

솔-젤 공정을 이용하여 제조된 YAG(Y₃Al₅O₁₂) 분말 입형제어[†]

朴珍泰 · 金哲主 · *尹虎成 · 孫廷秀

韓國地質資源研究院, 資源活用素材硏究部

Control of YAG(Y₃Al₅O₁₂) Particle Shape prepared by Sol-Gel Process[†]

Jin Tae Park, Chul-Joo Kim, *Ho-Sung Yoon and Jung-Soo Sohn

Division of Minerals Utilization and Materials,

Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources, Daejeon, 305-350, Korea

요 약

본 연구에서 적용한 솔-젤 공정은 반응 초기에 금속 이온들과 구연산의 킬레이트화 반응에 의하여 진행되었다. 솔-젤과 열처리 과정을 거쳐 얻은 젤 분말의 열분석 결과, YAG를 얻기 위한 젤 분말의 소성온도는 900°C 이상 되어야 하며 소성온도가 증가함에 따라 생성되는 YAG의 결정도가 향상되었다. 솔-젤 반응 시 구연산을 사용하여 얻은 젤 분말을 소성시켜 얻은 YAG는 불규칙한 다공성 구조를 가진 조각들로 구성되었으며, YAG 입자크기 조절을 위하여 유기첨가물의 영향을 고찰하였다. 유기산 보조제인 에틸렌 글리콜은 솔-젤 반응 초기에 구연산과 중합반응을 통하여 그물 망상구조를 형성하여 용액 내 금속이온들의 반응영역을 효과적으로 분리시켜 YAG를 미세화 시켰으며, 계면활성제인 Igepal 630은 에멀전에 의한 용액 내 방울(droplet)을 형성하여 YAG 응집체를 구성하는 입자들의 크기를 증가시켰다. 그러나 YAG 형태는 크게 개선되지 않았기 때문에 젤 분말로부터 균일한 YAG를 제조하기 위하여, 응집체 크기 감소와 균질 크기를 갖도록 젤 분말을 건식분쇄 하였다. 이러한 결과로부터 솔-젤 반응을 거쳐 얻은 젤 분말을 소성 전에 분쇄하는 것은 최종 YAG 산화물의 입도제어에 아주 중요한 공정임을 알 수 있었다.

주제어 : 솔-젤 공정, YAG 산화물, 에스테르반응, 계면활성제, 분쇄

Abstract

Sol-gel process applied in this study was carried out by chelation of metal ions and citric acid. From the results of thermal gravimetric analysis and XRD analysis of gel powder obtained through sol-gel and heat treatment, gel powders are mostly amorphous, and crystallize completely at 900°C, and the crystalline structure of YAG increases with increasing calcinations temperature. Since YAG prepared by sol-gel & calcinations process was porous, and the shape and size was irregular and non-uniform, the shape and size of YAG powder had to be controlled. Therefore the effects of organic materials such as ethylene glycol and surfactant on the crystalline structure of YAG powder were investigated. Polyesterification of ethylene glycol and citric acid separated reaction area of metal ions in the solution and decreased the size of YAG primary particles. The addition of Igepal 630 as surfactant formed the droplet in the solution, and increased the size of primary particles which forms the aggregate of YAG. In order to obtain monodispersed YAG particles of uniform size, gel powder prepared with organic materials had to be milled before calcination. And milling process was very important for obtaining YAG of uniform size.

Key Words : sol-gel process, YAG, esterification, surfactant, milling

1. 서 론

YAG(Yttrium aluminum garnet, Y₃Al₅O₁₂)는 광학

적 그리고 기계적으로 흥미로운 응용 세라믹이다.¹⁾ YAG 구조를 갖는 모 결정은 상대적으로 안정된 격자와 큰 열 전도성 등 장점을 가지고 있기 때문에, YAG는 여러 종류의 엄격한 형광체 계에 대하여 모 격자로서 사용될 수 있다.²⁾ 예를 들면, Ce³⁺에 의한 활성화는

[†] 2008년 6월 30일 접수, 2008년 10월 1일 수리

* E-mail: hsyoon@kigam.re.kr

빠른 응답의 비점(flying-spot) 스캐너 형광 특성을, 그리고 Tb³⁺의 활성화는 높은 주위 조명 조건에서 대조를 강화시킨 디스플레이 응용에 적합한 narrow band 형광체 특성을 보여준다. Cr³⁺으로 활성화된 YAG는 매우 안정화되고 긴 수명의 형광체이므로 liquid crystal light valve projection display에 사용된다.³⁾

