

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5299577号

(P5299577)

(45) 発行日 平成25年9月25日(2013.9.25)

(24) 登録日 平成25年6月28日(2013.6.28)

(51) Int.Cl.

F I

H O 1 L 33/50 (2010.01)

H O 1 L 33/00 4 1 0

請求項の数 13 (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2012-529552 (P2012-529552)	(73) 特許権者	000001270
(86) (22) 出願日	平成23年8月2日(2011.8.2)		コニカミノルタ株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2011/067635		東京都千代田区丸の内二丁目7番2号
(87) 国際公開番号	W02012/023425	(74) 代理人	110001254
(87) 国際公開日	平成24年2月23日(2012.2.23)		特許業務法人光陽国際特許事務所
審査請求日	平成25年4月1日(2013.4.1)	(72) 発明者	小嶋 健
(31) 優先権主張番号	特願2010-182211 (P2010-182211)		東京都日野市さくら町1番地 コニカミノ
(32) 優先日	平成22年8月17日(2010.8.17)		ルタテクノロジーセンター株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		
早期審査対象出願		審査官	岡田 吉美
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 発光装置の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

所定波長の光を出射する発光素子上に、前記発光素子からの出射光により励起されて前記所定波長と異なる波長の蛍光を発生する蛍光体を含む波長変換部を形成する工程を含む発光装置の製造方法であって、

前記波長変換部は、蛍光体、層状ケイ酸塩鉱物、有機金属化合物を含んで形成され、

前記波長変換部を形成する工程は、

前記蛍光体及び前記層状ケイ酸塩鉱物を含む蛍光体分散液を用いて、前記発光素子上に蛍光体層を形成する工程と、

前記有機金属化合物を含む前駆体溶液を、前記蛍光体層上に塗布する工程と、

前記蛍光体層上に塗布された前記前駆体溶液を加熱する工程と、

を含む発光装置の製造方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の発光装置の製造方法において、

前記発光素子上に蛍光体層を形成する工程は、前記蛍光体分散液を前記発光素子上に塗布し、前記発光素子上に塗布された前記蛍光体分散液を加熱する工程である、発光装置の製造方法。

【請求項 3】

請求項 2 に記載の発光装置の製造方法において、

前記蛍光体分散液を前記発光素子上に塗布する工程は、第一のノズルを用いて前記蛍光

10

20

体分散液を噴射する工程であり、

前記前駆体溶液を前記蛍光体層上に塗布する工程は、前記第一のノズルと異なる第二のノズルを用いて前記前駆体溶液を噴射する工程である、発光装置の製造方法。

【請求項 4】

請求項 3 に記載の発光装置の製造方法において、

前記蛍光体分散液を前記発光素子上に噴射する工程の前に、前記第一のノズルをクリーニングする工程を更に含む発光装置の製造方法。

【請求項 5】

請求項 3 に記載の発光装置の製造方法において、

前記蛍光体分散液を前記発光素子上に噴射する工程では、前記蛍光体分散液の噴射を一時的に休止させ、その休止中に、前記第一のノズルの先端部を洗浄液に浸漬させる発光装置の製造方法。

10

【請求項 6】

請求項 3 に記載の発光装置の製造方法において、

前記蛍光体分散液を前記発光素子上に噴射する工程の前に、前記蛍光体塗布液を色度および輝度調整用のガラスプレートに噴射して塗布し、前記蛍光体分散液が塗布された前記ガラスプレートの色度および輝度を計測する工程を更に含む発光装置の製造方法。

【請求項 7】

請求項 3 に記載の発光装置の製造方法において、

前記蛍光体分散液を前記発光素子上に噴射する工程は、前記第一のノズルを傾けて前記蛍光体分散液を前記発光素子に対し斜め方向から噴射する工程である、発光装置の製造方法。

20

【請求項 8】

請求項 1 ～ 7 のいずれか一項に記載の発光装置の製造方法において、

前記蛍光体層上に塗布された前記前駆体溶液を加熱する工程では、加熱温度を、100 ～ 300 とする発光装置の製造方法。

【請求項 9】

請求項 1 ～ 8 のいずれか一項に記載の発光装置の製造方法において、

前記蛍光体層上に塗布された前記前駆体溶液を加熱する工程の後に、前記波長変換部上をシリコン樹脂で封止する工程を更に含む発光装置の製造方法。

30

【請求項 10】

請求項 1 ～ 9 のいずれか一項に記載の発光装置の製造方法において、

前記有機金属化合物が金属アルコキシドである発光装置の製造方法。

【請求項 11】

請求項 10 に記載の発光装置の製造方法において、

前記金属アルコキシドがポリシロキサンである発光装置の製造方法。

【請求項 12】

請求項 1 ～ 11 のいずれか一項に記載の発光装置の製造方法において、

前記層状ケイ酸塩鉱物がスメクタイト構造を有する発光装置の製造方法。

40

【請求項 13】

請求項 1 ～ 12 のいずれか一項に記載の発光装置の製造方法において、

前記蛍光体分散液が無機微粒子を更に含む発光装置の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は発光装置の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、窒化ガリウム（GaN）系の青色LED（Light Emitting Diode：発光ダイオード）チップの近傍にYAG蛍光体等の蛍光体を配置し、青色LEDチップから出射される

50

青色光と、蛍光体が青色光を受けて二次発光することにより出射される黄色光との混色により白色LEDを得る技術が広く用いられている。

【0003】

このような白色LEDでは、蛍光体を分散させた透明樹脂を用いてLEDチップや実装部を封止する方法が一般的である。しかし、蛍光体の比重は透明樹脂よりも大きいので、樹脂が硬化する前に蛍光体が沈降してしまい、発光時の色むら等の原因となっていた。

【0004】

そこで、蛍光体の沈降を抑制して色むらの発生を防止する方法が種々提案されており、例えば特許文献1には、樹脂硬化時の粘度が100cP～10000cPのシリコン樹脂を封止体として用いることにより、蛍光体の沈降や偏析を抑制することが記載されている。また、特許文献2には、筒状容器の上端開口と下端開口の間にLED素子を配置し、上端開口から下端開口までを透光性樹脂で充填するとともに、LED素子からの出射光が上端開口側へ反射するように容器の内壁面を形成したチップ部品型LEDが開示されている。

10

【0005】

さらに、特許文献3には、液状の透光性封止材料に、蛍光体の沈降防止剤として粘土鉱物を主とする層状化合物に有機カチオンを添加してなる親油性化合物を加えた発光装置及びその製造方法が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

20

【0006】

【特許文献1】特開2002-314142号公報

【特許文献2】特開2002-185046号公報

【特許文献3】特開2004-153109号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、特許文献1では、LEDチップをシリコン樹脂で封止しているため、LEDチップからの発光やLEDチップ及び蛍光体の発熱などにより封止材料の着色等の劣化が進行しやすく、長期間の使用に耐えうるだけの耐久性を得ることが困難であった。また、特許文献2の構成ではLEDの構成が複雑となり、コストアップに繋がるという問題点もあった。さらに、特許文献2、3においても、透光性封止材料の具体例としてエポキシ樹脂やシリコン樹脂、ポリイミド樹脂等の樹脂材料が挙げられており、特許文献1と同様に封止材料の耐久性の面で十分ではなかった。

30

【0008】

そこで、加熱後にセラミックとなる封止材料を用いてLEDチップを封止することにより、LEDチップの耐熱性や耐光性を向上させることが考えられる。この場合、蛍光体の沈降抑制剤として、特許文献2に記載されている層状化合物を添加すると、蛍光体の分散状態が安定し、色むらの発生を低減することができる。しかし、封止材料と沈降抑制剤との混合液の粘度が小さいため、封止材料が硬化する前に蛍光体が沈降してしまい、沈降抑制効果が十分ではなかった。

