



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년07월11일
(11) 등록번호 10-2684358
(24) 등록일자 2024년07월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01F 17/218 (2020.01) C01F 17/206 (2020.01)
(52) CPC특허분류
C01F 17/218 (2022.01)
C01F 17/206 (2022.01)
(21) 출원번호 10-2022-0020633
(22) 출원일자 2022년02월17일
심사청구일자 2022년02월17일
(65) 공개번호 10-2023-0123656
(43) 공개일자 2023년08월24일
(56) 선행기술조사문헌
CN104445354 A*
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
국립목포대학교산학협력단
전라남도 무안군 청계면 영산로 1666
(72) 발명자
이상진
전라남도 목포시 남악2로22번길 10, 103동 1501호(옥암동, 한라비발디)
오복현
전라남도 목포시 중화길 25
김용현
광주광역시 광산구 수등로123번길 21, 103동 404호(수완호반베르디움1차)
(74) 대리인
김정현

전체 청구항 수 : 총 2 항

심사관 : 최문정

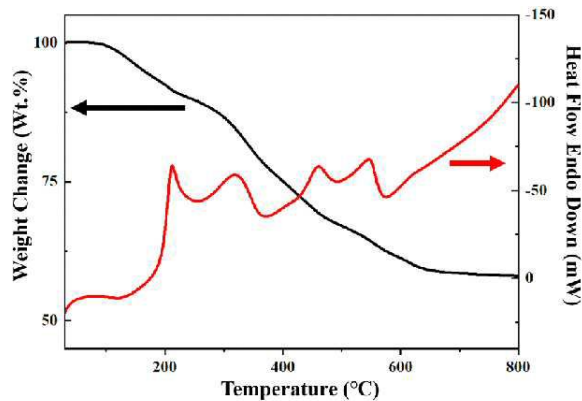
(54) 발명의 명칭 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 글리세린 수용액을 이용한 이트리아의 수열합성시 요소를 포함하여 질산이트륨의 용해도를 향상시킨 효과가 있으며; 상기 글리세린 수용액의 증류수 함량을 최적화하여 이트리아의 수열합성 효과, 이트리아 입자의 구형화 및 크기를 향상시킨 효과가 있다.

따라서 본 발명의 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법을 이용하면 소결성이 우수하여 입방정상(cubic phase)이며, 구형이며, 평균입자크기가 나노미터(nm) 사이즈인 이트리아 분말을 제조 할 수 있는 장점이 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C01P 2002/70 (2013.01)
C01P 2004/32 (2013.01)
C01P 2004/38 (2013.01)
C01P 2004/64 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020100071602 A*
CN102070178 A
CN113772712 A
Journal of Luminescence. 2009, Vol. 129,
pp.1469-1474

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1425157841
과제번호	S3041854
부처명	중소벤처기업부
과제관리(전문)기관명	한국산학연합회
연구사업명	중소기업연구인력지원(R&D)
연구과제명	지역기반 세라믹 원료-부품소재 전문인력 양성 컨소시엄
기 여 율	1/1
과제수행기관명	목포대학교산학협력단
연구기간	2021.03.01 ~ 2022.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

질산이트륨(yttrium nitrate)과 요소(urea)를 글리세린(glycerin) 수용액에 첨가하여 이트리아 전구체 졸을 제조하는 제 1 단계;

상기 이트리아 전구체 졸을 오토클레이브(autoclave)에서 160 내지 200℃의 온도에서 18 내지 26시간동안 수열 합성한 후 건조하여 이트리아 분말을 제조하는 제 2 단계; 및

상기 이트리아 분말을 공기 분위기에서 분당 2℃의 승온속도, 열처리온도 600 내지 1500℃, 및 열처리시간 2시간의 조건으로 열처리(하소)하여 이트리아 분말을 제조하는 제 3 단계;

를 포함하는 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법이며,

상기 글리세린(glycerin) 수용액은 증류수와 글리세린이 2:1 내지 4:1의 부피비로 혼합된 것을 특징으로 하는 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

