



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0038203
(43) 공개일자 2020년04월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 33/56 (2010.01) C08K 3/22 (2006.01)
C08K 9/00 (2006.01) C08L 101/00 (2006.01)
C09C 1/36 (2006.01) C09C 3/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01L 33/56 (2013.01)
C08K 3/22 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-7037528
(22) 출원일자(국제) 2018년08월01일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2019년12월19일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2018/028845
(87) 국제공개번호 WO 2019/026956
국제공개일자 2019년02월07일
(30) 우선권주장
JP-P-2017-151680 2017년08월04일 일본(JP)

(71) 출원인
스미토모 오사카 세멘토 가부시키키가이샤
일본국 도쿄도 치요다구 로쿠반쵸 6-28
(72) 발명자
하라다 켄지
(102-8465) 일본국 도쿄도 치요다구 로쿠반쵸 6반
치 28 스미토모 오사카 세멘토 가부시키키가이샤 내
오츠카 타케시
(102-8465) 일본국 도쿄도 치요다구 로쿠반쵸 6반
치 28 스미토모 오사카 세멘토 가부시키키가이샤 내
(74) 대리인
정영선

전체 청구항 수 : 총 12 항

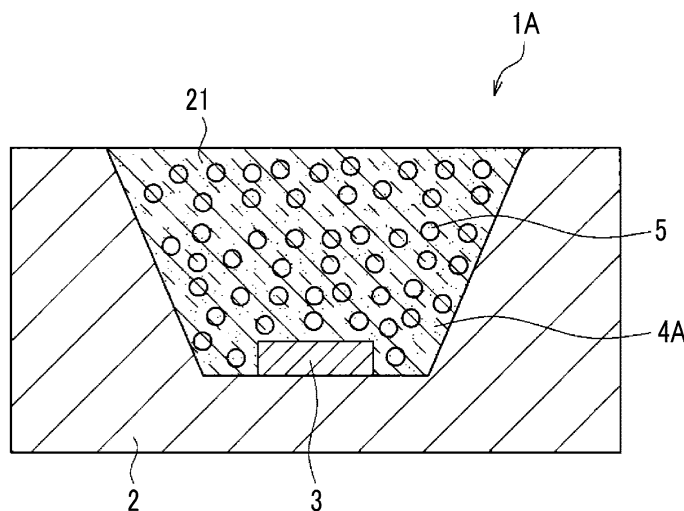
(54) 발명의 명칭 분산액, 조성물, 밀봉 부재, 발광 장치, 조명 기구, 표시 장치 및 발광 장치의 제조 방법

(57) 요약

발광 장치의 광의 추출 효율을 향상시킬 수 있는, 표면 수식 재료가 부착된 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자를 포함하는 분산액, 이를 함유하는 조성물, 그 조성물을 이용하여 형성되는 밀봉 부재, 이 밀봉 부재를 갖는 발광 장치, 이 발광 장치를 구비한 조명 기구와 표시 장치, 및 발광 장치의 제조 방법을 제공한다.

굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자와, 적어도 일부가 금속 산화물 입자에 부착된 표면 수식 재료를 함유하고, 동적 광산란법에 의하여 얻어지는 산란 강도 분포의 누적 백분율이 50%일 때의 상기 금속 산화물 입자의 입자 직경 D50이 30nm 이상 100nm 이하이며, 상기 누적 백분율이 50%일 때의 금속 산화물 입자의 입자 직경 D50을, 산란 강도 분포의 누적 백분율이 90%일 때의 금속 산화물 입자의 입자 직경 D90으로 나눈 값 D50/D90이 0.20 이상인, 발광 소자를 밀봉하기 위한 분산액이 제공된다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08K 9/00 (2013.01)

C08L 101/00 (2013.01)

C09C 1/36 (2013.01)

C09C 3/00 (2013.01)

H01L 2933/005 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자와, 적어도 일부가 상기 금속 산화물 입자에 부착된 표면 수식 재료를 함유하고,

동적 광산란법에 의하여 얻어지는 산란 강도 분포의 누적 백분율이 50%일 때의 상기 금속 산화물 입자의 입자 직경 D50이 30nm 이상 100nm 이하이며,

상기 누적 백분율이 50%일 때의 상기 금속 산화물 입자의 입자 직경 D50을, 산란 강도 분포의 누적 백분율이 90%일 때의 상기 금속 산화물 입자의 입자 직경 D90으로 나눈 값 D50/D90이 0.20 이상인, 발광 소자를 밀봉하기 위한 분산액.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 금속 산화물 입자에 부착되어 있지 않은 상기 표면 수식 재료의 함유량이, 상기 금속 산화물 입자 및 상기 표면 수식 재료의 합계의 함유량에 대하여, 53질량% 이하인, 분산액.

청구항 3

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

상기 금속 산화물 입자에 부착되어 있지 않은 상기 표면 수식 재료의 함유량이, 상기 금속 산화물 입자 및 상기 표면 수식 재료의 합계의 함유량에 대하여, 20질량% 이상인, 분산액.

청구항 4

청구항 1 내지 청구항 3 중 어느 한 항에 있어서,

상기 금속 산화물 입자는, 산화 지르코늄 입자 및/또는 산화 타이타늄 입자를 포함하는, 분산액.

청구항 5

청구항 1 내지 청구항 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 금속 산화물 입자의 평균 일차 입자 직경은, 3nm 이상 20nm 이하인, 분산액.

청구항 6

청구항 1 내지 청구항 5 중 어느 한 항에 기재된 분산액과, 수지 성분을 혼합함으로써 얻어지는, 발광 소자를 밀봉하기 위한 조성물.

청구항 7

청구항 6에 기재된 조성물의 경화물인, 밀봉 부재.

청구항 8

청구항 7에 기재된 밀봉 부재와, 상기 밀봉 부재에 의하여 밀봉된 발광 소자를 구비하는 발광 장치.

청구항 9

청구항 8에 기재된 발광 장치를 구비하는, 조명 기구.

청구항 10

청구항 8에 기재된 발광 장치를 구비하는, 표시 장치.

청구항 11

청구항 6에 기재된 조성물에 의하여 발광 소자를 밀봉하는 공정을 갖는, 발광 장치의 제조 방법.

청구항 12

청구항 1 내지 청구항 5 중 어느 한 항에 기재된 분산액과, 수지 성분을 혼합하여 조성물을 얻는 공정과, 상기 조성물에 의하여 발광 소자를 밀봉하는 공정을 갖는, 발광 장치의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 표면 수식 재료가 부착된 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자를 포함하는 분산액, 조성물, 밀봉 부재, 발광 장치, 조명 기구, 표시 장치 및 발광 장치의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 소형, 장수명화, 저전압 구동 등의 장점을 갖는 광원으로서는, 발광 다이오드(LED)가 널리 이용되고 있다. LED 패키지 중의 LED칩은, 일반적으로, 산소, 수분과 같은 외부 환경에 존재하는 열화 인자와의 접촉을 방지하기 위하여, 수지를 포함하는 밀봉 재료로 밀봉되어 있다. 따라서, LED칩에 있어서 발생한 광은, 밀봉 재료를 투과하여 외부로 향하여 출사된다. 그 때문에, LED 패키지로부터 방출되는 광속(光束)을 증대시키기 위해서는, LED칩에 있어서 방출된 광을 LED 패키지 외부로 양호한 효율로 취출하는 것이 중요하게 된다.

[0003] LED칩으로부터 방출된 광의 취출 효율을 향상시키기 위한 밀봉 재료로서, 분산 입경이 1nm 이상 또한 20nm 이하 이면서 굴절률이 1.8 이상인 무기 산화물 입자와, 실리콘 수지를 함유하여 이루어지는 조성물이 제안되어 있다 (특허문헌 1).

[0004] 이 조성물에서는, 분산 입경이 작고, 또한 굴절률이 높은 무기 산화물 입자를 포함하는 분산액이, 실리콘 수지에 혼합되어 있다. 그 때문에, 분산액 중의 무기 산화물 입자가 밀봉 재료의 굴절률을 향상시킬 수 있고, LED칩으로부터 방출된 광이 밀봉 재료에 진입할 때에, LED칩과 밀봉 재료의 계면에서의 광의 전체 반사를 억제할 수 있다. 또, 무기 산화물 입자의 분산 입경이 작기 때문에, 밀봉 재료의 투명성의 저하가 억제된다. 이들 결과로 하여, LED칩으로부터의 광의 취출 효율을 향상시킬 수 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본 공개특허공보 2007-299981호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 그러나, LED 패키지 등의 발광 장치로부터 방출되는 광속을 보다 더 증대시키기 위하여, 광의 취출 효율의 추가적인 향상이 요구되고 있었다.

[0007] 본 발명은, 상기의 과제를 해결하기 위하여 이루어지는 것이며, 발광 장치의 광의 취출 효율을 향상시킬 수 있는, 표면 수식 재료가 부착된 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자를 포함하는 분산액, 이를 함유하는 조성물, 그 조성물을 이용하여 형성되는 밀봉 부재, 이 밀봉 부재를 갖는 발광 장치, 이 발광 장치를 구비한 조명 기구와 표시 장치, 및 발광 장치의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기의 과제를 해결하기 위해서 제공되는 본 발명의 요지는, 주로 이하와 같다.

