

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3294206号  
(P3294206)

(45)発行日 平成14年6月24日(2002.6.24)

(24)登録日 平成14年4月5日(2002.4.5)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

G 0 1 N 25/18

G 0 1 N 25/18

H

請求項の数3(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平10-290555  
(22)出願日 平成10年10月13日(1998.10.13)  
(65)公開番号 特開2000-121585(P2000-121585A)  
(43)公開日 平成12年4月28日(2000.4.28)  
審査請求日 平成12年6月30日(2000.6.30)

(73)特許権者 301000011  
経済産業省産業技術総合研究所長  
東京都千代田区霞が関1丁目3番1号  
(74)上記1名の復代理人 100089336  
弁理士 中野 佳直  
(73)特許権者 000136941  
株式会社ベテル  
茨城県石岡市荒金3-11  
(73)特許権者 598140582  
竹歳 尚之  
茨城県つくば市梅園1-1-4 工業技  
術院計量研究所内  
(73)特許権者 598140593  
馬場 哲也  
茨城県つくば市梅園1-1-4 工業技  
術院計量研究所内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 微小領域熱物性測定装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料表面に金属薄膜を形成し、該金属薄膜を通して前記試料表面を加熱する加熱用レーザービームを発する加熱用レーザと、  
該加熱用レーザービームを交流変調する変調器と、  
加熱した試料表面に照射する測温用レーザービームを発する測温用レーザと、  
前記両レーザービームを前記試料表面のほぼ同一位置に集光させる顕微鏡光学系と、  
前記測温用レーザービームの反射光を検出する手段と、  
前記検出された反射光に基づいて試料の熱物性値を算出する手段とを備え、  
前記測温用レーザービームの反射光強度変化の加熱用レーザービーム強度変化に対する位相遅れから熱物性値を算出することを特徴とする微小領域熱物性測定装置。

【請求項2】 試料表面に金属薄膜を形成し、該金属薄膜を通して前記試料表面を加熱する加熱用レーザービームを発する加熱用レーザと、  
該加熱用レーザービームを交流変調する変調器と、  
加熱した試料表面に照射する測温用レーザービームを発する測温用レーザと、  
前記両レーザービームを前記試料表面のほぼ同一位置に集光させる顕微鏡光学系と、  
前記測温用レーザービームの反射光を検出する手段と、  
前記検出された反射光に基づいて試料の熱物性値を算出する手段とを備え、  
前記測温用レーザービームの反射光強度変化の加熱用レーザービーム強度変化に対する相対強度から熱物性値を算出することを特徴とする微小領域熱物性測定装置。

【請求項3】 試料をX、Yステージに設置し、顕微鏡

光学系に対する相対位置を二次元的に移動させ、熱物性値の平面分布を測定することを特徴とする請求項1又は2に記載の微小領域熱物性測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は熱反射法を用いて微小領域の熱浸透率分布を測定する装置に関し、特に、試料表面の微小領域に加熱用レーザと測定用レーザを集光させ、その測定用レーザの反射光を検出して試料の熱物性値を算出する微小領域熱物性測定装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、熱伝導測定法にはレーザフラッシュ法が知られている。この方法は直径10mm、厚さ1mm以上の試料サイズが必要であり、測定した熱伝導はその平均を示す熱物性値であった。産業界においてはより小さな範囲、即ちミクロン単位の熱物性値の分布を知りたい要求はあったが、実用的な方法はなかった。薄膜は工業的に広く使用されており、特に半導体電子デバイスや記録媒体は集積度及び性能向上のために微細構造化、複雑化が進んでいる。これらを構成する微小な各素材の熱物性値はデバイスの熱設計において必要とされるが、一般的にその測定はバルク材料の測定に比べて難しい。1マイクロメートル以下の薄膜の熱拡散率を計測するためにピコ秒パルスレーザを用いた「ピコ秒サーモリフレクタンス法薄膜熱拡散率計測システム」が開発されている。ところが、本システムでは1点の熱拡散率を計測するのに約30分かかり、試料表面の熱物性値分布の測定は時間的な制約のため、ほとんど不可能である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、前記従来技術の問題点を解消し、試料表面の微小領域の熱物性を高い空間分解能により測定することができる微小領域熱物性測定装置を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】請求項1の発明に係る微小領域熱物性測定装置は、試料表面に金属薄膜を形成し、該金属薄膜を通して前記試料表面を加熱する加熱用レーザビームを発する加熱用レーザと、該加熱用レーザビームを交流変調する変調器と、加熱した試料表面に照射する測温用レーザビームを発する測温用レーザと、両レーザビームを前記試料表面のほぼ同一位置に集光させる顕微鏡光学系と、測温用レーザビームの反射光を検出する手段と、検出された反射光に基づいて試料の熱物性値を算出する手段とを備え、測温用レーザビームの反射光強度変化の加熱用レーザビーム強度変化に対する位相遅れから熱物性値を算出することを特徴とする。請求項2の発明に係る微小領域熱物性測定装置は、試料表面に金属薄膜を形成し、該金属薄膜を通して前記試料表面を加熱する加熱用レーザビームを発する加熱用レーザと、該加熱用レーザビームを交流変調する変調器と、加熱し

