

Bayerisches Zentrum für  
Angewandte Energieforschung e.V.

# $3\omega$ Messung an dünnen Schichten – Eine Unsicherheitsanalyse

**S. Rausch**

AK – Thermophysik, Graz 2012

MIT SONNE UND VERSTAND.

© ZAE Bayern



**ZAE BAYERN**

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

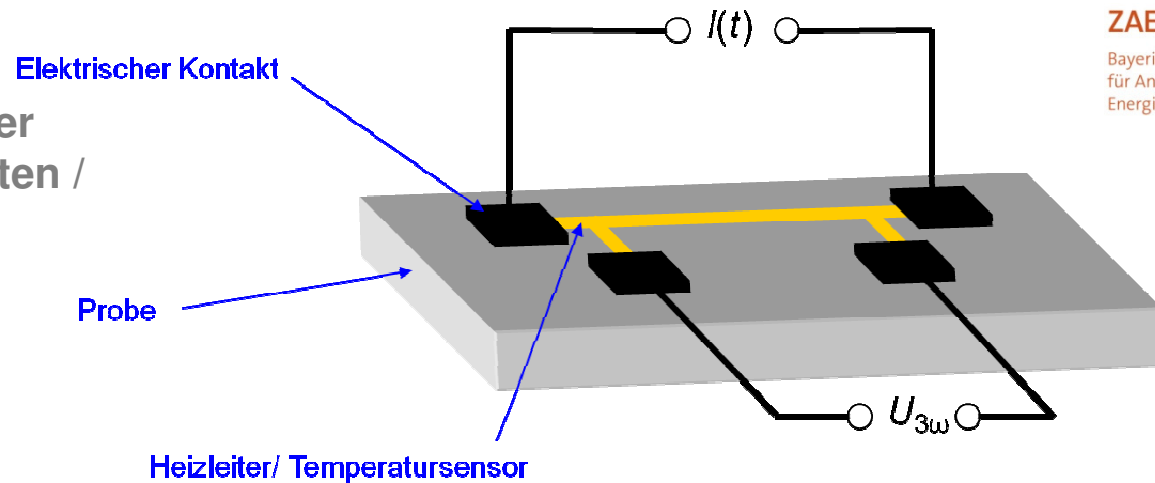


ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

## 3 $\omega$ METHODE - PRINZIP

Messverfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit dünner Schichten / Schichtsysteme und Bulkmaterial



### Messprinzip:

- Aufbringen eines Heizleiters / Temperatursensors auf die Oberfläche der Probe
  - Anregung mit einer Wechselspannung  $U(\omega)$  (Frequenzbereich 1-20000Hz)
  - Generation von Joulscher Wärme und damit einer Temperaturoszillation an der Oberfläche
  - Detektion einer Wechselspannung mit dem dreifachen der Anregungsfrequenz  $U(3\omega)$
- $U(3\omega)$  - Spannung ist ein Maß für die thermischen Eigenschaften der Probe
- Aus  $U(3\omega)$  – Spannung wird die Temperaturoszillation  $\Delta T$  des Heizers berechnet
- **Aus  $\Delta T$  wird über die Theorie der Wärmeleitung die Wärmeleitfähigkeit bestimmt**

# LÖSUNG DER WÄRMELEITUNGSGLEICHUNG



ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

Lösung für ein Mehrschichtsystem:

$$\Delta T = \frac{-P}{l\pi\lambda_1} \int_0^\infty \frac{1}{A_1 B_1} \frac{\sin^2(kb)}{(kb)^2} dk$$

$$A_{j-1} = \frac{A_j \frac{\lambda_j B_j}{\lambda_{j-1} B_{j-1}} - \tanh(\phi_{j-1})}{1 - A_j \frac{\lambda_j B_j}{\lambda_{j-1} B_{j-1}} \tanh(\phi_{j-1})}$$

$$B_j = \sqrt{k^2 + \frac{i2\omega}{a_j}}$$

$$\phi_j = B_j d_j \quad \text{mit } j = 1 \dots n$$

Auswertung der Messung:

