(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0070092
(43) 공개일자 2013년06월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01F 17/00 (2006.01) *B01J 13/00* (2006.01)
B01D 21/26 (2006.01) *B01D 45/12* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0137244
(22) 출원일자 2011년12월19일
심사청구일자 2011년12월19일

(71) 출원인
창원대학교 산학협력단
경상남도 창원시 의창구 사림동 9 창원대학교
(72) 발명자
배동식
경상남도 창원시 성산구 상남동 성원3단지아파트 305동 1104호
손정훈
경상남도 김해시 장유면 삼문리 부영아파트14차 808동 605호
정광진
경상남도 거제시 장목면 239-24번지
(74) 대리인
이형석, 김종선

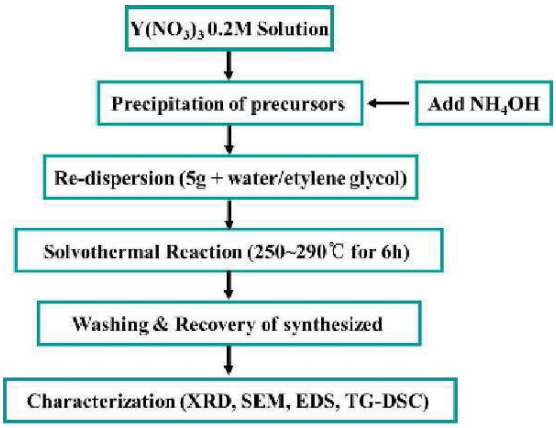
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **산화 이트륨 분말의 제조방법 및 이에 의해 제조된 산화 이트륨 분말**

(57) 요 약

본 발명은 산화 이트륨(Yttrium Oxide) 분말의 제조방법 및 이에 의해 제조된 산화 이트륨 분말에 관한 것으로, 보다 상세하게는 용매열 합성법(solvothermal synthesis)에서 반응용액의 pH, 용매의 비율, 반응 온도 등의 반응 조건을 달리 설정함으로써, 제조되는 산화 이트륨 분말의 형상, 크기 등의 특성을 제어할 수 있는 산화 이트륨 분말의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 의하면, 균일하고 미세한 입자 분포를 갖는 산화 이트륨 분말을 제조할 수 있다. 특히, 본 발명의 산화 이트륨 입자는 pH 및 물과 에탄올 글리콜 용액의 혼합비율에 따라 목적하는 특정 형상 및 크기로 수득될 수 있는 장점이 있다.

대 표 도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2011-0030802
부처명	과학기술부
연구사업명	선도연구센터지원사업
연구과제명	메카트로닉스 소재 부품 적용 표면개질 기술
주관기관	창원대학교 산학협력단
연구기간	2011.09.07 ~ 2012.08.31

특허청구의 범위

청구항 1

산화 이트륨의 전구물질이 용해된 이트륨 염 용액을 제조하는 단계;

상기 용액에 침전작용제를 추가하면서 산화 이트륨의 전구물질을 침전시키는 단계;

침전된 산화 이트륨 전구물질을 물과 에틸렌 글리콜의 혼합용액에 분산시켜 콜로이드 혼합물을 제조하는 단계;

상기 콜로이드 혼합물을 200℃ 내지 350℃로 열처리하여 이트리아 분말을 제조하는 단계; 및

상기 이트리아 분말을 500℃ ~ 800℃에서 열처리하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화 이트륨 분말의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 산화 이트륨의 전구물질이 용해된 용액의 pH는 5 내지 10의 범위인 것을 특징으로 하는 산화 이트륨 분말의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 물과 에틸렌 글리콜의 혼합용액은 물:에틸렌글리콜이 10:1 내지 1:10 (부피비)의 범위로 혼합된 것을 특징으로 하는 산화 이트륨 분말의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 침전작용제는 수산화 암모늄(NH_4OH), 수산화 칼륨(KOH), 수산화 나트륨(NaOH) 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것을 특징으로 하는 산화 이트륨 분말의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 이트륨 염 용액은 0.01M 내지 1.0M 농도인 것을 특징으로 하는 산화 이트륨 분말의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 산화 이트륨의 전구물질이 용해된 용액의 pH를 5 내지 7의 범위를 조절하고, 상기 물과 에틸렌 글리콜의 혼합용액은 물:에틸렌 글리콜이 2:1 내지 9:1(부피비)의 범위로 조절함으로써 산화 이트륨을 미세 박대 형상으로 제조하는 것을 특징으로 하는 산화 이트륨 분말의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

산화 이트륨의 평균입자크기는 200nm 내지 500nm 범위인 것을 특징으로 하는 산화 이트륨 분말의 제조방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 따라 제조된 것인 산화 이트륨.

