光電子倍增管による THERMAL ELECTRON 検出に基づく マイクロマテリアルの温度測定法に関する一考察*

荒 井 正 行^{*1}

Consideration about Temperature Measurement Technique for Micro Material Based on Thermal Electron Detection with Photomultiplier Tube

Masayuki ARAI^{*2}

^{*2} Materials Science Research Lab., Central Research Institute of Electric Power Industry,
2-6-1 Nagasaka, Yokosuka-shi, Kanagawa, 240-0196 Japan

This note presents about an idea including the temperature measurement technique for micro material by using photomultiplier combined in scanning electron microscope. Recently, application of micro material is extending to more wide area in engineering field, and the environment which the material is employed is also spreading from low to high temperatures. According to this situation, an importance of the temperature measurement technique for such micro material is increasing. In this study, the simple technique based on the detection of thermal electron radiated from the material surface by photomultiplier in SEM vacuum chamber is considered. Richardson-Dushman relation certifies that the current density by thermal electron increases with temperature. Application of this technique to SUS thin film heated up to 1300 K showed that the proposed method was available.

Key Words: Micromaterial, Temperature Measurement, Photomultiplier, Material Testing, SEM

高温下でマイクロマテリアルが使用される際には、その温度を正確に把握する必要がある。ここで述べるマイクロマテリアルは、数十ミクロン厚さ、数ミリ程度の面内寸法を有したものである。これまで温度測定のために用いられてきた技術には、接触測定技術(例えば熱電対による温度測定法)、非接触測定技術(例えば放射温度計)がある。前者の技術は、周知のように電気伝導体の接合部に生じた起電力を測定し、この起電力変化から測定点の温度を測定するものである。この方法は最も基本的な温度測定技術である。しかし、マイクロマテリアルのような熱容量の小さな対象物に対して熱電対を接触することには相当の工夫を必要とする。十分に細い伝導体を対象表面に接触させ、接触点から対象物の熱を逃がさないようにしなければならない。後者の技術は、対象物体から放射される熱放射を利用して温度を測定するものである。近年、マイクロマテリアルの材料実験を例えば電子顕微鏡の観察用チャンバー内で実施しようとする興味ある研究が多数報告されている⁽¹⁾。このような実験に際して、供試体

の温度を放射温度計で測定するにはその測定領域が狭い。また、放射温度計のスポット径にも限界がある。

ここで提案しようとする温度測定方法は、電子顕微鏡の基本原理を利用してマイクロマテリアルの温度を測定しようとするものである⁽²⁾。すなわち、電子顕微鏡においては、電子銃から放出された electron が試料表面に非弾性衝突し、表面から放出された secondary electron を光電子倍增管によって増幅して得られる電気信号をスクリーンに描写する。この際、供試材が加熱されていると、この secondary electron に加えて供試材表面の仕事関数 ϕ を乗り越えて放出された thermal electron も光電子倍增管によって検出されているはずである。事実、電気炉のなかで加熱された試料を電子顕微鏡で観察すると、スクリーン上に映し出された画像は、はじめはその形状を認めることができるが、加熱温度の上昇とともに次第にスクリーンは白くなり始めることが確認されるであろう。ところが、スクリーンのコントラストを変えることによって再び試料形状を容易に観察できるようになる。この操作は、thermal electron による電流ノイズを強制的に低下させたことに相当している。

固体物理学における金属の自由電子論で既に知られているように、試料表面から単位面積当たりに試料表

* 原稿受付 2010 年 5 月 14 日。

^{*1} 正員, (財)電力中央研究所, 材料科学研究所 (〒240-0196 横浜須賀市長坂 2-6-1)。

E-mail: marai@criepi.denken.or.jp

Fig.1 Temperature measurement system based on thermal electron detection by photomultiplier

面から放出される thermal electron の放出電流密度 J_s (Richardson-Dushman の式⁽³⁾) は,

$$J_s = AT^2 \exp\left(-\frac{\phi}{kT}\right) \dots \dots \dots (1)$$

で与えられることが知られる。ここで、 T は温度、 ϕ は仕事関数⁽⁴⁾であり、金属の種類によって異なった値をとる。また、

$$A = \frac{4\pi me k^2}{h^3} \dots \dots \dots (2)$$

であり、 m は electron の静止質量、 e は電気素量、 k は Boltzmann 定数、 h は Planck 定数である。式 (1) から予想されるように、温度に伴って電流密度が増加することがわかる。すなわち、温度が高くなるにつれて、試料表面からの thermal electron の放出粒子数が増加するのである。このことを確かめるために図 1 に示すような実験装置を試作して調べた。ステンレス鋼 SUS304 薄膜材(ニラコ製、厚さ 100 μm 、幅 1 mm $\times$ 長さ 30 mm)を準備し、この試料端面に電極を取り付け観察用チャンバーへ挿入した。外部からスライダックによって電極へ電圧を印加した。シンチレータから光電子倍增管によって増幅された電圧信号出力を A/D 変換器を介してパーソナルコンピュータによって記録できるようにした。一方、試料電極への印加電圧と試料温度との関係を予め把握しておくために、別途作製した真空チャンバー内へ試料を設置し、チャンバー上部に設置した放射温度計(IGA-C-ST2-2

Fig.2 Relationship between output signal from photomultiplier and temperature of SUS304 thin film sample in SEM vacuum chamber

レック社製)により試料温度を測定した。そして、印加電圧と試料温度との関係を予め把握しておき、先の実験における印加電圧と試料温度とを対応付けした。図 2 に光電子倍增管からの電圧信号出力差(信号電圧－基準温度での参照信号電圧)を縦軸に、横軸には印加電圧から推定された試料温度との関係を示す。なお、縦軸の電圧出力は試料総面積によって除している。この結果から、約 600°C から光電子倍增管が検出した thermal electron は温度とともに放物状に増加することがわかる。この変化は式 (1) を裏付けている。以上の結果は、他の材料(アルミニウム合金、銅合金など)においても確認された。このことから、電子顕微鏡における光電子倍增管の信号出力変化の利用は、マイクロマテリアルの温度を非接触で測定できる可能性を示唆している。

文 献

- (1) Arai, M., *Temperature Measurement Device, Temperature Measurement Method and Scanning Electron Microscope*, Patent 2007-327766 (2007).
- (2) Arai, M., *Development of In-situ Small High-temperature Fatigue Testing Device by SEM*, *Machine Science*, Vol. 59, No. 3 (2007), pp. 357-361.
- (3) Kittel, C., *Introduction to Solid State Physics*, (2005), Jon Wiley & Sons, Inc.
- (4) Michaelson, H. B., *The Work Function of the Elements and Its Periodicity*, *Journal of Applied Physics*, Vol. 48, No. 11 (1977), pp. 4729-4733.