

目 录

- 1 适用范围
- 2 引用规格
- 3 术语及定义
- 4 原理
- 5 测量装置
 - 5.1 装置的构成例子
 - 5.2 测量装置的环境温度
 - 5.3 加热用的脉冲光发光装置
 - 5.4 测温用的激光发光装置
 - 5.5 接受光照装置
 - 5.6 温度应答测定回路
 - 5.7 记录装置
- 6 样本
 - 6.1 形状
 - 6.2 反射膜的成膜
- 7 测定步骤
 - 7.1 样本的膜厚
 - 7.2 环境温度
 - 7.3 温度变化的曲线
- 8 热扩散率的算出
- 9 报告书

附录 A（参考）用在测量温度用的激光发光装置上的连续光装置的构成案例

附录 B（参考）加热用的脉冲光分为2部分，一部分用于加热，另一部分用于作为测量温度用的脉冲光装置的构成案例。

附录 C（参考）用在测量温度用的激光发光装置上的脉冲光装置的构成案例

附录 D（参考）根据加热用的脉冲光的照射，样本温度上升的大致目标（大致标准）

附录 E（参考）加热用的脉冲光的脉冲幅度选择的大致目标（大致标准）

附录 F（参考）用于最小二乘法单层膜的温度应答的理论公式

附录 G（参考）标准物质

附录 H（规定）温度经历变化曲线倾向于负值的校正方法

附录 I（规定）根据使用金属反射膜时的面积热光散时间法得出热扩散率的算出方法

附录 J（参考）界面热阻的影响

前 言

这个规范是根据标准化法第12条第一项的规定，社团法人日本精细陶瓷协会，独立行政法人产业技术综合研究所以及财团法人日本规格协会，齐备工业标准草案之后应该提议制定日本工业规范，经过日本工业标准调查协会的审议，经济产业大臣制定了日本工业规范。

这个规范是受版权法保护的著作。

根据这个规格,因为可能会和下面的人拥有的专利权使用相符的可能，所以注意一下。

姓名：独立行政法人产业技术综合研究所

地址：千代田区霞关1巷3编码1号

1) 专利 第3252155号 “热反射系数法热扩散率的测定方法”

2) 专利公开 2007—279060 “热物质的性质测定方法”

上述拥有专利权的权力者，表明着由于没有差别并且合理的条件对任何人来说都有允许实施该专利权的意思。但是，对于与这个规范相关的专利权的权力者来说，以同样的条件可以作为其实施的条件。

按照这个规范，需要注意的是不一定意味着专利权的无偿公开。

这个规范的一部分会有和上面没有提到的专利权发生抵触的可能性。经济产业大臣以及日本工业标准调查会对于这些专利权的相关的认定不负责任。

另外，在这里“专利权等”，叫做专利权，申请公开后的专利申请或者实用新型专利权。

精细陶瓷薄膜热扩散率的测定方法— 脉冲光热反射法

Determination of thermal diffusivity of fine ceramic films
by pulsed light heating thermoreflectance method

1 适用范围

这个方法，适用于在透明的基板上，膜的厚度为100nm～数 μm 的均质的精细陶瓷膜在室温附近、膜厚方向的热扩散系数的测量方法，这个规格是根据脉冲光加热反射法规定的。

2 引用规格

接下来要说的规格，根据这个规格被引用的情况，构成这个规格规定的一部分。这些引用规格适应于最新版（包括追加事项）。

JIS B 0601 产品几何特性样式-表面性质和状况：轮廓曲线方法-术语，定义以及表面性质和状况参数

JIS B 0651 产品几何特性样式-表面性质和状况：轮廓曲线方法-触针式表面粗糙度测量机的特性

JIS C 1602 热电偶

JIS R 1600 精细陶瓷相关用语

JIS R 1611 根据精细陶瓷闪光法热扩散率，比热容量，热传导率的测定方法。

JIS R 1636 精细陶瓷薄膜膜厚的试验方法-触针式表面粗糙度计测定方法

3 术语及定义

这个规格下使用的主要术语及定义，除了根据 JIS R 1600及 JIS B 0601以外，也根据以下所示。

3.1 薄膜的背面

加热用的脉冲光波长，在透明的基板上形成了薄膜与基板接触面。

3.2 薄膜的表面

薄膜与空气的接触面。

3.3 温度变化曲线

如图1所示，根据脉冲光加热所标示的精密陶瓷薄膜的表面温度时间变化曲线。根据薄膜表面热反射系数的大小因为温度不同而有不同的性质得到，图1纵轴的温度单位是任意的。

3.4 环境温度

精细陶瓷薄膜或者它附近的温度。

3.5 最高上升温度 (ΔT_{max})

图1中温度变化曲线的最大值。

3.6 脉冲幅度 (τ_p)

激光脉冲光的输出功率时间变化曲线中最大值一半以上的输出功率能保持的时间。

3.7 照射直径

向精细陶瓷薄膜照射加热用的脉冲光及测温用的激光直径。光强度高斯分布的情况，用最大强度的 $1/e^2$ 的位置的包络线表示圆的直径。

3.8 触发信号

向温度应答测量回路传达加热用的脉冲光发光信号

3.9 脉冲照射时间原点 (t_0)

温度变化曲线上时间为0的点，加热用的脉冲光被样本照射的时间使之相对应。

3.10 半温升时间点 ($t_{1/2}$) (s)

温度变化曲线中脉冲照射时间从原点开始到最高温度上升 $\Delta T_{\max}$ 一半的时间。

3.11 热扩散的特征时间

根据厚度为 d 热扩散率为 a 的精细陶瓷薄膜的从背面开始到表面热量扩散的时间 $\tau = d^2/a$ 被定义的时间。

3.12 单位体积的热容量 ($J \cdot m^{-3}K^{-1}$)

体积为 $1m^3$ 的物体的温度使之上升1K所需的热量。

3.13 热反射系数

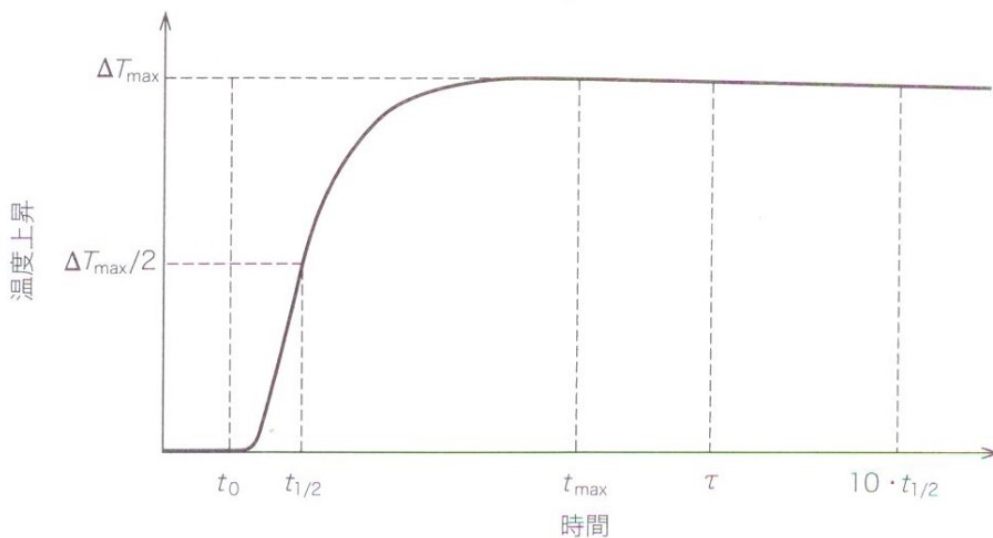
物质的反射率随着温度而产生变化效果的同时。以照射到对象物上的光的反射强度为基础可以用于观察对象物的温度变化。特别是，热电偶、放射温度计等平常不能测量出高速的温度变化温度测量装置为了测定有效。