최근에 프로젝션 TV의 광도와 해상도 향상을 위해 많은 연구가 진행되었다. Tb가 활성화된 YAG 형광체는 온도변화에 둔감한 발광 특성을 가지며, 고 전류 여기에서 포화되는 경향이 거의 없다. 더욱이 YAG:Tb는 고 조도 조건에서 대조를 강화시킨 디스플레이 응용에 적합한 narrow-band 형광체 특성을 보인다.⁴⁾ YAG:Tb 형광체의 발광 효율은 단결정 YAG를 스스로 이끌어내는 제조방법에 영향을 받는다고 알려져 있다¹⁾. 그러나 활성제가 첨가된 YAG 형광체는 주로 고상반응법에 의하여 제조된다. 원하는 상의 순도와 입자크기를 얻기 위하여, 고상반응 공정은 장시간의 고온처리(>1600°C)와 격렬한 분쇄 공정이 필요한데, 일반적으로 이 과정에서 분쇄물의 혼입과 결정에 흠이 생긴다. 더욱이 고온 공정은 형광체 응용분야에서 화면의 해상도를 증대시키는데 요구되는 미세입자를 충분하게 제공하지 못한다.⁴⁾ van Der Weg와 Van Tol은 질산 수용액으로부터 수산화물의 공침에 의하여 YAG:Tb를 합성하였다. 생성된 분말을 YAG로 전환시키기 위하여 질소 분위기하에서 1275로 장시간 열처리를 하였다. 또한 솔-젤 법에 의하여 YAG 형광체를 합성하였으나, 상대적으로 높은 온도(>1200°C)에서 결정상을 얻을 수 있었다.⁵⁾ Choe 연구진은 900°C 이상에서 알콕사이드를 출발물질로 한 솔-젤 공정에 의하여 YAG:Tb 형광체를 합성하는 새로운 방법을 제시하였다⁶⁾. 그러나 알콕사이드를 사용하는 접근은 여러 금속알콕사이드의 상용적 적용성과 합성의 어려움에 기인하여 제한을 받는다. 최근에 YAG:Tb 형광체 합성을 위한 연소합성법이 연구되었으나, 연소공정의 폭발특성에 기인하여 입자크기의 조절이 용이하지 않았다.

그러므로 본 연구에서는 질산염(nitrate)-구연산염(citrate) 솔-젤 및 연소공정에 의하여 형광체 모체로 활용되는 YAG를 제조하였는데, 이 기술은 솔-젤 공정과 연소공정의 조합에 의한 새로운 분말 제조방법이다. 이 공정에 의하여 900 이하에서 단상의 입방체 YAG를 제조하였으며, 균일 입자의 YAG를 얻기 위한 단계별 공정변수들이 입자에 미치는 영향을 알아보았다.

2. 실험방법

질산알루미늄[Al(NO₃)₃ · 9H₂O, 분석급], 질산이트륨[Y(NO₃)₃ · 6H₂O, 99.99%], 그리고 구연산(C₆H₈O₇ · H₂O, 분석급)을 출발물질로 사용되었다. 구연산은 금속이온을 킬레이트 시키는 작용제 그리고 연소공정의 연료로서 사용되는 구연산염 음이온의 공급원으로서 사용하였다. 질산이트륨과 질산알루미늄을 증류수에 용해시켜, 일반적인 YAG의 화학식 Y₃Al₅O₁₂인 조성을 갖도록 혼합하였다. 즉 알루미늄과 이트륨의 몰비가 5:3이 되도록 질산알루미늄 9.38 g과 질산이트륨 5.75 g을 증류수에 첨가하여 전체 금속이온 농도가 0.2 M인 200 ml의 금속이온 함유 수용액을 제조하였다. 이 수용액에 구연산과 금속이온들의 몰비가 3:1이 되도록 구연산 25.21 g을 첨가하여 솔-젤 반응의 출발용액을 제조하였다. 출발용액을 85~105°C로 4시간 교반 가열하면서 솔-젤 반응시키면 용액은 노란색의 솔로 변하였고, 이후 2시간 동안 연속하여 가열하면서 교반하면 투명하고 끈적한 젤이 되었다. 형성된 젤을 150~200°C로 빠르게 가열하면 이산화질소인 갈색 기체를 방출하면서 최종적으로 황색의 젤 분말이 형성된다. 젤 분말을 muffle furnace에서 800~1200°C로 2~5시간 소성하여 YAG를 제조하였다.

Fig. 1은 솔-젤 공정에 의한 YAG 제조공정도를 나타내고 있다. 최종 산물의 결정도 증가는 XRD(Rigaku, D/MAX 2200/PC)로 관찰하였으며, 입자의 크기와 형태는 SEM(JEOL, JSM-6380LA)을 이용하여 관찰하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 젤 분말의 열적거동 및 소성온도에 따른 XRD 고찰

솔-젤 공정으로부터 얻어진 YAG 전구체인 젤은 180°C에서 건조공정을 거쳐 젤 분말로 회수된다. 젤 분말은 연속하여 소성을 거쳐 YAG로 전환된다. 그러므로 이송기체로는 알곤 가스를 10 ml/min로 흘려주면서 승온속도 5°C/min의 조건으로 TG-DTA 분석을 통하여 젤 분말에서 YAG 산화물로 열분해 되는 과정을 알아 보았다.

