(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0043243
(43) 공개일자 2024년03월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/505 (2006.01) *B28B 3/02* (2006.01)
C04B 35/645 (2006.01) *H01S 3/16* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C04B 35/505 (2013.01)
B28B 3/025 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0119038
(22) 출원일자 2022년09월21일
심사청구일자 2022년09월21일

(71) 출원인
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
김하늘
경상남도 창원시 성산구 원이대로878번길 9 (가음동, 창원가음한화꿈에그린)
박영조
경상남도 창원시 진해구 자은로64번길 39 (자은동, 삼성아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

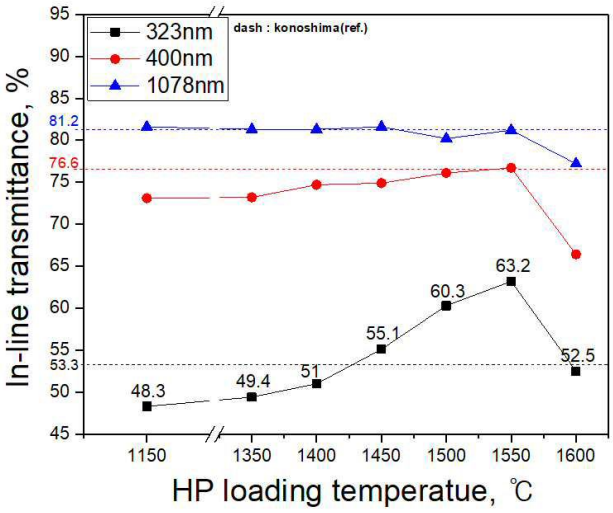
전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 발명의 명칭 **열간 가압 소결에 의한 투광성 이트리아의 제조 방법, 이의 방법으로 제조된 투광성 이트리아, 및 이를 포함하는 레이저 발진 소자**

(57) 요 약

본 발명은 열간 가압 소결에 의한 투광성 이트리아의 제조 방법, 이의 방법으로 제조된 투광성 이트리아, 및 이를 포함하는 레이저 발진 소자에 관한 것으로, 상세하게는 이트리아를 포함하는 원료 분말의 성형체를 열간 가압 소결하여 투광성 이트리아를 제조하는 방법에 있어서, 상기 성형체를 소결 온도까지 승온하는 단계; 및 상기 성형체를 상기 소결 온도에서 소결하는 단계;를 포함하며, 열간 가압은 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지만 수행하되, 상기 열간 가압 개시 온도는 1470℃ 내지 1580℃인 것을 특징으로 하는, 투광성 이트리아의 제조방법, 이의 방법으로 제조된 투광성 이트리아, 및 이를 포함하는 레이저 발진 소자에 관한 것이다.

대 표 도 - 도2



(52) CPC특허분류
C04B 35/6455 (2013.01)
H01S 3/1685 (2013.01)
C04B 2235/404 (2013.01)
C04B 2235/6562 (2013.01)
C04B 2235/9646 (2013.01)
(72) 발명자
고재웅
경상남도 창원시 성산구 대암로 8 (남양동, 한림엘리시온아파트)
마호진
경상남도 창원시 성산구 대정로 138 (대방동)
이재욱
경상남도 창원시 성산구 창원대로1137번길 35
오현명
경기도 화성시 동탄중앙로 189 (반송동80)

명 세 서

청구범위

청구항 1

이트리아(Y_2O_3)를 포함하는 원료 분말의 성형체를 열간 가압 소결하여 투광성 이트리아를 제조하는 방법에 있어서,

상기 성형체를 소결 온도까지 승온하는 단계; 및

상기 성형체를 상기 소결 온도에서 소결하는 단계;를 포함하며,

열간 가압은 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지만 수행하되, 상기 열간 가압 개시 온도는 1470℃ 내지 1580℃인 것을 특징으로 하는, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 열간 가압 개시 온도는 1530℃ 내지 1570℃인, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 소결 온도는 1580℃ 내지 1650℃인, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 열간 가압은

상기 열간 가압 개시 온도에서 제1 압력으로 가압하는 단계;

상기 소결 온도에서 제2 압력으로 가압하는 단계;를 포함하는, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 제1 압력은 5MPa 내지 20MPa인, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 6

제4항에 있어서,

상기 제2 압력은 30 MPa 내지 50 MPa인, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 7

제4항에 있어서,

상기 열간 가압은

상기 열간 가압 개시 온도에서 상기 소결 온도로 승온하며 상기 제1 압력으로 가압하는 단계;를 더 포함하는 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 승온 속도는 5℃/분 내지 10℃/분인, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 원료 분말은 Nd를 더 포함하는, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 원료 분말은 소결 조제를 더 포함하는, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 소결조제는 4가 금속의 화합물인, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 4가 금속은 Zr인, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 13

제1항에 있어서,

상기 투광성 이트리아의 제조방법은

상기 소결하는 단계 이전에 수행되는 단계로서,

상기 성형체를 1250℃ 내지 1450℃에서 가소결하는 단계;를 더 포함하는, 투광성 이트리아의 제조방법.

청구항 14

제1항의 제조방법으로 제조되며, 5㎜의 두께일 때 350㎚ 내지 450㎚ 파장에 대한 광 흡수율이 2.5%이하인, 투광성 이트리아.

청구항 15

제14항에 있어서,

상기 투광성 이트리아는 5㎜의 두께일 때 300㎚ 내지 340㎚ 파장에 대한 광 흡수율이 20%이하인, 투광성 이트리아.

청구항 16

제14항에 있어서,

상기 투광성 이트리아는 금속 원소 총량 대비 0.1at% 내지 5at%의 Nd를 포함하는, 투광성 이트리아.

청구항 17

제16항에 있어서,

상기 투광성 이트리아는 금속 원소 총량 대비 0.1at% 내지 5at%의 Zr를 포함하는, 투광성 이트리아.

청구항 18

제1항의 제조방법으로 제조되며 0.1at% 내지 5at%의 Nd를 포함하는 투광성 이트리아;를 포함하는, 레이저 발진 소자.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 열간 가압 소결에 의한 투광성 이트리아의 제조 방법, 이의 방법으로 제조된 투광성 이트리아, 및 이를 포함하는 레이저 발진 소자에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 투광성 재료는 투명 방탄소재, 레이저, 섬광체, 적외선 센서등으로 응용하기 위해 종래의 종래의 투광성 재료인 유리, 폴리머, 알칼리 수소화물등을 대체하여 물리적 및 화학적 안정성이 높고 적외선 파장대역에 대한 투광성이 우수한 투명 세라믹스를 제조하기 위한 연구가 진행되어 오고있다.

[0004] 세라믹 재료를 투명하게 제조하는 대표적인 방법으로 무결함 단결정이 있는데, 이론적으로 단결정은 가시광 대역 및 넓은 적외선 대역에서 투명하다. 이와 같은 무결함의 단결정 소재는 빛의 투과를 저해하는 흡수와 산란이 이 대역에서는 발생하지 않는데, 전자 천이와 관계되는 고에너지 흡수단은 자외선 대역에 존재하고, 격자진동 공명과 관계되는 저에너지 흡수단은 깊은 적외선 대역에 존재하여 대부분의 가시광 대역은 투과하기 때문이다. 또한, 산란의 경우 결함이 없으면 산란원이 없다고 할 수 있다. 그러나, 무결함의 단결정 소재는 제조가 어렵고, 형상 제어가 어려운 점에서 한계를 갖는다.

[0005] 이러한 문제로 세라믹 분말 공정에 의해 제조되는 투광성 다결정 세라믹스에 대한 연구가 진행되고 있으며, 그 중 적외선 윈도우용 근/중적외선 영역에서는 이트리아(Y_2O_3), AlON, Mg 스피넬 등이 있다. 특히 적외선 윈도우용 투명 세라믹 소재는 상온, 고온에서 높은 광투과성 및 고온에서 낮은 방사율이 요구되는데 많은 재료가 상온에서는 투명하더라도 고온에서는 불투명해지는 반면, 이트리아는 고온에서도 높은 투과성을 유지할 수 있는 장점을 가져, 보다 우수한 투광성을 갖는 이트리아를 제조하기 위한 연구가 진행되어 오고 있다.

