

Entwicklung und Optimierung von Methoden zur thermischen Charakterisierung von Dünnschichten und Bulk-Materialien

**Von der Fakultät für Elektrotechnik
der Helmut-Schmidt-Universität/Universität der Bundeswehr Hamburg
zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktor-Ingenieurs
genehmigte**

DISSERTATION

vorgelegt von
Christoph Thomas Metzke

aus
Oberviechtach

Hamburg, Februar 2024

Erster Gutachter:

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Holger Göbel

Zweiter Gutachter:

Prof. Dr. rer. nat. habil. Christian Wenger

Tag der mündlichen Prüfung:

14. Februar 2024

Kurzfassung

In den letzten Jahrzehnten vollzog sich in der Mikro- und Nanoelektronik eine enorme Verringerung der Strukturgrößen bis hin zu aktuell wenigen Nanometern. Damit einhergehend spielt die Ableitung der Wärme von kritischen Strukturen eine immer wichtigere Rolle. Es werden daher thermisch gut leitfähige, aber elektrisch isolierende Dünnschichten als Dielektrika benötigt. Gleichzeitig stoßen bestehende Messmethoden zur thermischen Charakterisierung bei kleinen Schichtdicken an ihre Grenzen. Ziel dieser Arbeit ist daher die Verbesserung vorhandener Methoden und die Entwicklung einer neuen Methode zur thermischen Charakterisierung. Im Verlauf der Arbeit können dadurch Dünnschichten aus Siliziumdioxid (SiO_2), Siliziumnitrid (Si_3N_4), Bornitrid (BN) und Aluminiumnitrid (AlN) sowie einige Bulk-Samples aus Oxiden, Kunststoffen und Materialien aus der Natur thermisch charakterisiert werden. Ein Großteil der Arbeit fokussiert sich dabei auf die Scanning Thermal Microscopy (SThM), welche im Rastersondenmikroskop (AFM für engl. Atomic Force Microscope) angewandt wird. Durch eine detaillierte Analyse von Artefakten und die Herleitung geeigneter Messparameter kann SThM in vielen Submodi zuverlässig eingesetzt werden. Ausführliche Simulationen mittels Finite-Elemente-Methode (FEM) tragen zum Verständnis der Methode bei. Mit der Widerstandsmethode in Kombination mit FEM-Simulationen wird zudem eine neuartige Vorgehensweise präsentiert, welche relativ schnelle thermische Messungen an Dünnschichten mit geringem Budget ermöglicht. Vergleichsmessungen werden mittels der etablierten 3-Omega-Methode präsentiert, wodurch die Ergebnisse der anderen Methoden verifiziert werden können. Zusammenfassend leistet diese Arbeit einen Beitrag zur thermischen Charakterisierung von dünnen Schichten und Bulk-Materialien, indem vorhandene Methoden sukzessive verbessert werden, eine neue Methode entwickelt wird und vielversprechende Dünnschichten thermisch charakterisiert werden.

Abstract

During the last decades, micro- and nanoelectronics have seen an enormous miniaturization of process sizes, currently down to just a few nanometres. As a result, the heat transfer away from critical structures is playing an increasingly important role. Consequently, thermally well conductive but electrically insulating thin films are needed as dielectrics. At the same time, existing measurement methods for thermal characterization are reaching their limits at small film thicknesses. Therefore, the aim of this work is the improvement of existing methods and the development of a new method for thermal characterization. Within this work, thin films of silicon dioxide (SiO_2), silicon nitride (Si_3N_4), boron nitride (BN) and aluminium nitride (AlN) as well as some bulk samples of oxides, plastics, and natural samples are thermally characterized. One main part of this work focuses on Scanning Thermal Microscopy (S_{Th}M), which is applied in the Atomic Force Microscope (AFM). Through detailed analysis of artifacts and derivation of appropriate measurement parameters, S_{Th}M can be applied reliably in many submodes. Extensive simulations using the Finite Element Method (FEM) contribute to the understanding of the method. The “Widerstandsmethode” combined with FEM simulations is also presented as a novel approach that allows relatively fast thermal measurements on thin films with a low budget. Comparative measurements are presented using the established 3-Omega Method, allowing verification of the results of the other methods. In summary, this work contributes to the thermal characterization of thin films and bulk materials by successively improving existing methods, developing a new method, and thermally characterizing promising thin films.

Danksagung

Die Danksagung wird aus Gründen des Datenschutzes in der elektronischen Fassung der Arbeit nicht veröffentlicht.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung.....	iii
Abstract.....	v
Danksagung.....	vii
Inhaltsverzeichnis	ix
Abkürzungsverzeichnis	xiii
Symbolverzeichnis.....	xv
1 Einleitung.....	1
1.1 Motivation und Zielsetzung	1
1.2 Aufbau der Dissertation	2
2 Theoretische Grundlagen, Methoden und Materialien	3
2.1 Wärmeübertragung und spezielle thermische Berechnungen und Methoden	3
2.1.1 Grundlegendes.....	3
2.1.2 Eindimensionale Berechnung der thermischen Leitfähigkeit von Differenz-Dünnschichten	6
2.1.3 Berechnung von Kontaktflächen bei SThM-Messungen.....	7
2.1.4 Berechnung des thermischen Gesamtwiderstands bei einem 2-Schicht- System bei SThM-Messungen.....	8
2.1.5 Extraktion der thermischen Leitfähigkeit der Dünnschicht bei einem 2- Schicht-System bei SThM-Messungen.....	10
2.1.6 Bestimmung des effektiven thermischen Spitzenradius b bei SThM- Messungen.....	11
2.1.7 Temperaturregelung mittels gesteuertem Peltier-Element	12
2.1.8 Der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands α	12
2.2 Rastersondenmikroskopie und Scanning Thermal Microscopy	14
2.2.1 Vorstellung der Messmethoden und Stand der Technik	14
2.2.2 Verschiedene Einsatzbereiche von SThM	15
2.2.3 Messaufbau und thermisches Signal	17
2.2.4 Kalibrierungsmethoden.....	20
2.2.5 Detaillierte Beschreibung von Stat- λ -SThM-DS.....	23
2.2.6 SThM-Spitzen.....	25
2.2.7 Messparameter.....	29
2.2.8 Ergebnisse eigener, bereits veröffentlichter Arbeiten	31
2.3 3-Omega-Methode.....	34
2.3.1 Theoretische Grundlagen der 3-Omega-Methode	34
2.3.2 Design-Regeln	36

2.4	Widerstandsmethode.....	37
2.5	Finite-Elemente-Methode.....	38
2.6	Überblick über weitere Methoden zur thermischen Charakterisierung	40
2.7	Untersuchte Materialien, Sampledesign und Samplepräparation	41
2.7.1	Si-Substrat und Dünnschichten aus SiO ₂ , Si ₃ N ₄ , BN und AlN	41
2.7.2	Kunststoffe, weitere Oxide, Natur- und Kalibrierungssamples	45
2.7.3	Kommerzielle Samples	46
2.8	Auflistung der verwendeten Ausrüstung, Messgeräte und Softwares	46
2.9	Datenaufbereitung und Messung von Heizerbreiten, Schichtdicken und Rauheiten.....	48
3	Ergebnisse und Diskussion: Artefakte und Messparameter bei SThM	49
3.1	Artefakte bei dynamischem SThM.....	49
3.1.1	Reversibler Stufen-Artefakt.....	49
3.1.2	Reversible Mess-Artefakte: Punkt-, Linien- und Flächen-Artefakt	50
3.1.3	Reversible Drift-Artefakte	51
3.1.4	Reversibler Welligkeits-Artefakt	56
3.1.5	Reversibler Rauheits-Artefakt.....	57
3.1.6	Irreversibler Anneal-Artefakt	58
3.1.7	Zusammenfassung und Verringerungs- bzw. Vermeidungsstrategien	59
3.2	Ermittlung von Standardparametern für dynamisches SThM	60
3.2.1	AFM-Parameter	60
3.2.2	Positionierung des AFM-Lasers auf dem Spitzentyp NanoTA	64
3.2.3	Diskussion eines möglichen Wassermeniskus	65
3.2.4	Zusammenfassung und Empfehlung geeigneter Messparameter.....	65
3.3	Ermittlung von Standardparametern für statisches SThM	67
3.3.1	Untersuchung diverser Messparameter	67
3.3.2	Zusammenfassung und Empfehlung geeigneter Messparameter.....	74
3.4	Auswahl einer geeigneten SThM-Spitze	75
4	Ergebnisse und Diskussion: SThM-Messungen	76
4.1	Bestimmung der Übergangstemperaturen von Kunststoffen mittels TT-SThM... 76	76
4.2	Untersuchungen an Stufensamples mittels Qual- λ -SThM.....	77
4.2.1	SiO ₂ -Stufensample	77
4.2.2	Anneal-Studie zu h-BN.....	82
4.3	Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit mittels λ -SThM.....	84
4.3.1	Bulk-Samples mittels Stat- λ -SThM	84
4.3.2	Dünnschichtsamples aus AlN mittels Stat- λ -SThM-DS.....	86
4.3.3	Querschliffsample mittels Dyn- λ -SThM	89
4.4	Bestimmung von Oberflächentemperaturen mittels ST-SThM	91
4.5	Ergänzungen zu früheren Ergebnissen	94
4.6	Zusammenfassung	95

5	Ergebnisse und Diskussion: FEM-Simulationen zu SThM	96
5.1	Verbessertes Simulationsmodell	96
5.2	Vergleich des Standardmodells mit praktischen SThM-Messungen	99
5.3	Simulation von Kalibrierungskurven in Luftumgebung und Vergleich mit Kalibrierungskurven im Hochvakuum	100
5.3.1	Kalibrierungskurven in Luftumgebung	100
5.3.2	Kalibrierungskurven im Hochvakuum	103
5.4	Simulation verschiedener NC-Szenarien in Luftumgebung	105
5.5	Simulation des Einflusses von Oberflächenrauheiten und Stufen in Luftumgebung	106
5.6	Zusammenfassung	107
6	Ergebnisse und Diskussion: 3-Omega-Methode	109
6.1	Ergebnisse zu SiO ₂ , Si ₃ N ₄ , BN und AlN	109
6.2	Ergebnisvergleich mit Literaturwerten	112
7	Ergebnisse und Diskussion: Widerstandsmethode	114
7.1	Beschreibung des Messvorgangs und vereinfachte eindimensionale Berechnung der thermischen Leitfähigkeit	114
7.2	Korrektur durch Simulations-Fit	116
7.3	Ergebnisse zu SiO ₂ , Si ₃ N ₄ und BN	120
7.4	Ergebnisvergleich mit der 3-Omega-Methode	123
7.5	Zusammenfassung	125
8	Zusammenfassung und Ausblick	127
	Literaturverzeichnis	129

Abkürzungsverzeichnis

AC bzw. DC	Wechselstrom bzw. Gleichstrom
AFM	Rastersondenmikroskop(ie) (engl.: Atomic Force Microscope)
AlN	Aluminiumnitrid
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
a.u.	Willkürliche Einheit (engl.: arbitrary unit)
BN bzw. h-BN	Bornitrid bzw. hexagonales Bornitrid
C	Im Kontakt (engl.: contact)
CAD	Computer aided design
Cont-AFM	Rastersondenmikroskopie im „contact mode“
Cont-SThM	SThM im „contact mode“ (analog zu Cont-AFM)
CuI	Kupferiodid
CVD bzw. PECVD	Chemical Vapor Deposition bzw. Plasma-Enhanced CVD
DD	Differenz-Dünnschicht
Dyn- λ -SThM	Dynamisches, quantitatives SThM bzgl. der thermischen Leitfähigkeit
FEM	Finite-Elemente-Methode
FIB-Cut	Schnitt mittels eines fokussierten Ionenstrahls (engl.: Focused Ion Beam)
GLA	SThM-Spitze des Typs VITA-DM-GLA-1
IC-AFM	Rastersondenmikroskopie im „intermittent-contact mode“
LSM	Laser-Scanning-Mikroskop(ie)
NanoTA	SThM-Spitze des Typs VITA-DM-NanoTA-200
NC	Berührungslos; mit Abstand zur Sampleoberfläche (engl.: non-contact)
NC-AFM	Rastersondenmikroskopie im „non-contact mode“
Qual- λ -SThM	Qualitatives SThM bzgl. der thermischen Leitfähigkeit
REM	Rasterelektronenmikroskop(ie)
Si	Silizium
Si ₃ N ₄	Siliziumnitrid
SiO ₂	Siliziumdioxid
Stat- λ -SThM	Statisches, quantitatives SThM bzgl. der thermischen Leitfähigkeit
Stat- λ -SThM-DS	Statisches, quantitatives SThM bzgl. der thermischen Leitfähigkeit von Dünnschichten
SThM	Scanning Thermal Microscopy (thermische Messmethode im AFM)
ST-SThM	SThM bzgl. der Oberflächentemperatur (engl.: surface temperature)
TIR	Thermischer Kontaktwiderstand (engl.: thermal interface resistance)
TT-SThM	SThM bzgl. der Übergangstemperatur (engl.: transition temperature)
ZrO ₂	Zirkoniumdioxid
λ -SThM	SThM bzgl. der thermischen Leitfähigkeit

In dieser Arbeit werden einige englische Bezeichnungen verwendet. Dies dient einerseits der Konsistenz mit der meist englischsprachigen Literatur, andererseits gibt es oft keine passende deutsche Übersetzung.

Symbolverzeichnis

Symbol	Bedeutung	Einheit
a	Temperaturleitfähigkeit	m^2s^{-1}
A	Fläche (allgemein)	m^2
A_1, A_2, x_0, p	Parameter in Gleichungen	
a, b, c, m	Parameter in Gleichungen	
A_C	Kontaktfläche	m^2
b	Effektiver thermischer Spitzenradius (SThM)	m
\hat{b}	Äquivalenter thermischer Radius (SThM)	m
b_H	Heizerbreite (3-Omega-Methode und Widerstandsmethode)	m
c	Spezifische Wärmekapazität	$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$
c_{Film}	Spezifische Wärmekapazität der Dünnschicht	$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$
c_H	Spezifische Wärmekapazität des Heizers	$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$
c_{Sub}	Spezifische Wärmekapazität des Substrats	$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$
C_{th}	Thermische Kapazität	JK^{-1}
d	Dicke (allgemein)	m
D	Deflection-Signal (Verbiegung des Cantilevers)	V
$d_{DD} = y - x$	Dicke der Differenz-Dünnschicht	m
d_{Film}	Dicke der Dünnschicht	m
d_H	Dicke des Heizers	m
d_{NC}	Abstand zwischen Spitze und Sample für die Messung von R_{NC}	m
d_{Piezo}	Offset des Piezos über der nominalen Sampleoberfläche bei AFM-Abhebekurven	m
d_{Sub}	Dicke des Substrats	m
E_1, E_2	E-Modul von Körper 1 bzw. 2	Nm^{-2}
\hat{E}	Kombiniertes E-Modul	Nm^{-2}
F	Kraft	N
\bar{F}	Lastvektor bei FEM-Modellen	
$f(x)$	Allgemeine Darstellung einer mathematischen Funktion	
h	Wärmeübergangskoeffizient	$\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$
H	Innere Wärmequelle	Ks^{-1}
h_H	Heizerhöhe (Widerstandsmethode)	m
I	Elektrische Stromstärke	A
I_0	Amplitude der elektrischen Stromstärke (AC)	A
I_H	Elektrischer Strom durch den Heizer (Widerstandsmethode)	A
I_{Spitze}	Elektrischer Strom durch die SThM-Spitze	A
J	Elektrische Stromdichte	Am^{-2}
J_1	Besselfunktion erster Gattung und erster Ordnung	
k	Verstärkungsfaktor der Brückenspannung bei SThM	
\bar{K}	Steifigkeitsmatrix bei FEM-Modellen	
l_H	Heizerlänge (3-Omega-Methode und Widerstandsmethode)	m

Symbolverzeichnis

$l_{th, Film}, l_{th, Sub}$	Thermische Wellenlänge in der Dünnschicht bzw. im Substrat	m
m	Masse	kg
m_x, m_y	Steigung der Fitgeraden bei der Widerstandsmethode bei Samples mit $d_{Film} = x$ bzw. $d_{Film} = y$	ΩW^{-1}
n	Zählvariable (n -Messungen)	
P	Leistung	W
P_C	Heizleistung der SThM-Spitze im Kontakt zum Sample	W
$P_{DC}, P_{2\omega}$	DC- bzw. 2ω -Komponente der Leistung (3-Omega-Methode)	W
P_H	Effektivwert der Heizleistung (3-Omega-Methode)	W
P_{Spitze}	Heizleistung der SThM-Spitze	W
\dot{q}	Wärmestromdichte	Wm^{-2}
Q	Wärmemenge	J
\dot{Q}	Wärmestrom, Wärmeleistung	W
\dot{Q}_{konv}	Konvektiver Wärmestrom	W
\dot{Q}_{rad12}	Netto-Strahlungswärmestrom zwischen 2 Körpern	W
$\dot{Q}_{Spitze, ab}$	Von der SThM-Spitze abfließender Wärmestrom (exklusive der Wärmeströme durch die beiden elektrischen Anschlüsse mit $T = 293,15$ K)	W
r	Kugelradius	m
R	Elektrischer Widerstand	Ω
R_1, R_2	Vorwiderstände der beiden Zweige der Wheatstone-Brücke	Ω
R^2	Bestimmtheitsmaß	
R_a	Mittenrauwert	m
r_c	Kontaktradius	m
R_C	Elektrischer Widerstand der SThM-Spitze im Kontakt zum Sample	Ω
R_d	Dynamischer Wechselspannungsanteil des elektrischen Widerstands	Ω
R_H	Elektrischer Widerstand des Heizers	Ω
R_{H, T_0}	Elektrischer Widerstand des Heizers bei einer bestimmten Bezugstemperatur	Ω
$R_{H, T_0, x}, R_{H, T_0, y}$	Elektrischer Widerstand des Heizers bei einer bestimmten Bezugstemperatur mit $d_{Film} = x$ bzw. $d_{Film} = y$	Ω
$R_{H, x}, R_{H, y}$	Elektrischer Widerstand des Heizers mit $d_{Film} = x$ bzw. $d_{Film} = y$	Ω
R_{NC}	Elektrischer Widerstand der SThM-Spitze mit Abstand zur Sampleoberfläche	Ω
R_q	Quadratische Rauheit	m
R_{Ref}	Variabler elektrischer Widerstand am Referenzast der Wheatstone-Brücke	Ω
R_s	Statischer Gleichspannungsanteil des elektrischen Widerstands	Ω
R_{Spitze}	Elektrischer Widerstand der SThM-Spitze	Ω
$R_{T_0}, R_{T_1}, R_{T_2}$	Elektrischer Widerstand bei einer bestimmten Bezugstemperatur	Ω

r_{th}	Spezifischer thermischer Widerstand, Wärmedurchlasswiderstand	m^2KW^{-1}
R_{th}	Thermischer Widerstand	KW^{-1}
$r_{th,C}$	Spezifischer thermischer Kontaktwiderstand	m^2KW^{-1}
$R_{th,C}$	Thermischer Kontaktwiderstand	KW^{-1}
$r_{th,C,Film}$	Spezifischer thermischer Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat	m^2KW^{-1}
$R_{th,C,Film}$	Thermischer Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat	KW^{-1}
$r_{th,C,Spitze}$	Spezifischer thermischer Kontaktwiderstand zwischen Spitze und Sample	m^2KW^{-1}
$R_{th,C,Spitze}$	Thermischer Kontaktwiderstand zwischen Spitze und Sample	KW^{-1}
$R_{th,C,Sub}$	Thermischer Kontaktwiderstand zwischen Substrat und Wärmesenke	KW^{-1}
$r_{th,DD}$	Spezifischer thermischer Widerstand der Differenz-Dünnschicht	m^2KW^{-1}
$R_{th,DD}$	Thermischer Widerstand der Differenz-Dünnschicht	KW^{-1}
$r_{th,Deg}$	Spezifischer thermischer Widerstand durch Degradation	m^2KW^{-1}
$R_{th,Film}$	Thermischer Widerstand der Dünnschicht	KW^{-1}
$R_{th,Film+Sub}$	Thermischer Widerstand von Dünnschicht + Substrat	KW^{-1}
$R_{th,Film+Sub,dick}$	Thermischer Widerstand von Dünnschicht + Substrat (Näherung für dicke Schichten)	KW^{-1}
$R_{th,Film+Sub,dünn}$	Thermischer Widerstand von Dünnschicht + Substrat (Näherung für dünne Schichten)	KW^{-1}
$r_{th,Film,x}$	Spezifischer thermischer Widerstand der Dünnschicht mit	m^2KW^{-1}
$r_{th,Film,y}$	$d_{Film} = x$ bzw. $d_{Film} = y$	
$R_{th,Film,x}$	Thermischer Widerstand der Dünnschicht mit $d_{Film} = x$ bzw.	KW^{-1}
$R_{th,Film,y}$	$d_{Film} = y$	
$R_{th,ges}$	Gesamter thermischer Widerstand	KW^{-1}
$R_{th,Spitze}$	Thermischer Widerstand der SThM-Spitze	KW^{-1}
$R_{th,Sub}$	Thermischer Widerstand des Substrats (diffus)	KW^{-1}
$R_{th,Sub,bal}$	Thermischer Widerstand des Substrats (ballistisch)	KW^{-1}
$r_{th,Wü} = 1/h$	Spezifischer Wärmeübergangswiderstand	m^2KW^{-1}
R_V	Vorwiderstand	Ω
t	Eindringtiefe	m
t	Zeit	s
T	Temperatur	K, °C
T_0	Temperatur zum Zeitpunkt $t = 0$ s	K, °C
T_0	Offset der Temperaturoszillation (3-Omega-Methode)	K, °C
T_0	Temperatur der Wärmesenke	K, °C
T_0, T_1, T_2	Bezugstemperatur	K, °C
T_1, T_2	Temperatur von Körper 1 bzw. 2	K, °C
T_{Film}	Temperatur der Dünnschicht	K, °C
T_H	Temperatur des Heizers	K, °C

Symbolverzeichnis

$T_{H,x}, T_{H,y}$	Temperatur des Heizers über einer Dünnschicht mit $d_{Film} = x$ bzw. $d_{Film} = y$	K, °C
T_{Spitze}	Temperatur der SThM-Spitze (im Heizer- und Spitzenbereich)	K, °C
T_{Sub}	Temperatur des Substrats	K, °C
T_T	Übergangstemperatur bei Kunststoffen oder Verbundwerkstoffen	K, °C
T_{Wand}	Wandtemperatur	K, °C
T_x, T_y	Temperatur einer Dünnschicht mit $d_{Film} = x$ bzw. $d_{Film} = y$	K, °C
T_∞	Umgebungstemperatur	K, °C
U	Elektrische Spannung	V
\bar{U}	Verschiebungsvektor bei FEM-Modellen	
$U_{1\omega}, U_{3\omega}$	1 ω - bzw. 3 ω -Anteil des Spannungssignals	V
$U_{1\omega,rms}, U_{3\omega,rms}$	Effektivwert von $U_{1\omega}$ bzw. $U_{3\omega}$	V
U_C	Spannung an der SThM-Spitze im Kontakt zum Sample	V
U_H	Heizerspannung bei SThM (Versorgungsspannung der Wheatstone-Brücke bzw. Spannung an der Reihenschaltung aus Vorwiderstand + SThM-Spitze)	V
U_{out}	Verstärkte Brückenspannung (thermisches Signal bei SThM)	V
U_{Ref}	Spannung am Referenzast der Wheatstone-Brücke	V
U_{Spitze}	Spannung an der SThM-Spitze	V
V	Volumen	m ³
w, x_1, x_2, y_1, y_2	Definierte Substitutionsterme innerhalb von Gleichungen	
x, y	Schichtdicke bei Differenz-Dünnschichten	m
x, y, z	x-, y- und z-Koordinate bzw. Raumrichtung	m
α	Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes 1. Ordnung	K ⁻¹
$\alpha_{T_0}, \alpha_{T_1}, \alpha_{T_2}$	α bei einer bestimmten Bezugstemperatur	K ⁻¹
$\alpha_{T_0,x}, \alpha_{T_0,y}$	α bei einer bestimmten Bezugstemperatur bei einem Sample mit $d_{Film} = x$ bzw. $d_{Film} = y$	K ⁻¹
β_{Fit}	Fitparameter zur Berechnung von $\lambda_{DD,korr}$ (Widerstandsmethode)	Wm ⁻¹
$\Delta R = R_{NC} - R_C$	Differenz des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze mit Abstand (R_{NC}) und im Kontakt zum Sample (R_C)	Ω
$\Delta T_1, \Delta T_2, \Delta T_3, \Delta T_4$	Temperaturabfall	K
$\Delta T_{2\omega}$	Temperaturamplitude der Temperaturoszillation mit Frequenz 2 ω	K
ΔT_{DD}	Temperaturabfall über einer Differenz-Dünnschicht	K
$\Delta T_{Film}, \Delta T_{Sub}$	Temperaturabfall über einer Dünnschicht bzw. über dem Substrat	K
ΔT_{Spitze}	Temperaturunterschied der SThM-Spitze (im Heizerbereich) zur Umgebung	K
$\Delta T_x, \Delta T_y$	Temperaturabfall über jeweiliger Dünnschicht mit Schichtdicke $d_{Film} = x$ bzw. $d_{Film} = y$	K
ϵ, ϵ_1	Emissionsgrad	
λ	Thermische Leitfähigkeit (Wärmeleitfähigkeit)	Wm ⁻¹ K ⁻¹
λ_{Bulk}	Thermische Leitfähigkeit eines Bulk-Samples	Wm ⁻¹ K ⁻¹
λ_{DD}	Thermische Leitfähigkeit einer Differenz-Dünnschicht	Wm ⁻¹ K ⁻¹

$\lambda_{DD,1D}$	Thermische Leitfähigkeit einer Differenz-Dünnschicht berechnet durch eindimensionale Näherungsgleichung	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\lambda_{DD,korr}$	Thermische Leitfähigkeit einer Differenz-Dünnschicht korrigiert durch Simulations-Fit	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\lambda_{DD,korr,max}$	Oberer Grenzwert von $\lambda_{DD,korr}$	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\lambda_{DD,korr,min}$	Unterer Grenzwert von $\lambda_{DD,korr}$	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\lambda_{DD,korr,mittel}$	Mittlerer Wert von $\lambda_{DD,korr}$	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_{Film}	Thermische Leitfähigkeit einer Dünnschicht	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\lambda_{Film,x}, \lambda_{Film,z}$	Thermische Leitfähigkeit einer Dünnschicht in x- bzw. z-Richtung (in-plane bzw. cross-plane)	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_{ges}	Resultierende thermische Leitfähigkeit eines Schichtsystems	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_H	Thermische Leitfähigkeit des Heizers	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_{int}	Intrinsische thermische Leitfähigkeit (3-Omega-Methode und Widerstandsmethode)	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_{Luft}	Thermische Leitfähigkeit der Umgebungsluft	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_{Sim}	Tatsächliche, im Simulationsprogramm eingegebene thermische Leitfähigkeit des gesamten Samples	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_{SiO_2}	Thermische Leitfähigkeit von SiO_2	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_{Stufe}	Durch eine Stufe verfälschte thermische Leitfähigkeit des Samples	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
λ_{Sub}	Thermische Leitfähigkeit des Substrats	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
Λ_{Sub}	Unelastische mittlere freie Weglänge akustischer Phononen im Substrat	m
ν_1, ν_2	Poissonzahl von Körper 1 bzw. 2	
ρ	Dichte	kgm^{-3}
ρ_{Film}	Dichte der Dünnschicht	kgm^{-3}
ρ_H	Dichte des Heizers	kgm^{-3}
ρ_{Sub}	Dichte des Substrats	kgm^{-3}
σ	Elektrische Leitfähigkeit	Sm^{-1}
σ	Standardabweichung	divers
φ	Phasenverschiebung	rad
ω	Frequenz (Anregungsfrequenz)	Hz

Konstante	Bedeutung	Wert
η	Konstante bei der 3-Omega-Methode	1,05 nach Lee und Cahill [7]
σ_B	Stefan-Boltzmann-Konstante	$5,67 \cdot 10^{-8} \text{Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$

1 Einleitung

1.1 Motivation und Zielsetzung

Die Forschung an mikro- und nanoelektronischen Systemen und deren Produktion sind eine der wichtigsten technologischen Herausforderungen der Zukunft. Gerade während der Corona-Pandemie wurde deutlich, wie gravierend sich ein Mangel an Halbleitern auf die Wirtschaft auswirkt. Gleichzeitig fand in den letzten Jahrzehnten eine kontinuierliche Verringerung der Strukturgrößen in Mikrochips statt. So betragen die Strukturgrößen mittlerweile nur noch wenige Nanometer. In diesen ultradünnen Schichten spielt die Ableitung der Wärme von kritischen Strukturen eine immer wichtigere Rolle. Elektrisch isolierende Schichten sollten daher trotzdem eine gute thermische Leitfähigkeit aufweisen. Vielversprechende Materialien für derartige Dünnschichten bestehen beispielsweise aus Bornitrid (BN) oder Aluminiumnitrid (AlN), neben den etablierten aus Siliziumdioxid (SiO_2) und Siliziumnitrid (Si_3N_4). Die thermische Charakterisierung stößt jedoch mit kleineren Schichtdicken auf Grund von nanoskaligen Effekten zunehmend an ihre Grenzen. Eine verlässliche thermische Charakterisierung ultradünner Schichten erfordert daher neue Messmethoden oder die Verbesserung bereits bestehender Methoden.

In der vorliegenden Arbeit liegt der Hauptfokus auf der Scanning Thermal Microscopy (SThM). Es handelt sich dabei um eine Methode zur thermischen Charakterisierung von Dünnschichten und Bulk-Samples, die im Rastersondenmikroskop (AFM für engl. Atomic Force Microscope) angewandt wird. SThM-Messungen können sowohl im Vakuum als auch in Luft stattfinden. Die Anwendung der Methode erfordert detaillierte Kenntnisse, da die thermischen Messungen oft von Artefakten verfälscht werden und die Ergebnisse von diversen Messparametern abhängen. In der Literatur finden sich jedoch kaum verlässliche Quellen zu SThM-Messungen in Luftumgebung, in denen Artefakte klar beschrieben werden und sinnvolle Messparameter evaluiert werden. In der vorliegenden Arbeit werden daher verschiedene Artefakt-Typen beschrieben und klassifiziert sowie geeignete Messparameter für SThM an Luft herausgearbeitet. Dadurch können dann diverse Dünnschichten und Bulk-Samples thermisch charakterisiert werden. Detaillierte Simulationen mit der Finite-Elemente-Methode (FEM) tragen zum besseren Verständnis der Methode und zur Erklärung einiger Phänomene bei. Hier finden sich insbesondere für die herangezogene SThM-Spitze vom Typ VITA-DM-NanoTA-200 (NanoTA) nur unzureichende Simulationsmodelle in der Literatur.

Im weiteren Verlauf der Arbeit wird zudem mit der Widerstandsmethode eine neuartige Vorgehensweise präsentiert, mit denen Dünnschichten relativ schnell und mit geringem Budget thermisch charakterisiert werden können. Die Methode in Kombination mit einer Korrektur durch FEM-Simulationen konnte in der vorliegenden Form in der wissenschaftlichen Literatur nicht gefunden werden.

Darüber hinaus werden dieselben Dünnschichten mit der etablierten 3-Omega-Methode charakterisiert. Dadurch können die Messungen mittels SThM und Widerstandsmethode einerseits verifiziert werden, andererseits können verlässliche Werte von thermischen Kontaktwiderständen sowie schichtdickenabhängigen thermischen Leitfähigkeiten bestimmt werden.

Zusammenfassend ist das Ziel dieser Arbeit die Verbesserung vorhandener Methoden durch das Schließen von zuvor erwähnten Forschungslücken und die Entwicklung einer neuen Methode zur thermischen Charakterisierung. Im Verlauf der Arbeit können dadurch Dünnschichten aus SiO_2 , Si_3N_4 , BN und AlN sowie einige Bulk-Samples aus Oxiden, Kunststoffen und Materialien aus der Natur thermisch charakterisiert werden.

1.2 Aufbau der Dissertation

Die vorliegende Arbeit ist aufgeteilt in acht Kapitel. **Kapitel 1** zeigt die Motivation, die Ziele und den Aufbau der Arbeit. In **Kapitel 2** werden die für das Verständnis der Arbeit notwendigen theoretischen Grundlagen beschrieben. Außerdem werden alle angewandten Methoden erklärt sowie deren Stand der Wissenschaft und Technik dargestellt. In diesem Kapitel finden sich ebenso alle verwendeten Messgeräte und Softwares sowie eine Literaturrecherche zu den herangezogenen Materialien. **Kapitel 3** stellt erste Ergebnisse der SThM-Messungen dar. Hier werden zunächst Artefakte in SThM-Bildern beschrieben, bevor geeignete Messparameter für statisches und dynamisches SThM ermittelt werden. Die Erkenntnisse in Kapitel 3 sind Grundlage für alle weiteren SThM-Messungen. Die Ergebnisse der qualitativen und quantitativen SThM-Messungen finden sich in **Kapitel 4**. Es handelt sich dabei um Übergangstemperaturen von Kunststoffen, thermische Leitfähigkeiten dünner Schichten und von Bulk-Samples, Oberflächentemperaturen sowie Ergebnisse von SThM an SiO_2 -Stufensamples und von einer Anneal-Studie zu hexagonalem Bornitrid (h-BN). **Kapitel 5** beschreibt neue FEM-Simulationen zu SThM. Hier wird ein eigenes, bereits veröffentlichtes Simulationsmodell [1] weiterentwickelt, wodurch sich einige neue Erkenntnisse ergeben. Die Simulationen werden mit praktischen Messungen verglichen, sofern dies möglich ist. In **Kapitel 6** finden sich die Ergebnisse der 3-Omega-Messungen an Dünnschichten aus SiO_2 , Si_3N_4 , BN und AlN. Die dadurch ermittelten thermischen Leitfähigkeiten werden als am zuverlässigsten angesehen und gelten daher als Referenzmessungen für die anderen Kapitel. Die Ergebnisse der neu entwickelten Widerstandsmethode sowie die Korrektur mittels FEM-Simulationen werden in **Kapitel 7** dargestellt und mit den Ergebnissen der 3-Omega-Methode verglichen. Schließlich findet sich in **Kapitel 8** eine Zusammenfassung aller Ergebnisse und ein Ausblick.

2 Theoretische Grundlagen, Methoden und Materialien

Dieses Kapitel behandelt alle technischen und physikalischen Grundlagen, die zum Verständnis der vorliegenden Arbeit erforderlich sind, und liefert einen Überblick über den Stand der Wissenschaft und Technik.

2.1 Wärmeübertragung und spezielle thermische Berechnungen und Methoden

2.1.1 Grundlegendes

Dieser Abschnitt ist angelehnt an [2]. Wärmeübertragung findet durch drei verschiedene, sich überlagernde Mechanismen statt: Wärmeleitung, Konvektion und Wärmestrahlung. Während Wärmeleitung und Konvektion massegebunden sind, tritt Wärmestrahlung auch im Hochvakuum auf. Wärmeleitung basiert auf der Wechselwirkung von Atomen und Molekülen und wird durch das Fouriersche Gesetz [3] beschrieben. Im dreidimensionalen Fall gilt

$$\dot{q} = -\lambda \cdot \nabla T, \quad (2.1)$$

wobei \dot{q} die Wärmestromdichte, λ die thermische Leitfähigkeit und ∇T den Temperaturgradienten darstellen. Durch weitere Umformungen ergibt sich aus Gleichung (2.1) die allgemeine inhomogene Wärmeleitungsgleichung mit inneren Wärmequellen $H(x, y, z, t)$ (z. B. Joulesche Erwärmung) und der Temperaturleitfähigkeit bzw. Diffusivität $a := \lambda/(\rho \cdot c)$ zu

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \cdot \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + H(x, y, z, t). \quad (2.2)$$

Hierbei sind t die Zeit, ρ die Dichte, c die spezifische Wärmekapazität und x, y und z die drei Raumrichtungen. Die Wärmeleitfähigkeit λ als Proportionalitätskonstante in Gleichung (2.1) stellt eine für diese Arbeit zentrale Materialeigenschaft dar. In der Nanoelektronik ist λ oft abhängig vom Herstellungsverfahren, der Schichtdicke, der Temperatur und der Richtung [4–6]. Bei anisotropen Dünnschichten wird die Richtungsabhängigkeit meist ausgedrückt durch die cross-plane und in-plane Wärmeleitfähigkeit. Die Richtungsangabe bezieht sich hierbei auf die Oberfläche. Cross-plane bedeutet folglich die Richtung senkrecht zur Oberfläche, in-plane die Richtung parallel zur Oberfläche.

Konvektion ist ein massegebundener Energietransport. Er wird durch Teilchenbewegungen in einem Fluid verursacht und ist stets mit Wärmeleitung innerhalb des Fluids überlagert, wobei diese Wärmeleitung meist eine untergeordnete Rolle spielt. Im Falle der freien (natürlichen) Konvektion wird die konvektive Strömung durch Dichteunterschiede eines unterschiedlich warmen Fluids verursacht. Der konvektiv übertragene Wärmestrom \dot{Q}_{konv} zwischen Wand und Fluid ist proportional zur wärmeübertragenden Fläche A und zum Temperaturunterschied $\Delta T = T_{Wand} - T_{\infty}$, wobei gilt:

$$\dot{Q}_{konv} = h \cdot A \cdot (T_{Wand} - T_{\infty}). \quad (2.3)$$

Die Proportionalitätskonstante h wird als konvektiver Wärmeübergangskoeffizient bezeichnet und hängt von diversen Einflüssen ab. Während Konvektion bei der 3-Omega-Methode vernachlässigt werden kann, hat sie bei SThM an Luft eine entscheidende Bedeutung (siehe Kapitel 5). Wärmestrahlung ist ein nicht-stoffgebundener Energietransport zwischen zwei oder mehreren Körperoberflächen, welcher auf elektromagnetischen Schwingungen beruht. Sie tritt daher auch im Vakuum auf. Nach dem Sender-Empfänger-Prinzip sind beteiligte Körper sowohl aussendend (emittierend) als auch aufnehmend (absorbierend). Der Netto-Strahlungswärmestrom zwischen zwei Körpern \dot{Q}_{rad12} berechnet sich durch Vereinfachung des Stefan-Boltzmannschen Strahlungsgesetzes mit dem materialspezifischen Emissionsgrad ϵ_1 und der Stefan-Boltzmann-Konstante σ_B zu

$$\dot{Q}_{rad12} = \epsilon_1 \cdot \sigma_B \cdot A_1 \cdot (T_1^4 - T_2^4). \quad (2.4)$$

Gleichung (2.4) gilt unter der Annahme, dass die emissionsfähige Fläche von Körper 2 viel größer ist als diejenige von Körper 1 (z. B. SThM-Cantilever in Umgebung aus Luft). Im weiteren Verlauf wird sich zeigen, dass Strahlungseffekte im Rahmen dieser Arbeit meist in guter Näherung vernachlässigt werden können.

Zur Aufstellung und Berechnung thermischer Netzwerke, wie es automatisiert auch in FEM-Programmen erfolgt, spielen die thermische und elektrische Analogie eine entscheidende Rolle. Im elektrischen Stromkreis sorgt eine Potentialdifferenz $\Delta U = U_2 - U_1$ für einen elektrischen Stromfluss I . Analog dazu führt im thermischen Netzwerk eine Temperaturdifferenz $\Delta T = T_2 - T_1$ zu einem Wärmestrom \dot{Q} von warm zu kalt. Der Quotient aus Ursache (ΔU bzw. ΔT) und Wirkung (I bzw. \dot{Q}) ist jeweils definiert als elektrischer bzw. thermischer Widerstand¹ [2] zu

$$R = \frac{\Delta U}{I} \quad \text{bzw.} \quad R_{th} = \frac{\Delta T}{\dot{Q}}. \quad (2.5)$$

Dynamische thermische Netzwerke enthalten zusätzlich thermische Kapazitäten

$$C_{th} = \frac{\Delta Q}{\Delta T} = c \cdot m, \quad (2.6)$$

wobei ΔQ die zu- oder abgeführte Wärmemenge, c die spezifische Wärmekapazität und m die Masse ist. Die elektrischen Gesetzmäßigkeiten für Reihen- und Parallelschaltungen von Widerständen und Kapazitäten und die Kirchhoffschen Regeln gelten auch in thermischen Netzwerken. Der thermische Widerstand einer ebenen Schicht der Dicke d und Querschnittsfläche A in Folge von Wärmeleitung kann analog zum elektrischen Widerstand eines Leiters zu

$$R_{th} = \frac{d}{\lambda \cdot A} \quad (2.7)$$

berechnet werden. Aus Gleichung (2.7) leitet sich eine weitere wichtige Kenngröße der Nanoelektronik ab, der sogenannte spezifische Wärmedurchlasswiderstand r_{th} . Er wird oft für ultradünne Schichten angewandt und berechnet sich als Quotient aus Schichtdicke d und Wärmeleitfähigkeit λ zu

¹ In dieser Arbeit werden alle thermischen Widerstände mit dem Zusatz „th“ im Index gekennzeichnet, während es sich bei allen Widerständen ohne „th“ im Index um elektrische Widerstände handelt. Außerdem werden alle spezifischen (flächenbezogenen) thermischen Widerstände mit Kleinbuchstaben beschrieben.

$$r_{th} = R_{th} \cdot A = \frac{d}{\lambda}. \quad (2.8)$$

Ultradünne Schichten können dadurch in Simulationen als Schichtwiderstände mit unendlich kleiner Dicke vereinfacht werden, wodurch sich die Vernetzung von FEM-Modellen vereinfacht. Sie können so zu vorhandenen spezifischen thermischen Kontaktwiderständen addiert werden.

Thermische Kontaktwiderstände (TIR für engl. thermal interface resistance) treten auf, wenn zwei Bauteilschichten im Kontakt stehen. In der Realität sind diese meist nicht ideal thermisch gekoppelt, da Fluideinschlüsse auf Grund von Oberflächenrauheiten und Verunreinigungen die Wärmeübertragung behindern und sich Randschichten in Festkörpern von deren Bulk-Aufbau unterscheiden können (z. B. durch dünne Oxidschichten). TIRs werden spezifisch (flächenbezogen) in der Einheit m^2KW^{-1} angegeben und beschreiben den Temperaturabfall ΔT an der Kontaktstelle. Zur Verwendung in thermischen Netzwerken können spezifische TIRs $r_{th,C}$ mittels Division durch die Kontaktfläche A zu

$$R_{th,C} = \frac{r_{th,C}}{A} \quad (2.9)$$

umgerechnet werden. TIRs werden von vielen Faktoren beeinflusst wie beispielsweise der Oberflächenrauheit, der Werkstoffpaarung und deren Herstellungsprozess, dem Spaltmedium, der Temperatur oder dem Anpressdruck. Für diese Arbeit sind insbesondere TIRs zwischen Bulk-Si und dünnen Schichten aus SiO_2 , Si_3N_4 , BN und AlN von Bedeutung. Allgemein treten spezifische TIRs in der Mikro- und Nanoelektronik oft in Größenordnungen zwischen $5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ auf [4,7–21], deren Messung für den konkreten Einzelfall gestaltet sich jedoch als schwierig und aufwändig. Es ist daher oft sinnvoll, die spezifischen TIRs in einem realistischen Bereich anzunehmen, statt einen festen Wert zu wählen.

Ein weiterer für diese Arbeit bedeutender Effekt ist die Joulesche Erwärmung (auch: Stromwärmegesetz). Diese tritt auf, wenn ein elektrischer Strom I ein Bauteil durchfließt und von dessen elektrischen Widerstand R behindert wird. Das führt zu einem Spannungsabfall einhergehend mit einer Wärmeleistung \dot{Q} , wie es beispielsweise in einer herkömmlichen Glühlampe der Fall ist. Im Allgemeinen kann die durch Joulesche Erwärmung hervorgerufene Wärmeleistung in einem stromdurchflossenen Leiter durch eine Volumenintegration nach

$$\dot{Q} = \iiint_V \frac{1}{\sigma} \cdot J^2 dV \quad (2.10)$$

berechnet werden, wobei J die elektrische Stromdichte und σ die elektrische Leitfähigkeit ist. Bei komplexeren Geometrien und multidependenten Materialparametern, wie es beispielsweise bei SThM der Fall ist, eignet sich FEM zur Berechnung der Jouleschen Erwärmung nach Gleichung (2.10). Im Falle eines von Gleichstrom durchflossenen homogenen Leiters gilt: $\sigma = \text{konst.}$ und $J = \text{konst.}$ Es ergibt sich dadurch als Vereinfachung

$$\dot{Q} = I^2 \cdot R = \frac{U^2}{R} \quad (\text{mit } \sigma = \text{konst. und } J = \text{konst.}), \quad (2.11)$$

wodurch beispielsweise bei der 3-Omega- oder Widerstandsmethode eine Abschätzung der Heizleistung in guter Näherung möglich wird.

2.1.2 Eindimensionale Berechnung der thermischen Leitfähigkeit von Differenz-Dünnschichten

Eine Differenz-Dünnschicht (DD) ist in dieser Arbeit definiert als diejenige Schicht, die sich durch Subtraktion einer dünnen von einer dicken Schicht bei ansonsten gleichen Randbedingungen ergibt, wie es in Abb. 2.1 dargestellt ist. Das theoretische Modell einer DD wird in diesem Abschnitt hergeleitet und eignet sich hervorragend zur näherungsweise Berechnung der thermischen Leitfähigkeit dünner Schichten. Durch dieses mathematische Modell müssen bei praktischen Messungen nur noch zwei Heizertemperaturen gemessen werden, da sich alle sonstigen Messgrößen im Idealfall eliminieren. Dadurch wird der Messvorgang wesentlich vereinfacht. Die folgende Herleitung ist unter diesen Annahmen korrekt:

- Eindimensionaler Wärmefluss vom Heizer zur Wärmesenke
- Vernachlässigung von Konvektion und Wärmestrahlung: Der Wärmefluss in die Umgebung durch Konvektion und Wärmestrahlung wird auf Grund der hohen thermischen Widerstände zwischen Sample und Luftumgebung vernachlässigt. Dies kann leicht durch eine Überschlagsrechnung anhand eines geeigneten thermischen Netzwerks mit geschätzten Wärmeübergangskoeffizienten für freie Konvektion und Wärmestrahlung überprüft werden. Eine Vergleichssimulation zeigt zudem, dass sich die Ergebnisse des Simulations-Fits in Kapitel 7 durch Änderung der Konvektions- und Strahlungsparameter nur marginal ändern.
- Isotrope und temperaturunabhängige thermische Leitfähigkeiten
- Temperaturunabhängige thermische Kontaktwiderstände
- Die thermischen Kontaktwiderstände, die intrinsischen thermischen Leitfähigkeiten und die Abmessungen der Heizer der zur Berechnung der DD herangezogenen Samples sind identisch.

Im Folgenden wird das mathematische Modell zur Berechnung der thermischen Leitfähigkeit einer DD $\lambda_{DD,1D}$ durch zwei Dünnschichten mit den Schichtdicken $d_{Film} = y$ (dick) bzw. $d_{Film} = x$ (dünn) dargestellt, auf deren Oberseite jeweils ein Heizer appliziert ist. Beide Dünnschichten sind auf einem Substrat aufgebracht. Zwischen Substrat/Dünnschicht und Dünnschicht/Heizer befinden sich jeweils thermische Kontaktwiderstände. Beide Samples sind auf einer Wärmesenke mit fest definierter Temperatur T_0 platziert, zu der ebenfalls ein thermischer Kontaktwiderstand besteht. Ein definierter Wärmestrom \dot{Q} durchfließt jedes Sample ausgehend vom Heizer, wodurch sich im stationären Zustand in den Heizern jeweils eine bestimmte Temperatur $T_{H,y}$ bzw. $T_{H,x}$ einstellt. Die der Berechnung zugrunde liegenden eindimensionalen thermischen Netzwerke sind in Abb. 2.1 dargestellt. Aus $R_{th,DD} = \frac{\Delta T_{DD}(\dot{Q})}{\dot{Q}} = \frac{1}{\lambda_{DD,1D}} \cdot \frac{d}{A} = \frac{1}{\lambda_{DD,1D}} \cdot \frac{y-x}{A}$ ergibt sich die eindimensionale Näherungsgleichung

$$\lambda_{DD,1D} = \frac{(y-x) \cdot \dot{Q}}{A \cdot \Delta T_{DD}(\dot{Q})} \quad (2.12)$$

zur Berechnung von $\lambda_{DD,1D}$. Der Temperaturabfall über der DD $\Delta T_{DD}(\dot{Q})$ kann durch Messung der beiden Heizertemperaturen $T_{H,y}(\dot{Q})$ und $T_{H,x}(\dot{Q})$ mittels

$$\begin{aligned}
 T_{H,y}(\dot{Q}) - T_{H,x}(\dot{Q}) &= [\Delta T_1(\dot{Q}) + \Delta T_y(\dot{Q}) + \Delta T_2(\dot{Q}) + \Delta T_3(\dot{Q}) + \Delta T_4(\dot{Q}) + T_0] - \\
 &\quad [\Delta T_1(\dot{Q}) + \Delta T_x(\dot{Q}) + \Delta T_2(\dot{Q}) + \Delta T_3(\dot{Q}) + \Delta T_4(\dot{Q}) + T_0] = \\
 &= \Delta T_y(\dot{Q}) - \Delta T_x(\dot{Q}) = \Delta T_{DD}(\dot{Q})
 \end{aligned} \tag{2.13}$$

berechnet werden, wobei sich alle parasitären Einflüsse wie thermische Kontaktwiderstände, Übergangswiderstände zur Wärmesenke und Temperaturabfälle über allen anderen Schichten aus der Berechnung eliminieren. Eine vereinfachte Berechnung von $\lambda_{DD,1D}$ nach den Gleichungen (2.12) und (2.13) setzt jedoch u. a. voraus, dass der Wärmefluss nahezu eindimensional erfolgt. Dies ist jedoch nur bei breiten Heizern der Fall. In der vorliegenden Arbeit wird allerdings mit dünnen Heizern gemessen, wodurch eine Korrektur erforderlich wird. Dies kann beispielsweise durch FEM-Simulationen erfolgen, wie es in Kapitel 7 gezeigt wird. Durch diese Simulationen kann auch der Einfluss der weiteren zu Beginn des Abschnitts getroffenen Annahmen eliminiert werden.

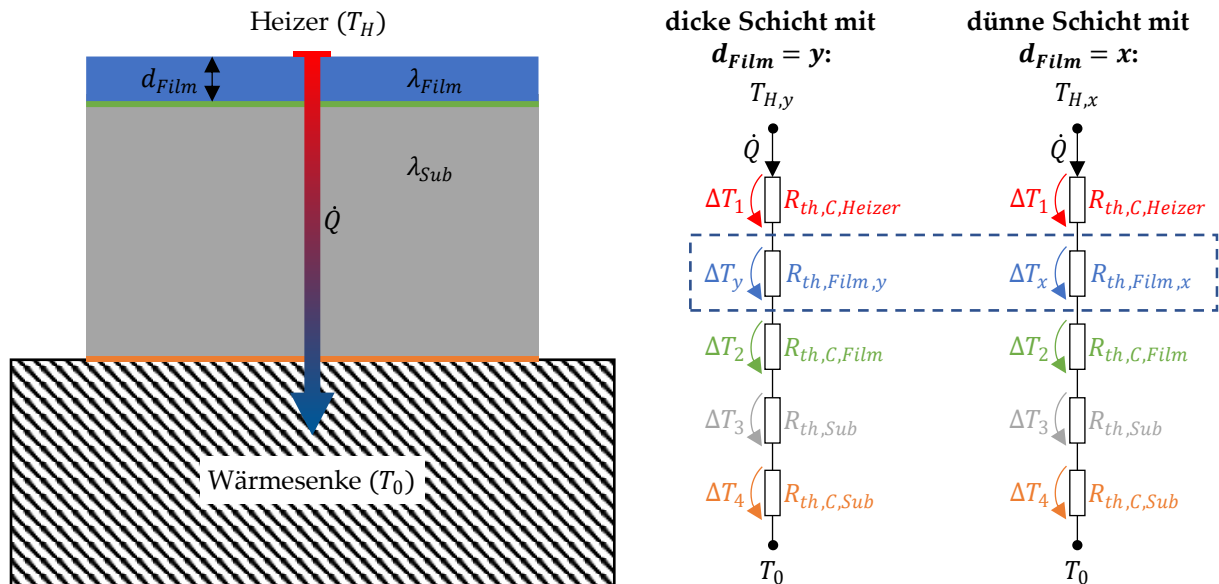


Abb. 2.1: Eindimensionale thermische Netzwerke für zwei Dünnschichtsample unterschiedlicher Schichtdicken zur Herleitung der thermischen Leitfähigkeit einer DD $\lambda_{DD,1D}$

2.1.3 Berechnung von Kontaktflächen bei SThM-Messungen

Die folgende Herleitung ist angelehnt an [1,22]. Kontaktflächen, wie sie bei SThM-Messungen auftreten, können mittels Hertzscher Pressung berechnet werden. Berührt eine Kugel mit Radius r , Poissonzahl ν_1 und E-Modul E_1 eine ebene Oberfläche mit Poissonzahl ν_2 und E-Modul E_2 mit einer Kraft F , so kann die Eindringtiefe t durch

$$\begin{aligned}
 t &= \sqrt[3]{\left(\frac{3F}{4\acute{E}\cdot\sqrt{r}}\right)^2} \\
 \text{mit } \acute{E} &= \frac{E_1 \cdot E_2}{(1-\nu_1^2) \cdot E_2 + (1-\nu_2^2) \cdot E_1}
 \end{aligned} \tag{2.14}$$

berechnet werden, wobei \acute{E} das kombinierte E-Modul ist [22].

Der Kontaktradius r_C ergibt sich dann zu

$$r_C = \sqrt{r \cdot t}, \quad (2.15)$$

womit schließlich über $A_C = r_C^2 \cdot \pi$ die Kontaktfläche berechnet werden kann [22]. Die Berechnung von A_C durch den Kontaktradius r_C führt nicht zum exakt richtigen Wert, da es sich bei der Kontaktfläche nicht um einen ebenen Kreis, sondern um einen kleinen Oberflächenausschnitt einer Kugel handelt. Bei sehr kleinen Eindringtiefen, wie es bei SThM der Fall ist, kann diese Abweichung allerdings vernachlässigt werden, wie in [1] gezeigt wurde. Die Ermittlung von Kontaktflächen bei SThM durch die vorangegangene Berechnung kann daher als hinreichend genau betrachtet werden. In der eigenen Publikation [1] findet sich eine graphische Darstellung der Kontaktfläche A_C in Abhängigkeit der Anpresskraft der SThM-Spitze F für verschiedene Szenarien. Für die in der vorliegenden Arbeit simulierten Szenarien in Kapitel 5 sind die $A_C(F)$ -Kurven in Abb. 5.4 dargestellt.

2.1.4 Berechnung des thermischen Gesamtwiderstands bei einem 2-Schicht-System bei SThM-Messungen

Die folgende Herleitung ist zusammengefasst aus [23–25]. Abb. 2.2 stellt das thermische Netzwerk und die nötigen Formelbezeichnungen übersichtlich dar.

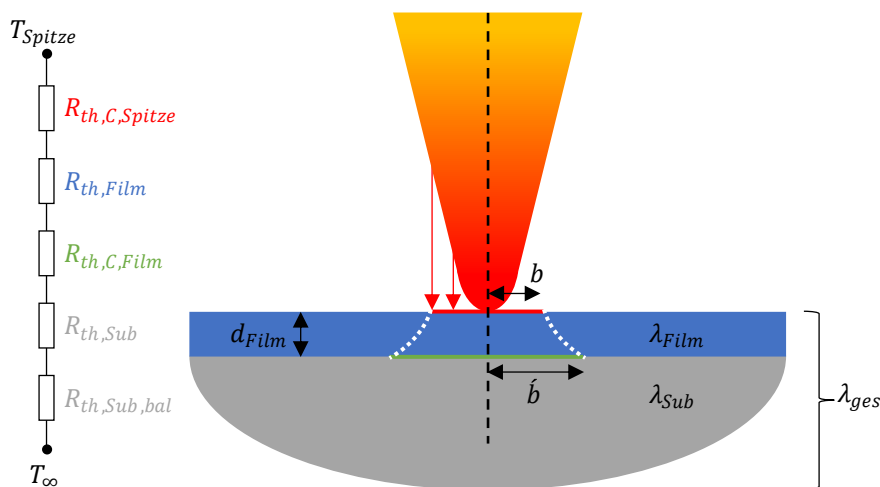


Abb. 2.2: Übersichtliche Darstellung des thermischen Netzwerks und der nötigen Formelbezeichnungen bei SThM-Messungen an einem 2-Schicht-System in Anlehnung an [23,26]

Das thermische SThM-Signal (siehe Abschnitt 2.2.3) repräsentiert den gesamten thermischen Widerstand des zugrunde liegenden Samples. Handelt es sich um ein Schichtsample aus zwei Schichten, so kann $R_{th,ges}$ als Summe aus $R_{th,C,Spitze}$, $R_{th,Film}$, $R_{th,C,Film}$ und $R_{th,Sub}$ zu

$$R_{th,ges} = R_{th,C,Spitze} + R_{th,Film} + R_{th,C,Film} + R_{th,Sub} \quad (2.16)$$

berechnet werden (siehe Abb. 2.2). Berücksichtigt man noch die ballistische Wärmeleitung im Substrat $R_{th,Sub,bal}$ und fasst $R_{th,Film}$ und $R_{th,Sub}$ zu $R_{th,Film+Sub}$ zusammen, so ergibt sich

$$R_{th,ges} = R_{th,C,Spitze} + R_{th,C,Film} + R_{th,Film+Sub} + R_{th,Sub,bal}. \quad (2.17)$$

Die Berechnung der einzelnen Summanden in Gleichung (2.17) wird im Folgenden dargestellt. $R_{th,C,Spitze}$ lässt sich durch Kenntnis des spezifischen thermischen Kontaktwiderstands $r_{th,C,Spitze}$ und des effektiven thermischen Spitzenradius b zu

$$R_{th,C,Spitze} = \frac{r_{th,C,Spitze}}{b^2 \cdot \pi} \quad (2.18)$$

berechnen. Es handelt sich bei b nicht um den Kontaktradius r_c aus Abschnitt 2.1.3, sondern um einen effektiven thermischen Spitzenradius, dessen Bestimmung in Abschnitt 2.1.6 beschrieben wird. Analog dazu lässt sich $R_{th,C,Film}$ zwischen Dünnschicht und Substrat durch

$$R_{th,C,Film} = \frac{r_{th,C,Film}}{b^2 \cdot \pi} \quad (2.19)$$

berechnen. Hierfür muss ein äquivalenter thermischer Radius \hat{b} berechnet werden. Dies kann nach [23] durch Gleichsetzen von $R_{th,Sub}$ und $\frac{1}{4\lambda_{Sub}\hat{b}}$ nach

$$R_{th,Sub} = \frac{1}{4\lambda_{Sub}\hat{b}} = \frac{1}{\pi\lambda_{Film}\hat{b}} \cdot \int_0^\infty \frac{(w+1) \cdot \exp\left(-\frac{\xi d_{Film}}{b}\right)}{1-w \cdot \exp\left(-\frac{2\xi d_{Film}}{b}\right)} \cdot J_1\left(\xi \frac{\hat{b}}{b}\right) \cdot \frac{\sin \xi}{\xi^2} d\xi \quad (2.20)$$

$$\text{mit } w = \frac{1 - \frac{\lambda_{Sub}}{\lambda_{Film}}}{1 + \frac{\lambda_{Sub}}{\lambda_{Film}}}$$

und numerisches Lösen nach \hat{b} erfolgen, wobei d_{Film} die Dicke der Dünnschicht und J_1 die Besselfunktion erster Gattung und erster Ordnung ist.

Bei den Schichtwiderständen gestaltet sich die Berechnung komplexer. Da der Wärmefluss dreidimensional im Raum stattfindet, muss mit sogenannten Wärmeausbreitungswiderständen (engl.: thermal spreading resistance) gerechnet werden. In einem 2-Schicht-System mit isothermer kreisförmiger Kontaktfläche zwischen Spitze und Halbraum berechnet sich $R_{th,Film+Sub}$ nach [25] zu

$$R_{th,Film+Sub} = \frac{1}{\pi\lambda_{Film}b} \cdot \int_0^\infty \frac{x_1 \cdot \exp\left(\frac{\xi d_{Film}}{b}\right) + y_1 \cdot \exp\left(-\frac{\xi d_{Film}}{b}\right)}{x_1 \cdot \exp\left(\frac{\xi d_{Film}}{b}\right) - y_1 \cdot \exp\left(-\frac{\xi d_{Film}}{b}\right)} \cdot J_1(\xi) \cdot \frac{\sin \xi}{\xi^2} d\xi \quad (2.21)$$

$$\text{mit } x_1 = \frac{1 + \frac{\lambda_{Sub}}{\lambda_{Film}}}{2} \text{ und } y_1 = \frac{1 - \frac{\lambda_{Sub}}{\lambda_{Film}}}{2}.$$

Dryden [25] entwickelte hierzu Näherungslösungen für dünne und dicke Schichten. So kann der Schichtwiderstand bei dünnen Schichten mit $\frac{d_{Film}}{b} < 0,5$ näherungsweise durch

$$R_{th,Film+Sub,dünn} \approx \frac{1}{4\lambda_{Sub}b} + \frac{1}{\pi\lambda_{Film}b} \cdot \left(\frac{d_{Film}}{b}\right) \cdot \left[1 - \left(\frac{\lambda_{Film}}{\lambda_{Sub}}\right)^2\right] \quad (2.22)$$

berechnet werden. Für dicke Schichten mit $\frac{d_{Film}}{b} > 2$ gilt analog

$$R_{th,Film+Sub,dick} \approx \frac{1}{4\lambda_{Film}b} - \frac{1}{2\pi\lambda_{Film}b} \cdot \left(\frac{b}{d_{Film}}\right) \cdot \ln\left(\frac{2}{1 + \frac{\lambda_{Film}}{\lambda_{Sub}}}\right). \quad (2.23)$$

Die beiden Gleichungen (2.22) und (2.23) nähern die exakte Lösung mit einer Abweichung von unter 1 % an [24]. Um die exakte Lösung zu erhalten, wird in dieser Arbeit Gleichung (2.21) zur numerischen Auswertung in *MATLAB* herangezogen.

Obwohl der Anteil der ballistischen Wärmeleitung im kristallinen Substrat eher gering ist, schlagen Guen et al. [23] vor, deren Einfluss ebenfalls zu berücksichtigen. Die Berechnung kann nach dem Wexler-Ansatz [27] durch die Addition eines zusätzlichen thermischen Widerstands nach

$$R_{th,Sub,bal} \approx \frac{4}{3\pi b^2} \cdot \frac{\Lambda_{Sub}}{\lambda_{Sub}} \quad (2.24)$$

erfolgen. Λ_{Sub} ist dabei die unelastische mittlere freie Weglänge akustischer Phononen und beträgt in Si etwa 170 nm bei Raumtemperatur. Der maximale Fehler nach diesem Ansatz beträgt 11 %. In der amorphen Dünnschicht kann davon ausgegangen werden, dass nur diffuse Wärmeleitung stattfindet [23].

2.1.5 Extraktion der thermischen Leitfähigkeit der Dünnschicht bei einem 2-Schicht-System bei SThM-Messungen

Die folgende Herleitung ist zusammengefasst aus [26]. Gegeben ist ein System aus zwei übereinanderliegenden Schichten mit den thermischen Leitfähigkeiten λ_{Film} und λ_{Sub} . Die resultierende thermische Leitfähigkeit des Gesamtsystems wird als λ_{ges} bezeichnet. Die Dicke der Dünnschicht ist d_{Film} . Ein Messsensor (in dieser Arbeit eine SThM-Spitze) mit einem effektiven thermischen Spitzenradius b steht in direktem Kontakt zur Dünnschicht. Abb. 2.2 zeigt diese Konfiguration.

Ausgehend von der Theorie des Wärmeausbreitungswiderstands (engl.: thermal spreading resistance) $R_{th} = 1/(4 \cdot \lambda \cdot b)$ bei Wärmeausbreitung in einem Halbraum durch eine Kreisfläche bei idealem thermischen Kontakt kann gezeigt werden, dass die thermische Leitfähigkeit des Gesamtsystems λ_{ges} mit der thermischen Leitfähigkeit des Substrats λ_{Sub} in folgendem Zusammenhang steht [24,26,28]:

$$\frac{\lambda_{Sub}}{\lambda_{ges}} = \frac{4}{\pi y_2} \cdot \int_0^\infty \frac{(y_2+1)+(y_2-1) \cdot \exp(-2\xi x_2)}{(y_2+1)-(y_2-1) \cdot \exp(-2\xi x_2)} \cdot J_1(\xi) \cdot \frac{\sin \xi}{\xi^2} d\xi \quad (2.25)$$

mit $x_2 = \frac{d_{Film}}{b}$ und $y_2 = \frac{\lambda_{Film}}{\lambda_{Sub}}$.

Durch Messung der Parameter d_{Film} , b , λ_{Sub} und λ_{ges} kann Gleichung (2.25) mittels numerischer Gleichungslösung nach y_2 aufgelöst und somit λ_{Film} berechnet werden. Die praktische Anwendung dieser Methode wird in Abschnitt 2.2.5 näher beschrieben. Die Beschreibung zur Messung von λ_{Sub} und λ_{ges} findet sich in Abschnitt 2.2.4, die Methode zur Messung von b findet sich im folgenden Abschnitt 2.1.6. Bei dieser Berechnung ist zu beachten, dass der thermische Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat $R_{th,c,Film}$ nicht herausgerechnet wird und somit in λ_{Film} enthalten ist. Zur besseren Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit der 3-Omega-Methode wird auf die Eliminierung von $R_{th,c,Film}$ verzichtet.

2.1.6 Bestimmung des effektiven thermischen Spitzenradius b bei SThM-Messungen

Der thermische Spitzenradius könnte einerseits rein geometrisch mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) oder AFM vermessen werden und als Kontaktradius nach Abschnitt 2.1.3 berechnet werden. Es erscheint allerdings zielführender, dass nicht der rein geometrische Spitzenradius, sondern der thermisch effektive Spitzenradius bestimmt wird, da der Wärmetransport zwischen SThM-Spitze und Sample auch durch Konvektion, Strahlung und einen möglichen Wassermeniskus beeinflusst wird. Ein solches Prozedere wurde von Puyoo et al. vorgeschlagen [29] und auch in [26] durchgeführt. Dazu wird die SThM-Spitze über eine Stufenstruktur geführt, wie es in Abb. 2.3 verdeutlicht wird. Ab Position 2 beginnt das thermische Signal U_{out} – trotz identischer Materialeigenschaften zu Position 1 – zu steigen, da die SThM-Spitze nahe der Stufe durch die sich reduzierende thermische Überlappfläche immer weniger Wärmeenergie abgibt. Die Spitzentemperatur steigt daher, was einen Zuwachs im thermischen Signal verursacht (siehe auch Abschnitt 2.2.3). Am Hochpunkt der Kurve in Position 3 befindet sich die Spitze mittig über der Kante. Der Wärmefluss zwischen SThM-Spitze und Sample ist hier minimal auf Grund der kleinstmöglichen thermischen Überlappfläche, wodurch das thermische Signal maximal wird [29]. Nach Position 3 steigt die thermische Überlappfläche auf Grund der Stufengeometrie wieder an, wodurch U_{out} schließlich ab Position 4 den unverfälschten Wert des Materials rechts der Stufe erreicht. Der effektive thermische Spitzenradius b ergibt sich dann durch Δx zwischen den Positionen 2 und 3 (hier: ca. 300 nm).

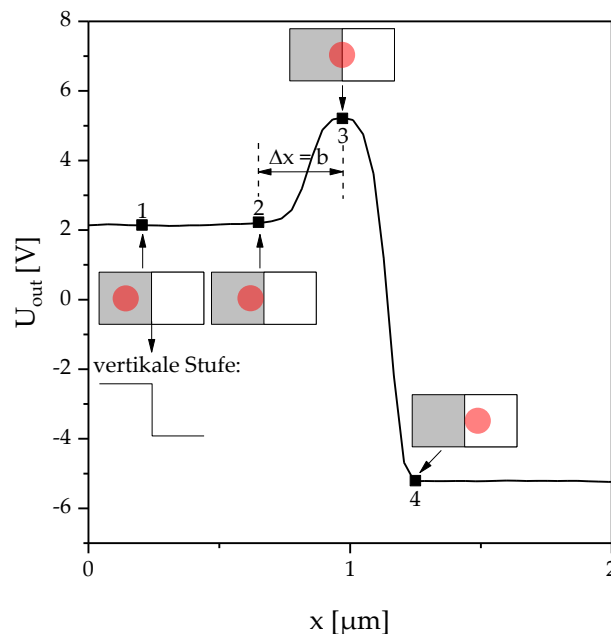


Abb. 2.3: Thermisches Signal bei einer SThM-Messung beim Abfahren einer vertikalen Stufe zur Bestimmung des effektiven thermischen Spitzenradius b anhand des Testsamples TGXYZ02 in Anlehnung an [29]

2.1.7 Temperaturregelung mittels gesteuertem Peltier-Element

Zur Messung des Temperaturkoeffizienten im Zuge der 3-Omega-Methode und der Widerstandsmethode und für SThM zur Bestimmung von Oberflächentemperaturen (ST-SThM) ist ein Messaufbau zur Einstellung einer definierten Temperatur notwendig. In der vorliegenden Arbeit wurde dies durch ein Peltier-Element umgesetzt, das mittels Temperaturregelung auf eine gewünschte Temperatur gebracht werden kann. Das Modul wurde von Jonas Weber 2017 in einer studentischen Projektarbeit entwickelt. Ein identischer Nachbau wurde in der vorliegenden Arbeit verwendet. Auf dem Peltier-Element, das durch den PID-Regler *Omron E5CC* angesteuert wird, befindet sich ein Kupferblock, dessen Temperatur über einen implementierten Temperatursensor (Thermoelement Typ K) bestimmt werden kann. Die Oberfläche des Kupferblocks wurde so fein wie möglich poliert, sodass die Rauheit möglichst gering ist und dadurch ein guter thermischer Kontakt zum Sample bzw. zur SThM-Spitze vorliegt. Das Peltier-Element kann sowohl im Heizmodus verwendet werden (Messung des Temperaturkoeffizienten in Abschnitt 2.1.8) als auch im Kühlmodus als Wärmesenke mit fest definierter Oberflächentemperatur (ST-SThM in Abschnitt 4.4 und Widerstandsmethode in Kapitel 7). Zur Ableitung der Kühlleistung ist das Peltier-Element mit Kupferblock auf einem Alu-Kühlkörper platziert. Der gesamte Messaufbau ist in Abb. 2.4 bzw. Abb. 2.15 zu sehen.

2.1.8 Der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands α

Der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands α beschreibt das Temperaturverhalten eines Materials im Bezug auf den elektrischen Widerstand. Viele Materialien verhalten sich näherungsweise linear, sodass Glieder höherer Ordnung vernachlässigt werden können. Der Temperaturkoeffizient 1. Ordnung α_{T_0} ist definiert nach

$$\alpha_{T_0} = \frac{1}{R_{T_0}} \cdot \left. \frac{dR(\tau)}{d\tau} \right|_{\tau=T_0} \quad (2.26)$$

mit der Bezugstemperatur T_0 und dem elektrischen Widerstand R . Durch Umformen ergibt sich die allgemein bekannte Gleichung des elektrischen Widerstands R in Abhängigkeit der Temperatur T

$$R(T) = R_{T_0} \cdot [1 + \alpha_{T_0}(T - T_0)] = R_{T_0} \cdot [1 + \alpha_{T_0}(dT)]. \quad (2.27)$$

Zur Messung des Temperaturkoeffizienten wurde in der vorliegenden Arbeit ein Kupferblock auf einem temperaturregelbaren Peltier-Element genutzt, welches in Abschnitt 2.1.7 beschrieben wird. Auf der Oberseite des Kupferblocks werden die zu charakterisierenden Samples platziert. Durch die Messung des elektrischen Widerstands bei verschiedenen Temperaturen kann α_{T_0} durch Gleichung (2.26) ermittelt werden. Die Kontaktierung der Samples erfolgte durch Kontaktnadeln an Mikromanipulatoren und die Widerstandsmessung mit dem *Keithley 2450 SourceMeter*. Der Messaufbau ist in Abb. 2.4 zu sehen.

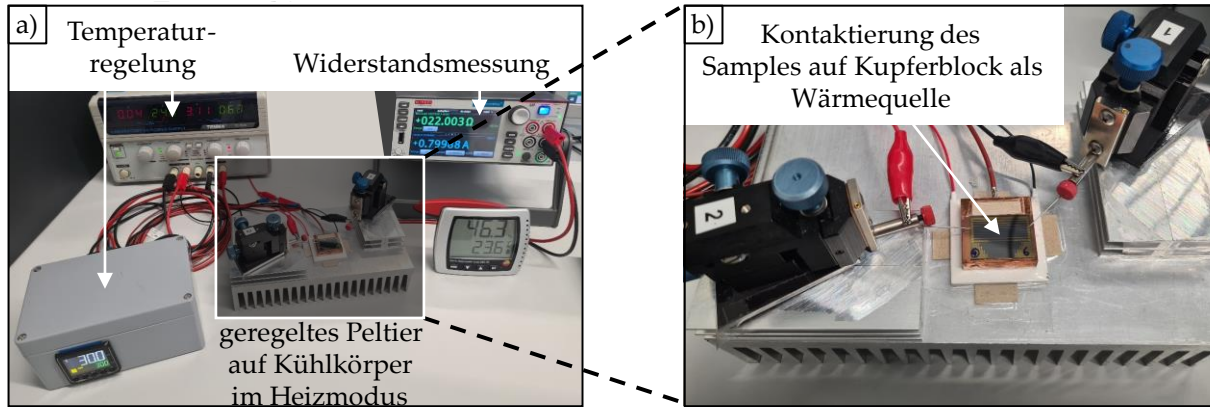


Abb. 2.4: Messaufbau zur Bestimmung von α und zur Temperaturkalibrierung bei ST-SThM (siehe Abschnitt 2.2.4): a) Gesamter Messaufbau b) Zoom in den Kontaktierungsbereich des Samples

In der vorliegenden Arbeit wird der Temperaturkoeffizient eines Heizerstacks aus Titan/Platin/Gold benötigt, wobei der Heizer zum Großteil aus Gold besteht. Der Temperaturkoeffizient sollte sich also in der Größenordnung von Gold befinden, wobei hierfür in der Literatur Werte um $3,7 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ bei $T_0 = 20 \text{ °C}$ zu finden sind [30]. Die im Rahmen der vorliegenden Arbeit ermittelten Temperaturkoeffizienten liegen je nach Wafer zwischen $3,192 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ und $3,522 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ bei $T_0 = 20 \text{ °C}$ und stimmen damit gut mit Literaturwerten überein. Da alle Samples eines Wafers mit den gleichen Prozessparametern hergestellt wurden, wird davon ausgegangen, dass deren Temperaturkoeffizienten identisch sind. Dies bestätigen auch die praktischen Messungen mit diversen Samples an verschiedenen Wafer-Positionen. Die Werte unterscheiden sich allerdings von Wafer zu Wafer, weshalb die α -Messung für jeden Wafer durchgeführt werden muss.

In dieser Arbeit wird der Temperaturkoeffizient zudem bei verschiedenen Bezugstemperaturen benötigt. Die Umrechnung eines Temperaturkoeffizienten zu einer anderen Bezugstemperatur kann relativ einfach durch Gleichung (2.28) erfolgen. Zur Herleitung seien zunächst die beiden Gleichungen (I) und (II)

$$R(T) = R_{T_1} \cdot [1 + \alpha_{T_1} (T - T_1)] \quad (\text{I})$$

$$R(T) = R_{T_2} \cdot [1 + \alpha_{T_2} (T - T_2)] \quad (\text{II})$$

gegeben. Das Gleichsetzen von (I) und (II) für $T = 0$ und Auflösen nach α_{T_1} ergibt Gleichung (III) zu

$$\alpha_{T_1} = \frac{-R_{T_2} \cdot (1 - T_2 \cdot \alpha_{T_2}) + R_{T_1}}{R_{T_1} \cdot T_1}. \quad (\text{III})$$

Durch Einsetzen von $T = T_1$ in (II) erhält man (II') zu

$$R(T = T_1) = R_{T_1} = R_{T_2} \cdot [1 + \alpha_{T_2} (T_1 - T_2)]. \quad (\text{II}')$$

(II') eingesetzt in (III) ergibt schließlich die finale Umrechnungsgleichung

$$\alpha_{T_1} = \frac{\alpha_{T_2}}{1 + \alpha_{T_2} (T_1 - T_2)}. \quad (2.28)$$

2.2 Rastersondenmikroskopie und Scanning Thermal Microscopy

2.2.1 Vorstellung der Messmethoden und Stand der Technik

Die folgende Zusammenfassung ist angelehnt an [31]. Die Rastersondenmikroskopie (AFM für engl. Atomic Force Microscopy) ist eine Methode zur Charakterisierung von Samples hinsichtlich der Topographie oder der Materialeigenschaften. Sie wurde von Binnig, Quate und Gerber 1985 entwickelt und 1986 publiziert [32]. Ein Hauptbestandteil ist ein mikroskopischer Schwingarm (Cantilever), an dessen freiem Ende sich eine Spitze mit einem Radius von wenigen Nanometern befindet und dessen fixiertes Ende an der sog. Base verankert ist. Die gesamte AFM-Spitze bestehend aus Spitze, Cantilever und Base ist wechselbar und durch eine spezielle Halterung an einem Piezoaktuator montiert. Dieser bewegt den Cantilever in einer vorgegebenen Anzahl an Scanlinien über ein zu charakterisierendes Sample. Auf die Rückseite des Cantilevers wird ein Laser fokussiert und durch ein Spiegelsystem auf einen Photodetektor (z-Signal) reflektiert. Die drei fundamentalen AFM-Modi sind der „contact mode“ (Cont-AFM), der „non-contact mode“ (NC-AFM) und der „intermittent-contact mode“ (IC-AFM), welcher die Vorteile von Cont-AFM und NC-AFM vereint und daher oft bevorzugt wird. In der vorliegenden Arbeit wird jedoch auf Grund der speziellen Messmethode mittels Cont-AFM gemessen, sofern es nicht anders angegeben ist. Die Kontaktkräfte zwischen Spitze und Sample liegen bei Cont-AFM oft im Bereich zwischen 10 nN und 100 nN [33,34]. Bei Cont-AFM kann durch das z-Signal des Photodetektors die Verbiegung des Cantilevers bestimmt und dadurch dessen z-Position geregelt werden, wodurch sich die Topographie des Samples ergibt. Durch die Zusammensetzung der einzelnen Scanlinien entsteht schließlich ein dreidimensionales Bild.

