Journal of the Korean Crystal Growth and Crystal Technology
Vol. 25, No. 6 (2015) 272-279
http://dx.doi.org/10.6111/JKCGCT.2015.25.6.272

p-ISSN 1225-1429
e-ISSN 2234-5078

Synthesis and characterization of $Y_2O_3:Eu^{3+}$ red nano phosphor powders using RF thermal plasma

Seung-Yong Lee*,**, Sang-Man Koo**, Kwang-Taek Hwang*, Jin-Ho Kim* and Kyu-Sung Han*,†

*Icheon Branch, Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology, Icheon 17303, Korea
**Department of Chemical Engineering, Hanyang University, Seoul 04763, Korea

(Received October 28, 2015)
(Revised November 16, 2015)
(Accepted November 20, 2015)

Abstract $Y_2O_3:Eu^{3+}$ is an excellent red-emitting phosphor, which has been widely used for display devices due to highly luminescent property and chemical stability. In this study, $Y_2O_3:Eu^{3+}$ red phosphors were prepared using the solid state reaction and RF thermal plasma synthesis. The particle size of $Y_2O_3:Eu^{3+}$ phosphors obtained by the solid state reaction varied from 10 to 20 μm, and 30~100 nanometer sized $Y_2O_3:Eu^{3+}$ particles were obtained from a liquid form of raw material through RF thermal plasma synthesis without an additional heat treatment. Photoluminescence measurements of the obtained $Y_2O_3:Eu^{3+}$ particles showed a red emission peak at 611 nm ($^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$). PL intensity of red nano phosphors prepared by RF thermal plasma synthesis was comparable to that of red phosphors prepared by the solid state reaction, indicating that nano-sized $Y_2O_3:Eu^{3+}$ red phosphors could be successfully synthesized using one-step process of RF thermal plasma.

Key words $Y_2O_3:Eu^{3+}$ red phosphor, Raw material, RF thermal plasma, Solid state reaction, Photoluminescence

RF 열플라즈마를 이용한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 나노 형광체 분말 합성

이승용*,**, 구상만**, 황광택*, 김진호*, 한규성*,†

*한국세라믹기술원 이천분원, 이천, 17303
**한양대학교 화학공학과, 서울, 04763

(2015년 10월 28일 접수)
(2015년 11월 16일 심사완료)
(2015년 11월 20일 게재확정)

요 약 $Y_2O_3:Eu^{3+}$는 우수한 적색 발광 특성을 가지고 있는 형광체로 최근 고화질 디스플레이에 대한 수요가 증가함에 따라 관련 연구가 활발히 진행되고 있다. 본 연구에서는 RF 열플라즈마 합성법과 고상법을 이용하여 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체를 합성하였으며, 합성 방법에 따른 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체의 결정 구조, 미세 구조, 발광 특성의 차이를 XRD, TEM, PL 분석을 통해 비교하였다. 고상법으로 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체의 입자는 약 10~20 μm 크기를 가지는 반면, RF 열플라즈마 합성법을 통해 합성된 적색 형광체는 반응부는 약 100 nm, 필터부는 약 30 nm의 크기를 갖는 나노 형광체로 확인되었다. 합성된 모든 분말들은 PL 측정결과 611 nm($^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$)에서 발광하는 것을 확인하였으며, 결정 크기와 입도가 증가할수록 PL intensity가 증가하였다. 또한, 추가 열처리 공정이 필요 없는 one-step 공정의 RF 열플라즈마 공정을 통해 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 나노 형광체는 고상법으로 합성된 적색 형광체와 비슷한 발광 특성을 보이는 것을 확인할 수 있었다.

1. 서 론

최근 정보화의 급속한 발전에 따른 디스플레이의 고화질화를 대응하기 위하여 사용되는 소재의 응용이 다양화되고 있다. 현재 대표적인 디스플레이로는 PDP(Plasma Display Panels), FED(Field Emission Display), ELD (Electro luminescent Display), LCD(Liquid Crystal Display) 등이 있으며[1, 2], 고화질 구현을 위해서 화학적 안정성 및 고발광 휘도 특성을 가지는 미세하고 균일한 입도의 구형 나노 형광체 개발이 요구되고 있다[3, 4]. Rho 등은 ZnS : Mn 나노 형광체의 입도가 나노 크기로 점점 감소하면서 광학적 특성을 포함한 여러 가지

†Corresponding author
Tel: +82-10-9173-2260
Fax: +82-31-645-1485
E-mail: kh389@kicet.re.kr

www.kci.go.kr

물리적 특성이 크게 변화한다고 보고하였다[5]. 나노 형광체는 작은 입자 크기로 인해 전자와 정공의 재결합 거동을 효과적으로 제어할 수 있고, 형광체의 잔광 시간 감소와 더불어 발광 효율과 색도를 동시에 개선시킬 수 있는 장점이 있다[5-8]. 또한 위와 같은 나노 형광체의 미세한 입자 크기는 디스플레이로의 응용에 있어 보다 얇고 치밀한 고효율의 형광막으로 제조될 수 있어 최종적으로 디스플레이의 성능을 향상시키는데 기여할 수 있다[9].

