

ThermoFlex series

TS-POLAR/TS-FETT

Thermally Stimulated Current Measurement/Thermally Stimulated Femtoampere Electron Trap Tracer

熱刺激電流測定システム/エレクトロントラップ測定システム





熱刺激電流測定システム
TS-POLAR

TSCはフェムトアンペアの世界へ

熱刺激電流測定 (Thermally Stimulated Current: TSC) は、試料に電界を加えることにより試料内部に分極や電荷トラップを発生させ、主に昇温過程での脱分極現象で生じる電流を検出する測定手法です。TS-POLAR、TS-FETTIは、フェムトアンペア ($fA=10^{-15}A$) オーダーまで検出が可能な熱刺激電流測定システムです。この測定により、高分子材料の微小なガラス転移をはじめ、さまざまな緩和現象や分散性の評価ができ、さらに、帯電・誘電・絶縁などの電気的特性も測定可能です。また、紫外から赤外領域、レーザー光などの照射システムにより、光励起後の脱トラップ電流を測定することも可能です。

高分子材料



医薬品



結晶多形の評価
微少アモルファス領域
と微少結晶領域

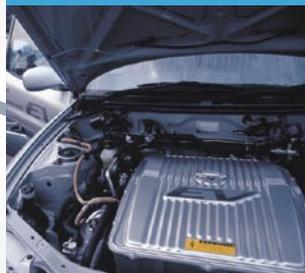
電子写真



トナー：
帯電保持特性
分散性評価
OPC：
劣化評価

TS-POLAR 多彩なアプリケー

燃料電池



劣化評価
電極材料探索
MEA界面のトラップ
特性の状態変化
可動イオンの特性評価



相溶性評価
分散性評価
相転移

液晶 (LCD)



- 相転移
- 劣化評価
- 汚染評価
- 配向特性

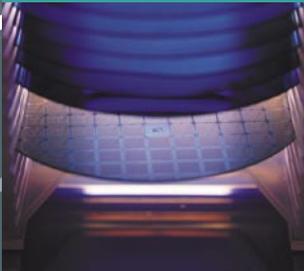
有機EL・有機TFT



- 劣化評価
- 材料探索
- トラップ評価
- 低温領域でのI-V特性

/TS-FETT シオンフィールド

半導体



- ディフェクトや不純物による局在トラップの評価
- 汚染・熱処理・劣化によるトラップの状態変化

太陽電池



- 劣化評価
- 材料探索
- プロセス条件評価
(色素増感・有機薄膜・無機薄膜)



光照射システム内蔵



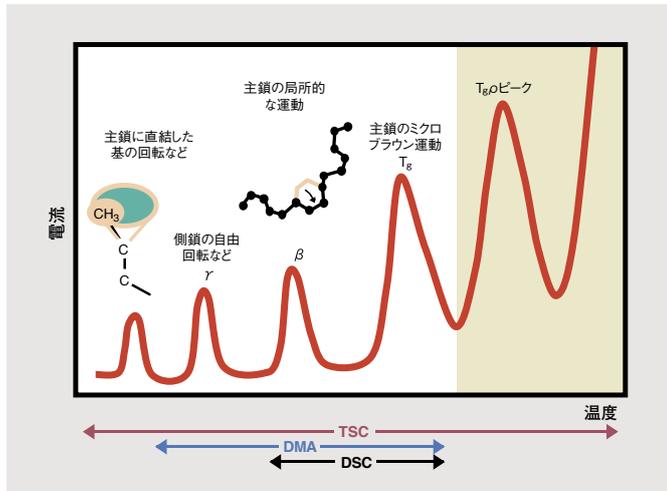
エレクトロントラップ測定システム
TS-FETT
本装置は三菱電機株式会社殿との
共同開発製品です。

