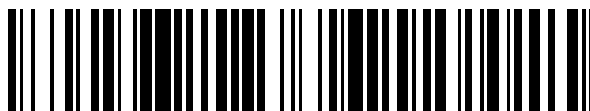


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 375 686**

51 Int. Cl.:
C09K 11/79 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08858191 .3**
96 Fecha de presentación: **25.11.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2231816**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **29.09.2010**

54 Título: **MATERIAL CERÁMICO PARA LED CON DISPERSIÓN REDUCIDA Y MÉTODO DE REALIZACIÓN DEL MISMO.**

30 Prioridad:
03.12.2007 EP 07122157

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
05.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
05.03.2012

73 Titular/es:
Koninklijke Philips Electronics N.V.
Groenewoudseweg 1
5621 BA Eindhoven, NL

72 Inventor/es:
TUECKS, Andreas;
SCHMIDT, Peter, J. y
BECHTEL, Hans-Helmut

74 Agente: **Zuazo Araluze, Alexander**

ES 2 375 686 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Material cerámico para led con dispersión reducida y método de realización del mismo

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a materiales luminiscentes para dispositivos emisores de luz, especialmente LED.

10 **Antecedentes de la invención**

10 Se conocen ampliamente fósforos que comprenden silicatos, fosfatos (por ejemplo, apatita) y aluminatos como materiales huésped, con metales de transición o metales de las tierras raras añadidos como materiales activadores para los materiales huésped. Puesto que los LED azules, en particular, se han vuelto viables en los últimos años, está buscándose activamente el desarrollo de fuentes de luz blanca que utilizan tales LED azules en combinación con tales materiales de fósforos. Con la llegada de materiales luminiscentes cerámicos, también los LED azules podrían convertirse casi completamente a los colores verde o rojo.

20 Especialmente, materiales luminiscentes basados en el denominado sistema "SiAlON" están en el centro de atención en el campo debido a sus buenas características ópticas. Como ejemplo, el documento EP 1854339 da a conocer un sistema de iluminación que comprende una fuente de radiación y un convertidor luminiscente cerámico monolítico que comprende al menos un fósforo que puede absorber parte de la luz emitida por la fuente de radiación y emitir luz de una longitud de onda diferente a la de la luz absorbida, en el que al menos un fósforo es un oxonitridosilicato activado por Eu(II) de fórmula general $(\text{Sr}_{1-a-b-c-d-e-f}\text{Ca}_b\text{Ba}_c\text{Mg}_d\text{Zn}_e\text{Ce}_f)\text{Si}_{x-g}\text{Ge}_g\text{N}_y\text{O}_z:\text{Eu}_a$, donde $0,001 < a < 0,2$, $0,0 < b < 1,0$, $0,0 < c < 0,5$, $0,0 < d < 0,25$, $0,0 < e < 0,25$, $0,0 < f < 0,2$, $0,0 < g < 1,0$, $1,5 < x < 2,5$, $1,5 < y < 2,5$ y $1,5 < z < 2,5$.

25 Sin embargo, existe todavía la necesidad continuada de materiales luminiscentes que puedan usarse dentro de una amplia gama de aplicaciones y especialmente que permitan la fabricación de LEDpc de luz blanca cálida de fósforo con eficacia luminosa y rendimiento de color optimizados.

30 **Sumario de la invención**

Es un objeto de la presente invención proporcionar un dispositivo emisor de luz que comprende un material luminiscente que tiene características ópticas mejoradas junto con una buena productividad y estabilidad.

35 Esto objeto se logra mediante un dispositivo emisor de luz según la reivindicación 1 de la presente invención. Por consiguiente, se proporciona un dispositivo emisor de luz, especialmente LED, que comprende al menos un primer material luminiscente que emite a una primera longitud de onda y al menos un material convertidor cerámico que absorbe al menos parcialmente la primera longitud de onda y posteriormente emite luz de una segunda longitud de onda que es mayor que la primera longitud de onda, teniendo dicho material convertidor cerámico una intensidad de dispersión SI(20) a 20° y una intensidad de dispersión SI(40) a 40°, siendo $\text{SI}(20)/\text{SI}(40) > 1,5$, en el que el material tiene esencialmente la composición $\text{Sr}_{1-y-z}\text{M}_y\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}_z$ donde M se selecciona del grupo que comprende Ca, Ba, Mg o mezclas de los mismos, e y es de ≥ 0 a ≤ 1 , y z es de $\geq 0,0001$ a $\leq 0,5$

45 La expresión "intensidad de dispersión SI(Y) a Y°" se define de la siguiente manera:

Se pule una oblea de 100 μm hasta calidad óptica ($R_a < 20 \text{ nm}$). Se emite luz monocromática de una longitud de onda λ con incidencia normal (= perpendicular a la oblea) sobre el material convertidor cerámico, eligiéndose λ en una región del espectro visible en la que el coeficiente de absorción a es $< 30 \text{ cm}^{-1}$.

50 La intensidad de dispersión (= luz transmitida en un ángulo de dispersión) medida a un ángulo de 0° (= perpendicular a la oblea) es del 100% (véase también la figura 3). La intensidad de dispersión SI(Y) a Y° se mide entonces a un ángulo de Y°.

55 La expresión "material convertidor cerámico" en el sentido de la presente invención significa y/o incluye especialmente un material compuesto o material compacto policristalino o cristalino que tiene una cantidad controlada de poros o que está libre de poros.