제 1 항에 있어서, 상기 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 방법으로 제조한 이트리아 분말은 입방정상(cubic phase)이며, 구형이며, 평균입자크기가 나노미터(nm) 사이즈인 것을 특징으로 하는 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 희토류 산화물 중 하나인 이트리아(Y_2O_3)는 우수한 광학적, 전기적, 열적 특성을 갖기 때문에 다양한 산업응용분야에서 널리 사용된다. 특히 이트리아는 대표적인 내플라즈마 소재인 알루미늄보다 우수한 내플라즈마 특성을 가져 반도체 기술의 발전에 따라 많은 관심을 받는 소재 중 하나이다. 이트리아는 반도체 제조장비의 내벽소재로 많이 사용되는데 그 이유는 이트리아가 2425℃의 높은 융점을 가지며 2325℃의 온도에서 정방정 결정 구조로부터 육방정계 결정 구조로의 상전이(도 1 참조)가 일어나 고온에서의 안정성이 있으며 우수한 내플라즈마 특성으로 물리·화학적 침식에 강한 저항을 갖고 있기 때문이다. 이트리아는 Quartz, Al_2O_3 , ZrO_2 , BN과 SiC보다 내플라즈마성이 우수하여 반도체 산업에서 주목하는 소재이나 높은 융점으로 인한 난소결성을 가지고 있어 제조에 어려움이 있는 실정이다.

[0004] 입자의 크기가 미세할수록 소결성 향상에 도움이 되며, 입자의 형상이 구형에 가까울수록 성형시 입자간 충전률이 높아지는 장점이 있다. 따라서 구형에 가까운 나노크기의 입자로 제조하는 것이 높은 상대밀도의 치밀화된 소결체를 얻는데 유리하다. 수열합성법(hydrothermal synthesis)은 분말 입자의 형상을 조절하며 균일한 크기의 입자를 제조하는데 유리한 방법이나 용액의 끓는점 및 용해도의 차이에 따라 입자의 형상 및 크기가 민감하게 반응하므로 이를 최적화할 필요가 있다.

[0005] 본 명세서에서 언급된 특허문헌 및 참고문헌은 각각의 문헌이 참조에 의해 개별적이고 명확하게 특정된 것과 동일한 정도로 본 명세서에 참조로 삽입된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국공개특허 10-2021-0133275
(특허문헌 0002) 한국공개특허 10-2021-0129198

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명의 목적은 질산이트륨을 글리세린 수용액에서 수열합성하여 이트리아를 합성한 후 이를 열처리하므로 우수한 소결성을 가져 입방정상(cubic phase)이며, 구형이며, 평균입자크기가 나노미터(nm) 사이즈 이트리아 분말을 제조할 수 있는 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 방법을 제공하는데 있다.

[0009] 본 발명의 다른 목적 및 기술적 특징은 이하의 발명의 상세한 설명, 청구의 범위 및 도면에 의해 보다 구체적으로 제시된다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명은 질산이트륨(yttrium nitrate)과 요소(urea)를 글리세린(glycerin) 수용액에 첨가하여 이트리아 전구체 졸을 제조하는 제 1 단계; 상기 이트리아 전구체 졸을 오토클레이브(autoclave)에서 160 내지 200℃의 온도에서 18 내지 26시간동안 수열합성한 후 건조하여 이트리아 분말을 제조하는 제 2 단계; 및 상기 이트리아 분말을 공기 분위기에서 분당 2℃의 승온속도, 열처리온도 600 내지 1500℃, 및 열처리시간 2시간의 조건으로 열처리(하소)하여 이트리아 분말을 제조하는 제 3 단계;를 포함하는 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법을 제공한다.

[0012] 상기 글리세린(glycerin) 수용액은 증류수와 글리세린이 2:1 내지 4:1의 부피비로 혼합된 것을 특징으로 하며 상기 제조방법으로 제조한 이트리아 분말은 입방정상(cubic phase)이며, 구형이며, 평균입자크기가 나노미터(nm) 사이즈인 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0014] 본 발명은 글리세린 수용액을 이용한 이트리아의 수열합성시 요소를 포함하여 질산이트륨의 용해도를 향상시킨 효과가 있으며; 상기 글리세린 수용액의 증류수 함량을 최적화하여 이트리아의 수열합성 효과, 이트리아 입자의 구형화 및 크기를 향상시킨 효과가 있다.

[0015] 따라서 본 발명의 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법을 이용하면 소결성이 우수하고 입방정상(cubic phase)이며, 구형이며, 평균입자크기가 나노미터(nm) 사이즈인 이트리아 분말을 제조할 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 본 발명의 글리세린 수용액을 용매로 사용하여 제조된 이트리아 분말 전구체에 대한 열분석 결과를 보여준다.

도 2는 본 발명의 열처리 온도에 따라 형성된 이트리아 분말을 XRD로 분석한 결과를 보여준다.

