

졸-겔반응에서 pH 및 R_w 제어를 통한 $Sr_{3-x}MgSi_2O_8:Eu_x$ ($0.01 \leq x \leq 0.1$) 형광체의 발광특성 변화

안중인^{*,**†} · 한정화 · 김창해^{*}

^{*}한국화학연구원 화학소재연구부

^{**}성균관대학교 화학과

한라대학교 신소재공학과

Change of Luminescent Properties of Phosphors Through pH and R_w Control in Sol-gel Reaction

Joong-In Ahn^{*,**†}, Cheong-Hwa Han[†] and Chang-Hae Kim^{**}

^{*}Advanced Materials Division, Korea Research Institute of Chemical Technology, YuSong Post Office,
P.O. BOX 107, Taejon 305-600, Korea

^{**}Department of Chemistry, Sungkyunkwan University, Suwon 440-746, Korea
Department of New Material Engineering, Halla University, Wonju 220-712, Korea

(2005년 5월 30일 받음, 2005년 6월 17일 최종수정본 받음)

Abstract In this paper, we describe the luminescent properties of the phosphors synthesized via sol-gel technique. When the phosphor prepared by sol-gel technique, reaction factors, such as pH condition, R_w and drying temperature affected the luminescent intensity, particle size and morphology of final product. Therefore, we attempt to control these reaction factors in order to improve the luminescent efficiency of phosphors. As a result of our study, when the acid catalyst (HCl) was used, emission intensity was higher than the case of base catalyst (NH_4OH). The product prepared at $R_w=60$ indicated the maximum intensity. As the increase of the R_w value, the particle was agglomerated and emission intensity was decreased. Finally, optimum drying temperature of gel was found to be $180^\circ C$.

Key words Sol-gel, Phosphor, $Sr_3MgSi_2O_8:Eu$, UV LED.

1. 서 론

탄소 필라멘트 백열전구로부터 시작된 조명은, 1940년대 초반 방전에 의해서 생기는 자외선이 칼슘 할로인산 형광체를 여기시켜 가시광선으로 변환시키는 형광등의 출현으로 가정용, 산업용 조명에서 매우 중요한 광원으로 주류를 이루게 되었다. 또한, 종래의 단순표시기, 문자판 등에 주로 사용되었던 가시광선 저휘도 LED(Light Emitting Diodes)에서 최근 화합물 반도체기술의 발달로 고휘도 적색, 주황, 녹색, 청색 및 백색 LED가 출현됨에 따라 총천연색, 고신뢰성, 저전력소비, 소형화 요구의 다양한 분야에서 응용이 가능하게 되었다. LED광원의 장점은 효율이 높고, 수명이 길며, 색상 및 조광제어가 용이하다는 데 있다. 특히 단색광을 요구하는 신호용 광원에 적용할 경우 80% 이상의 에너지 절약과 함께 좁은 파장대의 선명한 빛으로 시인성을 높일 수 있어 안전성 향상에 크게

기여하는 것으로 평가되고 있다.¹⁾

백색 LED의 하나로 청색발광을 하는 GaN에 YAG:Ce를 도포하는 경우, 색순도 면에서 순수한 백색이 아닌 청색 빛이 강한 백색발광을 하게 된다. 이와는 달리 장파장 자외선을 여기원으로 하는 UV chip 위에 적색, 녹색 또는 청색 발광을 하는 형광체를 도포하는 방법으로 저비용, 고효율, 우수한 색순도를 가진 백색 LED를 제조하는 것이 가능하다. 이러한 점에서 LED와 형광체를 결합시켜 새로운 형태의 LED를 개발하기 위해서는 고효율 발광의 자외선 LED 개발과 더불어 이에 도포하기에 적절하고 발광강도가 우수한 형광체의 개발이 매우 중요하다.^{2,3)}

따라서 본 연구에서는 UV LED용 형광체의 발광효율을 높이기 위해 졸-겔법을 사용하여 형광체를 제조하였다. 졸-겔법에서 용액의 겔화는 가수분해와 중합반응의 결과 일어난다. 졸 용액이 겔화가 일어나기 위해서는 금속 알콕사이드의 중합에 의해 ≡Si-O-의 결합으로부터 실리카 중합체의 생성이 필요하지만, 이와 같은 중합이 일어

[†]E-Mail : jjoongin@kRICT.re.kr

나기 위해서는 먼저 가수분해가 일어나야 한다.⁴⁾ 균일한 다성분계 겔을 제조함에 있어, 가수분해와 축합반응은 동시에 일어나며, 졸 용액이 유동성을 잃게 되면서 겔화가 일어나기 때문에, 이 두 반응은 반응 동안에 유사한 속도가 요구된다.⁵⁾ 이러한 반응들은 물과 금속알콕사이드의 비, pH 조건, 반응온도, 산이나 염기성 촉매, 출발물질의 구성이나 형태와 같은 여러 가지 반응변수들의 조절에 의해 조절될 수 있다.