60 La expresión "material policristalino" en el sentido de la presente invención significa y/o incluye especialmente un material con una densidad volumétrica mayor que el 90 por ciento del constituyente principal, que consiste en más del 80 por ciento de dominios monocristalinos, siendo cada dominio mayor que 0,5 μm de diámetro, y el material puede tener diferentes orientaciones cristalográficas. Los dominios monocristalinos pueden estar conectados mediante material vítreo o amorfo o mediante constituyentes cristalinos adicionales.

65 Se ha descubierto que un material convertidor cerámico según la presente invención, para muchas aplicaciones, tiene al menos una o más de las siguientes ventajas:

- La dispersión óptica hallada mejora la eficacia de conversión del dispositivo, puesto que la dispersión puede conducir a pérdidas de absorción.

5 - La dispersión óptica hallada mejora la mezcla de luz convertida con luz no convertida transmitida y proporciona una alta eficacia de paquete.

Preferiblemente, el material convertidor cerámico tiene una intensidad de dispersión SI(20) a 20° y una intensidad de dispersión SI(40) a 40°, siendo SI(20)/SI(40) > 1,6, preferiblemente SI(20)/SI(40) > 1,8.

10 Según una realización preferida de la presente invención, el material convertidor cerámico tiene una intensidad de dispersión SI(30) a 30° y una intensidad de dispersión SI(60) a 60°, siendo SI(30)/SI(60) > 1,9. Esto aumenta además la eficacia de conversión para muchas aplicaciones dentro de la presente invención.

15 Preferiblemente, el material convertidor cerámico tiene una razón de intensidad de dispersión SI(30)/SI(60) > 2,5, preferiblemente SI(30)/SI(60) > 2,9.

Según una realización preferida de la presente invención, el material convertidor cerámico muestra una orientación preferida de sus granos de unidad cristalina constituyentes, que se define como su textura.

20 Con el fin de detectar una orientación preferente, pueden aplicarse técnicas de difracción de rayos X. Los materiales cerámicos sin orientación preferente muestran patrones de difracción de rayos X cuyas intensidades pico relativas son idénticas a las calculadas para el material correspondiente. El cálculo de patrones de rayos X requiere un conocimiento de la estructura cristalina del material, pero no es necesaria la información sobre la morfología del cristal. Los patrones de difracción de rayos X de materiales cerámicos texturados muestran desviaciones
25 significativas de las intensidades pico en comparación con el patrón teórico, es decir algunas reflexiones muestran intensidades mejoradas mientras que otras pueden mostrar intensidades que incluso se encuentran por debajo del límite de detección. Qué reflexiones, caracterizadas por sus índices de Miller, muestran intensidades aumentadas o disminuidas, depende en general de la geometría de medición, es decir la alineación de la muestra de material cerámico en relación con el haz de rayos X, la morfología así como la orientación de los granos dentro de la
30 muestra.

Preferiblemente, el material convertidor cerámico muestra una orientación preferida de sus granos de unidad cristalina constituyentes, de modo que $\text{Int}_{\text{pico A}} : \text{Int}_{\text{pico B}} \geq 3$, preferiblemente ≥ 5 , más preferiblemente ≥ 7 y lo más preferiblemente ≥ 9 , en los que $\text{Int}_{\text{pico A}} : \text{Int}_{\text{pico B}}$ se define de la siguiente manera:

35 Para compuestos de composición general $\text{Sr}_{1-x-y}\text{M}_x\text{Eu}_y\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2$, siendo M = Ca, Ba, Mg o mezclas de los mismos, que son isotípicos con el compuesto huésped $\text{SrSi}_2\text{O}_2\text{N}_2$, $\text{Int}_{\text{pico A}}$ viene dada o bien por la intensidad de la reflexión (0 2 0) (la configuración cristalográfica se elige de tal manera que los planos reticulares (0 k 0) son paralelos a las capas de $[\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2]^2$ en la estructura cristalina) o bien por la suma de las intensidades de la reflexión (0 2 0) y (1 2 0)
40 (si los picos no están suficientemente separados en el diagrama de polvo de XRD para determinar la intensidad de la reflexión (0 2 0)), mientras que la $\text{Int}_{\text{pico B}}$ viene dada por la intensidad de la reflexión (2 2 0) o por la suma de las intensidades de la reflexión (2 2 0) y (2 -1 0) (si los picos no están suficientemente separados en el diagrama de polvo de XRD para determinar la intensidad de la reflexión (2 2 0)).

45 Según una realización preferida de la presente invención, el material convertidor cerámico está compuesto esencialmente por granos con un d_{50} de $\geq 5 \mu\text{m}$. Esto se ha mostrado que disminuye adicionalmente la dispersión dentro de una amplia gama de aplicaciones.

50 El término "esencialmente" en el contexto de esta invención significa especialmente que $\geq 75\%$, preferiblemente $\geq 80\%$ y lo más preferiblemente $\geq 90\%$ del material tiene la composición y/o estructura deseadas.

55 El término " d_{50} " en el sentido de la presente invención es una medida para el tamaño de partícula promedio y se define de la siguiente manera: el tamaño del 50% del número de partículas (por ejemplo, granos) en la muestra correspondiente es igual o menor que el valor de d_{50} dado. La expresión "tamaño de partícula" representa especialmente el diámetro de una esfera cuyo volumen es idéntico a la de la partícula en consideración que tiene una forma arbitraria.

Preferiblemente, el material convertidor cerámico está compuesto esencialmente por granos con un d_{50} de $\geq 7 \mu\text{m}$.

60 El material convertidor cerámico según la invención ha mostrado ser ventajoso para una amplia gama de aplicaciones por las siguientes razones:

- La estabilidad del material se mejora habitualmente en comparación con materiales de la técnica anterior. El material tiene habitualmente una estabilidad térmica, especialmente fototérmica, muy alta.

