

Evaluation der 3-Omega Methode und Weiterentwicklung zur lokalen Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von Bulkmaterialien und dünnen Schichten

Fabian Philipp Kühnel

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Elektrische Energiesysteme und Informationstechnik (EIT) der Universität der Bundeswehr München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

angenommenen Dissertation.

Gutachter/Gutachterin:

1. Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Georg Düsberg

2. Prof. Dr.-Ing. Günther Benstetter

Die Dissertation wurde am 12.04.2024 bei der Universität der Bundeswehr München eingereicht und durch die Fakultät für Elektrische Energiesysteme und Informationstechnik (EIT) am 29.10.2024 angenommen. Die mündliche Prüfung fand am 05.12.2024 statt.

Kurzfassung

Aufgrund steigender Leistungsdichten nimmt die produzierte Verlustwärme in elektronischen Bauteilen zu. Erhöhte Temperaturen führen zu verkürzter Lebenszeit und vermehrten Fehlfunktionen. Aus diesem Grund nimmt der Abtransport von Wärme einen immer wichtigeren Stellenwert ein. Um Wärme effektiv abtransportieren zu können, muss die thermische Leitfähigkeit verbauter und zukünftiger Dünnschichtmaterialien bekannt sein.

Die 3-Omega Methode ist ein Messverfahren zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit. Für ihre Benutzung muss ein periodisch erwärmter Heizer auf der Probe aufgebracht werden, dessen Länge und Breite das Messergebnis teils stark beeinträchtigen kann. Um dem entgegenzuwirken, wird eine Mess- und Auswerteprozedur entwickelt, die mehrere Heizer mit unterschiedlichen Strukturabmessungen untersucht. Auf diese Weise kann ein Heizerunabhängiges Ergebnis erzeugt werden. Die Methode wird durch Vergleichsmessungen mit einer kommerziellen Time Domain Thermoreflectance (TDTR) Methode verifiziert und eine ausführliche Analyse der Auswertung und der Ergebnisse folgt. Zusätzlich werden die Grenzen der Methode hinsichtlich minimal detektierbarer Schichtdicke und maximal detektierbarer thermischer Leitfähigkeit untersucht. Es zeigt sich, dass bei Materialien mit kleiner thermischer Leitfähigkeit Schichten von wenigen Nanometern Dicke untersucht werden können. Des Weiteren wurden Schichten mit einer thermischen Leitfähigkeit von über $100 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ erfolgreich vermessen.

Zusätzlich zur neuen Auswertemethode wird ein zweiter Machine Learning (ML) basierter Ansatz untersucht. Dazu werden verschiedenste ML-Modelle sowie ein neuronales Long Short-Term Memory (LSTM) Deep Learning Netz trainiert. Es konnte ein LSTM-Netz erzeugt werden, das Ergebnisse mit einer Abweichung von weniger als 1% gegenüber den Zielwerten erreicht. Zur Auswertung wird dabei eine kleinere Anzahl an Messungen benötigt als für die vorher beschriebene Methode.

Als Letztes wurde ein Verfahren entwickelt, das die 3-Omega Methode mit der Scanning Thermal Microscopy (SThM) kombiniert und Messungen an Luft erlaubt. Dadurch können die zwei Hauptnachteile der klassischen 3-Omega Methode ausgeglichen werden. Zum einen ist die Probenpräparation mit dem Aufbringen der nur wenige Mikrometer breiten und einigen hundert Nanometer hohen Heizer sehr aufwändig und zum anderen gibt die Methode nur einen Mittelwert über die gesamte Heizerfläche aus, liefert aber keinerlei Aufschluss über lokale Beschaffenheiten. Letzteres ist gerade bei sinkenden Strukturgrößen von wachsender Bedeutung. Die entwickelte Methode ist in der Lage lokale thermische Leitfähigkeiten quantitativ zu bestimmen. Dafür nutzt sie eine AFM-Spitze als Hezelement, weshalb kein zusätzlicher Heizer benötigt wird. Die Methode wird durch Vergleichsmessungen mit der verbesserten 3-Omega Methode verifiziert und es werden verschiedene Messungen an Bulk- und Dünnschichtmaterialien gezeigt.

Abstract

Due to increasing power densities, the generated heat in electronic components is rising. Elevated temperatures lead to a shortened lifespan and increased malfunctions. Therefore, dissipating the generated heat becomes more important. Knowing the thermal conductivity of used and future thin film materials helps greatly fulfilling this task.

