

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2010-0112404 (43) 공개일자 2010년10월19일
(51) Int. Cl. C09K 11/78 (2006.01)	(21) 출원번호 10-2009-0030904 (22) 출원일자 2009년04월09일 심사청구일자 2009년04월09일	(71) 출원인 서강대학교산학협력단 서울 마포구 신수동 1-1 서강대학교 (72) 발명자 강영수 서울특별시 서대문구 대현동 144번지 럭키대현아파트 106동 307호 (74) 대리인 서형미

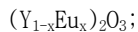
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 산화이트륨계 적색 형광체 및 그의 제조 방법

(57) 요약

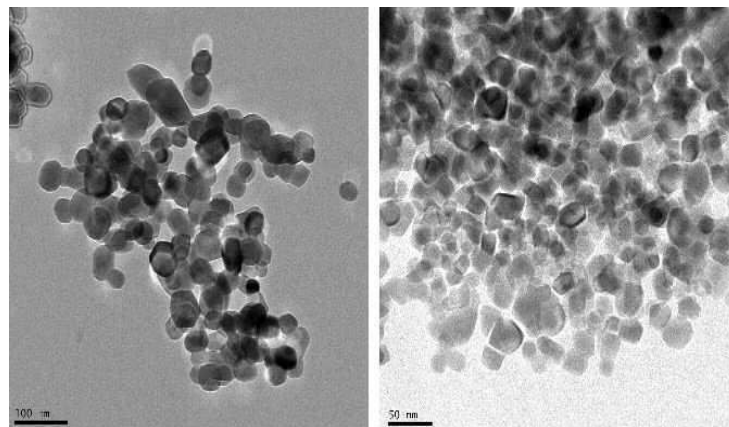
본 발명은 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법 및 상기 제조 방법에 의하여 제조되는 산화이트륨계 적색형광체에 관한 것으로서, 보다 상세하게, 상기 제조 방법은, 산화이트륨을 포함하는 용액 및 산화유로피늄을 포함하는 용액에 각각 염산 용액을 첨가하여 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물을 수득합성하고, 상기 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물을 포함하는 수용액들을 혼합하여 수득한 혼합 용액에 계면활성제 및 보조제를 첨가하여 공침시키고, 상기 공침 공정에 의해 수득된 공침물을 건조시킨 후 열처리함으로써 하기 화학식 1로 표시되는 적색형광체를 제조하는 것을 포함한다:

[화학식 1]



상기 화학식 1에서 $0.02 \leq x \leq 0.5$

대표도 - 도1a



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2008 4200201

부처명 에너지관리공단 (지식경제부)

연구관리전문기관

연구사업명 에너지자원기술개발사업

연구과제명 희토류금속을 이용한 에너지 절약형 광전환 나노소재 제조 및 응용 기술개발

기여율

주관기관 서강대학교

연구기간 2007년 10월01일 ~ 2010년 09월 30일

특허청구의 범위

청구항 1

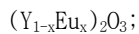
하기를 포함하는, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법:

산화이트륨을 포함하는 용액 및 산화유로피늄을 포함하는 용액 각각에 염산 용액을 첨가하여 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물을 수득하고;

상기 수득된 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물의 혼합 용액에 계면활성제를 첨가하여 공침시킴으로써 이트륨 및 유로피늄을 포함하는 공침물을 수득하고;

상기 공침물을 분리하여 건조시킨 후 열처리함으로써 하기 화학식 1로 표시되는 산화이트륨 적색형광체를 수득함:

[화학식 1]



상기 화학식 1에서, $0.02 \leq x \leq 0.5$.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 산화이트륨을 포함하는 용액 및 산화유로피늄을 포함하는 용액에 각각 염산 용액을 첨가한 후 800℃ 이상의 온도에서 열처리 소결을 통해서 결정화하는 것을 추가로 포함하는, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 염화이트륨의 농도는 0.98 내지 0.5mol%이고 상기 염화유로피늄의 농도는 0.02 내지 0.5mol%인, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 계면활성제를 첨가하여 공침시키는 과정에서 pH를 중성 상태로 유지하는 것을 포함하는, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 계면활성제 첨가 후 보조제를 추가로 첨가하는 것을 포함하는, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 열처리하는 하소 공정 및 소결 공정을 포함하는 것인, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 계면활성제는 부탄올, 헥산올 및 올레인산로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함하는 것인, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법.

청구항 8

제 5 항에 있어서,

상기 보조제는 에틸렌다이아민테트라아세트산 (EDTA) 또는 염화나트륨인, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법.

청구항 9

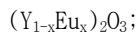
제 5 항에 있어서,

상기 보조제의 첨가량은 상기 염화물 및 계면활성제를 포함하는 용액에 대하여 0.05 내지 0.1 mol%인, 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법.

