어도 된다. 또한, 실라잔은 저분자이어도, 고분자(본 명세서에서는 폴리실라잔이라고 기재하는 경우가 있음)이어도 된다.
- [0320] 본 명세서에서 「저분자」란 수평균 분자량이 600 미만인 것을 의미하고, 「고분자」란 수평균 분자량이 600 이상 2000 이하인 것을 의미한다.
- [0321] 본 명세서에서 「수평균 분자량」이란 겔·퍼미에이션·크로마토그래피(GPC)법에 의해 측정되는 폴리스티렌환산치를 의미한다.
- [0322] 예를 들면, 하기의 일반식 (B1) 또는 (B2)로 나타내지는 저분자의 실라잔, 및 일반식 (B3)으로 나타내지는 구성 단위, 또는 일반식 (B4)로 나타내지는 구조를 가지는 폴리실라잔인 것이 바람직하다.
- [0323] 실라잔은 후술하는 방법으로 개질하고 실리카 변성시켜 이용해도 된다.
- [0324] 실시형태의 조성물에 포함되는 실라잔은 후술하는 방법에 의해 개질된, 실라잔의 개질체이어도 된다.
- [0325] 개질이란 실라잔에 포함되는 적어도 일부의 Si-N-Si 결합에 있어서, N를 O로 치환해 Si-O-Si 결합을 형성시키는 것을 말하며, 실라잔의 개질체는 Si-O-Si 결합을 포함하는 화합물이다.
- [0326] 실라잔의 개질체로는, 예를 들면, 상술의 일반식 (B1) 또는 (B2)에 포함되는 적어도 1개의 N가 O로 치환된 저분자의 화합물, 및 일반식 (B3)로 나타내지는 구성 단위를 가지는 폴리실라잔에 포함되는 적어도 1개의 N가 O로 치환된 고분자의 화합물 또는 일반식 (B4)로 나타내지는 구조를 가지는 폴리실라잔에 포함되는 적어도 1개의 N가 O로 치환된 고분자의 화합물이 바람직하다.
- [0327] 일반식 (B2)에 포함되는 N의 총량에 대한, 치환된 O의 수의 비율은 0.1~100%인 것이 바람직하고, 10~98%인 것이 보다 바람직하며, 30~95%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0328] 일반식 (B3)에 포함되는 N의 총량에 대한, 치환된 O의 수의 비율은 0.1~100%인 것이 바람직하고, 10~98%인 것이 보다 바람직하며, 30~95%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0329] 일반식 (B4)에 포함되는 N의 총량에 대한, 치환된 O의 수의 비율은 0.1~99%인 것이 바람직하고, 10~97%인 것이 보다 바람직하며, 30~95%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0330] 실라잔의 개질체는 1 종류이어도 2 종류 이상의 혼합물이어도 된다.
- [0331] 실라잔 및 그의 개질체에 포함되는 Si 원자수, N 원자수, O 원자수는 핵자기 공명 분광법(NMR), X선 광전자 분광법(XPS) 또는 투과형 전자현미경(TEM)을 이용한 에너지 분산형 X선 분석(EDX) 등으로 산출할 수 있다.
- [0332] 특히 바람직한 방법으로는, X선 광전자 분광법(XPS)에 의해서, 조성물 중의 Si 원자수, N 원자수, O 원자수를 측정함으로써, 산출할 수 있다.
- [0333] 상술의 방법에 따라 측정되는 실라잔 및 그의 개질체에 포함되는 N 원자수에 대한 O 원자수의 비율은 0.1~99%인 것이 바람직하고, 10~95%인 것이 보다 바람직하며, 30~90%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0334] 실라잔 또는 그의 개질체의 적어도 일부는 조성물에 포함되는 페로브스카이트 화합물에 흡착하고 있어도 되고,

조성물 중에 분산하고 있어도 된다.

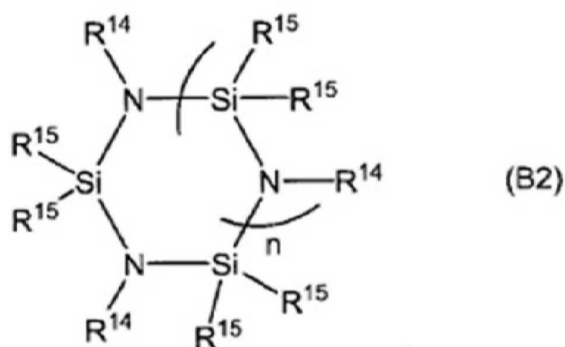
[화학식 3]



일반식 (B1) 중, R^{14} 및 복수의 R^{15} 는 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알킬기, 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알케닐기, 탄소 원자수 3 이상 20 이하의 시클로알킬기, 탄소 원자수 6 이상 20 이하의 아릴기, 또는 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알킬실릴기를 나타낸다. 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알킬기, 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알케닐기, 탄소 원자수 3 이상 20 이하의 시클로알킬기, 탄소 원자수 6 이상 20 이하의 아릴기, 또는 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알킬실릴기는 아미노기 등의 치환기를 가지고 있어도 된다. 복수인 R^{15} 는 동일해도 되고, 상이해도 된다.

일반식 (B1)로 나타내지는 저분자의 실라잔으로는, 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실라잔, 1,3-디페닐테트라메틸디실라잔 및 1,1,1,3,3,3-헥사메틸디실라잔을 들 수 있다.

[화학식 4]



일반식 (B2) 중, R^{14} 및 R^{15} 는 상기와 동일하다.

복수인 R^{14} 는 동일해도 되고, 상이해도 된다.

복수인 R^{15} 는 동일해도 되고, 상이해도 된다.

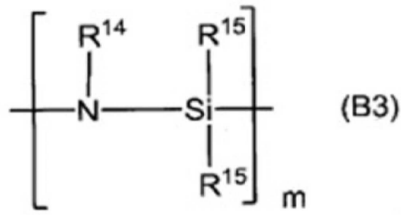
n 은 1 이상 20 이하의 정수를 나타낸다. n 은 1 이상 10 이하의 정수이어도 되고, 1 또는 2이어도 된다.

일반식 (B2)로 나타내지는 저분자의 실라잔으로는, 옥타메틸시클로테트라실라잔, 2,2,4,4,6,6-헥사메틸시클로트리실라잔 및 2,4,6-트리메틸-2,4,6-트리비닐시클로트리실라잔을 들 수 있다.

저분자의 실라잔으로는, 옥타메틸시클로테트라실라잔 및 1,3-디페닐테트라메틸디실라잔이 바람직하고, 옥타메틸시클로테트라실라잔이 보다 바람직하다.

폴리실라잔은 Si-N-Si 결합을 가지는 고분자 화합물이며, 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면, 하기의 일반식 (B3)로 나타내지는 구성 단위를 가지는 고분자 화합물을 들 수 있다. 폴리실라잔에 포함되는 일반식 (B3)으로 나타내지는 구성 단위는 1 종류이어도, 복수 종류이어도 된다.

[0348] [화학식 5]



[0349]

[0350] 일반식 (B3) 중, R^{14} 및 R^{15} 는 상기와 동일하다.

[0351] 복수인 R^{14} 는 동일해도 되고, 상이해도 된다.

[0352] 복수인 R^{15} 는 동일해도 되고, 상이해도 된다.

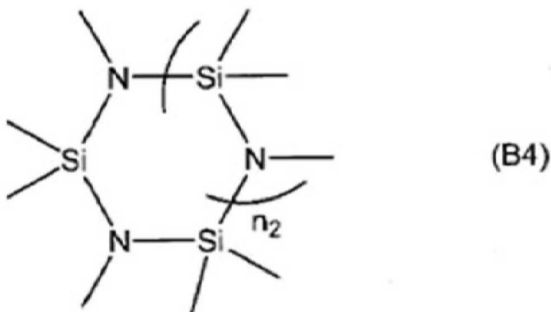
[0353] m 은 2 이상 10000 이하의 정수를 나타낸다.

[0354] 일반식 (B3)으로 나타내지는 구성 단위를 가지는 폴리실라잔은 예를 들면, R^{14} 및 R^{15} 모두가 수소 원자인 퍼히드로폴리실라잔이어도 된다.

[0355] 또한, 일반식 (B3)으로 나타내지는 구성 단위를 가지는 폴리실라잔은 예를 들면, 적어도 1개의 R^{15} 가 수소 원자 이외의 기인 오르가노폴리실라잔이어도 된다. 용도에 따라서, 적절하게 퍼히드로폴리실라잔과 오르가노폴리실라잔을 선택해도 되고, 혼합해 사용할 수도 있다.

[0356] 폴리실라잔은 분자 내의 일부에 환 구조를 가지고 있어도 되고, 예를 들면, 일반식 (B4)로 나타내지는 구조를 가지고 있어도 된다.

[0357] [화학식 6]



[0358]

[0359] n_2 는 1 이상 10000 이하의 정수를 나타낸다. n_2 는 1 이상 10 이하이어도 되고, 1 또는 2이어도 된다.

[0360] 실라잔 또는 그의 개질체는 특별히 제한은 없지만, 분산성을 향상시켜, 응집을 억제할 수 있는 관점에서 오르가노폴리실라잔 또는 그의 개질체가 바람직하다. 오르가노폴리실라잔은 예를 들면, 일반식 (B3) 중의 R^{14} 및 R^{15} 중 적어도 1개가 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알킬기, 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알케닐기, 탄소 원자수 3 이상 20 이하의 시클로알킬기, 탄소 원자수 6 이상 20 이하의 아릴기, 또는 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알킬실릴기인 일반식 (B3)으로 나타내지는 구성 단위를 가지는 오르가노폴리실라잔이어도 된다. 또한, 일반식 (B4) 중의 적어도 1개의 결합손이 R^{14} 또는 R^{15} 와 결합하고, 상기 R^{14} 및 R^{15} 중 적어도 1개가 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알킬기, 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알케닐기, 탄소 원자수 3 이상 20 이하의 시클로알킬기, 탄소 원자수 6 이상 20 이하의 아릴기, 또는 탄소 원자수 1 이상 20 이하의 알킬실릴기인 일반식 (B4)로 나타내지는 구조를 포함하는 오르가노폴리실라잔이어도 된다.

[0361] 오르가노폴리실라잔은 일반식 (B3) 중의 R^{14} 및 R^{15} 중 적어도 1개가 메틸기인 일반식 (B3)으로 나타내지는 구성 단위를 가지는 오르가노폴리실라잔, 또는 일반식 (B4) 중의 적어도 1개의 결합손이 R^{14} 또는 R^{15} 와 결합하고, 상기 R^{14} 및 R^{15} 중 적어도 1개가 메틸기인 일반식 (B4)로 나타내지는 구조를 가지는 폴리실라잔인 것이

바람직하다.