기존에 알려진 형광체의 합성 방법은 여러 가지가 있으나, 현재 디스플레이에 사용되는 형광체 입자는 대부분 고상합성법에 의해 제조되고 있다. 고상합성법은 공정이 단순하여 대량 생산에 적합한 반면, 높은 반응 온도로 인해 분말 입도 및 형상 제어가 어려워 나노 크기의 분말을 합성하기 힘든 단점이 있다[8]. 나노 형광체 제조 방법으로는 공침법을 비롯하여 졸-겔법, 수열합성법 등의 액상합성법, 그리고 분무열분해법 등과 같은 기상합성법이 보고되고 있다[10-12]. Lee 등은 액상합성법에 의해 나노 크기의 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체 분말을 제조하였고, 합성된 분말은 구형의 형상과 치밀한 구조를 가져 우수한 발광 특성을 가진다고 보고하였다[13]. 그러나 액상합성법으로 제조된 나노 형광체도 고발광 휘도 특성을 얻기 위해서는 형광체의 결정성이 매우 중요하기 때문에 고온에서의 후열처리가 필수적이며, 이 과정에서 분말의 응집 현상을 방지하기가 매우 어렵다. 또한 기상합성법인 분무열분해법의 경우 100 nm 이하의 입도를 가지는 미세 분말 합성이 가능하여 나노 형광체 연구에 많이 사용되고 있으나, 합성된 형광체 분말의 조성이 다소 불균일하고 양산성 확보가 힘든 문제점을 가지고 있다[14, 15].

본 연구에서는 나노 입자 합성이 용이하고 대량생산 공정에도 적용 가능한 RF 열플라즈마(RF thermal plasma)를 이용하여 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 나노 형광체를 합성하였다. RF 열플라즈마 합성법은 기상, 액상, 고상의 다양한 출발 원료를 사용하여 나노 분말을 제조할 수 있으며, 10,000 K 이상의 고온 플라즈마에 의한 빠른 반응속도로 균일한 물성의 합성물을 얻을 수 있다[16-18]. 또한 플라즈마의 흐름과 동일한 축 방향으로 출발 원료를 투입하기 때문에 원료 손실이 적어, 양산성 확보가 가능하고 플라즈마의 분위기 제어를 통해 원하는 입도 및 결정 구조 등의 물성을 얻기 쉬운 장점을 가지고 있다. 본 연구에서는 합성법을 이용한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 나노 형광체 합성 공정을 최적화하였고, 고상합성법으로 제조된 마이크로 크기의 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 형광체의 특성과 비교분석하였다.

2. 실험 방법

2.1. RF 열플라즈마 장비 구성

본 연구에서 적색 나노 형광체 합성에 사용된 RF 열플라즈마(RF thermal plasma, TDU-30, Tekna) 장비의 모식도를 Fig. 1에 나타내었다. RF 열플라즈마 합성공정은 고온, 고활성 및 초급냉의 특징을 가지고, 다양한 출발 원료를 사용 가능하며, 연속적인 대량 생산이 가능한 공정이다. RF 열플라즈마 합성장치는 플라즈마 토치(Torch), 반응관(Reactor), 사이클론(Cyclone), 필터부(Filter)로 구성되며, 플라즈마를 거쳐서 합성된 분말은 입도에 따라 반응관, 사이클론, 필터부에 포집된다. 플라즈마를 발생시키는데 사용되는 central gas와 출발 원료

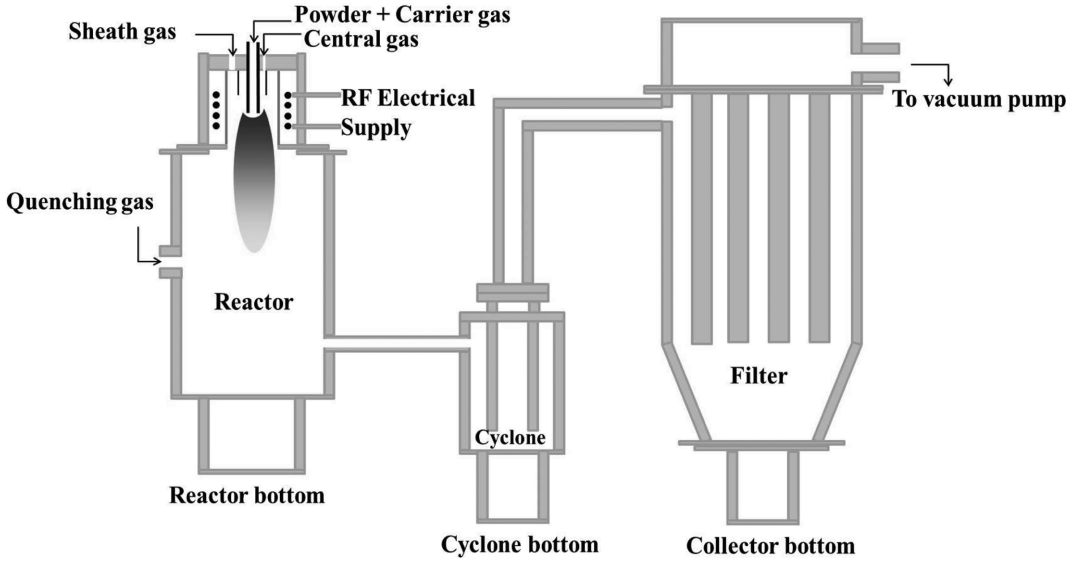

Fig. 1. Schematic diagram of RF thermal plasma system.

www.kci.go.kr

를 분사시키는 dispersion gas로 고순도 아르곤(Ar, 99.999 %)을 사용하였으며 sheath gas로는 고순도 아르곤(Ar, 99.999 %)과 고순도 산소(O_2, 99.999 %)를 혼합 사용하여 실험을 진행하였다.