[0006] 한편 투광성 다결정 세라믹스는 제조가 보다 용이하고 형상 제어가 용이한 장점을 갖는 반면 제조 과정에서 여러 가지 원인으로 유입되는 불순물은 점 결함을 발생시켜 광 흡수를 증가시키고, 다결정 소결체에서 회피하기 어려운 기공, 석출물 및 계면 등이 산란원으로 작용해, 이러한 문제를 해결하기 위한 높은 수준의 분말 합성 및 특별한 소결 분위기와 같은 세라믹 공정이 요구된다.

[0007] 이에 투광성이 우수한 다결정 이트리아를 제조하기 위한 종래의 방법으로 '진공소결 및 열간정수압소결(Hot Isostatic Pressing, HIP)의 2단계 공정을 사용하는 방법이 개시된 바 있으나, 이 때 선호되는 진공 소결 장치

는 카본 오염을 방지하기 위해 텅스텐 발열체 및 텅스텐/몰리브덴 단열재로 구성된 고가 장비가 사용된다. 한편, 진공 소결 시 소결체 내에 발생하는 산소 공공(oxygen vacancy)은 흡수에 의한 투과율 저하를 유발하는 인자이므로 공기 중 어닐링에 의한 공공 채움 공정을 필요로하며, 또한 기공을 완전히 제거한 고밀도 소결체를 얻기 위해 마지막 단계로 HIP 처리가 요구되기 때문에 생산성의 제한 및 제품이 고가화되는 것을 피하기 어렵다.

[0009] 한편, 열간 가압 소결(Hot press)은 고온의 진공 분위기에서 일축 압력을 가하여 소결체를 제조하는 방법으로 진공 및 HIP 소결 대비 공정이 용이하고, 제품 생산비용을 낮출 수 있다. 이에, 본 출원인은 대한민국 공개특허 제10-2018-0034340호를 통해 열간 가압 소결만을 이용하여 2㎜의 두께의 시편에 대하여 400nm 파장에서의 직선 투과율이 74.5%로 나타나는 투광성 이트리아를 제조한 바 있다.

[0011] 본 출원인은 열간 가압 소결을 이용하여 투광성 이트리아를 제조하는 방법에 대해 계속해서 연구하던 중, 가압하는 온도를 조절함으로써 열간 가압 소결만으로 보다 높은 광 투과율을 나타내고 낮은 광 흡수율을 나타내는 투광성 이트리아를 제조할 수 있음을 확인하고, 이를 레이저 발진용으로 사용함으로써, 레이저 발진 효율을 보다 향상시킬 수 있음을 확인하여 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0013] 일 측면에서의 목적은

[0014] 열간 가압 소결에 의한 투광성 이트리아의 제조 방법, 이의 방법으로 제조된 투광성 이트리아, 및 이를 포함하는 레이저 발진 소자를 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0016] 상기 목적을 달성하기 위하여,

[0017] 일 측면에서는

[0018] 이트리아(Y_2O_3)를 포함하는 원료 분말의 성형체를 열간 가압 소결하여 투광성 이트리아를 제조하는 방법에 있어서,

[0019] 상기 성형체를 소결 온도까지 승온하는 단계; 및

[0020] 상기 성형체를 상기 소결 온도에서 소결하는 단계;를 포함하며,

[0021] 열간 가압은 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지만 수행하되, 상기 열간 가압 개시 온도는 1470℃ 내지 1580℃인 것을 특징으로 하는, 투광성 이트리아의 제조방법이 제공된다.

[0023] 이때 상기 열간 가압 개시 온도는 바람직하게는 1530℃ 내지 1570℃에서만 수행된다.

[0024] 또한 이때 상기 소결 온도는 바람직하게는 1580℃ 내지 1650℃이다.

[0026] 또한, 상기 열간 가압은 바람직하게는

[0027] 상기 열간 가압 개시 온도에서 제1 압력으로 가압하는 단계;

[0028] 상기 소결 온도에서 제2 압력으로 가압하는 단계;를 포함한다.

[0030] 이때, 상기 제1 압력은 5MPa 내지 20MPa일 수 있고, 상기 제2 압력은 30 MPa 내지 50 MPa일 수 있다.

[0032] 상기 열간 가압은

[0033] 상기 열간 가압 개시 온도에서 상기 소결 온도로 승온하며 상기 제1 압력으로 가압하는 단계;를 더 포함할 수 있다.

[0034] 이때 상기 승온 속도는 5℃/분 내지 10℃/분일 수 있다.

[0036] 상기 원료 분말은 Nd를 더 포함할 수 있다.

[0038] 또한 상기 원료 분말은 소결조제를 더 포함할 수 있고,

[0039] 상기 소결조제는 바람직하게는 4가 금속의 화합물일 수 있고, 상기 4가 금속은 바람직하게는 Zr일 수 있다.

[0041] 상기 투광성 이트리아의 제조방법은

[0042] 상기 소결하는 단계 이전에 수행되는 단계로서,

[0043] 상기 성형체를 1250℃ 내지 1450℃에서 가소결하는 단계;를 더 포함할 수 있다.

[0045] 다른 일 측면에서는

[0046] 상기 제조방법으로 제조되며, 5㎜의 두께일 때 350nm 내지 450nm 파장에 대한 광 흡수율이 2.7%이하인, 투광성 이트리아가 제공된다.

[0047] 상기 투광성 이트리아는 5㎜의 두께일 때 5㎜의 두께일 때 350nm 내지 450nm 파장에 대한 광 흡수율이 20%이하이다.

[0049] 상기 투광성 이트리아는 5㎜의 두께일 때 300nm 내지 340nm 파장에 대한 광 투과율이 75%이상이고, 300nm 내지 340nm 파장에 대한 직선 투과율이 60%이상이다.

[0050] 상기 투광성 이트리아는 금속 원소 총량 대비 0.1at% 내지 5at%의 Nd를 포함할 수 있다.

[0051] 상기 투광성 이트리아는 금속 원소 총량 대비 0.1at% 내지 5at%의 Zr를 포함할 수 있다.

[0053] 또 다른 일 측면에서는

[0054] 상기 제조방법으로 제조되며, 0.1at% 내지 5at%의 Nd를 포함하는 레이저 발진 소자가 제공된다.

발명의 효과

[0056] 본 발명은 우수한 투광성을 갖는 이트리아를 제조할 수 있다.

[0057] 또한 본 발명은 단일 열간 가압 소결 공정만으로 낮은 광 흡수율 및 높은 광 투과율을 갖는 투광성 이트리아를 제조할 수 있어 공정효율 및 비용 측면에서 매우 우수한 장점을 갖는다.

[0058] 또한, 본 발명의 투광성 이트리아는 450nm이하의 단파장에서 광 흡수율이 현저히 낮고 광 투과율 및 레이저 발진 효율이 현저히 우수한 장점을 갖는다.

[0059] 본 발명의 효과들은 이상에서 언급한 효과들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 효과들은 아래의 기재

로부터 통상의 기술자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

[0061] 도 1은 실시 예 및 비교 예에 따라 제조된 5㎜ 두께의 이트리아의 250nm 내지 1100nm의 파장 영역에서의 직선 투과율을 측정한 결과 그래프이고,

도 2는 실시 예 및 비교 예에 따라 제조된 5㎜ 두께의 이트리아의 1078nm, 400nm 및 323nm 파장에서의 직선 투과율을 비교하여 나타낸 그래프이고,

도 3은 실시 예 및 비교 예에 따라 제조된 5㎜ 두께의 이트리아의 1078nm, 400nm 및 323nm의 파장에서의 광 흡수율을 측정한 결과 그래프이고,

도 4는 실시 예 및 비교 예에 따라 제조된 5㎜ 두께의 이트리아의 입력 전원(input power) 대비 출력 전력(output power)값을 나타낸 그래프이고,

도 5는 실시 예 및 비교 예에 따라 제조된 5㎜ 두께의 이트리아의 레이저 방출 임계 전력을 측정한 결과 그래프이고,

도 6은 비교 예에 따라 제조된 2㎜ 두께의 트리아의 250nm 내지 1100nm의 파장 영역에서의 직선 투과율을 나타낸 그래프이고,

도 7은 실시 예에 따라 제조된 2㎜ 두께의 이트리아의 250nm 내지 1100nm의 파장 영역에서의 직선 투과율을 나타낸 그래프이고,

도 8은 실시 예에 따라 제조된 2㎜ 두께의 이트리아의 250nm 내지 1100nm의 파장 영역에서의 직선 투과율을 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0062] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 예를 설명한다. 그러나 본 발명의 실시 예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하에서 설명하는 실시 예로 한정되는 것은 아니다. 또한, 이하의 실시 예는 당해 기술분야에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다. 따라서, 도면에서의 요소들의 형상 및 크기 등은 보다 명확한 설명을 위해 과장될 수 있으며, 도면상의 동일한 부호로 표시되는 요소는 동일한 요소이다. 또한, 유사한 기능 및 작용을 하는 부분에 대해서는 도면 전체에 걸쳐 동일한 부호를 사용한다. 덧붙여, 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함"한다는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있다는 것을 의미한다.

