

カーボンナノチューブ共振器によるサブフェムトグラム熱重量分析

Sub-femtogram thermogravimetric analysis using carbon nanotube resonator

大阪府大工, °出野史也, 廣島成哉, 竹井邦晴, 有江隆之, 秋田成司

Osaka Pref. Univ., °F. Deno, S. Hiroshima, K. Takei, T. Are, S. Akita

E-mail: deno-4@pe.osakafu-u.ac.jp

はじめに カーボンナノチューブ(CNT) 機械共振器は優れた機械的特性により超高感度質量・熱量センサとしての応用が期待されている[1, 2]。本研究では、 10^{-15} g以下の熱重量分析へ向け、CNT上のInの相変化および熱重量分析について検討した。

実験 質量検出には、片持ちりCNT機械共振器を用いた。CNTの励振には光誘起熱駆動法を用い、光—機械ヘテロダイナ法により共振周波数を高精度に検出した[2]。実験で用いたCNTはCVD合成後、高温アニールした直径80 nm、長さ10.5 μ m、重さ11.9 fgのものである。熱重量分析を行うために真空中 ($\sim 10^{-3}$ Pa) でマイクロセラミックヒーターによりCNT機械共振器を加熱可能とした。ここで、CNTは非常に高い熱伝導率を持ち真空中におかれているため気体への熱拡散は無い。熱重量分析の対象としてInを選択し、EB蒸着法によりCNT上に5 nm蒸着したのち、共振周波数の温度依存性を測定した。

結果と検討 図1に示すように室温付近から約466 Kまで基板温度を変化させた時、Inの無い場合、CNTの共振周波数は温度上昇とともに単調に低下するが、Inを蒸着した場合には385 K近傍から周波数が上昇に転ずる。ここで、Inを蒸着した場合、振幅が蒸着前に比べ相対的に増加した(図2)ことからバイマテリアル効果[1]がCNT-In間で生じていることがわかる。周波数変化と同様にIn蒸着したCNTでは350-370K近傍で大きな振幅変化が見られた。これは、Inの熔融により薄膜状のInが粒子状に変化しバイマテリアル効果[1]が変化したためと考えられる。周波数変化から算出したInの重量(図3)は、基板温度が385 K以下では約4.5 fgとほぼ一定で、これ以上の基板温度では減少し466Kで3 fgとなった。この重量減少の始まる時の温度がバルクInの融点(430K)と同じであると仮定(図3 上軸)するとCNTが基板温度に比べて30-40 K程度高くなる。これは、CNTの励振に用いた光誘起熱駆動の過剰な熱が原因であると思われる。Inの蒸気圧曲線から、Inの沸点は923 Kと測定温度よりも高い。このことからInは融解後、微粒子状になりCNTとの表面相互作用により表面エネルギーが増加し、蒸発が促進されたと考えられる。以上のようにCNT共振器によりIn薄膜の相変化を実験的に捉えること、さらに、サブフェムトグラムスケールの熱重量分析が可能であることを示した。

謝辞 本研究は科学研究費補助金で行われた。

文献[1] S. Hiroshima et al., JJAP. 52, 06GH02(2013) [2] A. Yoshinaka et al., APL. 98, 133103 (2011).

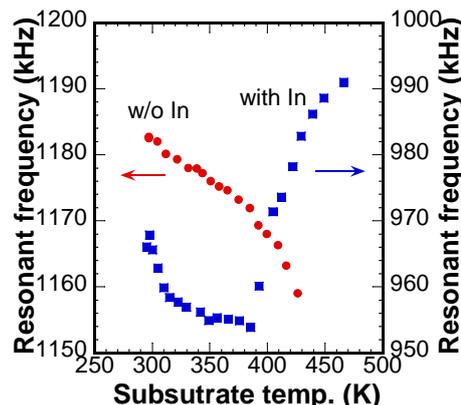


図1 共振周波数の温度依存性

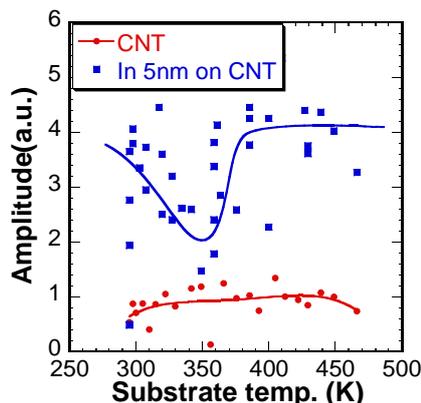


図2 振動振幅の温度依存性

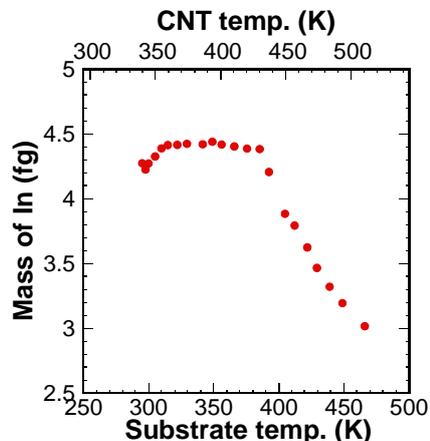


図3 In重量の温度依存性