

# Vpliv dispergirnega sredstva in veziva na lastnosti zaslonov s P-43

## Influence of Surface Active Agent and Binder Concentration on CRT Screens with P-43

Županc Mežnar L.<sup>1</sup>, V. Nemanič, M. Žumer, IEVT, Ljubljana

*S sedimentacijskim postopkom v centrifugi smo nanegli zaslone za miniaturno katodno elektronko z nizkonapetostnim vzbujanjem 2-5 kV. Uporabili smo luminiscentni prah P-43 ( $Gd_2O_3:S:Tb$ ) s povprečno velikostjo delcev 1,2  $\mu m$ . Z dispergirnim sredstvom smo stabilizirali suspenzijo in izdelali zaslone s homogenim svetlobnim odzivom. Glede na lastnosti zaslonov smo z zaporednimi poskusi določili tudi optimalno količino veziva v suspenziji. Ločljivost vgrajenega zaslona je bila 15  $\mu m$ , svetlobni izkoristek pa 23 lm/W.*

*Ključne besede: zaslone, miniaturne katodne elektronke, sedimentacijski postopek v centrifugi, luminofor P-43*

*Screens for miniature cathode ray tubes with low-potential excitation of 2-5 kV were deposited by centrifugal settling method. We used phosphor P-43 ( $Gd_2O_3:S:Tb$ ) with 1,2  $\mu m$  average particle size. Suspension was stabilised with the surface active agent and this enabled the preparation of screens with homogenous light output. An optimum amount of binder was empirically determined by preparing and testing a lot of screens. Screen resolution and luminous efficiency were 15  $\mu m$  and 23 lm/W, respectively.*

*Key words: screens, miniature cathode ray tubes, centrifugal method, phosphor P-43*

### 1. Uvod

Miniaturna katodna elektronka (MKE) pretvarja električni signal v sliko na zaslonu. Ker je globina vzbujanja plasti premosorazmerna energiji elektronov, zahteva MKE z nižjo delovno napetostjo 2-5 kV tanjši zaslon za doseganje predpisane svetlobnega izkoristka, sicer pride do absorpcije emitirane svetlobe v plasti. S tanjšanjem zaslona pada pokritje substrata in se viša število napak. Prvotno smo uporabljali luminofor P-20 ( $ZnS,CdS:Ag$ ), s katerim smo z optimizacijo debeline nanosa dosegli svetlobni izkoristek le 16 lm/W. P-20 je kemijsko izredno občutljiva spojina. Tako so se na vlažnih zaslonih, izpostavljenih dnevnim svetlobi, pojavile sive cone z manjšo emisijo svetlobe, po postopku fritanja pri 450°C so zaradi nečistoč nastale rdeče-rjave pege na zaslonih, pri postopku segrevanja v vakuumu  $10^{-7}$  mbar pa je sublimiral CdS. P-20 ima 150 nm širok emisijski vrh z maksimumom pri 560 nm<sup>1</sup>. Zaradi navedenih težav smo izbrali novo katodoluminiscentno snov, ki je kemijsko bolj stabilna, ima daljšo življensko dobo pri višjih obremenitvah elektronskega curka, ozek emisijski vrh, višji svetlobni izkoristek in manjše delce. Vsem tem zahtevam ustreza ( $Gd_2O_3:S:Tb$ ) s komercialno oznako P-43 z maksimumom pri 545 nm, ki je eden od 4f-5d prehodov dopanta terbija.