[0064] 일 측면에서는,

[0065] 이트리아(Y_2O_3)를 포함하는 원료 분말의 성형체를 열간 가압 소결하여 투광성 이트리아를 제조하는 방법에 있어서,

[0066] 상기 성형체를 소결 온도까지 승온하는 단계; 및

[0067] 상기 성형체를 상기 소결 온도에서 소결하는 단계;를 포함하며,

[0068] 열간 가압은 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지만 수행하되, 상기 열간 가압 개시 온도는 1470℃ 내지 1580℃인 것을 특징으로 하는, 투광성 이트리아의 제조방법이 제공된다.

[0070] 이하, 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.

[0072] 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법은 이트리아(Y203)를 포함하는 원료 분말의 성형체를 열간 가압 소결하여 투광성 이트리아를 제조하는 방법으로, 바람직하게는 열간 정수압 소결(Hot Isostatic Pressing, HI

P)을 사용하지 않고, 열간 가압 소결만으로 투광성 이트리아를 제조하는 것을 특징으로 한다. 이때 상기 열간 가압 소결(Hot press)은 고온의 진공 분위기에서 일축 압력을 가하여 소결체를 제조하는 방법이다.

[0073] 상기 열간 가압 소결은 열간 가압 소결 장치를 사용하여 수행될 수 있고, 이때 상기 장치는 당업자에게 널리 사용되는 열간 가압 소결 장치일 수 있고, 또는 성형체에 대하여 일축 방향으로 가압하는 가압 수단, 몰드 및 상기 성형체를 가열하기 위한 가열 수단을 구비할 수 있고, 또한 내부를 진공 분위기로 유지하기 위한 진공 펌프 등의 진공 수단을 구비할 수 있으며, 이는 당업자에 따라 용이하게 설계 및 설계 변경될 수 있다.

[0074] 상기 열간 가압 소결(Hot press)시 상기 성형체는 고온의 진공 분위기에서 소결될 수 있고, 이때 진공 분위기는 10^{-2} Torr 내지 10^{-4} Torr의 진공 또는 감압된 분위기일 수 있다.

[0076] 또한, 상기 열간 가압 소결(Hot press)시 상기 성형체는 상기 가열 수단에 의해 가열되고, 상기 가압수단에 의해 가압될 수 있다.

[0078] 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법은 상기 열간 가압 소결로 이트리아를 제조함으로써, 진공 및 정수압가압 소결(HIP) 대비 공정이 용이하고, 제품 생산비용을 낮출 있다.

[0079] 또한, 상기 열간 가압 소결시 가압하는 온도를 조절함으로써, 광 흡수율 및 광 투과율, 특히 450nm이하의 단파장, 바람직하게는 300nm 내지 450nm, 400nm 이하, 바람직하게는 300nm 내지 400nm, 300nm 내지 340nm에서의 광 흡수율 및 광 투과율이 현저히 우수한 투광성 이트리아를 제조할 수 있다.

[0081] 이를 위해 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법은 상기 성형체를 소결 온도까지 승온하고, 상기 소결 온도에서 소결하되 열간 가압은 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지만 수행하며, 이때 상기 열간 가압 개시 온도는 1470℃ 내지 1580℃인 것을 특징으로 한다.

[0082] 또한, 바람직하게는 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법은 승온 온도 범위 중 상기 열간 가압 개시 온도 내지 소결 온도의 온도 범위를 벗어난 온도 범위에서 열간 가압을 수행하지 않는 것을 특징으로 한다.

[0083] 이때, 상기 성형체는 이트리아(Y_2O_3)를 포함하는 원료 분말의 성형체로서, 상기 원료 분말은 소결 조제를 더 포함할 수 있다.

[0084] 이때 상기 소결 조제는 2가, 3가 또는 4가의 금속 화합물이 사용될 수 있다. 예컨대, 칼슘(Ca), 란타늄(La), 지르코늄(Zr) 또는 그의 전구체가 사용될 수 있다. 치밀화의 측면에서 바람직하게는 상기 소결 조제는 3가 또는 4가의 금속 화합물이 사용될 수 있고 바람직하게는 지르코늄(Zr)을 포함하는 금속화합물이 사용될 수 있다.

[0085] 일례로 상기 성형체는 지르코니아(ZrO_2)를 포함할 수 있고, 금속 원소 총량 대비 0.1at% 내지 5.0at%, 바람직하게는 0.5at% 내지 1.5at%의 지르코늄(Zr)을 포함할 수 있다

[0087] 또한, 상기 원료 분말은 네오디뮴(Nd)을 더 포함할 수 있으며, 이를 통해 제조된 투광성 이트리아를 레이저 발진 소재로서 사용할 수 있다.

[0088] 일례로 상기 성형체는 네오디뮴산화물(Nd_2O_3)를 포함할 수 있고, 금속 원소 총량 대비 0.1at% 내지 5.0at%, 바람직하게는 0.5at% 내지 1.5at%의 네오디뮴(Nd)을 포함할 수 있다

[0090] 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법은 상기 성형체를 소결 온도까지 승온하고, 상기 소결 온도에서 소결하되, 열간 가압은 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지만 수행하며, 상기 열간 가압 개시 온도는 1470℃ 내지 1580℃인 것을 특징으로 한다.

[0092] 이는 제조된 이트리아 소결체의 광 흡수율을 낮추고 광 투과율을 보다 향상시키기 위한 것으로, 일 실시 예에

따른 투광성 이트리아의 제조방법은 상기 성형체를 열간 가압하되 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지만 열간 가압함으로써, 특히 450nm이하의 단파장, 바람직하게는 300nm 내지 450nm, 400nm 이하, 바람직하게는 300nm 내지 400nm, 300nm 내지 340nm에서의 광 흡수율을 낮고 광 투과율이 현저히 향상된 투광성 이트리아를 제조할 수 있다.

[0094] 이때 상기 열간 가압 개시 온도는 1470℃ 내지 1580℃이고, 바람직하게는 1530℃ 내지 1570℃일 수 있다.

[0095] 또한 상기 소결 온도는 상기 열간 가압 개시 온도 보다 높은 온도로서, 1450℃ 내지 1650℃일 수 있고, 바람직하게는 1500℃ 내지 1650℃일 수 있고, 바람직하게는 1550℃ 내지 1650℃일 수 있고, 1580℃ 내지 1620℃일 수 있다.

[0097] 또한, 상기 열간 가압은 바람직하게는

[0098] 상기 열간 가압 개시 온도에서 제1 압력으로 가압하는 단계;

[0099] 상기 소결 온도에서 제2 압력으로 가압하는 단계;를 포함한다.

[0101] 이때, 상기 제1 압력은 동안 5MPa 내지 20MPa일 수 있고, 상기 제1 압력으로 가압하는 단계는 10분 내지 1시간 동안 수행될 수 있다.

[0103] 또한, 상기 제2 압력은 5MPa 내지 20MPa일 수 있고, 상기 제2 압력으로 가압하는 단계는 1시간 내지 3시간 동안 수행될 수 있다.

