

光を用いた *in situ* / *in vivo* 温度・熱物性計測技術による マイクロ・ナノシステムデザイン

田口 良広

慶應義塾大学工学部システムデザイン工学科 助手

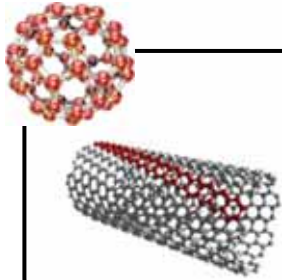


本日の流れ

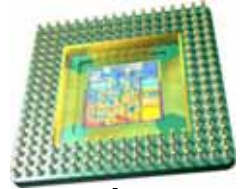
- 背景・目的
- マイクロスケール熱物性測定法の開発
レーザーを用いた計測技術とその限界
- ナノスケール熱物性計測法の開発
近接場光を用いた温度・熱物性計測技術
- 総論



背景・目的



電子デバイスの熱設計
ナノ新材料の熱物性情報



異方性, サイズ効果, Ballistic伝導

高分解能型 *in situ* 測定法

レーザー励起
温度格子

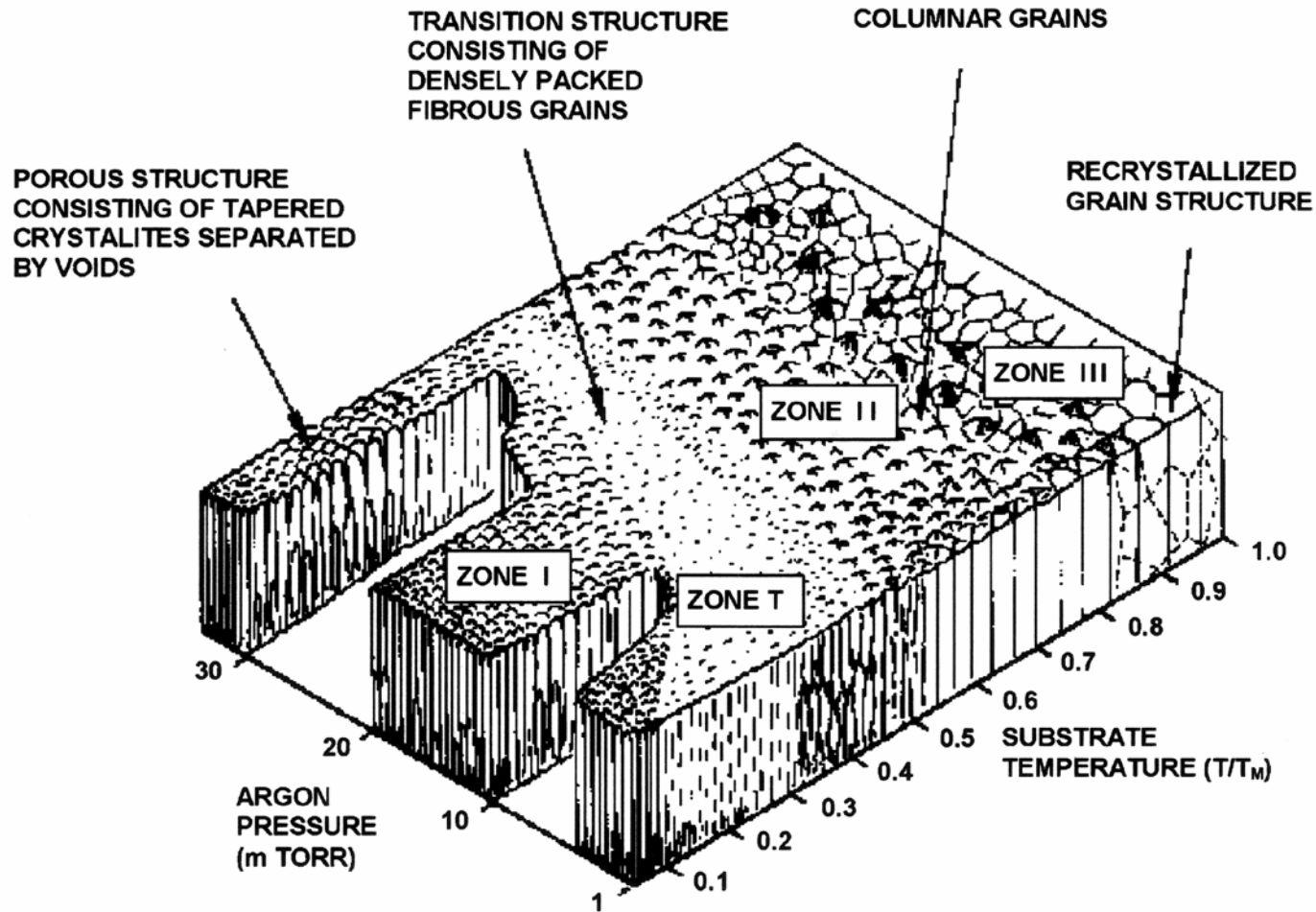
Dynamic **G**rating **R**adiometry: **DGR**

近接場光

Near-field **O**ptics **T**hermal **N**anoscopy: **NOTN**



成膜条件による結晶構造の変化



D.Song, et al, *Appl. Surf. Sci.*, **195** (2002)291-296.

マイクロスケール熱物性計測法の開発

- ・ ナノテクノロジーの進展
- ・ 超微細化技術による集積度の向上

熱制御の必要性

高热伝導薄膜への期待

しかし、

異方性・サイズ効果
測定が困難

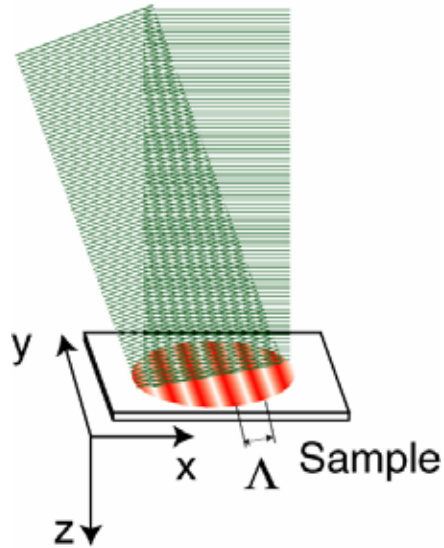
- ・ 熱シミュレーション
- ・ Thermal System Design

信頼できる熱物性値

面方向および厚み方向の温度伝導率の同時測定
in situ 計測への応用

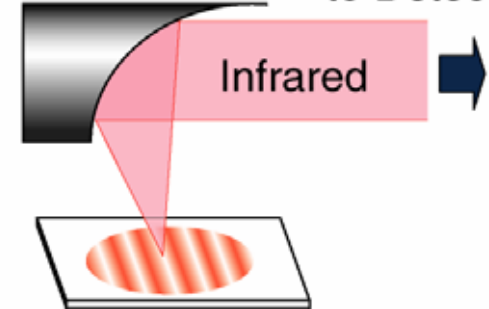
測定原理

Heating Laser Beams



(a) 温度格子の励起

Reflector to Detector



(b) 温度履歴の検知

Temperature change:

$$T_{xz}(x, 0, t) = \left\{ T_0 + T_1 \exp\left(-\frac{t}{\tau_x}\right) \cos\left(\frac{2\pi x}{\Lambda}\right) \right\} \left\{ \exp\left(-\frac{t}{\tau_z}\right) \operatorname{erfc}\left(\sqrt{\frac{t}{\tau_z}}\right) \right\}$$

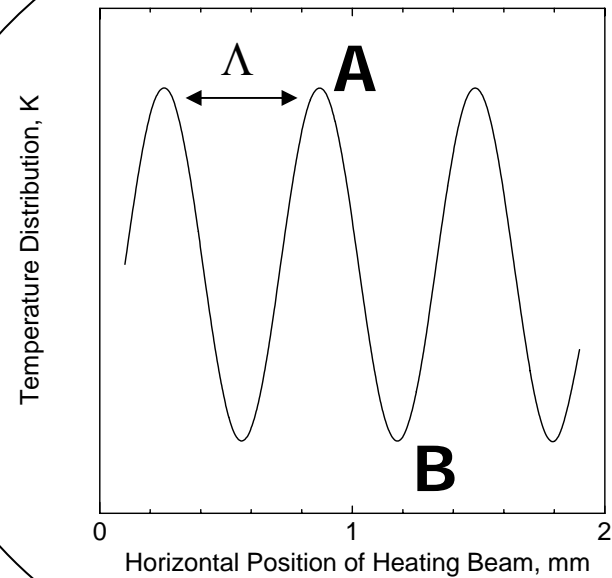
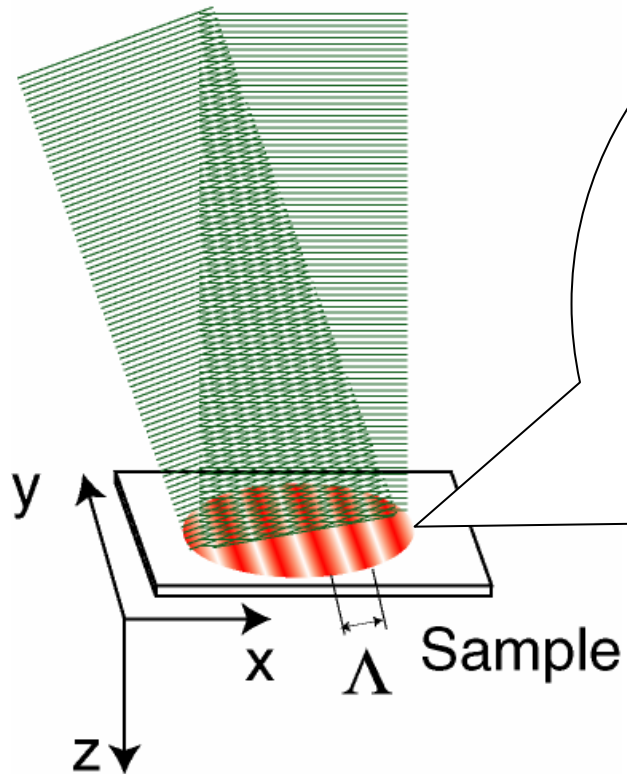
Where,

$$\tau_x = \frac{1}{a_x} \left(\frac{\Lambda}{2\pi} \right)^2 \quad \text{and} \quad \tau_z = \frac{1}{a_z} \alpha^2$$

温度伝導率 \swarrow a_x \nwarrow 干渉縞間隔 \swarrow a_z \nwarrow 吸収係数

異方性分離解析法

Heating Laser Beams



異方性分離解析法

Peak(point A)の温度履歴

$$T_P(0, 0, t) = \left\{ T_0 + T_1 \exp\left(-\frac{t}{\tau_x}\right) \right\} \left\{ \exp\left(\frac{t}{\tau_z}\right) \operatorname{erfc}\left(\sqrt{\frac{t}{\tau_z}}\right) \right\}$$

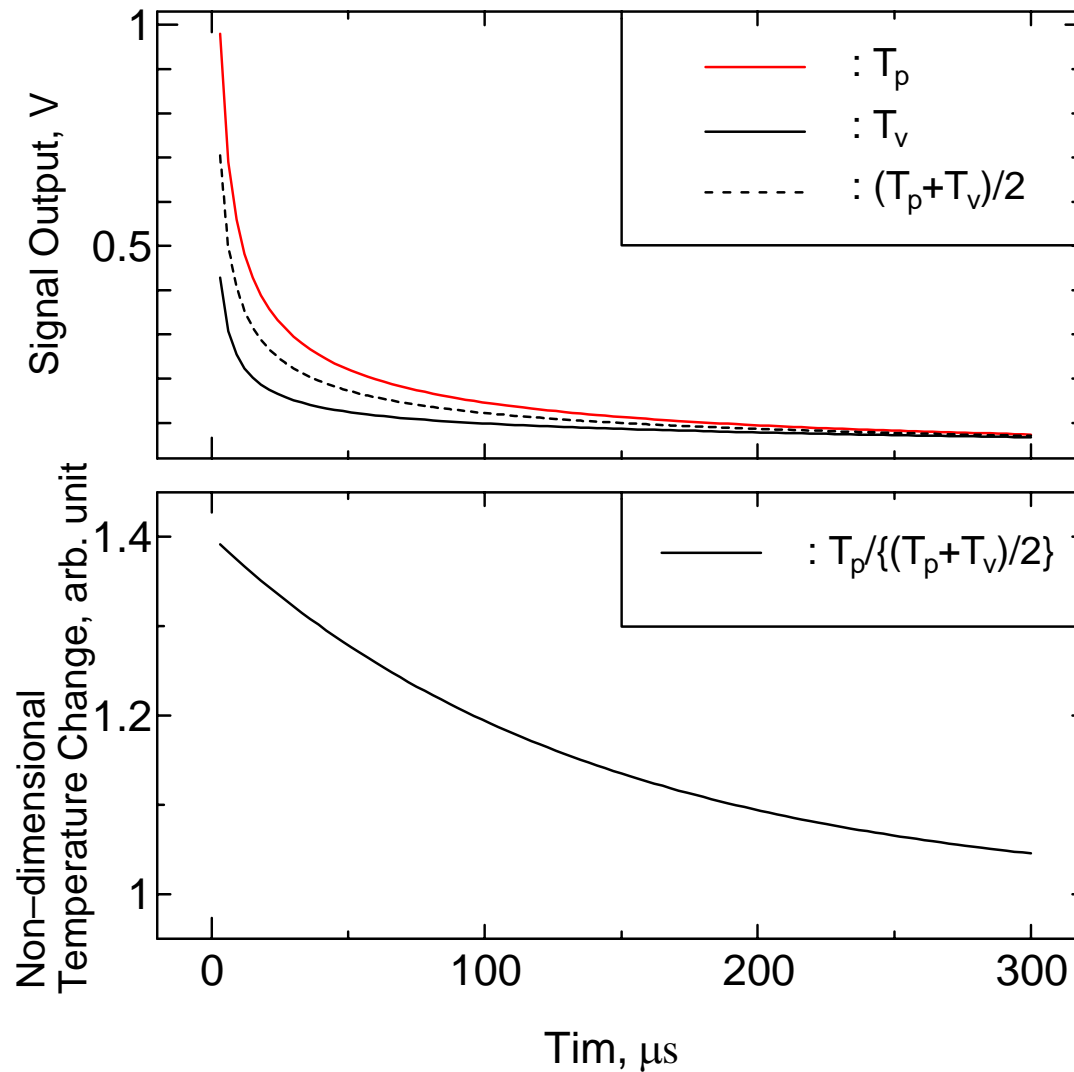
Valley(point B)の温度履歴

$$T_V(\Lambda/2, 0, t) = \left\{ T_0 - T_1 \exp\left(-\frac{t}{\tau_x}\right) \right\} \left\{ \exp\left(\frac{t}{\tau_z}\right) \operatorname{erfc}\left(\sqrt{\frac{t}{\tau_z}}\right) \right\}$$

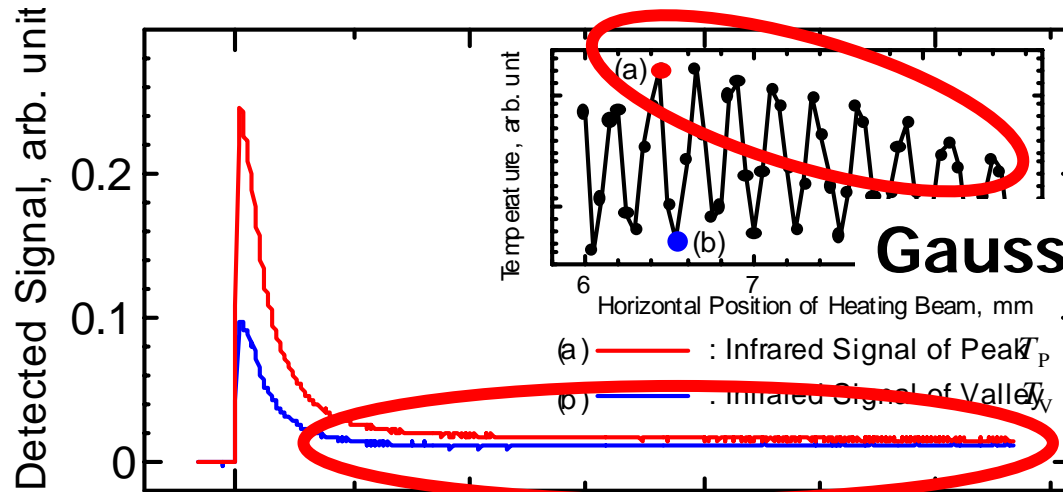
厚み方向: $T_{\perp}(0, t) = \frac{1}{2} \{ T_P(0, 0, t) + T_V(\Lambda/2, 0, t) \} = T_0 \exp\left(\frac{t}{\tau_z}\right) \operatorname{erfc}\left(\sqrt{\frac{t}{\tau_z}}\right)$

面方向: $T_{\parallel}(0, t) = \frac{T_P}{(T_P + T_V)/2} = 1 + \frac{T_1}{T_0} \exp\left(-\frac{t}{\tau_x}\right)$