Scanning Thermal Microscopy (SThM) ist eine im AFM angewandte Methode zur thermischen Charakterisierung. Erste Grundzüge der Methode wurden 1986 von Williams und Wickramasinghe mit einem „Scanning thermal profiler“ beschrieben [35]. In den Folgejahren wurde die Methode sukzessive erweitert und verbessert [36–45]. SThM-Messungen finden meist im direkten Kontakt zwischen Spitze und Sample (Cont-SThM) statt. Es kann dabei entweder punktuell gemessen werden (statisches SThM) oder über die Oberfläche gescannt werden (dynamisches SThM). Messungen können sowohl unter Umgebungsbedingungen als auch im Vakuum stattfinden, wobei deren Vor- und Nachteile im weiteren Verlauf der Arbeit diskutiert werden. Mittlerweile gibt es viele verschiedene SThM-Spizentypen, welche in Abschnitt 2.2.6 beschrieben werden. In dieser Arbeit kommen dabei die Spizentypen VITA-DM-NanoTA-200 (NanoTA) und VITA-DM-GLA-1 (GLA) zum Einsatz. SThM kann in vielen verschiedenen Submodi eingesetzt werden. Dadurch können Bulk-Samples und Dünnschichten sowohl qualitativ als auch quantitativ im Hinblick auf ihre thermischen Eigenschaften wie der thermischen Leitfähigkeit, der Oberflächentemperatur oder der Übergangstemperatur untersucht werden. Die vielen Submodi werden in Abschnitt 2.2.2 zusammengefasst und es werden in dieser Arbeit verwendete Abkürzungen genannt.

Für eine sinnvolle Anwendung von SThM sind tiefgreifende Kenntnisse über die Wärmeübertragungspfade zwischen SThM-Spitze und Sample nötig. Detaillierte Analysen dazu finden sich in [46–57]. Daraus zeigt sich, dass die Wärmeübertragung durch Strahlung meist unerheblich ist, während die Wärmeübertragung durch die Luft (Konvektion und Wärmeleitung) einen entscheidenden Beitrag zur Gesamtwärmeübertragung leistet und thermische Kontaktwiderstände zwischen Spitze und Sample nicht vernachlässigbar sind. Eigene Untersuchungen dazu finden sich in Kapitel 5. Der Einfluss eines Wassermeniskus um die SThM-Spitze wurde detailliert in den Arbeiten von Gomès et al. [58] und Assy et al. [59,60] untersucht. Daraus kann geschlossen werden, dass der Einfluss eines Wassermeniskus bei in dieser Arbeit herangezogenen SThM-Spitzen und Spitzentemperaturen (meist über 100 °C) vernachlässigbar ist.

Ein guter Überblick zu SThM findet sich in den Arbeiten von Wielgoszewski und Gotszalk [61], Gomès et al. [62], Abad et al. [63], Vera-Londono et al. [64], Zhang et al. [65], Li et al. [66] und Bodzenta und Kaźmierczak-Bałata [67]. Als weitere umfangreiche Arbeiten der letzten Jahre auf dem Gebiet SThM können die Dissertationen von Geinzer [68], Wah [69], Jensen [70], Assy [71], Ge [72], Massoud [73], Spièce [74] und Li [75] genannt werden. Zu den aktuellen Forschungsarbeiten zählen u. a. die Folgenden:

- Forschung an neuen Spitzentypen [76] und Spitzenveredelung durch Carbon Nanotubes [77–79]
- SThM im NC-Modus [80–82] und ohne AFM-Laser im Dark-Modus [83]
- Pico-Watt SThM zur Messung von Phänomenen auf atomarer und molekularer Basis [84]
- Kombination von AC-Techniken und SThM: DC/AC-SThM und 3-Omega-SThM [85–95]
- SThM-Messungen simultan mit mehreren Spitzen [96]
- Thermische Charakterisierung spezieller Materialien und Dünnschichten [81,94,97–105]
- Messung von thermischen Kontaktwiderständen [106–109]
- Untersuchung von diffusem und ballistischem Wärmetransport in nicht-kristallinen Dünnschichten [110,111]
- Integration eines SThM-Systems in ein REM (in situ SThM) [112,113]

2.2.2 Verschiedene Einsatzbereiche von SThM

SThM lässt sich in vielen Submodi einsetzen. Eine übersichtliche Darstellung aller in dieser Arbeit verwendeten Submodi findet sich in Abb. 2.5. Die Abkürzungen sind in der wissenschaftlichen Literatur nicht einheitlich und wurden daher selbst festgelegt. Tab. 2.1 und Tab. 2.2 enthalten detaillierte Informationen und Literaturquellen zu den einzelnen Submodi.

Qual- λ -SThM gilt als einfachste Anwendungsmöglichkeit, da es keine explizite Kalibrierung erfordert. Eine Temperaturkalibrierung zur Kenntnis der genauen Spitzentemperatur nach Abschnitt 2.2.4 kann aber sinnvoll sein. Bei allen quantitativen SThM-Submodi sind komplexere Kalibrierungsvorgänge erforderlich, welche ebenfalls in Abschnitt 2.2.4 erklärt werden.

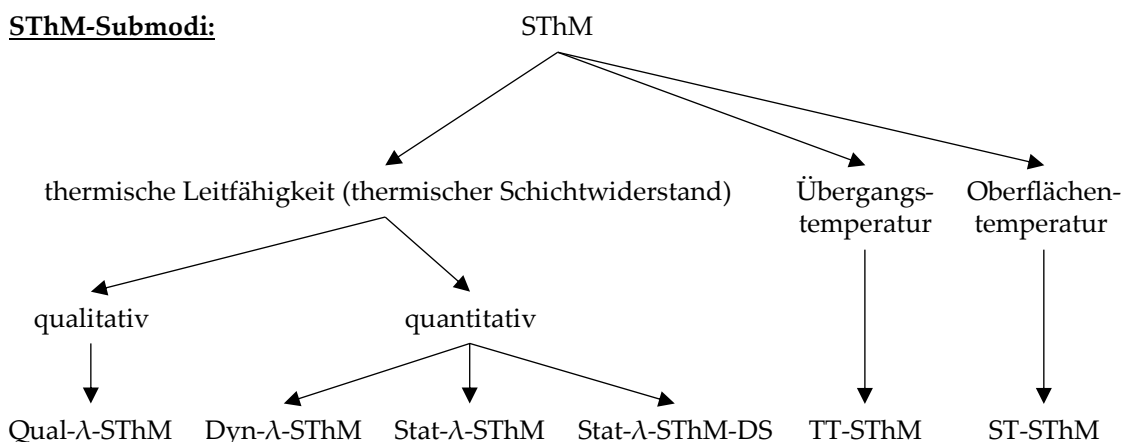


Abb. 2.5: Schematische Darstellung aller in dieser Arbeit angewandten SThM-Submodi

Tab. 2.1: Übersicht über in dieser Arbeit verwendete SThM-Submodi

	SThM zur Charakterisierung der thermischen Leitfähigkeit bzw. des thermischen Schichtwiderstands: λ-SThM			
Wärmequelle	SThM-Spitze			
Wärmefluss	von SThM-Spitze zu Sample			
Zweck, Nutzen	qualitative thermische Leitfähigkeiten	quantitative thermische Leitfähigkeiten		
Samplebeschaffenheit	beliebig (max. z-Bereich ca. 1,5 μm)	beliebig (max. z-Bereich ca. 1,5 μm)	Bulk, ultraflach	Dünnschicht, ultraflach
Dynamisch (Scan aktiv) o. statisch (Scan inaktiv, nur punktuelle Messung)	dynamisch	dynamisch	statisch	statisch
Wheatstone-Brücke aktiv	ja	ja	nein	nein
Abkürzung	Qual-λ-SThM	Dyn-λ-SThM	Stat-λ-SThM	Stat-λ-SThM-DS
Besser geeignete SThM-Spitze an Luft	NanoTA	NanoTA	NanoTA	GLA
Abschnitte	3.1, 3.2, 4.2	3.1, 3.2, 4.3.3	3.3, 4.3.1	3.3, 4.3.2
Literaturquellen	[38,114]	[115–117]	[98,118,119]	[26,98,120]

Tab. 2.2: Fortführung von Tab. 2.1

	SThM zur Bestimmung von Übergangstemperaturen	SThM zur Bestimmung von Oberflächentemperaturen
Wärmequelle	SThM-Spitze	Sample (SThM-Spitze nur minimal beheizt)
Wärmefluss	von SThM-Spitze zu Sample	von Sample zu SThM-Spitze
Zweck, Nutzen	quantitative Bestimmung von Übergangstemperaturen von Kunststoffen und Verbundwerkstoffen	qualitative Detektierung von Hotspots (quantitative Ermittlung der Oberflächentemperaturverteilung in Luftumgebung nur mit komplexen Kalibrierungsmethoden möglich oder durch Messung im Hochvakuum)

Samplebeschaffenheit	Sample mit Übergangstemperatur zwischen ca. 50 °C und 300 °C	beliebig (max. z-Bereich ca. 1,5 µm)
Dynamisch (Scan aktiv) o. statisch (Scan inaktiv, nur punktuelle Messung)	statisch	beides möglich
Wheatstone-Brücke aktiv	nein	ja
Abkürzung	TT-SThM (engl.: transition temperature-SThM)	ST-SThM (engl.: surface temperature-SThM)
Besser geeignete SThM-Spitze an Luft	NanoTA	GLA
Abschnitte	3.3, 4.1	3.1, 3.2, 3.3, 4.4
Literaturquellen	[121]	[122–130]

2.2.3 Messaufbau und thermisches Signal

In Abb. 2.6 ist der allgemeine Messaufbau eines SThM-Systems im AFM skizziert. Die einzelnen Submodi aus Tab. 2.1 und Tab. 2.2 weisen leichte Unterschiede zu diesem Standard-Messaufbau auf, welche im Folgenden näher beschrieben werden.

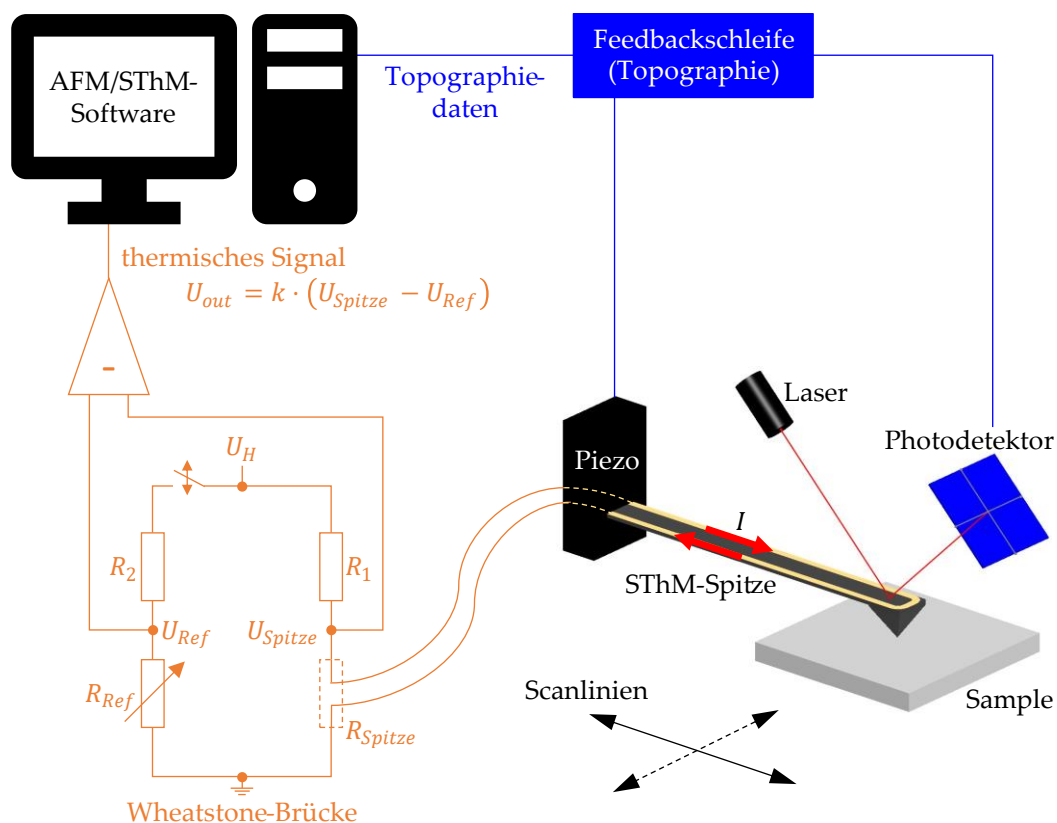


Abb. 2.6: Prinzipskizze des SThM-Systems im AFM in Anlehnung an [131]. Die Wheatstone-Brücke kann aktiviert oder deaktiviert werden. Zur besseren Übersichtlichkeit ist die Base der SThM-Spitze nicht dargestellt. Der blaue Teil der Abbildung dient der Generierung der topographischen Daten (z-Signal), mittels des orangenen Teils wird das thermische Signal erzeugt.

Thermisches Signal bei λ -SThM:

Bei dynamischem SThM (Qual- λ -SThM und Dyn- λ -SThM) rastert die SThM-Spitze über eine Oberfläche. Es werden dabei simultan sowohl die Topographie als auch die thermischen Eigenschaften des Samples in zwei Ergebnisbildern dargestellt. Die Erfassung des Topographiesignals erfolgt analog zu Cont-AFM (siehe Abschnitt 2.2.1). Die Erfassung des thermischen Signals U_{out} erfolgt mittels Wheatstone-Brücke mit den Widerständen $R_1 = R_2 = 1 \text{ k}\Omega$. Nach Anlegen einer konstanten Heizerspannung U_H wird der variable Widerstand R_{Ref} so eingestellt, dass die Brückenspannung $U_{Spitze} - U_{Ref}$ nahe 0 mV liegt. In den folgenden Scans rastert die SThM-Spitze über die Oberfläche, wobei R_{Ref} nicht mehr verändert wird. Die mit einem Verstärkungsfaktor k (in dieser Arbeit: 1000) multiplizierte Brückenspannung wird schließlich als thermisches Signal $U_{out} = k \cdot (U_{Spitze} - U_{Ref})$ dargestellt. Dieses thermische Bild liefert also qualitative Informationen über die lokalen thermischen Eigenschaften des Samples. Eine Leitfähigkeitskalibrierung nach Abschnitt 2.2.4 ermöglicht zumindest in der Theorie quantitative Aussagen hinsichtlich der thermischen Leitfähigkeit des Samples bei Dyn- λ -SThM. Der Zusammenhang zwischen den lokalen thermischen Eigenschaften, also dem lokalen thermischen Widerstand, und dem thermischen Signal U_{out} entsteht folgendermaßen, wobei die Wheatstone-Brücke aktiv ist:

Verringerung des lokalen thermischen Widerstands des Samples \rightarrow Erhöhung des Wärmeflusses von SThM-Spitze zu Sample \rightarrow Verringerung der Spitzentemperatur \rightarrow Verringerung des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze R_{Spitze} im Kontakt zum Sample \rightarrow Verringerung der Spitzenspannung $U_{Spitze} \rightarrow$ Abnahme von $U_{out} = k \cdot (U_{Spitze} - U_{Ref})$

Fazit: Kleinere Werte von U_{out} im thermischen Bild stehen also für einen geringeren lokalen thermischen Widerstand des Samples und umgekehrt.

Bei statischem SThM (Stat- λ -SThM und Stat- λ -SThM-DS) wird eine Oberfläche nicht abgescannt, sondern lediglich punktuell gemessen. Es gibt daher keine Darstellung der Topographie, sondern nur ein lokales thermisches Signal. Dieses lokale thermische Signal wird in der vorliegenden Arbeit durch die Messung des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze R_{Spitze} im Kontakt zum Sample repräsentiert, wobei die Wheatstone-Brücke inaktiv ist. Der Strom durch die SThM-Spitze wird lediglich durch den Vorwiderstand R_1 bei Anlegen einer konstanten Heizerspannung U_H begrenzt. Eine Leitfähigkeitskalibrierung nach Abschnitt 2.2.4 ermöglicht quantitative Aussagen hinsichtlich der thermischen Leitfähigkeit des Samples. Der Zusammenhang zwischen dem lokalen thermischen Widerstand des Samples und dem thermischen Signal R_{Spitze} entsteht folgendermaßen, wobei die Wheatstone-Brücke inaktiv ist:

Verringerung des lokalen thermischen Widerstands des Samples \rightarrow Erhöhung des Wärmeflusses von SThM-Spitze zu Sample \rightarrow Verringerung der Spitzentemperatur \rightarrow Verringerung des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze R_{Spitze} im Kontakt zum Sample (im weiteren Verlauf auch als R_C bezeichnet)

Fazit: Kleinere Werte von R_{Spitze} bzw. R_C stehen also für einen geringeren lokalen thermischen Widerstand des Samples und umgekehrt.

Thermisches Signal bei TT-SThM:

Der Messaufbau bei TT-SThM ist ähnlich dem Aufbau bei statischem SThM. Es findet also kein Scan statt und die Wheatstone-Brücke ist inaktiv. Des Weiteren ist das Feedback zur Regelung der z-Position des Cantilevers deaktiviert. Zur Bestimmung der Eindringtemperatur der SThM-Spitze in die Kunststoffe muss diese zunächst nach Abschnitt 2.2.4 kalibriert werden. Nach erfolgreicher Kalibrierung liegt der quadratische Zusammenhang $U_H(T_{Spitze})$ vor. Die kalibrierte SThM-Spitze wird dann auf Raumtemperatur abgekühlt und mit der zu untersuchenden Oberfläche in Kontakt gebracht. Mit einer bestimmten Heizrate in Ks^{-1} wird die SThM-Spitze dann schrittweise erwärmt. Ab einer bestimmten Temperatur dringt die Spitze leicht ins Material ein. Dieses Eindringen wird vom AFM durch Aufnahme und Analyse der Cantilever-Verbiegung (Deflection-Signal D) ermittelt, wobei das Feedback zur Regelung der z-Position deaktiviert ist. Unmittelbar vor Eindringen der Spitze ins Material zeigt die $D(T_{Spitze})$ -Kurve auf Grund der fortschreitenden Sampleausdehnung einen Hochpunkt. Die Spitzentemperatur T_{Spitze} an diesem Hochpunkt entspricht dann der Übergangstemperatur T_T des Materials.

Thermisches Signal bei ST-SThM:

Diese Messmethode basiert auf der Detektierung lokaler Oberflächentemperaturen mittels einer thermischen Rastersonde. In der Literatur wird ST-SThM oft im Vakuum durchgeführt [122–125]. Im Folgenden wird ST-SThM an Luft mittels Kalibrierung durch ein temperaturregelbares Peltier-Element vorgestellt. Der Messaufbau bei ST-SThM ist eine Kombination der Messaufbauten der Widerstandsmethode (siehe Abb. 2.15) und von SThM (siehe Abb. 2.6). Der Messaufbau der Widerstandsmethode wird dazu in das AFM transferiert. Im Unterschied zu den anderen Submodi wird die SThM-Spitze bei ST-SThM kaum beheizt. Eine minimale Versorgungsspannung U_H ist jedoch nötig, um den elektrischen Widerstand der SThM-Spitze messen zu können. U_H wurde in den Versuchen so klein gewählt, dass sich die SThM-Spitze dadurch kaum erwärmt (GLA: $U_H = 0,1$ V bzw. NanoTA: $U_H = 1$ V). Die Änderung der Spitzentemperatur und damit des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze R_{Spitze} bzw. R_C kommt daher nur auf Grund der lokalen Temperatur des Samples zustande. Zu Beginn wird die Wheatstone-Brücke durch Änderung des variablen Widerstands R_{Ref} bestmöglich auf 0 mV abgeglichen. R_{Ref} darf dann während des gesamten Kalibrierungs- und Messvorgangs nicht mehr verändert werden. Im Anschluss an den Brückenabgleich findet der Kalibrierungsvorgang nach Abschnitt 2.2.4 statt. Danach kann die eigentliche Messung durchgeführt werden. Dazu wird ein Dünnschichtsample auf dem temperaturregelbaren Kupferblock platziert und der Heizer des Samples mittels Kontaktnadeln kontaktiert. Ein Gleichstrom durch den Heizer bewirkt eine Joulesche Erwärmung. Das Peltier-Element wird im Kühlmodus betrieben und gewährleistet dadurch eine konstante Temperatur an der Unterseite des Samples durch den gekühlten Kupferblock. Dadurch stellt sich im stationären Zustand auf der Oberfläche des Samples im Bereich des Heizers ein örtlicher Temperaturverlauf ein, welcher durch Detektierung von U_{out} abgescannt oder punktuell gemessen werden kann. Durch die im Kalibrierungsvorgang ermittelten Kurven $T_{Spitze}(U_{out})$ können schließlich die lokalen Oberflächentemperaturen des Samples in den thermischen Bildern berechnet werden.

2.2.4 Kalibrierungsmethoden

Um aus SThM-Messungen quantitative Werte zu ermitteln, muss vor dem Messvorgang ein Kalibrierungsprozedere durchlaufen werden. In den vergangenen Jahren wurden zahlreiche derartige Methoden entwickelt:

- Kalibrierung durch Messung des Wärmerauschens (Johnson noise) [132–134]
- Kalibrierung mittels Raman-Methode [135]
- Kalibrierung mittels spezieller Heizerplattformen [136–139]
- Double-Scan Technik [140]
- Null-Point SThM [141–143]
- Temperaturkalibrierung mittels Referenzsamples [31,121,144,145]
- Temperaturkalibrierung mittels Peltier-Element (in dieser Arbeit entwickelt)
- Leitfähigkeitskalibrierung mittels Referenzsamples [118,119,146–149]

In dieser Arbeit werden letztere drei Kalibrierungsmethoden verwendet, welche im Folgenden näher erklärt werden.

Temperaturkalibrierung mittels Referenzsamples (TT-SThM und λ -SThM):

Ist die Kenntnis der genauen Spitzentemperatur wichtig, muss eine SThM-Spitze vor einem Versuch temperaturkalibriert werden. Eine derartige Kalibrierung ist für den Submodus TT-SThM zwingend nötig und auch bei λ -SThM sinnvoll. Eine Temperaturkalibrierung nach dieser Anleitung funktioniert lediglich mit dem Spitzentyp NanoTA und nicht mit dem Spitzentyp GLA. Die Beschreibung des Kalibrierungsvorgangs findet sich in der wissenschaftlichen Literatur [31,121,144,145]. Hierzu wird das kommerzielle Kalibrierungssample VITA-CS-NanoTA [150] herangezogen (siehe Abb. 2.17 b)). Es enthält drei Kunststoffe unterschiedlicher Übergangstemperaturen T_T (Polycaprolacton PCL mit $T_T = 55$ °C, Polyethylen PE-HD mit $T_T = 116$ °C und Polyethylenterephthalat PET mit $T_T = 235$ °C). Durch schrittweises Erwärmen der SThM-Spitze und Detektierung des Eindringzeitpunktes der Spitze in den Kunststoff kann den Übergangstemperaturen T_T eine Heizerspannung U_H zugeordnet werden. Ein quadratischer Zusammenhang $U_H(T_{\text{Spitze}} = T_T) = a \cdot T_T^2 + b \cdot T_T + c$ beschreibt schließlich die Kalibrierungskurve, durch die die Spitzentemperatur bei späteren SThM-Messungen eingestellt werden kann. Abb. 2.7 zeigt einige Kalibrierungskurven, die im Zuge dieser Arbeit aufgenommen wurden.

Da jede SThM-Spitze herstellungsbedingt etwas andere Eigenschaften hat, verlaufen die Kalibrierungskurven unterschiedlich. Die Vernachlässigung der Kalibrierung durch Verwenden einer „Standard-Kurve“ für alle SThM-Spitzen würde daher zu einer Verfälschung der tatsächlichen Spitzentemperatur führen. Je höher die Spitzentemperatur, desto höher wären auch die Abweichungen auf Grund der Abflachung der Kurven bis zum Hochpunkt. Bei den dargestellten Kalibrierungskurven würde diese Abweichung beispielsweise für die SThM-Spitze NanoTA-3 für eine Spitzentemperatur von 200 °C über 40 K betragen, wenn die rote Kurve (NanoTA-1) anstelle der korrekten gelben Kurve (NanoTA-3) verwendet würde. Solche Abweichungen sind i. d. R. nicht akzeptabel, weshalb jede SThM-Spitze separat kalibriert werden sollte.

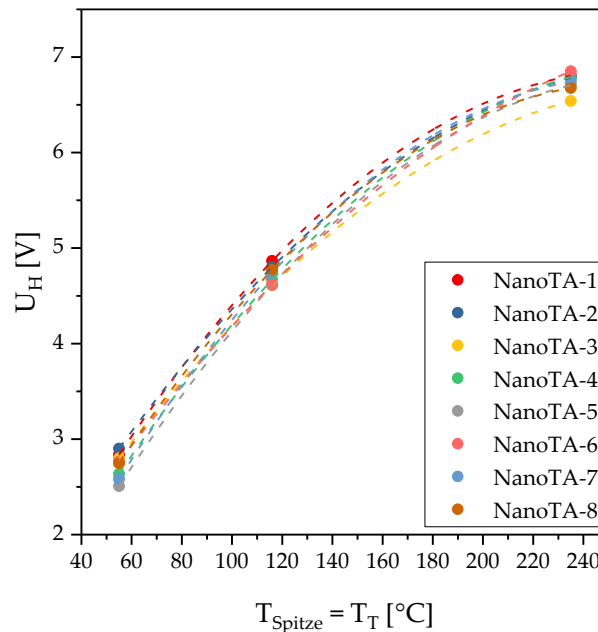


Abb. 2.7: Temperaturkalibrierung mittels Referenzsamples: Kalibrierungskurven verschiedener SThM-Spitzen des Typs NanoTA²

Temperaturkalibrierung mittels Peltier-Element (ST-SThM):

Zur Durchführung von ST-SThM kann eine Temperaturkalibrierung mittels Peltier-Element durchgeführt werden. Dazu kontaktiert die SThM-Spitze den Kupferblock, dessen Oberflächentemperatur über das temperaturregelbare Peltier-Element einstellbar ist. Nun wird die Wheatstone-Brücke des SThM-Systems bestmöglich auf 0 mV abgeglichen (siehe Abb. 2.4 und Abb. 2.6). Der variable Widerstand der Messbrücke R_{Ref} darf dann während des gesamten Kalibrierungs- und Messvorgangs nicht mehr verändert werden. Der Kupferblock wird nun durch das Peltier-Element schrittweise auf eine bestimmte Temperatur erwärmt. Nach einer jeweils konstanten Einschwingzeit (Empfehlung: ca. 30 s) wird das thermische Signal U_{out} in der SThM-Software abgelesen. U_{out} kann dann der jeweiligen Oberflächentemperatur des Kupferblocks zugeordnet werden und es ergeben sich Kalibrierungskurven $T_{Spitze}(U_{out})$. Die Steigung der Kurven gibt die Sensitivität der SThM-Spitze in der Einheit KV^{-1} an.

Leitfähigkeitskalibrierung mittels Referenzsamples (λ -SThM):

Die Leitfähigkeitskalibrierung wird bei den drei quantitativen Methoden (Dyn- λ -SThM, Stat- λ -SThM und Stat- λ -SThM-DS) zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit unbekannter Samples herangezogen. Die Methoden für statisches und dynamisches SThM basieren beide auf Referenzsamples, unterscheiden sich jedoch dahingehend, welche Signale herangezogen werden. Im Folgenden werden beide Methoden erklärt.

² In der vorliegenden Arbeit werden die SThM-Spitzen in jeder Abbildung von 1 ausgehend aufsteigend nummeriert (NanoTA-1, NanoTA-2, NanoTA-3 etc.). Es kann sich also bei zwei identischen Spitzenbezeichnungen in verschiedenen Abbildungen auch um verschiedene reale SThM-Spitzen handeln. Diese Bezeichnungsform wurde aus Gründen der Übersichtlichkeit gewählt und hat keinen Einfluss auf die Ergebnisse dieser Arbeit.

Leitfähigkeitskalibrierung bei statischem SThM: Bei Stat- λ -SThM und Stat- λ -SThM-DS wird ein Kalibrierungspunkt aus je zwei Messungen ermittelt:

- Elektrischer Widerstand der SThM-Spitze im Kontakt mit dem Referenzsample: R_C
- Elektrischer Widerstand der SThM-Spitze mit bestimmtem Abstand (hier: 2 mm) zur Oberfläche des Referenzsamples: R_{NC}

Die y-Koordinate eines Kalibrierungspunktes ergibt sich dann durch

$$\frac{R_{NC}-R_C}{R_C} = \frac{\Delta R}{R_C}. \quad (2.29)$$

Für jedes Referenzsample sollte $\Delta R/R_C$ mehrmals an unterschiedlichen Positionen gemessen werden. Die y-Koordinate des jeweiligen Kalibrierungspunktes wird dann als arithmetischer Mittelwert der n Messungen von $\Delta R/R_C$ berechnet. Die x-Koordinate entspricht der bekannten thermischen Leitfähigkeit λ des jeweiligen Referenzsamples. Diese Vorgehensweise wird schließlich an mehreren Referenzsamples wiederholt. Durch eine direkt aufeinanderfolgende Messung von R_{NC} und R_C und eine genügend lange Einschwingzeit vor Beginn des Kalibrierungsvorgangs kann der in Abb. 3.15 dargestellte thermische Drift eliminiert werden. Als zusätzlicher Kalibrierungspunkt kann ein fiktives Referenzsample des Materials Luft herangezogen werden. Die x-Koordinate λ_{Luft} ergibt sich durch lineare Interpolation der thermischen Leitfähigkeit von Luft bei der jeweiligen Temperatur mit den Daten aus [151], wobei auf Grund des Erwärmungsvorgangs von einer vernachlässigbaren relativen Luftfeuchtigkeit ausgegangen werden kann. Die y-Koordinate $\Delta R/R_C$ beim fiktiven Referenzsample Luft liegt bei 0, da $R_{NC} = R_C$ gilt. Nach Messung und Berechnung aller Kalibrierungspunkte kann die Kalibrierungskurve dann als Fit mit der Sigmoidfunktion

$$f(x) = A_2 + \frac{A_1 - A_2}{1 + \left(\frac{x}{x_0}\right)^p} \quad (2.30)$$

ermittelt werden [98]. Derartige Kalibrierungskurven sind in Abb. 3.18, Abb. 4.6 und Abb. 4.8 dargestellt. Eine analoge Messung der Spannung oder Heizleistung der SThM-Spitze und Berechnung von $\Delta U/U_C$ bzw. $\Delta P/P_C$ ist ebenfalls möglich [118,119] und führt zu gleichen Ergebnissen. Im Verlauf dieser Arbeit stellte sich allerdings heraus, dass die Messung des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze am zuverlässigsten ist.

Leitfähigkeitskalibrierung bei dynamischem SThM: Bei Dyn- λ -SThM muss wegen des aktiven Scans über die Oberfläche und der aktiven Wheatstone-Brücke das thermische Signal U_{out} im Kontakt zur Sampleoberfläche herangezogen werden, das aus den thermischen Bildern ausgelesen werden kann. Der Mittelwert von U_{out} aus einem Bildbereich liefert die jeweilige y-Koordinate eines Kalibrierungspunktes. Als x-Koordinate wird wieder die bekannte thermische Leitfähigkeit des jeweiligen Materials herangezogen. Die Kalibrierungskurve kann analog als Fit mit der Sigmoidfunktion nach Gleichung (2.30) bestimmt werden.

2.2.5 Detaillierte Beschreibung von Stat- λ -SThM-DS

Stat- λ -SThM-DS gilt im Vergleich zu den anderen SThM-Submodi als die komplexeste Messmethode. Dieser Abschnitt liefert eine detaillierte Beschreibung der theoretischen Grundlagen und des Messaufbaus.

Theoretische Grundlagen:

Diese Messmethode wurde von Juszczuk et al. entwickelt und ist detailliert in deren Arbeit beschrieben [26]. Im Unterschied zu den Messungen an Bulk-Samples (Stat- λ -SThM) wird hier zusätzlich zu einem Gleichstromanteil auch ein Wechselstrom durch die SThM-Spitze geschickt. Der Vorteil dieser Methode basiert darauf, dass die Sensitivität des AC-Signals etwa dreimal so groß ist wie die Sensitivität des DC-Signals [87,91]. Dadurch können auch kleinere Änderungen der thermischen Leitfähigkeiten, wie es bei den Dünnschichtsamples der Fall ist, zuverlässiger bestimmt werden. Der Gleichstromanteil ist für die Sicherstellung eines stabilen thermischen Kontakts notwendig. Diese Methode kombiniert also die Vorteile einer reinen DC-Messung (stabiler Kontakt) und einer AC-Messung (hohe Sensitivität) [87,91]. In der vorliegenden Arbeit wurde die Methode durch geschickte Auswahl eines geeigneten Substrats optimiert und an AlN-Dünnschichtsamples angewandt (siehe Abschnitt 4.3.2). Ausgangspunkt ist die in Abschnitt 2.1.5 dargestellte Gleichung [24,26,28]

$$\frac{\lambda_{Sub}}{\lambda_{ges}} = \frac{4}{\pi y_2} \cdot \int_0^\infty \frac{(y_2+1)+(y_2-1) \cdot \exp(-2\xi x_2)}{(y_2+1)-(y_2-1) \cdot \exp(-2\xi x_2)} \cdot J_1(\xi) \cdot \frac{\sin \xi}{\xi^2} d\xi \quad (2.31)$$

$$\text{mit } x_2 = \frac{d_{Film}}{b} \text{ und } y_2 = \frac{\lambda_{Film}}{\lambda_{Sub}}$$

und mit den Formelbezeichnungen aus Abb. 2.2. Durch die Leitfähigkeitskalibrierung nach Abschnitt 2.2.4 kann die thermische Leitfähigkeit des gesamten Schichtsystems λ_{ges} und des Substrats λ_{Sub} interpoliert werden, wie es auch bei Bulk-Samples gemacht wird. Die Dicke der Dünnschicht d_{Film} kann beispielsweise durch Ellipsometrie-Messungen bestimmt werden. Der effektive thermische Spitzenradius b kann durch die von Puyoo et al. in [29] vorgeschlagene Methode ermittelt werden (siehe Abschnitt 2.1.6). Dadurch sind alle nötigen Parameter λ_{ges} , λ_{Sub} , d_{Film} und b bekannt. Durch numerische Gleichungslösung kann Gleichung (2.31) nach y_2 aufgelöst und somit λ_{Film} berechnet werden. Zur weiteren Erklärung bietet sich die Gleichung

$$\frac{\lambda_{ges}}{\lambda_{Film}}(x_2, y_2) = \left[\frac{4}{\pi} \cdot \int_0^\infty \frac{(y_2+1)+(y_2-1) \cdot \exp(-2\xi x_2)}{(y_2+1)-(y_2-1) \cdot \exp(-2\xi x_2)} \cdot J_1(\xi) \cdot \frac{\sin \xi}{\xi^2} d\xi \right]^{-1} \quad (2.32)$$

an, die sich durch einmaliges Einsetzen von y_2 in Gleichung (2.31) ergibt. Die dreidimensionale Darstellung von Gleichung (2.32) ist in Abb. 2.8 zu sehen.

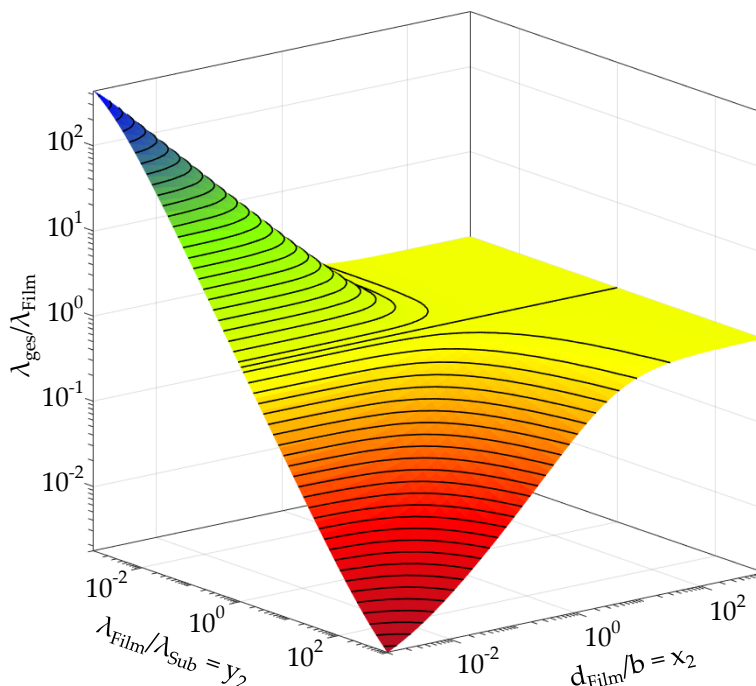


Abb. 2.8: Dreidimensionale Darstellung von Gleichung (2.32) in Anlehnung an [26]

Da die in dieser Arbeit verwendeten SThM-Spitzen vor allem im Bereich unter $5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ sensitiv sind, muss die Dünnschicht auf einem Substrat aufgebracht werden, das eine relativ niedrige thermische Leitfähigkeit besitzt, sodass $\lambda_{\text{Film}}/\lambda_{\text{Sub}} > 1$ gilt. Die thermische Leitfähigkeit des Gesamtsystems λ_{ges} ist dann durch die höher wärmeleitfähigen Dünnschichten höher als λ_{Sub} und befindet sich in einem akzeptablen Sensitivitätsbereich der SThM-Spitze. Als adäquates Substrat bietet sich daher ein Glaswafer aus reinem SiO_2 an. Da die Applikation auf reinen Glaswafern im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich war, wurde eine möglichst dicke Schicht aus SiO_2 (ca. $25,7 \mu\text{m}$) auf einem Standard Si-Wafer aufgebracht. Der Stack aus Si + $25,7 \mu\text{m}$ SiO_2 wird dann als Substrat definiert. Durch die relativ große Dicke von SiO_2 im Vergleich zum effektiven thermischen Spitzenradius $b < 500 \text{ nm}$ sollte die thermische Leitfähigkeit des Substrats λ_{Sub} nahe dem von Bulk- SiO_2 liegen. Dies wurde auch durch die quantitativen Messungen in Abschnitt 4.3.2 bestätigt. Mit steigender Schichtdicke der Dünnschicht d_{Film} im Vergleich zum thermisch aktiven Spitzenradius b nimmt auch der Einfluss von λ_{Sub} ab. Bei sehr dicken Dünnschichten im Bereich $d_{\text{Film}}/b > 10$ in Abb. 2.8 wird also durch das SThM-Signal in guter Näherung nur noch λ_{Film} gemessen, da hier $\lambda_{\text{ges}}/\lambda_{\text{Film}} \approx 1$ gilt.

Die hier durchgeführte Methode ist also eine Abwandlung der Methode aus [26]. Während in [26] ein hoch wärmeleitfähiges Substrat verwendet wurde und λ_{ges} durch die geringer wärmeleitfähige Dünnschicht erniedrigt wurde, wird in der vorliegenden Arbeit genau das Gegenteil angewandt. In Abb. 2.8 operiert Juszczyk et al. [26] demnach im Bereich $\lambda_{\text{Film}}/\lambda_{\text{Sub}} < 1$, wohingegen in dieser Arbeit im Bereich $\lambda_{\text{Film}}/\lambda_{\text{Sub}} > 1$ gemessen wird.

Messaufbau:

Der folgende Messaufbau ist angelehnt an Bodzenta et al. [87]. Während Bodzenta et al. sowohl den statischen Gleichspannungsanteil (R_s) als auch den dynamischen Wechselspannungsanteil des elektrischen Widerstands (R_d) misst und für die Kalibrierungskurven pro

Messpunkt die Quotienten $(R_d - R_s)_C / (R_d - R_s)_{NC}$ bildet, wird aus Konsistenzgründen zu den Bulk-Messungen in Abschnitt 4.3.1 in dieser Arbeit die Bildung des Quotienten $(R_{NC} - R_C) / R_C$ mit den Wechselspannungsanteilen des elektrischen Widerstands herangezogen. Es wurde außerdem festgestellt, dass die Messung des Gleichspannungsanteils keine Zusatzinformationen liefert. Der DC-Anteil ist jedoch wichtig für die initiale Spitzenerwärmung und für die Sicherstellung eines stabilen Kontakts zwischen Spitze und Sample, da die verwendete SThM-Spitze vom Typ GLA ohne den DC-Anteil ein starkes thermisch induziertes Schwingungsverhalten zeigen würde. Der Aufbau zur Messung der Wechselspannungsanteile findet sich in Abb. 2.9. Die SThM-Spitze vom Typ GLA ist ins AFM eingebaut und deren Positionierung wird durch die AFM-Software gesteuert. Ein Funktionsgenerator liefert den Strom, der durch die SThM-Spitze fließt, mit einem DC-Offset von 1,50 mA und einem AC-Anteil mit Amplitude 0,075 mA bei einer Frequenz von 320 Hz.

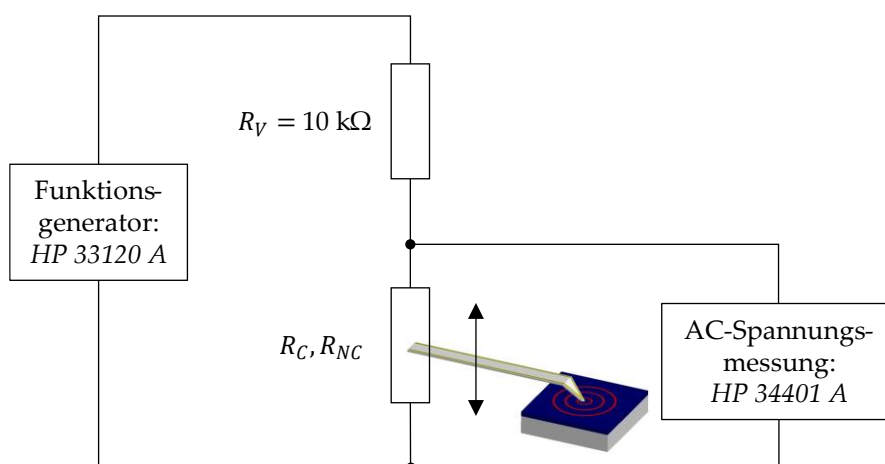


Abb. 2.9: Messaufbau für Stat-SThM- λ -DS in Anlehnung an [87]

2.2.6 SThM-Spitzen

Mittlerweile gibt es eine Vielzahl an SThM-Spitzen³, die auf unterschiedlichen Prinzipien basieren. Eine grobe Unterteilung kann nach den zugrundeliegenden temperaturabhängigen Mechanismen erfolgen [62,65]. Die mit Abstand meisten Anwendungen in der Literatur finden sich für die ersten beiden Gruppen:

- Änderung des elektrischen Widerstands (thermorestive SThM-Spitzen)
- Thermoelektrizität (thermospannungs-basierte SThM-Spitzen)
- Weitere Effekte: z. B. thermische Ausdehnung, Fluoreszenz oder Thermoakustik

Die in der vorliegenden Arbeit verwendeten SThM-Spitzen vom Typ VITA-DM-NanoTA-200 (NanoTA) und VITA-DM-GLA-1 (GLA) zählen zu ersterer Gruppe und werden im Folgenden näher beschrieben. Eine weitere weit verbreitete SThM-Spitze aus dieser Kategorie ist die „Wollaston wire probe“, welche in dieser Arbeit nicht herangezogen wird.

³ In dieser Arbeit bezeichnet der Begriff „SThM-Spitze“ die komplette thermische Rastersonde, wie sie gekauft werden kann. Dazu gehört die „Base“, der auf der Base fixierte Schwingarm „Cantilever“ und der spitze Bereich am Ende des Cantilevers, der als „Spitze“ bezeichnet wird. Die Bezeichnungen finden sich ebenfalls in Abb. 2.10 und Abb. 2.12.

VITA-DM-NanoTA-200 (NanoTA):

Der Heizbereich einer SThM-Spitze aus p-dotiertem Si (in der Literatur auch oft „DS probe“ für engl. doped silicon genannt) besteht aus niedrig dotiertem Si, während die beiden Cantilever-Schenkel hoch dotiert sind. Durch den daraus resultierenden höheren elektrischen Widerstand des Heizbereichs findet die Joulesche Erwärmung zum Großteil dort statt. Dieses Prinzip wurde 1996 von Chui et al. beschrieben und angewandt [152]. Die darin verwendete SThM-Spitze bestand aus bor-dotiertem Si mit Dotierungen von ca. 10^{17} cm^{-3} (Heizbereich) und 10^{20} cm^{-3} (Cantilever). Die in der vorliegenden Arbeit verwendete SThM-Spitze vom Typ NanoTA ist ähnlich aufgebaut. Sie besteht aus einem ca. $200 \mu\text{m}$ langen Cantilever aus zwei Schenkeln mit einer Gesamtbreite von etwa $50 \mu\text{m}$ und einer Dicke von etwa $2 \mu\text{m}$. Laut Hersteller beträgt die Spitzenhöhe $3 \mu\text{m}$ bis $6 \mu\text{m}$ bei einem Spitzenradius von unter 30 nm . Die Federkonstante liegt zwischen $0,5 \text{ Nm}^{-1}$ und $3,5 \text{ Nm}^{-1}$ und die SThM-Spitze kann ohne Beschädigung bis zu einer Temperatur von etwa $350 \text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt werden. Der elektrische Widerstand liegt temperaturabhängig zwischen $0,5 \text{ k}\Omega$ und $3 \text{ k}\Omega$ [153–155]. Genauere Angaben konnten auch durch Nachfrage beim Hersteller nicht ermittelt werden, weshalb die in den Simulationen in Kapitel 5 verwendeten Geometrien und Materialeigenschaften auf Literaturrecherchen, eigenen Untersuchungen (Laser-Scanning-Mikroskopie (LSM) und REM) und auf Annahmen basieren. Abb. 2.10 zeigt eigene Mikroskopaufnahmen einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA. Weitere eigene REM-Aufnahmen finden sich in [1].

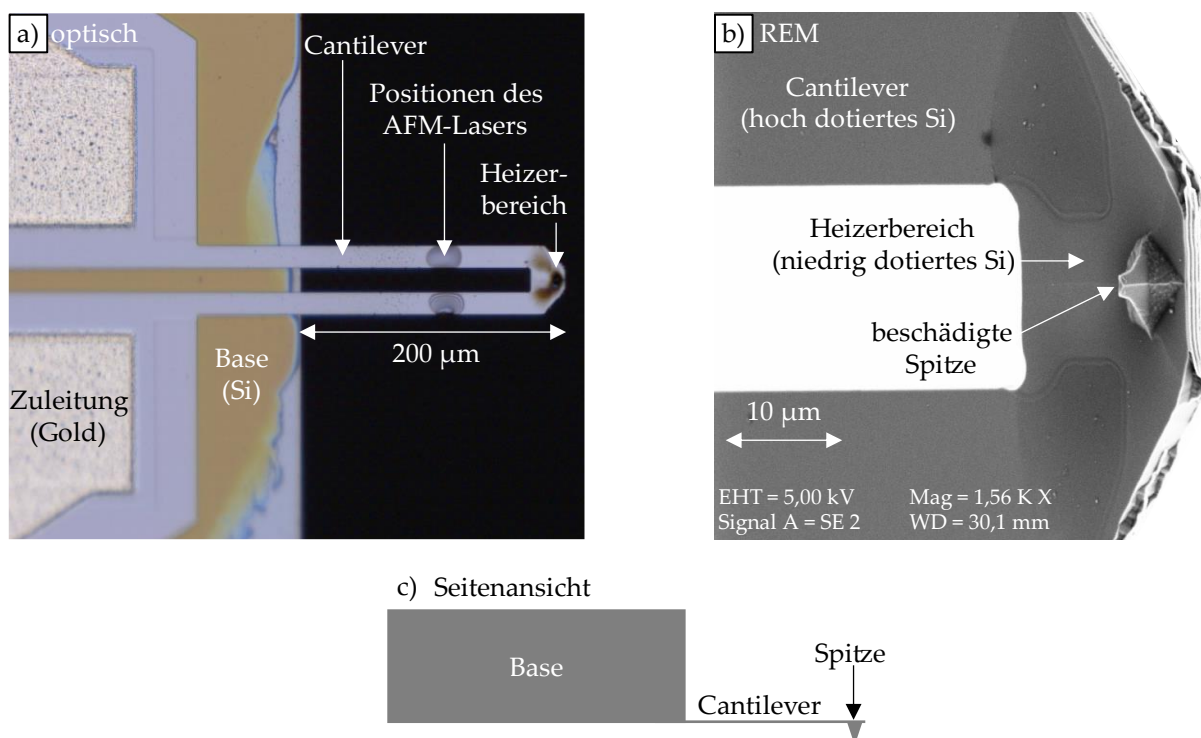


Abb. 2.10: Eigene Aufnahmen einer beschädigten SThM-Spitze des Typs VITA-DM-NanoTA-200: a) Optische Aufnahme b) REM-Aufnahme c) Schematische Seitenansicht

Abb. 2.11 zeigt die $I(U)$ -, $R(U)$ - und $R(T)$ -Kennlinien einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA, wobei festgestellt wurde, dass mehrere SThM-Spitzen vom Typ NanoTA herstellungsbedingt

auch leicht unterschiedliche Kennlinien aufweisen. Dies dürfte vor allem an geringfügigen Unterschieden der Abmessungen und Dotierungen des Heizerbereichs liegen, der den Großteil des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze bestimmt. Bei steigender Spitzenspannung ist eine deutliche Abflachung der $I(U)$ -Kurven erkennbar, während die $R(U)$ -Kurven mit zunehmender Spitzenspannung näherungsweise linear ansteigen. Zudem zeigt Abb. 2.11 a) den Unterschied der Kurven bei ein- und ausgeschaltetem AFM-Laser. Bei eingeschaltetem Laser (Laserposition auf einem Cantilever-Schenkel mittig zwischen Base und Spitze) ist wie in den Abschnitten 3.1.3, 3.2.2 und 3.3.1 beschrieben die Spitzentemperatur durch Laserabsorption etwas höher, was auch zu einem höheren elektrischen Widerstand der SThM-Spitze führt. In Abb. 2.11 b) ist zu sehen, dass die $R(T)$ -Kurve bei Temperaturen zwischen etwa 100 °C und 350 °C in sehr guter Näherung linear verläuft. Dies spricht für einen linearen Temperaturkoeffizienten α in diesem Temperaturbereich, wobei die Geradensteigung über Gleichung (2.26) mit α verknüpft ist. Bei höheren Spitzentemperaturen über der intrinsischen Temperatur bei ca. 650 °C bis 750 °C weist die $R(T)$ -Kurve einen Hochpunkt auf, der durch die Erzeugung intrinsischer Ladungsträger im Si hervorgerufen wird. Dieser Effekt, der sog. thermal runaway, kann schnell zur Zerstörung der SThM-Spitze führen und ist in [156,157] ausführlich beschrieben.

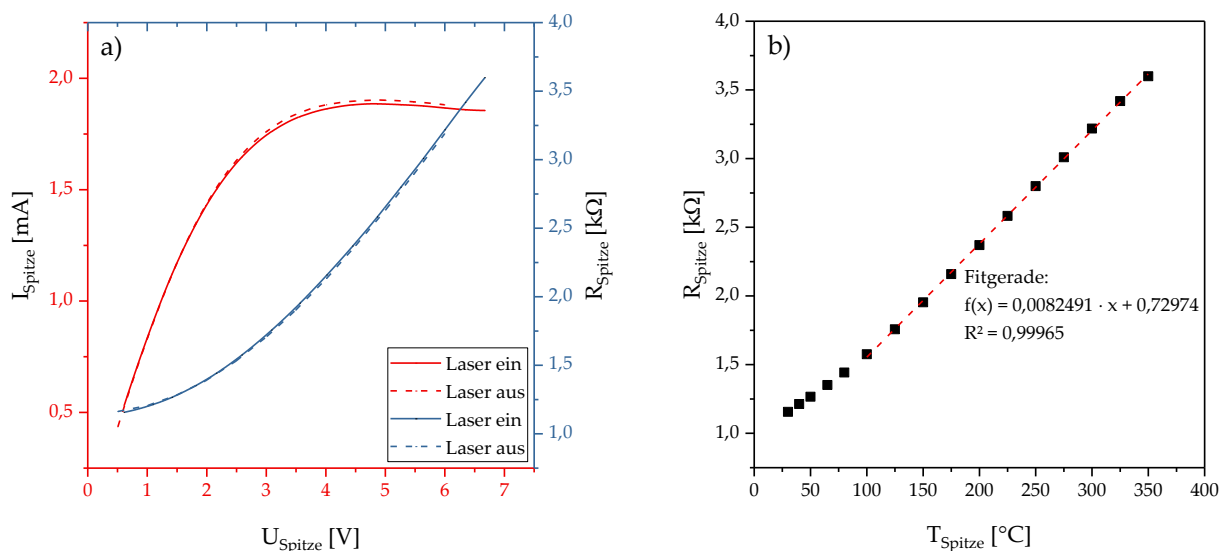


Abb. 2.11: Eigens ermittelte Kennlinien einer SThM-Spitze des Typs VITA-DM-NanoTA-200: a) Rot: $I_{Spitze}(U_{Spitze})$, blau: $R_{Spitze}(U_{Spitze})$ b) $R_{Spitze}(T_{Spitze})$

VITA-DM-GLA-1 (GLA):

Der Spitzentyp GLA besteht aus einem Siliziumnitrid-Cantilever mit einer Länge von ca. 150 μm und einer Breite von etwa 50 μm . Die Dicke beträgt ca. 0,4 μm und die Spitzenhöhe etwa 10 μm . Der Spitzenradius ist laut Hersteller kleiner als 100 nm und damit etwas größer als bei einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA. Die Federkonstante wird mit 0,3 Nm^{-1} angegeben. Der Spitzentyp GLA kann bis etwa 160 °C aufgeheizt werden. Der elektrische Strom fließt über eine Goldbeschichtung von der Base über den Cantilever bis zum Widerstandsheizer aus Palladium. Dort findet die Joulesche Erwärmung in unmittelbarer Nähe der Spitze

statt [153,158]. Der elektrische Widerstand einer SThM-Spitze vom Typ GLA beträgt temperaturabhängig zwischen 250Ω und 500Ω und der maximal zulässige Stromfluss etwa $2,5 \text{ mA}$. Der Spitzentyp GLA basiert vermutlich auf dem Spitzentyp KNT-SThM-1an von Kelvin Nanotechnology. Als Weiterentwicklung enthält der Cantilever des Spitzentyps KNT-SThM-2an [159] eine mechanische Einkerbung, wodurch die Verbiegung des Cantilevers bei höheren Temperaturen verringert werden kann. Solche Verbiegungen sind ein großer Nachteil einer SThM-Spitze vom Typ GLA (bzw. vom Typ KNT-SThM-1an) gegenüber dem Spitzentyp NanoTA. Der Spitzentyp KNT-SThM-2an ist jedoch aktuell nicht für das in dieser Arbeit verwendete SThM-System erhältlich. Abb. 2.12 zeigt eigene Mikroskopaufnahmen einer SThM-Spitze vom Typ GLA.

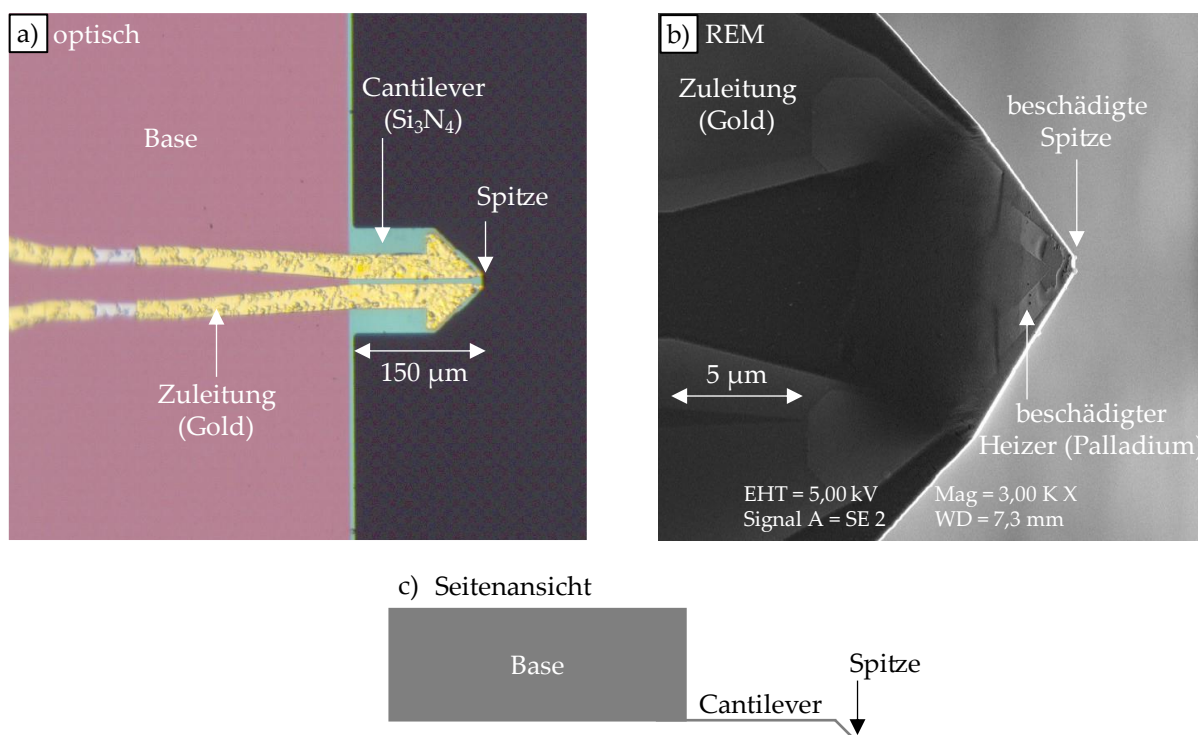


Abb. 2.12: Eigene Aufnahmen einer beschädigten SThM-Spitze des Typs VITA-DM-GLA-1: a) Optische Aufnahme b) REM-Aufnahme c) Schematische Seitenansicht

Abb. 2.13 zeigt die $I(U)$ -, $R(U)$ - und $R(P)$ -Kennlinien einer SThM-Spitze vom Typ GLA. Die $I(U)$ -Kennlinie verläuft relativ linear und zeigt keine derartige Abflachung wie bei einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA. Der Spitzentyp GLA kann im Gegensatz zum Spitzentyp NanoTA nicht mit dem *VITA module* temperaturkalibriert werden. Aus diesem Grund zeigt Abb. 2.13 b) die $R(P)$ - anstatt der $R(T)$ -Kurve. Eine gewisse Abhängigkeit vom AFM-Laser (Laserposition mittig auf dem Cantilever, sodass die Laserreflexion maximal ist) ist auch bei diesem Spitzentyp zu erkennen. Analog zum Spitzentyp NanoTA dürfte das durch eine höhere Spitzentemperatur durch Laserabsorption einhergehend mit einem höheren elektrischen Widerstand erklärt werden können. Der elektrische Widerstand, der hauptsächlich vom Palladium-Heizer nahe der Spitze bestimmt wird, ist deutlich geringer als bei einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA. Die in guter Näherung lineare $R(P)$ -Kennlinie lässt einen linearen Temperatur-

koeffizienten α in diesem Bereich wegen $\Delta T = R_{th} \cdot P$ (unter der Annahme $R_{th} = \text{konst.}$) vermuten, was auch mit der Literatur über Palladium-Dünnschichten übereinstimmt [160]. Gewisse Abweichungen der Kennlinien mehrerer SThM-Spitzen vom Typ GLA sind herstellungsbedingt ebenfalls zu erwarten.

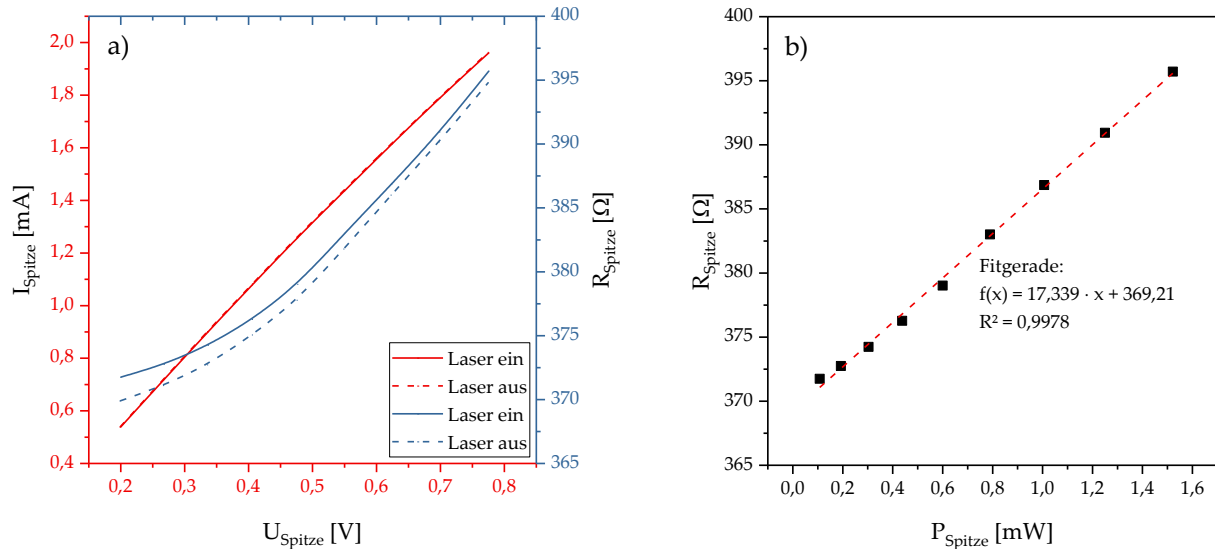


Abb. 2.13: Eigens ermittelte Kennlinien einer SThM-Spitze des Typs VITA-DM-GLA-1: a) Rot: $I_{\text{Spitze}}(U_{\text{Spitze}})$, blau: $R_{\text{Spitze}}(U_{\text{Spitze}})$ b) $R_{\text{Spitze}}(P_{\text{Spitze}})$

2.2.7 Messparameter

Eine AFM- bzw. SThM-Messung kann durch diverse Parameter beeinflusst werden. Die wichtigsten sind in diesem Abschnitt aufgelistet. Um systemübergreifende Arbeiten zu ermöglichen, wurden diese so allgemein wie möglich gehalten. Die genauen Bezeichnungen und Definitionen können allerdings je nach AFM-System variieren. Sinnvolle Werte werden durch die Parameterstudien in den Abschnitten 3.2 und 3.3 eruiert.

Parameter und Bezeichnungen für dynamisches SThM:

- Richtungsangabe: Die Richtungsangaben „x“ und „y“ beziehen sich bei dynamischen AFM-Messungen immer auf das resultierende, unbearbeitete AFM-Bild, sofern es nicht anders spezifiziert ist. Die x-Achse im AFM-Bild ist horizontal, die y-Achse vertikal orientiert. Die Missachtung dieser Definition kann leicht zur Verwirrung führen, insbesondere bei der Einstellung eines Scanwinkels $\neq 0^\circ$ (siehe auch Abb. 2.14). Als z-Richtung bzw. z-Signal wird die dritte Dimension bezeichnet, die in der vorliegenden Arbeit entweder die Topographieinformationen („klassisches“ AFM) oder die thermischen Informationen (SThM) enthält.
- Scangröße: x-Abmessung des abgescannten Bereichs bzw. Länge einer Scanlinie
- Aspektverhältnis: Verhältnis zwischen x- und y-Abmessung des abgescannten Bereichs
- Scanlinie: Die AFM-Spitze rastert die Oberfläche in Scanlinien parallel zur x-Achse ab.

- Anzahl der Scanlinien: Dieser Parameter beeinflusst die Gesamtqualität des Bildes. Er gibt die Anzahl der Scanlinien pro Bild an, also die Pixelanzahl auf der y-Achse. Je größer dieser Parameter ist, desto höher ist die Auflösung, aber desto länger ist auch die Scandauer.
- Messpunkte pro Scanlinie: Dieser Parameter beeinflusst die Gesamtqualität des Bildes ebenfalls, da er die Anzahl der Messwerte pro Scanlinie angibt, also die Pixelanzahl auf der x-Achse. Die Scandauer wird davon jedoch nicht beeinflusst.
- Vorwärts- und Rückwärtskurve: Die AFM-Spitze rastert die Oberfläche in Scanlinien parallel zur x-Achse ab, wobei die gleiche Scanlinie jeweils vorwärts (positive x-Richtung) und rückwärts (negative x-Richtung) abgefahren wird. Der Bediener kann auswählen, ob sich das resultierende AFM-Bild entweder aus allen Vorwärts- oder aus allen Rückwärtskurven zusammensetzt.
- Scanrichtung: Dieser Parameter gibt an, ob die Scanlinien chronologisch von oben nach unten (positive y-Richtung) oder von unten nach oben (negative y-Richtung) aufgenommen werden.
- Scanwinkel: Gibt den Winkel der Scanlinien (x-Richtung auf AFM-Bild) zur Mittelachse des Cantilevers an. Eine anschauliche Darstellung wird in Abb. 2.14 gezeigt.
- Gains: Proportionale und integrale Anteile der Piezo-Regelung in z-Richtung. Beide Parameter werden zu Beginn eines Scans durch Vergleichen der Vorwärts- und Rückwärtskurven eingestellt. Stimmen diese gut überein, sind die Gains geeignet gewählt.
- Spitzengeschwindigkeit: Verfahrensgeschwindigkeit der AFM-Spitze in x-Richtung. Dieser Parameter steuert die Dauer und Genauigkeit eines Scans. Bei vielen AFM-Verfahren führen langsame Spitzengeschwindigkeiten daher zu besseren Bildern und geringerem Spitzenverschleiß. Bei SThM-Messungen sollte die Spitzengeschwindigkeit jedoch nicht zu klein gewählt werden, da dies zu größeren Drift- und Anneal-Artefakten führen kann und somit die Reproduzierbarkeit verringert (siehe Abschnitte 3.1.3, 3.1.6 und 3.2.1). Die Spitzengeschwindigkeit sollte aber generell unter $20 \mu\text{ms}^{-1}$ liegen.

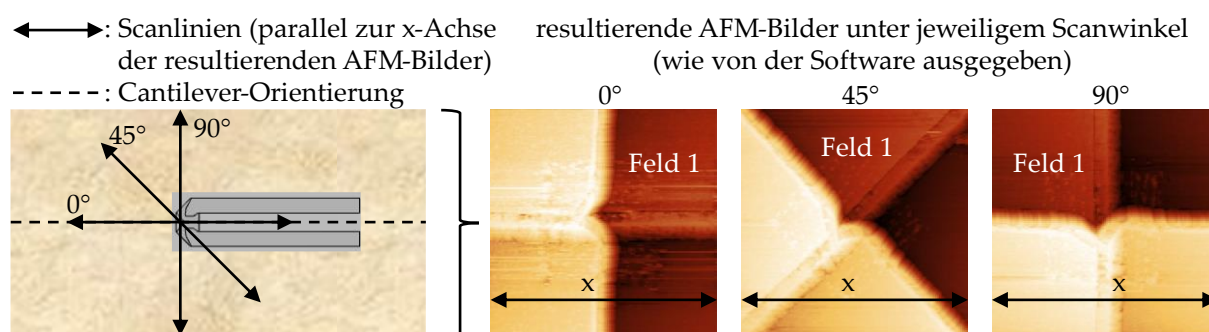


Abb. 2.14: Definition des Scanwinkels. Durch gedankliche Drehung der drei AFM-Bilder um den jeweiligen Scanwinkel wird deutlich, dass jeweils der gleiche Bereich abgescannt wird. Die Cantilever-Orientierung ist unabhängig vom Scanwinkel identisch. Die SThM-Spitze bewegt sich entlang der Scanlinien.

Parameter für statisches SThM:

- NC-Abstand d_{NC} : Abstand zwischen Spitze und Sample für die Messung von R_{NC}

Parameter für statisches und dynamisches SThM:

- Sollwert der Cantilever-Verbiegung: Dieser Parameter, oft „Deflection Setpoint“ genannt, beeinflusst die Kontaktkräfte zwischen Spitze und Sample und kann vom AFM-Bediener meist in der Einheit V eingestellt werden. Bei Cont-AFM bzw. Cont-SThM minimiert die z-Regelung durch den Piezo die Differenz zwischen Istwert und Sollwert, wobei der Istwert aus dem Signal des Photodetektors resultiert. Je höher der Sollwert bei Cont-AFM bzw. Cont-SThM, desto höher ist auch die Kontaktkraft zwischen Spitze und Sample. Zu hohe Sollwerte führen zu einer starken Abnutzung bzw. Beschädigung der Spitze, während zu geringe Sollwerte zu Artefakten auf Grund eines instabilen Kontakts führen. Der Sollwert muss zu Beginn einer Messung eingestellt werden. Sobald Vorwärts- und Rückwärtskurven möglichst gut übereinstimmen, hat man einen passenden Wert erreicht. Geeignete Sollwerte für SThM sind so groß wie nötig, sodass sinnvolle Bilder mit ähnlichen Vorwärts- und Rückwärtskurven entstehen, aber so klein wie möglich. Beim vorliegenden SThM-System sollten sie generell unter 1 V liegen.
- Spitzentemperatur T_{Spitze} : Beim Spitzentyp NanoTA gibt T_{Spitze} die Temperatur des Heizerbereichs bzw. der direkt darunter liegenden Spitze an. Je höher die Spitzentemperatur, desto höher ist auch der thermische Kontrast (Signalunterschied) zwischen verschiedenen Materialien. Zu hohe Temperaturen können einerseits zu einer Überschreitung des Messbereichs von U_{out} führen (siehe Abschnitt 3.1.2), andererseits zu Drift- oder Anneal-Artefakten (siehe Abschnitte 3.1.3 und 3.1.6) oder im schlimmsten Fall zur Zerstörung der SThM-Spitze (siehe Abschnitt 2.2.6). Bei zu niedrigen Temperaturen besteht die Gefahr, dass das thermische Signal durch einen Wassermeniskus um die Spitze verfälscht wird oder der thermische Kontrast zu gering ist und damit ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis vorliegt. Eine Temperaturkalibrierung nach Abschnitt 2.2.4 wird generell empfohlen, ist aber mit dem Spitzentyp GLA nicht möglich.

2.2.8 Ergebnisse eigener, bereits veröffentlichter Arbeiten**Topographische Artefakte bei SThM:**

In der Publikation [31] wurden Artefakte (insbesondere Stufen-Artefakte) durch Qual- λ -SThM mit dem Spitzentyp NanoTA an Kupferiodid (CuI) sowie an Stufensamples aus h-BN und SiO₂ untersucht. Die für die vorliegende Arbeit wichtigen Schlussfolgerungen aus [31] sind im Folgenden zusammengefasst und werden in Abschnitt 4.5 durch weitere Erkenntnisse ergänzt:

- Thermische Signale nahe vertikaler Stufen (insbesondere Überhöhungen am Anfang und Ende einer vertikalen Stufe) müssen immer kritisch hinterfragt werden, da das thermische Signal hier möglicherweise verfälscht ist. Generell sollte das thermische Signal in der Nähe von vertikalen Stufen ignoriert werden. Die Stufenhöhen in den vorliegenden Untersuchungen variierten von 15,5 nm (h-BN Sample) bis 120,0 nm (SiO₂ Testsample TGXYZ02 [161]).

- Bei einigen Messungen wurde festgestellt, dass das thermische Signal nach dem Passieren einer Stufe deutlich höher ist als vorher, obwohl es eigentlich gleich sein sollte. Falls vorhanden, muss auch dieser Effekt kritisch betrachtet werden.
- SThM ist eine nützliche Technik, sofern sie auf flachen Oberflächen angewandt wird. Ergebnisse bei Samples mit hoher Rauheit müssen immer kritisch hinterfragt werden. Das CuI-Sample hatte einen R_q von 110 nm, während das h-BN Sample einen R_q von 4,15 nm hatte. Samples mit geringer Rauheit ohne vertikale Stufen sind für die SThM-Technik besonders geeignet.
- Die Kombination aus geringer Schichtdicke (< 50 nm), hoher Oberflächenrauheit ($R_q > 50$ nm), vertikalen Stufen und hoher in-plane Wärmeleitfähigkeit ($> 200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$) erschwerte sinnvolle SThM-Messungen.
- Einige topographische und thermische Bilder aufgenommen mit einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA zeigten eine merkwürdige Welligkeit beim Passieren einer vertikalen Stufe. Durch ergänzende IC-AFM-Messungen konnte bestätigt werden, dass es sich bei der Welligkeit in den topographischen Bildern um Artefakte handelt. Es wird daher vermutet, dass es sich bei der Welligkeit in den thermischen Bildern ebenfalls um Artefakte handelt.

Zusammenfassend konnte Qual- λ -SThM erfolgreich an ultradünnen Schichten aus h-BN mit Schichtdicken von unter 23 nm und weiteren Samples aus CuI und SiO₂ angewandt werden. Die erzielten Ergebnisse zeigen, dass die Grenzen der Methode zur qualitativen thermischen Charakterisierung ultradünner Schichten noch nicht erreicht sind. Weitere Forschung ist notwendig, um die Möglichkeiten und Grenzen von SThM auszuloten. Insbesondere im Hinblick auf die Abhängigkeit des thermischen Signals von der Topographie ist es notwendig, die Anzahl der SThM-Messungen zu erhöhen und verschiedene Materialien, Oberflächeneigenschaften und Messparameter (wie z. B. die Spitzengeschwindigkeit oder den Scanwinkel) weiter zu untersuchen [31]. Dies ist ein Teil der vorliegenden Arbeit, wodurch die Erkenntnisse aus [31] durch die Ergebnisse in den Kapiteln 3, 4 und 5 detailliert ergänzt werden können.

Auch andere Wissenschaftler stellten derartige topographische Artefakte bei SThM-Messungen fest, wie es bereits in [31] zusammengefasst wurde. So beobachteten Hammiche et al., dass eine Variation der Kontaktfläche zwischen Spitze und Sample auch bei homogenen Samples aus Polystyrol zu einer Änderung des Wärmefflusses zwischen SThM-Spitze und Sample führt [38]. Ähnliches stellte Meinders fest. Die übertragene Wärmeleistung würde stark von der lokalen Oberflächenrauheit abhängen. Befände sich die Spitze in einem Rauheitstal, so würde mehr Wärme zwischen SThM-Spitze und Sample übertragen werden [162]. Majumdar, Sadeghi et al. und Dong und Li berichteten ebenfalls von topographischen Artefakten [163–165]. Zur Eliminierung derartiger Artefakte untersuchten Shi et al. Carbon Nanotubes mit unterschiedlichen Heizleistungen [166]. Ruiz et al. konnten zeigen, dass quantitative Messungen der thermischen Leitfähigkeit an diamant-ähnlichen Nanokompositen möglich sind [167]. Die Ergebnisse wurden jedoch von Price et al. in Frage gestellt, da das thermische Signal von der Oberflächenrauheit überlagert sei. Änderungen in der Topographie würden die Kontaktfläche und damit die Wärmeübertragung zwischen SThM-Spitze und Sample beeinflussen, wodurch die SThM-Messungen verfälscht würden [42]. Methoden wie neuronale Netzwerke, FEM-Simulationen und die Finite-Differenzen-Methode wurden von Martinek et al. und Klapetek et

al. verwendet, um topographische Einflüsse zu reduzieren [168–170]. In [169] wurden zudem Stufen-Artefakte bei Messungen mit der „Wollaston wire probe“ simuliert. Ge et al. verfolgten eine andere Strategie. Zur Vermeidung topographischer Artefakte präsentierten sie eine neue Herstellungsmethode für ultraflache Samples [171].