Numerischer Fit der Lösung  
an die Messkurve

**Bekannte Eingangsgrößen:**

P: Leistung

l: Heizleiterlänge

b: Heizleiterbreite

d: Schichtdicke

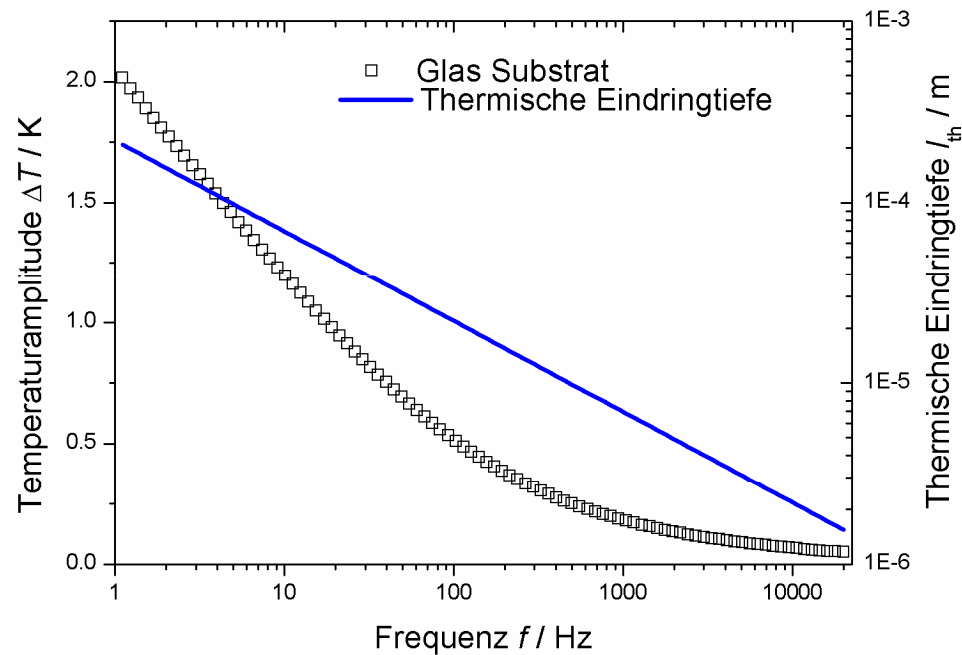
**2 Fitparameter:**

$\lambda$ : Wärmeleitfähigkeit

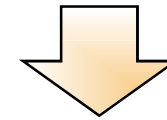
a: Temperaturleitfähigkeit

# 3 $\omega$ METHODE - AUSWERTUNG

## Beispiel einer 3 $\omega$ Messung und Auswertung an Glas



- Messen  $U(3\omega)$
- Berechnen der Temperaturamplitude  $\Delta T$
- Fit der exakten Lösung an die Messkurve



$\lambda$ : Wärmeleitfähigkeit  
 $a$ : Temperaturleitfähigkeit

Frequenzabhängige thermische Eindringtiefe  $l_{th}$  dient zur Abschätzung des bei der Messung direkt erfassbaren Bereiche der Probe



ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

## 3 $\omega$ METHODE AN DÜNNEN SCHICHTEN

### Betrachtetes System: Schicht auf Substrat

Voraussetzung: Thermische Parameter Substrat bekannt / separat gemessen

Wegen des technisch bedingten, eingeschränkten Frequenzbereichs bei der Messung kann die Schicht oft nur als thermischer Widerstand mitbestimmt werden:

$$\frac{d_f}{\lambda_{\text{eff}}} = \frac{d_f}{\lambda_f} + R_{\text{th}}$$

$\lambda_{\text{eff}}$ : effektive Wärmeleitfähigkeit, Fitparameter

$\lambda_f$  : Wärmeleitfähigkeit des Materials

$R_{\text{th}}$  : Thermischer Übergangswiderstand

$d_f$  : Schichtdicke

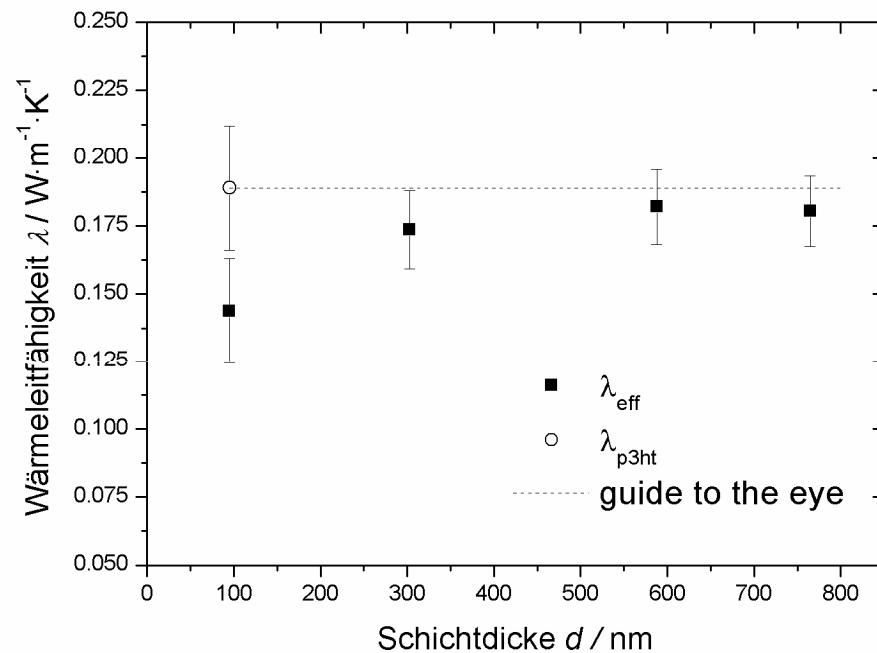
→  $R_{\text{th}}$  muss bekannt sein / bestimmt werden um  $\lambda_f$  zu ermitteln

