

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4980147号
(P4980147)

(45) 発行日 平成24年7月18日(2012.7.18)

(24) 登録日 平成24年4月27日(2012.4.27)

(51) Int.Cl.

G O 1 N 25/18 (2006.01)

F I

G O 1 N 25/18

H

請求項の数 15 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2007-151375 (P2007-151375)
(22) 出願日 平成19年6月7日(2007.6.7)
(65) 公開番号 特開2008-304302 (P2008-304302A)
(43) 公開日 平成20年12月18日(2008.12.18)
審査請求日 平成22年6月4日(2010.6.4)

(73) 特許権者 000136941
株式会社ベテル
茨城県石岡市荒金 3-1-1
(74) 代理人 100074631
弁理士 高田 幸彦
(72) 発明者 松井 源蔵
茨城県石岡市荒金 3-1-1
株式会社 ベテル内
(72) 発明者 羽鳥 仁人
茨城県石岡市荒金 3-1-1
株式会社 ベテル内

審査官 ▲高▼見 重雄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱物性測定装置、熱物性測定方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

試料表面に金属薄膜が形成され、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ーと、前記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ーと、両レーザービームを前記試料表面の測定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、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演算手段と、を備えた熱物性測定装置において、

加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納されるデータベースを備え、

前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測する位相遅れ計測手段を有し、

前記演算手段は、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率の特定を行うこと

を特徴とする熱物性測定装置。

【請求項 2】

試料表面に金属薄膜が形成され、該金属薄膜を通して前記試料表面を加熱する加熱用レ

10

20

ーザビームを発する加熱用レーザと、前記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測定位置に集光させる顕微鏡光学系と、前記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演算手段と、を備えた熱物性測定装置において、

加熱用レーザビーム強度の変化に対する前記測温用レーザビームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数または／および熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率および熱浸透率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納されるデータベースを備え、

10

前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測する位相遅れ計測手段を有し、

前記演算手段は、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率の特定を行い、および前記同一条件での前記校正モデルを用いて、計測された位相遅れに対する熱浸透率の特定を行うこと

を特徴とする熱物性測定装置。

【請求項 3】

請求項 2 において、前記演算手段は、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対して熱伝導率および熱浸透率のいずれか、あるいは双方の特定を行うことを特徴とする熱物性測定装置。

20

【請求項 4】

請求項 3 において、前記演算手段は、特定された熱伝導率および熱浸透率から体積熱容量を演算することを特徴とする熱物性測定装置。

【請求項 5】

請求項 2 において、前記演算手段は、同一の未知試料について測定条件を変える 2 つ以上の測定条件についてそれぞれ同一条件での前記校正モデルを用いて位相遅れに対する熱伝導率および熱浸透率の双方の特定を行うことを特徴とする熱物性測定装置。

【請求項 6】

試料表面に金属薄膜が形成され、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、前記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測定位置に集光させる顕微鏡光学系と、前記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演算手段と、を備えた熱物性測定装置において、

30

加熱用レーザビーム強度の変化に対する前記測温用レーザビームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数または／および熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納されるデータベースを備え、

40

前記校正モデルを画面に表示する校正モデル画面表示手段を有し、

前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測する位相遅れ計測手段を有し、

前記データベースに格納された校正モデルのいずれかの校正モデルを画面に表示し、画面に表示された該校正モデルに前記領域の境界を示す境界線を表示する境界線表示手段を有し、

前記演算手段は、前記計測手段によって計測された未知試料についての位相遅れが前記領域にある場合に、前記同一条件での前記校正モデルを用いて位相遅れに対する熱伝導率の特定し、および前記領域にない場合に、前記同一条件での前記特定モデルを用いて位相

50

遅れに対する熱浸透率の特定を行うこと
を特徴とする熱物性測定装置。

【請求項 7】

試料表面に金属薄膜が形成され、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ーと、前記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ーと、両レーザービームを前記試料表面の測定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、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演算手段と、を備えた熱物性測定装置による熱物性測定方法において、

データベースに、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納し、

位相遅れ計測手段によって、前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測し、

前記演算手段によって、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率が特定されること

を特徴とする熱物性測定方法。

【請求項 8】

試料表面に金属薄膜が形成され、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ーと、前記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ーと、両レーザービームを前記試料表面の測定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、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演算手段と、を備えた熱物性測定装置による熱物性測定方法において、

データベースに、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係を、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納し、

位相遅れ計測手段によって、前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測し、

前記演算手段によって、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率が特定され、および前記同一条件での前記校正モデルを用いて、位相遅れに対する熱浸透率が特定されること

を特徴とする熱物性測定方法。

【請求項 9】

請求項 8 において、前記演算手段によって、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対して熱伝導率および熱浸透率のいずれか、あるいは双方の特定が行われることを特徴とする熱物性測定方法。

【請求項 10】

請求項 8 において、前記演算手段によって、同一の未知試料について測定条件を変える 2 つ以上の測定条件についてそれぞれ同一条件での前記校正モデルを用いて位相遅れに対する熱伝導率および熱浸透率の双方の特定が行われることを特徴とする熱物性測定方法。

【請求項 11】

試料表面に金属薄膜が形成され、該金属薄膜を通して前記試料表面を加熱する加熱用レ

10

20

30

40

50

ーザビームを発する加熱用レーザと、前記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測定位置に集光させる顕微鏡光学系と、前記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演算手段と、を備えた熱物性測定装置による熱物性側定方法において、

データベースに、加熱用レーザビーム強度の変化に対する前記測温用レーザビームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域を含んだ校正モデルとして格納し、