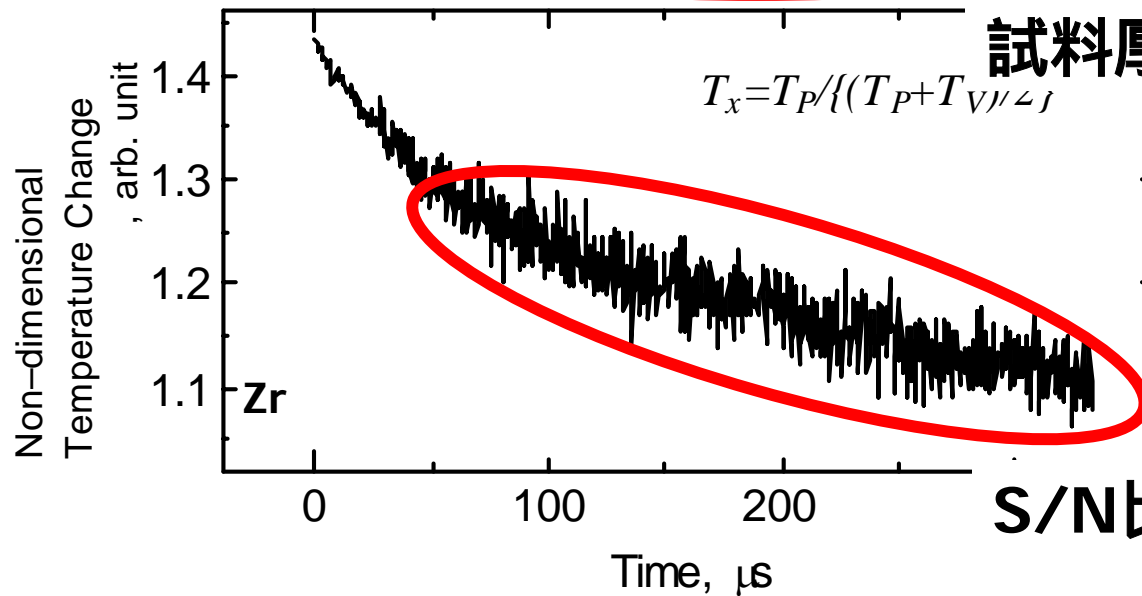
異方性分離解析法



異方性分離解析法



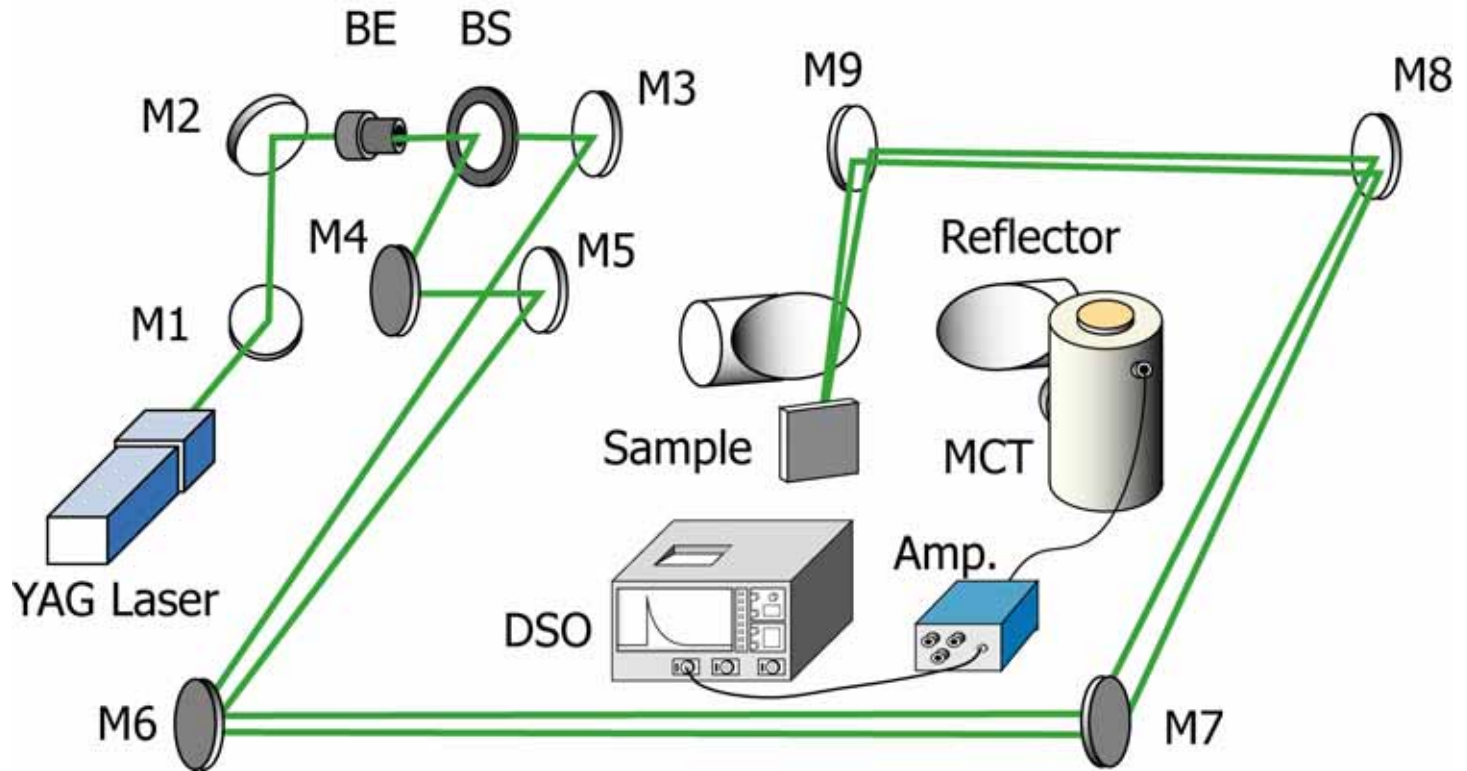
Gauss分布加熱



試料厚みの影響

S/N比の影響

測定装置



測定装置

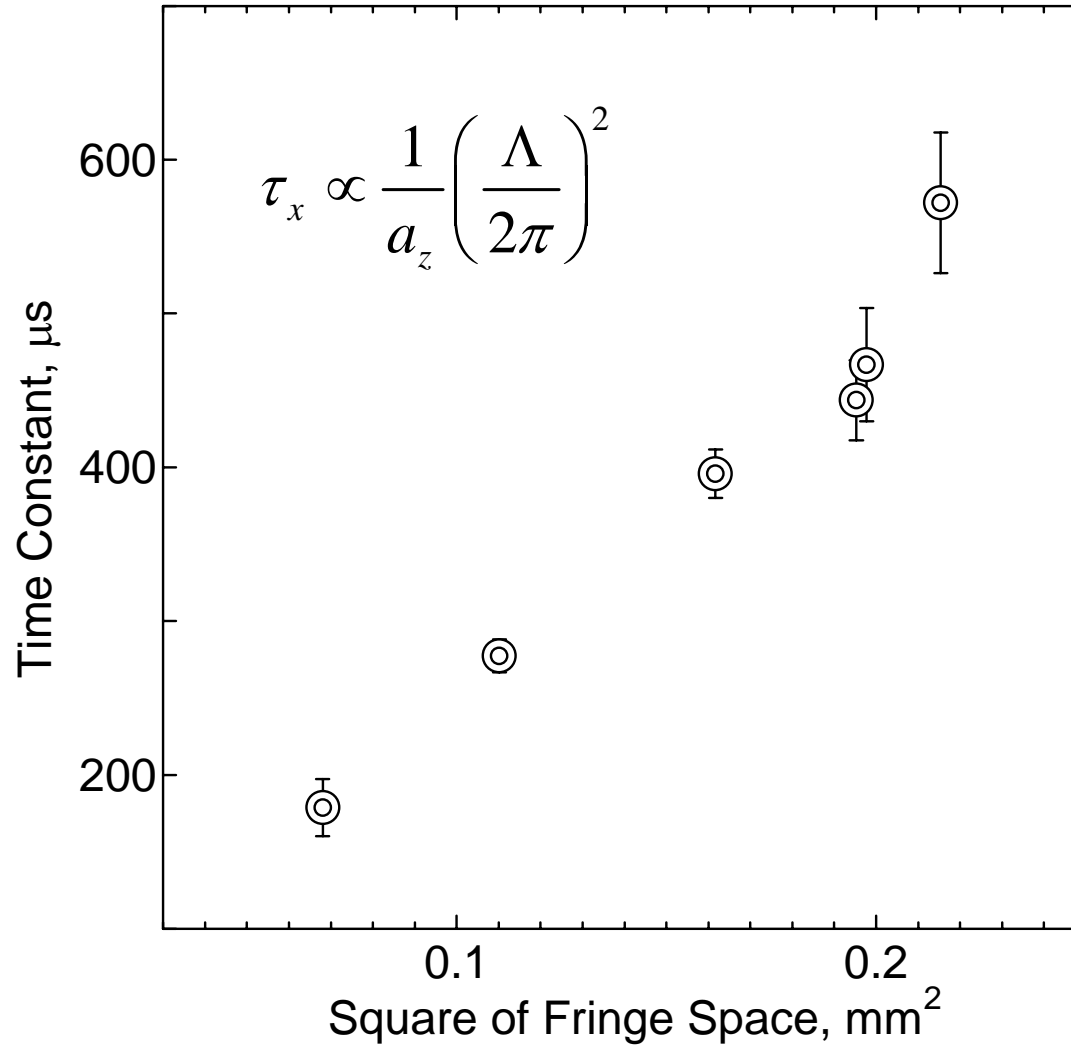


特徴

- (1) 2次元熱伝導を考慮 異方性の測定
- (2) 高熱伝導材料の測定が可能
- (3) 非接触測定 *in situ* 測定への応用



予備的測定 -Zrの場合-



予備的測定 -Zrの場合-

Experimental Results of Zr Foil.

	Thermal diffusivity, mm ² /s	Anisotropic ratio a_x/a_z	Reproducibility ^{*1}
Present work	12.9 : a_x	1.2	± 4 %
	10.6 : a_z		± 1 %
TPRC	12.7 : a_z	-	N/A

^{*1} Experimental standard deviation of the mean.



予備的測定 -GSの場合-

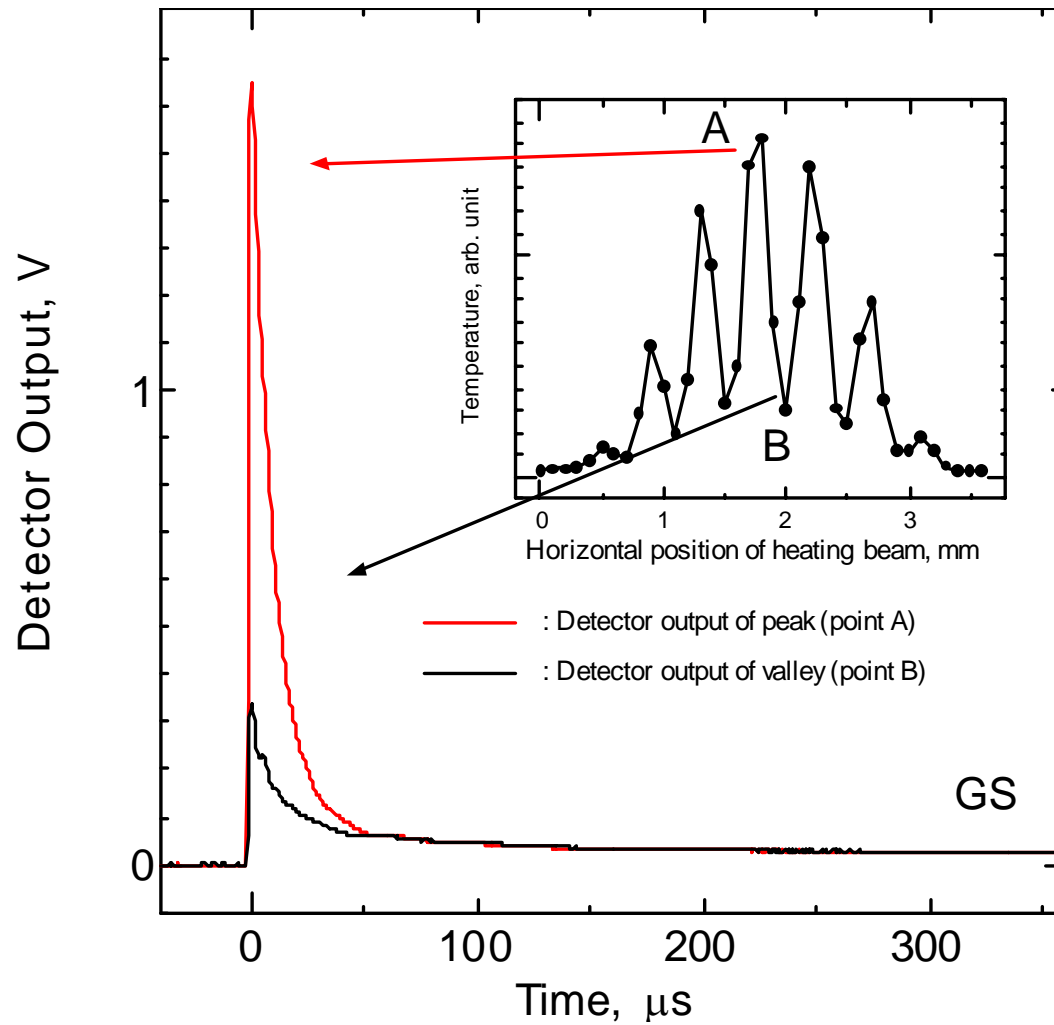
● 直交異方性を有する高熱伝導薄膜 Graphite Sheet: GS

The specifications of Graphite Sheet.

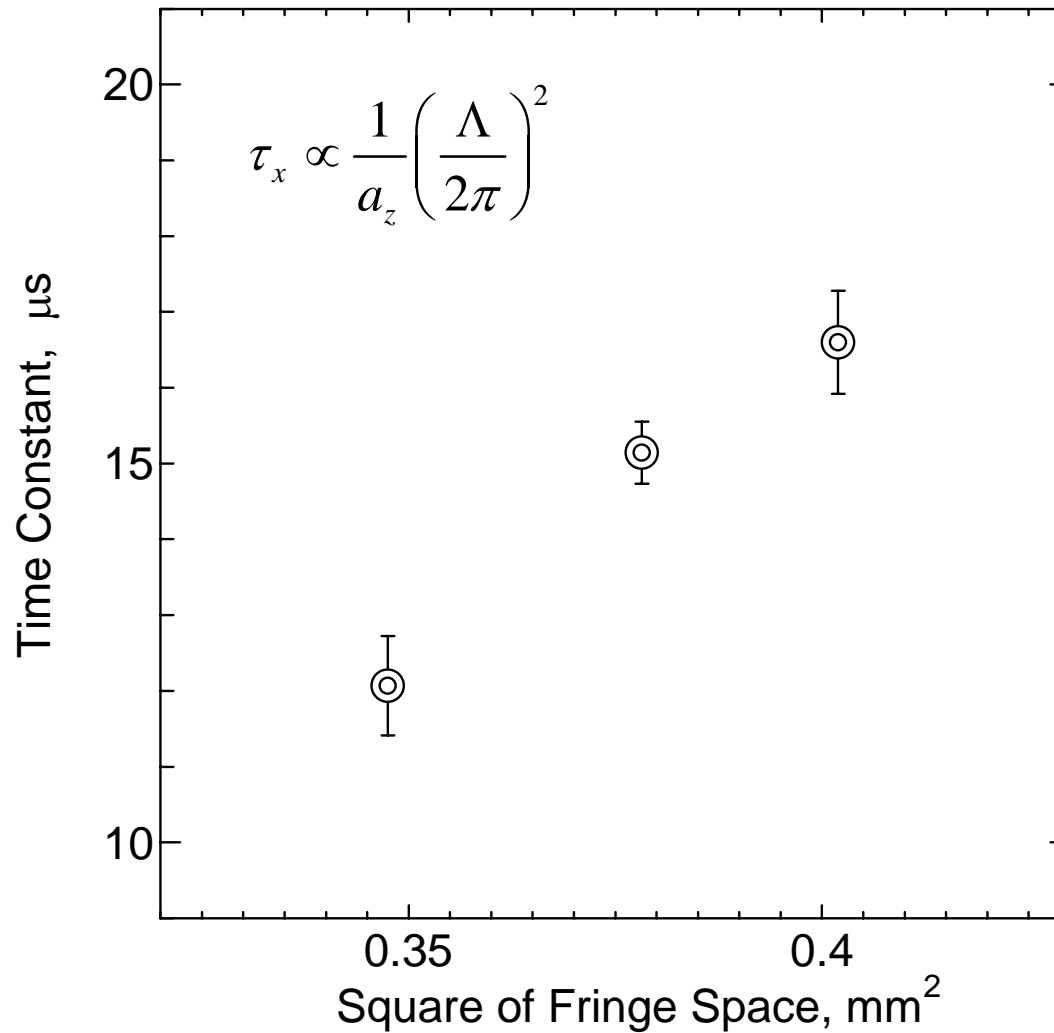
Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.		
Thickness	μm	100 (nominal)
Density	g/cm^3	1.0 (nominal)
Refractive index	-	2.75
Extinction coefficient	-	1.77
Thermal conductivity	$\text{W}/\text{m K}$	600 ~ 800 : λ_x 5 : λ_z



予備的測定 -GSの場合-



予備的測定 -GSの場合-



予備的測定 -GSの場合-

Experimental Results of Graphite Sheet.

	Thermal diffusivity, mm ² /s	Anisotropic ratio a_x/a_z	Reproducibility ^{*1}
Present work	868 : a_x	83	± 4%
	10.5 : a_z		± 7%
Nagano <i>et al.</i>	801 : a_x	52	N/A
	15.4 : a_z		N/A

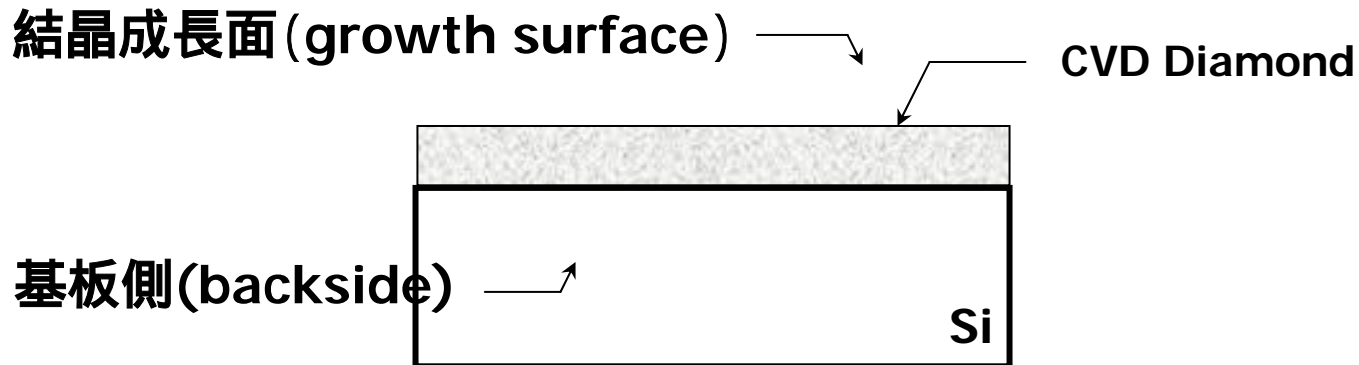


高熱伝導薄膜の熱物性評価

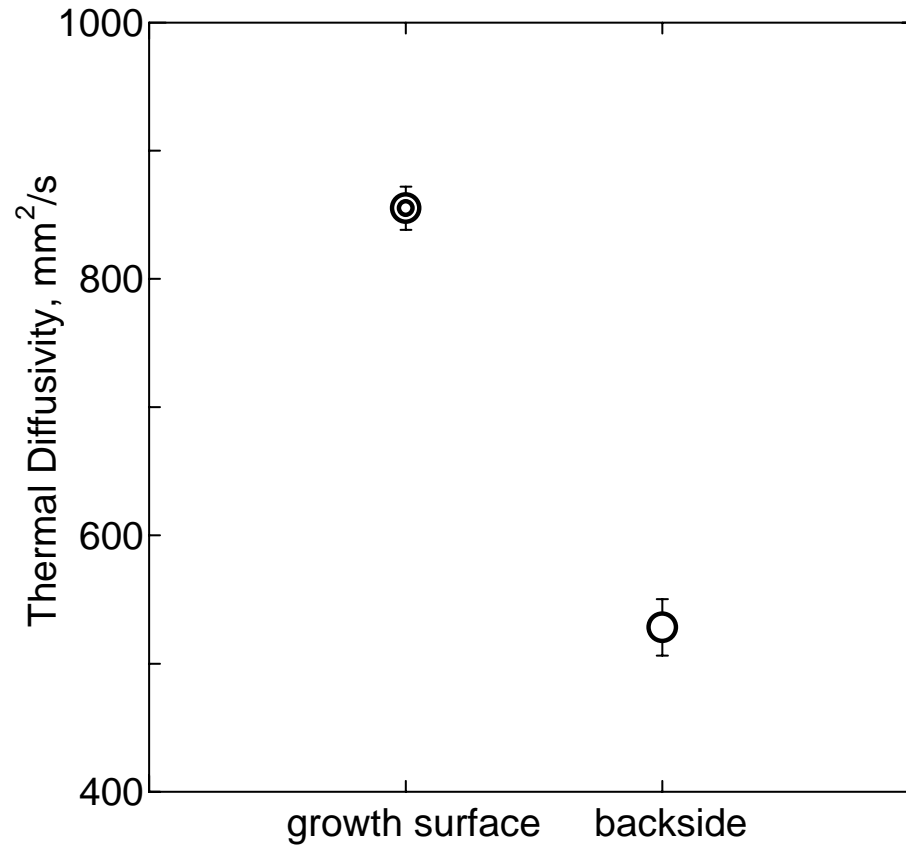
● CVDダイヤモンド薄膜

The Specifications of CVD Diamond.

Method	Microwave plasma CVD method
Gases	3 % of CH ₄ and H ₂
Temperature	900 ~ 1000 °C
Pressure	50 ~ 60 Torr
Thickness	500 μm nominal



高熱伝導薄膜の熱物性評価

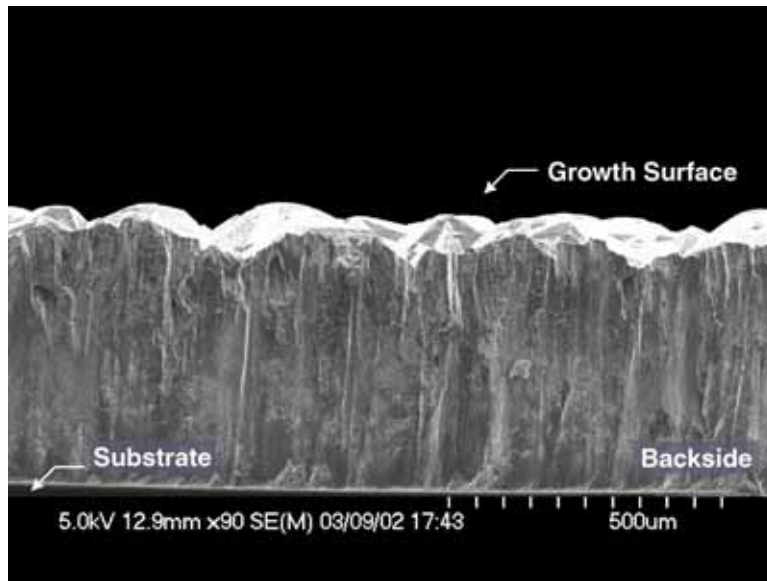


Experimental Results of CVD Diamond.

