

薄膜熱拡散率の標準物質

産業技術総合研究所 計測標準研究部門

材料物性科 熱物性標準研究室

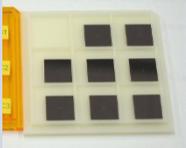
八木 貴志



利用できる薄膜標準物質

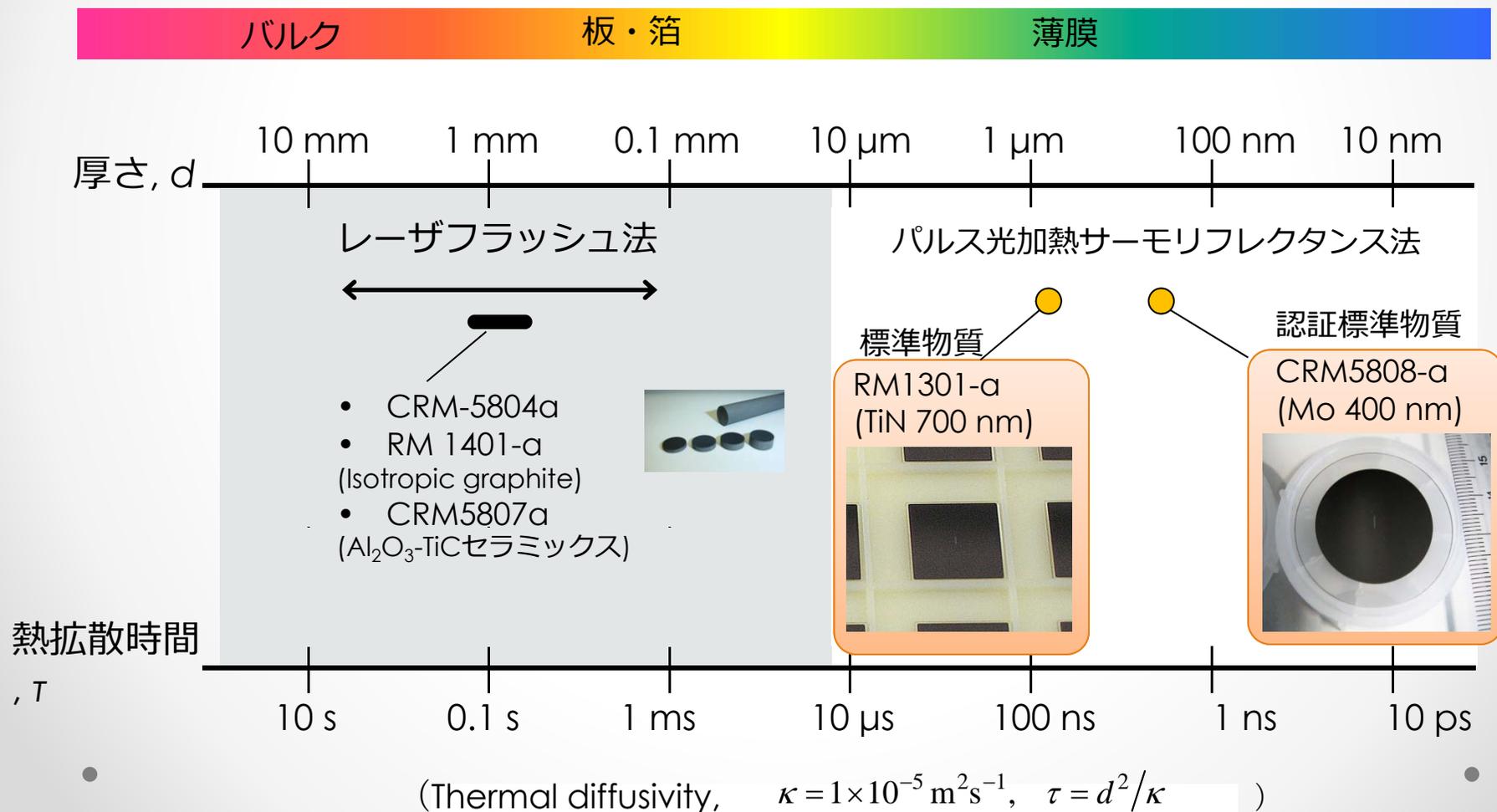
- TiN薄膜(700 nm)とMo薄膜(400 nm、新規)の2種類
- 両者は熱拡散率が約1桁異なるので、ユーザの装置性能に合わせて最適な方を選択可。
- TiN薄膜は熱拡散時間、Mo薄膜は熱拡散率が値付けされている。