40

【0009】

したがって、本発明の主な目的は、耐熱性の高い透光性部材中に蛍光体を均一に分散させた波長変換部を備える発光装置の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

上記課題を解決するため本発明によれば、

所定波長の光を出射する発光素子上に、前記発光素子からの出射光により励起されて前記所定波長と異なる波長の蛍光を発生する蛍光体を含む波長変換部を形成する工程を含む発光装置の製造方法であって、

50

前記波長変換部は、蛍光体、層状ケイ酸塩鉱物、有機金属化合物を含んで形成され、  
前記波長変換部を形成する工程は、  
前記蛍光体及び前記層状ケイ酸塩鉱物を含む蛍光体分散液を用いて、前記発光素子上に  
蛍光体層を形成する工程と、  
前記有機金属化合物を含む前駆体溶液を、前記蛍光体層上に塗布する工程と、  
前記蛍光体層上に塗布された前記前駆体溶液を加熱する工程と、  
を含む発光装置の製造方法が提供される。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、蛍光体分散液と前駆体溶液とを別個に発光素子に塗布するから、蛍光体を分散させた状態で発光素子に塗布することができ、耐熱性の高い透光性部材中に蛍光体を均一に分散させた波長変換部を形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】発光装置の概略構成を示す断面図である。

【図2】第1の実施形態にかかる発光装置の製造装置および製造方法を概略的に説明するための模式図である。

【図3】第2の実施形態にかかる発光装置の製造装置および製造方法を概略的に説明するための模式図である。

【発明を実施するための形態】

【0013】

以下、図面を参照しながら本発明の好ましい実施形態について説明する。

【0014】

[第1の実施形態]

図1に示すとおり、発光装置100は、断面凹状のLED基板1を有している。

LED基板1の凹部(底部)にはメタル部2が設けられ、メタル部2上に直方体状のLED素子3が配置されている。LED素子3は所定波長の光を出射する発光素子の一例である。

LED素子3のメタル部2に対向する面には突起電極4が設けられており、メタル部2とLED素子3とが突起電極4を介して接続されている(フリップチップ型)。

尚、ここでは、一つのLED基板1に対して、一つのLED素子3が設けられる構成を図示しているが、一つのLED基板1の凹部に複数のLED素子3が設けられてもよい。

【0015】

本実施形態では、LED素子3として青色LED素子を用いている。

青色LED素子は、例えばサファイア基板上にn-GaN系クラッド層、InGaN発光層、p-GaN系クラッド層、及び透明電極を積層してなる。

【0016】

LED基板1の凹部にはLED素子3の周囲を封止するように波長変換部6が形成されている。

波長変換部6は、LED素子3から出射される所定波長の光を、異なる波長の光に変換する部分であり、透光性を有するセラミック層中にLED素子3からの波長により励起されて、励起波長と異なる波長の蛍光を出す蛍光体が添加されている。ここでは、LED素子3の周囲を封止するように波長変換部6が形成されているが、波長変換部6は、LED素子3の周囲(上面及び側面)のみに設けられればよく、LED基板1の凹部には波長変換部6が設けられない構成とされてもよい。

LED素子3の周囲のみに波長変換部6を設ける方法としては、波長変換部6を形成する際に、マスクを設置する方法等が用いられる。

【0017】

次に、波長変換部6の構成などについて詳述する。

波長変換部6は、有機金属化合物を有機溶媒に混合したゾル状の前駆体溶液を加熱によ

10

20

30

40

50

りゲル状態とし、さらに焼成する、いわゆるゾル・ゲル法により形成された透明セラミック層（ガラス体）であって、その透明セラミック層中に蛍光体、層状ケイ酸塩鉱物、無機微粒子を含有するものである。

#### 【0018】

（有機金属化合物）

有機金属化合物は、蛍光体、層状ケイ酸塩鉱物、無機微粒子を封止するバインダとしての役割を果たすものである。

本発明に用いられる有機金属化合物としては、金属アルコキシド、金属アセチルアセトネート、金属カルボキシレート等が挙げられるが、加水分解と重合反応によりゲル化しやすい金属アルコキシドが好ましい。

10

#### 【0019】

金属アルコキシドは、テトラエトキシシランのような単分子のものでも良いし、有機シロキサン化合物が鎖状または環状に連なったポリシロキサンでも良いが、前駆体溶液の粘性が増加するポリシロキサンが好ましい。

なお、透光性のガラス体を形成可能であれば金属の種類に制限はないが、形成されるガラス体の安定性や製造の容易性の観点から、ケイ素を含有していることが好ましい。また、複数種の金属を含有していても良い。

#### 【0020】

セラミック層中の有機金属化合物の含有量が2重量%未満では、バインダとしての有機金属化合物が少なすぎて加熱、焼成後のセラミック層の強度が低下する。

20

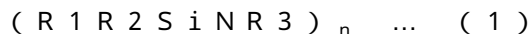
一方、有機金属化合物の含有量が50重量%を超えると、層状ケイ酸塩鉱物の含有量および無機微粒子の含有量が相対的に低下するため、セラミック層の強度も低下する。

そのため、セラミック層中の有機金属化合物の含有量は2重量%以上50%以下が好ましく、2.5重量%以上30重量%以下がより好ましい。

#### 【0021】

有機金属化合物としてポリシラザンを使用することもできる。

本発明で用いられるポリシラザンとは下記一般式（1）で表される。



式（1）中、R1、R2およびR3はそれぞれ独立して水素原子またはアルキル基、アリール基、ビニル基、シクロアルキル基を表し、R1、R2、R3のうち少なくとも1つは水素原子であり、好ましくはすべてが水素原子であり、nは1～60の整数を表す。

30

#### 【0022】

ポリシラザンの分子形状はいかなる形状であってもよく、例えば、直鎖状または環状であってもよい。

上記式（1）に示すポリシラザンと必要に応じた反応促進剤を、適切な溶媒に溶かして塗布し、加熱やエキシマ光処理、UV光処理を行うことで硬化し、耐熱性、耐光性の優れたセラミック膜を作成することができる。特に、170～230nmの範囲の波長成分を含むUV放射線（例えばエキシマ光）を照射して硬化させた後に、加熱硬化を行うとさらに水分の浸透防止効果を向上させることができる。

反応促進剤としては酸、塩基などを用いることが好ましいが用いなくても良い。

40

反応促進剤としては例えばトリエチルアミン、ジエチルアミン、N,N-ジエチルエタノールアミン、N,N-ジメチルエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリエチルアミン、塩酸、シュウ酸、フマル酸、スルホン酸、酢酸やニッケル、鉄、パラジウム、イリジウム、白金、チタン、アルミニウムを含む金属カルボン酸塩などが挙げられるがこれに限られない。

反応促進剤を用いる場合に特に好ましいのは金属カルボン酸塩であり、添加量はポリシラザンを基準にして0.01～5mol%が好ましい添加量である。

溶媒としては脂肪族炭化水素、芳香族炭化水素、ハロゲン炭化水素、エーテル類、エステル類を使用することができる。好ましくはメチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ベンゼン、トルエン、キシレン、ジメチルフルオライド、クロロホルム、四塩化炭素、エ

50

チルエーテル、イソプロピルエーテル、ジブチルエーテル、エチルブチルエーテルである。

また、ポリシラザン濃度は高い方が好ましいが、濃度の上昇はポリシラザンの保存期間の短縮につながるため、ポリシラザンは、溶媒中に5～50wt%（重量%）以下で溶解していることが好ましい。