た試料表面に照射する測温用レーザビームを発する測温用レーザと、両レーザビームを前記試料表面のほぼ同一位置に集光させる顕微鏡光学系と、測温用レーザビームの反射光を検出する手段と、検出された反射光に基づいて試料の熱物性値を算出する手段とを備え、測温用レーザビームの反射光強度変化の加熱用レーザビーム強度変化に対する相対強度から熱物性値を算出することを特徴とする。また、試料をX、Yステージに設置し、顕微鏡光学系に対する相対位置を二次元的に移動させ、熱物性値の平面分布を測定することを特徴とする。

【0005】

【発明の作用】請求項1の発明によれば、交流変調した加熱用レーザビームを数マイクロメートルのスポット径で試料表面に集光加熱する。試料の表面温度は熱拡散により加熱の交流変動から位相遅れの変化を示す。その変化の大きさは試料の熱物性値によって定まる。加熱用レーザビームの同一位置に測温用レーザビームを集光すると、その反射光の強度は試料表面の温度変化に比例して変化する。従って、検出手段で検出した測温用レーザビームの反射光に対する出力を加熱用レーザビームの強度変化を参照信号としてロックイン増幅することにより試料表面の周期的温度変化の加熱用レーザビームの強度の周期的変化に対する位相遅れと相対強度が測定される。測温用レーザビームの加熱用レーザビームに対する位相遅れは金属薄膜の熱容量Cが小さく、試料の熱浸透率 $b_s$ が大きいほど小さいので、測温用レーザビームの反射光強度変化の加熱用レーザビーム強度変化に対する位相遅れからC/ $b_s$ が求められる。また、加熱用レーザビームおよび測温用レーザビームに対する吸収係数が小さい試料、または測温用レーザビームの反射率の温度係数が小さい試料に対しても、その表面に金属薄膜を形成することによりサーモリフレクタンス測定が実現される。更に、測温用レーザビームの強度は試料表面の温度変化に比例して変化する。加熱用レーザビームに対する試料の吸収係数が大きく、且つ熱拡散率が大きいほど試料表面の温度変化の位相遅れは小さいので、測温用レーザビームの反射光強度変化の加熱用レーザビーム強度変化に対する位相遅れから $\frac{C}{b_s}$ が求められる。請求項2の発明によれば、測温用レーザビームの強度は試料表面の温度変化に比例して変化する。加熱用レーザビームに対する試料の吸収係数が大きく、且つ熱拡散率が大きいほど試料表面の温度変化は大きいので、測温用レーザビームの反射光強度変化の加熱用レーザビーム強度変化に対する相対強度から $\frac{C}{b_s}$ が求められる。測温用レーザビームの加熱用レーザビームに対する相対強度は金属薄膜の熱容量Cが小さく、試料の熱浸透率 $b_s$ が大きいほど大きいので、測温用レーザビームの反射光強度変化の加熱用レーザビーム強度変化に対する相対強度からC/ $b_s$ が求められる。請求項3の発明によれば、X、Yステージにより試料の相対位置を操作しつつ位相遅れ