(*TiN薄膜はユーザ自身が膜厚を測定すれば熱拡散率を導出可能)

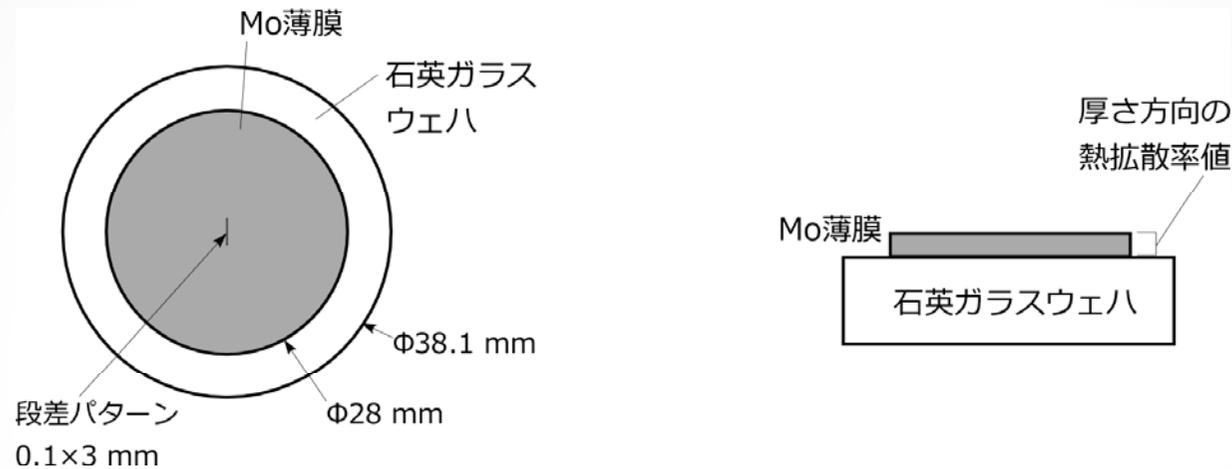
名称	薄膜	膜厚	熱拡散時間	熱拡散率	外形/基板
RM1301-a (2009FY~) 	窒化チタン (TiN)	700 nm	139.7 ns ±6.9 ns (k = 2)	$0.3 \times 10^{-5} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$	10 mm×10 mm 石英ガラス
CRM5808-a (2014FY~) 	モリブデン (Mo)	400 nm	5.4 ns	$3.28 \times 10^{-5} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ ± $0.20 \times 10^{-5} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$	38.1 mm径 石英ガラス

熱物性標準物質 (薄膜)

- ・パルス光加熱サーモリフレクタンス法装置の校正・検証用途
- ・性能に合わせた2種類が利用可能



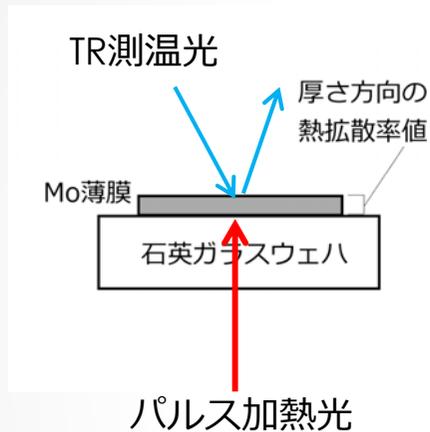
CRM5808-a 熱拡散率測定用モリブデン薄膜 (400 nm)