→ Alles Andere ist als Systemparameter bzw. effektive Wärmeleitfähigkeit zu betrachten



## BEISPIEL: MESSUNG AN P3HT SCHICHTEN

### P3HT: organischer p-Halbleiter für organische Photovoltaik



Rausch et. al., DOI: 10.1007\_s10765-012-1174-4

### Ergebnisse:

$$R_{\text{th}} = (1.54 \pm 0.18) 10^{-7} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$$

$$\lambda_{\text{p3ht}} = (0.189 \pm 0.023) \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$$

Vergleich Fitergebnis  $\lambda_{\text{eff}}$  mit  
korrigierten Wert  $\lambda_{\text{P3HT}}$  ( $d_f = 90\text{nm}$ ):

Abweichung  $\sim 24\%$

→ **Genauere Kenntnis des thermischen Übergangswiderstands wichtig**



ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

## EINFLUSS DER EINGANGSGRÖßEN AUF DAS FITERGEBNIS

Fragestellung: Welchen Einfluss haben die Unsicherheiten der Eingangsgrößen auf das Fitergebnis?

- Betrachtung für Heizleiterbreite  $b$  und Schichtdicke  $d_f$
- Schicht auf Substrat mit unterschiedlichen Materialsystemen und Schichtdicken

Definiere Aspektverhältnisse für:

Wärmeleitfähigkeit

$$\Lambda_\lambda = \frac{\lambda_2}{\lambda_1}$$

Temperaturleitfähigkeit

$$\Lambda_a = \frac{a_2}{a_1}$$

Index:

1: Schicht

2: Substrat

Vorgehen:

- Erstellen einer theoretischen Messkurve mit „korrekten“ Parametern
- Fit mit variierten Eingangsgrößen

## MATERIALKOMBINATIONEN / PARAMETER



**ZAE BAYERN**  
Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

Schicht	$\lambda$ [Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]	a [mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ]	Substrat	$\lambda$ [Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]	a [mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ]	$\Lambda_\lambda$	$\Lambda_a$
Polymer	0.2	0.1	SiO <sub>2</sub>	1.2	0.5	<b>6</b>	<b>5</b>
MgO	11.0	5.5	Silizium	148.0	78.0	<b>13</b>	<b>14</b>
Polymer	0.2	0.1	MgO	11.0	5.5	<b>55</b>	<b>55</b>
SiO <sub>2</sub>	1.2	0.5	Silizium	148.0	78.0	<b>123</b>	<b>148</b>
Polymer	0.2	0.1	Silizium	148.0	78.0	<b>740</b>	<b>780</b>

Festgehaltene Parameter:

P : 0,03W

l : 0,01m

Variierte Parameter:

b : 60µm

d<sub>f</sub> : 10µm (1µm, 300nm)

Relative Unsicherheit:

± 20%

± 20%



# VARIATION DER HEIZLEITERBREITE $b$

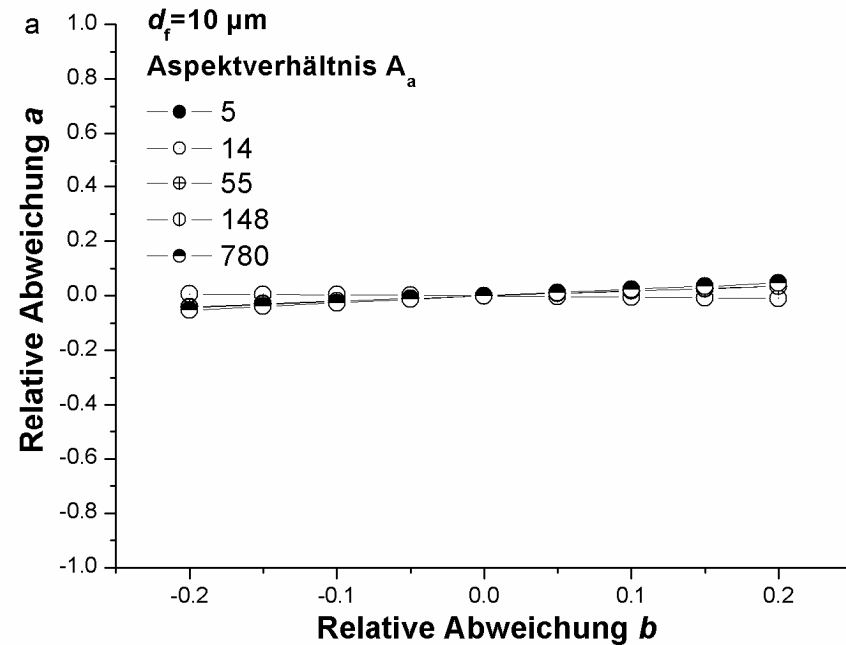
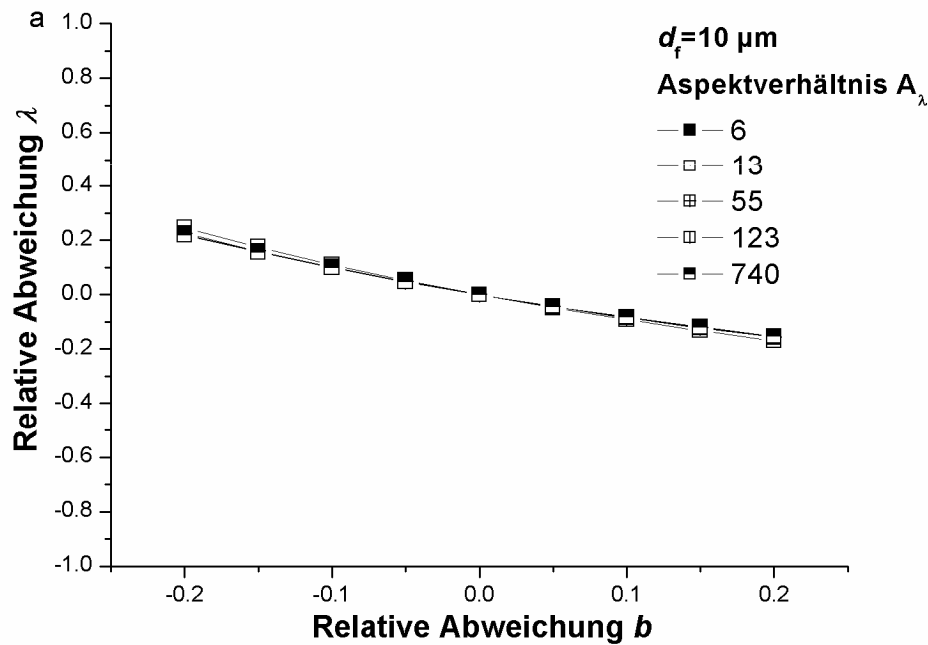
Schichtdicke  $d_f = 10\mu\text{m}$