3.14 标准薄膜

脉冲光加热热反射系数法原理装置的校正或者以进行测量值修正为目的，热扩散特性的时间被定义的薄膜。

4 原理

在薄膜的背面，与薄膜的膜厚相比较由于加热用的脉冲光照射面积比厚度大10倍，薄膜的背面脉冲被加热瞬间温度上升的背面开始向表面进行一维热扩散，最终薄膜的厚度方向分布均匀，薄膜表面的反射率根据被叫做热反射系数效果温度的变化，伴随着一丝变化。因此，被照射到薄膜表面测温用的激光光反射后光强度的测定，根据以脉冲加热被进行的时间为基准的记录，得到薄膜表面的温度变化曲线。从脉冲加热被进行开始到表面温度充分上升的时间，因为依赖于样本的膜厚以及热物性质，因此解析温度变化曲线能计算出精细陶瓷薄膜的膜厚方向的热扩散率。另外，加热薄膜表面那侧，也可测背面温度。



注記 横軸において $t_0=0$ であることに注意する。

図1ーパルス光加熱サーモリフレクタンス法によって測定される温度履歴曲線の例

附注：注意横軸上 $t_0=0$

图1 根据脉冲光加热热反射系数法被测定温度变化曲线的例子

5 測量装置

5.1 装置の構成例子

使用脉冲光加热热反射系数法原理装置的构成例子如图2所示。这个图所示的构成是最基本的东西，根据使用光源或者记录装置的种类能够采取复数的构成。关于构成的例子，可以参考附录 A，附录 B 以及附录 C 的记载。

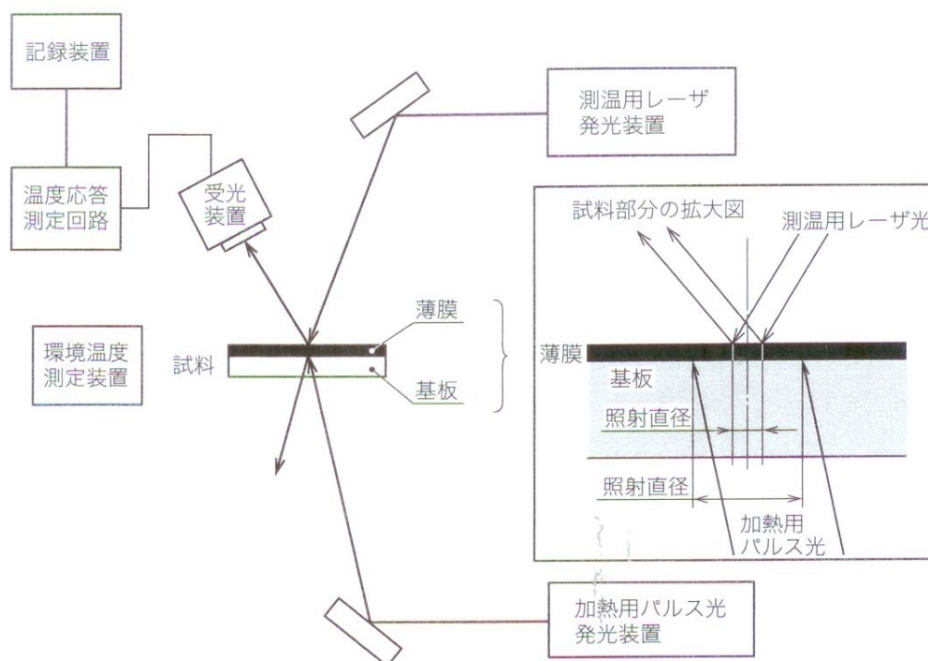


図2ーパルス光加熱サーモリフレクタンス法による測定装置の構成例

图2 脉冲光加热热反射系数法测定装置构成的例子

5.2 测定装置的环境温度

由热电偶以及测定其输出功率的测定器构成的装置。热电偶是使用安定的东西根据 JIS C 1602规定测定温度。另外，JIS C 1602中使用被规定以外的热电偶或者热电偶以外的温度计时，在报告书中要记明使用温度计的性能。

5.3 加热用的脉冲光发光装置

加热用的脉冲光发光装置是，因为薄膜背面的瞬间加热脉冲光发光，使用照后镜照射样本的装置。脉冲光成了反复发光的東西。要注意能够测定出温度变化曲线的长度是受反复发光加热用的脉冲光的脉冲间隔的限制的。脉冲幅度在5ns 以下最好，对样本的脉冲光的照射直径应该在 0.1 mm 到0.5 mm 的程度之间。对样本照射的脉冲光的平均输出功率以10 mW—100 mW 之间为大致标准。

在加热用的脉冲光薄膜表面的能量密度以 1×10^5 mW/cm²为大致标准，根据被测定的信号的强弱进行调整。以附录 D 为基础，能估算在照射区域内的样本温度的上升。

在附录 E 中能够对样本的热扩散率以及厚度进行测量的脉冲幅度选择的大致标准作为参考记下。

注：作为加热用的脉冲光的波长，有780nm 以及1064nm 被使用的例子。避开使用透过薄膜波长的加热用的脉冲光。以薄膜的吸收系数为基础最好选择加热用的脉冲光能量被充分吸收的波长。使用吸收系数的热扩散率的解析在 F.4上面使用被记载着解析式。（有限吸收厚度）

5.4 测温用的激光发光装置

测温用的激光发光装置使连续光或者脉冲光的激光光束发光。要使样本的照射直径比加热用的脉冲光的照射直径小。照射平均输出功率在 0.5 mW—3 mW 之间比较好。薄膜表面上测温用的激光的能量密度以 5×10^4 mW/cm² 为大致标准，前面叙述的平均输出功率优先比较好。

注 1：测温用的激光的平均输出功率太小的话，被测定的信号的强度会变小，需要注意的是噪音容易干扰信号。噪音能使温度变化曲线的累积程度改善。平均输出功率太高的话，因为根据反射后的光强度会有受光装置饱和的情况，所以需要注意一下。

受光装置持有感光度的波长同时，选择小的可以被无视的精细陶瓷薄膜的透过率并且温度系数大的波长。

注 2：以测温用的激光的波长为例，硝化钛波长在 780nm 左右可以得到良好的信号强度。此外，用金属膜作为反射膜的时候，钼，铂金及铝波长为 780nm 有测定的例子，金波长为 532nm 有测定的例子。

把脉冲光用作光源的时候，期望脉冲幅度在 5 ns 以下。除了准备测温用的激光发光装置作为独立的装置外，也能根据加热用的脉冲光发光装置的脉冲光光束分离器等来进行分割。根据测温光光源的选择方法来改变装置的构成，可以参考附录 A，附录 B，以及附录 C。

5.5 受光装置

为测定温度变化曲线,可以使用对测温用的光源的波长具有敏感度的光探测元件。例如,可以利用可见并拥有近红外线灵敏度硅光电二极管, InGaAs 光电二极管等等。

注:测温用的光源连续光的情况下,受光装置的应答性能在 200MHz 以上最好。使用脉冲光源作为测温用的情况下,就像在附录 B 以及附录 C 中那样,可以根据调制器与被加热用脉冲光加上的调制频率相对应的应答性能。

5.6 温度应答测定回路

根据测温用的激光发光装置的种类注意使用不同的装置。使用连续光作为测温用的激光的情况下,使用拥有200 MHz 以上的应答性的 AD 变换回路(附录 A)。使用脉冲光的情况下,应使用 lock-in 增幅器(附录 B 以及附录 C)。

5.7 记录装置

使用能够自动记录温度变化曲线的东西。

6 样本

6.1 形状

精细陶瓷薄膜的厚度在 100 nm 到数 μm 的范围内。在加热用的脉冲光的照射区域膜厚的波动期望在5 %以内。表面的算术平均值粗糙度在5 nmRa 以下最好。精细陶瓷薄膜两面被光学研磨,使用的激光在透明的基板上成膜。

