

분무열분해법에 의해 제조되어진 $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6:\text{Eu}^{2+}$ 형광체 분말의
형태 및 발광 특성
Morphology and Brightness Characteristics of $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6:\text{Eu}^{2+}$
Phosphor Particles Prepared by the Spray pyrolysis

손종락, 강윤찬[†], 박희동, 윤순길¹

한국화학연구원 화학소재부

¹충남대학교 재료공학과

1. 서 론

최근 PDP(Plasma Display Panel), FED(Field Emission Display), EL(Electroluminescence), 3-way Lamp등 정보디스플레이 산업이 활성화되면서 이에 적합한 형광체의 요구가 급격히 증가하고 있는 추세이다. 이들의 요구에 적절한 형광체의 효율을 높이는 것이 급선무인데, 이중 $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}$ 형광체는 VUV영역에서부터 장파장 범위에 걸친 여기스펙트럼을 이용하여 청색빛을 내는 형광체이다. $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}$ 형광체는 현재 주로 고상법에 의해 제조되어지고 있는데, 고상법으로 제조되어진 $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}$ 형광체 입자들은 불규칙한 형상을 가지고 있었다. 이에 본 실험에서는 분무열분해법을 이용하여 $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}$ 형광체 입자들을 제조하였는데, 분무열분해법은 구형의 형광체 분말들을 제조 할 수 있는 공정으로 최근에 활발히 연구되어지고 있다. 이렇게 하여 얻어진 $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}$ 형광체 분말들의 발광 특성과 형태를 분석하였다.

2. 실험 방법

형광체 분말의 모체 및 모체를 도핑하는 활성제를 구성하는 스트론튬, 칼슘 및 유로피움 각각의 금속물들의 전구체 물질들로써는 질산염들을 사용하였고, 염소 성분을 얻기 위해 SrCl_2 를 적정량 첨가하였다. PO_4 성분을 얻기 위해 암모늄 다이하이드로젠 포스페이트를 사용하였다. 이렇게 하여 얻어진 용액의 총 농도는 1 M 이었다.

분무열분해법에서는 분무된 입자가 고온의 전기로를 급격히 통과하는 과정에서 클로라이드 성분이 다량 휘발되는 관계로 인하여 스트론튬 질산염과 스트론튬 염화물의 양을 적정량 조절하였고, 모체를 도핑하는 활성제인 유로피움의 양을 조절하여 최적의 발광특성이 나오도록 유도하였다. 이렇게 하여 제조된 용액은 900°C의 전기로를 통과하여 전구체 분말로 만들어지고, 결정화를 높이고 최적의 발광효율이 나오도록 하기 위해서 900~1200°C에서 3시간씩 환원 처리 하였다. 환원처리시 5~10% H_2/N_2 gas를 100~500cc/min로 주입하였다. 얻어진 $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}$ 형광체 분말들은 XRD, SEM에 의해 결정화 및 입자 형태를 분석하였고, 자외선(UV) 영역에서 빛 발광 특성을 비교 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

XRD 분석 결과 분무열분해법으로 제조되어진 형광체 입자들은 halophosphate의 단일상을 가지고 있었고, 속이 비고 다공성인 입자긴 하지만 비교적 구형의 형광체를 얻을 수 있었다. 이는 분무열분해법에서 다른 형광체 제조시 응제나 첨가제에 의해 입자가 치밀하게 얻어지는 것과는 대조적인데, 입자가 고온의 전기로를 통과하고, 장시간의 환원처리로 인하여 클로라이드 성분의 휘발이 상당히 심하기 때문에 치밀한 입자를 얻기는 힘들었다. 하지만 마이크로 사이즈의 균일한 구형의 형광체를 얻을 수 있었다. 최적의 발광휘도를 나타내기 위하여 유로피움의 양을 조절한 결과 15mol%에서 최적의 발광휘도를 나타내었다. 또한 순수한 halophosphate상을 얻기 위하여 스트론튬 질산염과 스트론튬 클로라이드의 양을 조절한 결과 1:4의 비율에서 최적화됨을 알 수 있었다. 이렇게 하여 얻어진 $(\text{Sr,Ca})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}$ 형광체는 254nm, 365nm 및 410nm에서 우수한 빛 발광 특성을 보였다.