- [0362] 일반적인 폴리실라잔은 예를 들면, 직쇄 구조와 6원환 또는 8원환 등의 환 구조가 존재한 구조이다. 상술의 대로, 그의 분자량은 수평균 분자량(Mn)으로 600~2000(폴리스티렌환산)이며, 분자량에 의해서 액체 또는 고체의 물질일 수 있다. 상기 폴리실라잔은 시판품을 사용해도 되고, 시판품으로는 NN120-10, NN120-20, NAX120-20, NN110, NAX120, NAX110, NL120A, NL110A, NL150A, NP110, NP140(AZ 일렉트로닉 머티리얼즈 주식회사 제) 및 AZNN-120-20, Durazane(등록상표) 1500 Slow Cure, Durazane(등록상표) 1500 Rapid Cure, Durazane(등록상표) 1800(머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제) 및 Durazane(등록상표) 1033(머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제) 등을 들 수 있다.
- [0363] 일반식 (B3)로 나타내지는 구성 단위를 가지는 폴리실라잔은 바람직하게는 AZNN-120-20, Durazane(등록상표) 1500 Slow Cure, Durazane(등록상표) 1500 Rapid Cure이며, 보다 바람직하게는 Durazane(등록상표) 1500 Slow Cure이다.
- [0364] <각 성분의 배합비에 대해>
- [0365] 본 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분과 (2) 성분의 배합비는 충분한 광의 흡수량 및 양자 수율이 얻어지는 정도이면 되고, (1) 성분 및 (2) 성분의 종류 등에 따라서, 적절히 정할 수 있다.
- [0366] 본 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분과 (2) 성분의 중량비[(1)/(2)]는 0.001 이상 10 이하이어도 되고, 0.005 이상 1 이하이어도 되며, 0.01 이상 0.1 이하이어도 된다.
- [0367] (1) 성분과 (2) 성분의 배합비에 관한 범위가 상기 범위 내인 조성물은 충분한 광의 흡수량 및 양자 수율이 얻어지는 점에서 바람직하다.
- [0368] 본 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분과, (3) 성분 및 (4) 성분의 합계의 배합비는 (1) 성분에 의한 발광 작용이 양호하게 발휘되는 정도이면 되고, (1) 성분~(4) 성분의 종류 등에 따라서, 적절히 정할 수 있다.
- [0369] (1) 성분과, (2) 성분과, (3) 성분 및 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분과, (3) 성분 및 (4) 성분의 합계의 질량비[(1)/((3) 및 (4)의 합계)]는 0.00001 이상 10 이하이어도 되고, 0.0001 이상 2 이하이어도 되며, 0.0005 이상 1 이하이어도 된다.
- [0370] (1) 성분과, (3) 성분 및 (4) 성분의 합계의 배합비에 관한 범위가 상기 범위 내인 조성물은 (1) 성분의 응집이 생기기 어렵고, 발광성도 양호하게 발휘되는 점에서 바람직하다.
- [0371] 본 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분과 (5) 성분의 배합비는 (1) 성분에 의한 발광 작용이 양호하게 발휘되는 정도이면 되고, (1) 성분~(5) 성분의 종류 등에 따라서, 적절히 정할 수 있다.
- [0372] (1) 성분과, (2) 성분과, (5) 성분과, (3) 성분 및 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는 실시형태의 조성물, 및 (1) 성분, (2) 성분, (4') 성분 및 (5) 성분을 포함하고, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상인 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분과 (5) 성분의 몰비[(1)/(5)]는 0.0001 이상 1000 이하이어도 되고, 0.01 이상 100 이하이어도 된다.
- [0373] (1) 성분과 (5) 성분의 배합비에 관한 범위가 상기 범위 내인 조성물은 (1) 성분의 응집이 생기기 어렵고, 발광성도 양호하게 발휘되는 점에서 바람직하다.
- [0374] 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분과 (6) 성분의 배합비는 (1) 성분에 의한 발광 작용이 양호하게 발휘되는 정도이면 되고, (1) 성분~(6) 성분의 종류 등에 따라서, 적절히 정할 수 있다.
- [0375] (1) 성분과, (2) 성분과, (5) 성분과, (6) 성분과, (3) 성분 및 (4) 성분으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 1종을 포함하는 실시형태의 조성물, 및 (1) 성분, (2) 성분, (4') 성분, (5) 성분 및 (6) 성분을 포함하고, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상인 실시형태의 조성물에 있어서, (1) 성분의 B 성분인 금속 이온과 (6) 성분의 Si 원소의 몰비[Si/B]는 0.001 이상 2000 이하이어도 되고, 0.01 이상 500 이하이어도 된다.
- [0376] (1) 성분과 (6) 성분의 배합비에 관한 범위가 상기 범위 내인 조성물은 (1) 성분의 응집이 생기기 어렵고, 발광성도 양호하게 발휘되는 점에서 바람직하다.
- [0377] <<(1) 성분의 제조 방법>>
- [0378] A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물은 기존 문헌(Nano Lett. 2015, 15, 3692-3696,

ACSNano, 2015, 9, 4533-4542)을 참고로, 이하에 설명하는 제1 실시형태 또는 제2 실시형태의 방법에 따라 제조할 수 있다.

- [0379] (A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물의 제조 방법의 제1 실시형태)
- [0380] 예를 들면, 본 발명에 관한 페로브스카이트 화합물의 제조 방법으로는, B 성분, X 성분 및 A 성분을 용매 x에 용해시켜 용액 g을 얻는 공정과, 얻어진 용액 g과 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 용액 g을 얻는 공정에서 이용한 용매 x 보다도 낮은 용매 y를 혼합하는 공정을 포함하는 제조 방법을 들 수 있다. 보다 구체적으로는, B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물을 용매 x에 용해시켜 용액 g을 얻는 공정과, 얻어진 용액 g과 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 용액 g을 얻는 공정에서 이용한 용매 x 보다도 낮은 용매 y를 혼합하는 공정을 포함하는 제조 방법을 들 수 있다.
- [0381] 용액 g과, 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 용액 g을 얻는 공정에서 이용한 용매 x 보다도 낮은 용매 y를 혼합함으로써 페로브스카이트 화합물이 석출된다.
- [0382] 이하, B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물을 용매 x에 용해시켜 용액 g을 얻는 공정과, 얻어진 용액 g과 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 용액 g을 얻는 공정에서 이용한 용매 x 보다도 낮은 용매 y를 혼합하는 공정을 포함하는 제조 방법에서 설명한다.
- [0383] 또한, 용해도란 혼합하는 공정을 실시하는 온도에 있어서의 용해도를 의미한다.
- [0384] 상기 제조 방법은 페로브스카이트 화합물을 안정되게 분산할 수 있는 관점에서, 캡핑 배위자를 가하는 공정을 포함하고 있는 것이 바람직하다. 캡핑 배위자는 전술의 혼합하는 공정의 전에 첨가하는 것이 바람직하고, A 성분, B 성분 및 X 성분을 용해시킨 용액 g에 캡핑 배위자를 첨가해도 되며, 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 용액 g을 얻는 공정에서 이용한 용매 x 보다도 낮은 용매 y에 첨가해도 되고, 용매 x 및 용매 y의 양쪽 모두에 첨가해도 된다.
- [0385] 상기 제조 방법은 전술의 혼합하는 공정의 뒤, 원심분리, 여과 등의 수법에 의해 조대 입자를 제거하는 공정을 포함하고 있는 것이 바람직하다. 상기 제거하는 공정에 의해서 제거하는 조대 입자의 사이즈는 10 μ m 이상이 바람직하고, 1 μ m 이상이 보다 바람직하며, 500nm 이상이 특히 바람직하다.
- [0386] 전술의 용액 g과 용매 y를 혼합하는 공정은 (I) 용액 g을 용매 y에 적하하는 공정이어도 되고, (II) 용액 g에 용매 y를 적하하는 공정이어도 되지만, (1) 성분의 분산성을 높이는 관점에서 (I)인 것이 바람직하다.
- [0387] 적하할 때에는 교반을 실시하는 것이 (1) 성분의 분산성을 높이는 관점에서 바람직하다.
- [0388] 용액 g과 용매 y를 혼합하는 공정에 있어서, 온도에는 특별히 제한은 없지만, (1) 성분의 석출하기 용이함을 확보하는 관점에서, -20℃ 이상 40℃ 이하의 범위인 것이 바람직하고, -5℃ 이상 30℃ 이하의 범위인 것이 보다 바람직하다.
- [0389] 상기 제조 방법에서 이용하는 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 상이한 2 종류의 용매 x 및 y로는, 특별히 한정되는 것은 아니지만, 예를 들면, 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 1-부탄올, 2-부탄올, tert-부탄올, 1-펜탄올, 2-메틸-2-부탄올, 메톡시프로판올, 디아세톤알코올, 시클로헥산올, 2-플루오로에탄올, 2,2,2-트리플루오로에탄올, 2,2,3,3-테트라플루오로-1-프로판올 등의 알코올; 에틸렌글리콜모노메틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르아세테이트, 트리에틸렌글리콜디메틸에테르 등의 글리콜에테르; N-메틸-2-피롤리돈, N,N-디메틸포름아미드, 아세트아미드, N,N-디메틸아세트아미드 등의 아미드기를 가지는 유기용매; 메틸포르메이트, 에틸포르메이트, 프로필포르메이트, 펜틸포르메이트, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 펜틸아세테이트 등의 에스테르; γ -부티로락톤, 아세톤, 디메틸케톤, 디이소부틸케톤, 시클로펜타논, 시클로헥사논, 메틸시클로헥사논 등의 케톤; 디에틸에테르, 메틸-tert-부틸에테르, 디이소프로필에테르, 디메톡시메탄, 디메톡시에탄, 1,4-디옥산, 1,3-디옥소란, 4-메틸디옥소란, 테트라히드로퓨란, 메틸테트라히드로퓨란, 아니솔, 페넨톨 등의 에테르; 아세토니트릴, 이소부티로니트릴, 프로피오니트릴, 메톡시아세토니트릴 등의 니트릴기를 가지는 유기용매; 에틸렌카보네이트, 프로필렌카보네이트 등의 카보네이트기를 가지는 유기용매; 염화 메틸렌, 클로로포름 등의 할로젠화한 탄화수소기를 가지는 유기용매; n-펜탄, 시클로헥산, n-헥산, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소기를 가지는 유기용매, 디메틸술폭시드로 이루어진 군으로부터 선택되는 2종의 용매를 들 수 있다.
- [0390] 상기 제조 방법에 포함되는, 용액 g을 얻는 공정에서 이용하는 용매 x로는, 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 높은 용매가 바람직하고, 예를 들면, 실온(10℃ 이상 30℃ 이하)에서 상기 공정을 실시하는 경우,

메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 1-부탄올, 2-부탄올, tert-부탄올, 1-펜탄올, 2-메틸-2-부탄올, 메톡시프로판올, 디아세톤알코올, 시클로헥산올, 2-플루오로에탄올, 2,2,2-트리플루오로에탄올, 2,2,3,3-테트라플루오로-1-프로판올 등의 알코올; 에틸렌글리콜모노메틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르아세테이트, 트리에틸렌글리콜디메틸에테르 등의 글리콜에테르; N-메틸-2-피롤리돈, N,N-디메틸포름아미드, 아세트아미드, N,N-디메틸아세트아미드 등의 아미드기를 가지는 유기용매; 디메틸술폰을 들 수 있다.

[0391] 상기 제조 방법에 포함되는, 혼합하는 공정에서 이용하는 용매 y로는, 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 낮은 용매가 바람직하고, 예를 들면, 실온(10℃ 이상 30℃ 이하)에서 상기 공정을 실시하는 경우, 메틸포르메이트, 에틸포르메이트, 프로필포르메이트, 펜틸포르메이트, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 펜틸아세테이트 등의 에스테르; γ -부티로락톤, 아세톤, 디메틸케톤, 디이소부틸케톤, 시클로펜타논, 시클로헥사논, 메틸시클로헥사논 등의 케톤; 디에틸에테르, 메틸-tert-부틸에테르, 디이소프로필에테르, 디메톡시메탄, 디메톡시에탄, 1,4-디옥산, 1,3-디옥소란, 4-메틸디옥소란, 테트라히드로퓨란, 메틸테트라히드로퓨란, 아니솔, 페넨톨 등의 에테르; 아세트니트릴, 이소부티로니트릴, 프로피오니트릴, 메톡시아세트니트릴 등의 니트릴기를 가지는 유기용매; 에틸렌카보네이트, 프로필렌카보네이트 등의 카보네이트기를 가지는 유기용매; 염화 메틸렌, 클로로포름 등의 할로젠화한 탄화수소기를 가지는 유기용매; n-펜탄, 시클로헥산, n-헥산, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소기를 가지는 유기용매를 들 수 있다.

