

분무열분해공정에서 제조된 PDP용 청색형광체의 열화특성

Thermal degradation properties of blue emitting phosphor particles prepared by the spray pyrolysis for PDP

강운찬, 이동열, 박희동
(Yun Chan Kang, Dong Youl Lee, Hee Dong Park)

Abstract

Spherical and dense BAM phosphor particles were prepared by spray pyrolysis. The key idea of dense BAM particles is to lead gelation in droplets, which was successfully achieved by using the aluminum polycation as the precursor solution for the spray pyrolysis. The BAM phosphor particles prepared by spraying the aluminum polycation solution have completely spherical shape and dense structure. When directly applied to make phosphor film on the glass by the screen-printing method, the prepared spherical BAM phosphor particles showed better packing density and surface morphology than that of commercial one, which has irregular shape and large particle size. It was also found that the thermal degradation in the photoluminescence intensity for dense and spherical BAM particles was less than that of commercial one.

Key Words : spray pyrolysis, blue phosphor, thermal degradation.

1. 서 론

Eu²⁺ 도핑된 BAM(BaMgAl₁₀O₁₇)은 플라즈마 디스플레이용 청색형광체로서 고상법에 의해 주로 제조된다. 이러한 고상법에 의해 제조된 BAM 입자는 주로 판상형의 형태를 가지고 있다. BAM 형광체 분말이 판상형을 가지기 때문에 코팅을 위한 혼합액을 만드는 과정에서 분산시키는 데에 어려움이 있을 뿐 아니라 격벽에 도포 하였을 때 균일한 도포막을 얻기가 어렵다. 이에 판상의 형태를 조절하기 위해 많은 연구가 선행되었다[2,3]. Oshio

등은 원료물질로서 구형의 Al₂O₃ 입자를 사용하여 고상 법으로 구형의 BAM 형광체 입자를 제조하였다[3]. 최근에는 실험실 규모의 분무열분해 공정으로 구형이면서 입도분포가 좋은 BAM 형광체 입자를 제조하였다[4].

본 연구에서는 알루미늄 중합 양이온 용액을 원료로 사용하여 대량생산용 분무열분해 공정에서 BAM 형광체 분말들을 제조하였다. PDP용 청색형광물질인 BAM은 적색과 녹색 형광체에 비하여 PDP의 제조과정에서 고온의 열처리에 의해 열화가 심하다는 큰 문제점을 가지고 있다[5]. 대량생산용 분무열분해 공정으로 제조된 구형의 형광체의 열화특성을 관찰하기 위해서 스크린 프린팅 기법으로 유리판위에 막으로 제조하고 패킹특성 및 발광휘도 변화를 관찰하였다.

한국화학연구원 화학소재 6팀
(대전 유성구 장동 100번지,
Fax: 042-861-4245
E-mail : yckang@kriect.re.kr

2. 실험

알루미늄 중합 양이온 용액은 알루미늄 질산염 용액에 적당량의 염기성 첨가제를 첨가하여 제조하였다, 이를 알루미늄 중합 양이온 물질로 하여 바륨, 마그네슘 및 유로피움의 원료로써 각각의 질산염을 당량비 만큼씩 첨가하여 $Ba_{0.9}MgAl_{10}O_{17}:Eu_{0.1}$ 형광체 분무 용액을 제조하였다.

대량생산용 분무열분해 장치는 액적을 대량으로 발생시키기 위하여 초음파 진동자가 30개인 초음파 액적 발생장치를 사용하였다. 액적이 건조되고 열분해 되는 가열 부는 전기로를 사용하였으며 온도를 $900^{\circ}C$ 로 유지시켰다. 이때 액적 및 분말의 반응기내 체류 시간은 0.6초였다.

분무열분해 법에서 얻어진 BAM 전구체 입자들은 $1400^{\circ}C$ 에서 2시간 열처리하였다. 유로피움의 2가로의 환원을 위해 10% 수소/질소 혼합가스를 이용하여 환원시켰다. 또, 열화특성을 비교하기 위하여 에틸셀룰로오스 계열의 유기바인더와 혼합하여 글라스의 표면에 스크린 프린팅 한 후 $500^{\circ}C$ 에서 30분 열처리하였다.

