

# Verwendung von Einkristallen als optische Referenzmaterialien im UV- und NIR-Bereich

Patrick Pues<sup>a</sup>, Daniel Rytz<sup>b</sup>, Sebastian Schwung<sup>b</sup> und Thomas Jüstel<sup>a</sup>

a) Fachhochschule Münster, Fachbereich Chemieingenieurwesen, Stegerwaldstr. 39, D-48565 Steinfurt  
b) FEE GmbH – A Division of EOT, Struthstrasse 2, D-55743 Idar-Oberstein  
p.pues@fh-muenster.de, tj@fh-muenster.de, schwung@fee-io.de, rytz@fee-io.de

24. DAFP Symposium, 06. und 07.06.2019, Braunschweig

## Hintergrund

Zur Entwicklung optischer Funktionsmaterialien ist die Quantifizierung der Eigenschaften dieser Materialien ein zentrales Element. Dazu werden neben Referenzen für den sichtbaren auch für den UV- und NIR-Bereich Referenzmaterialien benötigt. Die Korrekturkurven von heutigen Spektrometern sind im Sichtbaren relativ flach, steigen aber hin zum UV- und IR-Bereich steil an. Dies macht den Bedarf an guten Standards für eben diese Bereiche noch größer. [1]

Auf Grund Ihrer einzigartigen Eigenschaften im Vergleich zu Pulvern oder Keramiken werden Einkristalle häufig für den Einsatz in optischen Geräten wie Lasern, lichtlinearen Optiken oder Szintillatoren genutzt. Des Weiteren werden Einkristalle als Farbkonverter in Hochleistung-LEDs diskutiert. Ihr hoher Umwandlungswirkungsgrad, ihre hohe thermische Stabilität sowie ihre hohe Wärmeleitfähigkeit machen Einkristalle zu einer vielversprechenden Materialgruppe für viele optische Anwendungen. [2] Diese Eigenschaften in Verbindung mit der hohen Stabilität von Einkristallen eröffnen auch die sinnvolle Anwendung von Einkristallen als optisches Referenzmaterial.

Erste Ergebnisse für den sichtbaren Bereich zeigen bereits die Einsatzfähigkeit von Kristallen als optisches Referenzmaterial und sollen nun auf den IR- und UV-Bereich übertragen werden.

## Konzeptidee



Vom Kristall  
→  
Zum Standard



Fig. 1 Foto eines Einkristalls und eines daraus gefertigten Referenzstandards

## Der Nutzen optischer Standards

- **Vergleichbarkeit unterschiedlicher Spektrometer**
  - Unabhängigkeit von unterschiedlichen Messaufbauten
  - Einfacher Vergleich von Messungen unterschiedlicher Arbeitsgruppen
  - Erkennen von gangunterschieden der Monochromatoren
- **Schnelle und einfache Überprüfung des Messsystems**
  - Kontrolle der Stabilität der Messung, auch über längere Messreihen hinweg
  - Kontrolle des Messaufbaus nach Wartungen
  - Erkennen von lang- und kurzzeitigen Änderungen im Messsignal

## Einkristall vs. Pulver

### Standard auf Basis von Pulvern

- Vergleichsweise preiswert
- Einfache Fertigung
- Die Streueigenschaften ändern sich mit der Präparation und der Partikelgrößenverteilung
- Pulverproben sind schwer zu reinigen
- Relativ schnelle Alterung von Pulvern aufgrund großer Oberfläche



Fig. 2 YAG:Ce<sup>3+</sup> Pulver in einem Probenträger

### Standard auf Basis von Einkristallen

- Gleichbleibende optische Eigenschaften über einen weiten Temperaturbereich
- Die Streuung kann durch Oberflächenbehandlung definiert werden
- Leichte Reinigung
- Hohe Stabilität und damit sehr lange Lebensdauer
- Vergleichsweise teuer
- Komplexe Fertigung

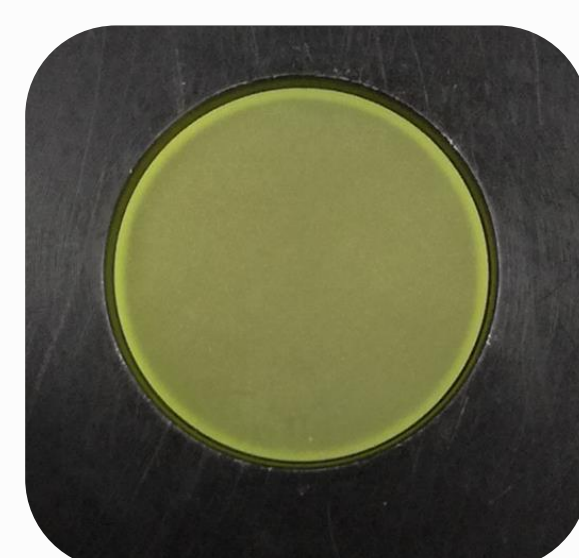


Fig. 3 YAG:Ce<sup>3+</sup> Einkristall in einem Probenträger

## Dotierte vs. undotiert Kristalle

### Dotierte Einkristalle

- Die Aktivator-Konzentration im Einkristall hat einen großen Einfluss auf die Photolumineszenz und die Quantenausbeute
- Die Konzentration in der Schmelze kann auf Grund von Einbaukoeffizienten von der Konzentration im Kristall abweichen
- Die Reproduzierbarkeit muss gewährleistet sein