10

前記校正モデルを画面に表示し、

位相遅れ計測手段によって、前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測し、

前記データベースに格納された校正モデルのいずれかの校正モデルを画面に表示し、画面に表示された該校正モデルに前記領域の境界を示す境界線を表示し、

前記計測手段によって計測された未知試料についての位相遅れが前記領域にある場合に、前記演算手段によって、前記同一条件での前記校正モデルを用いて位相遅れに対する熱伝導率が特定され、および前記領域にない場合に、前記同一条件での前記特定モデルを用いて位相遅れに対する熱浸透率が特定されること

20

を特徴とする熱物性測定方法。

【請求項 1 2】

請求項 1 1 において、加熱ビーム径、加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件を変えて、熱伝導率および熱浸透率が特定される領域を制御することを特徴とする熱物性測定方法。

【請求項 1 3】

試料表面に金属薄膜が形成され、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、前記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測定位置に集光させる顕微鏡光学系と、前記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演算手段と、を備えた熱物性測定装置による熱物性測定方法において、

30

位相遅れ計測手段によって、未知試料について位相遅れを計測し、

画面表示装置の画面に、位相遅れ - 熱浸透率の関係を示す図であって、前記位相遅れのときに熱浸透率を示す曲線を少なくとも 2 つの曲線で表示する図が表示され、

前記画面表示装置の画面に、位相遅れ - 熱伝導率の関係を示す図であって、熱伝導率を示す曲線を、前記位相遅れのときに 1 つの曲線である校正モデルとして表示する図が表示され、

以って、当該位相遅れ - 熱伝導率の関係を示す図上で、前記位相遅れのときの未知試料についての熱伝導率が特定可能とされること

40

を特徴とする熱物性測定装置による熱物性測定方法。

【請求項 1 4】

請求項 1 3 において、前記画面表示装置の画面に位相遅れ - 熱伝導率の関係を示す図が表示されたときで、前記位相遅れのときに熱伝導率を示す曲線が少なくとも 2 つの曲線で表示され、

測定条件が変更されると、前記位相遅れのときに熱伝導率を示す曲線が 1 つの曲線である校正モデルとして表示されること

を特徴とする熱物性測定装置による熱物性測定方法。

【請求項 1 5】

50

試料表面に金属薄膜が形成され、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ーと、前記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ーと、両レーザービームを前記試料表面の測定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、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演算手段と、を備えた熱物性測定装置で使用する記憶媒体であって、

加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係を、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納すること

10

を特徴とする熱物性測定装置に使用される記憶媒体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、熱物性測定装置、熱物性測定装置を用いた熱物性測定方法およびこれらの装置あるいは方法に用いる記憶媒体に関する。

【背景技術】

【0002】

20

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のできる微小領域についての熱物性装置が実用化されるに至った。

【0003】

特許文献1には、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ービームを発する加熱用レーザーと、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ーと、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が記載されている。

30

【0004】

特許文献2には、熱拡散率、熱浸透率および熱伝導率を求める微小領域物性測定方法が記載されている。

【0005】

特許文献3には、加熱光変調周波数と位相遅れを測定し、位相遅れに対する熱浸透率比を求める薄膜熱物性測定法が記載されている。

【0006】

特許文献4には、矩形波に対する振幅比および位相差を求め、熱拡散率、熱伝導率、熱浸透率或いは体積比熱の熱物性を求める熱物性方法と装置が記載されている。

40

【0007】

【特許文献1】特許第3294206号公報

【特許文献2】特開2006-84442号公報

【特許文献3】特開2004-117286号公報

【特許文献4】特開2000-28558号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

上述のように、薄膜試料の微小領域の熱物性測定方法としてサーマルマイクロスコープ法あるいはレーザーフラッシュ法が知られている。レーザーフラッシュ法では熱拡散率が高い

50

試料について熱物性測定が可能であるという特徴を有するが、数 100 μm より薄い試料については測定が困難である。

【0009】

熱伝導性が高い試料では微小領域熱物性測定方法、装置の測定原理である試料の深さ方向への 1 次元伝熱が成立せず、熱浸透率の測定が不可能である。

【0010】

本発明は、かかる点に鑑み熱伝導性の高い試料であっても、すなわち 1 次元伝熱が成立する条件から逸脱する領域であっても熱伝導率を精確に測定することのできる熱物性測定装置、熱物性測定方法を提供することを目的とする。

【0011】

本発明は、更に特定の試料について熱浸透率の精確な測定が困難な領域において熱伝導率の精確な測定を可能とし、熱伝導率の精確な測定が困難な領域において熱浸透率の精確な測定を可能とする熱物性測定装置、熱物性測定方法を提供することを目的とする。

【0012】

本発明は、更に特定の試料について 1 次元伝熱が成立する条件からの逸脱がはじまる領域において加熱変調周波数あるいは / および熱拡散率の制御によって、熱伝導率の精確な測定および熱浸透率の精確な測定を可能にする熱物性測定装置、熱物性測定方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0013】

1 次元伝熱が成立する条件からの逸脱がはじまる領域は加熱変調周波数あるいは / および測定対象（試料）の熱拡散率に依存するが、この領域では熱反射信号の位相遅れは測定対象の熱浸透率ではなく、熱伝導率に大きく依存することが判った。本発明は、この現象を熱伝導率の測定に用いることを特徴とする。

【0014】

(熱浸透率二乗) = (熱伝導率) $\times$ (体積熱容量) の関係から熱伝導率および体積熱容量から熱浸透率が求まり、体積熱容量が不明な場合に、熱伝導率および熱浸透率を特定することによって体積熱容量を求めることが可能になる。本発明は、特定の試料について熱伝導率および熱浸透率を特定する装置および方法を提供する。

【0015】

本発明は、具体的には、試料表面に金属薄膜が形成され、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、前記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測定位置に集光させる顕微鏡光学系と、前記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演算手段と、を備えた熱物性測定装置において、

加熱用レーザビーム強度の変化に対する前記測温用レーザビームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数または / および熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納されるデータベースを備え、

