

電子ビーム励起顕微鏡用蛍光体膜の合成

[1] 組織 (以下10.5ポイント)

代表者：土屋 哲男

(産業技術総合研究所)

対応者：居波 渉

(静岡大学電子工学研究所)

分担者：中島智彦

(産業技術総合研究所)

[2] 研究経過 (以下10.5ポイント)

本研究では、塗布熱分解法により極薄の各種蛍光体膜を窒化シリコン基板上に作製し、高効率のカソードルミネッセンス発光と面内均一発光を目指す。本蛍光体膜を電子線励起アシスト光学顕微鏡に適用し、高信号雑音比での動画観察を実現する。電子線励起アシスト光学顕微鏡は、収束した電子線を蛍光体膜に照射することで励起したナノ光源により高分解能を実現する。電子線は、直径数ナノメートルに集束することができる。また、電子線は、電場もしくは磁場で高速に走査できるため、実時間観察に適している。電子線励起アシスト光学顕微鏡は、試料の光学定数(吸収や屈折率など)の動的な振る舞いを、ナノメートルオーダーの空間分解能かつ実時間で観察できる。さらに、これまでに開発された分光、蛍光、偏光などの光学顕微鏡の観察手法もそのまま適用可能であり、幅広い分野での応用が期待できる。

この電子線励起アシスト光学顕微鏡で使用する蛍光体薄膜には、高い発光強度、面内で均一発光と極薄さが要求される。発光強度が高いと、高い信号雑音比でデータを取得でき、速いフレームレートでの動画観察も可能となる。顕微鏡観察の場合、照明光の強度が場所によって異なる問題である。観察している試料の吸収が場所によって異なるために、取得した画像の明るさが異なるのか、照明光の強度が場所によって異なるために画像の明るさが異なるのかが分からなくなる。そのため、蛍光体面内で均一に発光することは重要である。電子線励起アシスト光学顕微鏡は、収束した電子線を蛍光体膜に照射して、光の回折限界以下の光スポットを得る。蛍光体薄膜の厚さは、この光スポットのサイズと関係がある。蛍光体薄膜が厚いと、蛍光体薄膜中で電子線が散乱し、

形成される光スポットのサイズは大きくなってしまふ。これまでの研究結果から、100nm以下の厚さの蛍光体薄膜を用いることで、光の回折限界以下の光スポットを得られることが分かっている。今回は、窒化シリコン薄膜上にCaTiO₃系の蛍光体膜を塗布熱分解法により成膜した。

[3] 成果

(3-1) 研究成果

図1に蛍光体薄膜の構成図を示す。CaTiO₃系の赤色蛍光体を窒化シリコン薄膜上に成膜した。中心部はシリコンを除去し、窒化シリコンのみになっている。このウィンドウ部の窒化シリコン薄膜の厚さは50nmである。これは、電子線の散乱を少なくし、より小さい光スポットを得るためである。

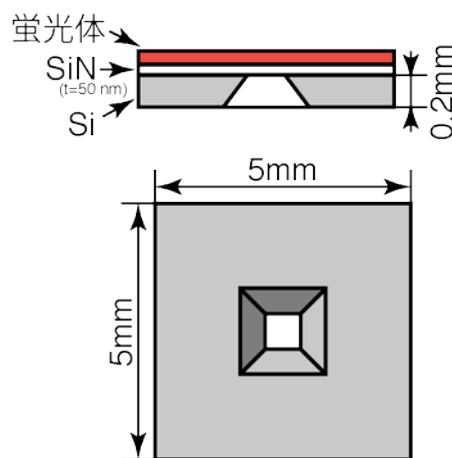


図1. 作製する蛍光体薄膜の構成

図2に作製した蛍光体薄膜から得たカソードルミネッセンスのスペクトルを示す。走査型電子顕微鏡の試料ステージに設置し、電子線を照射した。カソードルミネッセンスは、走査型電子顕微鏡内に設置した双曲面ミラーで集め、光ファiberで、分光器へ導入した。分光器のグレーティングは、600 g/mm blaze=500mmである。検出器には、光電子増倍管を用いた。図2に示したスペクトルより波長615nm程度にピークを持つことが分かる。単色性が高いため、様々な応用に適している。また、明るさも非常に高く、我々がこれまで作製したZnOよりも明る