注1 基板的形状从操作点开始一般情况下厚度是0.3毫米以上1.5毫米以下,面积约100mm²(约10mm×10mm)以上的尺寸最好。但是,要是测定装置相对应的话,不用按照上述的范围也行。

注2 在基板上,使用石英玻璃,各种光学用的玻璃等热传导率低的材料会更容易得到良好的结果。使用像硅,蓝宝石这样的热传导率高的基板时候,基板热逃散作为原因能够明显的观察到温度变化曲线的降温地区,可以用 F3上面记载的解析式最小二乘法进行解析。

6.2 反射膜的成膜

加热用的脉冲光精细陶瓷薄膜的透过率高或者是因为反射率的温度系数小而不能得到充分的热反射系数的时候,根据金属的反射膜制造细陶瓷薄膜夹挤的3层膜。反射膜中可以使用铝,钼等。反射膜的厚度在100nm 以上最好。这个时候在精细薄膜的两侧需要注意施加的反射膜是同样的材料,同样的膜厚以及同样的成膜条件。另外施加反射膜的情况下在加热用的脉冲光的照射区域膜厚的波动以及表面的算术平均粗糙度的指定是和6.1一样的。

7 测量步骤

7.1 样本的膜厚

样本的膜厚的测定步骤,如下所示。

a) 样本的膜厚 JIS B 0651规定使用触针式表面粗糙度测定机, JIS R 1636规定最好根据方

法来测定膜厚。另外，使用透过型的电子显微镜或者走查行的电子显微镜可以观察样本的断面和测定膜厚。

b) 反射膜的膜厚 反射膜的膜厚的计算方法以 7.1 a) 为基准，值得特别准备的是同等条件下已经成膜的单层反射膜，可以用它的膜厚值。

7.2 环境温度

测定时环境温度的测定是根据热电偶来进行的，测温接触点使接触样本或者贴近样本固定。

7.3 温度变化曲线

温度变化曲线的测定步骤，如下所示。

a) 测温用的激光光的调整 测温用的激光照射样本，把它的反射光引导到受光装置后，为了不超过受光装置的满刻度调整测温用的激光光的平均功率。

b) 加热用的脉冲光的照射 加热用的脉冲光向样本照射，为了被测温用的激光光的照射位置和薄膜部分相夹对应而调整对样本的照射位置。

c) 温度变化曲线的测定 根据温度应答测定回路，以加热用的脉冲光的照射时间为基准，测定温度变化曲线。温度变化曲线测定时间的范围是包括脉冲照射时间原点 t_0 前面的时间，并且最少要记录半温升时间的10倍以上为止（参照图1:10· $t_{1/2}$ ，）。能够记录温度变化曲线最长的时间范围是到加热用的脉冲光的脉冲间隔为止。

d) 噪音的减少 温度应答测定回路中得到较小的信号强度的时候，无法无视噪音的影响的情况下，根据复数回的温度变化曲线的测定估算下可以计划改善 S/N 比。

e) 测定的例子 图1所示根据脉冲光加热热反射系数法被测定的温度变化曲线。

f) 装置的校正 为确认装置的健全性，使用被评定的热扩散特征时间的标准物质比较好。附录 G 中记载着可能取得的标准物质情况。

8 热扩散率的计算

热扩散率是根据以下方法计算出来的。要确认一下脉冲照射时间原点 t_0 前的时间温度变化曲线有没有倾斜，如果观察到负的倾斜时，按照附录 H 规定的顺序修正算出倾斜前的

R 1689: 2011温度变化曲线。另外，对样本施加反射膜的时候，根据附录 I 算出热扩散率。

注：施加反射膜的时候，在反射膜和精细陶瓷薄膜的接触面存在的热抵抗的影响可以参照附录 J。

a) 半温升算法 测定断热条件下厚度为 d 的均质时，理想条件下可以根据 JIS R 1611 规定的公式算出热扩散率

$$\alpha = 0.1388 \times d^2 / t_{1/2} \quad (1)$$

在这， α ：热扩散率 ($\text{m}^2 \text{s}^{-1}$)

d ：样本的膜厚 (m)

$t_{1/2}$: 半温升时间 (s)

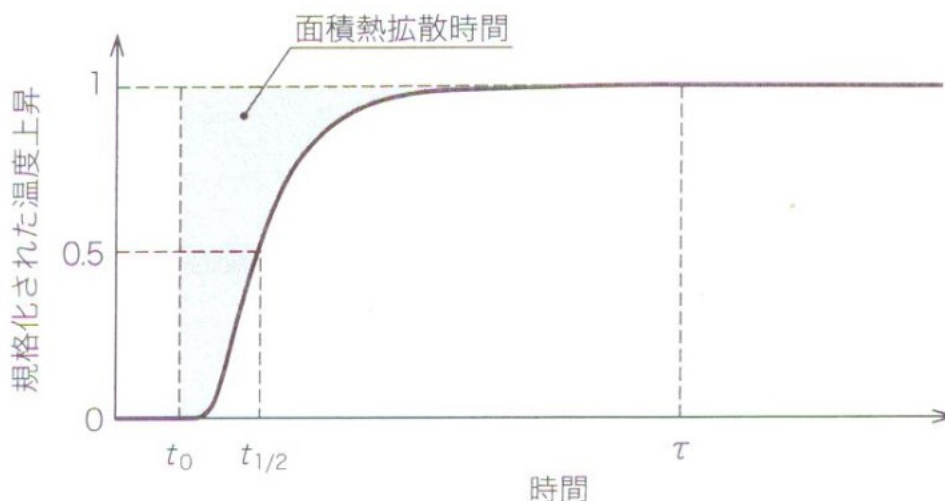
- b) **面积热扩散时间法** 如图3温度变化曲线的纵轴最小值为0, 最大值规格化为1, 求面积热扩散时间 A。这个时候, 根据公式 (2) 算出热扩散率。

$$\alpha = d^2/6A \quad (2)$$

这里, α : 热扩散率 (m^2s^{-1})

d : 样本的膜厚 (m)

A: 图3所示根据最高温度上升在被规格化的温度变化曲线上, 温度变化曲线, 最高温度上升值以及脉冲照射时间原点被包围的影线部的面积 (s)



注記 横軸において $t_0=0$ であることに注意する。

図3—温度上昇を規格化して表した温度履歴曲線及び面積熱拡散時間

注 要注意横軸上 $t_0=0$ の地方。

图3 规格化温度上升显示出的温度变化曲线和面积热扩散时间

- c) **最小二乘法** 根据已经被测定的温度变化曲线的数据 $T(t_i)$ 和温度变化曲线的理论公式 $f(t_i, \alpha)$ 的残差的二乘和 J 为使其最小可根据热扩散率公式 (3) 算出。

$$J = \sum_i [T(t_i) - f(t_i, \alpha)]^2 \quad (3)$$

这里, α : 热扩散率 (m^2s^{-1})

t : 时间

T : 温度的上升

$f(t_i, \alpha)$: 温度变化曲线的理论公式

J : 温度变化曲线的测定数据和理论公式的残差的二乘和

注记 可以使用被记载在附录 F 的理论公式。

9 报告书

报告书在以下的项目中有记载。

另外，关于在交接当事人之间得到的达成一致的不需要记载的项目,在报告书的中可以省略记载。

a) 规格号码（JIS R 1689）

b) 样本

- 1) 精细陶瓷薄膜和基板的种类
- 2) 精细陶瓷薄膜的膜厚
- 3) 是否使用反射膜，使用反射膜的场合和它的种类及膜厚

c) 测定条件

- 1) 环境温度，热电偶的种类，热电偶和样本的位置关系等
- 2) 加热用的脉冲光：激光的一般的名称（例如，脉冲 YAG 激光），对样本照射的平均输出功率（W）或者平均1脉冲的能量（J），脉冲幅度，波长以及脉冲的反复周波数
- 3) 测温激光 激光的一般名称，连续光或者脉冲光，对样本照射的平均输出功率或者平均1脉冲的能量（J），脉冲幅度和波长
- 4) 测定氛围
- 5) 进行反复测定而得到温度变化曲线的时候，它的估算次数

d) 热扩散率的计算方法

解析温度变化曲线算出热扩散率时用的计算方法

e) 测定结果

- 1) 测定值的表示（热扩散率，环境温度）
- 2) 测定数据（温度变化曲线）

f) 特别记载事项

其他，下面记载了一些特别记载。

- 1) 和这个规格规定不一致的事项或者交接当事人之间已经协定了的事项
- 2) 其他必要事项

附录 A（参考）

在测温用的激光发光装置上使用连续光装置的构成例子

A.1 装置的构成例子

在测温用的激光发光装置上使用连续光装置的构成例子，如图 A1所示。在温度应答测定回路上使用 AD 变换回路。并且，用半透明反射镜等提出加热用的脉冲光的一部分在触发器受光装置受光。根据触发器用的受光装置变换加热用的脉冲光的电气信号，这可以作为 AD 变换回路的触发器信号使用。触发器用的受光装置上可以使用光电二极管。

