



Neue Techniken der Thermischen Analyse

- Bestimmung der physikalischen Eigenschaften an Nanoschichten und Dünnschichten

AK Thermophysik, Aachen 2015

Sebastian Seibt
LINSEIS Messgeräte GmbH
s.seibt@linseis.de

Vincent Linseis
LINSEIS Messgeräte GmbH
v.linseis@linseis.de



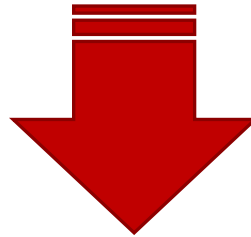
ZT Meter (Seebeck, Electr. Res.)



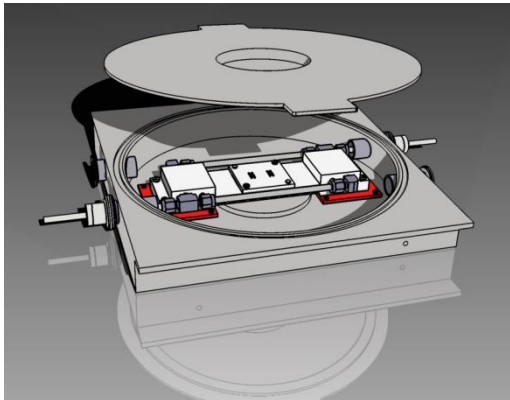
LFA (Th. Diff., Th. Cond.)



**Makrosk.
Proben**

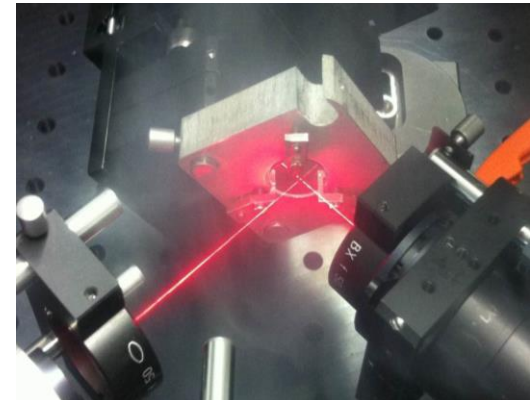


TFA (Seebeck, el. Res. und mehr)



**Micro
und
Nano
Proben**

TF-LFA (alpha, lambda)



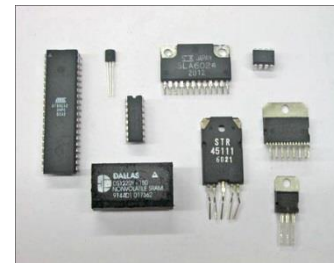
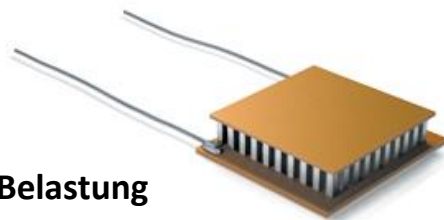
Motivation

- Physikalische Eigenschaften von dünnen Filmen unterscheiden sich stark von makroskopischen Proben
 - Aufgrund kleinerer Dimensionen und Aspektverhältnissen ist der Einfluss von Oberflächeneffekten wesentlich stärker
 - Genaue Charakterisierung ist sowohl für technische Anwendungen wichtig als auch für die Forschung

Mechanische Belastung



Thermoelektrika



Integrierte Bauteile



Thermal barrier coatings

Übersicht

A) TF-LFA – Thin Film Laser Flash Analyzer

- Konzept
- Setup
- Ergebnisse und Anwendungen

B) TFA – Chip Thin Film Analyzer

- Motivation und Ziele
- Konzept
- Chip Layout
- Messtechnik und Anwendungen

A) TF-LFA – Thin Film Laser Flash Analyzer

(Entwicklung in Kooperation mit dem KIT)