ZAE BAYERN  
Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



# VARIATION DER HEIZLEITERBREITE $b$

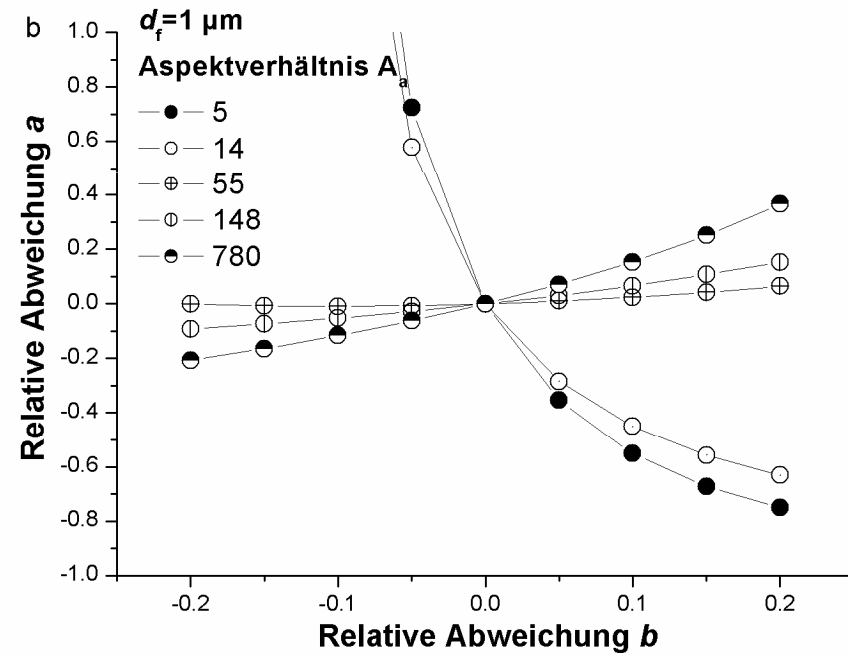
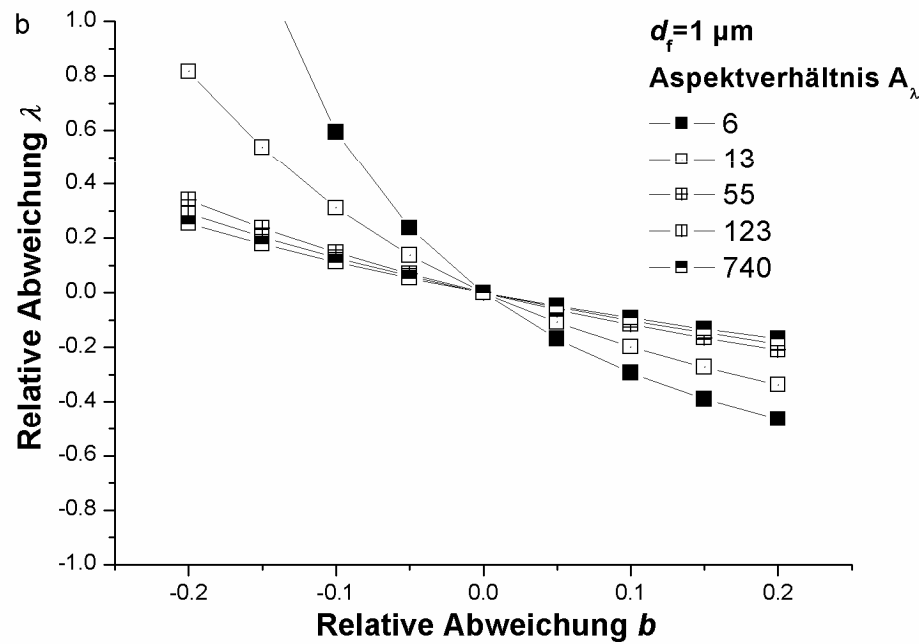
Schichtdicke  $d_f = 1 \mu\text{m}$



**ZAE BAYERN**  
Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



# VARIATION DER HEIZLEITERBREITE $b$

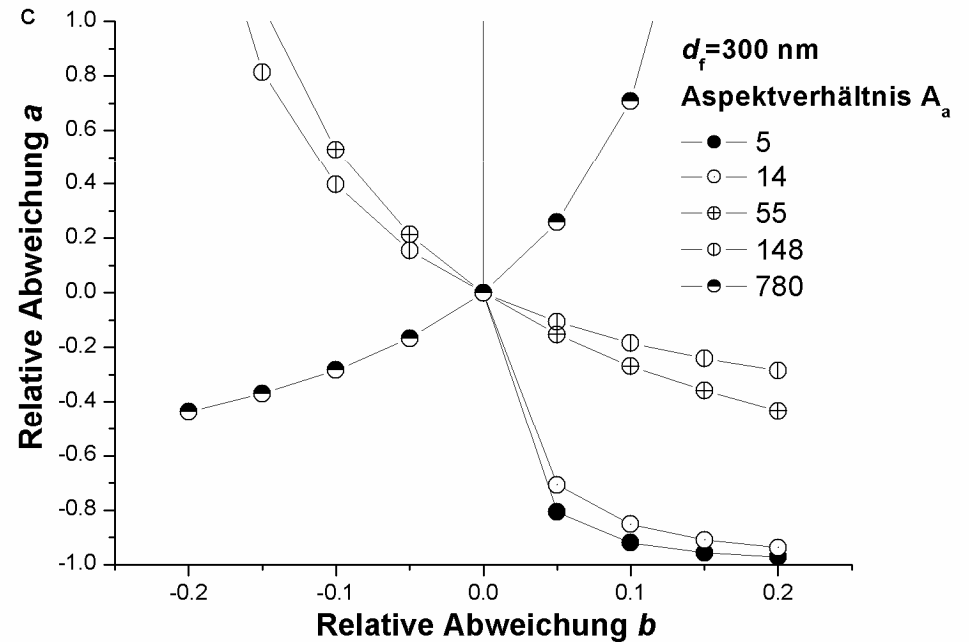
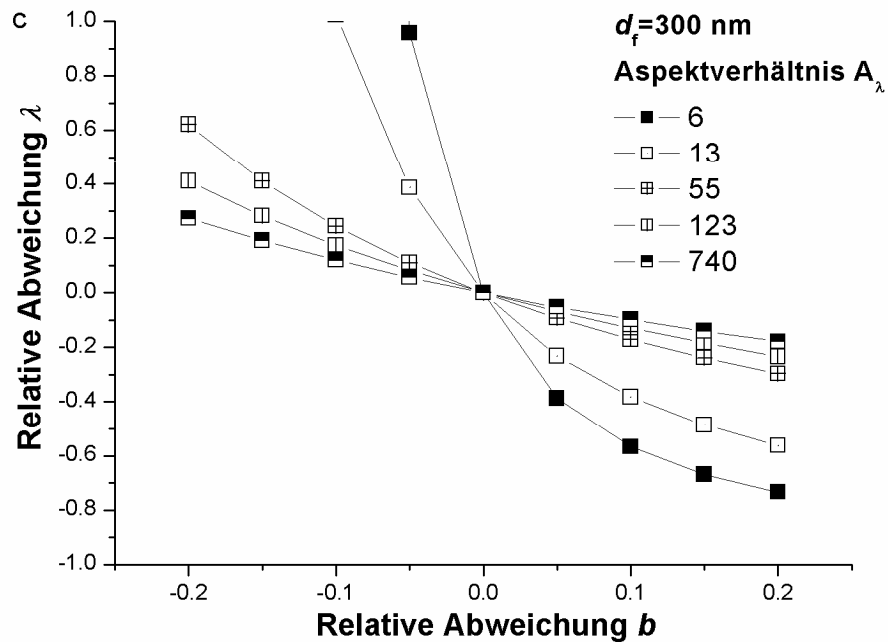
Schichtdicke  $d_f = 300\text{nm}$