Fig. 2는 젤 분말의 열분해 곡선을 나타내고 있다. 이 결과에 의하면, 400°C에서 첫 번째 발열피크가 나타나는데 이러한 원인은 젤 분말 내에 존재하는 유기물의 분해에 기인한다고 사료된다.

본 연구에서는 이트륨과 알루미늄이 출발물질로서 사

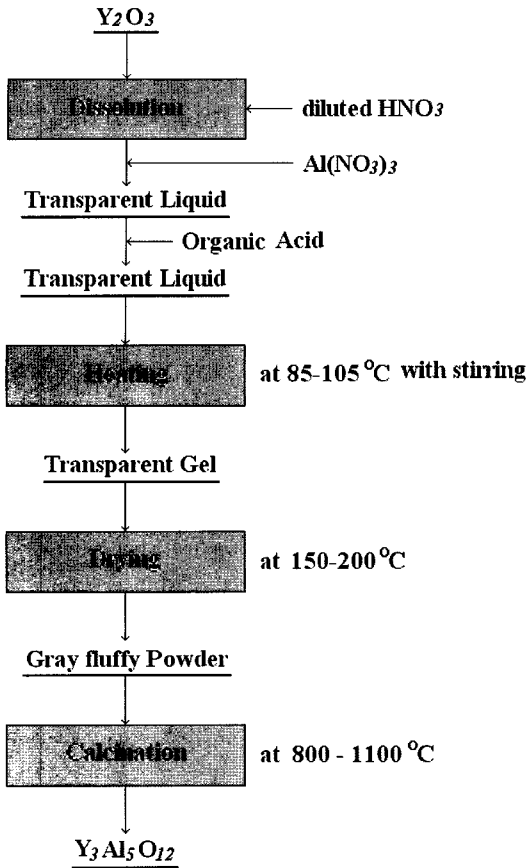
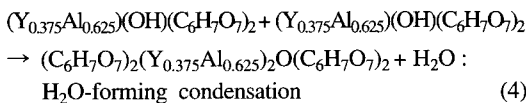
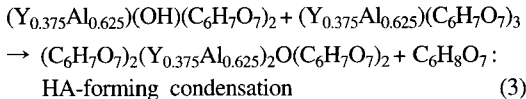
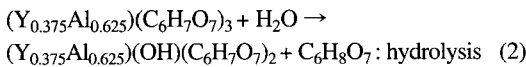
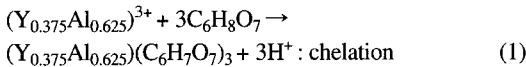


Fig. 1. Flowsheet of preparation of 3-component-yttrium system phosphor by sol-gel method.

용되었으며, 이들에 대한 솔-젤 반응 경로는 다음과 같다.⁷⁾:



450~500°C 부근에서 두 번째 발열피크가 나타나는데, 이것은 구연산염의 열분해에 기인한다. 축합중합반응 후

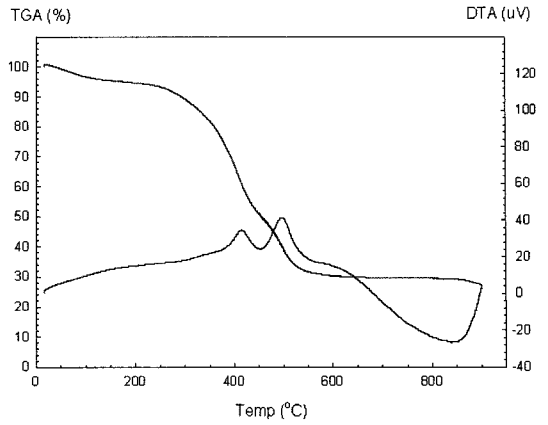


Fig. 2. TG-DTA curves of YAG gel powder.

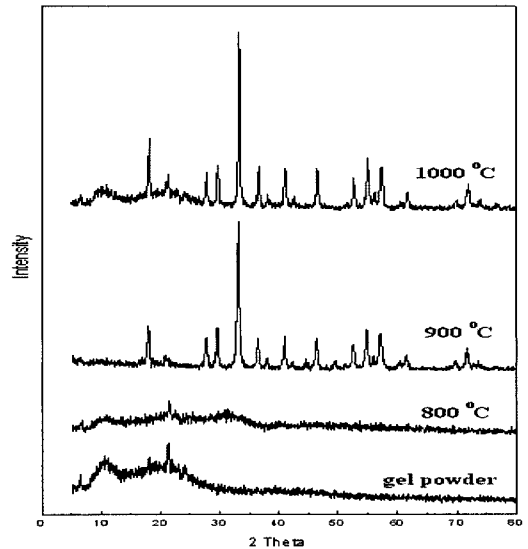


Fig. 3. XRD patterns of YAG with calcination temperature.

반응물은 $(C_6H_7O_7)_2(Y_{0.375}Al_{0.625})_2O(C_6H_7O_7)_2$ 형태의 구조를 가지고 있는데, citrate가 이 온도범위에서 분해 되는 것을 알 수 있다. 800°C 근처에서는 흡열피크가 나타나며, 이는 무정형의 젤 분말로부터 YAG 결정으로의 상전이가 일어나는 것으로 사료된다. 그러므로 YAG 단결정을 얻기 위해서는 800°C 이상에서 소성이 진행되어야 한다.