前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測する位相遅れ計測手段を有し、

前記演算手段は、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率の特定を行うこと

を特徴とする熱物性測定装置を提供する。

【0016】

本発明は、試料表面に金属薄膜が形成され、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、前記試料表面に照射する測温用レーザビ

10

20

30

40

50

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測定位置に集光させる顕微鏡光学系と、前記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演算手段と、を備えた熱物性測定装置において、

加熱用レーザビーム強度の変化に対する前記測温用レーザビームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率および熱浸透率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納されるデータベースを備え、

10

前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測する位相遅れ計測手段を有し、

前記演算手段は、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率の特定を行い、および前記同一条件での前記校正モデルを用いて、位相遅れに対する熱浸透率の特定を行うこと

を特徴とする熱物性測定装置を提供する。

【0017】

本発明は、また、前記演算手段は、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対して熱伝導率および熱浸透率のいずれか、あるいは双方の特定を行うことを特徴とする熱物性測定装置を提供する。

20

【0018】

本発明は、また、前記演算手段は、同一の未知試料について測定条件を変える2つ以上の測定条件についてそれぞれ同一条件での前記校正モデルを用いて位相遅れに対する熱伝導率および熱浸透率の双方の特定を行うことを特徴とする熱物性測定装置を提供する。

【0019】

本発明は、試料表面に金属薄膜が形成され、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、前記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測定位置に集光させる顕微鏡光学系と、前記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演算手段と、を備えた熱物性測定装置において、

30

加熱用レーザビーム強度の変化に対する前記測温用レーザビームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納されるデータベースを備え、

前記校正モデルを画面に表示する校正モデル画面表示手段を有し、

前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測する位相遅れ計測手段を有し、

40

前記データベースに格納された校正モデルのいずれかの校正モデルを画面に表示し、画面に表示された該校正モデルに前記領域の境界を示す境界線を表示する境界線表示手段を有し、

前記演算手段は、前記計測手段によって計測された未知試料についての位相遅れが前記領域にある場合に、前記同一条件での前記校正モデルを用いて位相遅れに対する熱伝導率の特定し、および前記領域にない場合に、前記同一条件での前記特定モデルを用いて位相遅れに対する熱浸透率の特定を行うこと

を特徴とする熱物性測定装置を提供する。

【0020】

本発明は、試料表面に金属薄膜が形成され、該金属薄膜を通して前記試料表面を加熱す

50

る加熱用レーザービームを発する加熱用レーザと、前記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、両レーザービームを前記試料表面の測定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、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演算手段と、を備えた熱物性測定装置による熱物性測定方法において、

データベースに、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納し、

10

位相遅れ計測手段によって、前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測し、

前記演算手段によって、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率が特定されること

を特徴とする熱物性測定方法を提供する。

【0021】

本発明は、試料表面に金属薄膜が形成され、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、前記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、両レーザービームを前記試料表面の測定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、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演算手段と、を備えた熱物性測定装置による熱物性測定方法において、

20

データベースに、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係を、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納し、

30

位相遅れ計測手段によって、前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測し、

前記演算手段によって、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率が特定され、および前記同一条件での前記校正モデルを用いて、位相遅れに対する熱浸透率が特定されること

を特徴とする熱物性測定方法を提供する。

【0022】

本発明は、また、前記演算手段によって、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対して熱伝導率および熱浸透率のいずれかの、あるいは双方の特定が行われることを特徴とする熱物性測定方法を提供する。

40

【0023】

本発明は、また、前記演算手段によって、同一の未知試料について測定条件を変える2つ以上の測定条件についてそれぞれ同一条件での前記校正モデルを用いて位相遅れに対する熱伝導率および熱浸透率の双方の特定が行われることを特徴とする熱物性測定方法を提供する。

【0024】

本発明は、試料表面に金属薄膜が形成され、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、前記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、両レーザービームを前記試料表面の測定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、検出された反射光に

50

基づいて試料の熱物性値を算出する演算手段と、を備えた熱物性測定装置による熱物性測定方法において、

データベースに、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域を含んだ校正モデルとして格納し、

前記校正モデルを画面に表示し、

10

位相遅れ計測手段によって、前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測し、

前記データベースに格納された校正モデルのいずれかの校正モデルを画面に表示し、画面に表示された該校正モデルに前記領域の境界を示す境界線を表示し、

前記計測手段によって計測された未知試料についての位相遅れが前記領域にある場合に、前記演算手段によって、前記同一条件での前記校正モデルを用いて位相遅れに対する熱伝導率が特定され、および前記領域にない場合に、前記同一条件での前記特定モデルを用いて位相遅れに対する熱浸透率が特定されること

を特徴とする熱物性測定方法を提供する。

【0025】

20

本発明は、また、加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件を変えて、熱伝導率および熱浸透率が特定される領域を制御することを特徴とする熱物性測定方法を提供する。

【発明の効果】

【0026】

本発明によれば、一次元伝熱が成立する条件からの逸脱がはじまる領域における熱反射信号の位相遅れが測定対象の熱伝導率に依存する現象を利用することができ、もって熱伝導性の高い試料であっても、すなわち1次元伝熱が成立する条件から逸脱する領域であっても熱伝導率を精確に測定することのできる熱物性測定装置、熱物性測定方法が提供される。

30

【0027】

本発明によれば、更に特定の試料について熱浸透率の精確な測定が困難な領域において熱伝導率の精確な測定を可能とし、熱伝導率の精確な測定が困難な領域において熱浸透率の精確な測定を可能とする熱物性測定装置、熱物性測定方法が提供される。

【0028】

本発明によれば、更に特定の試料について1次元伝熱が成立する条件からの逸脱がはじまる領域において加熱変調周波数あるいはノおよび熱拡散率の制御によって熱伝導率の精確な測定および熱浸透率の精確な測定を可能にする熱物性測定装置、熱物性測定方法が提供される。