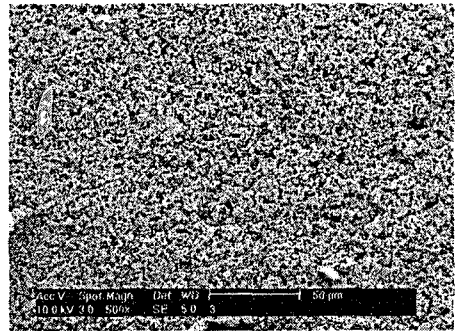
3. 결과 및 고찰

분무열분해 법에서 입자의 형태는 액적의 크기, 용액의 농도, 액적의 체류시간 및 반응온도와 같은 조작변수의 영향을 많이 받는다. 분무열분해 공정의 대량 생산을 위한 조건인 높은 운반기체 량, 고온의 반응기 안에서 액적의 짧은 체류시간 및 큰 반응기 등의 조건하에서는 액적의 높은 건조속도와 짧은 체류시간 때문에 속이 비고 다공성의 BAM형광체 입자가 제조되어진다. 이에 본 연구에서는 알루미늄 중합 양이온 전구체 용액을 사용함으로써 분무열분해 법에서 속이 찬 전구체 분말들을 제조하였다. 이러한 속이 찬 전구체 분말들은 고온의 반응기 내부에서 액적이 건조되고 증발되는 과정에서 겔화에 의한 액적 내부 전체에서의 균일한 침전에 의해 형성되어졌다. 또한, 이러한 치밀한 구조의 구형 전구체 분말은 고온의 후 열처리 공정 후에도 완벽한 구형의 형상을 유지하였다.

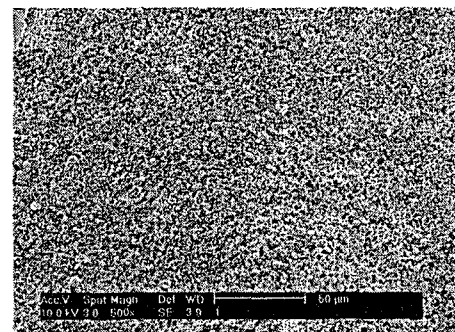
Fig. 1은 일반적인 고상 반응법에 의해 제조되어진 판상의 형태와 분무열분해 공정에 의해 제조

되어진 구형의 청색 형광체를 글라스의 표면에 스크린 프린팅 한 SEM사진이다. 일반적인 고상반응법에 의해 제조된 형광체 입자는 표면이 균일하지 못하고 함몰된 듯한 부분이 많이 보임을 알 수 있다(Fig. 1 a). 반면에, 분무열분해 법에 의해 제조된 구형의 입자들은 글라스의 표면에 아주 균일하게 코팅이 된 것을 알 수 있다(Fig. 1 b).

진공 VUV하에서 이 두 형태의 청색 형광체를 열화전과 글라스의 표면에 열화 후의 형광특성을 비교하였다. 현재 가장 많이 사용되는 상용제품은 열화 후에 16.1%의 휘도가 감소하였다. 반면에, 알루미늄 중합 양이온 용액을 이용한 분무열분해법에 의해 제조되어진 구형의 청색형광체는 9.1%의 휘도 감소를 보였다. 이는 구형인 형광체가 PDP에 적용하여 막으로 제조하였을 때 PDP의 발광 효율향상에 유리하다는 것을 알 수 있다.



a) Commercial



b) Spray pyrolysis

Fig. 1. SEM photographs of $BaMgAl_{10}O_{17}:Eu$ phosphor particles.

4. 결 론

알루미늄 중합 양이온 전구체 용액을 이용하여 분무열분해 공정에서 속이 차고 구형인 형광체입자를 제조하였다. 분무열분해 법에 의해 제조되어진 구형의 BAM:Eu²⁺ 형광체들은 상용제품 보다 더 균일한 도포특성을 가졌으며 VUV하에서의 열화특성도 더 좋음을 알 수 있었다.

참고 문헌

- [1] T. Justel, and H. Nikol, Adv. Mater., Vol. 12, p. 527, 2000.
- [2] C. R. Ronda and B. M. J. Smets, J. Electrochem. Soc., Vol. 136, p. 570, 1989.
- [3] S. Oshio, K. Kitamura, T. Shigeta, S. Horii, T. Matsuoka, S. Tanaka, and T. Kanda, J. Electrochem. Soc., Vol. 146, p. 392, 1999.
- [4] Y. C. Kang and S. B. Park, J. Electrochem. Soc., Vol. 147, p. 799, 2000.
- [5] T. H. Kwon, M. S. Kang, J. P. Kim, and G. J. Kim, IDW01, Japan, p. PH 2-4, 2001.