	Thermal diffusivity mm ² /s	Reproducibility ^{*1}
Growth surface	855 : a_x	± 2 %
Backside	528 : a_x	± 4 %



高熱伝導薄膜の熱物性評価



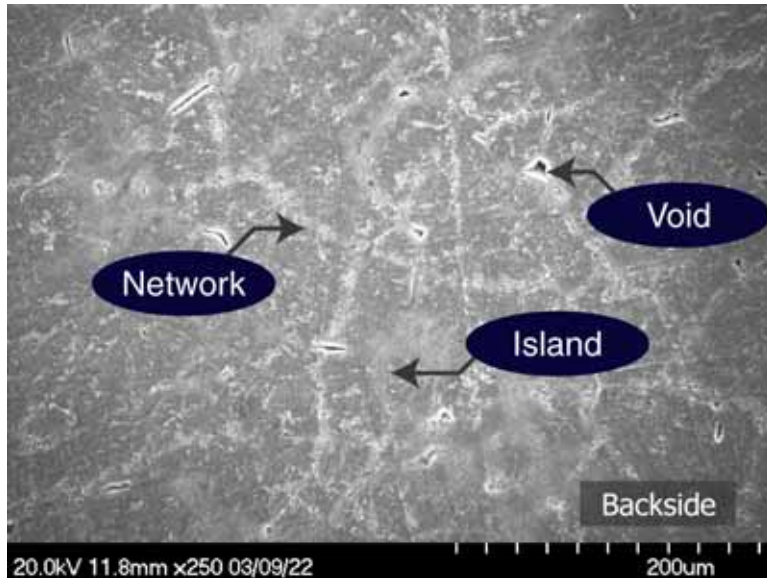
(a) CVD Diamond 断面SEM像



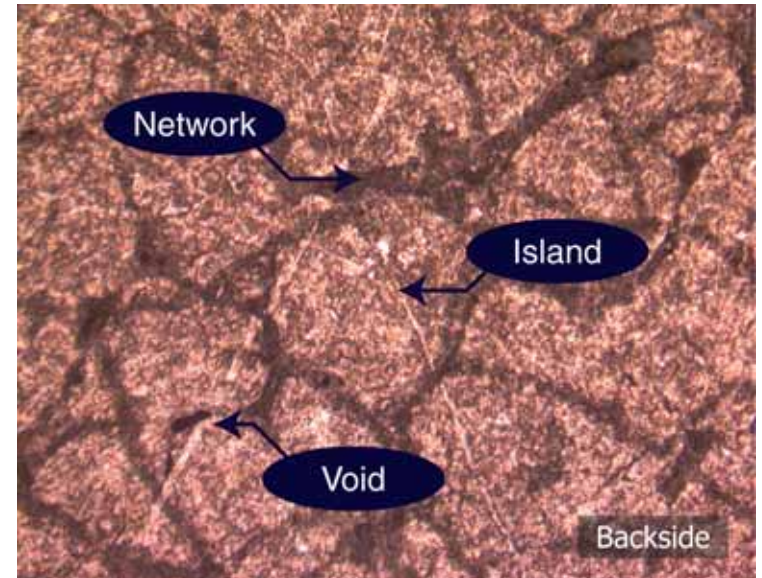
(b) CVD Diamond 結晶成長面SEM像



高熱伝導薄膜の熱物性評価



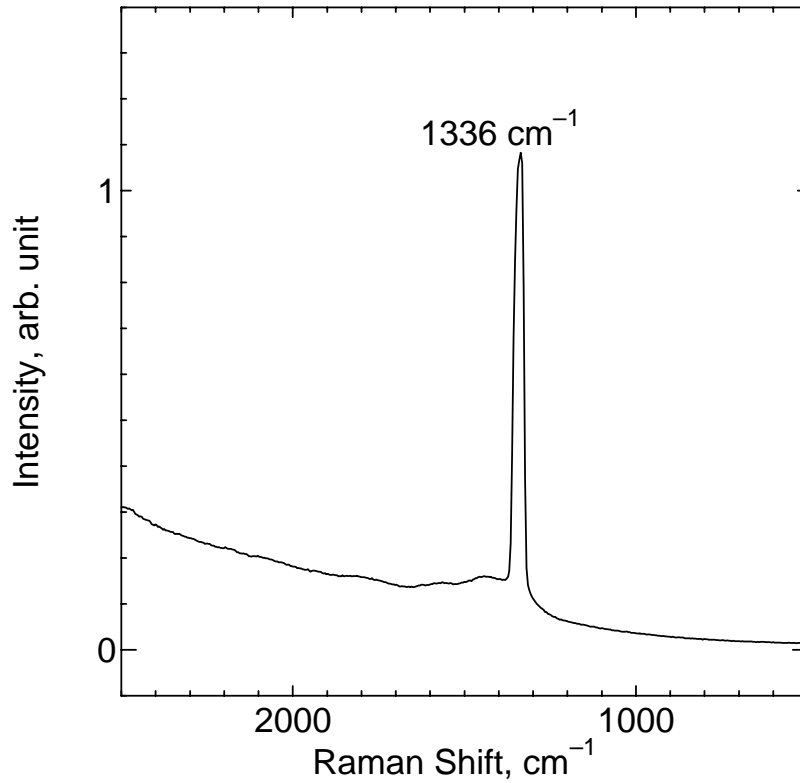
(a) CVD Diamond 基板側SEM像



(b) CVD Diamond 基板側金属顕微鏡像



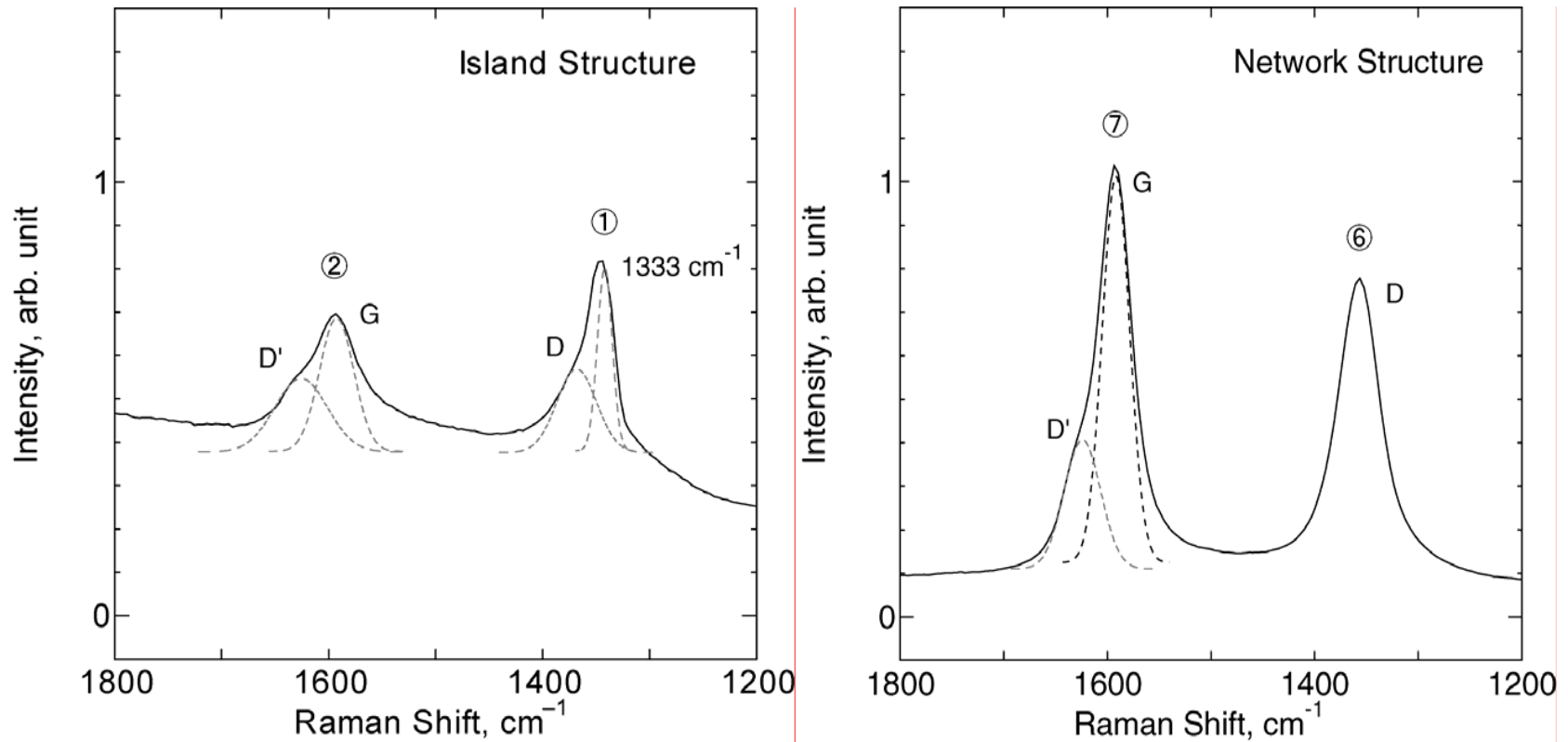
高熱伝導薄膜の熱物性評価



結晶成長面ラマンスペクトル



高熱伝導薄膜の熱物性評価



Raman Spectrum of CVD Diamond.

1333cm⁻¹

G and G'

D, D' and D''

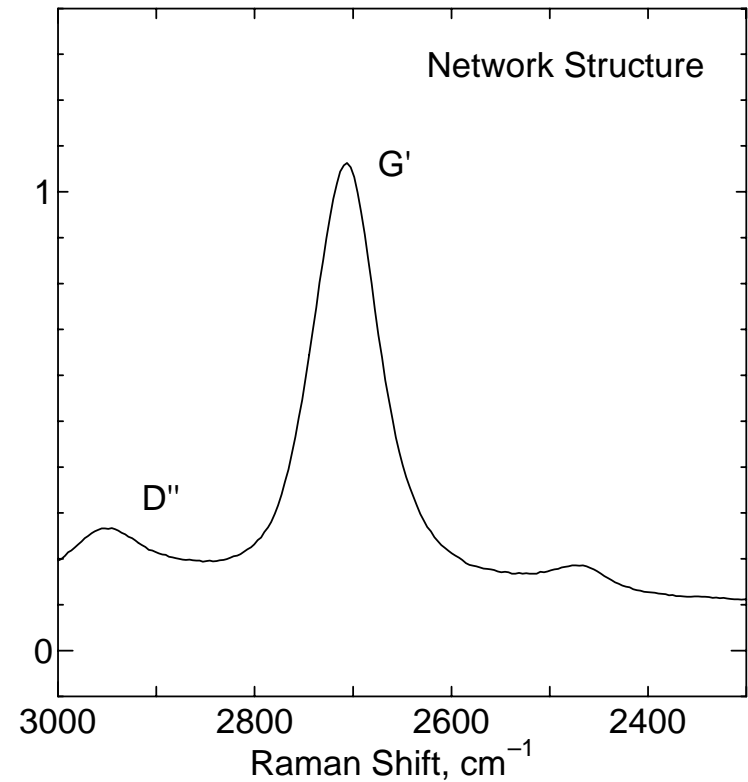
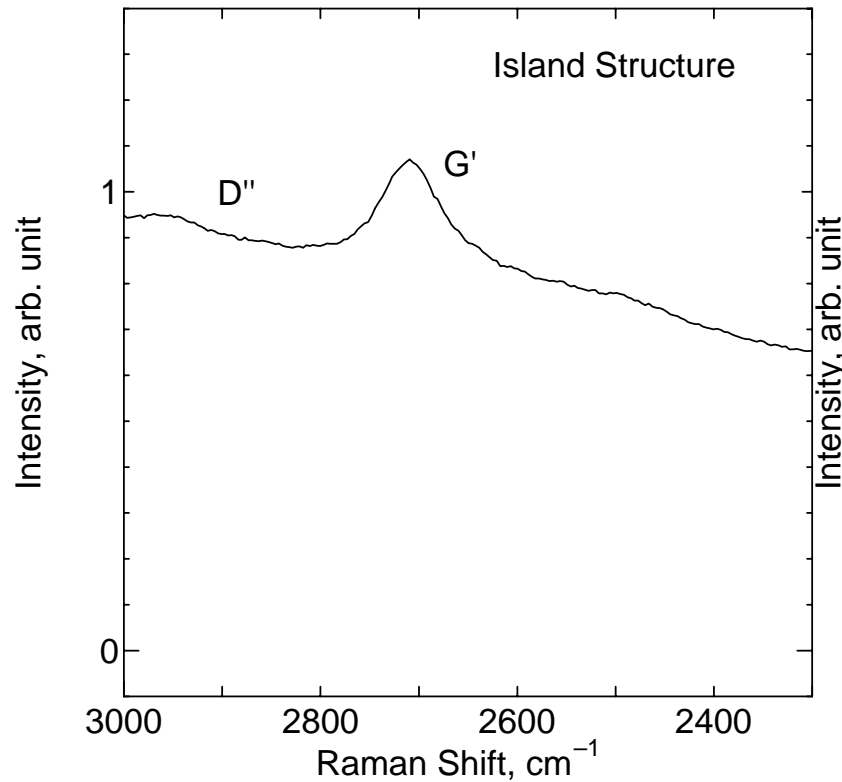
ダイヤモンド構造

Graphite 構造

結晶性の悪い無定形炭素



高熱伝導薄膜の熱物性評価



The Intensity Ratio of Crystalline Structure with the Change of Graphitization.