【発明を実施するための最良の形態】

40

【0029】

以下、本発明の実施例を図面に基づいて説明する。

【実施例】

【0030】

図1は、本発明の実施例である熱物性測定装置の概要を示す。

図1に示すように、熱物性測定装置100は、試料台であるXYステージ1、これに取り付けたマイクロメータ2、顕微鏡光管系4、加熱用レーザー7、測温用レーザー9、ドライバ10、関数発生器11、ハーフミラー12、13、回転可能なミラー16、光ディテクタ14、ハントパスフィルタ15、CCDカメラ17、モニタ18およびロックインアンプ19から構成され、XYステージ1上に試料3が載置される。図2に、試料3の構成

50

を示す。試料 3 は試料表面に金属薄膜を形成して構成される。なお、X Y ステージは Z 方向にも移動可能である。

【 0 0 3 1 】

図 1 において、熱物性測定装置 1 0 0 は、試料 3 の表面に金属薄膜が形成され、X Y ステージ 1 上に載置された試料 3 の表面を加熱する加熱用レーザービームを加熱用レーザーで発し、加熱した試料表面に測定用レーザーによって測定用レーザービームを照射し、両レーザービームを試料表面の測定点として実質的に同一位置に顕微鏡光学系 4 で集光させ、測温用レーザービームの反射光を検出手段としての光ディテクタ 1 4 によって検出する。光ディテクタ 1 4 はロックインアンプ 1 9 に接続され、ロックインアンプ 1 9 は、後述するように検出された反射光に基づいて試料 3 の熱物性値を算出する演算処理手段に接続される。熱物性値には、熱浸透率、熱拡散率および熱伝導率が含まれる。演算処理手段は検出された反射光温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ができる。

10

【 0 0 3 2 】

X Y ステージは、X Y 方向の二次元に移動可能な機構になっており、X 軸および Y 軸の各方向へ X Y ステージ 1 を移動させるドライバとそのドライバを動作させるコントローラを備えている。X Y ステージ 1 には、Z 軸方向へ移動可能な Z ステージが組み込まれており、その Z ステージのドライバとコントローラを備えている。各コントローラは、コンピュータにより C C D カメラ 1 7 で撮影した試料の座標位置およびレーザースポットに関する画像情報に基づいて制御される。

20

【 0 0 3 3 】

加熱用レーザービーム 5 は、正弦波に振幅変調された赤外光であって、半導体レーザーより構成される加熱レーザー（加熱装置）7 から発せられる。測温用レーザービーム 6 は、例えば C W ヘリウムネオンレーザーまたは半導体レーザー等の光によって構成され、測温レーザー（測温加熱装置）9 から発せられる。ドライバ 1 0 は関数発生器 1 1 から出力される所定周波数の交流を加熱用レーザービーム 5 の変調に必要なパワーに処理し、加熱レーザー 9 に出力する。

【 0 0 3 4 】

顕微鏡光学系 4 の光軸上には第 1 ビームスプリッター 1 2 と第 2 ビームスプリッター 1 3 が配置されている。第 1 ビームスプリッター 1 2 は、加熱用レーザービーム 5 を顕微鏡光学系 4 の光軸に一致して反射させ、また測温用レーザー 9 から発せられる測温用レーザービーム 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。

30

【 0 0 3 5 】

第 2 ビームスプリッター 1 3 は、反射した測温用レーザービーム 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ービーム 5 と測温用レーザービーム 6 を光ディテクタ 1 4 の入射光軸に一致して反射するよう作用する。反射したレーザー光は、ハンドパスフィルタ 1 5 により加熱用レーザービーム 5 の反射光を遮断し、測温用レーザービーム 6 の反射光のみを通過させて光ディテクタ 1 4 で検出する。第 2 ビームスプリッター 1 3 とハンドパスフィルタ 1 5 との間には、回転可能なミラー 1 6 が配置されており、このミラー 1 6 をレーザー光に対し平行に位置させてレーザー光を光ディテクタ 1 4 へ入射させ、又はミラー 1 6 を所定の角度に回転させてレーザー光を C C D カメラ 1 7 へ導くようになっている。C C D カメラ 1 7 に入射した両反射光によりモニタである画像表示手段の画面上に像を映出し、この像を見ながら加熱用レーザービーム 5 と測温用レーザービーム 6 の試料表面上のスポットサイズ確認、位置合わせを行う。

40

【 0 0 3 6 】

ロックインアンプ 1 9 は、光ディテクタ 1 4 で検出した測温用レーザービーム 6 の強度変化に応じた検出信号のうち、加熱用レーザービーム 5 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、参照信号に対する熱反射信号の位相差を得る。得られたデータは演算装置 2 1 に送信される。

【 0 0 3 7 】

50

図2において、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 ω 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 、熱浸透率 b 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 δ を伴った角周波数 ω 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 ω 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。

【0038】

図3は、本実施例の演算装置(CPU)21の構成を示す。

演算装置21は、入力手段22、演算手段23、データベース24他のデータベース25および出力手段26を備え、出力手段26は、例えば画面表示装置27に接続される。

10

【0039】

データベース24については、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数または λ および熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納される。

【0040】

あるいは、またデータベース24には、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱浸透率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数または λ および熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率および熱浸透率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納される。

20

【0041】

以下、校正モデルの校正方法について説明する。サーマルマイクロスコプと同様の物性値が既知な校正用基準試料 A_i ($i = 1, 2, 3, 4$)に加えて、これらより熱伝導率が高い基準試料 B_j を少なくとも1種類準備し、これらを校正用基準試料とする。

