

Bayerisches Zentrum für
Angewandte Energieforschung e.V.

3 ω Messung an dünnen Schichten – Eine Unsicherheitsanalyse

S. Rausch

AK – Thermophysik, Graz 2012

MIT SONNE UND VERSTAND.

© ZAE Bayern



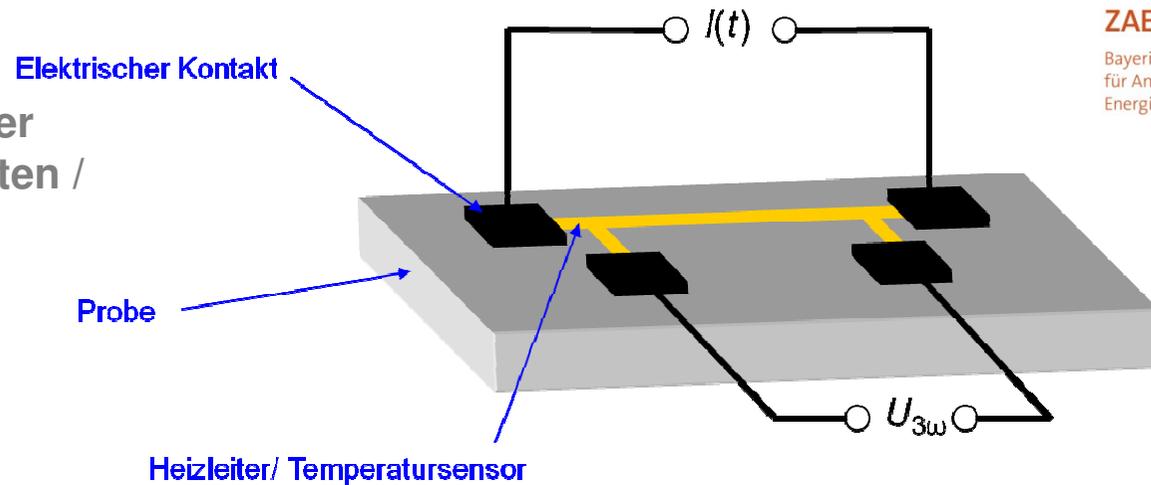
ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum
für Angewandte
Energieforschung



3 ω 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 ΔT des Heizers berechnet
- Aus ΔT 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

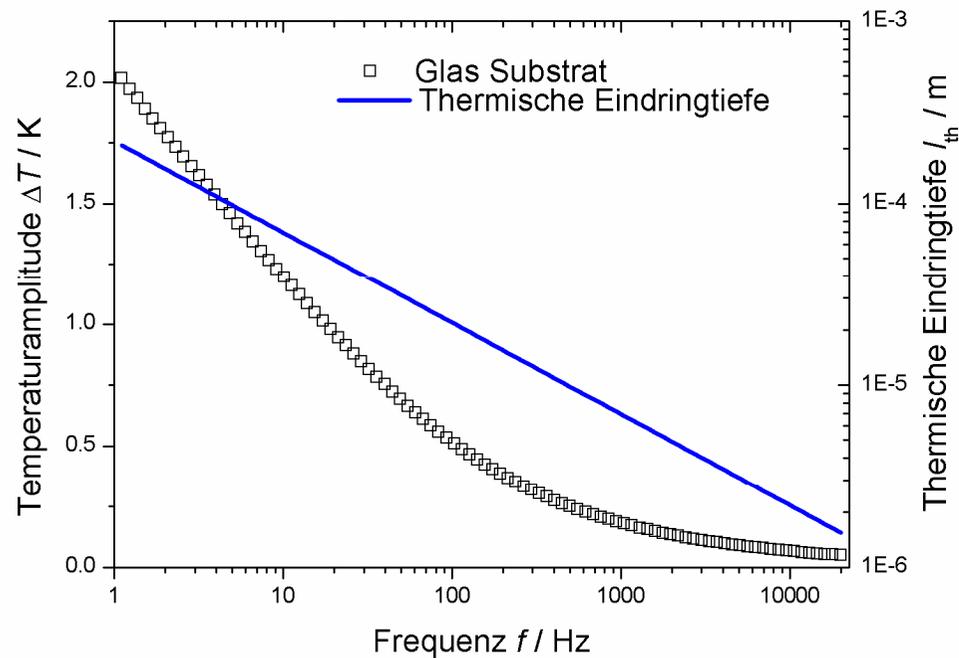
2 Fitparameter:

λ : Wärmeleitfähigkeit

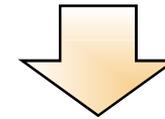
a: Temperaturleitfähigkeit

3 ω METHODE - AUSWERTUNG

Beispiel einer 3 ω Messung und Auswertung an Glas



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



λ : 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 ω 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:

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

λ_{eff} : effektive Wärmeleitfähigkeit, Fitparameter

λ_f : Wärmeleitfähigkeit des Materials

R_{th} : Thermischer Übergangswiderstand

d_f : Schichtdicke

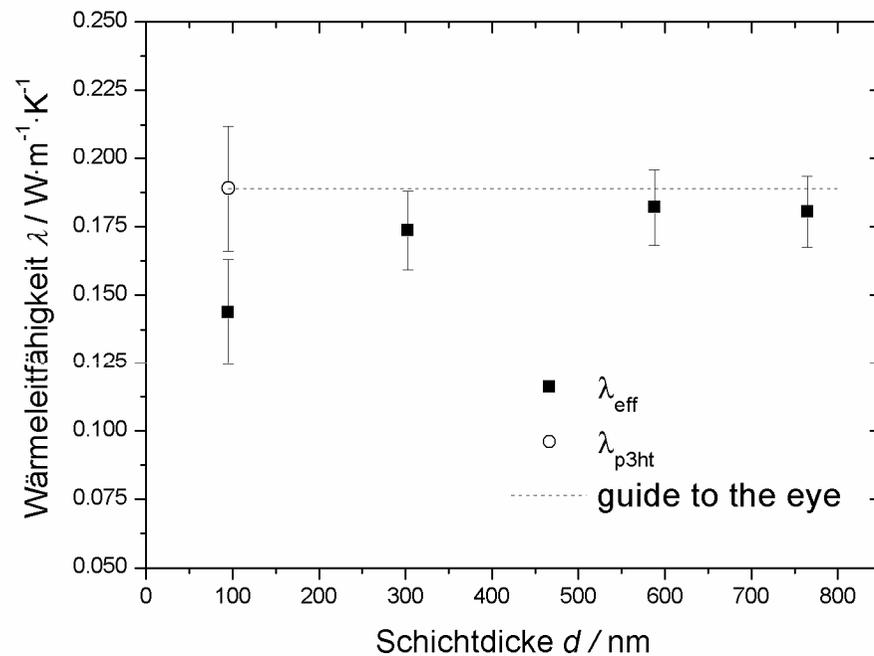
→ R_{th} muss bekannt sein / bestimmt werden um λ_f zu ermitteln

→ 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 λ_{eff} mit
korrigierten Wert λ_{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	λ [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	a [mm ² s ⁻¹]	Substrat	λ [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	a [mm ² s ⁻¹]	Λ_λ	Λ_a
Polymer	0.2	0.1	SiO ₂	1.2	0.5	6	5
MgO	11.0	5.5	Silizium	148.0	78.0	13	14
Polymer	0.2	0.1	MgO	11.0	5.5	55	55
SiO ₂	1.2	0.5	Silizium	148.0	78.0	123	148
Polymer	0.2	0.1	Silizium	148.0	78.0	740	780

Festgehaltene Parameter:

P : 0,03W

l : 0,01m

Variierte Parameter:

b : 60µm

d_f : 10µm (1µm, 300nm)

Relative Unsicherheit:

± 20%

± 20%

VARIATION DER HEIZLEITERBREITE b

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

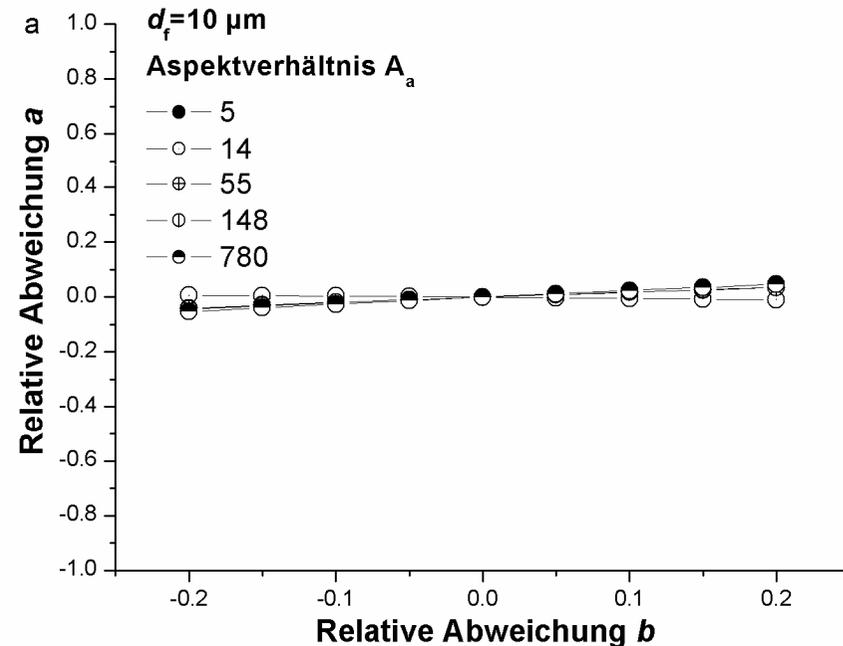
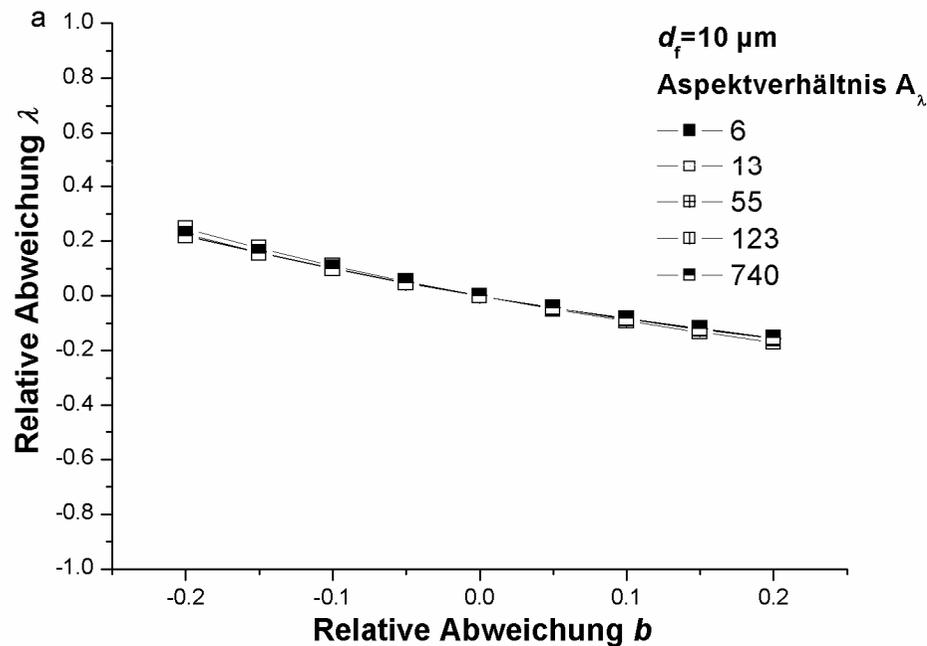


ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum
für Angewandte
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