FEM-Simulationen zu SThM:

In der Publikation [1] wurde die Wärmeübertragung zwischen einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA und Bulk-Si bzw. anisotropen Dünnschichten aus h-BN untersucht. Dazu wurden numerische Berechnungen mittels FEM-Simulationen durchgeführt. Die Wärmeübertragung durch die Luft wurde darin vernachlässigt, weshalb die Ergebnisse vor allem für Vakuum-Messungen relevant sind. Ein verbessertes Simulationsmodell für SThM in Luftumgebung wird daher in Kapitel 5 präsentiert. Die wichtigsten Ergebnisse aus [1] sind die folgenden:

- Mittels REM-Untersuchungen und Berechnungen nach den Gleichungen (2.14) und (2.15) wurden realistische Kontaktflächen für diverse SThM-Szenarien berechnet (siehe Abb. 5.4).
- Für verschiedene simulierte Szenarien treten Wärmeflüsse zwischen Spitze und Sample zwischen $0,6 \mu\text{W}$ und $126,8 \mu\text{W}$ bei einem Spitzenradius von etwa 300 nm auf.
- Ein Wärmefluss ins Substrat bei einem Sample aus einer ultradünnen Schicht h-BN auf einem Si-Substrat wird durch einen realistischen spezifischen thermischen Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat von $4 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ nahezu komplett eliminiert. Die Wärme dringt dann also kaum ins Substrat ein.
- Die Zeit, ab der die Wärmeausbreitung als stationär angesehen werden kann, beträgt bei allen simulierten Szenarien unter $1 \mu\text{s}$. Dadurch könnten höhere Spitzengeschwindigkeiten bis $20 \mu\text{ms}^{-1}$ gerechtfertigt sein.
- Der Einfluss von Wärmestrahlung ist vernachlässigbar, wohingegen thermische Kontaktwiderstände zwischen Spitze und Sample und innerhalb des Samples einen großen Einfluss auf die Wärmeübertragung und -ausbreitung haben.

Neben [1] finden sich in der Literatur einige Arbeiten, in denen SThM mittels FEM-Simulationen genauer untersucht wird:

- Simulationen einer SThM-Spitze vom Typ GLA (entspricht dem Typ KNT-SThM-1an) oder vom Typ KNT-SThM-2an: [77,78,91,93,117,172–179]
- Simulationen einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA („DS probe“): [173,179]

Während sich für ersteren Spitzentyp viele Literaturquellen mit detaillierten Simulationsmodellen finden, gibt es für den Spitzentyp NanoTA nur wenige. Zudem sind die Modelle für den Spitzentyp NanoTA aus der Literatur zu stark vereinfacht, sodass sie sich nicht für die Simulationen in der vorliegenden Arbeit eignen. In Kapitel 5 wird daher ein detailliertes FEM-Modell entwickelt, das u. a. die Wärmeübertragung durch die Luft, temperaturabhängige Materialparameter und die Joulesche Erwärmung des Heizerbereichs des Spitzentyps NanoTA berücksichtigt.

2.3 3-Omega-Methode

Der gesamte Abschnitt 2.3 ist in Anlehnung an [180] verfasst. Die 3-Omega-Methode ist eine etablierte Methode zur thermischen Charakterisierung dünner Schichten. Corbino verwendete erste Ansätze der Methode ab 1910 zur Vermessung der thermischen Diffusivität von Glühbirnen [181,182]. Ab 1985 ermittelten Birge und Nagel die frequenzabhängige spezifische Wärme von Flüssigkeiten [183,184], bevor die Methode von Cahill und Pohl 1987 erstmals zur Bestimmung thermischer Leitfähigkeiten von amorphen Festkörpern mittels darauf abgeschiedener Heizer angewandt wurde [185]. Die Anwendung an Dünnschichten folgte 1989 durch Cahill et al. [186]. Bis heute wurde die Methode sukzessive optimiert und erweitert. So wurden damit bereits Dünnschichten bis zu einer Schichtdicke von wenigen Nanometern vermessen [7], richtungsabhängige Wärmeleitfähigkeiten anisotroper Materialien bestimmt [8,187,188] und außerdem viele verschiedene Samples wie Flüssigkeiten [189], Gase [190], Carbon Nanotubes [191] und freistehende Membranen [192] thermisch charakterisiert.

Des Weiteren gibt es Ansätze zur Charakterisierung von Polymeren, in denen die Heizer mittels einer Inkjet-Technologie aufgebracht werden [193]. Durch die Verwendung einer „Three-Sensor 3ω - 2ω Method“ können simultan sowohl die thermischen Leitfähigkeiten einer Dünnschicht und des Substrats gemessen als auch thermische Kontaktwiderstände zwischen Dünnschicht und Substrat bestimmt werden, ohne dass ein Referenzsample benötigt wird [194]. Die 3-Omega-Methode wurde darüber hinaus verwendet, um die thermische Leitfähigkeit einer beschädigten dünnen Wolfram-Schicht im Forschungsgebiet eines Fusionsreaktors zu bestimmen [195]. Mittels einer mikrostrukturierten Sensor-Plattform konnte ein verbesserter Messaufbau entwickelt werden, mit dem eine schnelle und genaue Messung thermischer Eigenschaften von Flüssigkeiten und Festkörpern möglich ist [196]. Eine weitere Verbesserung stellt die Entwicklung eines automatischen Messprozederes in [197] dar. In der wissenschaftlichen Literatur der vergangenen Jahre findet man zudem häufig FEM-Ansätze, mit denen praktische Messungen optimiert, neue Anwendungsgebiete erschlossen oder spezielle Effekte der Methode simuliert werden [188,193,194,198–201]. Die für diese Arbeit relevante thermische Charakterisierung dünner Schichten wurde in den vergangenen Jahren von diversen Arbeitsgruppen erfolgreich durchgeführt. Als Beispiele hierfür können [4,8,17,180,186,202–206] genannt werden.

Ein guter Überblick zur 3-Omega-Methode findet sich in den Arbeiten von Dames und Chen [207], Dames [208] und Bhardwaj und Khare [209]. Als weitere umfangreiche Arbeiten der letzten Jahre auf dem Gebiet der 3-Omega-Methode können die Dissertationen von Raudzis [210], Aubain [211], Al-Khudary [212], Feuchter [213], Fernandez [214] und Kim [215] genannt werden.

2.3.1 Theoretische Grundlagen der 3-Omega-Methode

Die Methode basiert entsprechend ihres Namens auf der Messung der Spannungsamplitude mit Frequenz 3ω , die über einem Heizer abfällt. Die Herleitung dieses 3ω -Anteils wird im Folgenden beschrieben und ist angelehnt an [131,180,216].

Ein periodischer Strom $I(t)$ durchströmt über Kontaktnadeln einen dünnen Heizer mit der Amplitude I_0 und der Frequenz ω :

$$I(t) = I_0 \cdot \cos(\omega t). \quad (2.33)$$

Die durch Joulesche Erwärmung generierte Wärmeleistung $P(t)$ kann über

$$P(t) = I(t)^2 \cdot R_H = \frac{I_0^2 \cdot R_H}{2} \cdot [1 + \cos(2\omega t)] = P_{DC} + P_{2\omega} \quad (2.34)$$

berechnet werden, wobei R_H der elektrische Widerstand des Heizers ist. Aufgeteilt in die DC- und AC-Komponente ergibt sich der rechte Teil von Gleichung (2.34). Die Temperatur des Samples $T(t)$ oszilliert daher analog zur Wärmeleistung mit einer Frequenz von 2ω und einer Phasenverschiebung φ gemäß

$$T(t) = T_0(t) + \Delta T_{2\omega} \cdot \cos(2\omega t + \varphi), \quad (2.35)$$

wobei $\Delta T_{2\omega}$ die Temperaturamplitude darstellt, die die notwendige Information über die thermische Leitfähigkeit enthält. Diese Temperaturoszillation hat auch eine Änderung des elektrischen Heizerwiderstands $R_H(t)$ zur Folge, der sich in linearer Näherung durch den Temperaturkoeffizienten α nach Gleichung (2.27) und durch Einsetzen von Gleichung (2.35) folgendermaßen berechnet:

$$R_H(t) = R_{H,0} [1 + \alpha \cdot (T(t) - T_0(t))] = R_{H,0} [1 + \alpha \cdot \Delta T_{2\omega} \cdot \cos(2\omega t + \varphi)]. \quad (2.36)$$

Setzt man nun Gleichung (2.33) und (2.36) in $U(t) = I(t) \cdot R_H(t)$ ein, so ergibt sich

$$\begin{aligned} U(t) &= I(t) \cdot R_H(t) = R_{H,0} \cdot I_0 \cdot \cos(\omega t) + \frac{R_{H,0} \cdot I_0 \cdot \alpha \cdot \Delta T_{2\omega}}{2} \cdot \cos(\omega t + \varphi) + \\ &\quad + \frac{R_{H,0} \cdot I_0 \cdot \alpha \cdot \Delta T_{2\omega}}{2} \cdot \cos(3\omega t + \varphi) \\ U(t) &= U_{1\omega} \cdot \cos(\omega t) + \frac{U_{1\omega} \cdot \alpha \cdot \Delta T_{2\omega}}{2} \cdot \cos(\omega t + \varphi) + \frac{U_{1\omega} \cdot \alpha \cdot \Delta T_{2\omega}}{2} \cdot \cos(3\omega t + \varphi), \end{aligned} \quad (2.37)$$

wobei $U_{1\omega} := R_{H,0} \cdot I_0$ die Spannungsamplitude des Anregungssignals darstellt. Extrahiert man aus Gleichung (2.37) lediglich die Amplitude des 3ω -Anteils, so ergibt sich

$$U_{3\omega} = \frac{U_{1\omega} \cdot \alpha \cdot \Delta T_{2\omega}}{2}. \quad (2.38)$$

Durch Umformung von Gleichung (2.38) kann somit die Temperaturamplitude $\Delta T_{2\omega}$ durch

$$\Delta T_{2\omega} = \frac{2}{\alpha} \cdot \frac{U_{3\omega}}{U_{1\omega}} = \frac{2}{\alpha} \cdot \frac{U_{3\omega,rms}}{U_{1\omega,rms}} \quad (2.39)$$

berechnet werden. Da $U_{3\omega,rms}$ um einige Größenordnungen kleiner als $U_{1\omega,rms}$ ist, muss der Wert durch einen Lock-in-Verstärker in Kombination mit einer Wheatstone-Brücke gemessen werden. Der gesamte Temperaturabfall $\Delta T_{2\omega}$ setzt sich wiederum zusammen aus einem Temperaturabfall über der Dünnschicht (ΔT_{Film}) und über dem Substrat (ΔT_{Sub}) nach

$$\Delta T_{2\omega} = \Delta T_{Film} + \Delta T_{Sub} \quad \rightarrow \quad \Delta T_{Film} = \Delta T_{2\omega} - \Delta T_{Sub}, \quad (2.40)$$

wobei ΔT_{Sub} in guter Näherung folgendermaßen berechnet werden kann [7,216,217]:

$$\Delta T_{Sub} = \frac{P_H}{l_H \cdot \pi \cdot \lambda_{Sub}} \cdot \left[\frac{1}{2} \ln \left(\frac{\lambda_{Sub}}{c_{Sub} \cdot \rho_{Sub} \cdot 0,25 b_H^2} \right) + \eta - \frac{1}{2} \ln(2\omega) \right]. \quad (2.41)$$

Die Konstante η wurde dabei von Lee und Cahill experimentell zu 1,05 bestimmt [7]. Die Formelzeichen c_{Sub} , ρ_{Sub} und λ_{Sub} entsprechen der spezifischen Wärmekapazität, Dichte und Wärmeleitfähigkeit des Substrats, b_H ist die Heizerbreite, l_H die Heizerlänge und P_H der Effektivwert der Heizleistung. Letztendlich kann dann die thermische Leitfähigkeit der Dünnschicht λ_{Film} analog zu Gleichung (2.12) mittels

$$\lambda_{Film} = \frac{P_H \cdot d_{Film}}{b_H \cdot l_H \cdot \Delta T_{Film}} \quad (2.42)$$

berechnet werden [218,219], wobei d_{Film} die Dicke der Dünnschicht ist und ΔT_{Film} durch Gleichung (2.40) mit (2.39) und (2.41) berechnet werden kann.

2.3.2 Design-Regeln

Die Forschung der vergangenen Jahre hat einige Design-Regeln hervorgebracht, nach denen ein 3-Omega-Heizer konstruiert werden sollte. Durch die Einhaltung aller folgender Regeln liegt der theoretische Fehler unter 1 % [131,180,198,208,216,219–221]:

$$\left(\frac{\lambda_{Film}}{\lambda_{Sub}}\right)^2 < 0,01 \quad \text{Substrat gilt als isotherm [208,219]} \quad (2.43)$$

$$\frac{d_{Sub}}{l_{th,Sub}} > 2 \quad \text{Substrat gilt als halbbunendlich [208,219]} \quad (2.44)$$

$$\frac{0,5b_H}{d_{Film}} \cdot \sqrt{\frac{\lambda_{Film,z}}{\lambda_{Film,x}}} > 30 \quad \text{Wärmefluss durch die Dünnschicht gilt als eindimensional [208,219]} \quad (2.45)$$

$$\frac{l_{th,Film}}{d_{Film}} > 5,7 \quad \text{Wärmefluss durch die Dünnschicht gilt als quasi-statisch [208,220]} \quad (2.46)$$

$$\frac{l_{th,Sub}}{0,5b_H} > 5 \quad \text{Heizer gilt als Linienquelle [208,219]} \quad (2.47)$$

$$\frac{l_H}{l_{th,Sub}} > 15 \quad \text{Heizer gilt als unendlich lang [208]} \quad (2.48)$$

$$\left(\frac{d_H d_{Film}}{0,25b_H^2}\right) \left(\frac{\lambda_H}{\lambda_{Film}}\right) < 1 \quad \text{Heizer gilt als gleichmäßige Wärmequelle [208]} \quad (2.49)$$

$$\frac{d_H}{b_H} < 0,05 \quad \text{Heizerdicke beeinflusst die Messung nicht [198]} \quad (2.50)$$

$$\left(\frac{c_H \rho_H}{c_{Film} \rho_{Film}}\right) \left(\frac{d_H d_{Film}}{l_{th,Film}^2}\right) < 0,01 \quad \text{Heizer gilt als masselos [208,219,220]} \quad (2.51)$$

$$\max\left(\frac{hd_{Film}}{\lambda_{Film}}, \frac{hl_{th,Sub}}{2\lambda_{Sub}}\right) < 0,01 \quad \text{Konvektion und Wärmestrahlung sind vernachlässigbar [208,216]} \quad (2.52)$$

$$\frac{\pi \lambda_{Sub} \cdot 2 \cdot 10^{-9} m}{b_H \lambda_{Film,z} \left[\ln\left(\frac{d_{Sub}}{0,5b_H}\right) + 1,0484\right]} < 0,01 \quad \text{Natürliches Oxid ist vernachlässigbar [198,221]} \quad (2.53)$$

$$\frac{l_H}{b_H} > 600 \quad \text{Einfluss der Kontaktpads ist vernachlässigbar [198]} \quad (2.54)$$

Formelzeichen in den Gleichungen (2.43) bis (2.54):

λ : thermische Leitfähigkeit d : Dicke (Höhe) l : Länge
 b : Breite ρ : Dichte c : spezifische Wärmekapazität
 h : Wärmeübergangskoeffizient (Konvektion + Wärmestrahlung)
 $l_{th,Film}, l_{th,Sub} = \sqrt{a/\omega}$: thermische Wellenlänge in der Dünnschicht bzw. im Substrat
mit a : Temperaturleitfähigkeit und ω : Anregungsfrequenz

Indizes in den Gleichungen (2.43) bis (2.54):

Film: Dünnschicht *H*: Heizer *Sub*: Substrat
th: thermisch *x*: x-Richtung (in-plane) *z*: z-Richtung (cross-plane)

In der Praxis gestaltet sich die gleichzeitige Erfüllung aller Regeln oft als schwierig, da die Herstellung der Samples teuren Prozessen unterworfen ist, die nicht immer ohne Weiteres verändert werden können und während der Herstellung einige Parameter noch nicht bekannt sind. Geeignete Heizergeometrien können also vor den Messungen nur grob abgeschätzt werden. Beim Sampledesign in der vorliegenden Arbeit wurde darauf geachtet, die Design-Regeln bestmöglich zu erfüllen.

2.4 Widerstandsmethode

Die Widerstandsmethode wurde im Zuge dieser Arbeit entwickelt und eignet sich zur schnellen und kostengünstigen Ermittlung der thermischen Leitfähigkeit von Differenz-Dünnschichten (DDs). Bei der hier vorgestellten Methode handelt es sich um eine Kombination aus Wärmeleitfähigkeitsmessung durch Aufbringen einer DC-Heizleistung und Korrektur durch FEM-Simulationen. Die Theorie und Anwendung der Methode weist Ähnlichkeiten zur 3-Omega-Methode auf. Im Gegensatz zur 3-Omega-Methode operiert die Widerstandsmethode jedoch mit Gleichstrom, es werden DDs vermessen und es wird ein Simulations-Fit durchgeführt. Eine Extraktion der thermischen Leitfähigkeit mittels Simulations-Fit wurde beispielsweise von Jang et al. [222] durchgeführt. Dabei wurden die in-plane Wärmeleitfähigkeiten eingebetteter ultradünner Schichten mittels einer „heat spreader method“ zur Temperaturmessung in Kombination mit FEM-Simulationen bestimmt, wobei sich diese Methode und deren Sampleaufbau fundamental von der Widerstandsmethode unterscheiden. Zusammenfassend konnte die Widerstandsmethode in der vorliegenden Form nach umfangreicher Literaturrecherche nirgendwo gefunden werden und stellt damit eine Neuentwicklung dar. Die Berechnung der thermischen Leitfähigkeit einer DD erfolgt nach der Herleitung in Abschnitt 2.1.2 mittels

$$\lambda_{DD,1D} = \frac{(y-x) \cdot \dot{Q}}{A \cdot \Delta T_{DD}(\dot{Q})}, \quad (2.55)$$

wobei hierzu die Berechnung von $\Delta T_{DD}(\dot{Q})$ notwendig ist. In Abschnitt 2.1.2 wurde ebenfalls gezeigt, dass gilt:

$$\Delta T_{DD}(\dot{Q}) = T_{H,y}(\dot{Q}) - T_{H,x}(\dot{Q}). \quad (2.56)$$

$\Delta T_{DD}(\dot{Q})$ kann also durch die Messung der Heizertemperaturen $T_{H,y}(\dot{Q})$ und $T_{H,x}(\dot{Q})$ von zwei Samples mit Dünnschichten unterschiedlicher Dicke aber ansonsten gleichem Aufbau berechnet werden, wobei die Messung der Heizertemperaturen auf dem Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands α basiert. Die Entwicklung des Messvorgangs war ebenfalls Teil dieser Arbeit und wird detailliert in Abschnitt 7.1 beschrieben. Abb. 2.15 zeigt den gesamten Messaufbau.

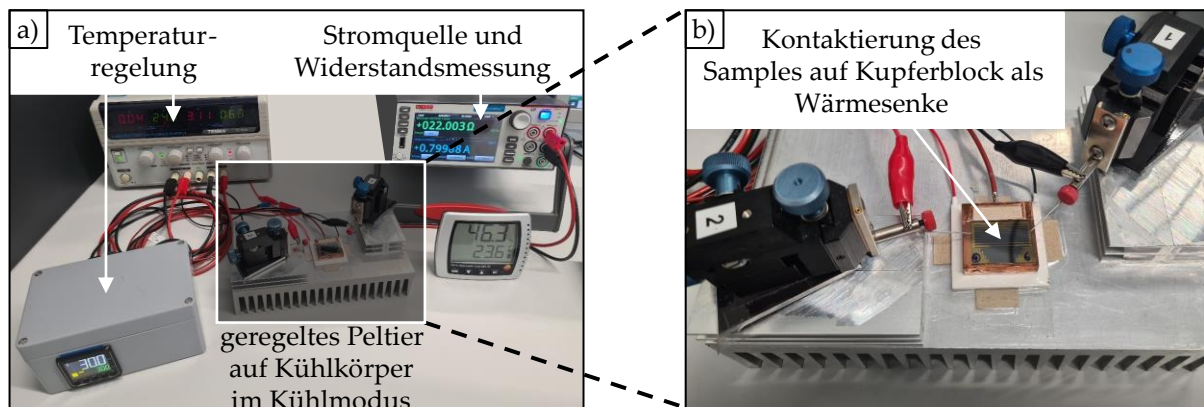


Abb. 2.15: Messaufbau der Widerstandsmethode: a) Gesamter Messaufbau b) Zoom in den Kontaktierungsbereich des Samples

Der Messaufbau ist nahezu identisch mit dem Messaufbau zur α -Bestimmung (siehe Abb. 2.4) mit dem Unterschied, dass das Peltier-Element bei der Widerstandsmethode im Kühlmodus betrieben wird und daher als Wärmesenke dient. Zudem fungiert das *Keithley 2450 SourceMeter* neben der Widerstandsmessung auch als Stromquelle.

2.5 Finite-Elemente-Methode

Dieser Abschnitt ist zusammengefasst aus [223–229]. Die Finite-Elemente-Methode (FEM) ist ein etabliertes numerisches Verfahren zur Berechnung komplexer Probleme aus einem großen Anwendungsbereich insbesondere im Ingenieurwesen. Dieser umfasst beispielsweise die Strukturmechanik, Strömungsmechanik, Elektromagnetik oder Wärmeübertragung. Die Kopplung verschiedener physikalischer Disziplinen ist ebenfalls möglich (z. B. Joulesche Erwärmung). Im Folgenden werden die Grundzüge von FEM dargestellt. Für detailliertere Informationen sei auf einschlägige Literatur verwiesen [223–229].

Bei FEM-Berechnungen wird ein Berechnungsgebiet durch einen Vernetzungsprozess in eine Vielzahl von Teilkörpern (finite Elemente) zerlegt. Durch die Definition von Materialparametern, Anfangs- und Randbedingungen und nach Anwendung diverser mathematischer Methoden ergibt sich ein lösbares System aus linearen Gleichungen in der Form

$$\bar{F} = \bar{K} \cdot \bar{U} \quad (2.57)$$

bestehend aus dem Lastvektor \bar{F} , der Steifigkeitsmatrix \bar{K} und dem Verschiebungsvektor \bar{U} . Im Falle eines Wärmeübertragungsproblems enthält \bar{F} die thermischen Lasten, \bar{K} die (thermischen) Materialparameter und \bar{U} die unbekanntenen Temperaturen. Durch Lösung des Glei-

chungssystems (2.57) erhält man die gesuchten Größen für alle Knotenpunkte (Ecken der finiten Elemente). Mit den Ergebnissen an den Knotenpunkten berechnet die Software mittels Ansatzfunktionen die Lösung für jeden beliebigen Raumpunkt im Berechnungsgebiet. Die generelle Vorgehensweise einer FEM-Berechnung erfolgt in mehreren Schritten:

- 1) **Modellbildung:** Zunächst muss ein realistisches Modell mittels CAD-Software oder direkt im Simulationsprogramm erstellt werden. Vereinfachungen wie beispielsweise das Ausnutzen von Symmetrien oder Entfernen von Radien beschleunigen die spätere Berechnung. Vereinfachungen müssen jedoch immer kritisch hinterfragt werden. Es gilt das Prinzip: so einfach wie möglich und so komplex wie nötig. Bei komplexen Problemen mit erwartbar langen Rechendauern bietet es sich oft an, zunächst ein stark vereinfachtes Modell zu lösen und sich dann schrittweise bis zum gewünschten Detaillierungsgrad vorzutasten.
- 2) **Preprocessing:** In diesem Schritt wird die Simulation definiert. Dazu gehört das Einbinden und Koppeln der beteiligten physikalischen Disziplinen, das Zuweisen von Materialien, Materialeigenschaften und Randbedingungen und das (automatische) Vernetzen des Simulationsmodells. Für die Vernetzung gilt im Hinblick auf die Rechendauer ebenfalls der Grundsatz: so grob wie möglich und so fein wie nötig. Durch ausgewählte Vernetzungsstudien sollte untersucht werden, ob die Vernetzung hinreichend genau ist. Beim Preprocessing muss der Anwender insbesondere darauf achten, dass das Modell mathematisch lösbar ist und die Randbedingungen realistisch definiert sind. Im Studiendesign muss außerdem definiert werden, ob das Modell stationär oder transient (zeitabhängig) gelöst werden soll.
- 3) **Solver:** In diesem Schritt erfolgt zunächst die Definition und Lösung des mathematischen Problems für alle Knotenpunkte durch das Simulationsprogramm. Je nach Programm stehen verschiedene Solver-Typen zur Auswahl. Durch Ansatzfunktionen berechnet die Software schließlich die Lösung für jeden beliebigen Punkt des Berechnungsgebiets. Die Rechendauer hängt sowohl von der Hardware als auch vom Detaillierungsgrad des Modells in den Schritten 1) und 2) ab.
- 4) **Postprocessing:** Hier erfolgt die sinnvolle Darstellung der Ergebnisse durch beispielsweise Farbplots, zweidimensionale Graphen, Stromlinienplots, Vektorfelder oder Potentialfelder. Je nach Disziplin kann es sich dabei z. B. um einen Oberflächenplot der Temperatur, die Verbiegung eines Balkens und dessen mechanische Spannungen oder die graphische Darstellung der Temperatur entlang einer Linie handeln. Dem Anwender stehen hier je nach Programm eine Vielzahl an Möglichkeiten zur Verfügung.

FEM-Simulationen sind mittlerweile auch im Bereich der Mikro- und Nanoelektronik Stand der Technik. In der Literatur finden sich diverse Simulationsbeispiele zur 3-Omega-Methode oder zu SThM. Bei derartigen Simulationen ist die Schwierigkeit insbesondere die korrekte Modellierung eines mikroskopischen Modells. Die Abmessungen im nm-Bereich machen oft begleitende Untersuchungen an speziellen Mikroskopen wie AFM, LSM oder REM nötig. Zudem ist besonderes Augenmerk auf die Materialeigenschaften zu legen, da sich diese auf Grund von nanoskaligen Effekten von den Eigenschaften der Bulk-Materialien unterscheiden können [218,230–233].

In der vorliegenden Arbeit wurden alle FEM-Berechnungen mit der Software *COMSOL Multiphysics 6.0* durchgeführt. Das Modellieren komplexer Geometrien wie beispielsweise einer SThM-Spitze erfolgte durch die CAD-Software *SOLIDWORKS Premium 2021*. Die weiteren in dieser Arbeit benötigten *COMSOL*-Module sind im Folgenden aufgelistet:

- Übertragung komplexer Geometrien von *SOLIDWORKS* nach *COMSOL: LiveLink for SOLIDWORKS* und *CAD Import Module*
- Simulation elektromagnetischer Phänomene: *AC/DC Module*
- Simulation von Wärmetransport: *Heat Transfer Module*
- Simulation von Strömungen: *CFD Module*
- Simulation dünner Schichten: *MEMS Module*
- Materialdaten: *Material Library* und *Semiconductor Module*

2.6 Überblick über weitere Methoden zur thermischen Charakterisierung

Mittlerweile stehen viele weitere (kommerzielle) Methoden zur thermischen Charakterisierung von Bulk-Materialien und Dünnschichten zur Verfügung. Ein guter Überblick über die Methoden und deren Einsatzbereiche findet sich in [20,63,100,218,233–237]. Eine Einteilung kann beispielsweise folgendermaßen aussehen, wobei die Methoden-Auflistung an die meist englischsprachige Literatur angelehnt und nicht als vollständig zu verstehen ist:

- Stationäre Methoden (steady state): Absolute-Technique, Comparative-Technique, DC-SThM
- Methoden im Frequenzbereich (frequency domain): Frequency-Domain-Thermoreflectance-Methode, 3-Omega-Methode, 3-Omega-SThM
- Methoden im Zeitbereich (time domain): Time-Domain-Thermoreflectance-Methode, Laser-Flash-Methode, Transient-Plane-Source-Methode
- Spektroskopie: Raman-Thermographie

Zur Charakterisierung von Bulk-Materialien werden überwiegend die Absolute-Technique, die Comparative-Technique, die Laser-Flash-Methode und die Transient-Plane-Source-Methode verwendet. Die Charakterisierung von Dünnschichten erfolgt meist mittels der in Abschnitt 2.3 vorgestellten 3-Omega-Methode oder der Time-Domain-Thermoreflectance-Methode [218]. Der Anwendungsbereich der in dieser Arbeit verwendeten Methode SThM erreicht auch auf Grund der hohen Kosten und damit geringen kommerziellen Verbreitung und wegen der im Verlauf der Arbeit dargestellten Nachteile noch nicht den Umfang dieser Techniken. Diese Arbeit soll daher einen Beitrag zur Optimierung von SThM leisten.

2.7 Untersuchte Materialien, Sampledesign und Samplepräparation

In diesem Abschnitt werden alle in dieser Arbeit charakterisierten Materialien vorgestellt. Es wird zudem auf die Sampleherstellung, die thermische Leitfähigkeit und thermische Kontaktwiderstände eingegangen. Alle Samples aus Abschnitt 2.7.1 wurden im Auftrag extern hergestellt. Der finale Schleif- und Polierprozess der Oberflächen des Querschliffsamples aus Abschnitt 2.7.1 und der Samples aus Abschnitt 2.7.2 wurde selbst durchgeführt.

2.7.1 Si-Substrat und Dünnschichten aus SiO₂, Si₃N₄, BN und AlN

Schichten aus diesen Materialien werden häufig in der Mikro- und Nanoelektronik verwendet. Als Substrat dient oft ein monokristalliner Wafer aus Bulk-Si, auf dem die Dünnschichten zur elektrischen Isolierung abgeschieden werden. Bei bestimmten Anwendungen ist es von Vorteil, wenn die Dünnschichten trotzdem eine gute Wärmeleitfähigkeit aufweisen, damit Wärme effektiv von kritischen Strukturen abgeleitet werden kann. In dieser Arbeit werden daher neben dem Standardisolator aus SiO₂ alternative elektrische Isolatoren aus Si₃N₄, BN und AlN untersucht. Die Forschung der vergangenen Jahre hat gezeigt, dass diese Materialien eine Alternative zu SiO₂ darstellen könnten. Als Substrat aller Dünnschichtsamples wurde Bor-dotiertes Si mit einem spezifischen elektrischen Widerstand von 9 Ωcm bis 18 Ωcm und einer Dicke von 725 μm verwendet. Abb. 2.16 zeigt einen Überblick über alle Dünnschichtsamples.

Dünnschichtsamples für die 3-Omega-Methode und für die Widerstandsmethode (Kapitel 6 und 7):

In Tab. 2.3 sind alle Dünnschichtmaterialien aufgelistet, die im Zuge der 3-Omega-Methode und der Widerstandsmethode charakterisiert wurden. Die Dünnschichten wurden durch die beschriebenen Herstellungsverfahren auf das Si-Substrat aufgebracht. Auf die Dünnschichten wurde ein Heizerstack aus Titan (71 nm), Platin (55 nm) und Gold (483 nm) abgeschieden [180]. Titan dient dabei als Haftvermittler und Platin als Diffusionsbarriere. Da AlN durch den stark basischen Entwickler für den Negativlack angegriffen würde, befindet sich zwischen AlN und dem Heizerstack eine Schutzschicht aus etwa 100 nm SiO₂. Bei den übrigen Materialien ist eine solche Schutzschicht nicht nötig. Die gesputterten BN-Schichten sind hauptsächlich amorph, teilweise auch leicht nanokristallin in bevorzugt hexagonaler Kristallstruktur.

Tab. 2.3: Dünnschichtmaterialien für die 3-Omega-Methode und für die Widerstandsmethode mit den zugehörigen Herstellungsverfahren und nominalen Schichtdicken

	SiO ₂	Si ₃ N ₄	BN	AlN
Herstellungsverfahren	PECVD bei 400 °C	PECVD bei 400 °C	reaktives DC-Sputtern	reaktives DC-Sputtern
Nominale Schichtdicken [nm]	50, 100, 500, 1000, 2000	50, 100, 500, 1000, 2000	50, 100, 500, 1000	50, 100, 500, 850, 1000, 2000

Im Zuge dieser Arbeit wurde für diese Dünnschichtsamples ein spezielles Sampledesign durch entwicklungsbegleitende FEM-Simulationen erarbeitet. Das spezielle Design mit unterschiedlichen Heizerlängen und -breiten erlaubte eine umfangreiche Vorentwicklung für die Widerstandsmethode. Zudem wurden die Heizer derart ausgelegt, dass sie sich für Referenzmessungen mittels der 3-Omega-Methode eignen. Da sowohl die Messungen der 3-Omega-Methode in Kapitel 6 als auch die der Widerstandsmethode in Kapitel 7 an denselben Samples durchgeführt werden konnten, eignen sich die Messwerte optimal zum Vergleich. Eine schematische Darstellung findet sich in Abb. 2.16 a).

Dünnschichtsamples für Stat- λ -SThM-DS aus Si + 25,7 μm SiO₂ + AlN (Abschnitt 4.3.2):

Auf dem Si-Substrat wurden zunächst etwa 25,7 μm SiO₂ durch mehrere aufeinanderfolgende PECVD-Abscheidungen bei 400 °C aufgebracht. Darauf wurden die Dünnschichten aus AlN mittels reaktiven DC-Sputterns in den nominalen Schichtdicken 50 nm, 100 nm, 500 nm, 1000 nm und 2000 nm aufgetragen. Die fünf Samples enthalten keine Heizerstacks und daher auch keine Schutzschicht aus SiO₂. Eine schematische Darstellung findet sich in Abb. 2.16 b).

Querschliffsample für Dyn- λ -SThM (Abschnitt 4.3.3):

Auf dem Si-Substrat wurden nacheinander ca. 400 nm dicke Schichten aus Si₃N₄, Ti, Al, AlN und BN aufgetragen. Zwischen allen Schichten befindet sich jeweils ca. 400 nm dickes SiO₂. Die Herstellungsverfahren von SiO₂, Si₃N₄, AlN und BN sind in Tab. 2.3 aufgelistet. Ti und Al wurden jeweils mittels DC-Sputterns (nicht reaktiv) hergestellt. Nach Vollendung der Schichtabscheidungen wurde ein Bruchstück des fertigen Wafers vertikal in Epoxidharz eingebettet. Der anschließende Schliff wurde mit dem Poliergerät *Buehler EcoMet 3* durchgeführt. Die Vorgehensweise nach Herstellerangaben und die Benutzung der vorgesehenen Polierscheiben und Diamantsuspensionen führte zu möglichst glatten Oberflächen mit Rauheiten von $R_a < 10$ nm. Eine schematische Darstellung des Querschliffsamples findet sich in Abb. 2.16 c). Für eine Vergleichsmessung wurde ein Bruchstück eines Wafers mit gleichem Schichtaufbau verwendet, auf dessen Oberfläche eine dünne Polyimidschicht aufgetragen wurde. Die Bruchkante wurde extern zunächst plan geschliffen und dann einem FIB-Cut unterzogen.

Stufensamples für Qual- λ -SThM aus SiO₂ (Abschnitt 4.2.1):

Es wurden insgesamt drei Samples hergestellt, zwei davon in einer dicken und eines in einer dünnen Konfiguration. Auf dem Si-Substrat wurde zunächst mittels PECVD bei 400 °C eine Schicht SiO₂ (dick: ca. 1000 nm, dünn: ca. 100 nm) abgeschieden. Durch vier nachfolgende Ätzschritte konnte so ein Stufensample mit neun Feldern unterschiedlicher SiO₂-Schichtdicken erzeugt werden. Der Ätzvorgang verlief nicht optimal, sodass jeweils zwei Felder nicht zur Auswertung herangezogen werden konnten. Beim letzten Ätzschritt wurde SiO₂ auf dem untersten Feld jeweils komplett weggeätzt, sodass hier nur Bulk-Si (+ ca. 1 nm natives SiO₂) vorhanden ist. Eine schematische Darstellung findet sich in Abb. 2.16 d).

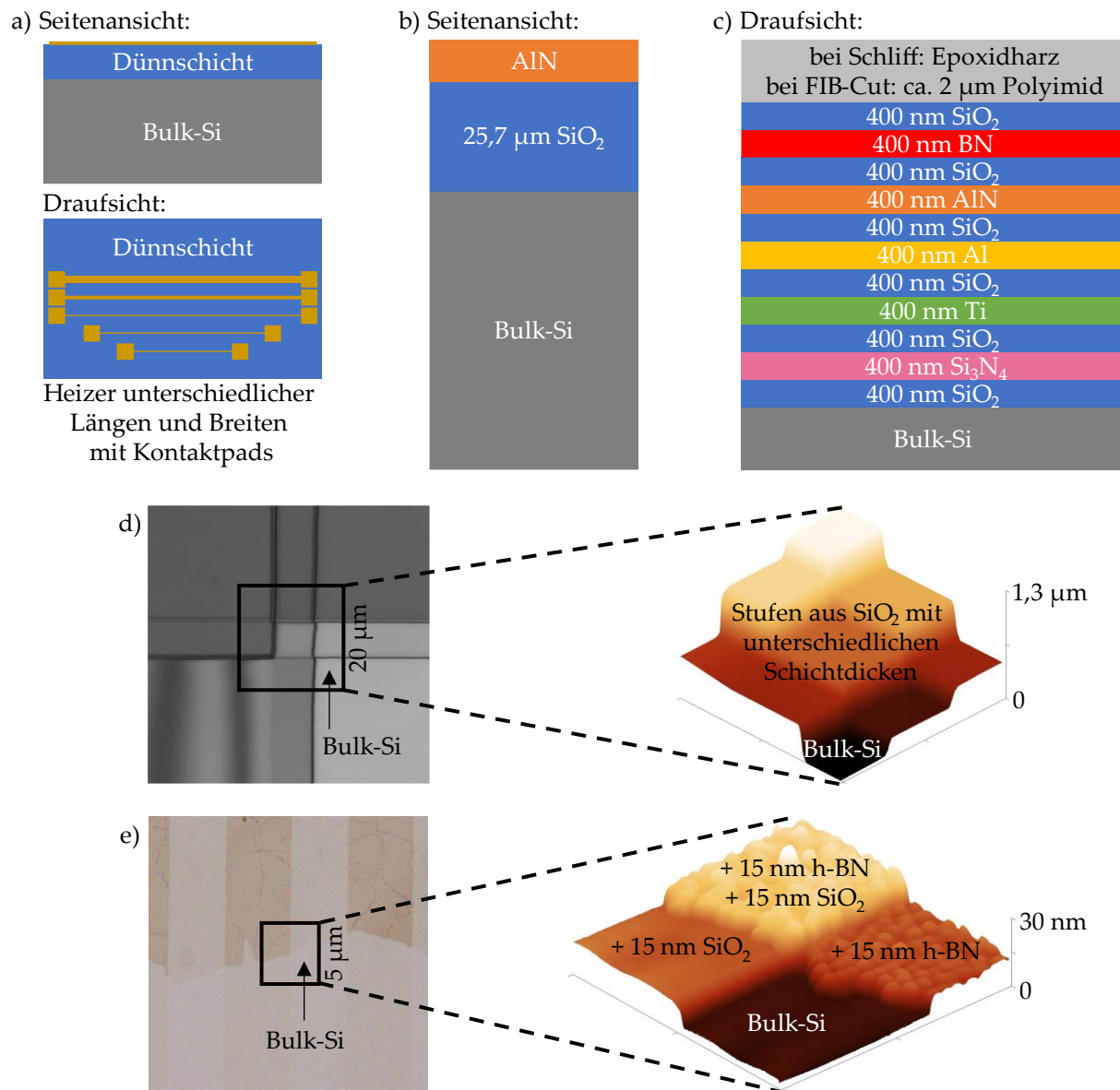


Abb. 2.16: In dieser Arbeit verwendete Dünnschichtsamples: a) Samples für die 3-Omega-Methode und für die Widerstandsmethode b) Samples für Stat- λ -S λ ThM-DS c) Samples für Dyn- λ -S λ ThM d) und e) Stufensamples für Qual- λ -S λ ThM. Alle Samples dieser Abbildung wurden im Auftrag extern hergestellt.

Stufensamples für Qual- λ -S λ ThM aus h-BN (Abschnitt 4.2.2):

Es wurden zwei vergleichbare Samples hergestellt. Auf dem Si-Substrat wurde zunächst eine etwa 15 nm dicke Schicht aus SiO_2 mittels thermischer Trockenoxidation erzeugt. Im Anschluss daran wurde das SiO_2 in parallelen Bahnen (Bahnbreite etwa 15 μm , Pitch 30 μm) vollständig weggeätzt. Zum Schluss wurde h-BN auf die Stufenstruktur durch einen Nass-Transfer aufgebracht (wet chemical transfer nach vorheriger CVD-Abscheidung von h-BN auf Kupferfolie). An Kreuzungspunkten enthält das Sample somit vier unterschiedliche Schichtaufbauten: ① Bulk-Si, ② SiO_2 auf Bulk-Si, ③ h-BN auf Bulk-Si und ④ SiO_2 + h-BN auf Bulk-Si. Eine schematische Darstellung findet sich in Abb. 2.16 e). Im Zuge der Anneal-Studie in Abschnitt 4.2.2 wurden beide Samples an verschiedenen Positionen und mit verschiedenen

SThM-Spitzen abgescannt. Danach wurde Sample 2 einem zusätzlichen Anneal-Prozess unterzogen und nach jedem Anneal-Schritt erneut mittels Qual- λ -SThM vermessen:

- Anneal 1: 400 °C für 2 h (ramp-up und ramp-down: 100 °C/10 min)
- Anneal 2: 1000 °C für 0,5 h (ramp-up und ramp-down zwischen 800 °C und 1000 °C: 100 °C/10 min)
- Vor jeweiligem Anneal: mehrmaliges Abpumpen und Spülen mit N₂ zur vollständigen Entfernung von Sauerstoff aus der Anneal-Kammer
- Anneal jeweils unter N₂-Atmosphäre mit 1 bar Druck

Thermische Leitfähigkeiten:

Tab. 2.4 enthält Literaturquellen für schichtdickenabhängige thermische Leitfähigkeiten bei ähnlichen Herstellungsverfahren. Eine graphische Darstellung und ein Vergleich mit den Ergebnissen dieser Arbeit findet sich in Abschnitt 6.2.

Tab. 2.4: Literaturquellen für schichtdickenabhängige thermische Leitfähigkeiten

	SiO ₂	Si ₃ N ₄	BN	AlN
Thermische Leitfähigkeit [Wm⁻¹K⁻¹]	< 1,5	< 2	< 5	< 200
Literaturquellen für schichtdickenabhängige thermische Leitfähigkeiten bei ähnlichen Herstellungsverfahren	[4,7,8,131,202,238]	[7,204,239–241]	[242]	[10,12,243–245]

Die schichtdickenabhängigen thermischen Leitfähigkeiten von SiO₂, Si₃N₄ und AlN sind bereits gut erforscht und es finden sich viele Vergleichswerte. Für dünne Schichten aus BN, welche unter einem ähnlichen Herstellungsprozess wie dem in dieser Arbeit angewandten Sputterprozess hergestellt wurden, finden sich in der Literatur kaum geeignete Referenzwerte. Oft bezieht sich die aktuelle Forschung auf die in-plane Wärmeleitfähigkeit von h-BN weniger Monolagen oder die Wärmeleitfähigkeit von BN-Nanoribbons. Hierfür werden Werte im Bereich weniger Wm⁻¹K⁻¹ bis 2000 Wm⁻¹K⁻¹ angegeben [235,246–248]. Es wird jedoch vereinzelt darauf hingewiesen, dass die für diese Arbeit relevantere cross-plane Wärmeleitfähigkeit in den Bereich weniger Wm⁻¹K⁻¹ fallen kann [6]. Als einziger akzeptabler Vergleichswert kann 4,26 Wm⁻¹K⁻¹ bei einer BN-Schichtdicke von 1134 nm genannt werden [242]. Ein ähnlicher Herstellungsprozess wurde von Hahn angewandt [249]. Die thermische Leitfähigkeit von hochreinen Einkristallen aus AlN wurde von Slack et al. zu 319 Wm⁻¹K⁻¹ bei 300 K bestimmt [250]. Hochreines polykristallines AlN wird mit 227 Wm⁻¹K⁻¹ angegeben [205]. Für Ti und Al (Querschliffsample) finden sich für vergleichbare Schichten thermische Leitfähigkeiten von 16,8 Wm⁻¹K⁻¹ (Ti) und 200 Wm⁻¹K⁻¹ (Al) [251].

Aus den Literaturquellen in Tab. 2.4 lässt sich generell eine stark schichtdickenabhängige thermische Leitfähigkeit feststellen, wobei diese i. d. R. mit steigender Schichtdicke zunimmt und sich dem Wert eines Bulk-Samples nähert. Als Gründe hierfür können bei dielektrischen Schichten, in denen Wärme hauptsächlich über Phononen transportiert wird, generell Effekte wie die Phononenstreuung an Korngrenzen, Verunreinigungen, Defektstellen, Oberflächen etc. genannt werden. Mit steigender Schichtdicke sinkt der Beitrag derartiger Effekte am gesamten Wärmetransport und die mittlere freie Weglänge der Phononen erhöht sich. Dies führt

zu höheren thermischen Leitfähigkeiten [218,230–233]. Ein einfaches Modell zum Übergang zwischen diffuser und ballistischer Wärmeleitung wird von Davier et al. beschrieben [252].

Thermische Kontaktwiderstände:

Für diese Arbeit sind thermische Kontaktwiderstände zwischen den Dünnschichten und dem Si-Substrat wichtig, welche von vielen Faktoren wie beispielsweise der Oberflächenrauheit, der Werkstoffpaarung, dem Herstellungsprozess, dem Spaltmedium, der Temperatur oder dem Anpressdruck abhängig sind. Es gilt als nahezu unmöglich, einen konkreten Wert für jeden Einzelfall zu bestimmen, weshalb es sinnvoll ist, die spezifischen thermischen Kontaktwiderstände in einem realistischen Bereich anzunehmen. Für Materialkontakte, wie sie in dieser Arbeit vorkommen, erscheint ein Bereich zwischen $5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ sinnvoll [4,7–21].

2.7.2 Kunststoffe, weitere Oxide, Natur- und Kalibrierungssamples

In Abschnitt 4.3.1 wurden die folgenden Kunststoffe und Keramiken mittels Stat- λ -SThM charakterisiert, wobei einige der Kunststoffe zusätzlich mittels TT-SThM in Abschnitt 4.1 untersucht wurden:

- Polystyrol (PS)
- Polypropylen (PP)
- Polyethylenterephthalat (PET)
- Phenol-Formaldehyd (PF)
- Low-density- und high-density-Polyethylen (PE-LD und PE-HD)
- Polymethylmethacrylat (PMMA)
- Polytetrafluorethylen (PTFE)
- Polyoxymethylen (POM)
- Objektträger aus Kalk-Natron-Glas
- Zirconiumdioxid (ZrO_2) verschiedener Reinheiten: 95 %, 96,5 % und 97 % ZrO_2

Des Weiteren wurden mittels Stat- λ -SThM Samples aus der Natur charakterisiert:

- Hölzer: Fichte, Kirsche, Strobe (Trocknungszeit > 1 Jahr)
- Naturgestein: Marmor verschiedener Zusammensetzungen und ein unbekannter Stein

Im Rahmen der quantitativen SThM-Messungen (Stat- λ -SThM und Stat- λ -SThM-DS in den Abschnitten 4.3.1 und 4.3.2) wurden zur Erstellung von Kalibrierungskurven Samples mit hoher Oberflächengüte und bekannter thermischer Leitfähigkeit benötigt. Es wurden die folgenden Materialien herangezogen, welche einen großen Wärmeleitfähigkeitsbereich abdecken und temperaturbeständig sind:

- Polyamid 6 (PA 6): $\lambda = 0,23 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, Schmelztemperatur > 200 °C [253]
- Bulk-SiO₂: $\lambda = (1,3 \text{ bis } 1,45) \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (gewählt: $1,38 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$) [4,5,8,17,203,230,238,254]
- Ti-6Al-4V: $\lambda = 7 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ [255]
- S235JRG2: $\lambda = 54 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ [256]
- Bulk-Si: $\lambda = (120 \text{ bis } 150) \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (gewählt: $135 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$) [17,230,257–259]

Für R_{NC} -Messungen in Abb. 3.16 wurde zudem der Edelstahl 1.4301 mit einer thermischen Leitfähigkeit von $15 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ verwendet [260]. Die Samples aus diesem Abschnitt wurden mit dem Poliergerät *Buehler EcoMet 3* bearbeitet. Die Vorgehensweise nach Herstellerangaben und die Benutzung der vorgesehenen Polierscheiben und Diamantsuspensionen führte zu möglichst feinen Oberflächen. Der Objektträger aus Kalk-Natron-Glas und die Samples aus Bulk-

SiO₂ und Bulk-Si mussten nicht poliert werden, da deren Oberflächen herstellungsbedingt bereits ultraflach sind.

2.7.3 Kommerzielle Samples

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die beiden kommerziellen Samples aus Abb. 2.17 verwendet. Das Testsample TGXYZ02 [161] enthält u. a. eine Stufenstruktur aus Bulk-Si und SiO₂ und wurde mittels Qual- λ -SThM für verschiedene Zwecke und Messungen herangezogen:

- Qualitätssicherung: Das Testsample TGXYZ02 wurde jeweils vor und nach allen Messreihen aus Kapitel 4 abgescannt. Dadurch konnte die Spitzendegradation der SThM-Spitze während einer Messreihe mittels eines Vorher-Nachher-Vergleichs der topographischen und thermischen Bilder in der Umgebung der vertikalen Stufen beurteilt werden. Messreihen, während derer die Spitze zu stark beschädigt wurde, konnten somit aussortiert werden.
- Bestimmung des Zustands der SThM-Spitze zu Beginn einer Messreihe: Durch Abfahren der Stufenstruktur und durch subjektive Beurteilung der topographischen und thermischen Signale in der Umgebung der vertikalen Stufen konnte eine grobe Beurteilung des Spitzenzustands vor einer Messreihe stattfinden. War eine Spitze zu stark beschädigt, wurde eine neue SThM-Spitze eingebaut.
- Bestimmung des effektiven thermischen Spitzenradius b (siehe Abschnitt 2.1.6)
- Ermittlung einiger Artefakte (siehe Abschnitt 3.1)

Das Kalibrierungssample VITA-CS-NanoTA [150] enthält die drei Kunststoffe PCL, PE-HD und PET, welche im Rahmen der Temperaturkalibrierung des Spitzentyps NanoTA benötigt wurden (siehe Abschnitt 2.2.4).

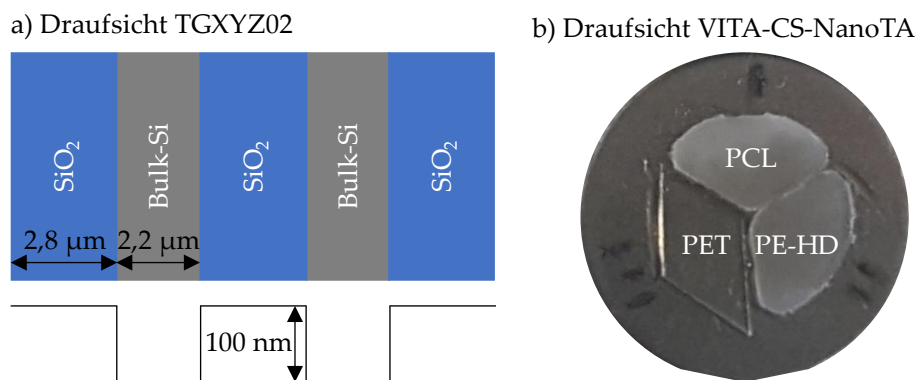


Abb. 2.17: In dieser Arbeit verwendete kommerzielle Samples: a) Testsample TGXYZ02 [161] b) Kalibrierungssample VITA-CS-NanoTA [150]

2.8 Auflistung der verwendeten Ausrüstung, Messgeräte und Softwares

In diesem Abschnitt werden die in dieser Arbeit verwendete Ausrüstung, Messgeräte und Softwares aufgelistet.

AFM und SThM:

- AFM: *Bruker Dimension Icon with ScanAsyst* mit Bedienungssoftware *NanoScope 9.1*
- SThM: *VITA module* mit Bedienungssoftware *VITA Studio 3.4.4948*
- SThM-Spitzen von *Bruker*: *VITA-DM-NanoTA-200* [155] und *VITA-DM-GLA-1* [158]
- AFM-Spitzen von *Bruker*: *ScanAsyst-Air* [261] und *TESPA-V2* [262]
- Zusätzlich bei Stat- λ -SThM-DS: Funktionsgenerator *HP 33120 A* und Digital-Multimeter *HP 34401 A*

Untersuchungen von SThM-Spitzen und Samples:

- REM: *Zeiss Ultra 55* mit Bedienungssoftware *Zeiss SmartSEM 6.00 with Service Pack 4*
- LSM: *Zeiss LSM 800* mit Bedienungssoftware *Zeiss Zen 3.4.91 (blue edition)*
- LSM-Auswertesoftware: *Digital Surf ConfoMap ST 7.4.9745*
- Schichtdickenmessungen (extern): Ellipsometer *Therma-Wave Optiprobe 3290 DUV*

Widerstandsmethode, α -Messung, Temperaturregelung und ST-SThM:

- Temperaturregler: *Omron E5CC-QQ3D5M-000*
- Spannungsversorgung für Temperaturregler: *Tenma 72-7245*
- Peltier-Element: *UEPT-240-197-080C200s*
- Temperatursensor: *UETF-PT100-D3-30 (thermische Anbindung mittels Wärmeleitpaste)*
- Source measure unit: *Keithley 2450 SourceMeter*

3-Omega-Methode:

- Lock-in-Verstärker: *Anfatec eLockIn 204/2*
- Widerstandsdekade: *Elc Resistance Decade Box DR08*
- Oszilloskop: *Tektronix DPO 4034B*

Samplepräparation:

- Schleif- und Poliergerät: *Buehler EcoMet 3*
- Zubehör von *Buehler* (Verwendung nach Herstellerangaben): Siliziumkarbid-Schleifpapiere verschiedener Körnungen, Poliertücher, Diamantsuspensionen verschiedener Diamantgrößen, Feinstpolitursuspensionen, Einbettharz, Samplehalter aus Kunststoff

Sonstiges Messequipment:

- Kontaktnadeln, Mikromanipulatoren, Messleitungen, BNC-Kabel, Multimeter (*Fluke 115*), Krokodilklemmen, Abgreifklemmen, Kühlkörper, elektronische Bauteile (Widerstände, Relais etc.)

Weitere Softwares:

- FEM-Simulationen: *COMSOL Multiphysics 6.0*
- Modellierung komplexer Geometrien für die FEM-Simulationen: *SOLIDWORKS Premium 2021*
- Auswertung und Darstellung von AFM- und SThM-Bildern: *Gwyddion 2.58*
- Ergänzende Auswertung von AFM- und SThM-Bildern: *NanoScope Analysis 1.40*
- Mathematische Berechnungen und Datenauswertung: *MATLAB R2021a Update 5*
- Datenauswertung und graphische Darstellung: *OriginPro 2017G*

2.9 Datenaufbereitung und Messung von Heizerbreiten, Schichtdicken und Rauheiten

Die **Datenaufbereitung** von AFM- bzw. SThM-Bildern wurde mit der Software *Gwyddion 2.58* durchgeführt. Hierzu zählen vor allem die Bestimmung von Stufenhöhen, Ebenenkorrektur, Offsetkorrektur, Neuskalierung, die Bestimmung von Durchschnittswerten eines Bereichs und die Normierung zwischen 0 und 1. Eine Normierung von thermischen Bildern dient der Vergleichbarkeit, wenn mit verschiedenen SThM-Spitzen oder Spitzentemperaturen gemessen wurde. Der Drift durch die fortschreitende Erwärmung der SThM-Base (siehe Abschnitt 3.1.3) wurde mittels Ebenenkorrektur eliminiert. Dies ist nach einer hinreichend langen Einschwingzeit der SThM-Spitze zulässig, da der Drift dann in guter Näherung linear verläuft. Lineare Drifte durch Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen bei SThM können ebenfalls durch eine Ebenenkorrektur eliminiert werden, wenn der Verlauf des thermischen Signals durch die Kenntnis des Sampleaufbaus abgeschätzt werden kann. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ganz besonders darauf geachtet, dass Ergebnisse nicht durch eine subjektive Datenaufbereitung verfälscht werden. Um die Ergebnisse aussagekräftiger zu machen, wurde für die Graphen in Abb. 3.4 c), Abb. 3.6, Abb. 3.7, Abb. 3.8 und Abb. 4.11 jeweils der Mittelwert aus 25 bis 75 benachbarten Linien herangezogen.

In der vorliegenden Arbeit war es oft nötig, **Heizerbreiten, Schichtdicken und Rauheiten** exakt zu bestimmen. Die Heizerbreiten der Samples für die 3-Omega- und Widerstandsmethode wurden mittels IC-AFM mit der AFM-Spitze TESP-V2 [262] ermittelt. Die exakte Auswertung erfolgte wiederum in der Software *Gwyddion 2.58*. Die Heizer haben herstellungsbedingt einen trapezförmigen Querschnitt (siehe Abb. 7.2). Als Heizerbreite wurde daher die Breite auf der Kontaktebene zur Dünnschicht ermittelt, da dadurch die exakte thermische Berührfläche zwischen Heizer und Dünnschicht berechnet werden kann. Die Schichtdickenmessungen wurden extern mittels der etablierten Methode Ellipsometrie durchgeführt. Die Unsicherheit bei der Vermessung der Heizerbreiten beträgt $\pm 0,1 \mu\text{m}$, bei den Schichtdicken $\pm 1 \%$. Die Dicke (Höhe) des Titan-Platin-Gold-Heizerstacks wurde anhand des Querschnitts im REM untersucht [180]. Oberflächenrauheiten wurden sowohl mittels AFM im ScanAsyst-Modus mit der SThM-Spitze ScanAsyst-Air [261] als auch mittels LSM ermittelt. Vergleichende Untersuchungen zeigten eine gute Übereinstimmung zwischen beiden Methoden. Es wurden daher die Werte der LSM-Messungen verwendet, da hier ein größerer Bereich abgescannt werden kann und die Messdauer kürzer ist.

3 Ergebnisse und Diskussion: Artefakte und Messparameter bei SThM

In diesem Kapitel finden sich die Ergebnisse von Voruntersuchungen zu SThM. Dazu gehört die Auswahl einer geeigneten SThM-Spitze, die Extraktion und Beschreibung diverser Artefakt-Typen bei dynamischem SThM sowie die Bestimmung von Standardparametern bei statischem und dynamischem SThM. Die Untersuchungen in Kapitel 4 basieren auf den Ergebnissen aus diesem Kapitel. Die Auflistung der Artefakte erhebt keinen Anspruch auf Vollständigkeit, aber soll eine sinnvolle Interpretation von SThM-Bildern erleichtern und für das Auftreten diverser Artefakt-Typen sensibilisieren.

3.1 Artefakte bei dynamischem SThM

Durch über 300 thermische SThM-Bilder an verschiedenartigen Samples konnte eine Vielzahl an Artefakt-Typen in thermischen Bildern extrahiert werden. Abb. 3.1 zeigt eine Übersicht, wobei alle Artefakte außer dem Anneal-Artefakt reversibel sind, also nicht zu einer dauerhaften Materialveränderung führen. Bei praktischen Messungen kommt es häufig zu einer Überlagerung diverser Artefakte, wobei die klare Zuordnung teilweise schwierig ist. Eine Korrektur durch Bildbearbeitung ist generell mit Vorsicht zu genießen und sollte nur bei linearen Driften durchgeführt werden oder wenn der Verlauf des thermischen Signals auf Grund des Sampleaufbaus gut abgeschätzt werden kann.

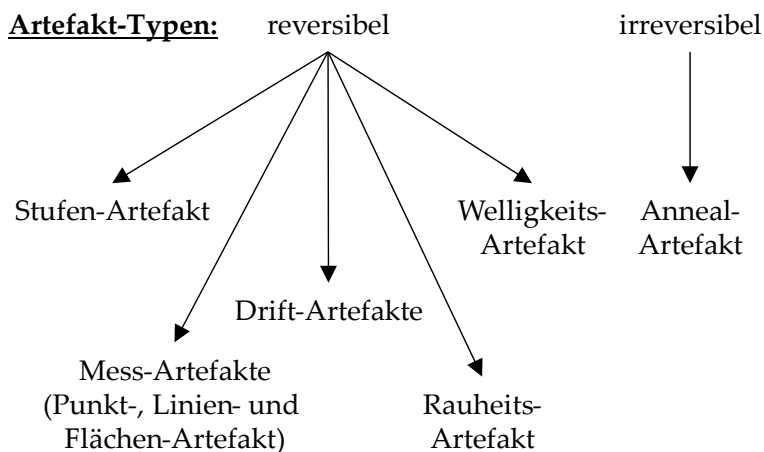


Abb. 3.1: Artefakt-Typen bei dynamischen SThM-Messungen

3.1.1 Reversibler Stufen-Artefakt

Stufen- bzw. Kanten-Artefakte wurden bereits detailliert in der eigenen Publikation [31] behandelt (siehe auch Abschnitt 2.2.8). Es handelt sich dabei zusammenfassend um verfälschte Überhöhungen im thermischen Signal in der Nähe von vertikalen Stufen auf Grund von Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen während der Stufen-Abtastung. Das verfälschte thermische Signal in der Nähe von Stufen sollte generell nicht in die Auswertung mit einbezogen werden. Abb. 3.2 b) zeigt einen typisch auftretenden Stufen-Artefakt.

3.1.2 Reversible Mess-Artefakte: Punkt-, Linien- und Flächen-Artefakt

Punkt- und Linien-Artefakte entstehen vermutlich auf Grund von Spitzenkontamination oder Abschaben von Material von der Sampleoberfläche. Sie sind leicht zu erkennen, da sie sich nur über wenige Pixel oder Scanlinien erstrecken und relativ abrupt starten bzw. enden. Sie lassen sich dadurch erklären, dass zufällig Schmutzpartikel an der SThM-Spitze anhaften bzw. wieder losgelassen werden. Diese Schmutzpartikel beeinflussen das Wärmeübertragungsvolumen und dadurch das thermische Signal. Abb. 3.2 a) und b) zeigen Beispiele von Punkt- und Linien-Artefakten. Flächen-Artefakte werden vermutlich durch Verunreinigungen hervorgerufen, die über einen längeren Zeitraum an der Spitze haften. Beispiele dafür finden sich in Abb. 3.2 b) und c). Der Übergang zwischen diesen drei Artefakt-Typen ist fließend. Während Linien-Artefakte relativ einfach zu erkennen sind, müssen Punkt- und Flächen-Artefakte oft durch Vergleichsbilder an der gleichen Stelle untersucht werden. Eine Sonderform des Flächen-Artefakts, der nicht durch Kontamination hervorgerufen wird, ist die Überschreitung des thermischen Messbereichs, wie es in Abb. 3.2 d) zu sehen ist.

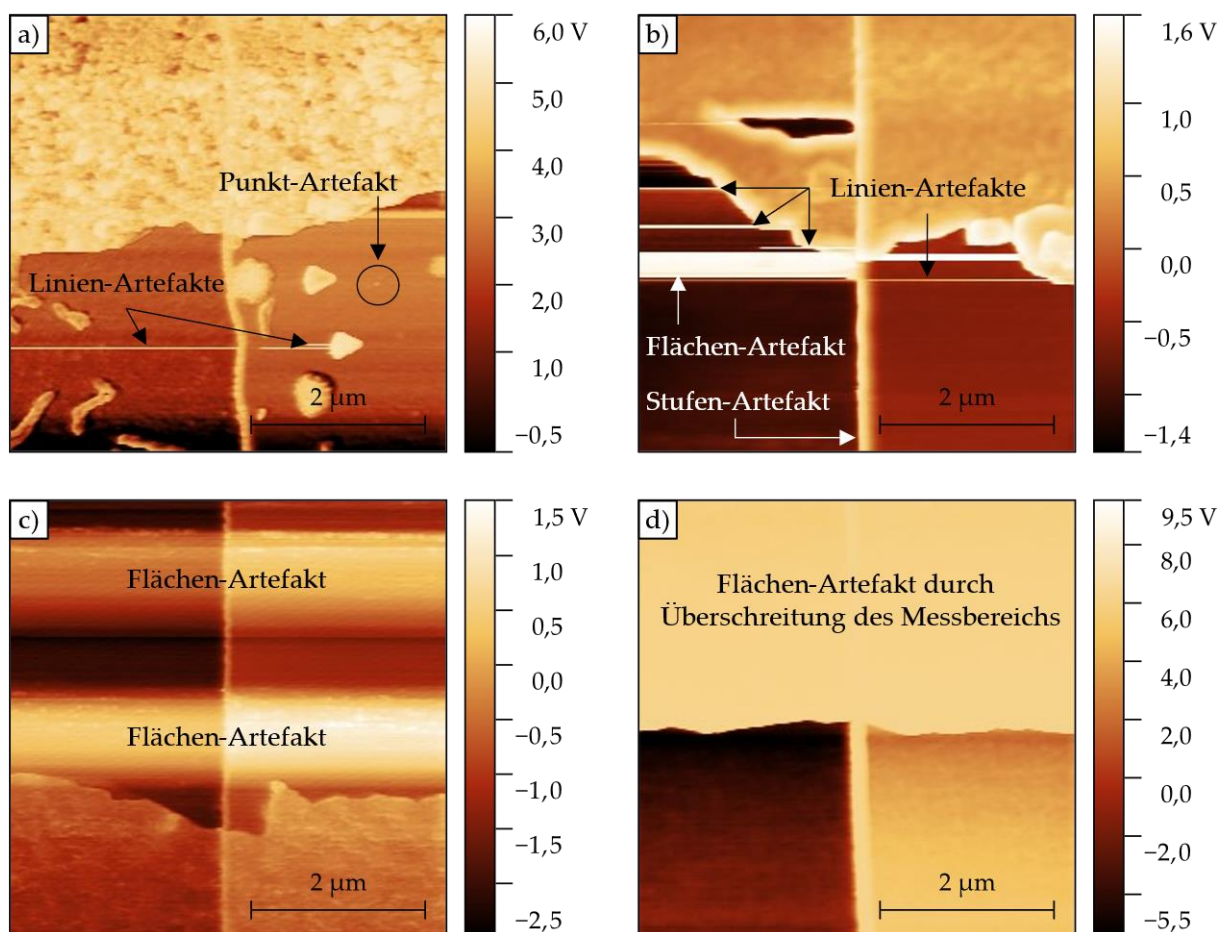


Abb. 3.2: Verschiedene Arten von Mess-Artefakten: a) Punkt- und Linien-Artefakte b) Linien- und Flächen-Artefakte und zusätzlich ein Stufen-Artefakt c) Flächen-Artefakte d) Flächen-Artefakt durch Überschreitung des Messbereichs

Zur Eliminierung dieser Artefakt-Typen sollte die gleiche Stelle zunächst erneut gescannt werden. Sind die Artefakte weiterhin vorhanden, kann eine SThM-Spitze vom Typ NanoTA durch

kurzzeitiges Erwärmen auf ca. 400 °C (laut Hersteller für max. 10 s) gereinigt werden. Außerdem kann ein anderes Stufensample über längere Zeit gescannt werden, sodass Verunreinigungen von der Spitze entfernt werden. Helfen all diese Maßnahmen nicht, muss die SThM-Spitze durch eine neue ausgetauscht werden.

3.1.3 Reversible Drift-Artefakte

Im Rahmen dieser Arbeit wurden verschiedene reversible Drift-Artefakte gefunden:

- Drift durch fortschreitende Erwärmung der SThM-Base
- Drift durch Sampleerwärmung durch die heiße SThM-Spitze
- Drift durch Samplegeometrie
- Drift durch Position des AFM-Lasers auf dem Cantilever

Die Kombination und Überlagerung aller dieser Effekte führt zu einem thermischen Gesamtdrift, der für ein spezielles Sample kaum vorhergesagt werden kann.

Drift durch fortschreitende Erwärmung der SThM-Base:

Die Absorption des AFM-Lasers und die Heizleistung führen zu einer generellen und fortschreitenden Erwärmung der SThM-Base und damit der Spitze, solange sich das System nicht im Gleichgewichtszustand befindet. Abb. 3.3 zeigt den zeitlichen Verlauf des thermischen Signals, das durch vier direkt aufeinanderfolgende thermische Bilder des Testsamples TGXYZ02 an derselben Stelle abwechselnd in positive und negative y-Richtung aufgenommen wurde. Im Graph wurde mittels Offsetkorrektur berücksichtigt, dass die Wheatstone-Brücke während des Messvorgangs siebenmal neu abgeglichen werden musste, um den thermischen Messbereich nicht zu überschreiten. Die Spitzentemperatur im eingeschwungenen Zustand hätte 110 °C betragen. Die Berechnung der Zeit anhand der y-Position erfolgte durch Kenntnis der AFM-Parameter.

Da die thermische Masse der Base im Vergleich zum Cantilever mit Heizerbereich und Spitze sehr groß ist, erwärmt sich die Base wesentlich langsamer und es dauert sehr lange, bis sich das System im Gleichgewichtszustand befindet. Eine sich langsam, aber kontinuierlich erwärmende Base als Wärmesenke führt im Umkehrschluss auch zu höheren Spitzentemperaturen im Zeitverlauf. Dies wiederum führt zu einer Zunahme des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze im zeitlichen Verlauf. Dadurch erhöht sich die Brückenspannung der Wheatstone-Brücke und damit das thermische Signal U_{out} und es entsteht ein positiver Spannungsdrift. Aus Abb. 3.3 ist deutlich erkennbar, dass sich dieser Drift im zeitlichen Verlauf abschwächt. Nach einer gewissen Einschwingzeit vor Beginn einer Messreihe kann der Spannungsdrift in den thermischen Bildern durch eine Ebenenkorrektur eliminiert werden, ohne die Bilder nennenswert zu verfälschen. Je kürzer die Einschwingzeit, desto öfter muss die Wheatstone-Brücke auch neu abgeglichen werden, um den thermischen Messbereich nicht zu überschreiten. Dies führt zu partiell unbrauchbaren thermischen Bildern. Für den vorliegenden Messaufbau erwies sich unter Berücksichtigung dieser Aspekte eine Einschwingzeit von ≥ 30 min als angemessen.

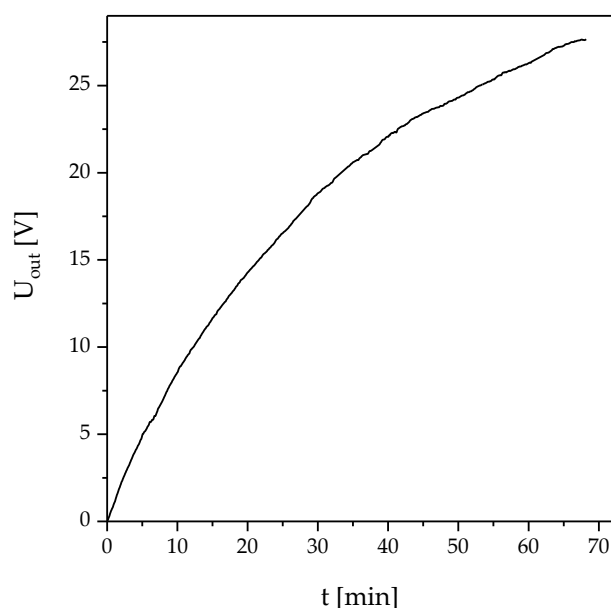


Abb. 3.3: Zeitlicher Verlauf des thermischen Signals U_{out} . Der Scanvorgang der vier direkt aufeinanderfolgenden thermischen Bilder, aus denen U_{out} extrahiert wurde, wurde unmittelbar nach Einschalten der Heizerspannung U_H gestartet.

Drift durch Sampleerwärmung durch die heiße SThM-Spitze:

Bei SThM wird grundsätzlich der lokale thermische Gesamtwiderstand des Samples gemessen, der sich bei Mehr-Schichtsystemen aus mehreren Einzelkomponenten zusammensetzt (siehe Abschnitt 2.1.4). Auf Grund der Temperaturabhängigkeit der thermischen Leitfähigkeiten und thermischen Kontaktwiderstände ist auch der Gesamtwiderstand temperaturabhängig. Die lokale Erwärmung des Samples durch die SThM-Messung kann daher zu einem reversiblen Drift-Artefakt führen. Abb. 3.4 zeigt einen derartigen Drift mit einer eingeschwungenen SThM-Spitze (> 30 min), der hier nur in den Bereichen Bulk-Si und SiO_2 auftritt. Bei ultradünnen Schichten auf einem thermisch hochleitfähigen Substrat muss außerdem in Betracht gezogen werden, dass hauptsächlich der thermische Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat gemessen wird (siehe Abschnitt 4.2.1). Dieser Drift-Artefakt lässt sich kaum vorhersagen, da er stark vom Sampleaufbau und den jeweiligen temperaturabhängigen Materialparametern und thermischen Kontaktwiderständen zwischen den Schichten abhängt. Bilder, die derartige Artefakte enthalten, können kaum sinnvoll ausgewertet werden. Es können lediglich qualitative Aussagen direkt an Materialkanten getroffen werden. Eine Verringerung des Drifts kann ggf. durch eine Verringerung der Spitzentemperatur oder durch höhere Spitzengeschwindigkeiten erreicht werden.

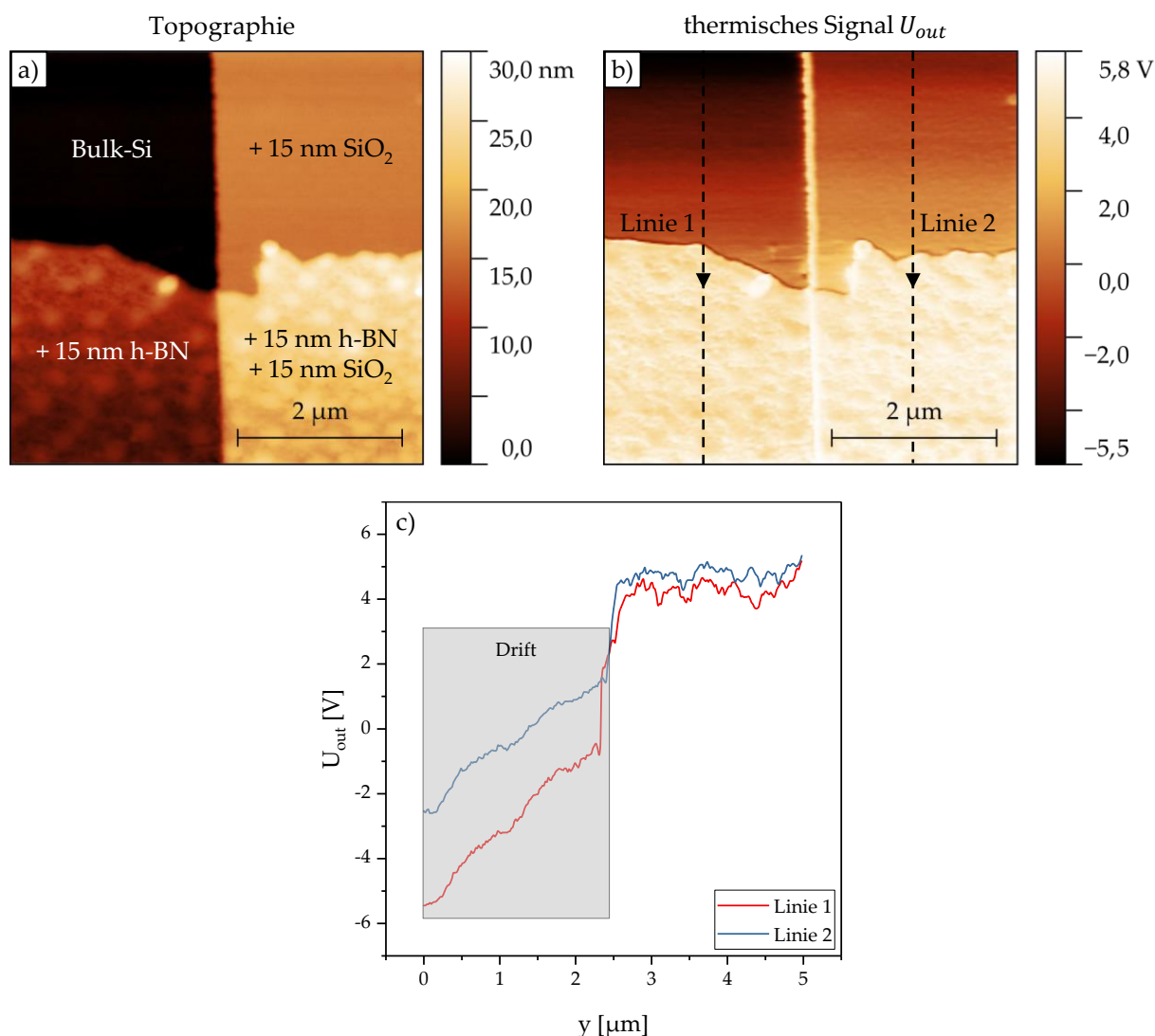


Abb. 3.4: Drift durch Sampleerwärmung durch die heiße SThM-Spitze (Spitzentemperatur: 150 °C): a) Topographie-Bild b) Thermisches Signal c) Plot des thermischen Signals entlang der Linien 1 und 2. In den Bereichen Bulk-Si und SiO₂ ist ein deutlicher Drift erkennbar.

Drift durch Samplegeometrie:

Diese Art des reversiblen thermischen Drifts lässt sich durch unterschiedliche Wärmeströme zwischen SThM-Spitze und Sample in Folge von Wärmeleitung, Konvektion und Wärmestrahlung durch das Wärmeübertragungsvolumen erklären. Wie in Abschnitt 5.3.1 simuliert, wird bei SThM an Luft ein Großteil der Wärmemenge nicht durch den thermischen Kontakt, sondern durch die Luft übertragen (> 87 %), weshalb die Wärmeübertragung durch die Luft maßgeblich zur Entstehung des thermischen Signals U_{out} beiträgt. Beim Scannen von Stufensamples führt das Zusammenspiel aus Cantilever-Orientierung und Samplegeometrie auch bei identischen lokalen thermischen Eigenschaften zu unterschiedlichen Wärmeströmen in Abhängigkeit von der Position der SThM-Spitze. Dies ist dadurch zu erklären, dass der sich im Wärmeübertragungsvolumen befindliche Teil des Samples während des Scanvorgangs variiert, was anschaulich in Abb. 3.5 dargestellt ist. Dieser Drift-Artefakt ist stark von der

individuellen Samplegeometrie abhängig und kann durch eine Ebenenkorrektur der thermischen Bilder beseitigt werden, sofern er in guter Näherung linear ist.