TS-FETT

分子運動・緩和過程解明はフェムトアンペアの世界へ

TS-POLAR

熱刺激電流測定システム
Thermally Stimulated Current Measurement



高分子材料の一般的なTSC測定では、上図のようなさまざまな分子運動を対象としています。

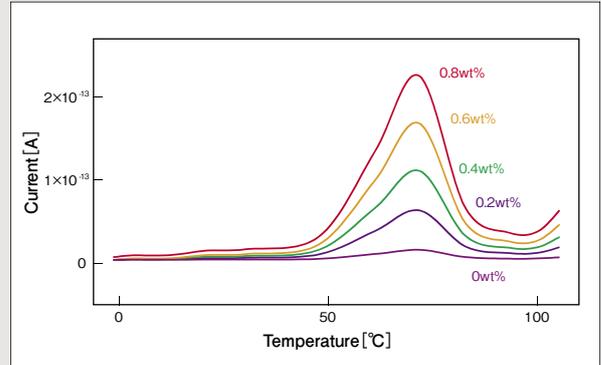
また、熱の出入りや力学的損失が小さく、DSCやDMAなどの方法では検出が困難な、局所的な分子運動も感度よく測定できます。

(T_{g0}ピークは双極子ではなく、トラップ電子の空間電荷に起因します。)

高分子材料

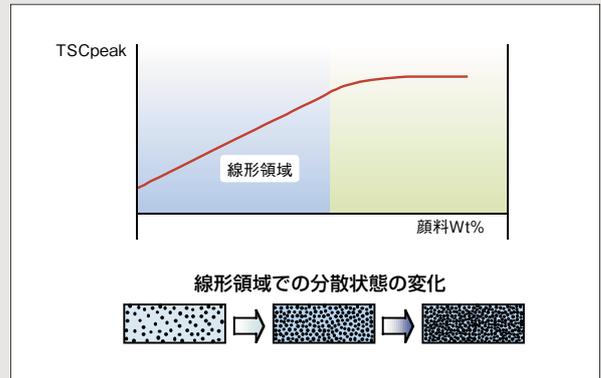
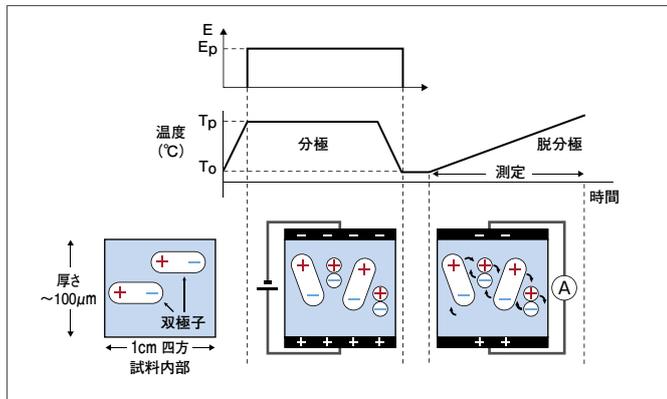
顔料を分散したアクリル系樹脂の分散評価

顔料添加量とTSCピーク



アクリル系樹脂に顔料として分散させた試料のTSDC測定例(脱分極電流)です。70°C付近にガラス転移によるピークが現れていますが、これは配合した顔料と樹脂との界面近傍に束縛されていた電荷が樹脂のガラス転移と連動して移動することによるものと考えられます。また、顔料の量が増加すると、ピークが大きくなる傾向があります。これは顔料が増えると顔料と樹脂との界面が大きくなり、脱分極電流も大きくなるためです。