가수분해반응은 용액의 산도에 따라 각각 다르게 나타난다. 산성용액에서는 가수분해반응은 급속히 일어나지만, 이 반응에 H₂O가 사용되기 때문에 가수분해 뒤에 남아 있는 Si(OR)₄분자 속에 잔류하는 OR기의 가수분해는 늦어진다. 또한 산을 촉매로 하는 용액에서 물 함유량이 적은 경우에는, 단량체가 완전히 가수분해를 받기 전에 축중합이 일어나므로 가교결합이 일어나는 비율이 작아진다.⁶⁾

염기성 용액에서는 1개의 Si(OR)₄에 대한 최초의 가수분해반응은 일어나기 힘들지만, 일단 1개의 OR이 OH로 치환되면 가수분해가 쉬워져, 나머지 OR기는 급속히 OH기로 바뀐다. 따라서 용액 속에서는 가수분해가 완료된 Si(OH)₄가 생성되는 것과 함께 전혀 가수분해 되지 않은 Si(OR)₄분자가 다량으로 남게 된다. 이렇게 되면 축중합이 가능한 부분이 4개 있고 ≡Si-O-Si-O-Si≡와 같은 결합에 짜 넣었을 때에도 측쇄에 OH가 있으므로 축중합은 3차원적으로 진행되고, 따라서 가교결합이 현저한 중합체로 된다. Keefer 등의⁷⁾ 소각 X-선 산란에 의한 연구에서는 가교결합이 많은 환을 가지는 Si-O 덩어리(cluster)가 생성되고, 이것이 모여서 겔화가 일어나는 것으로 밝혀졌다.

본 연구에서는 앞에서 언급한 것과 같이, 졸-겔반응에 영향을 미치는 여러 가지 반응 변수들을 조절함으로써 최대발광효율을 갖는 형광체를 제조하였고, 그에 따른 형광체 합성의 최적조건을 조사하였다.

2. 실험 방법

UV LED용 청색 형광체인 Sr_{3-x}MgSi₂O₈:Eu_x(0.01 ≤ x ≤ 0.1)를 졸-겔법으로 합성하고자 출발물질로 Sr(NO₃)₂, TEOS (Tetraethylorthosilicate, Si(OC₂H₅)₄), Mg(NO₃)₂와 Eu₂O₃를 사용하였다. 먼저 물비에 따른 TEOS를 에탄올에 용해시킨 후, 여기에 Sr(NO₃)₂와 Mg(NO₃)₂ 및 질산에 녹인 Eu₂O₃를 일정량의 물에 녹여 혼합하였고, 산촉매(HCl)와 염기촉매(NH₄OH)로 pH를 조절하여 합성하였다. 이때, 합성시의 불혼화와 급격한 반응을 막고, 균일한 반응으로 반응물이 완전히 섞이게 하기 위해 연동펌프를 사용하여 교반 중인 금속알콕사이드 용액에 서서히 적하시켰다. 사용용매는 반응 후 증발시킬 것이므로 겔침전이 생성되지 않을 정도의 용매량을 사용하는 것이 좋으며, 금속 알콕사이드의 알킬기와 같은 종류의 알코올 용

매를 사용하는 것이 알코올 교환반응에 의한 반응성 변화를 줄이기에 바람직하다고 알려져 있다.

위의 혼합액을 65°C의 항온조에 환류시켜 장시간 가열하여 겔을 형성시킨다. 겔화의 판정은 (1) 점도가 수백 poise, 혹은 수천 poise 이상으로 될 때, (2) 용기를 기울여도 유동이 일어나지 않을 때, (3) 레올로지적(유동학적) 측정(점도측정)에 의하여 항복치가 나타날 때 등의 방법으로 행해지는 것이 일반적이지만, 본 연구에서 용액의 겔화 시간은 용기를 기울여 유동성이 없어진 시점으로 정하였다.⁶⁾

겔 상태의 시편을 각각 80200°C의 온도범위에서 건조한 후, 800°C에서 4시간 동안 1차 열처리하여 잔류 유기물을 연소시키고, 다시 1300°C에서 3시간 환원처리 하였다. 이때 Eu³⁺이온 모두 Eu²⁺로 환원시키기 위해서 5%H₂/95%N₂가스를 사용하였다.

