

## ВЛИЯНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ЭЛЕКТРОЛЮМИНОФОРОВ НА СВЕТОТЕХНИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ЭЛЕКТРОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ ИЗЛУЧАТЕЛЕЙ ПОСТОЯННОГО ТОКА

<sup>1</sup>Воронков Г. П., <sup>1</sup>Саутиев А. Б., <sup>2</sup>Доменюк Д. А., <sup>1</sup>Синельников Б. М., <sup>1</sup>Авербух В. М.,  
<sup>1</sup>Михалев А. А.

<sup>1</sup>ФГАОУ ВПО «Северо-Кавказский федеральный университет», Ставрополь, Россия (355029, Ставрополь, просп. Кулакова, 2), e-mail: voronkovgp@mail.ru

<sup>2</sup>ГБОУ ВПО «Ставропольская государственная медицинская академия» (355017, Ставрополь, ул. Мира, 310)

Исследовано влияние гранулометрического состава электролюминофоров, возбуждаемых постоянным электрическим полем на электрофизические и оптические характеристики электролюминесцентных излучателей постоянного тока (ЭЛИ). Продемонстрировано сложное строение частиц исходного люминофора ZnS:Cu,Mn,Ga и его изменение в процессе технологической цепочки. Показано, что крупная фракция имеет меньшую начальную яркость, но большую стабильность, а зависимость стабильности работы индикаторов от гранулометрического состава проходит через максимум. Лучшие результаты по стабильности дают ЭЛПП с размером частиц 3–4 мкм. Показано, что основное изменение яркости происходит в первые пять часов («быстрое» старение). Сложный характер зависимости стабильности работы ЭЛИ от размеров частиц ЭЛПП находит удовлетворительное объяснение в рамках предложенной авторами «полевой» теории процессов старения индикаторов постоянного тока.

Ключевые слова: электролюминесцентные излучатели, электролюминофоры постоянного тока, гранулометрический состав.

## DISPERSE STRUCTURE OF ELECTROPHOSPHORS INFLUENCE ON LIGHTING PARAMETERS OF ELECTROLUMINESCENT EMITTERS OF A DIRECT CURRENT

<sup>1</sup>Voronkov G. P., <sup>1</sup>Sautiev A. B., <sup>2</sup>Domenyuk D. A., <sup>1</sup>Sinelnikov B. M., <sup>1</sup>Averbukh V. M.,  
<sup>1</sup>Mikhalev A. A.

<sup>1</sup>North Caucasian Federal University, Stavropol, Russia (355029, Stavropol, Kulakova prosp., 2) e-mail: voronkovgp@mail.ru

<sup>2</sup>Stavropol State Medical Academy, Stavropol, Russia (355017, Stavropol, street Peace, 310)

In processes of aging electroluminescent emitters (ELE) the big role is given to disperse structure of the electrophosphors excited by constant electric field (ELCF). In this connection the purpose of the present work is research of influence of the form, and the size of phosphor particles on density of an electroluminescent layer, reliability, electrophysical and optical characteristics of ELE. The difficult structure of particles of an initial phosphor and its change in process of a technological chain is shown. Special attention is given to the influence of disperse structure ELCF on processes of ELE aging. Fractions of phosphor ZnS:Cu, Mn, Ga were isolated in a cone by an ascending stream method. It is shown that the basic change of brightness occurs within first five hours ("fast" aging). ELE stability made on a large fraction is higher though the initial brightness is slightly lower. The best results regarding stability give ELCF with the size of particles 3-4 microns. A complex character of dependence of stability of ELE work on the sizes of particles ELCF finds a satisfactory explanation within the limits of "the field" theory of aging processes of direct current indicators, the one offered by the authors.

Key words: electroluminescent emitters, degradation process, electrophosphors excited by constant electric field, disperse structure.

### Введение

Проблема деградации электролюминесцентных индикаторов (ЭЛИ) постоянного тока является главным ограничением их промышленного производства. В процессах старения ЭЛИ большая роль отводится гранулометрическому составу электролюминофоров, возбуждаемых постоянным электрическим полем (ЭЛПП) [3–5].

В связи с этим целью настоящей работы является исследование влияния формы и размера частиц люминофора на плотность электролюминесцентного слоя (ЭЛС), надежность, электрофизические и оптические характеристики ЭЛИ. Особое внимание уделено влиянию грансостава ЭЛПП на процессы старения ЭЛИ.

### **Материалы и методы исследования**

Морфологию частиц исходного сырья, промежуточных продуктов и готовых люминофоров исследовали с помощью электронного микроскопа методом углеродных реплик, оттененных платиной. Фракции люминофора ZnS:Cu,Mn,Ga выделяли фракционированием в конусе методом восходящей струи [2].