The 3-Omega method is widely used for detecting thermal conductivity. For using the 3-Omega method a thin heater has to be deposited on top of the sample. This heater is periodically heated and allows for calculating the thermal conductivity of a sample. Heater width and length have great impact on the measured results. This work focuses on developing a measurement and evaluation process, which utilizes multiple heaters with different heater geometries to produce a thermal conductivity result independent of individual heaters. The developed method is verified by reference measurements with a commercially available time domain thermoreflectance (TDTR) method. Afterwards, analytical investigations regarding the evaluation process and the results are conducted as well as investigations regarding the minimal detectable film thickness and the maximal detectable thermal conductivity. It is shown that thermal conductivities greater than $100 \text{ W}/(\text{m}^*\text{K})$ can be detected as well as thicknesses in the low nanometer range for low thermally conductive thin films.

Besides the theory based evaluation process, an approach using machine learning was tested. A wide variety of different models was trained as well as a long short-term memory (LSTM) deep learning neural network. A final LSTM-network was generated, with deviations of less than 1% from the target value. This network also uses less measurements as input as the previously described evaluation method.

Lastly, a technique combining 3-Omega method and Scanning Thermal Microscopy (SThM) was developed, which allows for measurements in ambient conditions. This combined method compensates for the two major shortcomings of traditional 3-Omega method. Firstly, the challenging process of depositing heater structures only a few micrometers wide and a few hundred nanometers thick on top of the sample and secondly, the fact that it can only measure an average thermal conductivity value over the heater area and no local thermal conductivity. The latter is of rising importance considering the shrinking sizes of electronical components. The combined method uses an AFM tip as a heater. Therefore, local thermal conductivity measurements are possible and no extra heater has to be deposited on top of the sample. The method is verified using the 3-Omega method and a variety of different bulk and thin film samples are investigated.

Inhaltsverzeichnis

KAPITEL 1	EINLEITUNG	1
KAPITEL 2	GRUNDLAGEN UND STAND DER TECHNIK	2
2.1	WÄRMEFLUSS UND THERMISCHE LEITFÄHIGKEIT	2
2.1.1	Wärmeleitung	2
2.1.2	Konvektion	4
2.1.3	Wärmestrahlung	4
2.1.4	Ballistischer Wärmetransport	6
2.1.5	Thermische Leitfähigkeit und Phononen-Wärmetransport	6
2.2	MATERIALIEN	10
2.2.1	Siliziumdioxid (SiO_2)	10
2.2.2	Siliziumnitrid (Si_3N_4)	10
2.2.3	Bornitrid (BN)	10
2.2.4	Aluminiumnitrid (AlN)	11
2.3	METHODEN ZUR BESTIMMUNG DER THERMISCHEN LEITFÄHIGKEIT	12
2.3.1	3-Omega Methode	12
2.3.2	Time Domain Thermoreflectance (TDTR)	22
2.3.3	Scanning Thermal Microscopy (S _{Th} M)	24
2.4	GRUNDLAGEN MACHINE LEARNING	29
2.4.1	Einführung	29
2.4.2	Machine Learning Theorie	30
2.4.3	Vorstellung wichtiger Modelle	33
2.4.4	Optimizer	36
2.4.5	Hyperparameter Optimizer	37
KAPITEL 3	THEORIE 3-OMEGA METHODE	38
3.1	KLASSISCHER ANSATZ	38
3.2	BESTIMMEN DES TEMPERATURKOEFFIZIENTEN DES WIDERSTANDS	41
3.3	BERECHNUNG DER GESAMTEN TEMPERATURAMPLITUDE EINES HEIZERS INNERHALB EINES MULTISCHICHTSYSTEMS	41
3.4	KRITERIEN ZUR AUSWAHL DER HEIZERGEOMETRIE UND MESSFREQUENZEN	46
3.5	MESSAUFBAU 3-OMEGA METHODE	49
KAPITEL 4	PROBENLAYOUT UND HERSTELLUNG	51
4.1	PROBENLAYOUT	51
4.2	PROBENHERSTELLUNG	53
4.2.1	Schichtabscheidung	53
4.2.2	Heizerabscheidung	53
KAPITEL 5	ANALYSE VERSCHIEDENER HEIZERPARAMETER	56
5.1	HEIZERMATERIAL	56
5.2	HEIZERHÖHE	58