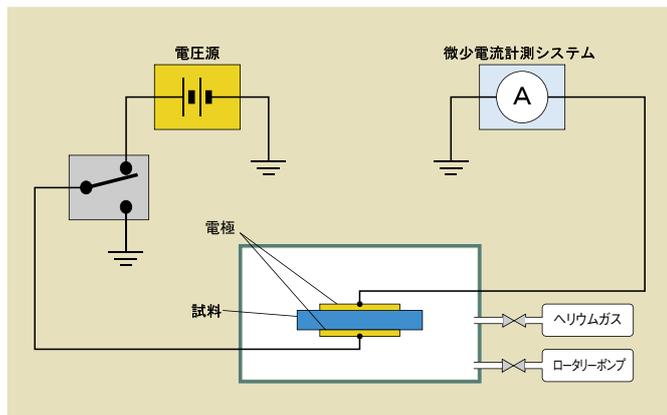
測定原理と手順



線形領域での分散状態の変化

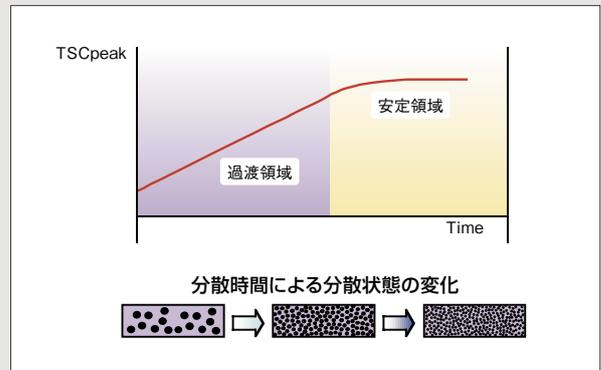


装置構成



分散時間による分散状態とTSCピーク

同様に、分散時間による分散状態の変化も評価することが可能です。



分散時間による分散状態の変化



TSC測定では、主に直流電界を印加し分極させ、その状態で温度を下げて凍結させた後電界を取り去り、昇温過程で試料表面に現れる分極電荷が、変化することによって流れる電流(脱分極電流)を測定します。

トナー

帯電保持特性の測定

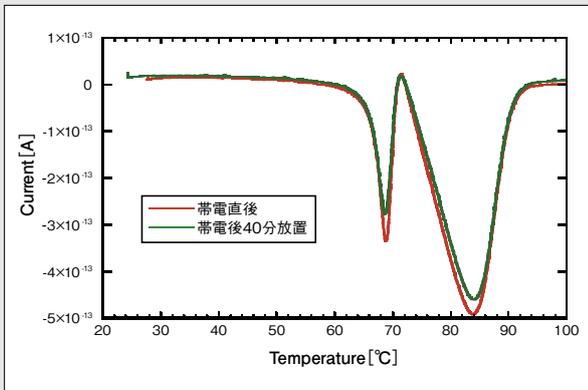
試料の静電気除去と表面電位の測定

試料表面の帯電と表面電位の測定

試料のセット

トナーのTSC測定では、最初に試料表面の帯電状態を一定にするために一度静電気を除去し、その後、コロナ荷電装置(オプション)により、表面を一定に帯電させます。その試料をセットし昇温させ、非接触法(エアギャップ法)により、試料表面から内部への電荷移動に伴う電流を測定します。

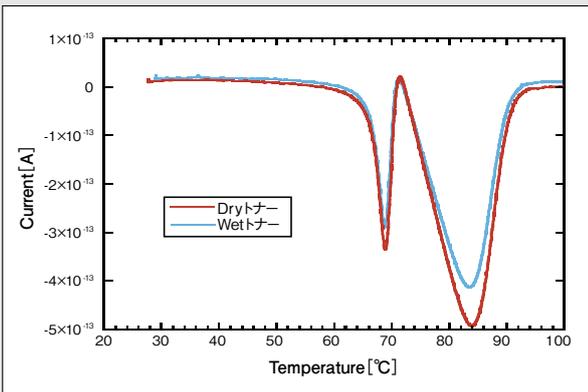
帯電後の経過時間による差



【帯電直後および帯電後40分放置したTSCピーク】

帯電後に放置すると、ピークが小さくなる傾向が見られますが、帯電保持特性が良好な場合にはこの変化が小さく、帯電保持特性が非常に良いことがわかります。

WetトナーとDryトナーの帯電保持特性の違い



【湿潤雰囲気下におけるTSCピーク】

湿潤雰囲気下で置かれ、wet状態になったトナーは、dry状態のトナーに比べ、帯電状態が減衰していることがわかります。Wet状態のトナーでは、水の影響でリーク電流が増え、簡単に放電してしまいます。このトナーの場合には、比較的水分の影響が小さく、帯電保持特性が良いと考えられます。



