

ソフトマテリアルを中心とした 高度熱機能材料のためのプローブ型マイクロ交流法の開発

物質計測標準部門 熱物性標準研究グループ

劉 芽久哉

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

1

ソフトマテリアルとは

■“やわらかい材料”とはどのような材料領域を指すのか。

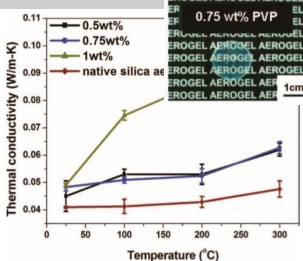
物理的な定義は室温程度の比較的低いエネルギーで物理的な変化（変形、相転移 etc.）を起こすような材料。

・ 有機材料 ・ 高分子材料 ・ 生体関連材料 など...

➤ ソフトマテリアルは易成形性、電気、光学物性、生体適合性から様々な場面でその熱物性値が問題になっている。

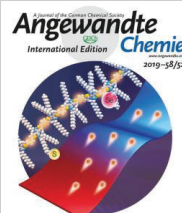
●LED封止用高透明コンポジット(Si-PVP) ●有機熱電材料(Se-DPP)

高透明性を生かした電子材料への応用。

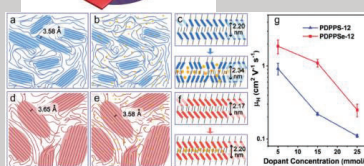


デバイス内部での排熱制御、高熱伝導化への需要。

[1] J. Phys. Chem. B, **112** (38), 11881-11886 (2008)

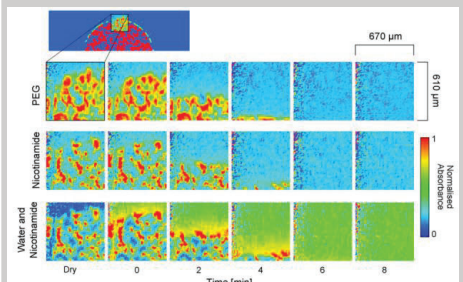


有機物の低熱伝導性を利用した、高いゼーベック係数を持つ材料の探索。新規化合物の計測。



[2] Angew. Chem. Int. Ed., **58**, 18994–18999 (2019)

●錠剤状薬剤の基剤(PEG)



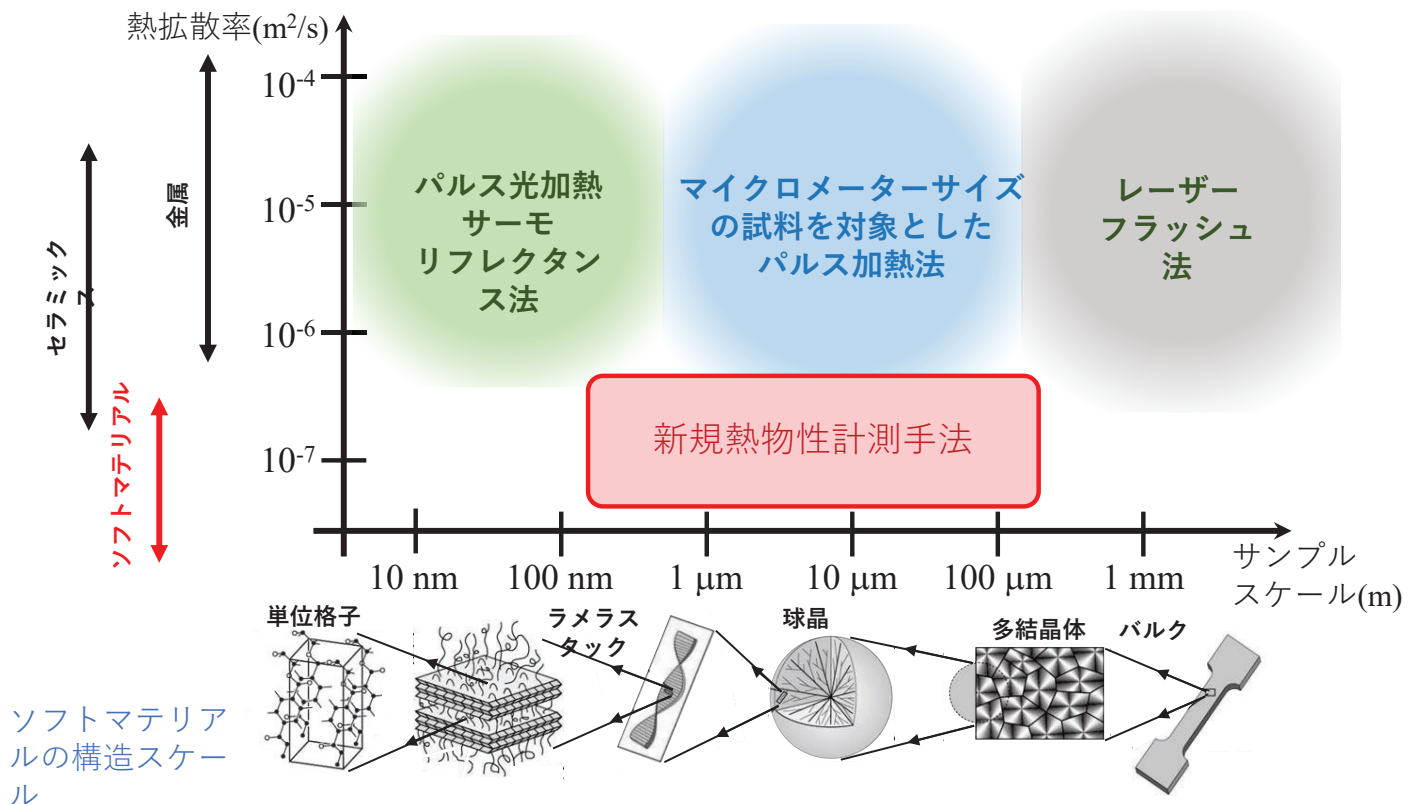
体内での錠剤の溶解、薬剤放出における拡散シミュレーション。正確なモデルのための物性値計測。