また、ポリシラザン溶液をセラミック前駆体溶液として用いる場合、焼成する際の加熱温度は、基板として用いられるガラス材料等の劣化を抑制する観点からは150～500が好ましく、150～350とすることがより好ましい。

#### 【0023】

（蛍光体）

蛍光体は、LED素子3からの出射光の波長（励起波長）により励起されて、励起波長と異なる波長の蛍光を出射するものである。

本実施形態では、青色LED素子から出射される青色光（波長420nm～485nm）を黄色光（波長550nm～650nm）に変換するYAG（イットリウム・アルミニウム・ガーネット）蛍光体を使用している。

#### 【0024】

このような蛍光体は、Y、Gd、Ce、Sm、Al、La、Gaの酸化物、または高温で容易に酸化物となる化合物を使用し、それらを化学量論比で十分に混合して混合原料を得る。或いは、Y、Gd、Ce、Smの希土類元素を化学量論比で酸に溶解した溶液をシュウ酸で共沈したものを焼成して得られる共沈酸化物と、酸化アルミニウム、酸化ガリウムとを混合して混合原料を得る。

そして、得られた混合原料にフラックスとしてフッ化アンモニウム等のフッ化物を適量混合して加圧し、成形体を得る。

得られた成形体を坩堝に詰め、空气中1350～1450の温度範囲で2～5時間焼成し、蛍光体の発光特性を持つ焼結体を得る。

#### 【0025】

なお、本実施形態ではYAG蛍光体を使用しているが、蛍光体の種類はこれに限定されるものではなく、例えばCeを含まない非ガーネット系蛍光体等の他の蛍光体を使用することもできる。また、蛍光体の粒径が大きいほど発光効率（波長変換効率）は高くなる反面、有機金属化合物との界面に生じる隙間が大きくなって形成されたセラミック層の膜強度が低下する。

従って、発光効率と有機金属化合物との界面に生じる隙間の大きさを考慮し、平均粒径が1μm以上50μm以下のものを用いることが好ましい。蛍光体の平均粒径は、例えばコールターカウンター法によって測定することができる。

#### 【0026】

（層状ケイ酸塩鉱物）

層状ケイ酸塩鉱物は、雲母構造、カオリナイト構造、スメクタイト構造等の構造を有する膨潤性粘土鉱物が好ましく、膨潤性に富むスメクタイト構造が特に好ましい。これは、後述するように蛍光体分散液中に水を添加することで、スメクタイト構造の層間に水が進入して膨潤したカードハウス構造をとるため、少量で蛍光体分散液の粘性を大幅に増加させる効果があるためである。

また、層状ケイ酸塩鉱物はセラミック層中では平板状を呈するため、セラミック層の膜強度を向上させることができる。

#### 【0027】

セラミック層中における層状ケイ酸塩鉱物の含有量が0.5重量%未満になると、蛍光体分散液の粘性を増加させる効果が十分に得られない。

一方、層状ケイ酸塩鉱物の含有量が20重量%を超えると、セラミック層の強度が低下する。

従って、層状ケイ酸塩鉱物の含有量は0.5重量%以上20重量%以下とすることが好ましく、0.5重量%以上10重量%以下がより好ましい。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 2 8 】

なお、有機溶媒との相溶性を考慮して、層状ケイ酸塩鉱物の表面をアンモニウム塩等で修飾（表面処理）したものを適宜用いることもできる。

## 【 0 0 2 9 】

（無機微粒子）

無機微粒子は、有機金属化合物と、蛍光体及び層状ケイ酸塩鉱物との界面に生じる隙間を埋める充填効果、蛍光体分散液の粘性を増加させる増粘効果、及びセラミック層の膜強度を向上させる膜強化効果を有する。

本発明に用いられる無機微粒子としては、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化亜鉛等の酸化物微粒子、フッ化マグネシウム等のフッ化物微粒子等が挙げられる。特に、有機金属化合物としてポリシロキサン等の含ケイ素有機化合物を用いる場合、形成されるセラミック層に対する安定性の観点から酸化ケイ素の微粒子を用いることが好ましい。

10

## 【 0 0 3 0 】

セラミック層中における無機微粒子の含有量が 0 . 5 重量 % 未満になると、上述したそれぞれの効果が十分に得られない。

一方、無機微粒子の含有量が 5 0 重量 % を超えると、セラミック層の強度が低下する。

従って、セラミック層中における無機微粒子の含有量は 0 . 5 重量 % 以上 5 0 重量 % 以下とする。

なお、セラミック層中における無機微粒子の含有量は、好ましくは 0 . 5 重量 % 以上 4 0 重量 % 以下である。

20

また、無機微粒子の平均粒径は、上述したそれぞれの効果を考慮して 0 . 0 0 1  $\mu\text{m}$  以上 5 0  $\mu\text{m}$  以下のものを用いることが好ましく、0 . 0 0 5  $\mu\text{m}$  以上 2 0  $\mu\text{m}$  以下のものを用いることがより好ましい。

無機微粒子の平均粒径は、例えばコールターカウンター法によって測定することができる。

## 【 0 0 3 1 】

なお、有機金属化合物や有機溶媒との相溶性を考慮して、無機微粒子の表面をシランカップリング剤やチタンカップリング剤で処理したものを適宜用いることもできる。

## 【 0 0 3 2 】

（前駆体溶液）

前駆体溶液は、有機金属化合物を有機溶媒に混合したものであり、前駆体溶液を加熱することにより透光性のセラミック層を得ることができる。この前駆体溶液を、蛍光体、層状ケイ酸塩鉱物および無機微粒子を混合した蛍光体分散液が塗布された発光素子上に塗布し、これを加熱することにより、波長変換部 6 が形成される。

30

## 【 0 0 3 3 】

有機溶媒としては、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等のアルコール類が好ましい。

また、有機溶媒に対する有機金属化合物の混合量が 5 重量 % 未満になると前駆体溶液の粘性を増加させることが困難となり、有機金属化合物の混合量が 5 0 重量 % を超えると重合反応が必要以上に速く進んでしまう。

40

そのため、有機溶媒に対する有機金属化合物の混合量は 5 重量 % 以上 5 0 重量 % 以下が好ましく、8 重量 % 以上 4 0 重量 % 以下がより好ましい。

## 【 0 0 3 4 】

（蛍光体分散液）

蛍光体分散液は、蛍光体、層状ケイ酸塩鉱物を含有する液体で、好ましくはさらに無機微粒子を含有する液体である。

蛍光体分散液の調製手順としては、例えば、表面処理された親油性の層状ケイ酸塩鉱物を用いる場合は、まず有機溶媒に層状ケイ酸塩鉱物を予備混合し、その後に蛍光体、無機微粒子および水を混合する。

蛍光体分散液に水を添加すると、層状ケイ酸塩鉱物の層間に水が入り込んで蛍光体分散

50

液の粘性が増加するため、蛍光体の沈降を抑制することができる。

有機溶媒としては、添加される水との相溶性に優れたメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等のアルコール類が好ましい。

他方、表面処理されていない親水性の層状ケイ酸塩鉱物を用いる場合は、まず層状ケイ酸塩鉱物と水とを予備混合し、その後に蛍光体および無機微粒子を混合する。

これにより、層状ケイ酸塩鉱物を均一に混合して増粘効果をより高めることができる。

蛍光体分散液の好ましい粘度は25～800cPであり、最も好ましい粘度は30～500cPである。

なお、水に不純物が含まれていると前駆体溶液の重合反応を阻害する可能性があるため、添加する水は不純物を含まない純水を用いる必要がある。

#### 【0035】

また、有機溶媒に水を加える場合は、総溶媒量に対する水の割合を5%以上とする。水の割合が5重量%未満になると上記の増粘効果を十分に得ることができず、水の割合が60重量%を超えると増粘効果よりも水の混合過多による粘度低下効果の方が大きくなる。