도 3은 본 발명의 글리세린 수용액을 용매로 사용하여 수열합성한 이트리아를 300 내지 1000℃에서 열처리하여 제조한 이트리아 분말의 미세구조 변화를 확인한 결과를 보여준다.

도 4는 본 발명의 글리세린 수용액을 사용하여 수열합성한 후 열처리를 수행하여 제조한 이트리아 분말의 정량적인 크기를 확인한 결과를 보여준다.

도 5는 본 발명의 글리세린 용매에 포함된 증류수의 첨가량에 따른 수열합성된 이트리아 분말의 미세구조를 보여준다. 패넬(a)는 글리세린과 증류수가 35:5의 부피비로 혼합된 글리세린 수용액을 이용하여 수열합성한 결과를 보여주며; 패넬(b)는 글리세린과 증류수가 30:10의 부피비로 혼합된 글리세린 수용액을 이용하여 수열합성한 결과를 보여주며; 패넬(c)는 글리세린과 증류수가 20:20의 부피비로 혼합된 글리세린 수용액을 이용하여 수열합성한 결과를 보여주며; 패넬(d)는 글리세린과 증류수가 10:30의 부피비로 혼합된 글리세린 수용액을 이용하여 수열합성한 결과를 보여준다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0018] 본 발명은 질산이트륨(yttrium nitrate)과 요소(urea)를 글리세린(glycerin) 수용액에 첨가하여 이트리아 전구체 졸을 제조하는 제 1 단계; 상기 이트리아 전구체 졸을 오토클레이브(autoclave)에서 160 내지 200℃의 온도에서 18 내지 26시간동안 수열합성한 후 건조하여 이트리아 분말을 제조하는 제 2 단계; 및 상기 이트리아 분말을 공기 분위기에서 분당 2℃의 승온속도, 열처리온도 600 내지 1500℃, 및 열처리시간 2시간의 조건으로 열처리(하소)하여 이트리아 분말을 제조하는 제 3 단계;를 포함하는 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 제조방법을 제공한다.
- [0019] 상기 이트리아 전구체 졸은 글리세린(glycerin) 수용액에 요소를 첨가하여 질산이트륨의 용해도를 증가시켜 제조한다. 상기 이트리아 전구체 졸은 오토클레이브에서 수열합성을 수행하여 이트리아를 합성한 후 이를 세척 및 건조하여 이트리아 분말을 제조한다. 상기 수열합성은 160 내지 200℃의 온도에서 18 내지 26시간동안 수행하며 바람직하게는 180℃의 온도에서 20 내지 24시간동안 수행한다. 상기 수열합성의 조건을 벗어나게 되면 이트리아 합성에 참여하지 않은 이트리아 전구체가 잔존하게 되어 이트리아 분말의 순도가 낮아지게 된다. 상기 수열합성을 통해 제조한 이트리아는 현탁액에 존재하게 되므로 이를 건조하여 이트리아 분말을 제조한다.
- [0020] 상기 이트리아 분말은 분당 2℃의 승온속도, 열처리온도 600 내지 1500℃, 및 열처리시간 2시간의 조건으로 열처리(하소)하여 이트리아 분말을 제조한다. 상기 이트리아 분말의 열처리 온도가 600℃ 미만이면 분말의 결정성이 저하되며 열처리 온도가 1500℃를 초과하더라도 분말의 결정성이 더 향상되지 않는다. 바람직하게는 상기 이트리아 분말은 분당 2℃의 승온속도, 열처리온도 800 내지 1000℃, 및 열처리시간 2시간의 조건으로 열처리(하소)하여 이트리아 분말을 제조한다.
- [0021] 본 발명의 글리세린 수용액을 이용한 이트리아 분말의 방법으로 제조한 이트리아 분말은 입방정상(cubic phase)이며, 구형이며, 평균입자크기가 나노미터(nm) 사이즈인 것을 특징으로 한다.
- [0022] 하기에서 실시예를 통하여 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0024] **실시예**
- [0026] **1. 실험방법**
- [0027] **1) 실험재료**
- [0028] 이트리아 합성하기 위해 출발원료로 질산이트륨(yttrium nitrate hexahydrate, $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, Sigma-Aldrich, 99.8%)을 사용하였다. 용매는 글리세린(glycerin, $C_3H_5(OH)_3$, Juncei, 99%)을 사용하였으며, 이트륨염의 입자생성을 위한 침전제로 수산화나트륨(NaOH, SAMCHUN, 98%)과 요소(Urea)를 사용하였다.
- [0030] **2) 이트리아 전구체 졸의 제조**
- [0031] 먼저 이트리아를 합성하기 위한 침전제로 수산화나트륨(NaOH, 가성소다)을 사용하였다. 글리세린과 증류수가 3:1의 부피비로 혼합된 질산이트륨(yttrium nitrate) 용액(0.5M)을 제조하고 가성소다(NaOH)용액(2.5M)과 1:1로 혼합하였다. 상온에서 일정한 교반속도를 유지하면서 백색의 침전물을 확인하였고, 1시간동안 교반을 유지하여 이트리아 전구체 졸을 제조하였다.
- [0032] 이트리아를 합성하기 침전제로 UREA를 사용하였다. 글리세린에 첨가된 증류수의 영향을 확인하기 위하여 각각 증류수와 글리세린을 5:35, 10:30, 20:20, 30:10의 부피비로 혼합하였으며, 여기에 질산이트륨(yttrium nitrate) 0.01mol과 요소(Urea) 2g을 첨가시켜 이트리아 전구체 졸을 제조하였다.
- [0034] **3) 이트리아의 합성 및 열처리**
- [0035] 상기 제조된 이트리아 전구체 졸을 테프론 코팅된 오토클레이브(autoclave, 용량 40ml)에 넣고 완전히 밀봉하여