Konzept

- Untersuchung dünner Proben von 80nm bis 20µm

- **Zwei mögliche Methoden:**

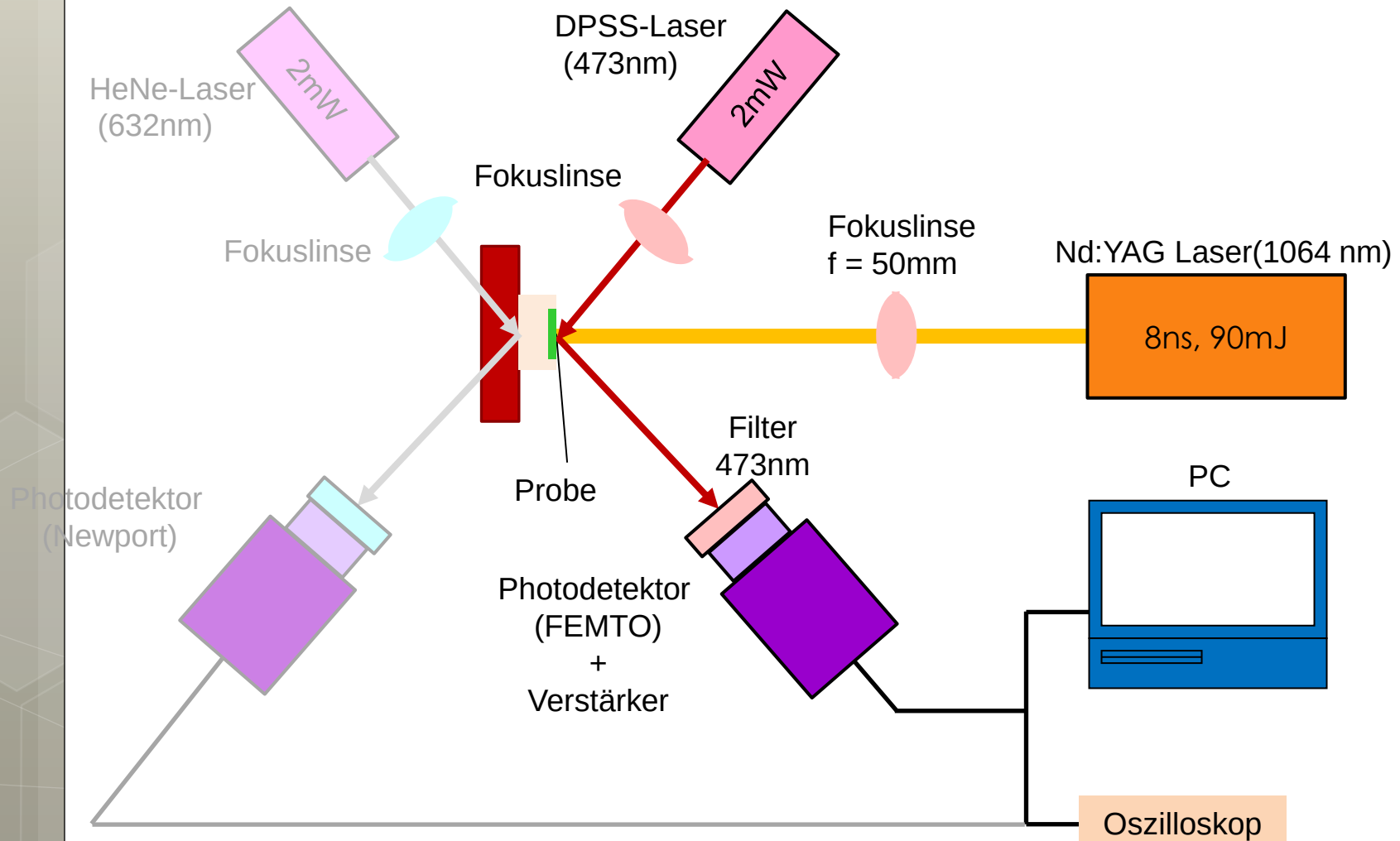
a) Rear heating, front detection (RF)
„high speed laserflash method“

b) Front heating, Front detection (FF)
„Time domain thermoreflectance method“

Aktuell genutzte Methode:

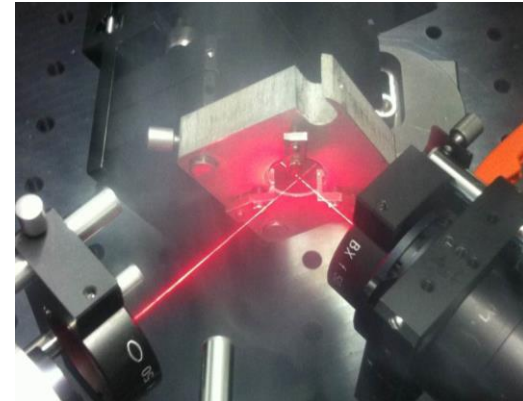
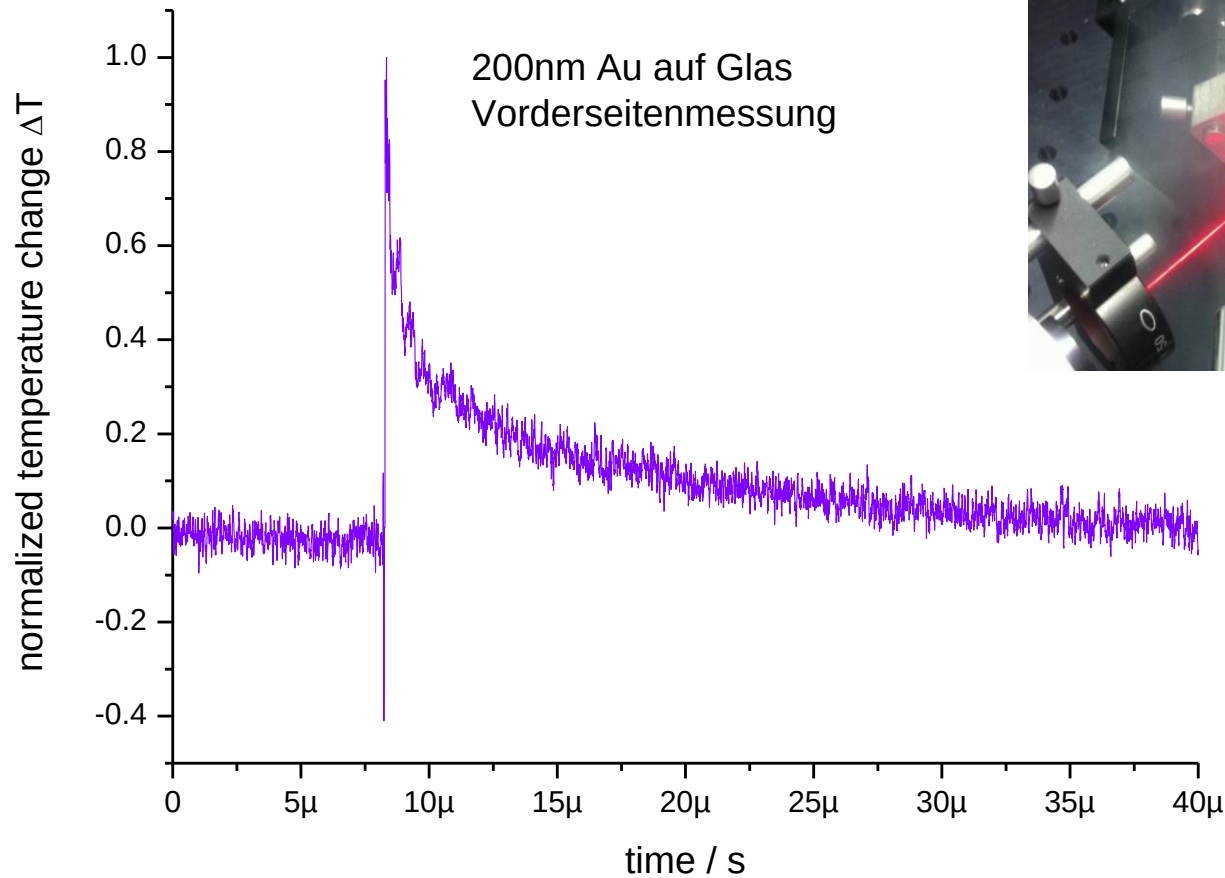
-> „Time domain thermoreflectance method“