そのため、水の割合は総溶媒量に対し5重量%以上60重量%以下が好ましく、7重量%以上55重量%以下がより好ましい。

#### 【0036】

蛍光体分散液中に含まれる上記各成分の最も好ましい組成範囲は、層状ケイ酸塩鉱物が0.1～5重量%、無機微粒子が1～40重量%である。

なお、層状ケイ酸塩鉱物としては、スメクタイト構造を有するものを用いるのが好ましい。

#### 【0037】

続いて、発光装置100（波長変換部6）の製造方法について説明する。

#### 【0038】

発光装置100の波長変換部6を製造する場合、たとえば図2の製造装置10が使用される。

製造装置10は、主に、上下、左右、前後に移動可能な移動台20と、上記で説明した蛍光体分散液または前駆体溶液を塗布液40として噴射可能なスプレー装置30と、波長変換部6の色度や輝度などを検査可能な検査装置50と、を有している。

#### 【0039】

スプレー装置30は移動台20の上方に配置されている。

スプレー装置30はエアーが送り込まれるノズル32を有している。

また、スプレー装置30が移動台20の下方に設置され、上方に向かって塗布液40を噴射する構成であってもよい。

ノズル32の先端部の孔径は20μm～2mmであり、好ましくは0.1～0.3mmである。ノズル32は移動台20と同様に、上下、左右、前後に移動可能となっている。特にノズル32は角度調整も可能であり、移動台20（またはこれに設置されるLED基板1）に対し傾斜させることができるようになっている。

ノズル32には温度調整機構が内蔵されており、噴射物の温度を調整することができる。

ノズル32には連結管34を介してタンク36が接続されている。

タンク36には塗布液40が貯留されている。タンク36には攪拌子が入っており、塗布液40が常に攪拌されている。塗布液40が蛍光体分散液の場合、比重が重い蛍光体が沈降して蛍光体分散液中で蛍光体の濃度分布が不均一となる可能性があるが、タンク36内の攪拌子で蛍光体分散液を常に攪拌すれば、比重の大きい蛍光体の沈降を抑止することができ、蛍光体が蛍光体分散液中で分散した状態を保持することができる。

なお、スプレー装置30では、ノズル32にエアーを送り込むのに代えて、モーターなどを駆動源として利用しタンク36の塗布液40自体に圧力を加えてノズル32から塗布液40を噴射するか、または押し出すような機構としてもよい。塗布液40を押し出すような機構とする場合、塗布液40に対する圧力のバラツキを10%以内とする。



## 【 0 0 4 0 】

検査装置 5 0 は、ＬＥＤ素子 5 2 と色彩輝度計 5 4 とを有している。

ＬＥＤ素子 5 2 はＬＥＤ素子 3 と同様の光を発光する素子である。

色彩輝度計 5 4 は受光した光の色度や輝度を計測する計測器である。

## 【 0 0 4 1 】

実際に発光装置 1 0 0 の波長変換部 6 を製造する場合には、まず、塗布液 4 0 として蛍光体分散液を用い、色度・輝度調整用（試験用）のガラスプレート 6 0 に蛍光体分散液を事前に噴射・塗布し、白色光の色度や輝度をあらかじめ計測する（予備噴射・塗布工程）。

詳しくは、ガラスプレート 6 0 を移動台 2 0 に設置し、移動台 2 0 とスプレー装置 3 0 のノズル 3 2 とを制御してガラスプレート 6 0 とノズル 3 2 の先端部とを対向配置する。この状態で、ノズル 3 2 からガラスプレート 6 0 に蛍光体分散液を噴射・塗布し、蛍光体分散液中の溶媒を揮発させ、ガラスプレート 6 0 上に蛍光体層を形成する。

その後、蛍光体層が形成されたガラスプレート 6 0 を検査装置 5 0 の近傍に移送し、発光素子 5 2 を発光させる。そして白色光の色度や輝度を色彩輝度計 5 4 で計測し、白色光の色度や輝度が所望の値（範囲）になっているかどうかを確認する。

予備噴射・塗布工程の処理は、白色光の色度や輝度が安定するまで繰り返す。

予備噴射・塗布工程において、白色光の色度や輝度が所望の値からずれている場合には、スプレーの噴射圧や蛍光体分散液における蛍光体の濃度等を調整して所望の値とすることができる。この際の調整は、計測値に応じて自動で行われることが好ましいが、計測値に応じて手動により調整してもよい。

## 【 0 0 4 2 】

その後、ガラスプレート 6 0 に代えて、（ＬＥＤ素子 3 をあらかじめ実装した）複数のＬＥＤ基板 1 を移動台 2 0 に設置し、ＬＥＤ基板 1 とスプレー装置 3 0 のノズル 3 2 との位置関係を調整する（位置調整工程）。

詳しくは、ガラスプレート 6 0 を設置したときと同様に、ＬＥＤ基板 1 を移動台 2 0 に設置し、ＬＥＤ基板 1 とノズル 3 2 の先端部とを対向配置する。ＬＥＤ基板 1 とノズル 3 2 の先端部との距離は 5 ～ 3 0 c m とする。ＬＥＤ素子 3 に対し蛍光体分散液を均一に塗布するには、ＬＥＤ基板 1 とノズル 3 2 の先端部との間に一定の間隔をあけて、ＬＥＤ基板 1 からノズル 3 2 の先端部を離間させたほうがよい。

## 【 0 0 4 3 】

その後、ＬＥＤ基板 1 とノズル 3 2 とを互いに相対移動させながら、ノズル 3 2 から蛍光体分散液を噴射してＬＥＤ基板 1 に蛍光体分散液を塗布する（噴射・塗布工程）。

詳しくは、一方では、移動台 2 0 とノズル 3 2 とを移動させてＬＥＤ基板 1 とノズル 3 2 とを前後左右に移動させる。移動台 2 0 とノズル 3 2 とのうちいずれか一方の位置を固定し、他方を前後左右に移動させてもよい。また、移動台 2 0 の移動方向と直交する方向にＬＥＤ素子 3 を複数配置し、ノズル 3 2 を移動台 2 0 の移動方向と直交する方向に移動させながら塗布する方法も好ましく用いられる。他方では、ノズル 3 2 にエアーを送り込み、蛍光体分散液をノズル 3 2 の先端部からＬＥＤ基板 1 に向けて噴射する。

ＬＥＤ基板 1 への蛍光体分散液の塗布が終了したら、塗布液 4 0 として前駆体溶液を用い、蛍光体分散液の噴射・塗布と同様、ＬＥＤ基板 1 とノズル 3 2 の先端部との間に一定の間隔をあけて、ＬＥＤ基板 1 とノズル 3 2 とを互いに相対移動させながら、ノズル 3 2 から前駆体溶液を噴射し、前駆体溶液を、蛍光体分散液が塗布されたＬＥＤ基板 1 に塗布する。

