

- ・実施課題番号：2006B0199
- ・実施課題名：PDP 発光材料の熱劣化について
- ・実験責任者所属機関及び氏名：大電株式会社 張 書秀
- ・使用ビームライン：BL19B2
- ・実験結果

PDP 用青色蛍光体 $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}$ (以下 BAM) には、PDP パネル製造工程中の蛍光体ペースト焼成によって輝度が低下する、いわゆる熱劣化の問題が存在する。BAM の熱劣化は発光センターである Eu^{2+} が酸化されて Eu^{3+} へ変化するためであると言われている。BAM の熱劣化は Eu 濃度が高くなるほど大きくなることは分かっているが、 Eu^{2+} の価数変化との関連性についてはよく分かっていない。そこで、Eu 濃度の異なる BAM 蛍光体を熱劣化させ、XANES (X-ray Absorption Near-Edge Structure) 測定を行い、熱劣化と Eu の価数変化について調べることを目的とした。

測定は、SPring-8 の BL19B2 にて Eu-L₃ 吸収端の XANES 測定を透過法でおこなった。Eu 濃度が 0.05, 0.1, 0.5mol となるように原料を配合して BAM を合成し、それらを大気中で 500, 750°C で熱劣化させたものを測定用試料とした。 Eu^{3+} の標準試料には EuCl_3 を用いた。測定した XANES スペクトルから、解析ソフト REX2000 を用いて Eu^{2+} , Eu^{3+} の割合を求めた。

図 1 に EuCl_3 と熱劣化前の BAM:Eu_{0.5} の XANES スペクトルを示す。 EuCl_3 は 6981eV に Eu^{3+} に由来するホワイトピークを確認できた。また、熱劣化前の BAM:Eu_{0.5} では Eu^{3+} のピークはほとんど見られず、6973eV に Eu^{2+} 由来のホワイトピークを確認できた。

図 2 に各試料の XANES スペクトルから求めた全 Eu 中の 2 価の割合と熱劣化温度の関係を示す。熱劣化前の BAM:Eu_{0.5} を Eu^{2+} が 100% であると仮定した。熱劣化温度 500°C までは 2 価から 3 価への価数変化は少ないが、750°C で急激に価数変化が起こることが明らかになった。また、Eu 濃度が高いものほど価数変化しやすいことが明らかになった。

発光センターである Eu の濃度が高くなることによる Eu^{2+} の酸化の傾向は 500°C の熱処理でははっきりしないが、750°C の熱処理では明確になった。したがって、PDP パネル製造工程中の蛍光体ペースト焼成は 500°C 位で行われており、わずかの Eu^{2+} イオンの酸化により BAM の発光効率が低下してしまうと考えられる。

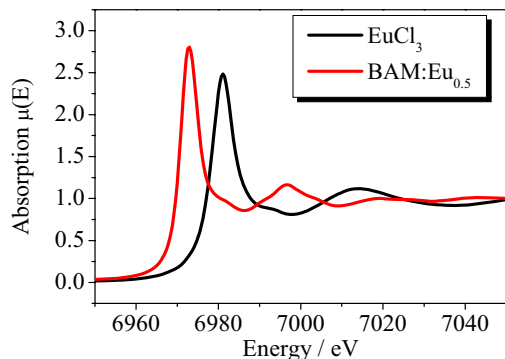


図 1 Eu-L₃ XANES スペクトル

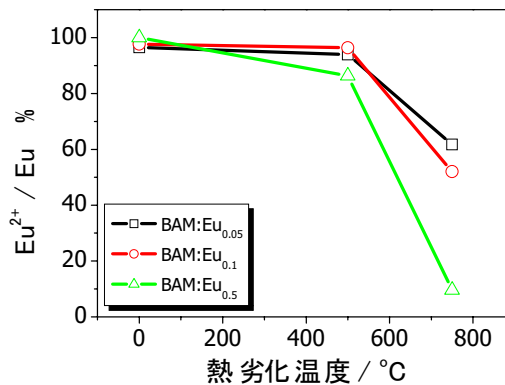


図 2 熱劣化温度と Eu^{2+} の割合