[0392] 용해도가 상이한 2 종류의 용매에 있어서, 용해도의 차이는 (100 μ g/용매 100 g) 이상 (90 g/용매 100 g) 이하인 것이 바람직하고, (1 mg/용매 100 g) 이상 (90 g/용매 100 g) 이하인 것이 보다 바람직하다. 용해도의 차이를 (100 μ g/용매 100 g) 이상 (90 g/용매 100 g) 이하로 하는 관점에서, 예를 들면, 실온(10℃ 이상 30℃ 이하)에서 혼합하는 공정을 실시하는 경우, 용액을 얻는 공정에서 이용하는 용매 x가 N,N-디메틸아세트아미드 등의 아미드기를 가지는 유기용매나 디메틸술폰이며, 혼합하는 공정에서 이용하는 용매 y가 염화 메틸렌, 클로로포름 등의 할로젠화한 탄화수소기를 가지는 유기용매; n-펜탄, 시클로헥산, n-헥산, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소기를 가지는 유기용매인 것이 바람직하다.

[0393] 얻어진 페로브스카이트 화합물을 포함하는 분산액으로부터 페로브스카이트 화합물을 추출하는 방법으로는, 고액분리를 실시함으로써 페로브스카이트 화합물만을 회수하는 방법을 들 수 있다.

[0394] 전술의 고액 분리 방법은 여과 등의 방법이나, 용매의 증발을 이용한 방법 등을 들 수 있다.

[0395] (A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물의 제조 방법의 제2 실시형태)

[0396] 페로브스카이트 화합물의 제조 방법은 B 성분, X 성분 및 A 성분을 고온의 용매 z에 첨가해 용해시켜 용액 h를 얻는 공정과, 얻어진 용액 h를 냉각하는 공정을 포함하는 제조 방법이어도 된다. 보다 구체적으로는, B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분을 포함하는 화합물, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물을 고온의 용매 z에 첨가해 용해시켜 용액 h를 얻는 공정과, 얻어진 용액 h를 냉각하는 공정을 포함하는 제조 방법을 들 수 있다.

[0397] B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물을 고온의 용매 z에 첨가해 용해시켜 용액 h를 얻는 공정은, B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물을 용매 z에 첨가 후, 승온함으로써 용액 h를 얻는 공정이어도 된다.

[0398] 상기 제조 방법에서는 온도의 차이에 의한 용해도의 차이에 의해서 본 발명에 관한 페로브스카이트 화합물을 석출시켜, 본 발명에 관한 페로브스카이트 화합물을 제조할 수 있다.

[0399] 상기 제조 방법은 페로브스카이트 화합물을 안정하게 분산할 수 있는 관점에서, 캡핑 배위자를 가하는 공정을 포함하고 있는 것이 바람직하다. 캡핑 배위자는 전술의 냉각하는 공정의 전에 용액 h에 포함되어 있는 것이 바람직하다.

[0400] 상기 제조 방법은 냉각하는 공정의 뒤, 원심분리, 여과 등의 수법에 의해 조대 입자를 제거하는 공정을 포함하고 있는 것이 바람직하다. 상기 제거 공정에 의해서 제거하는 조대 입자의 사이즈는 10 μ m 이상이 바람직하고, 1 μ m 이상이 보다 바람직하며, 500nm 이상이 특히 바람직하다.

[0401] 여기서, 고온의 용매 z란 B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물이 용해하는 온도의 용매이면 되고, 예를 들면, 60℃ 이상 600℃ 이하의 용매인 것이 바람직하고, 80℃ 이상 400℃ 이하의 용매인 것이 보다 바람직하다.

- [0402] 냉각하는 온도로는, -20°C 이상 50°C 이하인 것이 바람직하고, -10°C 이상 30°C 이하인 것이 보다 바람직하다.
- [0403] 냉각 속도로는, $0.1\sim 1500^{\circ}\text{C}/\text{분}$ 인 것이 바람직하고, $10\sim 150^{\circ}\text{C}/\text{분}$ 인 것이 보다 바람직하다.
- [0404] 상기 제조 방법에 이용하는 용매 z로는, B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물을 용해할 수 있는 용매이면, 특별히 한정되는 것은 아니다. 예를 들면, 상기 (3) 성분으로서 기재한 용매를 이용할 수 있다.
- [0405] 얻어진 페로브스카이트 화합물을 포함하는 분산액으로부터 페로브스카이트 화합물을 추출하는 방법으로는, 고액 분리를 실시함으로써 페로브스카이트 화합물만을 회수하는 방법을 들 수 있다.
- [0406] 전술의 고액 분리 방법은 여과 등의 방법이나, 용매의 증발을 이용한 방법 등을 들 수 있다.
- [0407] [실라잔을 개질하는 방법]
- [0408] 실라잔을 개질하는 방법으로는, 엑시머 램프 등에 의한 진공 자외선을 조사해 개질하는 방법이나, 물 등으로 가습 처리하는 방법 등의 공지의 개질 방법을 들 수 있다. 중에서도 가습 처리에 의한 개질 처리가 보다 강한 보호층을 형성하는 관점에서 바람직하다.
- [0409] 자외선을 조사하는 방법에서 이용되는 자외선의 파장은 통상 $10\sim 400\text{nm}$ 이며, $10\sim 350\text{nm}$ 가 바람직하고, $100\sim 180\text{nm}$ 가 보다 바람직하다. 자외선을 발생시키는 광원으로는, 예를 들면, 메탈 할라이드 램프, 고압 수은 램프, 저압 수은 램프, 크세논 아크 램프, 카본 아크 램프, 엑시머 램프, UV 레이저광 등을 들 수 있다.
- [0410] 가습 처리의 방법은 수증기와 실라잔을 반응시키는 방법이면 된다.
- [0411] 조성물 중의 (2) 성분 또는 실라잔을 가습 처리에 의해 개질하는 경우, 예를 들면, 후술하는 온도 및 습도 조건 하에서 일정한 시간, 조성물을 정치 또는 교반해도 된다.
- [0412] 조성물에 포함되는 실라잔의 분산성을 높이는 관점에서, 교반하는 것이 바람직하다.
- [0413] 가습 처리에 있어서의 온도는 충분히 개질이 진행되는 온도이면 되고, 예를 들면, $5\sim 150^{\circ}\text{C}$ 인 것이 바람직하고, $10\sim 100^{\circ}\text{C}$ 인 것이 보다 바람직하며, $15\sim 80^{\circ}\text{C}$ 인 것이 더욱 바람직하다.
- [0414] 가습 처리에서의 습도는 조성물 중의 실라잔을 가지는 화합물에 충분히 수분이 공급되는 습도이면 되고, 예를 들면 $30\%\sim 100\%$, 바람직하게는, $40\%\sim 95\%$, 보다 바람직하게는 $60\%\sim 90\%$ 이다.
- [0415] 본 명세서에서 「습도」란 가습 처리를 실시하는 온도에서의 상대습도를 의미한다.
- [0416] 가습 처리에 필요로 하는 시간은, 충분히 개질이 진행되는 시간이면 되고, 예를 들면 10분간 이상 1주간 이하, 바람직하게는 1시간 이상 5일간 이하, 보다 바람직하게는 12시간 이상 3일간 이하이다.
- [0417] <조성물의 제조 방법>
- [0418] 이하, 본 발명에 있어서의 조성물의 제조 방법에 관해, 실시형태를 나타내어 설명한다. 본 실시형태의 조성물의 제조 방법에 의하면, 본 발명에 관한 실시형태의 조성물을 제조 가능하다. 또한, 본 발명의 조성물은 이하의 실시형태의 조성물의 제조 방법에 의해 제조되는 것으로 한정되는 것은 아니다.
- [0419] [(1) 성분, (2) 성분 및 (3) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법]
- [0420] (1) 성분, (2) 성분 및 (3) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법으로는, 예를 들면, 하기 제조 방법 (a1)이어도 되고, 하기 제조 방법 (a2)이어도 된다.
- [0421] 제조 방법 (a1): (1) 성분 및 (3) 성분을 혼합하는 공정과, (1) 성분 및 (3) 성분의 혼합물과 (2) 성분을 혼합하는 공정을 포함하는 조성물의 제조 방법.
- [0422] 제조 방법 (a2): (1) 성분 및 (2) 성분을 혼합하는 공정과, (1) 성분 및 (2) 성분의 혼합물과 (3) 성분을 혼합하는 공정을 포함하는 조성물의 제조 방법.
- [0423] 상기 제조 방법 (a1)은 (1) 성분을 (3) 성분과 분산시키는 것이 바람직하다. 상기 제조 방법 (a1)은, 예를 들면 (1) 성분을 (3) 성분과 분산시켜 분산액을 얻는 공정과, 상기 분산액과 (2) 성분을 혼합하는 공정을 포함하는 조성물의 제조 방법이어도 된다.
- [0424] 상술의 제조 방법에 포함되는 혼합하는 공정에서는 교반을 실시하는 것이 분산성을 높이는 관점에서

바람직하다.

- [0425] 상술의 제조 방법에 포함되는 혼합하는 공정에 있어서, 온도로는 특별히 제한은 없지만, 균일하게 혼합하는 관점에서, 0℃ 이상 100℃ 이하의 범위인 것이 바람직하고, 10℃ 이상 80℃ 이하의 범위인 것이 보다 바람직하다.
- [0426] 조성물의 제조 방법은 (1) 성분의 분산성을 향상시키는 관점에서, 제조 방법 (a1)이 바람직하다.
- [0427] 본 실시형태에 있어서, (2) 성분 및 (3) 성분은 상술의 (1) 성분의 제조 방법에 포함되는 어느 하나의 공정으로 혼합시켜도 된다. 예를 들면, 하기 제조 방법 (a3) 또는 하기 제조 방법 (a4)이어도 된다.
- [0428] 제조 방법 (a3): B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, (2) 성분을 용매 x((3) 성분)에 용해시켜 용액 g을 얻는 공정과, 얻어진 용액 g과 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 용액 g을 얻는 공정에서 이용한 용매 x 보다도 낮은 용매 y((3) 성분)를 혼합하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0429] 제조 방법 (a4): B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, (2) 성분과, 고온의 (3) 성분을 혼합함으로써 (3) 성분 (1) 성분 및 (2) 성분을 용해시켜 용액 h를 얻는 공정과, 얻어진 용액 h를 냉각하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0430] 이들의 제조 방법에 포함되는 각 공정의 조건은 상술의 페로브스카이트 화합물의 제조 방법의 제1 및 제2 실시형태에서 기재한 것과 동일하다.
- [0431] [(1) 성분, (2) 성분, (3) 성분 및 (5) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법]
- [0432] 예를 들면, (1) 성분, (2) 성분, (3) 성분 및 (5) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법은, 상술의 제조 방법 (a1)~(a4)에 포함되는 어느 하나의 공정에서 (5) 성분을 혼합하는 것 이외에는 (1) 성분, (2) 성분 및 (3) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법과 동일한 방법으로 할 수 있다.
- [0433] 본 실시형태에 있어서는, (1) 성분의 분산성을 높이는 관점에서, (5) 성분은 상술의 (1) 성분의 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물의 제조 방법에 포함되는 어느 하나의 공정에서 혼합되는 것이 바람직하다. 예를 들면, 하기 제조 방법 (b1) 또는 제조 방법 (b2)에 의해 제조하는 것이 바람직하다.
- [0434] 제조 방법 (b1): B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, (2) 성분과, (5) 성분을 용매 x((3) 성분)에 용해시켜 용액 g을 얻는 공정과, 얻어진 용액 g과 페로브스카이트 화합물의 용매에 대한 용해도가 용액 g을 얻는 공정에서 이용한 용매 x 성분보다도 낮은 용매 y((3) 성분)를 혼합하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0435] 제조 방법 (b2): B 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, A 성분, 또는 A 성분 및 X 성분을 포함하는 화합물과, (2) 성분과, (5) 성분과, 고온의 (3) 성분과 혼합함으로써 (3) 성분 (1) 성분, (2) 성분 및 (5) 성분을 용해시켜 용액 h를 얻는 공정과, 얻어진 용액 h를 냉각하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0436] [(1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법]
- [0437] (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법으로는, (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 혼합하는 방법을 들 수 있다.
- [0438] (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 혼합하는 공정은 (1) 성분의 분산성을 높이는 관점에서 교반하면서 실시하는 것이 바람직하다.
- [0439] (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 혼합하는 공정에 있어서, 온도로는 특별히 제한은 없지만, 균일하게 혼합하는 관점에서, 0℃ 이상 100℃ 이하의 범위인 것이 바람직하고, 10℃ 이상 80℃ 이하의 범위인 것이 보다 바람직하다.
- [0440] (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법으로는, 예를 들면, 하기 제조 방법 (c1), (c2) 및 (c3)을 들 수 있다.
- [0441] 제조 방법 (c1): (4) 성분 (1) 성분을 분산시켜 분산체를 얻는 공정과, 얻어진 분산체와 (2) 성분을 혼합하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0442] 제조 방법 (c2): (4) 성분 (2) 성분을 분산시켜 분산체를 얻는 공정과, 얻어진 분산체와 (1) 성분을 혼합하는 공정을 포함하는 제조 방법.