VARIATION DER HEIZLEITERBREITE b

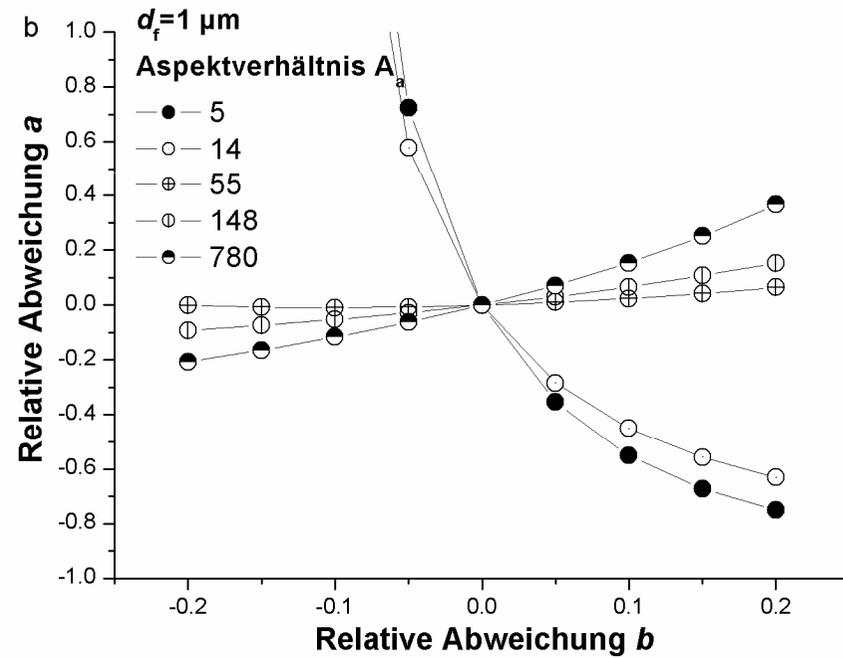
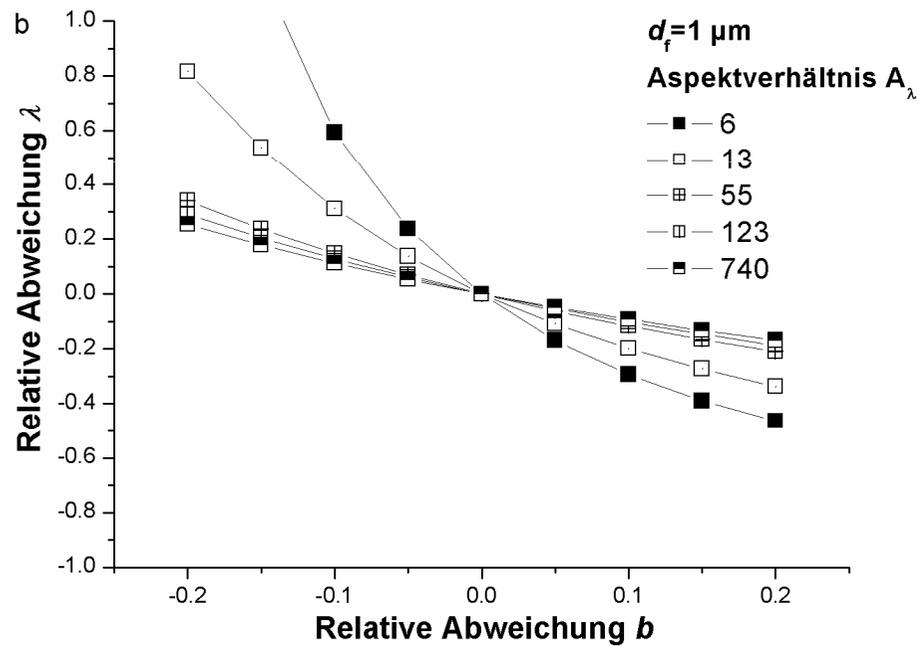
Schichtdicke $d_f = 1 \mu\text{m}$



ZAE BAYERN
Bayerisches Zentrum
für Angewandte
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