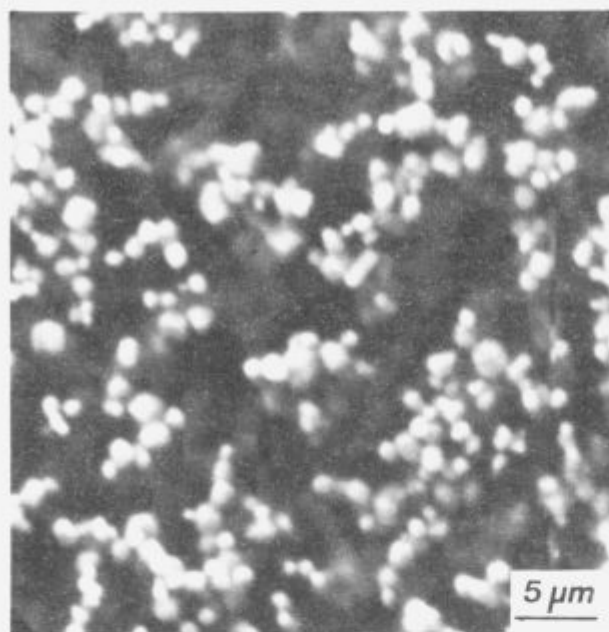
Z običajnim sedimentacijskim postopkom v centrifugi<sup>2</sup> smo pri izdelavi zaslonov z luminoforjem P-43 dobili plasti

neenakomerne debeline, kar je bila posledica nastajanja flokul v suspenziji in prehitre sedimentacije delcev še pred centrifugiranjem. Tega pojava pri P-20 z enako porazdelitvijo velikosti delcev ni bilo opaziti. Namen našega dela je bil, da z dodatkom dispergirnega sredstva stabiliziramo suspenzijo, preprečimo nastajanje skupkov in izdelamo zaslone z gostim in homogenim nanosom. Ugotovili smo tudi, da lahko z optimiranjem koncentracije veziva izboljšamo svetlobni izkoristek.

### 2. Priprava suspenzije

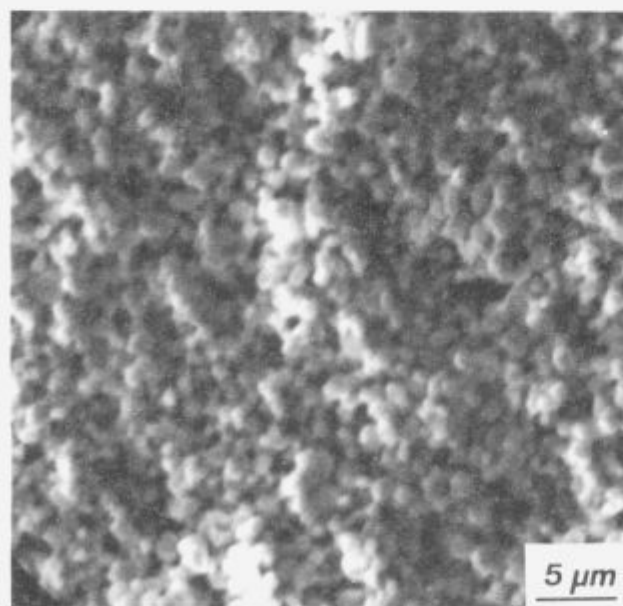
Teoretično v suspenziji ne prihaja do interakcij, če je razdalja med delci vsaj 10-krat večja od njihovega premera. Povprečna velikost delcev komercialno dosegljivega P-43 je 1,2  $\mu m$ . Pri koncentraciji 0,7 vol.% delcev je teoretična razdalja med delci 6-krat večja od njihovega premera. Med pripravljavanjem suspenzije je kljub temu prišlo do takojšnje sedimentacije, kar je onemogočilo nadaljni postopek. SEM posnetki so pokazali (slika 1), da so se primarni delci povezali v velike skupke, kar je bilo pogojeno s fizikalno-kemijskimi lastnostmi luminiscentnega prahu. Na hitrost sedimentacije lahko vplivamo z dodatki različnih vrst dispergirnih sredstev. Tenzidi znižajo površinsko napetost na meji trdno-tekoče. Molekule detergenta se adsorbirajo na površino delcev in delujejo kot odbojni ščit ter tako preprečujejo združevanje primarnih delcev. Enako funkcijo imajo tudi soli kislin, ki pa jih nismo uporabili, ker vplivajo na polimerizacijo veziva.