30

【0042】

校正用基準試料の熱反射信号を熱物性顕微鏡で測定し、位相遅れを求める。熱浸透率が測定可能な範囲では、 A_i を用いて熱浸透率校正用の校正曲線を作成する。熱浸透率が高く、その校正が不可能な領域では A_i の中で熱浸透率が最も高い試料と B_j を用いて、熱伝導率校正用の校正曲線を作成する。

【0043】

この校正曲線上であって、熱反射信号の位相遅れから熱伝導率を一義に定められる領域を含んだ曲線部分を構成モデルとして特定する。具体的には次の通りである。

【0044】

図4に A_i としての pyrex 、安定化ジルコニア(YSZ)、 SrTiO_3 (STO)、 Ge 、 Al_2O_3 、 Si 、 Fe 、 Mo 、 Al 、 Cu および B_j としての Cu の加熱変調周波数 $f = 1\text{ Mz}$ における熱反射信号の位相遅れ(計算値)と熱浸透率(文献値)の関係を示した。図4の ρC_{max} は上記試料と同一の熱浸透率を有し体積熱容量が $\rho C = 4 \times 10^6 \text{ J m}^{-3} \text{ K}^{-1}$ となるよう比熱容量と熱伝導率を計算した仮想物質、 ρC_{min} は $\rho C = 1.4 \times 10^6 \text{ J m}^{-3} \text{ K}^{-1}$ となるよう比熱容量と熱伝導率を計算した仮想物質である。通常物質 STD では体積熱容量 ρC は、 $1.4 \times 10^6 < \rho C < 4 \times 10^6$ の範囲にある。

40

【0045】

熱浸透率が低い領域では位相遅れから一義的(一意的)に熱浸透率が求められるが、熱浸透率が一定以上の大きさになると図に示すように、位相遅れ-熱浸透率の関係が2つの

50

曲線によって形成される帯状のものとなる。

【0046】

図中の点線で示す境界線は、(測定対象の熱拡散長) > (反射膜の熱拡散長)、となる高さを示したものである。

【0047】

点線より上の領域では、上述した位相遅れ - 熱浸透率の関係のために帯状の中で振れ、位相遅れから熱浸透率が求めることはできない。

【0048】

一方、図5には、同一の加熱変調・周波数において、同様の試料の位相遅れ(計算値)と熱伝導率(文献値)の関係($f = 1 \text{ MHz}$)を示した。図4のグラフで曲線が分離する領域において、2つの曲線がほぼ重なり合うことがわかる。曲線が重なる上側のこの領域では、STDは重なった2の曲線にほぼ重なり、重なり開始点が交点になり、熱反射信号の位相遅れから熱伝導率を求めることが可能である。この領域における校正曲線が校正モデルとなる。

10

【0049】

また、図6に $f = 500 \text{ kHz}$ における熱反射信号の位相遅れと熱浸透率、および図7に熱伝導率の関係を示した。図中の点線の位置((測定対象の熱拡散長) > (反射膜の熱拡散長)、となる高さ)が低い方に移動していることが分かる。すなわち、境界線を下側に設定することが可能である。これにより、熱浸透率の測定が可能な領域は縮小するが、熱伝導率の測定が可能な領域は拡大する。

20

【0050】

図5($f = 1 \text{ MHz}$)では、熱伝導率がおおよそ $100 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ 前後(位相遅れはおおよそ 24 deg.)で2本の曲線が交差している。図7($f = 500 \text{ kHz}$)では、 $20 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ 前後(位相遅れはおおよそ 37 deg.)で交差している。未知の測定対象の熱伝導率を測定する場合、これらの交点に近い条件を持つ校正モデルを使用して測定を行うことが理想的である。

【0051】

例えば、未知試料の熱反射信号を $f = 1 \text{ MHz}$ で測定した際、位相遅れが 35 deg. 程度であったと仮定する。その場合、測定条件である周波数を下げることにより、交点は位相遅れが大きい側へ 37 deg. を越えてシフトされることができ、予め格納された 35 deg. よりも大きな位相遅れで交点が一致する校正モデルを特定することができ、これによって計測された 35 deg. は校正モデルの範囲内に入り、校正モデル上で、当該位相遅れに対する測定値を取得することができる。

30

【0052】

そして、上述した方法によれば、画面表示装置27の画面上に次のようにして位相遅れに対する熱浸透率、位相遅れに対する熱伝導率を表示することによって未知試料についての位相遅れから熱浸透率を特定することができる。

位相遅れ計測手段30によって、未知試料について位相遅れを計測する。

【0053】

画面表示装置27の画面に、位相遅れ - 熱浸透率の関係を示す図であって、前記位相遅れのときに熱浸透率を示す曲線を少なくとも2つの曲線で表示する図(図4あるいは図6)が表示される。

40

【0054】

画面表示装置27の画面に、位相遅れ - 熱浸透率の関係を示す図であって、熱伝導率を示す曲線を、前記位相遅れのときに1つの曲線である校正モデルとして表示する図(図5あるいは図7)が表示され、以って、当該位相遅れ - 熱伝導率の関係を示す図(図7)上で、前記位相遅れのときの未知試料についての熱浸透率が特定可能とされる。

【0055】

具体的には、画面表示装置27の画面に位相遅れ - 熱伝導率の関係を示す図(図5)が表示されたときで、前記位相遅れのときに熱伝導率を示す曲線が少なくとも2つの曲線で

50

表示され、格納された測定条件に測定条件が変更されると（測定条件の一致、交点の一致）前記位相遅れのときに熱伝導率を示す曲線が1つの曲線である校正モデルとして表示される（図7）。