と相対強度の測定を継続することにより局所的な熱物性値の二次元分布が求められる。

【0006】

【発明の実施の態様】本発明の実施例について図面を参照しながら説明する。まず、本発明の微小領域熱物性測定装置の測定原理を説明する。薄膜・基板2層モデルを考える。ここで、薄膜は金属薄膜、基板は対象となる試料にそれぞれ対応する。角周波数  $\omega$  の正弦的な強度変調を受けた加熱光が試料表面に施された厚さ  $d$ 、熱拡散率  $k_f$ 、熱浸透率  $b_f$  の金属薄膜に照射し、加熱される。このとき、表面の温度応答は加熱光に対してある位相遅れ  $\delta$  を伴った角周波数  $\omega$  の周期的な応答になる。試料の熱浸透率が大きいほど、または角周波数  $\omega$  が小さいほど、表面温度応答の加熱光に対する位相差は小さくなる。

【0007】試料の局所熱浸透率は、図1に示した薄膜・基板2層モデルに基づいて計算することができる。基板は半無限の厚みとし、熱は厚さ方向のみ拡散することを仮定する。周期加熱  $F(t)$  は下記の式(1)で与えられるものとする。

【0008】

【数1】

$$F(t) = \sin \omega t \quad (1)$$

このとき、表面温度応答のラプラス変換  $T(\xi)$  は次の式(2)で表される。

【0009】

【数2】

$$\tilde{T}(\xi) = \frac{1}{b_s \sqrt{\xi}} \frac{\omega \coth(\sqrt{\xi} \tau_f) + \beta}{\omega^2 + \xi^2 \coth(\sqrt{\xi} \tau_f) + \beta^{-1}} \quad (2)$$

$b_s$  は基板(試料)の熱浸透率である。ここで、 $\tau_f$  は薄膜層の熱拡散についての特性時間、 $\tau_f = d^2 / k_f$ 、 $\beta$  は薄膜に対する基板の熱浸透率比である。式(2)を逆ラプラス変換すると、表面温度応答は一般に以下の式により記述できる。

【0010】

【数3】

$$T(t) = A \sin(\omega t - \delta) \quad (3)$$

【0011】

【数4】

$$\delta = \frac{3}{4} \pi + \arctan \left( \frac{\cosh^2 \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}}}{\cos^2 \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}}} \right) \times \frac{\left( \tanh \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}} + \beta \right) \left( \tanh \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}} + \beta^{-1} \right)}{(\beta - \beta^{-1}) \tan \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}}} \quad (4)$$

【0012】ここで、 $\delta$  は周期加熱に対する表面温度応答の位相遅れを示す。薄膜の表から裏側までの熱拡散の特性時間  $d^2 / k_f$  が加熱光の変調周期  $2\pi / \omega$  に比べて十分小さく、薄膜に対する基板の熱浸透率比  $\beta$  が十分小さいとき、表面位相応答式(3)は、近似的に次のようになる。

【0013】

【数5】

$$\delta = \arctan \left( - \frac{1 + \sqrt{\frac{\omega \tau_s}{2}}}{\sqrt{\frac{\omega \tau_s}{2}}} \right) + \frac{3}{4} \pi \quad (5)$$

$$\tau_s = \frac{b_f^2 d^2}{b_s^2 k_f}$$

ここで、 $\tau_s$  は基板内の熱拡散を表す特性時間である。(5)式によると加熱光に対する温度応答の位相遅れは  $\tau_s$  が0から  $\infty$  まで変化したとき、 $45^\circ$  から  $90^\circ$  の間で変化する。