65 - El espectro de este material es habitualmente bastante intenso, permitiendo así el uso en muchas aplicaciones

dentro de la presente invención.

La expresión “estabilidad fototérmica” en el sentido de la presente invención especialmente significa y/o incluye la conservación de la intensidad de luminiscencia con la aplicación simultánea de calor y excitación de alta intensidad, es decir, una estabilidad fototérmica del 100% indica que el material prácticamente no se ve afectado por la exposición simultánea a radiación y calor.

Según una realización preferida de la presente invención, la estabilidad fototérmica del material convertidor cerámico es de $\geq 82,5\%$ a $\leq 105\%$, preferiblemente de $\geq 85\%$ a $\leq 100\%$, después de la exposición del material convertidor cerámico durante 1000 horas a 200°C con una densidad de potencia luminosa de 10 W/cm^2 y una energía fotónica promedio de $2,75 \text{ eV}$.

Según una realización preferida de la presente invención, la conductividad térmica del material convertidor cerámico es de $\geq 1 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$ a $\leq 20 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$.

Según una realización de la presente invención, el material convertidor cerámico muestra una transparencia con incidencia normal en el aire de $\geq 10\%$ a $\leq 85\%$ para luz en el intervalo de longitud de onda de desde $\geq 550 \text{ nm}$ hasta $\leq 1000 \text{ nm}$.

Preferiblemente, la transparencia con incidencia normal en el aire es de $\geq 20\%$ a $\leq 80\%$ para luz en el intervalo de longitud de onda de desde $\geq 550 \text{ nm}$ hasta $\leq 1000 \text{ nm}$, más preferiblemente de $\geq 30\%$ a $\leq 75\%$ y lo más preferiblemente de $> 40\%$ a $< 70\%$ para luz en el intervalo de longitud de onda de desde $\geq 550 \text{ nm}$ hasta $\leq 1000 \text{ nm}$.

El término “transparencia” en el sentido de la presente invención significa especialmente que $\geq 10\%$, preferiblemente $\geq 20\%$, más preferiblemente $\geq 30\%$, lo más preferiblemente $\geq 40\%$ y $\leq 85\%$ de la luz incidente de una longitud de onda que no se absorbe por el material se transmite a través de la muestra con incidencia normal en el aire (= perpendicular a la superficie). Esta longitud de onda está preferiblemente en el intervalo de $\geq 550 \text{ nm}$ y $\leq 1000 \text{ nm}$.

Según una realización preferida de la presente invención, el material convertidor cerámico tiene una densidad de $\geq 95\%$ y $\leq 101\%$ de la densidad teórica.

Según una realización preferida de la presente invención, el material convertidor cerámico tiene una densidad de $\geq 97\%$ y $\leq 100\%$ de la densidad teórica.

Las densidades inferiores al 100% según la realización preferida descrita de la presente invención se obtienen preferiblemente mediante sinterización del material cerámico hasta una fase en la que todavía están presentes poros en la matriz cerámica. Las densidades más preferidas están en el intervalo de $\geq 98,0\%$ y $\leq 99,8\%$ con volúmenes de poro totales en la matriz cerámica dentro del intervalo de $\geq 0,2 - \leq 2\%$. Un diámetro medio de poro preferido está en el intervalo de $\geq 1000 - \leq 5000 \text{ nm}$.

La presente invención se refiere además a un método de producción de una material de la invención, que comprende prensar en caliente de manera uniaxial al menos un compuesto precursor, realizándose la etapa de prensado a una temperatura de $\geq 200^{\circ}\text{C}$ a $\leq 1800^{\circ}\text{C}$.

Sorprendentemente, se ha mostrado que al hacerlo así, puede producirse fácilmente y de manera eficaz un material con las características deseadas y de la invención para muchas aplicaciones.

Preferiblemente, la etapa de prensado se realiza a una temperatura de $\geq 1300^{\circ}\text{C}$ a $\leq 1700^{\circ}\text{C}$.

Sorprendentemente, se ha descubierto que para muchas aplicaciones dentro de la presente invención la textura del material convertidor cerámico policristalino puede inducirse mediante prensado en caliente uniaxial. Durante el prensado en caliente uniaxial, los granos cerámicos similares a una placa se orientan preferentemente con su superficie normal en la dirección de prensado en caliente uniaxial.

Según una realización preferida de la presente invención, el al menos un compuesto precursor consiste esencialmente en granos cristalinos que muestran una relación de aspecto de $\geq 2:1$.

El término “relación de aspecto” significa especialmente la relación de la dimensión más larga con respecto a la más corta de los granos de partículas. Una relación de aspecto grande se encuentra, por ejemplo, para partículas similares a una placa y similares a una aguja.

Se ha mostrado para muchas aplicaciones dentro de la presente invención que al hacer lo indicado anteriormente, pueden mejorarse adicionalmente las características deseadas del material convertidor cerámico realizado mediante el método la invención, especialmente puede reducirse la dispersión de luz de vuelta en la dirección de incidencia.

Preferiblemente, al menos un compuesto precursor tiene esencialmente una relación de aspecto de $\geq 3:1$, más

preferiblemente de $\geq 4:1$.

Según una realización preferida de la presente invención, al menos un compuesto precursor está compuesto esencialmente por placas y/o copos con un diámetro de ≥ 500 nm.

5 Para muchas aplicaciones, esto ha mostrado que facilita también el proceso de fabricación y reduce la dispersión del material convertidor cerámico producido.