- [0009] (1) 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자와, 적어도 일부가 상기 금속 산화물 입자에 부착된 표면 수식 재료를 함유하고,
- [0010] 동적 광산란법에 의하여 얻어지는 산란 강도 분포의 누적 백분율이 50%일 때의 상기 금속 산화물 입자의 입자 직경 D50이 30nm 이상 100nm 이하이며,
- [0011] 상기 누적 백분율이 50%일 때의 상기 금속 산화물 입자의 입자 직경 D50을, 산란 강도 분포의 누적 백분율이 90%일 때의 상기 금속 산화물 입자의 입자 직경 D90으로 나눈 값 D50/D90이 0.20 이상인, 발광 소자를 밀봉하기 위한 분산액.
- [0012] (2) 상기 금속 산화물 입자에 부착되어 있지 않은 상기 표면 수식 재료의 함유량이, 상기 금속 산화물 입자 및 상기 표면 수식 재료의 합계의 함유량에 대하여, 53질량% 이하인, (1)에 기재된 분산액.
- [0013] (3) 상기 금속 산화물 입자에 부착되어 있지 않은 상기 표면 수식 재료의 함유량이, 상기 금속 산화물 입자 및 상기 표면 수식 재료의 합계의 함유량에 대하여, 20질량% 이상인, (1) 또는 (2)에 기재된 분산액.
- [0014] (4) 상기 금속 산화물 입자는, 산화 지르코늄 입자 및/또는 산화 타이타늄 입자를 포함하는, (1) 또는 (2)에 기재된 분산액.
- [0015] (5) 상기 금속 산화물 입자의 평균 일차 입자 직경은, 3nm 이상 20nm 이하인, (1) 또는 (2)에 기재된 분산액.
- [0016] (6) (1) 또는 (2)에 기재된 분산액과, 수지 성분을 혼합함으로써 얻어지는, 발광 소자를 밀봉하기 위한 조성물.
- [0017] (7) (6)에 기재된 조성물의 경화물인, 밀봉 부재.
- [0018] (8) (7)에 기재된 밀봉 부재와, 상기 밀봉 부재에 의하여 밀봉된 발광 소자를 구비하는 발광 장치.
- [0019] (9) (8)에 기재된 발광 장치를 구비하는, 조명 기구.
- [0020] (10) (8)에 기재된 발광 장치를 구비하는, 표시 장치.
- [0021] (11) (6)에 기재된 조성물에 의하여 발광 소자를 밀봉하는 공정을 갖는, 발광 장치의 제조 방법.
- [0022] (12) (1) 또는 (2)에 기재된 분산액과, 수지 성분을 혼합하여 조성물을 얻는 공정과,
- [0023] 상기 조성물에 의하여 발광 소자를 밀봉하는 공정을 갖는, 발광 장치의 제조 방법.

발명의 효과

- [0024] 이상, 본 발명에 의하면, 발광 장치의 광의 추출 효율을 향상시킬 수 있는, 표면 수식 재료가 부착된 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자를 포함하는 분산액, 이를 함유하는 조성물, 그 조성물을 이용하여 형성되는 밀봉 부재, 이 밀봉 부재를 갖는 발광 장치, 이 발광 장치를 구비한 조명 기구와 표시 장치, 및 발광 장치의 제조 방법을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 본 발명의 실시형태에 관한 발광 장치의 일례를 나타내는 모식도이다.
- 도 2는 본 발명의 실시형태에 관한 발광 장치의 다른 일례를 나타내는 모식도이다.
- 도 3은 본 발명의 실시형태에 관한 발광 장치의 다른 일례를 나타내는 모식도이다.
- 도 4는 본 발명의 실시형태에 관한 발광 장치의 다른 일례를 나타내는 모식도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 이하에 첨부 도면을 참조하면서, 본 발명의 적합한 실시형태에 대하여 상세히 설명한다.
- [0027] <1. 분산액>
- [0028] 본 실시형태에 관한 분산액은, 후술하는 바와 같이 수지 성분과 혼합되어 발광 장치 중의 밀봉 부재로서 발광 소자의 밀봉에 이용된다. 본 실시형태에 관한 분산액은, 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자와, 적어도 일부가 상기 금속 산화물 입자에 부착된 표면 수식 재료를 함유한다.

- [0029] (1.1 금속 산화물 입자)
- [0030] 본 실시형태에 관한 분산액 중에 포함되는 금속 산화물 입자는, 1.7 이상의 굴절률을 갖고, 밀봉 부재의 굴절률을 향상시킨다. 또, 금속 산화물 입자는, 후술하는 바와 같이 밀봉 부재 중에 있어서의 광의 산란에 이용된다.
- [0031] 본 실시형태에서 이용되는 금속 산화물 입자는, 굴절률이 1.7 이상이면 특별히 한정되지 않는다. 이와 같은 금속 산화물 입자의 굴절률은, 밀봉 부재의 굴절률의 향상 및 광의 산란 효과의 향상의 관점에서, 바람직하게는 1.8 이상, 보다 바람직하게는 1.9 이상, 더 바람직하게는 2.0 이상이다.
- [0032] 1종의 금속 원소를 포함하는 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자로서는, 예를 들면, 산화 지르코늄 입자, 산화 타이타늄 입자, 산화 아연 입자, 산화 철 입자, 산화 알루미늄 입자, 산화 구리 입자, 산화 주석 입자, 산화 이트륨 입자, 산화 세륨 입자, 산화 탄탈럼 입자, 산화 나يو븀 입자, 산화 몰리브데넘 입자, 산화 인듐 입자, 산화 안티모니 입자, 산화 저마늄 입자, 산화 납 입자, 산화 비스무트 입자, 산화 텅스텐 입자, 산화 유로퓸 입자, 및 산화 하프늄 입자로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상이 적합하게 이용된다.
- [0033] 2종의 금속 원소를 포함하는 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자로서는, 예를 들면, 타이타늄산 칼륨 입자, 타이타늄산 바륨 입자, 타이타늄산 스트론튬 입자, 나يو븀산 칼륨 입자, 나يو븀산 리튬 입자, 텅스텐산 칼슘 입자, 이트리아 안정화 지르코니아 입자, 알루미늄 안정화 지르코니아 입자, 실리카 안정화 지르코니아 입자, 칼시아 안정화 지르코니아 입자, 마그네시아 안정화 지르코니아 입자, 스칸디아 안정화 지르코니아 입자, 하프니아 안정화 지르코니아 입자, 이테르비아 안정화 지르코니아 입자, 세리아 안정화 지르코니아 입자, 인디아 안정화 지르코니아 입자, 스트론튬 안정화 지르코니아 입자, 산화 사마륨 안정화 지르코니아 입자, 산화 가돌리늄 안정화 지르코니아 입자, 안티모니 첨가 산화 주석 입자, 및 인듐 첨가 산화 주석 입자로 이루어지는 군 으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상이 적합하게 이용된다. 또한, 3종 이상의 금속 원소를 포함하는 금속 산화물 입자도, 굴절률이 1.7 이상이면 이용할 수 있다. 또, 상술한 1종, 2종 및 3종 이상의 금속 원소를 포함하는 금속 산화물 입자를 적절히 조합하여 이용해도 된다.
- [0034] 이들 금속 산화물 입자 중에서도, 굴절률이 높고, 투명성이 높은 분산액을 얻는다는 관점에 있어서, 금속 산화물 입자는, 바람직하게는 산화 지르코늄 입자 및/또는 산화 타이타늄 입자, 보다 바람직하게는 산화 지르코늄 입자를 포함한다.
- [0035] 또, 본 실시형태에 있어서는, 동적 광산란법에 의하여 얻어지는 산란 강도 분포의 누적 백분율이 50%일 때의 금속 산화물 입자(표면 수식 재료가 부착된 금속 산화물 입자)의 입자 직경 D50이 30nm 이상 100nm 이하이고, 또한, 누적 백분율이 50%일 때의 금속 산화물 입자(표면 수식 재료가 부착된 금속 산화물 입자)의 입자 직경 D50을, 산란 강도 분포의 누적 백분율이 90%일 때의 금속 산화물 입자(표면 수식 재료가 부착된 금속 산화물 입자)의 입자 직경 D90으로 나눈 값(D50/D90)이 0.20 이상이다.
- [0036] 본 실시형태의 분산액에 있어서, 동적 광산란법에 의하여 얻어지는 산란 강도 분포의 누적 백분율이 50%일 때의 금속 산화물 입자의 입자 직경 D50(이하, 단순히 "D50"이라고도 함)을 30nm 이상 100nm 이하로 한 이유는 다음과 같다.
- [0037] 종래는, 광의 취출 효율을 향상시키기 위해서는, 밀봉 재료로서 이용되는 조성물의 투명성(투과율)은 높은 것이 바람직하다고 생각되고 있었다. 그 때문에, 분산액에 있어서의 금속 산화물 입자의 D50은 가능한 한 작게 하는 것이 바람직하다고 생각되고 있었다.
- [0038] 그러나 본 발명자들은, 분산액 중의 금속 산화물 입자의 D50을 30nm 이상 100nm 이하로 하고, 발광 소자로부터 출사된 광을 후술하는 밀봉 부재나 조성물 중에서 보다 많이 산란시킴으로써, 분산액이나 조성물 자체의 투명성은 다소 저하되더라도, 밀봉 부재에 있어서의 광의 취출 효율이 향상되는 것을 발견했다.
- [0039] 광의 취출 효율을 보다 향상시키는 관점에 있어서는, 금속 산화물 입자의 D50은, 바람직하게는 30nm 이상 80nm 이하이며, 보다 바람직하게는 30nm 이상 70nm 이하이다.
- [0040] D50이 30nm 미만인 경우에는, 광의 산란 효과가 충분히는 얻어지지 않아, 후술하는 조성물을 밀봉 재료로서 이용한 경우에, 광의 취출 효율이 작아지기 때문에 바람직하지 않다. 한편 D50이 100nm를 넘는 경우에는, 후술하는 조성물의 투과율이 너무 낮아져, 밀봉 재료로서 이용한 경우에 광의 취출 효율이 작아지기 때문에 바람직하지 않다.
- [0041] 또, 본 실시형태의 분산액에 있어서, 금속 산화물 입자의 입자 직경 D50을, 산란 강도 분포의 누적 백분율이

90%일 때의 금속 산화물 입자의 입자 직경 D90으로 나눈 값 D50/D90이 0.20 이상으로 한 이유는 다음과 같다.