VARIATION DER HEIZLEITERBREITE b

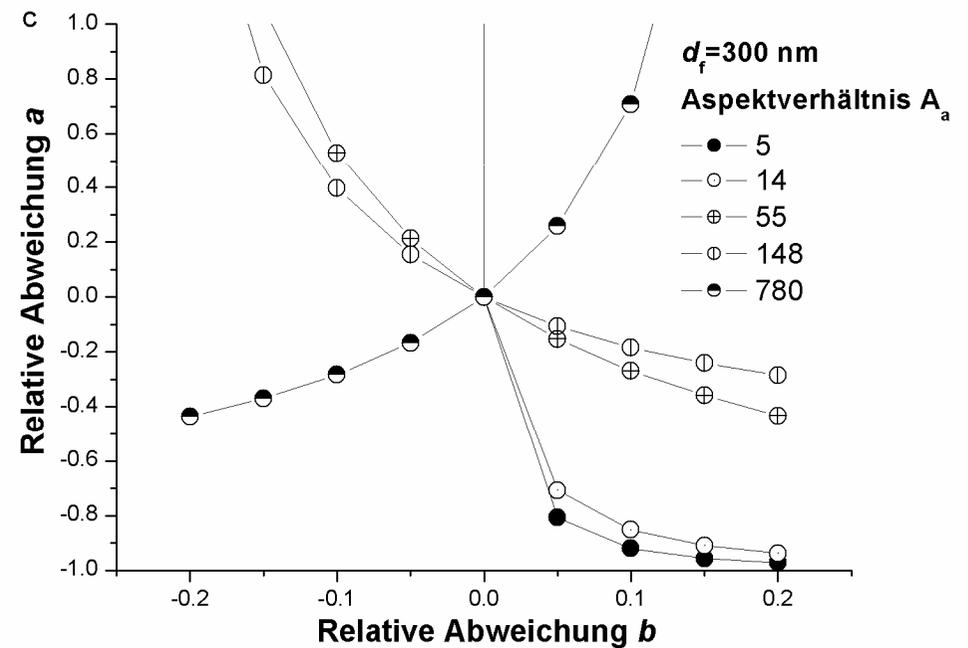
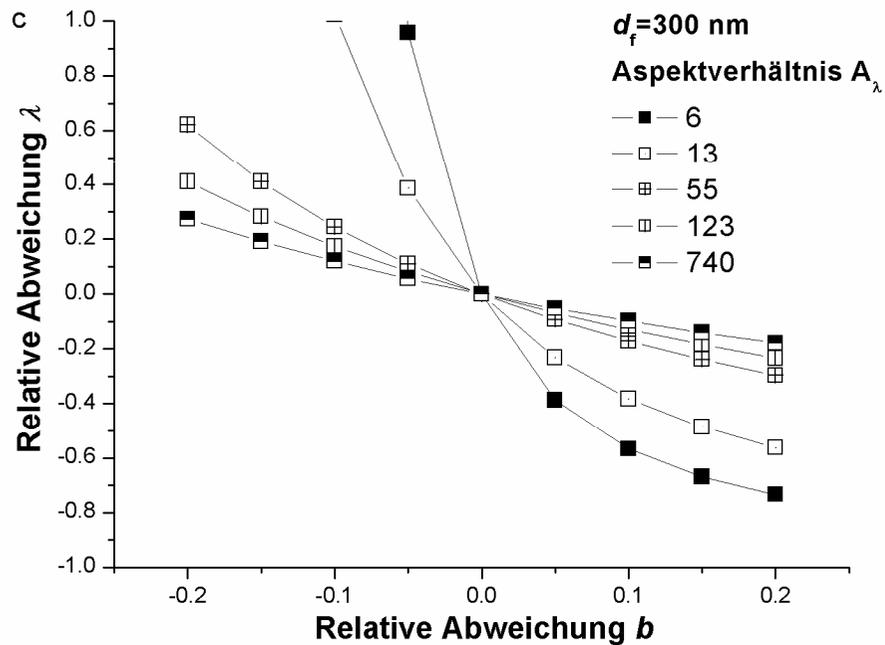
Schichtdicke $d_f = 300\text{nm}$