【0014】次に测温用レーザービームの反射光強度変化の加熱用レーザービーム強度変化に対する相対強度の算出を説明する。振幅1の変調された単位面積当たりの熱流を

【0015】

【数6】

$$F(t) = \sin \omega t \quad (1)$$

このとき、表面温度応答のラプラス変換は、

【0016】

【数7】

$$\tilde{T}(\xi) = \frac{1}{b_s \sqrt{\xi}} \frac{\omega \coth(\sqrt{\xi} \tau_f) + \beta}{\omega^2 + \xi^2 \coth(\sqrt{\xi} \tau_f) + \beta^{-1}} \quad (2)$$

$$\tau_f = \frac{d^2}{k_f} \quad (3)$$

ここで、 $\tau_f$  : 薄膜の熱拡散特性時間  
(2)は、 $\tau_f$  とともに充分小さいとき、

【0017】

【数8】

$$\tilde{T}(\xi) = \frac{1}{b_s \sqrt{\xi}} \frac{\omega}{\omega^2 + \xi^2} \frac{1}{1 + \sqrt{\xi} \tau_s} \quad (4)$$

$$\tau_s = \frac{b_f^2 d^2}{b_s^2 \kappa_f} \quad (5)$$

と近似できる。(4)を逆ラプラス変換して以下の式を得る。

【0018】

【数9】

$$T(t) = A \sin(\omega t - \delta) \quad (8)$$

計算の便宜上、以下を導入する。

【0020】

【数11】

$$\delta = \frac{3}{4}\pi + \delta' \quad (9)$$

(6), (8), (9)より

【0021】

【数12】

$$A \cos \delta' = \frac{\phi}{b_s \sqrt{\omega} \{\phi^2 + (1 + \phi)^2\}} \quad (10)$$

$$A \sin \delta' = -\frac{1 + \phi}{b_s \sqrt{\omega} \{\phi^2 + (1 + \phi)^2\}} \quad (11)$$

(10), (11)より

$$A = \frac{1}{b_s \sqrt{\omega}} \cdot \frac{1}{\sqrt{\phi^2 + (1 + \phi)^2}} \quad (14)$$

(2)を近似せずに逆ラプラス変換して計算すると

【0025】

$$\delta = \frac{3}{4}\pi + \arctan \left( \frac{\cosh^2 \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}} \left( \tanh \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}} + \beta \right) \left( \tanh \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}} + \beta^{-1} \right)}{\cos^2 \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}} (\beta - \beta^{-1}) \tan \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}}} \right) \quad (15)$$

となる。当然(15)に対応した振幅Aも計算できる。

このとき、

【数16】

【0026】

【数17】

$$A = \frac{(\beta^{-1} - \beta) \tan \psi \sqrt{1 + \left( \frac{\cosh^2 \psi \cdot (\tanh \psi + \beta) (\tanh \psi + \beta^{-1})^2}{\cos^2 \psi (\beta - \beta^{-1}) \tan \psi} \right)^2}}{b_s \sqrt{\omega} \cosh^2 \psi} \quad (16)$$

$$\psi = \sqrt{\frac{\omega \tau_f}{2}} \quad (17)$$

【0027】図2は本発明の微小領域熱物性測定装置のシステム構成を示す概念図である。X, Yステージ1はX, Y方向の二次元に移動自在な機構になっており、マイクロメータ2により上下方向の高さが微調整可能になっている。測定すべき試料3はX, Yステージに載置さ

$$T(t) = \frac{1}{b_s \sqrt{\xi}} \cdot \frac{\phi \sin\left(\omega t - \frac{3}{4}\pi\right) + (1 + \phi) \cos\left(\omega t - \frac{3}{4}\pi\right)}{\phi^2 + (1 + \phi)^2} \quad (6)$$

$$\phi = \sqrt{\frac{\omega \tau_s}{2}} \quad (7)$$

表面温度は一般的に以下のように書ける。

【0019】

【数10】

【0022】

【数13】

$$\tan \delta' = -\frac{1 + \phi}{\phi} \quad (12)$$

(7), (9), (12)より

【0023】

【数14】

$$\delta = \frac{3}{4}\pi + \arctan \left( -\frac{1 + \sqrt{\frac{\omega \tau_s}{2}}}{\sqrt{\frac{\omega \tau_s}{2}}} \right) \quad (13)$$

(10), (11)より

【0024】

【数15】

れ、レーザ光が試料表面に集光するようマイクロメータ2により高さ調整を行う。試料3の表面には顕微鏡光学系4を通過した後に同一光軸上に重なった加熱用レーザビーム5と測温用レーザビーム6が照射される。