[3] Computers and Chemical Engineering, **35**, 1328–1339 (2011)

❖ ソフトマテリアルは産業的にもその応用範囲が広く、特に近年その熱伝導性や評価手法が注目され始めている。

NMIJにおける計測技術の現状

■NMIJでは薄膜からバルクまでをターゲットとして標準整備が行われてきた。

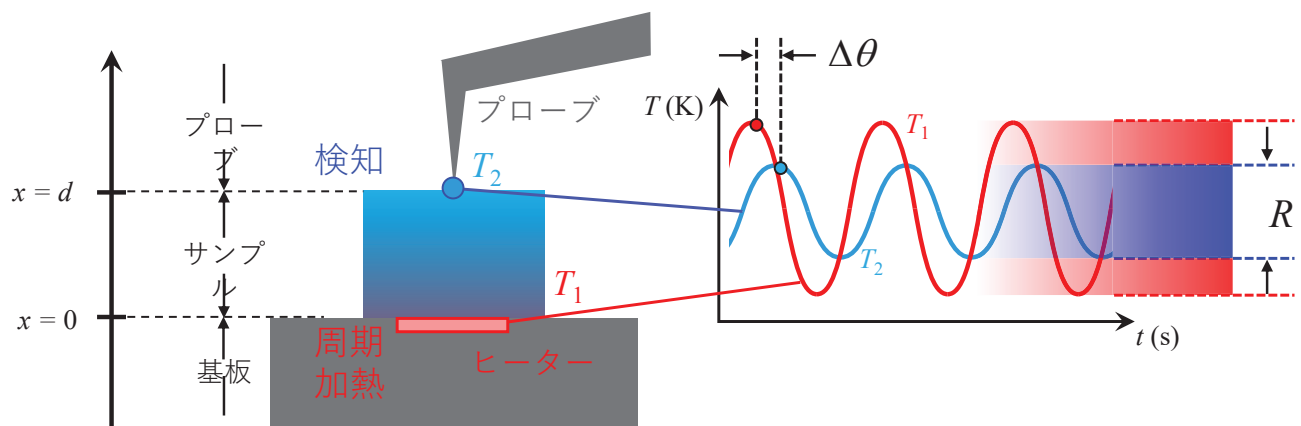


3

周期加熱を用いた熱物性計測

■周期加熱に対するサンプルの周期的な温度応答からサンプルの熱物性値を測定する方法。

- 周期加熱に対するサンプルの周期的な温度応答を **サンプル内を伝搬する波(温度波)**として扱い、その **位相遅れ**と **振幅減衰**からサンプルの熱物性値を計測する。



位相遅れ

$$\Delta\theta = -\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} d - \frac{\pi}{4}$$