[0105] 또한, 상기 열간 가압은 보다 바람직하게는

[0106] 상기 열간 가압 개시 온도에서 상기 소결 온도로 승온하며 상기 제1 압력으로 가압하는 단계;를 더 포함할 수 있고, 이때 상기 승온은 5℃/분 내지 10℃/분의 승온 속도로 수행될 수 있다.

[0108] 이에, 상기 열간 가압은

[0109] 1470℃ 내지 1580℃의 열간 가압 개시 온도에서 10분 내지 1시간 동안 5MPa 내지 20MPa의 압력으로 가압하고, 상기 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지 승온하며 5MPa 내지 20MPa의 압력으로 가압하고, 상기 소결 온도에서 1 내지 3시간동안 30 MPa 내지 50 MPa의 압력으로 가압하는 방법으로 수행될 수 있다.

[0111] 한편, 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법은 상기 성형체를 소결하는 단계 이전에 수행되는 단계로서, 상기 성형체를 1250℃ 내지 1450℃에서 가소결하는 단계;를 더 포함할 수 있다.

[0112] 즉, 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법은

[0113] 이트리아(Y_2O_3)를 포함하는 원료 분말의 성형체를 1250℃ 내지 1450℃의 가소결 온도까지 승온하는 단계;

[0114] 상기 성형체를 상기 가소결 온도에서 가소결하는 단계;

[0115] 상기 성형체를 1450℃ 내지 1650℃의 소결 온도까지 승온하는 단계; 및

[0116] 상기 성형체를 상기 소결 온도에서 소결하는 단계;를 포함하며,

[0117] 열간 가압은 열간 가압 개시 온도에서 소결 온도까지만 수행될 수 있다.

[0119] 이때 상기 가소결은 1250℃ 내지 1450℃에서 1시간 내지 3시간 동안 유지하는 방법으로 수행될 수 있고, 공기

또는 산소 분위기의 상압에서 수행될 수 있고, 상기 가소결 온도는 바람직하게는 1350℃ 내지 1450℃일 수 있고, 보다 바람직하게는 1400℃ 내지 1450℃일 수 있다.

[0121] 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아의 제조방법은 상기 소결하는 단계 이후 수행되는 단계로서, 소결체를 열처리하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0122] 상기 열처리는 1000℃ 내지 1300℃에서 1시간 내지 10시간 동안 유지하는 방법으로 수행될 수 있고, 공기 또는 산소 분위기의 상압에서 수행될 수 있고, 상기 열처리 온도는 바람직하게는 1100℃ 내지 1200℃일 수 있다.

[0124] 다른 일 측면에서는

[0125] 상기 제조방법으로 제조되며, 5㎜의 두께의 시편에 대하여 350nm 내지 450nm 파장에 대한 직선 투과율(in-line transmittance)이 77%이상인, 투광성 이트리아가 제공된다.

[0127] 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아는 전술한 투광성 이트리아 제조방법으로 제조된 것으로서, 소결 조제에 포함된 2가, 3가 또는 4가의 금속이 포함될 수 있고, 예컨대, 칼슘(Ca), 란타늄(La), 지르코늄(Zr)이 포함될 수 있고, 바람직하게는 지르코늄(Zr), 보다 바람직하게는 금속 원소 총량 대비 0.1at% 내지 5at%의 지르코늄(Zr)을 포함할 수 있고, 보다 바람직하게는 0.5at% 내지 1.5at%의 지르코늄(Zr)을 포함할 수 있다.

[0129] 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아는 종래의 투광성 이트리아 대비 450nm이하의 단파장, 바람직하게는 300nm 내지 450nm, 400nm 이하, 바람직하게는 300nm 내지 400nm, 300nm 내지 340nm에서의 광 흡수율이 현저히 낮고, 광 투과율이 현저히 높은 장점을 갖는다.

[0130] 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아는 5㎜의 두께일 때 350nm 내지 450nm 파장에 대한 광 흡수율이 2.7%이하, 바람직하게는 2.5% 내지 1.7%로 현저히 낮고, 300nm 내지 340nm 파장에 대한 광 흡수율이 20%이하, 바람직하게는 17.5% 내지 13.9%로 현저히 낮은 장점을 갖는다.

[0131] 상기 투광성 이트리아의 광 흡수율은 두께가 얇을수록 작아질 수 있다.

[0133] 또한, 일 실시 예에 따른 투광성 이트리아는 5㎜의 두께일 때 350nm 내지 450nm 파장에 대한 직선 투과율이 75%이상, 76%이상, 77%이상으로 현저히 높은 직선 투과율을 나타내고, 300nm 내지 340nm 파장에 대한 직선 투과율이 60%이상, 바람직하게는 60% 내지 65%로 현저히 높은 장점을 갖는다.

[0134] 상기 투광성 이트리아의 직선 투과율은 두께가 얇을수록 커지며, 일례로, 2㎜ 두께일 때 350nm 내지 450nm 파장에 대한 직선 투과율이 79%이상으로 현저히 높을 수 있다.

[0136] 또한, 상기 투광성 이트리아는 네오디뮴(Nd)을 더 포함할 수 있고, 이를 통해 향상된 레이저 발진 효율 및 낮은 레이저 방출 임계 전력값을 나타내는 레이저 발진 소재로서 사용될 수 있다.

[0137] 바람직하게는 상기 투광성 이트리아는 금속 원소 총량 대비 0.1at% 내지 5at%의 네오디뮴(Nd)을 포함할 수 있고, 보다 바람직하게는 0.5at% 내지 1.5at%의 네오디뮴(Nd)을 포함할 수 있으며, 15% 내지 18%의 레이저 발진 효율을 나타낼 수 있다.

[0139] 또 다른 일 측면에서는

[0140] 상기 제조방법으로 제조되며 0.1at% 내지 5at%의 Nd를 포함하는 투광성 이트리아;를 포함하는, 레이저 발진 소자가 제공된다.

[0142] 이하, 실시 예 및 실험 예를 통하여 본 발명을 상세하게 설명한다.

[0143] 단, 하기 실시 예 및 실험 예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기의 실시 예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0145] <실시 예 1-1> 1Nd1Zr:Y_2O_3_ 두께 5㎜

[0146] 상업적으로 이용 가능한 Y_2O_3(99.99%, Rare Metallic Co Ltd., 일본), Nd_2O_3(99.99%, SigmaeAldrich, USA) 및 $ZrO(CH_3COO)_2$(98%, High Purity Chemicals, Japan)분말을 원료로 사용하였다.

[0147] 상기 원료분말을 1at%의 Zr 및 1at%의 Nd가 도핑된 이트리아(이하, 1Nd1Zr:Y_2O_3)가 제조되도록 칭량하고, 무수 알코올(99.9%, 한국 삼천) 및 2㎜의 ZrO_2볼을 사용하여 48시간 동안 볼밀링 혼합하였다.

[0148] 혼합 후 로터리 증발기(rotary evaporator)에서 건조시키고, 건조된 혼합분말을 100-메시체로 체가름하고 1100℃에서 4시간 동안 소성하여 모든 유기 성분을 완전히 제거하였다. 이후 소성된 분말을 직경 15 ㎜ 금속몰드를 사용하여 일축 가압(hand press 5 MPa)하여 압착한 후 200 MPa의 압력을 냉간정수압성형(CIP)하였다.

[0149] 이후 상기 성형체를 공기 중에 1400℃에서 2시간 동안 가소결시켰다.

[0150] 이후 가소결된 성형체를 이하의 방법으로 열간 가압 소결하였다.

[0151] 구체적으로, 두께 약 25 ㎛의 Ta 호일을 사용하여 상기 성형체의 외주면을 감싼 상태로 시편을 형성하여 직경 15 ㎜의 HP몰드에 장입하고, 흑연 발열체 및 흑연단열재로 구성되는 통상적인 열간 가압 소결 장치를 사용하여 열간 가압 소결을 수행하였다(이때 상기 Ta 호일은 시편을 흑연몰드와 격리시켜 카본오염을 억제하고 고온 가압 환경에서 성형체를 격리하여 진공 및 카본의 환원분위기 하에서 산소공공의 발생을 억제하는 역할을 한다).