- [0042] 분산액 중의 금속 산화물 입자의 D50이 30nm 이상 100nm 이하이었다고 해도, D50/D90이 0.20 미만, 즉 입도 분포가 넓은 경우에는, 미량으로 존재하는 초대 입자가, 광을 차폐하게 되므로, 광의 취출 효율이 작아진다. 또, 30nm 미만의 입자가 증가하는 결과, 광의 산란에 기여하지 않는 금속 산화물 입자가 발생하게 된다. 본 발명자들은 분산액의 입도 분포를 상술과 같이 좁게 함으로써, 즉, D50/D90을 0.20 이상으로 함으로써, 후술하는 조성물을 밀봉 재료로서 이용한 경우에, 광의 취출 효율을 크게 할 수 있는 것을 본 발명자들은 발견했다.
- [0043] D50/D90의 상한값은 1이지만, 단분산의 분산액을 얻는 것은 현실적으로는 곤란하다. 그 때문에, D50/D90은, 예를 들면, 0.90 이하, 또는 0.80 이하여도 된다.
- [0044] 또한, 금속 산화물 입자의 D50 및 D90은, 동적 광산란식의 입도 분포계(예를 들면, HORIBA사제, 형번: SZ-100SP)에 의하여 측정할 수 있다. 측정은, 고형분을 5질량%로 조정한 분산액을 대상으로 하여 광로 길이 10mm×10mm의 석영 셀을 이용하여 행할 수 있다. 또한 본 명세서에 있어서 "고형분"이란, 분산액에 있어서 휘발 가능한 성분을 제거했을 때의 잔류물을 말한다. 예를 들면, 분산액 1.2g을 자성 도가니에 넣고, 핫 플레이트로, 150℃에서 1시간 가열했을 때에, 휘발하지 않고 잔류하는 성분(금속 산화물 입자나 표면 수식 재료 등)을 고형분으로 할 수 있다.
- [0045] 본 실시형태에 있어서의 금속 산화물 입자의 D50 및 D90은, 분산액 중에 있어서의 금속 산화물 입자의 분산 입자 직경에 근거하여 측정, 산출되는 값이다. D50 및 D90은, 금속 산화물 입자가 1차 입자 또는 2차 입자 중 어느 상태로 분산하고 있는지에 관계없이, 분산하고 있는 상태의 금속 산화물 입자의 직경에 근거하여 측정, 산출된다. 또, 본 실시형태에 있어서, 금속 산화물 입자의 D50 및 D90은, 표면 수식 재료가 부착된 금속 산화물 입자의 D50 및 D90으로서 측정되어도 된다. 분산액 중에는, 표면 수식 재료가 부착된 금속 산화물 입자와, 표면 수식 재료가 부착되어 있지 않은 금속 산화물 입자가 존재할 수 있기 때문에, 통상 금속 산화물 입자의 D50 및 D90은, 이들의 혼합 상태에 있어서의 값으로서 측정된다.
- [0046] 금속 산화물 입자의 평균 일차 입자 직경은, 예를 들면 3nm 이상 20nm 이하, 바람직하게는 4nm 이상 20nm 이하, 보다 바람직하게는 5nm 이상 20nm 이하이다. 평균 일차 입자 직경이 상기 범위임으로써, D50을 30nm 이상 100nm 이하로 제어하는 것이 용이해진다.
- [0047] 평균 일차 입자 직경의 측정 방법은, 금속 산화물 입자를 소정 수, 예를 들면 100개를 골라낸다. 그리고, 이들 금속 산화물 입자 각각의 가장 긴 직선분(최대 길이 직경)을 측정하고, 이들의 측정값을 산술 평균하여 구한다.
- [0048] 여기에서 금속 산화물 입자끼리가 응집하고 있는 경우에는, 이 응집체의 응집 입자 직경을 측정하는 것은 아니다. 이 응집체를 구성하고 있는 금속 산화물 입자의 입자(1차 입자)의 최대 길이 직경을 소정 수 측정하여, 평균 일차 입자 직경으로 한다.
- [0049] 본 실시형태에 관한 분산액 중에 있어서의 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자의 함유량은, 원하는 특성에 따라 적절히 조정하여 이용하면 된다. 광산란성과 투명성을 양립시키는 관점에서, 바람직하게는 1질량% 이상 70질량% 이하, 보다 바람직하게는 5질량% 이상 50질량% 이하, 더 바람직하게는 5질량% 이상 30질량% 이하이다.
- [0050] 또한, 이상의 설명은, 굴절률이 1.7 미만인 금속 산화물 입자를 분산액이 포함하는 것을 배제하는 것은 아니다. 분산액은, 그 목적에 따라 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자에 더하여, 굴절률이 1.7 미만인 금속 산화물 입자를 포함할 수 있다.
- [0051] 또, 이상 설명한 금속 산화물 입자의 표면에는, 이하에 설명하는 표면 수식 재료가 부착되어 있다. 이로써, 분산액 중에 있어서 안정적으로 금속 산화물 입자가 분산된다.
- [0052] (1.2 표면 수식 재료)
- [0053] 본 실시형태에 관한 분산액은, 표면 수식 재료를 포함한다. 이 표면 수식 재료는, 분산액 내에 있어서, 적어도 그 일부가 금속 산화물 입자의 표면에 부착되고, 금속 산화물 입자의 응집을 방지한다. 또한, 후술하는 수지 성분과의 상용성을 향상시킨다.
- [0054] 여기에서, 표면 수식 재료가 금속 산화물 입자에 "부착된다"란, 표면 수식 재료가 금속 산화물 입자에 대하여, 이들 사이의 상호작용에 의하여 접촉 또는 결합하는 것을 말한다. 접촉으로서는, 예를 들면 물리 흡착을 들 수 있다. 또, 결합으로서는, 이온 결합, 수소 결합, 공유 결합 등을 들 수 있다.
- [0055] 이와 같은 표면 수식 재료로서는, 금속 산화물 입자에 부착할 수 있고, 분산매와 수지 성분과의 상용성이 양호

한 것이면, 특별히 한정되지 않는다.

- [0056] 이와 같은 표면 수식 재료로서는, 반응성 관능기, 예를 들면 알켄일기, H-Si기, 및 알콕시기의 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 관능기를 갖는 표면 수식 재료가 적합하게 이용된다.
- [0057] 알켄일기로서는, 예를 들면 탄소수 2~5의 직쇄 또는 분기상 알켄일기를 이용할 수 있고, 구체적으로는 바이닐기, 2-프로펜일기, 프로프-2-엔-1-일기 등을 들 수 있다.
- [0058] 알콕시기로서는, 예를 들면 탄소수 1~5의 직쇄 또는 분기상 알콕시기를 들 수 있고, 구체적으로는, 메톡시기, 에톡시기, n-프로폭시기, 아이소프로폭시기, 뷰톡시기 등을 들 수 있다.
- [0059] 알켄일기, H-Si기, 및 알콕시기의 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 관능기를 갖는 표면 수식 재료로서는, 예를 들면, 이하의 실레인 화합물, 실리콘 화합물 및 탄소-탄소 불포화 결합 함유 지방산을 들 수 있고, 이들 중 1종을 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 이용할 수 있다.
- [0060] 실레인 화합물로서는, 예를 들면, 바이닐트라이메톡시실레인, 아이소뷰틸트라이메톡시실레인, 페닐트라이메톡시실레인, 메타크릴옥시프로필트라이메톡시실레인, 아크릴옥시프로필트라이메톡시실레인, 다이메틸클로로실레인, 메틸다이클로로실레인, 다이에틸클로로실레인, 에틸다이클로로실레인, 메틸페닐클로로실레인, 다이페닐클로로실레인, 페닐다이클로로실레인, 트라이메톡시실레인, 다이메톡시실레인, 모노메톡시실레인, 트라이에톡시실레인, 다이에톡시모노메틸실레인, 모노에톡시다이메틸실레인, 메틸페닐다이메톡시실레인, 다이페닐모노메톡시실레인, 메틸페닐다이에톡시실레인, 및 다이페닐모노에톡시실레인으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상을 이용하는 것이 바람직하다.
- [0061] 실리콘 화합물로서는, 예를 들면, 메틸하이드로젠실리콘, 다이메틸하이드로젠실리콘, 메틸페닐하이드로젠실리콘, 페닐하이드로젠실리콘, 알콕시 양 말단 페닐실리콘, 알콕시기 함유 페닐실리콘, 알콕시편 말단 바이닐편 말단 페닐실리콘, 메틸페닐실리콘, 알콕시 양 말단 메틸페닐실리콘, 알콕시편 말단 바이닐편 말단 메틸페닐실리콘, 알콕시기 함유 다이메틸실리콘, 알콕시기 함유 메틸페닐실리콘, 알콕시편 말단 트라이메틸편 말단 다이메틸실리콘, 및 알콕시편 말단 바이닐편 말단 다이메틸실리콘으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상을 이용하는 것이 바람직하다.
- [0062] 실리콘 화합물은, 올리고머여도 되고, 레진(폴리머)이어도 된다.
- [0063] 탄소-탄소 불포화 결합 함유 지방산으로서, 예를 들면, 메타크릴산, 아크릴산 등을 들 수 있다.
- [0064] 이들 표면 수식 재료 중에서도, 분산액이나 조성물에 있어서, 금속 산화물 입자끼리의 응집을 억제하고, 투명성이 높은 밀봉 부재를 얻기 쉬운 관점에 있어서, 바이닐트라이메톡시실레인, 아이소뷰틸트라이메톡시실레인, 페닐트라이메톡시실레인, 알콕시편 말단 트라이메틸편 말단 다이메틸실리콘, 및 메틸페닐실리콘의 군으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상을 이용하는 것이 바람직하다.
- [0065] 분산액에 있어서 무기 산화물 입자끼리의 응집을 억제하고, 투명성이 높은 밀봉 부재를 보다 얻기 쉽다는 관점에 의하여, 실레인 화합물과, 실리콘 화합물의 쌍방에서 표면 수식하는 것이 바람직하다. 즉, 분산액은, 적어도 1종의 실레인 화합물과, 적어도 1종의 실리콘 화합물을 포함하는 것이 바람직하다. 바람직한 실레인 화합물로서는 예를 들면, 바이닐트라이메톡시실레인, 아이소뷰틸트라이메톡시실레인, 페닐트라이메톡시실레인을 들 수 있다. 바람직한 실리콘 화합물로서는, 알콕시편 말단 트라이메틸편 말단 다이메틸실리콘, 메톡시기 함유 페닐실리콘, 및 메틸페닐실리콘을 들 수 있다.
- [0066] 본 실시형태의 분산액 중에 있어서의 표면 수식 재료의 함유량은, 금속 산화물 입자의 질량에 대해서 바람직하게는 1질량% 이상 80질량% 이하, 보다 바람직하게는 5질량% 이상 40질량% 이하이다.
- [0067] 표면 수식 재료를 금속 산화물 입자에 부착시키는 방법으로서, 예를 들면, 금속 산화물 입자에 표면 수식 재료를 직접 혼합, 분무 등 하는 건식 방법이나, 표면 수식 재료를 용해시킨 물이나 유기 용매에 금속 산화물 입자를 투입하고, 용매 중에서 표면 수식하는 습식 방법을 들 수 있다.
- [0068] 또, 분산액의 착색을 억제하고, 광의 추출 효율을 향상시키는 관점에 있어서는, 유리 표면 수식 재료의 함유량은, 금속 산화물 입자 및 표면 수식 재료의 합계의 함유량에 대하여, 바람직하게는, 53질량% 이하 보다 바람직하게는, 50질량% 이하이다.
- [0069] 또한, 본 명세서에 있어서 "유리 표면 수식 재료"란, 금속 산화물 입자에 부착되어 있지 않은 표면 수식 재료를 의미한다. 유리 표면 수식 재료의 함유량은, 예를 들면, 이하의 방법에 의하여 산출되는 값이며, 아세톤 등의

표면 수식 재료의 양용매에 의하여 분산액으로부터 추출될 수 있는 표면 수식 재료의 질량에 근거하여 산출된다.