Island Structure

Network Structure

$$I_{G'}/I_{D''}$$

3.86

12.3



高熱伝導薄膜の熱物性評価

結晶成長面

結晶性の高いダイヤモンド

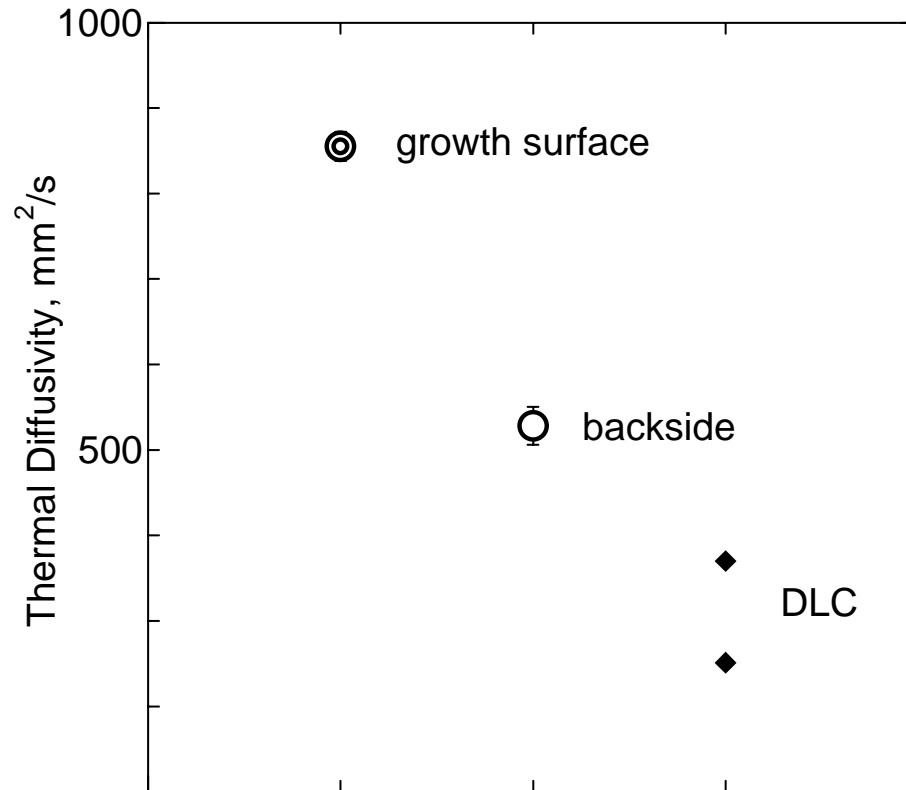
基板側

Island 構造

ダイヤモンド構造と無定形炭素

Network 構造

グラファイト構造と無定形炭素



ナノスケール熱物性測定法の開発

学術的

工学的

ナノスケールでの熱輸送現象解明
メソスコピック領域での新性質の発現

超高集積化デバイスの熱設計や
インプロセスでの熱物性制御
新しいナノマテリアルの熱物性デザイン

高い分解能を有した熱物性値その場測定法

しかし、



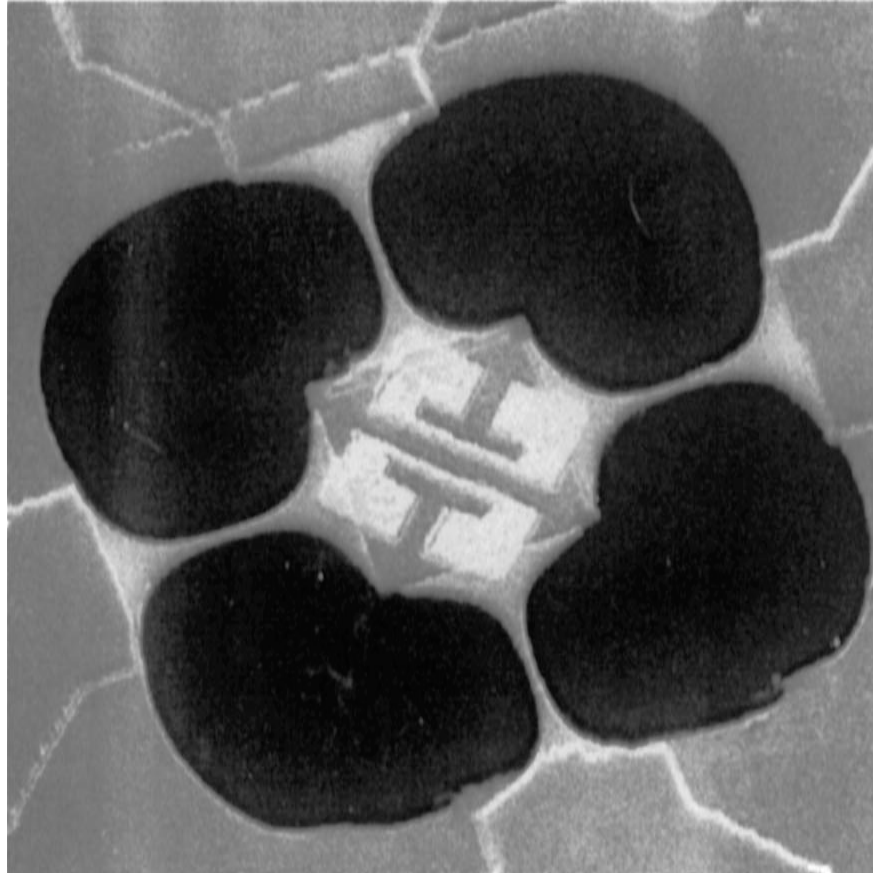
従来の光学的測定方法

光の回折限界

Near-field Optics Thermal Nanoscopy: NOTN



熱量子？

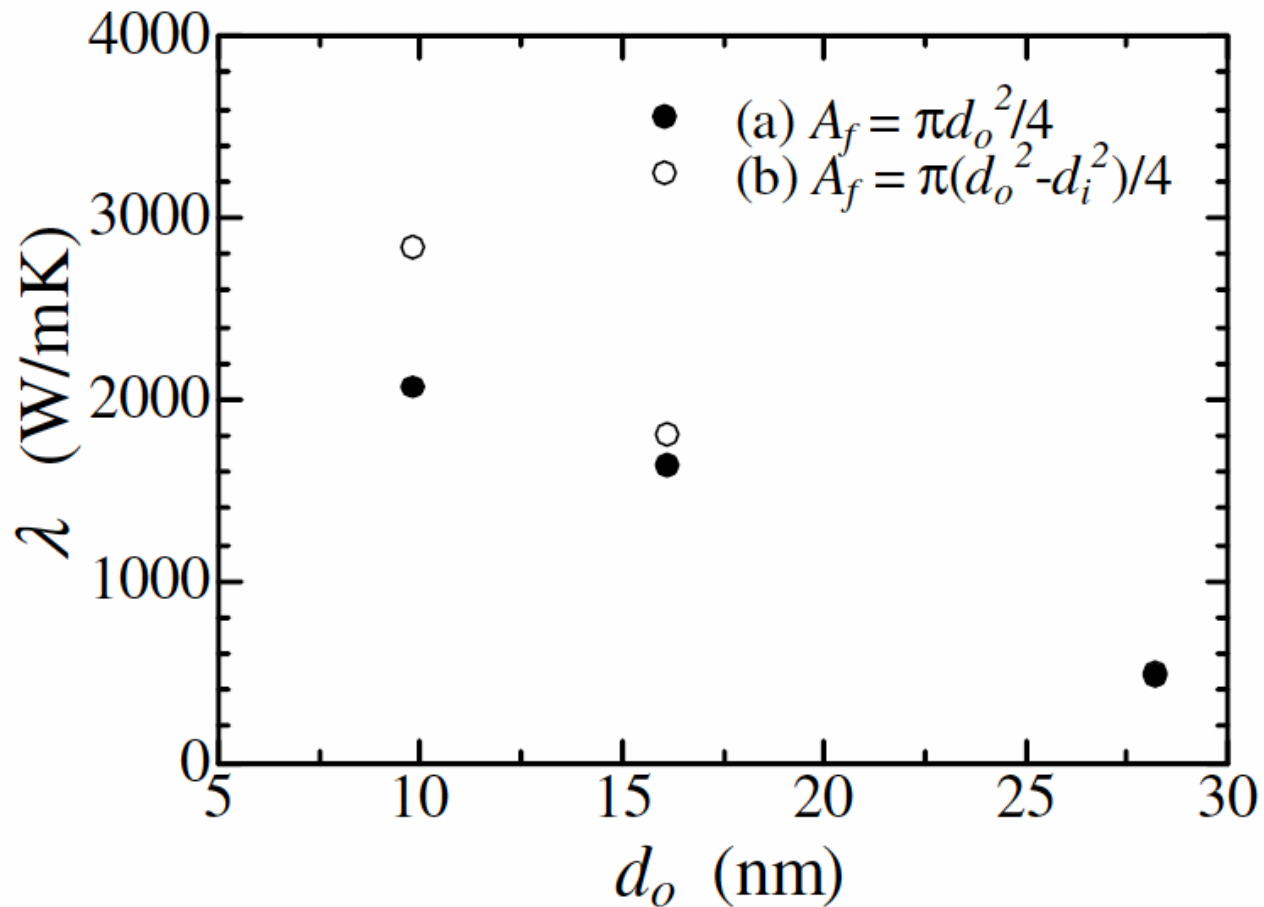


K. Schwab, et al, *Physica B*, **280** (2000)458-459.

M.L.Roukes, *Physica B*, **263-264** (1999)1-15.



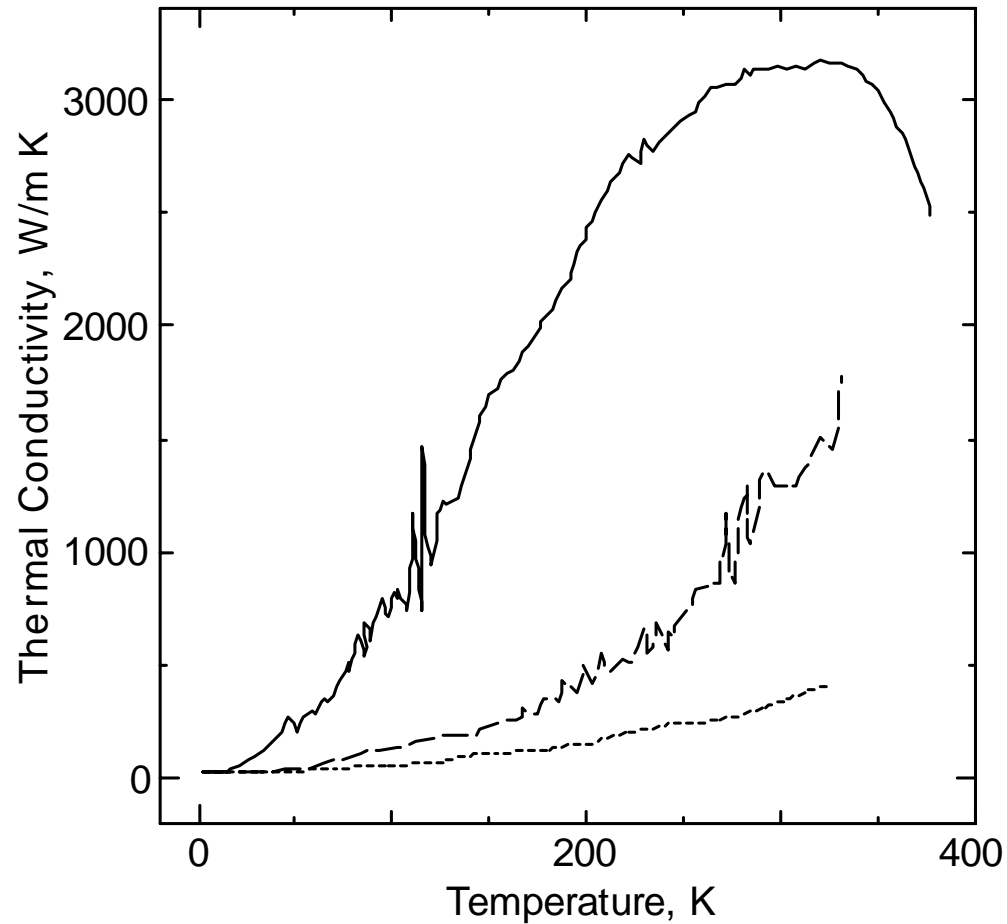
カーボンナノチューブの熱伝導率



M. Fujii, et al, *Phys. Rev. Lett.*, **95** (2005)065502 1-4.



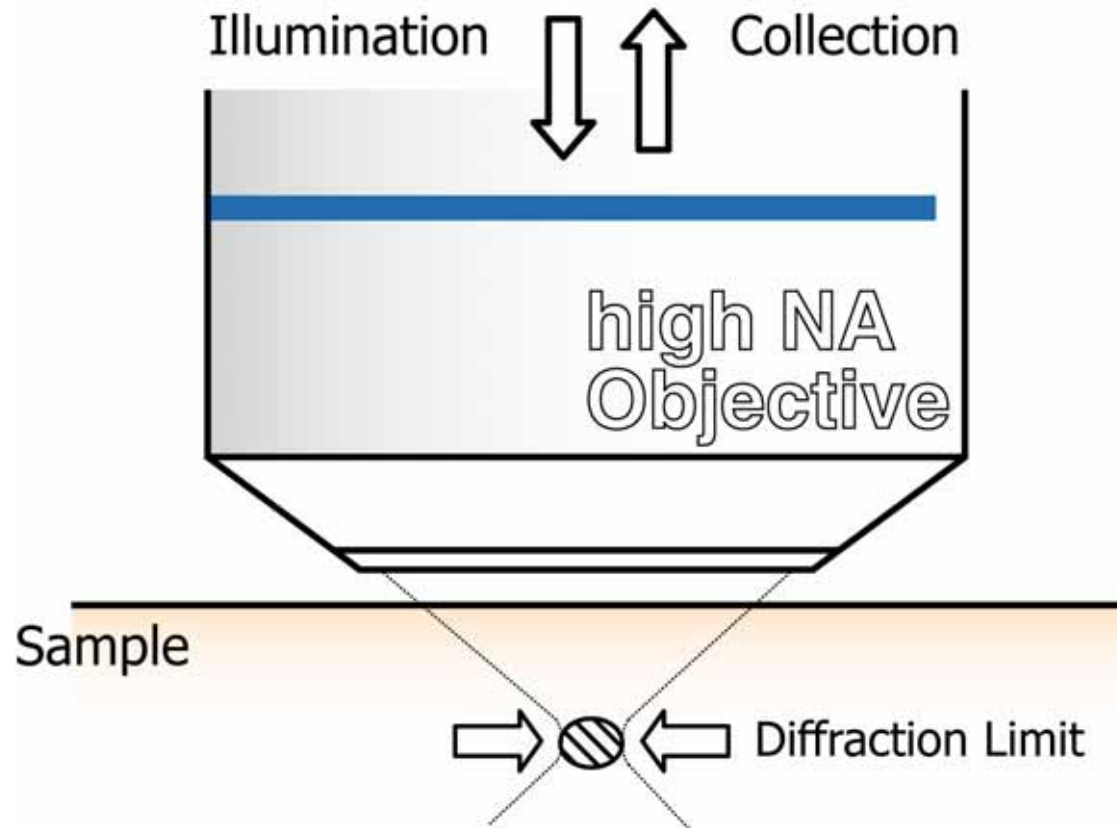
MWNTの熱伝導率



P. Kim, et al, *Phys. Rev. Lett.*, **87** (2001)215502 1-4.



光の回折限界

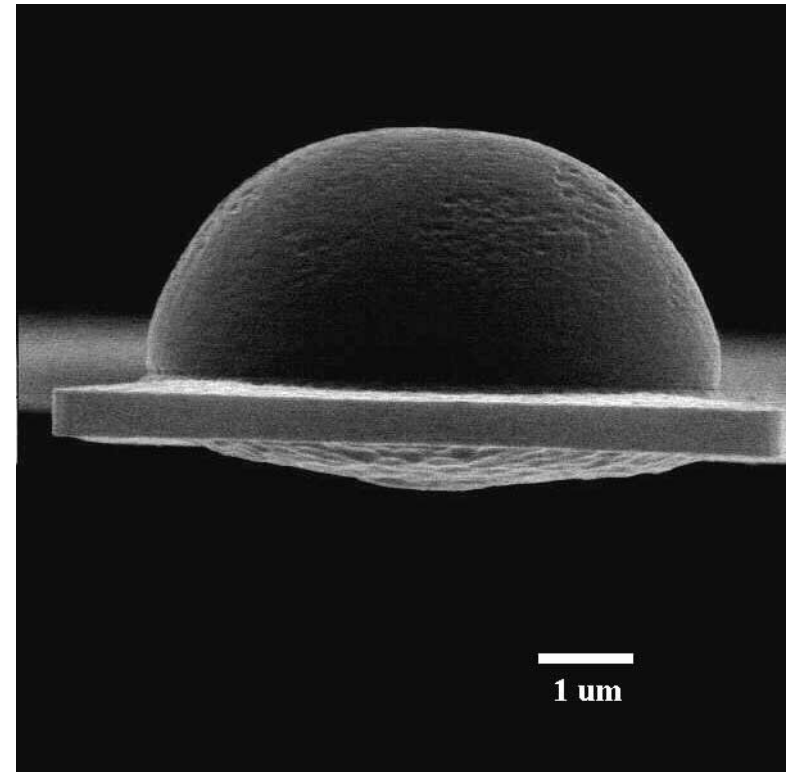
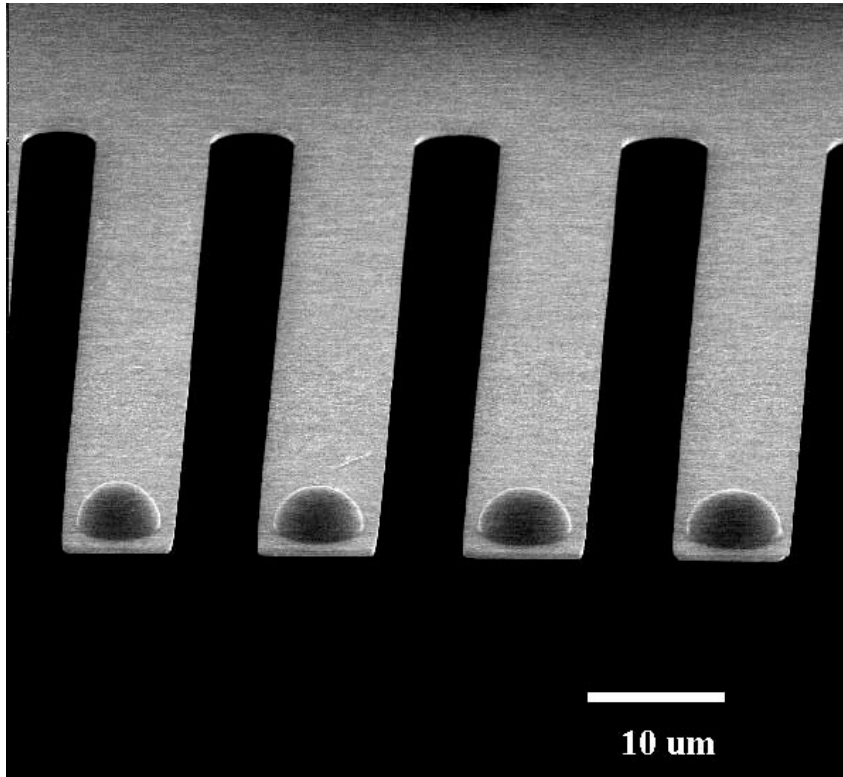


真空での最小集光径 $\delta = 0.61 \frac{\lambda}{NA}$ 光の波長

開口数



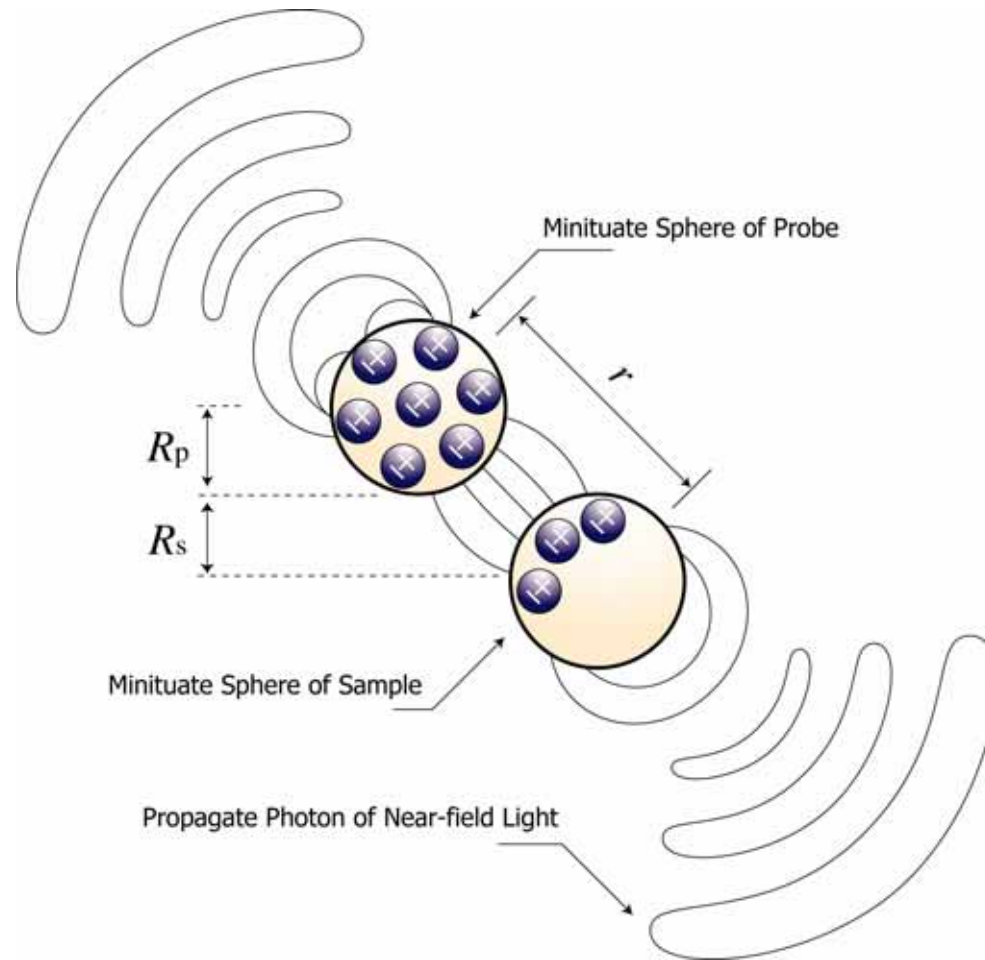
Si 固侵レンズ



G.S. Kino, et al, *J. MEMS*, **11** (2002) 470-478.



近接場光とは

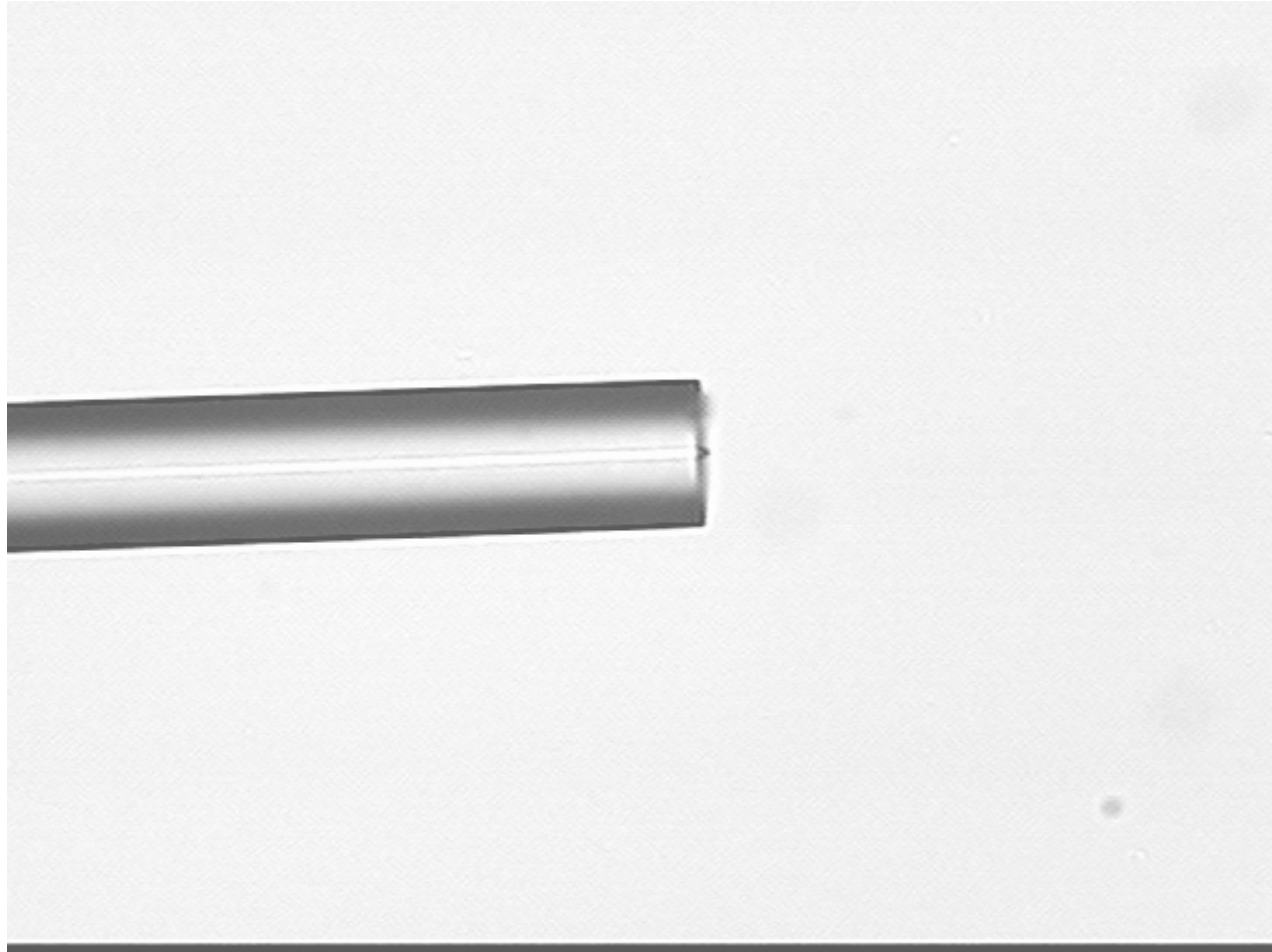


D. Corjon, “*Near-Field Microscopy and Near-Field Optics*”,
(Imperial College Press, London) 2003.

大津元一, 小林潔, “近接場光の基礎”, (オーム社, Tokyo) 2002.