【0056】

図4 - 図7からも判るように、点線で示す境界線は、位相遅れに対する熱伝導率あるいは熱浸透率が2つの曲線の重なった部分が分離する点あるいはその近傍であって、熱伝導率あるいは熱浸透率が一義的に定められる領域の境界を示す。この境界線は図4 - 図7の図面上で、あるいは画面上で人為的に定められ、あるいは2つの曲線の重なりを判断して機械的に定め得る。この設定にあつては、校正用基準試料 A_i のいずれかの試料の上にあるいは近辺に、2つの曲線の重なりを見て、あるいは判断して行うことができる。

10

【0057】

図4 - 図7において、熱伝導率の測定が可能、熱浸透率の測定が可能と表示した部分が測定可能な領域であり、この領域にある校正曲線が校正モデルを表すことになる。

【0058】

図3を用いて熱伝導率、あるいは熱伝導率および熱浸透率の双方の熱物性を特定する方法について説明する。これらの熱物性は次の手法によって特定される。

未知試料の熱反射信号の測定を上記と同一の測定条件で行い、その位相遅れを求める。

未知試料の位相遅れが校正用基準試料 A_i の何れかの試料より小さい場合、あるいはいずれよりも小さい場合、未知試料の熱浸透率はその A_i より高いと判断できる。

その場合、作成した校正モデルを用いて未知試料の熱伝導率を求める。

20

【0059】

熱伝導率、熱浸透率の評価が可能な領域（境界線の位置で定まる）は加熱変調周波数、あるいは λ および加熱ビーム径によって変化する。これらの何れかまたは双方を制御することにより、熱伝導率および熱浸透率の双方を測定することを行う。

【0060】

図3において、入力手段22には未知試料についての入力指示情報31および位相遅れ計測手段30によって計測された位相遅れである測定値が入力される。この場合に、未知試料の熱反射信号の測定はデータベース24に格納した校正線モデルと同一の測定条件で測定し、位相遅れが求められる。演算装置23の校正モデル特定手段33は入力された同一の測定条件からこの測定条件は一致する校正モデルを選定して使用の校正モデルとして

30

【0061】

演算処理手段34は特定された校正モデルに計測、入力された位相遅れを適用する。また、特定された校正モデルに計測、入力された位相遅れに適用する。これらの適用によって、熱伝導率、熱浸透率が特定される。すなわち、図4 - 図7において、未知試料の位相遅れが校正用基準試料 A_i のいずれかの試料よりも小さい場合、未知試料の熱浸透率は A_i よりも高いと判断される。その場合、領域にあるとして作成した図5あるいは図7に示す校正モデルを用いて未知試料の熱伝導率を求める。また、図4あるいは図6に示す校正モデルを用いて未知試料の熱伝導率を求める。

【0062】

これらの例では $f = 1 \text{ MHz}$ （図4）あるいは $f = 500 \text{ kHz}$ （図6）でSTOの熱浸透率を測定し、 $f = 1 \text{ MHz}$ （図5）あるいは $f = 500 \text{ kHz}$ （図7）でSTOの熱伝導率を測定することができる。その結果、（熱浸透率の二乗）＝（熱伝導率）×（体積熱容量）、の関係からSTOの体積熱容量を求めることができる。

40

【0063】

また、これらの例では熱伝導率あるいは熱浸透率を測定できる領域を拡大して、 $f = 1 \text{ MHz}$ （図4）でSTOの熱浸透率を測定し、 $f = 500 \text{ kHz}$ （図7）でSTOの熱伝導率を測定するようにした方が精度向上の上で望ましい。

【0064】

熱伝導率あるいは熱浸透率の評価（特定）が一義的に可能な領域は加熱変調周波数ある

50

いはノおよび加熱ビーム径によって変化するので、これらのいずれかまたは双方を制御することによって同一の測定条件で熱伝導率および熱浸透率の双方を測定することができる。

【0065】

以上のように、1次元伝熱が成立する条件から逸脱がはじまる領域（これは加熱変調周波数、あるいはノおよび測定対象の熱拡散率に依存する）において、熱反射信号の位相遅れは測定対象の熱浸透率ではなく、熱伝導率に依存する現象を熱伝導率の測定に用いる。すなわち加熱変調周波数を一定とした場合、熱伝導性が低く1次元伝熱が成立する範囲では、微小領域熱物性測定装置と同様の方法によって位相遅れから熱浸透率を求める。また、熱伝導性が高く、1次元伝熱の条件から離れる範囲では位相遅れから熱伝導率を求める。これにより測定可能な熱物性値の上限は、熱伝導率に換算すると $400 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ 以上となる。

10

【0066】

熱浸透率、または熱伝導率の何れかが測定可能であるか、を分ける境界は測定対象の熱拡散長（これは加熱変調周波数あるいはノおよび熱拡散率に依存する）と加熱ビーム径、および反射膜の熱拡散長によって決定する。すなわち、本実施例の熱物性測定方法は、加熱ビーム径、加熱変調周波数またはノおよび熱拡散率に依存した測定条件を変えて、熱伝導率およびノあるいは熱浸透率が特定される領域を制御することを行う。

【0067】

また、その境界は加熱変調周波数に依存する熱拡散長、または加熱ビーム径の制御により変化させることが可能である。したがって、測定対象の熱浸透率と熱伝導率の両方を測定することが可能であり、 $(\text{熱浸透率の二乗}) = (\text{熱伝導率}) \times (\text{体積熱容量})$ 、の関係から体積熱容量を求めることが可能である。

20

【0068】

図8は、物性値が既知な校正用基準試料 A_i に加えて、これより熱伝導率が高い基準試料 B_j を少なくとも1種類準備し、これから校正用基準試料として、熱伝導率特定のための校正モデル（熱伝導率校正モデル）を生成し、この校正モデルを用い、熱伝導率の評価が可能な位相遅れを用いて未知試料についての熱伝導率 λ_x を特定（校正）する例を示す。この例は、熱浸透率 δ_x の校正が不可能な未知試料に対して熱伝導率 λ_x の校正を行う例を示す。このように、本実施例によれば、熱浸透率 δ_x の校正が不可能な未知試料であっても熱伝導率 λ_x の校正を行うことができる。