## 【 0 0 4 4 】

噴射・塗布工程では、塗布液 4 0 として蛍光体分散液を用いる場合および前駆体溶液を用いる場合の双方において、下記（１）～（９）の操作や条件設定などをおこなう。

（１）基本的には、ノズル 3 2 の先端部をＬＥＤ基板 1 の直上に配置して塗布液 4 0 をＬＥＤ素子 3 の真上から噴射する。

ただ、ＬＥＤ素子 3 が直方体状を呈しているため、塗布液 4 0 をＬＥＤ素子 3 の真上か

10

20

30

40

50

ら噴射するのに加えてまたは代えて、たとえばノズル32を傾けてLED素子3の4つの角部に向けて斜め方向から塗布液40を噴射してもよい。

このようにノズル32の噴射角度を小さくして塗布液40を4方向から噴射すれば、LED素子3の側面に対しても塗布液40を均一に塗布することができる。

ノズル32の噴射角度は適宜設定可能であり、好ましくは45°とする。

(2) 塗布液40の噴射量は一定とし、単位面積当たりの蛍光体量を一定とする。

塗布液40の噴射量の経時的なバラツキは10%以内とし、好ましくは1%以内とする。

#### 【0045】

(3) ノズル32を温度調整し、塗布液40の噴射時の粘度を調整する。

10

好ましくは塗布液40の温度を40以下に調整するか、または塗布液40の粘度にあわせて調整する。

この場合、LED基板1を室温環境下においてもよいし、温度調整機構を移動台20に設けてLED基板1の温度をコントロールしてもよい。

LED基板1の温度を30~100で高く設定すれば、LED基板1に噴射された塗布液40中の有機溶媒を早く揮発させることができ、塗布液40がLED基板1から液だれするのを防止することができる。逆に、LED基板1の温度を5~20と低く設定すれば、溶媒をゆっくり揮発させることができ、塗布液40をLED素子3の外壁に沿って均一に塗布することができ、ひいては波長変換部6の膜密度や膜強度などを増大させることができ、緻密な膜を形成することができる。

20

#### 【0046】

(4) 製造装置10の環境雰囲気(温度・湿度)を一定とし、塗布液40の噴射を安定させる。

特に、前駆体溶液の有機金属化合物としてポリシラザンを使用する場合、ポリシラザンが吸湿性を有しており前駆体溶液自体が固化する可能性があるため、前駆体溶液を噴射するときは好ましくは湿度を低くする。

(5) スプレー装置30とLED基板1との間にLED素子3の形状に応じたマスクを配置し、当該マスクを介して塗布液40を噴射する。

マスクとしては、塗布液40を構成する有機溶媒に溶解しない材質のものを使用する必要があるが、マスクに付着した蛍光体等の材料の回収の観点から好ましくは可燃性のものを使用する。

30

#### 【0047】

(6) 1つのLED基板1への蛍光体分散液および前駆体溶液の噴射・塗布が終了したら、その次のLED基板1に対し上記と同様の操作を繰り返し、複数のLED基板1のLED素子3上に蛍光体分散液および前駆体溶液を順次噴射・塗布する。

なお、1枚のLED基板1ごとに蛍光体分散液および前駆体溶液を噴射・塗布するではなく、複数のLED基板1に連続的に蛍光体分散液を噴射・塗布し、続けて蛍光体分散液が塗布された複数のLED基板1に連続的に前駆体溶液を噴射・塗布してもよい。

複数のLED基板1に蛍光体分散液または前駆体溶液を続けて噴射・塗布する場合において、LED基板1を切り替えるごとに塗布液40の噴射を一時的に休止して塗布液40を断続的に噴射してもよい。塗布液40を連続的に噴射し続ければ、各LED基板1に対する塗布液40の噴射量を安定させることができる。塗布液40を断続的に噴射すれば、塗布液40の使用量を節約することができる。

40

#### 【0048】

(7) 噴射・塗布工程中は、一定数のLED基板1への蛍光体分散液の噴射・塗布が終了するごとに、白色光の色度や輝度を実際に検査し、その検査結果を蛍光体分散液の噴射量や噴射圧、噴射温度(ノズル32の温度)などにフィードバックしてもよい(検査工程)。

すなわち、検査工程では、蛍光体分散液の噴射・塗布が終了したLED基板1のうちの1枚を検査装置50の近傍に移送し、LED素子3を発光させる。そして蛍光体分散液に

50

よる白色光の色度や輝度を色彩輝度計 5 4 で計測し、その計測結果に基づき、蛍光体分散液の噴射量や噴射圧、噴射温度（ノズル 3 2 の温度）などを変更してもよい。

蛍光体分散液の噴射・塗布が終了した L E D 基板 1 を使用するのに代えて、ガラスプレート 6 0 に蛍光体分散液を噴射・塗布し、これを白色光の色度や輝度の検査対象としてもよい。ガラスプレート 6 0 を使用する場合は、L E D 素子 5 2 を発光させ、白色光の色度や輝度を計測すればよい。

#### 【 0 0 4 9 】

（ 8 ）噴射・塗布工程中は、ノズル 3 2 をクリーニングしてもよい。

この場合、スプレー装置 3 0 の近傍に、洗浄液を貯留したクリーニングタンクを設置し、塗布液 4 0 の噴射の休止中や白色光の色度・輝度の検査中などにおいて、ノズル 3 2 の先端部をクリーニングタンク中に浸漬させ、ノズル 3 2 の先端部の乾燥を防ぐようにする。

洗浄液としては、塗布液 4 0 を溶解可能な液体が使用可能である。

また、噴射・塗布工程の休止中には、塗布液 4 0 が硬化してノズル 3 2 の噴射孔が詰まる可能性があるため、ノズル 3 2 をクリーニングタンク中に浸漬させるか、噴射・塗布工程の開始時にノズル 3 2 のクリーニングを行うことが好ましい。

なお、ノズル 3 2 の上記クリーニングは、噴射・塗布工程の処理自体を実行する前に行ってもよい。

#### 【 0 0 5 0 】

（ 9 ）噴射・塗布工程では、塗布液 4 0 をミスト状に噴射する関係上、蛍光体分散液中の有機溶媒が揮発すると、蛍光体、無機微粒子などの粉体が飛散することもあるため、好ましくは製造装置 1 0 の全体をハウジングなどで被覆してフィルタ越しに集塵・排気しながら、噴射・塗布工程や検査工程の処理を実行する。

蛍光体をフィルタで捕集すれば、高価な蛍光体を再利用することができる。

#### 【 0 0 5 1 】

その後、蛍光体分散液および前駆体溶液が塗布された L E D 基板 1 を、焼結炉に移送して焼成する（焼成工程）。

焼成工程では、処理温度（焼成温度）を、L E D 素子 3 が破損しない程度に設定し、100 ~ 300、好ましくは 130 ~ 170 とし、より好ましくは 140 ~ 160 とし、もっとも好ましくは 150 前後とする。

その結果、前駆体溶液が焼結して透明セラミック層中に蛍光体、層状ケイ酸塩鉱物、無機微粒子を含有する波長変換部 6 が製造（形成）される。

なお、前駆体溶液を焼結させた後に、ディスペンサーを用いて波長変換部 6 上をシリコン樹脂で封止してもよい。この場合、波長変換部 6 の経時的な劣化を抑制することができ、波長変換部 6 の L E D 基板 1 や L E D 素子 3 への接着性を向上させることができる。

#### 【 0 0 5 2 】

以上の第 1 の実施形態によれば、蛍光体を含む蛍光体分散液を L E D 素子 3 に噴射して塗布し、その後前駆体溶液を蛍光体分散液が塗布された L E D 素子 3 に塗布するから、蛍光体を均一に分散させた状態で L E D 素子 3 に塗布することができ、耐熱性の高いセラミック層中に蛍光体を均一に分散させた波長変換部 6 を形成することができる。

