

졸-겔법을 이용한 UV LED 용 청색형광체의 제조 및 발광특성
 Fabrication and luminescent properties of blue phosphors for
 UV LED by sol-gel technique

안중인^{***}, 한정화^{***,†}, 김창해^{*}

^{*}한국화학연구원, ^{**}성균관대학교, ^{***}한라대학교

(chhan@hit halla ac.kr[†])

1. 서 론

UV LED 용 $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6\text{Eu}$, $\text{Ca}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8\text{Eu}$ 청색형광체의 발광특성을 개선하기 위해 졸-겔법을 이용하여 합성하였다. 졸-겔법에 의한 형광체의 합성은 분자단위의 반응물을 사용하기 때문에 처음에 순수한 화합물을 사용하면 높은 순도의 분말을 얻을 수 있을 뿐만 아니라, 건조겔 (Xerogel)을 얻기 전까지의 모든 반응물이 용액 상에서 진행되기 때문에 건조된 겔과 이로부터 얻는 최종 형광체는 균일한 조성을 갖게 된다.

본 연구에서는 형광체의 졸-겔 합성과정에서 주요 반응인 가수분해와 중합반응에 영향을 미치는 pH 조건, 겔의 건조온도, 산이나 염기성 촉매와 같은 반응변수들이 형광체의 발광특성이나 입자에 미치는 영향에 대해서 알아보았다.

2. 실험방법

졸-겔법을 이용한 $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6\text{Eu}$, $\text{Ca}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8\text{Eu}$ 청색형광체를 합성하기 위해 먼저 일정량의 TEOS(tetraethylorthosilicate)를 에탄올에 용해시키고, 여기에 Ca, Mg 및 Eu 을 일정량의 물에 녹여 혼합하였다. 이 때 TEOS 와 H_2O 의 비를 알맞게 조절하여 겔화가 되기 위한 최적조건을 택하였고, pH 가 형광체의 합성과 발광특성에 미치는 영향을 조사하기 위해 pH=1~6 의 다양한 범위로 변화시켰다. 혼합액을 70°C의 항온조에서 장시간 환류하여 겔을 형성시켰다.

또한 건조온도가 형광체의 발광특성에 미치는 영향을 알아보기 위해 겔 상태의 시편을 160°C~200°C(20~24 시간)의 각각 다른 조건에서 건조한 후, 800°C에서 4 시간 동안 1 차 열처리하여 분쇄하였다. 이때 Eu 이온을 모두 Eu^{2+} 로 환원시키기 위해 25% H_2 /75% N_2 가스를 사용하여 1300°C에서 3 시간 동안 환원분위기에서 열처리하였다.

3. 결 론

졸-겔법을 이용하여 UV LED 용 청색형광체인 $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6\text{Eu}$ 와 $\text{Ca}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8\text{Eu}$ 의 제조 시 영향을 미치는 변수로 pH 및 습윤 겔의 건조온도를 선택하여 형광체의 발광특성과 입자크기를 제어하였고, 형광체 합성의 최적조건을 조사하였다.

졸 상태의 용액에 산 촉매를 사용하였을 경우, 입자형태가 구형이 아닌 작고 긴 가교결합이 생기는 반면, 염기촉매의 경우에는 pH≥3 에서 입자형태가 구형에 가까운 형상을 유지하나 단일상이 아닌 혼합상으로 존재하는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 습윤 겔의 건조온도가 높을수록 반응생성물이 더 휘발되어 입자가 작아지고, 낮을수록 세공을 채우고 있는 용매에 의해 입자들 간의 neck 가 접합되는 것을 SEM 을 통해 확인할 수 있었다.