Fig. 3은 젤 분말을 온도에 따라 소성하여 얻어진 YAG 산물의 XRD 분석 결과를 나타내고 있는데, 소성 전 젤 분말은 무정형이며 800°C까지의 열처리에서는 약한 세기를 갖는 YAG 상의 결정피크가 나타나기 시작한다. 소성온도 900°C에서는 강한 세기를 갖는 피크 형

태가 관찰되며, 이것은 열처리 온도가 증가함에 따라 분말의 결정상이 성장하는 것을 의미하며 1000°C의 소성 온도에서는 결정도 세기가 더욱 증가하는 것을 알 수 있다.

Fig. 4는 1000°C에서 소성된 형광체 분말의 XRD 분석 결과를 나타내고 있다. 이 결과에 의하면 결정구조가 YAG(Y₃Al₅O₁₂) 결정구조와 일치하는 것을 알 수 있다. 따라서 Fig. 3과 Fig.4의 결과로부터 무정형의 젤 분말을 결정상이 형성되기 시작하는 800°C에서 1000°C 까지 열처리 하는 동안에 감지되는 상은 오직 YAG 결정인 것을 알 수 있다. 그러므로 보다 높은 온도에서 무정형의 산화알루미늄(Al₂O₃)과 반응하여 YAG를 형성하는 과정에서 YAP(YAlO₃) 또는 YAM(YAl₄O₉)과 같은 중간상이 나타나는 다른 습식 화학적인 방법⁸⁾과 비교하여 본 연구에서 적용한 솔-젤 공정은 무정형 출발 물질로부터 중간상이 나타나지 않고 직접 YAG로의 결정화가 이루어지는 것을 알 수 있었으며, 이러한 이유는 기존 공정과 비교하여 보다 높은 양이온이 균질하게 혼합되어 있기 때문이라 사료된다.

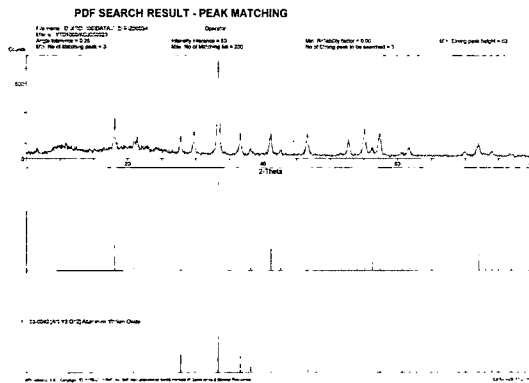


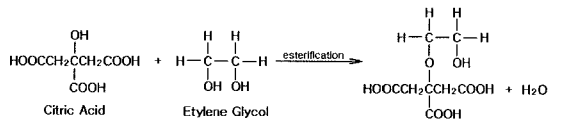
Fig. 4. XRD pattern of YAG calcined at 1000°C.

3.2. YAG 산물 입형 및 입도 제어

Fig. 5는 금속이온 : 구연산 몰비 1:3으로 구성된 출발 용액을 85°C로 솔-젤 반응을 진행시킨 후, 180°C에서 건조 가열하여 각각의 온도별로 소성하여 제조된 YAG의 전자현미경 사진을 보여주고 있다. 이 결과에 의하면 전반적으로 본 소성조건에서 형성된 YAG는 불규칙한 형태의 크기가 50 μm 이상인 조각들로 이루어져 있다. 800°C에서 소성된 YAG는 일부 조각 표면에 균열이 존재하는데, 이는 구연산염에 기인하는 유기물의 분해로 발생한 균열이 그대로 잔류하기 때문이라 사료된다. 소성온도 800°C에서 얻어진 산물과 비교하여 소성온도가 900-1000°C로 증가함에 따라 얻어진 YAG 조각들의 표면은 비교적 매끄러워지나 큰 차이는 보이지 않는다. 따라서 YAG의 입도를 균일화하는 연구를 수행하였다.

3.2.1. 에틸렌글리콜 첨가에 의한 입형 고찰

Pechini는 구연산과 에틸렌글리콜로부터 얻어진 고분자 출발물질을 통하여 간단하게 분말을 제조하는 연구를 수행하였다.⁹⁾ 이러한 결과로부터 구연산은 여러 양이온과 킬레이트(chelate) 반응을 하는데, 이 과정에서 에틸렌글리콜이 존재하면, 킬레이트화합물이 에틸렌글리콜과 반응하여 유기 에스테르(organic ester)와 물이 형성되는 것을 알 수 있었다.



