

微小領域熱物性測定装置：サーマルマイクロスコープの測定原理と装置

株式会社ベテル ハドソン研究所 羽鳥 仁人

1. はじめに

持続可能な社会を実現するため、脱炭素化が国際的な目標となっている。エネルギーを効率的に活用するためには自動車などの分野での電動化が欠かせない。また、一部地域ではヒートポンプ式のエアコンへの転換が必要である。これらの機器の制御にはインバーター制御が欠かせないが、効率的で安定した制御のためには発生した熱をどのように逃がすかが重要となる。これらの放熱対策では、基板やパッケージの材料が重要であり、放熱材料としてセラミックスが用いられる。セラミックスは単一材料として用いられる場合と、樹脂とセラミックスをフィラーとして複合させることで樹脂の高熱伝導化に用いられる場合がある。どちらの場合でも、セラミックスの微細な熱伝導率分布やフィラー単体の熱伝導率を測定することが重要である。一般に熱伝導率測定は数mm～数十mmのバルク状の材料が試料としてもちいられ、微細な部分の熱伝導率の測定は非常に困難であった。

本資料では、レーザーによる周期加熱と、微小領域の温度変化の測定が可能なサーモリフレクタンス法により、マイクロメートルオーダーの熱伝導率測定を可能にした、サーマルマイクロスコープの測定原理と測定事例を紹介する。[1]

2. 周期加熱サーモリフレクタンス法の原理

サーモリフレクタンス法は物質の反射率が温度によって変化することを利用して温度計測を行う方法である。高い時間分解能と空間分解能を持つ温度測定法として近年になって利用が拡大している。周期加熱法は、熱分析や熱伝導率測定法として古くから利用されている。サーマルマイクロスコープは、これらの手法を組み合わせた周期加熱サーモリフレクタンス法により、微小領域の熱伝導率を測定する。

測定の原理を図1に示す。試料にMo膜を成膜し、加熱用レーザーで表面を周期加熱する。熱はMo薄膜から試料に伝播し、試料表面の温度応答には位相遅れが生じる。位相遅れは、試料の熱特性により変化する。Moの反射率は、温度により変化する性質があるので、加熱用レーザーと同軸に照射した検出レーザーの強度変化を捉えることで、表面の相対的溫度変化を測定できる。

試料表面を角周波数 ω の正弦波で強度変調したレーザーで加熱した場合の表面温度応答の交流成分の位相の遅れ δ は式(1)であらわされる。

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

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

$$\beta = \frac{b_s}{b_f} = \frac{\sqrt{\lambda_s \rho_s C_s}}{\sqrt{\lambda_f \rho_f C_s}} \quad (3)$$

ここで、 τ_f は薄膜の熱拡散率についての特性時間、 d は薄膜の厚さ、 b は熱浸透率、 λ は熱伝導率、 ρ は密度、 C は比熱、添え字の f 及び s はそれぞれ金属及び試料を示す。したがって、位相遅れ δ を測定すれば、試料の熱浸透率 b_s を求めることができる。また、試料の熱伝導率は次の式から求められる。

$$b_s = \sqrt{\alpha_s \rho_s C_s} = \sqrt{\lambda_s \rho_s C_s}$$

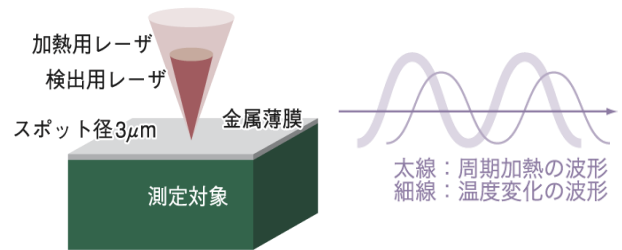


図1 測定原理

3. 測定装置

図2にサーマルマイクロスコープTM3Bの外観を示す。下記、①～⑥の特徴をもち、各種フィラー、セラミックスの組織、シリコンの熱酸化膜、等多くの分野で測定が行われている。

サーマルマイクロスコープTM3Bの主な特徴

- ①測定分解能が最小3 μmである。
- ②微小領域の測定が可能。
- ③サブミクロン薄膜の測定が可能。
- ④フィラー単体の熱伝導率測定が可能。
- ⑤マッピング測定が可能。
- ⑥試料表面のみの測定が可能。