#### 【 0 0 5 3 】

##### [ 第 2 の実施形態 ]

第 2 の実施形態は主に下記の点で第 1 の実施形態と異なっており、それ以外は第 1 の実施形態と同様となっている。

第 2 の実施形態では、図 2 の製造装置 1 0 に代えて、図 3 の製造装置 7 0 が使用される。

製造装置 7 0 はスプレー装置 3 0 に加えて、第 2 のスプレー装置 8 0 を有している。

スプレー装置 8 0 はスプレー装置 3 0 と同様の構成を有しており、ノズル 8 2 に対し連結管 8 4 を介してタンク 8 6 が接続されている。

#### 【 0 0 5 4 】

スプレー装置 30 のタンク 36 には、上記で説明した前駆体溶液 (42, 有機金属化合物を有機溶媒に混合した溶液) が貯留されている。

他方、スプレー装置 80 のタンク 86 には、上記で説明した蛍光体、層状ケイ酸塩鉱物、無機微粒子を溶媒に分散させた溶液 (以下「蛍光体分散液 44」という。) が貯留されている。

第 2 の実施形態では、波長変換部 6 を構成する成分をスプレー装置 30, 80 からそれぞれ別々に噴射するようになっている。

なお、蛍光体分散液 44 中の層状ケイ酸塩鉱物や無機微粒子は前駆体溶液 42 にも含有されてもよい。

#### 【0055】

実際に波長変換部 6 を製造する場合、予備噴射・塗布工程では、蛍光体分散液 44 を色度・輝度調整用 (試験用) のガラスプレート 60 に事前に噴射・塗布し、白色光の色度や輝度をあらかじめ計測すればよい。

#### 【0056】

噴射・塗布工程では、ノズル 32, 82 を同時に使用 (移動および前駆体溶液 42, 蛍光体分散液 44 の噴射) してもよいし、別個に使用してもよい。

ノズル 32, 82 を同時に使用する場合、2 本のノズル 32, 82 を、互いの位置関係を固定した状態で移動させれば、波長変換部 6 の色度を安定させることができる。

ノズル 32, 82 を別個に使用する場合、好ましくは各 LED 基板 1 に対し先にノズル 82 から蛍光体分散液 44 を噴射し、その後ノズル 32 から前駆体溶液 42 を噴射する。

前駆体溶液 42 は、蛍光体分散液 44 の噴射直後に噴射してもよいし、蛍光体分散液 44 の噴射後に一定の時間をあけて噴射してもよい。

一定の時間をあければ、蛍光体分散液 44 の溶媒を揮発させることができ、波長変換部 6 の膜強度を向上させることができる。

#### 【0057】

噴射・塗布工程では、基本的に、ノズル 32, 82 の先端部を LED 基板 1 の直上に配置して、蛍光体分散液 44 および前駆体溶液 42 をそれぞれ LED 素子 3 の真上から噴射する。

かかる場合、好ましくは、蛍光体分散液 44 は、ノズル 82 を傾けて LED 素子 3 の 4 つの角部に向けて斜め方向から噴射するのがよい。

このようにノズル 82 の噴射角度を小さくして蛍光体分散液 44 を 4 方向から噴射すれば、LED 素子 3 の側面に対しても蛍光体分散液 44 を均一に塗布することができる。

ノズル 82 の噴射角度は適宜設定可能であり、好ましくは 45° とする。

もちろん、前駆体溶液 42 も、蛍光体分散液 44 の噴射態様と同様に、ノズル 32 を傾けて LED 素子 3 の 4 つの角部に向けて斜め方向から噴射してもよい。

#### 【0058】

噴射・塗布工程では、ノズル 32 とノズル 82 とを別個に温度調整し、前駆体溶液 42 と蛍光体分散液 44 とを別個に最適な粘度に調整する。

噴射・塗布工程では、前駆体溶液 42 と蛍光体分散液 44 とで専用のマスクをそれぞれ使用し、噴射物の種類に応じて使い分けてもよい。

マスクを使い分ければ、蛍光体分散液 44 中の高価な蛍光体を回収し再利用することができる。

#### 【0059】

噴射・塗布工程中は、ノズル 82 をクリーニングしてもよい。

この場合、スプレー装置 80 の近傍に、洗浄液を貯留したクリーニングタンクを設置し、蛍光体分散液 44 の噴射の休止中や白色光の色度・輝度の検査中などにおいて、ノズル 82 の先端部をクリーニングタンク中に浸漬させ、ノズル 82 の先端部の乾燥を防ぐようにする。

洗浄液としては、蛍光体分散液 44 を溶解可能な液体が使用可能である。

また、噴射・塗布工程の休止中には、蛍光体分散液 44 が硬化してノズル 82 の噴射孔

10

20

30

40

50

が詰まる可能性があるため、ノズル 8 2 をクリーニングタンク中に浸漬させるか、噴射・塗布工程の開始時にノズル 8 2 のクリーニングを行うことが好ましい。

なお、ノズル 8 2 の上記クリーニングは、噴射・塗布工程の処理自体を実行する前に行ってもよい。

もちろん、噴射・塗布工程の前にまたは噴射・塗布工程中においては、ノズル 3 2 も、ノズル 8 2 のクリーニング態様と同様に、クリーニングしてもよい。

#### 【0060】

焼成工程では、蛍光体分散液 4 4 と前駆体溶液 4 2 との双方を LED 基板 1 に続けて塗布して加熱・焼成してもよいし、先に蛍光体分散液 4 4 を LED 基板 1 に塗布した後加熱することで溶媒を揮発させて蛍光体層を形成し、その後前駆体溶液 4 2 を LED 基板 1 に塗布して加熱・焼成してもよい。

10

蛍光体分散液 4 4 と前駆体溶液 4 2 とを同時に加熱・焼成する場合、処理温度（焼成温度）を、LED 素子 3 が破損しない程度に設定し、100～300、好ましくは130～170とし、より好ましくは140～160とし、もっとも好ましくは150前後とする。

蛍光体分散液 4 4 と前駆体溶液 4 2 とを別個に加熱・焼成する場合も、各処理温度（焼成温度）を、LED 素子 3 が破損しない程度に設定し、100～300、好ましくは130～170とし、より好ましくは140～160とし、もっとも好ましくは150前後とする。

#### 【0061】

20

以上の第2の実施形態によれば、前駆体溶液 4 2 と蛍光体分散液 4 4 とを別個に噴射して LED 素子 3 に塗布するから、各液体の噴出量や噴出圧、粘度などをより最適化でき、LED 素子 3 に対し蛍光体をより分散させた状態で均一に塗布することができる。

#### 【0062】

なお、第1、第2の実施形態では、1本のノズル 3 2 と2本のノズル 3 2、8 2 とを使用する例を示したが、噴射物の種類に応じてノズルの数を3本以上に増やしてもよい（変更してもよい）。

たとえば、赤色（R）、青色（B）、緑色（G）の光を出射する蛍光体を用いて、これら3色の光を混色させることで白色光を出射させようとする場合には、スプレー装置 3 0 と同様のスプレー装置を3台用いて、各蛍光体を含む分散液を3本のノズルから別個に噴射するような構成としてもよい。

30

#### 【実施例】

#### 【0063】

##### （1）サンプルの作製

##### （1.1）蛍光体の調製

蛍光体原料として、 $Y_2O_3$ （7.41g）、 $Gd_2O_3$ （4.01g）、 $CeO_2$ （0.63g）、 $Al_2O_3$ （7.77g）を十分に混合し、これにフラックスとしてフッ化アンモニウムを適量混合したものをアルミ製の坩堝に充填し、水素含有窒素ガスを流通させた還元雰囲気中において、1350～1450の温度範囲で2～5時間焼成して焼成品（ $(Y_{0.72}Gd_{0.24})_3Al_5O_{12} : Ce_{0.04}$ ）を得た。