振幅減衰

$$R \propto \frac{e}{\sqrt{\omega}(e + e_s)^2} \times \exp\left(-\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} d\right)$$

d : サンプルの厚さ, m
 f : 温度波の周波数, Hz
 ω : 温度波の角周波数, rad
 e_s : 基板の熱浸透率, $\text{J K}^{-1} \text{m}^{-2} \text{s}^{-1/2}$

熱拡散率

- ❖ 加熱ダメージが少なく、試料サイズに応じてバリエーションが多い周期加熱法は、ソフトマテリアルに代表される不安定な材料の測定に適している。

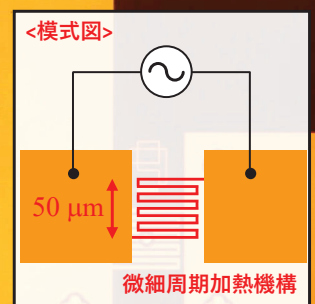
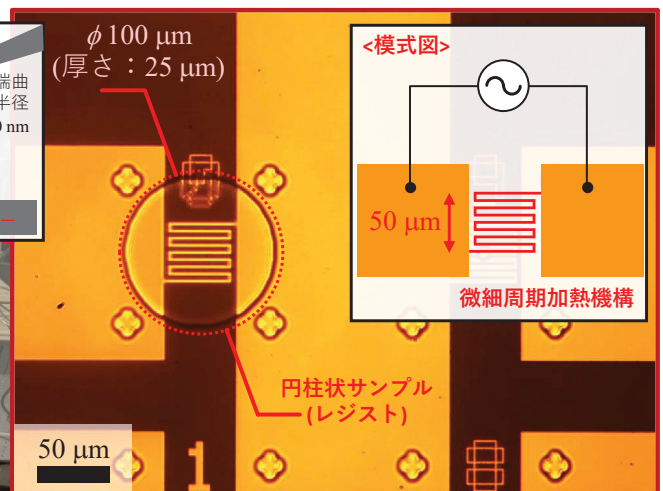
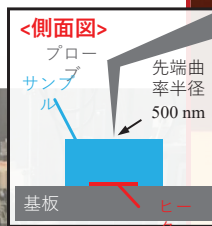
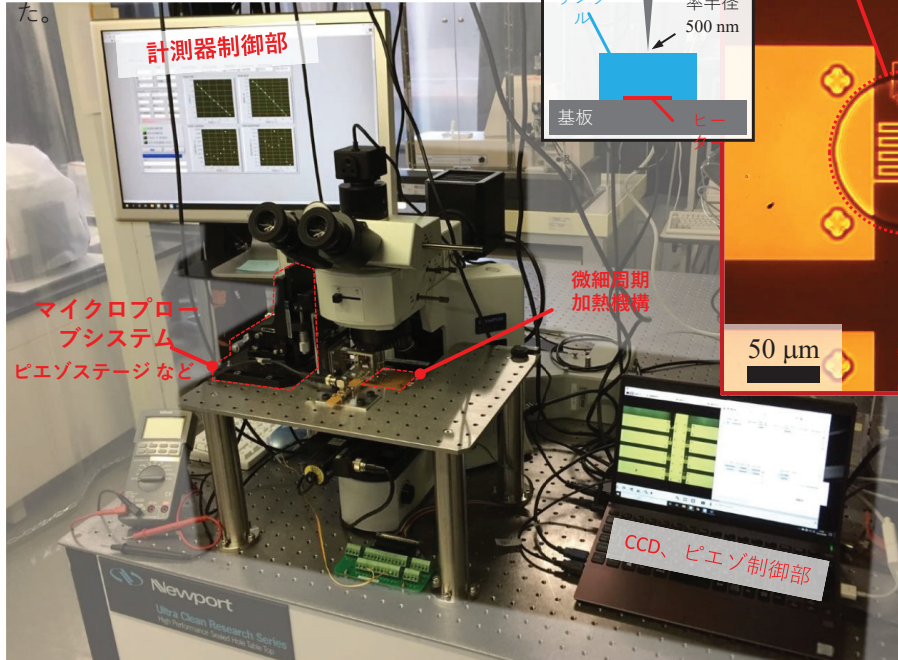
4

プローブとMEMSヒーターを用いた計測

■顕微鏡下でサーマルプローブを走査し、微小加熱回路上のサンプルを計測するシステムを構築。プローブはピエゾステージで位置制御し、加熱回路はNPFの微細加工設備を利用して製造した。

