

2P050

電子線ビーム励起された $Y_2O_3 : Eu$ 薄膜からの蛍光の空間広がりに関する検討

(静大院・工) ○神谷将至、中西洋一郎、小南裕子、川田善正、杉田篤史

序

光学顕微鏡は回折限界の問題からその空間分解能はせいぜいサブミクロンメートルである。一方、電子顕微鏡はナノメートルオーダーの空間分解能を容易に実現することができるが、原則的に真空中での利用となるため、観測可能な試料は限定される。我々はこの両者の長所を合わせ持った電子ビーム励起型光学顕微鏡を提案している【1】。この顕微鏡は電子ビームによると薄膜蛍光体を励起し、そこから放射される微小光を光源として利用するものである。モンテカルロシミュレーションによると、蛍光体薄膜と電子ビームとの相互作用長が短い場合、蛍光体表面から放射される蛍光の空間広がりには十分回折限界を保证されるものと予想される(図1)。このような電子ビーム励起型光学顕微鏡を開発する上で、電子線のエネルギーから蛍光への変換効率の高い薄膜材料は必要不可欠である。本発表ではそのための候補となる材料として $Y_2O_3 : Eu$ 薄膜を製作した結果について報告する。

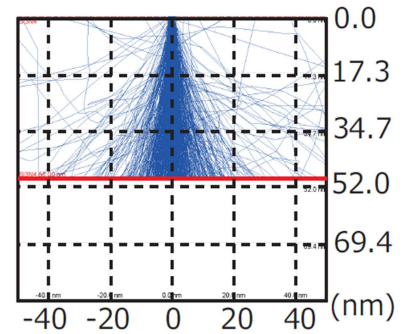


図 1: シミュレーションによって見積もられた蛍光薄膜中における電子線ビームの伝搬過程電子の加速電圧 5 kV であるとする

実験

$Y_2O_3 : Eu$ 蛍光薄膜は石英ガラス基板上に積層した。 Y_2O_3 中での Eu の濃度は 2 mol% である。最初に Y_2O_3 と Eu_2O_3 粉末を攪拌し、錠剤成形器によりペレットにしたものを 1000 °C にて焼結した。次に電子ビーム蒸着法により、ペレットに電子ビームを照射し、石英ガラス基板上に 50~400 nm の膜厚で蒸着をした。膜厚制御は水晶振動子法によって行なった。最後に結晶化度を向上させるために、1000 °C、3 時間でアニール処理を行った。蛍光体薄膜の評価は、X 線構造解析 (XRD)、吸収分光、蛍光分光、蛍光励起分光、カソードルミネッセンスの測定によって行なった。

結果と考察

図 2 は、膜厚 400 nm の $Y_2O_3 : Eu$ 薄膜のアニール処理前後での XRD パターンを示す。アニール後の薄膜からは、 2θ (hkl) = 29.1° (222)、33.7° (400)、48.5° (440)、57.6° (622) に Y_2O_3 由来のピークが見られた。アニール前に確認できなかったピークも含め、アニール後のピーク強度が強くなっており、薄膜の結晶化度が向上していることが確認できる。

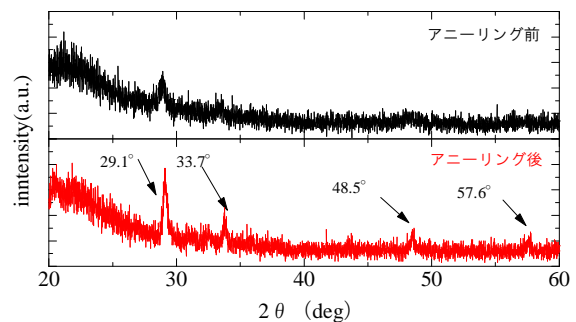


図 2: 膜厚 150 nm の $Y_2O_3 : Eu$ 薄膜におけるアニール処理前後の X 線構造解析パターン

図3は膜厚 150 nm の $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}$ 薄膜の(a)線型吸収スペクトル、(b)蛍光励起スペクトル、(c)蛍光スペクトルである。蛍光励起スペクトルは 612 nm の蛍光強度より、また蛍光スペクトルは 200 nm の励起光を用いて測定した。図 3a の吸収スペクトルでは、200 nm 付近とそれより短波長側に吸収帯が見られる。このうち前者は、 $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}$ 由来のもの、後者は石英ガラスに由来するものである。実際、蛍光励起スペクトルに見られる 206 nm のピークは線型吸収のピークとよく対応するものである。蛍光スペクトルは 612 nm にピークを持つが、他にも 630 nm 及び 590 nm 付近にもサイドピークが見られる。 Y_2O_3 は複数の単位結晶が存在するため、これらのサイドピークは安定な立方晶以外の構造の結晶によるものと考えている。