청구항 9

제 8항에 있어서,

상기 산화 이트륨의 평균입자크기는 200nm 내지 500nm 범위 이내인 것을 특징으로 하는 산화 이트륨.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 산화 이트륨(Yttrium Oxide) 분말의 제조방법 및 이에 의해 제조된 산화 이트륨 분말에 관한 것으로, 보다 상세하게는 용매열 합성법(solvothermal synthesis)에서 반응용액의 pH, 용매의 비율, 반응 온도 등의 반응 조건을 달리 설정함으로써, 제조되는 산화 이트륨 분말의 형상, 크기 등의 특성을 제어할 수 있는 산화 이트륨 분말의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 최근 전자, 정보통신 및 생명광학 산업의 급속한 발전으로 인하여 나노기술에 대한 관심이 높아지고 있다. 나노입자는 마이크론 크기(10-6 m)에서 나타나지 않는 특이한 전자적, 광학적, 전기적, 자기적, 화학적, 기계적 특성들이 기대되기 때문에 나노입자 제조 및 응용 기술이 각광을 받고 있다.

[0003] 희토류의 나노 결정, 특히 제어된 크기와 형상을 갖는 나노 크기의 산화 이트륨(yttrium oxide)은 향상된 소결 능력과 독특한 발광 특성을 지니고 있어서, FED 및 CRT 등과 같은 투명 세라믹 또는 발광 장치에 잠재적인 응용 소자로 폭넓게 연구되고 있다.

[0004] 나노 분말의 합성방법에는 합성원리에 따라 물리적, 화학적, 기계적 방법으로 구별되는데, 산화 이트륨 분말의 합성에는 가스 증발법, 공침전법, 졸-겔 법 등 물리화학적 방법이 사용되고 있으며, 소결능이 우수하며 미세하고 균일한 입자 크기를 갖는 산화 이트륨 분말을 얻기 위한 시도가 다각도로 이루어지고 있다. 나아가, 최근에는 수십 나노 내지 수백 나노 정도의 입자 크기를 갖는 산화 이트륨을 제조할 수 있는 방법이 요구되고 있다.

[0005] 나노 단위의 입자 크기를 갖는 산화 이트륨을 제조하는 방법은 대체로 습식 화학 방법(wet chemical method), 기상 화학 합성 방법(vapor phase chemical synthesis) 그리고 플라즈마 방법(plasma processing method) 등이 있다. 이 중 플라즈마 방법 및 기상 화학 합성 방법에 의하면 보다 균일하고 미세한 분말 형태의 산화 이트륨의 제조가 가능하지만, 제조 과정에서 많은 에너지를 필요로 하기 때문에 대규모로 산화 이트륨을 생산하기에는 비용이 많이 드는 것이 단점이다. 따라서 제조비용이 비교적 저렴하고 공정이 단순한 습식 화학 방법으로 산화 이트륨을 제조하는 방법이 널리 사용된다.

[0006] 상기 습식 화학 방법의 예로는, 침전 방법(precipitation method) 또는 졸-겔 방법(sol-gel method) 등을 들 수 있다. 먼저 상기 침전 방법은 이트륨 염이 포함된 용액 내에서 산화 이트륨 입자가 콜로이드 형태로 침전되어 형성되는 산화 이트륨 조성물을 제조하는 것을 이용하는 방법이다. 상기 졸-겔 방법은 이트륨 유기 화합물의 가수 분해를 이용하는 방법이다. 상기 침전 방법은 원가가 비싼 이트륨 유기 화합물을 필요로 하지 않고 졸-겔 방법보다 공정 단계가 단순하다는 장점이 있어 기술적, 경제적 이유로 많이 이용된다.