【0028】加熱用レーザビーム5は、例えば波長51

4.5 nmのCWアルゴンレーザ等で構成される加熱用レーザ7から発せられ、交流変調器8により変調される。測温用レーザビーム6は、例えばCWヘリウムネオンレーザ等で構成される測温用レーザ9から発せられる。ドライバ10はファンクションジェネレータ11から出力される所定周波数の交流を加熱用レーザビームの変調に必要なパワーに処理し、交流変調器8に出力する。交流変調器8は加熱用レーザ7からの加熱用レーザビームをドライバ10から出力される交流により変調する。

【0029】顕微鏡光学系4の光軸上には第1ハーフミラー12と第2ハーフミラー13が配置されている。第1ハーフミラー12は加熱用レーザ7から発生される加熱用レーザビーム5を顕微鏡光学系4の光軸に一致して反射させ、また測温用レーザ9から発せられる測温用レーザビーム6を顕微鏡光学系4の光軸に一致して通過させるよう作用する。第2ハーフミラー13は第1ハーフミラー12により反射された加熱用レーザビーム5と第1ハーフミラー12を通過した測温用レーザビーム6を顕微鏡光学系4の光軸に一致して通過させると共に、試料表面で反射した加熱用レーザビーム5と測温用レーザビーム6を光ディテクタ14の入射光軸に一致して反射するよう作用する。ここで、光ディテクタ14は、例えばホトダイオード等により構成される。

【0030】第2ハーフミラー13で反射したレーザ光はバンドパスフィルタ15により加熱用レーザビーム5の反射光を遮断し、測温用レーザビーム6の反射光のみを通過させて光ディテクタ14で検出する。第2ハーフミラー13とバンドパスフィルタ15との間には第3ハーフミラー16が反射光の光軸から外れた位置と反射光の一部をCCDカメラ17の方向に反射させる位置に回動可能に配置されている。CCDカメラ17に入射した両反射光によりモニタ18上に像を映出し、この像を見ながら加熱用レーザビーム5と測温用レーザビーム6の試料表面上のスポットサイズ、位置合わせを行う。

【0031】ロックインアンプ19は光ディテクタ14で検出した測温用レーザビームの強度変化に応じた検出信号のうち、加熱用レーザビームの強度変化に比例する参照信号に同期した成分を増幅し、参照信号に対する反射光の位相遅れを得る。局所熱浸透率は金属薄膜の熱物性値を既知として、実測した位相遅れを(5)式に代入して計算する。

【0032】図3に厚さの異なるモリブデンの温度応答を示す。(4)式に基づいた計算値にはバルク材料の値を用いた。測定された位相遅れは計算値と同様にモリブデン薄膜の膜厚とともに、増大している。モリブデン薄膜に対するガラス基板の熱浸透率比は小さいので、(5)式に基づいて、測定で得られた位相差から求めたガラス基板の熱浸透率を表1に示す。

【0033】

【表1】

表1

厚み(nm)	位相遅れ(°)	bs(Js <sup>0.5</sup> /m <sup>2</sup> K)
Bulk	-	1338*
50	51.6	1700
100	59.8	1250
200	69.7	1050
500	82.0	730

【0034】本発明はマイクロ・エレクトロニクス関係の記録媒体、DVD光ディスク、MO光磁気ディスク、熱電素子、LSIのCPU及びRAM、半導体レーザ、LED、パワートランジスタなど、又素材として複合材料、特に原子力分野や宇宙機の耐熱材料などに用いられるCCコンポジット、超伝導線材、種々のコーティング材、傾斜機能材料、複合材料など物性の異なる2種類以上の材料を組み合わせるにより個々の材料だけでは得られない優れた性質を実現した材料の熱物性値分布を測定するのに直接利用可能である。従来の熱設計をより詳細にできるようになる為、熱工学関係の産業資材における特性を飛躍的に向上させる。

【0035】

【発明の効果】本発明によれば、加熱用レーザビームを高速正弦波変調して加熱光とすることにより、局所熱浸透率分布が測定可能になるようにサーモリフレクタンス法の測定時間を短縮する。また、試料表面に金属薄膜を形成することにより、測定対象を金属のみならず、半導体、セラミックス、炭素材料などに拡大することができる。更に、表面温度応答を薄膜・基板2層系の解析に基づいて計算することで、金属薄膜下の基板の局所熱浸透率が算出される。