2.2. $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체의 합성

RF 열플라즈마 공정을 이용하여 $Y_2O_3:Eu^{3+}$를 합성하기 위해 출발 원료로 Yttrium nitrate hexahydrate($Y(NO_3)_3\cdot 6H_2O$, Aldrich)를 사용하였고, activator로는 Europium nitrate pentahydrate($Eu(NO_3)_3\cdot 5H_2O$, Aldrich)를 사용하였다. Eu의 농도는 0.05 mol%로 고정하였으며, 500 mL의 용기에 200 mL의 에탄올을 용매로 사용하여 10분 동안 교반시켜 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 합성을 위한 액상 원료를 제조하였다. 제조된 액상 원료는 suspension 펌프를 통하여 고온의 플라즈마로 주입되었으며, 플라즈마의 출력, 반응관의 압력, 출발 원료의 주입속도 등 자세한 실험조건을 Table 1에 나타내었다.

RF 열플라즈마 공정으로 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$의 특성 비교를 위하여 고상합성법을 이용하여 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 형광체를 합성하였다. 고상합성법을 이용하여 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 형광체를 제조하기 위해 출발 물질로 Y_2O_3(99.9 %, Aldrich), Eu_2O_3(99.95 %, Aldrich)을 사용하였으며 RF 플라즈마 합성 공정과 동일하게 0.05 mol%의 Eu를 첨가하였다. 출발 원료는 Ball mill을 이용하여 혼합되었으며, 혼합된 원료는 air 분위기에서 5°C/min의 승온 속도로 800~1400°C까지 온도 범위에서 2시간 동안 열처리하였다.

Table 1
Experimental conditions of RF thermal plasma synthesis

Precursor	$(Y_{0.95}Eu_{0.05})_2O_3$
Plasma power	15 kW
Central gas (Ar)	20 slpm
Sheath gas (Ar/O_2)	50 slpm/40 slpm
Dispersion gas (Ar)	5 slpm
Pressure	9 psi
Feeding rate	10 ml/min

합성된 형광체 분말 입자들의 결정 구조를 분석하기 위하여 X-ray diffraction(XRD, D/MAX2500VL/PC, Rigaku)을 이용하였다. 형광체 분말의 입자 형상 및 입도 분포는 FE-SEM(JSM-7001F, JEOL)과 TEM(Tecnai G2 F30 S-Twin, AP Tech)을 이용하여 분석하였으며, 비표면적은 BET(BelsorpII mini, BEL) 측정을 통해 분석하였다. 형광체 분말의 발광 특성은 Xenon lamp를 내장한 spectrofluorometer(FP-8000, JASCO)를 사용하여 254 nm의 여기 파장에서의 발광 특성을 분석하였고, 자외선 lamp(PHILIPS, TUV 4W G4T5)를 이용하여 실제 발광 거동을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2(a)은 고상합성법을 이용하여 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체의 X-ray 회절 분석 결과이다. 주 결정면이 (211), (222), (400), (431), (440)로 같은 입방정(cubic) 구조로 확인되었으며, 열처리 온도가 800°C에서 1400°C로 점점 증가함에 따라 XRD의 peak intensity도 크게 증가하여 합성된 적색 형광체의 결정성이 크게 향상된 것을 볼 수 있었다. 하지만 800°C와 1000°C에서 열처리한 적색 형광체 분말의 XRD 결과에서는 monoclinic상의 Y_2O_3가 다소 존재하는 것이 확인되었는데, monoclinic상 Y_2O_3의 경우 cubic상 Y_2O_3와 마찬가지로 붉은 색을 발광하는 형광체이지만 612 nm에서 발광하는 cubic상의 Y_2O_3와는 달리 624 nm에서 발광하는 것으로 보고되고 있다[13, 14, 16]. cubic상의 Y_2O_3의 발광 특성과 비교

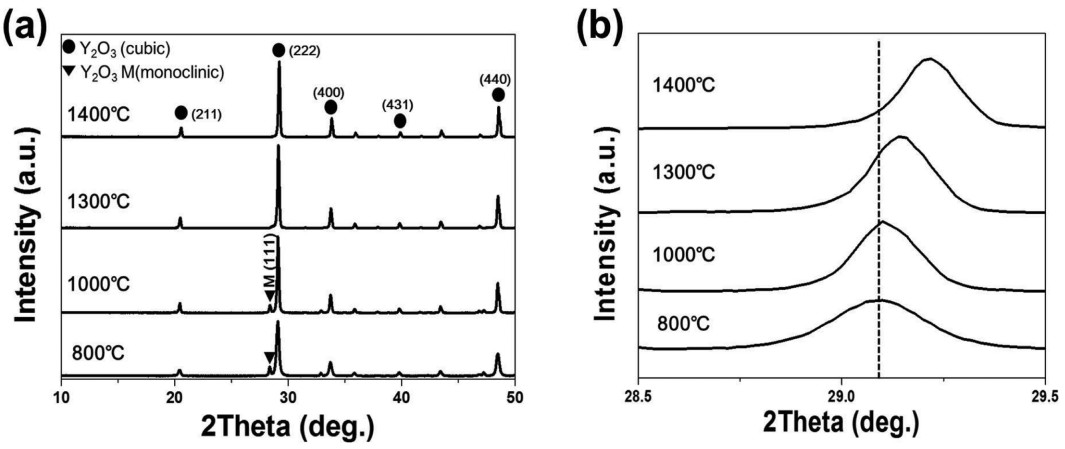

Fig. 2. (a) XRD spectra of Eu^{3+}-doped Y_2O_3 powders synthesized using the solid state reaction and (b) the magnified plot at the peak position of (222) plane.