[0152] 상기 열간 가압 소결을 위해 승온속도 5~10℃/min로 소결 온도인 1600 ℃까지 승온하되, 10 MPa로 열간 가압을 개시하는 온도(열간 가압 개시 온도, T_{load})인 1550℃에서 약 30분간 유지하고 이후 10MPa로 가압하며 최종 소결 온도(1600 ℃)까지 승온하고,, 상기 소결 온도에서 40 MPa로 열간 가압하며 약 2시간 유지하여 소결한다. 이후 냉각 속도 10 ℃/min로 냉각하고, 공기 중 1150℃에서 4시간 동안 어닐링하여 두께 5㎜를 갖는 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0154] <실시 예 1-2> 1Nd1Zr:Y_2O_3_두께 5㎜

[0155] 상기 실시 예 1-1에서 열간 가압 개시 온도(T_{load})를 1500℃로 달리하는 것을 제외하고 실시 예 1-1과 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0157] <실시 예 2> Zr:Y_2O_3_두께 2㎜

[0158] 상기 실시 예 1-2에서 혼합하는 원료분말을 1at%의 Zr가 도핑된 이트리아(이하, 1Zr:Y_2O_3)가 제조되도록 칭량하는 것으로 달리하고, 소결체의 두께가 2㎜로 제조되도록 달리하는 것을 제외하고 실시 예 1-2와 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0160] <실시 예 3> 1Nd1Zr:Y_2O_3_두께 2㎜

[0161] 상기 실시 예 1-2에서 소결체의 두께가 2㎜로 제조되도록 달리하는 것을 제외하고 실시 예 1-2와 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0163] <비교 예 1-1> 1Nd1Zr:Y_2O_3_두께 5㎜

[0164] 상기 실시 예 1-1에서 열간 가압 개시 온도(T_{load})를 1150℃로 달리하는 것을 제외하고 실시 예 1-1과 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0166] <비교 예 1-2> 1Nd1Zr:Y_2O_3_두께 5mm

[0167] 상기 실시 예 1-1에서 열간 가압 개시 온도(T_{load})를 1150℃로 달리하는 것을 제외하고 실시 예 1-1과 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0169] <비교 예 1-3> 1Nd1Zr:Y_2O_3_두께 5mm

[0170] 상기 실시 예 1-1에서 열간 가압 개시 온도(T_{load})를 1350℃로 달리하는 것을 제외하고 실시 예 1-1과 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0172] <비교 예 1-4> 1Nd1Zr:Y_2O_3_두께 5mm

[0173] 상기 실시 예 1-1에서 열간 가압 개시 온도(T_{load})를 1400℃로 달리하는 것을 제외하고 실시 예 1-1과 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0175] <비교 예 1-5> 1Nd1Zr:Y_2O_3_두께 5mm

[0176] 상기 실시 예 1-1에서 열간 가압 개시 온도(T_{load})를 1460℃로 달리하는 것을 제외하고 실시 예 1-1과 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0178] <비교 예 2-1> 1Zr:Y_2O_3_두께 2mm

[0179] 상기 실시 예 2에서 열간 가압 개시 온도(T_{load})를 1150℃로 달리하는 것을 제외하고 실시 예 2와 동일한 방법을 수행하여, 투광성 이트리아를 제조하였다.

[0181] <비교 예 3> 1Nd:Y_2O_3_두께 5mm

[0182] 진공 및 HIP 소결로 제조된 5mm 두께의 상용 투광성 이트리아(Konoshima 사)(1Nd:Y_2O_3)를 구매하였다.

[0184] <실험 예 1> 1Nd1Zr:Y_2O_3(두께 5mm)의 직선 투과율 평가

[0185] 열간 가압으로 제조된 투광성 이트리아에 대하여, 열간 가압 시 가압 개시 온도에 따른 직선 투과율을 비교 평가하기 위하여, 열간 가압방법으로 두께 5mm인 이트리아 소결체(1Nd1Zr:Y_2O_3)를 제조하되, 가압 개시 온도를 달리하여 제조한 이트리아(실시 예 1-1, 실시 예 1-2, 비교 예 1-1 내지 1-5) 및 Konoshima 사의 두께 5mm 상용 투광성 이트리아(1Nd:Y_2O_3)(도 1에 Ref, 비교 예 3)에 대하여 250nm 내지 1100nm의 파장 영역에서의 직선 투과율을 UV-vis-NIR 분광 광도법(Cary 5000, Varian, USA)을 이용하여 측정하고 그 결과를 도 1, 도 2, 표 1 및 표 2에 나타내었다.

표 1

[0186]

	두께	소결 온도	가압조건	직선 투과율	
				400nm	323nm

실시 예 1-1	5mm	1600℃	1단계:1550℃/10MPa/30min 2단계:1550℃~1600℃(5℃/min)10Mpa 3단계:1600℃/40MPa/2h	77%	63.2%
실시 예 1-2	5mm	1600℃	1단계:1500℃/10MPa/30min,2단계: 1500℃~1600℃(5℃/min)10Mpa 3단계:1600℃/40MPa/2h	76.1%	48.3%
비교 예 1-1	5mm	1600℃	1단계:1150℃/10MPa/30min,2단계:1150℃~1600℃(5℃/min)10Mpa 3단계:1600℃/40MPa/2h	72.5%	49.4%
비교 예 1-2	5mm	1600℃	1단계:1350℃/10MPa/30min,2단계:1350℃~1600℃(5℃/min)10Mpa 3단계:1600℃/40MPa/2h	73.2%	51%
비교 예 1-3	5mm	1600℃	1단계:1400℃/10MPa/30min,2단계:1400℃~1600℃(5℃/min)10Mpa 3단계:1600℃/40MPa/2h	73.8%	55.1%
비교 예 1-4	5mm	1600℃	1단계:1450℃/10MPa/30min,2단계: 1450℃~1600℃(5℃/min)10Mpa 3단계:1600℃/40MPa/2h	74.7%	60.3%
비교 예 1-5	5mm	1600℃	1600℃/40MPa/2h	66.4%	52.5%

표 2

[0188]

	두께	직선 투과율		
		400nm	323nm	300nm
실시 예 1-1 (1Nd1Zr:Y_2O_3)	5mm	77%	63.2%	51.1%
비교 예 3(상용 1Nd:Y_2O_3)	5mm	76.6%	53.3%	43.6%

[0189] 도 1은 실시 예 1-1, 실시 예 1-2, 비교 예 1-1 내지 1-5, 비교 예 3의 이트리아에 대하여 250nm 내지 1100nm의 파장 영역에서의 투과율을 측정한 결과 그래프이고, 도 2는 1078nm, 400nm 및 323nm 파장에서의 투과율만을 나타낸 그래프이고, 표 1은 가압을 개시하는 온도만 달리한 실시 예 1-1, 실시 예 1-2, 비교 예 1-1 내지 1-5의 이트리아에 대하여 400nm 및 323nm 파장에서의 투과율을 비교하여 나타낸 표이고, 표 2는 실시 예 1-1의 이트리아 및 Konoshima 사의 상용 투광성 이트리아에 대하여 300nm, 323m 및 300nm 파장에서의 투과율을 비교하여 나타낸 표이다.

[0191] 도 1을 참조하면, 가압을 개시하는 온도에 따라, 250nm 내지 1100nm의 파장 영역에서 투과율이 달라지는 것을 확인할 수 있으며 특히 1550℃(실시 예 1-1) 및 1550℃(실시 예 1-2)에서 가압할 때 투과율이 높게 나타나며 1550℃(실시 예 1-1)에서 가압을 개시할 때 가장 높게 나타나는 것을 확인할 수 있다.

[0193] 또한, 도 2 및 표 1을 참조하면, 1178nm의 파장 영역에서의 투과율 차이는 미비한 반면, 400nm이하, 특히 323nm에서는 가압을 개시하는 온도에 따른 투과율 차이가 커, 특히 1550℃(실시 예 1-1) 및 1550℃(실시 예 1-2)에서 가압을 개시할 때 투과율이 높게 나타나며 1550℃(실시 예 1-1)에서 가압을 개시할 때 투과율은 1150℃에서 가압을 개시할 때 대비 14.9% 높은 63.2%로 가장 높게 나타나는 것을 확인할 수 있다.