- [0443] 제조 방법 (c3): (4) 성분에 (1) 성분 및 (2) 성분의 혼합물을 분산시키는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0444] (c1)~(c3)의 제조 방법 중에서는, (1) 성분의 분산성을 높이는 관점에서 (c1)의 제조 방법인 것이 바람직하다. 상기 방법에 의해, 본 발명의 조성물을 (1) 성분이 (4) 성분에 분산되어 있는 분산체와 (2) 성분의 혼합물로서 얻을 수 있다.
- [0445] (c1)~(c3)의 제조 방법에 포함되는 각 분산체를 얻는 공정에 있어서는, (4) 성분을 (1) 성분 및/또는 (2) 성분에 적하해도 되고, (1) 성분 및 (2) 성분 중 어느 한쪽 또는 양쪽을 (4) 성분에 적하해도 된다.
- [0446] 분산성을 높이는 관점에서는, (1) 성분 또는 (2) 성분 중 어느 한쪽 또는 양쪽 모두를 (4) 성분에 적하하는 것이 바람직하다.
- [0447] (c1)~(c2)의 제조 방법에 포함되는 각 혼합하는 공정에 있어서는, (1) 성분 또는 (2) 성분을 분산체에 적하해도 되고, 분산체를 (1) 성분 또는 (2) 성분에 적하해도 된다.
- [0448] 분산성을 높이는 관점에서는, (1) 성분 또는 (2) 성분을 분산체에 적하하는 것이 바람직하다.
- [0449] (4) 성분으로서 중합체를 채용하는 경우, 중합체는 용매에 용해되어 있는 중합체이어도 된다.
- [0450] 상술의 중합체가 용해하고 있는 용매는 중합체(수지)를 용해할 수 있는 용매이면 특별히 한정되지 않지만, 상술의 본 발명에 이용하는 (1) 성분을 용해하기 어려운 것이 바람직하다.
- [0451] 상술의 중합체가 용해하고 있는 용매로는, 예를 들면 상기 (3) 성분으로서 기재한 용매를 사용할 수 있다.
- [0452] 또한, (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법은 하기 제조 방법 (c4)이어도 된다.
- [0453] 제조 방법 (c4): (1) 성분을 (3) 성분에 분산시켜 분산액을 얻는 공정과, 얻어진 분산액과 (4) 성분을 혼합해 혼합액을 얻는 공정과, 얻어진 혼합액과 (2) 성분을 혼합하는 공정을 가지는 조성물의 제조 방법.
- [0454] [(1) 성분, (2) 성분, (4) 성분 및 (5) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법]
- [0455] (1) 성분, (2) 성분, (4) 성분 및 (5) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법은, (5) 성분을 첨가하는 것 이외는 이미 설명한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법과 동일한 방법으로 할 수 있다.
- [0456] (5) 성분은 상술의 (1) 성분의 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물의 제조 방법에 포함되는 어느 하나의 공정에서 첨가해도 되고, 상술의 (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법에 포함되는 어느 하나의 공정에서 첨가해도 된다.
- [0457] (5) 성분은 (1) 성분의 분산성을 높이는 관점에서, (1) 성분의 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물의 제조 방법에 포함되는 어느 하나의 공정에서 첨가하는 것이 바람직하다.
- [0458] (1) 성분, (2) 성분, (4) 성분 및 (5) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법에 있어서, (3) 성분을 이용해도 된다.
- [0459] 상기 제조 방법에 의해 얻어지는 본 실시형태의 조성물은 예를 들면, 적어도 일부가 (5) 성분으로 피복되어 있는 (1) 성분이 (3) 성분에 분산되어 있는 분산체와, (2) 성분이 (3) 성분에 분산되어 있는 분산체와, (4) 성분의 혼합물이어도 되고, 적어도 일부가 (5) 성분으로 피복되어 있는 (1) 성분이 (3) 성분에 분산되어 있는 분산체와, (2) 성분 및 (4) 성분이 (3) 성분에 분산되어 있는 분산체의 혼합물이어도 되며, 적어도 일부가 (5) 성분으로 피복되어 있는 (1) 성분 및 (2) 성분이 (3) 성분에 분산되어 있는 분산체와 (4) 성분의 혼합물이어도 된다.
- [0460] [(1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 포함하고, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율 90질량% 이상인 조성물의 제조 방법]
- [0461] (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 포함하고, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 90질량% 이상인 조성물의 제조 방법으로는, 예를 들면, 하기의 제조 방법 (d)를 들 수 있다.
- [0462] 제조 방법 (d): (1) 성분과 (2) 성분과 중합성 화합물을 혼합하는 공정과, 중합성 화합물을 중합시키는 공정을 포함하는 제조 방법, 및 (1) 성분과 (2) 성분과 용매에 용해되어 있는 중합체를 혼합하는 공정과, 용매를 제거하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0463] 상기 제조 방법에 포함되는 혼합하는 공정으로는, 이미 설명한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 포함하는 조

성물의 제조 방법과 동일한 혼합 방법을 이용할 수 있다.

- [0464] 상기 제조 방법은 예를 들면, 하기 제조 방법 (d1)~(d6)을 들 수 있다.
- [0465] 제조 방법 (d1): 중합성 화합물에 (1) 성분을 분산시켜 분산체를 얻는 공정과, 얻어진 분산체와 (2) 성분을 혼합하는 공정과, 중합성 화합물을 중합시키는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0466] 제조 방법 (d2): 용매에 용해되어 있는 중합체에 (1) 성분을 분산시켜 분산체를 얻는 공정과, 얻어진 분산체와 (2) 성분을 혼합하는 공정과, 용매를 제거하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0467] 제조 방법 (d3): 중합성 화합물에 (2) 성분을 분산시켜 분산체를 얻는 공정과, 얻어진 분산체와 (1) 성분을 혼합하는 공정과, 중합성 화합물을 중합시키는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0468] 제조 방법 (d4): 용매에 용해되어 있는 중합체에 (2) 성분을 분산시켜 분산체를 얻는 공정과, 얻어진 분산체와 (1) 성분을 혼합하는 공정과, 용매를 제거하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0469] 제조 방법 (d5): 중합성 화합물에 (1) 성분 및 (2) 성분의 혼합물을 분산시키는 공정과, 중합성 화합물을 중합시키는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0470] 제조 방법 (d6): 용매에 용해되어 있는 중합체에 (1) 성분 및 (2) 성분의 혼합물을 분산시키는 공정과, 용매를 제거하는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0471] 상기 제조 방법에 포함되는, 용매를 제거하는 공정은 실온에서 정치하고 자연 건조시키는 공정이어도 되고, 진공 건조기를 이용한 감압 건조나 가열에 의해서 용매를 증발시키는 공정이어도 된다.
- [0472] 예를 들면, 0℃ 이상 300℃ 이하에서, 1분간 이상 7일간 이하 건조시킴으로써, 용매를 제거할 수 있다.
- [0473] 상기 제조 방법에 포함되는, 중합성 화합물을 중합시키는 공정은 라디칼 중합 등의 공지의 중합 반응을 적절히 이용함으로써 실시할 수 있다.
- [0474] 예를 들면 라디칼 중합의 경우는, (1) 성분과 (2) 성분과 중합성 화합물의 혼합물에 라디칼 중합 개시제를 첨가해 라디칼을 발생시킴으로써 중합 반응을 진행시킬 수 있다.
- [0475] 라디칼 중합 개시제는 특별히 한정되는 것은 아니지만, 예를 들면, 광 라디칼 중합 개시제 등을 들 수 있다.
- [0476] 상기 광 라디칼 중합 개시제로는, 예를 들면, 비스(2,4,6-트리메틸벤조일)-페닐포스핀옥시드 등을 들 수 있다.
- [0477] [(1) 성분, (2) 성분, (4') 성분 및 (5) 성분을 포함하고, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분, (2) 성분, (4') 성분 및 (5) 성분의 합계 함유 비율이 90질량% 이상인 조성물의 제조 방법]
- [0478] (1) 성분, (2) 성분, (4') 성분 및 (5) 성분을 포함하고, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분, (2) 성분, (4') 성분 및 (5) 성분의 합계 함유 비율이 90질량% 이상인 조성물의 제조 방법은, 예를 들면, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 포함하고, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 90질량% 이상인 조성물의 제조 방법에 포함되는 어느 하나의 공정에서, (5) 성분을 첨가하는 것 이외는, 이미 설명한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 포함하고, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 90질량% 이상인 조성물의 제조 방법과 동일한 방법으로 할 수 있다.
- [0479] (5) 성분은 상술의 (1) 성분의 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물의 제조 방법에 포함되는 어느 하나의 공정에서 첨가해도 되고, 상술의 (1) 성분과 (2) 성분과 중합성 화합물을 혼합하는 공정에서 첨가해도 되며, 상술의 (1) 성분과 (2) 성분과 용매에 용해되어 있는 중합체를 혼합하는 공정에서 첨가해도 된다.
- [0480] (5) 성분은 페로브스카이트 화합물의 분산성을 높이는 관점에서, (1) 성분의 A, B 및 X를 구성 성분으로 하는 페로브스카이트 화합물의 제조 방법에 포함되는 어느 하나의 공정에서 첨가하는 것이 바람직하다.
- [0481] [추가로 (6) 성분을 포함하는 조성물의 제조 방법]
- [0482] 추가로 (6) 성분을 혼합하는 것 이외는, 상술의 조성물의 제조 방법과 동일한 방법으로 할 수 있다. (1) 성분과 (2) 성분을 혼합하기 전에, (1) 성분과 (6) 성분을 혼합해 두는 것이 바람직하고, 예를 들어, 하기 제조 방법 (a1-1)이어도 되고, 하기 제조 방법 (a2-1)이어도 된다.
- [0483] 제조 방법 (a1-1): (1) 성분 및 (3) 성분을 혼합하는 공정과, (1) 성분 및 (3) 성분의 혼합물과 (6) 성분을 혼합하는 공정과, (1) 성분, (3) 성분 및 (6) 성분을 포함하는 혼합물과 (2) 성분을 혼합하는 공정을 포함하는 조

성물의 제조 방법.

