



## 光ビームプラットフォーム XAFS ラウンドロビン実験(2019-2a)

須田 耕平<sup>1</sup>, 竹田 晋吾<sup>2</sup>, 加藤 弘泰<sup>2</sup>, 君島 堅一<sup>3</sup>, 瀬戸山 寛之<sup>4</sup>,  
家路 豊成<sup>5</sup>, 長谷川 孝行<sup>6</sup>, 上原 康<sup>1</sup>

<sup>1</sup>あいちシンクロtron光センター, <sup>2</sup>スプリングエイトサービス, <sup>3</sup>高エネルギー加速器研究機構  
<sup>4</sup>九州シンクロtron光研究センター, <sup>5</sup>立命館大学 SR センター, <sup>6</sup>シンクロtronアナリシス LLC

キーワード: XAFS, 全電子収量法, 蛍光法, 光ビームプラットフォーム, 蛍光体, ユーロピウム

### 1. 背景と研究目的

光ビームプラットフォーム事業の XAFS ラウンドロビン実験では, 今年度から現場で実際に評価される材料(実材料)を対象にした測定を進めている。いわゆる標準試料が単一元素或いは単純な酸化物であるのに対し, 実材料中における測定対象元素は絶対量や含有形態のバラエティに富む。今回, 発光デバイス用蛍光体材料の発光中心である希土類元素の M 吸収端 XAFS 測定の参照実験として, 従来から広く行われている L<sub>3</sub> 吸収端の評価を行った。

### 2. 実験内容

Table 1 に示す, 発光デバイス用蛍光体粉末(いずれも三菱ケミカル(株)製)を入手した。少量の粉末をインジウム箔に塗布したものを測定試料とした。Eu(ユーロピウム)および Ce(セリウム)の L<sub>3</sub> 端吸収スペクトルを BL11S2 において測定した。分光結晶は Si(111)で高次光カットミラーを使用, 対象元素が少量であることから, 7 素子 SDD を用いた蛍光法で測定を行った。エネルギー較正は, 鉄箔を用い, Eu L<sub>3</sub> 吸収端エネルギーに近い Fe K 吸収端で行った。

Table 1 Phosphors for XAFS Round-Robin measurements

Type	Name	Code	Chemical Formula	target contents
Red (nitride)	CASN	BR-101/J	CaAlSiN <sub>3</sub> : <u>Eu</u>	Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : (0 ~ 5) %
Green (nitride)	βSiAlON	BG-601/E6	(Si,Al) <sub>3</sub> (O,N) <sub>4</sub> : <u>Eu</u>	Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : (0.1 ~ 5) %
Blue	SBCA	VB-202/A3	(Sr,Ba) <sub>10</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub> : <u>Eu</u>	EuPO <sub>4</sub> : (5 ~ 20) %
Yellow (nitride)	LSN	BY-201/M	La <sub>3</sub> Si <sub>6</sub> N <sub>11</sub> : <u>Ce</u>	(not open)
Yellow (oxide)	YAG	BY-102D	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub> : <u>Ce</u>	Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : (0 ~ 10) %
Green (oxide)	GYAG	BG-701/D	Y <sub>3</sub> (Al,Ga) <sub>5</sub> O <sub>12</sub> : <u>Ce</u>	Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : (0 ~ 10) %

### 3. 結果および考察

Fig. 1 に SBCA(青色蛍光体), CASN(赤色蛍光体)および Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(参照試料) の Eu L<sub>3</sub> 端吸収スペクトルを重ねて示す。希土類の L<sub>3</sub> 吸収端には 2p<sub>3/2</sub> → 5d 空準位への遷移に伴うホワイトラインと呼ばれる強いピークが現れ, 元素の価数によってそれがエネルギーシフトすることが特徴とされている。2つの蛍光体試料のホワイトラインは共に, 3価の参照試料のそれに対して約 7 eV だけ低エネルギー側にシフトしており, 2価が主体と判断されるが, CASN のスペクトルはホワイトラインの高エネルギー側への拡がりが大きく, 3価成分も存在することが予想される。この推定は, Eu の発光挙動の一般説(3価は赤色,

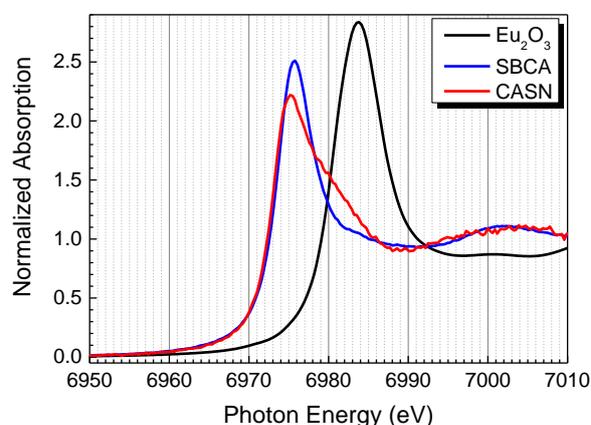


Fig.1 Eu L<sub>3</sub> absorption spectra of Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and phosphors.

2価は周辺環境によって青色, 緑色, 黄色に変化)と大きくは矛盾しないが, 同じ試料の  $M_5$  吸収端の測定結果  
②は全く逆(CASN は全て2価, SBCA は3価に2価が混ざる)になっており, 更なる考察が必要である。

#### 4. 参考文献

- (1) 須田, 他, AichiSR 2019 年度公共等利用成果報告書(実験番号:201902040, 201902041).
- (2) 須田, 他, AichiSR 2019 年度公共等利用成果報告書(実験番号:201906036).