ZAE BAYERN
Bayerisches Zentrum
für Angewandte
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



VARIATION DER SCHICHTDICKE d_f

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

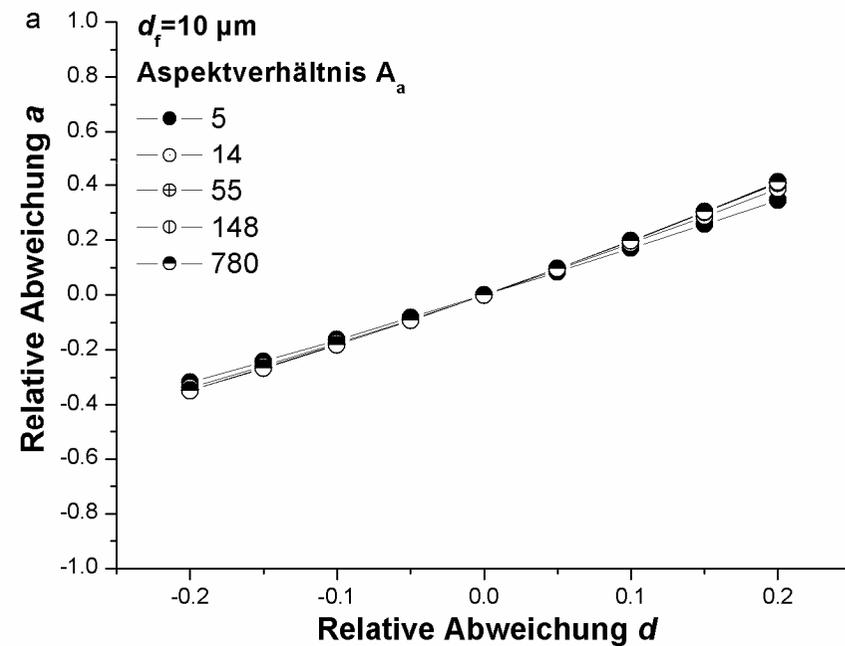
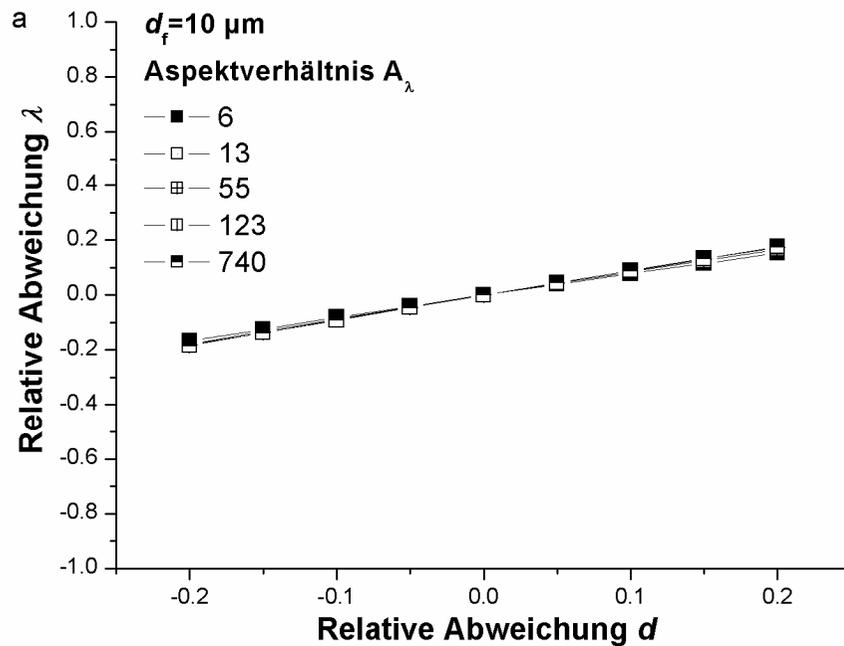


ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum
für Angewandte
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



VARIATION DER SCHICHTDICKE d_f

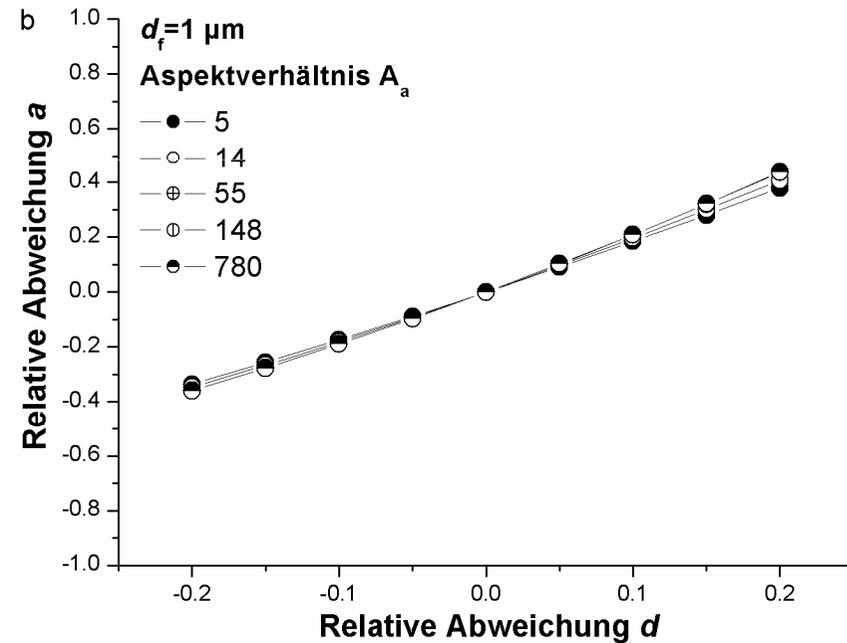
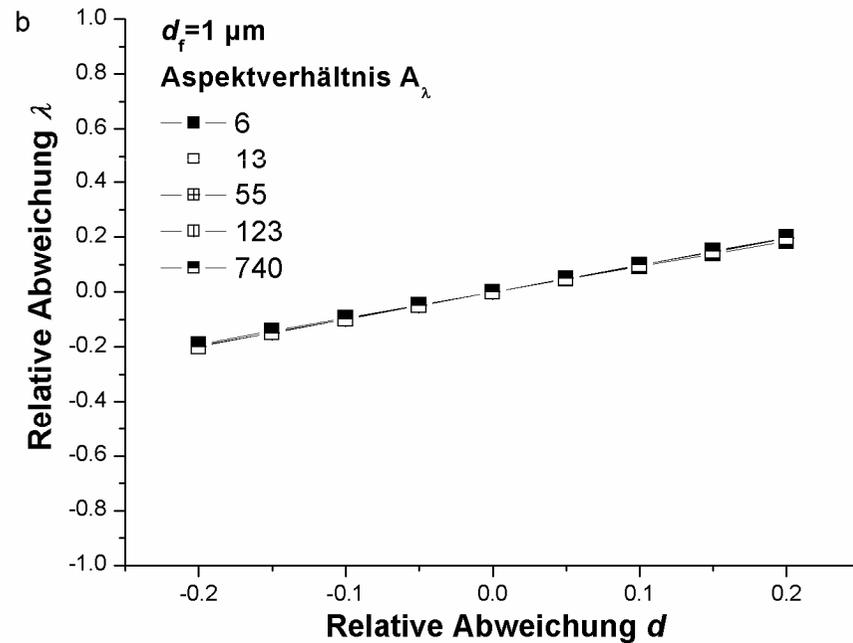
Schichtdicke $d_f = 1\mu\text{m}$



ZAE BAYERN
Bayerisches Zentrum
für Angewandte
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