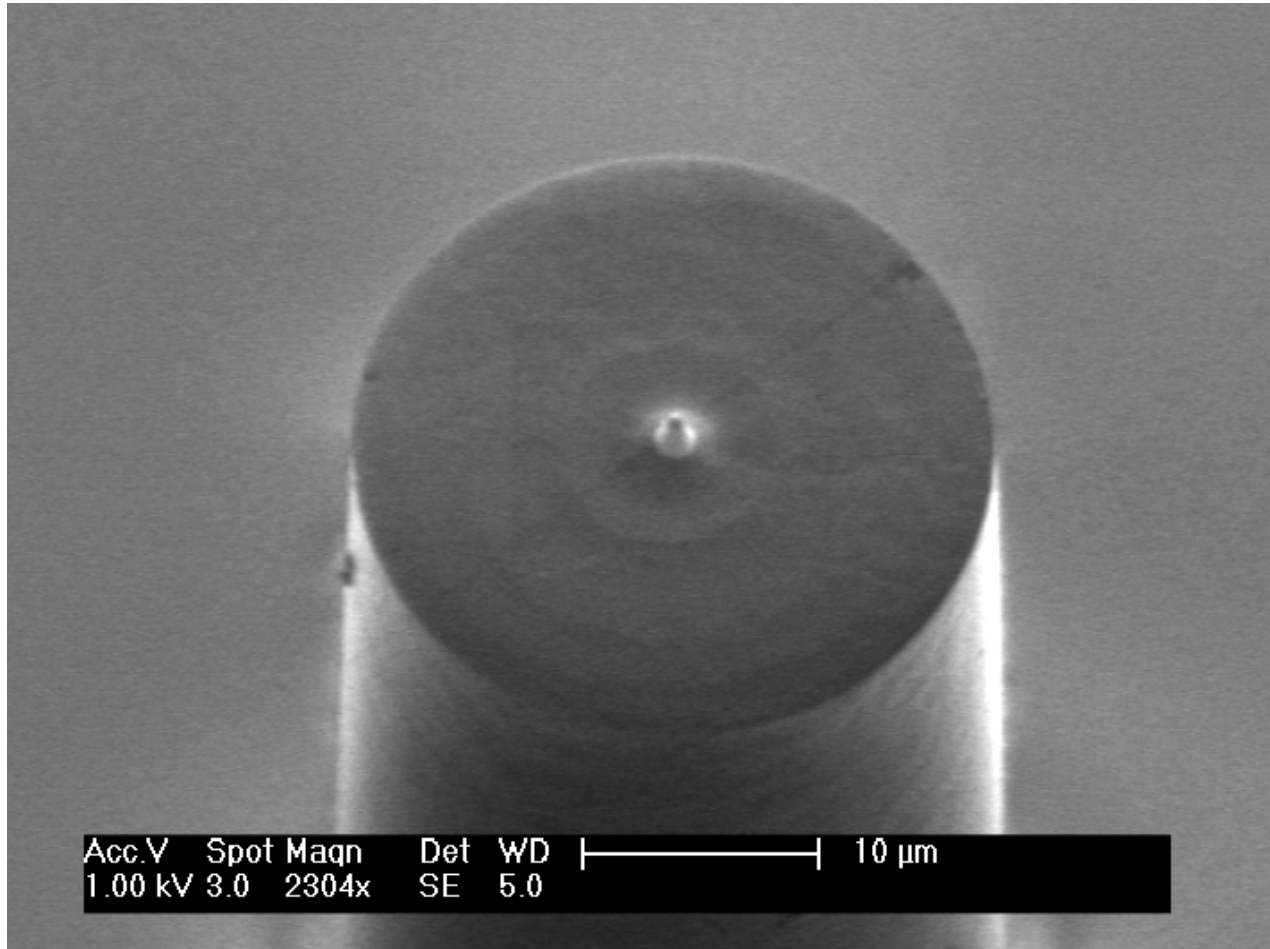
近接場ファイバーの作り方



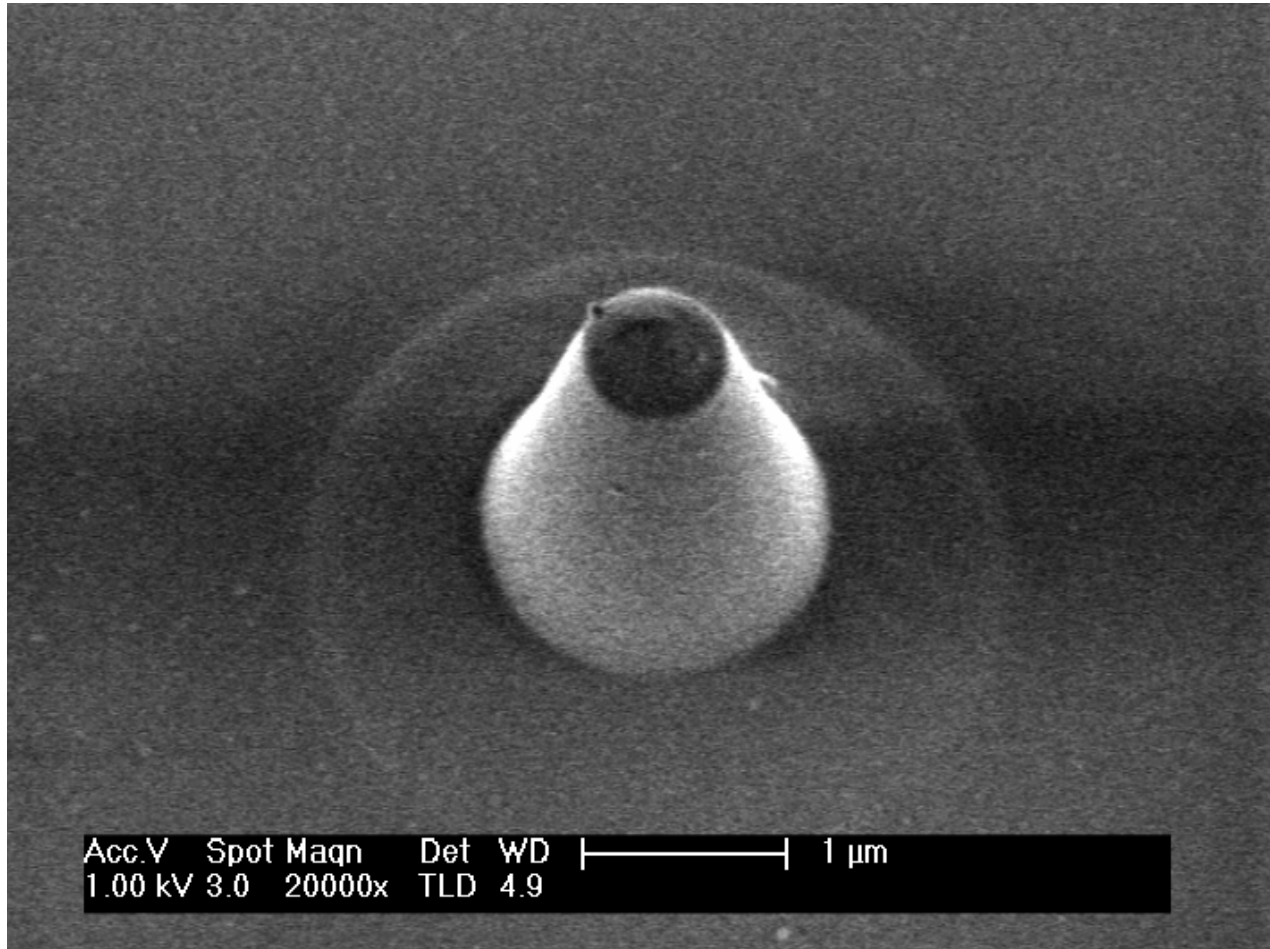
BOE1 98分後 顕微鏡写真



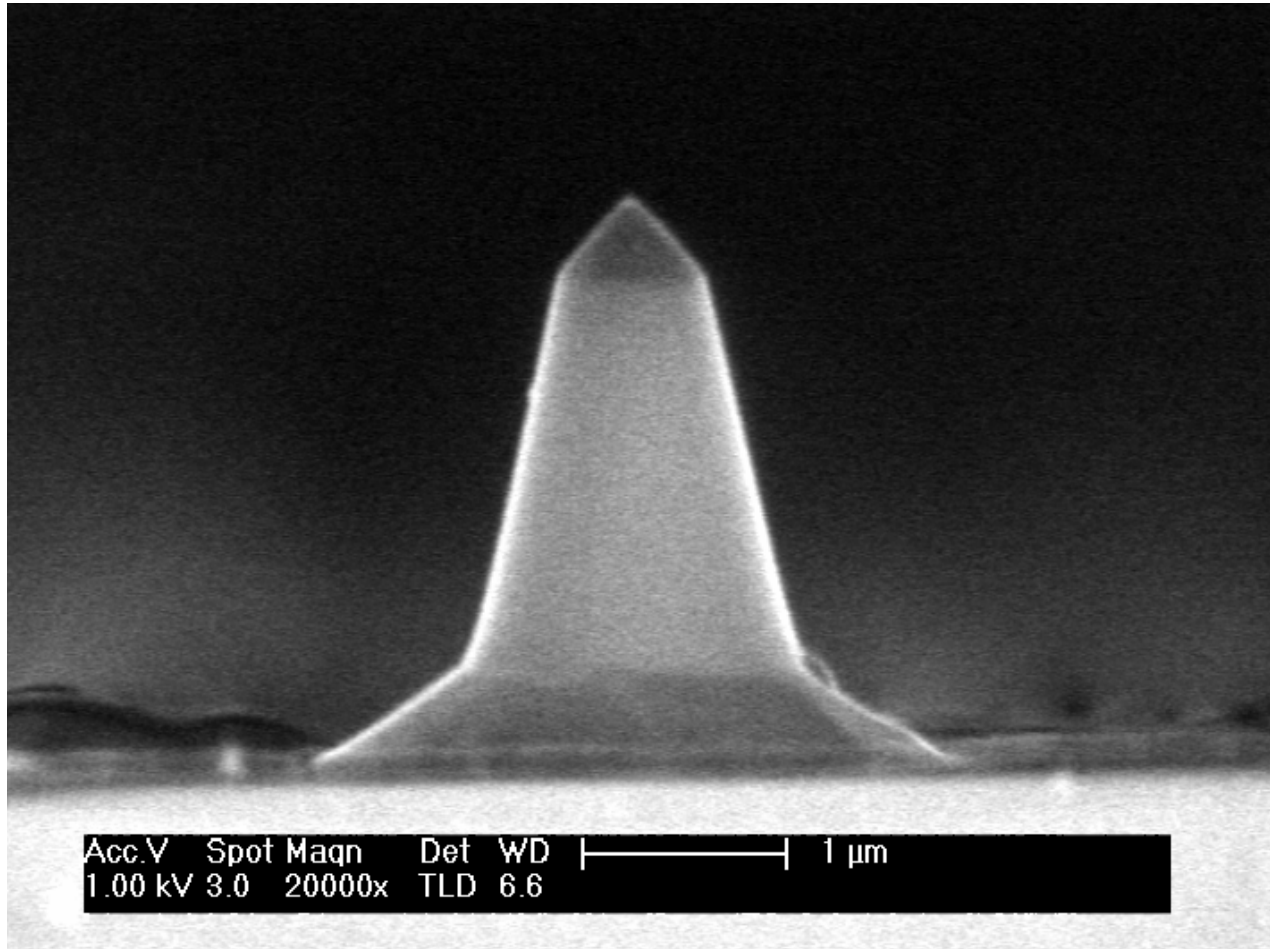
近接場ファイバーの作り方



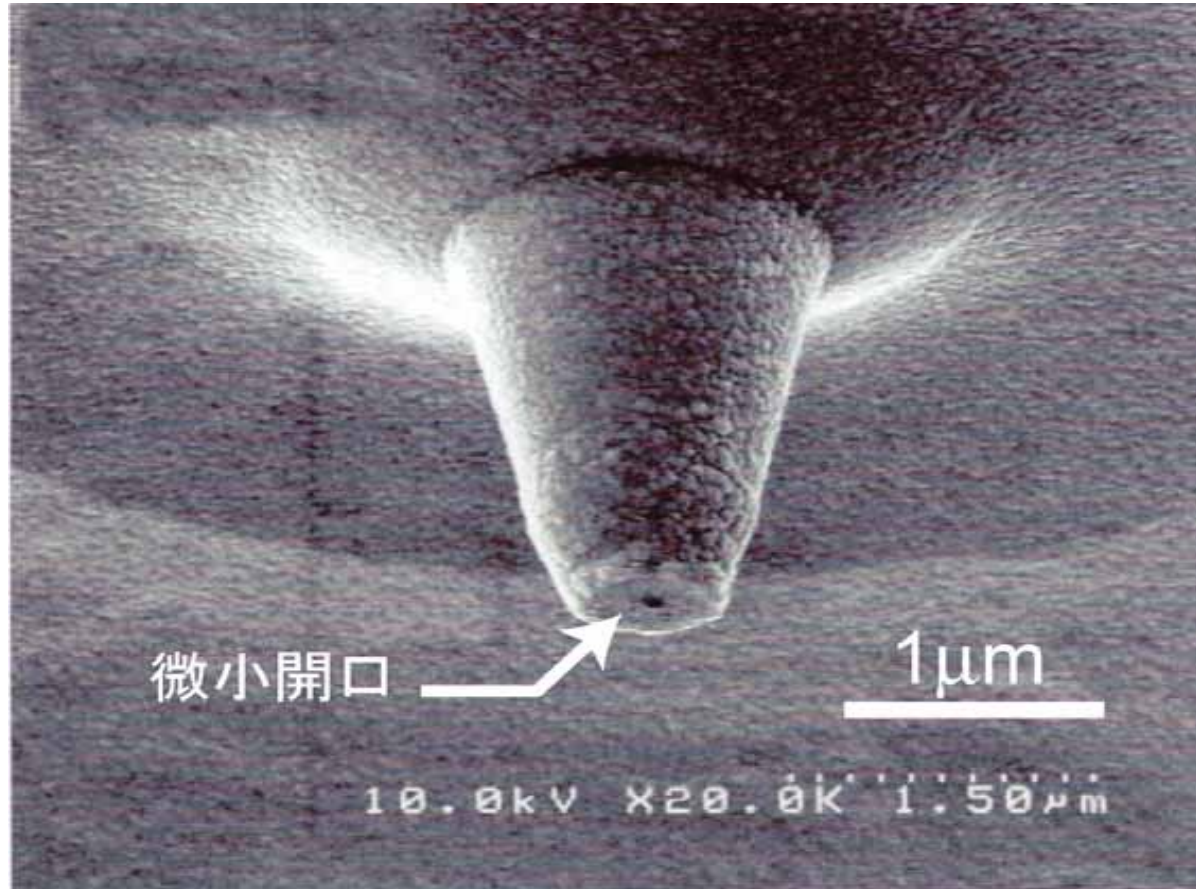
近接場ファイバーの作り方



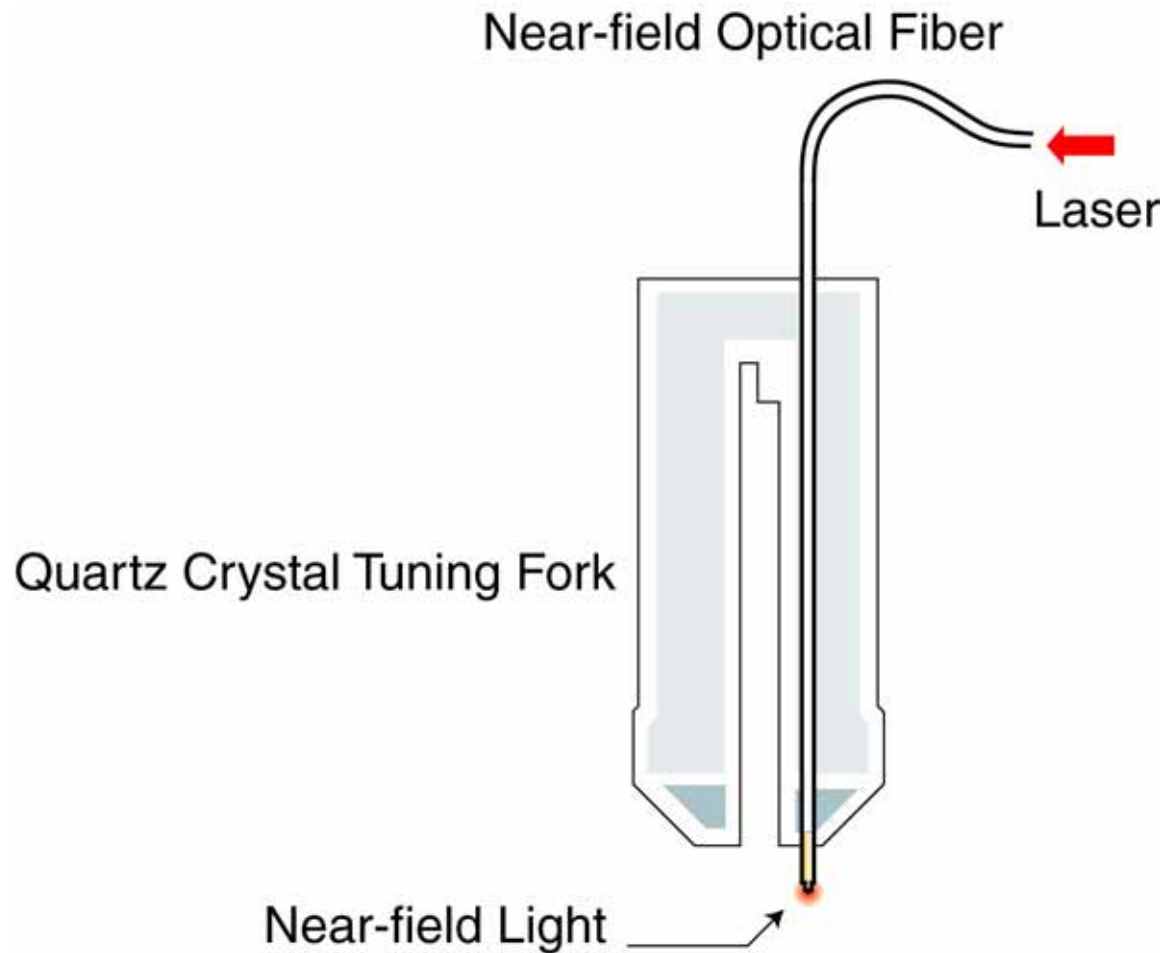
近接場ファイバーの作り方



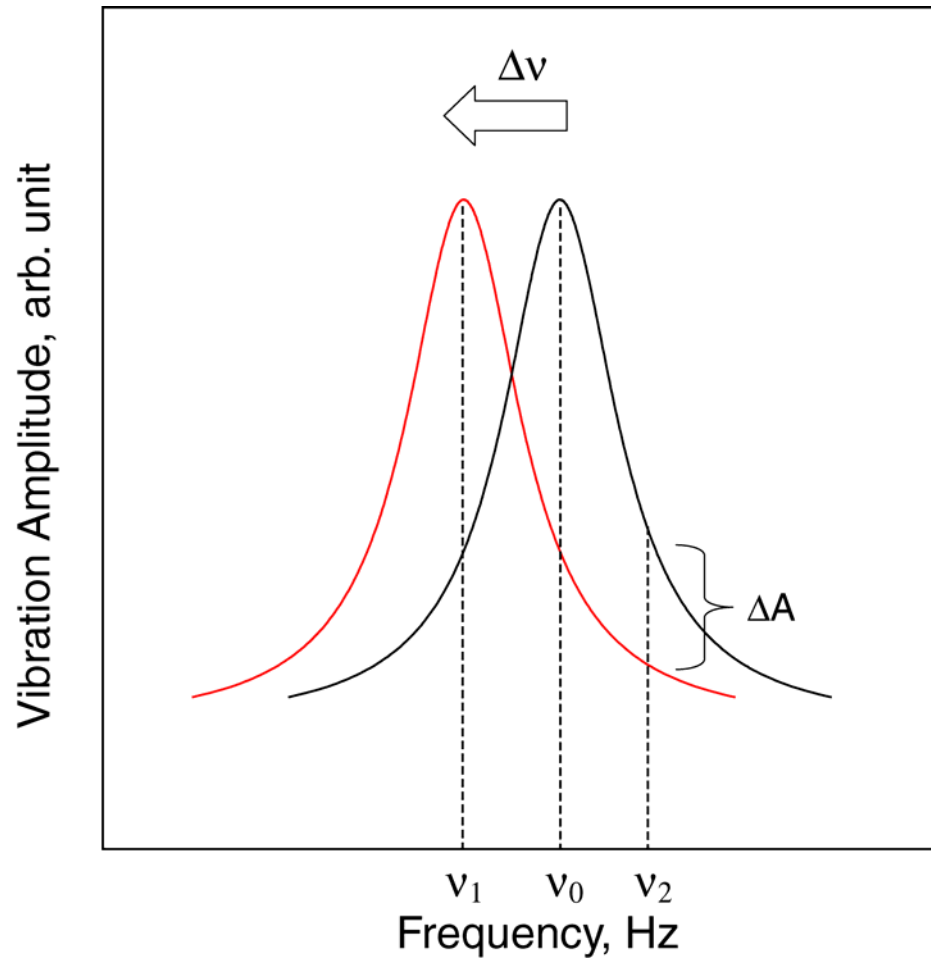
近接場ファイバーの作り方



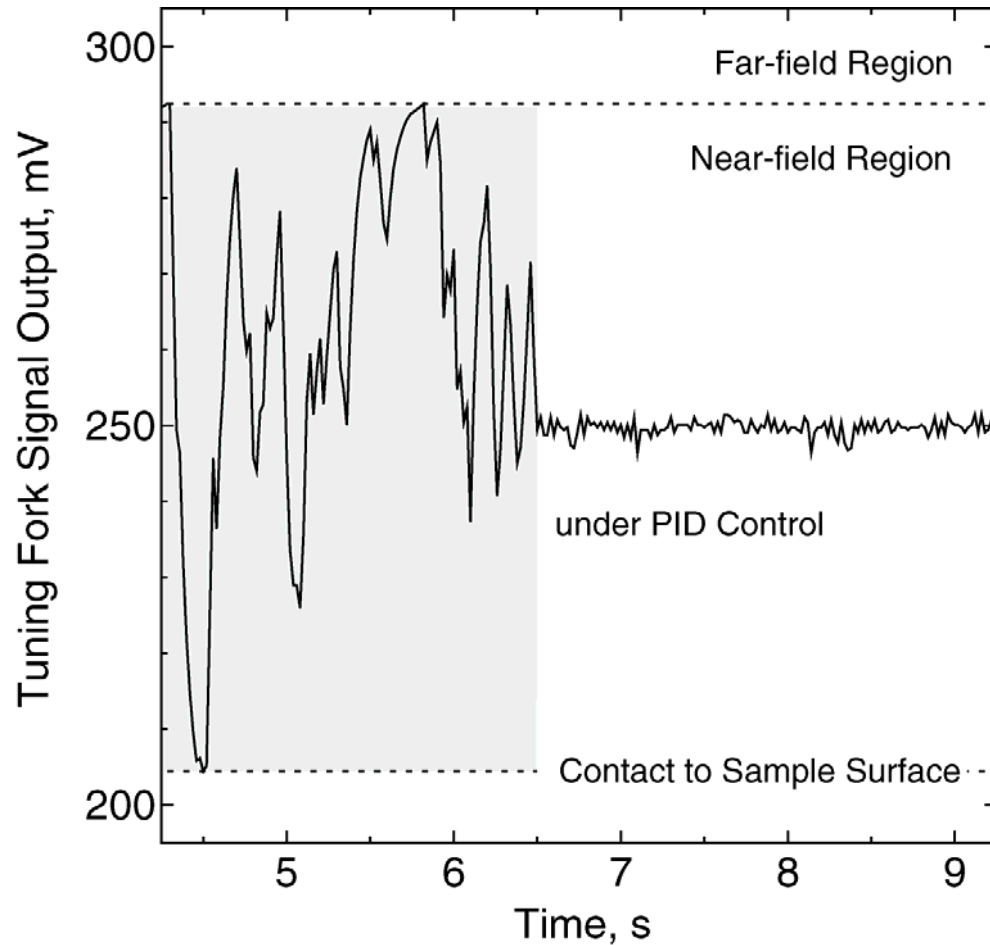
ファイバー制御技術



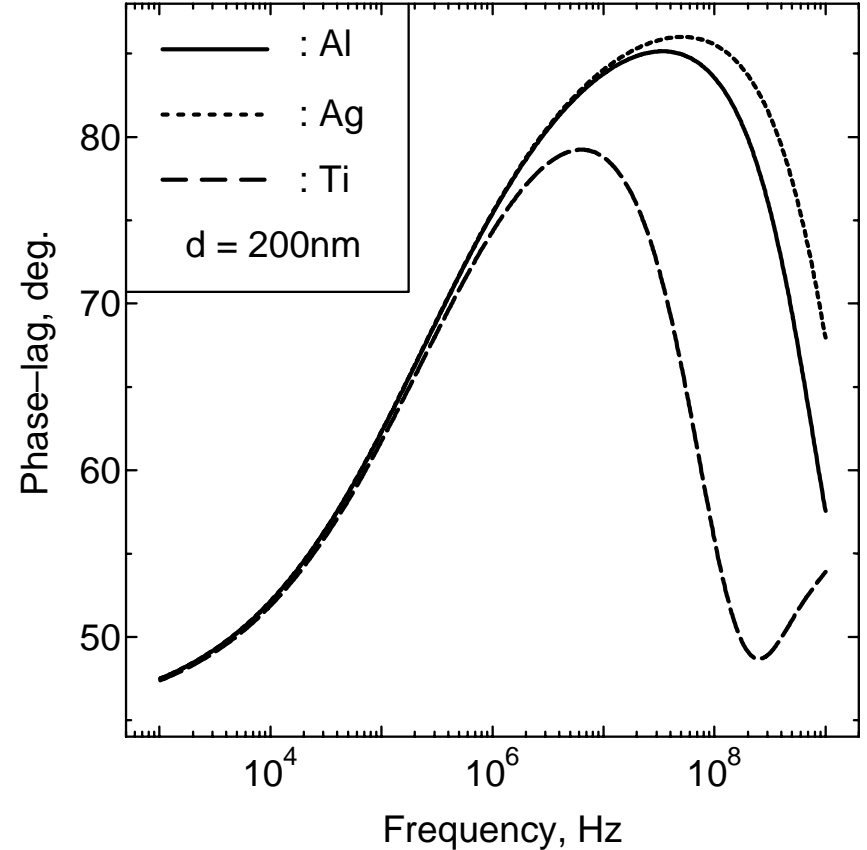