180℃의 온도에서 24시간동안 수열합성하는 방법으로 이트리아를 합성하였다.

[0036] 상기 이트리아 전구체 졸로부터 수열합성을 통해 제조된 이트리아와의 NH_3 , NO_3 와 같은 불순물 잔류 이온을 제거하기 위해 증류수로 3회 세척하였으며 최종적으로 에탄올을 사용하여 완전히 제거하였다. 상기 수열합성된 이트리아는 세척 후 건조기 내에서 80℃의 온도로 24시간 동안 완전히 건조하여 이트리아 전구체 분말을 제조하였으며 상기 이트리아 분말은 공기 분위기에서 분당 2℃의 승온속도, 열처리온도 300 내지 1000℃, 및 열처리시간 2시간의 조건으로 열처리(하소)하여 이트리아 분말을 제조하고 잔존하는 불순물을 모두 제거하였다.

[0038] 2. 실험결과

[0039] 본 발명에서는 이트리아를 수열합성하기 위한 용매로 글리세린 수용액을 사용하였으며, 오토클레이브를 사용하여 180℃의 온도에서 20시간동안 수열 합성하였으며 합성된 이트리아 분말을 완전히 건조하였다.

[0040] 도 1은 본 발명의 글리세린 수용액을 용매로 사용하여 제조된 이트리아 분말에 대한 열분석 결과를 보여준다. 100 내지 300℃ 부근에서 확인되는 질량 감소는 이트리아 분말 표면의 수분 증발 및 글리세린의 분해 때문으로 판단되며, 400 내지 600℃ 부근에서 확인되는 질량 감소는 $\text{Y}(\text{OH})_3$ 와 YOOH 의 OH기가 분해되기 때문으로 판단된다.

[0041] 도 2는 본 발명의 열처리(하소) 온도에 따라 형성된 이트리아 분말(결정)을 XRD로 분석한 결과를 보여준다. 분석결과 열처리 온도에 따라 이트리아 결정상이 발달하는 것이 확인되었으며 유의미한 이트리아 결정 피크는 OH의 분해가 종료되는 온도인 600℃ 부근에서 확인되었다.

[0042] 600℃이상의 하소온도에서는 결정성이 잘 발달된 입방정상(cubic phase)의 이트리아 분말이 확인되었으며, 불순물이나 미반응 물질은 확인되지 않았다. 이에 반하여 300℃ 부근에서는 열처리되지 않은 이트리아 분말과 열처리된 이트리아 분말이 비정질에 가까운 상태로 혼재하는 것이 확인되었다.

[0043] 도 3은 본 발명의 글리세린 수용액을 용매로 사용하여 수열합성한 이트리아를 300 내지 1000℃에서 열처리하여 제조한 이트리아 분말의 미세구조 변화를 확인한 결과를 보여준다. 수열합성 직후에는 구형이며 나노 크기를 가지는 이트리아 입자들이 서로 응집된 상태로 존재하는 것을 확인 할 수 있었으며, 열처리 온도가 증가함에 따라서 입자의 크기가 증가하는 것이 확인되었다. 열처리하지 않은 이트리아 전구체는 약하게 응집되어 있었으나, 1000℃에서 하소한 경우 이트리아 입자의 크기가 눈에 띄게 증가한 것이 확인되었으며 입자간 응집 또한 강해진 것이 확인되었다.