[0195] 또한, 도 1, 도 2 및 표 2를 참조하면, 실시 예 1-1의 이트리아 및 Konoshima 사의 상용 투광성 이트리아의 투과율을 비교하면, 실시예 1-1의 이트리아는 400nm를 초과하는 파장영역에서 비교 예 3과 유사한 투과율을 나타내며, 400nm이하의 파장 영역에서는 보다 우수한 투과율을 나타내는 것을 확인할 수 있으며 특히 323nm이하에서

현저히 우수한 투과율을 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0197] <실험 예 2> 1Nd1Zr:Y_2O_3(두께 5㎜)의 광 흡수율 평가

[0198] 열간 가압으로 제조된 투광성 이트리아에 대하여, 열간 가압시 가압 개시 온도에 따른 광 흡수율을 비교 평가하기 위하여, 열간 가압방법으로 두께 5㎜인 이트리아 소결체(1Nd1Zr:Y_2O_3)를 제조하되, 가압 개시 온도를 달리하여 제조한 이트리아(실시 예 1-1, 실시 예 1-2, 비교 예 1-1 내지 1-4)에 대하여 1078nm, 400nm 및 323nm의 파장에서의 광 흡수율을 측정하고 그 결과를 도 3에 나타내었다.

[0199] 이때 광 흡수율은 아래의 식으로 계산하였다.

[0200] 광 흡수율(absorbance, %) = 100- 총투과율(%)- 총반사율(%)

[0202] 도 3에 도시된 바와 같이, 400nm 이하에서 가압을 개시하는 온도가 높을수록 광 흡수율이 낮아지는 것을 확인할 수 있으며, 특히 323nm에서는 1500℃ 내지 1550℃(실시예 1-1, 1-2)에서 가압을 개시하는 경우, 보다 낮은 온도에서 가압을 개시하는 경우(비교 예 1-1 내지 1-4) 대비 31.6%에서 13.9%까지 흡수율이 현저히 낮아지는 것을 확인할 수 있다.

[0203] 상기 결과로부터, 실시 예에 따라 제조된 투광성 이트리아의 높은 직선 투과율은 낮은 광 흡수율에 의해 기인한 것으로 볼 수 있다.

[0205] <실험 예 3> 발진 효율 평가

[0206] 열간 가압으로 제조된 투광성 이트리아에 대하여, 열간 가압시 가압 개시 온도에 따른 레이저 발진효율을 비교 평가하기 위하여, 열간 가압방법으로 두께 5㎜인 이트리아 소결체(1Nd1Zr:Y_2O_3)를 제조하되, 가압 개시 온도를 달리하여 제조한 이트리아(실시 예 1-1, 실시 예 1-2, 비교 예 1-1 및 1-2) 및 Konoshima 사의 두께 5㎜ 상용 투광성 이트리아(1Nd:Y_2O_3)(도 3에 Ref, 비교 예 3)에 대하여 808 nm 레이저 다이오드(ALPHALAS LASER KIT-500)를 온도 제어를 통해 피크 흡수 파장인 806.6 nm으로 조절하고, 95% 반사율의 output coupler(Layertec 103,309)를 채택한 레이저 발진기를 구성하여, 입력 전원(input power) 대비 출력 전력(output power)값 및 레이저 방출 임계 전력을 측정하고 그 결과를 도 4 및 도 5에 나타내었다. 한편, 레이저 발진 효율은 도 3의 입-출력 그래프의 기울기 값(η_{slope})으로 계산하였다.

[0207] 한편 측정 시 공진기의 크기를 최대한 작게 만들기 위하여 측정 시료의 한쪽 면에는 1078.6 nm High-Reflectivity + 806.6 nm Anti-Reflectivity 코팅을 하여 공진기 거울의 역할을 하도록 하였으며 반대쪽 면에는 1078.6 nm Anti-Reflectivity 코팅을 하여 공진기 효율을 높였으며, 출력의 측정은 1075 nm 대역통과필터를 통하여 펌프 레이저는 차단하고 1078.6 nm의 발진 파장만 파워미터(Ophir社 PD300R-3W + Ophir社 USBI)에 입력하여 측정하였다.

[0208] 측정 결과, 레이저 발진 효율은 도 4에 나타난 바와 같이, 1500℃ 내지 1550℃(실시예 1-1, 1-2)에서 가압을 개시하는 경우, 보다 낮은 온도에서 가압을 개시하는 경우(비교 예 1-1 및 1-2) 대비 13.2%에서 17.1%까지 레이저 발진 효율이 현저히 높아지는 것을 확인할 수 있으며 1500℃에서 가압을 개시하는 경우, 17.1%로 가장 높은 레이저 발진 효율을 나타냄을 확인할 수 있으며, 이는 상용 투광성 이트리아(1Nd:Y_2O_3)의 발진효율(15.6%)보다도 현저히 높음을 확인할 수 있다.

[0209] 또한, 도 5에 나타난 바와 같이 1500℃ 내지 1550℃(실시예 1-1, 1-2)에서 가압을 개시하는 경우, 보다 낮은 온도에서 가압을 개시하는 경우(비교 예 1-1 및 1-2) 대비 레이저 방출 임계 전력이 낮음을 확인할 수 있고, 특히 1550℃에서 가압을 개시하는 경우, 0.65W 이하로 가장 낮으며 이는 상용 투광성 이트리아(1Nd:Y_2O_3)의 레이저 방출 임계 전력보다도 현저히 낮음을 확인할 수 있다.

[0211] 상기 결과로부터 실시 예에 따라 제조된 투과성 이트리아는 현저히 높은 레이저 발진 효율 및 낮은 레이저 방출

임계 전력을 가짐을 확인할 수 있으며 이는 높은 직선 투과율 및 낮은 광 흡수율에 의해 기인한 것으로 볼 수 있다.

[0213] <실험 예 4> 1Zr:Y_2O_3(두께 2㎜)의 직선 투과율 평가 (1)

[0214] 열간 가압으로 제조된 투광성 이트리아에 대하여, 열간 가압 시 가압 개시 온도에 따른 직선 투과율을 비교 평가하기 위하여, 열간 가압방법으로 두께 2㎜인 이트리아 소결체(1Zr:Y_2O_3)를 제조하되, 1500℃에서 열간 가압을 개시하여 제조한 이트리아(실시 예 2) 및 1150℃에서 열간 가압을 개시하여 제조한 이트리아(비교 예 2-1)에 대하여, 250㎚ 내지 1100㎚의 파장 영역에서의 직선 투과율을 UV-vis-NIR 분광 광도법(Cary 5000, Varian, USA)을 이용하여 측정하고 그 결과를 도 6, 도 7, 표 3에 나타내었다.

표 3

[0215]

	두께	소결 온도	가압조건	400㎚파장에서의 직선 투과율
실시 예 2	2㎜	1600℃	1단계:1500℃/10MPa/30min, 2단계:1500℃~1600℃(5℃/min)10Mpa 3단계:1600℃/40MPa/2h	79.6%
비교 예 2-1	2㎜	1600℃	1단계:1150℃/10MPa/30min, 2단계:1150℃~1600℃(5℃/min)10Mpa 3단계:1600℃/40MPa/2h	71.5%

[0216] 도 6은 가압 개시 온도를 1500℃로 하여 열간 가압한 실시예 2의 투광성 이트리아의 250㎚ 내지 1100㎚의 파장 영역에서의 직선 투과율을 나타낸 그래프이고, 도 7은 가압 개시 온도를 1150℃로 하여 열간 가압하되, 소결 온도를 1600℃(1Zr HP 1600, 비교 예 2-1), 1500℃(1Zr HP1500, 비교예 2-2)로 달리하여 제조한 투광성 이트리아의 250㎚ 내지 1100㎚의 파장 영역에서의 직선 투과율을 나타낸 그래프이고, 표 3은 가압 개시 온도를 1150℃ 및 1500℃로 달리하여 제조한 이트리아(실시 예 2 및 비교 예 2-1)의 400㎚의 파장에 대한 직선 투과율을 비교하여 나타낸 것이다.