<sup>1</sup> Lea ŽUPANC MEŽNAR, dipl. inž. kem.,  
Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko,  
Tsedova 30, 61111 Ljubljana



**Slika 1:** Posnetek zaslona s P-43, nanešenega s sedimentacijskim postopkom v centrifugi, kjer so vidni skupki osnovnih delcev  
**Figure 1:** SEM micrograph of the P-43 screen made by centrifugal settling method, where flocculates can be seen

S serijo poskusov smo ugotovili, da dodatek 0,3 vol.% Etolata 138 (Teol) preprečuje posedanje delcev pred centrifugiranjem, kar je povzročilo tanjše plasti na polovici zaslona, kakor tudi flokulacijo delcev v suspenziji (**slika 2**). Hkrati smo z žganjem zaslonov v cevni peči pri 420°C preverili, če dodatek dispergirnega sredstva kakorkoli vpliva na lastnosti luminiscentnega materiala.



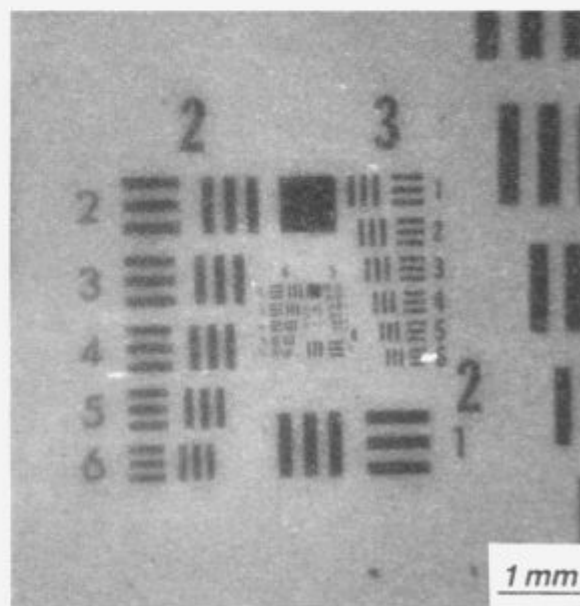
**Slika 2:** Posnetek zaslona, kjer je bil v suspenzijo dodan Etolat 138  
**Figure 2:** SEM micrograph of screen, where surface active agent Etolat 138 was added into the suspension

Vodno steklo ( $K_2SiO_3$ ) optično in mehansko veže delce luminiscentnega prahu med seboj in na steklen substrat. Dodatek elektrolita  $Ba(CH_3COO)_2$  skrajša čas polimerizacije veziva. Vodna raztopina  $K_2SiO_3$  pri pH 12 polimerizira po nukleofilnem mehanizmu tako, da se tvorijo 1-2 nm veliki delci v nekaj minutah. Elektrolit zmanjšuje debelino dvosloja na delcih  $SiO_2(OH)_2$  in tako pospešuje njihovo združevanje<sup>7</sup>. Proces polimerizacije veziva poteka hkrati z depozicijo zaslona. Vezivo po centrifugiranju povezuje delce luminoforja med seboj v gosto, 5 μm debelo plast in jih hkrati veže na steklen substrat. Ker nanos vsebuje veliko vode, ga je potrebno sušiti 24 ur na zraku in 2 uri pri 420°C, kjer pride do kalcinacije veziva in sintranja plasti. Pri tem se vezivo kovalentno veže na substrat, kar povzroči dobro adhezijo, nujno potrebno pri vzburjanju zaslona z visokoenergetskim curkom elektronov. Luminofor se med samim postopkom nanašanja in segrevanja kemijsko ne spremeni.

Pri postopnem višanju koncentracije veziva v suspenziji od 2 do 9 vol.% smo izboljšali gostoto nanosa in zvišali svetlobni izkoristek za 35 %. Količino veziva pa ne moremo poljubno višati, ker se plasti pri koncentracijah nad 9 vol.% luščijo zaradi velikih skrčkov pri sušenju. Optimalna koncentracija veziva je 8 vol.%.