www.kci.go.kr

Table 2
The peak positions and FWHM values of (222) plane from XRD results of Eu^{3+}-doped Y_2O_3 powders synthesized using the solid state reaction

Calcination temp.	(222) Peak position (2θ)	FWHM of (222) peak
800°C	29.06	0.258
1000°C	29.09	0.167
1300°C	29.14	0.153
1400°C	29.21	0.146

할 때 monoclinic상 Y_2O_3의 발광 색도가 순수한 적색에 더 가까워서 색의 순도적인 측면에서는 더 좋을 수 있으나, 발광 휘도 자체가 cubic상의 Y_2O_3보다 매우 낮아 실용적인 측면에서 문제점이 있다. Fig. 2(b)와 Table 2에 (222)면의 XRD peak position 변화와 full-width half-maximum(FWHM) 값을 나타내었다. 고상합성법으로 제조된 형광체 분말은 열처리 온도가 증가함에 따라 (222)면의 2θ 값이 점점 고각으로 이동함과 동시에 FWHM 값이 감소하는 것을 확인 할 수 있었다. 이는 고상법으로 합성된 분말의 경우 결정자 크기와 결정성 사이에 정비례 관계가 성립되지는 않지만 후 열처리 온도가 증가함에 따라 결정자의 크기 증가가 입자의 결정성 증가에 기인하였다고 판단할 수 있다[19].

Fig 3(a)에 RF 열플라즈마 공정을 이용하여 합성된 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 적색 형광체의 X-ray 회절 분석 결과를 나타내었다. 분석된 형광체 분말은 각각 반응부와 필터부에서 포집되었다. 필터부에서 포집된 형광체 분말은 2차상이 존재하지 않는 cubic 단일상만 확인되었으나, 반응부에서 포집된 형광체 분말은 출발 원료인 yttrium nitrate상이 남아 있는 것으로 확인되었다. 플라즈마 합성 후 입도 차이에 따라 포집 위치가 틀려지는데 비교적 입도 큰 것은 반응부에 포집되고 미세 나노입자는 사이클론을 거쳐 필터부에 포집된다. 따라서 반응부에 포집된

Table 3
The peak positions and FWHM values of (222) plane from XRD results of Eu^{3+}-doped Y_2O_3 powders synthesized using RF thermal plasma synthesis

	(222) Peak position (2θ)	FWHM of (222) peak
Reactor	29.03	0.196
Filter	28.99	0.223

분말은 출발 원료가 플라즈마를 통과하면서 완전한 기화되지 못하고 비교적 입자가 큰 형광체가 반응부 하단에서 회수된 것으로 판단된다. Fig. 3(b)와 Table 3은 RF 열플라즈마 공정으로 합성된 (222)면의 XRD peak position 변화와 FWHM값을 보여준다. 고상합성법으로 제조된 형광체 분말과 달리 (222)면의 XRD peak이 저각 쪽으로 이동함과 동시에 FWHM 값은 고상합성법으로 제조된 형광체 분말을 1000°C 이하에서 열처리한 시료의 FWHM 값과 비슷한 것이 확인되었다. 이는 RF 열플라즈마를 이용여 합성된 나노 크기의 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 분말의 경우 Eu^{3+} 이온반경(0.95 Å)과 Y^{3+} 이온반경(0.90 Å)의 차이에 따라 이온 반경이 큰 Eu 이온이 모체인 Y 자리에 치환되면서 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ (222)면의 peak이 저각으로 이동을 확인 할 수 있었다. 이는 격자상수와 면 간격이 증가 때문인 것으로 판단된다[19, 20].

Fig. 4는 고상법으로 합성된 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 분말의 SEM 이미지를 보여준다. 대체적으로 입자의 크기는 불균일한 형상을 보이며, 열처리 온도의 증가함에 따라 입자가 성장하는 것을 확인 할 수 있었다. 1300°C에서 열처리된 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 분말의 1차 평균 입자 크기는 약 5~10 μm 정도로 관찰되었으며, 1400°C에서 열처리된 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 분말의 경우 입자의 응집 현상이 다소 확인되었다. Table 4는 고상합성법으로 제조된 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 분말의 비표면적을 측정한 결과이다. BET 측정 결과 열처리 온도가 800°C에서 1400°C로 증가함에 따라 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 분

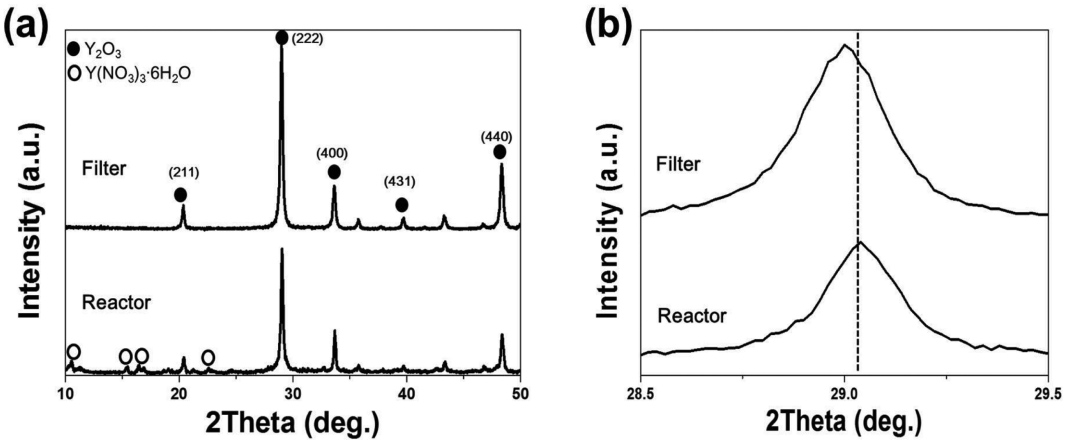

Fig. 3. (a) XRD spectra of Eu^{3+}-doped Y_2O_3 powders synthesized using RF thermal plasma synthesis and (b) the magnified plot at the peak position of (222) plane.