[0217] 도 7에 나타난 바와 같이, 소결 온도에 따른 직선 투과율 차이는 거의 나타나지 않은 반면, 도 6, 도 7, 표 3에 나타난 바와 같이, 가압 개시 온도를 1150℃ 및 1500℃로 달리하여 이트리아를 제조한 경우, 1150℃에서 가압을 개시하는 경우 대비 1500℃에서 가압을 개시하는 경우, 직선 투과율이 현저히 높게 나타나는 것을 확인할 수 있으며, 특히 400㎚이하, 300㎚ 내지 400㎚영역에서의 직선 투과율을 현저히 향상시킬 수 있음을 확인할 수 있다.

[0218] 상기 결과로부터, 열간 가압의 방법으로 투광성 이트리아를 제조하되, 열간 가압을 1470℃ 내지 1580℃의 온도에서 개시한 경우, 보다 향상된 투광성을 갖는 이트리아를 제조할 수 있음을 확인할 수 있다.

[0220] <실험 예 5> 두께에 따른 직선 투과율 평가

[0221] 실시 예에 따라 제조된 투광성 이트리아에 대하여, 두께에 따른 직선 투과율을 평가하기 위하여, 두께를 5㎜ 및 2㎜로 다르게 제조한 실시 예 1-2 및 실시 예 3의 투광성 이트리아(1Nd1Zr:Y_2O_3)에 대하여, 250㎚ 내지 1100㎚의 파장 영역에서의 직선 투과율을 UV-vis-NIR 분광 광도법(Cary 5000, Varian, USA)을 이용하여 측정하고 그 결과를 도 1, 도 8, 표 4에 나타내었다.

[0222] 도 8은 두께를 2㎜로 제조한 실시 예 3의 투광성 이트리아(1Nd1Zr:Y_2O_3)의 250㎚ 내지 1100㎚의 파장 영역에서의 직선 투과율을 나타낸 그래프이고, 두께를 5㎜로 제조한 실시 예 1-2의 투광성 이트리아(1Nd1Zr:Y_2O_3)의 250㎚ 내지 1100㎚의 파장 영역에서의 직선 투과율은 도 1을 통해 확인할 수 있다.

[0223] 표 4는 두께를 5㎜ 및 2㎜로 다르게 제조한 실시 예 1-2 및 실시 예 3의 투광성 이트리아(1Nd1Zr:Y_2O_3)의 400㎚에서의 직선 투과율을 나타낸다.

표 4

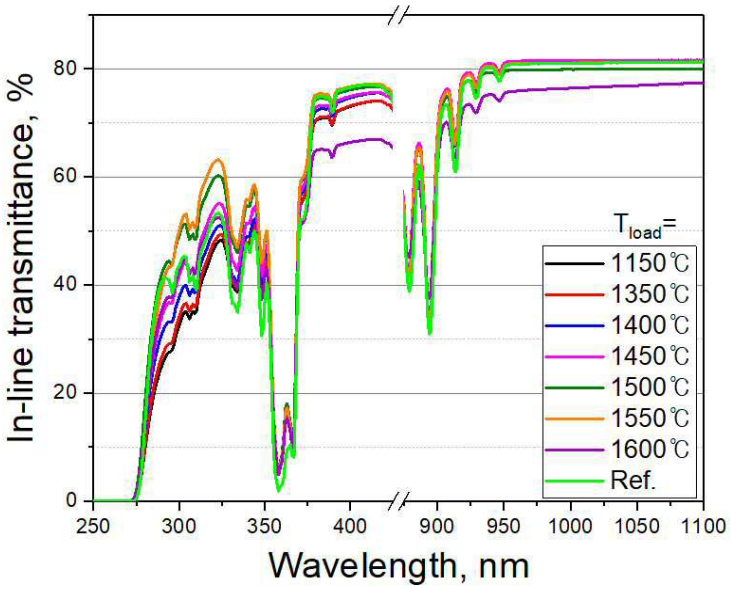
[0224]

	두께	직선 투과율
실시 예 1-2	5㎜	76.1%
실시 예 3	2㎜	79.6%

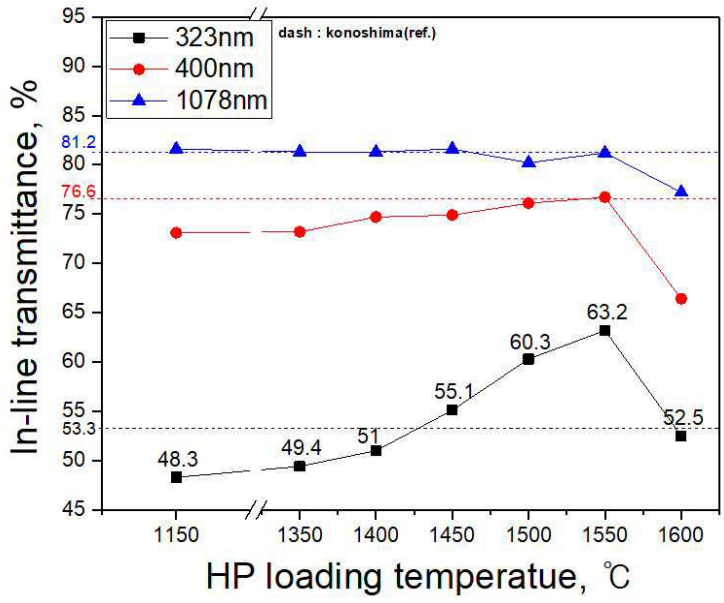
[0225] 도 1 및 도 8을 통해 5㎜ 두께 대비 2㎜에서 직선 투과율이 높은 것을 확인할 수 있고, 표 4를 통해 400㎚ 파장에 대하여 5㎜ 두께의 이트리아는 76.1%의 투과율을 갖는 반면, 2㎜ 두께의 이트리아는 79.6%의 투과율을 갖는 것을 알 수 있다. 상기 결과로부터 두께가 얇을수록 직선 투과율이 향상됨을 확인할 수 있다.