청구항 10

제 1 항 내지 제 9 중 어느 한 항에 따른 제조 방법에 의하여 제조되는, 하기 화학식 1로 나타내는 산화이트륨계 적색 형광체:

[화학식 1]



상기 화학식 1에서 $0.02 \leq x \leq 0.5$.

명세서

발명의 상세한 설명

기술분야

[0001] 본원은 산화이트륨계 적색 형광체의 제조방법 및 상기 제조 방법에 의하여 제조되는 산화이트륨계 적색 형광체에 관한 것으로서, 상기 제조 방법은 산화이트륨 및 산화유로피움을 계면활성제를 사용한 공침법을 통해 산화이트륨계 적색 형광체를 제조함으로써, 저속 전자선 여기하에서 발광휘도와 색순도가 우수하고 고진공에서도 안정한 물성을 가지며 저전압 전자선 여기에 의해 구동하는 전계 방출 디스플레이(Field Emission Display, FED)에 적합하도록 고휘도를 갖는 산화이트륨계 적색 형광체를 제공할 수 있다.

배경기술

[0002] 전계 방출 디스플레이(FED)는 정보 표시용 디스플레이로서 가장 많이 사용되어온 음극선관(CRT)의 단점을 보완, 대체할 수 있는 차세대 평판 디스플레이 중의 하나이고, 진공 평판 음극선 튜브를 사용한 새로운 형태의 디스플레이이며, 이는 1kV 이하의 저전압 음극선 여기를 기본으로 한다.

[0003] 그런데, 약 1kV 이하의 양극 구동 전압을 갖는 FED를 구동시키기 위해서는 FED용 형광체로써 저속 전자선용 형광체가 필요하다. 현재 사용되고 있는 FED용 형광체 중에서 대표적인 ZnO:Zn 형광체는 발광 영역이 매우 넓어서 천연색 디스플레이로 적용하기에는 부적합하다. 또한, 적색 형광체로써 (Zn, Cd)S:Ag, Cl 등과 같은 유화물 형광체는 황화합물이 함유되어 있으므로 이를 사용하는 경우 음극으로부터 방출된 전자가 가속되어 황화물 형광체층에 충돌할 때 형광체층을 발광시키는 작용 외에 형광체층 표면을 분해하고 형광체 자체의 분해로 인하

여 디바이스의 여기원에도 악영향을 주는 것으로 알려져 있다.

[0004] 현재 알려져 있는 적색형광체는 $Y_2O_3:Eu$ 계 형광체가 있으나, 도전물질인 In_2O_3 를 다량 혼합하여 사용함으로써 In_2O_3 를 통하여 흐르는 무효 전류가 많아져 저전압 구동 영역에서 발광 효율이 낮아지며 신뢰성도 저하된다.

[0005] 또한, $SnO_2:Eu$ 계 형광체는 휘도가 포화되며 색순도가 좋지 않아 실용적으로 사용하기에 부적당하다.

[0006] 이러한 형광체 분말은 입자의 크기가 3 내지 5 μm 이하의 균일하고 구형인 특성을 요구하는데, 종래 형광체 분말 제조 방법은 금속 산화물을 혼합, 건조, 하소, 분쇄 공정을 거치므로 1 내지 20 μm 사이의 불균일한 입자를 얻는다. 이러한 공정은 제조 시간이 오래 걸리며, 산화물을 출발 원료로 사용하기 때문에 1500 °C 이상에서 열처리하여야 하며, H_3BO_3 , NHF_4 , CaF_2 등과 같은 물질을 첨가하더라도 고온에서 열처리를 시행하여야 한다. 또한, 다른 형광체 분말 제조 방법으로 액상법, 기상법 등이 있는데 이러한 제조 방법들은 각 구형의 입자를 얻을 수 있으나 입자의 크기가 불균일할 뿐만 아니라 장치의 구성이 복잡하며 양산하기 어렵다. 또한, 공정이 간단하다 해도 다(多)성분계의 경우에는 균일한 조성의 화합물을 얻기가 어려우므로 균일한 입자를 얻기가 어렵다.