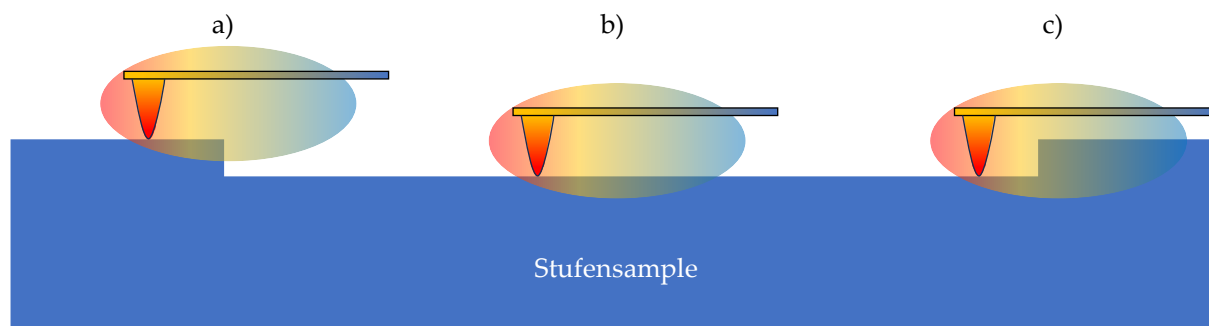


Abb. 3.5: Anschauliche Erklärung des Drift-Artefakts verursacht durch die Samplegeometrie. Auf Grund der Stufenstruktur ist der sich im Wärmeübertragungsvolumen befindliche Teil des Samples bei a) am kleinsten und bei c) am größten. Dadurch ist die zwischen SThM-Spitze und Sample übertragene Wärmemenge in Folge von Wärmeleitung, Konvektion und Wärmestrahlung bei c) trotz gleicher thermischer Materialparameter am größten.

Zum Nachweis dieses Artefakts wurde ein SiO_2 -Stufensample mittels Qual- λ -SThM und eingeschwungener SThM-Spitze (> 30 min) untersucht, wobei das Sample nach der ersten Messung um 180° gedreht wurde, sodass die Cantilever-Orientierung relativ zum Sample im zweiten Bild um 180° gedreht ist. Es wurden jeweils die Vorwärts- und Rückwärtskurven aufgenommen. Da sich diese nicht signifikant unterscheiden, wird aus Gründen der Übersichtlichkeit nur jeweils eine Kurve gezeigt. Das Ergebnis ist in Abb. 3.6 dargestellt, wobei die beiden Graphen durch einen Offset im U_{out} -Signal übereinandergelegt wurden. Die x-Position entspricht dabei der tatsächlichen Position der Spitze auf dem Sample in x-Richtung. Der Verstärkungsfaktor der Brückenspannung k betrug bei dieser Messreihe ausnahmsweise 100 statt 1000, um den thermischen Messbereich nicht zu überschreiten. Es kann festgestellt werden, dass sowohl der Heizerbereich als auch der leicht erwärmte Cantilever einen gewissen Drift verursachen. Besteht in der Draufsicht keine Überlappung mehr zwischen Stufenstruktur und SThM-Spitze (Gesamtlänge ca. $200 \mu\text{m}$), so zeigt sich eine Sättigung im thermischen Signal. Es ist zu beachten, dass der Scanbereich bei den meisten Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit kleiner als $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$ war. Der Scanbereich wurde daher meist komplett vom ca. $25 \mu\text{m}$ langen Heizerbereich überdeckt, sodass die Drifte vermutlich im Wesentlichen durch den Heizerbereich hervorgerufen wurden. Generell bedeutet ein Drift mit positiver Steigung, dass eine geringere Wärmemenge zwischen SThM-Spitze und Sample übertragen wird. Eine Vergleichsuntersuchung mit einer nahezu unbeheizten SThM-Spitze ($U_H \rightarrow 0 \text{ V}$) zeigte keinen derartigen Drift, wodurch andere Ursachen ausgeschlossen werden können.

Es wurde außerdem festgestellt, dass dieser Drift unabhängig vom Scanwinkel ist (Definition des Scanwinkels: siehe Abb. 2.14). Hierzu wurde ein SiO_2 -Stufensample mit unterschiedlichen Scanwinkeln abgefahren. Das Ergebnis ist in Abb. 3.7 dargestellt, wobei die U_{out} -Signale zum besseren Vergleich zwischen 0 und 1 normiert wurden. Es kann keine signifikante Abhängig-

keit des Drifts vom Scanwinkel festgestellt werden. Dies passt auch zur Definition des Scanwinkels nach Abb. 2.14, nach der sich bei einer Änderung des Scanwinkels lokal keine Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen ergeben.

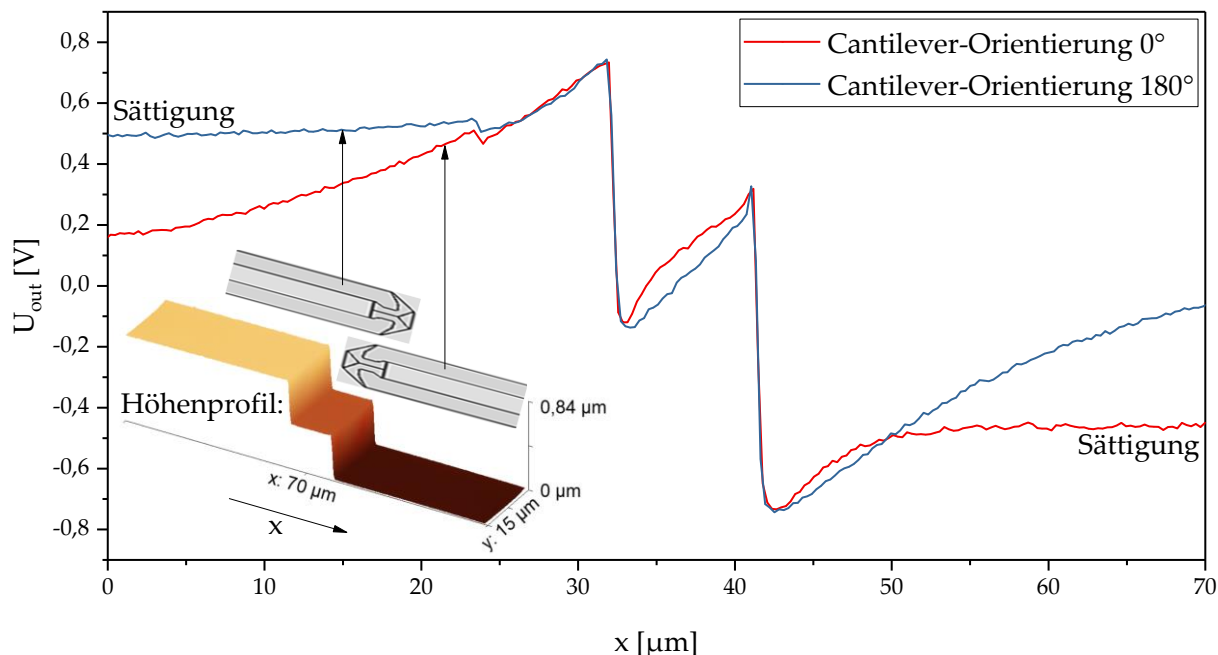


Abb. 3.6: Nachweis des Drift-Artefakts durch Änderung der Cantilever-Orientierung relativ zum Sample (Spitzentemperatur: 125 °C). Der Driftverlauf entlang der x-Achse bestätigt den Einfluss des Heizerbereichs und des Cantilevers. Die SThM-Spitzen mit einer Gesamtlänge von etwa 200 μm sind nicht maßstäblich eingezeichnet.

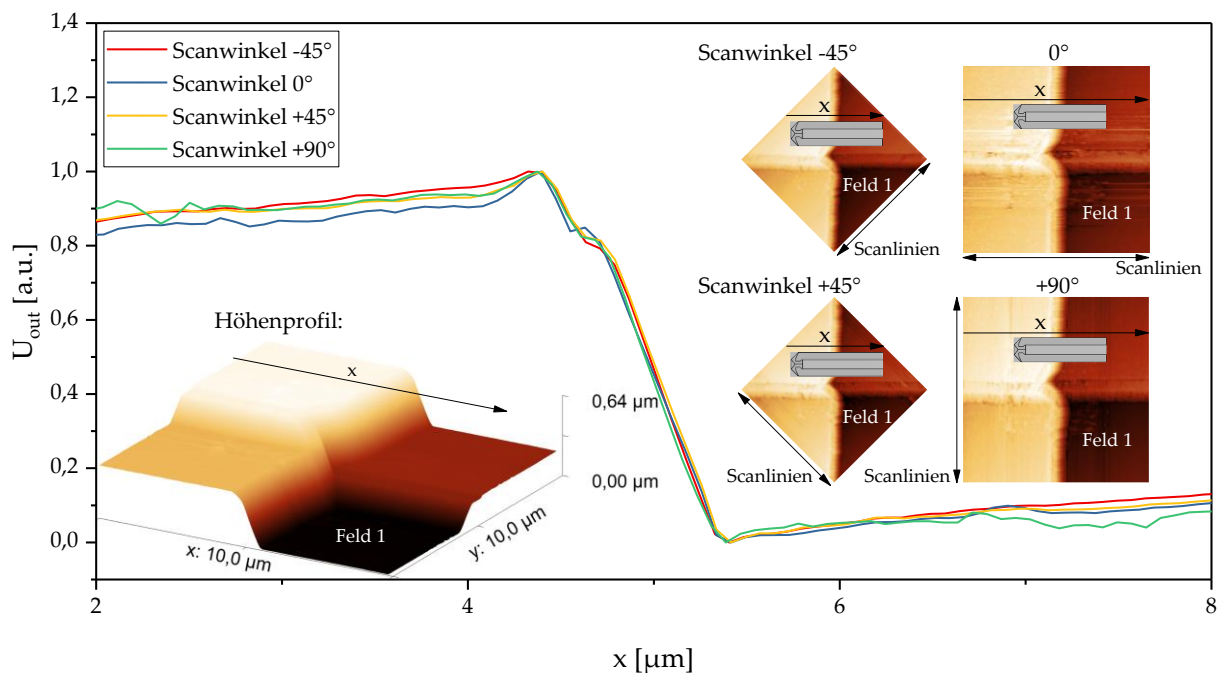


Abb. 3.7: Drift-Artefakt bei unterschiedlichen Scanwinkeln (Spitzentemperatur: 125 °C). Es wurde keine signifikante Abhängigkeit des thermischen Drifts vom Scanwinkel festgestellt. Die SThM-Spitzen mit einer Gesamtlänge von etwa 200 μm sind nicht maßstäblich eingezeichnet und dienen der Veranschaulichung.

Drift durch Position des AFM-Lasers auf dem Cantilever:

Durch eine Vielzahl von Messungen mittels Qual- λ -SThM wurde herausgefunden, dass die Position des AFM-Lasers auf dem Cantilever einer SThM-Spitze des Typs NanoTA auch bei eingeschwungenem Spitzenzustand thermische Drifte verursachen kann. Offenbar beeinflusst der AFM-Laser insbesondere den niedrig dotierten Heizerbereich, der den Großteil des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze ausmacht. Bei einer Laser-Positionierung direkt auf dem Heizerbereich entstehen Bilder mit abnormalen und nichtlinearen Driften, welche nicht sinnvoll ausgewertet werden können. Wird der AFM-Laser hingegen auf einem Cantilever-Schenkel mittig zwischen Base und Spitze positioniert, können solche Drifte im eingeschwungenen Spitzenzustand nicht mehr festgestellt werden. Für eine SThM-Spitze vom Typ NanoTA lautet daher die generelle Empfehlung, den AFM-Laser in der Mitte eines Cantilever-Schenkels zu platzieren. Die Untersuchungen in Abschnitt 3.2.2 bestätigen diese Vermutungen.

3.1.4 Reversibler Welligkeits-Artefakt

Welligkeits-Artefakte werden gelegentlich bei neuen SThM-Spitzen des Typs NanoTA bei Scans an Stufensamples beobachtet. Abb. 3.8 zeigt ein derartiges Muster bei Qual- λ -SThM des Testsamples TGXYZ02 bei eingeschwungenem Spitzenzustand (> 30 min).

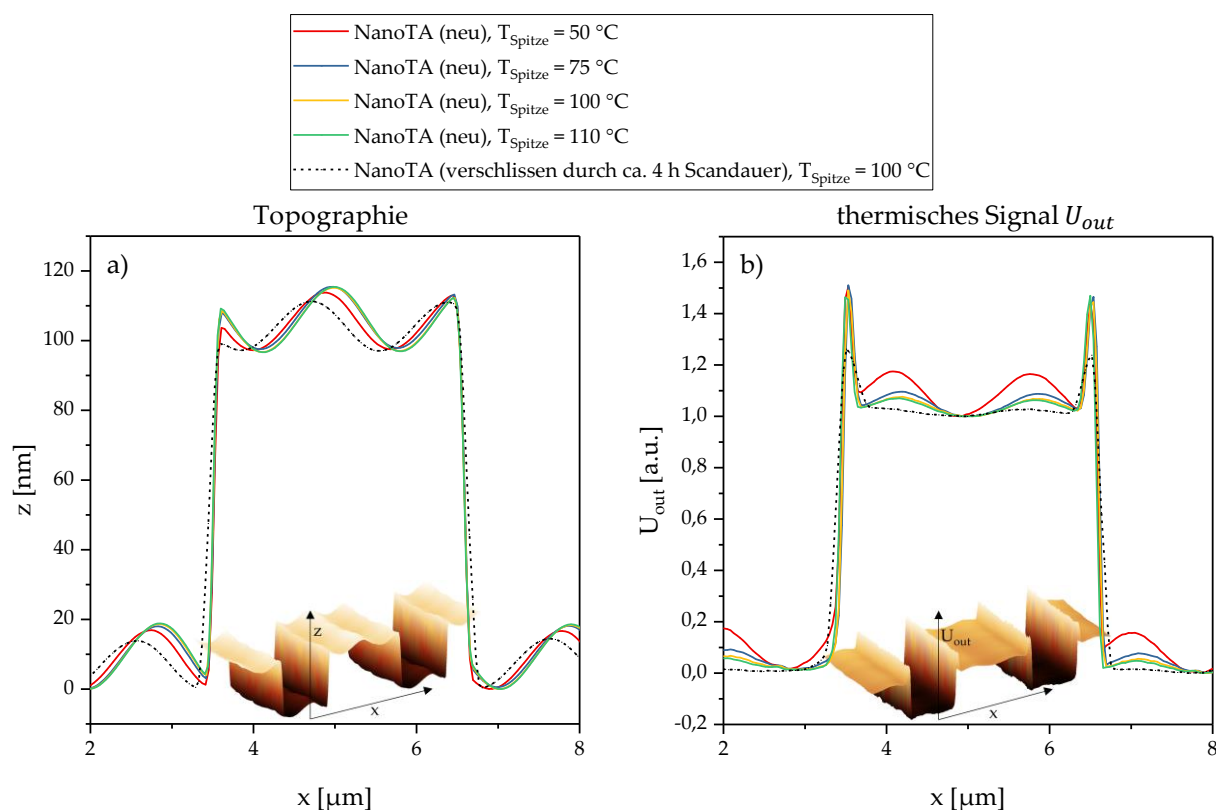


Abb. 3.8: Welligkeits-Artefakt: a) Topographie-Signal b) Thermisches Signal

Als Ursache wird eine Schwingung bzw. Torsion des Cantilevers auf Grund von Schwächen der z -Regelung vermutet, da die Welligkeit nicht nur im thermischen, sondern auch im topo-

graphischen Bild vorhanden ist. Dadurch kommt es zu periodischen Änderungen der Kontaktfläche und Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen zwischen SThM-Spitze und Sample. In den Scans wurde festgestellt, dass die relative Schwingungsamplitude in den thermischen Bildern mit steigender Spitzentemperatur abnimmt und der Effekt insbesondere bei neuen SThM-Spitzen auftritt. Je stärker die Spitze verschlissen wurde, also je mehr Scans bereits gefahren wurden, desto geringer ist der beobachtete Effekt auf den thermischen Bildern, während sich die Welligkeit in den topographischen Bildern nur wenig ändert. Ein Welligkeits-Artefakt kann im Allgemeinen nicht vorhergesagt werden und kann durch absichtlichen Spitzenverschleiß verringert werden. Durch einen Wechsel der SThM-Spitze kann dieser Effekt oft ganz eliminiert werden. Außerdem kann er zweifelsfrei identifiziert werden, indem die gleiche Stelle durch einen topographischen Scan mit einer anderen AFM-Spitze abgefahren wird, welche für Topographie-Bilder optimiert ist (z. B. TESP-V2 [262] mittels IC-AFM). Bei Samples mit glatten Oberflächen ohne Stufen wurde dieser Effekt nicht beobachtet. In [31] wurden ebenfalls Welligkeits-Artefakte festgestellt, welche diesem Effekt zugeordnet werden können.

3.1.5 Reversibler Rauheits-Artefakt

Verschiedene Rauheiten im niedrigen nm-Bereich (Nanorauheiten) können zu diesem Artefakt-Typ führen. Durch unterschiedliche Nanorauheiten kommt es zu Änderungen des thermischen Kontaktwiderstands zwischen Spitze und Sample $R_{th,C,Spitze}$ und damit zu einer Änderung der Wärmeübertragung durch den Kontaktbereich. Dieser Artefakt ist in Abb. 3.9. dargestellt.

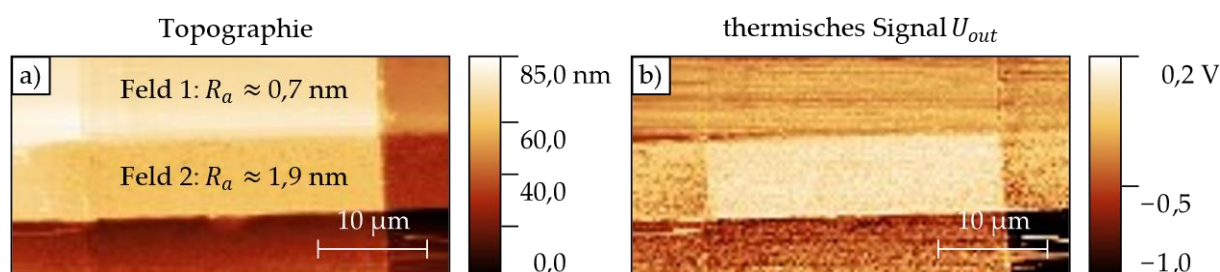


Abb. 3.9: Rauheits-Artefakt (Spitzentemperatur: 125 °C): a) Topographie-Bild b) Thermisches Bild

Feld 2 besteht aus einer dünneren SiO₂-Schicht (auf Bulk-Si) als Feld 1 bei ansonsten gleicher Herstellung und müsste daher in der Theorie nach Gleichung (2.17) einen geringeren thermischen Gesamtwiderstand $R_{th,ges}$ aufweisen. Das thermische Signal U_{out} müsste also geringer sein, aber das Gegenteil ist der Fall. Dies kann durch die höhere Nanorauheit R_a von Feld 2 erklärt werden, wodurch $R_{th,C,Spitze}$ und damit $R_{th,ges}$ offensichtlich größer werden als bei Feld 1. Anhand zahlreicher Messungen wurde beobachtet, dass der Einfluss von Nanorauheiten generell größer ist, je besser der Spitzenzustand ist, also je kleiner der Spitzenradius und damit die Kontaktfläche ist. Änderungen der Kontaktflächen und thermischen Kontaktwiderstände verursacht durch Nanorauheiten machen sich hier prozentual wesentlich stärker bemerkbar als bei verschlissenen Spitzen mit größerer Kontaktfläche. Bei diesem Effekt muss

zwischen Mikro- und Nanorauheiten (μm - bzw. nm -Bereich) unterschieden werden. Während Nanorauheiten im maximal zweistelligen nm -Bereich in der Größenordnung des Kontaktradius r_c nach Gleichung (2.15) zum beschriebenen Effekt führen können, verfälschen größere Mikrorauheiten das thermische Signal generell zu stark und machen Scan-Bilder oder Bereiche unbrauchbar (z. B. Stufen-Artefakt in Abschnitt 3.1.1). Der Rauheits-Artefakt kann verringert werden, indem eine SThM-Spitze mit höherem Verschleiß gewählt wird oder die Rauheiten der Bereiche angeglichen werden, falls möglich.

3.1.6 Irreversibler Anneal-Artefakt

Der Anneal-Artefakt ist vermutlich eine Mischung aus irreversiblen Rauheits-Änderungen verursacht durch die Spitzenbewegung und irreversiblen Materialumwandlungen (z. B. Gitterstruktur, Partikel, Korngrößen, thermische Kontaktwiderstände etc.) verursacht durch Wärmeeinwirkung. Dieser Effekt ist in Abb. 3.10 dargestellt. Zunächst wurde der Bereich in Abb. 3.10 a) fünfmal mit einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA mit den folgenden Parametern gescannt: Spitzentemperatur $150\text{ }^\circ\text{C}$, Spitzengeschwindigkeit $10\ \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, 256 Scanlinien. Die Gesamtdauer der fünf Scans betrug damit $21\ \text{min}\ 20\ \text{s}$. Anschließend wurde der Scanbereich vergrößert und erneut mit einer Spitzentemperatur von $150\text{ }^\circ\text{C}$ abgefahren, wie es in Abb. 3.10 b) zu sehen ist. Der zuvor annealte Bereich ist hier deutlich sichtbar. In den topographischen Bildern wurden lediglich in den Feldern 3 und 4 (h-BN) Änderungen der Rauheiten nach den fünf Scans festgestellt, während die Rauheiten in den Feldern 1 und 2 (Si und SiO_2) unverändert sind. Da aber die Felder 1 und 2 auch deutlich im Nachher-Bild in Abb. 3.10 b) zu sehen sind, dürfte es sich bei diesem Artefakt um eine Mischung aus Rauheits-Änderungen in Folge des Scans und Materialumwandlungen durch Wärmeeinwirkung handeln. Anneal-Artefakte lassen sich kaum vorhersagen und hängen von der Zusammensetzung und den Materialeigenschaften des Samples ab. Eine Verringerung der Spitzentemperatur, höhere Spitzengeschwindigkeiten und eine Verringerung der Kontaktkraft der Spitze durch den Deflection Setpoint können derartige Artefakte verringern oder zur Vermeidung beitragen.

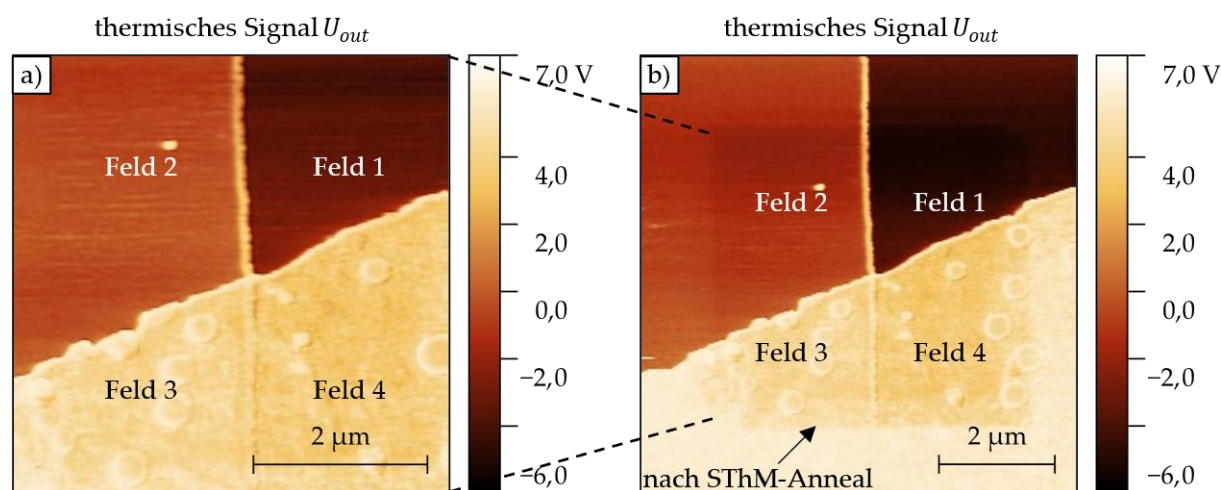


Abb. 3.10: Anneal-Artefakt: a) Thermisches Bild während SThM-Anneal b) Thermisches Bild eines größeren Bereichs nach fünfmaligem SThM-Anneal vom Bereich aus a). Der zuvor annealte Bereich aus a) ist deutlich zu sehen.

3.1.7 Zusammenfassung und Verringerungs- bzw. Vermeidungsstrategien

In Tab. 3.1 sind alle Artefakt-Typen bei dynamischem SThM mit deren Ursachen aufgelistet. Zudem wird aufgezeigt, wie Anwender derartige Artefakte eindeutig identifizieren und verringern bzw. vermeiden können.

Tab. 3.1: Artefakt-Typen bei dynamischem SThM mit deren Ursachen, Identifizierung und Verringerungs- bzw. Vermeidungsstrategien

Artefakt	Ursache	Eindeutige Identifizierung	Verringerungs- bzw. Vermeidungsstrategien
Stufen-Artefakt	Änderungen der Kontaktfläche und Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen in Stufennähe	abnormales Überschwingen des thermischen Signals in der Umgebung von vertikalen Stufen	Vermeidung großer vertikaler Stufen; Signal nahe Stufen nicht zur Auswertung heranziehen
Mess-Artefakt	Verunreinigungen auf der SThM-Spitze; instabiler Kontakt	Vergleichsscan des gleichen Bereichs (ggf. auch mit neuer SThM-Spitze oder anderer AFM-Spitze)	erneuter Scan; Reinigung der SThM-Spitze durch längeren Scan oder kurzzeitige Temperaturerhöhung; neue SThM-Spitze; Bildbearbeitung; höherer Deflection Setpoint
Drift-Artefakte	fortschreitende Erwärmung der SThM-Base	starker nichtlinearer Drift direkt nach Einschalten der Versorgungsspannung; Drift wird nach längerer Einschwingzeit geringer und näherungsweise linear	genügend lange Einschwingzeit (≥ 30 min); näherungsweise linearer Drift dann mittels Bildbearbeitung durch Ebenenkorrektur korrigierbar
	Sampleerwärmung durch die heiße SThM-Spitze	verschieden große und oft nichtlineare Drifte bei aneinandergrenzenden Materialschichten	kaum vermeidbar, falls vorhanden; Verringerung durch geringere Spitzentemperatur und geringere Scandauer (höhere Spitzengeschwindigkeit, weniger Scanlinien)
	Samplegeometrie (Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen)	Sampledrehung und Abscannen eines großen Bereichs zur Identifizierung des Einflusses des Cantilevers	bei linearem Drift mittels Bildbearbeitung durch Ebenenkorrektur korrigierbar; Vermeidung von großen Stufenhöhen
	Position des AFM-Lasers auf dem Cantilever	unbrauchbare Bilder mit abnormalen und nichtlinearen Driften beim Spizentyp NanoTA, wenn Laser zu nah am Heizerbereich; Vergleichsscans mit anderer Laserposition oder SThM-Spitze	AFM-Laser beim Spizentyp NanoTA auf einem Cantileverschenkel mittig zwischen Spitze und Base positionieren
Welligkeits-Artefakt	Schwingung bzw. Torsion des Cantilevers bei Stufensamples	v. a. bei neuen SThM-Spitzen vom Typ NanoTA; topographische Vergleichsmessungen mit anderen AFM-Spitzen, da Artefakt auch in Topographiebildern vorhanden ist	absichtlicher Verschleiß der Spitze durch lange Scans vor der eigentlichen SThM-Messung; Verwendung einer anderen SThM-Spitze; Verwendung von Samples ohne Stufen

Rauheits-Artefakt	unterschiedliche Rauheiten im nm-Bereich	bei Stufensamples durch theoretische Überlegungen; sonst eher schwer identifizierbar	Vermeidung unterschiedlicher Rauheiten durch Samplepräparation; SThM-Spitze mit höherem Verschleiß (größerem Spitzenradius) wählen
Anneal-Artefakt	Mischung aus Rauheits-Änderungen und thermischen Materialumwandlungen	Scan eines größeren Bereichs, in dem der zuvor annealte Bereich enthalten ist	geringere Spitzentemperatur; geringere Scandauer (höhere Spitzengeschwindigkeit, weniger Scanlinien); Bereich nur einmalig abscannen

3.2 Ermittlung von Standardparametern für dynamisches SThM

Im Folgenden wird der Einfluss von AFM-Parametern, der Laserposition auf dem Cantilever und einem möglichen Wassermeniskus auf die Reproduzierbarkeit von SThM-Bildern untersucht. Schlussendlich werden aus den Untersuchungen Standardparameter für dynamisches SThM an ähnlichen Samples und mit ähnlicher Messausrüstung abgeleitet.

3.2.1 AFM-Parameter

Zur Untersuchung des Einflusses diverser AFM-Parameter wurden Parameterstudien mit einer neuen und einer gebrauchten SThM-Spitze vom Typ **NanoTA** an einem SiO₂-Stufensample durchgeführt. Der Bereich des Stufensamples in Abb. 3.11 wurde dazu an derselben Position mehrmals mittels Qual- λ -SThM abgescannt, wobei die Spitzentemperaturen 75 °C (neue Spitze) und 125 °C (gebrauchte Spitze) betragen. Es wurden dann die Mittelwerte der thermischen Signale der vier Stufen ausgewertet.

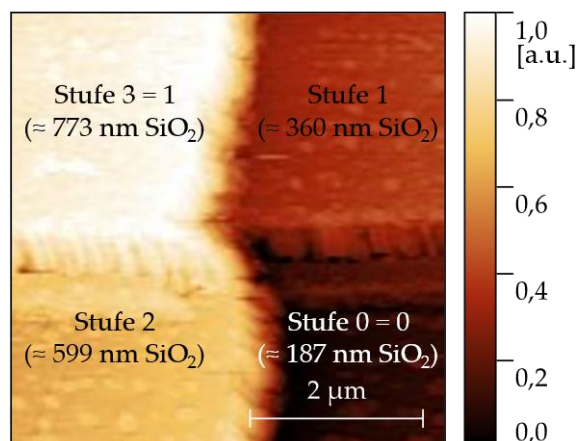


Abb. 3.11: Beispielhaftes thermisches Bild des Stufensamples (SiO₂-Stufen auf Si-Substrat) nach Normierung zwischen 0 und 1 zur Bestimmung der Standardparameter für dynamisches SThM

Die Gains der z-Regelung wurden zu Beginn der Parameterstudie nach Anleitung des Herstellers eingestellt und dann konstant gehalten. Um den Einfluss eines einzelnen Parameters zu untersuchen, wurde der jeweilige Parameter variiert und derselbe Bereich erneut gescannt, während die anderen Parameter die folgenden Standardwerte annahmen:

- Messpunkte pro Scanlinie und Scanlinien: 128 (Bei den vorliegenden Parameter-Untersuchungen gilt immer: Messpunkte pro Scanlinie = Anzahl der Scanlinien. Die Pixelanzahl in x- und y-Richtung ist somit gleich.)
- Sollwert der Cantilever-Verbiegung (Deflection Setpoint): 0,5 V
- Scanwinkel: 0°
- Scanrichtung: positive y-Richtung
- Spitzengeschwindigkeit: 10 μms^{-1}

Um alle Scans vergleichbar zu machen, wurde der Mittelwert von Stufe 0 auf den Wert 0 und der Mittelwert von Stufe 3 auf den Wert 1 normiert. Die Mittelwerte der Stufen 1 und 2 wurden entsprechend linear skaliert. Abb. 3.12 zeigt die statistische Auswertung der Parameterstudie, wobei jeweils der in der Legende angegebene Parameter variiert wurde.

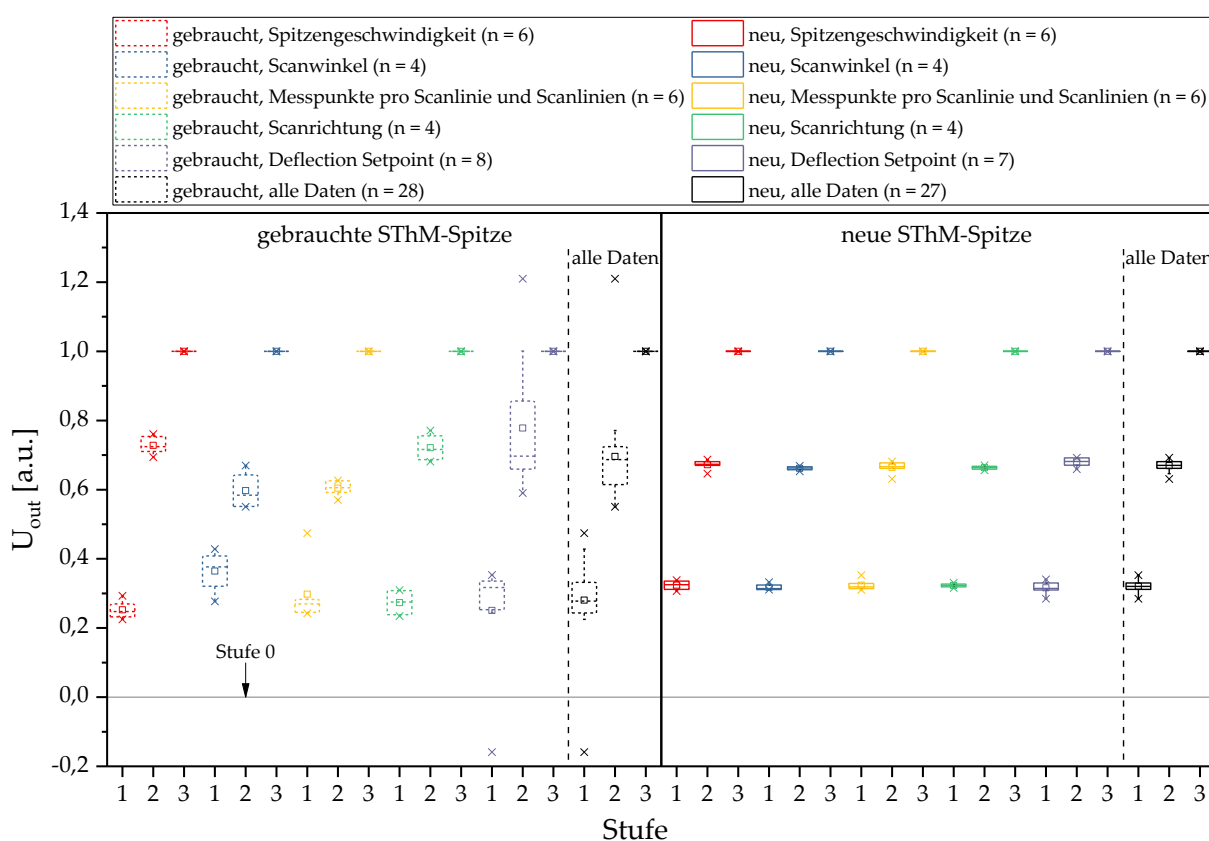


Abb. 3.12: Statistische Auswertung aller Scans des SiO_2 -Stufensamples mit einer neuen und einer gebrauchten SThM-Spitze vom Typ NanoTA nach Normierung des thermischen Signals zwischen 0 und 1

Die vorliegende Untersuchung zeigt eindrucksvoll den Einfluss des Spitzenzustands auf die Reproduzierbarkeit einer dynamischen SThM-Messung. Es ist offensichtlich, dass das thermische Signal einer stark verschlissenen SThM-Spitze weitaus stärker variiert als das einer neuen SThM-Spitze. Generell verursacht die Änderung des Sollwerts der Cantilever-Verbiegung (Deflection Setpoint) die größten Schwankungen sowohl bei einer gebrauchten als auch bei einer neuen SThM-Spitze. Eine neue SThM-Spitze ist jedoch nur gering abhängig von den AFM-Parametern und die thermischen Bilder sind gut reproduzierbar. Daher empfiehlt es sich generell, neue SThM-Spitzen zu verwenden oder sicherzustellen, dass die verwendete SThM-

Spitze in einem guten Zustand ist, also einen kleinen Spitzenradius und keine Verunreinigungen aufweist. Dies kann z. B. anhand von Testsamples mit bekannter Geometrie wie dem TGXYZ02 überprüft werden. Aus den Auswertungen der einzelnen Parameter-Variationen und der qualitativen Beurteilung der Scan-Bilder können außerdem die folgenden Schlussfolgerungen gezogen werden:

- Spitzengeschwindigkeit: Die Spitzengeschwindigkeit steuert die Dauer und Genauigkeit eines Scans. Bei Standard-AFM-Verfahren führen langsamere Spitzengeschwindigkeiten daher i. d. R. zu besseren Bildern und geringerem Spitzenverschleiß. Bei dynamischen SThM-Untersuchungen sollte die Spitzengeschwindigkeit allerdings nicht zu gering gewählt werden, da dies zu größeren Driften oder Anneal-Artefakten führen kann (siehe Abschnitte 3.1.3 und 3.1.6). Geeignete Spitzengeschwindigkeiten liegen zwischen $5 \mu\text{ms}^{-1}$ und $15 \mu\text{ms}^{-1}$. Innerhalb dieses Bereichs sollten die Bilder gut reproduzierbar sein. Zu hohe Spitzengeschwindigkeiten über $20 \mu\text{ms}^{-1}$ können eine starke Abnutzung der Spitze während eines einzelnen Scans und ein größeres Signalrauschen verursachen.
- Scanwinkel: Bei der gebrauchten SThM-Spitze konnte ein Einfluss des Scanwinkels auf das thermische Signal festgestellt werden, da dieser die Kontaktfläche in der Nähe von Stufen auf Grund von Verunreinigungen beeinflussen kann. Eine neue SThM-Spitze ohne Verunreinigungen scannt nahezu unabhängig vom Scanwinkel. Dieser Einfluss hängt von der aktuellen Spitzengeometrie und der Position möglicher Verunreinigungen auf der Spitze ab und variiert daher von SThM-Spitze zu SThM-Spitze. Als Faustregel gilt, dass zu vergleichende Bilder mit der gleichen SThM-Spitze und unter dem gleichen Scanwinkel untersucht werden sollten.
- Messpunkte pro Scanlinie und Scanlinien: Je größer diese Parameter sind, desto höher ist auch die Auflösung des thermischen Bildes. Die Anzahl der Scanlinien ist allerdings direkt proportional zur Scandauer, wobei höhere Scandauern auch zu größeren Driften oder Anneal-Artefakten führen können (siehe Abschnitte 3.1.3 und 3.1.6). Geeignete Werte sind daher 128 oder 256, abhängig von der Scangröße. Bei einem Aspektverhältnis von 1 sollte zudem gelten: Messpunkte pro Scanlinie = Anzahl der Scanlinien. Dadurch ist die Pixelanzahl in x- und y-Richtung identisch.
- Scanrichtung: Für die gebrauchte SThM-Spitze scheint die Scanrichtung (positive bzw. negative y-Richtung) einen gewissen Einfluss auf das thermische Signal zu haben. Die neue SThM-Spitze scannt relativ unabhängig von der Scanrichtung. Es wird jedoch empfohlen, zu vergleichende Bilder immer in der gleichen Scanrichtung aufzunehmen, also entweder in positiver oder negativer y-Richtung. Dadurch kann auch ein Auftreten gegensätzlicher thermischer Drifte (siehe Abschnitt 3.1.3) verhindert werden.
- Sollwert der Cantilever-Verbiegung (Deflection Setpoint): Die Änderung dieses Parameters verursacht generell die größten Schwankungen in den thermischen Signalen sowohl bei der gebrauchten als auch bei der neuen SThM-Spitze, wobei die Reproduzierbarkeit bei der neuen SThM-Spitze trotzdem sehr gut ist. Bei der vorliegenden Untersuchung wurden Samples mit einer großen Oberflächenhärte verwendet, sodass der Deflection Setpoint und damit die Kontaktkraft wenig Einfluss auf die Kontaktfläche

hat. Bei weicheren Samples wie beispielsweise Kunststoff dürfte der Effekt größer sein. Zu hohe Sollwerte führen generell zu einer starken Abnutzung bzw. Beschädigung der Spitze, während zu geringe Sollwerte zu Mess-Artefakten auf Grund eines instabilen Kontakts führen können. Die Sollwerte sind abhängig vom jeweiligen AFM-System, sodass eine allgemeine Empfehlung nicht zielführend ist. Geeignete Werte für den vorliegenden Messaufbau sind so groß wie nötig, sodass sinnvolle AFM-Bilder mit ähnlichen Vorwärts- und Rückwärts-Kurven entstehen, aber kleiner als 1 V zu wählen.

- Spitzentemperatur: Je höher die Spitzentemperatur, desto höher ist auch der thermische Kontrast, also der Signalunterschied zwischen Bereichen unterschiedlicher thermischer Eigenschaften. Zu hohe Temperaturen können einerseits zu einer Überschreitung des thermischen Messbereichs führen, andererseits zu Drift- oder Anneal-Artefakten (siehe Abschnitte 3.1.3 und 3.1.6). Bei zu niedrigen Temperaturen besteht die Gefahr, dass die thermischen Bilder durch einen Wassermeniskus verfälscht werden oder der thermische Kontrast zu gering ist und damit ein hohes Signalrauschen vorliegt. Eine geeignete Spitzentemperatur liegt oft zwischen 100 °C und 125 °C. Bei neuen SThM-Spitzen mit hoher Sensitivität muss jedoch teilweise eine geringere Spitzentemperatur gewählt werden, damit der thermische Messbereich nicht überschritten wird.

Ähnliche Untersuchungen wurden auch für eine neue SThM-Spitze des Typs GLA durchgeführt. Da die Stufenhöhe des Samples aus Abb. 3.11 zu groß ist, wurde die Parameterstudie mit dem Testsample TGXYZ02 durchgeführt. Die statistische Auswertung ist in Abb. 3.13 zu sehen, wobei jeweils der Mittelwert des thermischen Signals der linken und rechten SiO₂-Stufe herangezogen wurde. Die Mittelwerte wurden derart normiert, dass die linke SiO₂-Stufe den Wert 1 und das Bulk-Si zwischen den beiden Stufen den Wert 0 annimmt. In der Theorie sollte die rechte SiO₂-Stufe auf Grund des identischen Schichtaufbaus ebenfalls den Wert 1 annehmen.

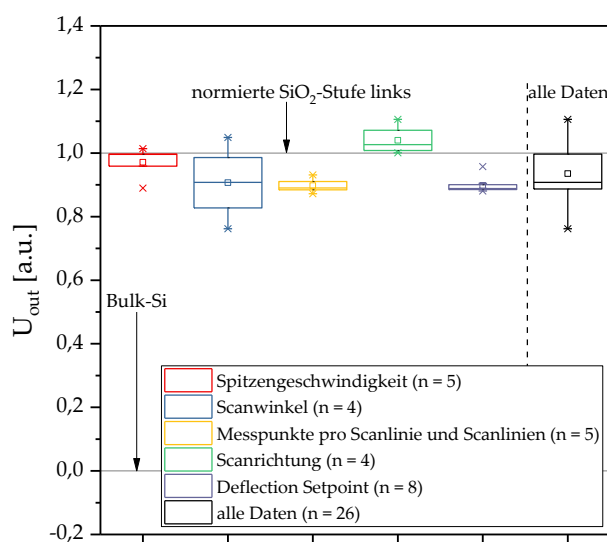


Abb. 3.13: Statistische Auswertung aller Scans des Testsamples TGXYZ02 mit einer neuen SThM-Spitze vom Typ GLA nach Normierung des thermischen Signals zwischen 0 und 1

Man kann erkennen, dass die mit dem Spitzentyp GLA gemessenen thermischen Signale wesentlich stärker von den AFM-Parametern abhängig sind als bei den Untersuchungen mit der neuen SThM-Spitzen vom Typ NanoTA. Obwohl ein qualitativ hochwertiges, kommerzielles Testsample mit einer sehr glatten Oberfläche und eine neue SThM-Spitze vom Typ GLA verwendet wurden, ist die Reproduzierbarkeit geringer als bei der neuen SThM-Spitze des Typs NanoTA gemessen auf einem nicht kommerziell hergestellten Sample mit wesentlich höheren Rauheiten. Es lässt sich generell feststellen, dass dynamische SThM-Bilder in Luftumgebung mit einer SThM-Spitze des Typs NanoTA qualitativ besser sind und weniger Artefakte enthalten als SThM-Bilder in Luftumgebung aufgenommen mit einer SThM-Spitze vom Typ GLA. Die Untersuchung in diesem Abschnitt zeigt darüber hinaus, dass auch die Reproduzierbarkeit mit dem Spitzentyp NanoTA wesentlich besser ist als mit dem Spitzentyp GLA.

3.2.2 Positionierung des AFM-Lasers auf dem Spitzentyp NanoTA

Abb. 3.14 zeigt die Abhängigkeit des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze R_{Spitze} bei verschiedenen Positionen des AFM-Lasers auf dem Cantilever im zeitlichen Verlauf unmittelbar nach Einschalten des AFM-Lasers und von $U_H = 4,936$ V (statisch ohne Scan).

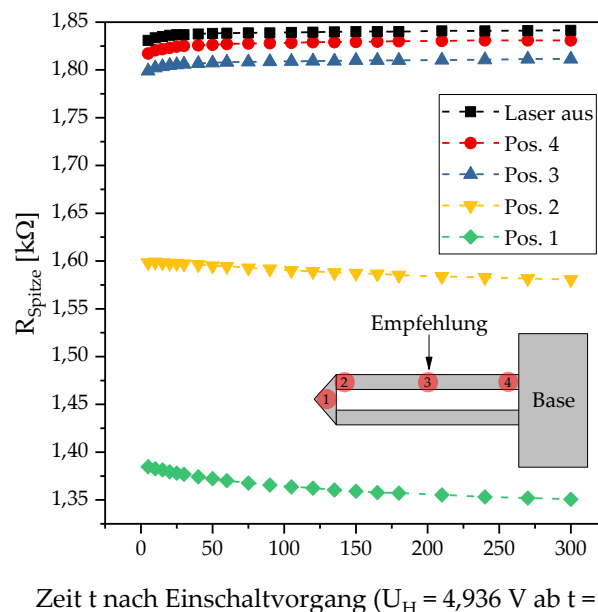


Abb. 3.14: Elektrischer Widerstand der SThM-Spitze R_{Spitze} im zeitlichen Verlauf in Abhängigkeit der Position des AFM-Lasers unmittelbar nach Einschalten des AFM-Lasers und von $U_H = 4,936$ V (statisch ohne Scan). Dies entspricht einer Spitzentemperatur von 125 °C im eingeschwungenen Zustand.

Es ist eine große Abhängigkeit des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze R_{Spitze} von der Laser-Position erkennbar. Als mögliche Ursache wäre denkbar, dass bei dem vorliegenden Typ einer dotierten Si-Spitze die Positionierung des Laserstrahls direkt auf dem niedrig dotierten Heizerbereich die Anzahl der Elektronen im Leitungsband erhöht. Dies könnte zu einer Verringerung des elektrischen Widerstands im Zeitverlauf führen. Ist der Laser hingegen auf einem Cantilever-Schenkel platziert, führt die teilweise Absorption der Laserleistung zu einer kontinuierlichen Erwärmung der SThM-Spitze und damit zu einem leichten Ansteigen des

elektrischen Widerstands im zeitlichen Verlauf. Je weiter weg der Laser vom dotierten Heizerbereich ist, desto geringer ist der Einfluss des Lasers und desto schneller befindet sich die SThM-Spitze im eingeschwungenen Zustand. Eine Positionierung unmittelbar vor der Base (Pos. 4) ist für aktive Scans jedoch nicht zielführend, da damit die z-Regelung durch den Piezo nicht mehr zufriedenstellend funktioniert. Die vorliegenden Untersuchungen stimmen überein mit Abschnitt 3.1.3, in dem Drift-Artefakte verursacht durch den AFM-Laser bei aktiven SThM-Scans festgestellt wurden. Als guter Kompromiss zwischen den gegensätzlichen Anforderungen der z-Regelung (Laser möglichst nahe am freien Ende des Cantilevers) und der Stabilität des thermischen Signals (Laser möglichst nahe an der Base) wird daher empfohlen, den Laser auf einem der Cantilever-Schenkel in der Mitte zwischen Spitze und Base zu positionieren (Pos. 3). Durch eine Vielzahl an Messungen konnte beobachtet werden, dass dadurch qualitativ hochwertigere SThM-Bilder mit weniger Artefakten entstehen im Vergleich zur Positionierung am freien Ende des Cantilevers (Heizerbereich), wie es bei den meisten AFM-Verfahren üblich ist. Der Sollwert der Cantilever-Verbiegung (Deflection Setpoint) sollte dann jedoch zunächst geringer gewählt und vorsichtig angepasst werden, um eine Spitzenbeschädigung durch zu hohe Verbiegungen zu vermeiden. Wird eine bereits temperaturkalibrierte SThM-Spitze erneut ins AFM eingebaut, sollte diese neu kalibriert werden, da der Laser nicht exakt an der gleichen Stelle positioniert werden kann. Ohne Neukalibrierung würde die Spitzentemperatur eingestellt durch U_H leicht verfälscht sein.

3.2.3 Diskussion eines möglichen Wassermeniskus

Die aktuelle Forschung zeigt, dass die Verfälschung von SThM-Messungen in Luftumgebung durch einen Wassermeniskus zwischen Spitze und Sample grundsätzlich denkbar ist. Durch neueste Erkenntnisse wird dessen Einfluss auf die Wärmeübertragung allerdings im einstelligen Prozentbereich geschätzt [65]. Ein Wassermeniskus kann außerdem vermieden werden, indem eine Spitzentemperatur von über 100 °C gewählt wird. Sofern möglich, wurde dies in den vorhandenen Untersuchungen berücksichtigt, wodurch eine Verfälschung ausgeschlossen werden kann.

3.2.4 Zusammenfassung und Empfehlung geeigneter Messparameter

Generell lässt sich sagen, dass die AFM-Parameter bei neuen SThM-Spitzen vom Typ NanoTA eine untergeordnete Rolle spielen, wenn die Topographie-Bilder qualitativ hochwertig sind. Die Erkenntnisse aus über 300 thermischen Bildern führen zu einer Empfehlung von Standardparametern für ähnliche Experimente. Diese sind in Tab. 3.2 aufgelistet. Die Untersuchungen in Kapitel 4 berücksichtigen diese Empfehlungen bestmöglich, wodurch eine hohe Aussagekraft der Ergebnisse angenommen werden kann.

Tab. 3.2: Empfehlung von Standardparametern für dynamisches SThM

Parameter	Empfehlung (+ ggf. Bemerkung)
Einschwingzeit vor Messreihe (U_H und Laser)	≥ 30 min
Messpunkte pro Scanlinie und Anzahl der Scanlinien	128 oder 256 (abhängig von der Scangröße)
Scangröße bei Stufensamples	$> 2,5 \mu\text{m} \times 2,5 \mu\text{m}$ (Kleinere Stufenbereiche können kaum sinnvoll aufgelöst werden und können von umliegenden Stufen beeinflusst werden.)
Sollwert der Cantilever-Verbiegung (Deflection Setpoint)	0,25 V bis 1 V (gilt nur für das <i>Bruker Dimension Icon</i> , da AFM-spezifisch; generell so klein wie möglich, aber so groß wie nötig)
Spitzengeschwindigkeit	$5 \mu\text{ms}^{-1}$ bis $15 \mu\text{ms}^{-1}$ (generell $< 20 \mu\text{ms}^{-1}$ zur Vermeidung einer Spitzenbeschädigung)
Spitzentemperatur	$100 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $125 \text{ }^\circ\text{C}$ (Zur Vermeidung eines Wassermeniskus wird $> 100 \text{ }^\circ\text{C}$ empfohlen. Die Spitzentemperatur muss bei neuen SThM-Spitzen aber oft niedriger sein zur Vermeidung der Überschreitung des thermischen Messbereichs. Zu hohe Temperaturen können zu Drift- und Anneal-Artefakten führen.)
Scanwinkel	kaum Einfluss bei einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA in gutem Spitzenzustand (Der Scanwinkel sollte bei zu vergleichenden Bildern identisch sein.)
Scanrichtung	kaum Einfluss bei einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA in gutem Spitzenzustand (Die Scanrichtung sollte bei zu vergleichenden Bildern identisch sein, also entweder in positive oder negative y-Richtung.)
Sampleoberfläche	so eben und glatt wie möglich (zu große Rauheiten führen zu Artefakten)
Spitzentyp	NanoTA meist besser als GLA (bei SThM an Luft)
Spitzenzustand	Verwendung von neuen SThM-Spitzen oder Ausschluss von Verunreinigungen durch Scan von Testsamples mit bekannter Geometrie (z. B. TGXYZ02)
Laserpositionierung	NanoTA: auf einem Cantilever-Schenkel mittig zwischen Spitze und Base GLA: möglichst am freien Ende des Cantilevers
Gains	sinnvolle Einstellung nach Hersteller-Angaben

Es gelten außerdem die folgenden Empfehlungen:

- Qualitative SThM-Bilder können oft nur sinnvoll verglichen werden, wenn mit der gleichen SThM-Spitze und gleichen Parametern gemessen wurde. Andernfalls muss eine sinnvolle Normierung des thermischen Signals (z. B. auf gleichen Stufen) stattfinden.
- Alle Messungen einer Messreihe sollten ohne Unterbrechung stattfinden.
- Die Auswertung bzw. ein Vergleich von thermischen Bildern ist nur sinnvoll, wenn keine Artefakte nach Abschnitt 3.1 auftreten oder diese eliminiert werden dürfen. Eine Eliminierung mittels Bildbearbeitung muss immer kritisch hinterfragt werden.
- Die Messung sollte durch eine geschlossene Schutzhaube vor akustischen Störeinflüssen geschützt werden. So wurde festgestellt, dass bei offener Schutzhaube Mess-Artefakte durch Klatschen oder laute Gespräche entstehen können.

- Zur Vermeidung von Artefakten auf Grund einer Samplebewegung sollten Samples durch eine Vorrichtung, Klebung oder mittels Vakuum-Ansaugung fixiert werden.
- Zur Qualitätssicherung sollte vor und nach einer Messreihe generell ein Testsample mit bekannter Geometrie (z. B. TGXYZ02) abgefahren werden, um den Verschleiß der SThM-Spitze oder anhaftende Verunreinigungen beurteilen zu können. Bei signifikanten Veränderungen des Spitzenzustands während einer Messreihe sollte diese verworfen werden.

3.3 Ermittlung von Standardparametern für statisches SThM

Bei statischem SThM wird die Leitfähigkeitskalibrierung durch Messung des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze im Kontakt (R_C) und mit Abstand zur Sampleoberfläche durchgeführt (R_{NC}), wie es detailliert in Abschnitt 2.2.4 beschrieben ist. Die y-Koordinaten der Kalibrierungspunkte ergeben sich aus

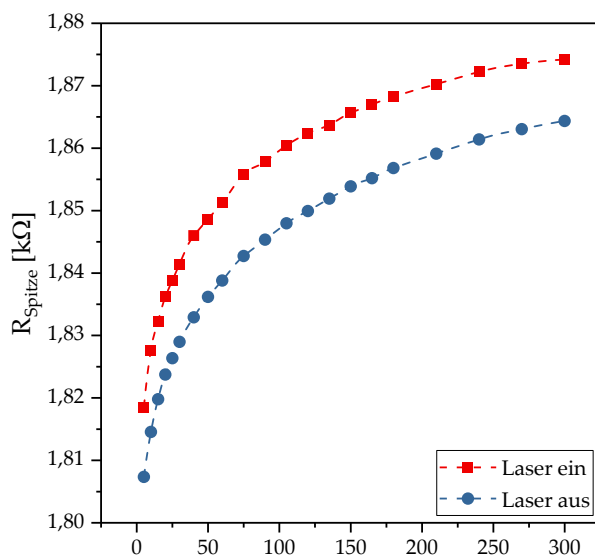
$$\frac{R_{NC}-R_C}{R_C} = \frac{\Delta R}{R_C}. \quad (3.1)$$

In den folgenden Abschnitten werden die wichtigsten Messparameter für Stat- λ -SThM und Stat- λ -SThM-DS untersucht und es werden daraus Standardparameter abgeleitet.

3.3.1 Untersuchung diverser Messparameter

Einschwingzeit und thermischer Drift:

Analog zu Drift-Artefakten bei dynamischem SThM (siehe Abschnitt 3.1.3) zeigt sich auch bei statischem SThM ein thermischer Drift, der durch eine kontinuierliche Erwärmung der Base erklärt werden kann. In den Erwärmungskurven in Abb. 3.15 ist der zeitliche Verlauf des elektrischen Widerstands einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA dargestellt, nachdem U_H zum Zeitpunkt $t = 0$ s eingeschaltet wurde (Spitzentemperatur nach Einschwingvorgang: 125 °C). Nach 300 s = 5 min lässt sich bereits ein Sättigungseffekt erahnen. Es wird zudem deutlich, dass R_{Spitze} höher ist, wenn der AFM-Laser eingeschaltet ist (Positionierung in der Mitte eines Cantilever-Schenkels), da die SThM-Spitze dadurch zusätzlich erwärmt wird. Dies stimmt mit den Feststellungen in den Abschnitten 3.1.3 und 3.2.2 überein. Um den Einfluss eines derartigen Widerstandsdrifts zu verringern, empfiehlt es sich, die SThM-Spitze vor den Messungen mindestens 1 h einschwingen zu lassen. Des Weiteren lässt sich der Drift durch eine unmittelbar aufeinanderfolgende Bestimmung der beiden Signale R_C und R_{NC} für jeden Kalibrierungspunkt und anschließender Berechnung von $\Delta R/R_C$ eliminieren, da beide Signale im zeitlichen Verlauf analog zu höheren Werten driften. Würde nur das R_C -Signal gemessen, so wären die Kalibrierungskurven durch den thermischen Drift verfälscht.



Zeit t nach Einschaltvorgang ($U_H = 4,936$ V ab $t = 0$ s) [s]

Abb. 3.15: Thermischer Drift bei einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA bei statischem SThM (Spitzentemperatur nach Einschwingvorgang: 125 °C)

NC-Abstand:

Abb. 3.16 zeigt den Verlauf von R_{NC} bei einer Spitzentemperatur von 125 °C bzw. 300 °C in Abhängigkeit des NC-Abstands d_{NC} für verschiedene Samples und mit einer eingeschwungenen SThM-Spitze vom Typ NanoTA.

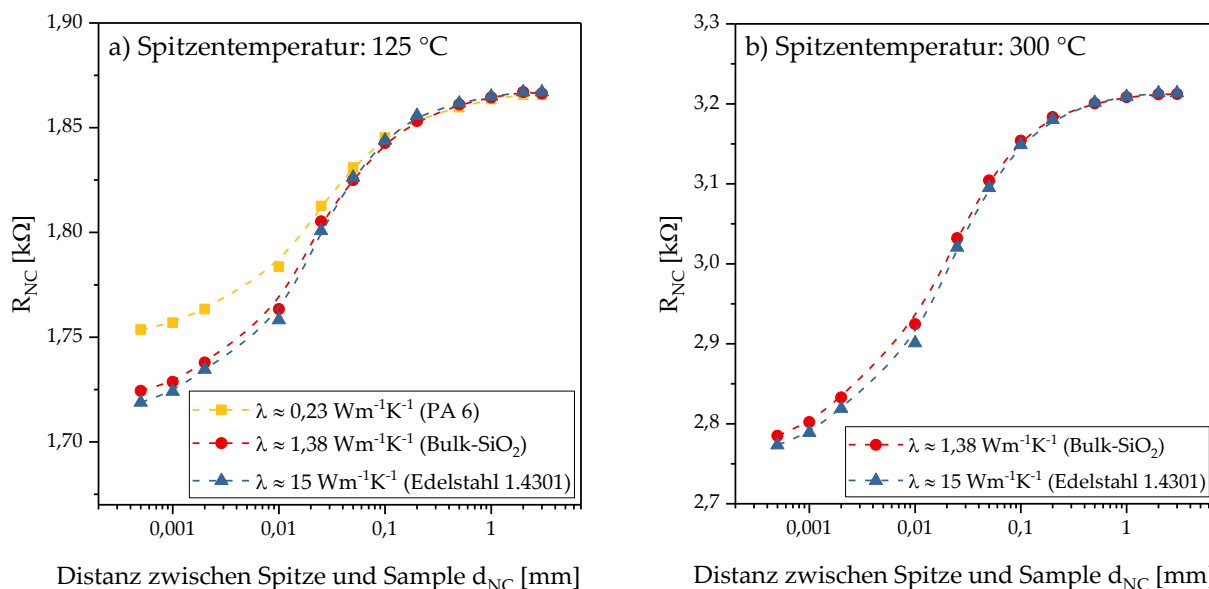


Abb. 3.16: $R_{NC}(d_{NC})$ -Kurven für Samples mit verschiedenen Wärmeleitfähigkeiten (SThM-Spitze im eingeschwungenen Zustand): a) Spitzentemperatur: 125 °C b) Spitzentemperatur: 300 °C

Es lässt sich feststellen, dass sich R_{NC} ab einem Abstand von ca. 1 mm zur Sampleoberfläche unabhängig von der Wärmeleitfähigkeit des Samples nicht mehr signifikant ändert. Die Graphen verlaufen bei höheren Spitzentemperaturen ähnlich und unterscheiden sich durch einen

positiven Widerstandsoffset, wie es in Abb. 3.16 b) zu sehen ist. Vergleicht man die gemessenen Kurven mit den simulierten Kurven aus Abschnitt 5.4, lässt sich eine sehr gute Übereinstimmung feststellen. Es wird daher ein NC-Abstand von > 1 mm empfohlen.

Deflection Setpoint und Materialhärte:

Die roten Kurven in Abb. 3.17 repräsentieren sog. „Force-Distance-Kurven“, wie sie bei AFM-Messungen üblich sind. Hierbei wird eine eingeschwungene SThM-Spitze vom Typ NanoTA zunächst in Kontakt zum Sample gebracht, sodass die AFM-Software die z-Position der Sampleoberfläche erfassen kann. Die SThM-Spitze wird dann in Schritten weniger Nanometer durch den z-Piezo vom Sample abgehoben, repräsentiert durch die zunächst fiktive Distanz d_{piezo} . Auf Grund von anziehenden Kräften zwischen Spitze und Sample befindet sich die Spitze zunächst weiterhin im Kontakt zum Sample, wodurch sich der Cantilever verbiegt. Diese Verbiegung, repräsentiert durch das Deflection-Signal D , steigt betragsmäßig progressiv an und die Kontaktkräfte zwischen Spitze und Sample werden immer kleiner. Sobald die anziehenden Kräfte überwunden sind, hebt die Spitze vom Sample ab. Dies macht sich durch einen Sprung im Deflection-Signal bemerkbar. Ab dann befindet sich die Spitze nicht mehr im Kontakt zum Sample. Das Deflection-Signal D ist daher bis zum Abhebezeitpunkt ein Maß für die Kontaktkraft zwischen Spitze und Sample. Je negativer D , desto kleiner sind auch die Kontaktkräfte. Aus Abb. 3.17 kann daher geschlossen werden, dass der elektrische Widerstand der SThM-Spitze $R_{Spitze} = R_C$ im Kontakt relativ unabhängig von den Kontaktkräften ist, da sich R_{Spitze} bis zum Abheben im markierten Bereich kaum ändert. Dies gilt sowohl für geringe Materialhärten (PA 6) als auch für große (Bulk-Si). Erst nach dem sprunghaften Abheben zeigt sich ein deutlich steigender Trend von R_{Spitze} , da durch die zunehmende Distanz zur Sampleoberfläche weniger Wärme durch die Luft übertragen wird und damit die Spitzentemperatur und R_{Spitze} ansteigen. Das Abheben von der Sampleoberfläche findet etwa bei $d_{piezo} = 100$ nm statt.

Aus dieser Beobachtung kann geschlossen werden, dass Kalibrierungskurven bei statischem SThM nur unwesentlich vom Deflection Setpoint und der Materialhärte abhängig sind. Zur Bestätigung wurden einige Kalibrierungspunkte in Abb. 3.18 zusätzlich mit verschiedenen Deflection Setpoints gemessen. Es zeigte sich kein signifikanter Unterschied zwischen dem Standardwert 0,5 V und einem außerordentlich hohen Wert von 2 V. So schwankten die R_C -Werte bei einer Spitzentemperatur von 125 °C um weniger als 1 Ω bzw. 0,05 %, wodurch sich der Wert eines Kalibrierungspunktes $\Delta R/R_C$ maximal um etwa 0,75 % änderte. Bei einigen Kalibrierungspunkten konnte auf Grund gleichbleibender R_C -Signale gar keine Abweichung detektiert werden. Diese Beobachtung stimmt auch mit den Simulationen in Abschnitt 5.3.1 überein, nach denen der Großteil der Wärmeübertragung durch die Luft stattfindet (> 87 %) und daher die Kontaktkraft bzw. die Kontaktfläche kaum Einfluss auf die Wärmeübertragung haben. Zur Vermeidung von Beschädigungen der SThM-Spitze wurde in den praktischen Messungen mittels Stat- λ -SThM und Stat- λ -SThM-DS generell ein geringer Deflection Setpoint von 0,5 V gewählt.

Bei schlecht polierten, rauen Oberflächen lässt sich eine gewisse Abhängigkeit feststellen. Mit höherem Deflection Setpoint (2 V statt 0,5 V) verringerte sich R_C um bis zu 4 Ω bzw. 0,2 %,

wodurch sich $\Delta R/R_C$ maximal um etwa 3 % änderte. Raue Oberflächen eignen sich aber ohnehin nicht für SThM und wurden in dieser Arbeit auch nicht weiter charakterisiert.

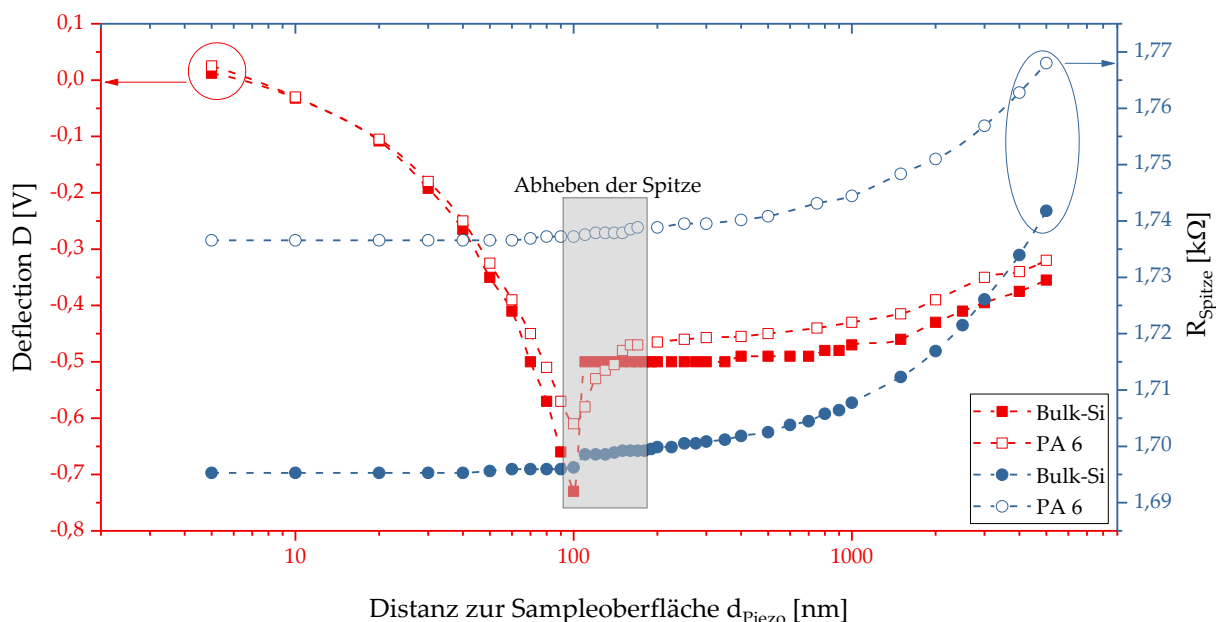


Abb. 3.17: $D(d_{piezo})$ - und $R_{Spitze}(d_{piezo})$ -Kurven für Bulk-Si und PA 6 bei einer Spitzentemperatur von 125 °C (Spitze im eingeschwungenen Zustand). Vergleiche hierzu auch sog. Force-Distance-Kurven.

Spitzentyp:

Sinnvolle Kalibrierungskurven können sowohl mit dem Spitzentyp NanoTA als auch mit dem Spitzentyp GLA aufgenommen werden (siehe Abb. 3.18 a)). Es zeigt sich allerdings, dass die maximale Sensitivität (maximale Steigung von $\Delta R/R_C$) beim Spitzentyp NanoTA um den Faktor 5 bis 10 größer ist. Dies macht die Messungen durch ein geringeres Signalrauschen wesentlich genauer. Die maximale Sensitivität bei beiden Spitzentypen liegt im Bereich unter $1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Außerdem kann die Spitzentemperatur einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA durch eine Kalibrierung mit dem *VITA module* genau eingestellt werden. Dies ist für den Spitzentyp GLA mit dem *VITA module* nicht ohne Weiteres möglich. Weitere Nachteile einer SThM-Spitze vom Typ GLA sind in Abschnitt 3.4 aufgeführt. Schlussendlich lässt sich festhalten, dass sich der Spitzentyp NanoTA wesentlich besser für Stat- λ -SThM an Luft eignet.

SThM-Spitze und Spitzenzustand:

Abb. 3.18 a) zeigt Kalibrierungskurven verschiedener Spitzen(typen), -zustände und -temperaturen. Es ergeben sich verschiedene Verläufe der Kalibrierungskurven, die aber alle auf Grund der hohen Werte der Bestimmtheitsmaße R^2 gut mit der Sigmoidfunktion nach Gleichung (2.30) gefittet werden können. Sinnvolle Charakterisierungen sind daher auch mit einer gebrauchten SThM-Spitze möglich, da ein Großteil der Wärmeübertragung ohnehin durch die Luft stattfindet und daher die Größe und Beschaffenheit der Kontaktfläche und damit der Spitzenverschleiß von untergeordneter Bedeutung für die Fitgüte der Kalibrierungskurven sind. Bei einer erneuten Verwendung einer bereits früher kalibrierten SThM-Spitze oder nach

Neu-Positionierung des AFM-Lasers ergibt sich dennoch eine leicht andere Kalibrierungskurve. Es ist daher essentiell, vor jeder Messreihe eine Kalibrierungskurve mit geeigneten Kalibrierungssamples aufzunehmen und nicht auf bereits vorhandene Kalibrierungskurven zurückzugreifen.

Spitztemperatur:

Die Kalibrierungskurven zeigen mit steigender Spitztemperatur eine Streckung auf der $\Delta R/R_C$ -Achse. Die Fitgüte ändert sich allerdings nicht signifikant, wie es in Abb. 3.18 b) dargestellt ist. Unabhängig von der Spitztemperatur können Samples also durch die jeweilige Kalibrierungskurve korrekt vermessen werden. Einzelne ungeeignete Messwerte von Materialien mit stark temperaturabhängiger Wärmeleitfähigkeit sind jedoch bei höheren Temperaturen nicht auszuschließen. Bei Materialien mit Übergangstemperaturen im Bereich der Spitztemperatur (z. B. Kunststoffe) muss außerdem bedacht werden, dass die Spitztemperatur kleiner als die Übergangstemperatur des Materials sein muss. In den vorliegenden Messungen wurde daher als Standardwert eine Spitztemperatur von 125 °C gewählt, bei einzelnen Messungen an Kunststoffen aber auch ≤ 100 °C. Durch eine Spitztemperatur von über 100 °C wird zudem der Einfluss eines möglichen Wassermeniskus eliminiert.

Lift-Modus:

Beim Lift-Modus wird das R_C -Signal in einer einstellbaren Distanz nahe der Sampleoberfläche, aber ohne direkten Kontakt aufgenommen. Dadurch könnten in der Theorie die Einflüsse von Änderungen des thermischen Kontakts oder die Einflüsse eines möglichen Wassermeniskus eliminiert werden. Hierzu wurde eine Kalibrierungskurve im Lift-Modus aufgenommen, wobei die R_C -Werte mit einem Abstand von 1 μm zur Sampleoberfläche bestimmt wurden, während die R_{NC} -Werte weiterhin mit einem NC-Abstand von 2 mm gemessen wurden. Die Kalibrierungskurve mittels Lift-Modus und eine Referenzkurve (R_C -Werte im Kontakt zum Sample) sind in Abb. 3.18 c) zu sehen. Die Lift-Modus-Kurve (blau) ist im Vergleich zur Referenzkurve (rot) auf der $\Delta R/R_C$ -Achse leicht gestaucht, hat aber ebenfalls eine hohe Fitgüte. Samples können also sowohl im Lift-Modus als auch im Standardmodus Cont-SThM durch die jeweilige Kalibrierungskurve charakterisiert werden. Messungen im Lift-Modus stellen aber für diese Arbeit keinen Mehrwert dar und wurden daher auch nicht weiterverfolgt. Es kann jedoch erneut bestätigt werden, dass die Beschaffenheit des thermischen Kontakts (Kontaktkräfte, Materialhärte, Wassermeniskus) bei Spitztemperaturen im Bereich um 100 °C einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Fitgüte der Kalibrierungskurven hat.

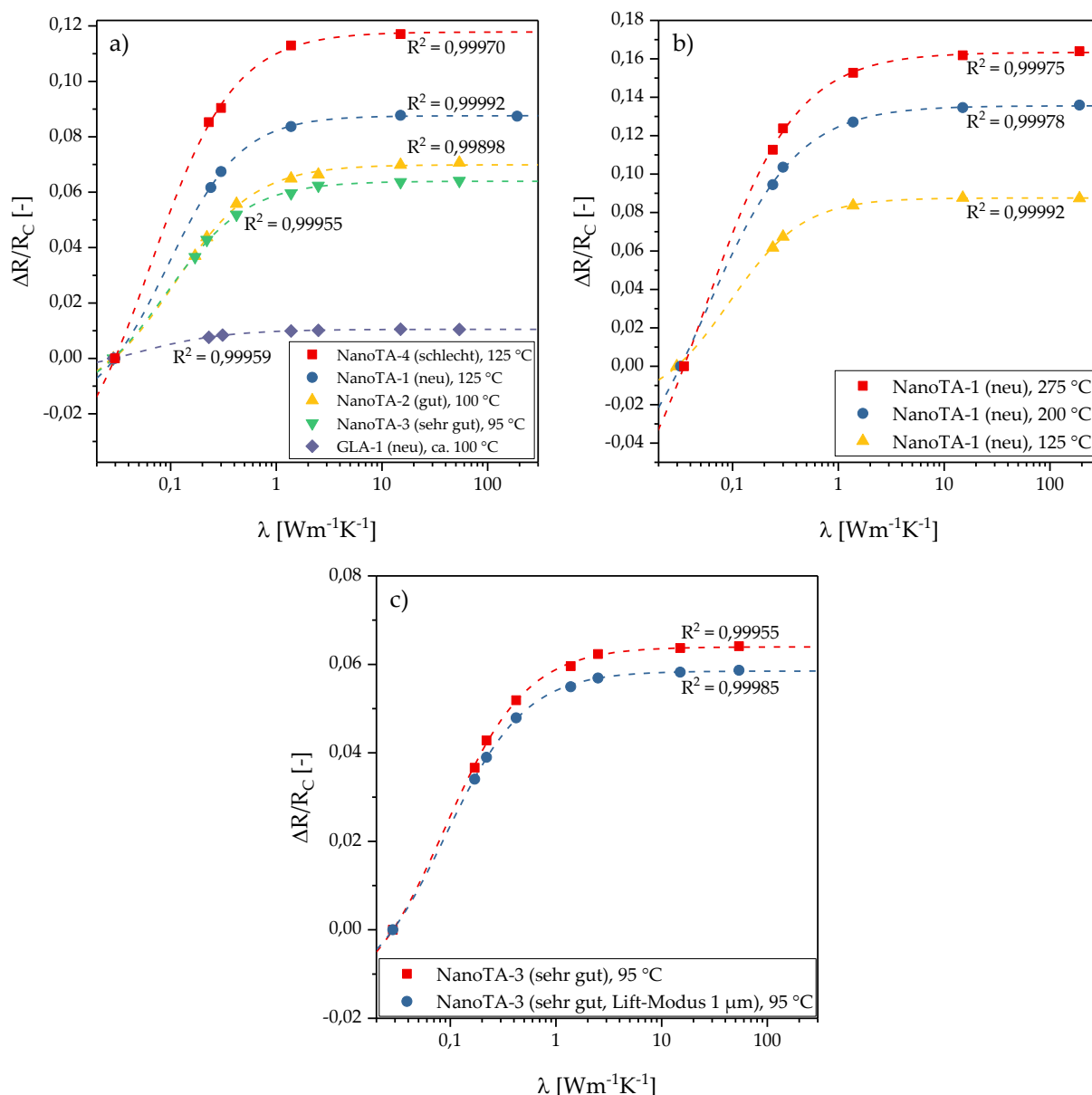


Abb. 3.18: Diverse Kalibrierungskurven unter verschiedenen Bedingungen (alle SThM-Spitzen im eingeschwungenen Zustand, Deflection Setpoint: 0,5 V): a) Verschiedene Spitzen(typen), -zustände und -temperaturen b) Verschiedene Spitzentemperaturen c) Vergleich zwischen Standardmodus (Cont-SThM) und Lift-Modus

Rauheit der Sampleoberfläche:

Zur Untersuchung von Rauheits-Einflüssen wurden diverse Samples unterschiedlicher Rauheiten mit drei verschieden stark verschlissenen SThM-Spitzen des Typs NanoTA untersucht, wobei die Rauheiten absichtlich durch unterschiedliche Poliervorgänge hervorgerufen wurden. Jedes Sample wurde mit allen drei SThM-Spitzen je zehnmals vermessen und jeweils $\Delta R/R_C$ berechnet. Die Standardabweichungen σ von $\Delta R/R_C$ ($n = 10$) sind graphisch in Abb. 3.19 dargestellt. Es zeigt sich, dass σ ab einer Rauheit R_a von > 100 nm deutlich ansteigt. Bei Rauheiten unter 100 nm ist σ vergleichsweise gering, was für eine gute Reproduzierbarkeit der $\Delta R/R_C$ -Werte spricht. Eine klare Tendenz hinsichtlich des Spitzenzustands lässt sich im Allgemeinen nicht feststellen.