졸-겔법에 의해서 제조되는 형광체 분말의 특성을 조사하기 위해서 다음과 같은 분석을 수행하였다. 열처리한 시료의 결정성을 확인하기 위해서 Rigaku사의 DMAX-33 X-선 회절분석기로 X-선 회절무늬를 측정하였다. 분말의 입자크기 및 형태는 주사전자현미경(scanning electron microscopy)을 사용하여 관찰하였다. 형광체의 발광특성은 빛 발광(PL) 및 여기 스펙트럼을 제는 방전램프(xenon flash lamp)를 내장한 Perkin Elmer LS 50 spectrometer를 사용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

졸-겔법에서는 금속의 유기 및 무기 화합물 용액 중에서 화합물의 가수분해 및 축합반응에 의해 금속화합물 또는 수산화물의 미립자가 용해된 졸로 만들어진다. 이 졸이 반응이 진행됨에 따라 겔화되고, 만들어진 겔을 열처리하여 비정질, 유리, 다결정체 등이 만들어진다. 이때, 가수분해 및 축합반응은 반응의 조건에 따라 변화하기 때문에 매우 복잡하다. 촉매의 종류 및 유무, 용액의 농도, 온도 등의 조건에 따라 가수분해와 축합의 결과 생성되는 실리카 입자의 크기는 다르지만, 입자는 Si-O의 결합이 모여서 생성되는 것이며, 입자구조가 치밀하고 표면에 시라늘기 SiOH의 형태로 OH가 있다고 알려져 있다. 가수분해 및 축합반응은 온도가 높을수록 빠르게 진행되고, 또 축합과정에서 생성된 알코올이 제거되면 진행이 빨라진다. 또한, 가수분해 속도가 빨라 물이나 산을 가하면 불균질하게 반응이 진행되는 경우에는 반응을 공기 중에서 교반하여 행하여 공기중의 수분을 이용하는 경우도 있다. 이렇게 하면 용액은 수분을 서서히 흡수하여 수분이 용액 내에 균질하게 혼입된다. 따라서 수분농도가 높은 부분이 생겨서 침전이 불균질하게 생성되는 경우가 적고, 균질한 겔이 얻어지기 쉽다. 또한, 졸-겔반응에서 급속 알콕사이드를 주로 사용하는 이유는 반응성이 풍부하고, 가수분해

와 중합반응에 따라 금속-산소의 결합으로 된 중합체를 생성하기 쉽기 때문이다.⁶⁾

본 연구에서는 이러한 졸-겔반응을 이용하여 형광체를 제조할 때 R_w, pH 및 건조온도 등의 변수들이 발광특성에 어떠한 영향을 미치는지 알아보았다.

$$R_w = \frac{\text{number of moles of H}_2\text{O added}}{\text{number of moles of TEOS in the alcoholic solution}}$$

우선 R_w가 입자의 형태와 발광특성에 미치는 영향을 알아보기 위해 Table 1과 같이 금속 알콕사이드, 에탄올 및 물의 비를 조절하였다. 졸-겔반응에서 R_w는 최종생성물의 화학적인 특성에 강하게 영향을 미치며, 졸에서 겔로 변환과정 동안의 반응메커니즘도 R_w에 크게 의존한다. R_w가 요구되는 화학양론비보다 작을 경우에는 물과 알콕사이드 사이에서 일어나는 가수분해가 불완전하게 일어

나며, 단량체 사이에서 일어나는 중합반응은 사슬형태의 구조를 가지게 된다. 중합반응의 연속된 반응은 반응하지 않은 OR-그룹들과 겔구조의 강도가 증가된 사슬결합 사이의 빠른 상호작용을 갖는 사슬형 구조에 기인한다. R_w가 증가하는 것은 물과 알콕사이드 분자 사이의 강한 친핵성 반응에 기인하며, 알콕사이드 안에 있는 많은 알콕시기 그룹들은 H₂O의 히드록시기 그룹들에 의해 치환된다.⁵⁾

다양한 R_w조건에서 합성된 시료의 입자크기와 형태를 전자주사현미경(SEM)으로 관찰한 결과를 Fig. 1에 나타내었다. R_w=45에서 실험을 해본 결과, Mg 및 Sr의 질산염이 용해되지 못하고 침전되는 것을 볼 수 있었다. R_w < 60인 경우의 발광특성 변화에 관해서는 TEOS의 가수분해를 이용한 다른 실리케이트 형광체의 졸-겔합성에서 확인할 수 있다.⁸⁾ 그림에서 볼 수 있듯이 R_w ≥ 75에서는 입자들이 불규칙하게 응집되어 균일하지 못한 형상을 나타내고 있다. R_w가 클수록 수분농도가 높은 부분이 생겨서 균질한 겔을 얻기 어렵고, 완전한 가수분해가 일어나기 때문에 그림에서 보이는 것처럼 부분적으로 작은 공간이 형성된다. 이러한 불균일한 입자형태가 형광체의 발광특성에도 큰 영향을 미치는 것을 Fig. 2에서 볼 수 있었다. 최대발광특성을 나타내는 R_w=60인 시료에서는 입자의 크기가 2~3 μm 정도로 균일한 반면, R_w가 증가할수록 불균일한 입자형태와 함께 발광특성이 감소되는 것을

Table 1. A summary of molar ratios of the starting solution.