- ✓ 大型マグネトロンスパッタリング装置により成膜
- ✓ 平均膜厚：421 nm
- ✓ 熱拡散率： $3.28 \times 10^{-5} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$, 拡張不確かさ6.2%($k=2$)
- ✓ 厚さ方向の熱拡散率が値付けされている。面内方向は未評価であることに注意。
- ✓ 有効期間：2018年3月31日まで（未開封において）
- ✓ Moは（比較的）変質しにくく、硬い金属であり、多くのサーモフレクタンズ法装置で良好な信号強度が得られる。

使い方

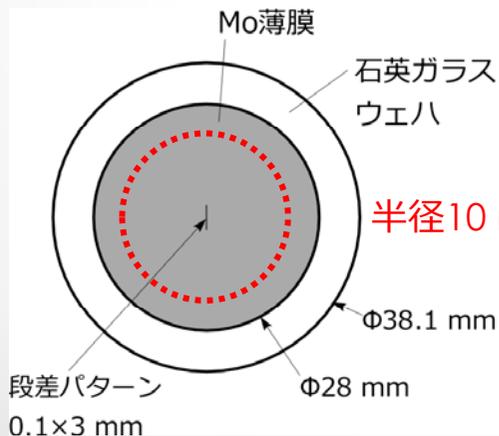
- パルス光加熱TR法装置：表面側を測温面にセットしてガラス基板側から加熱を行う。



<注意>

CRM5808-aは、時間分解能（≒パルス幅）が0.25 nsより短い機器に利用できる。
より遅い時間分解能の機器（例：1 ns以上）ではRM1308-a（熱拡散時間139.7 ns）が利用できる。