Front heating Front detection (FF)



Messung (FF)

200nm Au auf SiO₂

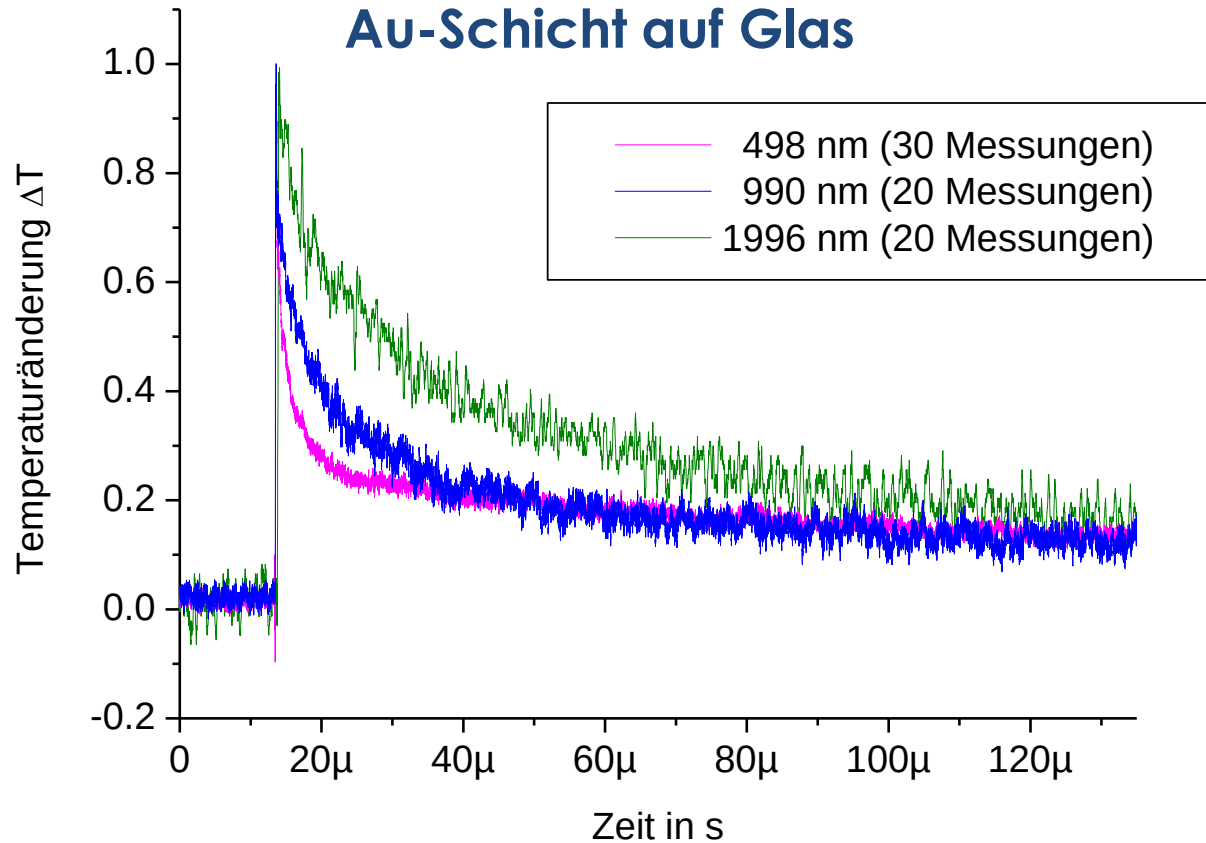


200nm Au

Quarz Substrat
1000μm

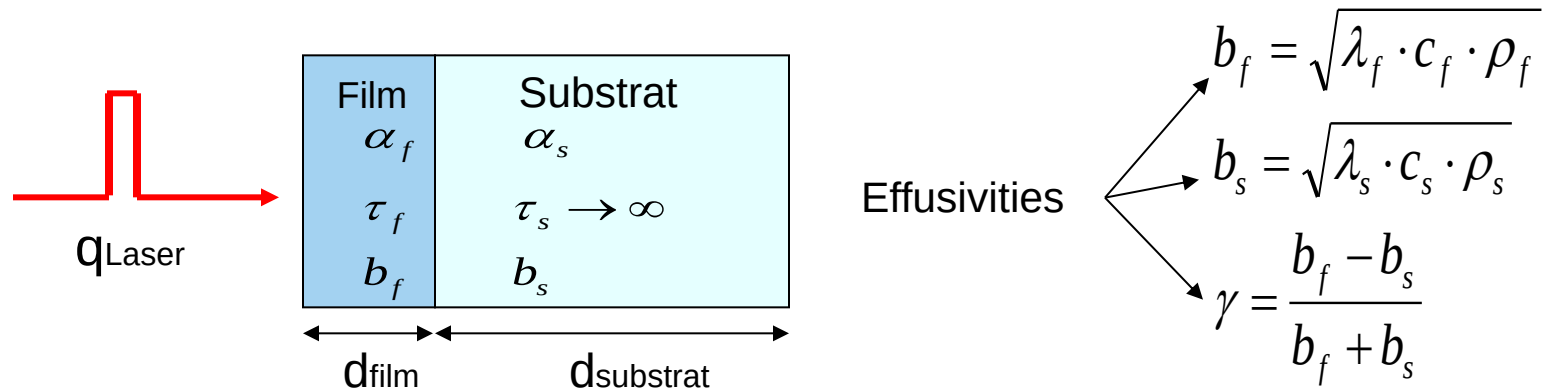
Messung (FF)