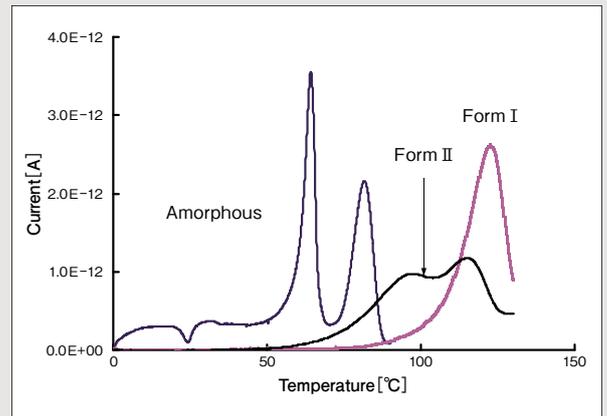
医薬品

結晶多形の評価

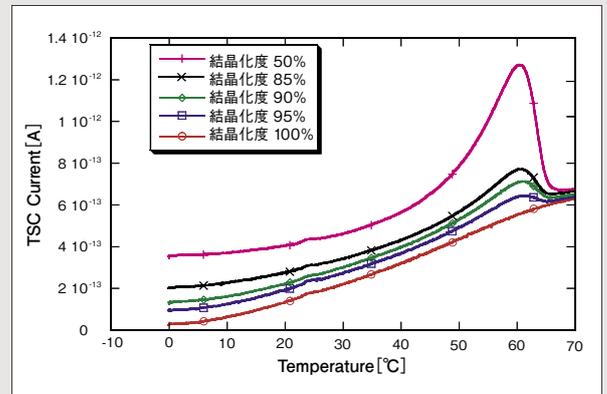
医薬品の結晶多形の評価は、血中濃度や使用期限と密接な関係があり、粉末X線回折やDSC、TG-DTAなどの熱分析装置による評価が主におこなわれています。

しかしながら、複雑な多形をもつものが多くなり、判別や解析が困難になってきていますが、TSC測定では明確な違いが観測されます。

Terfenadineの結晶多形の違い

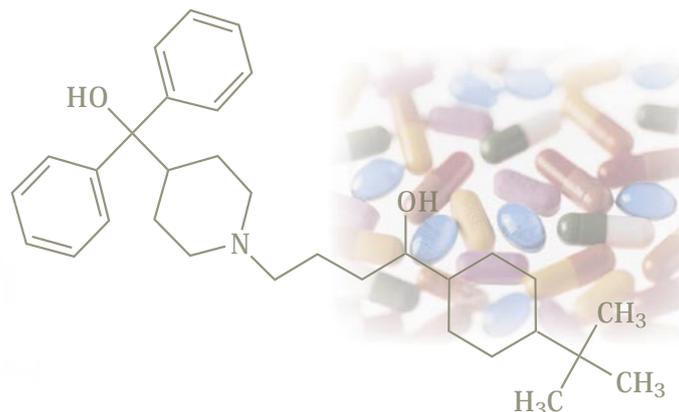


微量アモルファス分の定量



高結晶化度医薬品中のアモルファス分は、ある一定量以下に制限することにより長期保存を可能にすることが知られています。長期保存により、アモルファス分が増えると溶解度が大きくなり急激な血中濃度の上昇をまねくため、微量アモルファス分の定量が必要となります。