- [0070] 분산액 5g 중의 액체를, 이베퍼레이터로 제거하여 농축물을 얻는다. 이어서, 이 농축물에 아세톤을 2g 첨가하고 혼합하여, 혼합액을 제작한다.
- [0071] 실리카젤 10g을 충전한 칼럼과, 전개 용매(헥세인과 아세톤을 2:1의 체적비로 혼합) 100cc를 이용한 칼럼 크로마토그래피로, 혼합액으로부터 분리된 추출액을 회수한다. 이 추출액 중의 액체를 이베퍼레이터로 제거하고, 얻어진 잔류물을 유리 표면 수식 재료라고 가정하여, 그 질량을 측정한다. 이 잔류물의 질량을, 본 실시형태의 분산액 5g에 포함되는 금속 산화물 입자와 표면 수식 재료의 합계 질량으로 나눈 값의 백분율을 계산한 결과를, 유리 표면 수식 재료의 함유량으로 한다.
- [0072] 유리 표면 수식 재료의 함유량은, 예를 들면 0질량% 혹은 0질량% 이상, 10질량% 이상, 20질량% 이상 또는 30질량% 이상이어도 된다.
- [0073] 후술하는 조성물의 점도의 상승을 억제하는 관점에 있어서는, 유리 표면 수식 재료의 함유량은, 바람직하게는 20질량% 이상, 보다 바람직하게는 30질량% 이상, 더 바람직하게는 35질량% 이상이다.
- [0074] 유리 표면 수식 재료가 존재하면, 후술하는 조성물에 있어서, 분산매가 제거되어도 유리 표면 수식 재료는 잔류한다. 조성물 중에 있어서 유리 표면 수식 재료가 많이 존재하면, 표면 수식 재료가 부착된 금속 산화물 입자의 양이 상대적으로 적게 되기 때문에, 조성물의 점도를 억제할 수 있다고 추정된다.
- [0075] (1.3 분산매)
- [0076] 또, 본 실시형태에 관한 분산액은, 통상 금속 산화물 입자를 분산하는 분산매를 포함한다. 이 분산매는, 표면 수식 재료가 부착된 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자를 분산시킬 수 있고, 후술하는 수지 성분과 혼합할 수 있는 것이면, 특별히 한정되지 않는다.
- [0077] 이와 같은 분산매로서는, 예를 들면, 알코올류, 케톤류, 방향족류, 포화 탄화 수소류, 불포화 탄화 수소류 등의 유기 용제를 들 수 있다. 이들 용매는 1종을 이용해도 되고, 2종 이상을 이용해도 된다.
- [0078] 후술하는 실리콘 수지와 상용성의 관점에서는, 방향환을 갖는 유기 용제, 즉 방향족류가 바람직하고, 방향족 탄화 수소, 예를 들면 톨루엔, 자일렌, 벤젠 등이 특히 바람직하게 이용된다.
- [0079] 본 실시형태의 분산액 중에 있어서의 분산매의 함유량은, 바람직하게는 10질량% 이상 99질량% 이하이고, 보다 바람직하게는 10질량% 이상 80질량% 이하이며, 더 바람직하게는 10질량% 이상 70질량% 이하이다.
- [0080] 또, 본 실시형태에 관한 분산액은, 필요에 따라서 상술한 이외의 성분, 예를 들면, 분산제, 분산조제, 산화 방지제, 유동 조정제, 증점제, pH 조정제, 방부제 등의 일반적인 첨가제 등을 포함하고 있어도 된다.
- [0081] 또한, 본 명세서에 있어서, 본 실시형태에 관한 분산액은, 수지 성분을 포함하고, 경화에 의하여 밀봉 부재를 형성 가능한 본 실시형태에 관한 조성물과는 구별된다. 즉, 본 실시형태에 관한 분산액은, 단순히 경화시켜도 밀봉 부재를 형성 가능할 정도로는 후술하는 수지 성분을 포함하지 않는다. 보다 구체적으로는, 본 실시형태에 관한 분산액에 있어서의, 수지 성분과 금속 산화물 입자와의 질량 비율은, 수지 성분:금속 산화물 입자로, 0:100~40:60의 범위에 있는 것이 바람직하고, 0:100~20:80의 범위에 있는 것이 보다 바람직하다. 본 실시형태에 관한 분산액은, 더 바람직하게는 후술하는 수지 성분을 본질적으로 포함하지 않고, 특히 바람직하게는 후술하는 수지 성분을 완전하게 포함하지 않는다.
- [0082] 이상 설명한 본 실시형태에 의하면, 금속 산화물 입자의 D50이 30nm 이상 100nm 이하이며, 또한, D50/D90이 0.20 이상의 분산액이기 때문에, 광산란성과 투명성의 밸런스가 우수하다. 그 때문에, 후술하는 조성물을 밀봉 재료에 이용한 경우에, 광의 추출 효율을 향상시킬 수 있다.
- [0083] <2. 분산액의 제조 방법>
- [0084] 다음으로, 본 실시형태에 관한 분산액의 제조 방법에 대하여 설명한다. 분산액은, 예를 들면, 분산액의 각 성분을 혼합한 후, 공지의 분산기로 분산기의 동력 등을 제어하여 분산시킴으로써 제조할 수 있다. 여기에서, 본 실시형태에 관한 분산액은, 공지의 분산기를 이용하여, 분산액 중에 있어서의 금속 산화물 입자의 입자 직경이 거의 균일해지도록, 과잉의 에너지는 부여하지 않고, 필요 최저한의 에너지를 부여하여 분산시키는 것이 바람직하다.

- [0085] 공지의 분산기로서는, 예를 들면, 비즈 밀, 볼 밀, 호모지나이저, 디스퍼저, 교반기 등이 적합하게 이용된다.
- [0086] 여기에서는 비즈 밀을 이용하여 분산액을 제조하는 방법에 대하여, 상세하게 설명한다.
- [0087] 비즈 밀로 본 실시형태의 분산액을 제작하는 경우에는, 분산 용기 내의 날개 주속을 4m/s 이상 9m/s 이하로 하고, 냉각수 온도를 10℃ 이상 30℃ 이하로 함으로써, 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시되는 동력이, 분산액 1kg당 1.0kW~2.5kW가 되는 바와 같은 조건으로 분산시키면 된다.
- [0088] 이와 같은 조건으로 분산시킴으로써, D50을 30nm 이상 100nm 이하로 하고, D50/D90을 0.20 이상으로 하며, 유리 표면 수식 재료의 함유량을 53질량% 이하로 제어할 수 있다.
- [0089] 이상의 방법에 의하여, 본 실시형태의 분산액을 얻을 수 있다.
- [0090] <3. 조성물>
- [0091] 다음으로, 본 실시형태에 관한 조성물에 대하여 설명한다. 본 실시형태에 관한 조성물은, 상술한 분산액과 수지 성분을 혼합함으로써 얻어지는 것이며, 상술한 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자와, 적어도 일부가 금속 산화물 입자에 부착된 표면 수식 재료에 더하여, 수지 성분, 즉 수지 및/또는 그 전구체를 포함한다.
- [0092] 본 실시형태에 관한 조성물은, 후술하는 바와 같이 경화시켜 발광 소자의 밀봉 부재로서 이용된다. 본 실시형태에 관한 조성물은, 상술한 광산란성과 투명성의 향상에 기여하는 금속 산화물 입자를 포함함으로써, 밀봉 부재에 이용했을 때에 광의 추출 효율을 향상시킬 수 있다.
- [0093] 본 실시형태의 조성물에 있어서의, 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자의 함유량은, 투명성이 높은 조성물을 얻는 관점에 있어서는, 5질량% 이상 50질량% 이하인 것이 바람직하고, 5질량% 이상 40질량% 이하인 것이 보다 바람직하며, 10질량% 이상 35질량% 이하인 것이 더 바람직하다.
- [0094] 또, 표면 수식 재료의 함유량 및 유리 표면 수식 재료의 함유량은, 본 실시형태에 관한 분산액에 있어서의 함유량과 동일하게 할 수 있다.
- [0095] 수지 성분은, 본 실시형태에 관한 조성물에 있어서의 주성분이다. 수지 성분은, 본 실시형태에 관한 조성물을 밀봉 재료로서 이용했을 때에 있어서 경화하여 발광 소자를 밀봉함으로써, 발광 소자로 수분, 산소 등의 외부 환경으로부터의 열화 인자가 도달하는 것을 방지한다. 또, 본 실시형태에 있어서, 수지 성분으로부터 얻어지는 경화물은, 기본적으로 투명하고, 발광 소자로부터 방출되는 광을 투과 시킬 수 있다.
- [0096] 이와 같은 수지 성분으로서, 밀봉 재료로서 이용할 수 있으면 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 실리콘 수지나, 에폭시 수지 등의 수지를 이용할 수 있다. 특히, 실리콘 수지가 바람직하다.
- [0097] 실리콘 수지로서는, 밀봉 재료로서 사용되고 있는 것이면 특별히 한정되지 않고, 예를 들면, 다이메틸실리콘 수지, 메틸페닐실리콘 수지, 페닐실리콘 수지, 유기 변성 실리콘 수지 등을 이용할 수 있다.
- [0098] 특히, 상기 표면 수식 재료로서, 알켄일기, H-Si기, 및 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 관능기를 갖는 표면 수식 재료를 이용한 경우에는, 실리콘 수지로서 H-Si기, 알켄일기, 및 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 관능기를 갖는 실리콘 수지를 이용하는 것이 바람직하다. 이유를 이하에 설명한다.
- [0099] 표면 수식 재료의 알켄일기는, 실리콘 수지 중의 H-Si기와 반응함으로써 가교한다. 표면 수식 재료의 H-Si기는, 실리콘 수지 중의 알켄일기와 반응함으로써 가교한다. 표면 수식 재료의 알콕시기는, 실리콘 수지 중의 알콕시기와 가수분해를 거쳐 축합한다. 이와 같은 결합에 의하여, 실리콘 수지와 표면 수식 재료가 일체화하는 점에서, 얻어지는 밀봉 부재의 강도나 치밀성을 향상시킬 수 있다.
- [0100] 수지 성분의 구조로서는, 이차원의 쇄상의 구조여도 되고, 삼차원 망상(網狀) 구조여도 되며, 바구니형 구조여도 된다.
- [0101] 수지 성분은, 밀봉 부재로서 이용했을 때에 경화된 폴리머상으로 되어 있으면 되고, 조성물 중에 있어서, 경화 전 상태, 즉 전구체여도 된다. 따라서, 조성물 중에 존재하는 수지 성분은, 모노머여도 되고, 올리고머여도 되며, 폴리머여도 된다.
- [0102] 수지 성분은, 부가 반응형인 것을 이용해도 되고, 축합 반응형인 것을 이용해도 되며, 라디칼 중합 반응형인 것을 이용해도 된다.