이들 혼합물이 가열되면, polyesterification이 일어나고 균질한 솔이 제조되는데, 솔에서 금속 이온들은 유기 매질 전체에 균질하게 분포하게 된다.⁹⁾ 이후 연속적인 솔-젤 반응에 의하여 얻어진 고체 레진을 잔존하

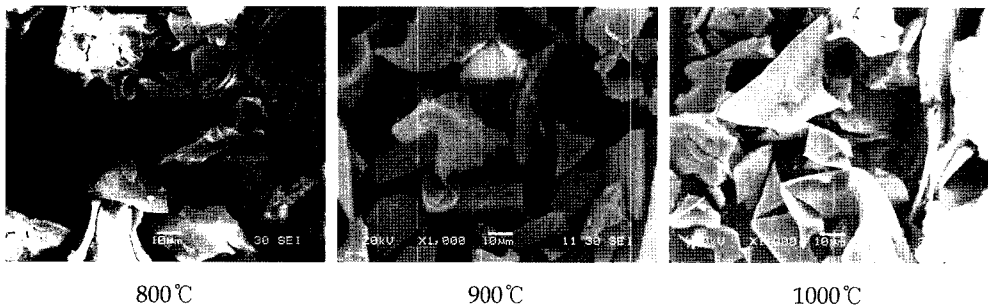


Fig. 5. SEM of YAG calcined from gel powder at different temperature.

는 유기물이 제거되도록 온도를 올려 가열시키면 열분해에 의하여 원하는 화학양론적 화합물이 형성된다. Perovskite 분말 제조공정에서 중간물인 레진에 대한 유기물 비(CA/EG)의 효과에 대한 연구들이 수행되었다.¹⁰⁾ 실제로 구연산과 에틸렌글리콜 사이에서 polyester의 형성은 중간체인 레진을 형성하는데 결정적인 인자라는 것이 알려졌다. 그러므로 본 연구에서는 솔-젤 및 소성을 통하여 제조되는 금속산화물의 입형 제어에 널리 이용되는 에틸렌글리콜 첨가에 따른 YAG의 입형 변화에 대하여 고찰하였다.

Fig. 6은 금속이온 : 구연산 몰비 1:3에서 구연산에틸렌글리콜 몰 비를 변화시키면서 솔-젤 반응 후, 400°C에서 열처리 된 젤 분말을 1200°C에서 소성하여 얻은 YAG의 SEM 사진이다. 이 결과에 의하면 출발 용액에서 유기산인 구연산과 다중에스테르화(polyesterification) 반응을 일으키는 에틸렌글리콜이 존재하면 YAG 조각의 표면은 미세 입자로 세분화되는 것을 알 수 있다. 이러한 이유는 솔-젤 공정에서 구연산과 에틸렌글리콜의 중합반응을 통하여 교차 결합된 유기물은 금속 양이온들의 구성 성분을 효과적으로 가두는 수많은 작은 영역(enclosure)을 형성하며,¹⁰⁾ 각각의 작은 영역에서 형성된 구연산금속염은 소성과정을 거쳐 미세 입자화하기 때문이라 사료된다. 그리고 구연산에틸렌글리콜 몰 비(CA/EG)가 1/1.5 이하로 에틸렌글리콜 첨가량이 증가하

면 YAG 표면을 구성하는 미세 입자들의 크기가 감소하였다.

3.2.2. 계면활성제 첨가에 따른 입형 고찰

솔-젤 공정에서 에틸렌글리콜 첨가에 의하여 얻어진 YAG 형태는 약 70-80 nm 정도의 일차입자들이 응집된 불규칙한 응집체로 이루어져 있으며, 따라서 균일한 입자들의 단분산 형태의 YAG가 요구된다.

일반적으로 솔-계면활성제 시스템의 출발물질로부터 제조된 분말은 계면활성제가 없는 경우 보다 비표면적이 작는데, 이러한 비표면적의 감소는 일차입자 크기 증가와 응집현상이 감소하기 때문이며, 따라서 계면활성제의 첨가는 결정의 핵생성과 성장에 큰 영향을 미치므로 입자 형태와 크기는 적절한 계면활성제를 선택함에 따라 효과적으로 제어할 수 있다고 알려져 있다.¹⁰⁾

그러므로 본 연구에서는 YAG 산물 표면 입자들의 응집을 억제시키기 위하여 비이온성 계면활성제인 Igepal CA-630(Sigma-Aldrich, $(C_2H_4O)_n \cdot C_{14}H_{22}O$, $n=9-10$)을 사용하여 입자 특성에 대한 영향을 고찰하였다.