5.3	HEIZERBREITE UND -LÄNGE.....	58
KAPITEL 6 SIMULTANE AUSWERTUNG MEHRERER 3-OMEGA MESSUNGEN		61
6.1	PROBLEMDEFINITION	61
6.2	KONZEPT DER ENTWICKELTEN AUSWERTEMETHODE.....	62
6.3	DEFINIEREN DER HEIZERGRUPPE.....	62
6.4	VERIFIZIEREN DER SIMULTANAUSWERTUNG	63
6.4.1	<i>Vergleichsmessungen mit TDTR</i>	<i>63</i>
6.4.2	<i>Untersuchen der Korrelation zwischen Schichtdicke und thermischem Schichtwiderstand</i>	<i>64</i>
6.4.3	<i>Verifizierung der cross-plane Annahme</i>	<i>65</i>
6.5	BETRACHTUNG DER MODELLGÜTE	66
6.5.1	<i>Fitgenauigkeit.....</i>	<i>67</i>
6.5.2	<i>Mittelwertfreiheit der Modellfehler</i>	<i>68</i>
6.5.3	<i>Überprüfen der Modelladäquatheit</i>	<i>68</i>
6.5.4	<i>Überprüfen der Modellgüte anhand eines Beispiels</i>	<i>69</i>
6.6	BERECHNUNG DER STANDARDABWEICHUNG DER ERGEBNISSE	70
6.6.1	<i>Ansatz</i>	<i>70</i>
6.6.2	<i>Berechnung der Fehler der Heizleistung und eines ersten Teilfehlers der Gesamttemperaturamplitude des Heizers</i>	<i>74</i>
6.6.3	<i>Berechnung der restlichen Teilfehler der Gesamttemperaturamplitude des Heizers.....</i>	<i>75</i>
6.6.4	<i>Berechnung der Fehler der Fitparameter</i>	<i>76</i>
6.6.5	<i>Betrachtung der Teilfehler</i>	<i>78</i>
6.7	GRENZEN DER 3-OMEGA METHODE	78
6.7.1	<i>Minimal auflösbare Schichtdicke.....</i>	<i>78</i>
6.7.2	<i>Maximal auflösbare thermische Leitfähigkeit</i>	<i>84</i>
KAPITEL 7 DATENAUSWERTUNG MITTELS MACHINE LEARNING		87
7.1	DATENAUSWAHL	87
7.1.1	<i>Featureauswahl</i>	<i>87</i>
7.1.2	<i>Probenauswahl</i>	<i>88</i>
7.1.3	<i>Datensätze</i>	<i>89</i>
7.2	MODELLAUSWAHL.....	89
7.2.1	<i>Matlab</i>	<i>89</i>
7.2.2	<i>LSTM Deep Learning Netz.....</i>	<i>90</i>
7.3	AUSWERTUNG	91
7.3.1	<i>Matlab</i>	<i>91</i>
7.3.2	<i>Long Short-Term Memory Modell</i>	<i>94</i>
7.4	ERGEBNISSE	97
7.5	VERGLEICH MACHINE LEARNING MODELL UND AUSWERTUNG MIT REGRESSION	98
7.6	ZUSAMMENFASSUNG	99
KAPITEL 8 3-OMEGA SCANNING THERMAL MICROSCOPY		100
8.1	MOTIVATION UND AUFBAU.....	100
8.2	THEORIE.....	102
8.2.1	<i>Bulkmessung</i>	<i>102</i>
8.2.2	<i>Dünnschichtmessung.....</i>	<i>102</i>
8.2.3	<i>Limitierungen der Methode.....</i>	<i>103</i>
8.3	MESSUNGEN.....	106
8.3.1	<i>Bulk</i>	<i>106</i>

8.3.2 <i>Dünnschichten</i>	111
KAPITEL 9 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	116
ANHANG A PARTIELLE ABLEITUNGEN.....	117
ANHANG B EINFLUSS DER TEILFEHLER AUF DEN GESAMTFEHLER	121
ANHANG C INFORMATIONEN ZUM LERNFORTSCHRITT VERSCHIEDENER KÜNSTLICHE INTELLIGENZ METHODEN.....	123
LISTE DER ABKÜRZUNGEN UND FORMELZEICHEN	137
ABBILDUNGSVERZEICHNIS	143
TABELLENVERZEICHNIS	148
LITERATURVERZEICHNIS	151
PUBLIKATIONSLISTE	168
DANKSAGUNGEN	170