◆測定システムの外観

正立顕微鏡下にプローブ制御機構、加熱機構、サンプル位置の制御機構を作製した。



◆顕微鏡下での加熱回路とサンプルの外観

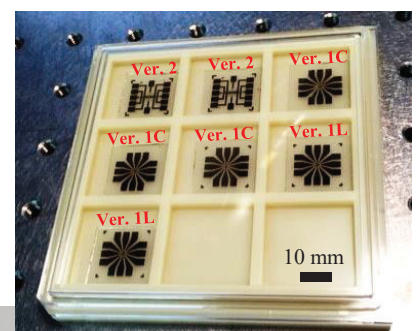
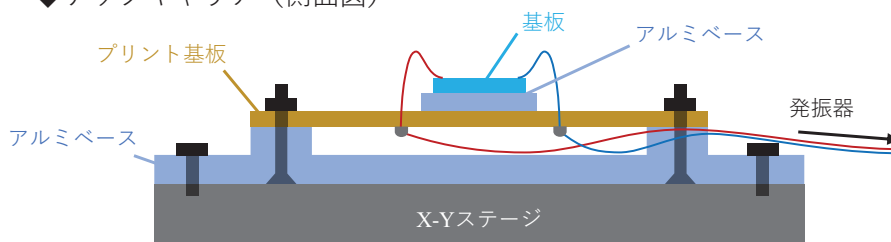
基板上に多数の微細なヒーターを作製し、それらの上にサンプルとなる有機物の微小立体を配置した。サンプル下面からの熱刺激に対する、温度応答をサンプル上面でサーマルプローブによって測定する。