【図面の簡単な説明】

【図1】薄膜・基板2層モデルの熱拡散の特性を表すパラメータの説明図である。

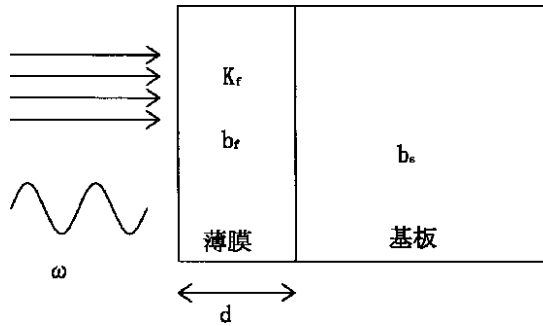
【図2】本発明の微小領域熱物性測定装置のシステム構成を示す概念図である。

【図3】厚さに対する位相遅れの関係を示す図である。

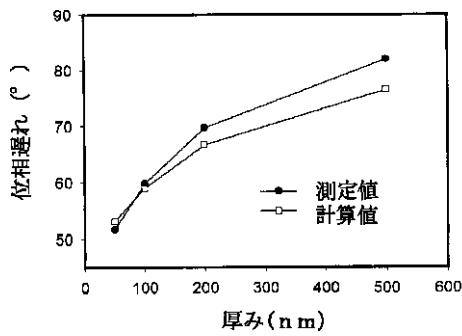
【符号の説明】

- 1 X, Yステージ
- 2 マイクロメータ
- 3 試料
- 4 顕微鏡光学系
- 12, 13, 16 ハーフミラー
- 14 光ディテクタ
- 15 バンドパスフィルタ
- 17 CCDカメラ
- 18 モニタ

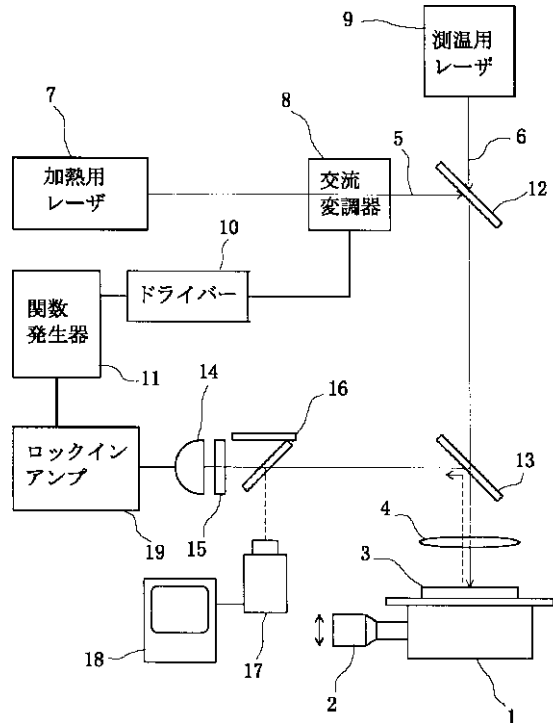
【図1】



【図3】



【図2】



フロントページの続き

- (74) 上記3名の代理人 100089336  
弁理士 中野 佳直
- (73) 特許権者 301021533  
独立行政法人産業技術総合研究所  
東京都千代田区霞が関1-3-1
- (72) 発明者 竹歳 尚之  
茨城県つくば市梅園1-1-4 工業技術院計量研究所内
- (72) 発明者 馬場 哲也  
茨城県つくば市梅園1-1-4 工業技術院計量研究所内

- (72) 発明者 羽鳥 仁人  
茨城県石岡市荒金3-11 株式会社ベテル内
- (72) 発明者 大槻 哲也  
茨城県石岡市荒金3-11 株式会社ベテル内

審査官 郡山 順

- (56) 参考文献 特開 平4-9641 (JP, A)  
実開 平2-79033 (JP, U)

- (58) 調査した分野(Int.Cl.7, DB名)  
G01N 25/18  
JICSTファイル(JOIS)