[0007]

[0008] 상기 침전 방법을 이용한 산화 이트륨의 제조에 있어서, 미세하고 균일한 크기의 산화 이트륨 입자가 생성되도록 하기 위해서는 여러 가지 공정 조건을 조절하는 것이 요구된다. 그 중에서도 특히, 산화 이트륨 조성물의 출발 물질, pH값 등이 중요한 요소로 작용한다. 미국 특허 제5,879,647호에는 이트륨 염이 포함된 용액 내에서 산화 이트륨 입자를 침전시키는 침전 방법에 대하여 개시하고 있다. 상기 미국특허에 개시된 바에 의하면, 수용성의 이트륨 무기염이 용해된 수용액을 우레아(urea)와 혼합한 다음 혼합한 용액을 열처리한다. 열처리에 의해 혼합 용액 내의 우레아는 암노늄과 탄산 이온으로 가수 분해되고, 이들과 이트륨 이온과의 반응에 의해 미세한 입자 크기의 이트륨 탄산염(yttrium hydroxycarbonate)이 생성된다. 그러나 우레아를 이용한 방법은 생산율이 낮아 산업적 규모로 산화 이트륨을 생산하기에는 적절하지 못하다.

[0009] 따라서 나노 단위 크기의 미세하고 균일한 입자 분포를 갖는 산화 이트륨을 효율적으로 제조할 수 있는 새로운 제조방법의 개발이 여전히 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 미국 특허 제5,879,647호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 상기와 같은 기술적 배경 하에서 고안된 것으로, 본 발명의 목적은 미세하고 균일한 입자크기를 갖는 산화 이트륨 분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0012] 본 발명의 다른 목적은 상기 방법에 의해 제조되어 미세하고 균일한 입자크기를 갖는 산화 이트륨 분말을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0013] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 산화 이트륨의 제조 방법은 산화 이트륨의 전구물질이 용해된 이트륨 염 용액을 제조하는 단계; 상기 용액에 NH_4OH를 추가하면서 산화 이트륨의 전구물질을 침전시키는 단계; 침전된 산화 이트륨 전구물질을 물과 에틸렌 글리콜의 혼합용액에 분산시켜 콜로이드 혼합물을 제조하는 단계; 상기 콜로이드 혼합물을 200℃ 내지 350℃로 열처리하여 이트리아 분말을 제조하는 단계; 및 상기 이트리아 분말을 500℃ ~ 800℃에서 열처리하는 단계를 포함한다.

[0014] 또한 상기 산화 이트륨의 전구물질이 용해된 용액의 pH는 5 내지 10의 범위인 것이 바람직하다.

[0015] 상기 물과 에틸렌 글리콜의 혼합용액은 물:에틸렌글리콜이 10:1 내지 1:10 (부피비)의 범위로 혼합되는 것이 바람직하다.

[0016] 또한 상기 침전작용제는 수산화 암모늄(NH_4OH), 수산화 칼륨(KOH), 수산화 나트륨(NaOH) 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물인 것이 바람직하다.

[0017] 상기 이트륨 염 용액은 0.01M 내지 1.0M 농도인 것이 바람직하다.

[0018] 또한 상기 산화 이트륨의 전구물질이 용해된 용액의 pH를 5 내지 7의 범위를 조절하고, 상기 물과 에틸렌 글리콜의 혼합용액은 물:에틸렌 글리콜이 2:1 내지 9:1(부피비)의 범위로 조절함으로써 산화 이트륨을 미세 박대형상으로 제조하는 것이 더욱 바람직하다.

[0019]

[0020] 상기에서 산화 이트륨의 평균입자크기는 200nm 내지 500nm 범위인 것이 바람직하다.

[0021]

[0022] 그리고 본 발명은 상기 방법에 의해 제조된 산화 이트륨 분말을 제공한다.

발명의 효과

[0023] 본 발명에 의하면, 균일하고 미세한 입자 분포를 갖는 산화 이트륨 분말을 제조할 수 있다. 특히, 본 발명의 산화 이트륨 입자는 pH 및 물과 에탄올 글리콜 용액의 혼합비율에 따라 목적하는 특정 형상 및 크기로 수득될 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 산화 이트륨 분말 제조공정의 모식도이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예(실시예 1)에서 제조된 이트리아 분말(600℃ 열처리 전)의 X선 회절 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예(실시예 1)에서 제조된 산화 이트륨(600℃ 열처리 후)의 X선 회절 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 4는 본 발명의 또다른 실시예(실시예 2)에서 제조된 이트리아 분말(600℃ 열처리 전)의 X선 회절 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 5는 본 발명의 또다른 실시예(실시예 2)에서 제조된 산화 이트륨(600℃ 열처리 후)의 X선 회절 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 6은 본 발명의 일 실시예(실시예 1)에서 제조된 이트리아 분말(600℃ 열처리 전)의 SEM 사진이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예(실시예 1)에서 제조된 산화 이트륨(600℃ 열처리 후)의 SEM 사진이다.