[0044] 도 4는 본 발명의 글리세린 수용액을 사용하여 수열합성한 후 열처리를 수행하여 제조한 이트리아 분말의 정량적인 크기를 확인한 결과를 보여준다. 크기 분석은 도 2의 XRD 결과를 사용하여 Scherrer 방정식으로 산출하였다. 상기 산출된 이트리아 분말의 평균입자크기는 450℃에서 열처리한 경우 5.27nm이었으며, 1000℃에서 열처리한 경우 46.23nm이었다. 상기 결과는 열처리 온도에 비례하여 입자의 크기가 성장한다는 것을 보여준다.

[0045] 글리세린의 점도와 끓는점(>290℃)은 다른 용매에 비하여 높은 편이다. 이에 반하여 증류수와 글리세린이 1:3 (증류수: 글리세린)의 부피비로 혼합된 글리세린 수용액의 점도와 끓는점은 순수한 글리세린에 비해 낮아 충분한 반응(수열합성)이 가능 할 것으로 생각된다. 그러나 상기 글리세린 수용액의 점도와 끓는점은 증류수와 에틸렌글리콜에 비해 높을 것이며, 글리세린을 용매로 사용하여 합성 할 경우 에틸렌글리콜로 합성된 이트리아 입자의 마찬가지로 증가된 점도로 인한 입자의 성장속도가 제어되어 구형의 입자가 생성되었을 것으로 판단된다. 정리하면 본 발명에서는 상대적으로 높은 점도와 끓는점을 갖는 글리세린 수용액에서 물질의 이동속도가 감소하여 입자성장속도가 제어되면서 수 나노크기를 갖는 구형의 이트리아입자가 합성된 것으로 보인다.

[0046] 글리세린 수용액을 용매로 사용 하는 경우 증류수의 첨가량에 따른 이트리아 입자의 차이를 확인하기 위하여 글리세린과 증류수의 부피비를 조절하여 수열합성 용매로 사용하였다.

[0047] 침전제로 사용하는 수산화나트륨(NaOH)의 경우 글리세린에 대한 용해도가 낮은 문제점이 있었다. 이에 반하여 다른 침전제로서 요소를 사용하는 경우 상대적으로 많은 비율의 글리세린 내에서도 요소의 용해도가 높은 관계로 원활하게 이트리아를 합성할 수 있었다. 따라서 본 발명에서는 요소(UREA)를 침전제로 사용하여 이트리아를 합성하였다. 합성된 이트리아는 완전히 건조하여 800℃에서 2시간동안 열처리하였다.

[0048] 도 5는 본 발명의 글리세린 용매에 포함된 증류수의 첨가량에 따른 수열합성된 이트리아 분말의 미세구조를 보여준다. 증류수가 가장 적게 첨가된 경우 침상의 미세구조를 보이는 반면에 증류수 양이 증가함에 따라 이트리아 입자의 형상은 구형에 가깝게 변화였고 증류수 첨가량에 따라 이트리아 입자의 크기가 점차 증가하는 것이

확인되었다. 증류수의 첨가량이 적을 경우 높은 글리세린의 끓는점으로 인하여 수열합성시 발생하는 증기의 양이 상대적으로 적을 것으로 판단되며 이는 오토클레이브 내부 압력감소로 이어져 수열합성의 효과가 감소하였을 것이며, 이트리아 입자가 성장하는 것에 큰 영향을 주었을 것으로 판단된다.