TEOS	EtOH	H2O	R _w
1	4	60	60
1	4	75	75
1	4	90	90
1	4	105	105

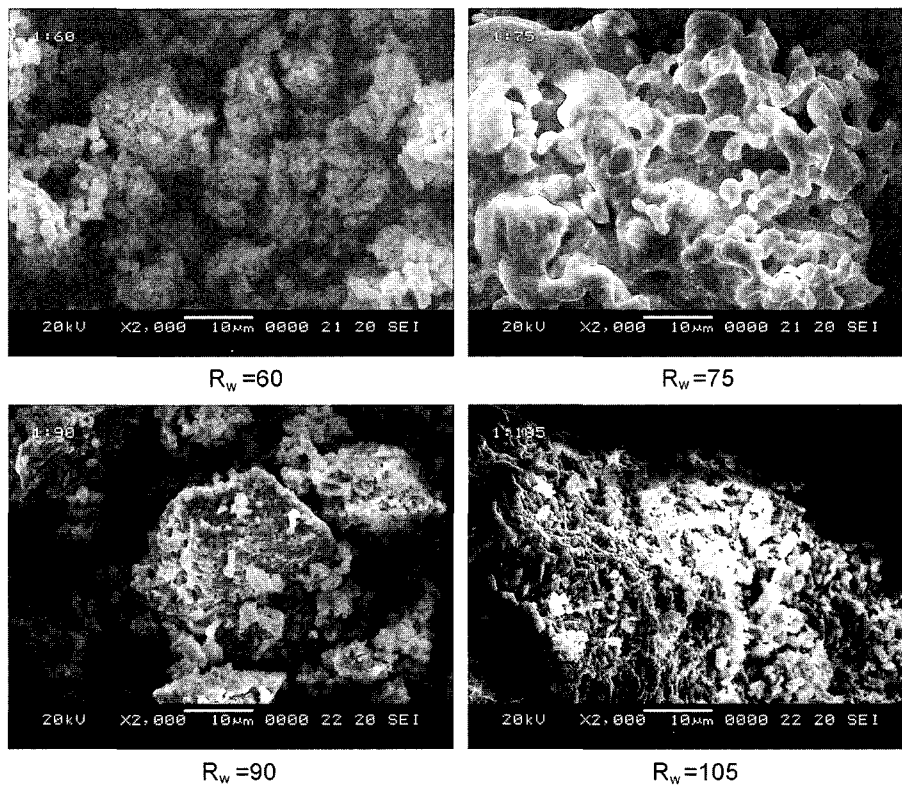


Fig. 1. SEM images of the Sr₃MgSi₂O₈:Eu blue phosphors in various R_w conditions.

확인할 수 있었다. 이러한 현상은 다음과 같은 몇 가지 이유로 설명될 수 있다.

우선 R_w 가 최대비표면적과 일치하는 임계값 이상일 때, 가수분해는 더 완전하게 일어나고, 더 많은 알콕사이드는 금속수화물 ($M(OH)_x$)과 유사하게 변환한다. 그 다음으로 금속수화물의 단위체는 폴리머 형태의 입자와 서로 반응하는데, 이때 완전한 가수분해 때문에 금속수화물 단위체는 쌍임과 흡사한 형태로 서로 반응하여 그 결과로 구조의 일부분에 작은 공간이 생긴다.⁵⁾ 입자가 비교적 치밀하게 응집되어 있는 $R_w=60$ 인 조건에서 다른 경우보다 발광특성이 좋은 것은 입자간의 접촉이 많아 소결이 일어나기 쉽고, 공극이 균등하게 분포해 커지지 않으므로 기공율이 작고 입경이 가지런하고 치밀한 입자가 얻어지는 것으로 설명될 수 있다. 이와는 달리 R_w 가 커질수록 크고 작은 입자가 있어 밀충진이 일어나기 어렵고, 공극에도 대소(大小)가 생겨 큰 공극이 소결 시에 잔존하여 치밀화하기 어렵다. 또 소결 시에 큰 입자는 작은 입자를 소비하여 보다 커지고 기대 이상의 입자성장이 일어나서 소결체의 치밀도가 저하되는 등,⁷⁾ 이러한 원인들이 형광체의 발광특성을 감소시키는 것으로 사료된다.