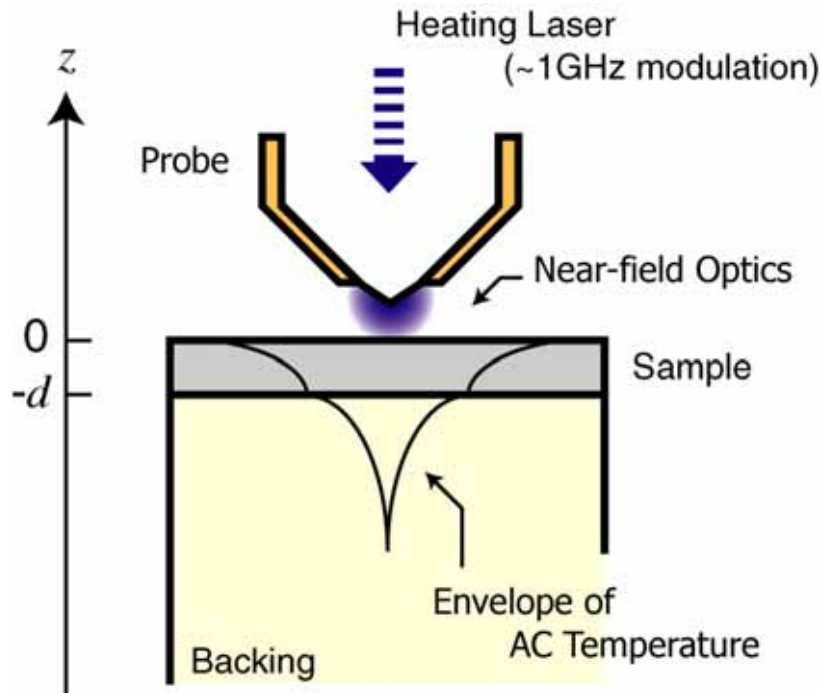
ファイバー制御技術



ファイバー制御技術



測定原理



加熱光と温度応答の位相差

$$\Delta\phi = F(f : a_s, a_b, \lambda_s, \lambda_b, d, \alpha_s)$$

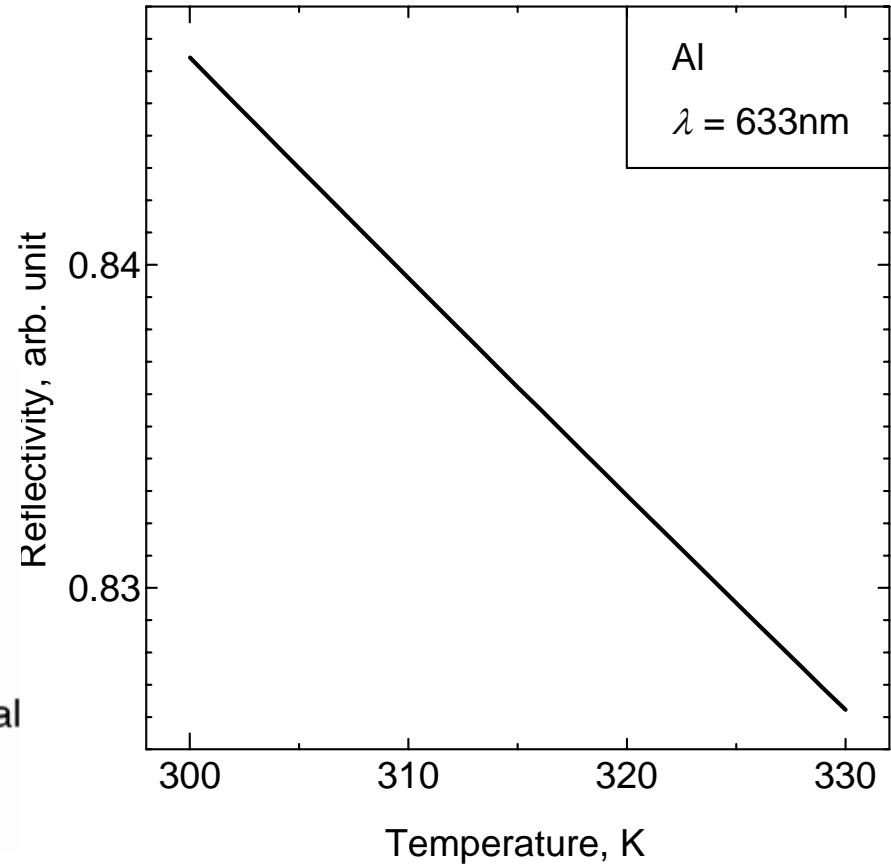
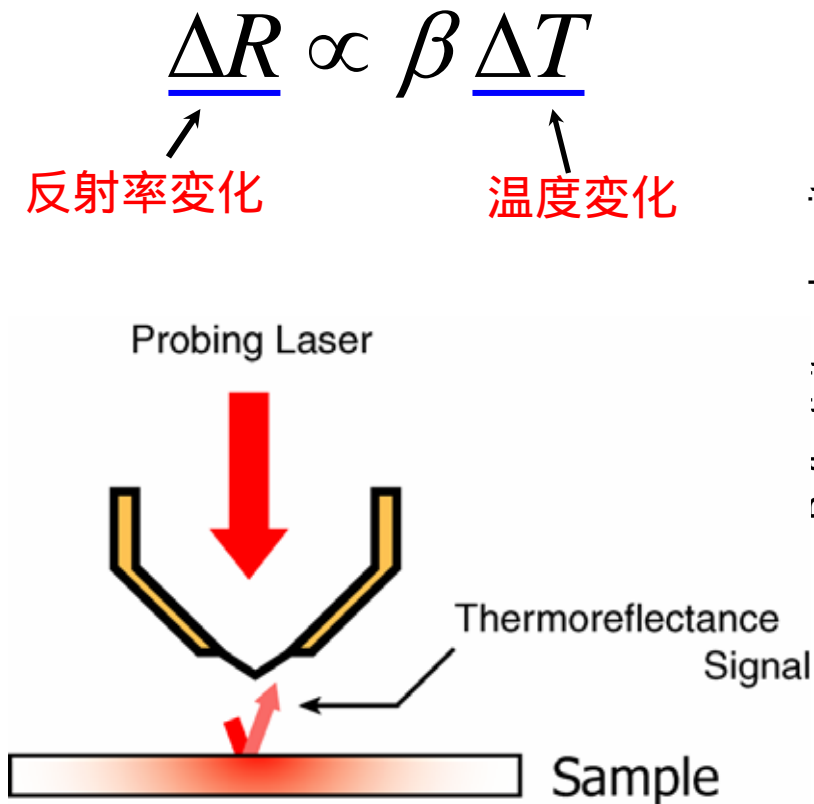
熱拡散長 ℓ

$$\ell = \sqrt{\frac{\lambda}{\pi f}}$$

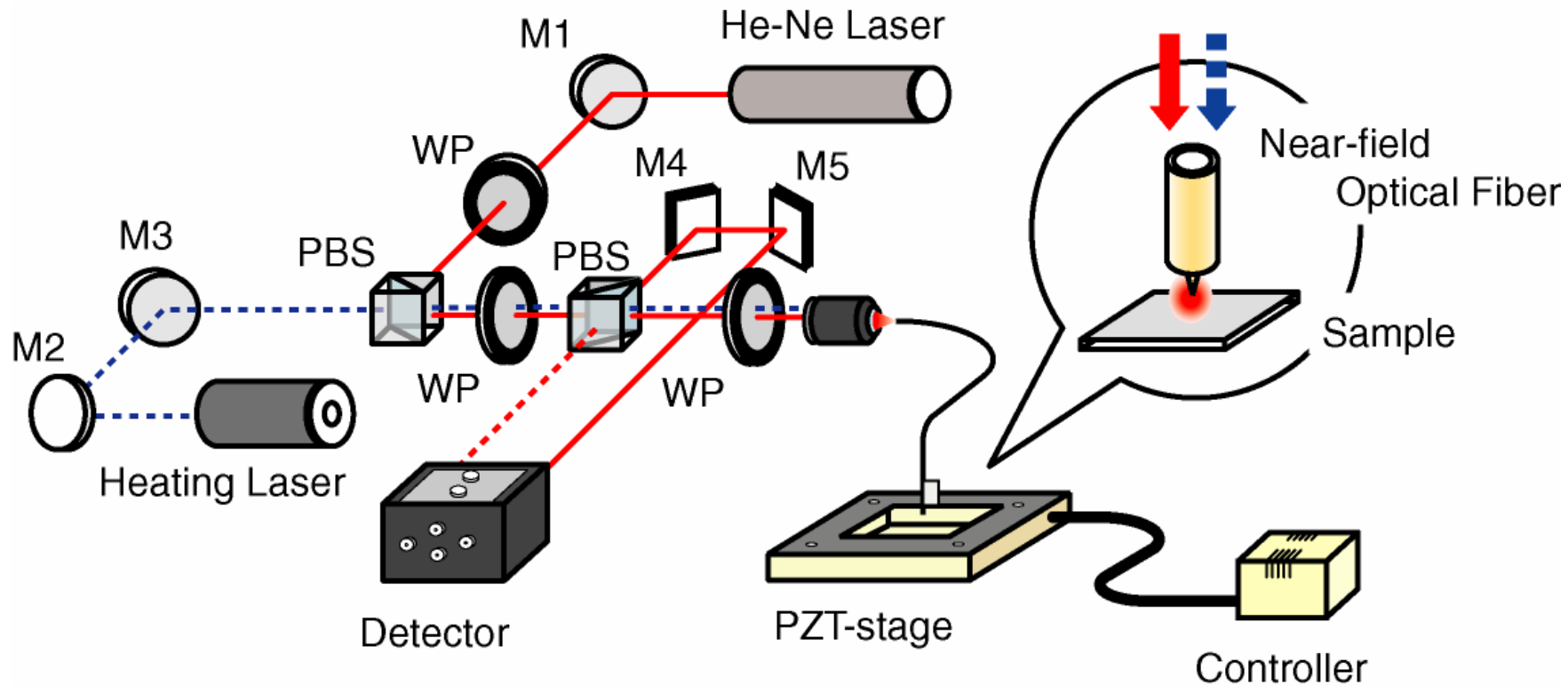


測定原理

○ Thermoreflectance法



測定装置



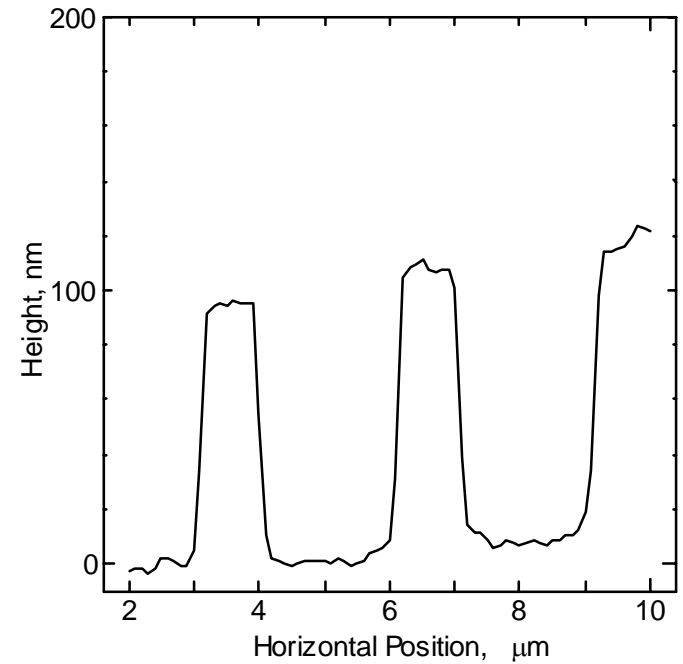
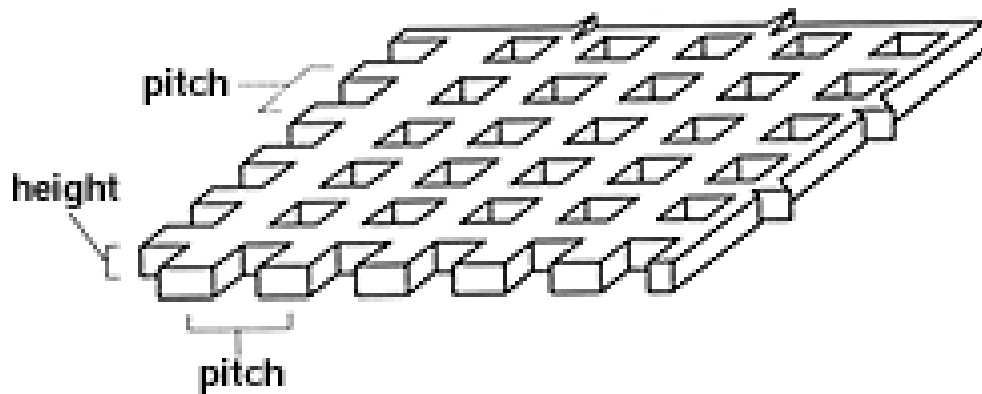
特徴