東邦大学 寺田勝英教授 提供

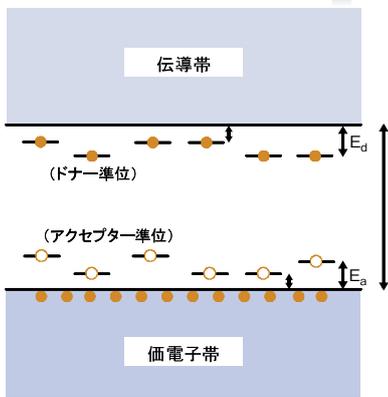
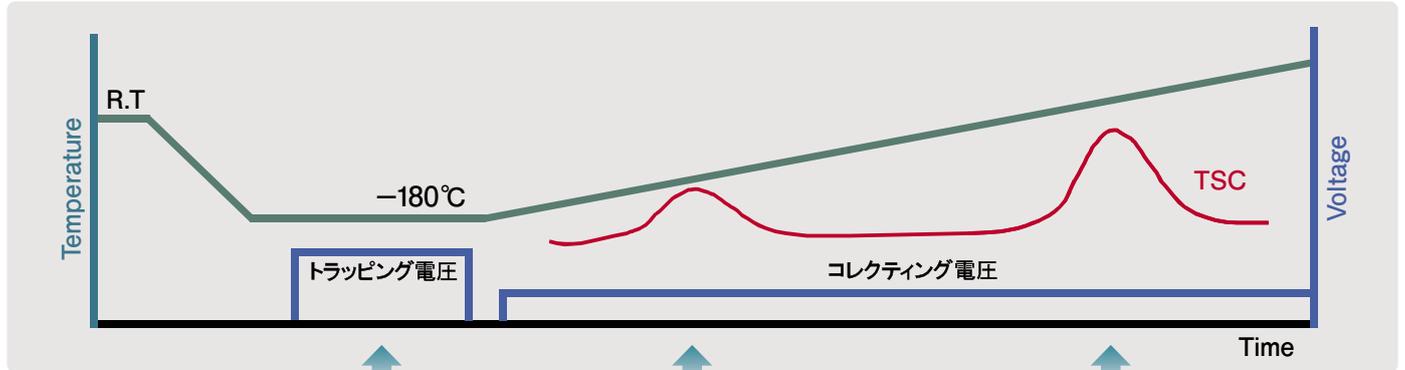


光励起システム搭載により新たな世界へ

TS-FETT

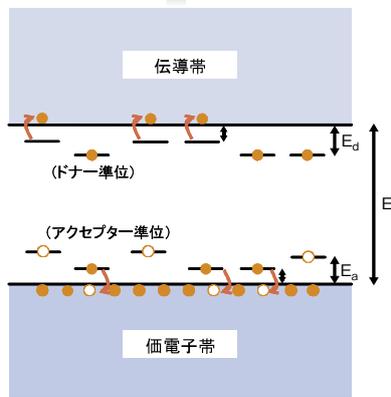
エレクトロントラップ測定システム
Thermally Stimulated Femtoampere Electron Trap Tracer

測定原理と手順



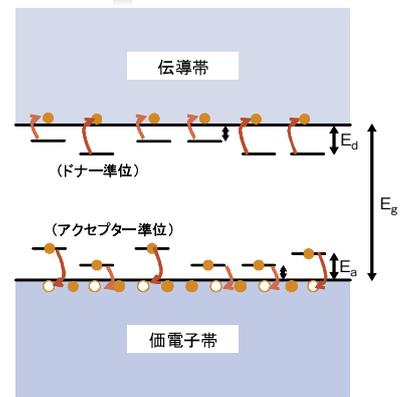
Step1 励起キャリアでトラップを満たす

はじめに液体窒素領域まで冷却します。次に電圧印加または光照射により、励起キャリア(電子・正孔)を発生させ、試料内のトラップを捕獲凍結させます。



Step2 昇温過程(浅いレベルからのキャリア解放)

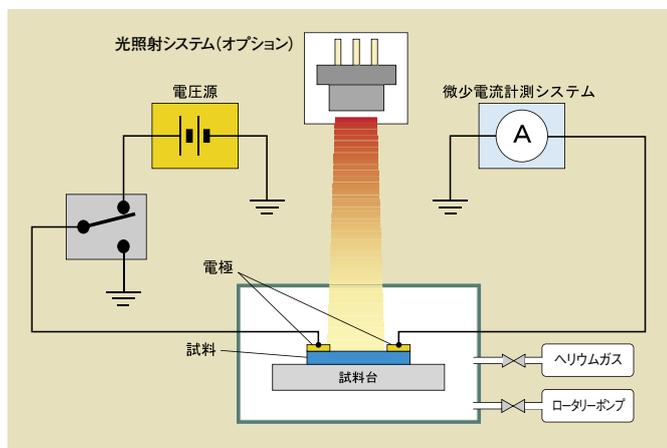
次に一定速度で昇温し、トラップからの電子または正孔の熱的解放をTSC電流として観測します。これらの解放はまず浅いトラップから起こります。



Step3 昇温過程(深いレベルからのキャリア解放)

さらに昇温すると、より深いトラップからもキャリアの解放が起こります。このようにして観測したTSC電流値を解析することにより、バンドギャップ中のトラップ準位に関する情報が得られます。