### 3. Izdelava zaslonov in merilne metode

27 mg suhega prahu P-43 suspendiramo v deionizirani vodi in dodamo raztopino 0,1 ut.%  $Ba(CH_3COO)_2$ , ki pospešuje polimerizacijo veziva. V ultrazvočni banji se aglomerati mehansko ločijo na osnovne delce, kar omogoča, da se ti omočijo po celotni površini. Z dodatkom 0,3 vol.% dispergirnega sredstva Etolat 138 preprečimo združevanje delcev. Stabilni suspenziji dodamo vodno raztopino veziva  $K_2SiO_3$  (9,5 ut.%  $K_2O$ , 20 ut.%  $SiO_2$ ). Suspenzijo centrifugiramo v centrifugirkah z vgrajenimi steklenimi substrati 3 minute pri 3000 obratih. Plasti sušimo na zraku 24 ur.



**Slika 3:** USAF testna tarča, projicirana na zaslona s P-43, debeline 0,8 mg/cm<sup>2</sup>  
**Figure 3:** USAF test target, projected on the screen coated with 0,8 mg/cm<sup>2</sup> of P-43 phosphor

Zaslone vzbudimo z UV svetlobo in pomerimo svetlobni odziv. Kot izvor služi nizkotlačna živosrebrna svetilka, kot detektor pa polprevodni fotoobčutljivi senzor in merilnik električnega toka. Ločljivost zaslona pomerimo tako, da testno tarčo USAF 1951 (slika 3) projeciramo na zaslon in z mikroskopom določimo skupino, kjer še lahko ločimo linijski par<sup>1</sup>. Preiskave s SEM omogočajo določiti gostoto in debelino nanosa ter gladkost površine. Pregled zaslona z vidno in UV svetlobo z optičnim mikroskopom skupaj z zgoraj navedenimi metodami določa kakovost zaslona. Izbrani zasloni se potem vgradijo v elektronko. Pri 5 kV se pomerita svetlobni izkoristek in ločljivost, ki je izražena v širini vzbujene črte v centru zaslona.

#### 4. Rezultati

Zaradi nizke kemijske obstojnosti luminofora P-20 smo izbrali novega s komercialno oznako P-43. SEM posnetki zaslonov, izdelanih po klasičnem postopku, so pokazali prisotnost velikih skupkov osnovnih delcev in vmesnih praznin, ki jih ni bilo mogoče zapolniti z višanjem centrifugalne sile. Zaradi nizke gostote nanosa sta bila svetlobni odziv in ločljivost zaslona nizka. Z dodatkom neionogene površinsko aktivne snovi in optimiranjem količine veziva v suspenziji smo uspeli izboljšati obe bistveni lastnosti zaslona. Svetlobni izkoristek smo zvišali iz 18 na 23 lm/W; menimo pa, da ga je možno z gostejšim nanosom še

nekoliko popraviti. Meritve ločljivosti zaslona z USAF testno tarčo so pokazale, da imajo nanosi visoko ločljivost 203 lpm. Zasloni s P-20 so imeli pri podobni gostoti in debelini plasti ločljivost le 128 lpm.

#### 5. Sklep

S serijami poskusov smo izbrali parametre za pripravo stabilne suspenzije z luminoforom P-43 in pogoje za izdelavo zaslonov s centrifugiranjem. Zasloni s P-43 imajo višjo ločljivost in višji svetlobni izkoristek kot zasloni s P-20. Testna količina zaslonov je bila vgrajena v MKE z nizkonapetostnim vzbujanjem 2-5 kV. Meritve elektronk so pokazale, da zasloni ustrezajo vsem zahtevanim karakteristikam.

#### 6. Literatura

- <sup>1</sup> Electronic Industries Association (EIA) (1985), Optical Characteristics of Cathode Ray Tube Screens, Publ. No. 116A, EIA, Washington, DC
- <sup>2</sup> L. Ž. Mežnar, M. Žumer, V. Nemanič, Centrifugal Settling of High-Resolution 1-in. CRT Screens, SID Digest of Technical Papers, 1994, 520-522
- <sup>3</sup> C. J. Brinker, G. W. Scherer, Sol-gel Science, Academic Press, 1990, 99-106
- <sup>4</sup> E. Sluzky, K. Hesse, Characteristics of Ultrafine Grain P53 Screens, J. Electrochem. Soc. 138, 1991, 2418-2422