Au-Schicht auf Glas



- Kurvengradienten entsprechen den Schichtdicken

Modelling des FF-Signals



Taketoshi (1999):

$$T_f(t, x=0) = \frac{2}{\sqrt{\pi} \cdot C_f \cdot d_f} \exp\left(\frac{t}{\tau_s}\right) \operatorname{Erfc}\left(\sqrt{\frac{t}{\tau_s}}\right) \quad \text{mit} \quad \tau_s = \left(\frac{C_f \cdot d_f}{b_s}\right)^2$$

Baba (2009):

$$T_f(t, x=0) = \frac{1}{b_f \sqrt{\pi \cdot t}} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \gamma^n \exp\left(-n^2 \frac{\tau_f}{t}\right) \right] \quad \text{mit} \quad \tau_f = \frac{d_f^2}{\alpha_f}$$

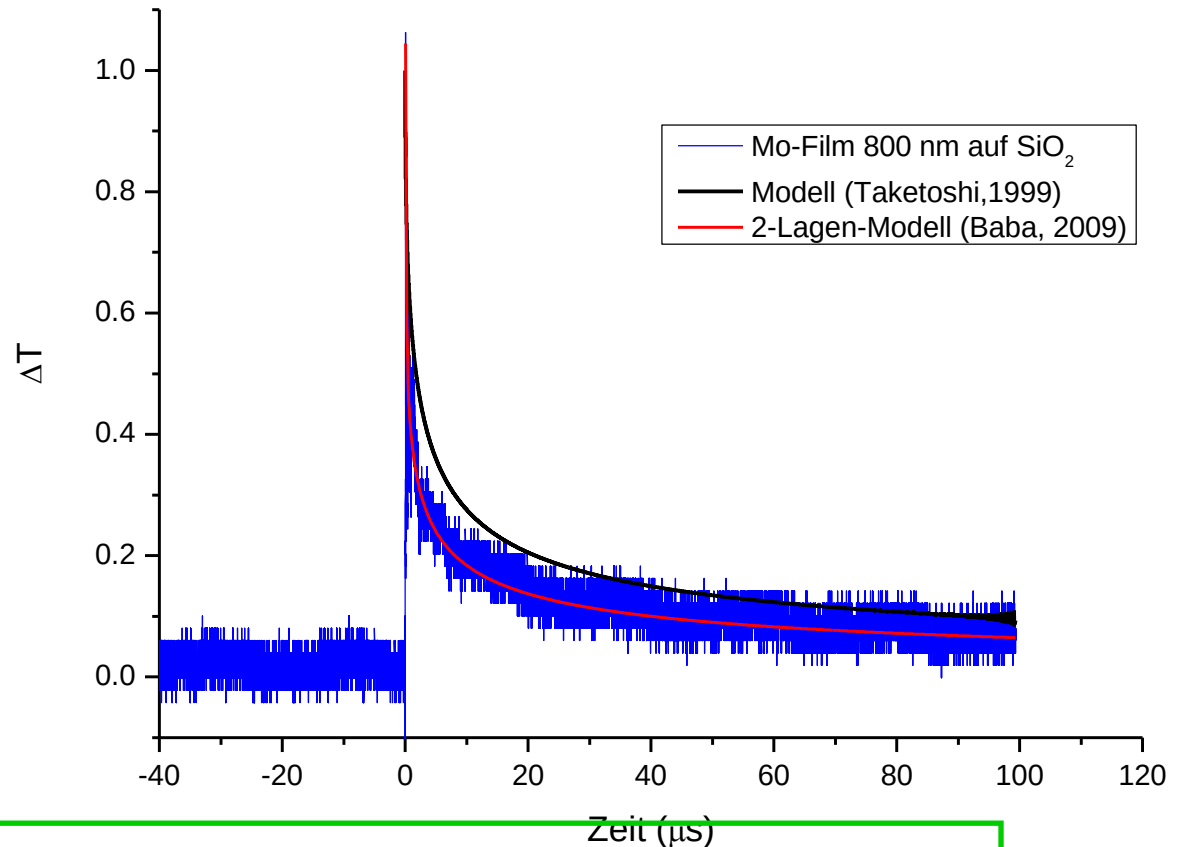
Auswahl des richtigen Auswertemodells

Fitparameter:

$$\lambda_{Mo} = 1.4 \text{ W / cmK}$$

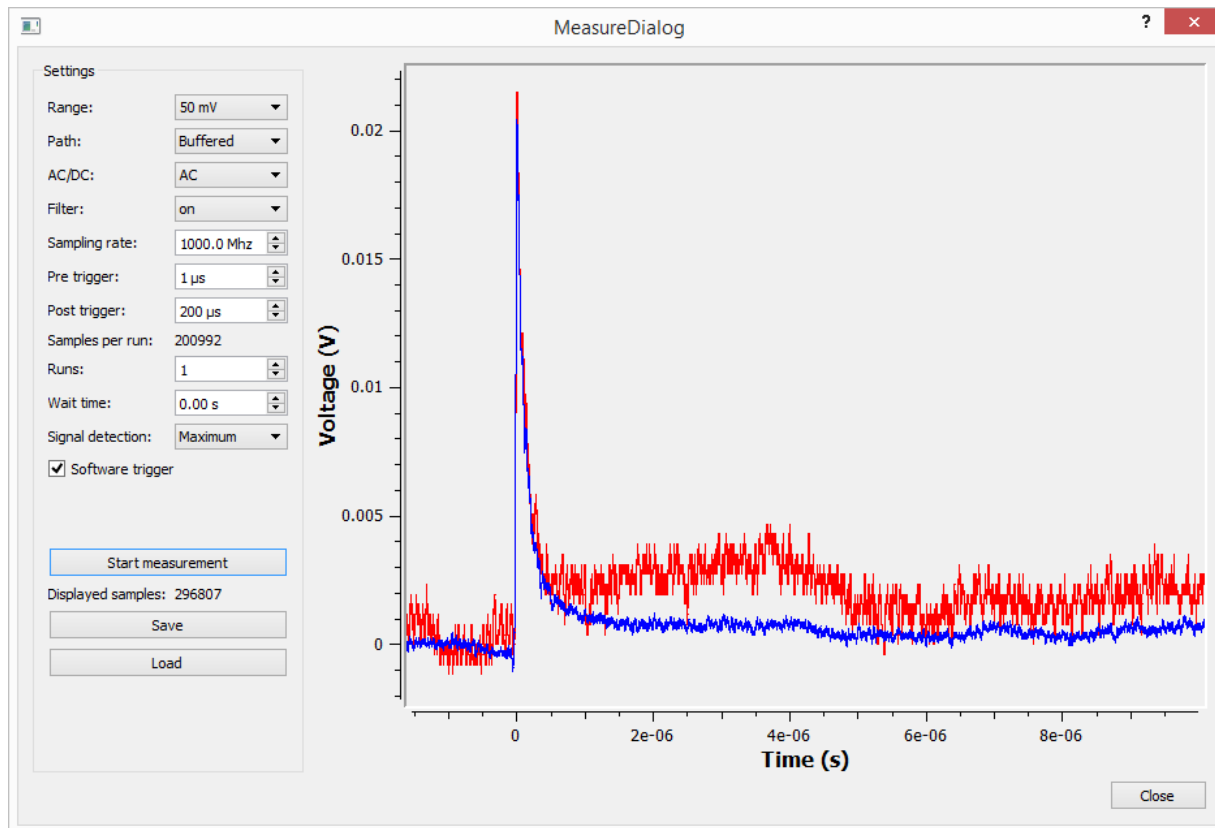
$$c_{Mo} = 0.24 \text{ J / gK}$$

$$\rho_{Mo} = 10.22 \text{ g / cm}^3$$



- Erste gute Ergebnisse mit *Baba's* 2-layer-model
- Für 3 und mehr Schichten: Neuentwickeltes Multilayer model

Aktuell: Mehrlagenmodell



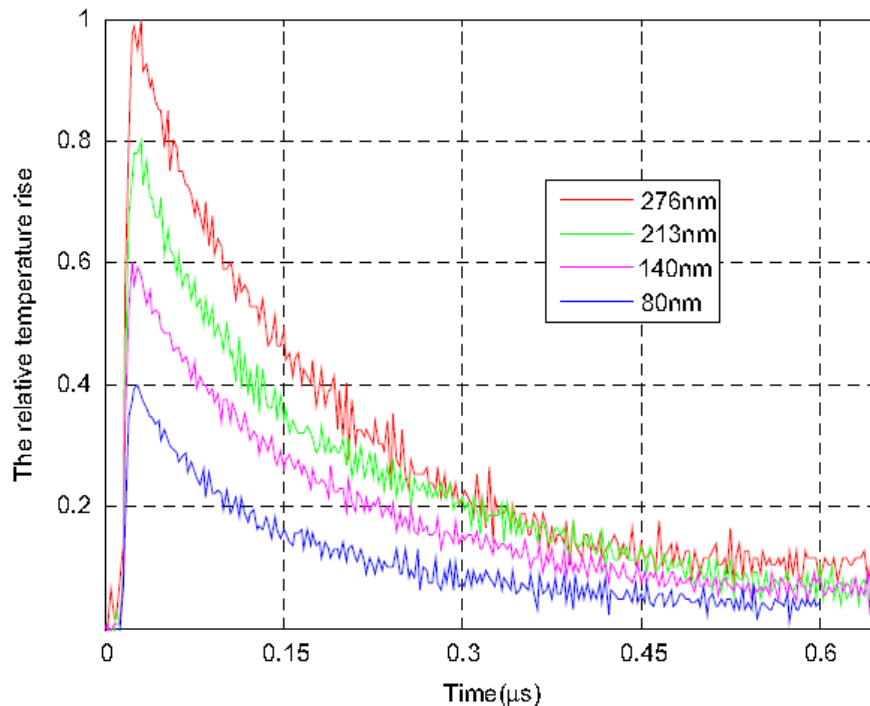
Beispiel: Fitting des Mehrlagenmodells an Messdaten.
Benutzte Probe: Au-beschichtete Si/BN Legierung auf Si Substrat

Rote Kurve: Ergebnis Einzelmessung (one pulse)
Blaue Kurve: Durchschnittsergebnis, das zum Fitting herangezogen werden kann

Anwendungsbeispiel aus Literatur

TDTR (front heating/front detection):

Untersuchung von ZnO Proben auf Silizium Substrat



**3 Schichten:
Si/ZnO/Au**

Schichtdicke d_2 (nm)	λ (W/(m*K))
276	6.5
213	5.2
140	3.8
80	1.4

Makroskopisches ZnO:

$\lambda \sim 100$ W/m K

Z.X. Huang et. al. Physica B 406 (2011)

B) TFA – Thin Film Analyzer

Ziele

- **Entwicklung eines eigenständigen Charakterisierungssystems, mit einfacher Bedienbarkeit bei bestmöglichen Ergebnissen**
- Die Messungen werden alle mit nur EINER Probe durchgeführt, um Fehler zu vermeiden wie:
 - Unterschiedliche Probenzusammensetzungen
 - Unterschiedliche Probengeometrien (z.B. Größe, Dicke...)
 - Unterschiedliche Heizprofile
 - Unterschiedliche Umgebungsbedingungen (Temperatur, Druck, Feuchtigkeit...)
- Es ist kein “all in one” System auf dem Markt erhältlich