装置的时间分辨率依存于加热用的脉冲光的脉冲幅度，受光装置的应答时间，AD 变换回路的取样调查间隔以及周波数频带其中的一个最晚（最迟）的。比如，使用脉冲幅度2 ns 的加热用的脉冲光的时候，为了在脉冲幅度和同程度的时间情况下进行分辨率记录，AD 变换回路的取样调查间隔最好比脉冲幅度小。

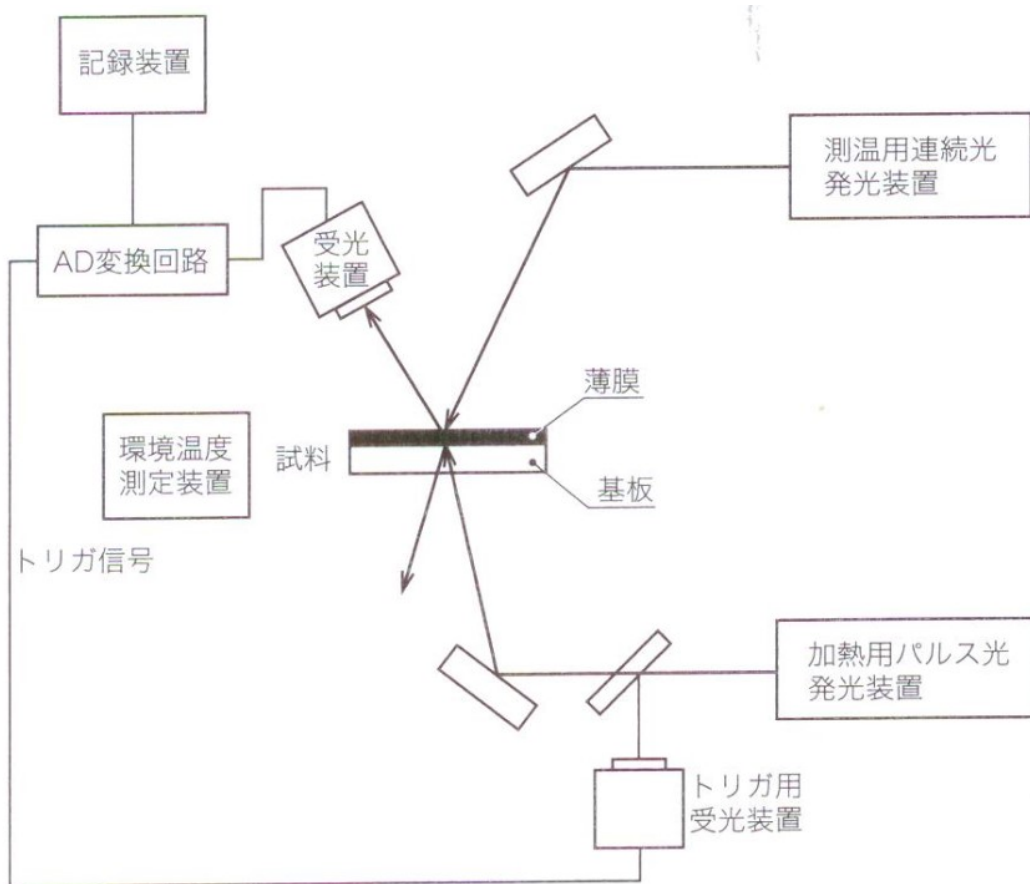


図 A.1ー連続光を測定用レーザに用いた場合の装置の構成例

图 A1 测定用的激光上使用连续光的装置的构成例子。

附录 B（参考）

加热用的脉冲光分为2部分，一部分用于加热， 另一部分用于作为测温用的脉冲光装置的构成例子

B.1 装置的构成例子

从1台脉冲光发光装置发出的光束用光束分离器分为2部分，一部分用作加热用的脉冲光，另一部分可以用做测温用的脉冲光。这种装置的构成例子如图 B.1所示。

分为两部分后的加热用脉冲光的光路如图 B1所示的那样加上延迟线。为了使测温用的脉冲光和加热用的脉冲光的光路的长度完全一致而已经构成的时候，应对应温度变化曲线的时间 t_0 。

如图 B1那样延迟线平行折回光学系的时候，光路的长度 Δx 缩短时的时刻的变化量 Δt ，光速为 c 时用公式(B.1)表示。

$$\Delta t = \Delta x / c \quad (B.1)$$

例如，使用拥有15厘米的移动距离的延迟线的时候，有可能使光路的长度 Δx 发生变化到延迟线移动距离2倍30CM。根据公式(B.1)记录大概1 ns 的时间幅度温度变化曲线变得有可能。在温度应答测定回路上使用 lock-in 放大器。

此外，在加热用的脉冲光上根据调制器加上调制频率的强度转调。在变调器上可以使用视觉斩波器,光音响调制元件,电光学调制元件等。变调周波数根据周波数发生器控制，加热用的脉冲光的重复周波数为使其成为大体1/100而进行调整。在受光装置上可以使用光电二极管，使应答性能与调制周波数相对应。

根据延迟线，加热用的脉冲光到达样本的时间作为起点控制测温用的脉冲光到达为止的时间间隔，记录装置作为这个时间间隔的温度变化曲线上的时间轴的情节变化。在纵轴温度上升值上，从 lock-in 放大器读取相位值或者振幅值哪一个都能用，但使用相位值的时候温度上升时的相位值变化幅度以最好不要超过15度为条件。如果超过了15度，可以根据变调器调低加变调周波数进行改善。