Fig. 7은 금속이온 : 구연산 몰비 1:3, CA/EG=1/1.5인 혼합용액에 계면활성제인 Igepal 630을 부피비 8%로 출발용액에 첨가하여 솔-젤 반응(85°C) 및 젤 건조과정(400°C)을 거쳐 얻어진 젤 분말을 1200°C로 소성하여 제조된 YAG의 SEM 사진이다. 이 결과에 의하면,

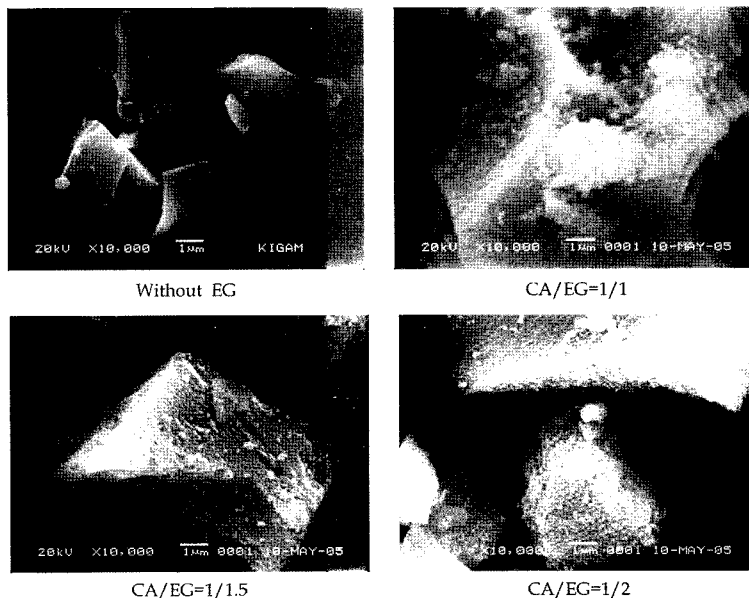


Fig. 6. SEM of YAG prepared in various CA/EG ratio and calcined at 1200°C.

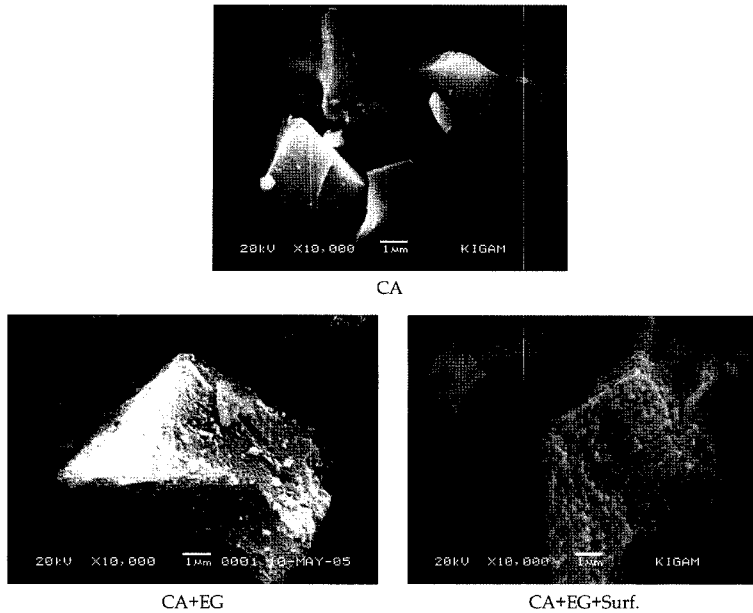


Fig. 7. SEM of YAG prepared with dispersion agent and calcined at 1200°C.

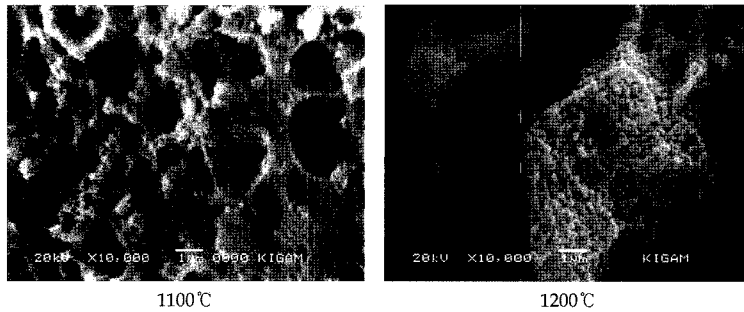


Fig. 8. SEM of YAG prepared with different calcination temperature.

계면활성제를 첨가하였을 때 YAG 조각을 구성하는 미세입자의 크기가 증가하는 것을 알 수 있다. 이러한 결과는 에틸렌글리콜 및 계면활성제의 첨가에 따라 솔-겔 반응 및 소성과정을 거쳐 얻어지는 산물 조각은 미세 입자화되며, 미세 입자들은 소결도의 증가에 따라 크기가 증가한다는 연구결과와 일치한다.¹⁾ 그러나 본 연구에서는 계면활성제의 첨가로 인한 미세 입자들의 응집체 형성을 억제하지는 못하였다.

Fig. 8은 Fig. 7과 동일 조건에서 얻어진 겔 분말을 온도에 따라 소성하여 얻은 YAG 산물의 SEM 사진을 나타내고 있는데, 소성온도가 높을수록 YAG 조각을 구성하고 있는 미세 입자들은 각각의 독립된 입자 형태를 가지며 다공 구조가 붕괴되는 것을 알 수 있었다. 이러한 결과로부터 균일 입자를 갖는 산물을 얻기 위해서는

소성 온도가 중요함을 알 수 있다. 그러므로 분쇄공정을 도입하여 겔 분말 크기를 미세화 시키면, 균질한 온도 구배에 의하여 미세 입자들로 구성되어 있는 응집체를 붕괴시킬 수 있을 것으로 사료된다.