- 測定には、中心から半径10 mm以内を使用します。



一般的にレーザスポットはサンプルよりも充分小さいので、半径10 mm以内の任意の個所を使用する。

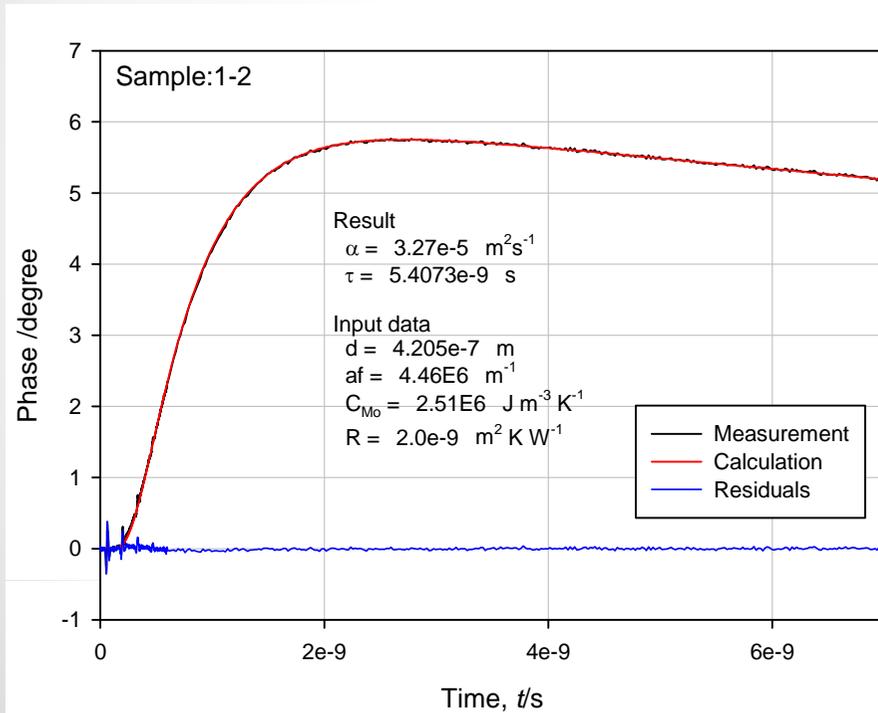
半径10 mm以内（点線内側）を使用

ハンドリングには外周のガラス基板部をピンセット等で利用する。膜面には触れないでください。

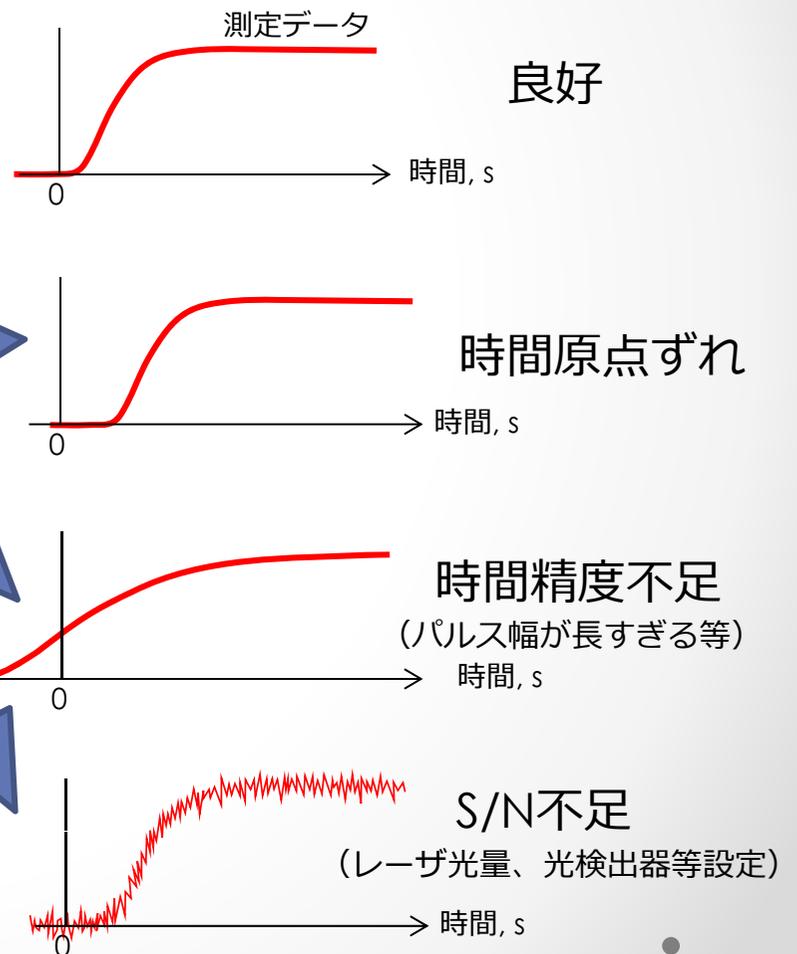
使い方

利用方法に規定はありませんが、例えば以下の装置のチェックに使用できます。

NMIJの校正時データ（温度応答曲線）

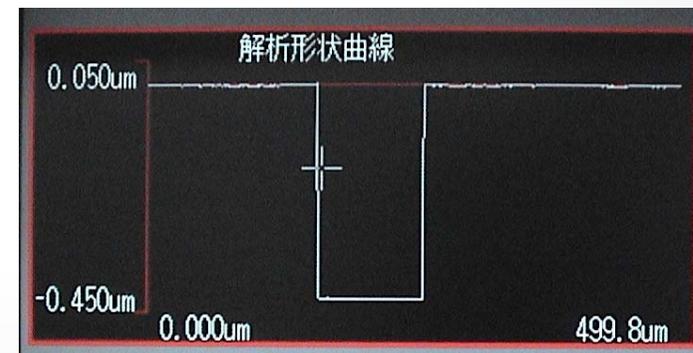
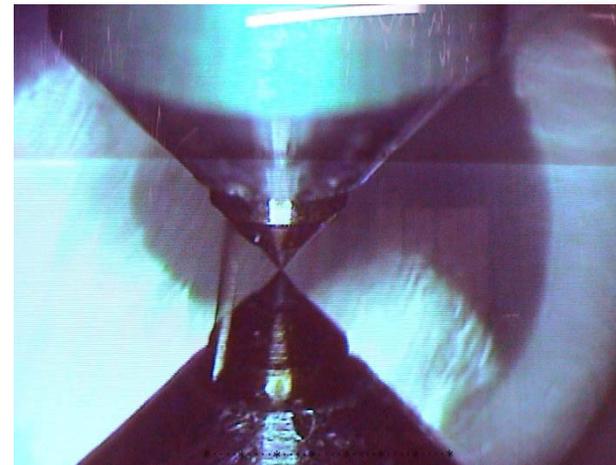
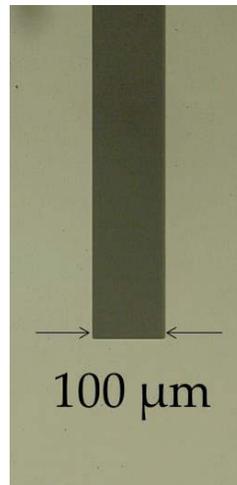


実際の利用時



中心部の段差パターンの使用

- 中心部に、幅100 μm ×長さ3 mmの薄膜除去部（段差パターン）を作製済み
- 段差パターンを用いると、必要に応じて触針式表面粗さ計による膜厚の評価が可能です。



熱拡散率測定用モリブデン薄膜 (400 nm)

エラーバジェット表および認証値

不確かさ要因	数値	感度係数	標準不確かさ m^2s^{-1}	相対不確かさ
解析の不確かさ	$1.0 \times 10^{-7} \text{ m}^2s^{-1}$	$1/\sqrt{3}$	0.0058×10^{-5}	0.18 %
U_{calc} 入力物性値の不確かさ u_v	$3.0 \times 10^{-7} \text{ m}^2s^{-1}$	$1/2\sqrt{3}$	0.0087×10^{-5}	0.26 %
