

CaO-Gd₂O₃-Al₂O₃계의 형광체합성 및 형광특성 연구 Synthesis and Luminescent Properties of Phosphors in the CaO-Gd₂O₃-Al₂O₃ System

안중인^{***}, 윤호신^{*}, 김창해^{*}, 정하균^{*}, 한정화^{***}, 권영욱^{**}
*한국화학연구원, **성균관대학교, ***한라대학교
(jjoongin@kriect.re.kr)

1. 서론

본 실험은 플라즈마 디스플레이 패널용(PDPs) 녹색형광체를 대상으로 연구하였다. 단시간에 많은 수의 물질을 합성 및 검색할 수 있는 방법인 조합화학기법을 이용하여 CaO-Gd₂O₃-Al₂O₃계의 형광체를 검색 및 합성하였다. 이렇게 검색한 후보 형광체의 합성방법에 따른 영향을 알아보기 위해 고분자 착체중합법, 졸-겔법, 고상법으로 제조하여 최적합성온도, 최적조성, 형광특성을 비교하고자 한다.

2. 실험방법

조합화학을 이용한 삼성분계의 검색을 위해 라이브러리라 불리는 삼각배열의 조성표를 작성하여, CaO-Gd₂O₃-Al₂O₃계의 후보형광체를 검색하였다. 고분자 착체중합법에서의 출발물질로는 Al(NO₃)₃, CaCO₃, Gd₂O₃, Tb₄O₇를 증류수 및 질산에 녹여 제조하였다. 제조된 Gd³⁺, Ca²⁺, Al³⁺, Tb³⁺의 용액과 citric acid과 ethylene glycol을 2.5:10의 몰비로 만든 용액을 조성표에 맞게 분취하여 85~140℃에서 열처리 한뒤, 유기물질의 제거를 위하여 600℃에서 3시간 열처리를 한후, 공기중 또는 5% H₂/N₂의 환원분위기에서 3시간 소성하여 형광체를 합성했으며, 고분자 착체중합법에서 검색한 최적조성을 바탕으로 하여 졸-겔법과 고상법으로 실험을 진행하였다. 졸-겔법에서의 출발물질로는 Al(O-i-C₃H₇)₃, CaCO₃, Gd₂O₃, Tb₄O₇를 사용하여 합성하였다. 합성방법은 먼저 Al(O-i-C₃H₇)₃ 먼저 일정량의 iso-propanol에 용해시키고, 기에 CaCO₃, Gd₂O₃, Tb₄O₇ 일정량의 질산에 녹여 혼합하였다. 적절한 pH를 조절한 후, 80℃의 항온조에서 reflux시켜 장시간 유지하였다. 겔상태의 시편을 100℃에서 1~2일간 건조한후, 900℃에서 열처리하여 소성,분쇄한후, 1100℃에서 환원(5%H₂/N₂)시켰다. 이렇게 제조된 형광체는 XRD와 FE-SEM을 통하여 결정성과 입자를 확인하였고, 본 연구실에서 자체 제작한 D₂램프를 내장한 고진공 형광분광광도계(VUV PL) 장비를 가지고 발광특성을 측정하였다.

3. 실험 결과

PDP에 이용가능한 형광체를 찾기 위해 조합화학과 고분자 착체중합법을 접목하여 CaO-Gd₂O₃-Al₂O₃계의 진공자외선(147nm) 여기하에서 Ca_αGd_{0.95-αβ}Al_βO₈ (0.02 < α+β < 0.04)를 모체로 하는 적색형광체와 CaGdAl₃O₇:Tb, CaAl₁₂O₁₉:Tb, Gd₃Al₅O₁₂:Tb를 모체로 하는 녹색형광체를 합성하였다. 이러한 측정결과를 바탕으로 한 라이브러리중에서 가장 좋은 휘도를 보이는 CaGdAl₃O₇:Tb형광체를 졸-겔법과 고상법을 통해 실험하였을 경우, CaGd_{0.93}Al₃O₈:Tb_{0.07}의 조성일때 발광특성이 가장 좋은 것을 확인할 수 있었다.