- [0103] JIS Z 8803:2011에 준거하여 측정되는 25℃에 있어서의 수지 성분의 점도는, 예를 들면, 10mPa·s 이상 100,000mPa·s 이하, 바람직하게는 100mPa·s 이상 10,000mPa·s 이하, 보다 바람직하게는 1,000mPa·s 이상 7,000mPa·s 이하이다.
- [0104] 또, 본 실시형태에 관한 조성물 중에 있어서의 수지 성분의 함유량은, 다른 성분의 잔부로 할 수 있지만, 예를 들면 10질량% 이상 70질량% 이하이다.
- [0105] 본 실시형태에 관한 조성물 중에 있어서의 수지 성분과 금속 산화물 입자와의 질량 비율은, 수지 성분:금속 산화물 입자로, 50:50~90:10의 범위에 있는 것이 바람직하고, 60:40~80:20의 범위에 있는 것이 보다 바람직하다.
- [0106] 본 실시형태에 관한 조성물은, 본 실시형태에 관한 분산액 유래의 분산매를 포함하고 있어도 되고, 제거되어 있어도 된다. 즉, 분산액 유래의 분산매를 완전하게 제거해도 되고, 조성물 중에 조성물의 질량에 대하여 1질량% 이상 10질량% 이하 정도 잔존하고 있어도 되며, 2질량% 이상 5질량% 이하 정도 잔존하고 있어도 된다.
- [0107] 또, 본 실시형태에 관한 조성물에는, 본 발명의 목적을 저해하지 않는 범위에서, 형광체 입자를 포함하고 있어도 된다. 형광체 입자는, 발광 소자로부터 방출되는 특정의 파장의 광을 흡수하고, 소정의 파장의 광을 방출한다. 즉, 형광체 입자에 의하여 광의 파장의 변환 나아가서는 색조의 조정이 가능해진다.
- [0108] 형광체 입자는, 후술하는 바와 같은 발광 장치에 사용할 수 있는 것이면, 특별히 한정되지 않고, 발광 장치의 발광색이 원하는 색이 되도록, 적절히 선택하여 이용할 수 있다.
- [0109] 본 실시형태의 조성물 중에 있어서의 형광체 입자의 함유량은, 원하는 밝기가 얻어지도록, 적절히 조정하여 이용할 수 있다.
- [0110] 또, 본 실시형태의 조성물에는, 본 발명의 목적을 저해하지 않는 범위에서, 방부제, 중합 개시제, 중합 금지제, 경화 촉매, 광화산제 등의, 일반적으로 이용되는 첨가제가 함유되어 있어도 된다. 광화산제로서는, 평균 입자 직경이 1~30 μm의 실리카 입자를 이용하는 것이 바람직하다.
- [0111] 상술한 본 실시형태에 관한 조성물의 점도는, 25℃의 측정 온도, 및 전단 속도 1.0(1/s)의 조건하에 있어서, 예를 들면 0.1Pa·s 이상 100Pa·s 이하, 바람직하게는 0.5Pa·s 이상 50Pa·s 이하, 더 바람직하게는 1.0Pa·s 이상 20Pa·s 이하이다. 조성물의 점도가 상기의 범위인 것에 의하여, 발광 소자 밀봉 시에 있어서의 조성물의 취급이 용이해지고, 발광 소자를 담지하는 기관의 오목부에 대한 조성물의 부여가 용이해진다. 그리고, 발광 소자 밀봉 시에 있어서 밀봉 부재에 대한 기포의 혼입을 방지하면서, 볼록상 또는 평탄한 표면 형상을 갖는 밀봉 부재를 형성하는 것이 가능해진다.
- [0112] 본 실시형태에 관한 조성물은, 본 실시형태에 관한 분산액과 수지 성분을 혼합함으로써 제조할 수 있다. 또, 혼합 후, 필요에 따라서, 분산액에 함유되어 있던 분산매를 이베퍼레이터 등으로 제거해도 된다.
- [0113] 본 실시형태에 관한 조성물은, 표면 수식 재료가 부착된, 상술한 분산액에 있어서 소정의 D50 및 D50/D90을 갖는, 굴절률이 1.7 이상인 금속 산화물 입자와, 수지 성분을 포함하므로, 광산란성과 투명성의 밸런스가 우수하다. 그 때문에, 광의 취출 효율이 우수한 밀봉 부재를 형성할 수 있다.
- [0114] <4. 밀봉 부재>
- [0115] 본 실시형태에 관한 밀봉 부재는, 본 실시형태에 관한 조성물의 경화물이다. 본 실시형태에 관한 밀봉 부재는, 통상 발광 소자 상에 배치되는 밀봉 부재 또는 그 일부로서 이용된다.
- [0116] 본 실시형태에 관한 밀봉 부재의 두께나 형상은, 원하는 용도나 특성에 따라 적절히 조정할 수 있고, 특별히 한정되는 것은 아니다.
- [0117] 본 실시형태에 관한 밀봉 부재는, 상술한 바와 같이 본 실시형태에 관한 조성물을 경화함으로써 제조할 수 있다. 조성물의 경화 방법은, 본 실시형태에 관한 조성물 중의 수지 성분의 특성에 따라 선택할 수 있고, 예를 들면, 열경화나 전자선 경화 등을 들 수 있다. 보다 구체적으로는, 본 실시형태의 조성물 중의 수지 성분을 부가 반응이나 중합 반응에 의하여 경화함으로써, 본 실시형태의 밀봉 부재가 얻어진다.
- [0118] 밀봉 부재 중에 있어서의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경은, 바람직하게는 40nm 이상 200nm 이하, 보다 바람직하게는 40nm 이상 150nm 이하, 더 바람직하게는 45nm 이상 130nm 이하이다.
- [0119] 평균 분산 입자 직경이 40nm 이상인 경우에는, 광의 산란 효과를 충분히 얻을 수 있어, 발광 장치의 광의 취출 효율을 보다 더 향상시킬 수 있다. 한편 평균 분산 입자 직경이 200nm 이하인 경우, 밀봉 부재의 투과율을 적당

히 크게 할 수 있어, 발광 장치의 광의 추출 효율을 보다 더 향상시킬 수 있다.