Kapitel 1

Einleitung

Das Mooresche Gesetz besagt, dass sich die Transistordichte integrierter Schaltkreise bei gleicher Chipgröße alle ein bis zwei Jahre verdoppelt. Daraus erschließt sich, dass auch die Leistungsdichte innerhalb eines elektronischen Bauteils immer weiter ansteigt und somit auch die entstehende Verlustwärme immer mehr wird. Steigende Temperaturen in elektronischen Bauteilen sorgen für vermehrte Fehlfunktionen und kürzere Lebensdauern dieser Produkte. Gleichzeitig finden neuartige Dünnschichtmaterialien wie zum Beispiel hexagonales Bornitrid Einzug in die Herstellung besagter elektronischer Bauteile. Findet man eine Möglichkeit zur Charakterisierung dieser neuen Materialien, könnten sich diese als hilfreich bei der Ableitung der Verlustwärme herausstellen.

Ein wichtiger Materialparameter ist dabei die thermische Leitfähigkeit. Sie gibt an, wie gut ein Material Wärme von heißen zu kalten Stellen transportiert. Die thermische Leitfähigkeit unterscheidet sich dabei stark, wenn man Bulkmaterialien mit ihrem Dünnschichtgegenüber vergleicht. Sie hängt außerdem stark von der Schichtdicke und der Herstellmethode der Schicht ab. Viele Methoden zur Vermessung von Bulkmaterialien lassen sich nicht auf die Vermessung von dünnen Schichten übertragen. Aus diesem Grund müssen dafür neue Methoden entwickelt werden.

Eines dieser Verfahren ist die 3-Omega Methode [1]. Sie nutzt einen Heizer, der auf die zu untersuchende Schicht aufgebracht und periodisch erwärmt wird. Aus der Temperaturamplitude des Heizers lassen sich dann Rückschlüsse auf die thermische Leitfähigkeit der Schicht ziehen. Die Methode ist gut etabliert und gilt als zuverlässig und präzise. Sie gibt immer den Mittelwert der thermischen Leitfähigkeit über die gesamte Heizerfläche aus, es lassen sich daher keine Rückschlüsse auf lokale Leitfähigkeiten ziehen. Außerdem werden in der Literatur häufig unterschiedliche Heizerstrukturen verwendet, was zu teils großen Unterschieden bei den Ergebnissen führt.

Diese Arbeit setzt sich zum Ziel, eine Mess- und Auswerteprozedur für die 3-Omega Methode zu entwickeln, die Ergebnisse zur thermischen Leitfähigkeit liefert, unabhängig von einer einzelnen Heizerstruktur. Dazu wird eine Gruppe verschiedener Heizer ermittelt, die mit einer neuen Auswertung zu einem gemeinsamen Ergebnis kommen. Außerdem soll in einem zweiten Ansatz ein neuronales Long Short-Term Memory Deep Learning Netz programmiert und trainiert werden, welches die Anzahl an zu vermessenden Heizern und die Auswertzeit reduziert. Im letzten Schritt wird mit dem gewonnenen Wissen eine 3-Omega Scanning Thermal Microscopy Methode entwickelt, mit der die thermische Leitfähigkeit von Proben auch ohne das Aufbringen eines Heizers lokal vermessen werden kann.