30

【0069】

図1に戻って、以上のようにして特定された熱伝導率、熱浸透率、これから算出された熱物性値は出力手段26に送出され、他のデータベース25に格納すると共に画面表示装置27に表示される。

【0070】

また、この画面表示装置27の画面には、上述した校正曲線、校正モデルを表示し、データベース24に格納された校正曲線構成モデルのいずれかの構成モデルを表示し、画面に表示された校正曲線あるいは校正モデルに領域の境界を表示することができる。

【0071】

40

物性値が既知な校正用基準試料 A_i ($i = 1, 2, 3, 4$) に加えて、これらより熱伝導率が高い基準試料 B_j を少なくとも1種類準備し、これらの校正用基準試料とする ($S11$)。

【0072】

校正用基準試料の熱反射信号を熱物性顕微鏡で測定し、位相遅れを求める ($S12$)。熱浸透率測定が可能かを判定し ($S13$)、熱浸透率が測定可能な範囲では、 A_i を用いて熱浸透率校正用の校正曲線を作成する ($S14$)。校正曲線から前述のように一義的に定め得る校正モデルを生成する ($S15$)。熱浸透率が高く、その校正が不可能な領域では A_i の中で熱浸透率が最も高い試料と B_j を用いて、熱伝導率校正用の校正曲線を作成する ($S16$)。

50

【 0 0 7 3 】

校正曲線から前述のように一義的に定め得る校正モデルを生成する (S 1 7)。未知試料の熱反射信号の測定を上記と同一の条件で行い、その位相遅れを求める (S 1 8)。未知試料の位相遅れが校正用基準試料 A_i の何れより小さいかを判定し (S 1 9)、小さい場合、未知試料の熱浸透率はその A_i より高いと判定する (S 1 9)。

【 0 0 7 4 】

その場合、作成した校正モデルをもちいて未知試料の熱伝導率を求める (S 2 0)。熱浸透率、熱伝導率の評価が可能な領域 (境界線の位置で定まる。) は加熱変調周波数、あるいは λ および加熱ビーム径によって制御する (S 2 1)。これらの何れかを制御することにより、熱浸透率、および熱伝導率の両方を測定することを行う (S 2 2)。

10

【 0 0 7 5 】

以上の方法によれば、次のステップからなる熱物性方法が構成される。

その 1 :

データベースに、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係および位相遅れと熱浸透率との関係を、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について過熱変調周波数または λ および熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率および位相遅れに対する熱浸透率についての設定がされ、位相遅れに対する熱浸透率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納するステップ。

20

位相遅れ計測手段によって、前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測するステップ。

前記演算手段によって、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率が特定され、および前記同一条件での前記校正モデルを用いて、位相遅れに対する熱浸透率が特定されるステップ。

【 0 0 7 6 】

その 2 :

データベースに、加熱用レーザービーム強度の変化に対する前記測温用レーザービームによる反射光の熱反射強度変化である位相遅れと熱伝導率との関係が、物性値が既知の校正用基準試料およびこの校正用基準試料よりも高い熱伝導率を有する既知の基準試料からなる比較試料について加熱変調周波数または λ および熱拡散率に依存した測定条件で測定して取得された測定データから位相遅れに対する熱伝導率についての設定がされ、位相遅れに対する熱伝導率が一義的に定められる領域の校正モデルとして格納し、

30

位相遅れ計測手段によって、前記測定条件と同一条件で、未知試料の熱反射強度の測定が行われて位相遅れを計測するステップ。

前記演算手段によって、前記同一条件での前記校正モデルを用いて、前記位相遅れ計測手段によって計測された位相遅れに対する熱伝導率が特定されるステップ。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 7 7 】

