

# 多光子蛍光計測及び LA-ICPMS による $\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$ 単結晶の評価

## Evaluation of $\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$ Single Crystal

### by Multi-photon Luminescence and LA-ICPMS mapping

○田中 美帆<sup>1</sup>、遠山 浩平<sup>1</sup>、小野 晋吾<sup>1</sup>、

高柳 順<sup>2</sup>、福田 健太郎<sup>3</sup>、榎納 好岐<sup>4</sup>、平田 岳史<sup>4</sup>

(1. 名工大、2. アイシン精機、3. トクヤマ、4. 京大)

○Miho Tanaka<sup>1</sup>, Kohei Toyama<sup>1</sup>, Shingo Ono<sup>1</sup>,

Jun Takayanagi<sup>2</sup>, Kentaro Fukuda<sup>3</sup>, Yoshiki Makino<sup>4</sup>, Takafumi Hirata<sup>4</sup>

(1.Nagoya Institute of Technology, 2.Aisin Seiki Co., Ltd., 3.Tokuyama Corporation, 4.Kyoto Univ.)

E-mail: pinklady.michan@gmail.com

$\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$  は、母材である  $\text{LiCaAlF}_6$  単結晶に発光中心である  $\text{Ce}^{3+}$  イオンをドーピングすることで、レーザー材料や放射線検出器等に用いられるシンチレータ材料として利用されている[1]。このような材料の高品質化のためには、 $\text{Ce}^{3+}$  イオンの濃度や空間分布を評価することは極めて重要であるにも関わらず、一般的な元素分析装置の検出感度を下回るほど微量なドーピング濃度であるため、評価をすることが困難であった。本研究では、 $\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$  単結晶からの多光子蛍光強度を測定することで、非破壊・三次元・高感度で  $\text{Ce}^{3+}$  の濃度及び空間分布を評価した。さらに高感度破壊計測である LA-ICPMS[2]による元素分析から、多光子蛍光強度と  $\text{Ce}^{3+}$  濃度の相関関係を調査し、本評価方法が新たな元素分析法として非常に有用であることを証明した。

$\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$  単結晶に対してフェムト秒レーザーを集光照射し、発生した多光子蛍光の強度を光電子増倍管によって測定する。レーザーを走査することで、二次元蛍光強度分布が得られる。さらに蛍光強度分布を取得した位置に対して、LA-ICPMS による元素分析を行った。 $\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$  単結晶表面にフェムト秒レーザーを集光照射し、レーザーアブレーションを引き起こす。これにより発生した粒子を、Ar ガスによって質量分析装置に送り、元素の濃度を測定する。材料を乗せたステージを走査することで、 $\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$  単結晶内に含まれる元素の空間分布を測定した。

図 1 に  $\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$  単結晶表面の二次元多光子蛍光強度分布の中でも特に特徴が見られた位置を示す。空間分解能  $0.26\mu\text{m}$  であり、単結晶サンプル内でも蛍光強度に差が見られた。結晶内には微細な散乱体が存在しており、蛍光強度の高い散乱体(A)と蛍光強度の低い散乱体(B)が観測された。

図 1 と同じ領域において LA-ICPMS による元素分析を行った結果を図 2 に示す。図 2(a)は発光中心元素である Ce の空間分布を、図 2(b)は Ca の空間分布を示している。図 1 と図 2 の比較から、蛍光強度の

強さと Ce の濃度が対応していることを証明した。Ce の濃度は全体的におよそ  $0.01\sim 0.07\%$  であったが、A 付近では  $0.1\%$  以上の濃度が観測された。これに対して B では Ce はほとんど存在していない。また図 2(b)より、位置 A、B 共に Ca はほとんど観測なかったことから、位置 A では気泡周辺に  $\text{CeF}_3$  が凝集し、位置 B では気泡のみが存在している可能性が高い。

多光子蛍光計測を用いた本評価手法は、極めて微量な元素の非破壊・三次元・高感度な元素分析方法として、今後の発展が大いに期待できる。

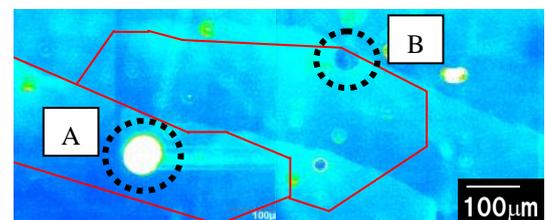


図 1  $\text{Ce}^{3+}:\text{LiCaAlF}_6$  表面の多光子蛍光強度分布

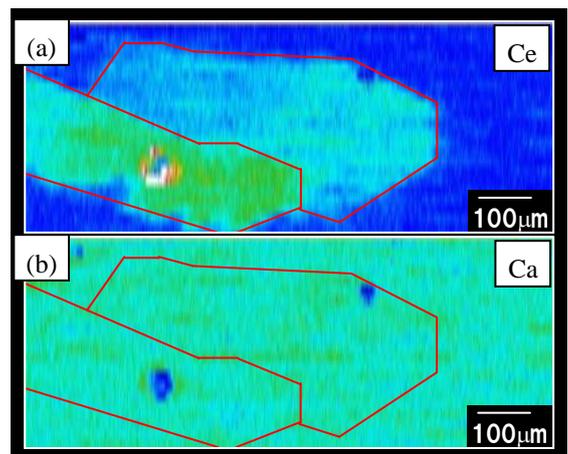


図 2 LA-ICPMS による元素分布 (a) Ce (b) Ca

参考文献

- [1] T. Yanagida, et. al., IEEE Trans. Nucl. Sci., **57**(2010) 1312.
- [2] T. Hirata, ANALYTICAL SCIENCES, **23**(2007) 1195.