www.kci.go.kr

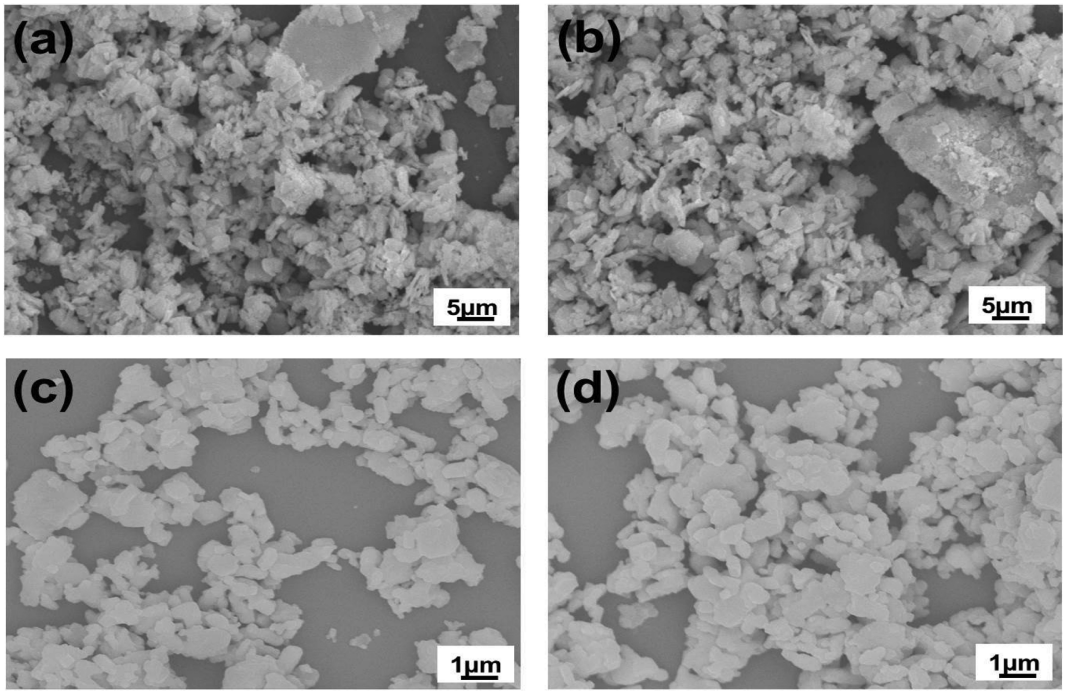

Fig. 4. FE-SEM images of $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ particles synthesized using the solid state reaction after the calcination at (a) 800°C, (b) 1000°C, (c) 1300°C, (d) 1400°C.

Table 4
BET specific surface area of Eu^{3+}-doped Y_2O_3 particles synthesized using the solid state reaction

Calcination temp.	BET surface area (m^2/g)
800°C	9.80
1000°C	5.68
1300°C	4.15
1400°C	2.78

말의 비표면적은 9.8 m^2/g에서 2.7 m^{-2}/g로 감소하였으며, 이는 SEM 이미지로 관찰한 미세 구조와 일치하는 경향임을 확인할 수 있었다.

Fig. 5와 Table 5는 각각 RF 열플라즈마 공정으로 합성된 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 분말의 TEM 이미지와 비표면적을 측정한 결과이다. 합성된 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 형광체 입자는 대체적으로 균질한 입도 분포의 구형 입자임을 관찰할 수 있었고 반응부에서 포집된 입자는 약 100 nm, 필터부에서 포집된 입자는 약 30 nm 이하의 나노 입자로 확인되었다. 반응부와 필터부에서 포집된 $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ 나노 입자

Table 5
BET specific surface area of Eu^{3+}-doped Y_2O_3 particles synthesized using RF thermal plasma synthesis

	BET surface area (m^2/g)
Reactor	13.18
Filter	42.08

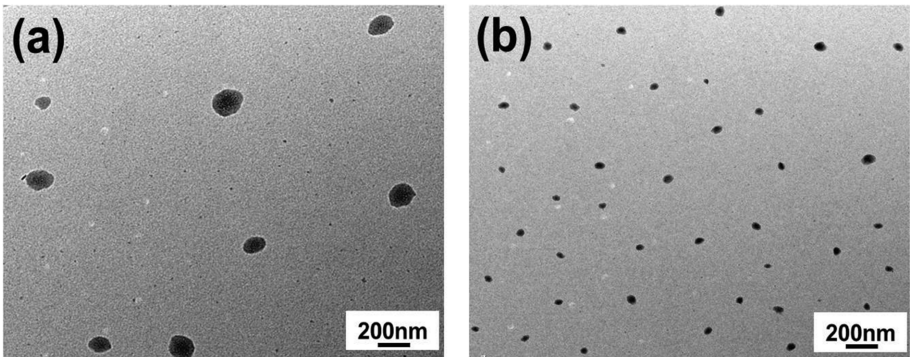

Fig. 5. TEM images of $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ particles synthesized using RF thermal plasma synthesis, collected from (e) reactor bottom, (f) filter part.