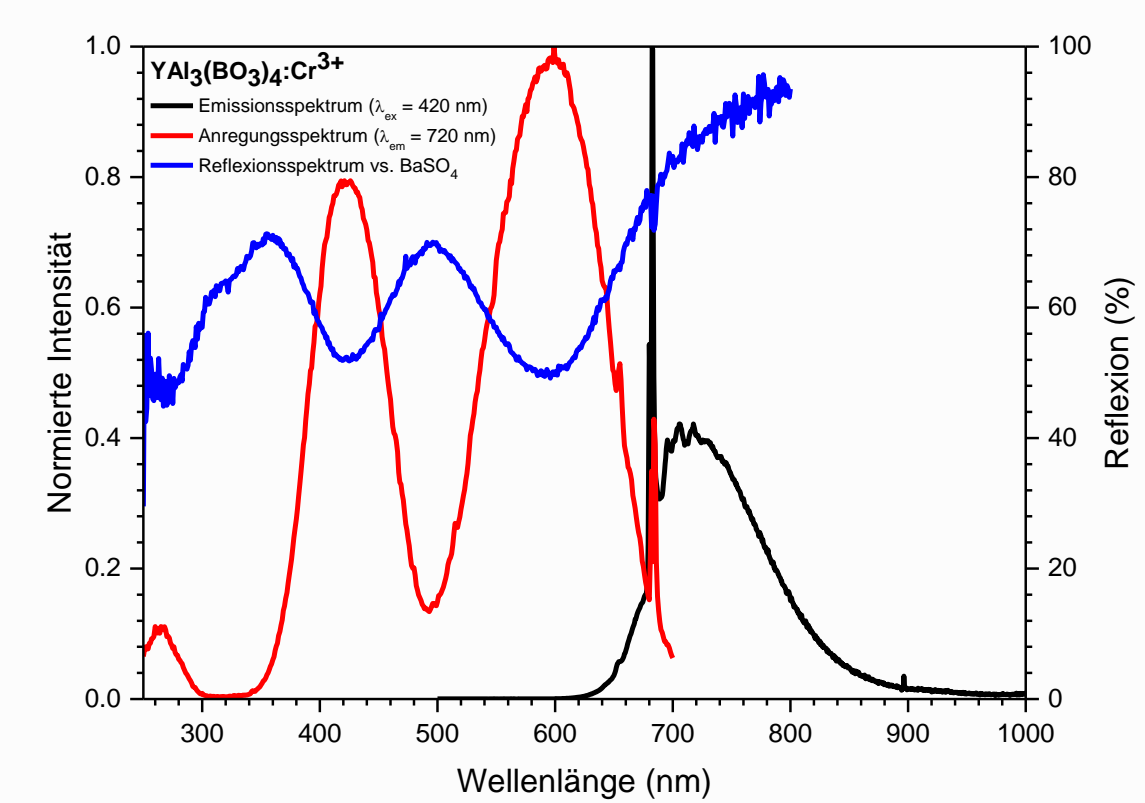


Fig. 4 Anregungs-, Emissions- und Reflexionsspektrum von YAl<sub>3</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>4</sub>:Cr<sup>3+</sup> [3]

### Undotierte Einkristalle

- Die Aktivator-Konzentration wird durch die chemische Zusammensetzung definiert
- Bei stöchiometrisch eingebauten Aktivatoren, z.B. bei CeF<sub>3</sub>, kann Konzentrationslöschung zum Problem werden

## Ausblick

### Übertrag der Ergebnisse vom sichtbaren auf UV-/IR-Bereich

- Einkristalle zeigen bessere Eigenschaften als Pulver
- Einkristalle sind langlebig und einfach zu handhaben

### Besseres Verständnis des Einflusses der Kristallgeometrie auf die Lumineszenz

- Anisotrope Effekte und Winkelabhängigkeiten
- Probenträger angepasste Geometrie