10 Preferiblemente, al menos un compuesto precursor está compuesto esencialmente por placas y/o copos con un diámetro de ≥ 700 nm, más preferiblemente de $\geq 1 \mu\text{m}$

Según una realización preferida de la presente invención, la etapa de prensado se realiza a una presión de ≥ 50 MPa.

15 Un dispositivo emisor de luz que comprende a material convertidor cerámico según la presente invención así como un material convertidor cerámico producido con el presente método puede tener uso en una amplia variedad de sistemas y/o aplicaciones, tales como, entre otras cosas, uno o más de los siguientes:

- 20 - sistemas de iluminación de oficinas
- sistemas de aplicación doméstica
- sistemas de iluminación de tiendas,
- sistemas de iluminación doméstica,
- sistemas de iluminación acentuada,
- sistemas de iluminación puntual,
- 25 - sistemas de iluminación de escenarios,
- sistemas de aplicación de fibra óptica,
- sistemas de proyección,
- sistemas de visualización autoiluminados,
- sistemas de visualización pixelados,
- 30 - sistemas de visualización segmentados,
- sistemas de señales de advertencia,
- sistemas de aplicación de iluminación médica,
- sistemas de señales indicadoras, y
- sistemas de iluminación decorativa
- 35 - sistemas portátiles
- aplicaciones de automoción
- sistemas de iluminación de invernaderos

40 Los componentes mencionados anteriormente, así como los componentes reivindicados y los componentes que van a usarse según la invención en las realizaciones descritas, no están sujetos a ninguna excepción especial con respecto a su tamaño, forma, selección de materiales y concepto técnico, de manera que pueden aplicarse los criterios de selección conocidos en el campo pertinente sin limitaciones.

45 **Breve descripción de los dibujos**

Se dan a conocer detalles, rasgos, características y ventajas adicionales del objeto de la invención en las reivindicaciones dependientes, las figuras y la siguiente descripción de las figuras y ejemplos respectivos, que a modo de ejemplo, muestran varias realizaciones y ejemplos de un material para su uso en un dispositivo emisor de luz según la invención.

50 La figura 1 muestra un diagrama XRD para un material según el ejemplo I de la presente invención.

La figura 2 muestra un diagrama XRD para un material según el ejemplo comparativo I .

55 La figura 3 muestra una medición con resolución angular de la intensidad de dispersión del ejemplo I de la invención y el ejemplo comparativo 1.

La figura 4 muestra un espectro de emisión del ejemplo I de la invención y el ejemplo comparativo I .

60 La figura 5 muestra una micrografía óptica de la estructura del material convertidor cerámico según el ejemplo I tras trituración y pulido, y

La figura 6 muestra una configuración experimental muy esquemática para la medición de la textura del material convertidor cerámico.

65 La invención se entenderá mejor a partir de la siguiente descripción detallada del ejemplo I que, de un modo

meramente ilustrativo, es un ejemplo de un material convertidor cerámico de la invención. Tanto el ejemplo I de la invención como el ejemplo comparativo I se refieren a materiales cerámicos de $\text{SrSi}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}$.

Ejemplo I

5 Se sintetizó un polvo precursor de composición nominal $\text{Sr}_{0,98}\text{Eu}_{0,02}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2$ mediante el mezclado de ortosilicato de estroncio dopado con Eu, $(\text{Sr}_{0,98}\text{Eu}_{0,02})_2\text{SiO}_4$ con nitruro de silicio mediante molienda, quemando la mezcla a 1400°C en una atmósfera de N_2/H_2 , y finalmente moliendo y tamizando el producto en bruto.

10 Se llenó con aproximadamente 4 g del polvo precursor una herramienta de prensado de grafito, densificada previamente, y finalmente se prensó en caliente de manera uniaxial durante 5 h a 1500°C y 70 MPa en una atmósfera de nitrógeno.

Se cortó el cuerpo cerámico resultante, se trituró y se pulió hasta un espesor final de $100\ \mu\text{m}$.

15 Ejemplo comparativo I (sinterización convencional)

Se sintetizó un polvo precursor de composición nominal $\text{Sr}_{0,98}\text{Eu}_{0,02}\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2$ mediante el mezclado de ortosilicato de estroncio dopado con Eu, $(\text{Sr}_{0,98}\text{Eu}_{0,02})_2\text{SiO}_4$ con nitruro de silicio mediante molienda en una atmósfera de gas inerte, quemando la mezcla a 1200°C en una atmósfera de N_2/H_2 , y finalmente moliendo y tamizando el producto de partida.

20 Se prensó en frío el polvo de manera uniaxial e isostática y se sinterizó el sedimento en forma de disco resultante durante 5 h a 1550°C a la presión ambiental en una atmósfera de nitrógeno.

25 Se trituró el cuerpo cerámico resultante y se pulió hasta un espesor final de $100\ \mu\text{m}$.

30 Las figuras 1 y 2 muestran diagramas XRD del ejemplo I de la invención y el ejemplo comparativo I, respectivamente. Se obtuvieron los diagramas XRD con el haz de rayos X incidente situado de forma perpendicular a la normal de la placa para $\theta = 0^\circ$, siendo la normal de la placa (a) paralela a la dirección de prensado en caliente uniaxial del ejemplo I y (b) paralela a la dirección de prensado en frío uniaxial del ejemplo comparativo I.

35 La figura 3 muestra la distribución de intensidad de dispersión angular normalizada de la luz transmitida para un haz láser de $660\ \text{nm}$ de incidencia normal para obleas de $100\ \mu\text{m}$ de espesor según el ejemplo I de la invención (línea gruesa) y el ejemplo comparativo I (línea de puntos). Las superficies de las obleas se pulen hasta calidad óptica ($R_a < 20\ \text{nm}$). La dispersión de luz se debe, por tanto, a eventos de dispersión dentro de las obleas únicamente.