**ZAE BAYERN**  
Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



# VARIATION DER SCHICHTDICKE $d_f$

Schichtdicke  $d_f = 10\mu\text{m}$

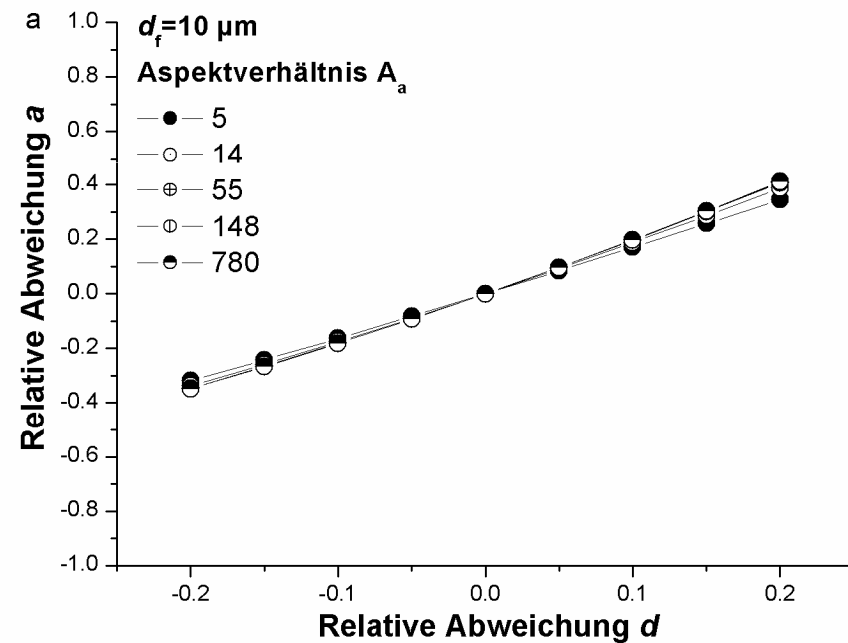
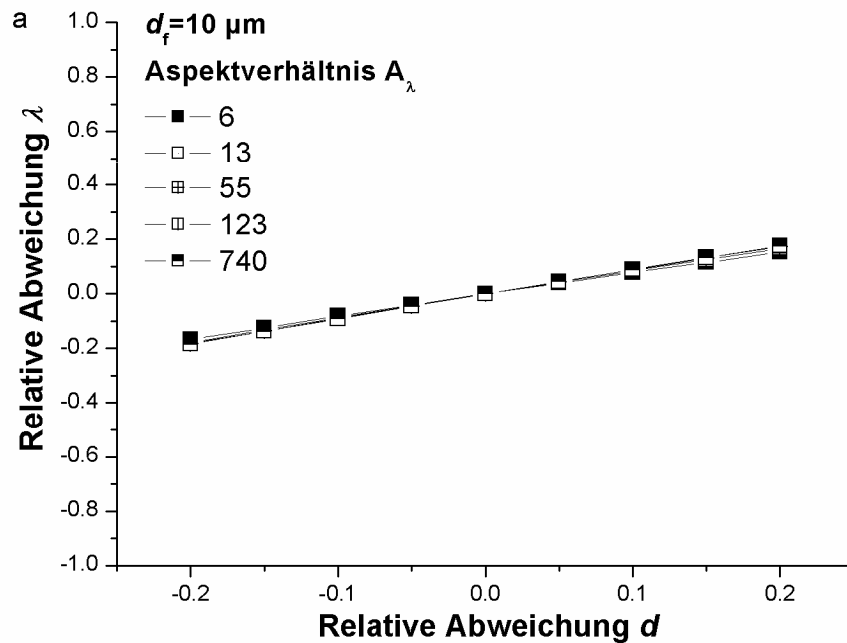


ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



# VARIATION DER SCHICHTDICKE $d_f$

Schichtdicke  $d_f = 1\mu\text{m}$

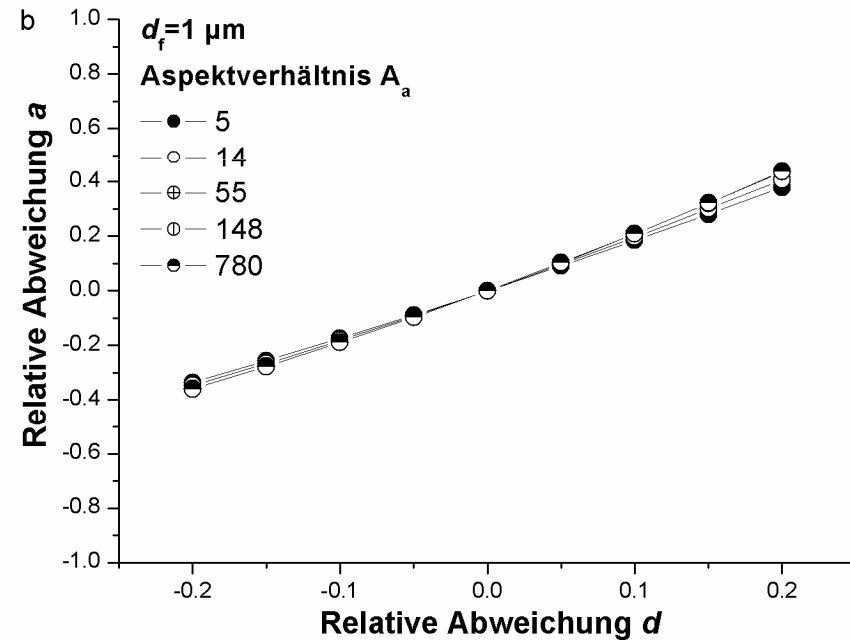
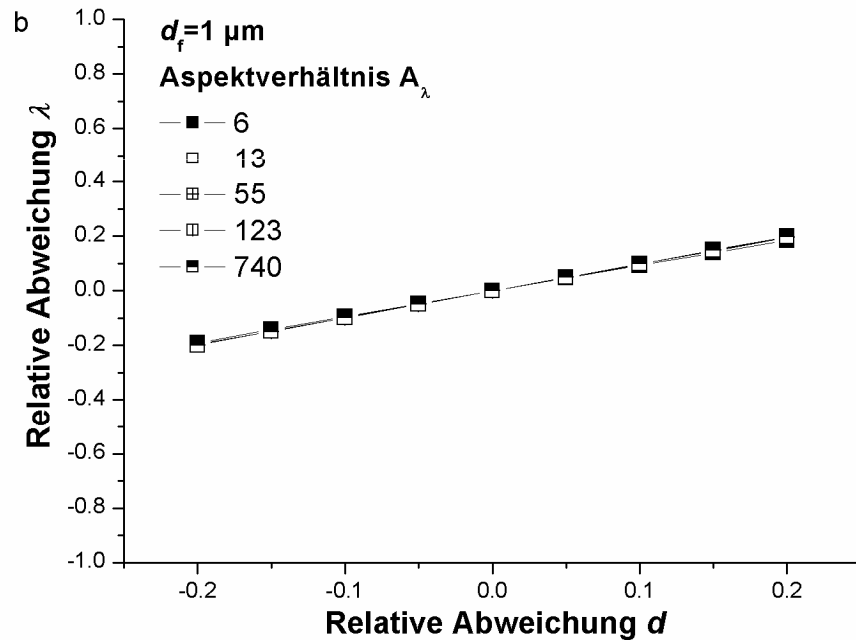


ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



# VARIATION DER SCHICHTDICKE $d_f$

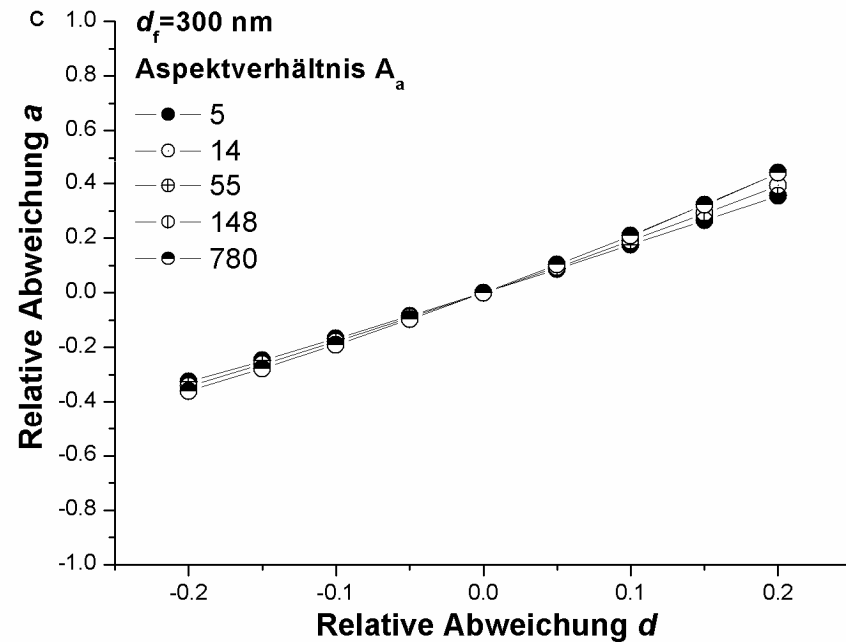
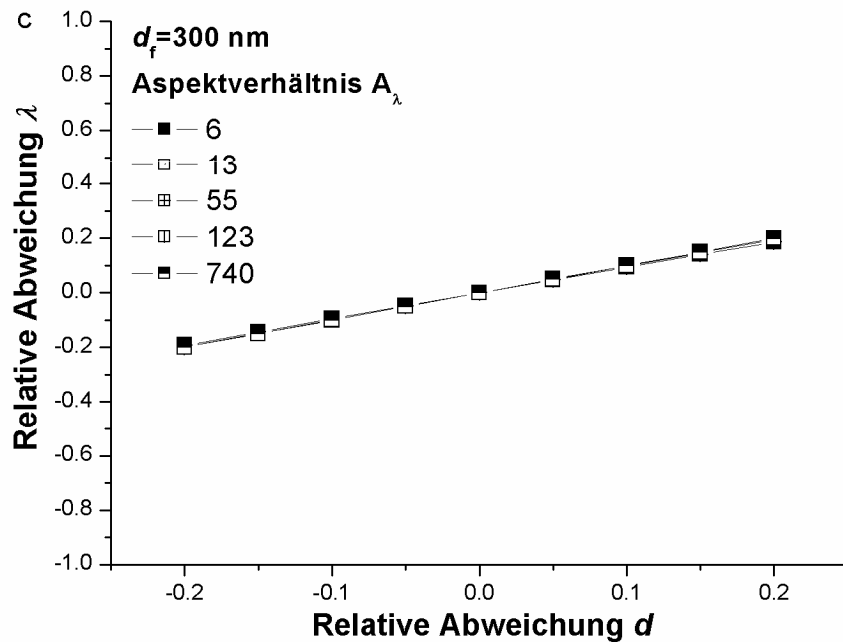
Schichtdicke  $d_f = 300\text{nm}$



ZAE BAYERN  
Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



## ZUSAMMENFASSUNG



**ZAE BAYERN**

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung

- $R_{th}$  zur Bestimmung des Materialwerts  $\lambda$  von dünnen Schichten nötig
- Große Aspektverhältnisse sind bei Schichten  $< 1\mu\text{m}$  zu bevorzugen
- Fitergebnis  $(\lambda, a)$  reagiert sehr sensibel auf Unsicherheit in der Heizleiterbreite  $b$
- Lineare Abhängigkeit  $(\lambda, a)$  von der Unsicherheit der Schichtdicke
- Sensitivitätsanalyse hilft die Unsicherheit des Fitergebnisses besser einschätzen zu können

# VIELEN DANK

Kontakt: [rausch@zae.uni-wuerzburg.de](mailto:rausch@zae.uni-wuerzburg.de)

MIT SONNE UND VERSTAND.

© ZAE Bayern • AK Thermophysik Graz • Stefan Rausch • 3. / 4. Mai 2012



**ZAE BAYERN**

Bayerisches Zentrum  
für Angewandte  
Energieforschung