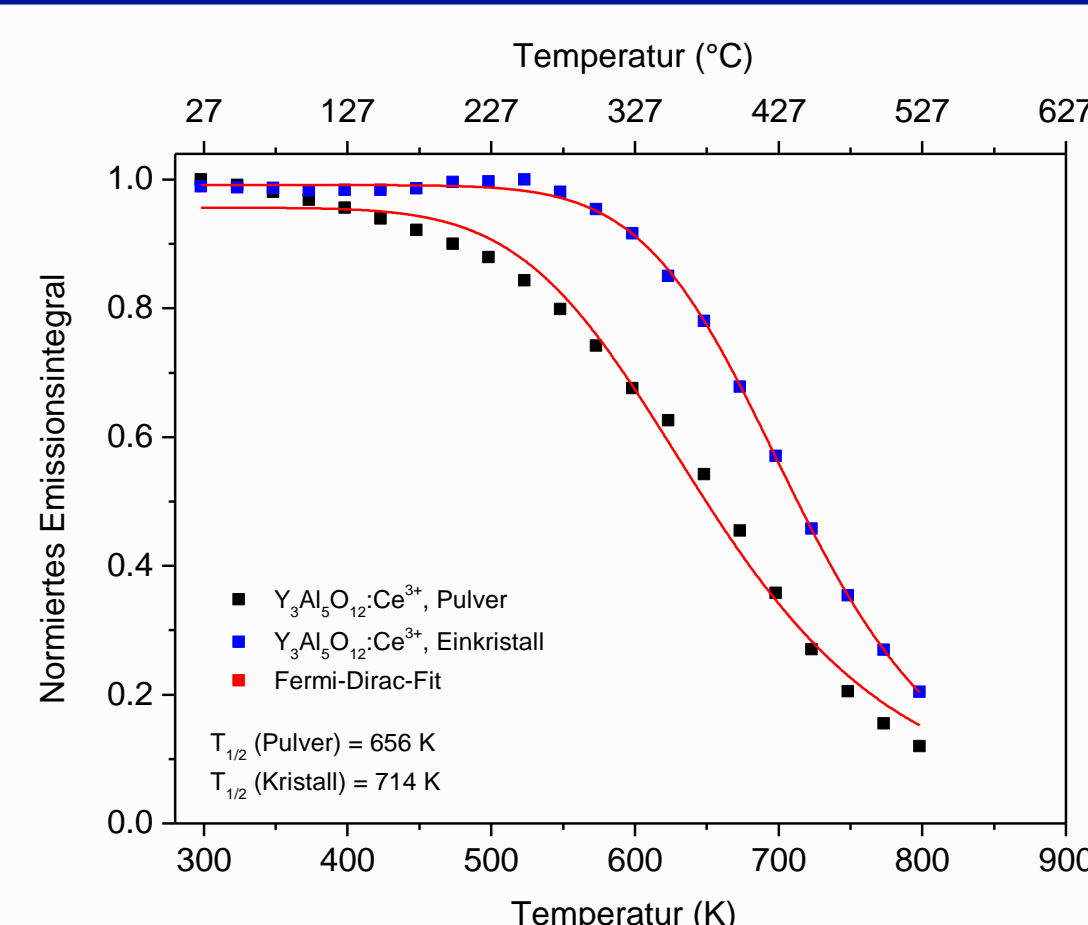


Fig. 5 Thermisches Löscherhalten eines YAG:Ce<sup>3+</sup>, Einkristalls und eines Pulvers

## Kristallzuchtung

### Züchtung geeigneter Materialien und deren Bearbeitung

- Top Seeded Solution Growth / Czochralski-Zucht
- Bearbeitbarkeit und Stabilität sind entscheidend

- **UV-Emitter**
  - CeF<sub>3</sub>
  - LuPO<sub>4</sub>:Pr<sup>3+</sup>
- **IR-Emitter**
  - YAl<sub>3</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>4</sub>:Cr<sup>3+</sup>
  - Sr<sub>8</sub>MgLa(PO<sub>4</sub>)<sub>7</sub>:Cr<sup>3+</sup>

## Quellen

- [1] Brouwer, A. M. Standards for photoluminescence quantum yield measurements in solution (IUPAC Technical Report), Pure and Applied Chemistry 83, (2011), 2213–2228  
[2] S. Arjoca, E.G. Villora, D. Inomata, K. Aoki, Y. Sugahara, K. Shimamura, Temperature dependence of Ce:YAG single-crystal phosphors for high-brightness white LEDs/LDs, Materials Research Express 2, (2015), 055503  
[3] B. Malysa, A. Meijerink, T. Jüstel, Temperature dependent luminescence Cr<sup>3+</sup>-doped GdAl<sub>3</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>4</sub> and YAl<sub>3</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>4</sub>, Journal of Luminescence 171, (2016), 246–253

## Danksagung

Die Autoren danken dem Bundesministerium für Bildung und Forschung, für die großzügige finanzielle Unterstützung. Förderkennzeichen: 13FH307PX6