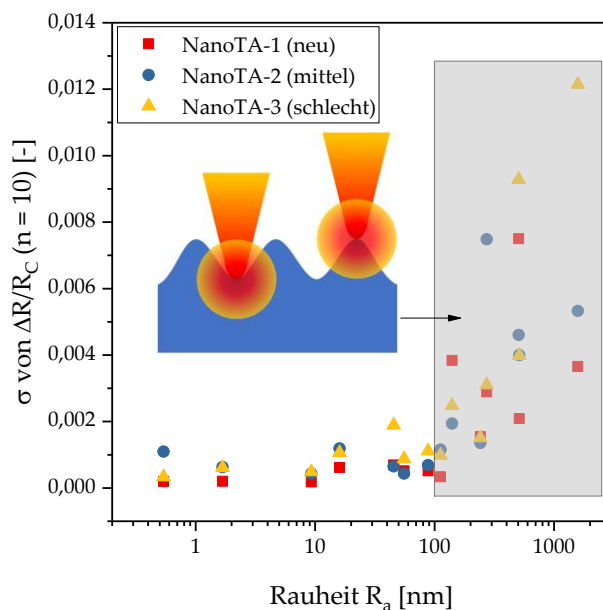


Abb. 3.19: Standardabweichung σ von $\Delta R/R_C$ ($n = 10$) in Abhängigkeit der Rauheit der Sampleoberfläche R_a für verschiedene Samples und drei verschiedene SThM-Spitzen (alle SThM-Spitzen im eingeschwungenen Zustand, Spitzentemperatur 125 °C, Deflection Setpoint: 0,5 V)

Dieser Effekt lässt sich analog zu Stufen- und Drift-Artefakten in Abschnitt 3.1 dadurch erklären, dass der sich im Wärmeübertragungsvolumen befindliche Teil des Samples bei hohen Rauheiten je nach Berührstelle variiert. Ist die Berührstelle beispielsweise auf einer Erhebung, so kann weniger Wärme in Folge von Wärmeleitung, Konvektion und Wärmestrahlung durch das Luftvolumen übertragen werden als in einer Vertiefung. Die Skizze in Abb. 3.19 stellt diese beiden Fälle anschaulich dar. Dies führt zu einer höheren Spitzentemperatur und damit zu einem höheren elektrischen Widerstand R_C auf einer Erhebung. Bei einer Vielzahl von Messungen mit zufälligen Aufsetzpunkten an einem Sample mit hoher Rauheit kommt es daher zu höheren Schwankungen der $\Delta R/R_C$ -Werte. Aus Abb. 3.19 wird deutlich, dass dieser Effekt ab Rauheiten von $R_a > 100$ nm verstärkt auftritt. Rauheiten unter 100 nm haben offensichtlich einen vernachlässigbaren Einfluss.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Rauheit der Sampleoberflächen bei statischem SThM ein sehr wichtiger Faktor ist. Eine gute Reproduzierbarkeit der $\Delta R/R_C$ -Messungen kann durch möglichst glatte und ebene Sampleoberflächen mit geringer Rauheit sichergestellt werden, wobei die Rauheit R_a unter 100 nm liegen sollte. In den statischen SThM-Messungen in Kapitel 4 wurde diesem Aspekt besondere Bedeutung zugewiesen. Alle Samples weisen hier entweder auf Grund der Herstellung oder durch einen nachträglichen Poliervorgang R_a -Werte von weit unter 100 nm auf.

3.3.2 Zusammenfassung und Empfehlung geeigneter Messparameter

Aus den vorangegangenen Untersuchungen ergeben sich Empfehlungen von Standardparametern für ähnliche Experimente. Diese sind in Tab. 3.3 aufgelistet. Die Untersuchungen in Kapitel 4 berücksichtigen diese Empfehlungen bestmöglich, wodurch eine hohe Aussagekraft der Ergebnisse angenommen werden kann.

Tab. 3.3: Empfehlung von Standardparametern für statisches SThM

Parameter	Empfehlung (+ ggf. Bemerkung)
Einschwingzeit vor Messreihe (U_H und Laser)	≥ 1 h
Einschwingzeit bei jeweiligem R_C - und R_{NC} -Signal	≥ 30 s (sollte bei allen Messwerten einer Messreihe identisch sein)
Sollwert der Cantilever-Verbiegung (Deflection Setpoint)	0,5 V (kaum Einfluss, sollte aber zur Vermeidung einer Spitzenbeschädigung < 1 V sein; Wert gilt nur für das <i>Bruker Dimension Icon</i> , da AFM-spezifisch)
NC-Abstand d_{NC}	> 1 mm
Spitzentemperatur	100 °C bis 125 °C (Zur Vermeidung eines Wassermeniskus wird > 100 °C empfohlen. Zu hohe Temperaturen sind zu vermeiden, um eine starke Spitzendegradation und Temperaturabhängigkeiten der Wärmeleitfähigkeiten auszuschließen.)
Sampleoberfläche	Rauheit $R_a < 100$ nm und möglichst eben (Parallelität zur AFM-Chuck)
Sampleaufbau	homogen (bzgl. Korngrenzen, Fasern, Phasen, Verbundmaterial etc.)
Wärmeleitfähigkeit der zu charakterisierenden Samples	< 5 Wm ⁻¹ K ⁻¹ (z. B. Kunststoffe, Steine, Oxide, Hölzer)
Anzahl der $\Delta R/R_C$ -Messungen pro Sample	≥ 5
Messposition	zentral auf Sample (nicht am Rand oder in der Nähe von Stufen)
Kalibrierungsvorgang	für jede SThM-Spitze und vor jeder Messreihe erneut durchzuführen (auch bei Neu-Einbau einer bereits kalibrierten SThM-Spitze oder bei Neu-Positionierung des AFM-Lasers)
Anzahl der Kalibrierungssamples	≥ 5 (inkl. fiktives Sample Luft mit $\Delta R/R_C = 0$)
Geeignete Kalibrierungssamples	generell Bulk-Samples mit bekanntem λ aus einem großen λ -Bereich: z. B. Kunststoffe (Vorsicht: Übergangstemperaturen), Keramiken, Oxide, Metalle
Spitzentyp	NanoTA meist besser als GLA (bei SThM an Luft)
Spitzenzustand	kaum Einfluss (Die Fitgüte der Kalibrierungskurven ist relativ unabhängig vom Spitzenverschleiß. Ein gewisser Verschleiß kann sogar sinnvoll sein, da neue SThM-Spitzen während einer Messreihe stärker degradieren. Generell kann auch mit gebrauchten SThM-Spitzen sinnvoll charakterisiert werden.)
Laserpositionierung	NanoTA: auf einem Cantilever-Schenkel mittig zwischen Spitze und Base GLA: möglichst am freien Ende des Cantilevers
AFM-Modus	Cont-SThM (kein Mehrwert durch Lift-Modus)

Es gelten außerdem die folgenden Empfehlungen:

- Alle Messungen einer Messreihe sollten ohne Unterbrechung stattfinden.
- Die Messung sollte durch eine geschlossene Schutzhaube vor akustischen Störeinflüssen geschützt werden. So wurde festgestellt, dass das R_C -Signal bei offener Schutzhaube durch Klatschen oder laute Gespräche beeinflusst werden kann.
- Zur Qualitätssicherung sollte vor und nach einer Messreihe generell ein Testsample mit bekannter Geometrie (z. B. TGXYZ02) abgefahren werden, um den Verschleiß der SThM-Spitze oder anhaftende Verunreinigungen beurteilen zu können. Bei signifikanten Veränderungen des Spitzenzustands während einer Messreihe sollte diese verworfen werden.

3.4 Auswahl einer geeigneten SThM-Spitze

In der vorliegenden Arbeit fiel die Wahl hauptsächlich auf den Spitzentyp NanoTA. Im Vergleich dazu weist der Spitzentyp GLA zusammenfassend sowohl bei statischen als auch dynamischen SThM-Messungen einige Nachteile auf:

- Eine Temperaturkalibrierung nach Abschnitt 2.2.4 ist nicht durchführbar, da sich der Cantilever bei Erwärmung stark verbiegt. Eine Angabe von Spitzentemperaturen ist bei den meisten Messreihen sinnvoll, aber mit dem Spitzentyp GLA nicht möglich.
- Eine SThM-Spitze vom Typ GLA kann nur bis ca. 160 °C aufgeheizt werden [158].
- Die Spitze ist mechanisch instabiler und während des Scanprozesses leichter zu beschädigen.
- Stufen können nur bis zu einer Höhe von etwa 150 nm aus einer beliebigen Scanrichtung ohne Spitzenbeschädigung abgescannt werden, da sich eine SThM-Spitze vom Typ GLA an einer Stufe leicht verfängt und dadurch Teile der Spitze abbrechen können. Dieser Effekt kann teilweise durch eine geschickte Wahl der Sampleorientierung bzw. des Scanwinkels vermieden werden (z. B. durch Scannen einer Stufe von der gegenüberliegenden Seite her). Bei einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA tritt dieser Effekt wegen der Pyramidenform der Spitze nicht auf.
- Die maximale Sensitivität im Bezug auf die thermische Leitfähigkeit (maximale Steigung der Kalibrierungskurven) beträgt nur etwa 10 % bis 20 % der maximalen Sensitivität einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA (siehe Abb. 3.18). Dies gilt für SThM-Messungen an Luft und macht sowohl statische als auch dynamische SThM-Messungen mit dem Spitzentyp GLA schwieriger.
- Die Abhängigkeit des thermischen Signals von den AFM-Parametern bei dynamischem SThM ist wesentlich größer als beim Spitzentyp NanoTA (siehe Abschnitt 3.2.1). Dies führt zu einer schlechteren Reproduzierbarkeit und mehreren Artefakten.
- Bei dynamischen SThM-Messungen an Samples mit Stufenhöhen im nm-Bereich oder an ultraflachen Samples ohne vertikale Stufen zeigt der Spitzentyp GLA durchaus brauchbare Ergebnisse. Bilder, die mit einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA aufgenommen wurden, sind allerdings meist qualitativ hochwertiger im Bezug auf Mess-Artefakte.

4 Ergebnisse und Diskussion: SThM-Messungen

In diesem Kapitel finden sich die Ergebnisse aller SThM-Messungen der verschiedenen Submodi. Diese basieren auf den Ergebnissen der Voruntersuchungen in Kapitel 3. Zudem werden die eigenen, bereits publizierten Ergebnisse aus [31] mit neuen Erkenntnissen ergänzt.

4.1 Bestimmung der Übergangstemperaturen von Kunststoffen mittels TT-SThM

Mittels TT-SThM können Übergangstemperaturen von Materialien durch die Detektion der Eindringtemperatur der SThM-Spitze in ein Sample ermittelt werden. Der Messvorgang wird in den Abschnitten 2.2.3 und 2.2.4 beschrieben. Da der Spitzentyp GLA nicht sinnvoll temperaturkalibriert werden kann, wurde der Spitzentyp NanoTA gewählt, mit dem Eindringtemperaturen im Bereich von etwa 50 °C bis 300 °C ermittelt werden können. Die Messung wurde mit zwei verschiedenen SThM-Spitzen jeweils dreimal durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tab. 4.1 dargestellt.

Tab. 4.1: Ergebnisse von TT-SThM mit Vergleichswerten aus der Literatur

Material	Gemessene Eindringtemperatur der SThM-Spitze [°C]	Standardabweichung σ ($n = 6$) [°C]	Vergleichswert nach ISO 306 (Vicat-Erweichungstemperatur) [°C]	Vergleichswert nach ISO 11357 (Schmelz- bzw. Glasübergangstemperatur) [°C]
PVC	67,8	1,96	64 (VST/B/50) [263]	80 [264]
PS	101,7	2,80	101 (VST/B/50) [265]	100 [265]
PMMA	100,0	3,34	103 (VST/B/50) [266]	110 [266]
PA 6	204,1	1,38	204 (VST/B/50) [253]	220 [253]
PE-LD	86,7	2,41	93 (VST/A/50) [267]	110 [267]
POM	154,4	2,69	150 (VST/B/50) [268]	167 [268]
PP	105,8	5,06	90 (VST/B/50) [269]	163 [269]

Zur Deutung der Ergebnisse muss beachtet werden, dass thermoplastische Kunststoffe ein komplexes Temperaturverhalten aufweisen und keinen definierten Schmelzpunkt haben. Dennoch gibt es verschiedene Norm-Testverfahren zur Ermittlung des Temperaturverhaltens wie beispielsweise die beiden folgenden:

- Ermittlung der Vicat-Erweichungstemperatur nach ISO 306 durch Eindringen einer Nadel
- Ermittlung der Schmelz- bzw. Glasübergangstemperatur nach ISO 11357

Ein Vergleich zwischen den Eindringtemperaturen der SThM-Spitze und Ergebnissen von Normprüfungen ist daher auf Grund der unterschiedlichen Testverfahren nur bedingt möglich. Die teilweise sehr gute Übereinstimmung zeigt jedoch die Sinnhaftigkeit der SThM-Messungen. Die geringen Standardabweichungen zeigen darüber hinaus eine gute Reproduzierbarkeit. Der praktische Nutzen der vorliegenden Messungen wird auch bei Stat- λ -SThM in Abschnitt 4.3.1 deutlich. Durch eine vorherige Bestimmung der Eindringtemperaturen von

Kunststoffen kann vermieden werden, dass die teuren SThM-Spitzen beschädigt werden. Dies geschieht schnell, wenn die Spitzentemperatur über der Eindringtemperatur eines kontaktierten Kunststoffs liegt und dadurch geschmolzene Kunststoffpartikel an der Spitze haften bleiben. Bei Verbundwerkstoffen aus verschiedenen Materialien ist es außerdem möglich, die lokalen Eindringtemperaturen zu bestimmen. Dies ist mit den makroskopischen Normprüfungen nicht möglich.

Die Eindringtemperaturen des Kalibrierungssamples VITA-CS-NanoTA [150] wurden zudem nach den Messungen aus Tab. 4.1 bestimmt. Dies dient der Kontrolle der Stabilität der Temperaturkalibrierung, da die SThM-Spitze vor den TT-SThM-Messungen durch selbiges Kalibrierungssample temperaturkalibriert wurde. Tab. 4.2 zeigt die Ergebnisse. Die ermittelten Eindringtemperaturen weichen kaum von den Herstellerangaben ab, welche zur initialen Temperaturkalibrierung herangezogen wurden. Dies spricht für eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse und für die Stabilität des Kalibrierungsvorgangs. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass die Ergebnisse in Tab. 4.1 aussagekräftig sind.

Tab. 4.2: Kontrollmessungen am Kalibrierungssample VITA-CS-NanoTA nach den Messungen aus Tab. 4.1

Material	Gemessene Eindringtemperatur der SThM-Spitze [°C]	Standardabweichung ($n = 4$) [°C]	Herstellerangabe des Kalibrierungssamples VITA-CS-NanoTA [150] [°C]
PCL	54,6	0,32	55
PE-HD	117,2	0,65	116
PET	235,7	1,04	235

4.2 Untersuchungen an Stufensamples mittels Qual- λ -SThM

4.2.1 SiO₂-Stufensample

Durch Qual- λ -SThM wurden drei Stufensamples nach Abb. 2.16 d) (einmal dünn und zweimal dick) mit jeweils neun Feldern unterschiedlicher SiO₂-Schichtdicken auf Bulk-Si in Anlehnung an [23] vermessen. Deren Herstellung wird in Abschnitt 2.7.1 beschrieben. Abb. 4.1 zeigt die topographischen und thermischen Ergebnisbilder. Der Ätzvorgang bei der Sampleherstellung verlief nicht optimal, sodass die Felder 2 und 3 (dünnere Sample) sowie die Felder 7 und 8 (zwei dicke Samples) nicht zur Auswertung herangezogen werden konnten. In Feld 9 wurde SiO₂ jeweils komplett weggeätzt, sodass hier nur Bulk-Si + ca. 1 nm natives SiO₂ vorhanden ist. Die Auswertung des thermischen Signals erfolgte in der Software *Gwyddion 2.58*. Thermische Drifte wurden zunächst durch eine Ebenenkorrektur eliminiert und das thermische Signal U_{out} dann als Mittelwert des jeweiligen Feldes bestimmt. U_{out} wurde anschließend zur besseren Vergleichbarkeit mit den Kalibrierungskurven in Abb. 3.18, Abb. 4.6 und Abb. 4.8 mit -1 multipliziert und durch einen Offset derartig korrigiert, dass der Wert in Feld 9 (Bulk-Si) jeweils 0 V beträgt. Dadurch lassen sich alle Kurven sinnvoll vergleichen. Der Wert in Feld 9 eignet sich allerdings nur zur Offset-Korrektur und sollte nicht zur weiteren Auswertung her-

angezogen werden, da hier auf Grund der kompletten Entfernung von SiO₂ durch den Ätzvorgang mit anderen thermischen Kontaktwiderständen zwischen Spitze und Sample zu rechnen ist.

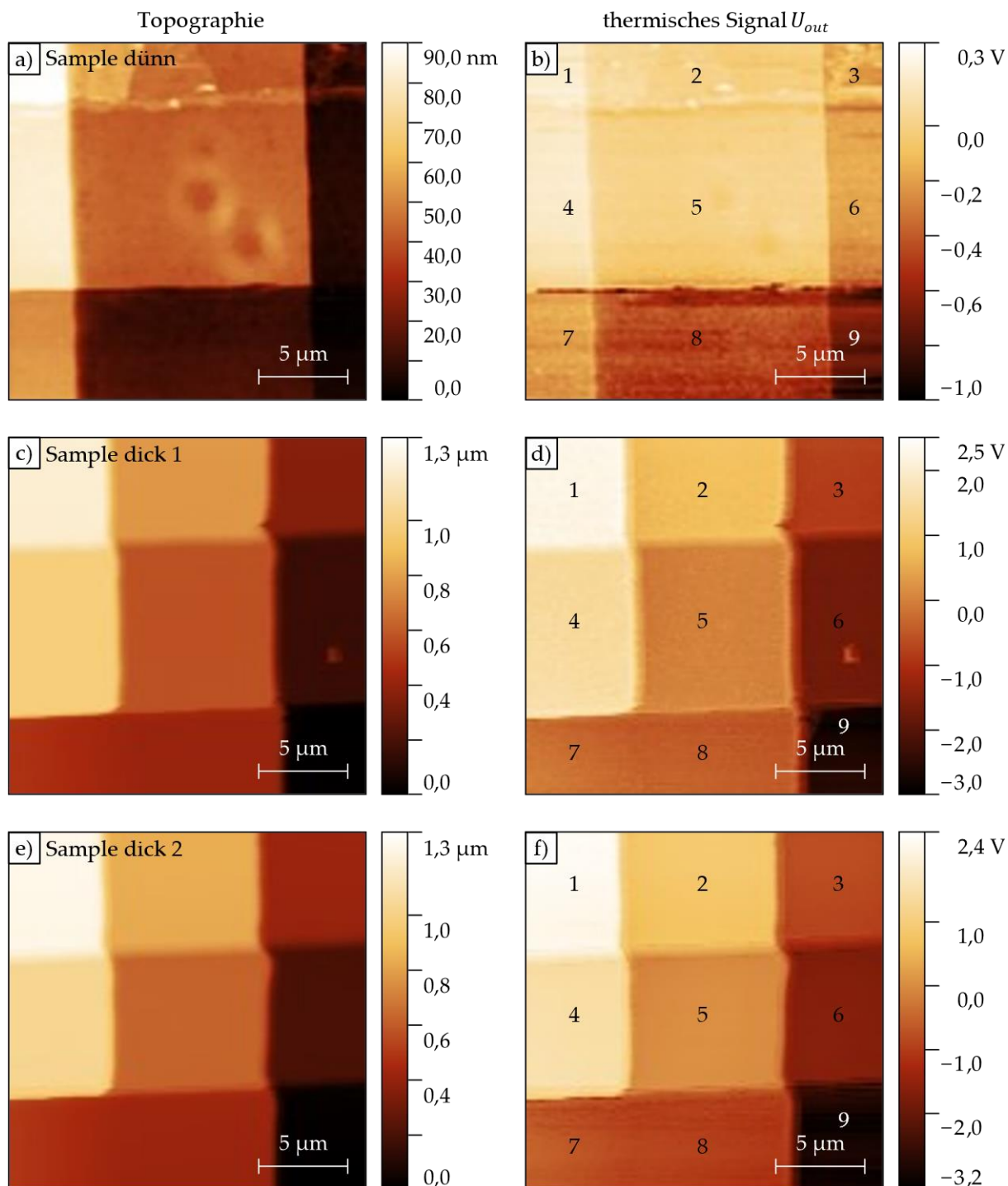


Abb. 4.1: Ergebnisbilder von drei verschiedenen SiO₂-Stufensamples mittels Qual-λ-SThM (Spitzentemperatur: 125 °C): a) und b) Topographisches und thermisches Ergebnisbild des dünnen Samples c) und d) Topographisches und thermisches Ergebnisbild von Sample dick 1 e) und f) Topographisches und thermisches Ergebnisbild von Sample dick 2. Alle thermischen Drifte wurden bereits mittels Ebenenkorrektur beseitigt.

Ferner können mittels der Gleichungen (2.17), (2.18), (2.19), (2.20), (2.21) und (2.24) alle Bestandteile von $R_{th,ges}$ und der äquivalente thermische Radius \hat{b} berechnet werden. Der effektive thermische Spitzenradius b wurde durch die Methode nach Abschnitt 2.1.6 zu ca. 300 nm bestimmt. Die nötigen thermischen Parameter wurden aus den 3-Omega-Messungen in Abschnitt 6.1 abgeleitet und betragen: $\lambda_{Film} = 0,9 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (Sample dünn), $\lambda_{Film} = 1,11 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (Sample dick), $\lambda_{Sub} = 147 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ und $r_{th,c,Film} = 2,5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$. Dies dürfte gerechtfertigt sein, da die Schichten unter ähnlichen Parametern hergestellt wurden. Für den spezifischen thermischen Kontaktwiderstand zwischen Spitze und Dünnschicht $r_{th,c,Spitze}$ finden sich Literaturwerte zwischen $1 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $1 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ [77,78,107]. Es wurde daher $1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ angenommen. Nach der Berechnung von $R_{th,ges}$ für alle Felder können die korrigierten thermischen Signale U_{out} dann in Abhängigkeit von $1/R_{th,ges}$ dargestellt werden. Hierbei ist zu beachten, dass $1/R_{th,ges}$ direkt proportional zur resultierenden thermischen Leitfähigkeit des Schichtsystems λ_{ges} ist. Es ergibt sich der Graph in Abb. 4.2.

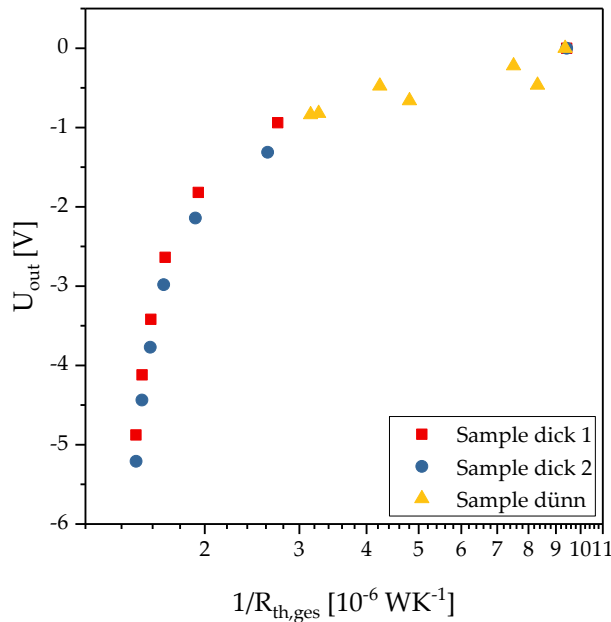


Abb. 4.2: Korrigiertes thermisches Signal U_{out} aller auswertbaren Felder der drei SiO_2 -Stufensamples in Abhängigkeit von $1/R_{th,ges}$ (Spitzentemperatur: $125 \text{ }^\circ\text{C}$)

Ähnlich zu Abb. 3.18, Abb. 4.6 und Abb. 4.8. steigt das korrigierte thermische Signal U_{out} bei kleinen Werten von $1/R_{th,ges} \sim \lambda_{ges}$ zunächst stark an und zeigt bei höheren Werten einen Sättigungseffekt. Die Auswertung zeigt also, dass quantitative Messungen an Dünnschichten mittels dynamischem SThM durch Verwendung einer Wheatstone-Brücke und Auswertung des Brückensignals grundsätzlich denkbar sind. Durch Auflösen von Gleichung (2.17) nach $R_{th,Film+Sub}$ ergibt sich

$$R_{th,Film+Sub} = R_{th,ges} - R_{th,c,Spitze} - R_{th,c,Film} - R_{th,Sub,bal}. \quad (4.1)$$

Gleichung (4.1) kann nun mit Gleichung (2.21) gleichgesetzt werden und es ergibt sich

$$\begin{aligned}
 R_{th,ges} - R_{th,C,Spitze} - R_{th,C,Film} - R_{th,Sub,bal} &= \\
 &= \frac{1}{\pi \lambda_{Film} b} \cdot \int_0^\infty \frac{x_1 \cdot \exp\left(\frac{\xi d_{Film}}{b}\right) + y_1 \cdot \exp\left(-\frac{\xi d_{Film}}{b}\right)}{x_1 \cdot \exp\left(\frac{\xi d_{Film}}{b}\right) - y_1 \cdot \exp\left(-\frac{\xi d_{Film}}{b}\right)} \cdot J_1(\xi) \cdot \frac{\sin \xi}{\xi^2} d\xi \quad (4.2) \\
 \text{mit } x_1 &= \frac{1 + \frac{\lambda_{Sub}}{\lambda_{Film}}}{2} \text{ und } y_1 = \frac{1 - \frac{\lambda_{Sub}}{\lambda_{Film}}}{2}.
 \end{aligned}$$

Nach Einsetzen der Gleichungen (2.18), (2.19), (2.20) und (2.24) in Gleichung (4.2) kann diese numerisch nach λ_{Film} aufgelöst werden. Es wird sofort deutlich, dass die Berechnung sehr komplex und die Auflösung nach λ_{Film} die genaue Kenntnis von $R_{th,ges}$, λ_{Sub} , $r_{th,C,Spitze}$, $r_{th,C,Film}$, b und d_{Film} erfordert. In der Praxis dürfte sich das als schwierig erweisen, da diese Werte nur mit gewissen Abweichungen bestimmbar sind. Insbesondere die genaue Bestimmung der beiden thermischen Kontaktwiderstände und die Ermittlung von b kann nur mit großen Unsicherheiten erfolgen oder geschätzt werden. In der vorliegenden Arbeit wurde ein konstanter Wert für b ermittelt, jedoch kann eine Abhängigkeit von b von der Dicke der Dünnschicht nicht ausgeschlossen werden [23]. Messungen im Vakuum könnten dieses Problem beseitigen, sofern die in Abschnitt 5.3.2 diskutierten Herausforderungen gelöst werden können. Ob Vakuummessungen daher zielführender sind, kann bezweifelt werden. Der Wert für $r_{th,C,Spitze}$ dürfte in der Realität auch von der Sampleoberfläche abhängig sein und wird sich daher von Stufe zu Stufe leicht unterscheiden. Ähnliche Experimente wurden von Guen et al. mit einer „Wollaston wire probe“ und einer „Pd probe“ (vermutlich eine SThM-Spitze vom Typ KNT-SThM-2an) durchgeführt und liefern schichtdickenabhängige Ergebnisse für SiO₂ von 1,5 Wm⁻¹K⁻¹ bis 8 Wm⁻¹K⁻¹ (Wollaston wire probe) und 2 Wm⁻¹K⁻¹ bis 30 Wm⁻¹K⁻¹ (Pd probe) [23]. Die Bandbreite der Ergebnisse überschreitet den zu erwartenden Bereich für SiO₂ von < 1,5 Wm⁻¹K⁻¹ deutlich. Stat- λ -SThM-DS in Abschnitt 4.3.2 operiert statisch, basiert aber auf derselben Theorie und zeigt ebenfalls sehr große Unsicherheiten. Ähnlich wie bei Guen et al. [23] zeigen auch die vorliegenden Messpunkte in Abb. 4.2 einen größeren Schwankungsbereich bei dünneren Schichtdicken. Zusammenfassend stellt die große Unsicherheit der Methode den sinnvollen Nutzen einer quantitativen Dünnschichtvermessung mittels dynamischem SThM an Luft grundsätzlich in Frage.

Eine weitere theoretische Betrachtung liefert jedoch wichtige Erkenntnisse. So macht eine Darstellung nach Abb. 4.3 deutlich, dass bei dünnen Schichten der thermische Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat $R_{th,C,Film}$ maßgeblich am thermischen Gesamtwiderstand beteiligt ist (83,2 % bei 1 nm SiO₂), während sich dessen Anteil bei dicken Schichten 0 % nähert. Dazu wurden schichtdickenabhängige Werte aller thermischen Widerstände und deren Anteile am thermischen Gesamtwiderstand mittels der Gleichungen (2.17), (2.18), (2.19), (2.20), (2.21) und (2.24) für $\lambda_{Film} = 1,1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, $\lambda_{Sub} = 147 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, $r_{th,C,Film} = 2,5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$, $r_{th,C,Spitze} = 1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $b = 300 \text{ nm}$ berechnet. Es lässt sich außerdem feststellen, dass die Anteile von $R_{th,Sub,bal}$ mit maximal 5,1 % und $R_{th,C,Spitze}$ mit maximal 3,3 % an $R_{th,ges}$ (jeweils bei 1 nm SiO₂) relativ gering sind. Mit steigender Schichtdicke verringern sich deren Anteile am Gesamtwiderstand progressiv. $R_{th,C,Spitze}$ kann allerdings nur mit großen Unsicherheiten geschätzt werden. Der Anteil $R_{th,C,Spitze}/R_{th,ges}$ könnte vor allem bei dünnen Schichten

auch wesentlich höher sein (z. B. 25,6 % bei 1 nm SiO₂ bei einer Annahme von $r_{th,C,Spitze} = 1 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$). Zusammenfassend lässt sich sagen, dass im berechneten Szenario bei gering leitfähigen, ultradünnen Schichten im Bereich weniger Nanometer durch das SThM-Signal hauptsächlich der thermische Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat $R_{th,C,Film}$ gemessen wird, bei dickeren Schichten ab ca. 50 nm hauptsächlich der thermische Widerstand der Dünnschicht $R_{th,Film}$. Je höher leitfähig die Dünnschicht, desto geringer ist auch deren Anteil am thermischen Gesamtwiderstand und somit am SThM-Signal. Diese Erkenntnis ist insbesondere für die richtige Deutung von SThM-Bildern mittels Qual- λ -SThM wichtig. Bei derartigen Messungen an ultradünnen Schichten wird oft fälschlicherweise angenommen, dass eine Änderung des thermischen Signals auch eine Änderung der thermischen Leitfähigkeit der Dünnschicht bedeutet, obwohl deren Anteil am SThM-Signal bei ultradünnen Schichten nur im einstelligen Prozentbereich liegt. Die korrekte Deutung der Anneal-Studie an dünnen h-BN Schichten im folgenden Abschnitt basiert auf dieser Erkenntnis.

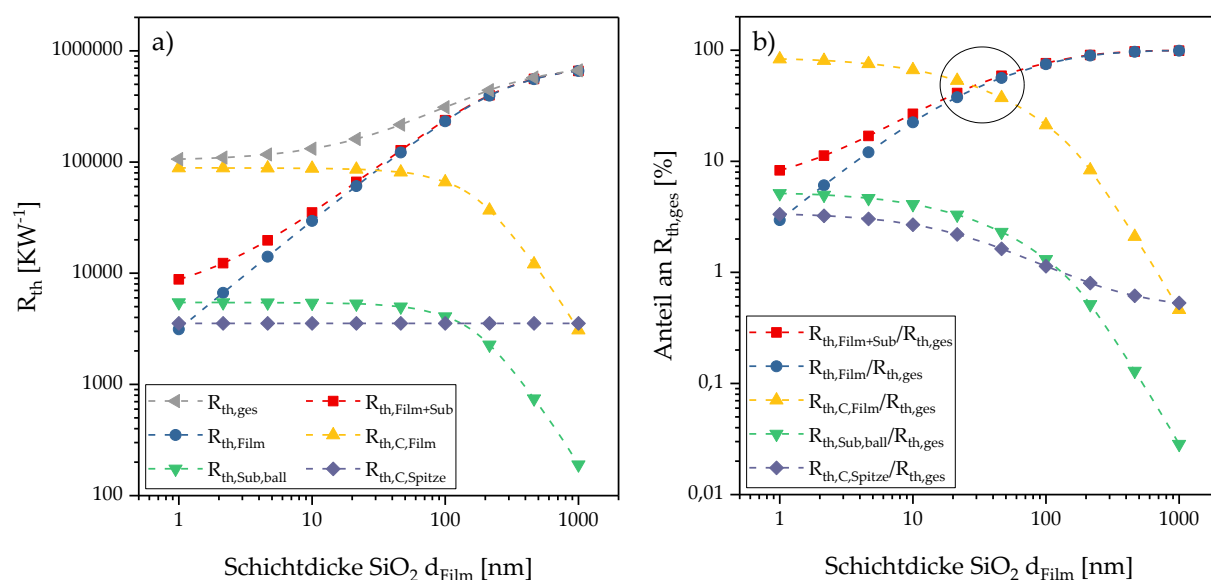


Abb. 4.3: Theoretische Berechnung der einzelnen thermischen Widerstände in Abhängigkeit der Schichtdicke: a) Absolute Werte b) Anteile der einzelnen thermischen Widerstände am thermischen Gesamtwiderstand $R_{th,ges}$

Das vorliegende Experiment wurde ebenfalls mit einer SThM-Spitze vom Typ GLA durchgeführt, führte aber auf Grund der starken Cantilever-Verbiegung (und dadurch Kontaktverlust) und der zu großen Stufen zu weitestgehend unbrauchbaren SThM-Bildern. Die Auswertung in diesem Abschnitt macht generell deutlich, dass eine quantitative Bestimmung der thermischen Leitfähigkeiten an Dünnschichten mittels SThM an Luft äußerst komplex und großen Unsicherheiten ausgesetzt ist. Quantitatives SThM an Luft ist daher zusammenfassend nur für Bulk-Samples mit geringen thermischen Leitfähigkeiten unter $5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ empfehlenswert, wie es in Abschnitt 4.3.1 gezeigt wird.

4.2.2 Anneal-Studie zu h-BN

Dieser Abschnitt ist angelehnt an die eigenen Untersuchungen in Schätz et al. [270]. Ziel dieser Studie ist es, die möglichen Auswirkungen eines Anneal-Prozesses auf ein h-BN Stufensample zu untersuchen. Es wurden dazu zwei ähnliche Samples hergestellt, welche aus Stufen aus Si, SiO₂ und h-BN nach Abb. 2.16 e) bestehen. Während Sample 1 lediglich für eine Vergleichsmessung im nicht-annealten Zustand herangezogen wurde, wurde Sample 2 zusätzlich einem Anneal-Prozess unterzogen. Die Herstellung und der genaue Anneal-Prozess werden in Abschnitt 2.7.1 beschrieben. Sample 2 wurde vor und nach den beiden Anneal-Schritten an mehreren Positionen mittels Qual- λ -SThM mit drei verschiedenen SThM-Spitzen vom Typ NanoTA charakterisiert. Beispielhafte Ergebnisbilder finden sich in Abb. 4.4. Wie bereits in wissenschaftlichen Arbeiten festgestellt [23] und in Abschnitt 4.2.1 bestätigt, zeigt sich bei einem Schichtsystem aus ultradünnen Schichten, dass durch das thermische Signal hauptsächlich der thermische Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat $R_{th,C,Film}$ gemessen wird. Auf Basis dieser wichtigen Erkenntnis können in diesem Abschnitt qualitative Aussagen zu $R_{th,C,Film}$ getroffen werden.

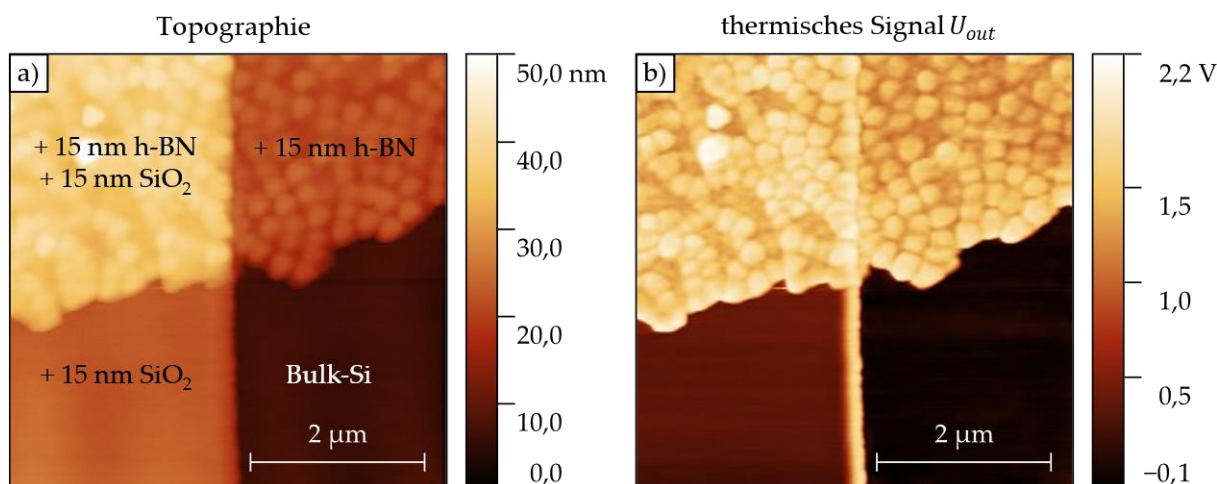


Abb. 4.4: Beispielhafte Ergebnisbilder des h-BN Stufensamples in Anlehnung an Schätz et al. [270]: a) Topographie-Bild b) Thermisches Bild

Auf Grund einer Vielzahl von Artefakt-Kombinationen konnten nicht alle Bilder sinnvoll mit der Software *Gwyddion 2.58* ausgewertet werden. Bei allen verwertbaren Bildern wurden zunächst thermische Drifte, wie sie bei SThM-Bildern üblich sind (siehe Abschnitt 3.1.3) durch eine Ebenenkorrektur entfernt. Danach wurde das thermische Signal als Mittelwert des jeweiligen Bereichs ausgelesen. Es wird davon ausgegangen, dass sich der thermische Kontaktwiderstand zwischen Si und SiO₂ durch die Anneal-Schritte nicht signifikant ändert, da die SiO₂-Stufen bei der Sampleherstellung durch thermische Oxidation erzeugt wurden, also gewissermaßen auch durch einen Anneal-Prozess. Unter dieser Annahme können die SThM-Signale verschiedener Messreihen verglichen werden, indem die Mittelwerte der thermischen Signale derart normiert werden, so dass gilt: $U_{out}(\text{Bulk-Si}) = 0$ und $U_{out}(\text{SiO}_2 \text{ auf Bulk-Si}) = 1$. Die Ergebnisse der Anneal-Studie finden sich in Abb. 4.5. Je höher das normierte thermische Signal, desto höher ist auch der gemessene thermische Widerstand, der hauptsächlich aus dem thermischen Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat $R_{th,C,Film}$ besteht.

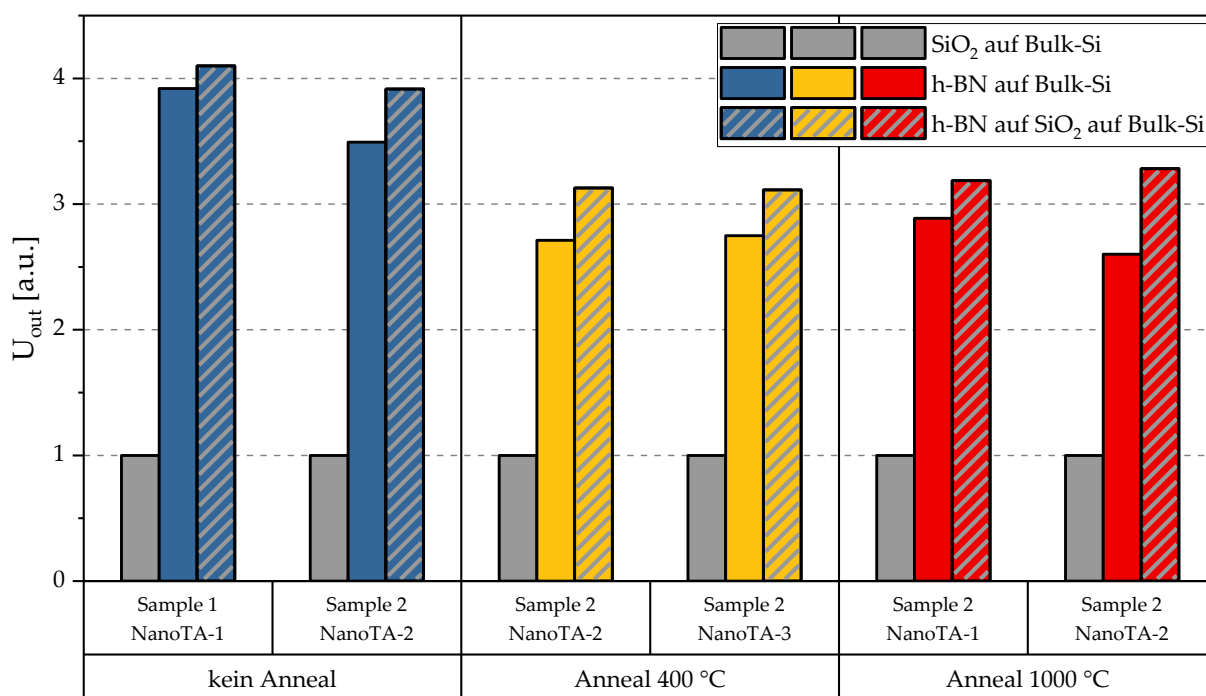


Abb. 4.5: Ergebnisse der Anneal-Studie in Anlehnung an Schätz et al. [270]

Der Vergleich der Messungen mit verschiedenen SThM-Spitzen an Sample 2 nach den beiden Anneal-Schritten und die Vergleichsmessungen ohne Anneal an einem ähnlichen Sample (Sample 1) zeigen die gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse. Obwohl in der vorliegenden Studie keine quantitativen Aussagen getroffen werden können, so kann man doch zwei wichtige Schlussfolgerungen ziehen:

- 1) Das thermische Signal bei h-BN auf Bulk-Si ist in allen Messungen wesentlich größer als bei SiO₂ auf Bulk-Si trotz ähnlicher Schichtdicke. Da bei ultradünnen Schichten mittels Qual- λ -SThM hauptsächlich $R_{th,C,Film}$ gemessen wird (siehe Abschnitt 4.2.1), kann davon ausgegangen werden, dass der thermische Kontaktwiderstand zwischen h-BN/Bulk-Si größer ist als zwischen SiO₂/Bulk-Si.
- 2) Der Anneal-Prozess scheint nach Anneal 1 (400 °C) weitestgehend abgeschlossen zu sein, da zwischen Anneal 1 und Anneal 2 (1000 °C) kein signifikanter Unterschied mehr erkennbar ist. Durch Anneal 1 verringerte sich der gemessene thermische Gesamtwiderstand, der zum Großteil aus $R_{th,C,Film}$ besteht (siehe Abschnitt 4.2.1). Es kann daraus geschlossen werden, dass sich die thermischen Kontaktwiderstände zwischen h-BN/Bulk-Si und zwischen h-BN/SiO₂ während Anneal 1 verringerten. Dies deckt sich mit den weiteren Untersuchungen in Schätz et al. [270], in denen zusätzlich die Delaminationskräfte zwischen h-BN und Bulk-Si in einer ähnlichen Anneal-Studie bestimmt wurden. Es zeigte sich, dass sich die Delaminationskraft mit steigender Anneal-Temperatur erhöht. Dies bedeutet, dass h-BN nach einem Anneal besser auf Bulk-Si haftet, was analog zur vorliegenden Messung für geringere Werte von $R_{th,C,Film}$ spricht. Der Anstieg der Delaminationskraft ist ebenfalls nach dem 400 °C-Anneal weitestgehend abgeschlossen. Die Ergebnisse aus Schätz et al. [270] hinsichtlich der Delaminationskräfte bestätigen also die Erkenntnisse der SThM-Messungen.

4.3 Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit mittels λ -SThM

4.3.1 Bulk-Samples mittels Stat- λ -SThM

Mit den Erkenntnissen aus den vorherigen Abschnitten wurden quantitative SThM-Messungen an verschiedenen Bulk-Materialien mittels Stat- λ -SThM durchgeführt. Der Mess- und Kalibrierungsvorgang wird in den Abschnitten 2.2.3 und 2.2.4 beschrieben. Neben Industrieprodukten wie Kunststoff, Oxid und Keramik wurden auch die Naturprodukte Holz und Gestein charakterisiert. Die Charakterisierung fand mit zwei verschiedenen SThM-Spitzen des Typs NanoTA bei verschiedenen Spitzentemperaturen statt (NanoTA-1: 95 °C und 125 °C; NanoTA-2: 100 °C und 125 °C). Manche Kunststoffe konnten auf Grund der Übergangstemperatur nur bei der jeweils geringeren Spitzentemperatur charakterisiert werden. Die vier Kalibrierungskurven als Fit mit der Sigmoidfunktion nach Gleichung (2.30) finden sich in Abb. 4.6. Ein Kalibrierungspunkt ist der Mittelwert aus $n = 5$ Einzelmessungen. Die Kalibrierungspunkte des Materials Luft (fiktives Sample mit $\lambda = \lambda_{Luft}$) ergeben sich durch lineare Interpolation der thermischen Leitfähigkeit von Luft mit den Daten aus [151], wobei auf Grund des Erwärmungsvorgangs von einer vernachlässigbaren relativen Luftfeuchtigkeit ausgegangen werden kann. Als Lufttemperatur für die Interpolation wurde der Mittelwert aus Spitzentemperatur und Umgebungstemperatur (25 °C) angenommen. Dies sollte in guter Näherung der Durchschnittstemperatur des erwärmten Luftvolumens zwischen SThM-Spitze und Sample entsprechen. Alle Kalibrierungspunkte des fiktiven Samples Luft liegen bei $\Delta R/R_C = 0$, da $R_{NC} - R_C = 0$ gilt [98].

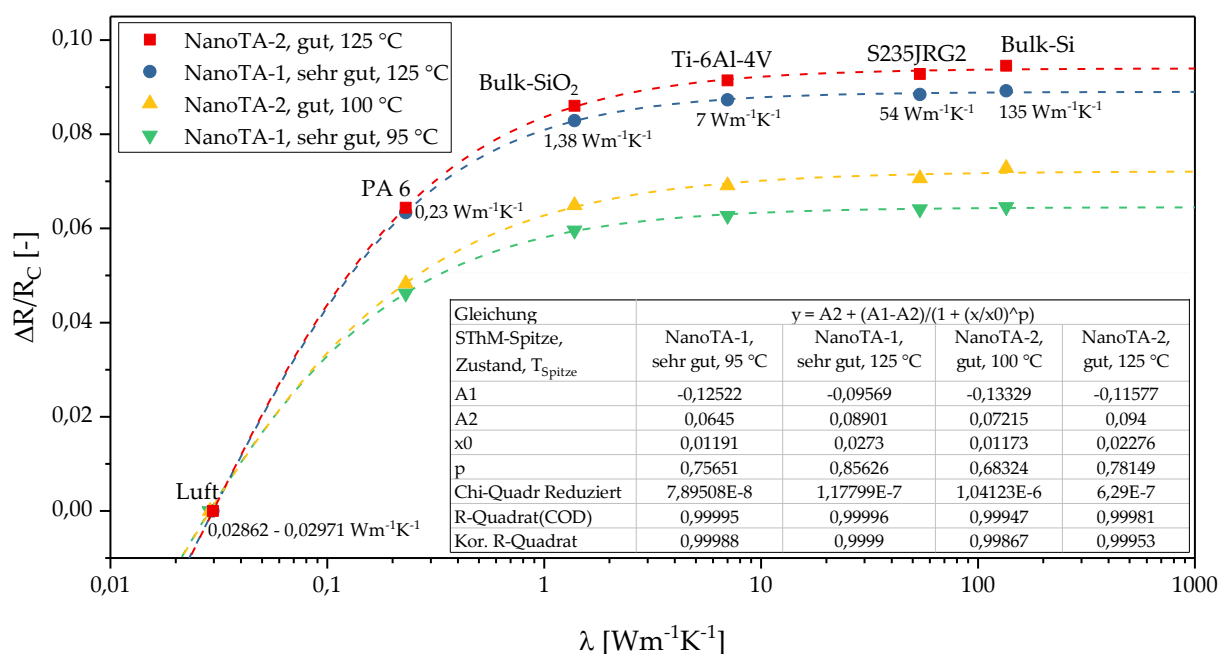


Abb. 4.6: Kalibrierungskurven der Messungen mittels Stat- λ -SThM

Die thermischen Leitfähigkeiten der zu charakterisierenden Samples wurden durch Messung des jeweiligen $\Delta R/R_C$ -Werts (Mittelwert aus jeweils $n = 5$ Messungen) und Gleichungslösung der jeweiligen Kalibrierungskurve berechnet. Tab. 4.3 zeigt die Ergebnisse der thermischen

Leitfähigkeiten als Mittelwert dieser Messungen mit den vier Kalibrierungskurven mit den jeweiligen Variationskoeffizienten und Vergleichswerten aus der Literatur.

Tab. 4.3: Ergebnisse von Stat- λ -SThM mit Vergleichswerten aus der Literatur

Materialgruppe	Material	Thermische Leitfähigkeit mittels Stat- λ -SThM [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	Variationskoeffizient (relative Standardabweichung) ($n = 4$)	Vergleichswert ⁴ [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]
Hölzer	Fichte	0,17	2,7 %	ca. 0,1 bis 0,25 [271]
	Kirsche	0,19	1,7 %	
	Strobe	0,10	1,4 %	
Kunststoffe	PS	0,12	1,6 %	0,17 [265]
	PMMA	0,16	6,1 %	0,19 [266]
	PP	0,17	2,2 %	0,22 [269]
	PTFE	0,21	6,4 %	0,24 [276]
	PET	0,24	3,4 %	0,24 [277]
	POM	0,25	4,9 %	0,31 [268]
	PF	0,28	1,7 %	0,3 [278]
	PE-LD	0,41	3,7 %	0,3 [267]
Gläser und Keramiken	Objektträger (Kalk-Natron-Glas)	1,01	4,9 %	ca. 0,8 bis 1,05 [279,280]
	ZYK3 (95 % ZrO_2)	3,08	26,4 %	3 [281]
	ZMK3.0 (97 % ZrO_2)	2,69	23,9 %	3 [282]
	ZMK3.5 (96,5 % ZrO_2)	3,07	6,6 %	3 [283]
Naturgesteine	unbekannter Stein	5,02	32,3 %	–
	Marmor 1	1,77	12,0 %	ca. 1,6 bis 4 [275]
	Marmor 2	7,90	69,1 %	
	Marmor 3	1,61	10,7 %	

Die gute Übereinstimmung mit den Vergleichswerten spricht für die grundsätzliche Sinnhaftigkeit der Messungen. Abb. 4.7 zeigt die Variationskoeffizienten, also die relativen Standardabweichungen, in Abhängigkeit der gemessenen thermischen Leitfähigkeiten. Ein geringer Variationskoeffizient spricht für eine gute Reproduzierbarkeit einer Messung. Mit steigender Wärmeleitfähigkeit ist ein deutlicher Trend des Variationskoeffizienten hin zu höheren Werten erkennbar, insbesondere für $\lambda > 1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (hellroter Bereich). Dies lässt sich dadurch

⁴ Die Vergleichswerte dienen lediglich als grober Anhaltspunkt. Die Wärmeleitfähigkeit von Holz ist u. a. stark abhängig von der Faserrichtung und dem Feuchtigkeitsgehalt [271]. Die Werte der Kunststoffe sind u. a. stark abhängig von der Temperatur, dem Herstellungsprozess und der genauen Zusammensetzung und unterscheiden sich auch in der Literatur teilweise im zweistelligen Prozentbereich [272–274]. Die Wärmeleitfähigkeit von Marmor schwankt ebenfalls stark je nach Zusammensetzung [275].

erklären, dass die Steigung der Kalibrierungskurven mit steigender Wärmeleitfähigkeit abnimmt und sich allmählich 0 nähert, wodurch analog die Sensitivität sinkt. Schwankungen der $\Delta R/R_c$ -Werte wirken sich dadurch im Bereich hoher Wärmeleitfähigkeiten stärker auf das durch Gleichungslösung ermittelte Ergebnis aus. Messungen an Samples mit hoher thermischer Leitfähigkeit sind also schlecht reproduzierbar.

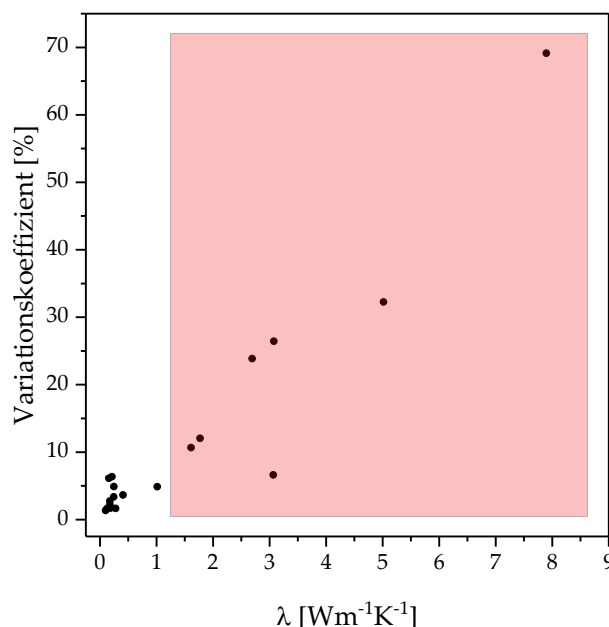


Abb. 4.7: Variationskoeffizienten (relative Standardabweichungen) aus Tab. 4.3 in Abhängigkeit der gemessenen thermischen Leitfähigkeiten λ

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass homogene Materialien unter etwa $1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ gut mittels Stat- λ -SThM charakterisierbar sind. Dies trifft insbesondere auf Kunststoffe und gering leitfähige Keramiken bzw. Oxide zu. Für Hölzer ist Stat- λ -SThM auf Grund der Faserstruktur nur bedingt geeignet. Hier muss ganz besonders darauf geachtet werden, dass die Faserstruktur auf der Oberfläche fein genug poliert werden kann. Ist dies nicht möglich, so wird die Rauheit der Oberfläche die Messergebnisse zu stark verfälschen. Materialien mit einer thermischen Leitfähigkeit über etwa $1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ können auf Grund der Abflachung der Kalibrierungskurven nur ungenau charakterisiert werden (hellroter Bereich in Abb. 4.7). Ab ca. $5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ist eine Charakterisierung wegen der schlechten Reproduzierbarkeit praktisch sinnlos.

4.3.2 Dünnschichtsamples aus AlN mittels Stat- λ -SThM-DS

Zur thermischen Charakterisierung von AlN-Dünnschichten wurden Messungen mittels Stat- λ -SThM-DS durchgeführt. Die Theorie und der Messvorgang sind detailliert in Abschnitt 2.2.5 beschrieben. Aus Konsistenzgründen mit Bodzenta et al. [87] wurde eine SThM-Spitze des Typs GLA verwendet. Der für den Stromfluss durch die SThM-Spitze zuständige Funktionsgenerator wurde ca. 1 h vor der eigentlichen Messung eingeschaltet, sodass sich die SThM-Spitze bei Beginn der Messungen im thermisch eingeschwungenen Zustand befand. Dies kann durch Beobachtung der Änderung des R_{NC} -Signals sichergestellt werden, das sich im eingeschwungenen Zustand einem konstanten Wert nähert. Der NC-Abstand d_{NC} betrug analog zu

Stat- λ -SThM 2 mm. Der Deflection Setpoint wurde in der AFM-Software auf 1 V eingestellt. Da der Spitzentyp GLA mechanisch instabiler ist als der Spitzentyp NanoTA, ist ein höherer Deflection Setpoint zur Sicherstellung eines Kontakts zwischen Spitze und Sample nötig. Da das Lasersignal auf Grund der wechselnden Cantilever-Verbiegung durch das Wechselstromsignal auf dem Photodetektor oszilliert, schwankt der Deflection Setpoint real zwischen 1 V und 1,5 V. Ein einzelner Messwert wurde jeweils 30 s nach dem Abheben (R_{NC} -Wert) bzw. 30 s nach dem Aufsetzen auf der Sampleoberfläche (R_C -Wert) bestimmt. Für die Kalibrierungssamples wurden jeweils 10 $\Delta R/R_C$ -Werte ermittelt. Die Standardabweichungen der Messwerte der zu charakterisierenden Samples sind im Vergleich zu den Kalibrierungssamples wesentlich größer, weshalb hier 20 $\Delta R/R_C$ -Werte pro Sample aufgezeichnet wurden. Die Kalibrierungskurve sowie alle Messwerte der zu charakterisierenden Samples sind in Abb. 4.8 dargestellt. Die Kalibrierungskurve ergibt sich wiederum als Fit der gemittelten $\Delta R/R_C$ -Werte der Kalibrierungssamples (schwarze Punkte) mit der Sigmoidfunktion nach Gleichung (2.30). Der eingebettete Graph rechts unten zeigt die statistische Auswertung, wobei vier extreme Ausreißer bei AlN 52 nm zuvor manuell entfernt wurden und nicht in die Statistik einfließen. Die Schnittpunkte der arithmetischen Mittelwerte aller $\Delta R/R_C$ -Werte der zu charakterisierenden Samples mit der Kalibrierungskurve sind gleichfarbig auf der Kalibrierungskurve aufgetragen.

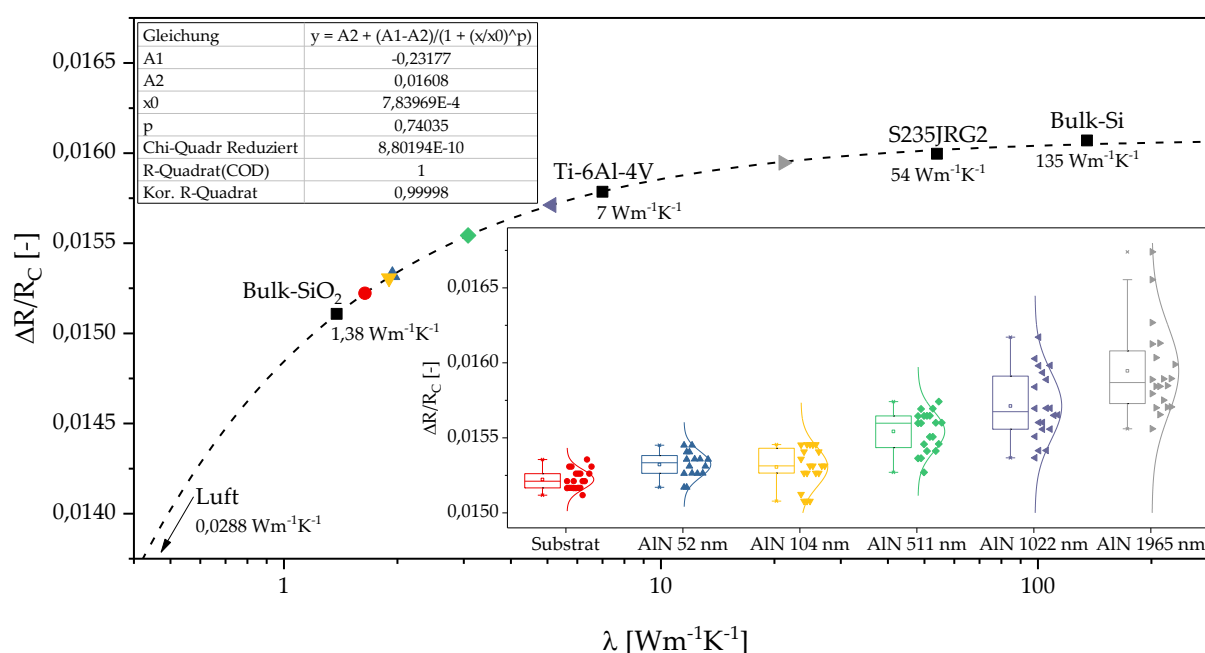


Abb. 4.8: Kalibrierungskurve sowie alle Messwerte der zu charakterisierenden Samples. Die Mittelwerte der $\Delta R/R_C$ -Einzelmessungen (eingebetteter Graph) sind gleichfarbig auf der Kalibrierungskurve aufgetragen.

Da die Schwankungen der $\Delta R/R_C$ -Werte der zu untersuchenden Samples nicht vernachlässigbar sind, ist es sinnvoll, einen Schwankungsbereich zu definieren. Dieser wurde mit den Standardabweichungen σ zu jeweils $\pm 1\sigma$ definiert. Durch diesen Schwankungsbereich lassen sich die Min., Mittel-, und Max.-Werte der thermischen Gesamtleitfähigkeit λ_{ges} mit der Gleichung

chung der Kalibrierungskurve berechnen. Da λ_{ges} nach der Theorie in Abschnitt 2.1.5 die resultierende thermische Leitfähigkeit des Schichtsystems darstellt, kann die thermische Leitfähigkeit der Dünnschichten λ_{Film} durch numerische Lösung von Gleichung (2.25) berechnet werden. Hierzu wird der effektive thermische Spitzenradius b benötigt. Dieser wurde vor der Messung durch vielfaches Abscannen einer Stufe des Testsamples TGXYZ02 mit 1,5 mA Gleichstrom nach der Methode in Abschnitt 2.1.6 zu 95 nm bestimmt. Des Weiteren muss die thermische Leitfähigkeit des Substrats λ_{Sub} bekannt sein. Diese entspricht beim vorliegenden Sampleaufbau der Wärmeleitfähigkeit des Samples aus Bulk-Si + 25,7 μm SiO₂, das als Substrat für alle Dünnschichten dient. Der Wert von λ_{Sub} kann ebenfalls anhand der Kalibrierungskurve berechnet werden. Tab. 4.4 enthält schließlich die durch die Kalibrierungskurve erhaltenen thermischen Gesamtleitfähigkeiten λ_{ges} und die durch Lösen von Gleichung (2.25) berechneten thermischen Leitfähigkeiten der Dünnschichten λ_{Film} .

Tab. 4.4: Ergebnisse von Stat- λ -SThM-DS

	Substrat (Bulk-Si + SiO ₂ 25,7 μm)	AlN 52 nm		AlN 104 nm		AlN 511 nm		AlN 1022 nm		AlN 1965 nm	
		λ_{ges}	λ_{Film}	λ_{ges}	λ_{Film}	λ_{ges}	λ_{Film}	λ_{ges}	λ_{Film}	λ_{ges}	λ_{Film}
Min. [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	1,49	1,67	1,83	1,54	1,56	2,29	2,36	2,69	2,75	4,21	4,30
Mittel [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	1,64	1,94	2,22	1,90	2,01	3,08	3,22	5,13	5,36	21,12	22,42
Max. [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	1,82	2,28	2,74	2,45	2,74	4,50	4,82	18,36	20,32	135	150,5

Stellt man λ_{Film} in Abhängigkeit der Schichtdicke von AlN d_{Film} graphisch dar, ergibt sich Abb. 4.9.

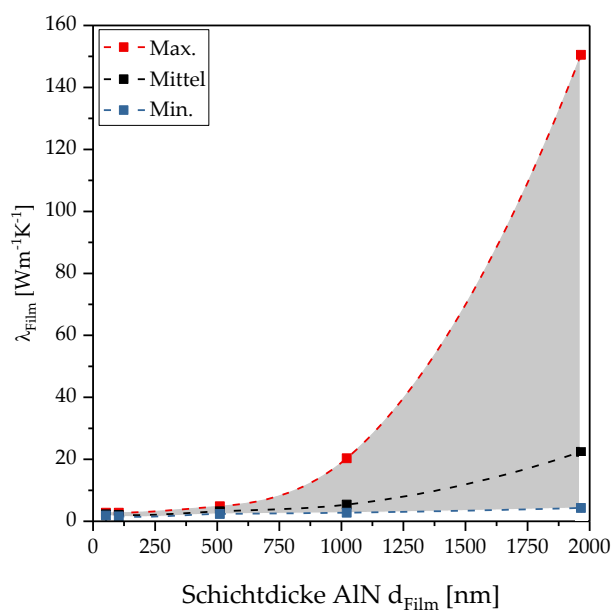


Abb. 4.9: Graphische Darstellung der Ergebnisse für λ_{Film} aus Tab. 4.4 in Abhängigkeit der Schichtdicke von AlN d_{Film}

Aus Abb. 4.9 ist erkennbar, dass die Wärmeleitfähigkeit von AlN mit steigender Schichtdicke deutlich zunimmt. Gleichzeitig erhöht sich mit steigender Schichtdicke die Schwankungsbreite enorm, da höhere Wärmeleitfähigkeiten im ungünstigeren Sensitivitätsbereich der Kalibrierungskurve liegen und zudem die Standardabweichungen der $\Delta R/R_C$ -Werte mit steigender AlN-Schichtdicke zunehmen. Es muss außerdem beachtet werden, dass in den hier ermittelten Werten von λ_{Film} auch der thermische Kontaktwiderstand zwischen AlN und Substrat $R_{th,C,Film}$ enthalten ist. Insbesondere bei den dünnen AlN-Schichten (52 nm, 104 nm und 511 nm) dürfte die intrinsische thermische Leitfähigkeit daher deutlich höher liegen. Ein Vergleich mit den 3-Omega-Messungen in Kapitel 6 zeigt eine stimmige Tendenz mit steigender Schichtdicke, was für eine grundsätzliche Durchführbarkeit der Methode spricht. Auf Grund der enorm hohen Schwankungsbreiten ist es aber kaum möglich, belastbare Ergebnisse mittels Stat- λ -SThM-DS an Luft zu liefern. Eine Messung im Hochvakuum könnte den optimalen Sensitivitätsbereich der Kalibrierungskurve hin zu hohen thermischen Leitfähigkeiten verschieben und derartige Messungen verbessern, jedoch mit den in Abschnitt 5.3.2 diskutierten Schwierigkeiten.

Die vorliegenden Messungen wurden auch mit einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA durchgeführt, wobei keine belastbaren Ergebnisse erzielt werden konnten. Dies liegt vermutlich daran, dass der effektive thermische Spitzenradius b einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA ($b \approx 300$ nm) wesentlich größer ist als bei einer SThM-Spitze vom Typ GLA ($b \approx 95$ nm), da der Heizerbereich beim Spitzentyp GLA näher an der Spitze positioniert ist. Dadurch lassen sich mit einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA kaum Unterschiede in den R_C -Signalen der AlN-Dünnschichten feststellen. Des Weiteren wurde auch versucht, Dünnschichten aus Si_3N_4 und Al_2O_3 mit geringeren Wärmeleitfähigkeiten als AlN zu charakterisieren. Die Unterschiede in den R_C -Signalen waren jedoch ebenfalls zu gering, um sinnvolle Messergebnisse zu erhalten. Zusammenfassend kann daher festgestellt werden, dass Stat- λ -SThM-DS an Luft nur bedingt sinnvoll ist und in der vorliegenden Konfiguration eines gering leitfähigen Substrats nur mit thermisch hochleitfähigen Dünnschichten und dem Spitzentyp GLA durchführbar ist.

4.3.3 Querschliffsample mittels Dyn- λ -SThM

In diesem Abschnitt werden kurz eine denkbare Möglichkeit und erste Versuche beschrieben, quantitative SThM-Messungen mit aktivem Scan – Dyn- λ -SThM – durchzuführen. Im Prinzip handelt es sich bei dieser Messreihe um den Versuch, Qual- λ -SThM mittels einer Kalibrierung quantitativ zu machen. Dazu wurde ein Sample mittels mehrerer Schichtabscheidungen und anschließendem Querschliff hergestellt, wie es in Abschnitt 2.7.1 beschrieben wird. Das fertige Querschliffsample wurde dann mit einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA mit einer Spitzentemperatur von 125 °C und mit einer Spitzengeschwindigkeit von 10 $\mu\text{m/s}$ abgescannt. Dadurch ergeben sich thermische SThM-Bilder wie bei Qual- λ -SThM in Abschnitt 4.2. In Abb. 4.10 ist dieses SThM-Bild dargestellt, auf dem alle Dünnschichten klar erkennbar sind. Nach Beseitigung der thermischen Drifte durch eine Ebenenkorrektur wurde das thermische Signal U_{out} als Mittelwert jedes Schichtbereichs ausgelesen und zur besseren Vergleichbarkeit mit

den Kalibrierungskurven in Abb. 3.18, Abb. 4.6 und Abb. 4.8 mit -1 multipliziert. Aus der Literaturrecherche (Standardschichten aus Ti, Al und Si; siehe Abschnitt 2.7) und den 3-Omega-Messungen (siehe Abschnitt 6.1) sind die thermischen Leitfähigkeiten aller Schichten bekannt. Somit können die korrigierten thermischen Signale U_{out} in Abhängigkeit der thermischen Leitfähigkeit λ graphisch dargestellt werden, wie es in Abb. 4.10 zu sehen ist.

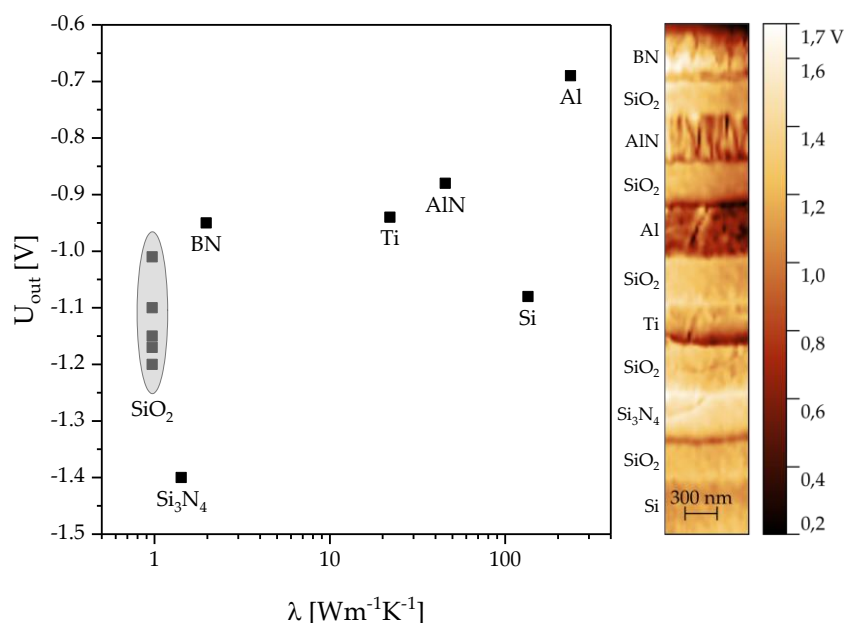


Abb. 4.10: SThM-Bild des Querschliffsamples und graphische Darstellung der korrigierten thermischen Signale U_{out} aus dem SThM-Bild in Abhängigkeit der thermischen Leitfähigkeit λ (Spitzentemperatur: 125 °C)

Aus Abb. 4.10 kann ein Sättigungseffekt von U_{out} bei hohen thermischen Leitfähigkeiten erahnt werden. Dieser erinnert an die Kalibrierungskurven in Abb. 3.18, Abb. 4.6 und Abb. 4.8, ist aber nicht wirklich aussagekräftig. Dies wird insbesondere bei den fünf markierten Messwerten der SiO_2 -Schichten ersichtlich, welche in der Theorie direkt aufeinanderliegen sollten. Es wird vermutet, dass das thermische Signal nicht nur von der kontaktierten Schicht beeinflusst wird, sondern auch durch die umliegenden Schichten. Dies kann auch damit begründet werden, dass der effektive thermische Spitzenradius b einer SThM-Spitze vom Typ NanoTA im Rahmen dieser Arbeit zu etwa 300 nm bestimmt wurde und der effektive thermische Spitzendurchmesser damit 600 nm beträgt. Da die Schichtbreiten des vorliegenden Samples etwa 400 nm betragen, dürfte die Wärmeübertragung zwischen SThM-Spitze und Sample an jeder beliebigen Spitzenposition durch mindestens zwei Schichten beeinflusst werden. Die Messung wurde zudem an einem weiteren Sample mit gleichem Schichtaufbau durchgeführt, dessen Oberfläche nach dem Schliff zusätzlich durch einen extern durchgeführten FIB-Cut bearbeitet wurde. Obwohl dieses Sample eine glattere Oberfläche aufweist als das Querschliffsample, zeigten die Messungen mittels Dyn- λ -SThM keine Verbesserungen.

Zusammenfassend konnte gezeigt werden, dass eine Charakterisierung unbekannter Schichten mittels einer Kalibrierungskurve durch Dyn- λ -SThM prinzipiell denkbar ist. In der Praxis zeigen sich jedoch die folgenden Anforderungen und Herausforderungen, die die Umsetzung dieser Methode an Luft erheblich erschweren:

- Die Oberfläche nach dem Querschliff sollte möglichst glatt sein, also lediglich eine geringe Rauheit im nm-Bereich aufweisen. Zur Verringerung thermischer Drifte sollte die Sampleoberfläche zudem möglichst horizontal und eben, also parallel zur AFM-Chuck sein. Während des Querschliffs zeigte sich, dass eine derartige Oberflächenpräparation auf Grund der unterschiedlichen Schichthärten nicht trivial ist.
- Angrenzende Schichten beeinflussen sich wohl gegenseitig während der SThM-Messung. Breitere Schichten im Bereich $> 1 \mu\text{m}$ könnten sich daher besser eignen, wobei die Breite (Dicke) der Schichtabscheidung herstellungsbedingt oft limitiert ist und die maximale Scangröße des AFMs beachtet werden muss.
- Manche Materialien können auf Grund fehlender Haftung nicht beliebig aufeinander abgeschiedet werden. Zur Erstellung von aussagekräftigen Kalibrierungskurven sollten jedoch mindestens fünf bekannte Schichten aus einem großen thermischen Leitfähigkeitsbereich vorhanden sein.
- Sinnvolle Kalibrierungskurven dürften ähnlich derer in Abb. 3.18, Abb. 4.6 und Abb. 4.8 aussehen. Analog dazu eignet sich Dyn- λ -SThM an Luft wohl vor allem zur Charakterisierung gering wärmeleitfähiger Schichten unter $5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.
- Eine Messung im Hochvakuum könnte die Methode auch bei geringeren Schichtbreiten praktikabel machen, da die Wärmeübertragung im Hochvakuum unter Vernachlässigung von Wärmestrahlung nur durch den thermischen Kontakt zwischen Spitze und Sample stattfindet und somit die gegenseitige Beeinflussung angrenzender Schichten geringer sein sollte.

4.4 Bestimmung von Oberflächentemperaturen mittels ST-SThM

Zur Bestimmung von Oberflächentemperaturen von aktiv beheizten Strukturen wurden Messungen mittels ST-SThM an einem SiO_2 -Dünnschichtsample mit Heizerstrukturen auf der Oberseite durchgeführt. Die Beschreibung des Messaufbaus findet sich in Abschnitt 2.2.3. Der genaue Sampleaufbau und dessen Herstellung findet sich in Abschnitt 2.7.1. Es handelt sich um ein Sample mit einer SiO_2 -Dünnschicht (2050 nm) auf Bulk-Si mit Heizerstrukturen auf der Sampleoberfläche (identisches Sample wie bei der 3-Omega- und Widerstandsmethode). Zur Vermessung muss zunächst eine Temperaturkalibrierung der SThM-Spitzen nach Abschnitt 2.2.4 durchgeführt werden. Zur Vermeidung von Einflüssen unterschiedlicher thermischer Kontaktwiderstände zwischen Spitze und Sample wurden alle Kalibrierungskurven in der Form $T_{\text{Spitze}}(U_{\text{out}})$ direkt auf den Heizern des später zu charakterisierenden Samples aufgenommen. Dieses Sample befindet sich auf dem durch das geregelte Peltier-Element erwärmten Kupferblock. Die Oberflächentemperatur der Heizer entspricht somit im stationären Zustand in guter Näherung der regelbaren Temperatur des Kupferblocks, da die Heizer während der Kalibrierung nicht aktiv sind. Es ergaben sich die Kalibrierungskurven in Tab. 4.5 für die Spitzentypen GLA und NanoTA, welche beide eine hohe Fitgüte aufweisen.