- [0120] 또한, 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경은, 밀봉 부재의 투과형 전자현미경 관찰(TEM)에 의하여 측정되는, 개수 분포 기준의 평균 입자 직경(메디안 직경)이다. 또, 본 실시형태에 있어서의 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경은, 밀봉 부재 중에 있어서의 금속 산화물 입자의 분산 입자 직경에 근거하여 측정, 산출되는 값이다. 평균 분산 입자 직경은, 금속 산화물 입자가 1차 입자 또는 2차 입자 중 어느 상태로 분산하고 있는지에 관계없이, 분산하고 있는 상태의 금속 산화물 입자의 직경에 근거하여 측정, 산출된다. 또, 본 실시형태에 있어서, 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 입자 직경은, 후술하는 표면 수식 재료가 부착된 금속 산화물 입자의 평균 입자 직경으로서 측정되어도 된다. 밀봉 부재 중에는, 표면 수식 재료가 부착된 금속 산화물 입자와, 표면 수식 재료가 부착되어 있지 않은 금속 산화물 입자가 존재할 수 있기 때문에, 통상 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 입자 직경은, 이들 혼합 상태에 있어서의 값으로서 측정된다.
- [0121] 또, 밀봉 부재에 의한 광의 추출 효율의 향상 효과는, 단순히 밀봉 부재 중에 있어서의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 상기와 같이 하는 것으로는 얻어지지 않는다. 상술한 본 실시형태에 관한 분산액을 이용하여 형성함으로써, 밀봉 부재에 의한 광의 추출 효율의 향상 효과가 얻어진다.
- [0122] 본 실시형태에 관한 밀봉 부재는, 본 실시형태에 관한 조성물의 경화물이므로, 광산란성과 투명성의 밸런스가 우수하다. 그 때문에, 본 실시형태에 의하면, 광의 추출 효율이 우수한 밀봉 부재를 얻을 수 있다.
- [0123] <5. 발광 장치>
- [0124] 다음으로, 본 실시형태에 관한 발광 장치에 대하여 설명한다. 본 실시형태에 관한 발광 장치는, 상술한 밀봉 부재와, 당해 밀봉 부재에 밀봉된 발광 소자를 구비하고 있다.
- [0125] 발광 소자로서는, 예를 들면 발광 다이오드(LED), 유기 발광 다이오드(OLED) 등을 들 수 있다. 특히, 본 실시형태에 관한 밀봉 부재는, 발광 다이오드의 밀봉에 적합하다.
- [0126] 이하, 발광 소자가, 칩 상의 발광 다이오드, 즉 LED칩이며, 발광 장치가 LED 패키지인 예를 들어, 본 실시형태에 관한 발광 장치를 설명한다. 도 1~4는, 각각, 본 발명의 실시형태에 관한 발광 장치의 일례를 나타내는 모식도(단면도)이다. 또한, 도 중의 각 부재의 크기는, 설명을 용이하게 하기 위하여 적절히 강조되어 있고, 실제의 치수, 부재 간의 비율을 나타내는 것은 아니다. 또한, 본 명세서 및 도면에 있어서, 실질적으로 동일한 기능 구성을 갖는 구성 요소에 대해서는, 동일한 부호를 붙임으로써 중복 설명을 생략한다.
- [0127] 도 1에 나타내는 발광 장치(LED 패키지)(1A)는, 오목부(21)를 갖는 기판(2)과, 기판(2)의 오목부(21)의 바닥면에 배치되는 발광 소자(LED칩)(3)과, 오목부(21)에 있어서 발광 소자(3)를 덮도록 밀봉하는 밀봉 부재(4A)를 구비하고 있다.
- [0128] 밀봉 부재(4A)는, 상술한 본 실시형태에 관한 밀봉 부재에 의하여 구성되어 있다. 따라서, 밀봉 부재(4A) 중에 있어서는, 상술한 본 실시형태에 관한 조성물 유래의 금속 산화물 입자가 분산되어 있고, 이 결과, 발광 장치(1A)에 있어서의 광의 추출 효율이 향상하고 있다. 또, 밀봉 부재(4A) 내에 있어서는, 형광체 입자(5)가 분산하고 있다. 형광체 입자(5)는, 발광 소자(3)로부터 출사되는 광의 적어도 일부의 파장을 변환한다.
- [0129] 도 2에 나타내는 발광 장치(1B)는, 밀봉 부재(4B)가 2층으로 되어 있는 점에서 발광 장치(1A)와 다르다. 즉, 밀봉 부재(4B)는, 발광 소자(3)를 직접 덮는 제1 층(41B)과, 제1 층(41B)을 덮는 제2 층(43B)을 갖고 있다. 제1 층(41B)과 제2 층(43B)은, 모두 본 실시형태에 관한 밀봉 부재이다. 제1 층(41B) 내에 있어서는, 형광체 입자(5)가 분산하고 있다. 한편, 제2 층(43B)은, 형광체 입자(5)를 포함하지 않는다. 발광 장치(1B)는, 밀봉 부재(4B)를 구성하는 제1 층(41B) 및 제2 층(43B) 내에 있어서, 상술한 본 실시형태에 관한 조성물 유래의 금속 산화물 입자가 분산되어 있음으로써, 광의 추출 효율이 향상하고 있다.
- [0130] 도 3에 나타내는 발광 장치(1C)도, 밀봉 부재(4C)의 구성이 밀봉 부재(4A)의 것과 다른 점에서, 발광 장치(1A)와 다르다. 밀봉 부재(4C)는, 발광 소자(3)를 직접 덮는 제1 층(41C)과, 제1 층(41C)을 덮는 제2 층(43C)을 갖고 있다. 제1 층(41C)은, 본 실시형태에 관한 밀봉 부재는 아니고, 상술한 금속 산화물 입자를 포함하지 않는 수지의 밀봉 부재이며, 밀봉 부재에 이용할 수 있는 수지 등에 의하여 구성되어 있다. 또, 제1 층(41C) 내에 있어서는, 형광체 입자(5)가 분산하고 있다. 한편, 제2 층(43C)은, 본 실시형태에 관한 밀봉 부재이다. 발광 장치(1C)는, 밀봉 부재(4C)를 구성하는 제2 층(43C) 내에 있어서, 상술한 본 실시형태에 관한 조성물 유래의 금속 산화물 입자가 분산되어 있음으로써, 광의 추출 효율이 향상하고 있다.

- [0131] 도 4에 나타내는 발광 장치(1D)에 있어서는, 밀봉 부재(4D)는, 발광 소자(3)를 직접 덮는 제1 층(41D)과, 제1 층(41D)을 덮는 제2 층(43D)과, 제2 층(43D)을 추가로 덮는 제3 층(45D)을 갖고 있다. 제1 층(41D) 및 제2 층(43D)은, 본 실시형태에 관한 밀봉 부재는 아니고, 상술한 금속 산화물 입자를 포함하지 않는 수지의 밀봉 부재이며, 밀봉 부재에 이용할 수 있는 수지 등에 의하여 구성되어 있다. 또, 제2 층(43D) 내에 있어서는, 형광체 입자(5)가 분산하고 있다. 한편, 제3 층(45D)은, 본 실시형태에 관한 밀봉 부재이다. 발광 장치(1D)는, 밀봉 부재(4D)를 구성하는 제3 층(45D) 내에 있어서, 상술한 본 실시형태에 관한 조성물 유래의 금속 산화물 입자가 분산되어 있음으로써, 광의 추출 효율이 향상하고 있다.
- [0132] 또한, 본 발명에 관한 발광 장치는, 도시의 양태에 한정되는 것은 아니다. 예를 들면, 본 발명에 관한 발광 장치는, 밀봉 부재 중에 형광체 입자를 포함하지 않아도 된다. 또, 본 실시형태에 관한 밀봉 부재는, 밀봉 부재 중의 임의의 위치에 존재할 수 있다.
- [0133] 이상, 본 실시형태에 관한 발광 장치는, 발광 소자가 본 실시형태의 밀봉 부재에 의하여 밀봉되어 있기 때문에, 광의 추출 효율이 우수하다.
- [0134] 또한, 본 실시형태에 관한 발광 장치는, 상술한 바와 같은 본 실시형태에 관한 조성물에 의하여 발광 소자가 밀봉된다. 따라서, 본 발명은, 일 측면에 있어서, 본 실시형태에 관한 조성물을 이용하여 발광 소자를 밀봉하는 공정을 갖는 발광 장치의 제조 방법에도 관한 것이다. 동 측면에 있어서, 상기 제조 방법은, 본 실시형태에 관한 분산액과 수지 성분을 혼합하여 상기 조성물을 얻는 공정을 갖고 있어도 된다.
- [0135] 또한, 발광 소자의 밀봉은, 예를 들면, 디스펜서 등에 의하여, 본 실시형태에 관한 조성물을 발광 소자 상에 부여하고, 그 후 당해 조성물을 경화시킴으로써 행할 수 있다.
- [0136] 상술한 바와 같은 본 실시형태에 관한 발광 장치는, 예를 들면, 조명 기구 및 표시 장치에 이용할 수 있다. 따라서, 본 발명은, 일 측면에 있어서, 본 실시형태에 관한 발광 장치를 구비하는 조명 기구 또는 표시 장치에 관한 것이다.
- [0137] 조명 기구로서는 예를 들면, 실내등, 실외등 등의 일반 조명 장치, 휴대 전화나 OA 기기 등의, 전자 기기의 스위치부의 조명 등을 들 수 있다.
- [0138] 본 실시형태에 관한 조명 기구는, 본 실시형태에 관한 발광 장치를 구비하기 때문에, 동일한 발광 소자를 사용해도 종래와 비교하여 방출되는 광속이 커져, 주위 환경을 보다 밝게 할 수 있다.
- [0139] 표시 장치로서는, 예를 들면 휴대 전화, 휴대 정보 단말, 전자 사전, 디지털 카메라, 컴퓨터, 텔레비전, 및 이들의 주변기기 등을 들 수 있다.
- [0140] 본 실시형태에 관한 표시 장치는, 본 실시형태에 관한 발광 장치를 구비하기 때문에, 동일한 발광 소자를 사용해도 종래와 비교하여 방출되는 광속이 커져, 예를 들면 보다 선명하고 명도가 높은 표시를 행할 수 있다.
- [0141] 실시에
- [0142] 이하, 실시예에 의하여 본 발명을 더 상세히 설명한다. 또한, 이하에 설명하는 실시예는, 어디까지나 본 발명의 일례이며, 본 발명을 한정하는 것은 아니다.
- [0143] [실시에 1]
- [0144] (분산액의 제작)
- [0145] 평균 입자 직경이 5nm인 산화 지르코늄 입자(스미토모 오사카 시멘트사제) 10g, 톨루엔 82g, 표면 수식 재료로서의 메톡시기 함유 페닐실리콘 레진(신에쓰 가가쿠 고교사제, KR217) 5g을 첨가하여 혼합했다. 이 혼합액을 날개 주속 5.0m/s, 냉각수 온도를 25℃로 설정하고, 비즈 밀로 6시간 분산 처리를 행하여, 실시예 1에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리량으로 나눈 단위 질량당의 동력은 1.4kW/kg였다.
- [0146] (입자 직경의 평가)
- [0147] 얻어진 분산액의 일부를 채취하고, 고형분이 5질량%가 되도록 톨루엔으로 희석했다. 이 희석한 분산액의 D50과 D90을, 입도 분포계(HORIBA사제, 형번: SZ-100SP)를 이용하여 측정했다. 그 결과, D50은 32nm이고, D50/D90은 0.25였다. 결과를 표 1에 나타낸다. 또한, 분산액에 포함되는 입자는, 기본적으로 표면 수식 재료가 부착된 산화 지르코늄 입자뿐이기 때문에, 측정된 D50, D90은, 산화 지르코늄 입자의 D50 및 D90이라고 생각되었다.