www.kci.go.kr

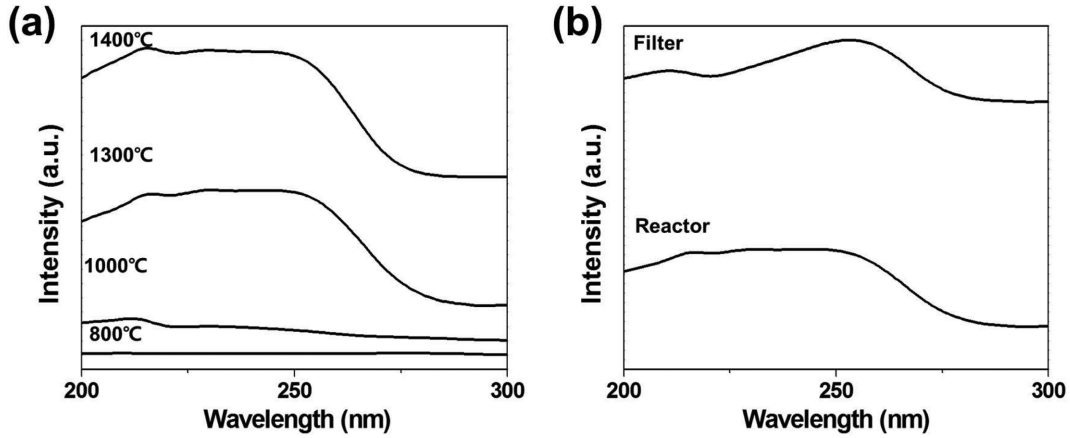

Fig. 6. PL excitation spectra of $Y_2O_3:Eu^{3+}$ powders synthesized using (a) the solid state reaction and (b) RF thermal plasma synthesis.

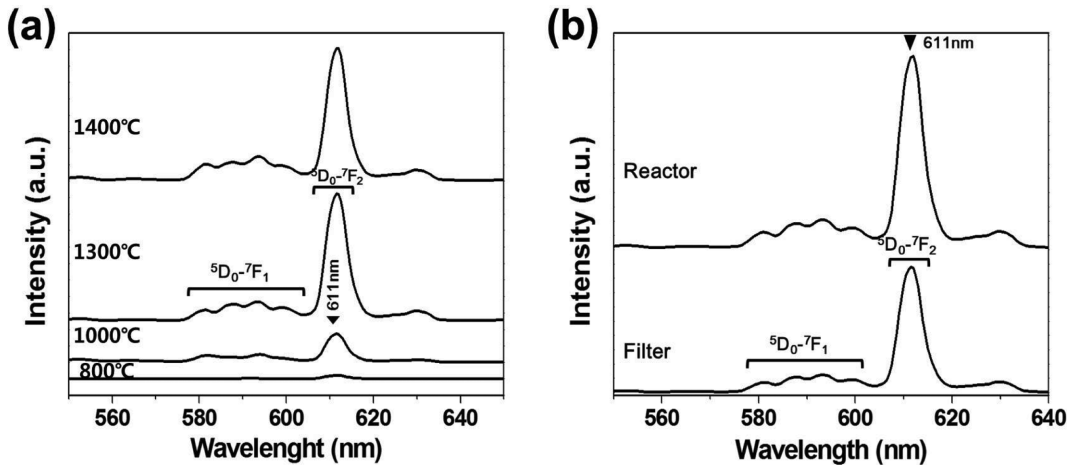

Fig. 7. PL emission spectra of $Y_2O_3:Eu^{3+}$ powders synthesized using (a) the solid state reaction and (b) RF thermal plasma synthesis.

의 비표면적은 각각 13.18 m^2/g과 42.08 m^2/g으로 필터부에서 포집된 입자가 반응부에서 포집된 분말보다 미세한 것으로 확인되었다. 일반적으로 결정 입자의 크기가 크고 균일한 입도 분포를 갖거나 혹은 입자의 표면 형상이 구형에 근접한 형광체 분말의 경우에 형광 세기가 증가하는 것으로 보고된 바 있는데[19], RF 열플라즈마 공정으로 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체는 균일한 입도 분포와 구형의 형상을 보이고 있어 좋은 발광 특성을 가지고 있을 것이라 판단된다.