[0007] 대한민국 특허출원 공개번호 2003-0042570호에는 구상의 붕소 산화물계 적색 형광체의 제조방법에 대해 개시되어 있다. 상기 종래 기술은 에틸알코올에 테트라에틸오르토실리케이트를 가하고 가수분해 시켜 규산수화물로 침전시키고 여과한 다음, 이 규산사수화물을 이트륨 가돌리늄 유로프 및 붕소를 함유한 혼합수용액에 분산시키고, 염기성 용액을 가하여 상기 성분들을 수화물로 공침 시킨 후, 이 혼합 침전물을 건조하고 열처리함으로써, 종래 고상반응법에 비해 낮은 온도에서 단일상의 형광체를 제조할 수 있고, 이트륨, 가돌리늄 및 유로프와 같은 고가의 희토류 성분의 사용량이 적어서 경제적이며, 고온 열처리 후에도 입자 응집이 적고 균일한 구상의 형광체를 얻을 수 있어, 이를 플라즈마 디스플레이 패널에 적용 시 고밀도의 형광층을 형성시켜 PDP의 성능향상에 크게 기여할 수 있는 구상의 적색형광체를 제조할 수 있음을 특징으로 한다. 그러나 상기 기술은 제조공정이 복잡하여 오랜 시간을 요구하며, 휘도의 감소가 매우 심하다는 단점을 갖는다.

[0008] 대한민국 특허출원 공개번호 2003-0042570을 참조하면, 구상의 붕소 산화물계 적색 형광체의 제조 방법에 대해 개시하고 있는데, 상기 발명은 제조 공정이 복잡하고 오랜 시간을 요구하며 휘도가 매우 심하게 감소하는 문제점이 있었다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0009] 상기한 문제점을 해결하기 위하여, 본 발명자들은 형광체 원료로서 산화이트륨(Y_2O_3) 및 산화유로피움(Eu_2O_3)을 이용하여 산화이트륨계 적색 형광체 합성 반응의 전구체인 염화이트륨과 염화유로피움을 수득하고 이들을 계면활성제와 반응시켜 공침법에 의해 나노사이즈의 산화이트륨계 적색 형광체를 제조할 수 있음을 발견하여 본 발명을 완성하였다.

[0010] 이에, 본 발명은, 짧은 공정 시간과 낮은 온도에서의 열처리를 통하여 산화이트륨계 적색 형광체를 제조함으로써 좀 더 고 효율적인 생산성과 균일한 특성을 나타내는 산화이트륨계 적색 형광체를 제조하는 방법 및 상기 제조 방법에 의하여 제조되는 산화이트륨계 적색 형광체로서, 저속전자관에서 발광휘도와 색순도가 우수하고, 고진공에서도 안정한 물성을 가지며, 전계 방출 디스플레이(FED)에 적합한 유로피움이 도핑된 나노사이즈의 산화이트륨계 적색 형광체를 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0011] 보다 낮은 온도에서 수행하며, 보다 짧은 공정 시간을 가진 제조 공정에 의해 산화이트륨계 적색 형광체를 제조하고, 상기 제조 공정에 의하여 보다 향상된 발광휘도를 나타낼 수 있는 산화이트륨계 적색 형광체를 제공하고자 한다.

[0012] 그러나, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 이상에서 언급한 과제로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제 해결수단

[0013] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 일 측면은, 산화이트륨을 포함하는 용액 및 산화유로피움을 포

합하는 용액에 각각 염산 용액을 첨가하여 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물을 합성하고, 상기 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물을 포함하는 용액들을 혼합하여 수득한 혼합 용액에 계면활성제 및 보조제를 첨가하여 공침시키고, 상기 공침 공정에 의해 수득된 공침물을 건조시킨 후 열처리함으로써 하기 화학식 1로 표시되는 적색형광체를 제조하는 것을 포함하는, 하기 화학식 1로 표시되는 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법을 제공한다:

[0014] [화학식 1]

[0015] $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$;

[0016] 상기 화학식 1에서 $0.02 \leq x \leq 0.5$.

[0017] 본 발명의 다른 측면은, 상기 제조 방법에 의하여 제조되는 상기 화학식 1로 표시되는 화학식 1로 표시되는 산화이트륨계 적색 형광체를 제공한다.

[0018] 상기 본 발명의 일 구현예에 있어서, 상기 산화이트륨을 포함하는 용액 및 산화유로피늄을 포함하는 용액에 각각 염산 용액을 첨가한 후 $60 - 80^\circ C$ 범위의 온도에서 침전이 생성되는 것을 추가로 포함할 수 있다.

[0019] 상기 본 발명의 다른 구현예에 있어서, 상기 계면활성제를 첨가하여 공침시키는 과정에서 pH를 중성 상태로 유지하는 것을 포함할 수 있다.

[0020] 상기 본 발명의 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 계면활성제 첨가 후 보조제를 추가로 첨가하는 것을 포함할 수 있다. 상기 보조제는, 예를 들어, 에틸렌다이아민테트라아세트산 (EDTA) 또는 염화나트륨일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0021] 상기 본 발명의 또 다른 구현예에 있어서, 상기 열처리는 하소 공정 및 소결 공정을 포함할 수 있다.

[0022] 상기 본 발명의 또 다른 구현예에 있어서, 상기 계면활성제는 부탄올, 헥산올 및 올레인산로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함할 수 있다.