도면

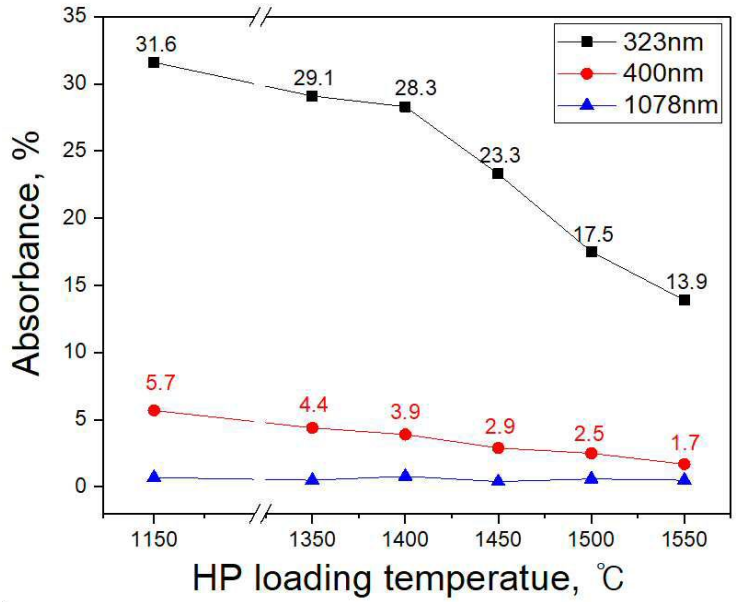
도면1



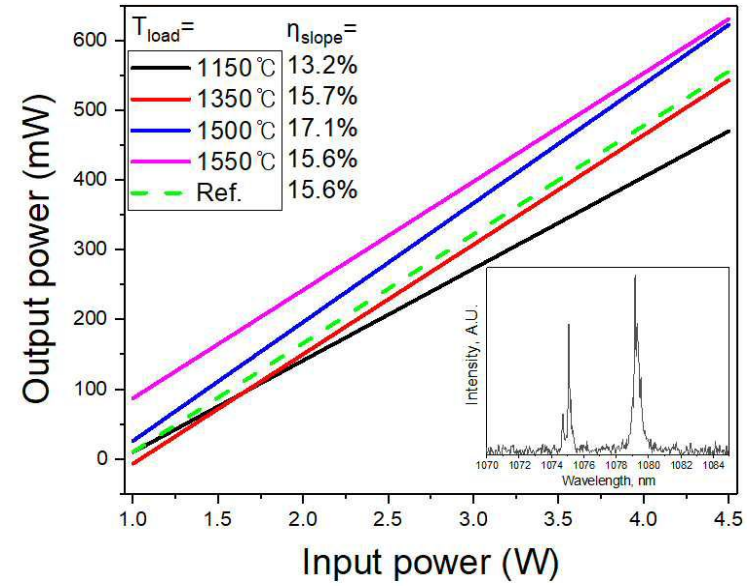
도면2



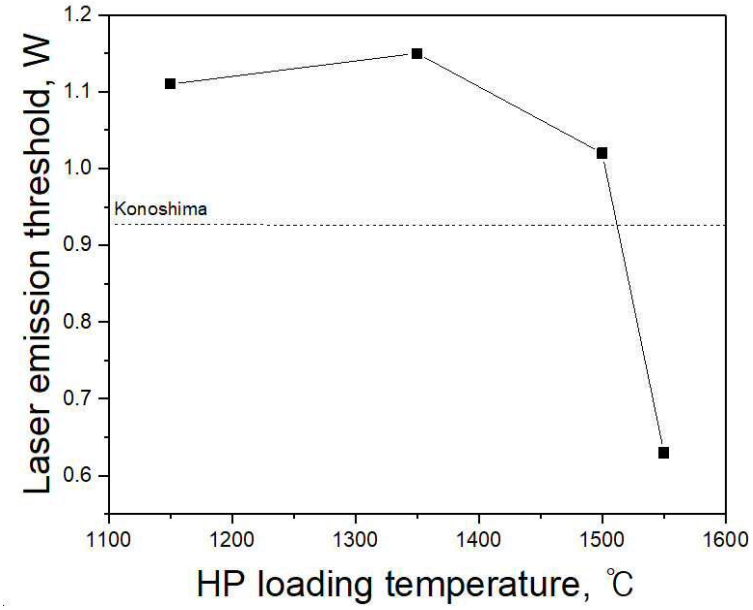
도면3


323nm
400nm
1078nm
Absorbance, %
HP loading temperatue, ℃
31.6
29.1
28.3
23.3
17.5
13.9
5.7
4.4
3.9
2.9
2.5
1.7

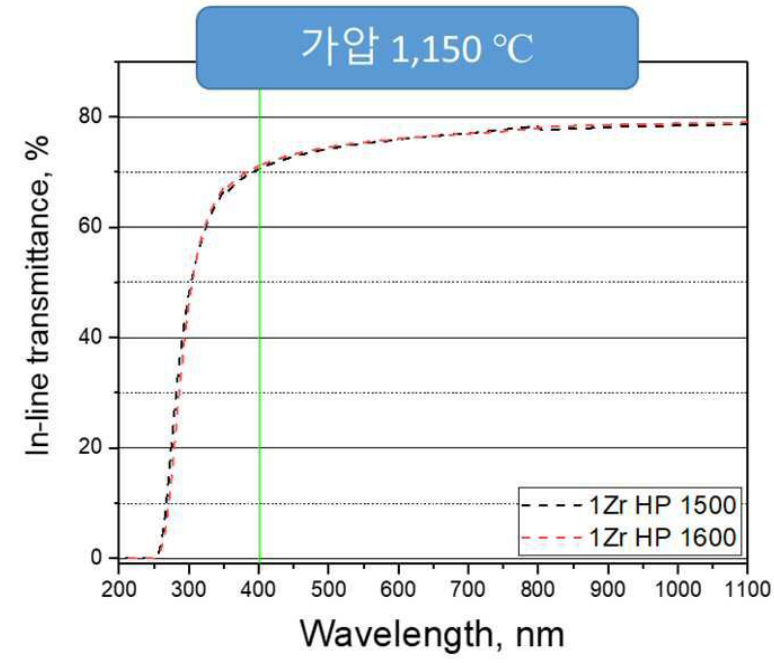
도면4


T load=
η slope=
1150℃ 13.2%
1350℃ 15.7%
1500℃ 17.1%
1550℃ 15.6%
Ref. 15.6%
Output power (mW)
Input power (W)
Intensity, A.U.
Wavelength, nm

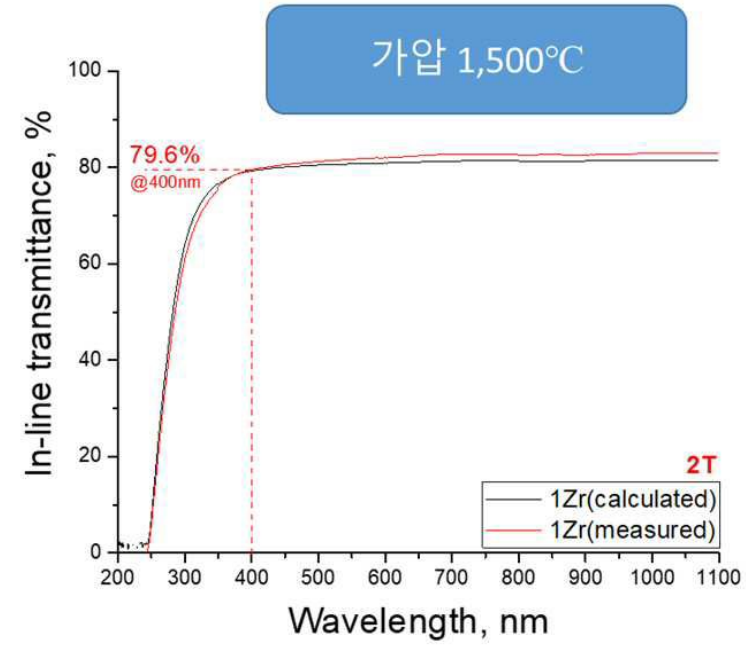
도면5


Laser emission threshold, W
1.2
1.1
1.0
0.9
0.8
0.7
0.6
Konoshima
1100
1200
1300
1400
1500
1600
HP loading temperature, ℃

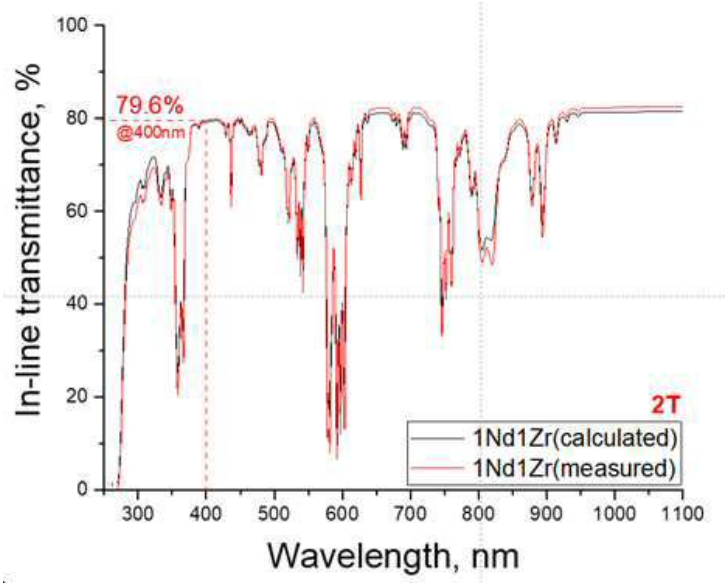
도면6


가압 1,150 ℃
In-line transmittance, %
80
60
40
20
0
1Zr HP 1500
1Zr HP 1600
200
300
400
500
600
700
800
900
1000
1100
Wavelength, nm

도면7


가압 1,500℃
79.6%
@400nm
In-line transmittance, %
Wavelength, nm
2T
1Zr(calculated)
1Zr(measured)

도면8


79.6%
@400nm
In-line transmittance, %
Wavelength, nm
2T
1Nd1Zr(calculated)
1Nd1Zr(measured)