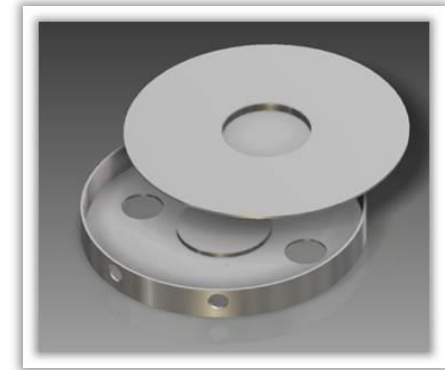
Angestrebte Messtechniken:

- Entwicklung eines ZT Messsystems für dünne Schichten zur Messung von
 - Wärmeleitfähigkeit
 - Seebeck Koeffizient
 - Elektrischem Widerstand
- Zusätzlich Messung der Hall-Konstanten und Bestimmung der Ladungsträger-Konzentration
- Verschiedene Messungen mit nur einem Träger-Chip (Verbrauchsteil)
- Temperaturreichweite von LN_2 bis zu ca. 650 K
- Hohe Flexibilität (Probendicke, Widerstand, Auftragungsmethode, Materialtypen)

Konzept

▪ Messzelle

- Einstellbare experimentelle Bedingungen
 - +/- 1 Tesla von -196°C bis 350°C
- Modulares Design- upgradefähiges Basisinstrument



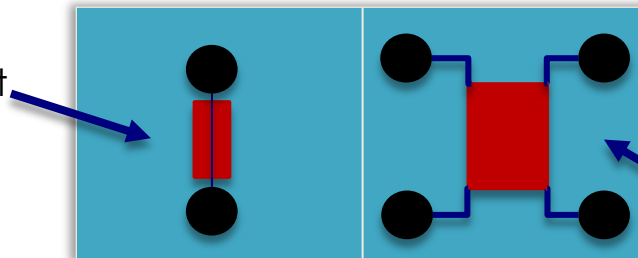
Messzelle

▪ Mess-Chip

- Optimierte Chips für verschiedene Messungen
- Messparameter/ Auftragungsmethode/ Probenmaterial

Hot Stripe Methode

- Wärmeleitfähigkeit



Mess-Chip

Vier Punkt Messung

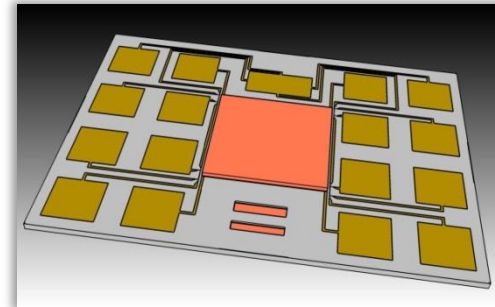
- El. Leitfähigkeit
- Seebeck Koeffizient
- Hall Konstante

Mess-Chips – “Basics”

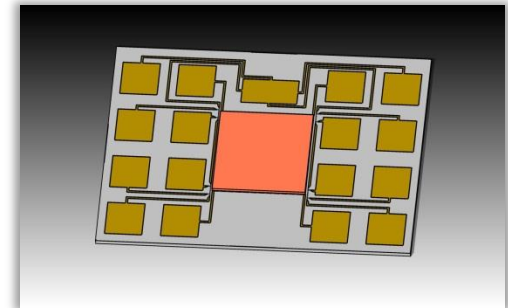
- Basierend auf Si-Substrat(4")
- Si_3N_4 Schicht auf beiden Seiten
- Pt Strukturen (hohe Temperaturen)
- Beidseitige Strukturierung(ZT)

- **3 verschiedene Chip-Typen**
 - Sigma Chip für “elektrische” Messungen
 - Lambda Chip für “thermische” Messungen
 - ZT Chip für alle Messungen (all-in-one)

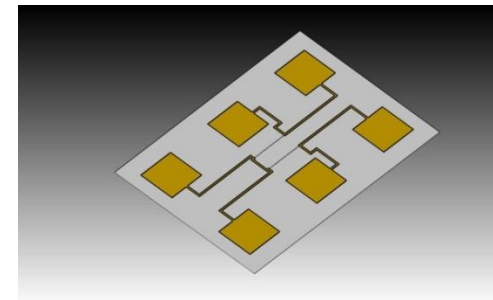
- Vorteile:
 - System ist upgrade-fähig
 - Chips haben unterschiedliche Produktionskosten



ZT Chip mit aufgebrachter Probe



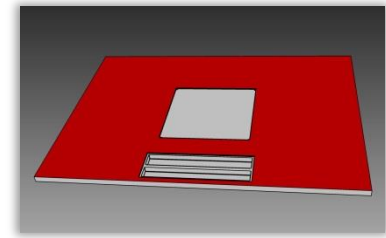
Sigma Chip mit aufgebrachter Probe



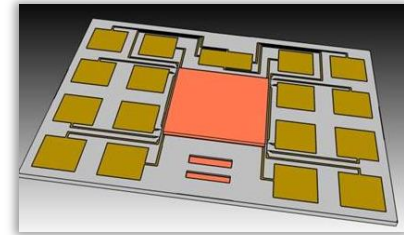
Lambda Chip mit hot wires

Mess-chip – “how it works”