40

#### 【0064】

得られた焼成品を粉碎、洗浄、分離、乾燥して、体積平均粒径が1μm程度の黄色蛍光体粒子を得た。当該蛍光体粒子の波長465nmの励起光における発光波長を測定したところ、おおよそ波長570nmにピーク波長を有していた。（ガラス基板）

#### 【0065】

##### （1.2）発光装置の製造

##### （1.2.1）実施例1

表面処理されていない親水性スメクタイト（ルーセントタイト SWN、コープケミカル社製）0.11gと純水2.2gを混合して分散させた。これに上記で調製した蛍光体1gとIPA（イソプロパノール）3.85gとを混合して蛍光体分散液を調製した。この蛍

50

光体分散液を、加熱後の蛍光体層の膜厚が $35\mu\text{m}$ となるように、LED基板(20個の青色LEDチップがあらかじめ実装された基板)の凹部およびLEDチップの表面にスプレーコート法により噴霧し、 $50^\circ\text{C}$ で10分間加熱して蛍光体層を形成した。

次に、前駆体溶液(ポリシロキサン14重量%、イソプロピルアルコール86重量%)を、蛍光体層上にスプレーコート法により噴霧し、蛍光体層に前駆体溶液を含浸させて蛍光体層を形成する蛍光体、親水性スメクタイトの界面に生じている隙間を前駆体溶液で満たし、 $150^\circ\text{C}$ で1時間加熱して波長変換部を形成した。

これらの処理により製造された発光装置を「サンプル(実施例1)」とした。

#### 【0066】

##### (1.2.2) 実施例2

表面処理されていない親水性スメクタイト(ルーセントタイトSWN、コープケミカル社製)0.11gと純水2.2gを混合して分散させた。これに上記で調製した蛍光体1gとIPA4.4gとを混合して蛍光体分散液を調製した。この蛍光体分散液を、加熱後の蛍光体層の膜厚が $35\mu\text{m}$ となるように、LED基板(20個の青色LEDチップがあらかじめ実装された基板)の凹部およびLEDチップの表面にスプレーコート法により噴霧し、 $50^\circ\text{C}$ で10分間加熱して蛍光体層を形成した。

次に、前駆体溶液(NL120-20;ポリシラザン20重量%、ジブチルエーテル80重量%;AZエレクトロニクス社製)を、蛍光体層上にスプレーコート法により噴霧し、蛍光体層に前駆体溶液を含浸させて蛍光体層を形成する蛍光体、親水性スメクタイトの界面に生じている隙間を前駆体溶液で満たし、 $150^\circ\text{C}$ で1時間加熱して波長変換部を形成した。

これらの処理により製造された発光装置を「サンプル(実施例2)」とした。

#### 【0067】

##### (1.2.3) 実施例3

表面処理されていない親水性スメクタイト(ルーセントタイトSWN、コープケミカル社製)0.05gと無機粒子(日本アエロジル株式会社製RX300,粒径7nm)0.05gと作製した蛍光体0.75gとを、水0.5g中に混合し、さらにイソプロピルアルコール(IPA)1gを混合して、蛍光体分散液を作製した。この蛍光体分散液を、加熱後の蛍光体層の膜厚が $55\mu\text{m}$ となるように、LED基板(20個の青色LEDチップがあらかじめ実装された基板)の凹部およびLEDチップの表面にスプレーコート法により噴霧し、 $50^\circ\text{C}$ で1時間加熱して蛍光体層を形成した。

次に、前駆体溶液(ポリシロキサン14重量%、イソプロピルアルコール86重量%)を、蛍光体層上にスプレーコート法により噴霧し、蛍光体層に前駆体溶液を含浸させて蛍光体層を形成する蛍光体、親水性スメクタイト、無機粒子の界面に生じている隙間を前駆体溶液で満たし、 $150^\circ\text{C}$ で1時間加熱して波長変換部を形成した。

これらの処理により製造された発光装置を「サンプル(実施例3)」とした。

#### 【0068】

##### (1.2.4) 実施例4

合成雲母(マイクロマイカMK-100、コープケミカル社製)0.04gおよび上記蛍光体0.81gをプロピレングリコール1g中に混合して蛍光体分散液を作製した。この蛍光体分散液を、加熱後の蛍光体層の膜厚が $50\mu\text{m}$ となるように、LED基板(20個の青色LEDチップがあらかじめ実装された基板)の凹部およびLEDチップの表面にスプレーコート法により噴霧し、 $50^\circ\text{C}$ で1時間乾燥させ蛍光体層を形成した。

その後、前駆体溶液(ポリシロキサン14質量%、IPA86質量%)を、蛍光体層上にスプレーコート法により噴霧し、蛍光体層に前駆体溶液を含浸させて蛍光体層を形成する蛍光体、合成雲母の界面に生じている隙間を前駆体溶液で満たし、 $150^\circ\text{C}$ で1時間加熱して波長変換部を形成した。

これらの処理により製造された発光装置を「サンプル(実施例4)」とした。

#### 【0069】

##### (1.2.5) 実施例5

10

20

30

40

50

無機粒子（日本アエロジル株式会社製 R X 3 0 0 , 粒径 7 n m ） 0 . 0 6 5 g 、 親水性スメクタイト（ルーセントライト S W N 、コープケミカル社製） 0 . 0 2 5 g および蛍光体 1 g を、 1 , 3 - ブタンジオール 1 g とイソプロピルアルコール 0 . 7 5 g 中に混合して蛍光体分散液を作製した。この蛍光体分散液を、加熱後の蛍光体層の膜厚が 4 5  $\mu$  m となるように、 L E D 基板（ 2 0 個の青色 L E D チップがあらかじめ実装された基板）の凹部および L E D チップの表面にスプレーコート法により噴霧し、 5 0 で 1 時間乾燥させ蛍光体層を形成した。

その後、前駆体溶液（ポリシロキサン 1 4 質量%、 I P A 8 6 質量%）を、蛍光体層上にスプレーコート法により噴霧し、蛍光体層に前駆体溶液を含浸させて蛍光体層を形成する蛍光体、親水性スメクタイト、無機粒子の界面に生じている隙間を前駆体溶液で満たし、 1 5 0 で 1 時間加熱して波長変換部を形成した。

10

これらの処理により製造された発光装置を「サンプル（実施例 5）」とした。

#### 【 0 0 7 0 】

##### （ 1 . 2 . 6 ） 比較例 1

ポリシロキサン分散液（ポリシロキサン 1 4 重量%、イソプロピルアルコール 8 6 重量%） 1 g に、上記で調製した蛍光体 0 . 3 g を混合して波長変換部形成用の塗布液を調製した。

この波長変換部形成用の塗布液を、加熱後の膜厚が 4 5  $\mu$  m となるように、 L E D 基板（ 2 0 個の青色 L E D チップがあらかじめ実装された基板）の凹部および L E D チップの表面にスプレー塗布し、 1 5 0 で 1 時間加熱して波長変換部を形成した。

20

これらの処理により製造された発光装置を「サンプル（比較例 1）」とした。

#### 【 0 0 7 1 】

なお、発光装置の上記サンプルは、実施例 1 ~ 5 , 比較例 1 ごとに、 5 台（ 5 枚）ずつ作製した。

#### 【 0 0 7 2 】

##### （ 2 ） サンプルの評価

##### （ 2 . 1 ） 波長変換部の膜厚の評価

各サンプルの波長変換部の膜厚を、ミットヨ社製レーザホロゲージを用いて測定し、膜厚のばらつきを評価した。

評価結果を表 1 に示す。

30

表 1 中、膜厚の評価に関し、各サンプル 5 台のうち、最初に塗布した 1 台のサンプルの各 L E D チップの膜厚の平均値を基準値（ 1 0 0 % ）として、残りの 4 台の各 L E D チップの膜厚の平均値の膜厚が基準値に対してばらつきが  $\pm 1 0$  % の範囲内であるときは「 $\square$ 」と、  $\pm 2 0$  % の範囲内であるときは「 $\square$ 」と、  $\pm 3 0$  % の範囲内であるときは「 $\square$ 」と、膜厚のばらつきが  $\pm 4 0$  % を超えるときは「 $\times$ 」とした。