- (1) ~ 10nmの高空間分解能
- (2) ~ 100nmの積層材料への適応
- (3) *in situ* 計測可能
- (4) 表面形状・温度変化・熱物性分布の同時測定可能

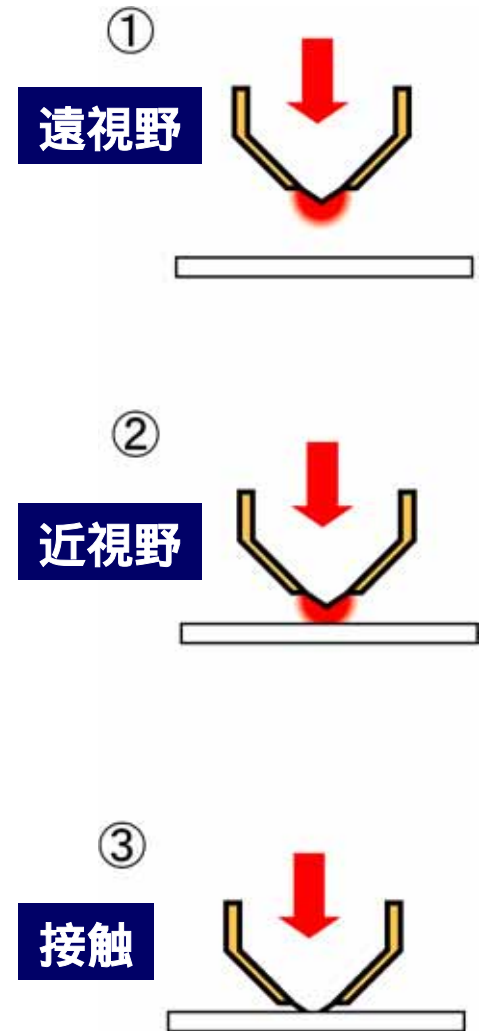
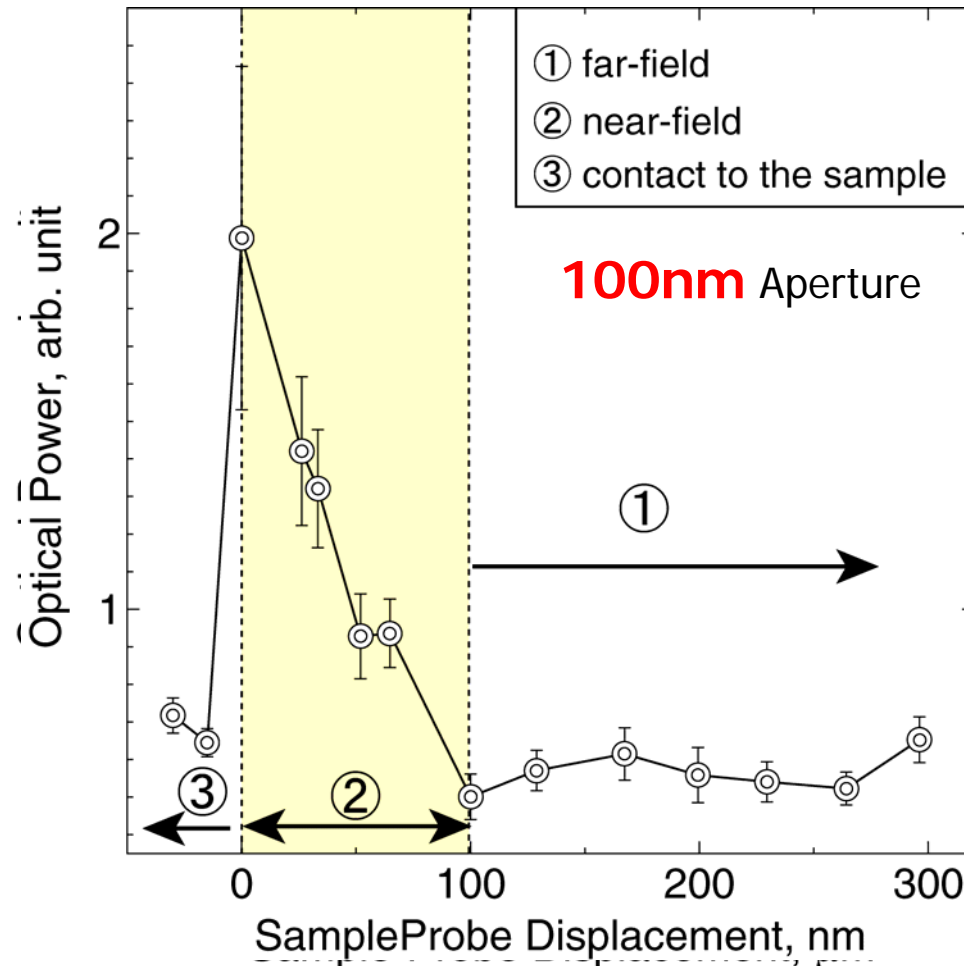


予備的測定

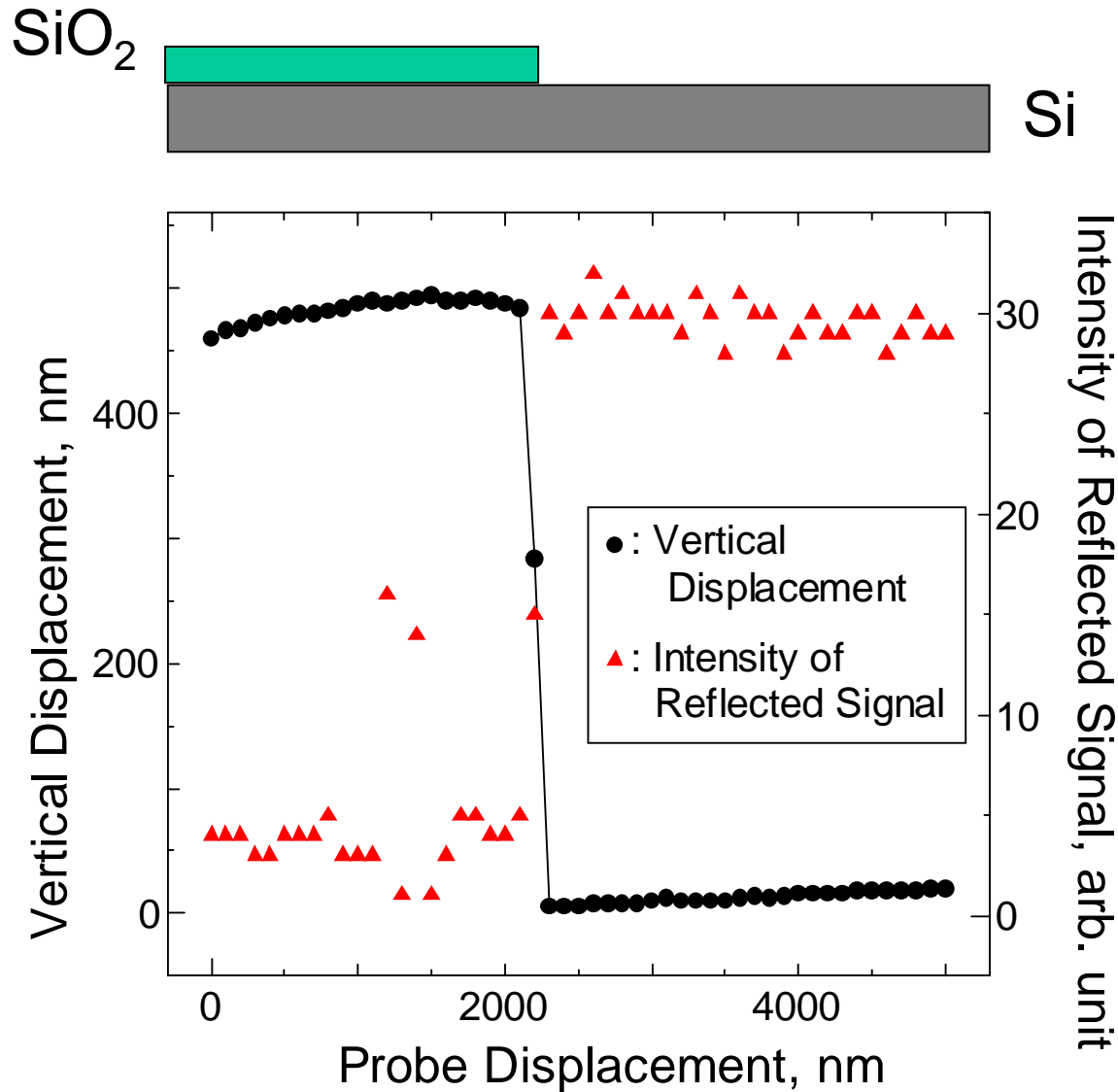
NISTトレーサブル
表面形状標準STR3-1000P



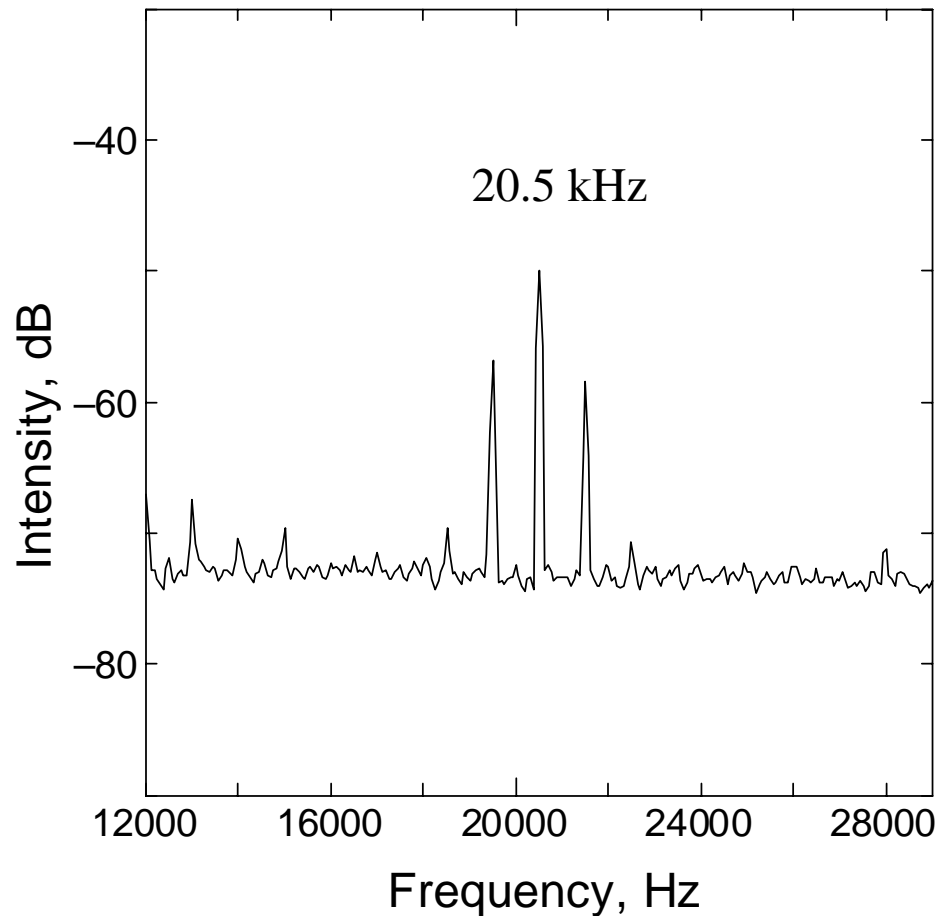
予備的測定



予備的測定



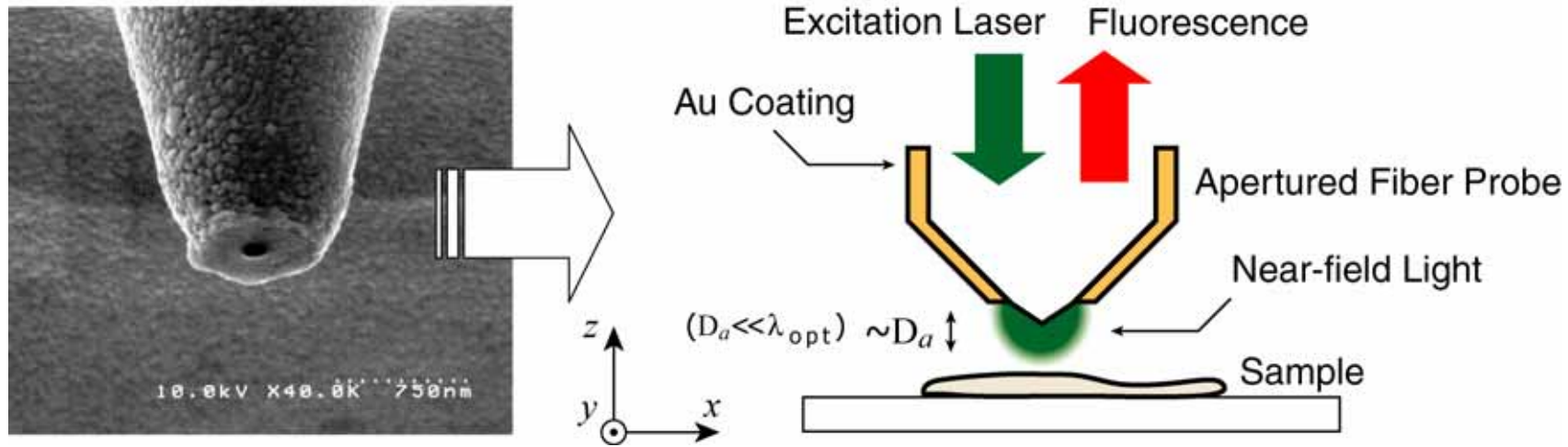
予備的測定



石川慶太, 田口良広, 齋木敏治, 長坂雄次,
”ナノスケール熱物性値計測のための近接場光サーモリフレクタンス信号の高感度検出”,
日本機械学会熱工学コンファレンス2006, 2006.11.24-25, 横浜.



近接場蛍光を用いた温度計測



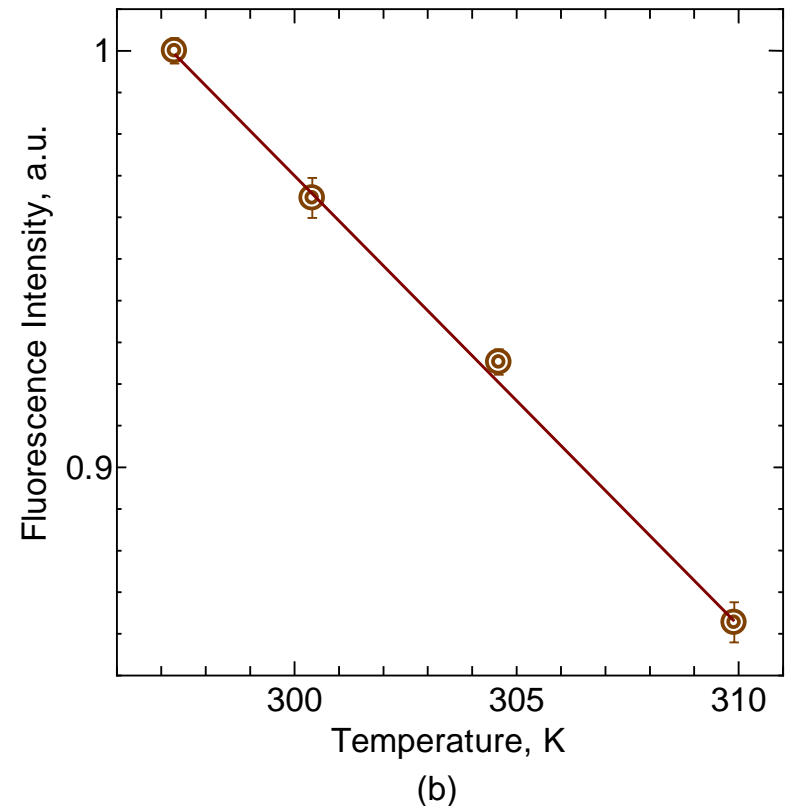
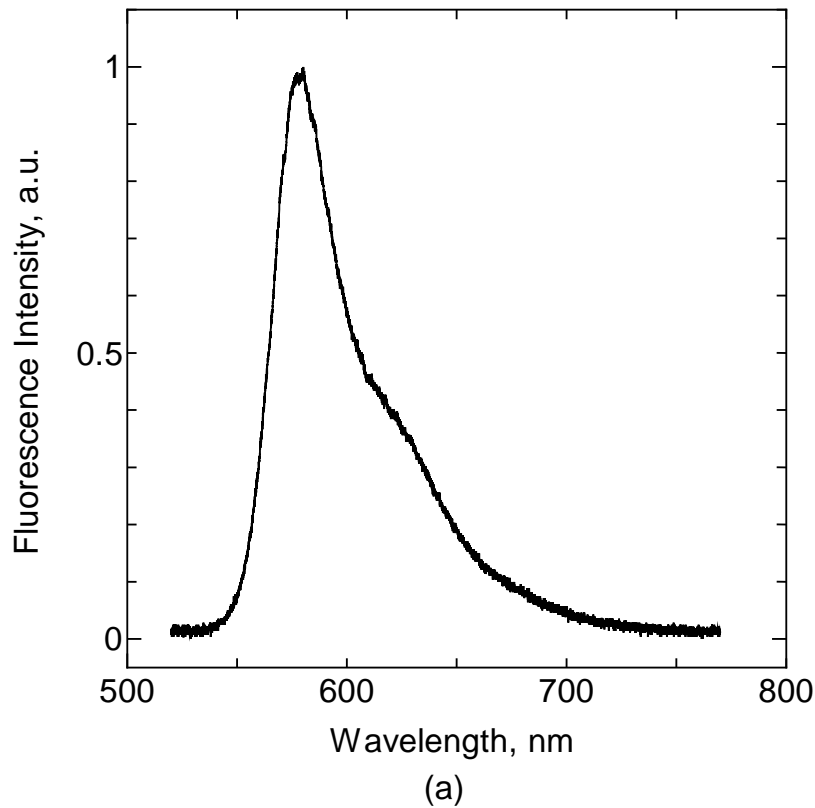
蛍光分子修飾された試料の近接場蛍光温度依存性を測定

$$\phi = \frac{W_R}{W_R + W_{NR}} \quad W_{NR} \propto \exp\left(\frac{-\Delta U}{k_B T}\right)$$