효 과

[0023] 상기 본 발명에 따르면, 종래의 고상반응법 대신에 공침법을 사용하여 저온에서 열처리함에 따라 보다 낮은 온도에서 그리고 보다 짧은 공정 시간으로 형광체 원료로서 유용한 유로피늄으로 도핑된 산화이트륨계 적색 형광체를 제조할 수 있다. 상기 방법에 의한 산화이트륨계 적색 형광체는 290 nm 영역대의 자외선 내 여기하에서 고휘도를 가지며 색순도가 매우 우수한 적색발광을 나타내며, 황(S), 카드뮴(Cd)을 포함하지 않는 산화물 형광체이므로 종래의 칼라 형광체에서 발생하는 유화물에 의한 음극의 오염 및 공해에 대한 문제점을 해결할 수 있는 효과가 있으므로 전계 방출 디스플레이(FED)에 적용할 수 있는 가능성이 매우 크다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0024] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 구현예 및 실시예를 상세히 설명한다.

[0025] 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 구현예 및 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본 발명을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

[0026] 본 발명의 일 측면은, 산화이트륨을 포함하는 용액 및 산화유로피늄을 포함하는 용액 각각에 염산 용액을 첨가하여 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물을 수득하고, 상기 수득된 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물의 혼합 용액에 계면활성제를 첨가하여 공침시킴으로써 이트륨 및 유로피늄을 포함하는 공침물을 수득하고, 상기 공침물을 분리하여 건조시킨 후 열처리함으로써 하기 화학식 1로 표시되는 적색형광체를 제조하는 것을 포함하는, 하기 화학식 1로 표시되는 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법을 제공한다:

[0027] [화학식 1]

- [0028] $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$;
- [0029] 상기 화학식 1에서 $0.02 \leq x \leq 0.5$.
- [0030] 본 발명의 다른 측면은, 상기 제조 방법에 의하여 제조되는 상기 화학식 1로 표시되는 화학식 1로 표시되는 산화이트륨계 적색 형광체를 제공한다.
- [0031] 상기 본 발명의 일 구현예에 있어서, 상기 산화이트륨을 포함하는 용액 및 산화유로피늄을 포함하는 용액에 각각 염산 용액을 첨가한 후 $60 \sim 80^\circ C$ 범위의 온도에서, 침전이 생성되는 것을 추가로 포함할 수 있다.
- [0032] 상기 본 발명의 다른 구현예에 있어서, 상기 계면활성제를 첨가하여 공침시키는 과정에서 pH를 중성 상태로 유지하는 것을 포함할 수 있다. 이 경우 탄산나트륨 등의 염을 사용하여 pH를 중성 상태로 조절할 수 있다.
- [0033] 상기 본 발명의 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 계면활성제 첨가 후 보조제를 추가로 첨가하는 것을 포함할 수 있다. 상기 보조제는, 예를 들어, 에틸렌디아민테트라아세트산 (EDTA) 또는 염화나트륨일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0034] 상기 본 발명의 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 열처리하는 하소 공정 및 소결 공정을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 하소 공정은 $60^\circ C$ 내지 $80^\circ C$ 에서 수행될 수 있으며, 상기 소결 공정은 $800^\circ C$ 내지 $1100^\circ C$ 에서 수행될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0035] 상기 본 발명의 또 다른 구현예에 있어서, 상기 계면활성제는 예를 들어, 부탄올, 헥산올 및 올레인산로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0036] 이하 본 발명을 구체적으로 설명하기 위하여 본 발명에 따라 첨부한 도면들을 참조하여 보다 상세하게 설명한다. 그러나, 본 발명은 여기서 설명되는 구현예에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다.
- [0037] 상기 산화이트륨계 적색 형광체의 제조 방법을 보다 상세하게 설명하면 다음과 같다.
- [0038] **[염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물의 제조]**
- [0039] 산화이트륨(Y_2O_3)과 산화유로피늄(Eu_2O_3)을 이용하여 공침 반응에 사용할 전구체인 염화이트륨 수화물 및 염화유로피늄 수화물을 제조한다. 이를 위해 10 내지 11 mol%의 산화이트륨 용액과 1.5 내지 2.5 mol%의 산화유로피늄 용액 각각에 1 M의 염산 용액을 약 50~100 ml, 예를 들어, 65 ml 정도를 각각 첨가한다. 상기 산화이트륨 용액과 산화유로피늄 용액 각각에 염산을 가한 용액을 첨가한 용액들을 각각 $60^\circ C$ 내지 $80^\circ C$ 에서 침전시켜서 염화이트륨·6수화물 ($YCl_3 \cdot 6H_2O$)과 염화유로피늄·6수화물 ($EuCl_3 \cdot 6H_2O$)을 수득한다.
- [0040] **[공침 반응]**
- [0041] 상기 제조 방법에 의해 얻어진 염화이트륨 수화물 0.5 내지 0.98 mol% 용액과 염화유로피늄 수화물 0.5 내지 0.02 mol% 용액에 계면활성제를 예를 들어, 약 0.5 내지 2 ml 를 첨가하여 2 시간 정도 교반하여 반응시킨다. 여기서 상기 염화이트륨 수화물과 염화유로피늄 수화물의 비율은 상기 화학식 1: $(Y_{1-x}Eu_x)_2O_3$ 에서 $0.02 \leq x \leq 0.5$ 조건을 만족하도록 선택된다. 또한, 상기 계면활성제는 부탄올(Butanol), 헥산올(Hexanol) 및 올레인산(Oleic acid)로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함할 수 있다. 상기 반응을 진행하는 동안 반응 용액의 pH는 중성 상태를 유지할 수 있도록 탄산나트륨을 사용하여 산도를 조절한다. 상기 계면활성제를 첨가하여 교반한 후 보조제를 예를 들어, 약 0.05 내지 0.1 mol% 첨가하여 1 시간 동안 더 교반하여 공침 반응을 수행할 수 있다.
- [0042] 상기 보조제는 에틸렌디아민테트라아세트산(ethylenediaminetetraacetic acid, EDTA) 또는 염화나트륨(NaCl)을 사용할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0043] **[건조 및 열처리]**