Fig. 3은 $Sr_3MgSi_2O_8:Eu$ 청색형광체를 제조할 때 $R_w=60$ 으로 고정해 놓은 상태에서 졸용액의 pH조건에 따른 발광강도를 나타낸 것이다. 그래프에 나타난 것처럼 pH=1인 조건에서 발광특성이 높게 나타났으며, 그 이상에서는 발광특성이 떨어지는 것을 확인할 수 있었다. pH ≥ 5.5 에서는 발광최대 피크가 청색영역인 455 nm를 벗어나 480~650 nm의 범위에서 폭넓게 위치하고 있다. 산(HCl)을 촉매로 할 때, $Si(OC_2H_5)_4$ 의 가수분해는 빠르게 진행되는 반면, 축합반응은 서서히 일어난다.⁹⁾ 또한, 용액의 물 함유량이 적은 경우에는 단량체가 완전히 가수분해되기 전에 축합이 일어나므로 가교결합이 생기는 비율이 작아지고, 선상고분자의 형성이 쉽게 된다. Keefer⁽⁷⁾에 의하면 용액의 소각산란에 의해 단일체인(一重鎖), 이중 또는 삼중의 체인으로 되는 것인지 확실하게 알 수 없지만, 어느 것으로 하여도 길게 1차원적으로 발달된 중합체가 생성되는 것이 확인된다. 1차원 중합체로는 단일체인의 바로 선상의 고분자 또는 삼중의 체인으로부터 생긴 1차원 중합체, 혹은 대단히 미세한 둥근 입자가 염주상으로 연결된 것 등이 고려될 수 있지만, $Si(OC_2H_5)_4$ 를 원료로 하면 위의 3가지의 어느 중합체도 생성될 수 있기 때문에 위의 것 중 어느 것이 실제로 생성되는지 알려져 있지 않다.

이러한 이유로 산성용액에서는 가교결합이 작고 긴 입자가 생기는 것을 알 수 있다. Fig. 4에서 보듯이, pH=1과 3.5인 조건에서는 입자들의 크기가 일정하지 않고 응집되어 있는 것을 확인할 수 있다. 촉매가 산이라도 출발용액 중의 물의 함유량이 클 때에는 분자중의 OH기에서 가수분해되는 부분의 비율이 많아져 가교결합이 증

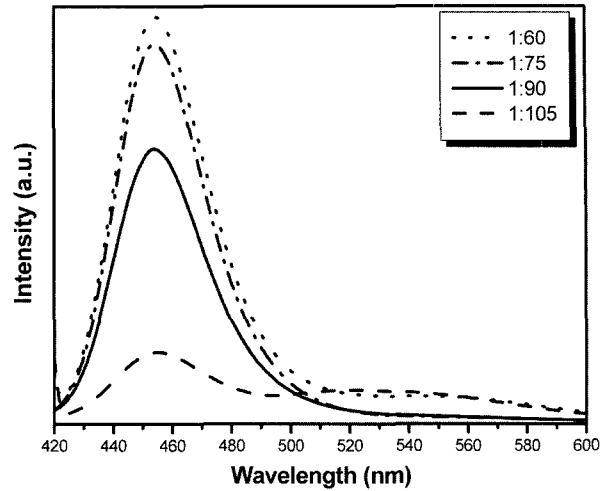


Fig. 2. Emission spectra of the $Sr_3MgSi_2O_8:Eu$ blue phosphors in various R_w conditions.

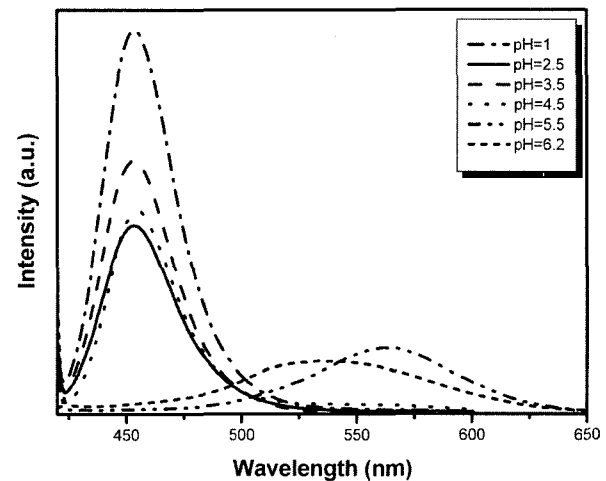


Fig. 3. Emission spectra of the $Sr_3MgSi_2O_8:Eu$ blue phosphors in various pH conditions. ($R_w=60$)

가하고, 따라서 긴 1차원 중합체가 아닌 그것의 연결된 형태의 망목적인 구조로 된다. 이것은 동일한 pH조건에서 물의 양을 변화시킨 Fig. 1에서 확인할 수 있듯이 R_w 가 증가할수록 입자들이 서로 연결되어 있는 것처럼 세밀하게 되어 있고, 중합의 정도가 낮아서 입자가 길어지는 것이다. 예외적으로, 산의 농도가 극단적으로 높을 때에는 1개 분자 내의 가수분해의 진행방식이 빠르기 때문에 물의 비율이 작아도 둥근 입자가 생성된다.⁷⁾