3.2.3. 분쇄에 의한 형광체 입도 제어

본 연구에서는 솔-겔 및 건조공정을 거쳐 얻은 겔 분말로부터 균일한 YAG를 제조하기 위하여, 응집체 크기 감소와 균질 크기를 갖도록 겔 분말을 분쇄하였다. 분쇄방법은 기존의 연구경험을 바탕으로 건식분쇄방법을 택하였다.¹¹⁾ 솔-겔 공정을 거쳐 얻은 겔을 소성 전 400°C에서 열처리하였는데, 이러한 이유는 유기물이 분해되고 분말은 무정형으로 존재하는 온도이기 때문이다. 열처리된 겔 분말을 유성밀(planetary mill)을 이용하여

분쇄 포트에 젤 분말 : 분쇄용 볼을 부피비 1:2로 장입하여 300rpm으로 30분간 건식분쇄한 후, 소성온도와 소성시간을 변화시켜 YAG를 제조하여 얻은 형광체의 SEM 사진을 Fig. 9에 나타내었다. 이 결과에 의하면, 소성온도 1200°C에서 입자크기가 약 700 nm인 단분산 상태인 YAG 입자들을 제조할 수 있었으며, 소성시간이 증가함에 따라 단일 입자의 크기가 증가하는 것을 알 수 있었다. 소성온도 1200°C와 비교하여, 1300°C에서는 같은 소성시간에서 입자 크기가 증가하였으나, YAG 입자들의 분산도는 1200°C, 5시간에 비하여 좋지 않았다. Fig. 9의 결과로부터 젤 분말을 건식분쇄해도 균일한 단

분산 입자의 YAG를 얻기 위해서는 소성온도가 1200°C는 되어야 함을 알 수 있었다.

Fig. 10은 젤 분말의 분쇄공정 없이 1200°C와 1300°C에서 소성된 형광체의 SEM 사진을 나타내고 있다. 이 결과에 의하면 분쇄공정 없이 1200°C에서 소성된 형광체는 미세입자들이 응집되어 있으며, 1300°C에서 소성하였어도 응집도는 개선되지 않았으며, 따라서 솔-젤 및 소성에 의한 균일크기의 단분산 YAG 입자를 얻기 위해서는 소성 전에 젤 분말을 분쇄해야 한다는 것을 알 수 있다.

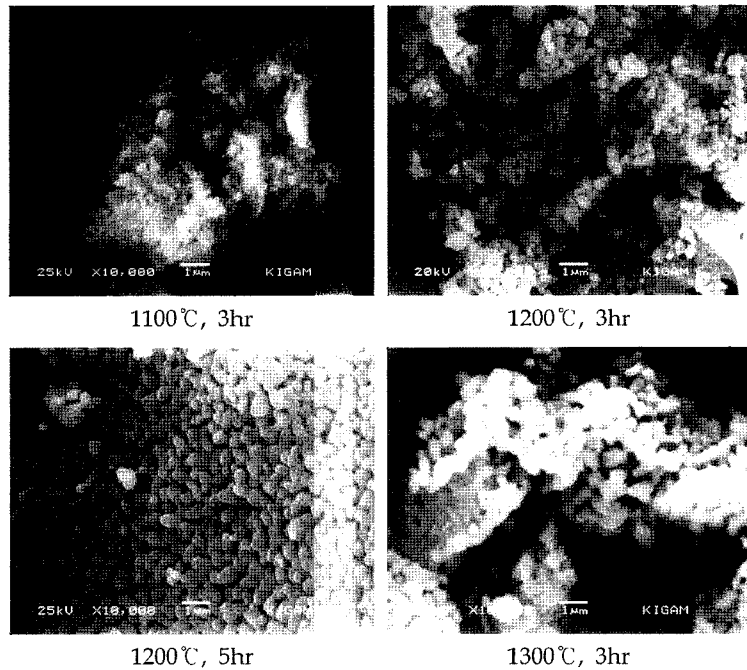


Fig. 9. SEM of YAG prepared from the milled gel powder at various calcination temperature and time.