[0044] 상기 공침 반응을 통해 형성된 공침물을, 예를 들어, 5000 rpm으로 원심 분리시키고 공기 분위기 하에서 약 80 °C 이상 온도에서 6 시간 동안 건조시켜 분말을 얻을 수 있다. 이후 상기 수득된 분말에 대하여 하소 공정과 소결 공정을 포함하는 열처리를 수행한다. 상기 얻어진 분말을 도가니에 담고 상온에서부터 천천히, 예를 들어, 약 1.5 °C/분의 승온 속도로 승온하여 실온에서 약 120 °C로 약 1시간 동안, 약 120°C에서 약 4 시간 동안, 약 120°C에서 약 800°C로 약 4 시간 동안, 약 800°C에서 약 1 시간 동안, 약 800°C에서 실온으로 약 6 시간 동안의 하소 공정을 수행한다. 다른 한편으로는, 상기 하소 공정 이후에 소결 공정을 수행하는데, 상기 소결 공정은 약 800 °C 내지 약 1100 °C 온도에서 수행할 수 있으며 약 1 시간 동안 수행할 수 있다. 이로써 본 발명에 따른 상기 화학식 1의 백색의 산화이트륨계 적색 형광체를 얻을 수 있다. 상기 소결 공정이 1000 °C 이상에서 수행되는 경우에는 100 nm 이상의 큰 입자를 얻을 수 있다. 상기 소결 공정은 바람직하게 800~900 °C의 저온에서 수행될 수 있다. 이는 종래의 고상법으로 제조된 적색 형광체 제조 시 수행되지 않았던 계면활성제를 활용한 공침법에 의한 것으로 나타나는 이점이다.

[0045] 상기 열처리 후 수득된 시료를 충분히 분쇄하여 얻어진 분말에 대하여 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, SEM)과 투과전자현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)을 사용하여 입자의 크기, 분산 및 형상을 조사하고, 흡수분광계(UV-vis spectrometer)와 광루미네센스(Photoluminescence, PL)를 통해 발광 정도를 확인하였다. 현미경으로 관찰된 입자는 20~30 nm 크기의 사각형의 입자 형태를 보이고 있으며, 575 ~ 640 nm의 영역에서 강한 발광 스펙트럼을 나타내는 색순도가 매우 우수한 상기 화학식 1로 표시되는 산화이트륨계 적색 형광체를 얻을 수 있다.

[0046] 상술한 바와 같이 본 발명에 따른 계면활성제와 염을 사용한 공침법에 의하여 제조된 유로피움으로 도핑된 산화이트륨계 적색 형광체는 나노사이즈의 입자로 저속전자선에서 발광휘도와 색순도가 우수하고 고진공에서도 안정한 물성을 가지며 저전압 전자선 여기에 의해 구동하는 전계 방출 디스플레이(FED)에 적합한 고휘도를 갖는다.

[0047] 이와 같은 본 발명을 실시예에 의거하여 상세하게 설명하겠는 바, 본 발명이 실시예에 한정되는 것은 아니다.

