

## 2003A 留保トライアルユース実施報告

1. 実験課題： 2003A0872-RI-np

2. 実験課題名

XAFS による FED 用蛍光体 SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Pr<sup>3+</sup> に添加した希土類元素サイトの検討

3. 課題責任者

廣沢 一郎 (高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 I)

4. 共同実験者

山元 明 (東京工科大学 バイオニクス学部 教授、蛍光体同学会会長)

上田 恭太 (東京工科大学 バイオニクス学部 助手)

阿部 聖 (東京工科大学 大学院 修士課程 1 年)

本間 徹生 (高輝度光科学研究センター 利用研究促進部門 I)

5. 実験協力者

佐藤 冬季 (ノリタケカンパニーリミテド開発・技術本部 研究開発センター)

6. 実施ビームライン：BL19B2

7. 課題の目的

FED (Field Emission Display) は、自発光のフラットパネルディスプレイ (FPD) であるため、視野方位による階調反転やコントラストの低下が起こらないため、次世代の FPD として開発が進められている。FED が LCD など他の FPD を置き換えるためには、大面積化の容易な電極と、低電圧電子線で発光する蛍光体が不可欠である。大面積化が容易な電極は BSD、MIM、SCE などの方式が開発されているが、電子線照射による charge up や劣化がなく低電圧の電子線で発光する蛍光体は開発途上である。近年、SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Pr が FED 用の蛍光体として開発されたが、実用化のためには更なる輝度向上が必要である。一方、最近の研究により SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Pr に Gd などの希土類を添加することによる輝度の増加が見出された。しかしながら、添加された希土類元素が SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Pr 結晶中で占める位置は明らかになっていないため、希土類添加による SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Pr の輝度増加の理由も不明である。本研究は FED 用蛍光体開発の指針を得るために希土類元素添加による SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Pr の輝度増加の機構を明らかにすることを目標として、SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Pr に添加された希土類元素の結晶内での位置を明らかにする目的とする。今回の実験は、SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Pr に添加することにより輝度が増加する Gd、及び輝度が低下する La の結晶内での位置をそれぞれの添加希土類元素について XAFS

測定により明らかにすることを試みた。

## 8. 測定法及び測定結果

SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Pr に5%添加された Gd の XAFS 測定、及び La の XAFS 測定を、BL19B2 の第一ハッチに設置された XAFS 測定装置で行った。なお、これらの希土類は Sr もしくは In を置換していると考えられるので、参照測定として Sr 及び In の XAFS 測定も行った。

### 8.1. SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Pr における Sr、In の XAFS 測定

Sr、In とともにモノクロメータに Si(111)をもちい、それぞれの K 吸収端での XAFS 測定を透過法で行った。主成分であるために1時間以内の測定で良好なデータを得ることができた。この測定より Sr—O、及び In—O の原子間距離がそれぞれ 0.258nm、0.219nm と求められた。

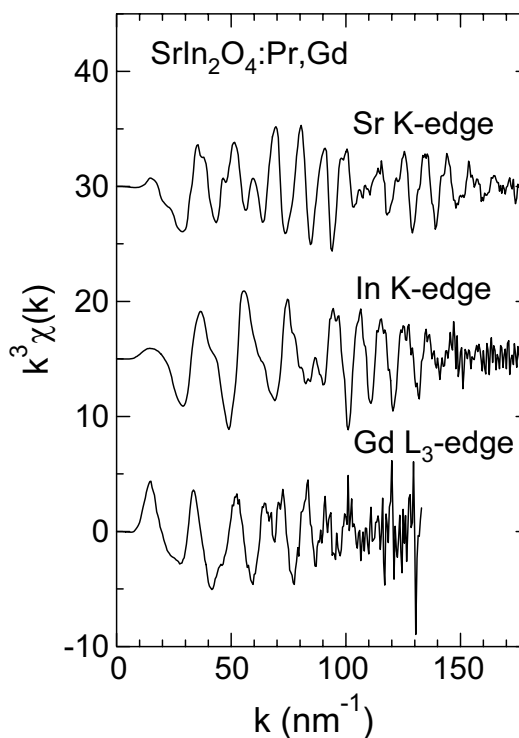
### 8.2. SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Pr、La における La の XAFS 測定

La L<sub>3</sub> 吸収端 (5.484KeV) での蛍光法による測定、及び K 吸収端 (38.94KeV) での透過法測定を行った。L<sub>3</sub> 吸収端での XAFS 測定はモノクロメータに Si(111)を用い、入射角を 6 mrad とした Pt コートミラーにより入射光中の高調波を除去した。L 端で Lytle 検出器及び SDD による蛍光測定を試みたが、主成分である In からの蛍光による影響が大きく、EXAFS 振動から動径構造関数が得られるような良質のデータを得ることができなかった。XANES 領域では明瞭な振動が確認されたことから、多素子の半導体検出器を用いれば良好なデータが得られる可能性が示唆された。

一方、モノクロメータに Si(311)を用い、Pt ミラーの角度を 1 mrad 程度にして透過法による K 端での測定も行ったが、XAFS 振動の振幅が小さく、局所構造を議論することができなかった。

以上のように、今回行った L 端、K 端での XAFS 測定からは SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Pr に添加された La の位置を決定することはできなかったが、“L 端の XAFS 測定を多素子の半導体検出器で行うのがよい”という今後の指針を得ることができた。

図 1



### 8.3. SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Pr, GdにおけるGdのXAFS測定

Laの場合と同様に、蛍光法でL端(7.243KeV)、透過法でK端(50.237KeV)の測定を行った。K端は50.237KeVという高エネルギーの測定ではあったが、XANES領域での振動を確認することができた。一方、L端での蛍光測定は良好なスペクトルが得られた。図1はL端での蛍光測定より得られたEXAFS振動関

数( $\chi k^3$ )を、参照測定したSr、InのK端測定より得られた振動関数とともに示した図である。L2吸収端の影響があるため、SrやIn程高波数成分を測定することはできなかったが、100nm<sup>-1</sup>を超える領域まで振動を観測することができた。

図2はこの測定より得られたGdの動径構造関数をSr、Inの動径構造関数と比較したものである。それぞれの原子の後方散乱振幅にある位相因子を考慮していないため、距離の絶対値には多少の差はあるが、Gdの動径構造関数はSrの動径構造関数よりもInの動径構造関数に類似していることがわかる。動径構造関数に現れた酸素原子に由来

すると考えられる0.18nm近傍のピークに注目して、Gd-Oの距離をcurve fittingにより求めたところ0.229nmとなり、Sr-Oの距離よりもIn-Oの距離に近くGdはInを置換していることを強く示唆する結果となった。更に、XAFSより得られたGd-Oの距離よりBond Valence Sum Methodにより計算されたGdの配位数が6程度になることも、GdがInを置換していることを支持している。

以上のようにGd L吸収端でのXAFS測定からSrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Prに添加されたGdはInを置換していることが明らかになった。

以上の結果は、8月30日から9月2日まで福岡大学で開催された第64回応用物理学会学術講演会で「FED用蛍光体SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Prに添加した希土類元素サイトのXAFSによる検討」として本間が発表した。さらに、福岡で開催されるThe 10<sup>th</sup> International Display Workshop '03のLate Newsに採択され、「Site Determination of doped Gd ions in SrIn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Pr<sup>3+</sup> crystal by EXAFS」として12月4日に本間が発表予定である。

図2