- [0484] 제조 방법 (a2-1): (1) 성분 및 (6) 성분을 혼합하는 공정과, (1) 성분 및 (6) 성분의 혼합물과 (2) 성분을 혼합하는 공정과, (1) 성분, (2) 성분 및 (6) 성분의 혼합물과 (3) 성분을 혼합하는 공정을 포함하는 조성물의 제조 방법.
- [0485] 《페로브스카이트 화합물의 농도 측정》
- [0486] 본 발명의 조성물에 포함되는 페로브스카이트 화합물의 양은 유도 결합 플라즈마 질량 분석계 ICP-MS(예를 들면, PerkinElmer사 제, ELAN DRCII) 및 이온 크로마토그래프(예를 들면, 써모피셔사이언티픽 주식회사 제, Integrion)를 이용해 측정한다.
- [0487] 페로브스카이트 화합물을 N,N-디메틸포름아미드 등의 양용매를 이용해 용해한 후에 측정을 실시한다.
- [0488] 《양자 수율 및 흡수율의 측정》
- [0489] 본 발명의 조성물의 양자 수율 및 흡수율(absorption)은 절대 PL 양자 수율 측정 장치(예를 들면, 하마마츠 포토닉스 주식회사 제, C9920-02)를 이용하여, 여기광 450nm, 실온, 대기 하에서 측정한다. 여기서, 흡수율이란 광이 있는 물질층을 통과하는 동안에 흡수에 의해서 그의 세기가 I_0 로부터 I 가 되었을 때에 $(I_0-I)/I_0$ 로 나타내지는 값을 말한다.
- [0490] (1) 성분, (2) 성분 및 (4) 성분을 포함하는 조성물에 있어서는, 조성물에 포함되는 페로브스카이트 화합물의 농도가 500ppm($\mu\text{g/g}$) 또는 300ppm($\mu\text{g/g}$)이 되도록 혼합비를 조정해 측정한다.
- [0491] (1) 성분과 (2) 성분을 포함하고, 실라잔 및 실라잔의 개질체를 포함하지 않는 발광성을 가지는 본 실시형태의 조성물은 상기의 측정 방법에 따라 측정된 양자 수율이 27~95%인 것이 바람직하고, 30~95%인 것이 보다 바람직하며, 32~95%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0492] (1) 성분과 (2) 성분을 포함하고, 실라잔 및 실라잔의 개질체를 포함하지 않는 발광성을 가지는 본 실시형태의 조성물은 상기의 측정 방법에 따라 측정된 흡수율이 0.147~0.600인 것이 바람직하고, 0.150~0.600인 것이 보다 바람직하며, 0.160~0.600인 것이 더욱 바람직하다.
- [0493] (1) 성분과 (2) 성분과 실라잔을 포함하고, 실라잔의 개질체를 포함하지 않는 발광성을 가지는 본 실시형태의 조성물은 상기의 측정 방법에 따라 측정된 양자 수율이 44~95%인 것이 바람직하고, 49~95%인 것이 보다 바람직하며, 50~95%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0494] (1) 성분과 (2) 성분과 실라잔을 포함하고, 실라잔의 개질체를 포함하지 않는 발광성을 가지는 본 실시형태의 조성물은 상기의 측정 방법에 따라 측정된 흡수율이 0.146~0.600인 것이 바람직하고, 0.200~0.600인 것이 보다 바람직하며, 0.220~0.600인 것이 더욱 바람직하다.
- [0495] (1) 성분과 (2) 성분과 실라잔의 개질체를 포함하는 발광성을 가지는 본 실시형태의 조성물은 상기의 측정 방법에 따라 측정된 양자 수율이 68~95%인 것이 바람직하고, 69~95%인 것이 보다 바람직하며, 71~95%인 것이 더욱 바람직하다.
- [0496] (1) 성분과 (2) 성분과 실라잔의 개질체를 포함하는 발광성을 가지는 본 실시형태의 조성물은 상기의 측정 방법에 따라 측정된 흡수율이 0.114~0.600인 것이 바람직하고, 0.140~0.600인 것이 보다 바람직하며, 0.149~0.600인 것이 더욱 바람직하다.
- [0497] <필름>
- [0498] 본 발명에 관한 필름은 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 포함하는 조성물로서, (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 조성물의 총 질량에 대해서 90질량% 이상의 조성물로부터 형성된 필름이다. 상기 조성물은 (5) 성분 및/또는 (6) 성분을 포함하고 있어도 된다.
- [0499] 필름의 형상은 특별히 한정되는 것은 아니고, 시트상, 박상 등의 임의의 형상일 수 있다. 본 명세서에 있어서, 「박상의 형상」이란, 예를 들면, 이방성을 가지는 형상을 의미한다. 이방성을 가지는 형상으로는, 각변의 길이가 상이한 판상의 형상이 예시된다.
- [0500] 필름의 두께는 0.01 μm 이상 10mm 이하이어도 되고, 0.1 μm 이상 1mm 이하이어도 되며, 1 μm 이상 0.5mm 이하이어도 된다.

- [0501] 본 명세서에 있어서, 상기 필름의 두께는 마이크로미터에 의해 임의의 3점에서 측정하고, 그의 평균치를 산출함으로써 얻을 수 있다.
- [0502] 필름은 단층이어도 되고, 복층이어도 된다. 복층의 경우, 각 층은 동일한 종류의 실시형태의 조성물이 이용되고 있어도 되고, 서로 상이한 종류의 실시형태의 조성물이 이용되고 있어도 된다.
- [0503] 필름은, 예를 들면, 후술의 적층 구조체의 제조 방법 (i)~(iv)의 제조 방법에 의해, 기관 상에 형성된 필름을 얻을 수 있다. 또한, 필름은 기관으로부터 벗겨서 얻을 수 있다.
- [0504] <적층 구조체>
- [0505] 본 발명에 관한 적층 구조체는 복수의 층을 가지며, 적어도 한층이 상술의 필름이다.
- [0506] 적층 구조체가 가지는 복수의 층 중, 상술의 필름 이외의 층으로는, 기관, 배리어층, 광 산란층 등의 임의의 층을 들 수 있다.
- [0507] 적층되는 필름의 형상은 특별히 한정되는 것은 아니고, 시트상, 바상 등의 임의의 형상일 수 있다.
- [0508] (기관)
- [0509] 본 발명에 관한 적층 구조체가 가지고 있어도 되는 층으로는, 특별히 제한은 없지만, 기관을 들 수 있다.
- [0510] 기관은 특별히 제한은 없지만, 필름이어도 되고, 발광한 광을 취출하는 관점에서, 투명한 것이 바람직하다. 기관으로는, 예를 들면, 폴리에틸렌테레프탈레이트 등의 폴리머나, 유리 등의 공지의 기재를 이용할 수 있다.
- [0511] 예를 들면, 적층 구조체에 있어서, 상술의 필름을 기관 상에 마련하고 있어도 된다.
- [0512] 도 1은 본 실시형태의 적층 구조체의 구성을 모식적으로 나타내는 단면도이다. 제1의 적층 구조체(1a)는 제1의 기관(20) 및 제2의 기관(21)의 사이에 본 실시형태의 필름(10)이 마련되어 있다. 필름(10)은 봉지층(22)에 의해서 봉지되어 있다.
- [0513] 본 발명의 하나의 측면은 제1의 기관(20)과, 제2의 기관(21)과, 제1의 기관(20)과 제2의 기관(21)의 사이에 위치하는 본 실시형태에 관한 필름(10)과, 봉지층(22)을 가지는 적층 구조체로서, 상기 봉지층이 상기 필름(10)의 상기 제1의 기관(20) 및 제2의 기관(21)과 접하지 않은 면 상에 배치되는 것을 특징으로 하는 적층 구조체(1a)이다.
- [0514] (배리어층)
- [0515] 본 발명에 관한 적층 구조체가 가지고 있어도 되는 층으로는, 특별히 제한은 없지만, 배리어층을 들 수 있다. 외기의 수증기 및 대기 중의 공기로부터 전술의 조성물을 보호하는 관점에서, 배리어층을 포함하고 있어도 된다.
- [0516] 배리어층은 특별히 제한은 없지만, 발광한 광을 취출하는 관점에서, 투명한 배리어층이 바람직하다. 배리어층으로는, 예를 들면, 폴리에틸렌테레프탈레이트 등의 폴리머나, 유리막 등의 공지의 배리어층을 이용할 수 있다.
- [0517] (광 산란층)
- [0518] 본 발명에 관한 적층 구조체가 가지고 있어도 되는 층으로는, 특별히 제한은 없지만, 광 산란층을 들 수 있다. 입사한 광을 유효하게 이용하는 관점에서, 광 산란층을 포함하고 있어도 된다.
- [0519] 광 산란층은 특별히 제한은 없지만, 발광한 광을 취출하는 관점에서, 투명한 것이 바람직하다. 광 산란층으로는, 실리카 입자 등의 광 산란 입자나, 증폭 확산 필름 등의 공지의 광 산란층을 이용할 수 있다.
- [0520] <발광 장치>
- [0521] 본 발명에 관한 발광 장치는, 본 발명의 실시형태의 조성물 또는 적층 구조체와 광원을 함침함으로써 얻을 수 있다. 발광 장치는 광원으로부터 발광한 광을, 후단에 설치한 조성물 또는 적층 구조체에 조사함으로써, 조성물 또는 적층 구조체를 발광시켜 광을 취출하는 장치이다. 상기 발광 장치에 있어서의 적층 구조체가 가지는 복수의 층 중, 상술의 필름, 기관, 배리어층, 광 산란층 이외의 층으로는, 광 반사 부재, 휘도 강화부, 프리즘 시트, 도광판, 요소간의 매체 재료층 등의 임의의 층을 들 수 있다.
- [0522] 본 발명의 하나의 측면은 프리즘 시트(50)와 도광판(60)과 상기 제1의 적층 구조체(1a)와 광원(30)이 이의 순서로 적층된 발광 장치(2)이다.

- [0523] (광원)
- [0524] 본 발명에 관한 발광 장치를 구성하는 광원은 특별히 제한은 없지만, 전술의 조성물 또는 적층 구조체 중의 (1) 성분을 발광시킨다고 하는 관점에서, 600nm 이하의 발광 파장을 가지는 광원이 바람직하다. 광원으로는, 예를 들면, 청색 발광 다이오드 등의 발광 다이오드(LED), 레이저, EL 등의 공지의 광원을 사용할 수 있다.
- [0525] (광 반사 부재)
- [0526] 본 발명에 관한 발광 장치를 구성하는 적층 구조체가 가지고 있어도 되는 층으로는, 특별히 제한은 없지만, 광 반사 부재를 들 수 있다. 광원의 광을 상기의 조성물 또는 적층 구조체를 향해 조사하는 관점에서, 광 반사 부재를 포함하고 있어도 된다. 광 반사 부재는 특별히 제한은 없지만, 반사 필름이어도 된다.
- [0527] 반사 필름으로는, 예를 들면, 반사경, 반사 입자의 필름, 반사 금속 필름이나 반사체 등의 공지의 반사 필름을 이용할 수 있다.
- [0528] (휘도 강화부)
- [0529] 본 발명에 관한 발광 장치를 구성하는 적층 구조체가 가지고 있어도 되는 층으로는, 특별히 제한은 없지만, 휘도 강화부를 들 수 있다. 광의 일부분을, 광이 전송된 방향을 향하여 반사하여 되돌리는 관점에서, 휘도 강화부를 포함하고 있어도 된다.
- [0530] (프리즘 시트)
- [0531] 본 발명에 관한 발광 장치를 구성하는 적층 구조체가 가지고 있어도 되는 층으로는, 특별히 제한은 없지만, 프리즘 시트를 들 수 있다. 프리즘 시트는 대표적으로는 기재부와 프리즘부를 갖는다. 또한, 기재부는 인접하는 부재에 따라 생략해도 된다. 프리즘 시트는 임의의 적절한 접착층(예를 들면, 접착제층, 점착제층)을 통해서 인접하는 부재에 접합할 수 있다. 프리즘 시트는 시인측과는 반대측(배면측)에 볼록(凸)이 되는 복수의 단위 프리즘이 병렬되어 구성되어 있다. 프리즘 시트의 볼록부를 배면측을 향하여 배치함으로써, 프리즘 시트를 투과하는 광이 집광되기 쉬워진다. 또한, 프리즘 시트의 볼록부를 배면측을 향하여 배치하면, 볼록부를 시인(視認)측을 향하여 배치하는 경우와 비교하여, 프리즘 시트에 입사하지 않고 반사하는 광이 적어, 휘도가 높은 디스플레이를 얻을 수 있다.
- [0532] (도광판)
- [0533] 본 발명에 관한 발광 장치를 구성하는 적층 구조체가 가지고 있어도 되는 층으로는, 특별히 제한은 없지만, 도광판을 들 수 있다. 도광판으로는, 예를 들면, 횡 방향으로부터의 광을 두께 방향으로 편향 가능해지도록, 배면측에 렌즈 패턴이 형성된 도광판, 배면측 및/또는 시인측에 프리즘 형상 등이 형성된 도광판 등의 임의의 적절한 도광판이 이용할 수 있다.
- [0534] (요소간의 매체 재료층)
- [0535] 본 발명에 관한 발광 장치를 구성하는 적층 구조체가 가지고 있어도 되는 층으로는, 특별히 제한은 없지만, 인접하는 요소(층)간의 광로 상에 1개 이상의 매체 재료로 이루어진 층(요소간의 매체 재료층)을 들 수 있다.
- [0536] 요소간의 매체 재료층에 포함되는 1개 이상의 매체에는, 특별히 제한은 없지만, 진공, 공기, 가스, 광학 재료, 접착제, 광학 접착제, 유리, 폴리머, 고체, 액체, 겔, 경화 재료, 광학 결합 재료, 굴절률 정합 또는 굴절률 부정합 재료, 굴절률 구배 재료, 클래딩 또는 항클래딩 재료, 스페이서, 실리카 겔, 휘도 강화 재료, 산란 또는 확산 재료, 반사 또는 항반사 재료, 파장 선택성 재료, 파장 선택성 항반사 재료, 색 필터 또는 상기 기술 분야에서 기지의 적합한 매체가 포함된다.
- [0537] 본 발명에 관한 발광 장치의 구체예로는, 예를 들면, EL 디스플레이나 액정 디스플레이용의 파장 변환 재료를 구비한 것을 들 수 있다.
- [0538] 발광 장치로는, 본 발명의 실시형태의 조성물을 성형하고, 광원인 청색 발광 다이오드의 후단에 배치하고, 청색 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환하여 백색광을 발하는 조명을 들 수 있고, 구체적으로는 (E1)~(E4)의 실시형태를 들 수 있다.
- [0539] (E1) 본 발명의 조성물을 유리 튜브 등의 중에 넣어 봉지하고, 이것을 도광판의 단면(측면)에 따르도록, 광원인 청색 발광 다이오드와 도광판의 사이에 배치하고, 청색 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환하는 백라이트(온 오프 방식의 백라이트).