구형의 고상입자가 생성되기 위해서는 글리세린 용매 내에서 입자가 생성되었을 때, 생성된 입자의 표면 에너지를 줄이기 위해 고상입자가 용액내로 재용해되고 표면에너지가 낮은 구형의 입자로 재석출되면서 입자의 성장이 이루어져야 한다. 하지만 증류수의 첨가량이 가장 적게 첨가된 경우 침상의 미세구조를 가진 이트리아가 생성되는데 그 이유는 상대적으로 적은 첨가량의 증류수를 첨가한 글리세린 용액의 낮은 용해도로 인하여 높은 표면에너지를 갖는 가장자리 부분이 다시 용해되지 못하였기 때문으로 판단된다. 증류수와 글리세린의 비율에 따라 용매의 용해도 및 점도차이가 발생하였을 것이며, 글리세린의 낮은 용해도는 핵생성 및 결정성장 속도에 큰 영향을 주었을 것으로 판단된다. 이전 연구에서 서로 다른 용매에서 유전상수의 차이로 인하여 용해도가 낮은 용매에서 입자의 크기가 미세해지는 것을 확인하였는데, 이와 같이 글리세린의 낮은 용해도로 인하여 핵생성 속도와 입자성장 속도의 차이가 발생하였고, 이로 인하여 수 나노크기의 이트리아가 생성되었을 것이다. Gibbs-Thomson 관계에 의해 Ostwald ripening으로 성장하는 입자에서 글리세린의 낮은 용해도는 쉽게 과포화 상태가 되었을 것이며, 결정성장 속도에 비해 핵생성 속도가 크게 증가하였을 것이다. 이러한 이유로 글리세린 용매의 낮은 용해도 또한 미세한 크기의 이트리아가 합성되는 것에 큰 영향을 미쳤을 것으로 생각된다. 합성에 사용한 글리세린 및 증류수 첨가량이 증가함에 따라 전구체 용액의 유전상수 및 용해도는 증가하였을 것이며, 합성용액의 용해도가 증가함에 따라 이트리아 입자의 크기는 증가한 것으로 보인다.

표 1 및 표 2는 조건별로 합성된 이트리아 입자의 형상 및 크기, 응집정도를 보여준다. 열처리 온도가 높거나 증류수의 첨가량이 증가하면, 이트리아 입자크기는 증가하나 응집이 강해지는 것을 확인 할 수 있었다.

표 1

하소조건	용매조건 (증류수:글리세린, 부피비)	응집정도 (상>중>하 순으로 강한응집)	입자크기	형상
열처리 없음	3:37	하	>5nm	구형
300℃	3:37	하	>5nm	구형
450℃	3:37	하	5.2nm	구형
600℃	3:37	중	13.74nm	구형
800℃	3:37	중	25.57nm	구형
1000℃	3:37	상	46.23nm	구형

표 2

용매조건 (증류수:글리세린, 부피비)	하소조건	응집정도 (상>중>하 순으로 강한응집)	입자크기	형상
5:35	800℃	하	>5nm	침상
10:30	800℃	중	>5nm	구형
20:20	800℃	하	>10nm	구형
30:10	800℃	중	약 100nm	구형

3. 결론

본 발명에서는 글리세린을 용매로 사용하였으며 수열합성법을 통해 이트리아 분말을 합성하였다.

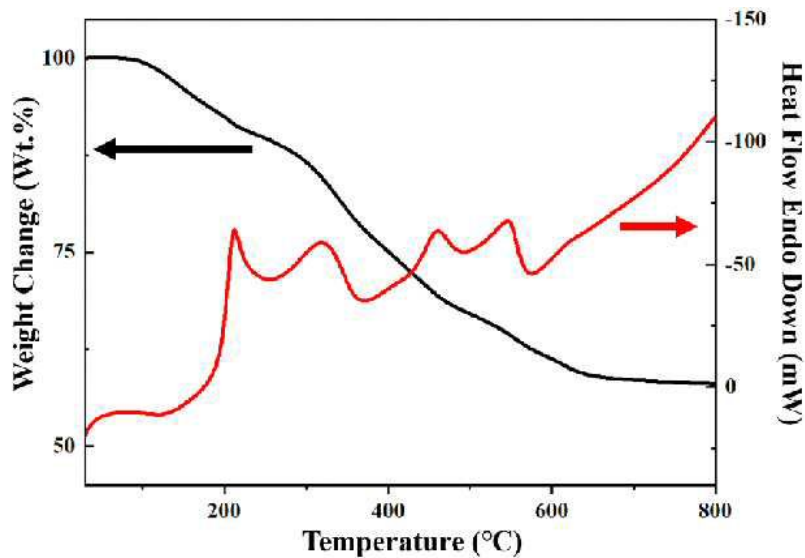
글리세린을 용매로 사용하여 합성된 이트리아 입자의 상대적으로 느린 성장속도는 표면적을 최소화하기 위해 균일한 성장을 하면서 구형에 가까운 입자를 얻을 수 있었을 것으로 예상된다.