### **Результаты исследования и их обсуждение**

Данные по исследованию морфологии частиц показывают, что порошок исходного сульфида цинка состоит из микрокристаллов размером 10–20 нм, агрегированных в частицы размером до 2 мкм, имеющие форму близкую сферической. Сферические субагрегаты имеют вид отдельных частиц, однако, как правило, они образуют крупные агрегаты неправильной формы размером 5 мкм и более. Устойчивость агрегатов при диспергировании весьма высока, более того, они сохраняются при дальнейших операциях приготовления люминофора, предшествующих прокалке. В результате прокалки рекристаллизационные процессы в основном протекают внутри субагрегатов. Таким образом, по окончании синтеза нефракционированный люминофор оказывается состоящим из частиц размером от 1 до 10 мкм и более. Микронные частицы имеют квазиправильную (сферическую) форму, но количество их в общей массе незначительно. Более крупные частицы имеют неправильную, сильно разветвленную форму, образованную сросшимися кристаллами, размеры которых соответствуют размерам субагрегатов исходного сульфида цинка.

С целью исследования влияния гранулометрического состава ЭЛПП на яркость и стабильность ЭЛИ в процессе старения были использованы 4 фракции люминофора ZnS:Cu,Mn,Ga, которые выделяли фракционированием в конусе методом восходящей струи. На основе каждой выделенной фракции и нефракционированного люминофора изготавливали ЭЛИ. На рис. 1 приведены дифференциальные кривые распределения частиц, выделенных фракций ЭЛПП. Средние вероятностные размеры частиц для фракций 2, 3, 4, 5 составляют 2,3; 3,0; 3,4 и 4,5 соответственно. Формовку каждого изделия в отдельности осуществляли, подавая импульсное напряжение частотой  $f = 150$  Гц и длительностью  $\tau_{и} = 1,2$  мс (облегченный режим формовки). В таблице 1 показаны характеристики ЭЛИ, изготовленных с применением различных фракций в процессе формовки. После формовки образцы ЭЛИ в количестве 5–8 шт., подвергались техпрогону, возбуждая импульсным напряжением  $U=180$  В, частотой  $f = 1500$  Гц и длительностью импульса  $\tau_{и} = 0,65$  мс.