いことが分かった。

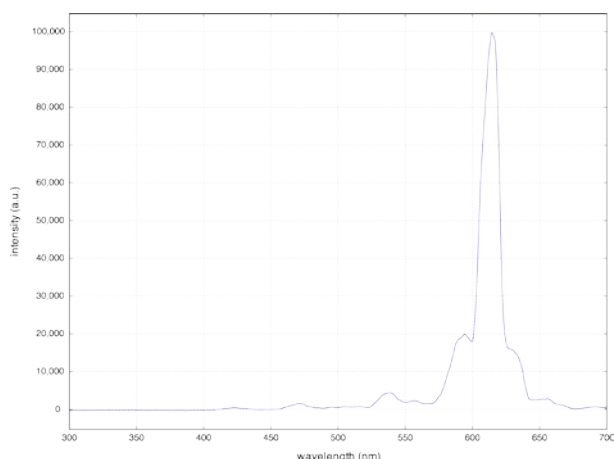
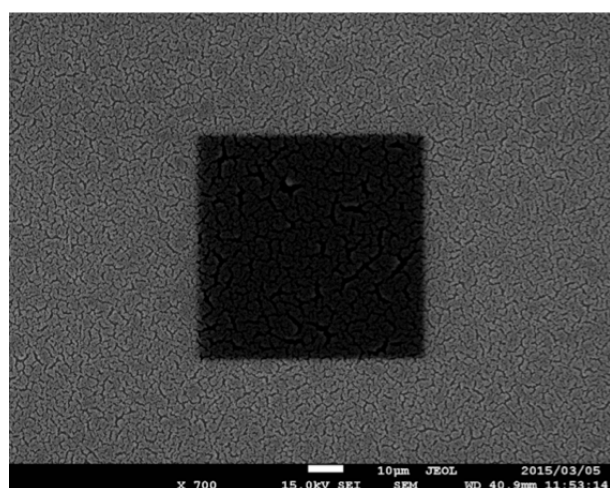
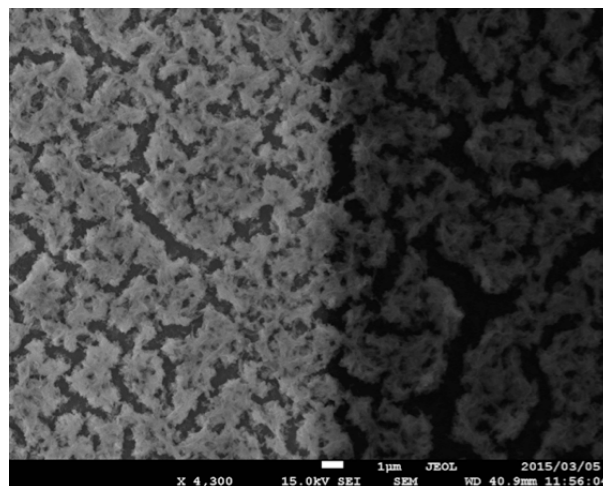


図2 作製した蛍光体薄膜から取得したカソードルミネッセンススペクトル

図3に作製した蛍光薄膜の走査型電子顕微鏡写真を示す。観察には日本電子社製JEM-7001Fを用いた。電子線の加速電圧は15kVである。図3(a)は、窒化シリコンウィンドウ上の画像である。倍率は700倍である。黒い部分が窒化シリコンウィンドウ部である。黒く観察されたのは、膜厚が薄く信号量が少ないためである。黒い部分にも蛍光体は成膜されている。図3(b)は、(a)の窒化シリコンウィンドウの端部の拡大した画像である。窒化シリコンウィンドウ部にも蛍光体は成膜されていることが分かる。しかし、均一性は悪く、ひび割れがある。これは、電子ビーム励起顕微鏡では、照明光が不均一になってしまうため、改善する必要がある。



(a) 窒化シリコンウィンドウ上



(b) (a)の窒化シリコンウィンドウの端部の拡大
図3. 作製した蛍光薄膜の走査型電子顕微鏡写真

(3-2) 波及効果と発展性など

電子ビーム励起顕微鏡では、蛍光体薄膜がキーコンポーネントである。薄く明るく発光する蛍光体薄膜が必要となる。今回、研究代表者が作製した蛍光薄膜は、非常に明るいことが分かった。今後、成膜プロセスを最適化することで、ひび割れをなくす予定である。また、研究代表者は、赤色発光だけでなく、他の色で発光する蛍光体薄膜を作製できる。顕微鏡において、照明光の波長の拡大は非常に重要であり、その波及効果は大きい。

[4] 成果資料

(1) Extended abstract of Collaborative Conference on 3D and Materials Research (CC3DMR), June 15 - 19, 2015, Invited talk