VARIATION DER SCHICHTDICKE d_f

Schichtdicke $d_f = 300\text{nm}$

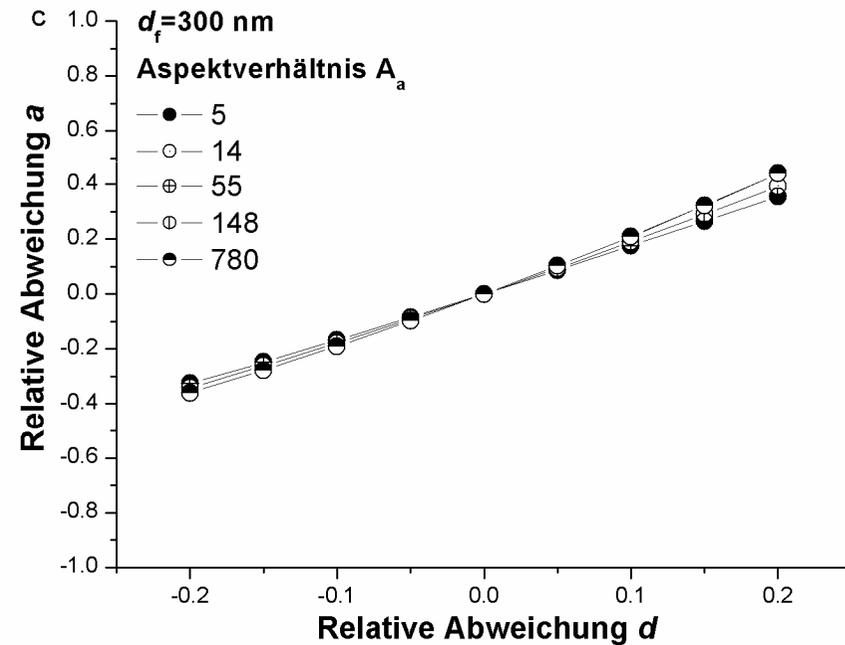
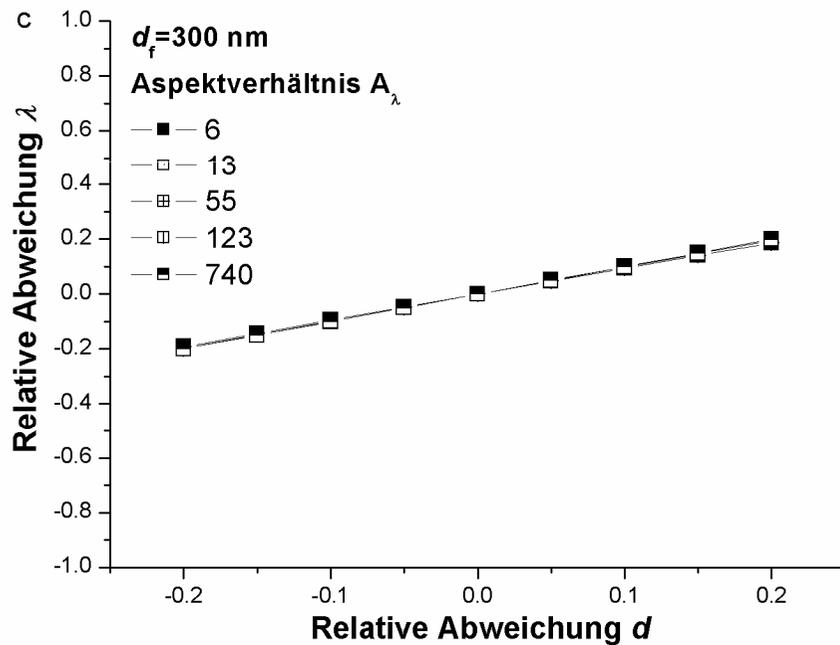


ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum
für Angewandte
Energieforschung

Wärmeleitfähigkeit

Temperaturleitfähigkeit



ZUSAMMENFASSUNG



ZAE BAYERN

Bayerisches Zentrum
für Angewandte
Energieforschung

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

VIELEN DANK

Kontakt: 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