- [0148] (유리 표면 수식 재료의 함유량의 평가)
- [0149] 얻어진 분산액 5g(산화 지르코늄 입자와 표면 수식 재료의 합계 함유량 0.78g)의 액체를 이베퍼레이터로 제거했다.
- [0150] 이 농축물에 아세톤을 2g 첨가하고, 혼합하여 혼합액을 제작했다.
- [0151] 실리카젤 10g을 충전한 칼럼과, 전개 용매(헥세인과 아세톤을 2:1의 체적비로 혼합) 100cc를 이용한 칼럼 크로마토그래피로, 혼합액으로부터 분리된 추출액을 회수했다. 이 회수액의 액체를 이베퍼레이터로 제거하고, 얻어진 잔량물을 유리 표면 수식 재료로 하여, 그 질량을 측정했다. 이 잔류물의 질량을, 분산액 5g에 포함되는 산화 지르코늄 입자와 표면 수식 재료의 합계 질량(0.78g)으로 나눈 값의 백분율을 계산했다.
- [0152] 그 결과, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 40질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0153] (조성물의 제작)
- [0154] 얻어진 실시예 1에 관한 분산액: 10g 및 실리콘 수지로서 메틸페닐실리콘 수지(도레이·다우코닝사제 OE-6520 굴절률 1.54 A액:B액의 질량 배합비=1:1(수지 중에 반응 촉매 함유)) 7.6g을 혼합했다. 이어서, 이 혼합액을 감압 건조에 의하여 톨루엔을 제거함으로써, 표면 수식 산화 지르코늄 입자와 메틸페닐실리콘 수지(OE-6520)를 함유한 실시예 1에 관한 조성물을 얻었다. 또한 조성부 중의 산화 지르코늄 입자 및 톨루엔의 함유량은, 각각, 11질량%, 2질량%였다.
- [0155] (조성물의 투과율의 평가)
- [0156] 얻어진 실시예 1에 관한 조성물의 투과율을, 분광 광도계 V-770(니혼 분코사제)로 적분구를 이용하여 측정했다. 측정 샘플은, 상기 조성물을 박층 석영 셀에 끼우고, 두께(광로 길이)를 1mm로 한 상태의 것을 이용했다.
- [0157] 그 결과, 조성물의 파장 460nm에 있어서의 투과율은 84%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 90%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0158] (조성물의 점도의 평가)
- [0159] 얻어진 실시예 1에 관한 조성물의 점도를, 레오미터(레오스트레스 RS-6000, HAAKE사제)를 이용하여 측정했다. 또한, 점도의 측정은, 온도 25℃에서, 전단 속도 1.0(1/s)으로 설정하고, 행했다.
- [0160] 그 결과, 실시예 1에 관한 조성물의 점도는 10Pa·s였다.
- [0161] (밀봉 부재의 제작)
- [0162] SUS 기관에, 길이 20mm, 폭 15mm 및 깊이 5mm의 홈을 마련하고, 그 홈에 불소 코트를 한 형을 작성했다. 형의 홈에 대하여 경화 후의 두께가 0.5mm가 되도록 얻어진 조성물을 흘려 넣고, 150℃에서 4시간 가열 처리하여 경화하며, 그 SUS 기관으로부터 제거하는 것으로, 실시예 1에 관한 밀봉 부재를 얻었다.
- [0163] (밀봉 부재의 투과율의 평가)
- [0164] 얻어진 밀봉 부재의 투과율을, 분광 광도계 V-770(니혼 분코사제)에서 적분구를 이용하여 측정했다.
- [0165] 그 결과, 밀봉 부재의 파장 460nm에 있어서의 투과율은 25%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 70%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0166] (밀봉 부재 중에 있어서의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경)
- [0167] 밀봉 부재 중의 산화 지르코늄 입자의 평균 분산 입자 직경은, 밀봉 부재를 두께 방향으로 박편화한 것을 시료로 하고, 전계 방출형 투과 전자현미경(JEM-2100F, 니혼 덴시사제)으로 측정했다. 그 결과, 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경은 55nm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0168] (LED 패키지의 제작과 전체 광속의 평가)
- [0169] 용량 계산식 디지털 제어 디스펜서(상품명: MEASURING MASTER MPP-1, 무사시 엔지니어링사제)를 이용하여, 실시예 1에 관한 조성물로, 청색 발광 다이오드(LED칩)를 밀봉했다. 조성물을 150℃에서 2시간 열처리하여 경화시킴으로써, 3030 시리즈(3.0mm×3.0mm)의 실시예 1에 관한 LED 패키지(발광 장치)를 제작했다.
- [0170] 이 LED 패키지의 전체 광속을, 전체 광속 측정 시스템 HM 시리즈(오쓰카 덴시사제, 구 사이즈 3000mm)를 이용하여

여 측정했다.

- [0171] 그 결과, 실시예 1에 관한 LED 패키지의 전체 광속은 61.2lm였다.
- [0172] [실시예 2]
- [0173] 평균 일차 입자 직경이 10nm인 산화 지르코늄 입자를 이용하고, 날개 주속을 6.0m/s, 냉각수 온도를 20℃로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 완전히 동일하게 하여, 실시예 2에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 2.3kW/kg였다.
- [0174] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 48nm이고, D50/D90은 0.56이었다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 45질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0175] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 실시예 2에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 실시예 2에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0176] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 58%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 79%였다.
- [0177] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 실시예 2에 관한 조성물의 점도는, 7Pa · s였다.
- [0178] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 15%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 52%였다.
- [0179] 또, 실시예 1과 동일하게, 실시예 2에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정한 결과, 85nm였다.
- [0180] 또, 실시예 2에 관한 LED 패키지에 대하여 실시예 1과 동일하게 하여 전체 광속을 측정한 결과, 전체 광속은 61.3lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0181] [실시예 3]
- [0182] 평균 일차 입자 직경이 20nm인 산화 지르코늄 입자를 이용하고, 날개 주속을 6.0m/s, 냉각수 온도를 15℃로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 완전히 동일하게 하여, 실시예 3에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 2.2kW/kg였다.
- [0183] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 57nm이고, D50/D90은 0.60이었다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 50질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0184] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 실시예 3에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 실시예 3에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0185] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 41%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 68%였다.
- [0186] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 실시예 3에 관한 조성물의 점도는, 4Pa · s였다.
- [0187] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 10%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 41%였다.
- [0188] 또, 실시예 1과 동일하게, 실시예 3에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정한 결과, 128nm였다.
- [0189] 또, 실시예 3에 관한 LED 패키지에 대하여 실시예 1과 동일하게 하여 전체 광속을 측정한 결과, 전체 광속은 61.7lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0190] [실시예 4]
- [0191] 평균 일차 입자 직경이 15nm인 산화 타이타늄 입자를 이용하고, 날개 주속을 6.0m/s, 냉각수 온도를 15℃로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 완전히 동일하게 하여, 실시예 4에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 2.1kW/kg였다.
- [0192] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 51nm이고,

D50/D90은 0.40이었다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 42질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

- [0193] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 실시예 4에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 실시예 4에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0194] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 38%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 61%였다.
- [0195] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 실시예 4에 관한 조성물의 점도는, $9\text{Pa} \cdot \text{s}$ 였다.
- [0196] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 19%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 35%였다.
- [0197] 또, 실시예 1과 동일하게, 실시예 4에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정한 결과, 110nm였다.
- [0198] 또, 실시예 4에 관한 LED 패키지에 대하여, 실시예 1과 동일하게 하여 전체 광속을 측정한 결과, 전체 광속은 61.4lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0199] [실시예 5]
- [0200] 평균 일차 입자 직경이 12nm인 산화 지르코늄 입자를 이용하고, 메톡시기 함유 페닐실리콘 레진을 5g 이용하는 대신에 3g 이용하며, 냉각수 온도를 20°C 로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 실시예 5에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 1.6kW/kg 였다.
- [0201] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 51nm이고, D50/D90은 0.58이었다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 15질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0202] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 실시예 5에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 실시예 5에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0203] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 54%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 73%였다.
- [0204] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 실시예 5에 관한 조성물의 점도는, $175\text{Pa} \cdot \text{s}$ 였다.
- [0205] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 13%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 45%였다.
- [0206] 또, 실시예 1과 동일하게, 비교예 6에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정한 결과, 98nm였다.
- [0207] 또, 실시예 5에 관한 LED 패키지에 대하여, 실시예 1과 동일하게 하여 측정한 결과, 전체 광속은 61.3lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0208] [비교예 1]
- [0209] 평균 일차 입자 직경이 8nm인 산화 지르코늄 입자를 이용하고, 날개 주속을 10.0m/s , 냉각수 온도를 20°C 로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 완전히 동일하게 하여, 비교예 1에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 8.5kW/kg 였다.
- [0210] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 22nm이고, D50/D90은 0.18이었다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 61질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0211] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 비교예 1에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 비교예 1에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0212] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 75%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 85%였다.
- [0213] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 비교예 1에 관한 조성물의 점도는, $30\text{Pa} \cdot \text{s}$ 였다.
- [0214] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 38%이고, 파장 600nm

에 있어서의 투과율은 81%였다.

- [0215] 또, 실시예 1과 동일하게, 비교예 1에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정 한 결과, 28nm였다.
- [0216] 또, 비교예 1에 관한 LED 패키지에 대하여, 실시예 1과 동일하게 하여 측정한 결과, 전체 광속은 60.0lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0217] [비교예 2]
- [0218] 평균 일차 입자 직경이 33nm인 산화 지르코늄 입자를 이용하고, 날개 주속을 12.0m/s, 냉각수 온도를 40℃로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 완전히 동일하게 하여, 비교예 2에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 12.9kW/kg였다.
- [0219] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 125nm이고, D50/D90은 0.15였다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 65질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0220] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 비교예 2에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 비교예 2에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0221] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 18%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 29%였다.
- [0222] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 비교예 2에 관한 조성물의 점도는, 51Pa · s였다.
- [0223] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 3%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 21%였다.
- [0224] 또, 실시예 1과 동일하게, 비교예 2에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정 한 결과, 160nm였다.
- [0225] 또, 비교예 2에 관한 LED 패키지에 대하여, 실시예 1과 동일하게 하여 측정한 결과, 전체 광속은 59.7lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0226] [비교예 3]
- [0227] 평균 일차 입자 직경이 18nm인 산화 지르코늄 입자를 이용하고, 날개 주속을 6.0m/s, 냉각수 온도를 40℃로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 완전히 동일하게 하여, 비교예 3에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 4.7kW/kg였다.
- [0228] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 42nm이고, D50/D90은 0.18이었다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 58질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0229] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 비교예 3에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 비교예 3에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0230] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 25%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 37%였다.
- [0231] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 비교예 3에 관한 조성물의 점도는, 44Pa · s였다.
- [0232] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 18%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 29%였다.
- [0233] 또, 실시예 1과 동일하게, 비교예 3에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정 한 결과, 84nm였다.
- [0234] 또, 비교예 3에 관한 LED 패키지에 대하여, 실시예 1과 동일하게 하여 측정한 결과, 전체 광속은 59.8lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0235] [비교예 4]
- [0236] 평균 일차 입자 직경이 14nm인 산화 지르코늄 입자를 이용하고, 날개 주속을 10.0m/s, 냉각수 온도를 15℃로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 완전히 동일하게 하여, 비교예 4에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈

밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 8.2kW/kg였다.