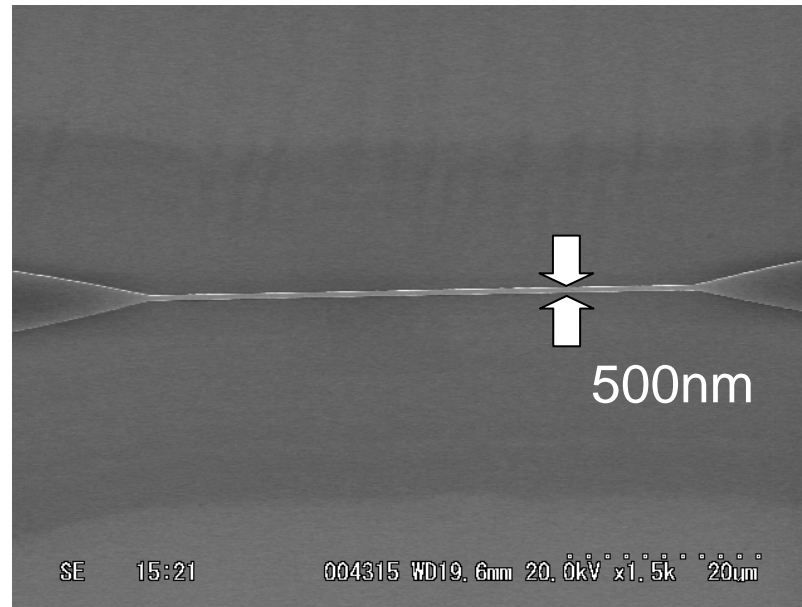
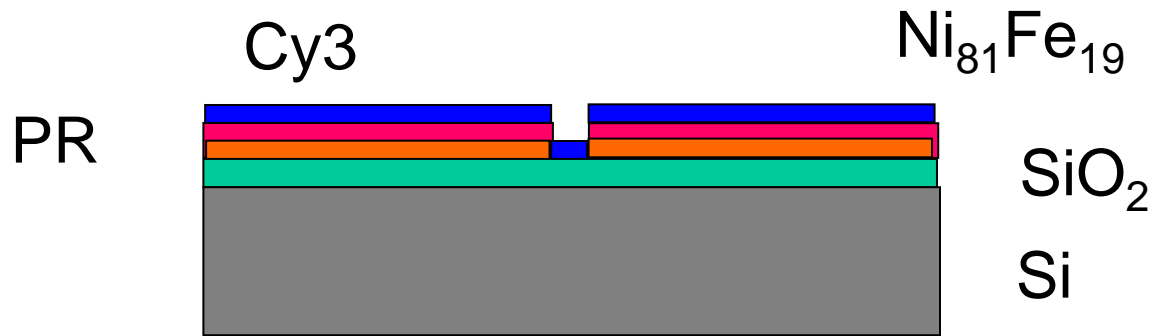


Cy3 蛍光分子修飾

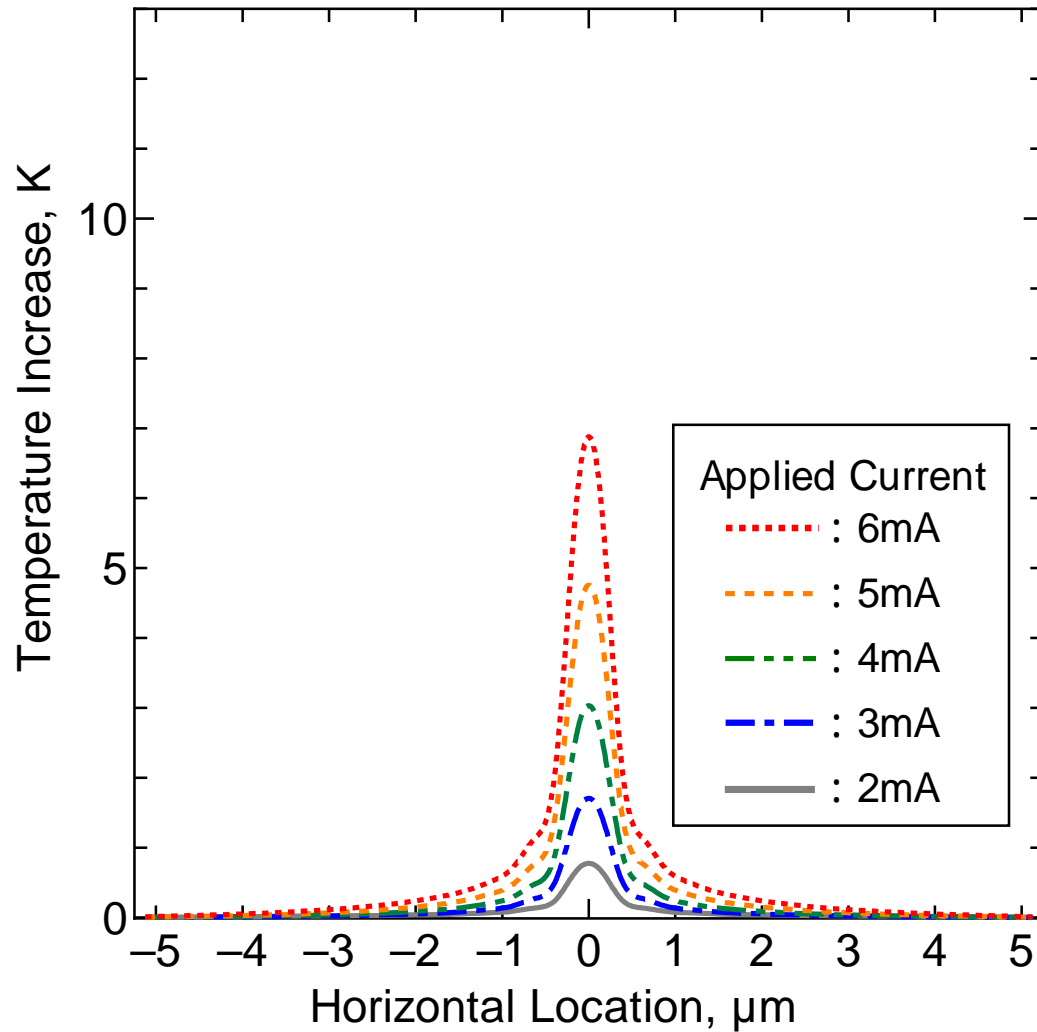
蛍光顕微鏡によるスペクトルと温度依存性の確認



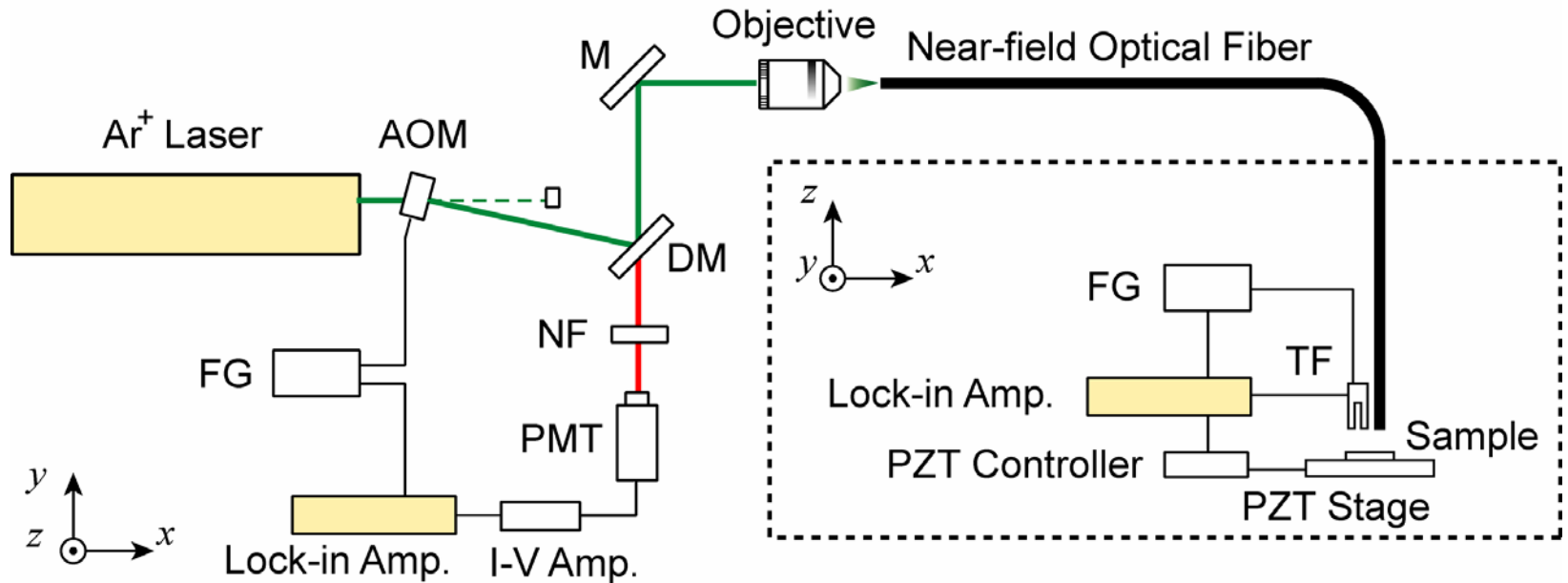
ナノヒーターの作成



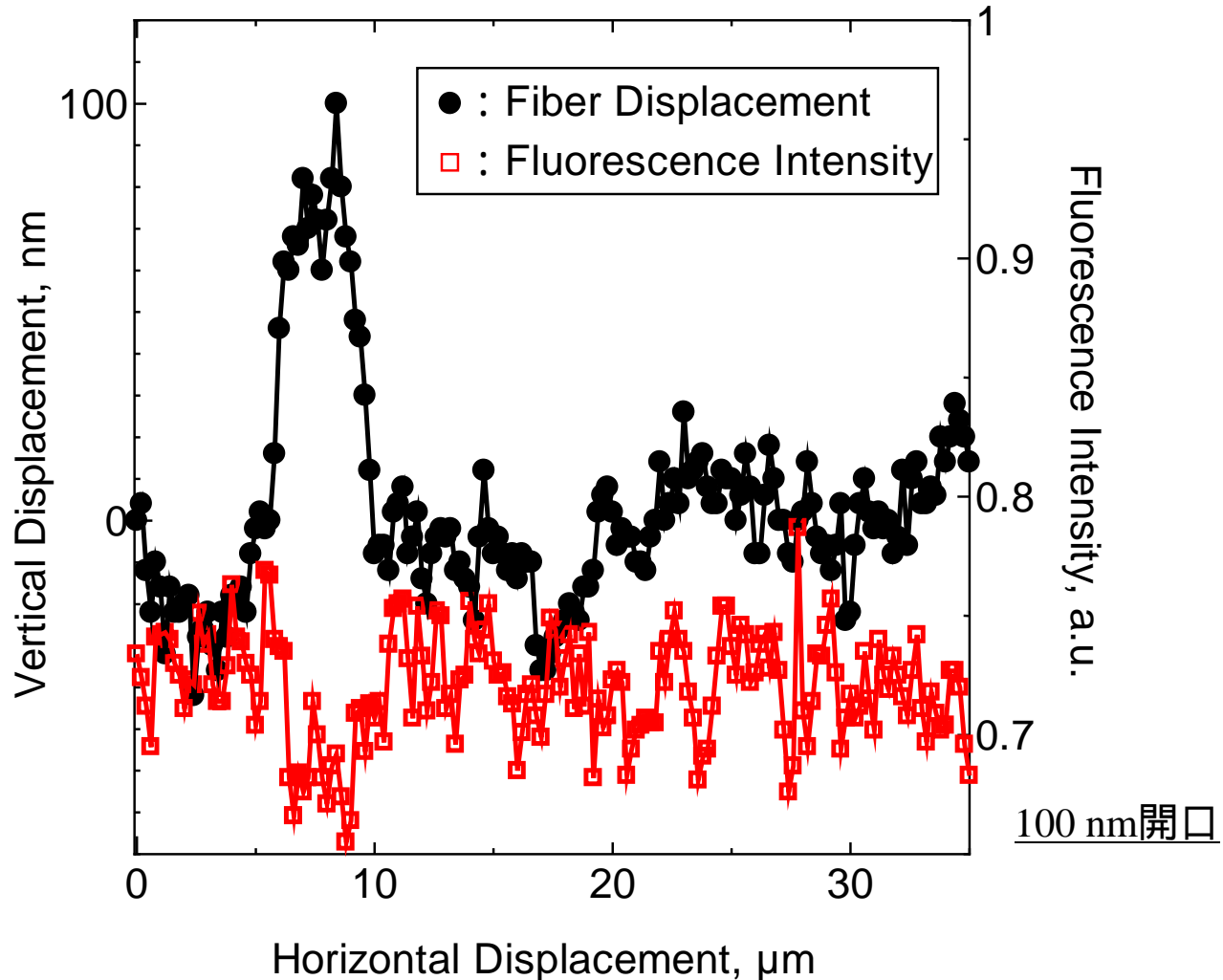
ナノヒーターの作成



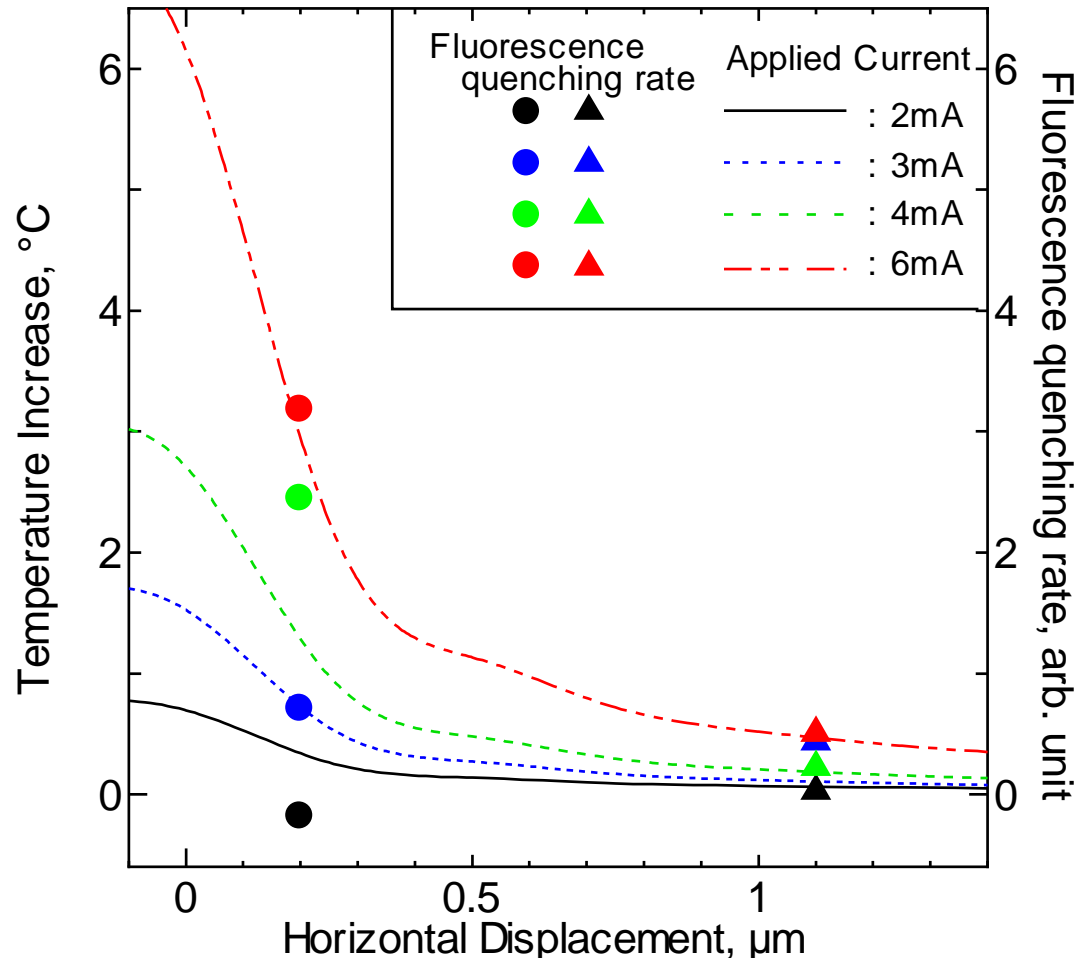
近接場蛍光を用いた温度計測



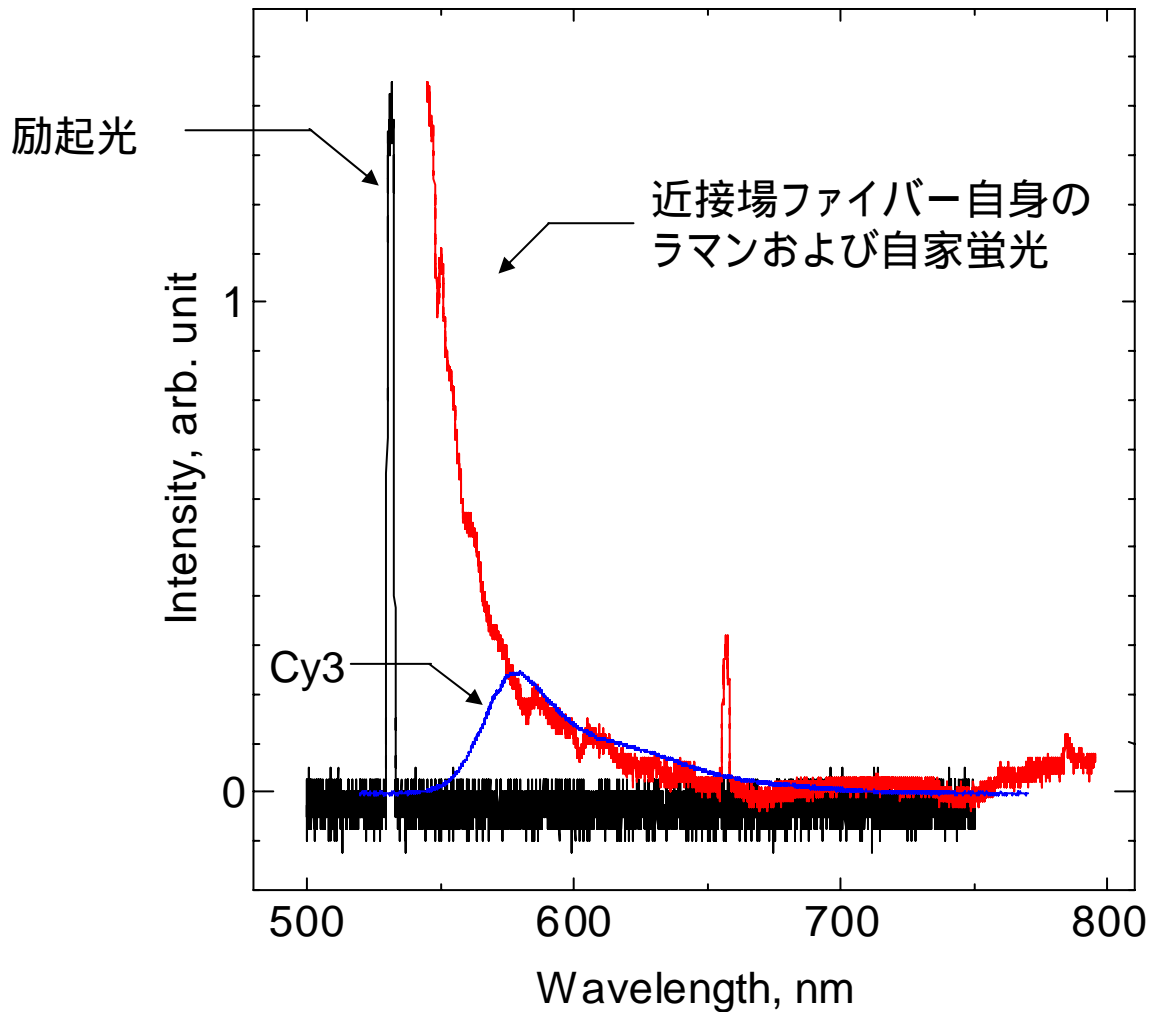
近接場蛍光を用いた温度計測



近接場蛍光を用いた温度計測



近接場蛍光測定におけるノイズ



総論

- In situ / In vivoで計測するためのマイクロ・ナノスケール温度、熱物性計測技術を新たに提案した。
- マイクロスケール熱物性計測法では、結晶構造の違いによる熱物性変化を in situ計測できることが示されたが、光の回折限界のためにその空間分解能は
マイクロメートルオーダーに留まる。
- ナノスケール熱物性計測法(Near-field Optics Thermal Nanoscopy: NOTN)を新しく提案し、装置を自作し、その高い空間分解能を実証した。
- 近接場光を用いて、試料の熱物性情報を含んだ、近接場信号を初めて検知することに成功した。
- 近接場蛍光および近接場蛍光寿命を用いた温度計測技術を開発した。
高いS/N比とコントラストを実現する新しい温度計測技術として材料分野やバイオ分野など幅広い応用が期待される。
- これらの近接場光学熱顕微技術はMEMS技術との融合により、更なる高付加価値化が可能となる。