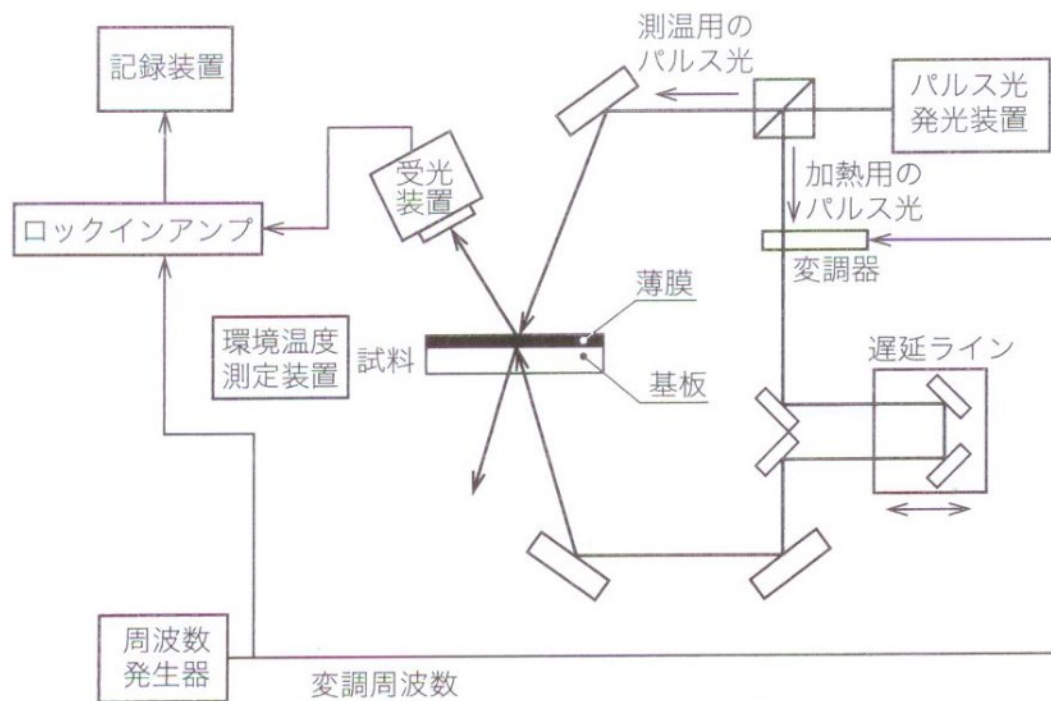


图 B.1 1台的使用脉冲光发光装置时装置的构成例子

附录 C (参考)

在测温用的激光发光装置上使用脉冲光装置的构成例子

C.1 裝置的構成例子

在测温用的激光发光装置上使用脉冲光装置的例子作为参考如图 c1所示。根据延迟控制装置固定测温用的脉冲光和加热用的脉冲光重复发光的周波数。在延迟控制装置上,例如可以使用同步的2台周波数发生器。根据延迟控制装置,加热用的脉冲光到达样本的时间作为起点控制测温脉冲光到达为止的时间间隔,记录装置作为这段时间的时间间隔温度变化曲线上时间轴的情节变化。变调器,周波数发生器,lock-in 放大器,受光装置必要的性能以及调整和附录 B 一样。

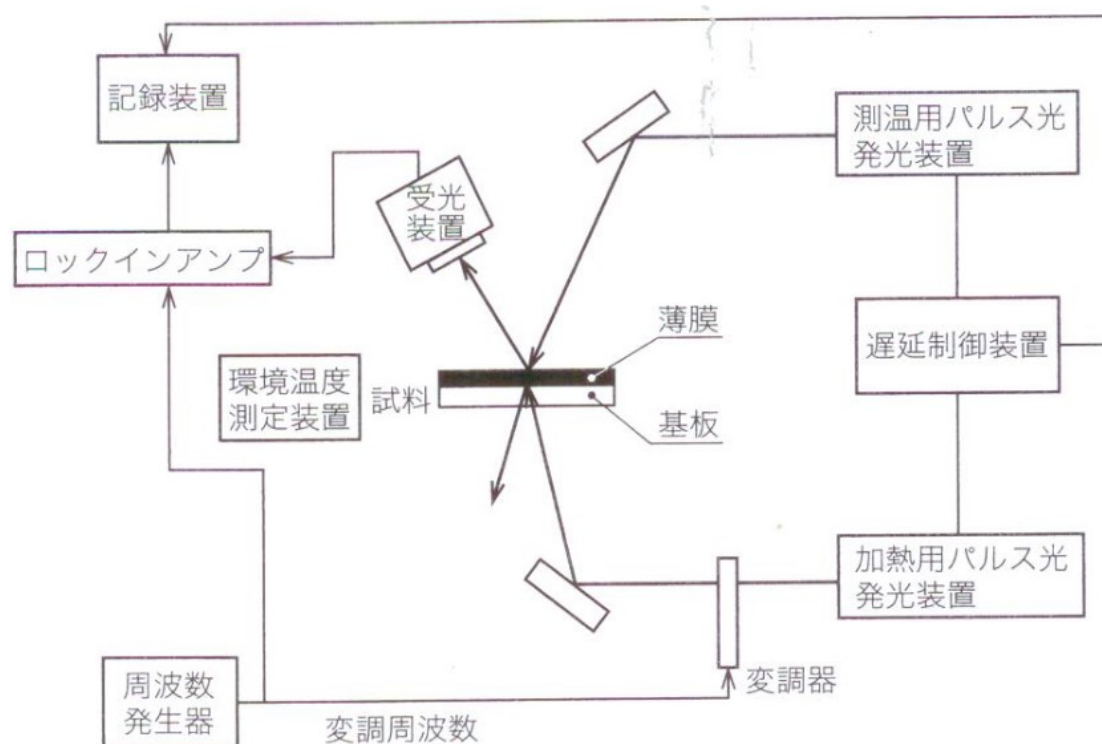


図 C.1—パルス光を測定用レーザに用いた場合の装置の構成例

图 C.1 在测定用的激光上使用脉冲光装置的例子

附录 D（参考）

根据加热用的脉冲光的照射 样本温度上升的大致标准

D.1 关于样本温度上升的大致标准

反复被照射的加热用的脉冲光，和它的平均输出功率相对应的照射连续光时的样本温度上升量 ΔT_{rise} 可根据公式(D.1)求出。

$$\Delta t_{rise} = \frac{Q}{2a\lambda\sqrt{\pi}} \quad (D.1)$$

这里，Q：被样本吸收的加热用的脉冲光的平均输出功率（W）

a：加热用的激光脉冲的照射半径（m）

λ ：基板的热传导率（W.m⁻¹K⁻¹）

附录 E（参考）

加热用的脉冲光的脉冲幅度选择的大致标准

E.1 脉冲幅度选择的大致标准

加热用的脉冲光的脉冲幅度 τ_p ，相比于精细陶瓷薄膜膜厚方向的热扩散的特性时间 τ 必须充分的短。对于半温升时间 $t_{1/2}$ 如果它是的脉冲幅度 1/10 以下的话，温度变化曲线根据脉冲加热可以同等的对待。表 E.1 中精细陶瓷薄膜的膜厚和热扩散率的组合来说，显示能适用的最大的脉冲幅度。