실시예

[0048] [실시예 1]

[0049] 상기 산화이트륨 수용액 10 내지 11 mol% 및 상기 산화유로피움 수용액 1.5 내지 2.5 mol%에 17 ml의 염산 수용액을 각각 첨가했다. 이후, 염산이 가해진 혼합 용액을 80 °C에서 결정화하여, 염화이트륨6수화물 ($YCl_3 \cdot 6H_2O$)과 염화유로피움6수화물 ($EuCl_3 \cdot 6H_2O$)을 각각 얻었다. 상기 반응으로 얻어진 수화물들을 포함하는 혼합 수용액에 계면활성제로서 부탄올을 가하여 공침 반응을 수행하였다. 상기 공침 반응은 염화이트륨 수화물 0.90 mol%, 염화유로피움 수화물 0.10 mol%에 1 ml의 부탄올을 가해 2 시간 동안 교반하여 수행하였으며, 이 때 pH는 중성을 유지할 수 있도록 탄산나트륨을 사용하여 산도 조절을 하였다. 2 시간 경과 후, 보조제로써 에틸렌디아민테트라아세트산(EDTA)을 0.05 내지 0.1 mol%로 당량에 맞게 첨가하고 30분 더 교반하였다.

[0050] 상기 반응에 의해 침전된 입자들을 5000 rpm으로 원심 분리하고 공기 중에서 60 °C로 6 시간 건조하여 분말을 얻었다. 얻어진 분말을 도가니에 담고 상온에서 분당 1.5 °C의 승온 속도로 승온하여 120 °C에서 4 시간 동안 하소 공정을 수행하였다. 이 후 상기와 같은 승온 속도로 승온하여 800 °C에서 1시간 동안 소결 공정을 수행하여 산화이트륨계 적색 형광체($Y_{0.9}Eu_{0.1}O_3$)를 제조하였다.

[0051] [실시예 2]

[0052] 계면활성제로서 핵산올을 첨가하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 산화이트륨계 적색 형광

체($Y_{0.9}Eu_{0.1}$)₂O₃를 제조하였다.

[0053] [실시예 3]

[0054] 계면활성제로서 올레인산을 첨가하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 산화이트륨계 적색 형광체($Y_{0.9}Eu_{0.1}$)₂O₃를 제조하였다.

[0055] [실시예 4]

[0056] 계면활성제로서 올레인산을 사용하고, 보조제로서 염화나트륨(NaCl)을 7.51 mol%로 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 산화이트륨계 적색 형광체($Y_{0.9}Eu_{0.1}$)₂O₃를 제조하였다.

[0057] [비교예]

[0058] 계면활성제 및 보조제를 첨가하지 않는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 산화이트륨계 적색 형광체를 제조하였다.

[0059] 도 1a 및 도 1b는 본 발명의 실시예 4에 따라 올레인산 및 염화나트륨을 사용하여 공침법으로 합성하고 800°C에서 열처리한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 TEM 사진이고, 도 1c는 본 발명의 실시예 1에 따라 부탄올을 사용하여 공침법으로 합성하고 800°C에서 열처리한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 TEM 사진이다. 도 1a 내지 도 1c를 참조하면, 본 발명에 따라 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 는 20 내지 30 nm 크기를 가진 사각형의 적색 형광체 입자를 관찰할 수 있다.

[0060] 도 2는 본 발명의 실시예 3에 따라 올레인산을 계면활성제로 사용하여 공침법으로 합성하여 800°C에서 1시간 동안 열처리한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 SEM 사진이다. 산화이트륨계 적색 형광체의 SEM 사진이다. 도 2를 참조하면, 본 발명의 실시예에 따라 제조된 20 내지 30 nm 크기를 가진 사각형의 적색 형광체 입자를 관찰할 수 있다.

[0061] 도 3은 본 발명의 실시예 4에 따라 올레인산과 염화나트륨을 계면활성제로 사용하여 공침법으로 합성하고 800°C에서 1시간동안 열처리하여 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 발광스펙트럼으로서, 614 nm에서 최대 흡수피크의 적색 발광을 갖는다. 도 3을 참조하면, 본 발명에 따라 제조되는 산화이트륨계 적색 형광체는 575 내지 640 nm의 영역에서 강한 발광 스펙트럼을 나타내는 색순도가 매우 우수한 적색 형광체임을 확인할 수 있다.

[0062] 도 4는 (a) 계면활성제를 사용하지 않은 경우 (비교예), (b) 올레인산 (실시예 3)을 사용한 경우, (c) 올레인산과 염화나트륨을 사용한 경우 (실시예 4), (d) 헥산올을 사용한 경우 (실시예 2)에 있어서 각각 공침법으로 합성하여 800°C에서 1 시간 동안 열처리하여 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 발광스펙트럼이다. 염화나트륨을 가하여 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 발광스펙트럼은 73%의 발광강도가 증가되었다. 도 4에서 보는 바와 같이, 본 발명의 실시예에 따른 제조 방법에 의하여 제조된 산화이트륨계 적색 형광체는 보다 향상된 발광휘도를 나타낼 수 있으며, 또한, 보조제로서 염화나트륨을 첨가하여 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 경우 그의 발광스펙트럼은 발광강도가 현저히 증가되었다.