40 Puede observarse claramente que la dispersión del material de la invención difiere claramente a la del ejemplo comparativo. Es decir, la intensidad de dispersión $\text{SI}(20)$ a 20° es > 2 veces la intensidad de dispersión $\text{SI}(40)$ a 40° , y la intensidad de dispersión $\text{SI}(30)$ a 30° es > 3 veces la intensidad de dispersión $\text{SI}(60)$ a 60° , mientras que en el ejemplo comparativo, estas proporciones son mucho menores.

45 La figura 4 muestra espectros de emisión en un LED azul del ejemplo I de la invención (línea gruesa) y el ejemplo comparativo I (línea de puntos). Debido a los rasgos de dispersión superiores, las características de emisión del ejemplo de la invención son superiores a las del ejemplo comparativo.

50 La figura 5 muestra una micrografía óptica de la estructura del material convertidor cerámico según el ejemplo I tras trituración y pulido. Puede observarse que el material convertidor cerámico comprende muchos granos y/o placas grandes, algunos de ellos con un diámetro de $50\ \mu\text{m}$ o más. El d_{50} promedio es aproximadamente $4\ \mu\text{m}$. Sin restringirse a cualquier teoría, los inventores creen que esta estructura no ortodoxa provoca al menos parcialmente las ventajas de la invención y deseadas del material de la presente invención.

55 En lo sucesivo, se trata sobre la estructura del material según el ejemplo I así como una configuración general para la medición de la textura de los materiales según aplicaciones preferidas de la presente invención.

La orientación preferida de los granos de unidad cristalina constituyentes en el interior del material convertidor cerámico puede cuantificarse por medio de la difracción de rayos X.

60 La figura 6 muestra una configuración experimental muy esquemática para la medición de la textura del material convertidor cerámico. En la muestra 3 cerámica, se indican dos unidades 1 y 2 cristalinas cerámicas similares a una placa cuyos planos reticulares son casi perpendiculares o, tal como se desea para materiales cerámicos altamente texturados, perpendiculares a la normal de la placa, respectivamente. Se somete la placa 3 cerámica que va a examinarse a un haz 6 de rayos X incidente. Se mide el haz 5 difractado con un detector 7 de rayos X. θ es el ángulo de difracción. La normal a la superficie de la placa cerámica coincide con la dirección de prensado durante el prensado en caliente uniaxial, lo que se indica mediante la flecha 4.

65

Puede realizarse una determinación cuantitativa de la textura cristalográfica combinando un barrido de $\theta - 2\theta$ con un barrido de θ sobre un pico de reflexión de orientación preferida tal como se describe en la bibliografía no de patentes M. D. Vaudin *et al.*, J. Mater. Res. 13 (1998) 2910, que se incorpora en su totalidad al presente documento como referencia.

Se observa preferentemente interferencia constructiva que conduce a máximos de difracción de la radiación de rayos X para los planos reticulares recíprocos de los granos de unidad cristalina similares a una placa que son perpendiculares a la dirección de prensado si el experimento de difracción de rayos X se lleva a cabo de tal manera que el haz de rayos X incidente se sitúa de manera perpendicular a la dirección de prensado en caliente uniaxial del material cerámico para $\theta = 0^\circ$. Si se lleva a cabo un barrido de $\theta - 2\theta$ simétrico de un detector de rayos X en geometría de Bragg-Brentano de tal manera que para $\theta = 90^\circ$ el detector se sitúa paralelo a la normal del plano en la muestra cerámica, potenciándose enormemente las reflexiones que se originan a partir de la difracción en planos reticulares que están orientados de manera perpendicular o de manera casi perpendicular a la dirección de prensado, mientras que se debilitan enormemente las reflexiones que se originan a partir de la difracción en planos reticulares que están orientados en paralelo o casi en paralelo a la dirección de prensado.

El examen adicional del material del ejemplo I proporcionó los siguientes resultados:

Según los resultados de la determinación de la estructura cristalina, por ejemplo descrita en O. Oeckler, F. Stadler, T. Rosenthal, W. Schnick, Solid State Sci., 2007, 9(2), 205-212, que se incorpora en su totalidad al presente documento como referencia, $\text{SrSi}_2\text{O}_2\text{N}_2$ se acumula mediante láminas de esquina que comparten tetraedros de $[\text{SiON}_3]$ con iones de oxígeno terminales que forman el entorno de coordinación del Sr o iones dopantes, que están ubicados entre las láminas de $[\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2]$. Por tanto, puede observarse una morfología similar a una placa para los compuestos precursores de $\text{SrSi}_2\text{O}_2\text{N}_2$.

Para el prensado en caliente de materiales cerámicos de tipo $\text{SrSi}_2\text{O}_2\text{N}_2:\text{Eu}$ que consisten en granos similares a una placa, se explican detalles en la sección de Ejemplo. Se explica una geometría de medición generalmente adecuada para las muestras cerámicas en forma de disco (tal como se aplica en todas las mediciones descritas a continuación) en la siguiente sección.