表 E.1—加热用パルス光のパルス幅 τ_p の選択の目安

ファインセラミックス 薄膜の膜厚 nm	ファインセラミックス薄膜の熱拡散率 m^2s^{-1}						
	1×10^{-4}	5×10^{-5}	1×10^{-5}	5×10^{-6}	1×10^{-6}	5×10^{-7}	1×10^{-7}
200	5.6×10^{-12}	1.1×10^{-11}	5.6×10^{-11}	1.1×10^{-10}	5.6×10^{-10}	1.1×10^{-9}	5.6×10^{-9}
250	8.7×10^{-12}	1.7×10^{-11}	8.7×10^{-11}	1.7×10^{-10}	8.7×10^{-10}	1.7×10^{-9}	8.7×10^{-9}
300	1.2×10^{-11}	2.5×10^{-11}	1.2×10^{-10}	2.5×10^{-10}	1.2×10^{-9}	2.5×10^{-9}	1.2×10^{-8}
350	1.7×10^{-11}	3.4×10^{-11}	1.7×10^{-10}	3.4×10^{-10}	1.7×10^{-9}	3.4×10^{-9}	1.7×10^{-8}
400	2.2×10^{-11}	4.4×10^{-11}	2.2×10^{-10}	4.4×10^{-10}	2.2×10^{-9}	4.4×10^{-9}	2.2×10^{-8}
450	2.8×10^{-11}	5.6×10^{-11}	2.8×10^{-10}	5.6×10^{-10}	2.8×10^{-9}	5.6×10^{-9}	2.8×10^{-8}
500	3.5×10^{-11}	6.9×10^{-11}	3.5×10^{-10}	6.9×10^{-10}	3.5×10^{-9}	6.9×10^{-9}	3.5×10^{-8}
550	4.2×10^{-11}	8.4×10^{-11}	4.2×10^{-10}	8.4×10^{-10}	4.2×10^{-9}	8.4×10^{-9}	4.2×10^{-8}
600	5.0×10^{-11}	1.0×10^{-10}	5.0×10^{-10}	1.0×10^{-9}	5.0×10^{-9}	1.0×10^{-8}	5.0×10^{-8}
650	5.9×10^{-11}	1.2×10^{-10}	5.9×10^{-10}	1.2×10^{-9}	5.9×10^{-9}	1.2×10^{-8}	5.9×10^{-8}
700	6.8×10^{-11}	1.4×10^{-10}	6.8×10^{-10}	1.4×10^{-9}	6.8×10^{-9}	1.4×10^{-8}	6.8×10^{-8}
750	7.8×10^{-11}	1.6×10^{-10}	7.8×10^{-10}	1.6×10^{-9}	7.8×10^{-9}	1.6×10^{-8}	7.8×10^{-8}
800	8.9×10^{-11}	1.8×10^{-10}	8.9×10^{-10}	1.8×10^{-9}	8.9×10^{-9}	1.8×10^{-8}	8.9×10^{-8}
850	1.0×10^{-10}	2.0×10^{-10}	1.0×10^{-9}	2.0×10^{-9}	1.0×10^{-8}	2.0×10^{-8}	1.0×10^{-7}
900	1.1×10^{-10}	2.2×10^{-10}	1.1×10^{-9}	2.2×10^{-9}	1.1×10^{-8}	2.2×10^{-8}	1.1×10^{-7}
950	1.3×10^{-10}	2.5×10^{-10}	1.3×10^{-9}	2.5×10^{-9}	1.3×10^{-8}	2.5×10^{-8}	1.3×10^{-7}
1 000	1.4×10^{-10}	2.8×10^{-10}	1.4×10^{-9}	2.8×10^{-9}	1.4×10^{-8}	2.8×10^{-8}	1.4×10^{-7}

注記 パルス幅 τ_p は、表中の数値より小さければよい。

表 E.1 加热用的脉冲光的脉冲幅度 τ_p 选择的大致标准

（精细陶瓷薄膜的膜厚 精细陶瓷薄膜的热扩散率 m^2s^{-1} ）

注 脉冲幅度 τ_p 如果比表中的数值小的话也行

附录 F（参考）

最小二乘法用的单层膜温度应答的理论公式

F.1 一般规定

根据一般最小二乘法有很多的方法计算出热扩散率的理论公式。这里，其中，精细陶瓷薄膜被看作从外界被隔热近似被引导出来的理论公式，更显示了从精细陶瓷薄膜和基板的 2 层模型中被引导出来的温度应答的理论公式以及 2 层模型中从精细陶瓷表面开始加热用的脉冲光渗透有限深度后向热变换的近似理论公式。根据这之外的方法算出热扩散率的时候，关于那种方法做出报告。

F.2 隔热单层膜的近似

在精细陶瓷薄膜的表面和基板之间的接触面作为绝热的边界条件，加热用脉冲光在和基板接触面上向被吸收的热转换时的温度响应的理论式，可以根据公式(F.1)和公式(F.2)求出。

$$T(t) = \Delta T_{\max} \left\{ 2 \sqrt{\frac{d^2}{\alpha \pi t}} \sum_{n=0}^{\infty} \exp \left[- \left(\frac{2n+1}{2} \right)^2 \frac{d^2}{\alpha t} \right] \right\} \quad \text{..... (F.1)}$$

$$T(t) = \Delta T_{\max} \left\{ 1 + 2 \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \exp \left[- (n\pi)^2 \frac{\alpha t}{d^2} \right] \right\} \quad \text{..... (F.2)}$$

这里， $T(t)$ ：脉冲加热后，延迟时间 t 经过时薄膜表面的温度上升

$\Delta T_{\max}$ ：隔热边界条件下最大温度上升

a ：热扩散率 ($\text{m}^2 \text{s}^{-1}$)

n ：整数

d ：样本的膜厚 (m)

公式(F.1)以及公式(F.2)是等价的。用哪一个都行。

F.3 薄膜以及基板的 2 层系模型

图 F.1 所示的薄膜以及基板的 2 层系模型中，和基板的接触面没有被隔热，并且基板的厚度能作为半无限远对待时，温度应答公式用下面的公式(F.3)求出。

$$T(t) = \frac{2}{(b_f + b_s) \sqrt{\pi t}} \sum_{n=0}^{\infty} \left[\gamma^n \exp \left(- \frac{(2n+1)^2 d^2}{4 \alpha t} \right) \right]$$

$$\gamma = \frac{b_f - b_s}{b_f + b_s}$$

这里， b_f ：精细陶瓷膜的热渗透率 ($\text{Jm}^{-2} \text{s}^{-0.5} \text{K}^{-1}$)

b_s ：基板的热渗透率 ($\text{Jm}^{-2} \text{s}^{-0.5} \text{K}^{-1}$)

F.4 薄膜及基板的 2 层系模式中，加热用脉冲光有限吸收深度考虑

薄膜以及基板的 2 层系模型中，在考虑加热用脉冲光的有限吸收深度薄膜及基板的 2 层

系模型中，加热激光脉冲进一步向薄膜照射时，考虑它的光能量依存于精细陶瓷薄膜的吸收系数一边衰减一边被吸收时，温度应答的理论公式根据下面的公式(F.4)求出。

$$T = \Delta T_{\max} \sum_{n=-\infty}^{\infty} \left\{ \gamma^{|n|} \exp \left(-\frac{(2n-1)^2 d^2}{4 \alpha t} \right) \exp \left[\left(\frac{2n-1}{2} \frac{d}{\sqrt{\alpha t}} + \varepsilon d \frac{\sqrt{\alpha t}}{d} \right)^2 \right] \times \operatorname{erfc} \left(\frac{2n-1}{2} \frac{d}{\sqrt{\alpha t}} + \varepsilon d \frac{\sqrt{\alpha t}}{d} \right) \right\}$$

..... (F.4)

这里， ε ：精细陶瓷薄膜的吸收系数

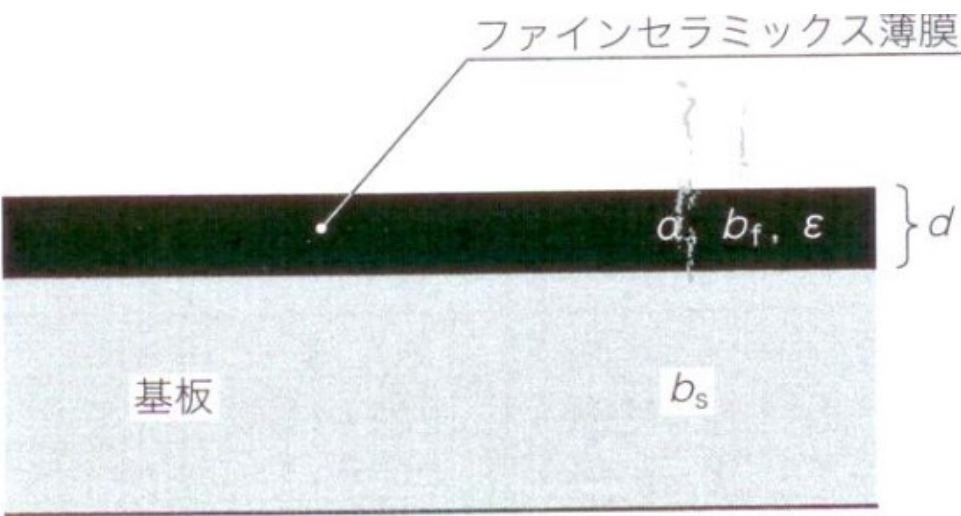


図 F.1－薄膜及び基板の2層系モデル

图 F.1 薄膜和基板的2层系模型

附录G（参考）

标准物质

G.1 标准物质

一般薄膜的热物性价值内部存在欠缺，因为非常小的结晶颗粒直径会受到很大的影响，所以同样组成的散货材料也有很多不同。特别是，需要注意的是组成，纯度，结晶构造以及温度下热物性价值决定不了的东西。因此，为确认测定装置，解析手法的健全性等，信赖度高的标准物质很重要。近年，膜厚方向的热扩散的特性时间被定价硝化钛薄膜〔RM 2〕〕有可能被 NMIJ¹⁾颁布。作为参考，被 NMIJ¹⁾颁布的标准薄膜的样式的摘录如下图所示。