- [0540] (E2) 본 발명의 구성물을 시트화하고, 이것을 2매의 배리어 필름으로 사이에 두어 봉지한 필름을 도광판의 상에 설치하고, 도광판의 단면(측면)에 놓여진 청색 발광 다이오드로부터 도광판을 통해 상기 시트에 조사되는 청색의 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환하는 백라이트(표면 실장 방식의 백라이트).
- [0541] (E3) 본 발명의 구성물을 수지 등에 분산시켜 청색 발광 다이오드의 발광부 근방에 설치해, 조사되는 청색의 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환하는 백라이트(온 칩 방식의 백라이트).
- [0542] (E4) 본 발명의 구성물을 레지스트 중에 분산시켜 컬러 필터 상에 설치해, 광원으로부터 조사되는 청색의 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환하는 백라이트.
- [0543] <디스플레이>
- [0544] 도 2에 나타내는 바와 같이, 본 실시형태의 디스플레이(3)는 액정 패널(40)과 전술의 발광 장치(2)를 시인측으로부터 이의 순서로 구비한다. 발광 장치(2)는 제2의 적층 구조체(1b)와 광원(30)을 구비한다. 제2의 적층 구조체(1b)는 전술의 제1의 적층 구조체(1a)가 프리즘 시트(50)와 도광판(60)을 추가로 구비한 것이다. 디스플레이는 임의의 적절한 그 외의 부재를 추가로 구비하고 있어도 된다.
- [0545] 본 발명의 하나의 측면은 액정 패널(40)과 프리즘 시트(50)와 도광판(60)과 상기 제1의 적층 구조체(1a)와 광원(30)이 이의 순서로 적층된 액정 디스플레이(3)이다.
- [0546] (액정 패널)
- [0547] 상기 액정 패널은 대표적으로는 액정 셀과, 상기 액정 셀의 시인측에 배치된 시인측 편광판과, 상기 액정 셀의 배면측에 배치된 배면측 편광판을 구비한다. 시인측 편광판 및 배면측 편광판은 각각의 흡수축이 실질적으로 직교 또는 평행이 되도록 해서 배치될 수 있다.
- [0548] (액정 셀)
- [0549] 액정 셀은 한쌍의 기관과, 상기 기관 간에 협지된 표시 매체로서의 액정층을 갖는다. 일반적인 구성에 있어서는, 한쪽의 기관에 컬러 필터 및 블랙 매트릭스가 마련되어 있고, 다른 쪽의 기관에 액정의 전기 광학 특성을 제어하는 스위칭 소자와, 이의 스위칭 소자에 게이트 신호를 주는 주사선 및 소스 신호를 주는 신호선과, 화소 전극 및 대향 전극이 마련되어 있다. 상기 기관의 간격(셀 갭)은 스페이서 등에 의해서 제어할 수 있다. 상기 기관의 액정층과 접하는 측에는, 예를 들면, 폴리이미드로 이루어진 배향막 등을 마련할 수 있다.
- [0550] (편광판)
- [0551] 편광판은 대표적으로는 편광자와, 편광자의 양측에 배치된 보호층을 갖는다. 편광자는 대표적으로는 흡수형 편광자이다.
- [0552] 상기 편광자로는 임의의 적절한 편광자가 이용된다. 예를 들면, 폴리비닐알코올계 필름, 부분 포르말화 폴리비닐알코올계 필름, 에틸렌·아세트산 비닐 공중합체계 부분 비누화 필름 등의 친수성 고분자 필름에, 요오드나 2색성 염료 등의 2색성 물질을 흡착시켜 1축 연신한 것, 폴리비닐알코올의 탈수 처리물이나 폴리염화비닐의 탈염산 처리물 등 폴리엔계 배향 필름 등을 들 수 있다. 이들 중에서도, 폴리비닐알코올계 필름에 요오드 등의 2색성 물질을 흡착시켜 1축 연신한 편광자가 편광 2색비가 높아 특히 바람직하다.
- [0553] 본 발명의 구성물의 용도로는, 예를 들면, 발광 다이오드(LED)용의 파장 변환 재료를 들 수 있다.
- [0554] <LED>
- [0555] 본 발명의 구성물은 예를 들면, LED의 발광층의 재료로서 이용할 수 있다.
- [0556] 본 발명의 구성물을 포함하는 LED로는, 예를 들면, 본 발명의 구성물과 ZnS 등의 도전성 입자를 혼합해 막상으로 적층하고, 편면에 n형 수송층을 적층하며, 다른 편면에 p형 수송층을 적층한 구조를 하고 있어, 전류를 흘림으로써 p형 반도체의 정공과 n형 반도체의 전자가 접합면의 구성물에 포함되는 (1) 성분 및 (2) 성분의 입자 중에서 전하를 없앴으로써 발광하는 방식을 들 수 있다.
- [0557] <태양전지>
- [0558] 본 발명의 구성물은 태양전지의 활성층에 포함되는 전자 수송성 재료로서 이용할 수 있다.
- [0559] 상기 태양전지로는, 구성은 특별히 한정되지 않지만, 예를 들면, 불소 도핑된 산화 주석(FTO) 기관, 산화 티탄 치밀층, 다공질 산화 알루미늄층, 본 발명의 구성물을 포함하는 활성층, 2,2',7,7'-테트라키스(N,N'-디-p-메

톡시페닐아민)-9,9'-스피로비플루오렌(2,2',7,7'-tetrakis(N,N'-di-p-methoxyphenylamine)-9,9'-spirobifluorene, Spiro-MeOTAD) 등의 홀 수송층 및 은(Ag) 전극을 이의 순서로 가지는 태양전지를 들 수 있다.

- [0560] 산화 티탄 치밀층은 전자 수송의 기능, FTO의 러프니스를 억제하는 효과 및 역전자 이동을 억제하는 기능을 갖는다.
- [0561] 다공질 산화 알루미늄층은 광 흡수 효율을 향상시키는 기능을 갖는다.
- [0562] 활성층에 포함되는 본 발명의 조성물은 전하 분리 및 전자 수송의 기능을 갖는다.
- [0563] <적층 구조체의 제조 방법>
- [0564] 적층 구조체의 제조 방법으로는, 예를 들면, 하기의 제조 방법 (i), (ii), (iii), (iv)를 들 수 있다.
- [0565] 제조 방법 (i): (1) 성분, (2) 성분, (3) 성분 및 (4') 성분을 혼합하는 공정과, 얻어진 혼합물을 기판 상에 도공하는 공정과, 용매를 제거하는 공정을 포함하는 적층 구조체의 제조 방법.
- [0566] 제조 방법 (ii): (1) 성분, (2) 성분 및 용매에 용해되어 있는 중합체를 혼합하는 공정과, 얻어진 혼합물을 기판 상에 도공하는 공정과, 용매를 제거하는 공정을 포함하는 적층 구조체의 제조 방법.
- [0567] 제조 방법 (iii): (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 포함하는 조성물로서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 90질량% 이상인 조성물을 기판에 맞붙이는 공정을 포함하는 적층 구조체의 제조 방법.
- [0568] 제조 방법 (iv): (1) 성분, (2) 성분 및 중합성 화합물을 혼합하는 공정과, 얻어진 혼합물을 기판 상에 도공하는 공정과, 중합성 화합물을 중합시키는 공정을 포함하는 제조 방법.
- [0569] 상기 (i)의 제조 방법에 포함되는 혼합하는 공정 및 용매를 제거하는 공정, 상기 (ii)의 제조 방법에 포함되는 혼합하는 공정 및 용매를 제거하는 공정, 및 상기 (iv)의 제조 방법에 포함되는 혼합하는 공정 및 중합성 화합물을 중합시키는 공정은, 각각 이미 설명한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분을 포함하는 조성물로서, 조성물의 총 질량에 대한 (1) 성분, (2) 성분 및 (4') 성분의 합계 함유 비율이 90질량% 이상인 조성물의 제조 방법에 포함되는 공정과 동일한 공정으로 할 수 있다.
- [0570] (i), (ii) 및 (iv)의 제조 방법에 포함되는 기판 상에 도공하는 공정은 특별히 제한은 없지만, 그라비아 도포법, 바 도포법, 인쇄법, 스프레이법, 스핀 코팅법, 딥법, 다이코트법 등의 공지의 도포, 도공 방법을 이용할 수 있다.
- [0571] (iii)의 제조 방법에 포함되는 기판에 맞붙이는 공정에서는, 임의의 접착제를 이용할 수 있다.
- [0572] 접착제는 (1) 성분 및 (2) 성분의 화합물을 용해하지 않는 것이면 특별히 제한은 없고, 공지의 접착제를 이용할 수 있다.
- [0573] 적층 구조체의 제조 방법은 (i)~(iv)에서 얻어진 적층 구조체에, 추가로 임의의 필름을 맞붙이는 공정을 포함하고 있어도 된다.
- [0574] 맞붙이는 임의의 필름으로는, 예를 들면, 반사 필름, 확산 필름을 들 수 있다.
- [0575] 필름을 맞붙이는 공정에서는 임의의 접착제를 이용할 수 있다.
- [0576] 상술의 접착제는 (1) 성분 및 (2) 성분의 화합물을 용해하지 않는 것이면 특별히 제한은 없고, 공지의 접착제를 이용할 수 있다.
- [0577] <발광 장치의 제조 방법>
- [0578] 예를 들어, 전술의 광원과 광원으로부터 후단의 광로 상에 전술의 조성물 또는 적층 구조체를 설치하는 공정을 포함하는 제조 방법을 들 수 있다.
- [0579] 또한, 본 발명의 기술 범위는 상술한 실시형태로 한정되는 것은 아니고, 본 발명의 취지를 일탈하지 않는 범위에서 여러 가지의 변경을 가하는 것이 가능하다.
- [0580] [실시예]
- [0581] 이하, 실시예 및 비교예에 근거해 본 발명을 보다 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이하의 실시예로 한정되는

것은 아니다.