Основное изменение яркости происходит в первые пять часов

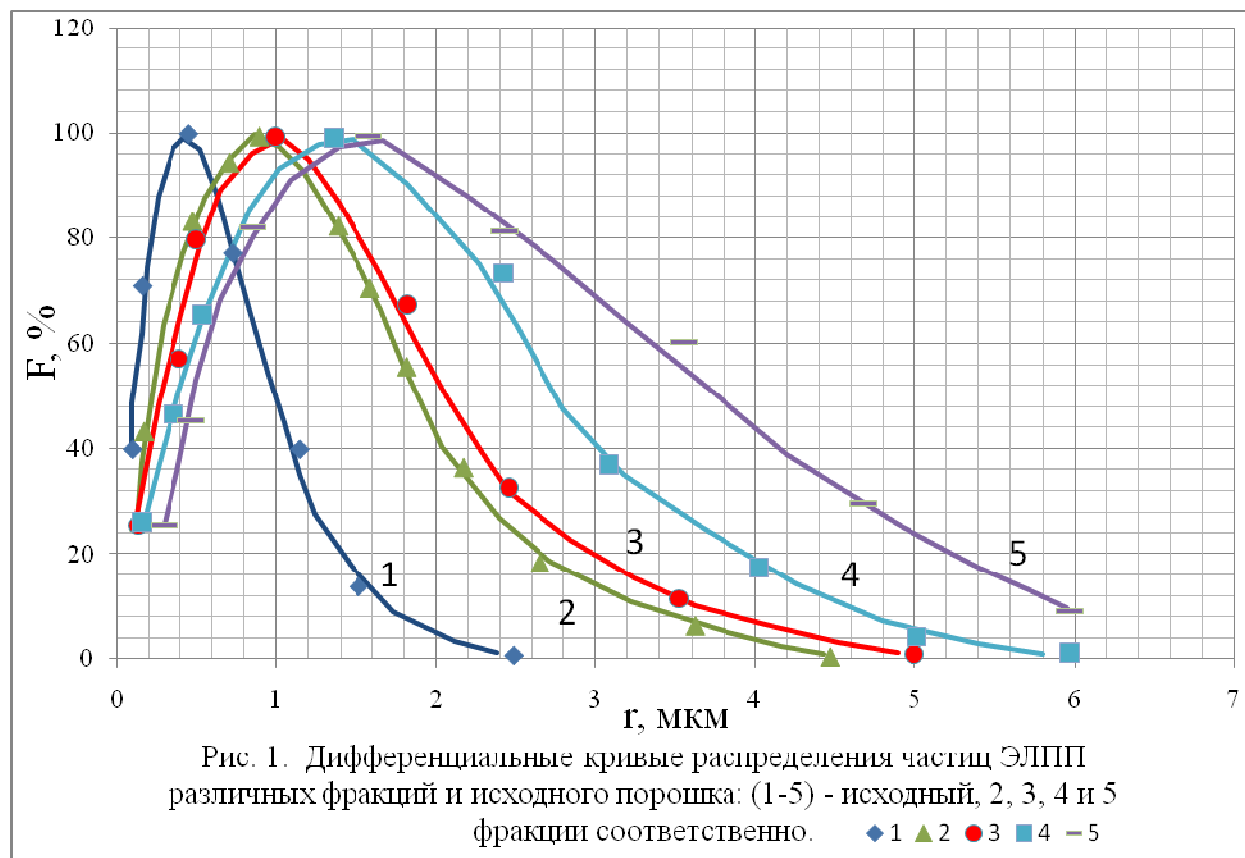


Рис. 1. Дифференциальные кривые распределения частиц ЭЛПП различных фракций и исходного порошка: (1-5) - исходный, 2, 3, 4 и 5 фракции соответственно. ◆ 1 ▲ 2 ● 3 ■ 4 — 5

(«быстрое» старение). Изменение яркости ЭЛИ на этом этапе показано в таблице 2. В таблице 3 приведены данные изменения яркости ЭЛИ на этапе медленного старения. Очевидно, что полученные результаты расходятся с литературными данными, т.е. стабильность ЭЛИ, изготовленных на основе крупной фракции выше, хотя начальная яркость несколько ниже.

После формовки образцы ЭЛИ по пять штук каждой фракции люминофора подвергались испытанию на срок службы. На рис. 2 показаны характерные кривые изменения яркости ( $V$ ) во времени ( $\tau$ ). Из данных рисунка видно, что ЭЛИ, изготовленные на основе 4 фракции, показывают более высокую яркость и стабильность.

Таким образом, из анализа полученных данных следует, что гранулометрический состав ЭЛПП существенно влияет на яркость и стабильность работы изделий, что подтверждает данные работы [6]. Более того, полученные экспериментальные данные противоречат имеющимся литературным данным относительно того, какая фракция является предпочтительней при изготовлении ЭЛИ. Действительно, начальная яркость ЭЛИ, изготовленных на основе мелкой фракции, значительно выше, чем у ЭЛИ, изготовленных на основе крупной фракции. На наш взгляд, это объясняется большим числом частиц люминофора, приходящихся на единицу площади, участвующих в люминесценции. С ростом размера зерен люминофора уменьшается число люминесцирующих частиц, а, следовательно,

и яркость ЭЛИ.

Таблица 1

Характеристики ЭЛИ для различных фракций на этапе формовки

	U, (В)	J, (мА)	Яркость В при U = 100 В, (отн.ед.)
Нефракционированный	18	30	190
2 фракция	35	70	260
3 фракция	30	55	325
4 фракция	20	155	310

Таблица 2

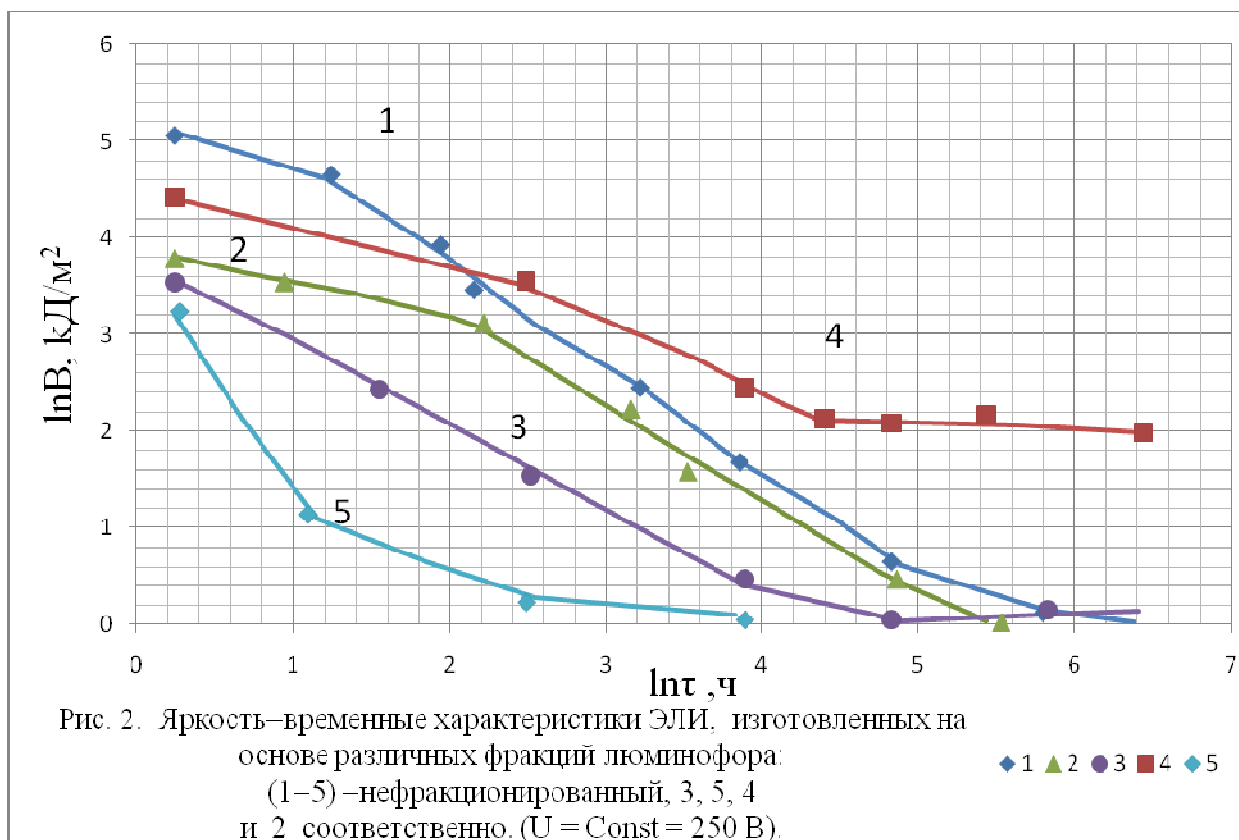
Изменение яркости ЭЛИ на этапе «быстрого» старения