号码：NMIJ RM 1301-a

材料：硝化钛（薄膜） 合成石英玻璃（基板）

样本的形状（薄膜部分）：9.5mm×9.5 mm×680 nm（膜厚为参考值）

样本的形状（基板部分）：10mm×10 mm×0.52 mm

使用温度：室温

注 1) NMIJ (National Metrology Institute of Japan) 被称作独立行政法人产业技术综合研究所计量标准综合中心

2) RM 是标准物质的省略。

附录H（规定）

温度变化曲线负倾向的补正方法

H.1 温度变化曲线的补正法

用脉冲光加热热反射系数法得到的温度变化曲线，根据加热用的脉冲光反复加热样本成为原因，薄膜几乎接近隔热理想的条件了，图 H1 中 A 表示的曲线那样，温度变化曲线整体为重叠的负倾向的形状。这表示像闪现法一样的单一的脉冲加热中温度变化曲线 B 本质的不同。这里样本的热扩散的特性时间是 τ ，加热用的脉冲光是 τ 的 10 倍的间隔下反复震动的条件。此外，各个温度变化曲线表示薄膜与基板的热渗透率的比为 9:1。由于重复脉冲加热的影响加热用的脉冲光的发光时间间隔，薄膜的热扩散的特性时间 τ 很长使之变小。但是，图 H 1 所示的那样温度变化曲线负倾向明显的时候，根据如下所示的步骤最好进行温度变化曲线的补正。

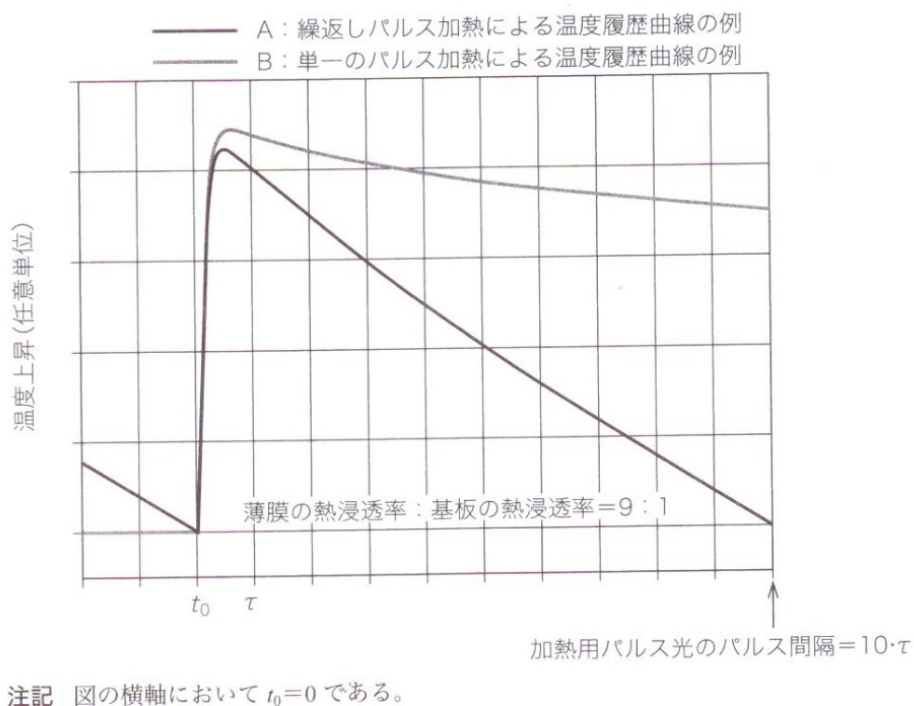


図 H.1—単一のパルス加熱で得られる温度履歴曲線と繰返しパルス加熱とで得られる温度履歴曲線の違い

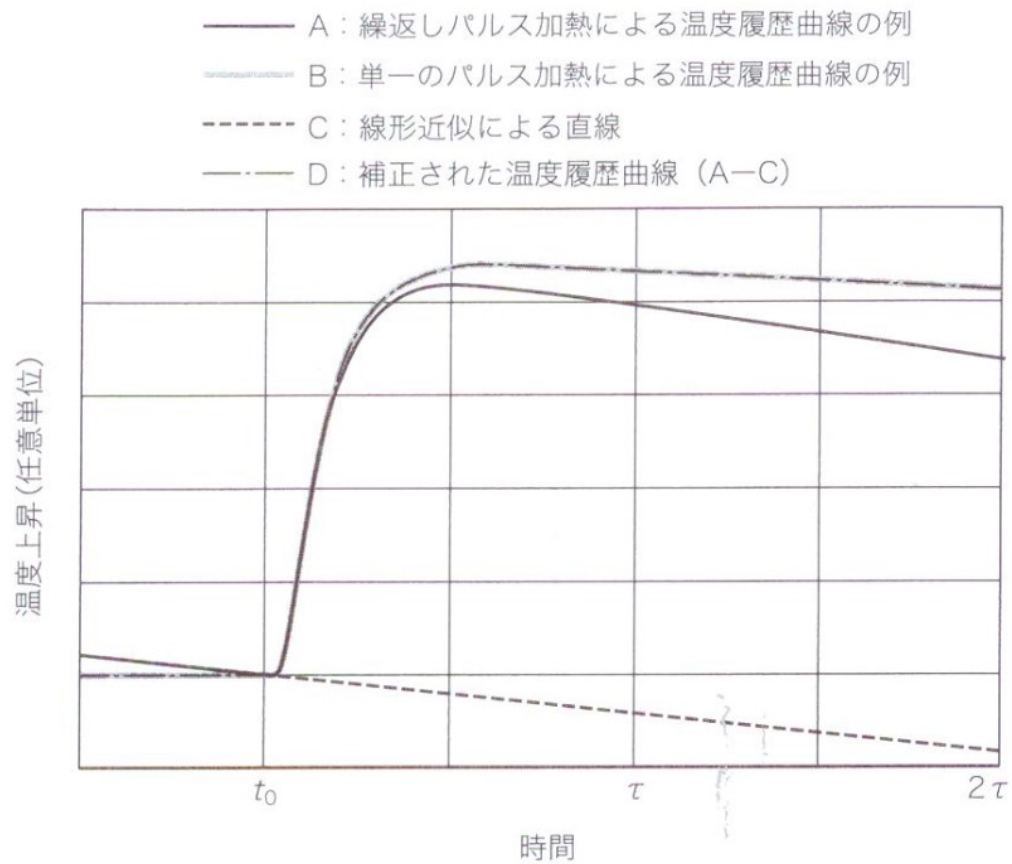
注 图中的横轴上 $t_0=0$

图 H1 单一的脉冲加热下得到的温度变化曲线和重复脉冲加热下得到的温度变化曲线的不同

这里，以图 H2 为基准说明温度变化曲线的修正步骤。

- 图 H 2 所示的关于重复脉冲加热温度变化曲线 A，使用 t_0 负的时间那侧的温度变化曲线部分进行线性近似。根据线性近似可以得到的直线用图 H2 的直线 C 来表示，
 - 从温度变化曲线 A 减去直线 C 的情况下得到了被补正得温度变化曲线 D。
- 另外，曲线 B 在图 H 1 中显示了单一的脉冲加热温度变化曲线 B。被修正的温度变化曲线