글리세린을 용매로 사용한 경우 용액내의 증류수(H₂O)가 이트리아 입자의 형상 및 입자의 성장에 큰 영향을 주는 것으로 확인되었으며, 글리세린 용액내의 H₂O는 용액의 끓는점을 낮추어 오토클레이브 내부에서 증기의 발생으로 내부압력이 높아졌을 것이고, 상대적으로 많은 양의 증류수가 첨가되었을 때 고온 고압하에서 이트리아 입자의 성장이 가능하였을 것으로 판단된다.

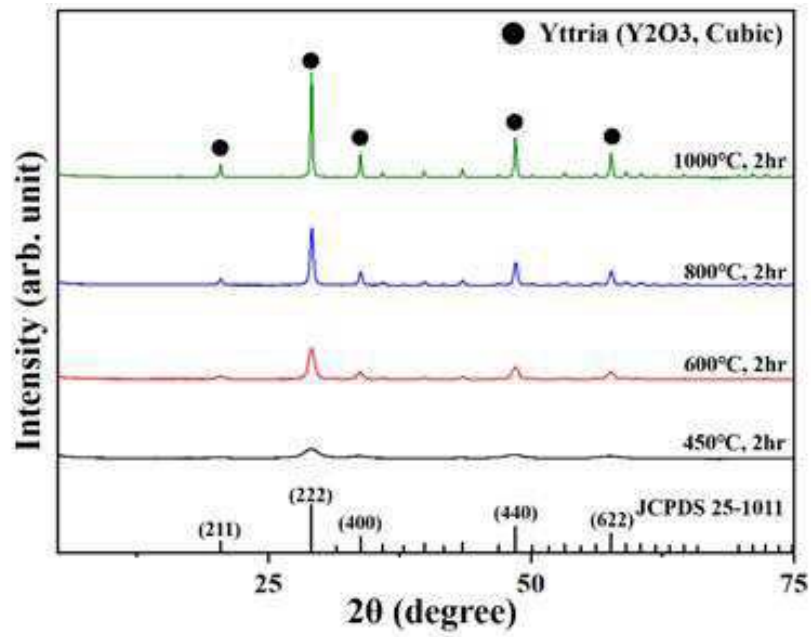
- [0059] 또한 H₂O 첨가량의 증가에 따라 용액의 유전상수가 증가하면서 용해도 또한 증가하였을 것으로 보인다. 이는 용액의 과포화도감소로 인하여 초기 핵생성속도 감소에 따라 이트리아 입자크기가 증가하는 것을 확인하였다.
- [0060] 글리세린 용매내의 H₂O의 존재는 용액의 용해도, 끓는점, 점도 등과 같은 다양한 특성에 영향을 주었을 것이며, 이로 인하여 이트리아 입자의 형상 조절이 가능하였다.
- [0061] 합성 후 열처리 공정은 이트리아 입자의 형상에 큰 영향을 주지는 못하였지만, 이트리아 입자의 크기가 열처리 온도에 따라 증가하는 경향을 보였다. 또한 결정성이 우수한 이트리아 분말 합성을 위해서는 600℃ 이상의 하소가 필요한 것으로 확인 되었다.
- [0062] 본 명세서에서 설명된 구체적인 실시예는 본 발명의 바람직한 구현예 또는 예시를 대표하는 의미이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 한정되지는 않는다. 본 발명의 변형과 다른 용도가 본 명세서 특허청구범위에 기재된 발명의 범위로부터 벗어나지 않는다는 것은 당업자에게 명백하다.