	V <sub>нач.</sub> (кД/м <sup>2</sup> )	V <sub>кон.</sub> (кД/м <sup>2</sup> )	V <sub>ост.</sub> (%)
Нефракционированный	800	280	35
2 фракция	720	160	23
3 фракция	740	280	36
4 фракция	760	300	40

Таблица 3

Изменение яркости ЭЛИ на этапе медленного старения

	V <sub>нач.</sub> (кД/м <sup>2</sup> )	V <sub>кон.</sub> (кД/м <sup>2</sup> )	V <sub>ост.</sub> (%)
Нефракционированный	280	170	61
2 фракция	160	120	75
3 фракция	280	195	70
4 фракция	300	210	70



Анализ рис. 2 показывает, что стабильность работы с ростом размера зерен люминофора проходит через максимум. Это указывает на сложный характер физико-химических процессов, происходящих в ходе старения ЭЛПП, и находит удовлетворительное объяснение в рамках предложенной авторами «полевой» теории процессов старения индикаторов постоянного тока [1].

### Выводы

Продемонстрировано сложное строение частиц исходного люминофора и его изменение в процессе технологической цепочки. Показано, что основное изменение яркости происходит в первые пять часов («быстрое» старение). Стабильность ЭЛИ, изготовленных на основе крупной фракции, выше, хотя начальная яркость несколько ниже. Лучшие результаты по стабильности дают ЭЛПП с размером частиц 3–4 мкм. Сложный характер зависимости стабильности работы ЭЛИ от размеров частиц ЭЛПП находит удовлетворительное объяснение в рамках предложенной авторами «полевой» теории процессов старения индикаторов постоянного тока.

### Список литературы

1. Саутиев А. Б. Физико-химические закономерности процессов, протекающих в электролюминофорах постоянного тока: Дисс. ... докт. техн. наук. – Ставрополь, 2002.
2. Фридрихсберг Д. А. Курс коллоидной химии. – Л.: «Химия», 1974. С. 48–49.
3. Chong Kuochu, Chang Hsingi. Excitation mechanism in D.C. electroluminescence of  $V_2O_3:Eu$

sintered slice and ZnS :Cu, Er, Cl thin film ageing and forming processes. – Journal of Luminescences. 1979. – 18/19. – P. 913–916.

4. Vecht A. Electroluminescent Displays – J. of Vac. Sci. And Technol. – 1973. – V. 10, 5. – P. 789.

5. Vecht A., Werrinq N. J., Ellis R. and Smith P. J., F 1973, Proc. IEEE 61 902. "Direct-current Electroluminescence in ZnS. Proc. El. Dev. IEEE. – 1973. 61. № 7. P. 902–907.

6. Vecht A. Developments in electroluminescent panels. Jornal of crystal growth. – 1982. – V. 59. 1–2. – P. 81–97.

**Рецензенты:**

Аксенов Александр Викторович, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой химии Северо-Кавказского федерального университета (СКФУ) г. Ставрополь.

Валюхов Дмитрий Петрович, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой физики СКФУ г. Ставрополь.