

電子ビーム励起顕微鏡用蛍光体膜の合成

1] 組織

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

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。また、電子線励起アシスト光学顕微鏡により細胞の高感度、高分解能観察を行う。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。蛍光体膜が厚いと、蛍光体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(a)に電子線励起アシスト光学顕微鏡で用いる蛍光体膜の構成図を示す。CaTiO₃系の赤色蛍光体を窒化シリコン薄膜上に成膜する。中心部はシリコンをエッチングにより除去し、窒化シリコン薄膜のみになっている。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(b)には、細胞培養用の35mmディッシュに取り付けられた蛍光体膜を示す。35mmディッシュの中央部に電子線励起アシスト光学顕微鏡用の蛍光体膜が設置されている。このディッシュを用いて、細胞を蛍光体膜上に培養し、その後、観察を行う。

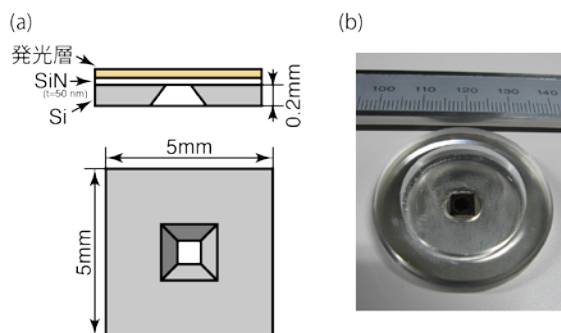


図1. 電子線励起アシスト光学顕微鏡で用いる(a)蛍光体膜の構成と(b)細胞培養用の35mmディッシュに取り付けられた蛍光体膜

静岡大学において、Zn₂SiO₄薄膜を作製した。

Zn₂SiO₄薄膜は、ZnO薄膜を高温でアニールすることで得ることができる。図2にZn₂SiO₄薄膜のカソードルミネッセンススペクトルをしめす。赤線がZn₂SiO₄薄膜、青線がZnO薄膜のスペクトルである。Zn₂SiO₄薄膜では、300nmと580nmに発光ピークがある。Zn₂SiO₄薄膜の発光強度は、ZnO薄膜に対して、15倍明るくなった。

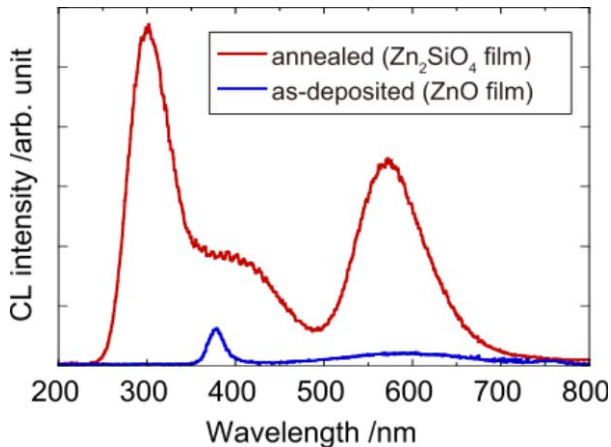
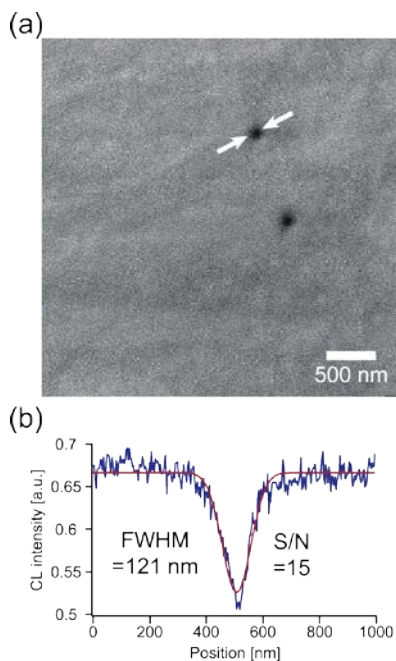


図2. Zn₂SiO₄薄膜のカソードルミネッセンススペクトル

図3(a)に作製したZn₂SiO₄薄膜を用いて、100nmの金微粒子を電子線励起アシスト光顕微鏡で観察した結果を示す。黒い部分が金微粒子の像である。金微粒子が光を散乱したため、検出される光が弱くなり、黒く観察されたと考えられる。図3(b)に(a)の矢印



3. 電子線励起アシスト光顕微鏡による直径 100nmの金微粒子の観察結果。作製したZn₂SiO₄薄膜を用いた。

印部分の強度プロファイルを示す。これより、金微粒子の像の半値全幅は121nm、信号雑音比は15であった。これより、高い空間分解能とし信号雑音比を実現できたことが分かる。

また、産総研では膜組織の改善を目的とし、蛍光体及び材料プロセスの検討〔塗布光照射法〕を行なった。その結果、図4に示すように光照射法で作製したY₂O₃:Eu膜は、900°Cで加熱した膜より結晶性がよく、また、亀裂のない蛍光体膜(図5 SEM)の作製に成功した。今後、本膜を用いてカソードルミネッセンス特性を評価していく予定である

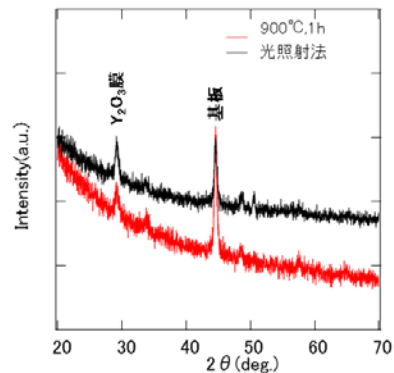


図4 熱分解法と光照射法により作製した蛍光体膜のXRDパターン

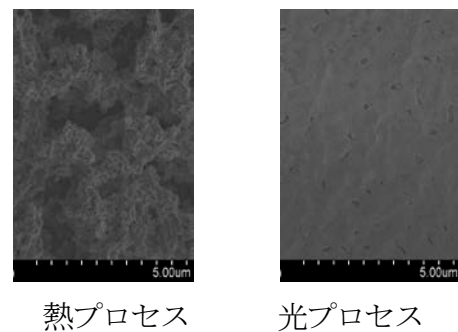


図5 熱分解法と光照射法により作製した蛍光体膜のSEM写真

(3-2) 波及効果と発展性など

電子ビーム励起顕微鏡では、蛍光体薄膜の作製が重要である。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、膜厚が薄いにも拘わらず、発光量が多い。今後、さらに成膜プロセスを最適化し、均一性の高い発光膜を作製する。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) Development of flexible oxide thin films produced by photo-reaction of metal organic compound: Electrical and optical applications

Tetsuo Tsuchiya, T. Nakajima, T. Nakamura, I. Yamaguchi, H. Matsui, The Energy, Materials, and Nanotechnology (EMN) Meeting on Ceramics 2016
Invited talk.

出張報告

氏名：
所属：
期間：
用務先：
用務内容：
主たる対応者：