Tab. 4.5: Kalibrierungskurven der beiden SThM-Spitzen bei ST-SThM

	GLA	NanoTA
Kalibrierungskurve	$T_{\text{Spitze}}(U_{\text{out}}) = 319,83 \frac{\text{K}}{\text{V}} \cdot U_{\text{out}} + 31,431 \text{ K}$	$T_{\text{Spitze}}(U_{\text{out}}) = 71,106 \frac{\text{K}}{\text{V}} \cdot U_{\text{out}} + 25,879 \text{ K}$
Bestimmtheitsmaß	$R^2 = 0,9995$	$R^2 = 0,9997$

Nach erfolgreicher Bestimmung der Kalibrierungskurven wurde der entsprechende Heizer mit einem definierten Stromfluss beaufschlagt. Auf der Sampleoberfläche stellt sich dadurch in der Umgebung des aktiven Heizers ein Temperaturverlauf ein, während die Unterseite des Samples die durch das Peltier-Element konstant gehaltene Temperatur von 30 °C annimmt. Die Sampleoberfläche wurde dann im stationären Zustand mittels ST-SThM mit SThM-Spitzen vom Typ GLA und NanoTA abgescannt. Durch die Kalibrierungskurven aus Tab. 4.5 kann das lokale thermische Signal U_{out} in die lokale Temperatur umgerechnet werden. Dadurch ergeben sich die gemessenen Temperaturverläufe, die in Abb. 4.11 jeweils rot dargestellt sind (gemittelt über alle Pixel in y-Richtung). Um die Kurvenverläufe beurteilen zu können, wurden die Oberflächentemperaturen zusätzlich mittels *COMSOL* simuliert (Simulationsmodell aus Abschnitt 7.2 mit $\lambda_{\text{SiO}_2} = 1,11 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ aus den Messungen mittels der 3-Omega-Methode in Abschnitt 6.1). Diese simulierten Kurven sind in Abb. 4.11 jeweils blau dargestellt. Zum besseren Vergleich mit den Simulationskurven wurden die roten Messkurven um einen Temperatur-Offset nach oben verschoben, sodass $T(x = 0)$ zwischen Simulation und Messung identisch ist.

Aus Abb. 4.11 zeigt sich generell eine enorme Abweichung zwischen den gemessenen und simulierten Kurven. Dies ist darauf zurückzuführen, dass bei SThM der Großteil des Wärmeflusses durch die Luft stattfindet, wie es in den Simulationen in Abschnitt 5.3.1 gezeigt wird. Befindet sich die Spitze also in der Nähe des Heizers, so wird die Spitzentemperatur maßgeblich von der Heizertemperatur und dessen Geometrie beeinflusst. Die SThM-Spitze vom Typ GLA zeigt etwas bessere Kurvenverläufe als die SThM-Spitze vom Typ NanoTA. Dies dürfte darauf zurückzuführen sein, dass der Heizerbereich beim Spitzentyp GLA wesentlich näher am thermischen Kontakt liegt und der effektive thermische Spitzenradius b dadurch wesentlich kleiner ist als beim Spitzentyp NanoTA (GLA: $b \approx 95 \text{ nm}$ aus Abschnitt 4.3.2; NanoTA: $b \approx 300 \text{ nm}$ aus Abschnitt 4.2.1). Der höhere Wert von b beim Spitzentyp NanoTA macht sich auch im gemessenen Temperaturverlauf in Abb. 4.11 c) bemerkbar. Die Cantilever-Orientierung der SThM-Spitze war hier nicht exakt parallel zum Heizer, sondern auf Grund von Maßtoleranzen des Messaufbaus um etwa 3° verdreht. Durch diesen Winkeloffset ist die thermische Überlappfläche in der Draufsicht zwischen Heizer und SThM-Spitze nicht identisch bei linksseitiger und rechtsseitiger Annäherung an den Heizer. Die Asymmetrie des Temperaturbildes und der zweite Hochpunkt rechts des Heizers (roter Pfeil) können dadurch erklärt werden. Bei der SThM-Spitze vom Typ GLA konnte ein derartiger Effekt kaum festgestellt werden und die Abweichungen zwischen den gemessenen und simulierten Kurven sind deutlich geringer als bei der SThM-Spitze vom Typ NanoTA. Ein Problem des Spitzentyps GLA ist jedoch die starke Cantilever-Verbiegung bei schwankenden Temperaturen. Ein direkter physikalischer Kontakt zwischen Spitze und Sample kann daher oft nur sichergestellt werden, wenn der Deflection Setpoint während eines Scans manuell angepasst wird. Der Spitzentyp

KNT-SThM-2an (Nachfolger vom Spitzentyp GLA, der auf dem Spitzentyp KNT-SThM-1an basiert) gleicht diesen Nachteil durch eine mechanische Einkerbung im Cantilever aus, ist allerdings aktuell mit dem vorhandenen AFM-System nicht kompatibel. Wie bei Qual- λ -SThM ist auch bei dynamischem ST-SThM ein Stufen-Artefakt bei beiden Spitzentypen erkennbar (schwarze Pfeile in Abb. 4.11). Dies kann analog durch die sprunghaften Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen in direkter Stufennähe erklärt werden. Eine Auswertung des Signals in unmittelbarer Stufennähe ist daher nicht zielführend.

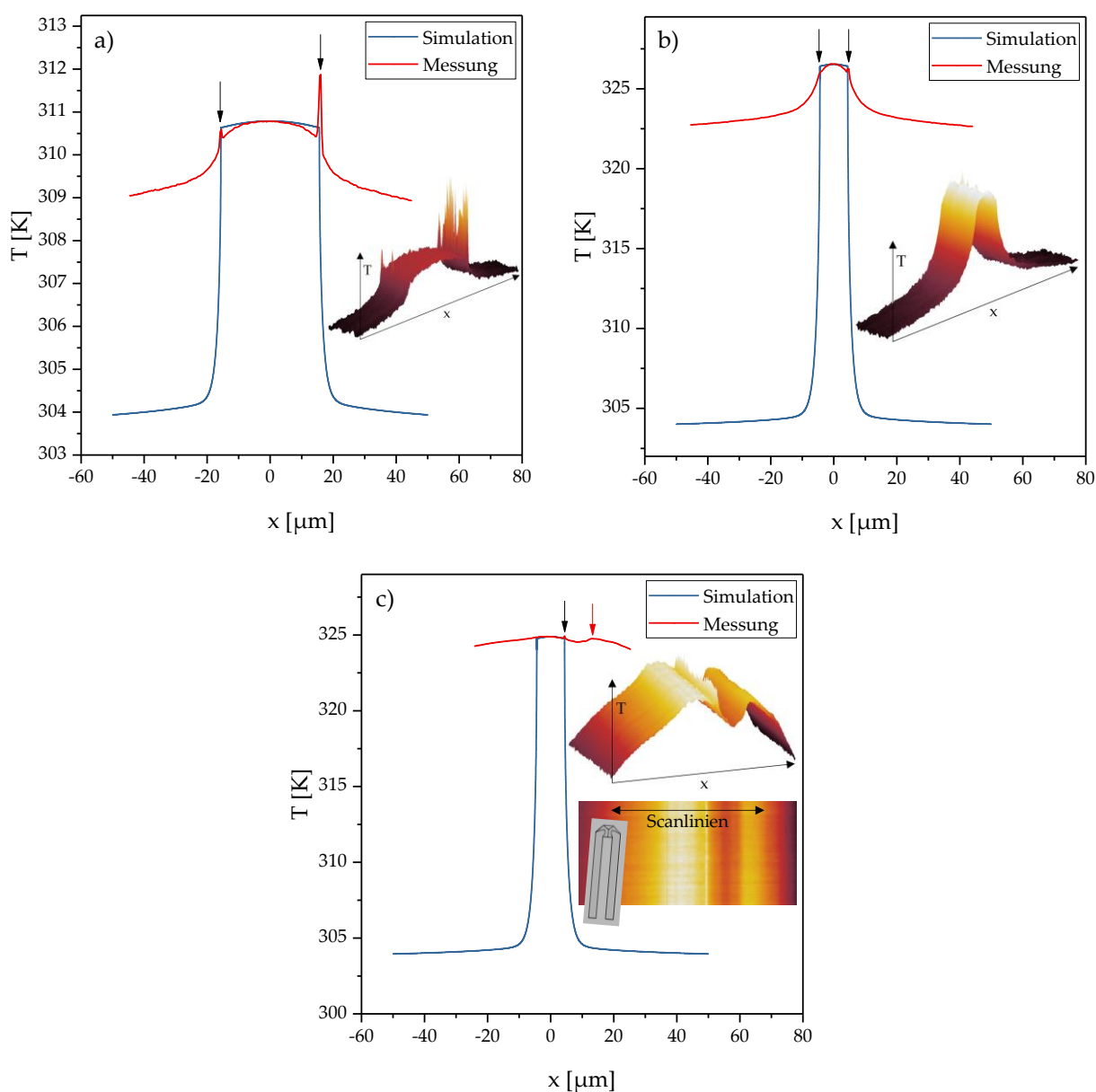


Abb. 4.11: Ergebnisse der dynamischen ST-SThM-Messungen an einem SiO_2 -Dünnschichtsample (2050 nm SiO_2 auf Bulk-Si) mit verschiedenen Spitzentypen an unterschiedlichen Heizern und Vergleich mit den simulierten Temperaturverläufen: a) Spitzentyp: GLA; nominale Heizerbreite: 30 μm ; Heizleistung: 2,44 W b) Spitzentyp: GLA; nominale Heizerbreite: 7,5 μm ; Heizleistung: 2,69 W c) Spitzentyp: NanoTA; nominale Heizerbreite: 7,5 μm ; Heizleistung: 2,50 W

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sich dynamisches ST-SThM an Luft mit der vorgestellten Kalibrierungsmethode nicht zur Detektierung von Oberflächentemperaturen an dünnen Heizerstrukturen eignet. Der praktische Nutzen der vorgestellten Methode ist daher im Wesentlichen beschränkt auf die qualitative Detektierung von Hotspots. Beim Vergleich zwischen den Spitzentypen GLA und NanoTA schneidet erstere an Luft wesentlich besser ab, trotz Schwierigkeiten bei der Erhaltung eines physikalischen Kontakts zwischen Spitze und Sample. Dieses Problem könnte durch den Spitzentyp KNT-SThM-2an als Nachfolger des Spitzentyps GLA behoben werden. Komplexere Kalibrierungsmethoden mit strukturabhängigen Korrekturfaktoren könnten sinnvolle ST-SThM-Messungen an Luft trotzdem möglich machen. Der Einsatzbereich von ST-SThM im Hochvakuum dürfte auf Grund des Wegfalls der Wärmeübertragung durch die Luft wesentlich umfangreicher sein. Hier ist quantitatives ST-SThM mit verschiedenen Spitzentypen (insbesondere mit dem Spitzentyp KNT-SThM-2an) und beliebig dünnen Heizerstrukturen denkbar, wie die Veröffentlichungen [122–125] darlegen. Die Schwierigkeiten hierbei dürften die gleichen sein, wie sie in Abschnitt 5.3.2 diskutiert werden.

4.5 Ergänzungen zu früheren Ergebnissen

In der eigenen Publikation [31] wurden Artefakte (insbesondere Stufen-Artefakte) bei Untersuchungen mit Dünnschichtsamples aus CuI, SiO₂ und h-BN analysiert. Die in Abschnitt 2.2.8 zusammengefassten Erkenntnisse aus [31] können nun um folgende Anmerkungen ergänzt werden:

- Stufen-Artefakte konnten durch eine Vielzahl weiterer Messungen bestätigt werden. Thermische Signale an vertikalen Stufen müssen daher immer kritisch hinterfragt werden oder dürfen bei der Auswertung nicht berücksichtigt werden.
- Für Drift-Artefakte konnte in [31] keine zufriedenstellende Erklärung geliefert werden. Die neuen Erkenntnisse in Abschnitt 3.1.3 zeigen, dass diese durch verschiedene Effekte erklärt werden können.
- Die gute Anwendbarkeit von SThM auf ultraflachen Samples ohne vertikale Stufen wurde bestätigt, ebenso wie die notwendige Hinterfragung von Ergebnissen bei Samples mit hohen Rauheiten.
- Welligkeits-Artefakte, die auch in [31] festgestellt wurden, konnten in weiteren Untersuchungen in Abschnitt 3.1.4 speziell bei neuen SThM-Spitzen vom Typ NanoTA beobachtet werden. Es wird vermutet, dass diese durch eine periodische Schwingung bzw. Torsion des Cantilevers und damit durch Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen verursacht werden.
- Neue Erkenntnisse in Abschnitt 4.2.1 zeigen, dass durch SThM an Dünnschichtsystemen der thermische Gesamtwiderstand des Schichtsystems gemessen wird, der sich aus den einzelnen thermischen Schicht- und Kontaktwiderständen zusammensetzt. Zeigt der Verlauf des thermischen Signals, dass der thermische Gesamtwiderstand zunimmt, bedeutet das nicht zwangsweise, dass die Wärmeleitfähigkeit der Dünnschicht abnimmt. Die Zunahme des thermischen Gesamtwiderstands kann genauso dadurch verursacht werden,

dass der thermische Schichtwiderstand der Dünnschicht $R_{th,Film}$ durch eine steigende Schichtdicke d_{Film} zunimmt, obwohl sich deren thermische Leitfähigkeit nicht ändert.

- Die Anwendbarkeit an ultradünnen Schichten aus h-BN konnte in weiteren Untersuchungen in Abschnitt 4.2.2 bestätigt werden.

4.6 Zusammenfassung

Zusammenfassend lassen sich aus allen SThM-Untersuchungen wertvolle Erkenntnisse ziehen. Aus den Voruntersuchungen in Kapitel 3 wurden anhand von über 300 SThM-Bildern mit verschiedenen Spitzentypen und Spitzenzuständen diverse Artefakt-Typen bei dynamischem SThM extrahiert sowie deren Identifizierung und Verringerung bzw. Vermeidung beschrieben. Darüber hinaus wurden Standardparameter sowohl für dynamische als auch für statische SThM-Messungen ermittelt. Durch diese Voruntersuchungen konnten dann die eigentlichen SThM-Messungen in Kapitel 4 durchgeführt werden. Es zeigte sich, dass sich der Spitzentyp NanoTA für die meisten Messungen in Luftumgebung vorteilhaft gegenüber dem Spitzentyp GLA verhält. Darüber hinaus konnten verschiedene SThM-Submodi erfolgreich angewandt werden. An Luft liefern TT-SThM, Qual- λ -SThM und Stat- λ -SThM (für thermische Leitfähigkeiten $< 5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$) gute Ergebnisse, während Stat- λ -SThM-DS, ST-SThM und Dyn- λ -SThM in Luftumgebung eher ungeeignet sind. Diese dürften sich eher für Messungen im Hochvakuum eignen. Durch TT-SThM konnten dadurch die Übergangstemperaturen diverser Kunststoffe gemessen werden, welche gut mit der Literatur übereinstimmen. Mittels Qual- λ -SThM wurden verschiedene Stufensamples vermessen, wodurch Auswirkungen eines Anneal-Prozesses auf Dünnschichten aus h-BN erforscht wurden. Dabei zeigte sich, dass sich die thermischen Kontaktwiderstände zwischen Substrat und Dünnschicht bei höheren Anneal-Temperaturen verringern, wobei der Prozess bei ca. 400 °C Anneal-Temperatur abgeschlossen zu sein scheint. Des Weiteren konnten wichtige Erkenntnisse bzgl. der Zusammensetzung des thermischen Signals an SiO₂-Stufensamples herausgefunden werden. So wird durch das SThM-Signal bei dünnen Schichten bis etwa 50 nm zum Großteil der thermische Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat gemessen, während das thermische Signal bei dickeren Schichten hauptsächlich aus dem thermischen Schichtwiderstand der Dünnschicht besteht. Schließlich konnten mittels Stat- λ -SThM diverse Hölzer, Kunststoffe, Gläser, Keramiken und Naturgesteine hinsichtlich der thermischen Leitfähigkeit charakterisiert werden. Ein Ergebnisvergleich mit der Literatur zeigt auch hier gute Übereinstimmungen.

5 Ergebnisse und Diskussion: FEM-Simulationen zu SThM

In diesem Kapitel wird ein detailliertes Simulationsmodell für SThM-Messungen mit dem Spizentyp NanoTA entwickelt. Durch die Analyse bestimmter Szenarien können dadurch einige Phänomene bei praktischen SThM-Messungen erklärt werden. Beim Simulationsmodell handelt es sich um eine Verfeinerung des Modells aus der eigens publizierten Arbeit [1]. Das Modell aus Abschnitt 5.1 dient als Standardmodell für alle weiteren Simulationen, wobei notwendige Änderungen zu diesem Standardmodell im jeweiligen Abschnitt beschrieben werden.

5.1 Verbessertes Simulationsmodell

Die Geometrie der in dieser Arbeit verwendeten SThM-Spitzen vom Typ NanoTA unterscheidet sich im Heizbereich leicht von der älteren Spitzengeneration, die in [1] simuliert wurde. Die Heizergeometrie wurde daher mittels einer REM-Analyse und mittels optischer Mikroskopie bestimmt (siehe Abb. 2.10) und im Simulationsmodell angepasst. Außerdem wird eine Cantilever-Neigung von 10° gegenüber der Sampleoberfläche berücksichtigt, was dem realen Messaufbau entspricht. Die Modellierung der komplexen SThM-Spitze erfolgte in der CAD-Software *SOLIDWORKS* mit anschließendem Transfer nach *COMSOL*. Das gesamte Simulationsmodell des Spizentyps NanoTA mit den zugehörigen Randbedingungen ist in Abb. 5.1 dargestellt.

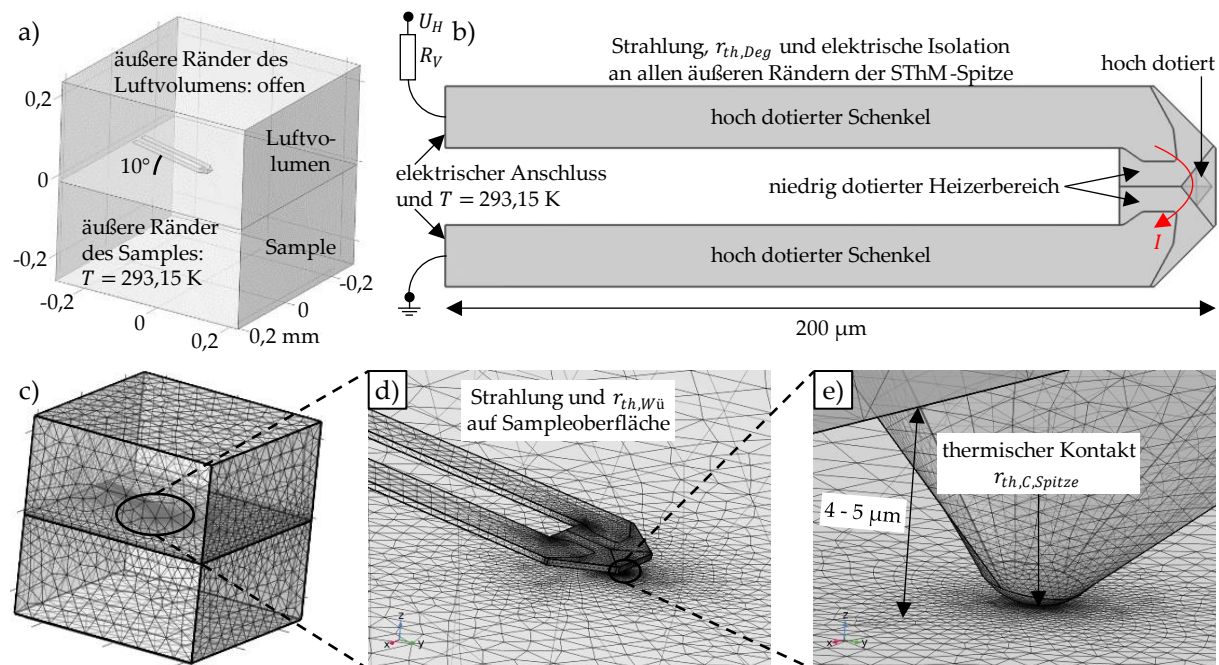


Abb. 5.1: Simulationsmodell des Spizentyps NanoTA: a) Gesamtmodell b) Draufsicht auf die SThM-Spitze c) Vernetzung des Gesamtmodells d) und e) Zoom in den Bereich des thermischen Kontakts zwischen Spitze und Sample

Die kreisförmige Kontaktfläche zwischen Spitze und Sample kann mittels Hertzscher Flächenpressung nach Abschnitt 2.1.3 berechnet werden und befindet sich auf dem halbkugelförmigen Spitzenbereich. Die Höhe der SThM-Spitze beträgt $5\ \mu\text{m}$ (neue SThM-Spitze) bzw. $4\ \mu\text{m}$ (gebrauchte SThM-Spitze). Der Cantilever ist in zwei niedrig dotierte Heizerbereiche und zwei hoch dotierte Schenkel aufgeteilt. Die Fläche zwischen den beiden Heizerbereichen ist elektrisch isolierend. Allen Bereichen des Cantilevers werden temperaturabhängige thermische und elektrische Leitfähigkeiten nach Abb. 5.2 zugewiesen, die an die Arbeiten von Stranz et al. [284] und Ohishi et al. [285] angelehnt sind. Die Dotierungen entsprechen dabei $10^{20}\ \text{cm}^{-3}$ und $10^{17}\ \text{cm}^{-3}$ [152]. Die Cantilever-Geometrie und die Materialkennwerte können nur sinnvoll abgeschätzt und mit der Literatur verglichen werden, da seitens des Herstellers keine Auskunft gegeben wird.

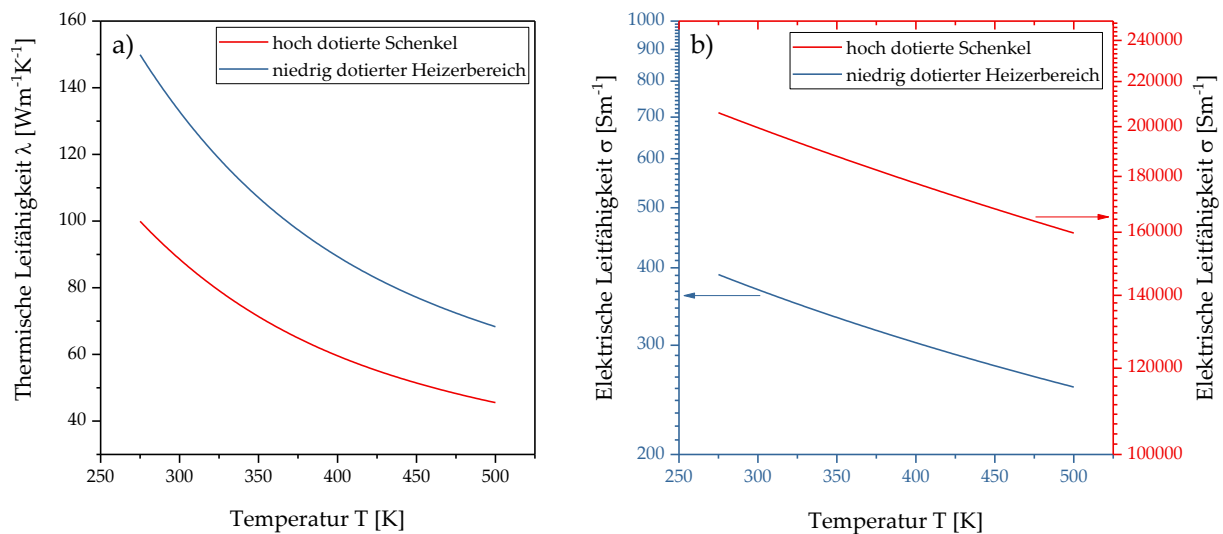


Abb. 5.2: Temperaturabhängige Materialparameter des Spitzentyps NanoTA im Simulationsmodell: a) Thermische Leitfähigkeit λ b) Elektrische Leitfähigkeit σ

Der thermische Kontakt zwischen Spitze und Sample befindet sich mittig im Luftvolumen, dessen Länge und Breite jeweils $0,5\ \text{mm}$ und die Höhe $0,25\ \text{mm}$ betragen. Alle äußeren Ränder des Luftvolumens werden als offene Ränder definiert. Als Material wird das in der COMSOL-Materialdatenbank vordefinierte *Air* verwendet. Außerdem wird die Schwerkraft in negative z -Richtung berücksichtigt. Die äußeren Ränder des Samples haben als Randbedingung eine Temperatur von $293,15\ \text{K}$ ($20\ ^\circ\text{C}$), ebenso wie die beiden elektrischen Anschlüsse des Cantilevers. Allen sonstigen Oberflächen des Cantilevers und der Sampleoberfläche wird Wärmestrahlung mit einem Emissionsgrad ϵ von $0,75$ auf Grundlage der Ergebnisse von Ravindra et al. [286] zugewiesen, wobei der Einfluss von Wärmestrahlung in Luftumgebung vernachlässigbar ist. Zur Berücksichtigung einer Degradationsschicht aus SiO_2 wird an allen Oberflächen der SThM-Spitze ein zusätzlicher spezifischer thermischer Widerstand $r_{th, Deg}$ von $2 \cdot 10^{-9}\ \text{m}^2\text{KW}^{-1}$ definiert. Dies entspricht einer realistischen Oxiddicke von $2\ \text{nm}$ mit einer thermischen Leitfähigkeit von $1\ \text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ($r_{th} = d/\lambda$). Da Degradationsschichten oder Verunreinigungen auch auf der Sampleoberfläche vorhanden sein können, beträgt hier der spezifische Wärmeübergangswiderstand $r_{th, W\ddot{u}}$ standardmäßig $1 \cdot 10^{-9}\ \text{m}^2\text{KW}^{-1}$. Mögliche ballistische Effekte des Wärmetransports werden vernachlässigt, wie es in der Arbeit von Tovee et al. mit

einem ähnlichen Simulationsmodell nachvollziehbar begründet wird [173]. Auf der Kontaktfläche zwischen Spitze und Sample befindet sich ein spezifischer thermischer Kontaktwiderstand $r_{th,c,Spitze}$. Werte für $r_{th,c,Spitze}$ sind stark von der jeweiligen Materialkombination, Degradation, Verunreinigungen etc. abhängig und schwanken in der Literatur zwischen $1 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $1 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ [77,78,107]. Standardmäßig wird daher $1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ angenommen. Eine Spannungsquelle versorgt die Reihenschaltung aus dem Vorwiderstand $R_V = 1,2 \text{ k}\Omega$ und der SThM-Spitze mit der Versorgungsspannung $U_H = 4,75 \text{ V}$. Dadurch ergibt sich ein Stromfluss, der nach dem Jouleschen Gesetz zur Erwärmung der SThM-Spitze führt. Die Simulation der konvektiven Luftströmung wird ebenfalls definiert. Die Vernetzung wird so gewählt, dass eine weitere Verfeinerung keine nennenswerten Unterschiede mehr ergibt. Alle Simulationen werden als stationäre Studie mit Parametersweeps durchgeführt. Abb. 5.3 zeigt elektrische und thermische Ergebnisbilder exemplarisch für das Standardmodell mit Szenario 3 nach Tab. 5.1 und einer thermischen Leitfähigkeit des Samples von $1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

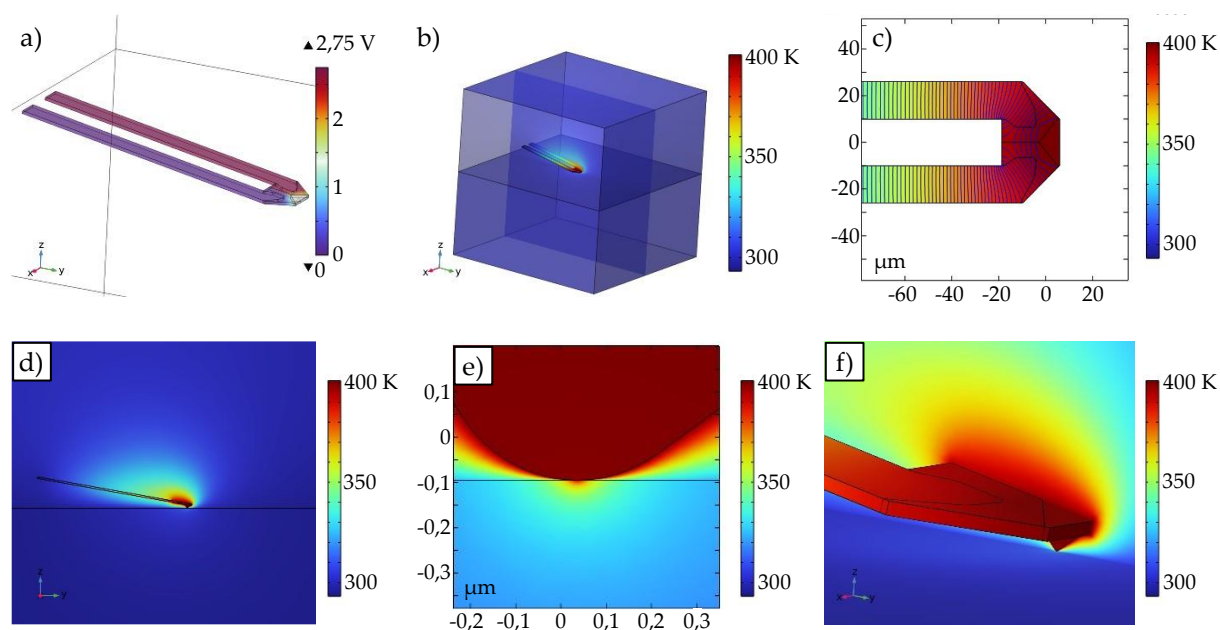


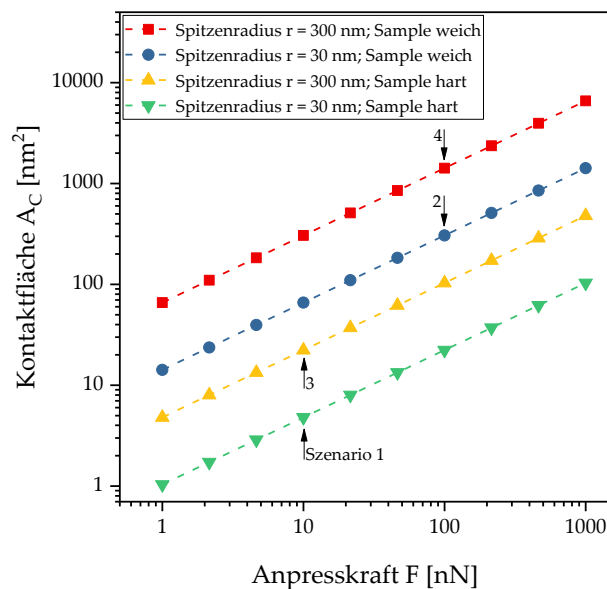
Abb. 5.3: Ergebnisbilder der FEM-Simulationen exemplarisch für das Standardmodell mit Szenario 3 und einer thermischen Leitfähigkeit des Samples von $1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$: a) Spannungsabfall über der SThM-Spitze b) Übersicht über die Temperaturverteilung des gesamten FEM-Modells c) Draufsicht der Temperaturverteilung von Cantilever und Heizerbereich mit Isothermen d) Seitenansicht der Temperaturverteilung e) Zoom in den Kontaktbereich zwischen Spitze und Sample f) 3D-Ansicht der Temperaturverteilung des Bereichs um den Heizer

Für die weiteren Abschnitte werden realistische Szenarien des thermischen Kontakts kreiert, die in Tab. 5.1 dargestellt sind. Die Kontaktflächen zwischen Spitze und Sample A_C können mit den Gleichungen (2.14) und (2.15) berechnet werden. Für die Spitze aus Si werden dabei die Materialparameter $E_1 = 131 \text{ GPa}$ und $\nu_1 = 0,221$ zugrundegelegt [287]. Für ein hartes Sample wie beispielsweise h-BN werden $E_2 = 850 \text{ GPa}$ auf Grundlage von [288] und $\nu_2 = 0,2$ auf Grundlage von [289] angenommen, während für ein weiches Sample wie beispielsweise Kunststoff $E_2 = 2 \text{ GPa}$ und $\nu_2 = 0,4$ jeweils auf Grundlage von [272] herangezogen werden.

Tab. 5.1: Beschreibung der simulierten Kontaktszenarien

Szenario	Beschreibung	Spitzenradius r	Kontaktfläche A_C
1: neu, min.	neue SThM-Spitze auf hartem Sample, Anpresskraft $F = 10$ nN	30 nm	4,8 nm ²
2: neu, max.	neue SThM-Spitze auf weichem Sample, Anpresskraft $F = 100$ nN	30 nm	306,0 nm ²
3: gebraucht, min.	gebrauchte SThM-Spitze auf hartem Sample, Anpresskraft $F = 10$ nN	300 nm	22,3 nm ²
4: gebraucht, max.	gebrauchte SThM-Spitze auf weichem Sample, Anpresskraft $F = 100$ nN	300 nm	1420,4 nm ²

Eine graphische Darstellung der $A_C(F)$ -Kurven für die vier Kombinationen (neue SThM-Spitze/gebrauchte SThM-Spitze auf weichem/hartem Sample) findet sich in Abb. 5.4. Die Kontaktflächen A_C der vier Szenarien aus Tab. 5.1 sind darin markiert.

Abb. 5.4: $A_C(F)$ -Kurven für die vier Szenarien aus Tab. 5.1 in Anlehnung an [1,290]

5.2 Vergleich des Standardmodells mit praktischen SThM-Messungen

Der Vergleich in Tab. 5.2 zwischen der Standardsimulation und praktischen Messungen zeigt trotz der fehlenden Herstellerangaben eine gute Übereinstimmung. Da sich jede SThM-Spitze herstellungsbedingt leicht anders verhält, kann es auch nicht „das eine richtige“ Simulationsmodell geben. Der Zweck der Simulationen ist aber auch nicht das exakte Nachsimulieren einer praktischen Messung. Die Simulationen sollen vor allem zum Verständnis der Methode beitragen und bestimmte Phänomene erklären können. Dazu ist das vorhandene Simulationsmodell gut geeignet, wie sich im weiteren Verlauf zeigen wird.

Tab. 5.2: Vergleich zwischen Standardsimulation und praktischen Messungen bei Kontakt mit einem Sample mit $\lambda = 0,23 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (PA 6) und einer angelegten Versorgungsspannung von $U_H = 4,75 \text{ V}$

	Simulation		Messung mit verschiedenen SThM-Spitzen		
	Szenario 1	Szenario 4	NanoTA-1	NanoTA-2	NanoTA-3
T_{Spitze}	411 K	409 K	390 K	393 K	395 K
$\Delta R = R_{NC} - R_C$	88 Ω	95 Ω	103 Ω	123 Ω	104 Ω
R_{NC}	1,764 k Ω	1,764 k Ω	1,778 k Ω	1,800 k Ω	1,676 k Ω

Das hier vorgestellte Modell kann im Vergleich zu den Modellen anderer Forscher [173,179,291] und dem Modell in der eigens publizierten Arbeit [1] als komplexer eingestuft werden und macht es daher möglich, einen Vergleich zu praktischen SThM-Messungen dieser Arbeit herzustellen. Dies wäre mit den teilweise stark vereinfachten Modellen aus der Literatur nicht möglich. So berechneten Kim und King [291] beispielsweise die Wärmeübergangskoeffizienten der Außenflächen einer ähnlichen SThM-Spitze. Durch Verwendung dieser Werte könnte die Luftströmung und damit der Luftblock vernachlässigt werden, was die Simulation vereinfacht und die Rechendauer erheblich verkürzt. Für den Cantilever wurde in [291] etwa $2000 \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und für den niedrig dotierten Heizerbereich etwa $7000 \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ berechnet. Eine Vergleichssimulation mit diesen Werten zeigt, dass der elektrische Widerstand der SThM-Spitze zwar etwa im gleichen Bereich liegt, jedoch fällt der Maximalwert von $\Delta R = R_{NC} - R_C$, der sich bei hohen thermischen Leitfähigkeiten des Samples einstellt, wesentlich geringer aus als mit dem in dieser Arbeit verwendeten komplexeren Modell. Dies dürfte daran liegen, dass die Wärmeübergangskoeffizienten in der Realität nicht konstant sind, sondern auch vom jeweiligen Samplematerial abhängen. Die Werte aus [291] scheinen also in einem realistischen Bereich zu liegen, eine derartige Vereinfachung durch die Eliminierung des Luftblocks mitsamt Strömungssimulation ist für die in der vorliegenden Arbeit simulierten Szenarien aber nicht hinreichend genau. Für die Ziele anderer Forscher sind derart vereinfachte Modelle aber durchaus ausreichend. So sollte eine Simulation im Hinblick auf die konkrete Zielsetzung immer so komplex wie nötig, aber so einfach wie möglich sein.

5.3 Simulation von Kalibrierungskurven in Luftumgebung und Vergleich mit Kalibrierungskurven im Hochvakuum

5.3.1 Kalibrierungskurven in Luftumgebung

Zur Simulation der Kalibrierungskurven an Luft werden Parametersweeps durchgeführt. Dazu wird die Wärmeleitfähigkeit des Samples λ von $0,01 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ bis $1000 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, $r_{th,Wü}$ zwischen $10^{-7} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $10^{-11} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $r_{th,C,Spitze}$ zwischen $10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $10^{-10} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ variiert. Die Berechnung eines Graphenpunktes erfolgt durch $(R_{NC} - R_C)/R_C = \Delta R/R_C$, wobei die R_C -Werte durch eine Berechnungsroutine innerhalb von COMSOL als Oberflächenmittelwert des elektrischen Anschlusses mittels $R = U/I$ erlangt werden. R_{NC} beträgt 1,764 k Ω , wie

es in Abschnitt 5.4 mit einem NC-Abstand von ≥ 1 mm simuliert wird. Abb. 5.5 zeigt die durch Parametersweeps simulierte Kalibrierungskurven für alle Szenarien aus Tab. 5.1 für $r_{th,W\ddot{u}} = 10^{-9} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$. Aus den Kalibrierungskurven könnte leicht ein analog verlaufendes $R_C(\lambda)$ -Diagramm mittels $R_C = R_{NC}/(1 + \Delta R/R_C)$ berechnet werden, wobei $\Delta R/R_C$ jeweils der y-Koordinate eines Graphenpunktes entspricht. In den praktischen Messungen wurde zur Eliminierung des thermischen Drifts und von Schwankungen der Umgebungsbedingungen allerdings mit $(\Delta R/R_C)(\lambda)$ -Diagrammen gerechnet, weshalb hier aus Konsistenzgründen die gleiche Darstellungsweise gewählt wird.

Es fällt auf, dass die Kalibrierungskurven für harte Samples in Abb. 5.5 a) und c) sowohl für eine neue als auch für eine gebrauchte SThM-Spitze relativ unabhängig von $r_{th,C,Spitze}$ sind. Für weiche Samples in Abb. 5.5 b) und d), also größere Kontaktflächen, zeigt sich bei thermischen Leitfähigkeiten ab ca. $10 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ein gewisser Einfluss von $r_{th,C,Spitze}$. Dies lässt sich dadurch erklären, dass der Anteil des Wärmestroms durch die Kontaktfläche von nahezu 0 % bei geringen thermischen Leitfähigkeiten auf bis zu ca. 13 % bei $1000 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (Szenario 4) steigt, wie es in Abb. 5.5 f) dargestellt ist. Dieser steigende Anteil spiegelt sich auch in den Kalibrierungskurven wider. Da es sich jedoch bei vielen thermisch hochleitfähigen Samples um Metalle mit wesentlich höheren E-Modulen als in den Szenarien 2 und 4 handelt, sind derartig große Abhängigkeiten der Kalibrierungskurven von $r_{th,C,Spitze}$ in der Realität kaum zu erwarten. Ein Einfluss von $r_{th,W\ddot{u}}$ ist über die gesamten Graphenverläufe unabhängig vom Szenario kaum erkennbar, wobei $r_{th,C,Spitze}$ teilweise auch von $r_{th,W\ddot{u}}$ abhängt. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde daher auf eine Darstellung der restlichen Graphen mit $r_{th,W\ddot{u}} = 10^{-7} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ bzw. $10^{-11} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ verzichtet. Der gesamte von der SThM-Spitze abfließende Wärmestrom $\dot{Q}_{Spitze,ab}$ (exklusive der Wärmeströme durch die beiden elektrischen Anschlüsse mit $T = 293,15 \text{ K}$) und die Temperaturerhöhung des Heizerbereichs zur Umgebungstemperatur ΔT_{Spitze} in Abhängigkeit der thermischen Leitfähigkeit des Samples λ sind in Abb. 5.5 e) dargestellt. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die simulierten Graphenverläufe gut mit den gemessenen Kalibrierungskurven in Abb. 3.18, Abb. 4.6 und Abb. 4.8. übereinstimmen und das Simulationsmodell daher der Realität recht gut entsprechen dürfte. Eine essentielle Erkenntnis aus den Simulationen ist zudem die Feststellung, dass fast die komplette Wärmeübertragung durch die Luft und nicht durch die Kontaktfläche stattfindet. Dies stimmt überein mit den Untersuchungen anderer Forscher [148].

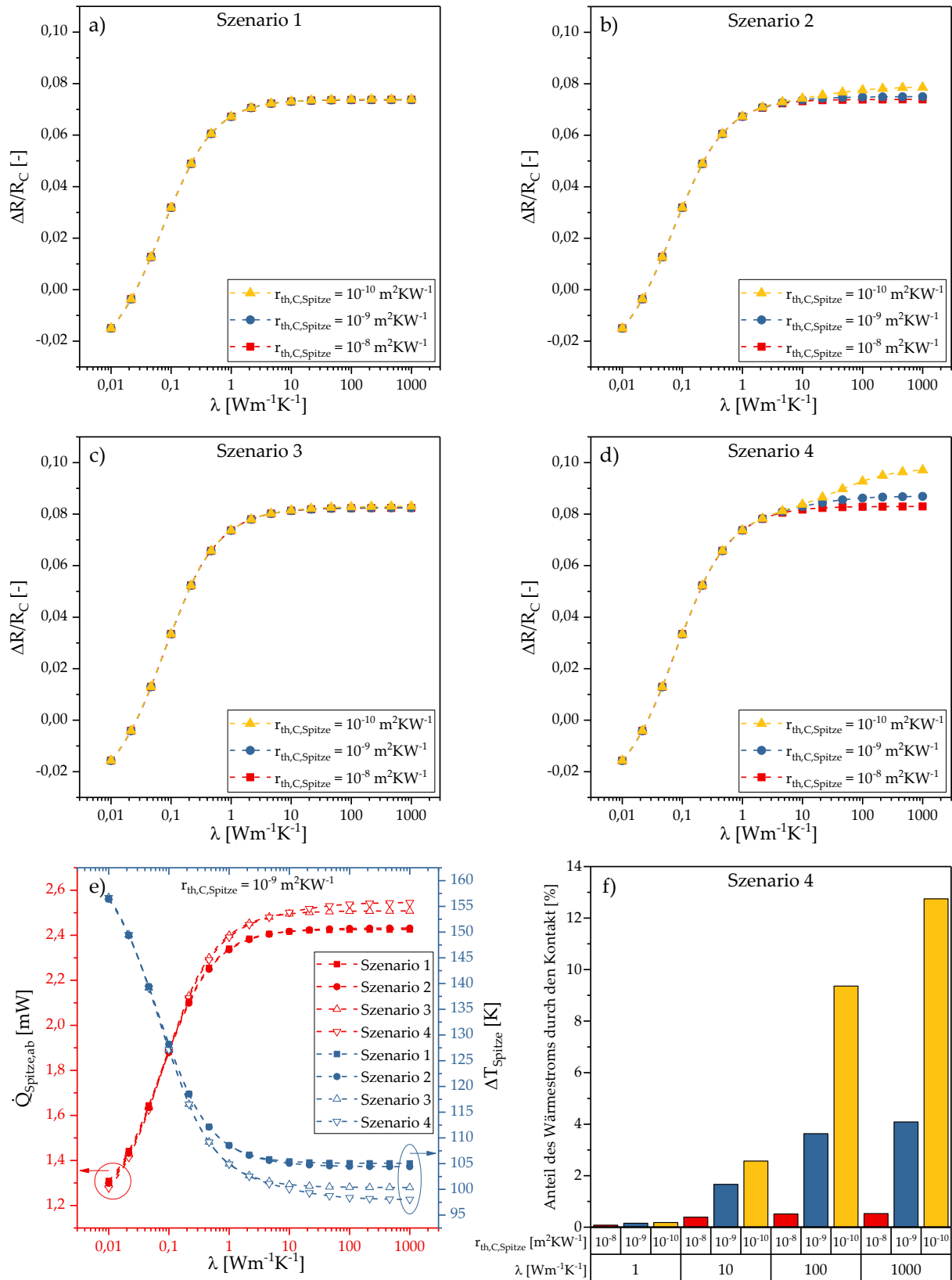


Abb. 5.5: Ergebnisse der FEM-Simulationen des Spitzentyps NanoTA in Luftumgebung für $r_{th,Wü} = 10^{-9} m^2KW^{-1}$: a) bis d) Kalibrierungskurven für alle Szenarien aus Tab. 5.1 mit weiteren Parametersweeps e) $\dot{Q}_{Spitze,ab}(\lambda)$ - und $\Delta T_{Spitze}(\lambda)$ -Graphen f) Anteil des Wärmestroms durch die Kontaktfläche bei verschiedenen Parametern

5.3.2 Kalibrierungskurven im Hochvakuum

Zur Simulation der Kalibrierungskurven im Hochvakuum kann der Luftblock und damit auch die Strömungssimulation entfernt werden. Die Wärmeübertragung zwischen SThM-Spitze und Sample erfolgt dadurch nur über die Kontaktfläche, die von $3,14 \text{ nm}^2$ bis $1608,50 \text{ nm}^2$ variiert wird. Dieser Bereich deckt alle Szenarien aus Tab. 5.1 ab. Durch einen zusätzlichen Parametersweep werden $r_{th,C,Spitze}$ von $10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ bis $10^{-10} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und die thermische Leitfähigkeit des Samples λ von $0,01 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ bis $1000 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ variiert. Im Hochvakuum wäre eine sinnvolle Darstellung der Kalibrierungskurven allein durch R_C denkbar, da die Schwankungen in den Umgebungsbedingungen eliminiert werden, wobei trotzdem ein leichter thermischer Drift der SThM-Spitze zu erwarten wäre. Deshalb und zum besseren Vergleich mit den Kalibrierungskurven in Luftumgebung wird an dieser Stelle ebenfalls die Darstellung mit $\Delta R/R_C$ gewählt. Der simulierte Wert von R_{NC} beträgt dabei $1,896 \text{ k}\Omega$ und ist damit höher als bei den Simulationen in Luftumgebung ($R_{NC} = 1,764 \text{ k}\Omega$). Abb. 5.6 zeigt die daraus entstandenen Kalibrierungskurven. Verglichen mit den Graphen in Luftumgebung fällt $\Delta R/R_C$ und somit auch ΔR für alle simulierten Fälle im Hochvakuum wesentlich geringer aus, da der große Anteil der Wärmeübertragung durch die Luft wegfällt.

Aus Abb. 5.6 a) bis c) wird deutlich, dass eine größere Kontaktfläche A_C zu einer enormen Streckung der Kalibrierungskurven auf der $\Delta R/R_C$ -Achse führt, da durch eine größere Kontaktfläche mehr Wärme übertragen werden kann. Ist der spezifische thermische Kontaktwiderstand zwischen Spitze und Sample $r_{th,C,Spitze}$ kleiner, so führt dies ebenfalls zu einer Streckung auf der $\Delta R/R_C$ -Achse und die maximalen Sensitivitäten der Kalibrierungskurven (maximale Steigungen) verschieben sich in Richtung steigender thermischer Leitfähigkeiten λ des Samples. Die maximalen Sensitivitäten liegen, verglichen mit den Kurven in Luftumgebung, generell bei wesentlich höheren λ -Werten. Im Gegenzug dazu ist aber der gesamte von der SThM-Spitze abfließende Wärmestrom $\dot{Q}_{Spitze,ab}$ (exklusive der Wärmeströme durch die beiden elektrischen Anschlüsse mit $T = 293,15 \text{ K}$) und damit die Widerstandsänderung ΔR wesentlich kleiner als in Luftumgebung, wie es aus Abb. 5.6 d) deutlich wird. Die Temperatur der Spitze T_{Spitze} ist daher bei gleicher Versorgungsspannung auch wesentlich höher, der Wertebereich von ΔT_{Spitze} aber wesentlich geringer. Aus Abb. 5.6 d) wird zudem deutlich, dass die Graphenverläufe aller hier simulierten Szenarien aus Tab. 5.1 wesentlich unterschiedlicher sind als die Graphenverläufe in Luftumgebung in Abb. 5.5 e). Dies trifft ebenfalls auf die Kalibrierungskurven dieser vier Szenarien in Abb. 5.6 a) bis c) zu, welche in der Legende fett hervorgehoben sind. Durch eine Messung im Hochvakuum könnten also vor allem Materialien mit hohen Wärmeleitfähigkeiten charakterisiert werden, was in Luftumgebung auf Grund der Sensitivitätsmaxima bei kleinen thermischen Leitfähigkeiten des Samples λ nicht möglich ist. Die Simulationen legen jedoch einige Schwierigkeiten von Vakuummessungen offen. Sie bestehen einerseits daraus, dass eine zuverlässige Messung der teilweise sehr kleinen Werte von ΔR (im $\text{m}\Omega$ -Bereich bei kleinen A_C - und großen $r_{th,C,Spitze}$ -Werten) Probleme bereiten könnte. Andererseits müssten alle Samples inklusive der Kalibrierungssamples auch möglichst identische Härten bzw. E-Module aufweisen, damit die Kontaktflächen A_C kaum

schwanken. Die Oberflächenrauheit aller Samples müsste zudem sehr gering sein, um Unterschiede in $r_{th,C,Spitze}$ gering zu halten. Treffen diese Voraussetzungen nicht zu, so würden die $\Delta R/R_C$ -Werte selbst bei zwei Samples mit identischer thermischer Leitfähigkeit exorbitant schwanken, sodass eine Erstellung von Kalibrierungskurven unmöglich wäre.

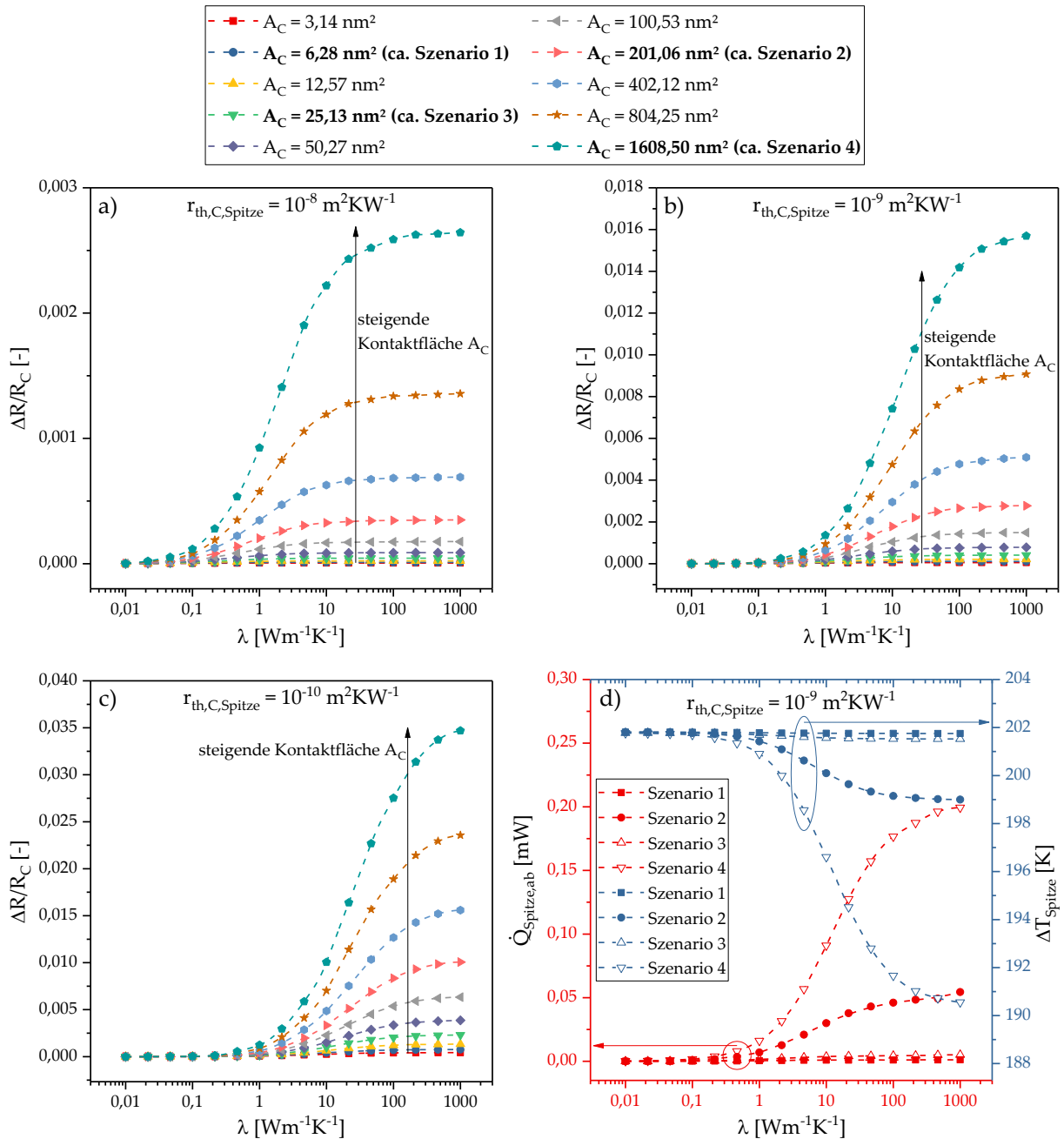


Abb. 5.6: Ergebnisse der FEM-Simulationen des Spitzentyps NanoTA im Hochvakuum: a) bis c) Kalibrierungskurven für verschiedene Kontaktflächen A_C und verschiedene spezifische thermische Kontaktwiderstände zwischen Spitze und Sample $r_{th,C,Spitze}$ d) $\dot{Q}_{Spitze,ab}(\lambda)$ - und $\Delta T_{Spitze}(\lambda)$ -Graphen

5.4 Simulation verschiedener NC-Szenarien in Luftumgebung

Diese Simulationen werden zur Bestimmung des elektrischen Widerstands der SThM-Spitze in Abhängigkeit der Entfernung zur Sampleoberfläche d_{NC} durchgeführt. Die Spitze ist dabei also nicht im Kontakt mit dem Sample. Dazu wird d_{NC} durch einen Parametersweep von $1\ \mu\text{m}$ bis $3000\ \mu\text{m}$ variiert. Außerdem werden die Abmessungen des Luftraums auf $10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$ und eine Höhe von $20\ \text{mm}$ erweitert, während das Sample die Abmessungen $10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$ hat. Die Berechnung von R_{NC} erfolgt wiederum innerhalb von COMSOL als Oberflächenmittelwert des elektrischen Anschlusses mittels $R = U/I$. Die Simulation wird mit einer neuen und einer gebrauchten SThM-Spitze durchgeführt, wobei hier kein nennenswerter Unterschied festgestellt werden kann. Aus Gründen der Übersichtlichkeit werden daher nur die Graphen der Simulation mit einer gebrauchten SThM-Spitze dargestellt. Zusätzlich wird der Einfluss der thermischen Leitfähigkeit des darunter liegenden Samples untersucht. Die Ergebnisse der Simulation sind in Abb. 5.7 a) dargestellt. Abb. 5.7 b) zeigt zum Vergleich die gemessenen Graphenverläufe aus Abb. 3.16 a).

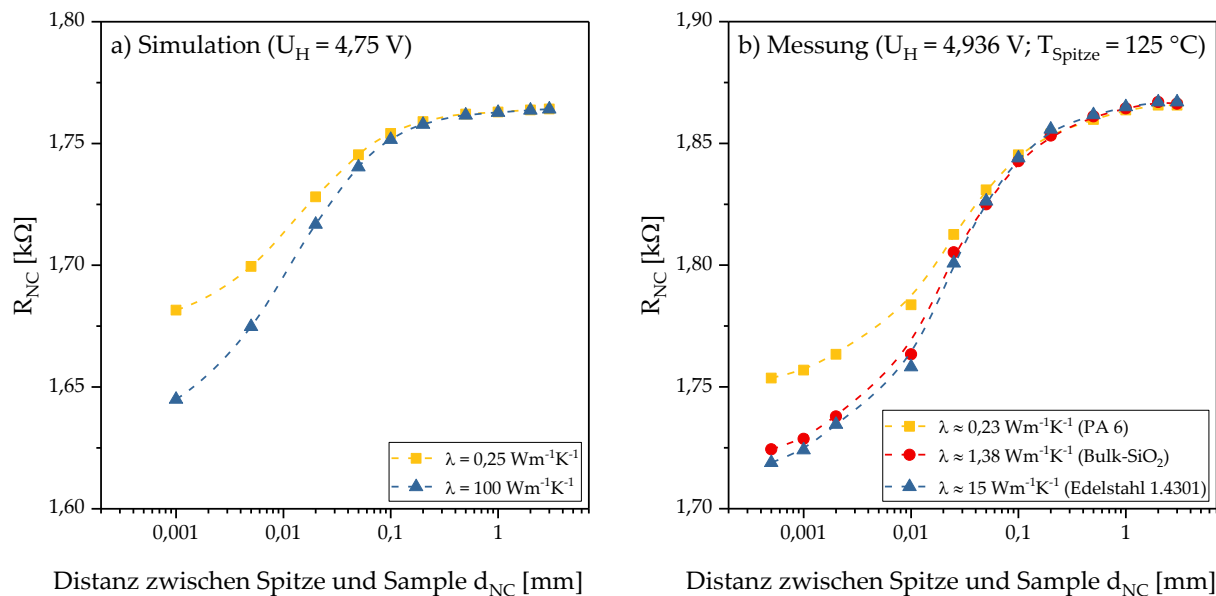


Abb. 5.7: Elektrischer Widerstand der SThM-Spitze R_{NC} in Abhängigkeit der Distanz zur Sampleoberfläche d_{NC} für Samples mit verschiedenen thermischen Leitfähigkeiten λ : a) Simulation b) Vergleichsmessung aus Abb. 3.16

Aus Abb. 5.7 zeigt sich eine qualitativ gute Übereinstimmung der Graphenverläufe zwischen den simulierten und gemessenen Kurven, wobei die Heizerspannung U_H bei der praktischen Messung etwas höher war. Sowohl aus der Simulation in Abb. 5.7 a) als auch aus der Messung in Abb. 5.7 b) wird deutlich, dass die Wärmeleitfähigkeit des Samples bei geringen Distanzen großen Einfluss hat, während ab d_{NC} -Werten von etwa $1\ \text{mm}$ kein Unterschied mehr erkennbar ist. Zudem kann R_{NC} für $d_{NC} > 1\ \text{mm}$ als gesättigt angesehen werden. Der gesättigte Wert in der Simulation beträgt $1,764\ \text{k}\Omega$ und wird als R_{NC} -Wert zur Berechnung der Kalibrierungskurven in Abschnitt 5.3.1 herangezogen. Der thermische Widerstand der SThM-Spitze in der NC-Simulation lässt sich durch $R_{th,Spitze} = \Delta T_{Spitze}/P$ berechnen, wobei ΔT_{Spitze} die Erhöhung der Durchschnittstemperatur des Heizerbereichs durch die Heizleistung P ist. Zhang et al.

simulierten hierfür einen Wert von $4,13 \cdot 10^4 \text{ KW}^{-1}$ [179], während Tovee et al. $2,34 \cdot 10^4 \text{ KW}^{-1}$ [173] ermittelten. Der anhand der vorliegenden Simulation berechnete Wert beträgt $3,4 \cdot 10^4 \text{ KW}^{-1}$ und liegt damit zwischen den Werten dieser beiden Publikationen. Da sich ohnehin jede SThM-Spitze herstellungsbedingt etwas anders verhält, schwanken die realen thermischen Widerstände ebenfalls. Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die NC-Simulationen durch die gute Übereinstimmung der $R_{NC}(d_{NC})$ -Kurven zwischen Simulation und Messung und auf Grund des Vergleichs mit der Literatur als aussagekräftig angesehen werden können.

5.5 Simulation des Einflusses von Oberflächenrauheiten und Stufen in Luftumgebung

Diese Beispielszenarien zeigen, welchen Einfluss die Rauheit des Samples auf den elektrischen Widerstand der SThM-Spitze und damit auf SThM-Messungen hat. Dazu wird eine Vertiefung bzw. eine Erhebung unterhalb der Spitze platziert und diese Konfiguration für verschiedene Szenarien aus Tab. 5.1 simuliert. Dadurch werden Fälle dargestellt, in denen sich die Spitze beispielsweise zwischen oder auf einer Polierrible befindet. Die Spitze befindet sich genau mittig auf bzw. in der Stufe mit einer Höhe von $2 \mu\text{m}$ und einer Breite von $10 \mu\text{m}$. Der elektrische Widerstand der SThM-Spitze und damit $\Delta R/R_C$ wird für verschiedene Wärmeleitfähigkeiten des Samples in COMSOL berechnet. Interpoliert man nun mit diesen $\Delta R/R_C$ -Werten die thermische Leitfähigkeit des Samples aus den simulierten Graphenpunkten in Abb. 5.5 a) und c) (jeweils für $r_{th,C,Spitze} = r_{th,Wü} = 10^{-9} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$), so ergeben sich die verfälschten Wärmeleitfähigkeiten λ_{Stufe} . Die Interpolation wurde in MATLAB mittels der Spline-Funktion durchgeführt. Abb. 5.8 zeigt die sich ergebenden $\lambda_{Stufe}(\lambda_{Sim})$ -Graphen, wobei λ_{Sim} die tatsächliche, im Simulationsprogramm eingegebene thermische Leitfähigkeit des gesamten Samples ist.

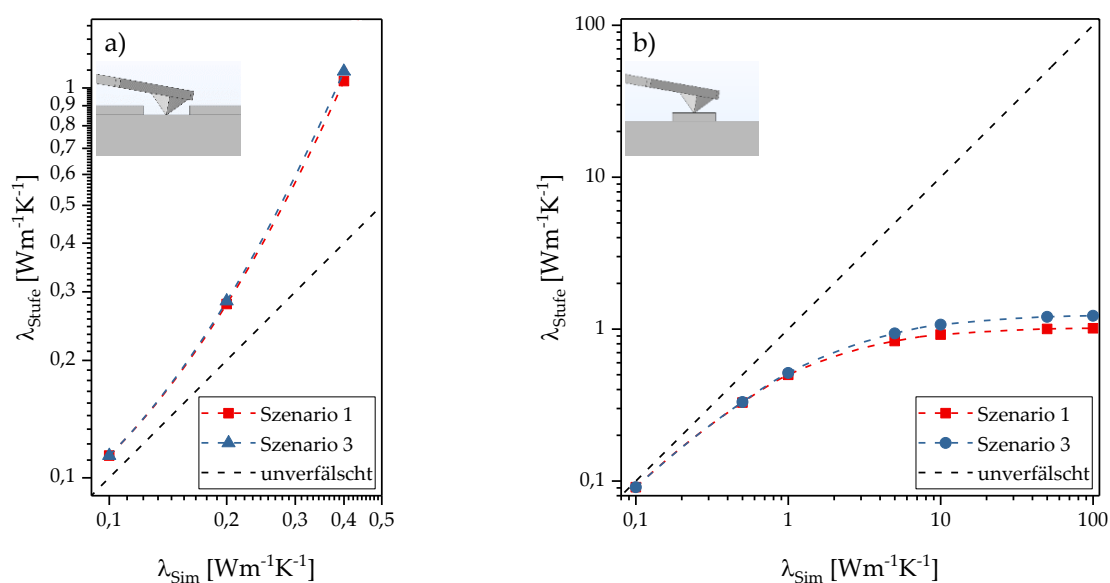


Abb. 5.8: Simulation des Einflusses von Oberflächenrauheiten: a) Vertiefung b) Erhebung

Liegt ein Graphenpunkt nahe den schwarz gestrichelten Geraden mit Steigung 1, so ist λ_{Stufe} kaum verfälscht. Dies ist vor allem für geringe Wärmeleitfähigkeiten λ_{sim} der Fall. Je höher λ_{sim} , desto höher ist auch der Einfluss durch die Stufe, sowohl bei einer Erhebung als auch bei einer Vertiefung. Durch die Vertiefung wird die thermische Leitfähigkeit des Samples überschätzt, da das Sample effektiv näher an der SThM-Spitze ist und so mehr Wärme durch die Luft übertragen werden kann. Bei einer Erhebung ist genau das Gegenteil der Fall. Bei der Vertiefung kann für λ_{sim} größer als etwa $0,5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ kein Wert mehr für λ_{Stufe} ermittelt werden, da die $\Delta R/R_C$ -Werte über dem Maximalwert der Kalibrierungskurven liegen. Zusammenfassend wird aus diesen Simulationen also deutlich, dass Stufen bzw. Rauheiten im μm -Bereich, wie sie durch Verunreinigungen, Polierillen, Oberflächenrauheiten oder auch bewusst gewählte Geometrien entstehen, bedeutenden Einfluss auf die gemessenen thermischen Leitfähigkeiten haben. Bereits bei gering wärmeleitfähigen Kunststoffen ist der Einfluss nicht zu vernachlässigen. Alle Samples sollten deshalb eine möglichst glatte und saubere Oberfläche aufweisen bzw. möglichst fein poliert sein. Die in Abb. 3.19 bei Rauheiten von $R_a > 100 \text{ nm}$ festgestellten hohen Schwankungen der $\Delta R/R_C$ -Signale können ebenfalls durch diesen Effekt erklärt werden. Im Hochvakuum bei Rauheiten im μm -Bereich sollte dieses Phänomen nicht vorhanden sein, da keine Wärme durch Luft übertragen wird. Rauheiten im nm -Bereich, die die Kontaktfläche A_C und den spezifischen thermischen Kontaktwiderstand zwischen Spitze und Sample $r_{th,C,Spitze}$ direkt beeinflussen, führen aber ebenfalls zu einer starken Verfälschung der gemessenen Werte im Hochvakuum, wie es aus Abb. 5.6 a) bis c) abgeleitet werden kann.

5.6 Zusammenfassung

Die in den vorherigen Abschnitten präsentierten Vergleiche zwischen den Simulationen und praktischen Messwerten und Feststellungen zeigen, dass das Simulationsmodell gut mit der Realität übereinstimmt, obwohl einige Parameter wie beispielsweise temperaturabhängige Materialkennwerte mit Hilfe der wissenschaftlichen Literatur abgeschätzt werden mussten. Ein Universalmodell kann es auf Grund der herstellungsbedingten Abweichungen von SThM-Spitze zu SThM-Spitze ohnehin nicht geben. Ziel der Simulationen ist es daher auch nicht, Messsituationen exakt nachzusimulieren, sondern vielmehr das Verstehen der Methode, das Ziehen von sinnvollen Rückschlüssen und damit die Evaluierung des Einsatzbereiches von SThM mit dem Spitzentyp NanoTA. Dies konnte durch die Simulationen erreicht werden.

Die Simulationen in Abschnitt 5.3.1 zeigen, dass durch quantitatives SThM in Luftumgebung Samples bis etwa $5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ sinnvoll vermessen werden können. Dies stimmt überein mit den praktischen Messungen in Abschnitt 4.3.1. In diesem Bereich haben thermische Kontaktwiderstände zwischen Spitze und Sample, Wärmeübergangswiderstände des Samples und die Härte bzw. das E-Modul des Samples kaum Einfluss auf die Kalibrierungskurven. Bei höheren thermischen Leitfähigkeiten sinkt die Sensitivität der Kalibrierungskurven einerseits stark, andererseits nimmt auch der Einfluss von $r_{th,C,Spitze}$ und der Härte bzw. des E-Moduls des Samples zu. Eine sehr wichtige Erkenntnis bei SThM in Luftumgebung ist zudem die Feststellung, dass fast die komplette Wärmeübertragung durch die Luft und nicht durch die Kontaktfläche stattfindet. Für Messungen im Hochvakuum lässt sich aus Abschnitt 5.3.2 feststellen, dass sich

der Einsatzbereich von SThM für Samples mit höheren Wärmeleitfähigkeiten zwar theoretisch erweitern dürfte, jedoch könnte die Erstellung von sinnvollen Kalibrierungskurven wesentlich schwieriger sein als in Luftumgebung. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Kalibrierungskurven im Hochvakuum wesentlich stärker von $r_{th,c,Spitze}$ und der Kontaktfläche A_C und damit von den mechanischen Materialparametern und der Oberflächenbeschaffenheit abhängen. Vakuummessungen sind daher vermutlich stark limitiert auf möglichst ähnliche Samples. In der vorliegenden Arbeit lag der Fokus allerdings auf SThM-Messungen in Luftumgebung. Ein in der Anschaffung enorm teures Vakuumsystem stand ohnehin nicht zur Verfügung.

Die Simulation der NC-Szenarien in Abschnitt 5.4 bestätigt die Feststellung aus den praktischen Messungen, dass der elektrische Widerstand der SThM-Spitze ab einem Abstand von etwa 1 mm zum Sample unabhängig von dessen Wärmeleitfähigkeit nahezu konstant bleibt. Der in den praktischen Messungen gewählte NC-Abstand von 2 mm scheint also geeignet zu sein. Aus Abschnitt 5.5 wird deutlich, dass Oberflächenrauheiten und Stufen einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf SThM-Messungen in Luftumgebung haben. Im Hochvakuum dürfte ein derartiger Effekt nur auftreten, wenn Rauheiten im nm-Bereich die Kontaktfläche direkt beeinflussen. Bei Messungen in Luftumgebung sind vor allem Rauheiten im μm -Bereich nicht zu vernachlässigen, da sich dadurch Änderungen im Wärmeübertragungsvolumen ergeben. Diese Verfälschung verstärkt sich mit steigender Wärmeleitfähigkeit des Samples. Durch diesen Effekt können auch der in [31] festgestellte Stufen-Artefakt und der in Abschnitt 3.1.3 beschriebene Drift hervorgerufen durch die Samplegeometrie erklärt werden, deren Ursache hauptsächlich in der Änderung der Wärmeübertragung durch die Luft liegt.

6 Ergebnisse und Diskussion: 3-Omega-Methode

Die in dieser Arbeit mittels der etablierten 3-Omega-Methode durchgeführten Versuche dienen dazu, schichtdickenabhängige thermische Leitfähigkeiten von Dünnschichten aus SiO_2 , Si_3N_4 , BN und AlN zu ermitteln. Diese Werte können dann als Vergleichswerte für Stat- λ -SThM-DS in Abschnitt 4.3.2 und für die neu entwickelte Widerstandsmethode in Kapitel 7 herangezogen werden. Darüber hinaus werden die Ergebnisse für theoretische Betrachtungen in den Abschnitten 4.2.1 und 4.3.3 sowie in den Simulationen in Abschnitt 4.4 und in Kapitel 5 verwendet. Die Theorie zur 3-Omega-Methode wird in Abschnitt 2.3 erklärt. Eine detaillierte Beschreibung des Messaufbaus findet sich in diversen Publikationen wie beispielsweise [208,215].

In Vorversuchen konnte gezeigt werden, dass sich die thermischen Leitfähigkeiten systematisch einem Wert bei einer bestimmten Heizerbreite und -länge annähern [180]. Dies kann dadurch begründet werden, dass die 1 %-Fehlerkriterien nach den Gleichungen (2.43) bis (2.54) nur durch bestimmte Heizergeometrien erfüllt werden können. In der vorliegenden Arbeit wurden daher zunächst für jedes Material und für jede Schichtdicke passende Heizer ermittelt, an denen dann die finale 3-Omega-Messung durchgeführt wurde. Das Ergebnis wurde durch mindestens eine Kontrollmessung am selben Heizer bestätigt. Zur weiteren Auswertung wurden die exakten Heizerbreiten durch eigene AFM-Messungen und die Schichtdicken mittels externer Ellipsometrie-Messungen ermittelt. Zu Beginn jeder 3-Omega-Messung wurde zudem die Umgebungstemperatur gemessen, sodass der zuvor ermittelte Temperaturkoeffizient α mittels Gleichung (2.28) für die entsprechende Bezugstemperatur berechnet werden kann.

Hinsichtlich einer passenden Heizergeometrie kann generell festgestellt werden, dass die Heizерlänge möglichst groß gewählt werden sollte, da die Heizer dann nach Gleichung (2.48) als unendlich lang angenommen werden können und der Einfluss der Kontaktpads nach Gleichung (2.54) vernachlässigbar wird. Die Heizerbreite sollte groß genug sein, um das Kriterium für eindimensionalen Wärmefluss nach Gleichung (2.45) zu erfüllen, aber gleichzeitig nicht zu groß, damit die Gleichungen (2.47) und (2.54) eingehalten werden können. In der vorliegenden Arbeit wurden daher die Endergebnisse an Heizern mit einer Länge von 22 mm (größtmögliche Länge) und mit den nominalen Breiten 30 μm (SiO_2 und Si_3N_4) bzw. 15 μm (BN und AlN) gemessen.

6.1 Ergebnisse zu SiO_2 , Si_3N_4 , BN und AlN

Zur Auswertung mittels der in Abschnitt 2.3.1 beschriebenen Gleichungen eignet sich der lineare Bereich. Dabei handelt es sich um den Bereich, in dem sich der Temperaturabfall über der Dünnschicht ΔT_{Film} nach den Gleichungen (2.40) und (2.41) näherungsweise linear zum natürlichen Logarithmus der Anregungsfrequenz $\ln(\omega)$ verhält. Eine genaue Erklärung der verschiedenen Bereiche bei 3-Omega-Messungen findet sich in [131]. Für jede Frequenz, die der Lock-in-Verstärker abtastet, ergibt sich folglich ein Wert für die thermische Leitfähigkeit der Dünnschicht λ_{Film} . Die dargestellten Endergebnisse von λ_{Film} in Tab. 6.1 sind daher die

arithmetischen Mittelwerte aller Teilergebnisse dieses linearen Bereichs. Die relativen Fehler wurden mittels Fehlerfortpflanzung ermittelt und berücksichtigen auch den theoretischen Fehler nach den Gleichungen (2.43) bis (2.54). Bei den AlN-Dünnschichten musste herstellungsbedingt zwischen der AlN-Dünnschicht und dem Heizer eine etwa 100 nm dicke Schicht aus SiO₂ aufgebracht werden. Es handelt sich daher um ein Mehrschichtsystem, wodurch der Temperaturabfall über dem Substrat ΔT_{Sub} nicht mehr theoretisch mittels Gleichung (2.41) berechnet werden kann, sondern es muss zusätzlich ein Referenzsample mit 100 nm SiO₂ vermessen werden, welches dann dem Substrat entspricht und mit dem ΔT_{Sub} gemessen wird.

Tab. 6.1: Ergebnisse der 3-Omega-Messungen

Material	SiO₂					
Schichtdicke d_{film} [nm]	58	109	111	518	1004	2050
λ_{Film} [Wm⁻¹K⁻¹] \pm 2,5 %	0,71	0,83	0,84	1,01	1,05	1,11
Material	Si₃N₄					
Schichtdicke d_{Film} [nm]	59	99	486	1044	2110	
λ_{Film} [Wm⁻¹K⁻¹] \pm 2,5 %	0,83	0,95	1,42	1,57	1,73	
Material	BN					
Schichtdicke d_{Film} [nm]	34	79	459	914		
λ_{Film} [Wm⁻¹K⁻¹] \pm 5 %	1,36	1,72	1,97	2,11		
Material	AlN					
Schichtdicke d_{Film} [nm]	52	103	511	847	1022	1963
λ_{Film} [Wm⁻¹K⁻¹] \pm 10 %	6,0	13,9	45,5	67,2	75,3	98,8

In den Ergebnissen in Tab. 6.1 sind die thermischen Kontaktwiderstände zwischen Substrat/Dünnschicht und Dünnschicht/Heizer enthalten.⁵ Mittels

$$r_{th}(d_{Film}) = \frac{d_{Film}}{\lambda_{Film}} = \frac{1}{\lambda_{int}} \cdot d_{Film} + r_{th,c} \quad (6.1)$$

kann aus den Ergebnissen aus Tab. 6.1 der spezifische thermische Gesamtwiderstand der Dünnschicht in Abhängigkeit der Schichtdicke $r_{th}(d_{Film})$ berechnet werden [4,8,180]. Abb. 6.1 enthält die Ergebnisse für $r_{th}(d_{Film}) = d_{Film}/\lambda_{Film}$ für alle Messwerte aus Tab. 6.1. Durch eine lineare Regression kann damit schließlich nach Gleichung (6.1) die intrinsische thermische Leitfähigkeit der Dünnschicht λ_{int} und der gesamte spezifische thermische Kontaktwiderstand $r_{th,c}$ berechnet werden. Bei $r_{th,c}$ handelt es sich dabei (außer bei AlN⁵) um die Summe

⁵ Bei AlN eliminiert sich der thermische Kontaktwiderstand teilweise auf Grund der notwendigen Vermessung des Substrats (Bulk-Si + 100 nm SiO₂), da der Temperaturabfall über dem Substrat ΔT_{Sub} nicht mehr theoretisch mittels Gleichung (2.41) berechnet werden kann, sondern ebenfalls gemessen wird. Der $r_{th,c}$ -Wert von AlN in Tab. 6.2 ist daher nicht direkt mit den $r_{th,c}$ -Werten von SiO₂, Si₃N₄ und BN vergleichbar.

der spezifischen thermischen Kontaktwiderstände zwischen Substrat/Dünnschicht und Dünnschicht/Heizer.