도 8은 본 발명의 또다른 실시예(실시예 2)에서 제조된 이트리아 분말(600℃ 열처리 전)의 SEM 사진이다.

도 9는 본 발명의 또다른 실시예(실시예 2)에서 제조된 산화 이트륨(600℃ 열처리 후)의 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 이하, 본 발명의 구성 및 작용을 상세히 설명하기로 한다.

[0026]

[0027] 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 통상적이거나 사전적인 의미로 한정해서 해석되어서는 아니되며, 발명자는 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위해 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로 해석되어야만 한다.

[0028] 본 발명의 산화 이트륨 분말의 제조방법은 (1) 산화 이트륨의 전구물질이 용해된 이트륨 염 용액을 제조하는 단계; (2) 상기 용액에 침전작용제를 추가하면서 산화 이트륨의 전구물질을 침전시키는 단계; (3) 침전된 산화 이트륨 전구물질을 물과 에틸렌 글리콜의 혼합용액에 분산시켜 콜로이드 혼합물을 제조하는 단계; (4) 상기 콜로이드 혼합물을 200℃ 내지 350℃로 열처리하여 이트리아 분말을 얻는 단계; 및 (5) 상기 이트리아 분말을 500℃ ~ 800℃에서 열처리하는 단계를 포함한다.

[0029] 본 발명에서 이트륨 염으로는 예를 들면, 질산 이트륨(yttrium nitrate), 이트륨 아세테이트(yttrium acetate), 이트륨 클로라이드(yttrium chloride) 등과 같은 가용성 이트륨 염을 들 수 있으며, 질산 이트륨이 바람직하다. 그러나, 본 발명에서 사용할 수 있는 이트륨 염이 반드시 이에 한정되는 것은 아니다.

[0030]

[0031] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 이트륨 염의 농도는 약 0.01M 내지 약 1.0M의 범위를 갖는다.

[0032] 산화 이트륨의 수득율을 높이기 위해서는 산화 이트륨이 과포화된 용액을 형성하는 것이 중요하며, 이트륨 염의 농도는 산화 이트륨을 생성하는 반응에서 산화 이트륨의 과포화 속도에 영향을 미치게 된다.

[0033] 상기 이트륨 염의 농도가 0.01M 미만이면 공정 속도가 느려 비경제적인 반면, 상기 농도가 약 1.0M 초과하면 용액의 과포화가 너무 빨리 이루어질 수 있어 공정 속도를 제어하기가 어렵다.

[0034] 따라서, 상기 이트륨 염의 농도는 0.01M 내지 약 1.0M의 범위인 것이 바람직하다.

[0035] 본 발명의 일 실시예 따르면, 상기 이트륨 염 용액의 pH는 침전 반응 초기에 약 pH 5 내지 약 pH 12의 범위이며, 바람직하게는 약 pH 7 내지 약 pH 11의 범위이다.

[0036] 나노 단위 크기의 미세한 입자의 생성에는 이트륨 염 용액의 농도와 함께 pH 값이 중요한 영향을 미친다. 상기 pH 값이 너무 높거나 낮으면, 즉 pH 값이 7보다 작거나, 11보다 큰 범위에 있게 되면, 생성되는 입자의 크기가 너무 크거나 입자가 제대로 형성되지 못하는 문제점이 발생한다.

[0037] 따라서, 이트륨 염 용액의 pH는 침전 반응 초기에 pH 5 내지 약 pH 12의 범위이며, 바람직하게는 약 pH 7 내지 약 pH 11의 범위이다.

[0038] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 침전작용제는 염기성 화합물로 수산화 염을 포함할 수 있으며, 바람직하게는 수산화 암모늄(NH_4OH), 수산화 칼륨(KOH), 수산화 나트륨(NaOH) 중에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 혼합물이다.