[0582] 《페로브스카이트 화합물의 농도 측정》

[0583] 실시예 1~12 및 비교예 1~5에서 얻어진 조성물에 있어서의 페로브스카이트 화합물의 농도는 하기 방법에 의해 측정했다.

[0584] 우선, 재분산시킴으로써 얻어진 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액에, N,N-디메틸포름아미드를 첨가함으로써 페로브스카이트 화합물을 용해시켰다.

[0585] 그 후, ICP-MS(PerkinElmer사 제, ELAN DRCII) 및 이온 크로마토그래프(써모피셔사이언티픽 주식회사 제, Integrion)를 이용해 측정했다.

[0586] 《양자 수율 및 흡수율의 측정》

[0587] 실시예 1~12 및 비교예 1~5에서 얻어진 조성물의 양자 수율 및 흡수율을 절대 PL 양자 수율 측정 장치(하마마츠 포토닉스 주식회사 제, C9920-02)를 이용하여, 여기광 450nm, 실온, 대기 하에서 측정했다.

[0588] 《(2) 성분의 평균 입경의 측정》

[0589] 실시예에서 이용한 (2) 성분의 평균 입경은 산란식의 입자 지름 분포 측정 장치(레이저 회절, MT3300, 마이크로 트랙 벨사 제)를 이용해 입도 분포를 측정했을 때의, d50의 입경을 평균 입경으로 했다.

[0590] 산화 알루미늄(AA-02, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 0.2μm였다.

[0591] 산화 알루미늄(AA-3, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 3.4μm였다.

[0592] 산화 알루미늄(AA-18, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 20.3μm였다.

[0593] 산화 아연(ZnO, 고순도화학사 제)의 평균 입경은 1μm였다.

[0594] 산화 니오브(Nb₂O₅, 고순도화학사 제)의 평균 입경은 1μm였다.

[0595] 산화 알루미늄(AKP-53, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 0.18μm였다.

[0596] 산화 알루미늄(AKP-3000, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 0.7μm였다.

[0597] 산화 알루미늄(AKP-30, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 0.27μm였다.

[0598] 산화 알루미늄(AKP-50, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 0.2μm였다.

[0599] 산화 알루미늄(KC-501, γ알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 1.5μm였다.

[0600] 산화 알루미늄(AKP-G15, γ알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 평균 입경은 0.015μm였다.

[0601] 《(2) 성분의 부피 밀도의 측정》

[0602] 실시예에서 이용한 (2) 성분의 부피 밀도(중장)는 중장 부피 비중(JIS R 9301-2-3, 1999) 방법을 이용해 측정했다.

[0603] 산화 알루미늄(AA-3, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 부피 밀도(중장)는 1.5 g/cm³였다.

[0604] 산화 알루미늄(AA-18, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 부피 밀도(중장)는 2.4 g/cm³였다.

[0605] 산화 알루미늄(AKP-53, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 부피 밀도(중장)는 1.4 g/cm³였다.

[0606] 산화 알루미늄(AKP-3000, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 부피 밀도(중장)는 0.8 g/cm³였다.

[0607] 산화 알루미늄(AKP-30, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 부피 밀도(중장)는 1.3 g/cm³였다.

[0608] 산화 알루미늄(AKP-50, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 부피 밀도(중장)는 1.3 g/cm³였다.

[0609] 산화 알루미늄(KC-501, γ알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 부피 밀도(중장)는 0.3 g/cm³였다.

[0610] 산화 알루미늄(AKP-G15, γ알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 부피 밀도(중장)는 0.19 g/cm³였다.

[0611] 《(2) 성분의 비표면적의 측정》

- [0612] 실시예에서 이용한 (2) 성분의 비표면적은 비표면적 측정 장치(Macisorb, mountech 제)를 이용하여, 질소 가스 흡착법에 의해 BET 비표면적을 측정했다.
- [0613] 산화 알루미늄(AA-02, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $7.5\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0614] 산화 알루미늄(AA-3, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $0.5\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0615] 산화 알루미늄(AA-18, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $0.1\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0616] 산화 아연(ZnO , 고순도화학사 제)의 BET 비표면적은 $4.7\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0617] 산화 니오브(Nb_2O_5 , 고순도화학사 제)의 BET 비표면적은 $6.3\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0618] 산화 알루미늄(AKP-53, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $11.7\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0619] 산화 알루미늄(AKP-3000, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $4.5\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0620] 산화 알루미늄(AKP-30, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $6.7\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0621] 산화 알루미늄(AKP-50, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $10.3\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0622] 산화 알루미늄(KC-501, γ 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $200\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0623] 산화 알루미늄(AKP-G15, γ 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)의 BET 비표면적은 $164\text{m}^2/\text{g}$ 였다.
- [0624] <<(2) 성분의 결정 구조>>
- [0625] 실시예에서 이용한 (2) 성분의 결정 구조를, X선 회절(XRD, Cu K α 선, X'pert PRO MPD, 스펙트리스사 제)를 이용해 X선 회절 패턴을 측정함으로써 동정했다.
- [0626] 산화 알루미늄(AA-02, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제), 산화 알루미늄(AA-3, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제), 산화 알루미늄(AA-18, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제), 산화 알루미늄(AKP-53, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제), 산화 알루미늄(AKP-3000, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제), 산화 알루미늄(AKP-30, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제), 산화 알루미늄(AKP-50, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제)은 $2\theta=35^\circ$, 43° 및 57° 의 위치에 피크를 가지고 있어 결정성의 α -알루미나인 것을 확인했다.
- [0627] 산화 아연(ZnO , 고순도화학사 제)은 $2\theta=32^\circ$, 34° 및 36° 의 위치에 피크를 가지고 있어 결정성의 산화 아연인 것을 확인했다.
- [0628] 산화 니오브(Nb_2O_5 , 고순도화학사 제)는 $2\theta=27^\circ$, 28° 및 37° 의 위치에 피크를 가지고 있어 결정성의 산화 니오브인 것을 확인했다.
- [0629] <<(1) 성분의 평균 페렛 지름의 측정>>
- [0630] 페로브스카이트 화합물을 투과형 전자현미경(니혼 전자 주식회사 제, JEM-2200FS)을 이용해 관찰했다. 관찰용의 시료는 페로브스카이트 화합물을 포함하는 분산액 조성물로부터 페로브스카이트 화합물을 지지막 부착 그리드로 채취한 것을 이용했다. 이의 시료에 대해서, 가속 전압을 200kV로 하여 관찰했다.
- [0631] 평균 페렛 지름은 페로브스카이트 화합물의 입자(1차 입자) 20개의 페렛 지름의 평균치를 채용했다.
- [0632] (조성물의 합성)
- [0633] [실시예 1]
- [0634] 탄산 세슘 0.814g과 1-옥타데센의 용매 40mL와 올레인산 2.5mL를 혼합했다. 마그네틱 스테러로 교반하고, 질소를 흘리면서 150°C 에서 1시간 가열해 탄산 세슘 용액 1을 조제했다.
- [0635] 브롬화 납(PbBr_2) 0.276g을 1-옥타데센의 용매 20mL와 혼합했다. 마그네틱 스테러로 교반하고 질소를 흘리면서 120°C 의 온도에서 1시간 가열한 후, 올레인산 2mL 및 올레일 아민 2mL를 첨가해 브롬화 납 분산액을 조제했다.
- [0636] 브롬화 납 분산액을 160°C 의 온도로 승온한 후, 상술의 탄산 세슘 용액 1을 1.6mL 첨가했다. 첨가 후, 반응 용기를 빙수에 담금으로써, 실온까지 강온해 분산액을 얻었다.
- [0637] 그 다음에, 분산액을 10000rpm, 5분간 원심분리해, 침전물을 분리함으로써, 침전물인 페로브스카이트 화합물을

얻었다. 페로브스카이트 화합물을 톨루엔 5mL에 분산시킨 후, 분산액 500 μ L를 분취하고, 톨루엔 4.5mL에 재분산시킴으로써, 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액을 얻었다.

- [0638] ICP-MS 및 이온 크로마토그래프에 의해서 측정된 페로브스카이트 화합물의 농도는 1500ppm(μ g/g)였다.
- [0639] 용매를 자연 건조시켜 회수한 화합물의 X선 회절 패턴을 X선 회절 측정 장치(XRD, Cu K α 선, X'pert PRO MPD, 스펙트리스사 제)로 측정한 바, $2\theta=14^\circ$ 의 위치에 (hk l)=(001) 유래의 피크를 가지고 있어, 3차원의 페로브스카이트형 결정 구조를 가지고 있는 것을 확인했다.
- [0640] TEM로 관찰한 페로브스카이트 화합물의 평균 페렛 지름은 11nm였다.
- [0641] 그 다음에, 메타크릴 수지(PMMA, 스미토모 화학사 제, 스미펙스·메타크릴 수지, MH, 분자량 약 12만, 비중 1.2g/ml)가 메타크릴 수지와 톨루엔의 총 질량에 대해서 16.5질량%가 되도록 메타크릴 수지와 톨루엔을 혼합한 후, 60 $^\circ$ C, 3시간 가열하여, 중합체가 용해된 용액을 얻었다.
- [0642] 상기의 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AA-02, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테러로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0643] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액 0.027g을 유리 살레(32 ϕ mm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α 알루미나(AA-02)를 5wt%, 페로브스카이트 화합물을 500ppm(μ g/g) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0644] 얻어진 조성물을 1cm $\times$ 1cm $\times$ 50 μ m로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 34%, 흡수율이 0.243이었다.
- [0645] [실시예 2]
- [0646] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AA-3, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테러로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0647] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액 0.027g을 유리 살레(32 ϕ mm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α 알루미나(AA-3)를 5wt%, 페로브스카이트 화합물을 500ppm(μ g/g) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0648] 얻어진 조성물을 1cm $\times$ 1cm $\times$ 50 μ m로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 37%, 흡수율이 0.193이었다.
- [0649] [실시예 3]
- [0650] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AA-18, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테러로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0651] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액 0.027g을 유리 살레(32 ϕ mm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α 알루미나(AA-18)를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 500ppm(μ g/g) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0652] 얻어진 조성물을 1cm $\times$ 1cm $\times$ 50 μ m로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 32%, 흡수율이 0.168이었다.
- [0653] [실시예 4]
- [0654] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과, 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해, 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다.
- [0655] 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다.
- [0656] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AA-02, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테러로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0657] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과, 상술의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액 0.027g을 유리 살레(32 ϕ mm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α 알루미나

(AA-02)를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.

- [0658] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 59%, 흡수율이 0.287이었다.
- [0659] [실시예 5]
- [0660] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과, 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해, 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다.
- [0661] 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다.
- [0662] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AA-3, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스티러로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0663] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 상술의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액 0.027g을 유리 샬레(32 ϕ mm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α 알루미나(AA-3)를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0664] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 58%, 흡수율이 0.256이었다.
- [0665] [실시예 6]
- [0666] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해, 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다.
- [0667] 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다. 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다. 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다.
- [0668] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AA-18, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스티러로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0669] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 상술의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액 0.027g을 유리 샬레(32 ϕ mm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α 알루미나(AA-18)를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0670] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 55%, 흡수율이 0.22였다.
- [0671] [실시예 7]
- [0672] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해, 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다.
- [0673] 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다.
- [0674] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 아연(ZnO, 고순도화학사 제) 0.021g을 스티러로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0675] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 상술의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액 0.027g을 유리 샬레(32 ϕ mm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, 산화 아연을 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0676] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 49%, 흡수율이 0.279였다.
- [0677] [실시예 8]
- [0678] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow

Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해, 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다.