装置構成(光照射システム)



電子材料(半導体)では試料により励起方法が2通り考えられます。一つは電界を印加して励起させる方法で、もう一つは電界を加えながら試料のバンドギャップに相当するエネルギーをもつ波長の光を照射して励起させる方法です。TS-FETTでは、これらの2通りの励起方法による脱トラップ電流を測定することができます。

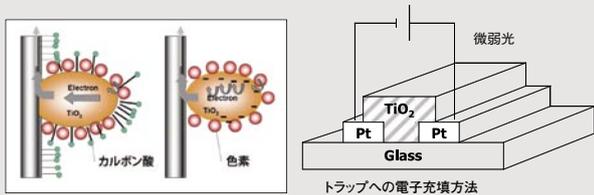
絶縁体、半導体のエネルギーバンドについて

一般の半導体では、励起する伝導電子の数を操作し、目的の電気伝導度を得るために、微量の不純物を添加したり禁制帯の中に様々な不純物準位を意図的に作っています。添加した不純物が結晶中に電子を与えやすい場合には、 E_c より少し下にドナー準位と呼ばれる浅い不純物準位を作ります。逆に、添加した不純物が電子を受け取りやすい場合には、 E_v より少し上にアクセプター準位と呼ばれる浅い不純物準位を作ります。また、一般の絶縁体では格子間原子や空孔などの欠陥による欠陥準位や、アモルファス構造に起因するアモルファス準位などが、もともと禁制帯の中に存在しています。

実際の電子デバイスは、このような半導体と絶縁体の組み合わせで作られます。製膜過程で新たに形成された準位が、実際のデバイスの性能を大きく左右しますので、TS-FETTによるエネルギー準位評価が効果的と考えられます。

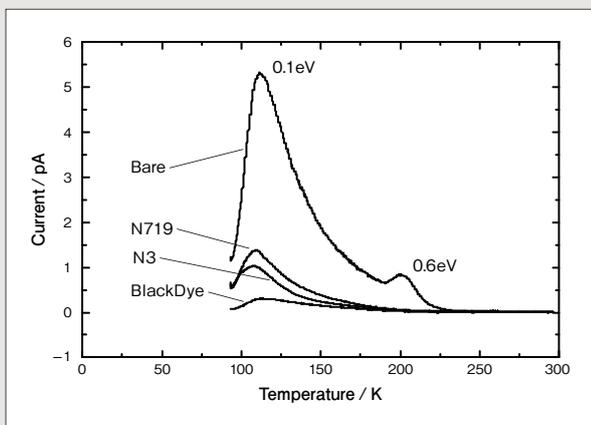
色素増感太陽電池

チタニア表面の高分子装飾を評価



測定試料は、様々な色素を単分子吸着させたナノポーラスチタニア層です。

色素吸着チタニアの違いによるTSC測定



太陽電池研究開発の分野では、低コスト化を目指した色素増感太陽電池 (DSC=Dye-sensitized Solar Cell) が注目されています。この太陽電池を構成する色素単分子吸着ナノポーラスチタニア層/色素/電解質界面の特性は重要です。

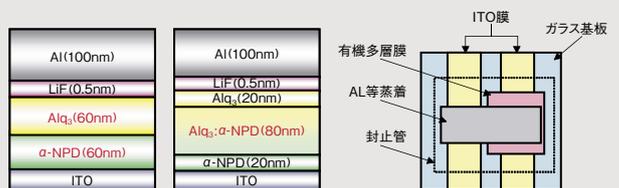
チタニアへの色素の吸着などによって酸化チタン層中の電子拡散定数が向上することが知られています。図は色素増感太陽電池によく用いられる3種類の色素を酸化チタン多孔質膜へ吸着させたときのTSCスペクトルです。色素を吸着させていないBareに比べ、色素を吸着させた試料は0.6eVの電子トラップでは完全に消失し、0.1eV程度の浅いトラップも大きく減少することがわかります。