고상합성법과 RF 열플라즈마 공정으로 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말의 여기 파장 254 nm에서의 PL spectra 측정 결과를 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 6(a)와 6(b)의 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체 여기 스펙트럼은 212~277 nm의 넓은 범위에서 합성 방법에 상관없이 비슷한 여기 스펙트럼 범위를 확인하였다. 즉, 발광 peak는 독립된 상태의 Eu 에너지 준위가 Eu^{3+} 이온의 excited $^5D_0$에서 ^7F_J(J = 0, 1, 2, 3, 4) 로의 천이(transition)에 대응되었다고 판단된다[13-19]. Fig. 7은 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체 분말의 발광 스펙트럼 분석 결과를 보여준다. 두 가지 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말 모두 611 nm에서 최대 발광 피크를 나타내고 있으며, 이는 Eu^{3+} 이온에 의한 $^5D_0$-$^7F_2$ 전이의 전기 쌍극자 전이(electric dipole transition, J = 2)에 의한 것으로 판단된다. Eu^{3+} 이온에 의한 $^5D_0$-$^7F_2$ 전이의 자기 쌍극자 전이(magnetic dipole transition, J = 1)는 587 nm, 593 nm, 그리고 599 nm의 피크에서 작게 나타나고 있다[21]. 고상합성법으로 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말은 열처리 온도가 증가할수록 발광 세기가 증가하는 것이 확인되었다. RF 열플라즈마 공정으로 합성한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말은 입자가 미세화 됨에 따라 발광세기가 증가하는 것을 확인하였고, 포집된 분말들은 고상합성법으로 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말과 비슷한 발광 세기를 보이는 것을 확인하였다. 이는 열플라즈마 공정에 의해 Eu^{3+}가 모체와 완전히 합성되어 높은 발광 효과를 보이는 것으로 판단되며, Fig. 8의 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말을 자외선 조사 후 관찰 한 결과에서도 확인할 수 있었다. 고상합성법으로 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말은 1000°C 이하에서 열처리

www.kci.go.kr

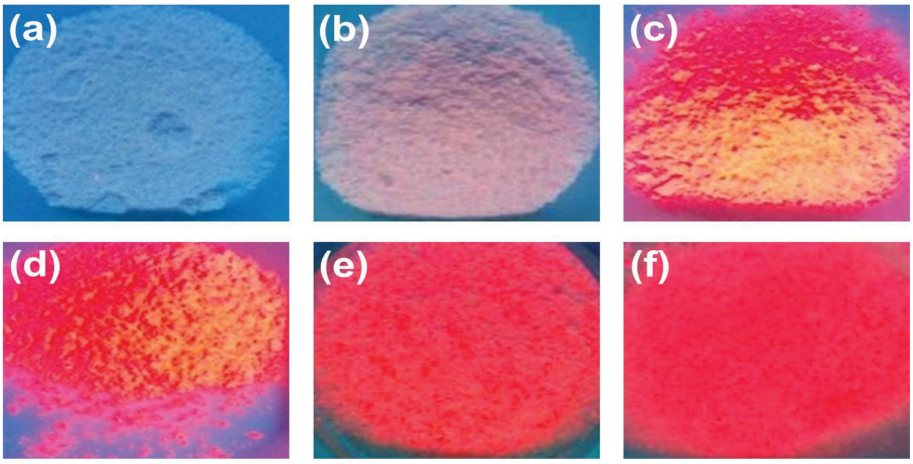

Fig. 8. Optical images $Y_2O_3:Eu^{3+}$ powders prepared using the solid state reaction after the calcination at (a) 800°C, (b) 1000°C, (c) 1300°C, (d) 1400°C, and prepared using RF thermal plasma synthesis, collected from (e) reactor bottom, (f) filter part.

되었을 경우 적색 발광을 거의 하지 않지만(Fig. 8(a), Fig. 8(b)), 1300°C 이상의 온도로 열처리된 경우 적색으로 발광하는 것을 볼 수 있었다(Fig. 8(c), Fig. 8(d)). RF 열플라즈마 공정으로 합성한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말의 경우 반응부(Fig. 8(e))와 필터부(Fig. 8(f))에서 포집된 약 30~100 nm 크기의 나노 입자와 고상합성법으로 제조된 마이크로 크기의 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말은 육안으로 관찰시 비슷한 적색 발광도를 보이는 것을 관찰할 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 RF 열플라즈마 합성법을 이용하여 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 나노 형광체를 합성 가능성을 확인하였고 고상합성법으로 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체 분말과 비교하였다. 고상합성법으로 제조된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체는 1000°C 이하의 열처리 온도에서 적색 발광 특성을 저하시키는 monoclinic Y_2O_3가 관찰되었으나, 열처리 온도가 증가됨에 따라 Cubic Y_2O_3의 단일상이 확인되었다. RF 열플라즈마 공정으로 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 나노 형광체의 경우 필터부에서 포집된 입자는 Cubic Y_2O_3의 단일 상임을 확인하였고, 반응부에서 포집된 입자에서는 플라즈마 내에서 완전히 기화가 되지못한 yttrium nitrate가 다소 존재함이 확인되었다. 고상법으로 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말은 불균일한 형상의 마이크로 크기의 입자임에 비해, RF 열플라즈마 공정으로 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말은 포집위치에 따라 반응부는 약 30 nm, 필터부에서는 약 100 nm 이하의 구형의 나노 입자로 확인되었다. 합성된 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 형광체는 모두 611 nm의 가시광역 영역에서 적색 발광 특성을 가지는 것을 확인하였다. 또한 RF 열플라즈마 공정으로 합성된 적색 나노 형광체는 고상합성법으로 제조된 마이크로 크기의 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 분말과 비슷한 발광 세기를 보여, 대량 생산이 가능하고 추가 열처리 공정이 필요 없는 RF 열플라즈마를 이용한 $Y_2O_3:Eu^{3+}$ 적색 나노 형광체 합성공정의 가능성을 확인하였다.