Kapitel 2

Grundlagen und Stand der Technik

2.1 Wärmefluss und thermische Leitfähigkeit

2.1.1 Wärmeleitung

Wärmeleitung (auch Konduktion oder Wärmediffusion) ist eine Form der Wärmeübertragung ohne makroskopischen Materialtransport. Sie erfolgt von einem Teil eines Körpers mit höherer Temperatur zu einem anderen Teil desselben Körpers mit niedrigerer Temperatur. Wärmeleitung kann auch zwischen zwei verschiedenen, sich berührenden Körpern mit unterschiedlichen Temperaturen auftreten, indem Wärme vom "heißen" zum "kalten" Körper fließt [2]. Die Temperatur beschreibt dabei die mittlere kinetische Energie von Atomen oder Molekülen als Resultat von mikroskopischen Bewegungen. In elektrisch nichtleitenden Festkörpern schwingen die Teilchen lediglich um ihre Ruhelage, bei elektrisch leitenden Körpern kommt es zusätzlich zu translatorischen Bewegungen von Elektronen. In Flüssigkeiten und Gasen kommt die Brownsche Molekularbewegung zum Tragen [3]. An einem Ort erhöhter Temperatur besitzen Atome oder Moleküle eine höhere mittlere Energie, wodurch die Wahrscheinlichkeit einer Kollision mit weniger energetischen Teilchen steigt. Auf diese Weise wird Wärme von „heißen“ zu „kalten“ Stellen transportiert [3]. Neben den bereits beschriebenen Transportmechanismen können auch Magnonen, Spinwellen oder ballistischer Transport zum gesamten Wärmetransport beitragen [4–8]. Ballistischer Wärmetransport wird in Abschnitt 2.1.4 näher betrachtet.

Bei der Wärmeleitung ist das Fouriersche Gesetz von großer Bedeutung. Es definiert den Wärmestrom \vec{q} zu [9]

$$\vec{q} = -k\nabla T. \quad (1)$$

Die Konstante k ist die thermische Leitfähigkeit und ∇T beschreibt das Temperaturgefälle über eine Strecke. Wie aus Gleichung (1) ersichtlich wird, fließt q immer von höheren zu niedrigeren Temperaturen. Mit dem Wärmestrom q kann die Wärmeleistung Q geschrieben werden als:

$$Q = q \cdot A, \quad (2)$$

wobei A die Fläche ist, durch die der Wärmestrom fließt [9].

Kombiniert man das Fouriersche Gesetz und den Ersten Hauptsatz der Thermodynamik, ergibt sich die allgemeine Wärmediffusionsgleichung:

$$k_x \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + k_y \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + k_z \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \rho \cdot c \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (3)$$

wobei die Indizes x , y und z die drei Raumrichtungen beschreiben und c und ρ der spezifischen Wärmekapazität und der Dichte des Materials entsprechen [10]. Die entsprechende Ausrichtung des Koordinatensystems kann in **Abbildung 1** eingesehen werden. In dieser Arbeit wird die thermische Leitfähigkeit in z -Richtung als cross-plane und in x -Richtung als in-plane bezeichnet.

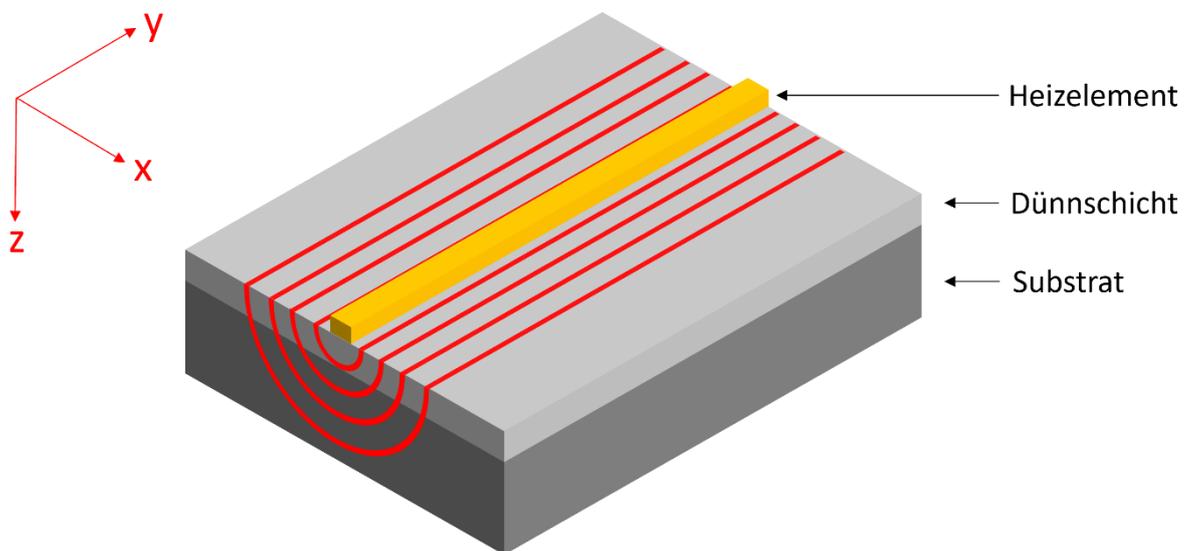


Abbildung 1 Ausrichtung der Achsen des Koordinatensystems für eine typische 3-Omega Probe bestehend aus Substrat, Dünnschicht und einem Heizelement.