D 可以作为条目 8 使用（热扩散率的计算）



注記 図の横軸において $t_0=0$ である。

図 H.2－温度履歴曲線の補正方法

注 図横軸上的 $t_0=0$

图 H.2 温度变化曲线的修正方法

附录 I（规定）

施加金属反射膜时的面积热扩散时间法热扩散率的计算方法

I.1 热扩散率的计算方法

对于加热用的脉冲光精细陶瓷薄膜透过率高时，因为反射率的温度系数小而不能得到充分的热反射系数时，根据金属的反射膜制造细陶瓷薄膜夹挤的3层膜。反射膜厚度100nm以上最好，材料可以使用铝和钼等。这个时候，要注意在精细陶瓷薄膜上施加的反射膜，两侧都要是同样的材料，膜厚，成膜条件。像这样，关于在反射膜两侧施加的精细陶瓷薄膜（图 I1），记下使用面积热扩散时间法算出热扩散率的方法。包括反射膜的3层膜在和基板接触面上隔热的边界条件下，面积热扩散时间A被公式（I 1）表示。

$$A = \frac{\left(\frac{4}{3} C_m d_m + C_f d_f \right) \tau_m + \left(\frac{(C_m d_m)^2}{C_f d_f} + C_m d_m + \frac{1}{6} C_f d_f \right) \tau_f}{2 C_m d_m + C_f d_f} \quad (\text{I. 1})$$

这里， C_f ：精细陶瓷薄膜的单位面积平均热容量（Jm⁻² K⁻¹）

d_f ：精细陶瓷的膜厚（m）

τ_f ：精细陶瓷薄膜热扩散的特征时间（s）

C_m ：反射膜的单位体积平均的热容（Jm⁻³ K⁻¹）

d_m ：反射膜的膜厚（m）

τ_m ：反射膜的热扩散的特性时间（s）

式(I. 1)可以求出精细陶瓷膜的热扩散特征时间 τ_f ，然后根据公式(I. 2)求出其热扩散率 α 。

$$\alpha = d_f^2 / \tau_f \quad (\text{I. 2})$$

注 单位体积平均热容量是根据同样构成的文献值或者测定等决定的。

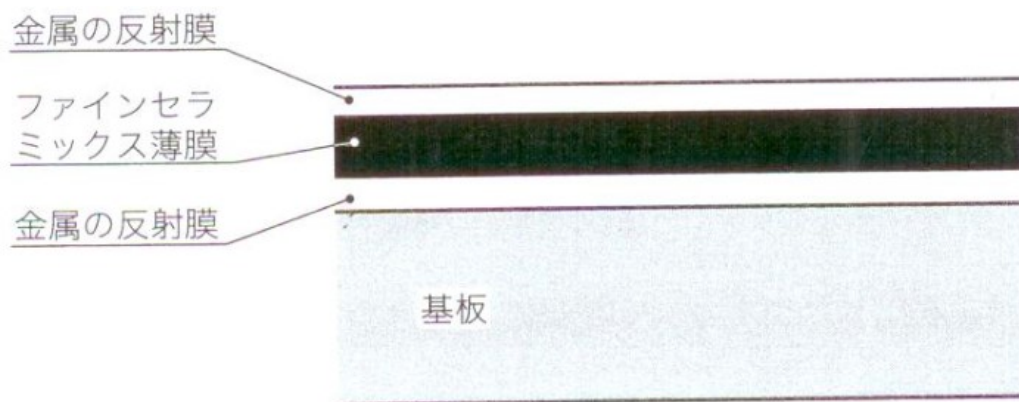


図 I.1－金属の反射膜を両側に施したファインセラミックス薄膜の例

图 I. 1 在金属的反射膜两侧施加精细陶瓷薄膜的案例

附录 J（参考）

界面热阻的影响

J.1 界面阻力的影响

附录 I 所示制作样本两侧金属反射膜夹挤的3层膜，在反射膜和样本之间的界面存在热阻 R 时，公式（J1）能给与面积热扩散时间。

$$A = \frac{\left(\frac{4}{3} C_m d_m + C_f d_f \right) \tau_m + \left(\frac{(C_m d_m)^2}{C_f d_f} + C_m d_m + \frac{1}{6} C_f d_f \right) \tau_f}{2 C_m d_m + C_f d_f} + 2 R C_m d_m \frac{C_m d_m + C_f d_f}{2 C_m d_m + C_f d_f} \quad \text{..... (J.1)}$$

因此无视界面热阻力的时候，面积热扩散时间 A 根据热阻力公式 (J. 1) 中的第二项数值增加。图 J1中，考虑 SiO₂薄膜作为样本，作为反射施加膜厚度为100 nm 的钼薄膜作为 3 层膜时，公式(J. 1)第二项表示在面积热扩散时间 A 中所占的比例。图 J 1 的横轴是 SiO₂薄膜的膜厚。在图中，二氧化硅和钼的界面热阻力 R ，分别是 10^{-10} 、 10^{-9} 以及 $10^{-8} \text{ m}^2 \text{KW}^{-1}$ 时所表示的图表。在 1) 中被报告陶瓷和金属的界面的热阻力大约 $10^{-9} \text{ m}^2 \text{KW}^{-1}$ 的排序，二氧化硅薄膜的膜厚在100 nm 以上时可以大体忽略界面热阻力的影响。但是，施加反射膜时，要注意别污染了界面。

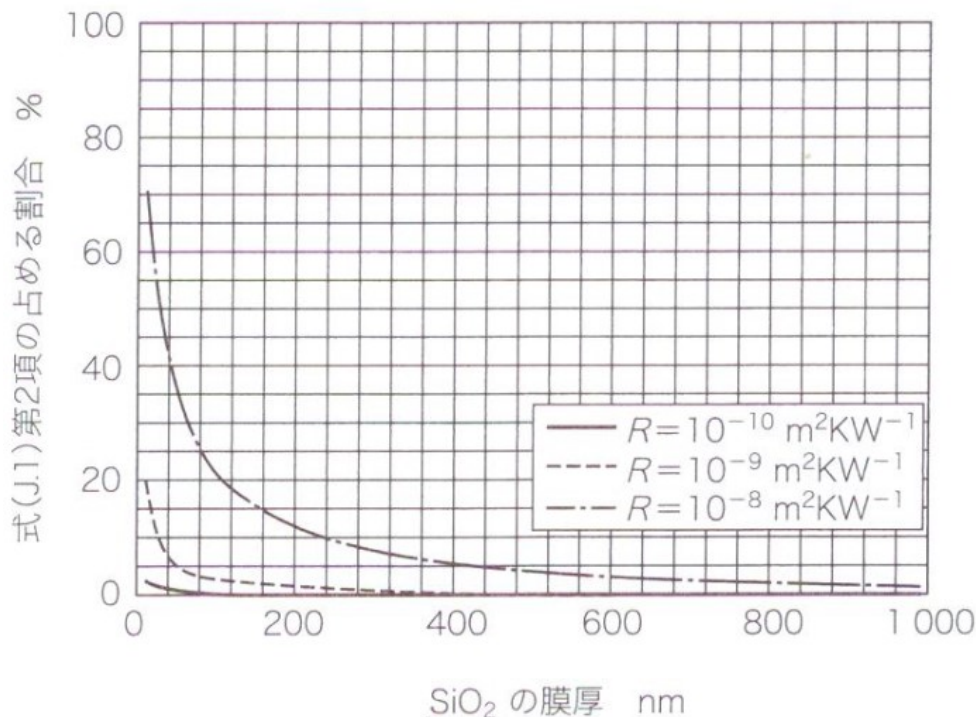


図 J.1—SiO₂ 薄膜における式(J.1)の第 2 項の割合

图 J.1—SiO₂薄膜中公式(J.1)的第二项的比例

注 1) 关于界面热阻详细的讨论可以参照 E. T. Swartz and R. O. Pohl, “Thermal boundary resistance”, Reviews of Modern Physics, vol. 61, No. 3, (1989), pp 605-668