5

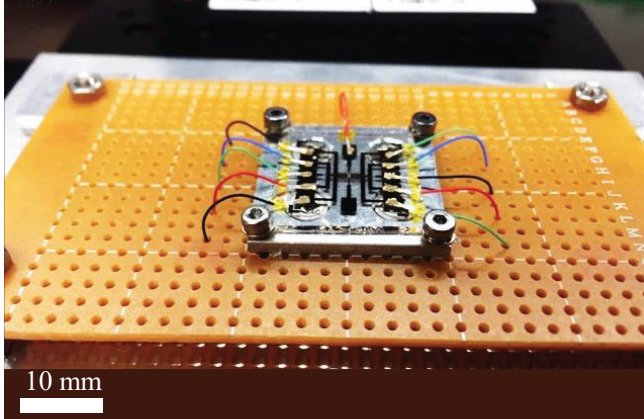
MEMS回路基板用チップキャリア

■多数の微細周期加熱機構を有するMEMS回路を測定回路に接続するチップキャリアを製作。

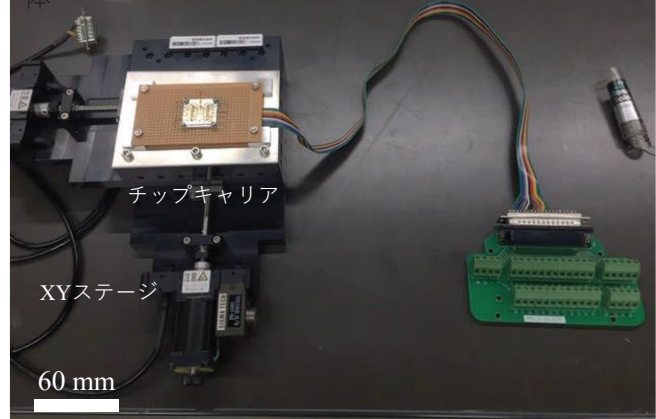
◆チップキャリア（側面図）



◆チップキャリア（基板接続部）



◆チップキャリア全体

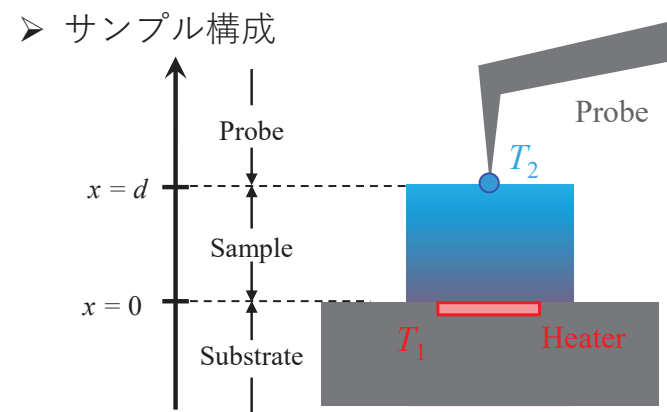


6

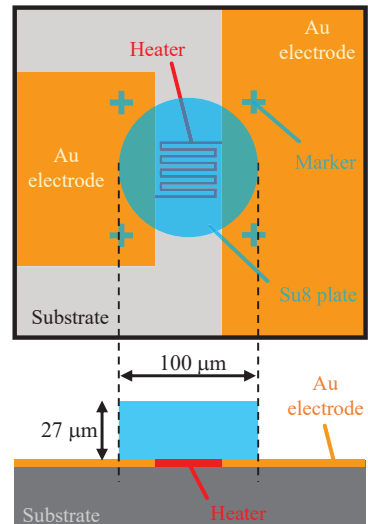
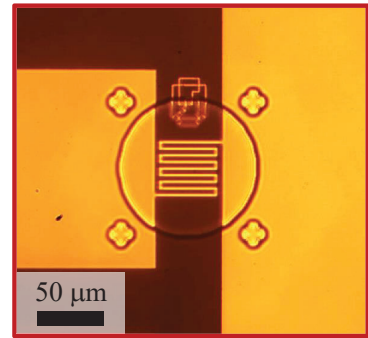
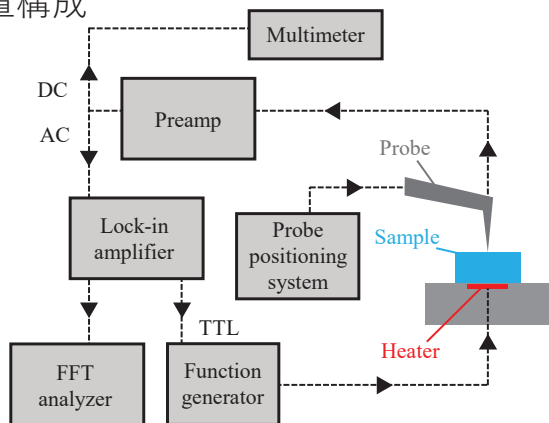
プローブによるソフトマテリアルの微小立体の計測

■微小領域の熱拡散率計測のた目に必要なサンプル構成と装置構成を実現した。

➤ サンプル構成



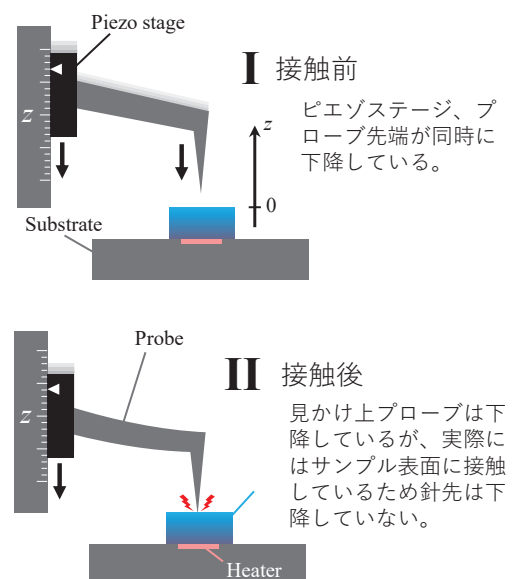
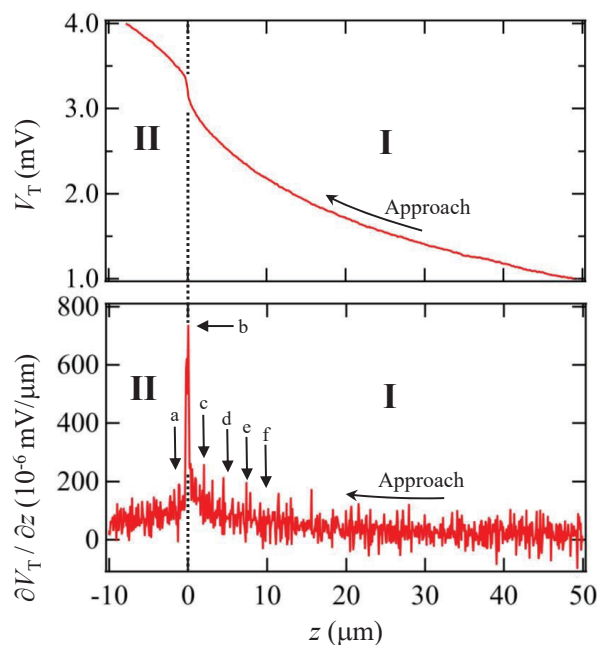
➤ 装置構成