Wie aus Gleichung (3) ersichtlich wird ist die thermische Leitfähigkeit und damit auch der Wärmestrom im Allgemeinen richtungsabhängig. Materialien für die dies zutrifft nennt man anisotrop. Ist die thermische Leitfähigkeit hingegen richtungsunabhängig nennt man diese isotrop. Darüber hinaus werden Materialien homogen genannt, wenn die thermische Leitfähigkeit unabhängig vom Ort ist [3].

Betrachtet man eindimensionale Probleme, kann Gleichung (1) in einfacher skalarer Form geschrieben werden:

$$q = k \cdot \frac{\Delta T}{l_T} \quad (4)$$

ΔT ist hierbei der Unterschied zweier Temperaturen innerhalb eines Mediums mit Abstand l_T in Flussrichtung der Wärme [9]. Aus Gleichung (3) ergibt sich für diesen Fall die eindimensionale Wärmediffusionsgleichung zu:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{p \cdot c}{k} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{D} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} \quad (5)$$

wobei D die Temperaturleitfähigkeit ist, die beschreibt, wie schnell ein Material Wärme transportieren kann [9].

2.1.2 Konvektion

Konvektion beschreibt den Wärmetransport von einer Oberfläche zu einer angrenzenden, sich bewegendem Flüssigkeit oder einem Gas. Wenn die Bewegung der Flüssigkeit oder des Gases das Ergebnis einer Dichteänderungen aufgrund von Temperaturunterschieden ist, wird sie als natürliche Konvektion bezeichnet. Ist die Bewegung des Mediums das Ergebnis einer Pumpe, eines Ventilators oder ähnlicher Vorrichtungen, wird sie als erzwungene Konvektion bezeichnet. Der Übertragungsmechanismus zwischen Oberfläche und Medium ist die Wärmeleitung. Konvektionsprozesse werden meist zur Kühlung mit einem strömenden Gas oder einer Flüssigkeit verwendet [2].

Der Abkühlprozess lässt sich nach Newton wie folgt beschreiben:

$$\frac{dT_{body}}{dt} \propto T_{body} - T_{\infty}, \quad (6)$$

wobei T_{∞} die Temperatur des Mediums fern vom Körper und T_{body} die Temperatur des gekühlten Objekts ist [9]. Für die Berechnung der durch Konvektion verursachten, vorübergehenden Abkühlung gilt der erste Hauptsatz der Thermodynamik [9]

$$Q = \frac{dE_{th}}{dt}, \quad (7)$$

aus dem sich

$$\frac{T_{body} - T_{\infty}}{T_i - T_{\infty}} = \exp\left(-\frac{t}{\left(\frac{p \cdot c \cdot V}{\bar{h} \cdot O}\right)}\right) \quad (8)$$

ergibt. $\frac{dE_{th}}{dt}$ ist dabei die Änderungsrate der inneren thermischen Energie E_{th} , O und V sind die Oberfläche und das Volumen des Körpers, \bar{h} ist der über den gesamten Körper gemittelte Wärmeübergangskoeffizient und $T_i = T_{body}(t = 0)$ [9].

2.1.3 Wärmestrahlung

Wärmestrahlung ist elektromagnetische Strahlung mit einer Wellenlänge λ_{ω} von $0,1 \mu\text{m}$ – $100 \mu\text{m}$. Sichtbares Licht liegt im Vergleich dazu im Bereich von $0,39 \mu\text{m}$ - $0,78 \mu\text{m}$. Wärmestrahlung wird von Festkörpern, Flüssigkeiten und einigen Gasen in Abhängigkeit von ihrer Temperatur ausgestrahlt. Im Gegensatz zu Wärmeleitung und Konvektion wird für den Energietransport durch Wärmestrahlung kein Medium benötigt [2].

Der ideale Wärmestrahler wird als schwarzer Körper (auch schwarzer Strahler) bezeichnet. Er absorbiert die gesamte einfallende Strahlung und reflektiert nichts. Gleichzeitig ist er aber auch ein idealer Strahler, da er sonst unendlich viel Energie speichern würde. Die gespeicherte Energie wird als Wärmestrahlung abgegeben [9].