[0039] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 물과 에틸렌 글리콜의 혼합비율은 부피비로 약 10:1 내지 약 1:10의 범위이며, 바람직하게는 약 9:1 내지 약 1:9 범위이고, 더욱 바람직하게는 약 3:1 내지 약 1:9의 범위이다.

[0040] 본 발명에 일 실시예에 따르면, 상기 콜로이드 혼합물을 열처리함에 있어서는 200℃ 내지 350℃의 범위가 바람직하다.

[0041] 200℃ 미만의 온도에서는 분말 합성 반응이 제대로 이루어지고 못하고, 350℃보다 반응 온도가 높은 경우에는 반응 용기 밀봉에 어려움이 있고 분말 합성수율에도 도움이 되지 못할 뿐만 아니라, 반응 압력이 너무 높게 형성되어 폭발의 위험성이 생길 수 있다.

[0042] 따라서, 본 발명의 산화 이트륨 분말의 제조 방법에서는 콜로이드 혼합물을 200℃ 내지 350℃의 범위에서 열처리하는 것이 바람직하다.

[0043] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 이트리아 분말을 500℃ 내지 800℃의 범위에서 열처리하는 단계를 포함한다. 이 이트리아 분말을 열처리하는 단계에 의해서 최종 이트리아 분말의 결정의 크기와 형상이 결정되는데, 열처리의 온도가 이 범위를 벗어나게 되면, 입자의 크기나 형상이 산업적으로 이용함에 있어서 적절하지 못하는 결과를 초래하게 된다.

[0044] 따라서, 본 발명의 산화 이트륨 분말의 제조 방법에서는 이트리아 분말을 500℃ 내지 800℃의 범위에서 열처리하는 것이 바람직하다.

[0045] 본 발명의 제조방법에 따라 제조된 산화 이트륨 분말은 균질의 미세한 입자로 용매열 합성법에서의 반응 조건, 즉 pH, 물과 에틸렌 글리콜의 혼합 비율, 반응온도 등의 조건에 따라 무정형, 구 형상 또는 미세 막대의 형상을 보이며, 약 200nm 내지 약 500nm 범위의 평균입자크기를 갖는다.

[0046] 본 발명의 산화 이트륨 분말은 FED 및 CRT 등과 같은 투명 세라믹 또는 방광 장치에의 응용 소자로 활용될 수 있으며, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0047] 나아가, 본 발명의 산화 이트륨 분말은 고온용 기판 재료, 용융 금속의 도가니 등 특수 세라믹, 촉매의 재료로 이용될 수 있으며, 넓은 파장범위에 걸쳐 IR에 대한 투과성이 우수하므로 인광물질, 레이저 등 전자장치와 광학장치에 광학용 재료로 이용될 수 있다.

[0048] 이하, 본 발명을 구체적을 설명하기 위해 실시예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명에 따른 실시예는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 상술하는 실시예에 한정되는 것으로 해석되어서는 안 된다. 본 발명의 실시예는 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명은 보다 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다.

[0049] {실시예}

[0050] **실시예 1**

[0051] 이트륨 질산(99.99%)를 100ml 탈이온수에 용해시켜 0.2M 농도로 제조하였다. 상기 용액의 pH를 7 내지 11 사이에서 변화시키면서 급속히 교반시킴과 동시에 NH_4OH를 천천히 추가하여 이트리아 전구물질을 침전시켰다. 침전된 이트리아 전구물질을 원심분리하고 물에 재분산시켰다.

[0052] 최소 물에 두 번, 에탄올에 세 번 세척을 실시하고, 최종 세척 후 여분의 용액을 걸러내고 수득한 전구물질을 물과 에틸렌 글리콜의 1:1 혼합용액(부피비)에 교반하여 분산시켰다.

[0053] 그 후 콜로이드 혼합물을 1,000ml 스테인레스 스틸 오토클레이브로 이송하여 봉인하였다.

[0054] 상기 오토클레이브는 6시간 동안 5℃/min 의 속도록 250℃까지 가열하였다. 반응 산물을 원심 분리하고 다시 적어도 다섯 차례 에탄올과 탈이온수에 재분산시켰다.

[0055] 수득된 분말의 특성은 X선 회절분석(XRD, X'pert MPD 3040)과 전계 방사형 주사전사 현미경(FE-SEM, MIRAII LMH)으로 결정을 분석하였다.