Con respecto de la estructura, los planos reticulares recíprocos $(0\ k\ 0)$ están orientados en paralelo a las láminas de $[\text{Si}_2\text{O}_2\text{N}_2]$ y, por tanto, también son normales a las normales a las placas de $\text{SrSi}_2\text{O}_2\text{N}_2$. Para las muestras con una orientación preferente significativa, especialmente las reflexiones con índices de Miller $(0\ k\ 0)$ muestran una intensidad aumentada en comparación con otras reflexiones. La reflexión $(0\ 1\ 0)$ de $\text{SrSi}_2\text{O}_2\text{N}_2$ se encuentra en $2\theta \sim 12,6^\circ$, mientras que el pico $(0\ 2\ 0)$ se solapa con el pico $(1\ 2\ 0)$ en $2\theta \sim 25,4^\circ$ (se hará referencia a la suma de ambos picos como pico A). La reflexión con intensidad teórica máxima, el pico $(2\ 2\ 0)$, se encuentra en $2\theta \sim 31,8^\circ$ y se solapa con la reflexión $(2\ -1\ 0)$ (se hará referencia a la suma de ambos picos como pico B).

En comparación con los diagramas XRD del material prensado en caliente (ejemplo I de la invención) y sinterizado de manera convencional (ejemplo comparativo I), resulta evidente que los resultados de prensado en caliente en materiales cerámicos con una fuerte orientación preferente de las unidades cristalinas. Incluso el pico en $2\theta \sim 12,6^\circ$ muestra una intensidad superior que el pico B.

Los materiales cerámicos según el ejemplo comparativo I no muestran una orientación preferente significativa y muestran relaciones de intensidad $\text{Int}_{\text{pico A}} : \text{Int}_{\text{pico B}} < 1$, mientras que se indica la existencia de una orientación preferente mediante $\text{Int}_{\text{pico A}} : \text{Int}_{\text{pico B}} > 1$.

Las muestras con una fuerte orientación preferente deben mostrar una razón de $\text{Int}_{\text{pico A}} : \text{Int}_{\text{pico B}} > 3$, preferiblemente > 5 . Para el material cerámico prensado en caliente descrito anteriormente (ejemplo I de la invención), se observa una razón de intensidad de $\text{Int}_{\text{pico A}} : \text{Int}_{\text{pico B}} \sim 9,4$ (basándose en las alturas de pico después de la corrección de fondo), mostrando que puede observarse una orientación preferente muy fuerte.

REIVINDICACIONES

1. Material convertidor cerámico para dispositivos emisores de luz, especialmente LED, que tiene una intensidad de dispersión SI(20) a 20° y una intensidad de dispersión SI(40) a 40°, siendo SI(20)/SI(40) > 1,6, teniendo el material la composición $Sr_{1-y-z}M_ySi_2O_2N_2 \cdot Eu_2$ donde M se selecciona del grupo que comprende Ca, Ba, Mg o mezclas de los mismos, e y es de ≥ 0 a ≤ 1 , y z es de $\geq 0,0001$ a $\leq 0,5$.
5
2. Material convertidor cerámico según la reivindicación 1, que tiene una intensidad de dispersión SI(30) a 30° y una intensidad de dispersión SI(60) a 60°, siendo SI(30)/SI(60) > 1,9.
10
3. Material convertidor cerámico según la reivindicación 1 ó 2, mostrando el material convertidor cerámico una orientación preferida de sus granos de unidad cristalina constituyentes.
4. Material convertidor cerámico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, estando compuesto el material esencialmente por granos con un d_{50} de $\geq 5 \mu m$.
15
5. Método de producción de un material según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende prensar en caliente de manera uniaxial al menos un compuesto precursor, realizándose la etapa de prensado a una temperatura de $\geq 1200^\circ C$ a $\leq 1800^\circ C$.
20
6. Método según la reivindicación 5, en el que el al menos un compuesto precursor tiene esencialmente una relación de aspecto de $\geq 2:1$.
7. Método según la reivindicación 5 ó 6, en el que el al menos un compuesto precursor está compuesto esencialmente por placas y/o copos con un diámetro de $\geq 500 nm$.
25
8. Método según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 7, en el que la etapa de prensado se realiza a una presión de $\geq 50 MPa$.
9. Sistema que comprende un material según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 y/o que se produce según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, usándose el sistema en una o más de las siguientes aplicaciones:
30
 - sistemas de iluminación de oficinas
 - sistemas de aplicación doméstica
 - sistemas de iluminación de tiendas,
 - sistemas de iluminación doméstica,
 - sistemas de iluminación acentuada,
 - sistemas de iluminación puntual,
 - 35 sistemas de iluminación de escenarios,
 - sistemas de aplicación de fibra óptica,
 - sistemas de proyección,
 - sistemas de visualización autoiluminados,
 - sistemas de visualización pixelados,
 - 40 sistemas de visualización segmentados,
 - sistemas de señales de advertencia,
 - sistemas de aplicación de iluminación médica,
 - sistemas de señales indicadoras, y
 - sistemas de iluminación decorativa
 - 45 sistemas portátiles
 - aplicaciones de automoción
 - sistemas de iluminación de invernaderos
 - 50