Die von einem schwarzen Körper abgestrahlte Energie $e_b(T)$ kann durch das Stefan-Boltzmann-Gesetz [9]

$$e_b(T) = \sigma_{sb} \cdot T^4 \quad (9)$$

beschrieben werden, das von Stefan experimentell gefunden [11] und von Boltzmann bestätigt wurde [12]. Dabei ist σ_{sb} die Stefan-Boltzmann-Konstante [9]

$$\sigma_{sb} = 5,670400 \cdot 10^{-8} \cdot \frac{W}{m^2 \cdot K^4}. \quad (10)$$

Für reale Strahler wird der Energiefluss beschrieben durch

$$e(T) = \epsilon \cdot \sigma_{sb} \cdot T^4, \quad (11)$$

wobei ϵ der Emissionsgrad des Körpers ist und einen Wert zwischen 0 und 1 annimmt [2]. Es zeigt sich, dass die Wärmestrahlung für Körper mit niedrigeren Temperaturen im Vergleich zu Wärmeleitung und Konvektion vernachlässigt werden kann, da der Energiefluss proportional zur vierten Potenz der Temperatur ist [9]

$$e(T) \propto T^4. \quad (12)$$

Die Verteilung, der durch elektromagnetische Strahlung emittierten Energie, ist für jeden Körper und jede Temperatur einzigartig. Das Maximum jeder Kurve $(\lambda_\omega \cdot T)_{e_{\lambda_\omega=\max}}$ kann durch das Wiensche Verschiebungsgesetz [13] beschrieben werden [9]:

$$(\lambda_\omega \cdot T)_{e_{\lambda_\omega=\max}} = 2898 \mu m \cdot K. \quad (13)$$

Man beachte, dass das Maximum bei höheren Temperaturen zu niedrigeren Wellenlängen verschoben wird. Das Plancksche Strahlungsgesetz [14] beschreibt dabei die Verteilung des Strahlungsflusses e_{λ_b} in Abhängigkeit der Wellenlänge

$$e_{\lambda_b} = \frac{2 \cdot \pi \cdot h_p \cdot c_0^2}{\lambda_\omega^5 \cdot \left[\exp\left(\frac{h_p \cdot c_0}{k_b \cdot T \cdot \lambda_\omega}\right) - 1 \right]}, \quad (14)$$

wobei c_0 die Lichtgeschwindigkeit, h_p das Plancksche Wirkungsquantum

$$h_p = 6,62606876 \cdot 10^{-34} J \cdot s \quad (15)$$

und k_b ist die Boltzmann-Konstante

$$k_b = 1,3806503 \cdot 10^{-23} \frac{J}{K} \quad (16)$$

ist [9].

Die von Objekt 1 auf Objekt 2 übertragene Nettowärmestrahlung Q_{net} kann wie folgt beschrieben werden [9]

$$Q_{net} = \sigma_{sb} \cdot A_1 \cdot (T_1^4 - T_2^4). \quad (17)$$

Wenn Objekt 1 auch auf andere Objekte außer Objekt 2 strahlt, muss ein Sichtfaktor F_{1-2} berücksichtigt werden [9]

$$Q_{net} = F_{1-2} \cdot \sigma_{sb} \cdot A_1 \cdot (T_1^4 - T_2^4). \quad (18)$$

2.1.4 Ballistischer Wärmetransport

Ballistischer Wärmetransport zeichnet sich dadurch aus, dass sich Wärmeträger, meist Elektronen oder Phononen, ohne Streuung oder andere Wechselwirkungen durch ein Medium bewegen. Daher gibt es im Gegensatz zum diffusiven Wärmetransport kein Temperaturgefälle im Festkörper. Ballistischer Wärmetransport tritt in hochreinen Kristallen bei Temperaturen unter 10 K, in Materialien deren Größe der mittleren freien Weglänge der Phononen entspricht oder in 2D-Materialien wie Graphen auf [5].