- [0679] 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다.
- [0680] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 니오브(Nb_2O_5 , 고순도화학사 제) 0.021g을 스테리로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0681] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 상술의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액 0.027g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, 산화 아연을 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0682] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 67%, 흡수율이 0.378이었다.
- [0683] [실시예 9]
- [0684] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해 5.1mL의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다. 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다. 상기 분산액에 25℃, 80%의 습도 조건에서, 스테리로 교반하면서, 1일간 개질 처리를 실시했다.
- [0685] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AKP-53, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테리로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0686] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.96g과 상술의 개질 처리를 실시한 분산액 0.032g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α알루미나(AKP-53)를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 300ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0687] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 100\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 78%, 흡수율이 0.149였다.
- [0688] [실시예 10]
- [0689] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해 5.1mL의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다. 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다. 상기 분산액에 25℃, 80%의 습도 조건에서, 스테리로 교반하면서, 1일간 개질 처리를 실시했다.
- [0690] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AKP-3000, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테리로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0691] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.96g과 상술의 개질 처리를 실시한 분산액 0.032g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α알루미나(AKP-3000)를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 300ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0692] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 100\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 71%, 흡수율이 0.265였다.
- [0693] [실시예 11]
- [0694] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해 5.1mL의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다. 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다. 상기 분산액에 25℃, 80%의 습도 조건에서, 스테리로 교반하면서, 1일간 개질 처리를 실시했다.
- [0695] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AKP-30, α알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테리로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0696] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.96g과 상술의 개질 처리를 실시한 분산액 0.032g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α알루미나(AKP-30)를 5wt% 및 페로브스카이트 화합

물을 300ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.

- [0697] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 100\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 71%, 흡수율이 0.206이었다.
- [0698] [실시예 12]
- [0699] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해 5.1mL의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다. 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다. 상기 분산액에 25℃, 80%의 습도 조건에서, 스테리로 교반하면서, 1일간 개질 처리를 실시했다.
- [0700] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AKP-50, α 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테리로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0701] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.96g과 상술의 개질 처리를 실시한 분산액 0.032g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, α 알루미나(AKP-50)를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 300ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0702] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 100\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 72%, 흡수율이 0.222였다.
- [0703] [비교예 1]
- [0704] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 0.48g과 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액 0.027g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0705] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 26%, 흡수율이 0.146이었다.
- [0706] [비교예 2]
- [0707] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(KC-501, γ 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테리로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0708] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액 0.027g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, γ 알루미나를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0709] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 22%, 흡수율이 0.129였다.
- [0710] [비교예 3]
- [0711] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 2.5g과 산화 알루미늄(AKP-G15, γ 알루미나, 스미토모 화학 주식회사 제) 0.021g을 스테리로 교반하면서 혼합하여, 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액을 얻었다.
- [0712] 상술의 중합체 및 결정성 무기 미립자가 분산된 분산액 0.48g과 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액 0.027g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, γ 알루미나를 5wt% 및 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.
- [0713] 얻어진 조성물을 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 16%, 흡수율이 0.115였다.
- [0714] [비교예 4]
- [0715] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해, 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다. 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다.
- [0716] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 0.48g과 상술의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하

는 분산액 0.027g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, 페로브스카이트 화합물을 500ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.

[0717] 얻어진 조성물을 $1\text{cm}\times 1\text{cm}\times 50\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 43%, 흡수율이 0.145였다.

[0718] [비교예 5]

[0719] 실시예 1에서 얻은 페로브스카이트 화합물 및 용매를 포함하는 분산액과 폴리실라잔(Durazane 1500 Slow Cure, 머크 퍼포먼스 머티리얼즈 주식회사 제)를 혼합해 5.1mL의 페로브스카이트 화합물, 용매 및 폴리실라잔을 포함하는 분산액을 얻었다. 상기 분산액에 있어서, 몰비는 Si/Pb=76이었다. 상기 분산액에, 25℃, 80%의 습도 조건에서, 스테러로 교반하면서, 1일간 개질 처리를 실시했다.

[0720] 실시예 1에서 얻은 중합체가 용해된 용액 0.96g과 상술의 개질 처리를 실시한 분산액 0.032g을 유리 살레(32φmm) 중에서 혼합한 후, 자연 건조시킴으로써, 페로브스카이트 화합물을 300ppm($\mu\text{g/g}$) 포함하는 조성물을 얻었다.

[0721] 얻어진 조성물을 $1\text{cm}\times 1\text{cm}\times 100\mu\text{m}$ 로 절단한 후, 양자 수율 및 흡수율을 양자 수율 측정 장치에 의해서 측정했는데, 양자 수율이 67%, 흡수율이 0.113이었다.

[0722] 이하의 표 1~3에 실시예 1~12 및 비교예 1~5의 조성물의 구성과 결정성 무기 미립자의 평균 입경 및 BET 비표면적을 기재한다.

표 1

	(2)성분			(6)성분	조성물	
	종류	평균입경(μm)	비표면적(m^2/g)	종류	양자수율(%)	흡수율
실시예 1	α 알루미나 AA-02	0.2	7.5	—	34	0.243
실시예 2	α 알루미나 AA-3	3.4	0.5	—	37	0.193
실시예 3	α 알루미나 AA-18	20.3	0.1	—	32	0.168
비교예 1	—	—	—	—	26	0.146
비교예 2	γ 알루미나 KC-501	1.5	200	—	22	0.129
비교예 3	γ 알루미나 AKP-G15	0.015	164	—	16	0.115

[0723]

표 2

	(2)성분			(6)성분	조성물	
	종류	평균입경 (μm)	비표면적 (m^2/g)	종류	양자수율 (%)	흡수율
실시예 4	α 알루미나 AA-02	0.2	7.5	폴리실라잔	59	0.287
실시예 5	α 알루미나 AA-3	3.4	0.5	폴리실라잔	58	0.256
실시예 6	α 알루미나 AA-18	20.3	0.1	폴리실라잔	55	0.22
실시예 7	산화아연	1	4.7	폴리실라잔	49	0.279
실시예 8	산화니오브	1	6.3	폴리실라잔	67	0.378
비교예 4	—	—	—	폴리실라잔	43	0.145

[0724]

표 3

	(2)성분			(6)성분	조성물	
	종류	평균입경 (μm)	비표면적 (m^2/g)	종류	양자수율 (%)	흡수율
실시예 9	α 알루미나 AKP-53	0.18	11.7	폴리실라잔 (개질체)	78	0.149
실시예 10	α 알루미나 AKP-3000	0.7	4.5	폴리실라잔 (개질체)	71	0.265
실시예 11	α 알루미나 AKP-30	0.27	6.7	폴리실라잔 (개질체)	71	0.206
실시예 12	α 알루미나 AKP-50	0.2	10.3	폴리실라잔 (개질체)	72	0.222
비교예 5	—	—	—	폴리실라잔 (개질체)	67	0.113

[0725]

[0726] 상기의 결과로부터, 본 발명의 실시예 1~12에 관한 조성물은 양자 수율이 향상되는 것을 나타낸다. 이것에 대해, 비교예 1~5에서는 양자 수율의 향상은 보이지 않았다.

[0727] [참고예 1]

[0728] 실시예 1~12에 기재된 조성물을 필요에 따라서 용매를 제거한 후에, 유리 튜브 등의 중에 넣어 봉지한 후에, 이것을 광원인 청색 발광 다이오드와 도광판의 사이에 배치함으로써, 청색 발광 다이오드의 청색 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환할 수 있는 백라이트를 제조한다.

[0729] [참고예 2]

[0730] 실시예 1~12에 기재된 조성물을 필요에 따라서 용매를 제거한 후에, 시트화함으로써 수지 조성물을 얻을 수 있고, 이것을 2매의 배리어 필름으로 사이에 두어 봉지한 필름을 도광판 상에 설치함으로써, 도광판의 단면(측면)에 놓여진 청색 발광 다이오드로부터 도광판을 통해 상기 시트에 조사되는 청색의 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환할 수 있는 백라이트를 제조한다.

- [0731] [참고예 3]
- [0732] 실시예 1~12에 기재된 조성물을 필요에 따라서 용매를 제거한 후에, 청색 발광 다이오드의 발광부 근방에 설치함으로써 조사되는 청색의 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환할 수 있는 백라이트를 제조한다.
- [0733] [참고예 4]
- [0734] 실시예 1~12에 기재된 조성물을 필요에 따라서 용매를 제거하고, 레지스트를 혼합한 후에, 용매를 제거함으로써 파장 변환 재료를 얻을 수 있다. 얻어진 파장 변환 재료를 광원인 청색 발광 다이오드와 도광판의 사이나, 광원인 OLED의 후단에 배치함으로써, 광원의 청색 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환할 수 있는 백라이트를 제조한다.
- [0735] [참고예 5]
- [0736] 실시예 1~12에 기재된 조성물을 ZnS 등의 도전성 입자를 혼합하여 성막하고, 편면에 n형 수송층을 적층하고, 다른 편면을 p형 수송층으로 적층함으로써 LED를 얻는다. 전류를 흘림으로써 p형 반도체의 정공과 n형 반도체의 전자가 접합면의 페로브스카이트 화합물 중에서 전하를 없앴으로써 발광시킬 수 있다.
- [0737] [참고예 6]
- [0738] 불소 도핑된 산화 주석(FTO) 기판의 표면 상에 산화 티탄 치밀층을 적층시키고, 그의 위로부터 다공질 산화 알루미늄층을 적층하고, 그 위에 실시예 1~12에 기재된 조성물을 적층하고, 용매를 제거한 후에 그의 위로부터 2,2',7,7'-테트라키스-(N,N-디-p-메톡시페닐아민)9,9'-스피로비플루오렌(2,2',7,7'-tetrakis-(N,N-di-p-methoxyphenylamine)9,9'-spirobifluorene, Spiro-OMeTAD) 등의 홀 수송층을 적층하고, 그 위에 은(Ag)층을 적층해, 태양전지를 제작한다.
- [0739] [참고예 7]
- [0740] 실시예 1~12에 기재된 조성물과 수지를 혼합한 후에, 용매를 제거하고 성형함으로써 본 발명의 조성물을 포함하는 수지 조성물을 얻을 수 있고, 이것을 청색 발광 다이오드의 후단에 설치함으로써, 청색 발광 다이오드로부터 상기 수지 성형체에 조사되는 청색의 광을 녹색 광이나 적색 광으로 변환하여 백색광을 발하는 레이저 다이오드 조명을 제조한다.

산업상 이용가능성

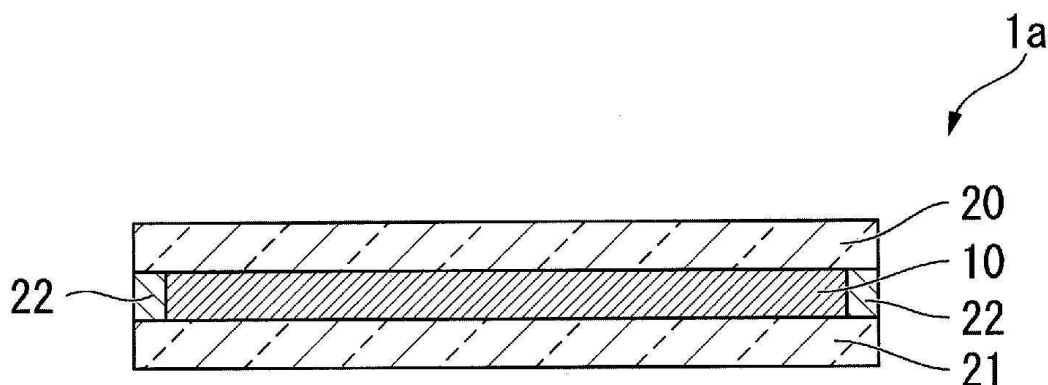
- [0741] 본 발명에 따르면, 페로브스카이트 화합물을 포함하는 양자 수율이 높은 조성물을 제공할 수 있다. 나아가, 상기 조성물을 이용하여 필름, 적층 구조체 및 디스플레이를 제공하는 것이 가능하다.

부호의 설명

- [0742] 1a...제1의 적층 구조체, 1b...제2의 적층 구조체, 10...필름, 20...제1의 기판, 21...제2의 기판, 22...봉지층, 2...발광 장치, 3...디스플레이, 30...광원, 40...액정 패널, 50...프리즘 시트, 60...도광판

도면

도면1



도면2