時間原点のズレ u_0	$2.0 \times 10^{-12} \text{ s}$	76376.26 m^2s^{-2}	0.015×10^{-5}	0.47 %
膜厚 u_d	$6.3 \times 10^{-9} \text{ m}$	155.5291 $m s^{-1}$	0.098×10^{-5}	3.00 %
測定の再現性 u_r	$1.0 \times 10^{-7} \text{ m}^2s^{-1}$	1	0.010×10^{-5}	0.32 %
試料間の不均一性 σ_B	$1.8 \times 10^{-7} \text{ m}^2s^{-1}$	1	0.018×10^{-5}	0.53 %
合成標準不確かさ ($k = 1$)			0.10×10^{-5}	3.1 %
拡張不確かさ ($k = 2$)			0.20×10^{-5}	6.2 %

認証値

熱拡散率	$3.28 \times 10^{-5} \text{ m}^2s^{-1}$
標準不確かさ ($k = 1$)	3.1 %
相対拡張不確かさ ($k = 2$)	6.2 %

使用上の注意点

- 熱拡散率値は膜厚方向であり、面内方向は校正されていません。
(断面構造からは強い異方性があると予想されます)
- Mo膜は比較的硬い金属ですが、膜面に直接ピンセット等で触れると傷がつきます。ハンドリングには外周部のガラス基板部を利用ください。
- Mo膜に直接指等で触れると容易に酸化します。また、大気中では酸化は避けられません。そのため、有効期間は未開封状態です。脱酸素剤とともに密封することで酸化の進行をかなり抑えることができます。
- 基板が薄いため、表裏の区別に注意してください。

まとめ

- 薄膜の熱拡散率（拡散時間）の標準物質は、現在頒布中のRM1301-a(TiN 700 nm)に加えて、CRM5808-a(Mo 400 nm)が近々に利用できるようになります。
- 2種類の標準物質により、幅広い測定装置に対応可能になります。