

熱物性評価のための熱電対ナノプローブの作製

Development of nanoscale thermal probe in TEM

○掛札 洋平¹、川本 直幸¹、山田 勇¹、森 孝雄¹、三留 正則¹、板東 義雄¹、ゴルバー
グ デミトリ¹(1. 物材機構)

○Yohei Kakefuda¹, Naoyuki Kawamoto¹, Isamu Yamada¹, Takao Mori¹, Masanori Mitome¹, Yoshio
Bando¹, and Dmitri Golberg¹ (1.NIMS)

E-mail: KAKEFUDA.Yohei@nims.go.jp

熱電変換用ナノスケール材料や放熱用複合材料の熱伝導率をはじめとする熱物性を制御することは重要なテーマの一つである。熱物性のひとつである熱伝導率は、材料への格子欠陥の導入などのナノスケールの微細構造制御によるフォノン散乱により制御できると考えられているが、現状の方法では熱投入および温度検出の空間・位置分解能がサブミクロンスケールであるため、所望のナノスケール領域の熱伝導性が直接評価された例は殆どない。一方で、透過電子顕微鏡(TEM)は原子スケールで微細構造が評価でき、尚且つ熱源となる集束電子線をナノスケールの所望の領域に絞って照射することができるため、TEMを利用したナノスケールの熱伝導計測手法の開発が注目されている。そこで、本研究では、TEM内における熱伝導率の直接評価に向けた高感度温度計測用熱電対ナノプローブの開発を試みた。

ゼーベック係数および TEM 内での使用という点について考慮し、非磁性体であるクロメル・コンスタンタン熱電対を採用した。プローブは電解研磨法により作製し、電解研磨時の電圧、エッチング溶液の種類および濃度、さらに電極およびエッチング溶液の配置の適切な条件を吟味した。作製したプローブの先端形状および曲率半径は TEM により評価した。

熱電対によりナノスケール試料の温度変化を高感度に検出するためには、熱電対の接点が十分に小さいこと、および熱電対接点近傍の熱容量が小さいことが求められる。本研究では、図 1 の TEM 像に示す先鋭化したクロメル・コンスタンタンプローブを作製した。特定の条件下でエッチングすることにより、クロメル・コンスタンタンともに先端の曲率半径 5 nm 以下を達成できることがわかった。また、径の小さい部分が広い範囲にわたって継続していることから、一般的に電解研磨で作製されるプローブより体積が非常に小さく熱容量が制御されたプローブの作製に成功した。

本研究で作製された熱電対プローブを用いることにより、従来困難であったナノ構造の熱伝導率評価や、欠陥に由来したフォノン散乱などのナノスケール熱拡散現象の解析が可能になる。

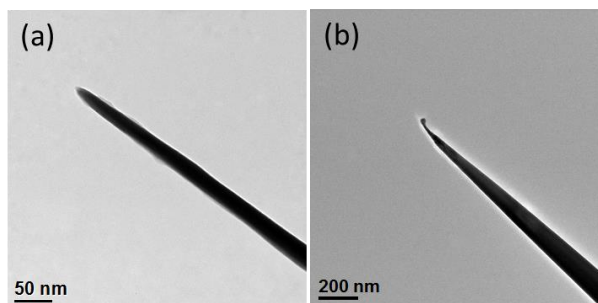


図 1 電解研磨法によって先鋭化した(a)クロメル、
(b)コンスタンタンプローブの TEM 像