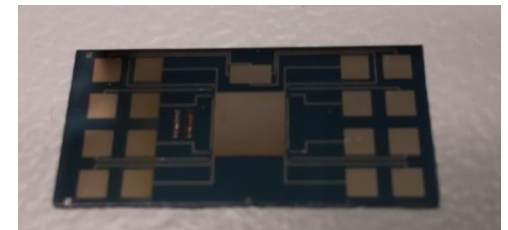
- Wafer wird in Reinraum strukturiert (3 Chip Typen)
 - Pt Strukturaufbringung
 - Etching (optional)
 - Hot wires (optional)
- Abhängig von der Probe sind verschiedene Masken möglich
 - „Schatten“ Maske
 - Abzieh-Maske
- Wafer wird geschnitten (20 bis zu 54 Chips aus einem 4 Inch Wafer)
- Chip ist einsatzbereit -> Probenaufbringung auf einer Seite in einem Prozess
- Chip kann in Messkammer eingelegt werden



ZT Chip - mit Maske



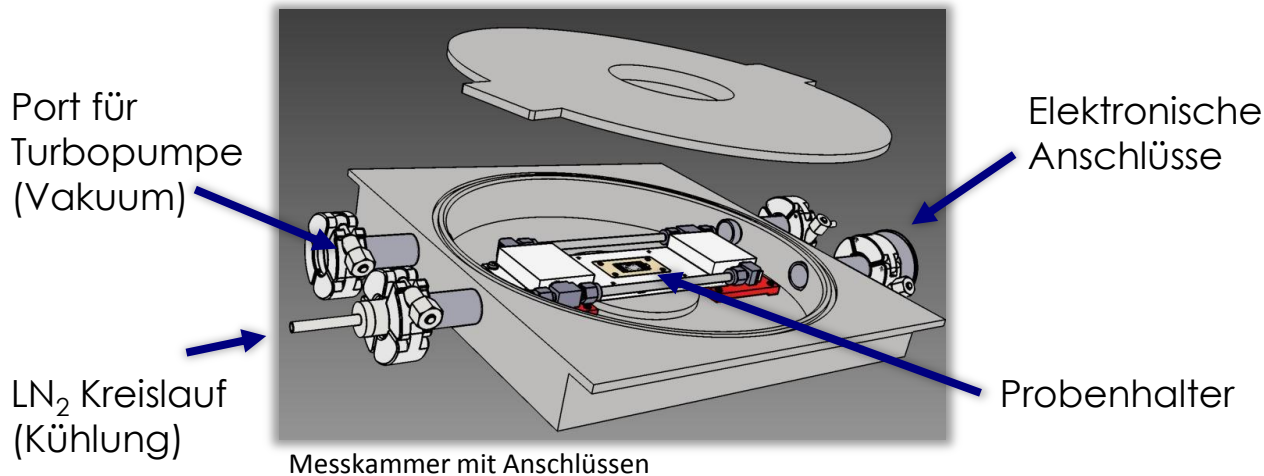
Chip nach Probenaufbringung. Frontansicht



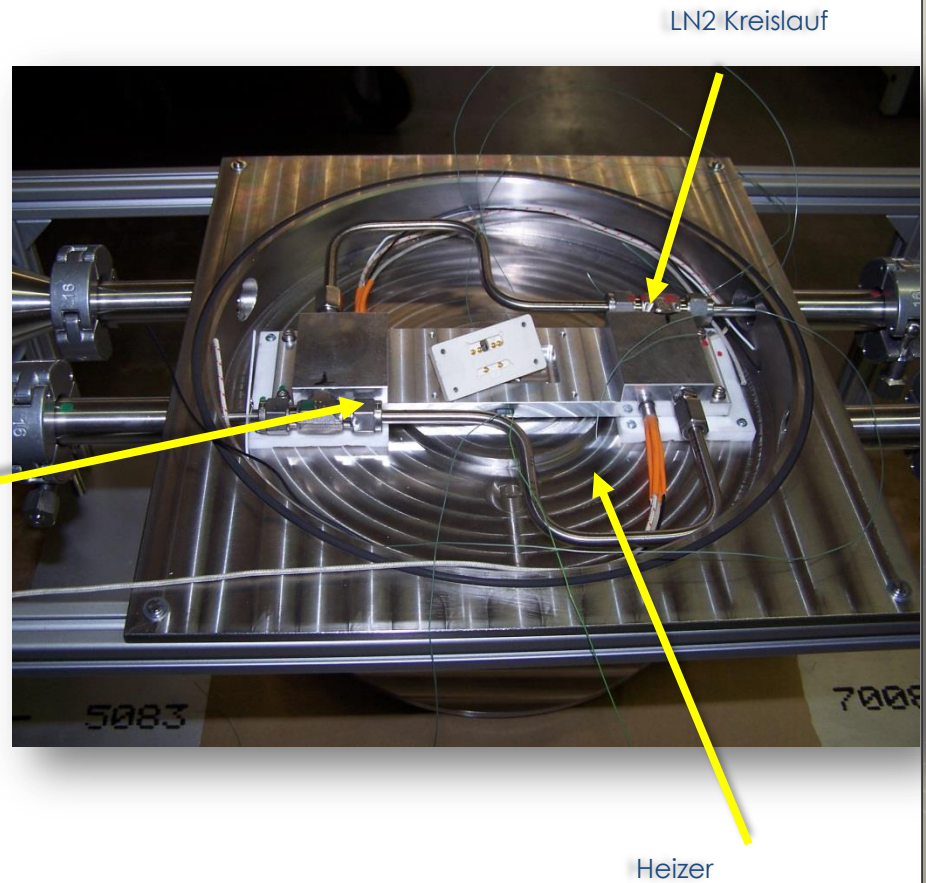
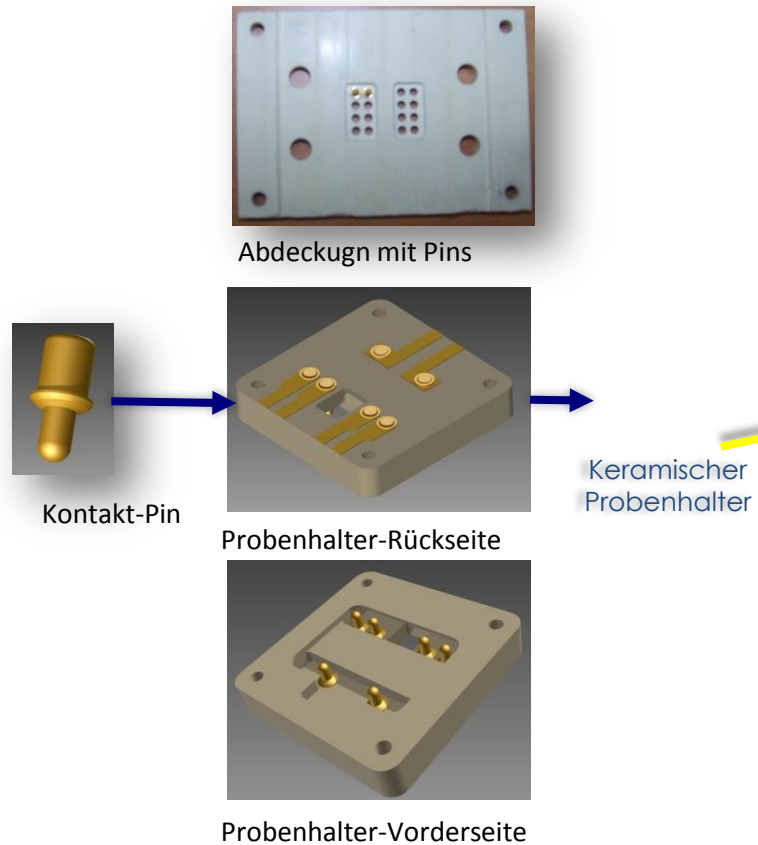
Prototyp mit Bismut-Probe. Frontansicht