[0056] 상기 수득된 분말을 2시간 동안 600℃에서 열처를 실시하였다.

[0057] 실시예 1에서 각 물과 에탄올 혼합비율, 이트륨 질산염 용액의 농도 및 pH는 하기 표 1과 같으며, 용액의 pH에 따라 실시예 1을 각각 a, b, c로 세분화하여 구분하였다.

[0058] pH 가 7인 실시예 1을 실시예 1(a), pH가 9인 실시예 1을 실시예 1(b), pH가 11인 실시예 1을 실시예 1(c)로 각각 표기하였다.

표 1

[0059]

	물:에탄올 글리콜 (부피비)	이트륨 질산염 용액 농도	이트륨 질산염 용액 pH
실시예 1(a)	1:1	0.2M	pH 7
실시예 1(b)	1:1	0.2M	pH 9
실시예 1(c)	1:1	0.2M	pH 11

[0060] **실시예 2**

[0061] 실시예 1과 비교하여 물과 에탄올 글리콜 혼합비율과 이트륨 질산염 용액의 pH를 달리한 것을 제외하고는 동일한 방법으로 산화 이트륨 분말을 제조하여 X선 회절 분석 및 전계 방사형 주사전사 현미경으로 결정의 형상 및 크기를 분석하였다. 실시예 2의 반응조건들은 하기 표2에 나타난 바와 같으며, 용액의 물: 에탄올 글리콜의 부피비에 따라 실시예 2을 각각 a, b, c, d, e로 세분화하여 구분하였다.

[0062] 부피비가 1:9인 실시예 2을 실시예 2(a), 부피비가 1:3인 실시예 2을 실시예 2(b), 부피비가 1:1인 실시예 2을 실시예 2(c), 부피비가 3:1인 실시예 2을 실시예 2(d), 부피비가 9:1인 실시예 2을 실시예 2(e)로 각각 표기하였다.

표 2

[0063]

	물:에탄올 글리콜 (부피비)	이트륨 질산염 용액 농도	이트륨 질산염 용액 pH
실시예 2(a)	1:9	0.2M	pH 9
실시예 2(b)	1:3	0.2M	pH 9
실시예 2(c)	1:1	0.2M	pH 9
실시예 2(d)	3:1	0.2M	pH 9
실시예 2(e)	9:1	0.2M	PH 9

[0064] 도 2 및 도 3은 실시예 1에서 제조된 이트리아 분말의 X선 회절 분석(XRD) 결과를 나타내고 있다.

[0065] 도 2는 물과 에틸렌 글리콜을 1:1 비율(부피비)로 하여 용매열 합성법으로 250℃에 합성한 이트리아 분말의 XRD 패턴을 보여주고 있는데, 회절 피크가 수산화질산 이트륨 산화물 ($Y_4O(OH)_9(NO)_3$)의 패턴과 잘 들어맞는다(Joint Committee for Powder Diffraction Studies(JCPDS) card no. 79-1352).

[0066] 도 3은 600℃에서 2시간 동안 열처리한 후의 이트리아 분말의 XRD 패턴을 보여주고 있다. 도 3에서 보는 바와 같이, XRD 패턴의 피크값이 2Θ ≒ 29.2, 33.8, 48.5 및 57.6도를 보이고 있어 각각 큐빅 산화 이트륨의 리플렉션(reflection)값 인, 222, 400, 440 및 622에 할당되므로 전구물질이 대부분 산화 이트륨으로 변화되었음을 알 수 있다.

[0067] 도 4 및 도 5는 실시예 2에서 제조된 이트리아 분말의 X선 회절 분석(XRD) 결과를 나타내고 있다.

[0068] 도 4의 이트리아 분말은 600℃로의 열처리 전으로 합성 분말의 결정상 수산화 이트륨(yttrium hydroxide) 및 수산화질산 이트륨 산화물($Y_4O(OH)_9(NO)_3$)이다.

[0069] 도 5에서 보는 바와 같이, 600℃에서의 열처리 후에는 실시예 2(a)를 제외한 모든 샘플의 결정상이 산화 이트륨임을 알 수 있다.

[0070] 도 6 및 7은 실시예 1에서 제조된 이트리아 분말 및 산화 이트륨의 SEM 영상으로, 그 결정의 크기와 형상을 보여주고 있다.