References

[1] Y. Sun, L. Qi, M, Lee, B.I. Lee, W.D. Samuels and G.J. Exarhos, "Photoluminescent properties of $Y_2O_3:Eu^{3+}$ phosphors prepared via urea precipitation in non-aqueous solution", J. Lumin. 109 (2004) 85.
[2] V.A Bolchouchine, E.T Goldburt, B.N Levonovitch, V.N Litchmanova and N.P Sochtine, "Designed, highly-efficient FED phosphors and screens", J. Lumin. 87 (2000) 1277.
[3] S.V. Zaitsev, Yu.V. Yermolayeva, A.N. Gruzintsev, E.A. Kudrenko, I.I. Zverkova, O. Bezkrovnyi, A.V. Tolmachev and G.A. Emelchenko, "Geometry effect on spontaneous emission decay in nano-sized Y_2O_3-Eu^{3+} particles", J. Opt. Mater. 37 (2014) 714.
[4] W.F. Chen, Y.P. Tong, Y. Liu, M. Liu, Y.C. Lin, B. Gong, Z.S. Cai and X.L. Zhong, "Facile synthesis and luminescent properties of $Y_2O_3:Eu^{3+}$ nanophosphors via thermal decomposition of co-crystallized yttrium europium propionates", Ceram. Int. 39 (2012) 3741.
[5] H.S. Roh, C.H. Lee, H.S. Yoon, Y.C. Kang, H.D. Park and S.B. Park, "Spherical-shaped $Zn_2SiO_4:Mn$ phosphor particles with $Gd^{(3+)}/Li^{(+)}$ codopant", Korean Chem. Eng. Res. 40 (2002) 752.
[6] Y.H. Wang, Y.Y. Zuo and H. Gao, "Luminescence properties of nanocrystalline $YVO_4:Eu^{3+}$ under UV and VUV excitation", Mater. Res. Bull. 41 (2006) 2147.
[7] L.P. Li, M.L. Zhao, W.M. Tong, X.F. Guan, G.S. Li and L.S. Yang, "Preparation of cereal-like $YVO_4:Ln^{3+}$ (Ln=Sm, Eu, Tb, Dy) for high quantum efficiency photoluminescence", Nanotechnology 21 (2010) 19.
[8] Y.H. Zhou and J. Lin, "Morphology control and luminescence properties of $YVO_4:Eu$ phosphors prepared

www.kci.go.kr

by spray pyrolysis", Opt. Mater. 27 (2005) 1426.
[9] S.M. Hwang, J.B. Lee, S.H. Kim and J.H. Ryu, "A review on inorganic phosphor materials for white LEDs", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 20 (2012) 233.
[10] Z.Y. Hou, P.P. Yang, C.X. Li, L.L. Wang, H.Z. Lian, Z.W. Quan and J. Lin, "Preparation and luminescence properties of $YVO_4 : Ln$ and $Y(V, P)O_4 : Ln$ ($Ln=Eu^{3+}$, Sm^{3+}, Dy^{3+}) nanofibers and microbelts by sol-gel/electrospinning process", Chem. Mater. 20 (2008) 6686.
[11] X.C. Wu, Y.R. Tao, C.Y. Song, C.J. Mao, L. Dong and J.J. Zhu, "Morphological control and luminescent properties of $YVO_4 : Eu$ nanocrystals", J. Phys. Chem. B 110 (2006) 15791.
[12] A. Huignard, V. Buissette, G. Laurent, T. Gacoin and J.P. Boilot, "Synthesis and characterizations of $YVO_4 : Eu$ colloids", Chem. Mater. 14 (2002) 2264.
[13] M.H. Lee, S.G. Oh and S.C. Yi, "Preparation of Eu-doped Y_2O_3 luminescent nanoparticles in nonionic reverse microemulsions", J. Colloid Interface Sci. 226 (2000) 65.
[14] N. Vu, T.K. Anh, G.C. Yi and W. Strek, "Photoluminescence and cathodoluminescence properties of $Y_2O_3 : Eu$ nanophosphors prepared by combustion synthesis", J. Lumin. 122-123 (2007) 776.
[15] A. Konrad, T. Fries, A. Gahn, F. Kummer, U. Herr, R. Tidecks and K. Samwer, "Chemical vapor synthesis and luminescence properties of nanocrystalline cubic $Y_2O_3 : Eu$", J. Appl. Phys. 86 (1999) 3129.
[16] G. Chadeyron, R. Mahiou, M. EL-Ghozzi, A. Arbus, D. Zambon and J.C. Cousseins, "Luminescence of the orthoborate $YBO_3 : Eu^{3+}$", J. Lumin. 564 (1997) 72.
[17] J.H. Seo, M.Y. Lee and J.S. Kim "Radio-frequency thermal plasma preparation of nano-sized Ni catalysts supported on MgO nano-rods for partial oxidation of methane", Surf. Coat. Technol. 228 (2013) 91.
[18] Z. Károly, I. Mohai, Sz. Klébert, A. Keszler, I.E. Sajó and J. Szépvölgyi, "Synthesis of SiC powder by RF plasma technique", Powder Technol. 214 (2011) 300.
[19] Y.H. Chung, S.T. Park, K.W. Jang, Y.I. Lee and H.J. Seo, "Optical properties and crystal structure of Eu^{3+}-doped Y_2O_3 crystals prepared under different conditions and with different methods", J. Korean Phys. Soc. 42 (2003) 543.
[20] Y.D. Jiang, Z.L. Wang, F. Zhang, H.G. Paris and C.J. Summers, "Synthesis and characterization of $Y_2O_3 : Eu^{3+}$ phosphor by a hydrolysis technique", J. Mater. Res. 13 (1998) 2950.
[21] Y.H. Kim and J.Y. Kim, "Photoluminescent properties of red phosphor $(Y,Gd)_2O_2 : Eu$ for plasma display panel synthesized by homogeneous precipitation method", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 10 (2000) 400.

www.kci.go.kr