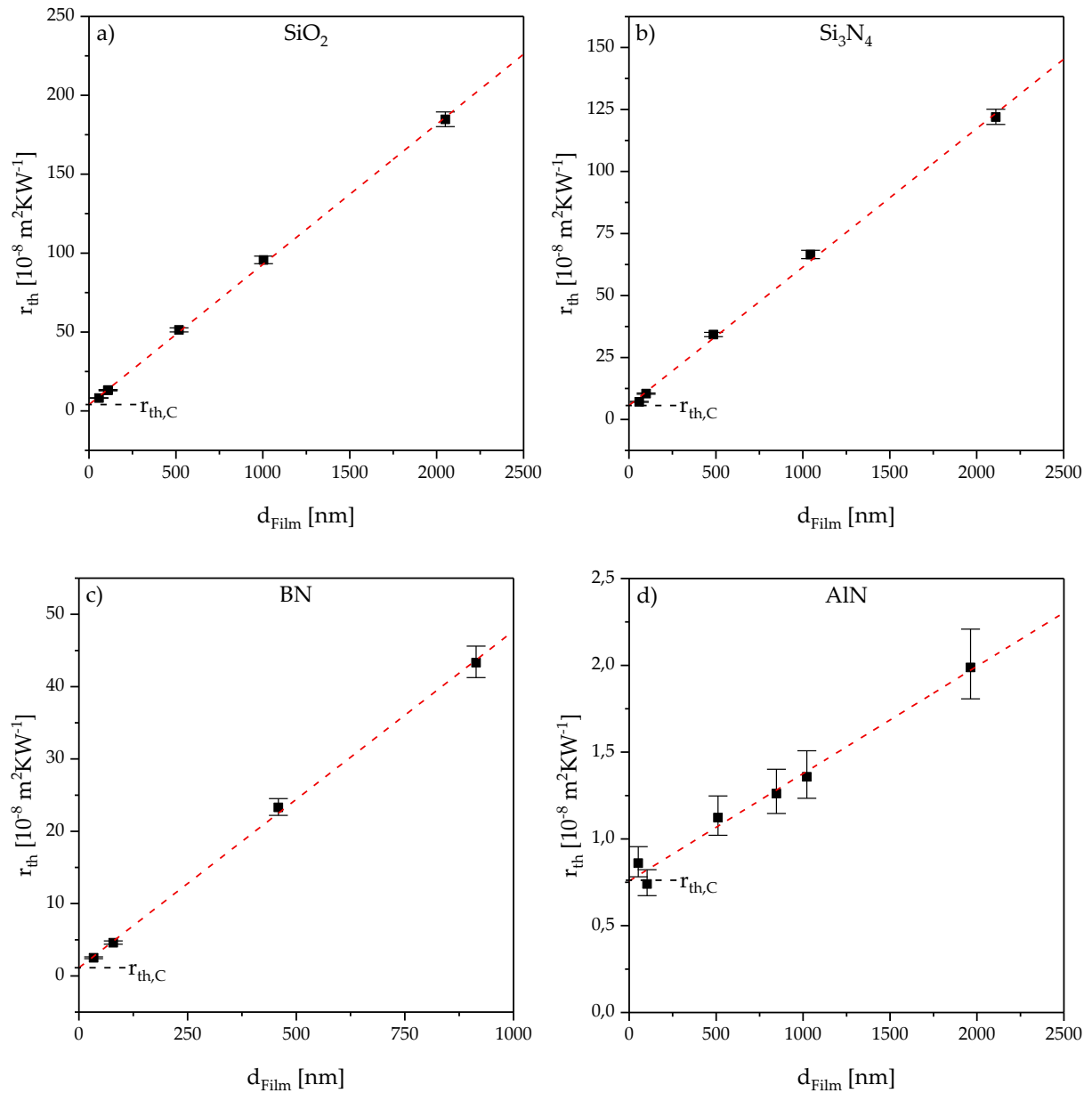


Abb. 6.1: Spezifischer thermischer Gesamtwiderstand der Dünnschicht r_{th} in Abhängigkeit der Schichtdicke d_{film} berechnet mittels Gleichung (6.1) anhand Tab. 6.1 mit den zugehörigen Fehlerbalken und $r_{th,C}$: a) SiO₂ b) Si₃N₄ c) BN d) AlN

Die Ergebnisse der linearen Regressionen nach Gleichung (6.1) sind in Tab. 6.2 dargestellt. Bei dieser theoretischen Berechnung handelt es sich um eine Näherung unter der Annahme, dass die intrinsische thermische Leitfähigkeit λ_{int} unabhängig von der Schichtdicke d_{film} ist, was durch ein homogenes Schichtwachstum begründet werden kann. Berechnungen unter dieser Annahme wurden auch in [4,7,8,12,180] durchgeführt, wobei die Annahme insbesondere für Schichtdicken < 50 nm kontrovers diskutiert werden kann. In der vorliegenden Arbeit weisen alle linearen Regressionen hohe Bestimmtheitsmaße R^2 von $> 0,9840$ auf. Dies spricht dafür,

dass λ_{int} für die untersuchten Dünnschichten relativ unabhängig von d_{Film} ist und die Berechnung nach Gleichung (6.1) als gute Näherung herangezogen werden kann.

Tab. 6.2: Ergebnisse der linearen Regressionen nach Gleichung (6.1) zur Berechnung von λ_{int} und $r_{th,C}$

Material	SiO ₂	Si ₃ N ₄	BN	AlN ⁵
Regressionsgleichung $r_{th}(d_{Film})$	$r_{th}(d_{Film}) = \frac{d_{Film}}{\lambda_{Film}} = \frac{1}{\lambda_{int}} \cdot d_{Film} + r_{th,C}$			
λ_{Bulk} nach Tab. 2.4 [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	< 1,5	< 2	< 5	< 200
λ_{int} [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	1,13	1,79	2,15	162
$r_{th,C}$ [10 ⁻⁸ m ² KW ⁻¹]	4,03	5,61	1,13	0,76

6.2 Ergebnisvergleich mit Literaturwerten

In Abb. 6.2 werden die Ergebnisse dieser Arbeit aus Tab. 6.1 mit Werten aus der Literatur verglichen. Alle Dünnschichten, deren Ergebnisse in Abb. 6.2 dargestellt sind, wurden mit vergleichbaren Herstellungsverfahren produziert. Es lässt sich feststellen, dass die Ergebnisse dieser Arbeit im Bereich der Referenzwerte liegen. Gewisse Abweichungen finden sich auch beim Vergleich von Literaturwerten und können durch leichte Unterschiede in den Herstellungsverfahren und durch verschiedene Messverfahren erklärt werden. Es zeigt sich außerdem ein Sättigungseffekt von λ_{Film} bei größeren Schichtdicken. Dies passt auch zur Theorie, nach der sich λ_{Film} bei steigenden Schichtdicken immer mehr λ_{Bulk} nähert. Das liegt einerseits daran, dass der Anteil des thermischen Kontaktwiderstands zwischen Substrat/Dünnschicht und Dünnschicht/Heizer (in λ_{Film} enthalten) bei steigenden Schichtdicken abnimmt und andererseits daran, dass der Einfluss von möglichen nanoskaligen Effekten bei großen Schichtdicken auf Grund eines homogenen Schichtwachstums immer weiter abnimmt. Für Dünnschichten aus BN gibt es in der Literatur kaum geeignete Referenzwerte, da der Sputterprozess für die in dieser Arbeit verwendeten Samples extern neu entwickelt wurde. Als einziger akzeptabler Vergleichswert kann 4,26 Wm⁻¹K⁻¹ bei einer BN-Schichtdicke von 1134 nm genannt werden [242]. Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die Ergebnisse der etablierten 3-Omega-Methode im Rahmen dieser Arbeit als sehr aussagekräftig angesehen werden können. Sie eignen sich daher hervorragend als Vergleichswerte für die anderen Methoden und für theoretische Betrachtungen.

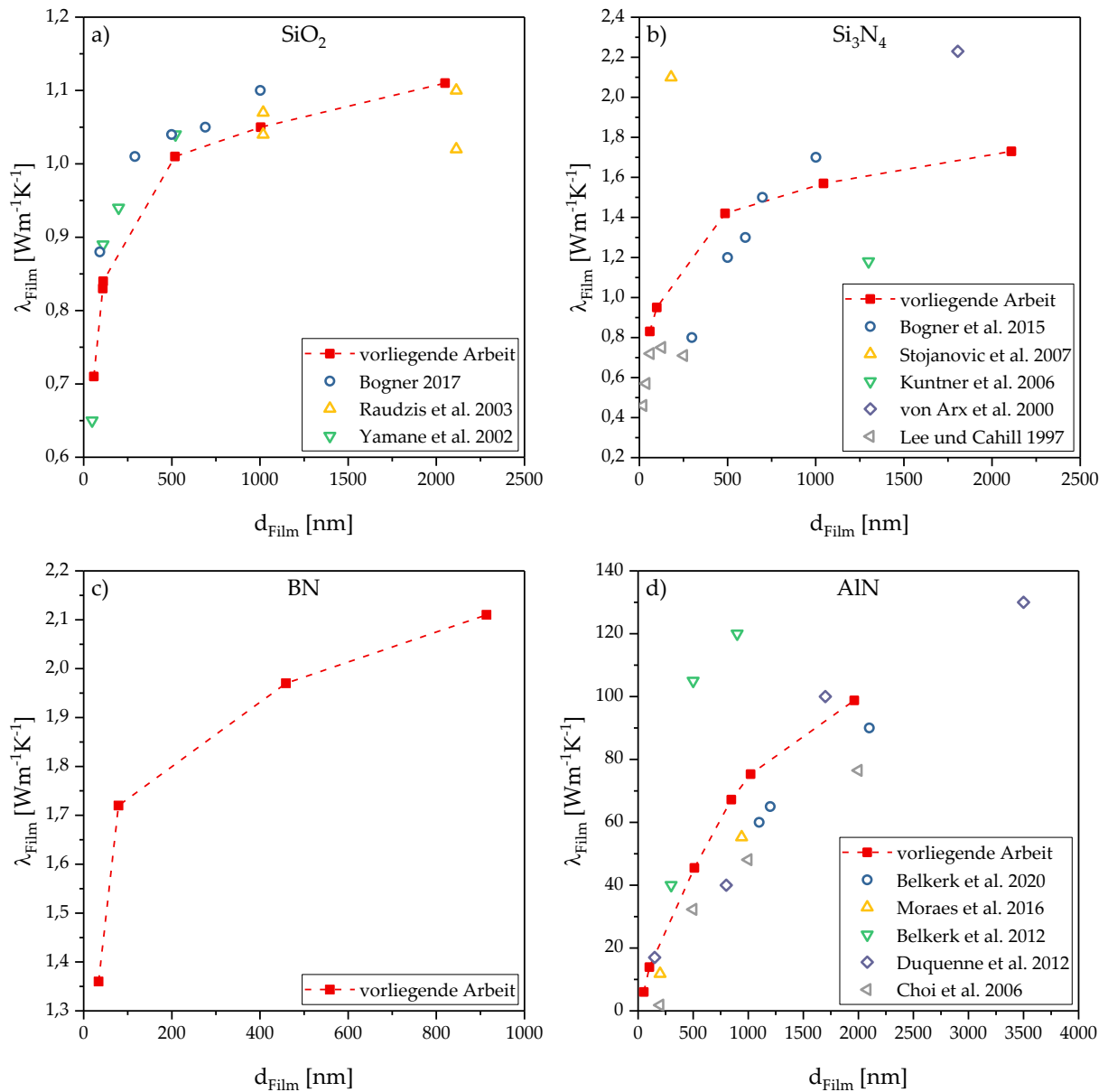


Abb. 6.2: Vergleich der Ergebnisse der 3-Omega-Messungen aus Tab. 6.1 mit Literaturwerten: a) SiO₂ [4,131,202] b) Si₃N₄ [7,204,239–241] c) BN d) AlN [10,12,243–245]

7 Ergebnisse und Diskussion: Widerstandsmethode

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der neu entwickelten Widerstandsmethode präsentiert. Dazu wird zunächst der Messvorgang beschrieben, bevor die Korrektur der thermischen Leitfähigkeiten der Differenz-Dünnschichten (DDs) durch einen Simulations-Fit erklärt wird. Die dadurch erhaltenen Ergebnisse für $\lambda_{DD,korr}$ werden schließlich mit den Ergebnissen der 3-Omega-Methode aus Kapitel 6 verglichen. Da mit beiden Methoden dieselben Samples vermessen wurden, ist der Vergleich aussagekräftig. Das Sampledesign findet sich in Abb. 2.16 a). Im Zuge der Widerstandsmethode und insbesondere zur vereinfachten Berechnung der thermischen Leitfähigkeit $\lambda_{DD,1D}$ müssen einige Annahmen getroffen werden, welche in Abschnitt 2.1.2 beschrieben sind und hier zum besseren Verständnis erneut aufgelistet werden:

- Eindimensionaler Wärmefluss vom Heizer zur Wärmesenke
- Vernachlässigung von Konvektion und Wärmestrahlung
- Isotrope und temperaturunabhängige thermische Leitfähigkeiten
- Temperaturunabhängige thermische Kontaktwiderstände
- Die thermischen Kontaktwiderstände, die intrinsischen thermischen Leitfähigkeiten und die Abmessungen der Heizer der zur Berechnung der DD herangezogenen Samples sind identisch.

Durch den Simulations-Fit in Abschnitt 7.2 können Verfälschungen durch diese Annahmen zum Großteil beseitigt werden. Eine weitere Diskussion hierzu folgt in Abschnitt 7.5.

7.1 Beschreibung des Messvorgangs und vereinfachte eindimensionale Berechnung der thermischen Leitfähigkeit

Die Bestimmung des Temperaturabfalls über einer Differenz-Dünnschicht $\Delta T_{DD}(\dot{Q})$ kann nach Herleitung in Abschnitt 2.1.2 durch die Messung der Heizertemperaturen von zwei Samples mit den Dünnschicht-Dicken y und x mittels

$$\Delta T_{DD}(\dot{Q}) = T_{H,y}(\dot{Q}) - T_{H,x}(\dot{Q}) \quad (7.1)$$

erfolgen. Die Bestimmung dieser beiden Heizertemperaturen $T_{H,y}(\dot{Q})$ und $T_{H,x}(\dot{Q})$ basiert dabei auf der Messung des temperaturabhängigen elektrischen Widerstands des Heizers $R_H(T_H)$. Dabei wird ein linearer Zusammenhang zwischen R_H und T_H nach

$$R_H(T_H) = R_{H,T_0} \cdot [1 + \alpha_{T_0}(T_H - T_0)] \quad (7.2)$$

angenommen, wobei α_{T_0} der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands des Heizers bei der Bezugstemperatur T_0 ist. Zur Berechnung von T_H müssen daher zunächst die Temperaturkoeffizienten für alle zu vermessenden Samples bestimmt werden, wie es in Abschnitt 2.1.8 beschrieben wird. Nach der α_{T_0} -Bestimmung wird der Messplatz leicht modifiziert, indem das temperaturregelbare Peltier-Element vom Heizmodus in den Kühlmodus wechselt, womit schließlich die eigentliche Messung mittels Widerstandsmethode stattfinden kann. Der gesamte Messaufbau dazu ist in Abschnitt 2.4 beschrieben. Bei der Messung wird das zu untersuchende Sample auf einem Kupferblock als Wärmesenke platziert, dessen Temperatur T_0

durch das geregelte Peltier-Element im Kühlmodus fest definiert werden kann und in den vorliegenden Versuchen 30 °C betrug. Dieses fest definierte thermodynamische Potential der Temperatur an der Unterseite des Samples ist einerseits Voraussetzung für die Korrektheit der hergeleiteten Gleichungen (siehe Abb. 2.1), andererseits für die späteren FEM-Simulationen als Randbedingung notwendig. Zur Gewährleistung eines guten und möglichst gleichbleibenden thermischen Kontakts zwischen Wärmesenke und Sample wurde der Kupferblock möglichst fein poliert und ein mechanischer Anschlag angebracht, damit alle Samples an der gleichen Position platziert sind. Der Heizerstack des zu charakterisierenden Samples (Länge $l_H = 22$ mm, nominale Breite $b_H = 7,5$ μm und nominale Höhe $h_H = 0,6$ μm) wird dann mittels Kontaktnadeln mit dem Source-Meter verbunden. Der Anpressdruck der Kontaktnadeln und deren elektrischer Kontaktwiderstand wurden manuell durch eine gleichbleibende Umdrehungszahl der Mikromanipulatoren möglichst konstant gehalten. Das Source-Meter generiert einen einstellbaren Stromfluss I_H durch den Heizer mit dem elektrischen Widerstand R_H . Durch Joulesche Erwärmung entsteht ein Wärmestrom $\dot{Q} = I_H^2 \cdot R_H$, welcher das gesamte Sample durchströmt und dadurch einen Temperaturabfall über jeder Schicht erzeugt (siehe Abb. 2.1). Im stationären Zustand können durch definierte Stromflüsse I_H und gleichzeitige Messung von R_H durch das Source-Meter $R_H(\dot{Q})$ -Graphen für diverse Samples ermittelt werden. Es wird dabei ein linearer Zusammenhang zwischen dem elektrischen Widerstand des Heizers R_H und dessen Temperatur T_H nach Gleichung (7.2) angenommen. Unter Vernachlässigung von Konvektions- und Strahlungseffekten und unter der Annahme von temperaturunabhängigen thermischen Materialparametern ergibt sich dadurch auch ein linearer Zusammenhang zwischen R_H und \dot{Q} . Die hohen Fitgüten aller $R_H(\dot{Q})$ -Graphen dieser Arbeit ($R^2 > 0,9994$) bestätigen die Zulässigkeit dieser Annahmen. In Abb. 7.1 sind beispielhaft drei derartige Messungen für Samples mit unterschiedlichen SiO_2 -Dicken mit deren Fitgeraden dargestellt. Da alle Heizer herstellungsbedingt leicht unterschiedliche Werte von R_{H,T_0} aufweisen, sind die Schnittpunkte der drei Graphen mit der R_H -Achse nicht identisch.

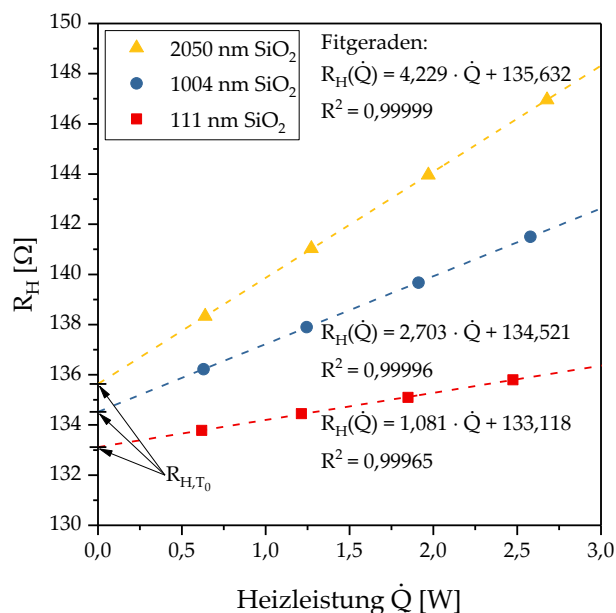


Abb. 7.1: Beispielhafte $R_H(\dot{Q})$ -Graphen für drei SiO_2 -Samples mit $d_{\text{Film}} = 111$ nm, $d_{\text{Film}} = 1004$ nm und $d_{\text{Film}} = 2050$ nm mit den Gleichungen der Fitgeraden

Aus den Graphenpunkten in Abb. 7.1 können durch lineare Regressionen die Gleichungen der $R_H(\dot{Q})$ -Kurven ermittelt werden. Durch Messungen an zwei Dünnschichtsamples des gleichen Materials aber unterschiedlicher Dünnschicht-Dicken y und x kann dadurch der Temperaturabfall über einer DD $\Delta T_{DD}(\dot{Q})$ durch Umformen von Gleichung (7.2) und Einsetzen in Gleichung (7.1) mittels

$$\begin{aligned}
 \Delta T_{DD}(\dot{Q}) &= T_{H,y}(\dot{Q}) - T_{H,x}(\dot{Q}) = \\
 &= \left(\frac{R_{H,y}(\dot{Q}) - R_{H,T_0,y}}{\alpha_{T_0,y} \cdot R_{H,T_0,y}} + T_0 \right) - \left(\frac{R_{H,x}(\dot{Q}) - R_{H,T_0,x}}{\alpha_{T_0,x} \cdot R_{H,T_0,x}} + T_0 \right) = \\
 &= \frac{m_y \cdot \dot{Q} + R_{H,T_0,y} - R_{H,T_0,y}}{\alpha_{T_0,y} \cdot R_{H,T_0,y}} - \frac{m_x \cdot \dot{Q} + R_{H,T_0,x} - R_{H,T_0,x}}{\alpha_{T_0,x} \cdot R_{H,T_0,x}} = \\
 &= \dot{Q} \cdot \left(\frac{m_y}{\alpha_{T_0,y} \cdot R_{H,T_0,y}} - \frac{m_x}{\alpha_{T_0,x} \cdot R_{H,T_0,x}} \right) \tag{7.3}
 \end{aligned}$$

berechnet werden, wobei für $R_{H,y}(\dot{Q})$ und $R_{H,x}(\dot{Q})$ die jeweiligen Fitgleichungen mit den Geradensteigungen m_y und m_x eingesetzt werden. Mit Gleichung (7.3) kann somit der Temperaturabfall über der jeweiligen DD bei einer bestimmten Heizleistung ermittelt werden. Dadurch kann dann die thermische Leitfähigkeit der DD unter der Annahme von eindimensionaler Wärmeausbreitung $\lambda_{DD,1D}$ mittels

$$\lambda_{DD,1D} = \frac{(y-x) \cdot \dot{Q}}{A \cdot \Delta T_{DD}(\dot{Q})} = \frac{d_{DD} \cdot \dot{Q}}{b_H \cdot l_H \cdot \Delta T_{DD}(\dot{Q})} \tag{7.4}$$

berechnet werden, wie es in Abschnitt 2.1.2 hergeleitet wurde. Die für den vorhandenen Messaufbau geeigneten Heizer sind allerdings zu schmal, sodass hier nicht von einem eindimensionalen Wärmefluss ausgegangen werden kann. Eine vereinfachte eindimensionale Berechnung nach Gleichung (7.4) verfälscht die Ergebnisse somit zu stark. Außerdem weisen alle Heizer leicht unterschiedliche Breiten b_H auf, wodurch die Fläche $A = b_H \cdot l_H$ von Sample zu Sample leicht variiert. Aus diesen Gründen müssen die thermischen Leitfähigkeiten der DDs korrigiert werden. In der vorliegenden Arbeit wurden dazu FEM-Simulationen durchgeführt, welche im folgenden Abschnitt beschrieben werden. Diese berücksichtigen ebenfalls die Wärmeübertragung an die Luftumgebung durch Konvektion und Wärmestrahlung.

7.2 Korrektur durch Simulations-Fit

Beschreibung des Simulationsmodells:

Zur Bestimmung der korrigierten thermischen Leitfähigkeit einer DD $\lambda_{DD,korr}$ wird das Dünnschichtsystem durch eine 2D-Simulation möglichst genau nachgebaut. Im Gegensatz zur vereinfachten eindimensionalen Berechnung nach Gleichung (7.4) berücksichtigt die Simulation zusätzlich die Wärmeausbreitung in die zweite Dimension (x-Richtung in Abb. 7.2). Der Einfluss der Wärmeausbreitung in die dritte Dimension (z-Richtung in Abb. 7.2) kann auf Grund des großen Verhältnisses zwischen Heizerlänge l_H und Schichtdicke d_{Film} mit Werten von $l_H/d_{Film} > 10400$ vernachlässigt werden, wie auch durch vergleichende Simulationen gezeigt werden kann. Durch Variation der thermischen Leitfähigkeit der Dünnschichten λ_{Film} mittels

Parametersweep können Fitkurven erstellt werden, aus denen durch Einsetzen des gemessenen Temperaturabfalls bei einer bestimmten Heizleistung $\Delta T_{DD}(\dot{Q})$ die korrigierte thermische Leitfähigkeit $\lambda_{DD,korr}$ berechnet werden kann. Die Dimensionen und Randbedingungen der Standardsimulation sind in Abb. 7.2 dargestellt.

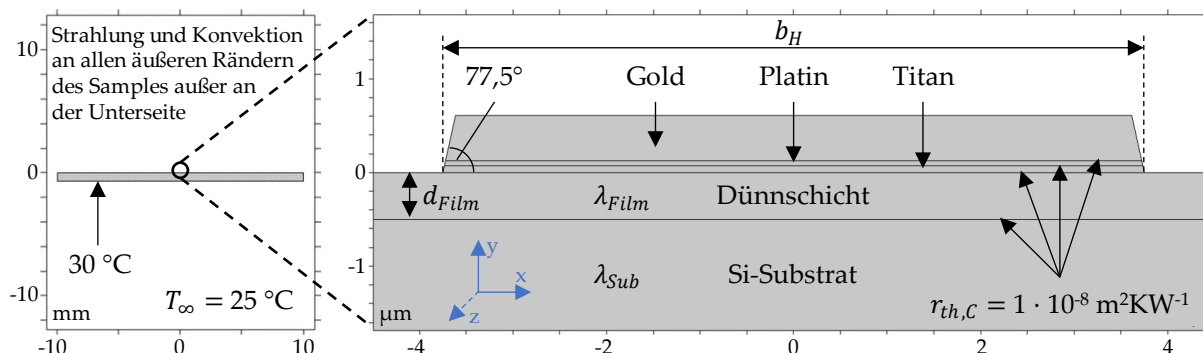


Abb. 7.2: 2D-Simulationsmodell und Zoom in den Heizerbereich

Allen äußeren Rändern des Samples außer der Unterseite wurde Wärmestrahlung mit einem Emissionsgrad ϵ von 0,75 auf Grundlage der Ergebnisse von Ravindra et al. [286] und freie Konvektion mit einem Wärmeübergangskoeffizienten h von $15 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ [292] zugewiesen. Die Höhe des Si-Substrats ist 0,7 mm und dessen Breite 20 mm. Die Breiten der trapezförmigen Heizer b_H (lange Seite) wurden für jedes Sample durch AFM-Messungen bestimmt (siehe Tab. 7.3). Die Höhen der einzelnen Schichten des Heizerstacks sind in Tab. 7.1 aufgelistet und wurden ebenso wie der Flankenwinkel des Heizerstacks von $77,5^\circ$ durch REM-Messungen in [180] ermittelt. Die Aufteilung der gesamten Heizleistung auf die einzelnen Heizerschichten findet sich ebenfalls in Tab. 7.1, wobei die Anteile leicht händisch berechnet werden können.⁶

Tab. 7.1: Daten des trapezförmigen Heizerstacks

	Titan	Platin	Gold
Höhe [180]	71 nm	55 nm	483 nm
Anteil an der gesamten Heizleistung⁶ von 5 W	1 %	2 %	97 %

Die genauen Dicken der Dünnschichten d_{Film} ergeben sich aus externen Ellipsometrie-Messungen (siehe Abschnitt 2.9). Zur Vernetzung des Si-Substrats wurde in COMSOL die Option *normal* gewählt. Der Heizerstack und die darunter liegende Dünnschicht sind dagegen mit einer maximalen Elementgröße von 50 nm wesentlich feiner vernetzt. Die Materialparameter (außer der Sweep-Parameter λ_{Film}) wurden aus der COMSOL-Materialdatenbank⁷ übernommen. Diese Simulation wurde für jedes praktisch vermessene Sample mit den exakt ermittelten Werten von b_H und d_{Film} für eine gesamte Heizleistung von 5 W durchgeführt.

⁶ Der Leistungsanteil kann händisch durch eine Parallelschaltung aus drei elektrischen Widerständen abgeschätzt werden. Da die anliegende Spannung U an jeder Heizerschicht gleich ist, ergibt sich die in der jeweiligen Schicht durch Joulesche Erwärmung generierte Heizleistung mittels $\dot{Q} = U^2/R$. Die jeweiligen elektrischen Widerstände R der Titan-, Platin- und Goldleiter wurden mittels der Daten aus der COMSOL-Materialdatenbank abgeschätzt: elektrische Leitfähigkeit Titan $\sigma_{Titan} = 2,60 \cdot 10^6 \text{ Sm}^{-1}$, Platin $\sigma_{Platin} = 8,90 \cdot 10^6 \text{ Sm}^{-1}$, Gold $\sigma_{Gold} = 45,6 \cdot 10^6 \text{ Sm}^{-1}$.

⁷ Materialnamen aus der COMSOL-Datenbank: „Si - Silicon (single-crystal, isotropic)“, „SiO2 - Silicon oxide“, „Si3N4 - Silicon nitride“, „BN (hexagonal) [solid, polycrystalline]“, „Ti - Titanium“, „Pt - Platinum“, „Au - Gold“

Ermittlung der Fitgleichungen aus den Simulationen:

Die thermische Leitfähigkeit der Dünnschicht λ_{Film} wurde in den Simulationen im erwarteten Bereich gesweept. Die jeweilige Heizertemperatur $T_H(5\text{ W})$ kann in *COMSOL* als Mittelwert des Heizerstacks ausgelesen werden. Durch Subtraktion dieser ausgelesenen Heizertemperaturen von zwei Samples mit dicker bzw. dünner Dünnschicht kann der Temperaturabfall über der DD nach Gleichung (7.1) mittels $\Delta T_{DD}(5\text{ W}) = T_{H,y}(5\text{ W}) - T_{H,x}(5\text{ W})$ berechnet werden. Abb. 7.3 zeigt beispielhaft zwei thermische Bilder der Simulationen für SiO_2 bei einer Heizleistung von 5 W mit $\lambda_{Film} = 1\text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

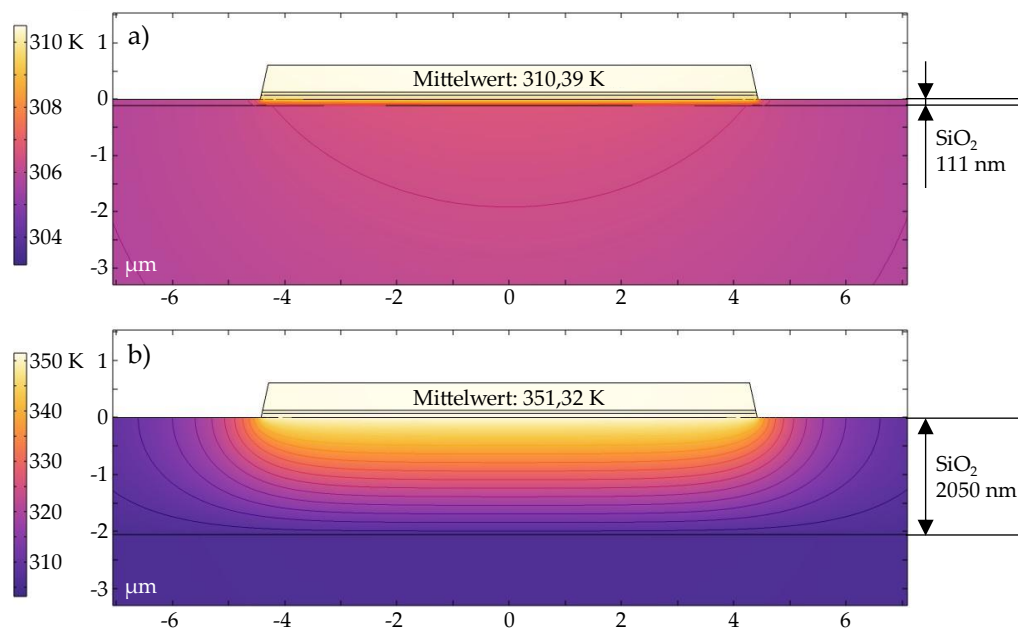


Abb. 7.3: Thermische Ergebnisbilder mit Isothermen beispielhaft für eine DD aus zwei SiO_2 -Samples bei einer Heizleistung von 5 W mit $\lambda_{Film} = 1\text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$: a) $d_{Film} = 111\text{ nm}$ b) $d_{Film} = 2050\text{ nm}$. Die Dicke der DD entspricht demnach $d_{DD} = 2050\text{ nm} - 111\text{ nm} = 1939\text{ nm}$.

Der Temperaturabfall über der DD $\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ beträgt demnach $351,32\text{ K} - 310,39\text{ K} = 40,93\text{ K}$ bei $\lambda_{Film} = 1\text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Dadurch ergibt sich der blaue Graphenpunkt in Abb. 7.4 bei $\lambda_{Film} = 1\text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Die weiteren Graphenpunkte in Abb. 7.4 ergeben sich analog aus den entsprechenden Simulationen. Es zeigt sich, dass zwischen $\lambda_{Film} = \lambda_{DD}$ und $\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ in guter Näherung eine indirekte Proportionalität nach

$$\lambda_{Film} = \lambda_{DD} = \frac{\beta_{Fit}}{\Delta T_{DD}(5\text{ W})} \quad (7.5)$$

besteht, wobei der Proportionalitätsfaktor β_{Fit} den Fitparameter darstellt, der zur weiteren Berechnung benötigt wird. Durch Einsetzen der in den praktischen Messungen mittels Gleichung (7.3) ermittelten Werte für $\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ in die jeweiligen Fitgleichungen nach (7.5) können damit die korrigierten thermischen Leitfähigkeiten der DDs $\lambda_{DD,korr}$ berechnet werden. Zur Abschätzung der relativen Fehler von $\lambda_{DD,korr}$ wurden jeweils Min.-, Mittel- und Max.-Fälle simuliert und anschließend gefittet. Diese Fehlerabschätzung wird im Folgenden beschrieben.

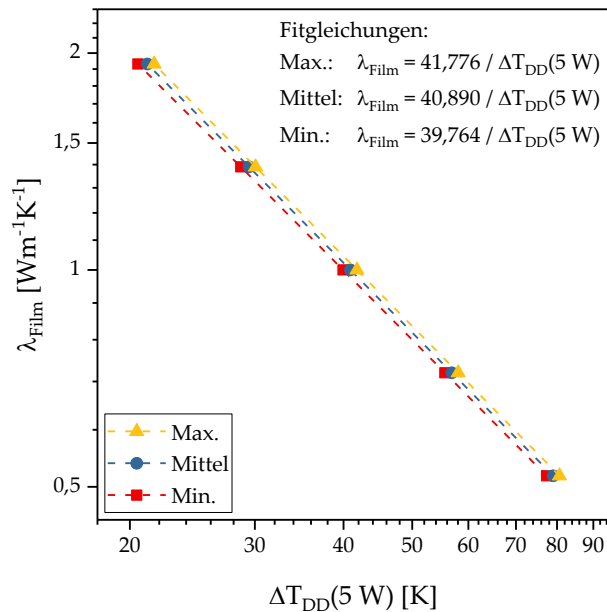


Abb. 7.4: Simulierte Graphenpunkte und daraus gefittete Gleichungen beispielhaft für SiO₂ bei einer Heizleistung von 5 W (DD aus $d_{\text{Film}} = 2050 \text{ nm}$ und $d_{\text{Film}} = 111 \text{ nm}$)

Fehlerbetrachtung durch Simulation von Min.- und Max.-Fällen:

Da es sich bei dieser Methode um eine Kombination aus praktischer Messung und Simulation handelt, ist eine standardmäßige Berechnung der Fehlerfortpflanzung nicht möglich. Aus diesem Grund wurden zusätzlich zur Standardsimulation (Mittel) weitere Min.- und Max.-Fälle simuliert, die die jeweiligen Unsicherheiten der gemessenen Heizerbreiten b_H ($\pm 0,1 \mu\text{m}$) und Dünnschicht-Dicken d_{Film} ($\pm 1 \%$) sowie die Annahme von spezifischen thermischen Kontaktwiderständen zwischen Substrat/Dünnschicht und Dünnschicht/Heizer $r_{th,C}$ (Variation zwischen $5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ und $5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$) enthalten. Die Min.- und Max.-Fitkurven ergeben sich wiederum durch einen Fit der simulierten Graphenpunkte nach Gleichung (7.5) (siehe Abb. 7.4). Für die praktisch gemessenen Temperaturabfälle $\Delta T_{\text{DD}}(5 \text{ W})$, welche in die Fitkurven eingesetzt werden, kann aus der Unsicherheit der α -Bestimmung eine absolute Unsicherheit von $\pm 0,50 \text{ K}$ abgeschätzt werden. Die gesamte Berechnung inklusive Fehlerbetrachtung ist im Folgenden beispielhaft für eine DD aus den SiO₂-Dicken 2050 nm und 111 nm dargestellt:

Gegeben:

- $\Delta T_{\text{DD}}(5 \text{ W}) = 37,116 \text{ K} \pm 0,50 \text{ K}$ (ermittelt aus Messung mittels Gleichung (7.3), siehe Tab. 7.4)
- Gefittete Min.-, Mittel- und Max.-Kurven (siehe Abb. 7.4 bzw. Tab. 7.5)

Gesucht:

- $\lambda_{\text{DD,korr,min}}, \lambda_{\text{DD,korr,mittel}}, \lambda_{\text{DD,korr,max}}$

Zur Bestimmung von $\lambda_{\text{DD,korr,mittel}}$ wird nun der mittlere Wert von $\Delta T_{\text{DD}}(5 \text{ W})$ in die Mittel-Kurve (blaue Fitkurve in Abb. 7.4) eingesetzt. Es ergibt sich

$$\lambda_{\text{DD,korr,mittel}} = \frac{40,890 \frac{\text{W}}{\text{m}}}{37,116 \text{ K}} \approx 1,10 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}.$$

Analog dazu wird der obere Grenzwert von ΔT_{DD} (5 W) in die Min.-Kurve (rote Fitkurve in Abb. 7.4) und der untere Grenzwert von ΔT_{DD} (5 W) in die Max.-Kurve (gelbe Fitkurve in Abb. 7.4) eingesetzt. Es ergeben sich

- $\lambda_{DD,korr,min} = \frac{39,764 \frac{\text{W}}{\text{m}}}{(37,116+0,50) \text{ K}} \approx 1,06 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ und
- $\lambda_{DD,korr,max} = \frac{41,776 \frac{\text{W}}{\text{m}}}{(37,116-0,50) \text{ K}} \approx 1,14 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

Als Gesamtergebnis für die thermische Leitfähigkeit $\lambda_{DD,korr}$ ergibt sich folglich $1,10 \pm 0,04 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ bzw. $1,10 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1} \pm 3,6 \%$. Die jeweils gewählte konservative Fehlerabschätzung ergibt $1,10 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1} \pm 5 \%$. Alle relativen Fehler in Tab. 7.8 ergeben sich aus einer derartigen Berechnung.

Validierung des Simulationsmodells:

Einige notwendige Simulationsparameter sind für konkrete Anwendungsfälle nur sehr ungenau bestimmbar. Es wurden daher Vergleichssimulationen durchgeführt, um den Einfluss dieser Parameter zu untersuchen. Dazu wurden die folgenden Simulationsparameter in einem Bereich variiert, in dem die tatsächlichen Werte zu erwarten sind:

- Aufteilung der Wärmeleistung im Heizerstack
- Konvektion und Wärmestrahlung: Wärmeübergangskoeffizient und Emissionsgrad
- Thermische Kontaktwiderstände im Heizerstack

Die mit zahlreichen Vergleichssimulationen berechneten Ergebnisse von $\lambda_{DD,korr}$ weichen nur marginal von den Ergebnissen der Standardsimulation ab. Eine feinere Vernetzungsstrategie zeigt ebenfalls vernachlässigbare Abweichungen von $\lambda_{DD,korr}$. Das gewählte Simulationsmodell kann also als valide angesehen werden und die gewählte Vernetzung als ausreichend. Mögliche Abweichungen auf Grund obiger Simulationsparameter sind ohnehin durch die konservative Fehlerabschätzung berücksichtigt.

7.3 Ergebnisse zu SiO₂, Si₃N₄ und BN

In den praktischen Messungen wurden Samples mit den folgenden Dünnschicht-Dicken d_{film} charakterisiert, wobei d_{Film} mittels externer Ellipsometrie-Messungen bestimmt wurde:

- SiO₂: 111 nm, 518 nm, 1004 nm und 2050 nm
- Si₃N₄: 99 nm, 486 nm, 1044 nm und 2110 nm
- BN: 79 nm und 914 nm

Zur Berechnung der Dicke der DD muss die Dünnschicht-Dicke der jeweils dünnsten Schicht x von den jeweiligen Dünnschicht-Dicken der dickeren Schichten y subtrahiert werden: $d_{DD} = y - x$. Es ergeben sich dadurch die Werte von d_{DD} , welche in Tab. 7.2 aufgelistet sind.

Tab. 7.2: Werte für die Dicken der DDs: $d_{DD} = y - x$

	SiO ₂ (x = 111 nm)			Si ₃ N ₄ (x = 99 nm)			BN (x = 79 nm)
$d_{Film} \triangleq y$ [nm]	518	1004	2050	486	1044	2110	914
$d_{DD} = y - x$ [nm]	407	893	1939	387	945	2011	835

Zur Berechnung der thermischen Leitfähigkeiten benötigte Zwischenresultate:

Zur Berechnung der thermischen Leitfähigkeiten der DDs $\lambda_{DD,1D}$ und $\lambda_{DD,korr}$ in Tab. 7.8 sind einige Zwischenresultate nötig. Diese sind in Tab. 7.3 bis Tab. 7.7 aufgelistet. Zur Berechnung von $\lambda_{DD,1D}$ und für den Simulations-Fit werden die genauen Heizerbreiten b_H benötigt. Diese wurden mittels AFM-Messungen bestimmt und sind in Tab. 7.3 angegeben. Die Heizerlänge l_H beträgt einheitlich 22 mm.

Tab. 7.3: Durch AFM-Messungen ermittelte Heizerbreiten b_H

d_{Film} [nm]	SiO ₂				Si ₃ N ₄				BN	
		111	518	1004	2050	99	486	1044	2110	79
b_H [μm]	8,87	8,73	8,74	8,84	8,49	8,61	8,56	8,68	8,70	9,97

Der Temperaturabfall über der DD ΔT_{DD} (5 W) wurde bei SiO₂ und Si₃N₄ jeweils von den drei dickeren Dünnschichten zur dünnsten Dünnschicht (111 nm bzw. 99 nm) berechnet und simuliert. Bei BN gibt es nur eine DD-Kombination. Durch $n = 25$ Messungen ergaben sich die in Tab. 7.4 aufgelisteten Mittelwerte von ΔT_{DD} (5 W), welche mit Gleichung (7.3) und den $R_H(\dot{Q})$ -Kurven analog zu Abb. 7.1 ermittelt wurden. In der vorliegenden Arbeit weisen sämtliche $R_H(\dot{Q})$ -Kurven mit $R^2 > 0,9994$ eine hohe Fitgüte auf.

Tab. 7.4: Mittels Widerstandsmethode nach Gleichung (7.3) berechnete Temperaturabfälle ΔT_{DD} (5 W) als Mittelwerte aus jeweils $n = 25$ Messungen

	SiO ₂			Si ₃ N ₄			BN
$d_{Film} \hat{=} y$ [nm]	518	1004	2050	486	1044	2110	914
$d_{DD} = y - x$ [nm]	407	893	1939	387	945	2011	835
ΔT_{DD} (5 W) [K] ($n = 25$)	9,788	19,221	37,116	5,961	13,383	25,307	9,447
Standardabweichung σ [K]	0,165	0,170	0,164	0,227	0,158	0,165	0,165

Die Ergebnisse für den Fitparameter β_{Fit} aus den FEM-Simulationen finden sich in Tab. 7.5 bis Tab. 7.7. Die Min.- und Max.-Werte von β_{Fit} dienen der Berechnung der relativen Fehler. Alle Fitkurven zeigen mit $R^2 > 0,997$ in guter Näherung eine indirekte Proportionalität zwischen λ_{Film} und ΔT_{DD} (5 W). Ein Fit mit Potenzfunktionen der Form $\lambda_{Film} = a \cdot (\Delta T_{DD} (5 W))^b$ würde geringfügig bessere Fitgüten hervorrufen, der Einfluss auf die Ergebnisse ist aber marginal. Aus diesem Grund wurde Gleichung (7.5) als Fitgleichung gewählt.

Tab. 7.5: Durch Simulation ermittelte Fitparameter β_{Fit} für SiO₂ zur Berechnung von $\lambda_{DD,korr} = \beta_{Fit} / \Delta T_{DD} (5 W)$ mit $\Delta T_{DD} (5 W)$ aus Tab. 7.4

$d_{Film} \hat{=} y$ [nm]		518	1004	2050
$d_{DD} = y - 111$ [nm]		407	893	1939
β_{Fit} [Wm ⁻¹]	Min.	9,566	20,190	39,764
	Mittel	10,025	20,902	40,890
	Max.	10,389	21,469	41,776

Tab. 7.6: Durch Simulation ermittelte Fitparameter β_{Fit} für Si_3N_4 zur Berechnung von $\lambda_{DD,korr} = \beta_{Fit}/\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ mit $\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ aus Tab. 7.4

$d_{Film} \triangleq y$ [nm]		486	1044	2110
$d_{DD} = y - 99$ [nm]		387	945	2011
β_{Fit} [Wm^{-1}]	Min.	8,859	21,341	41,193
	Mittel	9,521	22,320	42,676
	Max.	9,916	22,959	43,644

Tab. 7.7: Durch Simulation ermittelte Fitparameter β_{Fit} für BN zur Berechnung von $\lambda_{DD,korr} = \beta_{Fit}/\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ mit $\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ aus Tab. 7.4

$d_{Film} \triangleq y$ [nm]		914 (Szenario ①)	914 (Szenario ②)
$d_{DD} = y - 79$ [nm]		835	835
$r_{th,C}$ zu BN [m^2KW^{-1}]		einheitlich $1 \cdot 10^{-8}$	$1 \cdot 10^{-8}$ bei $d_{Film} = 79\text{ nm}$; $4,5 \cdot 10^{-8}$ bei $d_{Film} = 914\text{ nm}$
β_{Fit} [Wm^{-1}]	Min.	14,857	20,342
	Mittel	16,525	20,877
	Max.	17,137	21,418

Berechnung der thermischen Leitfähigkeiten der DDs:

Durch Einsetzen der jeweiligen Temperaturabfälle $\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ aus Tab. 7.4 in die jeweiligen Fitkurven $\lambda_{DD,korr} = \beta_{Fit}/\Delta T_{DD}(5\text{ W})$ mit den β_{Fit} -Werten aus Tab. 7.5 bis Tab. 7.7 ergeben sich die korrigierten thermischen Leitfähigkeiten der DDs $\lambda_{DD,korr}$ in Tab. 7.8. Die Berechnung der relativen Fehler wird in Abschnitt 7.2 beschrieben und mit den Min.- und Max.-Werten von β_{Fit} durchgeführt. Zum Vergleich enthält Tab. 7.8 zusätzlich die durch eindimensionale Rechnung nach Gleichung (7.4) ermittelten $\lambda_{DD,1D}$ und das Verhältnis aus $\lambda_{DD,korr}/\lambda_{DD,1D}$. Bei der Berechnung von $\lambda_{DD,1D}$ wurde jeweils die Heizerbreite b_H des Samples mit der dicken Schicht nach Tab. 7.3 verwendet.

Tab. 7.8: Ergebnisse der Widerstandsmethode: $\lambda_{DD,1D}$ (Berechnung nach Gleichung (7.4) mit den Werten aus Tab. 7.2 bis Tab. 7.4) und $\lambda_{DD,korr}$ (Berechnung nach Gleichung (7.5) mit den Werten aus Tab. 7.4 bis Tab. 7.7)

	SiO_2			Si_3N_4			BN	BN
							(Szenario ①)	(Szenario ②)
$d_{Film} \triangleq y$ [nm]	518	1004	2050	486	1044	2110	914	914
$d_{DD} = y - x$ [nm]	407	893	1939	387	945	2011	835	835
$\lambda_{DD,1D}$ [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	1,08	1,21	1,34	1,71	1,87	2,08	2,01	2,01
$\lambda_{DD,korr}$ [$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	1,02 $\pm 10\%$	1,09 $\pm 7\%$	1,10 $\pm 5\%$	1,60 $\pm 15\%$	1,67 $\pm 8\%$	1,69 $\pm 6\%$	1,75 $\pm 15\%$	2,21 $\pm 9\%$
$\lambda_{DD,korr}/\lambda_{DD,1D}$	0,94	0,90	0,82	0,93	0,89	0,81	0,87	1,10

Für SiO_2 und Si_3N_4 ist generell eine leichte Abnahme von $\lambda_{DD,korr}$ mit sinkender Schichtdicke erkennbar, wobei sich der relative Fehler mit sinkender Schichtdicke erhöht. Aus dem Verhältnis $\lambda_{DD,korr}/\lambda_{DD,1D}$ wird deutlich, dass sich $\lambda_{DD,1D}$ mit sinkenden Werten von d_{DD} immer mehr $\lambda_{DD,korr}$ annähert. Dies kann damit erklärt werden, dass die Wärmeausbreitung innerhalb der Dünnschichten bei kleinen Schichtdicken näherungsweise eindimensional abläuft, da die Heizerbreite b_H sehr groß im Verhältnis zu d_{Film} ist. Eine eindimensionale Näherung kommt der realen Wärmeausbreitung dann sehr nahe. Dies gilt auch für die 3-Omega-Messungen nach Gleichung (2.45).

7.4 Ergebnisvergleich mit der 3-Omega-Methode

Um die Ergebnisse direkt mit der 3-Omega-Methode vergleichen zu können, wird die korrigierte thermische Leitfähigkeit mittels $r_{th,DD} = d_{DD}/\lambda_{DD,korr}$ in einen spezifischen thermischen Schichtwiderstand umgerechnet. Da die Ergebnisse der 3-Omega-Methode nicht aus dem Differenz-Temperaturabfall zwischen zwei Dünnschichten unterschiedlicher Dicke, sondern aus dem Differenz-Temperaturabfall zwischen Dünnschicht und Substrat bestimmt werden, muss hier vom spezifischen thermischen Widerstand der dicken Schicht $r_{th,Film,y}$ der spezifische thermische Widerstand der dünnen Schicht $r_{th,Film,x}$ subtrahiert werden. Dieser Wert entspricht dann dem mit der Widerstandsmethode berechneten $r_{th,DD}$. Unter Berücksichtigung der relativen Fehler beider Messmethoden ergibt sich Abb. 7.5. Zur besseren optischen Darstellung werden in Abb. 7.5 a) und b) interpolierte Fehlerbereiche gezeigt. Die Fehler bei den Messpunkten entsprechen den durch die Werte aus Tab. 6.1 und Tab. 7.8 berechneten Abweichungen. Da mit beiden Methoden dieselben Samples vermessen wurden, ist der Vergleich aussagekräftig.

Für dünne DDs aus SiO_2 (407 nm und 893 nm) und aus Si_3N_4 (387 nm und 945 nm) zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung der $r_{th,DD}$ -Werte zwischen der Widerstandsmethode und der 3-Omega-Methode. Bei den jeweils dicksten DDs aus SiO_2 (1939 nm) und aus Si_3N_4 (2011 nm) nehmen die Unterschiede leicht zu, wobei sich die Fehlerintervalle noch überschneiden. Bei BN kann die etwas größere Abweichung zwischen der Widerstandsmethode und der 3-Omega-Methode für Szenario ① nicht mehr durch die Fehlerrechnung erklärt werden. Daher wurden Vergleichssimulationen nach Szenario ② durchgeführt, bei denen die spezifischen thermischen Kontaktwiderstände $r_{th,c}$ zwischen Substrat/Dünnschicht und Dünnschicht/Heizer zu je $1 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ (79 nm BN) und $4,5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2\text{KW}^{-1}$ (914 nm BN) angenommen wurden. Dadurch ergeben sich ähnliche Werte für $r_{th,DD}$ wie bei der 3-Omega-Methode. Es wird deshalb vermutet, dass die thermischen Kontaktwiderstände bei BN einen größeren Einfluss haben und schichtdickenabhängig sind. Beim BN-Herstellungsprozess der hier untersuchten Samples handelt es sich um einen neuen, während dieser Arbeit extern entwickelten Prozess, bei dem die Schichtqualität auf Grund der Prozessparameter mit steigender Schichtdicke leicht abnimmt. Es erscheint daher plausibel, dass die thermischen Kontaktwiderstände zwischen Substrat/Dünnschicht und Dünnschicht/Heizer bei den Samples mit 79 nm und 914 nm BN nicht gleich sind. Dagegen scheinen die thermischen Kontaktwiderstände bei den mit bereits lange bekannten Standardprozessen hergestellten Samples aus SiO_2 und Si_3N_4 nur einen

geringen Einfluss zu haben oder tatsächlich unabhängig von der Schichtdicke zu sein. Die Widerstandsmethode funktioniert also zuverlässig, wenn die thermischen Kontaktwiderstände von Samples mit unterschiedlichen Dünnschicht-Dicken nahezu gleich sind, bekannt sind, oder deren Abweichungen nur geringen Einfluss auf den gesamten Temperaturabfall haben.

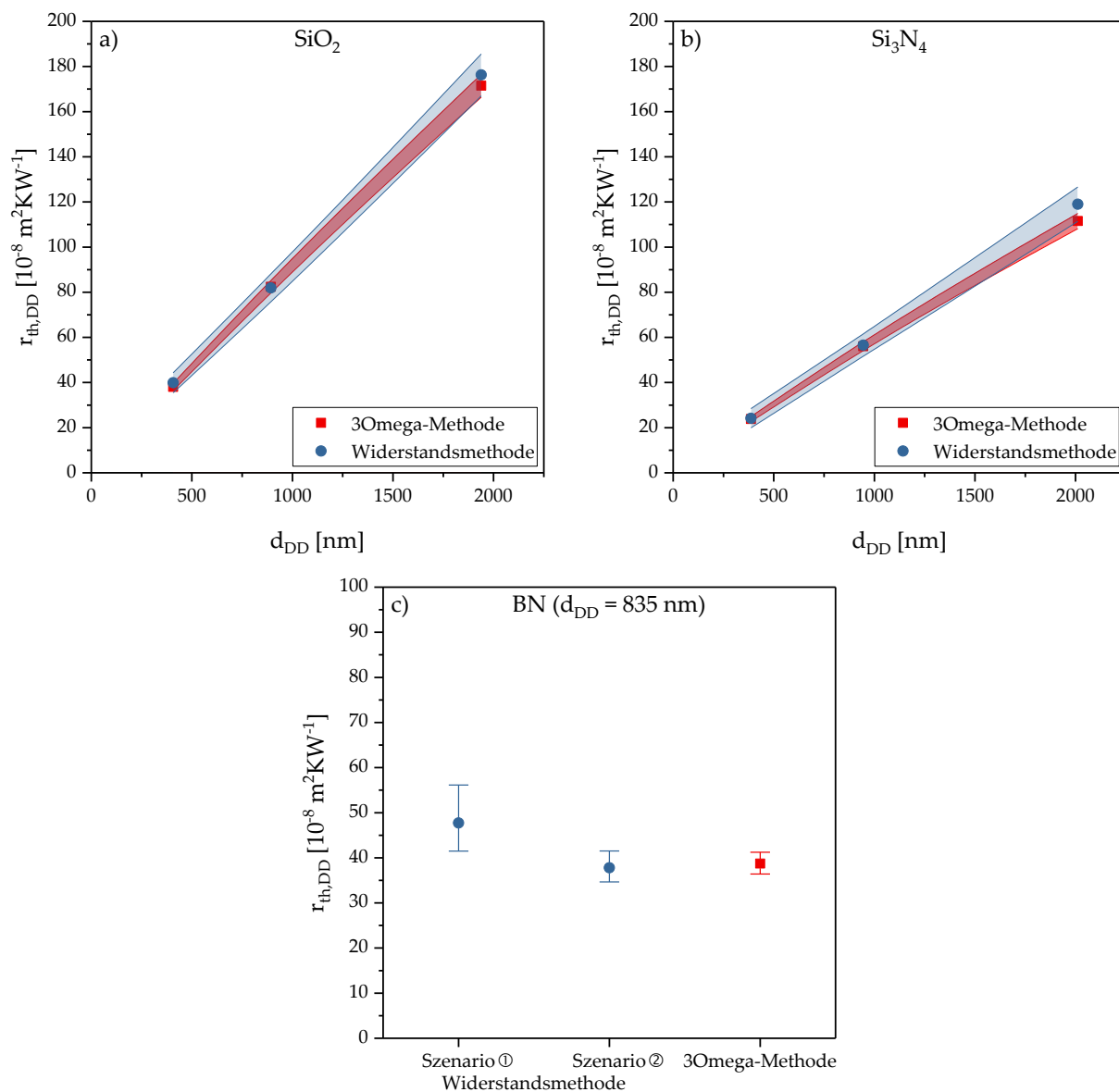


Abb. 7.5: Spezifische thermische Schichtwiderstände der DDs $r_{th,DD}$ der Widerstandsmethode im Vergleich zur 3-Omega-Methode: a) SiO_2 b) Si_3N_4 c) BN

Durch eine lineare Regression mit den Ergebnissen der Widerstandsmethode in Tab. 7.8 lassen sich analog zur 3-Omega-Methode die intrinsischen thermischen Leitfähigkeiten λ_{int} und die gesamten spezifischen thermischen Kontaktwiderstände $r_{th,C}$ nach Gleichung (6.1) berechnen. Die Ergebnisse sind in Tab. 7.9 dargestellt, wobei die Werte der 3-Omega-Methode aus Tab. 6.2 übernommen wurden. Die linearen Regressionen der Widerstandsmethode weisen mit $R^2 > 0,99990$ hohe Fitgüten auf. Aus Tab. 7.9 zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung von λ_{int} der 3-Omega-Methode und der Widerstandsmethode. Man kann zudem feststellen, dass die Werte von $r_{th,C}$ bei der Widerstandsmethode deutlich geringer sind als bei der 3-Omega-

Methode. Dies passt auch zur Theorie von DDs, nach der sich thermische Kontaktwiderstände im Idealfall eliminieren sollten. In Abb. 7.5 überschneiden sich außerdem fast alle Fehlerbereiche zwischen der 3-Omega-Methode und der Widerstandsmethode (außer bei BN, Szenario ①) und liegen oft sogar gut zentriert aufeinander (SiO₂: $d_{DD} = 407$ nm und $d_{DD} = 893$ nm; Si₃N₄: $d_{DD} = 387$ nm und $d_{DD} = 945$ nm). Daraus lässt sich schließen, dass Messungen mittels der Widerstandsmethode zielführend sind und auch das zur Korrektur herangezogene Simulationsmodell gut mit der Realität übereinstimmt. Als Hauptgrund für die etwas größeren Abweichungen von $r_{th,DD}$ bei dickeren DDs in Abb. 7.5 a) und b) (SiO₂: $d_{DD} = 1939$ nm und Si₃N₄: $d_{DD} = 2011$ nm) erscheinen vor allem temperaturabhängige Effekte plausibel. Demnach werden die Heizer und die Dünnschichten bei der Widerstandsmethode je nach maximaler Heizleistung wesentlich stärker erwärmt (ca. 25 K bei SiO₂ mit $d_{Film} = 2050$ nm und $\dot{Q} = 2,5$ W) als bei der 3-Omega-Methode (ca. 1,5 K bei SiO₂ mit $d_{Film} = 2050$ nm). Mit steigender Schichtdicke erhöht sich bei gleicher Heizleistung auch der Temperaturabfall über der Dünnschicht und somit die Heizertemperatur, weshalb temperaturabhängige Verfälschungen bei steigender Schichtdicke verstärkt auftreten dürften und nicht ausgeschlossen werden können.

Tab. 7.9: Berechnung von λ_{int} und $r_{th,C}$ aus den Ergebnissen der Widerstandsmethode in Tab. 7.8 durch lineare Regression nach Gleichung (6.1) und Vergleich mit den Ergebnissen der 3-Omega-Methode aus Tab. 6.2

Material	SiO ₂		Si ₃ N ₄	
Regressionsgleichung $r_{th,DD}(d_{DD})$	$r_{th,DD}(d_{DD}) = \frac{d_{DD}}{\lambda_{DD,korr}} = \frac{1}{\lambda_{int}} \cdot d_{DD} + r_{th,C}$			
Methode	3-Omega-Methode	Widerstandsmethode	3-Omega-Methode	Widerstandsmethode
λ_{Bulk} nach Tab. 2.4 [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	< 1,5		< 2	
λ_{int} [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	1,13	1,12	1,79	1,71
$r_{th,C}$ [10 ⁻⁸ m ² KW ⁻¹]	4,03	3,06	5,61	1,51

7.5 Zusammenfassung

Mittels Widerstandsmethode lassen sich im Vergleich zur 3-Omega-Methode relativ schnell und mit einer wesentlich preiswerteren Ausrüstung belastbare Messwerte erzielen. Die relativen Fehler der Widerstandsmethode sind jedoch etwas größer und außerdem müssen die folgenden Anmerkungen beachtet werden:

- Die thermischen Kontaktwiderstände der zur Berechnung der DD herangezogenen Samples müssen ähnlich sein. Ist dies nicht der Fall, muss sichergestellt werden, dass deren Einfluss auf das Ergebnis vernachlässigbar ist. Eine Korrektur durch gezielte Annahmen in den FEM-Simulationen ist ebenso möglich.
- Die intrinsischen thermischen Leitfähigkeiten der zur Berechnung der DD herangezogenen Samples müssen ähnlich sein. Weichen diese zu stark voneinander ab, kann dies in den FEM-Simulationen berücksichtigt werden. Alternativ muss sichergestellt werden, dass der Einfluss vernachlässigbar ist.

- Die Heizer der zur Berechnung der DD herangezogenen Samples sollten ähnlich breit und hoch sein. Die Heizerlängen sowie der Herstellungsprozess der Dünnschichten und der Heizer sollten identisch sein.
- In der vorliegenden Arbeit werden isotrope thermische Leitfähigkeiten angenommen. Bei anisotropen Dünnschichten könnte eine Korrektur ebenfalls durch gezielte Annahmen in den FEM-Simulationen stattfinden. Eine zusätzliche simulative Korrektur von Verfälschungen auf Grund von temperaturabhängigen thermischen Leitfähigkeiten und Kontaktwiderständen ist ebenso denkbar.
- Als Faustwerte für zielführende Messungen an einem ähnlichen Messaufbau können $\Delta T_{DD}(5\text{ W}) > 5\text{ K}$ (bzw. $R_{th,DD} > 1\text{ KW}^{-1}$) und $R_H > 100\ \Omega$ genannt werden. Dies sollte beim Sampledesign berücksichtigt werden.

Aus Tab. 7.8 wird zudem deutlich, dass die relativen Fehler von $\lambda_{DD,korr}$ mit sinkender Dicke der DD d_{DD} zunehmen. Auf Grund der mathematischen Zusammenhänge macht sich die absolute Messunsicherheit der Temperaturmessung, die unabhängig von d_{DD} ist, bei kleineren Werten von d_{DD} stärker bemerkbar. Relative Fehler von $\lambda_{DD,korr}$ von über 10 % sind bereits als hoch einzuschätzen. Andere Messmethoden wie die 3-Omega-Methode liefern für dünne und hochwärmeleitfähige Schichten genauere Ergebnisse. Die relativen Fehler der Widerstandsmethode könnten noch reduziert werden, indem die absolute Messunsicherheit der Temperaturmessung des Heizerstacks verringert wird. Dies könnte vor allem durch eine hochpräzise α - und R_H -Messung möglich sein. Dafür kommen insbesondere die folgenden Verbesserungen am Messaufbau in Frage, welche allerdings die Kosten einer Messung beträchtlich erhöhen:

- Durchführung aller Messungen im Hochvakuum
- Automatisierte Kontaktierung der Heizerpads mit konstanter Kraft und an identischen Positionen mittels Waferprober
- Automatisierte Aufnahme aller Messwerte zur Vermeidung menschlicher Einflüsse
- Messaufbau auf einem schwingungsentkoppelten Tisch
- Hochpräzises Messequipment (Source-Meter und temperaturregelbare Wärmesenke)

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass mittels Widerstandsmethode in der in dieser Arbeit entwickelten Konfiguration belastbare Werte für thermische Leitfähigkeiten ermittelt werden können. Die Vorteile der Widerstandsmethode und der 3-Omega-Methode werden abschließend in Tab. 7.10 gegenübergestellt.

Tab. 7.10: Allgemeiner Vergleich der Widerstandsmethode und der 3-Omega-Methode

	Widerstandsmethode (inkl. FEM-Simulationen)	3-Omega-Methode
Geringere Kosten des Messaufbaus	x	
Geringere Komplexität des Messaufbaus	x	
Geringere Messdauer	x	
Höhere Genauigkeit		x
Größerer Einsatzbereich		x
Etabliertere Methode		x

8 Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Arbeit leistet durch die Entwicklung und Optimierung verschiedener Methoden einen wichtigen Beitrag zur thermischen Charakterisierung dünner Schichten. Ein Schwerpunkt liegt dabei auf SThM-Messungen. Daraus lassen sich aus umfangreichen Untersuchungen bedeutende Erkenntnisse ziehen. Aus den Voruntersuchungen in Kapitel 3 wurden diverse Artefakt-Typen bei dynamischem SThM extrahiert sowie deren Identifizierung und Verringerung bzw. Vermeidung beschrieben. Darüber hinaus wurden Standardparameter sowohl für dynamische als auch für statische SThM-Messungen ermittelt. Durch diese Voruntersuchungen konnten dann die eigentlichen SThM-Messungen in Kapitel 4 durchgeführt werden. Es zeigte sich, dass sich der Spitzentyp VITA-DM-NanoTA-200 für die meisten Messungen in Luftumgebung vorteilhaft gegenüber dem Spitzentyp VITA-DM-GLA-1 verhält. Darüber hinaus wurde der Einsatzbereich verschiedener SThM-Submodi in Luftumgebung erfolgreich evaluiert. So konnten die Übergangstemperaturen von Kunststoffen und die thermischen Leitfähigkeiten diverser Bulk-Samples mit $\lambda < 5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ zuverlässig bestimmt werden, wobei die Ergebnisse gut mit Literaturwerten übereinstimmen. Durch qualitatives SThM wurden verschiedene Stufensamples vermessen, wodurch Auswirkungen eines Anneal-Prozesses auf Dünnschichten aus h-BN erforscht wurden. Dabei zeigte sich, dass sich die thermischen Kontaktwiderstände zwischen Substrat und Dünnschicht bei höheren Anneal-Temperaturen verringern. Des Weiteren konnten wichtige Erkenntnisse bzgl. der Zusammensetzung des thermischen Signals an SiO_2 -Stufensamples gewonnen werden. So wird durch das SThM-Signal bei dünnen Schichten bis etwa 50 nm zum Großteil der thermische Kontaktwiderstand zwischen Dünnschicht und Substrat gemessen, während das thermische Signal bei dickeren Schichten hauptsächlich aus dem thermischen Schichtwiderstand der Dünnschicht besteht. Die quantitative Bestimmung thermischer Leitfähigkeiten von Dünnschichten und die Erfassung von Oberflächentemperaturen ist hingegen mittels SThM in Luftumgebung kaum möglich. Diese Submodi dürften sich eher für Messungen im Hochvakuum eignen. Generell könnten ähnliche SThM-Untersuchungen in weiterführenden Arbeiten mit einem Hochvakuumsystem durchgeführt werden, um so die in Luftumgebung ungeeigneten Methoden detailliert zu analysieren und um Standardparameter für Vakuummessungen herauszuarbeiten. Dadurch könnten weitere Forschungslücken geschlossen werden.

Die in Kapitel 5 präsentierten Vergleiche zwischen den FEM-Simulationen und praktischen Messungen mit einer SThM-Spitze vom Typ VITA-DM-NanoTA-200 zeigen, dass das Simulationsmodell gut mit der Realität übereinstimmt, obwohl einige Parameter mit Hilfe der wissenschaftlichen Literatur abgeschätzt werden mussten. Die Ziele der Simulationen sind das Verstehen der Methode, das Ziehen von sinnvollen Rückschlüssen und damit die Evaluierung des Einsatzbereiches von SThM mit dem Spitzentyp VITA-DM-NanoTA-200. Dies konnte durch die Simulationen erreicht werden. So bestätigen diese, dass durch quantitatives SThM in Luftumgebung Bulk-Samples mit thermischen Leitfähigkeiten $< 5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ sinnvoll vermessen werden können und der NC-Abstand zur Messung des R_{NC} -Signals $> 1 \text{ mm}$ sein sollte. Eine sehr wichtige Erkenntnis bei SThM in Luftumgebung ist zudem die Feststellung, dass fast die komplette Wärmeübertragung durch die Luft und nicht durch die Kontaktfläche

zwischen Spitze und Sample stattfindet. Dadurch lassen sich einige Artefakte und der limitierte Einsatzbereich von SThM in Luftumgebung erklären. Für Messungen im Hochvakuum konnte festgestellt werden, dass sich der Einsatzbereich von SThM für Samples mit höheren Wärmeleitfähigkeiten zwar theoretisch erweitern dürfte, jedoch könnte die Erstellung von sinnvollen Kalibrierungskurven wesentlich schwieriger sein als in Luftumgebung. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Kalibrierungskurven im Hochvakuum wesentlich stärker vom Zustand der SThM-Spitze sowie von den mechanischen Materialparametern und der Oberflächenbeschaffenheit der Samples abhängen. Vakuummessungen dürften daher stark limitiert sein auf möglichst ähnliche Samples. Des Weiteren konnte durch die Simulationen bestätigt werden, dass Oberflächenrauheiten und Stufen einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf SThM-Messungen in Luftumgebung haben. Im Hochvakuum dürfte ein derartiger Effekt nur auftreten, wenn Rauheiten im nm-Bereich die Kontaktfläche direkt beeinflussen.

Bei der thermischen Charakterisierung von Dünnschichten aus SiO_2 , Si_3N_4 , BN und AlN mittels der etablierten 3-Omega-Methode in Kapitel 6 lässt sich feststellen, dass die Ergebnisse dieser Arbeit im Bereich von Referenzwerten aus der Literatur liegen. Die Ergebnisse können daher als sehr aussagekräftig angesehen werden und eignen sich hervorragend als Vergleichswerte für die anderen Methoden und für theoretische Betrachtungen. Schließlich wird in Kapitel 7 mit der Widerstandsmethode in Kombination mit FEM-Simulationen eine neuartige Vorgehensweise zur thermischen Charakterisierung dünner Schichten präsentiert. Die Ergebnisse stimmen generell gut mit denen der 3-Omega-Methode überein. Im Vergleich zur 3-Omega-Methode lassen sich belastbare Messwerte schneller und mit einer wesentlich preiswerteren Messausrüstung erzielen. Die relativen Fehler der Widerstandsmethode sind jedoch etwas größer und außerdem ist der Einsatzbereich der Widerstandsmethode hinsichtlich minimaler Schichtdicke und thermischer Eigenschaften der Dünnschichten stärker limitiert im Vergleich zur 3-Omega-Methode. In weiterführenden Arbeiten könnte die Widerstandsmethode insbesondere durch eine Verringerung der absoluten Unsicherheit der Temperaturmessung verbessert werden. Dies könnte beispielsweise durch den Einsatz von Hochvakuum, durch eine generelle Automatisierung des Messvorgangs und durch einen schwingungsentkoppelten Messaufbau mit hochpräzisen Messgeräten erreicht werden. Die Kosten der Methode dürften dadurch allerdings stark ansteigen.

Zusammenfassend ermöglicht diese Arbeit eine weitergehende Forschung an zukünftigen Dünnschichtmaterialien und deren thermischer Charakterisierung. Dies ist nötig, um die thermischen Anforderungen von mikro- und nanoelektronischen Systemen auch bei weiter sinkenden Strukturgrößen erfüllen zu können. Aufbauend auf den neuen Erkenntnissen können mittels SThM weitere vielversprechende Materialien in Luftumgebung oder im Hochvakuum untersucht werden. Die Messungen mit der 3-Omega-Methode zeigen, dass die Methode auch bei ultradünnen Schichten angewandt werden kann. Die dadurch ermittelten thermischen Leitfähigkeiten sind insbesondere relevant für eine mögliche Verwendung von Dünnschichten aus SiO_2 , Si_3N_4 , BN und AlN als Dielektrika. Die neu entwickelte Widerstandsmethode ermöglicht zudem eine schnelle und kostengünstige Messung von thermischen Leitfähigkeiten dünner Schichten.

Literaturverzeichnis

- [1] Metzke, C.; Kühnel, F.; Weber, J.; Benstetter, G. (2021): *Scanning Thermal Microscopy of Ultrathin Films: Numerical Studies Regarding Cantilever Displacement, Thermal Contact Areas, Heat Fluxes, and Heat Distribution*. In: *Nanomaterials*, 11 (2), 491. DOI: 10.3390/nano11020491.
- [2] Nitsche, K.; Marek, R. (2007): *Praxis der Wärmeübertragung: Grundlagen, Anwendungen, Übungsaufgaben*. Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag. München. ISBN: 9783446409996.
- [3] Fourier, M. (1884): *Analytische Theorie der Wärme: Deutsche Ausgabe von Dr. B. Weinstein*. Verlag von Julius Springer. Berlin.
- [4] Yamane, T.; Nagai, N.; Katayama, S.; Todoki, M. (2002): *Measurement of thermal conductivity of silicon dioxide thin films using a 3ω method*. In: *Journal of Applied Physics*, 91 (12), 9772. DOI: 10.1063/1.1481958.
- [5] Cahill, D. G.; Bullen, A.; Lee, S.-M. (2000): *Interface thermal conductance and the thermal conductivity of multilayer thin films*. In: *High Temperatures-High Pressures*, 32 (2), 135–142. DOI: 10.1068/htwi9.
- [6] Khan, M. H.; Liu, H. K.; Sun, X.; Yamauchi, Y.; Bando, Y.; Golberg, D.; Huang, Z. (2017): *Few-atomic-layered hexagonal boron nitride: CVD growth, characterization, and applications*. In: *Materials Today*, 20 (10), 611–628. DOI: 10.1016/j.mattod.2017.04.027.
- [7] Lee, S.-M.; Cahill, D. G. (1997): *Heat transport in thin dielectric films*. In: *Journal of Applied Physics*, 81 (6), 2590–2595. DOI: 10.1063/1.363923.
- [8] Kim, J. H.; Feldman, A.; Novotny, D. (1999): *Application of the three omega thermal conductivity measurement method to a film on a substrate of finite thickness*. In: *Journal of Applied Physics*, 86 (7), 3959–3963. DOI: 10.1063/1.371314.
- [9] Balandin, A. A. (2011): *In-plane and cross-plane thermal conductivity of graphene: applications in thermal interface materials*. In: *Carbon Nanotubes, Graphene, and Associated Devices IV*. SPIE. 810107. DOI: 10.1117/12.894455.
- [10] Belkerk, B. E.; Soussou, A.; Carette, M.; Djouadi, M. A.; Scudeller, Y. (2012): *Structural-dependent thermal conductivity of aluminium nitride produced by reactive direct current magnetron sputtering*. In: *Applied Physics Letters*, 101 (15), 151908. DOI: 10.1063/1.4757298.
- [11] Chen, J.; Zhang, G.; Li, B. (2012): *Thermal contact resistance across nanoscale silicon dioxide and silicon interface*. In: *Journal of Applied Physics*, 112 (6), 64319. DOI: 10.1063/1.4754513.
- [12] Duquenne, C.; Besland, M.-P.; Tessier, P. Y.; Gautron, E.; Scudeller, Y.; Averty, D. (2012): *Thermal conductivity of aluminium nitride thin films prepared by reactive magnetron sputtering*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 45 (1), 15301. DOI: 10.1088/0022-3727/45/1/015301.

- [13] Cappella, A.; Battaglia, J.-L.; Schick, V.; Kusiak, A.; Lamperti, A.; Wiemer, C.; Hay, B. (2013): *High Temperature Thermal Conductivity of Amorphous Al₂O₃ Thin Films Grown by Low Temperature ALD*. In: *Advanced Engineering Materials*, 15 (11), 1046–1050. DOI: 10.1002/adem.201300132.
- [14] Su, Z.; Freedman, J. P.; Leach, J. H.; Preble, E. A.; Davis, R. F.; Malen, J. A. (2013): *The impact of film thickness and substrate surface roughness on the thermal resistance of aluminum nitride nucleation layers*. In: *Journal of Applied Physics*, 113 (21), 213502. DOI: 10.1063/1.4808238.
- [15] Jaramillo-Fernandez, J.; Ordonez-Miranda, J.; Ollier, E.; Volz, S. (2015): *Tunable thermal conductivity of thin films of polycrystalline AlN by structural inhomogeneity and interfacial oxidation*. In: *Physical chemistry chemical physics: PCCP*, 17 (12), 8125–8137. DOI: 10.1039/c4cp05838k.
- [16] Gaskins, J. T.; Hopkins, P. E.; Merrill, D. R.; Bauers, S. R.; Hadland, E.; Johnson, D. C.; Koh, D.; Yum, J. H.; Banerjee, S.; Nordell, B. J.; Paquette, M. M.; Caruso, A. N.; Lanford, W. A.; Henry, P.; Ross, L.; Li, H.; Li, L.; French, M.; Rudolph, A. M.; King, S. W. (2017): *Review—Investigation and Review of the Thermal, Mechanical, Electrical, Optical, and Structural Properties of Atomic Layer Deposited High-k Dielectrics: Beryllium Oxide, Aluminum Oxide, Hafnium Oxide, and Aluminum Nitride*. In: *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 6 (10), N189-N208. DOI: 10.1149/2.0091710jss.
- [17] Li, X.; Yan, Y.; Dong, L.; Guo, J.; Aiyiti, A.; Xu, X.; Li, B. (2017): *Thermal conduction across a boron nitride and SiO₂ interface*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 50 (10), 104002. DOI: 10.1088/1361-6463/aa59a8.
- [18] Park, W.; Sood, A.; Park, J.; Asheghi, M.; Sinclair, R.; Goodson, K. E. (2017): *Enhanced Thermal Conduction Through Nanostructured Interfaces*. In: *Nanoscale and Microscale Thermophysical Engineering*, 21 (3), 134–144. DOI: 10.1080/15567265.2017.1296910.
- [19] Moridi, A.; Zhang, L.; Liu, W.; Duvall, S.; Brawley, A.; Jiang, Z.; Yang, S.; Li, C. (2018): *Characterisation of high thermal conductivity thin-film substrate systems and their interface thermal resistance*. In: *Surface and Coatings Technology*, 334, 233–242. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2017.11.021.
- [20] Xian, Y.; Zhang, P.; Zhai, S.; Yuan, P.; Yang, D. (2018): *Experimental characterization methods for thermal contact resistance: A review*. In: *Applied Thermal Engineering*, 130, 1530–1548. DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2017.10.163.
- [21] Chien, H.-C.; Yao, D.-J.; Hsu, C.-T. (2008): *Measurement and evaluation of the interfacial thermal resistance between a metal and a dielectric*. In: *Applied Physics Letters*, 93 (23), 231910. DOI: 10.1063/1.3039806.
- [22] Popov, V. L. (2009): *Kontaktmechanik und Reibung*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. Berlin, Heidelberg. ISBN: 978-3-540-88836-9.