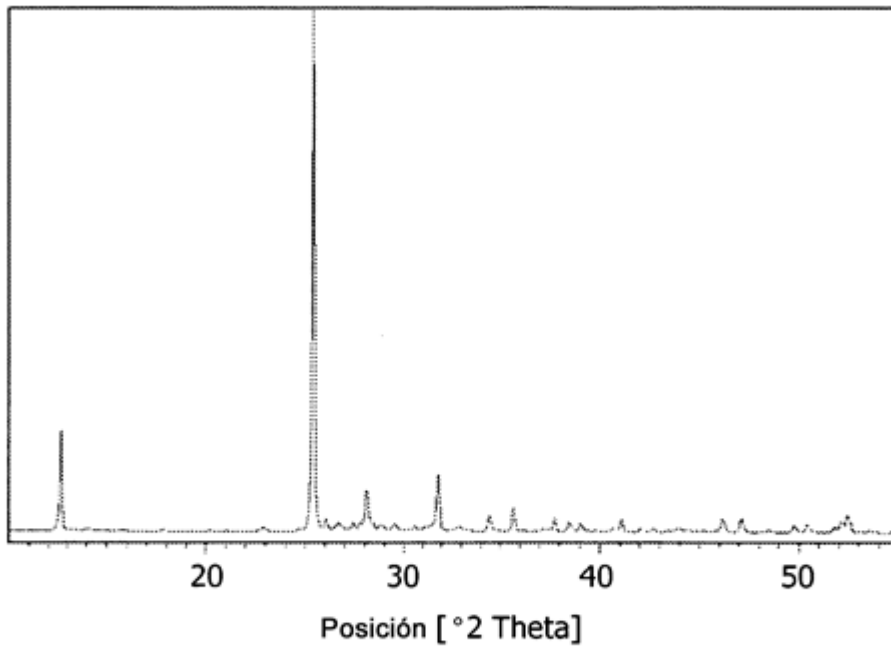


FIG. 1

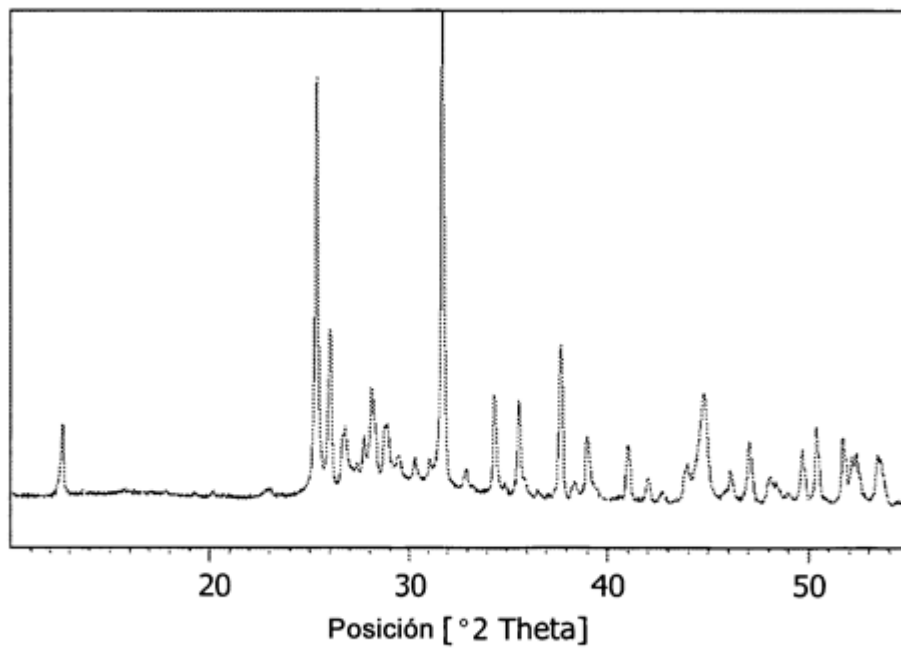


FIG. 2

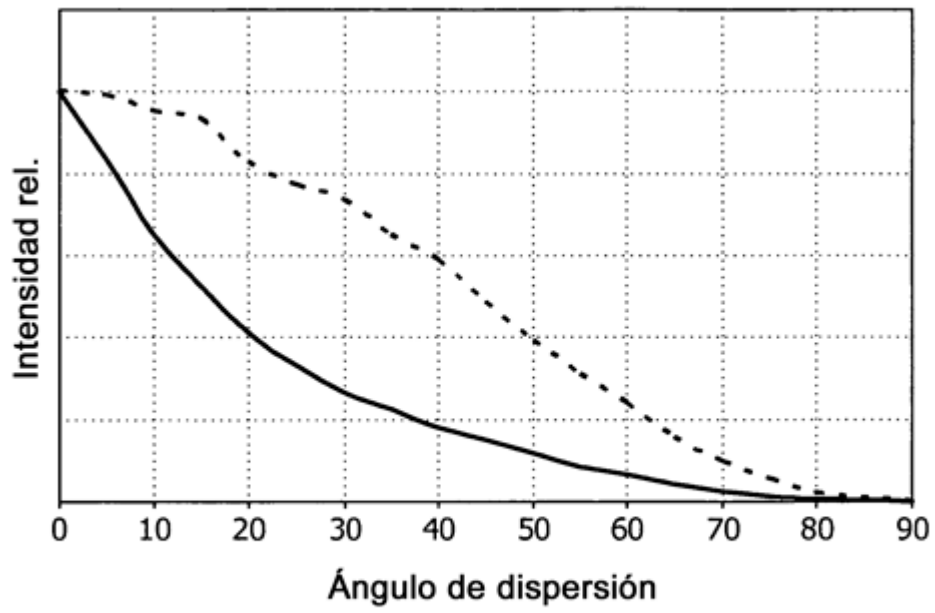


FIG. 3