또한 염기촉매(NH_4OH)인 경우 가수분해로 인해 $Si(OR)_4$ 분자는 $Si(OH)_4$ 로 바뀌게 된다. 이때, 결합의 측쇄에 OH가 있으므로 축합은 3차원적으로 진행된다. 산 촉매의 경우 1차원 중합체가 생성되어 긴 입자가 생기는 것과 다르게 염기촉매를 사용했을 때에는, Fig. 4의 (c), (d)와 같이 구형에 가까운 형태를 확인할 수 있었다. 그

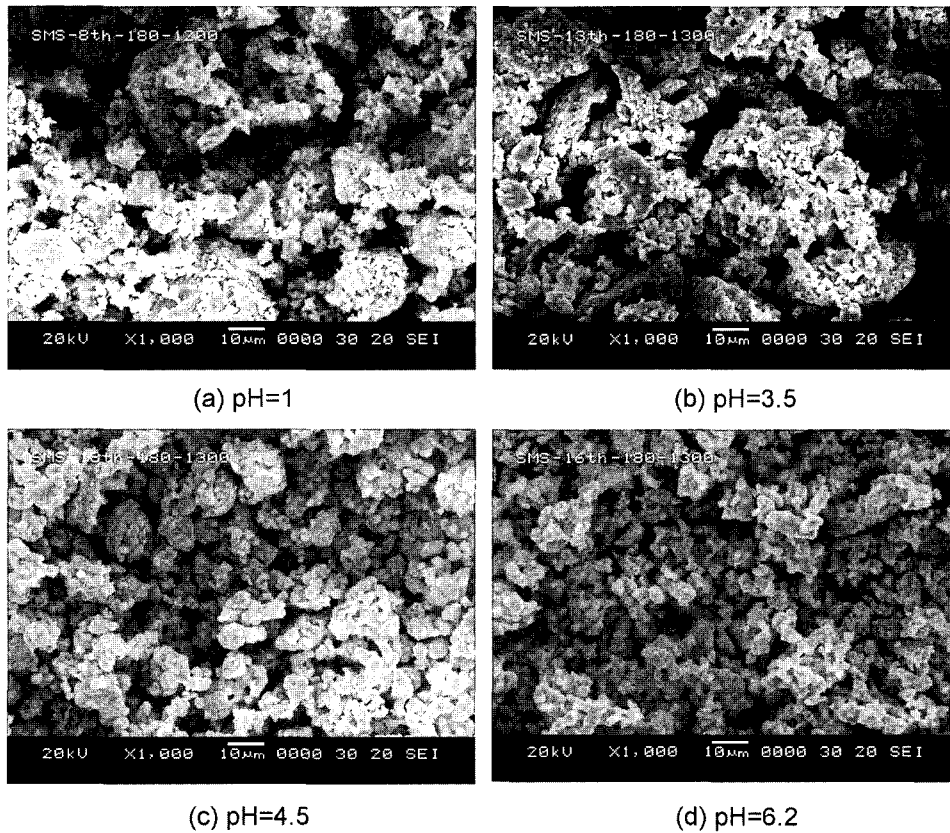


Fig. 4. SEM images of the $Sr_3MgSi_2O_8:Eu$ blue phosphors in various pH conditions. ($R_w=60$)

러나 염기촉매를 사용하였을 경우($pH \geq 4.5$), $Sr_3MgSi_2O_8:Eu$ 형광체는 단일상이 아닌 혼합상($Sr_3MgSi_2O_8$, Sr_2SiO_4 및 Sr_3SiO_5)으로 존재하였다(Fig. 5). Ozaki¹⁰⁾에 의하면 금속 알콕사이드로부터 얻어지는 다성분계에는 고용체계와 상분리계가 있는데, 이중 상분리계는 금속 알콕사이드의 가수분해 및 중합반응 시 상이 분리되는 것으로 가정할 수 있다.

이와는 달리, 산 촉매의 경우 전구체인 졸 상태에서 상분리가 일어나지 않아 겔의 건조나 소결처리 과정에서 안정적인 단일상을 유지하였으며, 이는 최종 형광체 분말의 발광특성에도 영향을 미치는 것을 Fig. 3에서 확인할 수 있었다. $1 \mu m$ 이상의 큰 입자로부터 생성된 두 종류 이상의 이중 분말입자 혼합물에서는, 균일화에 필요한 확산 거리가 길어 매우 긴 시간이 필요하며, 따라서 사실상 균질화를 달성하는 것이 어렵기 때문에 단일상이 아닌 혼합상이 나오는 것으로 추정할 수 있다. $pH \geq 5.5$ 의 범위에서는 550 nm 부근에서 발광하게 되는데(Fig. 3), 이는 졸-겔합성 시 pH의 급격한 증가에 따라 균질화를 달성하지 못한 입자들이 $Sr_3MgSi_2O_8$ 보다 더욱 안정한 Sr_2SiO_4 상(주피크: 530 nm)과 Sr_3SiO_5 상(주피크: 570 nm)의 형태로 생성되기 때문인 것으로 사료된다.

