

## 試料加熱方式について

### —傍熱型ヒーター—

黒 河 明

電子技術総合研究所

☎ 305-8568 つくば市梅園 1-1-4

(1997 年 11 月 19 日受理)

### The Method of Sample Heating —Indirect Heating—

Akira KUROKAWA

Electrotechnical Laboratory

1-1-4 Umezono, Tsukuba, Ibaraki 305-8568

(Received November 19, 1997)

試料の加熱方式としてヒーター面に試料を接触させる試料加熱方式を紹介する。使用目的は試料の真空中での加熱清浄化と酸化雰囲気中での加熱である。

熱源としては PBN/PG (Pyrolytic Boron Nitride/Pyrolytic Graphite) セラミックヒーターを使用している。このセラミックヒーターは積層構造で、PBN 基板上に PG でヒーターパターンを形成しその上に PBN のオーバーコートを行っており、表面にはヒーターが露出していない。PBN の特徴は、耐高温、耐熱衝撃、耐酸化、低アウトガス、高純度、化学的不活性であり、さらに軸方位によっては良熱伝導性、高電気絶縁性を示す。そのためつば材として用いられヒーターの保護材としても適している。このセラミックヒーターの形状の自由度は大きく、現在様々な形状や大きさのものが市販されている。

このセラミックヒーターによる加熱方式の利点は、幅広い種類の試料を加熱対象に選べ絶縁体でも加熱できることや試料形状の自由度が大きいこと、輻射式よりも加熱の効率がよいことである。また試料電位をヒーター電位から絶縁できるため通電による昇温加熱中でも電子分光による測定が行える。また温度分布についてもヒーターのパターンを適切に設計すればその一様性を最適化できる。さらに酸化雰囲気に対しても PBN コートしているためヒーターの損耗がなくヒーターからの汚染は起こらない。

このセラミックヒーターを分析機器メーカー標準形状のホルダー上に設置して使用している (Fig. 1)。電流導

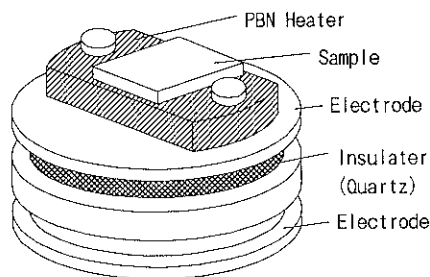


Fig. 1 Schematic view of sample-heating holder.

入は金属製ホルダーの上下から行い、石英によって電極間を熱的電氣的に絶縁している。既存装置にはホルダーを受ける機構があるがその改造はホルダー上下間への電流導入用の電極を追加するだけの簡単なものです。既存の標準試料ホルダーも従来通り使用できる。試料移動も従来からのホルダー搬送機構がそのまま使用でき、たとえば試料導入室から分析室への搬送にも何ら問題なく、迅速な試料の交換の必要な多数試料の加熱・分析時に重宝している。

昇温や冷却の温度制御はパソコンによる電源の制御で行っている。これに真空度測定を加えることで超高真空での脱ガス処理および加熱清浄化処理 (500℃ まで昇温 5℃ 毎分, 500℃ 4 時間保持, 1200℃ まで昇温 100℃ 毎分, 冷却 100℃ 毎分, 処理中真空度が  $10^{-7}$  Pa を越えないように温度制御する) 等のルーチンワークを深夜自動運転で行っている。またパソコンによってヒーター温度を簡易的に求めることができる。それにはヒーター電流とその両端電圧降下を計測しヒーター抵抗値を求め、あらかじめ求めておいたヒーター抵抗値とヒーター温度の関数から逆算してヒーター温度を推定するわけである。これにより試料の温度設定を単に印加電流 (電圧) で設定だけでなくヒーター温度から制御することができる。ただし厳密な温度制御には熱電対や放射温度計による監視が必要である。

使用にあたっての留意点として、試料は BN と反応が起こらないものであること、試料電位を設定するには試料への金属電極の接触が避けられないこと、試料とヒーターが直接接触するのでヒーター表面の汚染には十分気をつけること、急激な電力投入で試料融点もしくは化合物形成温度を超えないように留意すること、セラミックとはいえそれほど硬くないので傷つけないようにすることである。また酸化雰囲気中で高温加熱するときには、試料を固定する押さえが酸化・高温に強いことが必要となる。