TSC測定法は、太陽電池性能を低下させる原因となっているチタニア界面電子トラップ分布を評価する手法として重要です。

九州工業大学 早瀬修二教授 提供

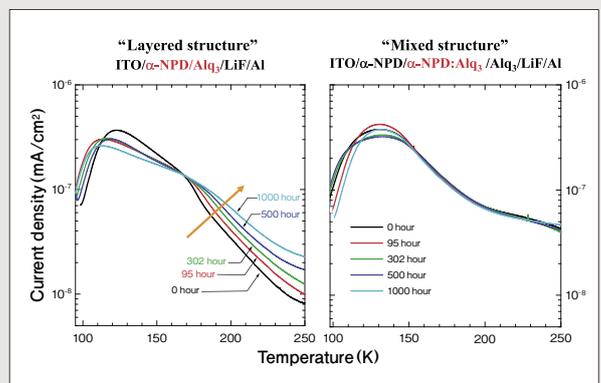
有機EL

劣化によるトラップ量の評価



測定試料は、二層積層型と混合型デバイスです。

有機ELデバイス構造の違いによるTSC測定



有機ELデバイスの劣化特性において、二層積層型と混合型デバイスでは劣化特性が大きく異なることが知られています。混合層を用いる方が、より耐久性が向上することがわかっていますが、そのメカニズムは明らかになっていませんでした。

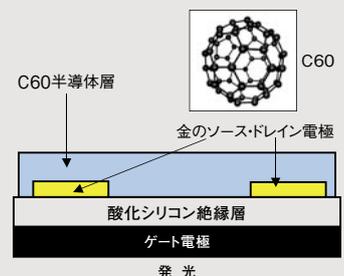
そこでTSC測定法によりトラップ準位を測定し、劣化機構をトラップ生成の観点から解析しました。その結果a-NPDのホールトラップやAlq₃の電子トラップは大きく変化しませんが、二層積層構造においてAlq₃のホールトラップが連続駆動に伴って大きく増加することがわかりました。

このことより有機ELデバイスの劣化要因としてAlq₃のホールトラップが関与していると考えられます。

有機TFT

有機半導体層に吸着した酸素や水分子の評価

有機TFTの特性を低下させる原因となっている有機層内部や絶縁膜近傍の電子トラップを計測することができます。



試料:九州大学 安達千波矢教授 提供



仕様

TS-POLAR

測定温度範囲	-180~350℃
測定雰囲気	He雰囲気
電流測定範囲	±5fA~±1mA(±5×10 ⁻¹⁵ ~±1×10 ⁻³ A)

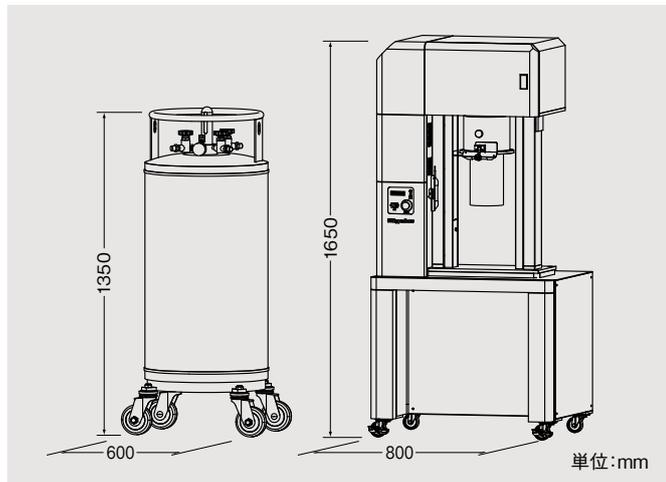
TS-FETT

測定温度範囲	-180~350℃
測定雰囲気	He雰囲気
電流測定範囲	±5fA~±1mA(±5×10 ⁻¹⁵ ~±1×10 ⁻³ A)
光 励 起	光照射システム