図4は、 $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}$ 薄膜のカソードルミネセンス測定の結果である。加速電圧は 0~10 kV の間で行い、電流値は $1.17 \mu\text{A}$ である。加速電圧が 5 kV のときにカソードルミネセンスの放射輝度は最大となった。加速電圧が 5 kV を超えるとカソードルミネセンスの量は増加せずむしろ減少している。電子線のエネルギーは蛍光体により減速されることなく薄膜を通過する確率が高くなったことによるものと考えている。

顕微鏡の性能を評価する上で空間分解能だけでなく、光源の明るさも重要なパラメータである。次の手続きに基づいて電子 1 個あたりの光子変換効率に見積もった。電子線に使われた電流量が $1.17 \mu\text{A}$ であった。ここから、試料に照射したフォトン数は、 7.3×10^{12} 個である。放射輝度は 230 cd/m^2 であり、これは 2.1 W/m^2 に相当する。カソードルミネセンス測定のための電子銃のビームサイズは面積が $7 \times 10^{-6} \text{ m}^2$ であるため、光のエネルギーは $1.5 \times 10^{-5} \text{ W}$ となる。ここで、 $E=h\nu$ より、610 nm の光のエネルギーを求めると、 $3.25 \times 10^{-19} \text{ W}$ となるため、発光によって出てきたフォトン数は、 4.6×10^{13} 個となる。よって、変換効率は 6.3 となる。つまり、作成した試料では、電子線中のフォトンが 1 つ照射されることで、およそ 6 個のフォトンが蛍光として変換される。なお、講演では、SEM 用の集光電子ビームにより放射されたカソードルミネセンスについての実験結果についても報告する。

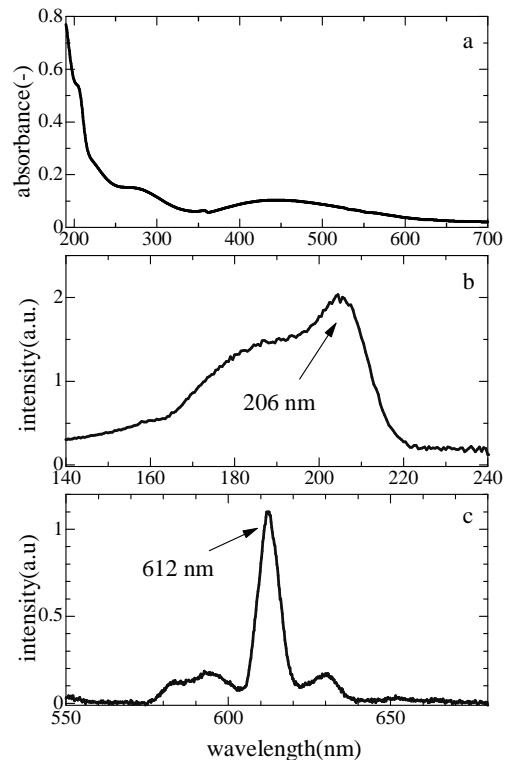


図 3: $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}$ 薄膜の(a)線型吸収スペクトル、(b)蛍光励起スペクトル、(c)蛍光スペクトル

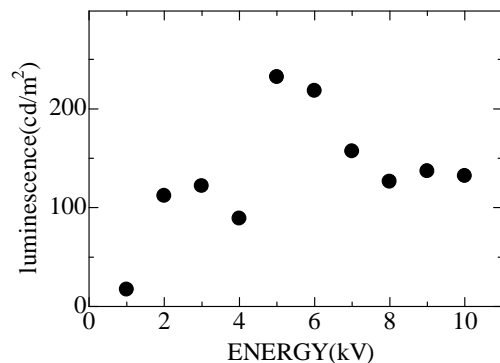


図 4: $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}$ 薄膜での、電子線の加速電圧に伴う放射輝度の変化 (膜厚 150 nm)