【 図 1 】 本発明の実施例の構成を示すブロック図。

40

【 図 2 】 試料の構成を示す図。

【 図 3 】 本発明の実施例に用いる演算装置の構成を示す図。

【 図 4 】 データベース (記憶媒体) に格納されるデータを示す図。

【 図 5 】 データベース (記憶媒体) に格納されるデータを示す図。

【 図 6 】 データベース (記憶媒体) に格納されるデータを示す図。

【 図 7 】 データベース (記憶媒体) に格納されるデータを示す図。

【 図 8 】 熱浸透率の校正が不可能な未知試料に対する熱伝導率の校正を示す図。

【 図 9 】 本実施例のフローチャート図。

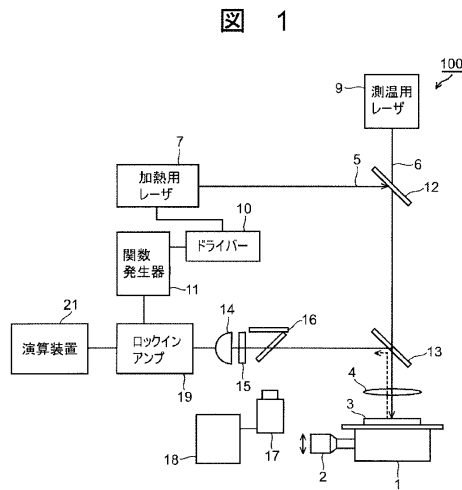
【 符号の説明 】

【 0 0 7 8 】

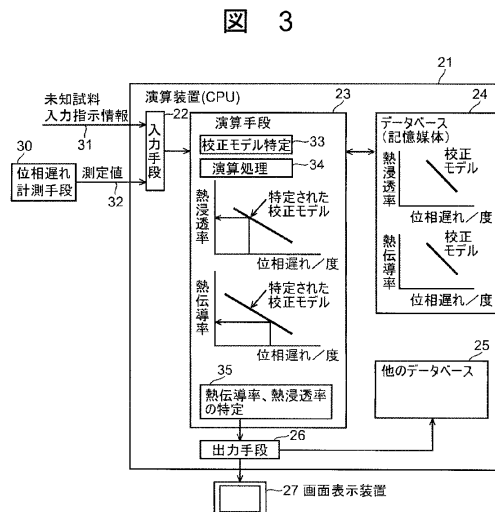
50

1 ... X Y ステージ、3 ... 試料、4 ... 顕微鏡光学系、7 ... 加熱用レーザ、9 ... 測温用レーザ、12, 13 ... ハーフミラー、14 ... 光ディテクタ、16 ... 回転可能なミラー、17 ... CCDカメラ、18 ... モニタ、19 ... ロックインアンプ、21 ... 演算装置、23 ... 演算手段、24 ... データベース(記憶媒体)、25 ... 他のデータベース、33 ... 校正線特定手段、34 ... 演算処理手段、35 ... 熱伝導率、熱拡散率算出手段、27 ... 画面表示装置、100 ... 熱物性装置。

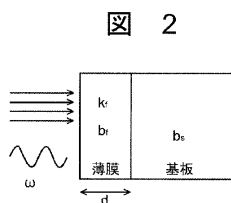
【図1】



【図3】

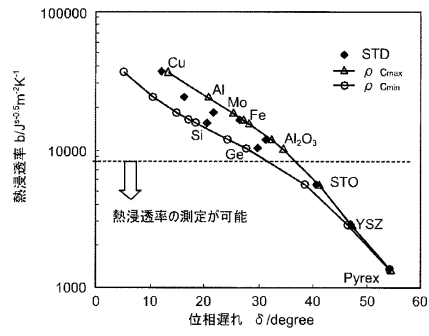


【図2】



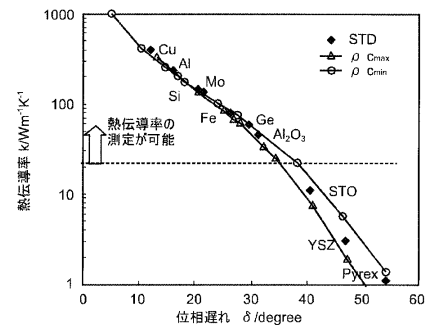
【図 4】

図 4



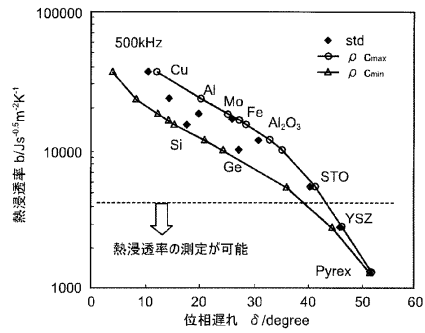
【図 5】

図 5



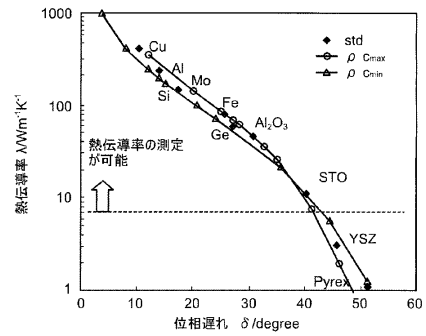
【図 6】

図 6

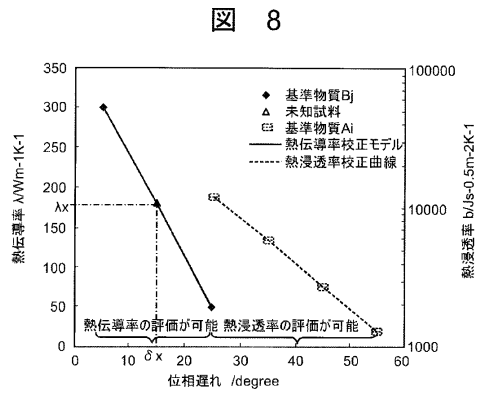


【図 7】

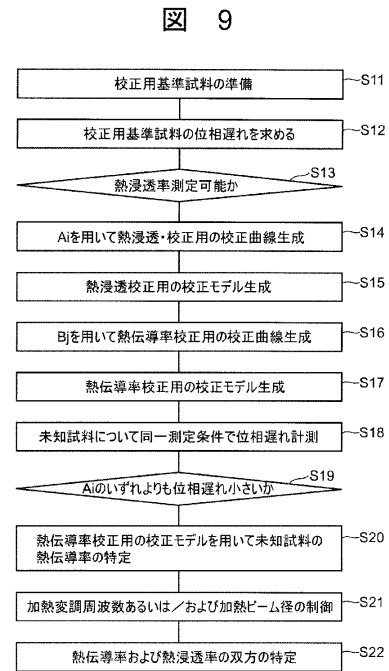
図 7



【図 8】



【図 9】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2006-084442(JP,A)

特開2000-028558(JP,A)

特開2008-241519(JP,A)

特開2002-131257(JP,A)

松井源蔵, 羽鳥仁人, 池内賢朗, 八木貴志, 加藤英幸, 局所熱浸透率測定装置の校正技術 II, Thermophys Prop, 日本, 2006年10月7日, Vol.27th, Page.133-135

松井源蔵, 羽鳥仁人, 池内賢朗, 八木貴志, 加藤英幸, 光加熱式サーモリフレクタンズ法による熱物性測定装置の開発, 熱物性, 日本, 2006年8月31日, Vol.20, No.3, Page.131-137

松井源蔵, 大槻哲也, 池内賢朗, 八木貴志, 加藤英幸, 局所熱浸透率測定装置の校正技術, Thermophys Prop, 日本, 2005年11月9日, Vol.26th, Page.418-420

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 25/00 - 25/72