마지막으로, 습윤겔의 건조온도가 형광체의 발광특성이

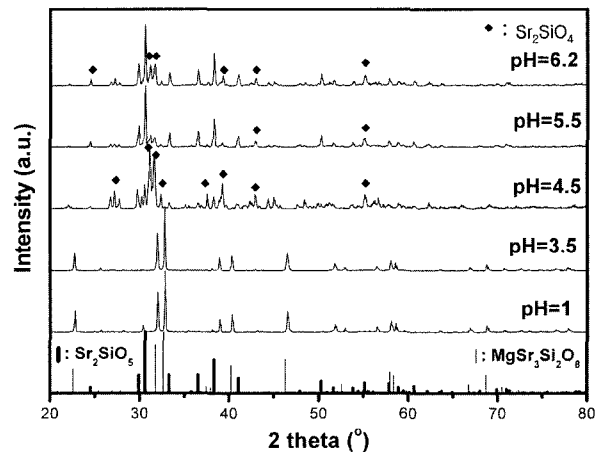


Fig. 5. XRD patterns of the $Sr_3MgSi_2O_8:Eu$ blue phosphors in various pH conditions. ($R_w=60$)

나 입자의 형태에 어떠한 영향을 미치는지 조사하였다. 건조온도에 대한 발광특성 평가는 각각 다른 건조온도조건에 $800^\circ C$ 에서 1차 열처리하고 최종으로 $1300^\circ C$ 에서 환원처리한 후에 측정된 것이다. 건조온도에 따른 발광특성의 변화(Fig. 6)에 의하면, 건조온도가 $180^\circ C$ 일 때 발광특성이 가장 좋은 것을 알 수 있다. 습윤겔체로서 Si의

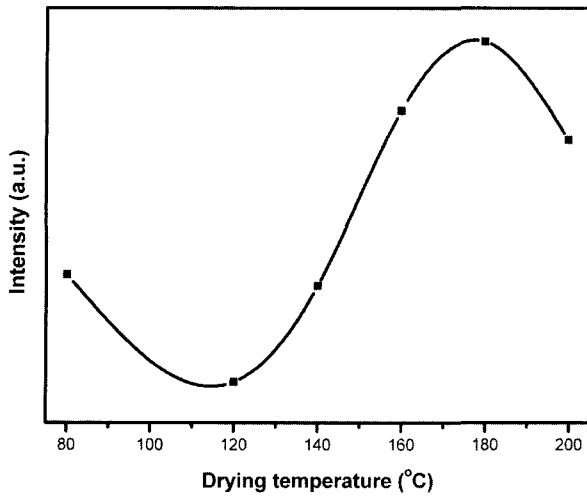


Fig. 6. Emission intensities of the $\text{Sr}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8:\text{Eu}$ blue phosphors as a function of drying temperatures. ($R_w=60$)

알루미늄 용액으로부터 만들어진 겔은 둥근 실리카 입자가 망목상으로 연결되어 그 속에 크고 작은 세공이 있고, 세공이 용매나 미반응 알루미늄으로 가득 차있는 모델로 생각할 수 있다. 이때, 실리카 입자로부터 생성된 골격을 세공벽으로 간주할 수 있는데, 용매중에 물이 많을

경우에는 생성된 작은 입자가 용해되어 큰 입자가 되는 Ostwald숙성이 일어난다. 따라서 반응생성물이 높은 건조온도에서 더 활발되어 작아지는 것에 반해, 온도가 낮을수록 세공을 채우고 있는 용매 때문에 입자들간의 neck의 확대에 의해 집합이 일어난다.⁶⁾ 이는 Fig. 7에서 건조온도가 높아질수록 입자들간의 집합이 적게 된 것을 확인할 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 졸-겔법을 통하여 UV LED용 청색 형광체인 $\text{Sr}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8:\text{Eu}$ 를 제조하였다. 졸-겔법으로 형광체를 제조할 때 영향을 미치는 변수로 R_w , pH 및 습윤겔의 건조온도를 선택하여 형광체의 발광특성과 입자크기와 형태에 어떠한 영향을 미치는지 알아보았다. 먼저, 금속 알루미늄과 물의 비가 1:60일 때 최적의 형광체 특성을 나타냈으며, 그 이상이 되면, 건조나 하소단계에서 용매나 알루미늄이 제거되지 못해, 소결처리에 입자간의 균일한 반응을 방해하게 되고 이로 인해 입자크기가 불균일해져 최종 형광체 분말의 발광특성을 저하시킨다. 또한, 졸상태의 용액에 산 촉매를 사용하였을 경우 1차원 중합체가 생성되어 긴 타원형이나 뭉쳐 있는 형태가

