

実験概要

Monarc システム

タイトル

走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた分光学的時間分解カソードルミネッセンスの研究

使用装置

Monarc® Proは、カソードルミネッセンス(CL)発光の完全な解析を提供するシステムであり、初心者から熟練者まで、すべてのユーザーが最高品質のデータを取得することができます。

背景

半導体材料、蛍光体、地質試料からの発光の経時変化は、発光メカニズムの重要な特性を明らかにすることができます。発光の減衰定数(τ)は測定可能であり、通常、発光波長の関数として変化します。 τ を測定することで、応力や歪みに関連した再結合ダイナミクス、移動度、拡散長を明らかにすることができます。電子顕微鏡では、超高速のオン・オフ遷移を伴うパルス電子ビームが必要なため、 τ を調べることは実験的に困難です。解決策として、超高速ビームブランキングや光電子誘導電子パルスが考えられます。しかし、これらの方法は、非常に限られた特殊な顕微鏡にしか適していません。

試料と方法

本研究では、SEMの電子ビームを用いて、市販のZnS:Cu, Al系無機蛍光体粒子を励起し、電子ビームの照射位置を励起のON/OFFスイッチとして利用することを検討しました。電子ビームスキャン中、電子ビームが粒子に照射されているときは試料が励起され、電子ビームが非発光基板に移動すると励起がオフになります。粒子からの発光減衰は、Monarc Pro CLシステムとDigiScan™ 3を用いて、時間分解能 ≥ 100 nsで測定されました。(電子ビームスキャン条件で設定したピクセルあたりのドウェルタイムに基づく)。DigitalMicrograph®ソフトウェアを用いて、波長 400 - 700 nmの範囲で60スライス(5 nmバンドパス)の波長フィルタリングスペクトルイメージを取得しました(図1)。0 - 185 μ sのスペクトルを抽出し、強度 I の減衰を時間 t と波長 λ の関数として、2成分減衰定数 τ を用いて、以下のように決定しました：

$$I(\tau_1, \tau_2, \lambda) = I(\lambda)_1 \exp(-t/\tau_1(\lambda)) + I(\lambda)_2 \exp(-t/\tau_2(\lambda)) + C$$

減衰定数 τ_1, τ_2 (図2に表示)、ピーク発光 515 nm で、それぞれ約12 μ s、約45 μ sでした。

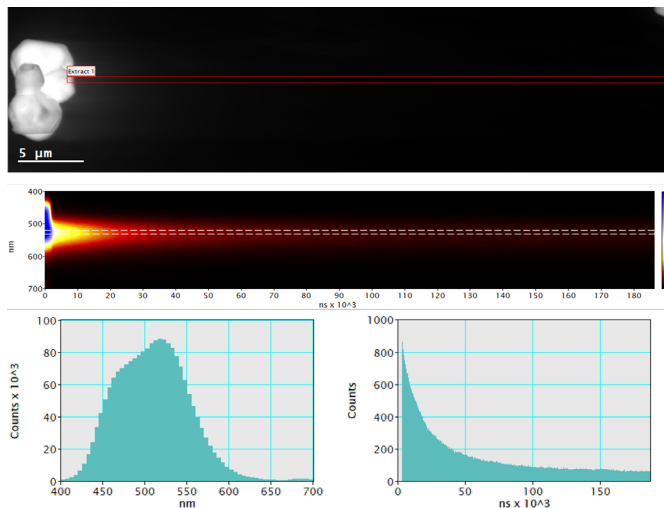


図1. (上) 減衰抽出領域(赤い四角)を示したUnfilterのCL像、(中) ルミネッセンスの減衰を示す発光性蛍光体粒子からのストリークマップ、(左下) CLスペクトル、(右下) 525 ± 10 nm からの発光の減衰

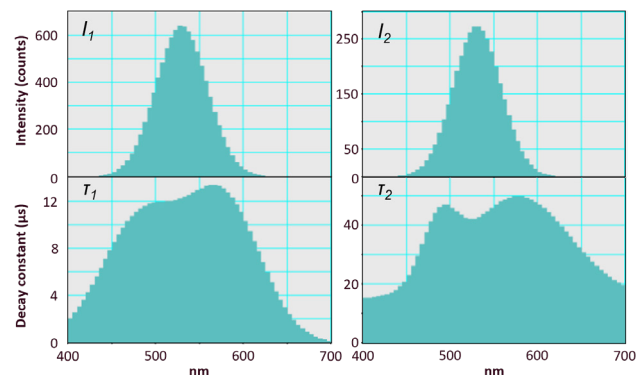


図2. (左上) $I_1(\lambda)$ 、(右上) $I_2(\lambda)$ 、(左下) $\tau_1(\lambda)$ 、(右下) $\tau_2(\lambda)$ を含むフィット結果

まとめ

PMT検出器を使用して、市販のZnS:Cu, Al系無機蛍光体の発光減衰を100 ns以上の分解能で分光計測しました。この手法により、ピーク発光で約12 μ s と 45 μ sの2つの寿命要素を分光学的に決定することができました。これは、分光CLイメージングが燐光寿命のルミネッセンス減衰の評価に拡張できることを示すものです。

Gatan, Inc. は、試料作製から像観察や分析までの電子顕微鏡の能力を拓げる装置とソフトウェアの世界トップレベルのメーカーです。