-
- [23] Guen, E.; Chapuis, P.-O.; Rajkumar, R.; Dobson, P. S.; Mills, G.; Weaver, J. M. R.; Gomés, S. (2020): *Scanning thermal microscopy on samples of varying effective thermal conductivities and identical flat surfaces*. In: *Journal of Applied Physics*, 128 (23), 235301. DOI: 10.1063/5.0020276.
- [24] Bejan, A.; Kraus, A. D. (2003): *Heat transfer handbook*. John Wiley & Sons. New Jersey. ISBN: 0471390151.
- [25] Dryden, J. R. (1983): *The Effect of a Surface Coating on the Constriction Resistance of a Spot on an Infinite Half-Plane*. In: *Journal of Heat Transfer*, 105 (2), 408–410. DOI: 10.1115/1.3245596.
- [26] Juszczak, J.; Kaźmierczak-Bałata, A.; Firek, P.; Bodzenta, J. (2017): *Measuring thermal conductivity of thin films by Scanning Thermal Microscopy combined with thermal spreading resistance analysis*. In: *Ultramicroscopy*, 175, 81–86. DOI: 10.1016/j.ultramic.2017.01.012.
- [27] Wexler, G. (1966): *The size effect and the non-local Boltzmann transport equation in orifice and disk geometry*. In: *Proceedings of the Physical Society*, 89 (4), 927–941. DOI: 10.1088/0370-1328/89/4/316.
- [28] Carslaw, H. S.; Jaeger, J. C. (2008): *Conduction of heat in solids*. 2. Auflage. Clarendon Press. Oxford. ISBN: 0198533683.
- [29] Puyoo, E.; Grauby, S.; Rampoux, J.-M.; Rouvière, E.; Dilhaire, S. (2010): *Thermal exchange radius measurement: application to nanowire thermal imaging*. In: *Review of Scientific Instruments*, 81 (7), 73701. DOI: 10.1063/1.3455214.
- [30] Beckmann, H.-W.; Lampe, K.; Milde, H.; Rohlfing, H.; Scheurmann, M.; Tornau, F.; Zantis, F.-P.; Moussaoui, M.; Dümke, A. (2015): *Friedrich Tabellenbuch: Elektrotechnik / Elektronik*. Bildungsverlag EINS. Troisdorf. ISBN: 3427530256.
- [31] Metzke, C.; Frammelsberger, W.; Weber, J.; Kühnel, F.; Zhu, K.; Lanza, M.; Benstetter, A. G. (2020): *On the Limits of Scanning Thermal Microscopy of Ultrathin Films*. In: *Materials*, 13 (3). DOI: 10.3390/ma13030518.
- [32] Binnig, G.; Quate, C. F.; Gerber, C. (1986): *Atomic force microscope*. In: *Physical review letters*, 56 (9), 930–933. DOI: 10.1103/PhysRevLett.56.930.
- [33] Born, A. (2000): *Nanotechnologische Anwendungen der Rasterkapazitätsmikroskopie und verwandter Rastersondenmethoden*. Dissertation. Universität Hamburg. Hamburg.
- [34] Frammelsberger, W. (2006): *Improved atomic force microscopy based techniques for electrical and structural characterisation of thin dielectric films*. Dissertation. University of the West of England. Bristol.
- [35] Williams, C. C.; Wickramasinghe, H. K. (1986): *Scanning thermal profiler*. In: *Applied Physics Letters*, 49 (23), 1587–1589. DOI: 10.1063/1.97288.
- [36] Nonnenmacher, M.; Wickramasinghe, H. K. (1992): *Scanning probe microscopy of thermal conductivity and subsurface properties*. In: *Applied Physics Letters*, 61 (2), 168–170. DOI: 10.1063/1.108207.
-

- [37] Majumdar, A.; Carrejo, J. P.; Lai, J. (1993): *Thermal imaging using the atomic force microscope*. In: *Applied Physics Letters*, 62 (20), 2501–2503. DOI: 10.1063/1.109335.
- [38] Hammiche, A.; Pollock, H. M.; Song, M.; Hourston, D. J. (1996): *Sub-surface imaging by scanning thermal microscopy*. In: *Measurement Science and Technology*, 7 (2), 142–150. DOI: 10.1088/0957-0233/7/2/004.
- [39] Hammiche, A.; Reading, M.; Pollock, H. M.; Song, M.; Hourston, D. J. (1996): *Localized thermal analysis using a miniaturized resistive probe*. In: *Review of Scientific Instruments*, 67 (12), 4268–4274. DOI: 10.1063/1.1147525.
- [40] Callard, S.; Tallarida, G.; Borghesi, A.; Zanotti, L. (1999): *Thermal conductivity of SiO₂ films by scanning thermal microscopy*. In: *Journal of Non-Crystalline Solids*, 245 (1-3), 203–209. DOI: 10.1016/S0022-3093(98)00863-1.
- [41] Gorbunov, V. V.; Fuchigami, N.; Hazel, J. L.; Tsukruk, V. V. (1999): *Probing Surface Microthermal Properties by Scanning Thermal Microscopy*. In: *Langmuir*, 15 (24), 8340–8343. DOI: 10.1021/la990913a.
- [42] Price, D. M.; Reading, M.; Hammiche, A.; Pollock, H. M. (1999): *Micro-thermal analysis: scanning thermal microscopy and localised thermal analysis*. In: *International Journal of Pharmaceutics*, 192 (1), 85–96. DOI: 10.1016/S0378-5173(99)00275-6.
- [43] Altes, A.; Heiderhoff, R.; Balk, L. J. (2004): *Quantitative dynamic near-field microscopy of thermal conductivity*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 37 (6), 952–963. DOI: 10.1088/0022-3727/37/6/023.
- [44] Fiege, G. B. M. (2001): *Quantitative Erfassung von thermischen Eigenschaften mit Hilfe der Rastersondenmikroskopie*. Dissertation. Bergische Universität Wuppertal. Wuppertal.
- [45] Altes, A. (2004): *Quantitative dynamic near-field microscopy of thermal conductivity*. Dissertation. Bergische Universität Wuppertal. Wuppertal.
- [46] Gomes, S.; Trannoy, N.; Grossel, P.; Depasse, F.; Bainier, C.; Charrat, D. (2001): *D.C. scanning thermal microscopy: Characterisation and interpretation of the measurement*. In: *International Journal of Thermal Sciences*, 40 (11), 949–958. DOI: 10.1016/S1290-0729(01)01281-9.
- [47] Shi, L.; Majumdar, A. (2002): *Thermal Transport Mechanisms at Nanoscale Point Contacts*. In: *Journal of Heat Transfer*, 124 (2), 329–337. DOI: 10.1115/1.1447939.
- [48] Chapuis, P.-O.; Greffet, J.-J.; Joulain, K.; Volz, S. (2006): *Heat transfer between a nano-tip and a surface*. In: *Nanotechnology*, 17 (12), 2978–2981. DOI: 10.1088/0957-4484/17/12/026.
- [49] Lefèvre, S.; Volz, S.; Chapuis, P.-O. (2006): *Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate*. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49 (1-2), 251–258. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2005.07.010.
- [50] Stempflé, P.; Pantalé, O.; Djilali, T.; Njiwa, R. K.; Bourrat, X.; Takadoum, J. (2010): *Evaluation of the real contact area in three-body dry friction by micro-thermal analysis*. In: *Tribology International*, 43 (10), 1794–1805. DOI: 10.1016/j.triboint.2009.12.001.

-
- [51] Assy, A.; Gomès, S. (2015): *Heat transfer at nanoscale contacts investigated with scanning thermal microscopy*. In: *Applied Physics Letters*, 107 (4), 43105. DOI: 10.1063/1.4927653.
- [52] Nguyen, K. L.; Merchiers, O.; Chapuis, P.-O. (2017): *Near-field radiative heat transfer in scanning thermal microscopy computed with the boundary element method*. In: *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 202, 154–167. DOI: 10.1016/j.jqsrt.2017.07.021.
- [53] Wilson, A. A.; Borca-Tasciuc, T. (2017): *Quantifying non-contact tip-sample thermal exchange parameters for accurate scanning thermal microscopy with heated microprobes*. In: *Review of Scientific Instruments*, 88 (7), 74903. DOI: 10.1063/1.4991017.
- [54] Pratap, D.; Islam, R.; Al-Alam, P.; Randrianalisoa, J.; Trannoy, N. (2018): *Effect of air confinement on thermal contact resistance in nanoscale heat transfer*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 51 (12), 125301. DOI: 10.1088/1361-6463/aaa4f.
- [55] Umatova, Z.; Zhang, Y.; Rajkumar, R.; Dobson, P. S.; Weaver, J. M. R. (2019): *Quantification of atomic force microscopy tip and sample thermal contact*. In: *Review of Scientific Instruments*, 90 (9), 95003. DOI: 10.1063/1.5097862.
- [56] Li, Y.; Mehra, N.; Ji, T.; Zhu, J. (2018): *Realizing the nanoscale quantitative thermal mapping of scanning thermal microscopy by resilient tip-surface contact resistance models*. In: *Nanoscale horizons*, 3 (5), 505–516. DOI: 10.1039/c8nh00043c.
- [57] Chirtoc, M.; Bodzenta, J.; Kaźmierczak-Bałata, A. (2020): *Calibration of conductance channels and heat flux sharing in scanning thermal microscopy combining resistive thermal probes and pyroelectric sensors*. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 156, 119860. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2020.119860.
- [58] Gomès, S.; Trannoy, N.; Gossel, P. (1999): *DC thermal microscopy: study of the thermal exchange between a probe and a sample*. In: *Measurement Science and Technology*, 10 (9), 805–811. DOI: 10.1088/0957-0233/10/9/307.
- [59] Assy, A.; Lefèvre, S.; Chapuis, P.-O.; Gomès, S. (2014): *Analysis of heat transfer in the water meniscus at the tip-sample contact in scanning thermal microscopy*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 47 (44), 442001. DOI: 10.1088/0022-3727/47/44/442001.
- [60] Assy, A.; Gomès, S. (2015): *Temperature-dependent capillary forces at nano-contacts for estimating the heat conduction through a water meniscus*. In: *Nanotechnology*, 26 (35), 355401. DOI: 10.1088/0957-4484/26/35/355401.
- [61] Wielgoszewski, G.; Gotszalk, T. (2015): *Scanning Thermal Microscopy (SThM)*. In: *Advances in Imaging and Electron Physics*, 190, 177–221. DOI: 10.1016/bs.aiep.2015.03.011.
- [62] Gomès, S.; Assy, A.; Chapuis, P.-O. (2015): *Scanning thermal microscopy: A review*. In: *physica status solidi (a)*, 212 (3), 477–494. DOI: 10.1002/pssa.201400360.
-

- [63] Abad, B.; Borca-Tasciuc, D.-A.; Martín-González, M. S. (2017): *Non-contact methods for thermal properties measurement*. In: *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 76, 1348–1370. DOI: 10.1016/j.rser.2017.03.027.
- [64] Vera-Londono, L.; Caballero-Calero, O.; Pérez-Taborda, J. A.; Martín-González, M. (2019): *Advances in Scanning Thermal Microscopy Measurements for Thin Films*. In: *Coatings and Thin-Film Technologies*. DOI: 10.5772/intechopen.79961.
- [65] Zhang, Y.; Zhu, W.; Hui, F.; Lanza, M.; Borca-Tasciuc, T.; Muñoz Rojo, M. (2020): *A Review on Principles and Applications of Scanning Thermal Microscopy (SThM)*. In: *Advanced Functional Materials*, 30 (18), 1900892. DOI: 10.1002/adfm.201900892.
- [66] Li, Y.; Zhang, Y.; Liu, Y.; Xie, H.; Yu, W. (2022): *A Comprehensive Review for Micro/Nanoscale Thermal Mapping Technology Based on Scanning Thermal Microscopy*. In: *Journal of Thermal Science*, 31 (4), 976–1007. DOI: 10.1007/s11630-022-1654-1.
- [67] Bodzenta, J.; Kaźmierczak-Bałata, A. (2022): *Scanning thermal microscopy and its applications for quantitative thermal measurements*. In: *Journal of Applied Physics*, 132 (14), 140902. DOI: 10.1063/5.0091494.
- [68] Geinzer, A.-K. (2010): *Thermoelastic analysis of devices by scanning near-field thermal microscopy techniques*. Dissertation. Bergische Universität Wuppertal. Wuppertal.
- [69] Wah, H. H. (2012): *Scanning Thermal Microscopy Methodology for Accurate and Reliable Thermal Measurement*. Dissertation. National University of Singapore. Singapur.
- [70] Jensen, C. B. (2014): *Bridging the Nano- and Macro-Worlds: Thermal Property Measurement Using Thermal Microscopy and Photothermal Radiometry – Application to Particle-Irradiation Damage Profile in Zirconium Carbide*. Dissertation. Utah State University. Logan.
- [71] Assy, A. (2015): *Development of two techniques for thermal characterization of materials: Scanning Thermal Microscopy (SThM) and 2ω method*. Dissertation. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Lyon.
- [72] Ge, Y. (2016): *Quantitative Measurement Using Scanning Thermal Microscopy*. Dissertation. University of Glasgow. Glasgow.
- [73] Massoud, A. M. (2016): *Experimental characterization of heat transfer in nanostructured silicon-based materials*. Dissertation. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Lyon.
- [74] Spièce, J. (2019): *Quantitative Mapping of Nanothermal Transport via Scanning Thermal Microscopy*. Dissertation. Lancaster University. Lancaster.
- [75] Li, Y. (2020): *Nanoscale Thermal Characterization by Scanning Thermal Microscopy (SThM)*. Dissertation. University of Akron. Akron.

-
- [76] Janus, P.; Szmigiel, D.; Weisheit, M.; Wielgoszewski, G.; Ritz, Y.; Grabiec, P.; Hecker, M.; Gotszalk, T.; Sulecki, P.; Zschech, E. (2010): *Novel SThM nanoprobe for thermal properties investigation of micro- and nanoelectronic devices*. In: *Microelectronic Engineering*, 87 (5-8), 1370–1374. DOI: 10.1016/j.mee.2009.11.178.
- [77] Timofeeva, M.; Bolshakov, A.; Tovee, P. D.; Zeze, D. A.; Dubrovskii, V. G.; Kolosov, O. V. (2013): *Nanoscale resolution scanning thermal microscopy with thermally conductive nanowire probes*. DOI: 10.48550/arXiv.1309.2010.
- [78] Timofeeva, M.; Bolshakov, A.; Tovee, P. D.; Zeze, D. A.; Dubrovskii, V. G.; Kolosov, O. V. (2016): *Scanning thermal microscopy with heat conductive nanowire probes*. In: *Ultramicroscopy*, 162, 42–51. DOI: 10.1016/j.ultramic.2015.12.006.
- [79] Nazarenko, M.; Rosamond, M. C.; Gallant, A. J.; Kolosov, O. V.; Dubrovskii, V. G.; Zeze, D. A. (2017): *A simplified model to estimate thermal resistance between carbon nanotube and sample in scanning thermal microscopy*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 50 (49), 494004. DOI: 10.1088/1361-6463/aa900e.
- [80] Zhang, Y.; Castillo, E. E.; Mehta, R. J.; Ramanath, G.; Borca-Tasciuc, T. (2011): *A noncontact thermal microprobe for local thermal conductivity measurement*. In: *Review of Scientific Instruments*, 82 (2), 24902. DOI: 10.1063/1.3545823.
- [81] Zhang, Y.; Zhu, W.; Borca-Tasciuc, T. (2021): *Thermal conductivity measurements of thin films by non-contact scanning thermal microscopy under ambient conditions*. In: *Nanoscale Advances*, 3 (3), 692–702. DOI: 10.1039/D0NA00657B.
- [82] Zhang, Y.; Zhu, W.; Han, L.; Borca-Tasciuc, T. (2020): *Quantitative temperature distribution measurements by non-contact scanning thermal microscopy using Wollaston probes under ambient conditions*. In: *Review of Scientific Instruments*, 91 (1), 14901. DOI: 10.1063/1.5099981.
- [83] Ramiandrisoa, L.; Allard, A.; Joumani, Y.; Hay, B.; Gomés, S. (2017): *A dark mode in scanning thermal microscopy*. In: *Review of Scientific Instruments*, 88 (12), 125115. DOI: 10.1063/1.5002096.
- [84] Koo, S.; Park, J.; Kim, K. (2022): *Pico-Watt Scanning Thermal Microscopy for Thermal Energy Transport Investigation in Atomic Materials*. In: *Nanomaterials*, 12 (9). DOI: 10.3390/nano12091479.
- [85] Lefèvre, S.; Volz, S. (2005): *3 ω -scanning thermal microscope*. In: *Review of Scientific Instruments*, 76 (3), 33701. DOI: 10.1063/1.1857151.
- [86] Puyoo, E.; Grauby, S.; Rampnoux, J.-M.; Rouvière, E.; Dilhaire, S. (2011): *Scanning thermal microscopy of individual silicon nanowires*. In: *Journal of Applied Physics*, 109 (2), 24302. DOI: 10.1063/1.3524223.
- [87] Bodzenta, J.; Juszczak, J.; Chirtoc, M. (2013): *Quantitative scanning thermal microscopy based on determination of thermal probe dynamic resistance*. In: *Review of Scientific Instruments*, 84 (9), 93702. DOI: 10.1063/1.4819738.
-

- [88] Grauby, S.; Puyoo, E.; Rojo, M. M.; Martin-Gonzalez, M.; Claeys, W.; Dilhaire, S. (2013): *Effect of nanostructuring on the thermal conductivity of thermoelectric materials*. In: *19th International Workshop on Thermal Investigations of ICs and Systems (THERMINIC)*. IEEE. 73–78. DOI: 10.1109/THERMINIC.2013.6675191.
- [89] Park, K. W. (2013): *Nanoscale Electronic and Thermal Transport Properties in III-V/RE-V Nanostructures*. Dissertation. The University of Texas at Austin. Austin.
- [90] Wilson, A. A.; Muñoz Rojo, M.; Abad, B.; Perez, J. A.; Maiz, J.; Schomacker, J.; Martín-Gonzalez, M.; Borca-Tasciuc, D.-A.; Borca-Tasciuc, T. (2015): *Thermal conductivity measurements of high and low thermal conductivity films using a scanning hot probe method in the 3ω mode and novel calibration strategies*. In: *Nanoscale*, 7 (37), 15404–15412. DOI: 10.1039/c5nr03274a.
- [91] Bodzenta, J.; Juszczak, J.; Kaźmierczak-Bałata, A.; Firek, P.; Fleming, A.; Chirtoc, M. (2016): *Quantitative Thermal Microscopy Measurement with Thermal Probe Driven by $dc+ac$ Current*. In: *International Journal of Thermophysics*, 37 (7). DOI: 10.1007/s10765-016-2080-y.
- [92] Leitgeb, V.; Fladischer, K.; Mitterhuber, L.; Defregger, S. (2019): *Quantitative SThM Characterization for Heat Dissipation Through Thin Layers*. In: *2019 25th International Workshop on Thermal Investigations of ICs and Systems (THERMINIC)*. IEEE. 1–4. DOI: 10.1109/THERMINIC.2019.8923739.
- [93] Pernot, G.; Metjari, A.; Chaynes, H.; Weber, M.; Isaiev, M.; Lacroix, D. (2021): *Frequency domain analysis of 3ω -scanning thermal microscope probe – Application to tip/surface thermal interface measurements in vacuum environment*. In: *Journal of Applied Physics*, 129 (5), 55105. DOI: 10.1063/5.0020975.
- [94] Trefon-Radziejewska, D.; Juszczak, J.; Krzywiecki, M.; Hamaoui, G.; Horny, N.; Antoniow, J.-S.; Chirtoc, M. (2021): *Thermal characterization of morphologically diverse copper phthalocyanine thin layers by scanning thermal microscopy*. In: *Ultramicroscopy*, 233, 113435. DOI: 10.1016/j.ultramic.2021.113435.
- [95] Fiege, G. B. M.; Altes, A.; Heiderhoff, R.; Balk, L. J. (1999): *Quantitative thermal conductivity measurements with nanometre resolution*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 32 (5), L13–L17. DOI: 10.1088/0022-3727/32/5/003.
- [96] Ben-Abdallah, P. (2019): *Multitip Near-Field Scanning Thermal Microscopy*. In: *Physical review letters*, 123 (26), 264301. DOI: 10.1103/PhysRevLett.123.264301.
- [97] Kaźmierczak-Bałata, A.; Bodzenta, J.; Guzewicz, M. (2019): *Microscopic investigations of morphology and thermal properties of ZnO thin films grown by atomic layer deposition method*. In: *Ultramicroscopy*, 210, 112923. DOI: 10.1016/j.ultramic.2019.112923.
- [98] Trefon-Radziejewska, D.; Juszczak, J.; Fleming, A.; Horny, N.; Antoniow, J. S.; Chirtoc, M.; Kaźmierczak-Bałata, A.; Bodzenta, J. (2017): *Thermal characterization of metal phthalocyanine layers using photothermal radiometry and scanning thermal microscopy methods*. In: *Synthetic Metals*, 232, 72–78. DOI: 10.1016/j.synthmet.2017.07.012.

-
- [99] Xu, K.; Ye, S.; Le Lei; Meng, L.; Hussain, S.; Zheng, Z.; Zeng, H.; Ji, W.; Xu, R.; Cheng, Z. (2018): *Dynamic interfacial mechanical-thermal characteristics of atomically thin two-dimensional crystals*. In: *Nanoscale*, 10 (28), 13548–13554. DOI: 10.1039/c8nr03586e.
- [100] Haeger, T.; Heiderhoff, R.; Riedl, T. (2020): *Thermal properties of metal-halide perovskites*. In: *Journal of Materials Chemistry C*, 8 (41), 14289–14311. DOI: 10.1039/D0TC03754K.
- [101] Li, B.; Geng, Y.; Yan, Y. (2020): *Nano/Microscale Thermal Field Distribution: Conducting Thermal Decomposition of Pyrolytic-Type Polymer by Heated AFM Probes*. In: *Nanomaterials*, 10 (3). DOI: 10.3390/nano10030483.
- [102] Frausto-Avila, C. M.; Arellano-Arreola, V. M.; Yañez Limon, J. M.; Luna-Bugallo, A. De; Gomès, S.; Chapuis, P.-O. (2022): *Thermal boundary conductance of CVD-grown MoS₂ monolayer-on-silica substrate determined by scanning thermal microscopy*. In: *Applied Physics Letters*, 120 (26), 262202. DOI: 10.1063/5.0092553.
- [103] Hwang, G.; Kwon, O. (2016): *Measuring the size dependence of thermal conductivity of suspended graphene disks using null-point scanning thermal microscopy*. In: *Nanoscale*, 8 (9), 5280–5290. DOI: 10.1039/c5nr08097e.
- [104] Yoon, K.; Hwang, G.; Chung, J.; Kim, H. g.; Kwon, O.; Kihm, K. D.; Lee, J. S. (2014): *Measuring the thermal conductivity of residue-free suspended graphene bridge using null point scanning thermal microscopy*. In: *Carbon*, 76, 77–83. DOI: 10.1016/j.carbon.2014.04.051.
- [105] Yu, Y.-J.; Han, M. Y.; Berciaud, S.; Georgescu, A. B.; Heinz, T. F.; Brus, L. E.; Kim, K. S.; Kim, P. (2011): *High-resolution spatial mapping of the temperature distribution of a Joule self-heated graphene nanoribbon*. In: *Applied Physics Letters*, 99 (18), 183105. DOI: 10.1063/1.3657515.
- [106] Chung, J.; Hwang, G.; Kim, H.; Yang, W.; Choi, Y. K.; Kwon, O. (2012): *Measurement of thermal contact resistance between CVD-grown graphene and SiO₂ by null point scanning thermal microscopy*. In: *2012 12th IEEE International Conference on Nanotechnology (IEEE-NANO)*. IEEE. 1–4. DOI: 10.1109/NANO.2012.6322115.
- [107] Kim, K.; Jeong, W.; Lee, W.; Sadat, S.; Thompson, D.; Meyhofer, E.; Reddy, P. (2014): *Quantification of thermal and contact resistances of scanning thermal probes*. In: *Applied Physics Letters*, 105 (20), 203107. DOI: 10.1063/1.4902075.
- [108] Park, J.; Koo, S.; Kim, K. (2019): *Measurement of thermal boundary resistance in ~10 nm contact using UHV-SThM*. In: *International Journal of Nanotechnology*, 16 (4/5), 263. DOI: 10.1504/IJNT.2019.104471.
- [109] Chung, J.; Hwang, G.; Kim, H.; Yang, W.; Kwon, O. (2015): *Towards an Accurate Measurement of Thermal Contact Resistance at Chemical Vapor Deposition-Grown Graphene/SiO₂ Interface Through Null Point Scanning Thermal Microscopy*. In: *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 15 (11), 9077–9082. DOI: 10.1166/jnn.2015.11580.
-

- [110] Makris, A.; Haeger, T.; Heiderhoff, R.; Riedl, T. (2016): *From diffusive to ballistic Stefan–Boltzmann heat transport in thin non-crystalline films*. In: *RSC Advances*, 6 (96), 94193–94199. DOI: 10.1039/C6RA20407D.
- [111] Heiderhoff, R.; Haeger, T.; Dawada, K.; Riedl, T. (2017): *From diffusive in-plane to ballistic out-of-plane heat transport in thin non-crystalline films*. In: *Microelectronics Reliability*, 76-77, 222–226. DOI: 10.1016/j.microrel.2017.06.064.
- [112] Hitzel, F.; Leitgeb, V.; Lenz, S.: *Enabling Scanning Thermal Microscopy in the SEM with an in situ AFM*. URL: https://dme-spm.com/pdffiles/thermal_microscopy.pdf (Zugriff am 14.03.2023).
- [113] Altes, A.; Joachimsthaler, I.; Zimmermann, G.; Heiderhoff, R.; Balk, L. J. (2002): *SEM/SThM-hybrid-system: a new tool for advanced thermal analysis of electronic devices*. In: *Proceedings of the 9th International Symposium on the Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits (Cat. No.02TH8614)*. IEEE. 196–200. DOI: 10.1109/IPFA.2002.1025657.
- [114] Pumarol, M. E.; Rosamond, M. C.; Tovee, P.; Petty, M. C.; Zeze, D. A.; Falko, V.; Kolosov, O. V. (2012): *Direct nanoscale imaging of ballistic and diffusive thermal transport in graphene nanostructures*. In: *Nano letters*, 12 (6), 2906–2911. DOI: 10.1021/nl3004946.
- [115] Park, K. W.; Krivoy, E. M.; Nair, H. P.; Bank, S. R.; Yu, E. T. (2015): *Cross-sectional scanning thermal microscopy of ErAs/GaAs superlattices grown by molecular beam epitaxy*. In: *Nanotechnology*, 26 (26), 265701. DOI: 10.1088/0957-4484/26/26/265701.
- [116] Fladischer, K.; Leitgeb, V.; Mitterhuber, L.; Maier, G. A.; Keckes, J.; Sagmeister, M.; Carniello, S.; Defregger, S. (2019): *Combined thermo-physical investigations of thin layers with Time Domain Thermoreflectance and Scanning Thermal Microscopy on the example of 500 nm thin, CVD grown tungsten*. In: *Thermochimica Acta*, 681, 178373. DOI: 10.1016/j.tca.2019.178373.
- [117] Leitgeb, V.; Hammer, R.; Mitterhuber, L.; Fladischer, K.; Peter, F.; Buerke, A.; Defregger, S. (2021): *Thermal and spatial resolution in scanning thermal microscopy images: A study on the probe’s heating parameters*. In: *Journal of Applied Physics*, 129 (16), 164502. DOI: 10.1063/5.0037983.
- [118] Lefèvre, S.; Volz, S.; Saulnier, J.-B.; Fuentes, C.; Trannoy, N. (2003): *Thermal conductivity calibration for hot wire based dc scanning thermal microscopy*. In: *Review of Scientific Instruments*, 74 (4), 2418–2423. DOI: 10.1063/1.1544078.
- [119] David, L.; Gomès, S.; Raynaud, M. (2007): *Modelling for the thermal characterization of solid materials by dc scanning thermal microscopy*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 40 (14), 4337–4346. DOI: 10.1088/0022-3727/40/14/032.
- [120] Gomès, S.; Newby, P.; Canut, B.; Termentzidis, K.; Marty, O.; Fréchette, L.; Chantrenne, P.; Aimez, V.; Bluet, J.-M.; Lysenko, V. (2013): *Characterization of the thermal conductivity of insulating thin films by scanning thermal microscopy*. In: *Microelectronics Journal*, 44 (11), 1029–1034. DOI: 10.1016/j.mejo.2012.07.006.

-
- [121] Guen, E.; Klapetek, P.; Puttock, R.; Hay, B.; Allard, A.; Maxwell, T.; Chapuis, P.-O.; Renahy, D.; Davee, G.; Valtr, M.; Martinek, J.; Kazakova, O.; Gomès, S. (2020): *SThM-based local thermomechanical analysis: Measurement intercomparison and uncertainty analysis*. In: *International Journal of Thermal Sciences*, 156, 106502. DOI: 10.1016/j.ijthermalsci.2020.106502.
- [122] Menges, F.; Riel, H.; Stemmer, A.; Gotsmann, B. (2012): *Quantitative thermometry of nanoscale hot spots*. In: *Nano letters*, 12 (2), 596–601. DOI: 10.1021/nl203169t.
- [123] Menges, F.; Mensch, P.; Schmid, H.; Riel, H.; Stemmer, A.; Gotsmann, B. (2016): *Temperature mapping of operating nanoscale devices by scanning probe thermometry*. In: *Nature communications*, 7, 10874. DOI: 10.1038/ncomms10874.
- [124] Menges, F.; Riel, H.; Stemmer, A.; Gotsmann, B. (2016): *Nanoscale thermometry by scanning thermal microscopy*. In: *Review of Scientific Instruments*, 87 (7), 74902. DOI: 10.1063/1.4955449.
- [125] Kim, K.; Jeong, W.; Lee, W.; Reddy, P. (2012): *Ultra-high vacuum scanning thermal microscopy for nanometer resolution quantitative thermometry*. In: *ACS nano*, 6 (5), 4248–4257. DOI: 10.1021/nn300774n.
- [126] Kim, M. M.; Giry, A.; Mastiani, M.; Rodrigues, G. O.; Reis, A.; Mandin, P. (2015): *Microscale thermometry: A review*. In: *Microelectronic Engineering*, 148, 129–142. DOI: 10.1016/j.mee.2015.11.002.
- [127] Yalon, E.; Deshmukh, S.; Muñoz Rojo, M.; Lian, F.; Neumann, C. M.; Xiong, F.; Pop, E. (2017): *Spatially Resolved Thermometry of Resistive Memory Devices*. In: *Scientific reports*, 7 (1), 15360. DOI: 10.1038/s41598-017-14498-3.
- [128] Reihani, A.; Luan, Y.; Yan, S.; Lim, J. W.; Meyhofer, E.; Reddy, P. (2022): *Quantitative Mapping of Unmodulated Temperature Fields with Nanometer Resolution*. In: *ACS nano*, 16 (1), 939–950. DOI: 10.1021/acsnano.1c08513.
- [129] Sun, L.; Wang, W.; Jiang, P.; Bao, X. (2022): *Nanoscale thermometry under ambient conditions via scanning thermal microscopy with 3D scanning differential method*. In: *Review of Scientific Instruments*, 93 (11), 114902. DOI: 10.1063/5.0107102.
- [130] Kim, K.; Chung, J.; Hwang, G.; Kwon, O.; Lee, J. S. (2011): *Quantitative measurement with scanning thermal microscope by preventing the distortion due to the heat transfer through the air*. In: *ACS nano*, 5 (11), 8700–8709. DOI: 10.1021/nn2026325.
- [131] Bogner, M. D. (2017): *Thermal Conductivity Measurements of Thin Films using a Novel 3 Omega Method*. Dissertation. University of Northumbria at Newcastle. Newcastle.
- [132] Dobson, P. S.; Mills, G.; Weaver, J. M. R. (2005): *Microfabricated temperature standard based on Johnson noise measurement for the calibration of micro- and nano-thermometers*. In: *Review of Scientific Instruments*, 76 (5), 54901. DOI: 10.1063/1.1899463.
-

- [133] Zhang, Y.; Dobson, P. S.; Weaver, J. M. R.; Rossi, S.; Alomari, M.; Kohn, E.; Bychikhin, S.; Pogany, D. (2012): *Measuring thermal conductivity of nanocrystalline diamond film with a scanning thermal microscope*. In: *2012 12th IEEE International Conference on Nanotechnology (IEEE-NANO)*. IEEE. 1–6. DOI: 10.1109/NANO.2012.6322105.
- [134] Ge, Y.; Zhang, Y.; Booth, J. A.; Weaver, J. M. R.; Dobson, P. S. (2016): *Quantification of probe-sample interactions of a scanning thermal microscope using a nanofabricated calibration sample having programmable size*. In: *Nanotechnology*, 27 (32), 325503. DOI: 10.1088/0957-4484/27/32/325503.
- [135] Deshmukh, S.; Rojo, M. M.; Yalon, E.; Vaziri, S.; Pop, E. (2018): *Probing Self-Heating in RRAM Devices by Sub-100 nm Spatially Resolved Thermometry*. In: *2018 76th Device Research Conference (DRC)*. IEEE. 1–2. DOI: 10.1109/DRC.2018.8442187.
- [136] Briand, D.; Nguyen, T. P.; Lemaire, E.; Thiery, L.; Vairac, P. (2017): *Low-Power Heating Platform for the Characterization and Calibration of Scanning Thermal Probes*. In: *Proceedings*, 1 (4), 334. DOI: 10.3390/proceedings1040334.
- [137] Nguyen, T. P.; Thiery, L.; Euphrasie, S.; Lemaire, E.; Khan, S.; Briand, D.; Aigouy, L.; Gomes, S.; Vairac, P. (2019): *Calibration Tools for Scanning Thermal Microscopy Probes Used in Temperature Measurement Mode*. In: *Journal of Heat Transfer*, 141 (7). DOI: 10.1115/1.4043381.
- [138] Janus, P.; Szmigiel, D.; Sierakowski, A.; Rudek, M.; Gotszalk, T. (2021): *Active calibration reference of minimized height for characterization of scanning thermal microscopy systems*. In: *Ultramicroscopy*, 221, 113188. DOI: 10.1016/j.ultramic.2020.113188.
- [139] Swoboda, T.; Wainstein, N.; Deshmukh, S.; Köroğlu, Ç.; Gao, X.; Lanza, M.; Hilgenkamp, H.; Pop, E.; Yalon, E.; Muñoz Rojo, M. (2023): *Nanoscale temperature sensing of electronic devices with calibrated scanning thermal microscopy*. In: *Nanoscale*. DOI: 10.1039/d3nr00343d.
- [140] Kim, K.; Chung, J.; Won, J.; Kwon, O.; Lee, J. S.; Park, S. H.; Choi, Y. K. (2008): *Quantitative scanning thermal microscopy using double scan technique*. In: *Applied Physics Letters*, 93 (20), 203115. DOI: 10.1063/1.3033545.
- [141] Chung, J.; Kim, K.; Hwang, G.; Kwon, O.; Choi, Y. K.; Lee, J. S. (2012): *Quantitative temperature profiling through null-point scanning thermal microscopy*. In: *International Journal of Thermal Sciences*, 62, 109–113. DOI: 10.1016/j.ijthermalsci.2011.11.012.
- [142] Hwang, G.; Chung, J.; Kwon, O. (2014): *Enabling low-noise null-point scanning thermal microscopy by the optimization of scanning thermal microscope probe through a rigorous theory of quantitative measurement*. In: *Review of Scientific Instruments*, 85 (11), 114901. DOI: 10.1063/1.4901094.
- [143] Cha, J.; Shin, H.; Kwon, O. (2022): *Vacuum null-point scanning thermal microscopy: Simultaneous quantitative nanoscale mapping of undisturbed temperature and thermal resistance*. In: *International Journal of Thermal Sciences*, 172, 107268. DOI: 10.1016/j.ijthermalsci.2021.107268.

-
- [144] Guen, E.; Renahy, D.; Massoud, M.; Bluet, J.-M.; Chapuis, P.-O.; Gomes, S. (2016): *Calibration methodologies for scanning thermal microscopy*. In: *2016 22nd International Workshop on Thermal Investigations of ICs and Systems (THERMINIC)*. IEEE. 110–114. DOI: 10.1109/THERMINIC.2016.7749036.
- [145] Wielgoszewski, G.; Babij, M.; Szeloch, R. F.; Gotszalk, T. (2014): *Standard-based direct calibration method for scanning thermal microscopy nanoprobe*. In: *Sensors and Actuators A: Physical*, 214, 1–6. DOI: 10.1016/j.sna.2014.03.035.
- [146] Chen, W.; Feng, Y.; Qiu, L.; Zhang, X. (2020): *Scanning thermal microscopy method for thermal conductivity measurement of a single SiO₂ nanoparticle*. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 154, 119750. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2020.119750.
- [147] Nguyen, T. P.; Thierry, L.; Euphrasie, S.; Gomès, S.; Hay, B.; Vairac, P. (2019): *Calibration of thermocouple-based scanning thermal microscope in active mode (2 ω method)*. In: *Review of Scientific Instruments*, 90 (11), 114901. DOI: 10.1063/1.5119044.
- [148] Wilson, A. A. (2019): *Scanning thermal probe calibration for accurate measurement of thermal conductivity of ultrathin films*. In: *MRS Communications*, 9 (2), 650–656. DOI: 10.1557/mrc.2019.37.
- [149] Fischer, H. (2005): *Quantitative determination of heat conductivities by scanning thermal microscopy*. In: *Thermochimica Acta*, 425 (1-2), 69–74. DOI: 10.1016/j.tca.2004.06.005.
- [150] Bruker AFM Probes: *VITA-CS-NanoTA*. URL: <https://www.brukerafmprobes.com/p-3698-vita-cs-nanota.aspx> (Zugriff am 23.02.2023).
- [151] Kadoya, K.; Matsunaga, N.; Nagashima, A. (1985): *Viscosity and Thermal Conductivity of Dry Air in the Gaseous Phase*. In: *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 14 (4), 947–970. DOI: 10.1063/1.555744.
- [152] Chui, B. W.; Stowe, T. D.; Kenny, T. W.; Mamin, H. J.; Terris, B. D.; Rugar, D. (1996): *Low-stiffness silicon cantilevers for thermal writing and piezoresistive readback with the atomic force microscope*. In: *Applied Physics Letters*, 69 (18), 2767–2769. DOI: 10.1063/1.117669.
- [153] Anasys Instruments Corp.: *ThermaLever™ Probes*. URL: <https://www.anasysinstruments.com/products/thermal-probes-tips-afm-sthm/> (Zugriff am 15.03.2021).
- [154] Anasys Instruments Corp.: *Therma-Lever™ Probes: Probes for sub-100nm Localized Thermal Analysis*. URL: <https://d3pcsg2wj9izr.cloudfront.net/files/48923/download/349037/5.pdf> (Zugriff am 09.03.2023).
- [155] Bruker AFM Probes: *VITA-DM-NanoTA-200*. URL: <https://www.brukerafmprobes.com/p-3701-vita-dm-nanota-200.aspx> (Zugriff am 23.02.2023).
-

- [156] Chui, B. W.; Asheghi, M.; Ju, Y. S.; Goodson, K. E.; Kenny, T. W.; Mamin, H. J. (1999): *Intrinsic-Carrier Thermal Runaway in Silicon Microcantilevers*. In: *Microscale Thermophysical Engineering*, 3 (3), 217–228. DOI: 10.1080/108939599199765.
- [157] Nelson, B. A. (2007): *Nanoscale Thermal Processing Using a Heated Atomic Force Microscope Tip*. Dissertation. Georgia Institute of Technology. Georgia.
- [158] Bruker AFM Probes: *VITA-DM-GLA-1*. URL: <https://www.brukerafmprobes.com/p-3707-vita-dm-gla-1.aspx> (Zugriff am 23.02.2023).
- [159] Kelvin Nanotechnology Ltd.: *AFM Probes: Introducing our next generation of probes, KNT-SThM-2an*. URL: <https://www.kntnano.com/probes/> (Zugriff am 09.03.2023).
- [160] Shivaprasad, S. M.; Angadi, M. A. (1980): *Temperature coefficient of resistance of thin palladium films*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 13 (9), L171-L172. DOI: 10.1088/0022-3727/13/9/003.
- [161] MikroMasch: *TGXYZ02*. URL: <https://www.nanoandmore.com/uploads/media/files/0001/07/e542ddeb76b346e3cebc5f547f19fde15e9a9521.pdf> (Zugriff am 31.05.2023).
- [162] Meinders, E. R. (2001): *Measurement of the thermal conductivity of thin layers using a scanning thermal microscope*. In: *Journal of Materials Research*, 16 (9), 2530–2543. DOI: 10.1557/JMR.2001.0347.
- [163] Majumdar, A. (1999): *Scanning Thermal Microscopy*. In: *Annual Review of Materials Science*, 29 (1), 505–585. DOI: 10.1146/annurev.matsci.29.1.505.
- [164] Sadeghi, M. M.; Park, S.; Huang, Y.; Akinwande, D.; Yao, Z.; Murthy, J.; Shi, L. (2016): *Quantitative scanning thermal microscopy of graphene devices on flexible polyimide substrates*. In: *Journal of Applied Physics*, 119 (23), 235101. DOI: 10.1063/1.4953584.
- [165] Dong, L.; Li, Y. (2022): *Experimental identification of topography-based artifact phenomenon for micro-/nanoscale thermal characterization of polymeric materials in scanning thermal microscopy*. In: *AIP Advances*, 12 (4), 45311. DOI: 10.1063/5.0088360.
- [166] Shi, L.; Plyasunov, S.; Bachtold, A.; McEuen, P. L.; Majumdar, A. (2000): *Scanning thermal microscopy of carbon nanotubes using batch-fabricated probes*. In: *Applied Physics Letters*, 77 (26), 4295–4297. DOI: 10.1063/1.1334658.
- [167] Ruiz, F.; Sun, W. D.; Pollak, F. H.; Venkatraman, C. (1998): *Determination of the thermal conductivity of diamond-like nanocomposite films using a scanning thermal microscope*. In: *Applied Physics Letters*, 73 (13), 1802–1804. DOI: 10.1063/1.122287.
- [168] Martinek, J.; Klapetek, P.; Campbell, A. C. (2015): *Methods for topography artifacts compensation in scanning thermal microscopy*. In: *Ultramicroscopy*, 155, 55–61. DOI: 10.1016/j.ultramic.2015.04.011.
- [169] Klapetek, P.; Martinek, J.; Grolich, P.; Valtr, M.; Kaur, N. J. (2017): *Graphics cards based topography artefacts simulations in Scanning Thermal Microscopy*. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 108, 841–850. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.12.036.

-
- [170] Klapetek, P.; Ohlídal, I.; Buršík, J. (2006): *Applications of scanning thermal microscopy in the analysis of the geometry of patterned structures*. In: *Surface and Interface Analysis*, 38 (4), 383–387. DOI: 10.1002/sia.2191.
- [171] Ge, Y.; Zhang, Y.; Weaver, J. M. R.; Zhou, H.; Dobson, P. S. (2015): *Topography-free sample for thermal spatial response measurement of scanning thermal microscopy*. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 33 (6), 06FA03. DOI: 10.1116/1.4933172.
- [172] Bodzenta, J.; Kaźmierczak-Bałata, A.; Lorenc, M.; Juszczak, J. (2010): *Analysis of Possibilities of Application of Nanofabricated Thermal Probes to Quantitative Thermal Measurements*. In: *International Journal of Thermophysics*, 31 (1), 150–162. DOI: 10.1007/s10765-009-0659-2.
- [173] Tovee, P.; Pumarol, M.; Zeze, D.; Kjoller, K.; Kolosov, O. (2012): *Nanoscale spatial resolution probes for scanning thermal microscopy of solid state materials*. In: *Journal of Applied Physics*, 112 (11), 114317. DOI: 10.1063/1.4767923.
- [174] Juszczak, J.; Wojtoli, M.; Bodzenta, J. (2013): *DC Experiments in Quantitative Scanning Thermal Microscopy*. In: *International Journal of Thermophysics*, 34 (4), 620–628. DOI: 10.1007/s10765-013-1449-4.
- [175] Bosse, J. L.; Timofeeva, M.; Tovee, P. D.; Robinson, B. J.; Huey, B. D.; Kolosov, O. V. (2014): *Nanothermal characterization of amorphous and crystalline phases in chalcogenide thin films with scanning thermal microscopy*. In: *Journal of Applied Physics*, 116 (13), 134904. DOI: 10.1063/1.4895493.
- [176] Kaźmierczak-Bałata, A.; Juszczak, J.; Trefon-Radziejewska, D.; Bodzenta, J. (2017): *Influence of probe-sample temperature difference on thermal mapping contrast in scanning thermal microscopy imaging*. In: *Journal of Applied Physics*, 121 (11), 114502. DOI: 10.1063/1.4977101.
- [177] Pic, A.; Gallois-Garreignot, S.; Fiori, V.; Chapuis, P.-O. (2017): *Microelectronics thin films and boundaries characterized by local electro-thermal measurements*. In: *2017 23rd International Workshop on Thermal Investigations of ICs and Systems (THERMINIC)*. IEEE. 1–6. DOI: 10.1109/THERMINIC.2017.8233808.
- [178] Bodzenta, J.; Kaźmierczak-Bałata, A.; Harris, K. (2020): *Quantitative thermal measurement by the use of scanning thermal microscope and resistive thermal probes*. In: *Journal of Applied Physics*, 127 (3), 31103. DOI: 10.1063/1.5125062.
- [179] Zhang, Y.; Zhu, W.; Borca-Tasciuc, T. (2020): *Sensitivity and spatial resolution for thermal conductivity measurements using noncontact scanning thermal microscopy with thermoresistive probes under ambient conditions*. In: *Oxford Open Materials Science*, 1 (1). DOI: 10.1093/oxfmat/itab011.
- [180] Kühnel, F.; Metzke, C.; Weber, J.; Schätz, J.; Duesberg, G. S.; Benstetter, G. (2022): *Investigation of Heater Structures for Thermal Conductivity Measurements of SiO₂ and Al₂O₃ Thin Films Using the 3-Omega Method*. In: *Nanomaterials*, 12 (11). DOI: 10.3390/nano12111928.
-

- [181] Corbino, O. (1911): *Periodic resistance changes of fine metal threads which are brought together by alternating streams as well as deduction of their thermo characteristics at high temperatures*. In: *Physikalische Zeitschrift* 12, 292–295.
- [182] Corbino, O. (1910): *Thermal oscillations in lamps of thin fibers with alternating current flowing through them and the resulting effect on the rectifier as a result of the presence of even-numbered harmonics*. In: *Physikalische Zeitschrift* 11, 413–417.
- [183] Birge, N. O.; Nagel, S. R. (1987): *Wide-frequency specific heat spectrometer*. In: *Review of Scientific Instruments*, 58 (8), 1464–1470. DOI: 10.1063/1.1139434.
- [184] Birge, N. O.; Nagel, S. R. (1985): *Specific-heat spectroscopy of the glass transition*. In: *Physical review letters*, 54 (25), 2674–2677. DOI: 10.1103/PhysRevLett.54.2674.
- [185] Cahill, D. G.; Pohl, R. O. (1987): *Thermal conductivity of amorphous solids above the plateau*. In: *Physical Review B*, 35 (8), 4067–4073. DOI: 10.1103/PhysRevB.35.4067.
- [186] Cahill, D. G.; Fischer, H. E.; Klitsner, T.; Swartz, E. T.; Pohl, R. O. (1989): *Thermal conductivity of thin films: Measurements and understanding*. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 7 (3), 1259–1266. DOI: 10.1116/1.576265.
- [187] Jin, J.; Manoharan, M. P.; Wang, Q.; Haque, M. A. (2009): *In-plane thermal conductivity of nanoscale polyaniline thin films*. In: *Applied Physics Letters*, 95 (3), 33113. DOI: 10.1063/1.3184786.
- [188] Mishra, V.; Hardin, C. L.; Garay, J. E.; Dames, C. (2015): *A 3 omega method to measure an arbitrary anisotropic thermal conductivity tensor*. In: *Review of Scientific Instruments*, 86 (5), 54902. DOI: 10.1063/1.4918800.
- [189] Roy-Panzer, S.; Kodama, T.; Lingamneni, S.; Panzer, M. A.; Asheghi, M.; Goodson, K. E. (2015): *Thermal characterization and analysis of microliter liquid volumes using the three-omega method*. In: *Review of Scientific Instruments*, 86 (2), 24901. DOI: 10.1063/1.4907353.
- [190] Schiffres, S. N.; Malen, J. A. (2011): *Improved 3-omega measurement of thermal conductivity in liquid, gases, and powders using a metal-coated optical fiber*. In: *Review of Scientific Instruments*, 82 (6), 64903. DOI: 10.1063/1.3593372.
- [191] Hu, X. J.; Padilla, A. A.; Xu, J.; Fisher, T. S.; Goodson, K. E. (2006): *3-Omega Measurements of Vertically Oriented Carbon Nanotubes on Silicon*. In: *Journal of Heat Transfer*, 128 (11), 1109–1113. DOI: 10.1115/1.2352778.
- [192] Jain, A.; Goodson, K. E. (2008): *Measurement of the Thermal Conductivity and Heat Capacity of Freestanding Shape Memory Thin Films Using the 3 ω Method*. In: *Journal of Heat Transfer* (130). DOI: 10.1115/1.2945904.
- [193] Al-Khudary, N.; Cresson, P. Y.; Wei, W.; Happy, H. G.; Lasri, T. (2014): *Inkjet printing technology for polymer thermal conductivity measurement by the three omega method*. In: *Polymer Testing*, 40, 187–195. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2014.09.008.

-
- [194] Yang, G.; Cao, B. (2023): *Three-sensor 3ω - 2ω method for the simultaneous measurement of thermal conductivity and thermal boundary resistance in film-on-substrate heterostructures*. In: *Journal of Applied Physics*, 133 (4), 45104. DOI: 10.1063/5.0120284.
- [195] Cui, S.; Simmonds, M.; Qin, W.; Ren, F.; Tynan, G. R.; Doerner, R. P.; Chen, R. (2017): *Thermal conductivity reduction of tungsten plasma facing material due to helium plasma irradiation in PISCES using the improved 3-omega method*. In: *Journal of Nuclear Materials*, 486, 267–273. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2017.01.023.
- [196] Grosse, C.; Abo Ras, M.; Varpula, A.; Grigoras, K.; May, D.; Wunderle, B.; Chapuis, P.-O.; Gomès, S.; Prunnila, M. (2018): *Microfabricated sensor platform with through-glass vias for bidirectional 3-omega thermal characterization of solid and liquid samples*. In: *Sensors and Actuators A: Physical*, 278, 33–42. DOI: 10.1016/j.sna.2018.05.030.
- [197] Chernodoubov, D. A.; Inyushkin, A. V. (2019): *Automatic thermal conductivity measurements with 3-omega technique*. In: *Review of Scientific Instruments*, 90 (2), 24904. DOI: 10.1063/1.5084103.
- [198] Jaber, W.; Chapuis, P.-O. (2018): *Non-idealities in the 3ω method for thermal characterization in the low- and high-frequency regimes*. In: *AIP Advances*, 8 (4), 45111. DOI: 10.1063/1.5027396.
- [199] Ramu, A. T.; Bowers, J. E. (2012): *Analysis of the “3-Omega” method for substrates and thick films of anisotropic thermal conductivity*. In: *Journal of Applied Physics*, 112 (4), 43516. DOI: 10.1063/1.4747836.
- [200] Feuchter, M.; Jooss, C.; Kamlah, M. (2016): *The 3ω -method for thermal conductivity measurements in a bottom heater geometry*. In: *physica status solidi (a)*, 213 (3), 649–661. DOI: 10.1002/pssa.201532466.
- [201] Guermoudi, A. A.; Cresson, P. Y.; Ouldabbes, A.; Boussatour, G.; Lasri, T. (2021): *Thermal conductivity and interfacial effect of parylene C thin film using the 3-omega method*. In: *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 145 (1), 1–12. DOI: 10.1007/s10973-020-09612-z.
- [202] Raudzisz, C. E.; Schatz, F.; Wharam, D. (2003): *Extending the 3ω method for thin-film analysis to high frequencies*. In: *Journal of Applied Physics*, 93 (10), 6050–6055. DOI: 10.1063/1.1569663.
- [203] Alvarez-Quintana, J.; Rodríguez-Viejo, J. (2008): *Extension of the 3ω method to measure the thermal conductivity of thin films without a reference sample*. In: *Sensors and Actuators A: Physical*, 142 (1), 232–236. DOI: 10.1016/j.sna.2007.01.013.
- [204] Bogner, M.; Hofer, A.; Benstetter, G.; Gruber, H.; Fu, R. Y. (2015): *Differential 3ω method for measuring thermal conductivity of AlN and Si₃N₄ thin films*. In: *Thin Solid Films*, 591, 267–270. DOI: 10.1016/j.tsf.2015.03.031.
-

- [205] Pan, T. S.; Zhang, Y.; Huang, J.; Zeng, B.; Hong, D. H.; Wang, S. L.; Zeng, H. Z.; Gao, M.; Huang, W.; Lin, Y. (2012): *Enhanced thermal conductivity of polycrystalline aluminum nitride thin films by optimizing the interface structure*. In: *Journal of Applied Physics*, 112 (4), 44905. DOI: 10.1063/1.4748048.
- [206] Su, Z.; Huang, L.; Liu, F.; Freedman, J. P.; Porter, L. M.; Davis, R. F.; Malen, J. A. (2012): *Layer-by-layer thermal conductivities of the Group III nitride films in blue/green light emitting diodes*. In: *Applied Physics Letters*, 100 (20), 201106. DOI: 10.1063/1.4718354.
- [207] Dames, C.; Chen, G. (2005): *1 ω , 2 ω , and 3 ω methods for measurements of thermal properties*. In: *Review of Scientific Instruments*, 76 (12), 124902. DOI: 10.1063/1.2130718.
- [208] Dames, C. (2013): *Measuring the Thermal Conductivity of Thin Films: 3 Omega and Related Electrothermal Methods*. In: *Annual Review of Heat Transfer*, 16 (1), 7–49. DOI: 10.1615/AnnualRevHeatTransfer.v16.20.
- [209] Bhardwaj, R. G.; Khare, N. (2022): *Review: 3- ω Technique for Thermal Conductivity Measurement – Contemporary and Advancement in Its Methodology*. In: *International Journal of Thermophysics*, 43 (9). DOI: 10.1007/s10765-022-03056-3.
- [210] Raudzis, C. E. (2007): *Anwendung und Erweiterung der 3 Omega Methode zur Charakterisierung komplexer Mehrschichtsysteme in der Mikrosystemtechnik*. Dissertation. Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen. Tübingen.
- [211] Aubain, M. S. (2013): *Determination of the Thermal Conductivity of Dielectric Thin Films through Experimental Measurement and Crystallographic*. Dissertation. University of California. San Diego.
- [212] Al-Khudary, N. (2014): *Material Thermal Conductivity Measurement by the 3-Omega Method: Application to Polymer Characterization Using Inkjet Printing Technology*. Dissertation. Université de Lille. Lille.
- [213] Feuchter, M. (2014): *Investigations on Joule heating applications by multiphysical continuum simulations in nanoscale systems*. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie. Karlsruhe.
- [214] Fernandez, J. J. (2015): *Tuning the thermal conductivity of polycrystalline films via multiscale structural defects and strain*. Dissertation. École Centrale Paris. Paris.
- [215] Kim, K. (2015): *Optical and Thermal Properties of Nanoporous Material and Devices*. Dissertation. University of Maryland. College Park.
- [216] Cahill, D. G. (1990): *Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: the 3 ω method*. In: *Review of Scientific Instruments*, 61 (2), 802–808. DOI: 10.1063/1.1141498.
- [217] Lee, S.-M.; Kwun, S. (1994): *Heat capacity measurement of dielectric solids using a linear surface heater: Application to ferroelectrics*. In: *Review of Scientific Instruments*, 65 (4), 966–970. DOI: 10.1063/1.1144927.

-
- [218] Zhao, D.; Qian, X.; Gu, X.; Jajja, S. A.; Yang, R. (2016): *Measurement Techniques for Thermal Conductivity and Interfacial Thermal Conductance of Bulk and Thin Film Materials*. In: *Journal of Electronic Packaging*, 138 (4). DOI: 10.1115/1.4034605.
- [219] Borca-Tasciuc, T.; Kumar, A. R.; Chen, G. (2001): *Data reduction in 3 ω method for thin-film thermal conductivity determination*. In: *Review of Scientific Instruments*, 2001 (72(4)), 2139–2147. DOI: 10.1063/1.1353189.
- [220] Ju, Y. S.; Goodson, K. E. (1999): *Process-dependent thermal transport properties of silicon-dioxide films deposited using low-pressure chemical vapor deposition*. In: *Journal of Applied Physics*, 85 (10), 7130–7134. DOI: 10.1063/1.370523.
- [221] Zhang, L.; Jiang, H. C.; Liu, C.; Dong, J. W.; Chow, P. (2007): *Annealing of Al₂O₃ thin films prepared by atomic layer deposition*. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, 40 (12), 3707–3713. DOI: 10.1088/0022-3727/40/12/025.
- [222] Jang, W.; Chen, Z.; Bao, W.; Lau, C. N.; Dames, C. (2010): *Thickness-dependent thermal conductivity of encased graphene and ultrathin graphite*. In: *Nano letters*, 10 (10), 3909–3913. DOI: 10.1021/nl101613u.
- [223] Knothe, K.; Wessels, H. (2017): *Finite Elemente: Eine Einführung für Ingenieure*. 5. Auflage. Springer Vieweg. Berlin. ISBN: 978-3-662-49351-9.
- [224] Nithiarasu, P.; Lewis, R. W.; Seetharamu, K. N.; Seetharamu, K. N. (2016): *Fundamentals of the finite element method for heat and mass transfer*. 2. Auflage. John Wiley & Sons. Chichester. ISBN: 9780470756256.
- [225] Klein, B. (2007): *FEM: Grundlagen und Anwendungen der Finite-Element-Methode im Maschinen- und Fahrzeugbau*. 7. Auflage. Friedr. Vieweg & Sohn Verlag. Wiesbaden. ISBN: 9783834802965.
- [226] Zienkiewicz, O. C.; Taylor, R. L.; Zhu, J. (2013): *The Finite element method: Its basis and fundamentals*. 7. Auflage. Butterworth-Heinemann. Amsterdam, Boston. ISBN: 9781856176330.
- [227] Jung, M.; Langer, U. (2013): *Methode der finiten Elemente für Ingenieure*. Springer Fachmedien Wiesbaden. Wiesbaden. ISBN: 978-3-658-01100-0.
- [228] Klein, B. (2015): *FEM: Grundlagen und Anwendungen der Finite-Element-Methode im Maschinen- und Fahrzeugbau*. 10. Auflage. Springer Fachmedien Wiesbaden. Wiesbaden. ISBN: 9783658060534.
- [229] Gebhardt, C. (2018): *Praxisbuch FEM mit ANSYS Workbench: Einführung in die lineare und nichtlineare Mechanik*. 3. Auflage. Carl Hanser Verlag. München. ISBN: 9783446457409.
- [230] Asheghi, M.; Touzelbaev, M. N.; Goodson, K. E.; Leung, Y. K.; Wong, S. S. (1998): *Temperature-Dependent Thermal Conductivity of Single-Crystal Silicon Layers in SOI Substrates*. In: *Journal of Heat Transfer*, 120 (1), 30–36. DOI: 10.1115/1.2830059.
-

- [231] Govorkov, S.; Ruderman, W.; Horn, M. W.; Goodman, R. B.; Rothschild, M. (1997): *A new method for measuring thermal conductivity of thin films*. In: *Review of Scientific Instruments*, 68 (10), 3828–3834. DOI: 10.1063/1.1148035.
- [232] Klemens, P. G. (2001): *Theory of Thermal Conduction in Thin Ceramic Films*. In: *International Journal of Thermophysics*, 22 (1), 265–275. DOI: 10.1023/A:1006776107140.
- [233] Cahill, D. G.; Braun, P. V.; Chen, G.; Clarke, D. R.; Fan, S.; Goodson, K. E.; Koblinski, P.; King, W. P.; Mahan, G. D.; Majumdar, A.; Maris, H. J.; Phillpot, S. R.; Pop, E.; Shi, L. (2014): *Nanoscale thermal transport. II. 2003–2012*. In: *Applied Physics Reviews*, 1 (1), 11305. DOI: 10.1063/1.4832615.
- [234] Pyun, K. R.; Jung, Y.; Lee, M.-T.; Ko, S. H. (2019): *A Review on Investigation of Graphene Thermal Property: Recent Development in Measurement Techniques*. In: *Multiscale Science and Engineering*, 1 (4), 267–279. DOI: 10.1007/s42493-019-00024-2.
- [235] Gu, X.; Yang, R. (2016): *Phonon Transport and Thermal Conductivity in Two-Dimensional Materials*. In: *Annual Review of Heat Transfer*, 19 (1), 1–65. DOI: 10.1615/AnnualRevHeatTransfer.2016015491.
- [236] Sandell, S.; Chávez-Ángel, E.; El Sachat, A.; He, J.; Sotomayor Torres, C. M.; Maire, J. (2020): *Thermoreflectance techniques and Raman thermometry for thermal property characterization of nanostructures*. In: *Journal of Applied Physics*, 128 (13), 131101. DOI: 10.1063/5.0020239.
- [237] Jiang, P.; Qian, X.; Yang, R. (2018): *Tutorial: Time-domain thermoreflectance (TDTR) for thermal property characterization of bulk and thin film materials*. In: *Journal of Applied Physics*, 124 (16), 161103. DOI: 10.1063/1.5046944.
- [238] Mirmira, S. R.; Fletcher, L. S. (1998): *Review of the Thermal Conductivity of Thin Films*. In: *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*, 12 (2), 121–131. DOI: 10.2514/2.6321.
- [239] Stojanovic, N.; Yun, J.; Washington, E.; Berg, J. M.; Holtz, M. W.; Temkin, H. (2007): *Thin-Film Thermal Conductivity Measurement Using Microelectrothermal Test Structures and Finite-Element-Model-Based Data Analysis*. In: *Journal of Microelectromechanical Systems*, 16 (5), 1269–1275. DOI: 10.1109/JMEMS.2007.900877.
- [240] Kuntner, J., Jachimowicz, A., Kohl, F., Jakoby, B. (2006): *Determining the thin-film thermal conductivity of low temperature PECVD silicon nitride*. In: *Conference Proceedings Eurosensors*. URL: https://publik.tuwien.ac.at/files/pub-et_11356.pdf (Zugriff am 26.09.2023).
- [241] Arx, M. von; Paul, O.; Baltes, H. (2000): *Process-dependent thin-film thermal conductivities for thermal CMOS MEMS*. In: *Journal of Microelectromechanical Systems*, 9 (1), 136–145. DOI: 10.1109/84.825788.

-
- [242] Tsang, S. H.; Cometto, O.; Samani, M. K.; Sun, S.; Liu, J.; Tong Teo, E. H. (2018): *Anisotropic thermal conductivity of vertically self-ordered Nanocrystalline Boron Nitride thin films for thermal hotspot mitigation in electronics*. In: *2018 IEEE 2nd Electron Devices Technology and Manufacturing Conference (EDTM)*. IEEE. 25–27. DOI: 10.1109/EDTM.2018.8421414.
- [243] Moraes, V.; Riedl, H.; Rachbauer, R.; Koložsvári, S.; Ikeda, M.; Prochaska, L.; Paschen, S.; Mayrhofer, P. H. (2016): *Thermal conductivity and mechanical properties of AlN-based thin films*. In: *Journal of Applied Physics*, 119 (22), 225304. DOI: 10.1063/1.4953358.
- [244] Choi, S. R.; Kim, D.; Choa, S.-H.; Lee, S.-H.; Kim, J.-K. (2006): *Thermal Conductivity of AlN and SiC Thin Films*. In: *International Journal of Thermophysics*, 27 (3), 896–905. DOI: 10.1007/s10765-006-0062-1.
- [245] Belkerk, B. E.; Camus, J.; Garnier, B.; Al Brithen, H.; Sahli, S.; Djouadi, M.-A. (2020): *Measuring anisotropic thermal conductivity of aluminum nitride films with the ultra-fast hot strip technique*. In: *International Journal of Thermal Sciences*, 151, 106259. DOI: 10.1016/j.ijthermalsci.2019.106259.
- [246] Ouyang, T.; Chen, Y.; Xie, Y.; Yang, K.; Bao, Z.; Zhong, J. (2010): *Thermal transport in hexagonal boron nitride nanoribbons*. In: *Nanotechnology*, 21 (24), 245701. DOI: 10.1088/0957-4484/21/24/245701.
- [247] Ulrich, S. (2012): *Entwicklung multifunktionaler, kovalent gebundener Dünnschichtmaterialien am Beispiel von kubischem Bornitrid*. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie. Karlsruhe.
- [248] Zheng, J.-C.; Zhang, L.; Kretinin, A. V.; Morozov, S. V.; Wang, Y. B.; Wang, T.; Li, X.; Ren, F.; Zhang, J.; Lu, C.-Y.; Chen, J.-C.; Lu, M.; Wang, H.-Q.; Geim, A. K.; Novoselov, K. S. (2016): *High thermal conductivity of hexagonal boron nitride laminates*. In: *2D Materials*, 3 (1), 11004. DOI: 10.1088/2053-1583/3/1/011004.
- [249] Hahn, J. (1997): *Herstellung und Charakterisierung dünner Schichten aus Bornitrid*. Dissertation. TU Chemnitz. Chemnitz.
- [250] Slack, G. A.; Tanzilli, R. A.; Pohl, R. O.; Vandersande, J. W. (1987): *The intrinsic thermal conductivity of AlN*. In: *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 48 (7), 641–647. DOI: 10.1016/0022-3697(87)90153-3.
- [251] Thuau, D.; Koymen, I.; Cheung, R. (2011): *A microstructure for thermal conductivity measurement of conductive thin films*. In: *Microelectronic Engineering*, 88 (8), 2408–2412. DOI: 10.1016/j.mee.2010.12.119.
- [252] Davier, B.; Dollfus, P.; Le, N. D.; Volz, S.; Shiomi, J.; Saint-Martin, J. (2022): *Revisiting thermal conductivity and interface conductance at the nanoscale*. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 183, 122056. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2021.122056.
-

- [253] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polyamid 6 (PA 6)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polyamid-pa-6?n=1102_1 (Zugriff am 23.02.2023).
- [254] Korth Kristalle GmbH: *Quarzglas*. URL: <https://www.korth.de/material/detail/Quarzglas> (Zugriff am 15.02.2023).
- [255] Lütjering, G.; Williams, J. C. (2007): *Titanium*. 2. Auflage. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. Berlin, Heidelberg. ISBN: 978-3-540-71397-5.
- [256] thyssenkrupp Materials Services GmbH: *Werkstoffdatenblatt: Warmgewalzter unlegierter Baustahl*. URL: https://de.materials4me.com/media/pdf/e7/7d/30/Werkstoffdatenblatt_zum_Werkstoff_S235JR.pdf (Zugriff am 23.02.2023).
- [257] Olson, B. W.; Graham, S.; Chen, K. (2005): *A practical extension of the 3ω method to multilayer structures*. In: *Review of Scientific Instruments*, 76 (5), 53901. DOI: 10.1063/1.1896619.
- [258] Liu, W.; Asheghi, M. (2004): *Phonon-boundary scattering in ultrathin single-crystal silicon layers*. In: *Applied Physics Letters*, 84 (19), 3819–3821. DOI: 10.1063/1.1741039.
- [259] Liu, W.; Etessam-Yazdani, K.; Hussin, R.; Asheghi, M. (2006): *Modeling and Data for Thermal Conductivity of Ultrathin Single-Crystal SOI Layers at High Temperature*. In: *IEEE Transactions on Electron Devices*, 53 (8), 1868–1876. DOI: 10.1109/TED.2006.877874.
- [260] thyssenkrupp Materials Services GmbH: *Werkstoffdatenblatt: Austenitischer korrosionsbeständiger Stahl*. URL: https://de.materials4me.com/media/pdf/ef/e6/6c/Werkstoffdatenblatt_zum_Werkstoff_1-4301.pdf (Zugriff am 25.09.2023).
- [261] Bruker AFM Probes: *ScanAsyst-Air*. URL: <https://www.brukerafmprobes.com/p-3726-scanasyst-air.aspx> (Zugriff am 23.02.2023).
- [262] Bruker AFM Probes: *TESPA-V2*. URL: <https://www.brukerafmprobes.com/p-3844-tespa-v2.aspx> (Zugriff am 23.02.2023).
- [263] Auer Kunststofftechnik GmbH & Co. KG: *Technisches Datenblatt PVC- ELS*. URL: <http://www.auer-kunststofftechnik.de/pdf/Technisch.Datenblatt%20PVC-ELS%2070142.pdf> (Zugriff am 23.02.2023).
- [264] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polyvinylchlorid (PVC-U)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polyvinylchlorid-pvc-u?n=2690_1 (Zugriff am 23.02.2023).
- [265] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polystyrol (PS)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polystyrol-ps?n=2101_1 (Zugriff am 23.02.2023).

-
- [266] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polymethylmethacrylat (PMMA)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polymethylmethacrylat-pmma?n=2610_1 (Zugriff am 23.02.2023).
- [267] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polyethylen-pe-ld?n=1412_1 (Zugriff am 23.02.2023).
- [268] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polyoxymethylen Copolymer (POM-C)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polyoxymethylen-pom-c?n=1202_1 (Zugriff am 23.02.2023).
- [269] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polypropylen Homopolymer (PP-H)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polypropylen-pp-h?n=1502_1 (Zugriff am 23.02.2023).
- [270] Schätz, J.; Nayi, N.; Weber, J.; Metzke, C.; Walter, J.; Schaffus, T.; Streb, F.; Pindl, S.; Lemme, M. C. (2023): *Button Shear Testing for Adhesion Measurements of 2D Materials*. DOI: 10.48550/arXiv.2309.05852.
- [271] Niemz, P.; Sonderegger, W. U. (2021): *Holzphysik: Eigenschaften, Prüfung und Kennwerte*. 2. Auflage. Carl Hanser Verlag. München. ISBN: 978-3-446-47010-1.
- [272] Abts, G. (2020): *Kunststoff-Wissen für Einsteiger: Grundlagen, Eigenschaften und Recycling polymerer Werkstoffe*. 4. Auflage. Carl Hanser Verlag. München. ISBN: 978-3-446-46525-1.
- [273] Ehrenstein, G. W. (2021): *Strukturverhalten: Struktur und Eigenschaften von Kunststoffen, Oberflächenspannung, Spannungsrisse*. Carl Hanser Verlag. München. ISBN: 9783446467101.
- [274] Dahlmann, R.; Haberstroh, E.; Menges, G. (2022): *Menges Werkstoffkunde Kunststoffe*. 7. Auflage. Carl Hanser Verlag. München. ISBN: 978-3-446-45801-7.
- [275] Stober, I.; Bucher, K. (2020): *Geothermie*. 3. Auflage. Springer-Verlag GmbH Deutschland. Berlin. ISBN: 978-3-662-60940-8.
- [276] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polytetrafluorethylen (PTFE)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polytetrafluorethylen-ptfe?n=1601_1 (Zugriff am 23.02.2023).
- [277] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Polyethylenterephthalat kristallin (PET)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polyethylenterephthalat-pet?n=1301_1 (Zugriff am 23.02.2023).
- [278] Kern GmbH - Technische Datenblätter: *Phenolharz PF 31 (PF 31)*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/phenolharz-pf-31?n=2701_1 (Zugriff am 23.02.2023).
-

- [279] Deutsches Institut für Normung e. V. (1995): *Glas im Bauwesen - Basiserzeugnisse aus Kalk-Natronglas - Teil 1: Definitionen und allgemeine physikalische und mechanische Eigenschaften; Deutsche Fassung EN 572-1:1994*. Beuth Verlag, Berlin (DIN EN 572-1:1995-01).
- [280] Wörner, J.-D.; Schneider, J.; Fink, A. (2001): *Glasbau: Grundlagen, Berechnung, Konstruktion*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg. ISBN: 9783540668817.
- [281] QSIL Ceramics GmbH: *Werkstoff-Datenblatt ZYK3*. URL: https://www.qsil-ceramics.com/fileadmin/user_upload/downloads/Datenbl%C3%A4tter/ZYK3_De_En.pdf (Zugriff am 23.02.2023).
- [282] QSIL Ceramics GmbH: *Werkstoff-Datenblatt ZMK3.0*. URL: https://www.qsil-ceramics.com/fileadmin/user_upload/downloads/Datenbl%C3%A4tter/ZMK3.0_De_En.pdf (Zugriff am 23.02.2023).
- [283] QSIL Ceramics GmbH: *Werkstoff-Datenblatt ZMK3.5*. URL: https://www.qsil-ceramics.com/fileadmin/user_upload/downloads/Datenbl%C3%A4tter/ZMK3.5_De_En.pdf (Zugriff am 23.02.2023).
- [284] Stranz, A.; Kähler, J.; Waag, A.; Peiner, E. (2013): *Thermoelectric Properties of High-Doped Silicon from Room Temperature to 900 K*. In: *Journal of Electronic Materials*, 42 (7), 2381–2387. DOI: 10.1007/s11664-013-2508-0.
- [285] Ohishi, Y.; Xie, J.; Miyazaki, Y.; Aikebaier, Y.; Muta, H.; Kurosaki, K.; Yamanaka, S.; Uchida, N.; Tada, T. (2015): *Thermoelectric properties of heavily boron- and phosphorus-doped silicon*. In: *Japanese Journal of Applied Physics*, 54 (7), 71301. DOI: 10.7567/JJAP.54.071301.
- [286] Ravindra, N. M.; Sopori, B.; Gokce, O. H.; Cheng, S. X.; Shenoy, A.; Jin, L.; Abedrabbo, S.; Chen, W.; Zhang, Y. (2001): *Emissivity Measurements and Modeling of Silicon-Related Materials: An Overview*. In: *International Journal of Thermophysics*, 22 (5), 1593–1611. DOI: 10.1023/A:1012869710173.
- [287] Korth Kristalle GmbH: *Silizium (Si)*. URL: <https://www.korth.de/material/detail/Silizium> (Zugriff am 25.09.2023).
- [288] Falin, A.; Cai, Q.; Santos, E. J. G.; Scullion, D.; Qian, D.; Zhang, R.; Yang, Z.; Huang, S.; Watanabe, K.; Taniguchi, T.; Barnett, M. R.; Chen, Y.; Ruoff, R. S.; Li, L. H. (2017): *Mechanical properties of atomically thin boron nitride and the role of interlayer interactions*. In: *Nature communications*, 8, 15815. DOI: 10.1038/ncomms15815.
- [289] Boldrin, L.; Scarpa, F.; Chowdhury, R.; Adhikari, S. (2011): *Effective mechanical properties of hexagonal boron nitride nanosheets*. In: *Nanotechnology*, 22 (50), 505702. DOI: 10.1088/0957-4484/22/50/505702.

- [290] Frammelsberger, W.; Benstetter, G.; Kiely, J.; Stamp, R. (2007): *C-AFM-based thickness determination of thin and ultra-thin SiO₂ films by use of different conductive-coated probe tips*. In: *Applied Surface Science*, 253 (7), 3615–3626. DOI: 10.1016/j.apsusc.2006.07.070.
- [291] Kim, K. J.; King, W. P. (2009): *Thermal conduction between a heated microcantilever and a surrounding air environment*. In: *Applied Thermal Engineering*, 29 (8-9), 1631–1641. DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2008.07.019.
- [292] Cerbe, G.; Hoffmann, H.-J. (2002): *Einführung in die Thermodynamik: Von den Grundlagen zur technischen Anwendung*. 13. Auflage. Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag. München, Wien. ISBN: 978-3446220799.

Lebenslauf

Der Lebenslauf wird aus Gründen des Datenschutzes in der elektronischen Fassung der Arbeit nicht veröffentlicht.