도면

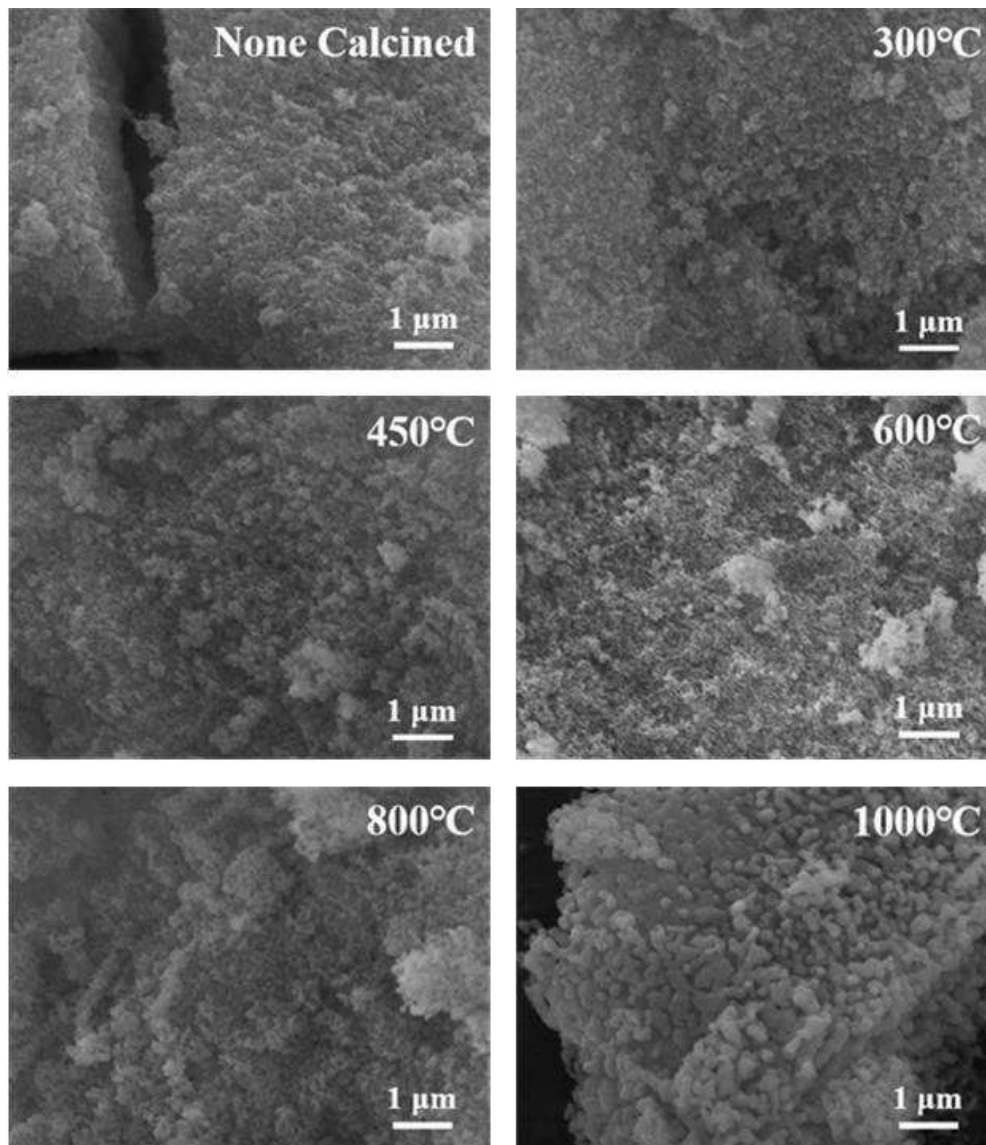
도면1



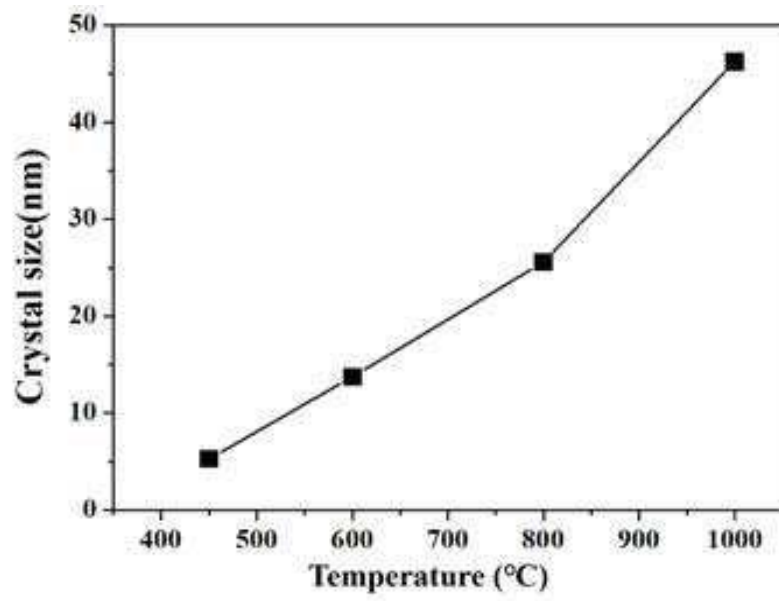
도면2



도면3



도면4



도면5