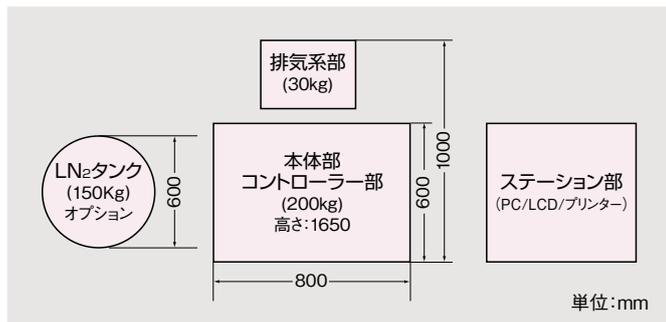
ユーティリティ

電源	本体用: 1φ AC100V±10% 50/60Hz 20A コード 5m(3P圧着端子接続)
	コンピューター用: 1φ AC100V±10% 50/60Hz 6A (アース付コンセント3口)
アース	D種接地 接地抵抗100Ω以下(専用接地のこと)
供給ガス	2次圧 60kPa(0.6kgf/cm ²)
排気系部	ロータリーポンプ: 排気量200ℓ/min(排気接続部はオプション)

外形寸法



設置例



オプション

静電気除去および荷電装置

粉体やフィルムシート等の静電気を除去したり、プラスまたはマイナスの電荷を帯電させるために使用します。
(AC100V 2A アース付きコンセント1口)



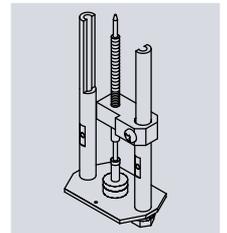
コロナ荷電装置

粉体やフィルム等の試料表面にコロナ放電により、プラスまたはマイナスの電荷を帯電させるために使用します。
(AC100V 5A アース付きコンセント2口)



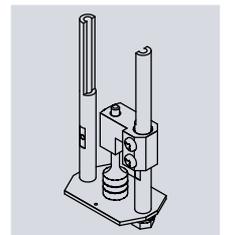
高分子用プローブ

フィルムやシート状の試料を測定するときに使用します。
(TS-POLARには標準装備)



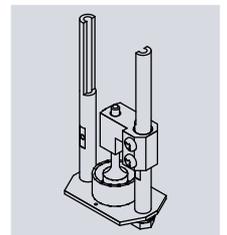
トナー用プローブ

粉体試料やシート状の試料の帯電特性を非接触(Air Gap法)にて測定するときに使用します。



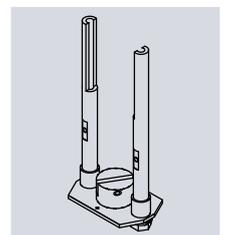
液体用プローブ

液体試料を測定するときに使用します。



縦置用ホルダー

大型試料(最大25mm×25mm)を測定するときに使用します。



紫外光を含む照射装置使用に関しては、JIS T 8141に基づき、しゃ光保護具等の安全対策が必要です。

レーザー照射装置使用に関しては、JIS C 6802:「レーザー製品の放射安全基準」に基づき、レーザー出力に応じた安全対策が必要です。

製品改良にともない、やむをえず仕様・外観などを予告なく変更させていただく場合があります。ご了承ください。

*カタログ中に掲載されている性能上の数値は、株式会社リガクによるテスト結果であり、他の環境下で常に同様の結果となることを保証するものではありません。

*このカタログに掲載されている製品は、外国為替および外国貿易法の安全保障輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出する場合、または日本国外に持ち出す際は、日本国政府への輸出許可申請等、必要な手続きをお取りください。

株式会社 **リガク** 〒196-8666 東京都昭島市松原町3-9-12
☎(042)545-8111(代表電話案内) FAX.(042)544-9795

東京支店 / 〒151-0051 渋谷区千駄ヶ谷4-14-4 ☎(03)3479-6011 FAX.(03)3479-6171
大阪支店 / 〒569-1146 高槻市赤大路町14-8 ☎(072)696-3387 FAX.(072)694-5852
東北営業所 / 〒980-0804 仙台市青葉区大町1-2-16 ☎(022)264-0446 FAX.(022)223-1977

URL <http://www.rigaku.com>

名古屋営業所 / 〒461-0002 名古屋市東区代官町35-16 ☎(052)931-8441 FAX.(052)931-2689
九州営業所 / 〒802-0005 北九州市小倉北区堺町2-1-1 ☎(093)541-5111 FAX.(093)541-5288