- [0237] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 28nm이고, D50/D90은 0.17이었다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 55질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0238] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 비교예 4에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 비교예 4에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0239] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 28%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 39%였다.
- [0240] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 비교예 4에 관한 조성물의 점도는, 60Pa·s였다.
- [0241] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 20%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 32%였다.
- [0242] 또, 실시예 1과 동일하게, 비교예 4에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정한 결과, 39nm였다.
- [0243] 또, 비교예 4에 관한 LED 패키지에 대하여, 실시예 1과 동일하게 하여 측정한 결과, 전체 광속은 60.1lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0244] [비교예 5]
- [0245] 평균 입자 직경이 5nm인 산화 지르코늄 입자를 이용하고, 날개 주속을 6.0m/s, 냉각수 온도를 25℃로 설정한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 비교예 5에 관한 분산액을 얻었다. 분산 처리 시에 비즈 밀 장치에 표시된 동력을 도입하여 슬러리양으로 나눈 단위 질량당의 동력은 2.6kW/kg였다.
- [0246] 실시예 1과 동일하게 입자 직경과 유리 표면 수식 재료의 함유량을 측정했다. 그 결과, D50은 13nm이고, D50/D90은 0.23이었다. 또, 유리 표면 수식 재료의 함유량은 41질량%였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0247] 실시예 1에 관한 분산액을 이용하는 대신에, 비교예 5에 관한 분산액을 이용한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 비교예 5에 관한 조성물, 밀봉 부재 및 LED 패키지를 얻었다.
- [0248] 실시예 1과 동일하게 조성물의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 89%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 93%였다.
- [0249] 실시예 1과 동일하게 조성물의 점도를 측정한 결과, 비교예 5에 관한 조성물의 점도는, 13Pa·s였다.
- [0250] 실시예 1과 동일하게 밀봉 부재의 투과율을 측정한 결과, 파장 460nm에 있어서의 투과율은 34%이고, 파장 600nm에 있어서의 투과율은 75%였다.
- [0251] 또, 실시예 1과 동일하게, 비교예 5에 관한 밀봉 부재 중의 금속 산화물 입자의 평균 분산 입자 직경을 측정한 결과, 21nm였다.
- [0252] 또, 비교예 5에 관한 LED 패키지에 대하여, 실시예 1과 동일하게 하여 측정한 결과, 전체 광속은 60.1lm였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

卅 1

제조 조건	납게 주속(m/s)	냉각수 온도(℃)	단위 질량당 동력(kW/kg)	종류	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5											
					D50(nm)	D50/D90	평균 입자 크기(nm)	ZrO ₂	ZrO ₂	TiO ₂	ZrO ₂	ZrO ₂	ZrO ₂	ZrO ₂	ZrO ₂	ZrO ₂	ZrO ₂								
분산액	금속 산화물 입자	5	32	48	57	51	15	12	8	33	18	14	14	5											
															0.25	0.56	0.60	0.40	0.58	0.18	0.15	0.18	0.17	0.23	
조성물	유리 표면 수식 재료의 함유량(질량%)	40	45	50	42	15	61	65	58	55	41	89	93	13											
															460nm(%)에 있어서의 투과율	600nm(%)에 있어서의 투과율	점도(mPa · s)	460nm(%)에 있어서의 투과율	600nm(%)에 있어서의 투과율	점도(mPa · s)	460nm(%)에 있어서의 투과율	600nm(%)에 있어서의 투과율	점도(mPa · s)	460nm(%)에 있어서의 투과율	600nm(%)에 있어서의 투과율
밀봉 부재	금속 산화물 입자의 평균 입자 크기(nm)	55	85	128	110	98	28	160	84	39	21	60.1													
													61.2	61.3	61.7	61.4	60	59.7	58	60.1					

[0253]

[0254]

실시에 1~5와 비교예 1~5의 결과로부터, 금속 산화물 입자의 D50이 30nm 이상 100nm 이하, D50/D90이 0.20 이상인 분산액을 이용함으로써, 광의 추출 효율이 우수한 발광 장치를 얻어지는 것이 확인되었다. 또, 비교예 2, 3을 참조하면, 실시예에 관한 분산액을 이용하지 않고, 단순히 분산액이나 밀봉 부재 중의 평균 분산 입자 직경을 조절한 것만으로는, 광의 추출 효율을 향상시킬 수 없는 것이 확인되었다.

[0255]

또한, 유리 표면 수식제의 함유량이 비교적 큰 실시예 1~4에 관한 조성물은, 유리 표면 수식제의 함유량이 작은 실시예 5에 관한 조성물과 비교하여, 점도가 큰 폭으로 작았다. 이와 같은 실시예 1~4에 관한 조성물은, 발광 소자의 밀봉 시에 있어서의 취급이 용이하다.

[0256]

이상, 첨부 도면을 참조하면서 본 발명의 적합한 실시형태에 대하여 상세히 설명했지만, 본 발명은 이러한 예에 한정되지 않는다. 본 발명이 속하는 기술의 분야에 있어서의 통상의 지식을 갖는 사람이면, 특허청구의 범위에

기재된 기술적 사상의 범주 내에 있어서, 각종의 변경예 또는 수정예에 상도할 수 있는 것은 분명하고, 이들에 대해서도, 당연히 본 발명의 기술적 범위에 속하는 것으로 이해된다.

부호의 설명

[0257]

1A, 1B, 1C, 1D 발광 장치

2 기판

21 오목부

3 발광 소자

4A, 4B, 4C, 4D 밀봉 부재

41B, 41C, 41D 제1 층

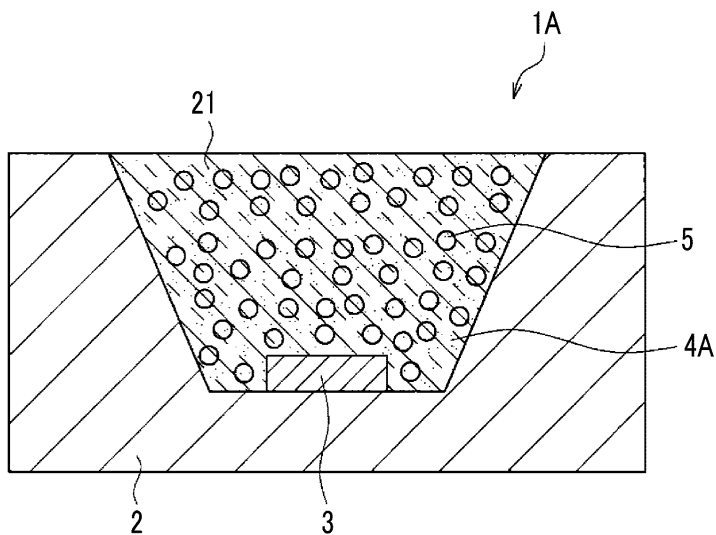
43B, 43C, 43D 제2 층

45D 제3 층

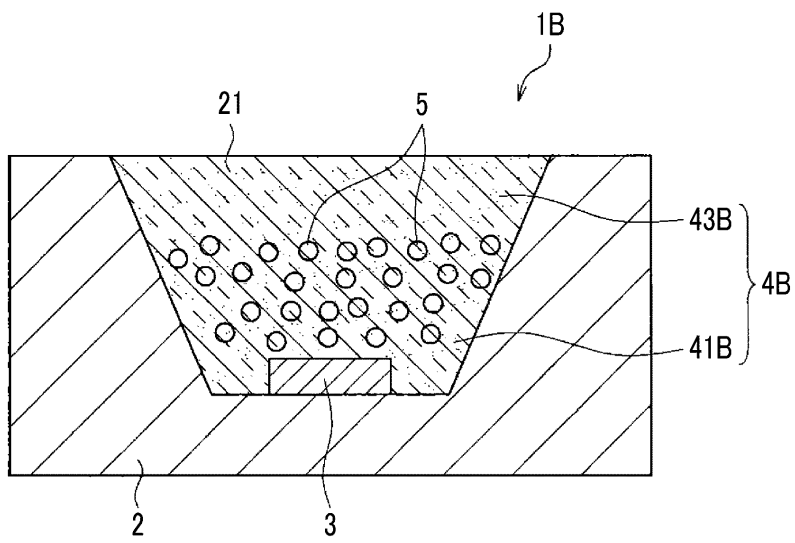
5 형광체 입자

도면

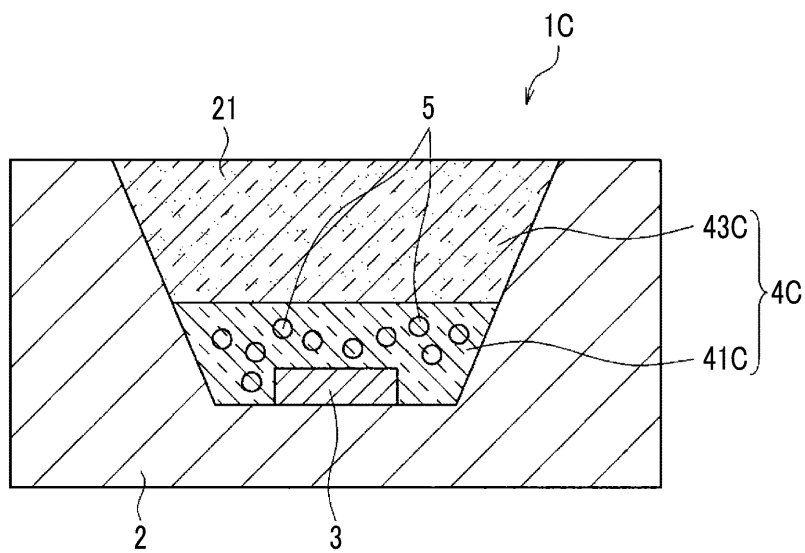
도면1



도면2



도면3



도면4