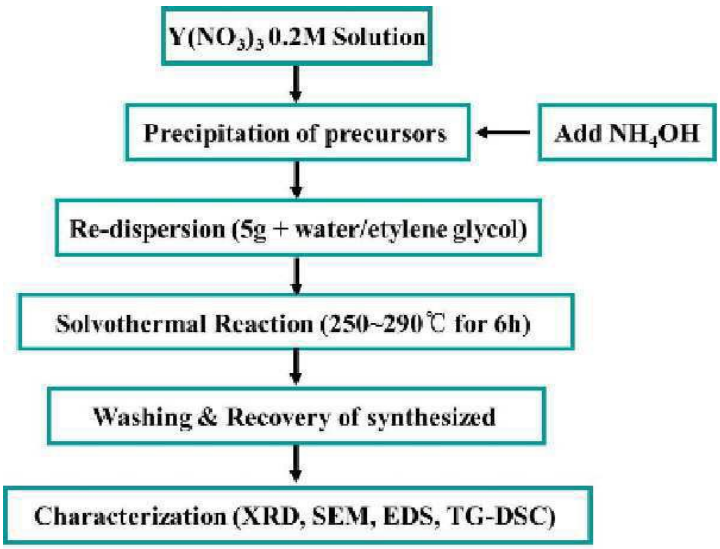
[0071] 도 6는 열처리 전으로 무정형의 덩어리 형상을 보여주고 있으며, 600℃에서의 열처리 후에는 크기는 약간 줄어들었으나 형상에는 큰 변화가 없음을 알 수 있다.

[0072] 도 8 및 9는 실시예 2에서 제조된 이트리아 분말 및 산화 이트륨의 SEM 영상으로, 그 결정의 크기와 형상을 보여주고 있다.

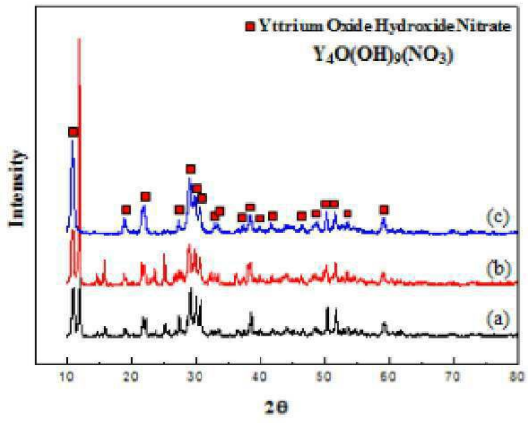
[0073] 도 8 및 도 9에서 보는 바와 같이, 물과 에탄올 글리콜의 혼합비율에 따라 형성되는 입자의 모양과 크기가 달라짐을 알 수 있다. 실시예 (d) 및 (e)의 이트리아 분말은 300nm ~ 500nm의 평균입자크기 범위에 있음을 알 수 있으며, 600℃에서의 열처리 후 산화 이트륨의 크기는 이보다 약간 줄어 있음을 알 수 있다.