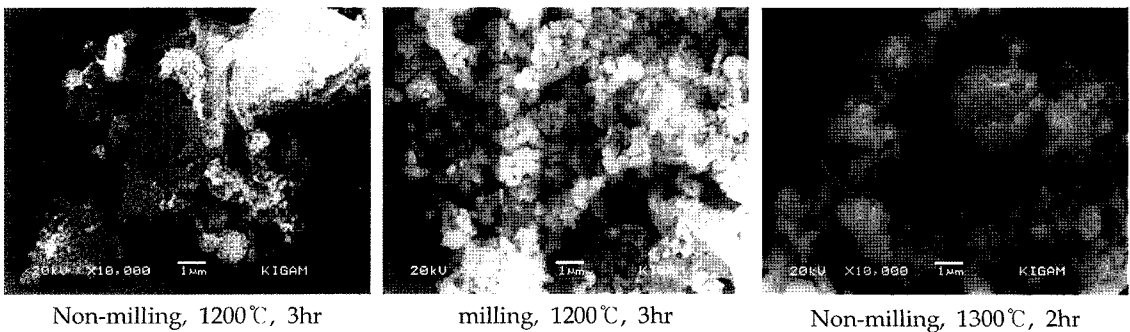


Fig. 10. SEM of the YAG prepared with calcination of different conditions.

4. 결 론

솔-젤 공정을 도입하여 단분산 균일 입도의 YAG 제조 관련 연구를 수행하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

솔-젤 공정은 반응 초기에 금속 이온들과 구연산의 킬레이트화 반응에 의하여 진행되며, 솔-젤과 열처리 과정을 거쳐 얻은 젤 분말의 열분석 결과 YAG를 얻기 위한 소성온도는 900°C 이상이 되어야 하며, 젤 분말의 소성 시 소성온도가 증가함에 따라 생성되는 YAG의 결정도가 향상되었다. 구연산을 이용한 솔-젤 반응 시 에틸렌글리콜과 계면활성제의 첨가는 YAG 조각을 구성하는 미세입자들의 부분 소결도를 증가시킴으로서 일차입자를 형성시키며 입자들의 크기를 증가시켰다. 솔-젤 및 건조공정을 거쳐 얻은 젤 분말로부터 균일한 YAG를 제조하기 위해서는 젤 분말을 분쇄하여 1200°C에서 소성하여야 하며, 소성시간이 증가함에 따라 YAG 입자의 크기가 증가하였다.

감사의 글

본 연구는 한국지질자원연구원의 기본연구사업인 「귀금속 자원 고부가가치화 복합기술 개발」에 관한 일련의 연구로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. Zhang, J. J. *et al.*, 2003 : "Synthesis of ultrafine YAG:Tb phosphor by nitrate-citrate sol-gel combustion process", *Materials Research Bulletin* 38, pp. 1249-1256.

2. Robertson, J. M., van Tol, M. W., 1980 : "Epitaxially grown monocrystalline garnet cathode-ray tube phosphor screens", *Appl. Phys. Lett.*, 37(5), pp. 471-472.

3. Hoghooghi, B. *et al.*, 1994 : "Synthesis of YAG:Cr phosphors by precipitation from aluminum and yttrium sulfate solutions", *Mater. Chem. Phys.*, 38, pp. 175-180.

4. Welker, T., 1991 : "Recent developments on phosphors for fluorescent lamps and cathode-ray tubes", *J. Lumin.*, 48/49, pp. 49-56.

5. van der Weg, W. F., van Tol, M. W., 1981 : "Saturation effects of cathodoluminescence in rare-earth activated epitaxial Y₃Al₅O₁₂ layers", *Appl. Phys. Lett.*, 38(9), pp. 705-707.

6. Choe, J. Y. *et al.*, 2001 : "Cathodoluminescence study of novel sol-gel derived Y_{3-x}Al₅O₁₂:Tb_x phosphors", *J. Lumin.*, 93, pp. 119-128.

7. Yang, W. *et al.*, 2004 : "Synthesis of Nd₂O₃ Nano Powders by Sol-Gel Auto-Combustion and their Catalytic Esterification Activity", *Materials Chemistry and Physics*, 84, Issue 1, pp. 52-57.

8. Hsu, W. T. *et al.*, 2003 : "Synthesis and luminescent properties of nano-sized Y₃Al₅O₁₂:Eu³ phosphors", *Materials Science and Engineering B104*, pp. 40-44.

9. Pechini, M. P., 1967 : "Method of preparing lead and alkaline earth titanates and niobate and coating method using the same to form a capacitor", *US Patent-3,330,697*.

10. Christel, L.-R. *et al.*, 2002 : "Synthesis of YSZ powders by the sol-gel method: surfactant effects on the morphology", *Solid State Sciences* 4, pp. 1053-1059.

11. Kim, J. S. *et al.*, 2006 : "Process Development for the Preparation of Raw and Functional Materials for IT Industries by High Grade Purification of Rare Earth Elements", *Technical Report, MOICE, 2003-R-ME11-P-01-1-1-000*.

朴 珍 泰

- 현재 한국지질자원연구원 자원활용소재연구부 선임연구원
- 당 학회지 제15권 2호 참조

金 哲 主

- 현재 한국지질자원연구원 자원활용소재연구부 선임연구원
- 당 학회지 제11권 2호 참조

尹 虎 成

- 현재 한국지질자원연구원 자원활용소재연구부 책임연구원
- 당 학회지 제11권 2호 참조

孫 廷 秀

- 현재 한국지질자원연구원 자원활용소재연구부 책임연구원
- 당 학회지 제12권 1호 참조