図2 ベテル製周期加熱サーモリフレクタンス法熱伝導率測定装置 サーマルマイクロスコープ TM3B

4. 測定事例

4. 1. 傾斜機能材料の測定例[1]

図3に傾斜機能材料の測定例をしめす。本材料は、鉄の上に Al_3Ti の金属間化合物をコーティングした試料である。金属の表面を耐熱・耐酸化被膜で覆うことで、金

属の構造材を高温で使用可能とする。また、各材料の接合面の組成を傾斜的に変化させることで熱応力を緩和する構造を持っている。その材料断面を、サーマルマイクロスコプで観察した。140 μm×190 μmの範囲をマッピング測定し、熱浸透率で表示した。

鉄の相及び Al₃Ti の相それぞれで、妥当な熱浸透率が得られている。各相の境界では 20 μm 程度の距離で徐々に熱浸透率が変化しており、組成と共に熱浸透率も変化していることが分かる。

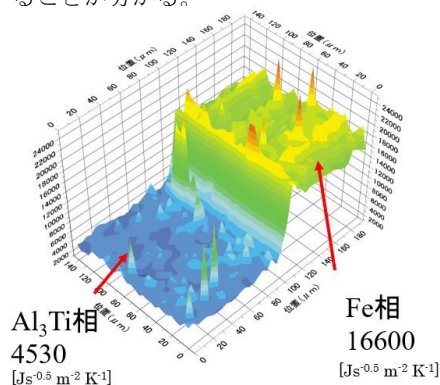


図3 傾斜機能材料のマッピング測定

4. 2. SiCセラミックスの測定例[2]

図4にSiCセラミックスの測定例をしめす。本材料は、SiCのセラミックスである。40 μm×40 μmの領域を熱浸透率測定しマッピングしている。熱浸透率は均一ではなく分布がみられる。表1に異なる種類のSiCの熱浸透率と熱伝導率を示す。単結晶は熱浸透率及び熱伝導率が高く、多結晶は低いことが分かる。

6. 参考文献

- [1] K. Hatori, N. Taketoshi, T. Baba, H. Ohta, "Thermoreflectance technique to measure thermal effusivity distribution with high spatial resolution", Review of scientific instruments 76, 114901 (2005).
- [2] 山田 伊久子, 桑 正市, 渡利 広司, 羽鳥 仁人, 松井 源蔵, "炭化ケイ素セラミックスの微小領域の熱浸透率/熱伝導率", 熱物性 2008年 22巻 3号 p.172-176

※本データシートに記載された測定結果は典型的な結果を示したもので、個別の測定結果を保証するものではありません。

※本データシートに記載された製品仕様は予告なく変更することがあります。

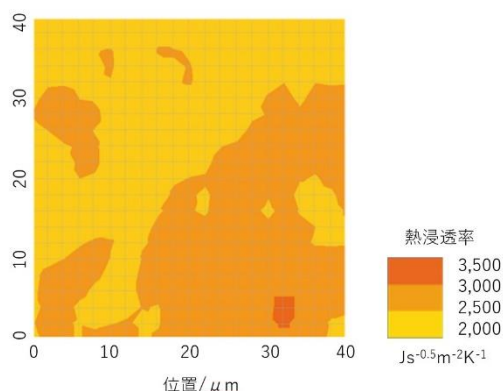


図4 SiCセラミックスのマッピング測定

表1 各種のSiCの熱浸透率と熱伝導率

材料名	熱伝導率 [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	熱浸透率 [Js ^{-0.5} m ⁻² K ⁻¹]
4H-C SiC単結晶	440	30,400
6H-C SiC単結晶	366	28,100
SiC多結晶	274	24,200

※ $\rho C_p = 2.1 \times 10^6$ [Jm⁻³K⁻¹]として計算した値

5. まとめ

サーマルマイクロスコプの測定原理、装置、測定結果を示した。本装置は、試料の微小領域の熱伝導率やマッピング測定が可能で、従来の装置にはない特徴を持った装置である。昨今の省エネルギーが強く求められる中、本装置は、正確な熱物性値を得て高機能な材料開発を行うために必要不可欠な装置である。



株式会社ベテル

ハドソン研究所

〒300-0037

茨城県土浦市桜町4-3-18 土浦ブリックビル1階

TEL : 029-825-2620 FAX : 029-307-8451

E-mail : info@btl-hrd.jp

WEB Site : <https://hrd-thermal.jp/>

Facebook : <https://www.facebook.com/bethel.thermal/>