[0063]

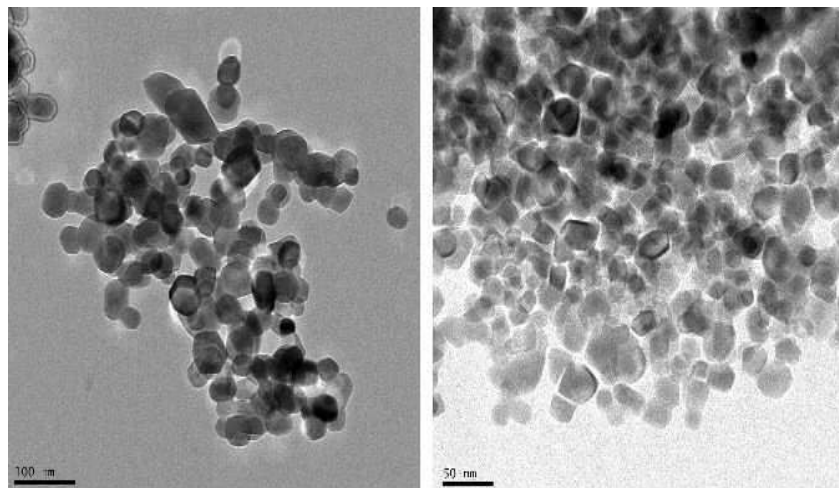
[0064] 이상, 실시예를 들어 본 발명을 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예들에 한정되지 않으며, 여러 가지 다양한 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 기술적 사상 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 많은 변형이 가능함이 명백하다.

도면의 간단한 설명

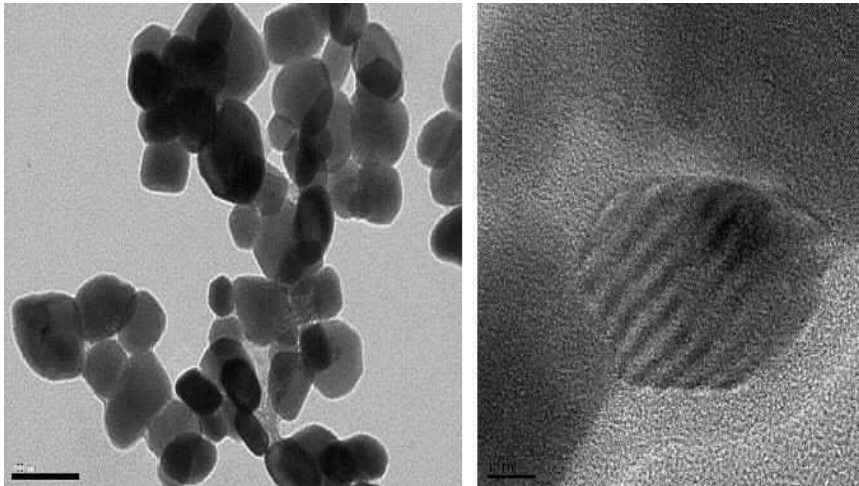
- [0065] 도 1a 및 도 1b는 본 발명의 실시예 4에 따라 올레인산 및 염화나트륨을 사용하여 공침법으로 합성하고 800°C에서 열처리한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 TEM 사진이고, 도 1c는 본 발명의 실시예 1에 따라 부탄올을 사용하여 공침법으로 합성하고 800°C에서 열처리한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 TEM 사진이다.
- [0066] 도 2는 본 발명의 실시예 3에 따라 올레인산을 계면활성제로 사용하여 공침법으로 합성하여 800°C에서 1시간 동안 열처리한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 SEM 사진이다.
- [0067] 도 3은 본 발명의 실시예 4에 따라 올레인산과 염화나트륨을 계면활성제로 사용하여 공침법으로 합성하고 800°C에서 1 시간동안 열처리하여 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 발광스펙트럼이다.
- [0068] 도 4는 (a) 계면활성제를 사용하지 않은 경우 (비교예), (b) 올레인산 (실시예 3)을 사용한 경우, (c) 올레인산과 염화나트륨을 사용한 경우 (실시예 4), (d) 헥산올을 사용한 경우 (실시예 2)에 있어서 각각 공침법으로 합성하여 800°C에서 1 시간 동안 열처리하여 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 의 발광스펙트럼이다.