Messkammer- Anforderungen

- Temperaturen von LN bis 350°C
- Magnetfeld bis hin zu +/- 1T
- Vakuum-Kammer, ausgelegt für UHV Anwendungen
- Modulares Design für austauschbare Probenhalter (chips)
- Einfache Anwendung (Chip wird mit Pins eingesteckt)
- Optimiert für bestmögliche thermische und magnetische Bedingungen



Prototyp und Probenhalter

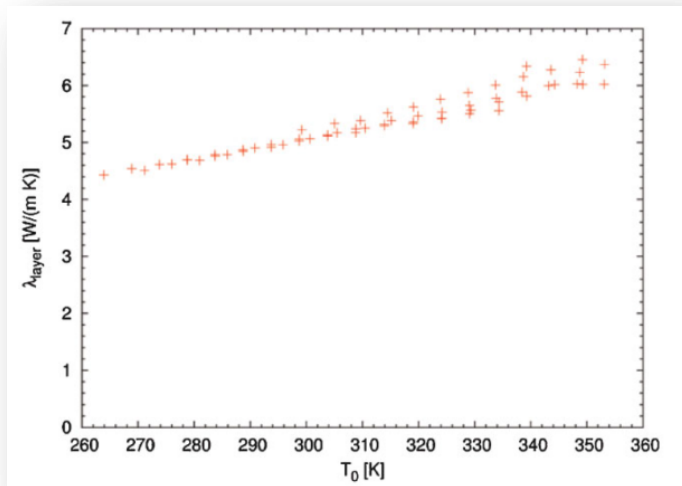


Beispiel: Wärmeleitfähigkeitsmessungen

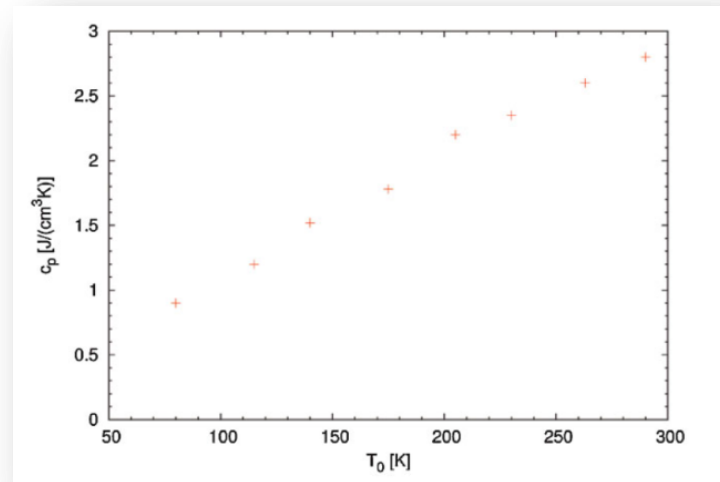
Gemessen mit einem Lambda Chip



- λ - Wärmeleitfähigkeit
- c_p – Spezifische Wärmekapazität



Wärmeleitfähigkeit eines Bi_{0.9}Sb_{0.1} Films mit einer Dicke von 100 nm als Funktion der Temperatur



Spezifische Wärmekapazität eines dünnen 30 nm Ag Films als Funktion der Temperatur.

Zusammenfassung

Thin Film Laser Flash (TF-LFA):

- **Erste Geräte verkauft**
- **Dünnschichtproben von 10 nm bis 200 μm**
- **Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit messbar**

Chip Thin Film Analyzer (TFA):

- **Prototyp optimiert, Gerät zum Verkauf verfügbar**
- **Verschiedene Proben-Aufbringverfahren (Sputtering, CVD, PVD) möglich**
- **Wärmeleitfähigkeit, Temperaturleitfähigkeit, elektrischer Widerstand, Seebeck Koeffizient und Hall Konstante messbar**

Danke für die Aufmerksamkeit!



Unser Dank geht an Prof.Dr. K. Nielsch und dessen Forschungsgruppe Multifunktionale Nanostrukturen an der Universität Hamburg.

Kontakt Daten:
Sebastian Seibt
Linseis Messgeräte GmbH
Vielitzer Str. 43
95100 Selb/Germany

www.linseis.com