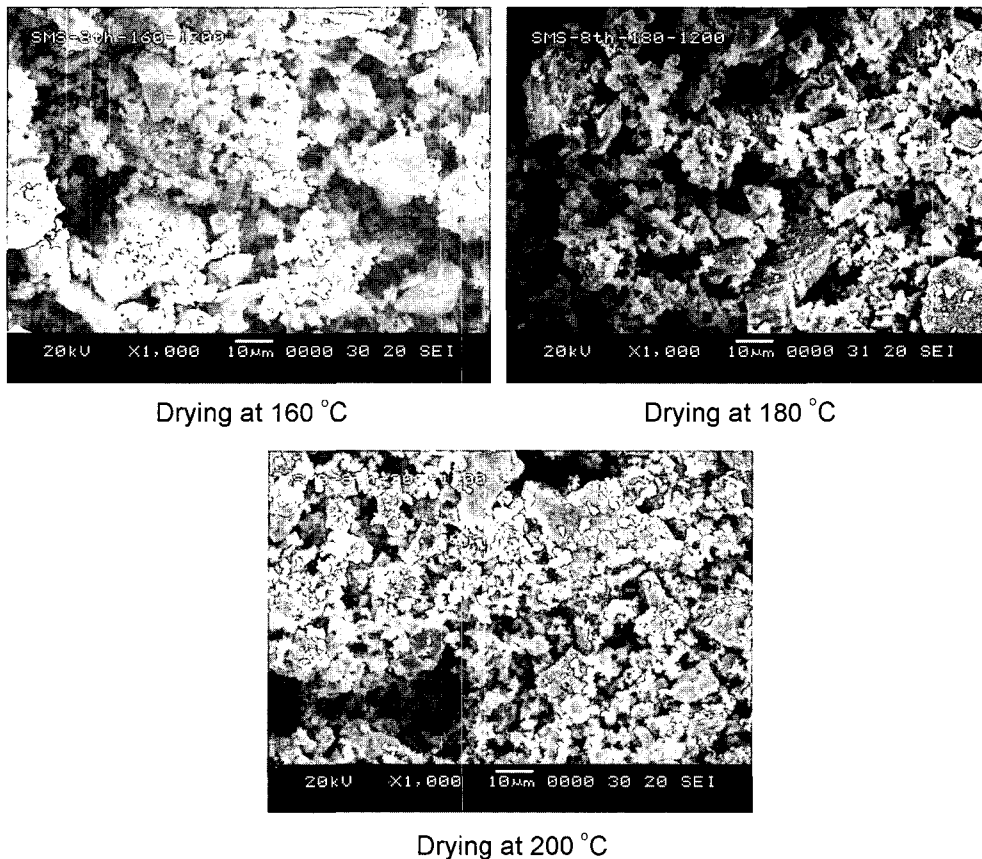


Fig. 7. SEM images of the $\text{Sr}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8:\text{Eu}$ blue phosphors at various drying temperatures. ($R_w=60$)

생긴다. 이와는 달리 염기촉매를 사용하면 망상구조가 입자들이나 조밀한 클러스터로 구성되어 있어 산 촉매의 경우보다 더 넓은 공간을 차지하며, 단일상이 아닌 혼합상으로 존재해 산촉매에 비해 휘도가 떨어지는 것을 확인할 수 있었다. 마지막으로, 습윤겔체에서 반응생성물은 높은 건조온도에서 더 휘발되어 작아지는 것에 반해, 낮을수록 세공을 채우고 있는 용매에 의해 입자들간의 neck가 접합되어 있는 것을 SEM을 통해 확인할 수 있었다.

참 고 문 헌

1. J. D. Kim, Tech Trend Report, (2004).
2. S. J. Sohn, Bull. KIEEME, **14**(11), 20 (2001).
3. C. H. Hong, Bull. KIEEMME, **14**(11), 25 (2001).
4. D. G. Park, Poly. Sci. Tech., **8**(3), 248 (1997).
5. H.-F. Yu and S.-M. Wang, J. Non-cryst. Solids, **261**, 260 (2000).
6. W. K. Park, Ceramist., **2**(1), 16 (1999).
7. K. D. Keefer, Better Ceramics through Chemistry, ed., North Holland, New York (1984), **15-24**.
8. B. Y. Seong, C. H. Han, H. D. Park and D. S. Kim, J. Kor. Ceram. Soc., **38**, 337 (2001).
9. A. H. Boonstra and J. M. E. Baken, J. Non-cryst. Solids, **122**, 171 (1990).
10. Ozaki, Ceramics, **21**, 102 (1986).