도면

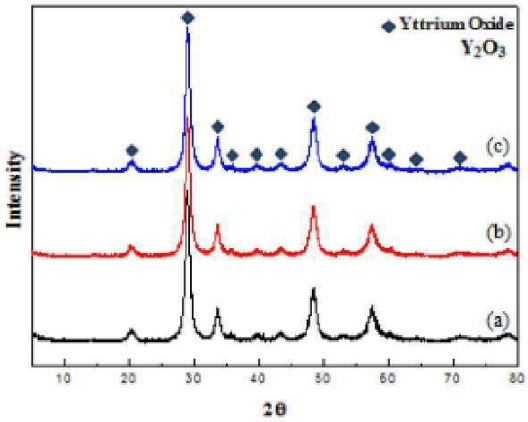
도면1



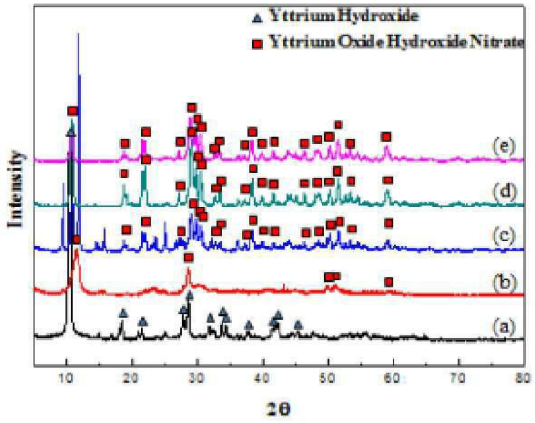
도면2



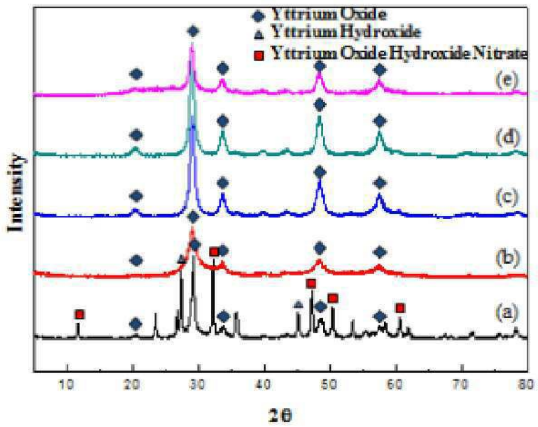
도면3



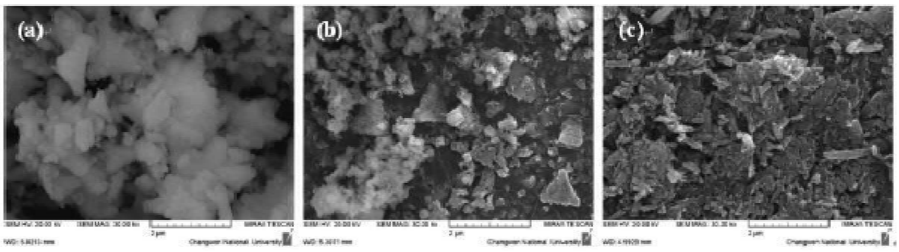
도면4



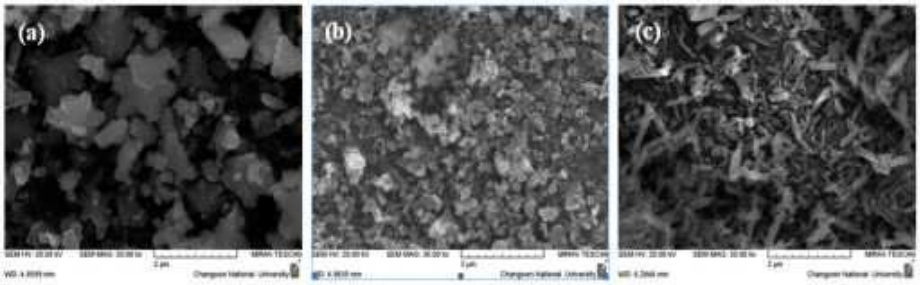
도면5



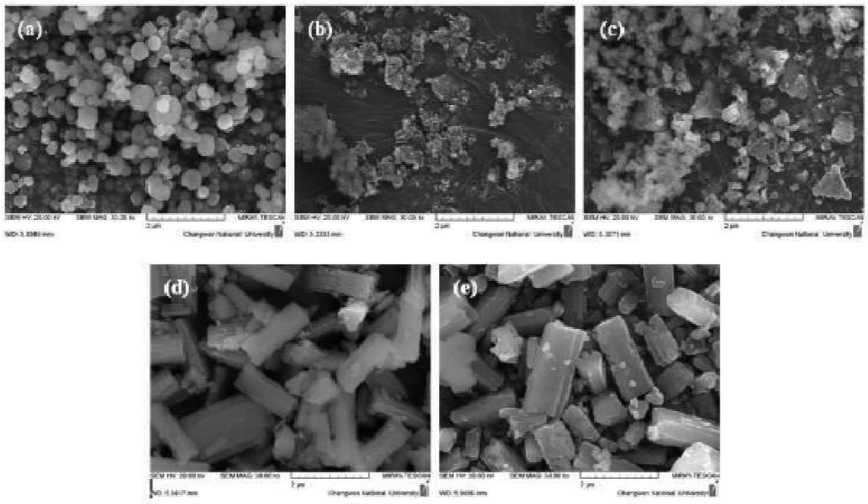
도면6



도면7



도면8



도면9