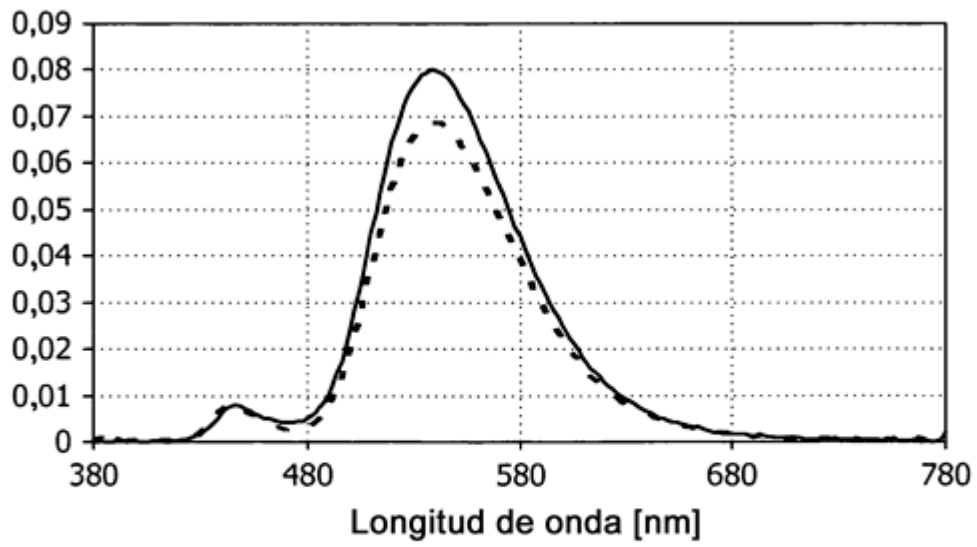


FIG. 4

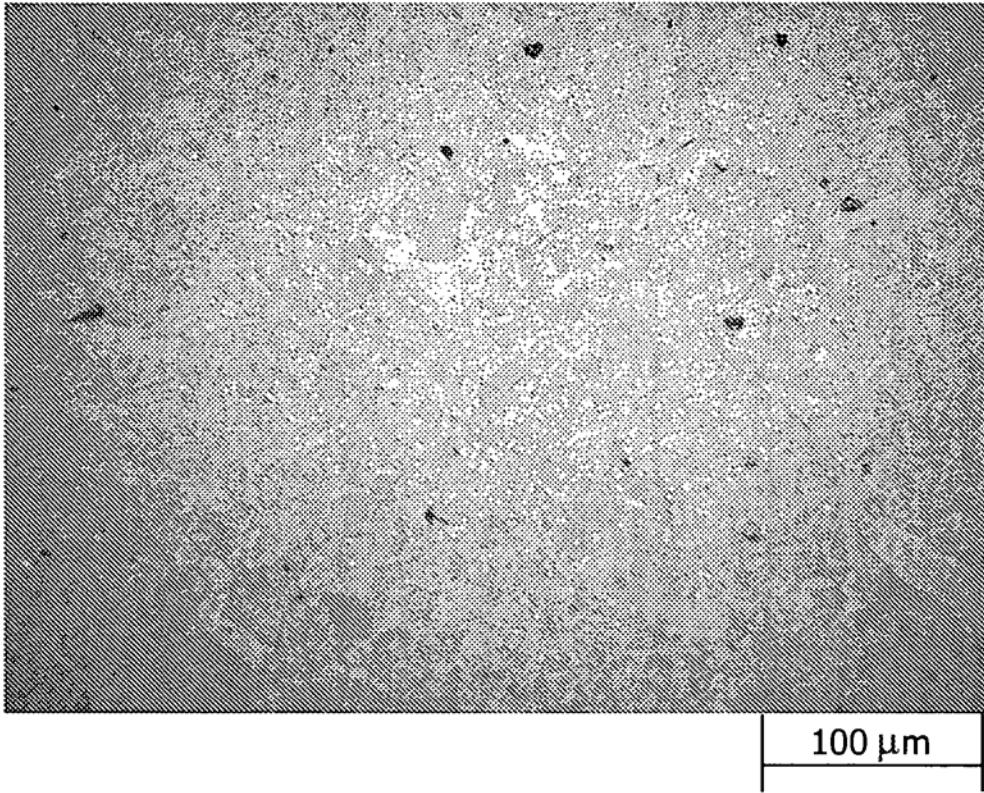


FIG. 5

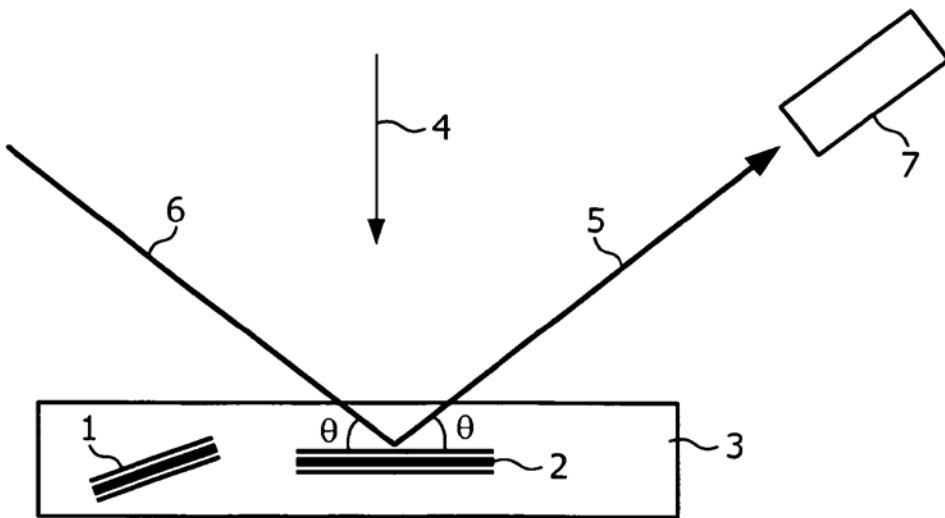


FIG. 6