#### 【 0 0 7 3 】

なお、表 1 には、蛍光体分散液（比較例 1 のサンプルでは波長変換部形成用の塗布液）の粘度も記載している。

蛍光体分散液および波長変換部形成用の塗布液の粘度は、振動式粘度計（ V M - 1 0 A - L 、 C B C 社製）を用いて測定した。

40

#### 【 0 0 7 4 】

##### （ 2 . 2 ） 色度の測定

各サンプルの L E D チップを発光させ、発光の色度を、分光放射輝度計（ C S - 1 0 0 0 A 、コニカミノルタセンシング社製）を用いて測定した。

測定結果を表 1 に示す。

#### 【 0 0 7 5 】

色度は、色空間を X Y Z 座標系で表した C I E - X Y Z 表色系で、ある点と原点を結ぶ直線が平面  $x + y + z = 1$  と交わる点で定義される。ここでは、色度は（ x 、 y ）座標で表し、  $x + y + z = 1$  の関係から得られる z 座標は省略する。

白色光の色度は（ 0 . 3 3 , 0 . 3 3 ）であり、色度がこの値に近いほど白色光に近く

50

なる。x座標の値が小さくなると青色がかった白色になり、x座標の値が大きくなると黄色がかった白色になる。

表1中の5つの色度は5台のサンプルそれぞれの色度であり、各サンプルの値はLED基板中にある複数のLEDチップのうち任意の3つLEDチップを発光させて測定した色度の平均値である。

【0076】

【表1】

サンプル	粘度 (mPa・s)	膜厚の ばらつき	色度	1	2	3	4	5
実施例 1	80	◎	X値	0.32	0.33	0.32	0.32	0.34
			Y値	0.33	0.33	0.32	0.33	0.33
実施例 2	34	◎	X値	0.33	0.32	0.32	0.33	0.34
			Y値	0.34	0.32	0.32	0.33	0.33
実施例 3	150	◎	X値	0.34	0.32	0.33	0.33	0.33
			Y値	0.33	0.33	0.33	0.34	0.33
実施例 4	180	◎	X値	0.3	0.335	0.325	0.33	0.315
			Y値	0.315	0.35	0.335	0.34	0.33
実施例 5	320	◎	X値	0.324	0.33	0.328	0.325	0.338
			Y値	0.338	0.346	0.342	0.342	0.354
比較例 1	4	×	X値	0.24	0.26	0.27	0.36	0.35
			Y値	0.21	0.24	0.25	0.36	0.35

【0077】

(3) まとめ

表1に示すとおり、比較例1のサンプルでは、塗布液が蛍光体分散液と前駆体溶液とで分離されずに混合した状態で塗布され、その塗布液中に層状ケイ酸塩鉱物も含有されていないため、塗布液自体の粘度が低く、波長変換部の膜厚が安定せず、色度のばらつきも大きかった。

これに対し、実施例1～5のサンプルでは、波長変換部の膜厚が安定し、色度のばらつきの発生も抑制されていた。

以上から、実施例1～5のサンプルでは、蛍光体粒子が波長変換部に均一に分散されていることがわかる。

【産業上の利用可能性】

【0078】

本発明は、発光装置の製造方法において、耐熱性の高い透光性部材中に蛍光体を均一に分散させるのに好適に利用することができる。

【符号の説明】

【0079】

- 1 LED基板
- 2 メタル部

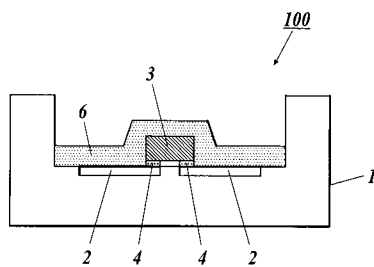


- 3    L E D 素子
- 4    突起電極（パンプ）
- 6    波長変換部
- 1 0   製造装置
- 2 0   移動台
- 3 0   スプレー装置
- 3 2   ノズル
- 3 4   連結管
- 3 6   タンク
- 4 0   塗布液
- 4 2   前駆体溶液
- 4 4   蛍光体分散液
- 5 0   検査装置
- 5 2   L E D 素子
- 5 4   色彩輝度計
- 6 0   ガラスプレート
- 7 0   （第２の）製造装置
- 8 0   スプレー装置
- 8 2   ノズル
- 8 4   連結管
- 8 6   タンク
- 1 0 0   発光装置

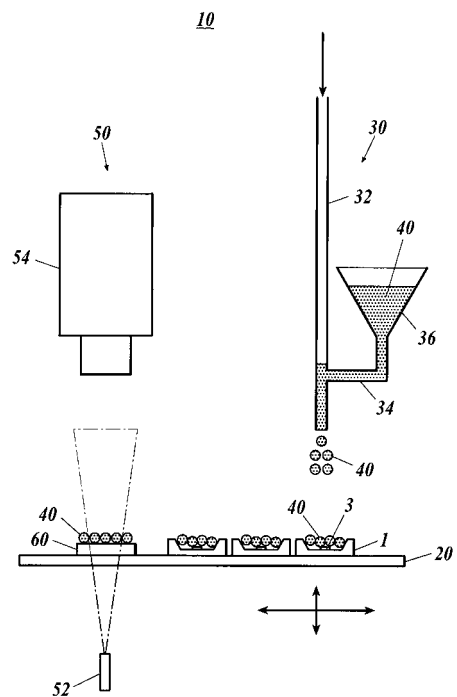
10

20

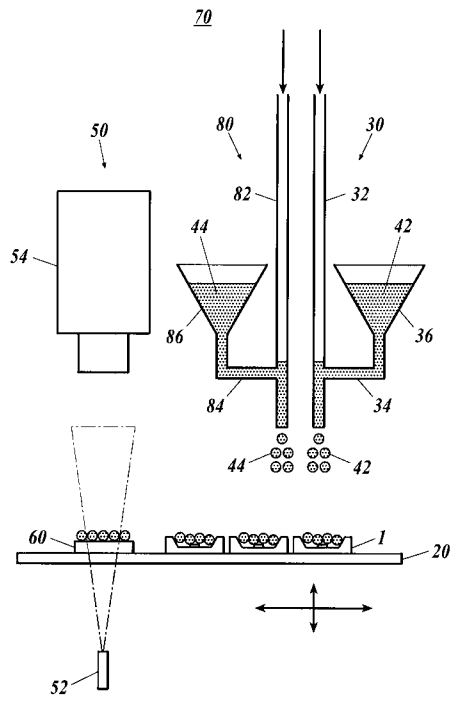
【図１】

**FIG1**

【図２】

**FIG2**

【図 3】

**FIG3**

---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平 1 1 - 2 5 1 6 4 0 ( J P , A )  
特開 2 0 0 9 - 2 5 6 6 7 0 ( J P , A )  
特開 2 0 0 4 - 1 5 3 1 0 9 ( J P , A )  
特開平 1 1 - 1 0 6 6 8 5 ( J P , A )  
特開 2 0 0 1 - 1 8 1 6 1 4 ( J P , A )  
特開 2 0 1 0 - 0 8 0 5 8 8 ( J P , A )  
特開 2 0 0 8 - 2 2 7 4 5 8 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

H 0 1 L 3 3 / 0 0 - 3 3 / 6 4