도면

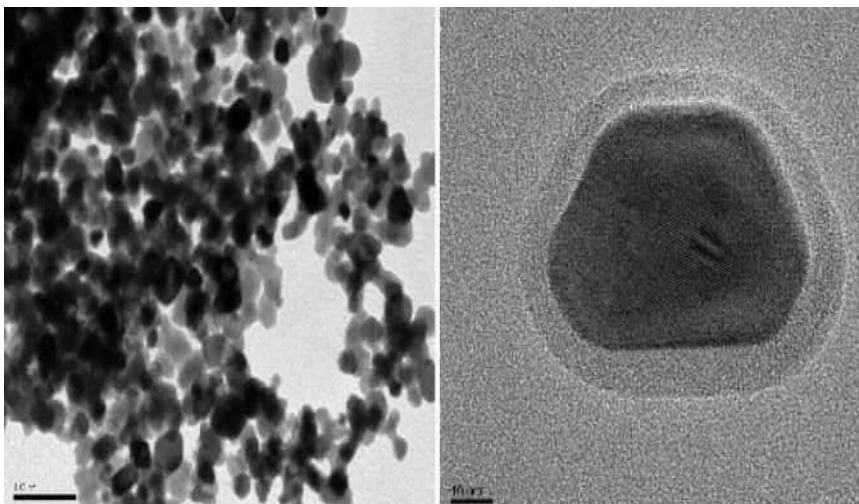
도면1a



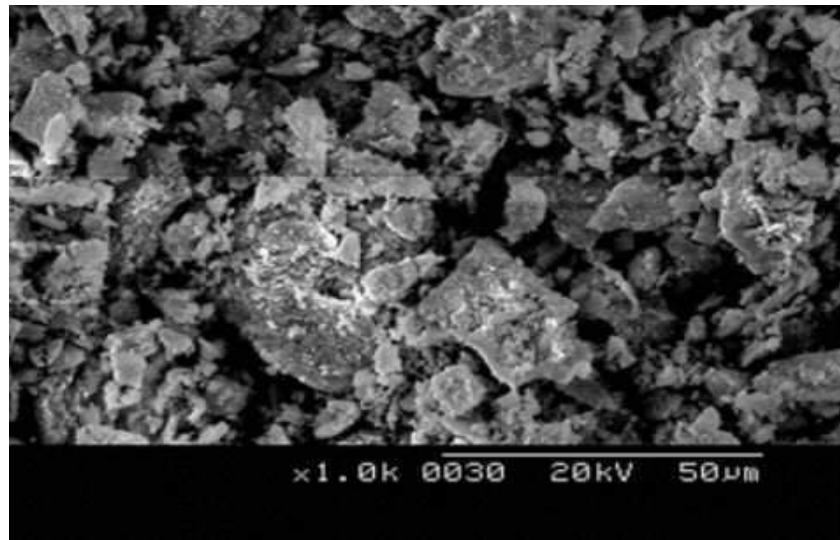
도면1b



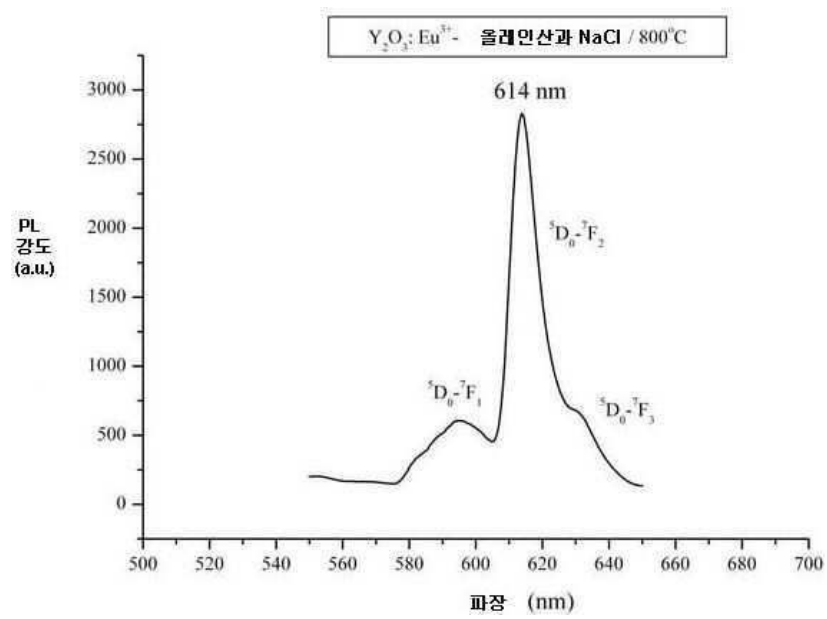
도면1c



도면2



도면3



도면4