プローブとサンプルの接触状態の検知

■プローブ先端で計測される温度信号から、プローブの接触状態を評価し、一定の接触状態を繰り返し精度高く実現する。

➤ プローブ下降中の温度信号(DC)

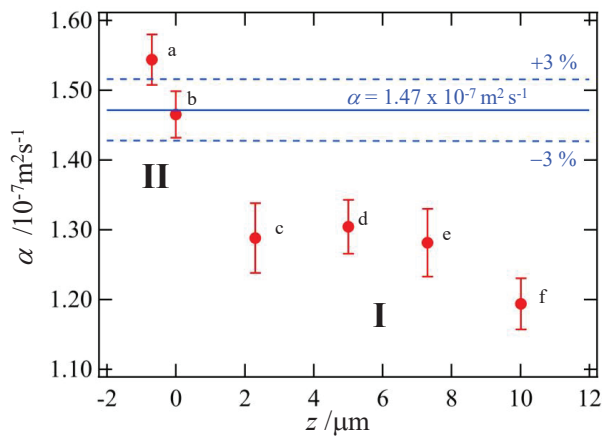


熱拡散率測定は交流加熱で行い、プローブ接触検知は定常加熱のもと行う。

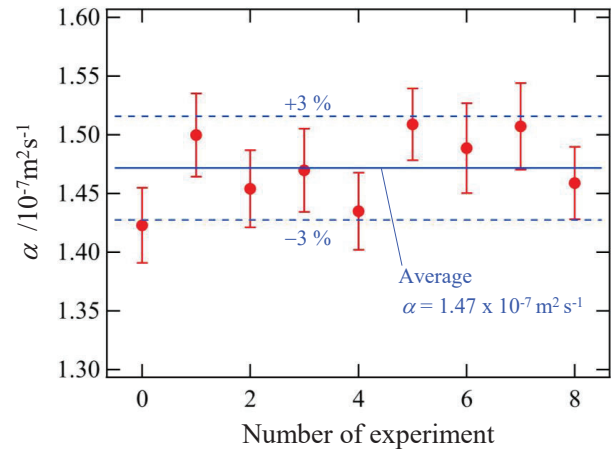
接触検知による測定再現性の向上

■接触状態の検知を行わない場合、測定値のばらつきは大きくなる。

➤ 下降中の各点での見かけの熱拡散率



➤ サンプル表面近傍での見かけの熱拡散率



1. 微小加熱機構に接触した微小立体サンプルに対して周期加熱を与え、それに伴う温度応答を**プローブ型の温度センサー**で検知することで、微小立体の熱物性を計測した。
2. プローブで計測される温度信号から、プローブとサンプルの**一定の熱接触**を、繰り返し実現する手法を開発した。

Review of
Scientific Instruments

ARTICLE

scitation.org/journal/rsi

Probe-based microscale measurement setup for the thermal diffusivity of soft materials

Cite as: Rev. Sci. Instrum. 93, 044901 (2022); doi: 10.1063/5.0084891
Submitted: 11 January 2022 • Accepted: 23 March 2022 •
Published Online: 13 April 2022



Meguya Ryu,^{1,2*} Megumi Akoshima,¹ and Junko Morikawa^{2,3,4}

AFFILIATIONS

¹National Metrology Institute of Japan (NMIJ), National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), 1-1-1 Higashi, Tsukuba 305-8563, Japan
²Tokyo Institute of Technology, 2-12-1, Ookayama, Meguro-ku, Tokyo 152-8550, Japan

まとめ

目標

高度熱機能材料としての産業応用が期待されるソフトマテリアルを中心とした材料領域のための、周期加熱法による新たな熱物性計測技術の開発。

当初の目標に対する結果

1. 微小領域に対して、効率的に熱刺激を与えられる、**微小加熱回路**をリソグラフィ技術によって開発した。
2. 定熱接触を実現するソフトマテリアルのサンプルとして、基板上に製膜した**化学増幅型フォトリソ**から製造した微小立体を体系的に試作した。
3. 微小加熱機構に接触した微小立体サンプルに対して周期加熱を与え、それに伴う温度応答を**プローブ型の温度センサー**で検知することで、微小立体の熱物性を計測した。

今後の課題

測定の再現性や妥当性を検討する。具体的には、サンプルとプローブの接触を含めたサンプルのハンドリングの改善に現在取り組んでいる。