Bei dünnen Schichten wird davon ausgegangen, dass ballistischer Wärmetransport auftritt, wenn die Dünnschichtdicke d_f kleiner als die mittlere freie Weglänge der Phononen l_p ist [6]

$$d_f \ll l_p \quad (19)$$

Ein besseres Kriterium ist jedoch das Verhältnis zwischen diffuser interner- und diffuser Oberflächenstreuung [6]

$$1 - \exp\left(-\frac{d_f}{l_p}\right) \ll 1 - p_g \quad (20)$$

wobei p_g die Grenzflächenreflektivität

$$p_g(w_v) = \exp(-4w_v^2 \cdot \eta_r^2) \quad (21)$$

angibt. η_r ist dabei die Rauheit der Grenzfläche und w_v ist der Wellenvektor [6]. Die linke Seite von Gleichung (20) beschreibt die diffuse interne Streuung, während die rechte Seite die diffuse Oberflächenstreuung beschreibt [6].

Da der ballistische Wärmetransport hauptsächlich in dünnen Filmen stattfindet, ist die thermische Leitfähigkeit im Vergleich zu Bulkmaterialien normalerweise deutlich geringer. Makris et al. [7] wiesen jedoch nach, dass die thermische Leitfähigkeit in cross-plane Richtung in ultradünnen Metalloxidfilmen, in denen ballistischer Wärmetransport dominiert, ansteigen kann. Darüber hinaus zeigten sie, dass ballistischer Wärmetransport als Wärmetransportmechanismus für Schichten < 30 nm dominiert, wenn diese mit einer Wärmequelle im Nanometermaßstab (zum Beispiel einer beheizten AFM-Spitze) angeregt werden. Dies ist deutlich dicker als die mittlere freie Weglänge von Phononen (ca. 0,63 nm) [7].

2.1.5 Thermische Leitfähigkeit und Phononen-Wärmetransport

2.1.5.1 Theoretischer Hintergrund

Die thermische Leitfähigkeit k ist ein Wert, der die Fähigkeit eines Materials beschreibt Wärme zu leiten. Die cross-plane Leitfähigkeit in Festkörpern kann als Wärmeenergie definiert werden, die durch ein Material senkrecht zu seiner Oberfläche übertragen wird [15]

$$\frac{1}{A} \cdot \frac{dQ}{dt} = -k \cdot \frac{dT}{dz}, \quad (22)$$

wobei $\frac{dT}{dz}$ der Temperaturgradient ist.

Die thermische Leitfähigkeit in Festkörpern ist proportional zum Produkt der volumetrischen Wärmekapazität C , der mittleren freien Weglänge der Phononen l_p und der Schallgeschwindigkeit v_{sch} wenn Phononen der dominierende Transportmechanismus sind [15]

$$k \propto C \cdot l_p \cdot v_{sch}. \quad (23)$$

Die thermische Leitfähigkeit beschreibt den Wärmetransport ohne Materialtransport im Inneren eines Materials und ist daher hauptsächlich ein konduktiver Wärmetransport. In dünnen Schichten wird diese Wärme hauptsächlich durch Phononen transportiert [16]. Es soll an dieser Stelle aber erwähnt werden, dass es auch andere Transportmedien, wie zum Beispiel Ladungsträger, Magnonen oder Spinwellen, gibt [4, 8]. Außer bei Metallen oder anderen thermoelektrisch optimierten Materialien haben diese allerdings nur einen geringen Einfluss auf die thermische Leitfähigkeit und können meist vernachlässigt werden [16].

Sind Phononen der vorherrschende Transportmechanismus, kann die theoretische thermische Leitfähigkeit k berechnet werden, indem alle partiellen thermischen Leitfähigkeiten $k_{ph,m}$ der einzelnen Phononenmoden der Wellenlänge λ_m aufaddiert werden [16]

$$k_{ph,m} = \frac{1}{3} \cdot C \cdot l_{p,m} \cdot v_g. \quad (24)$$

v_g ist dabei die Gruppengeschwindigkeit der Phononenmoden. Jeder Phononenmodus innerhalb einer Probe ist dabei unterschiedlichen Bedingungen ausgesetzt, was zu einer unterschiedlichen spezifischen mittleren freien Weglänge $l_{p,m}$ für jeden Modus führt [16].

2.1.5.2 Einflussfaktoren auf thermische Leitfähigkeit

Die thermische Leitfähigkeit wird von vielen verschiedenen Faktoren, wie der Temperatur, der Schichtdicke, der Reinheit, der Korngröße, der kristallinen Struktur oder durch Störungen im Kristallgitter beeinflusst. Im Folgenden wird ein kurzer Überblick am Beispiel des Materials Silizium gegeben. Genauere Informationen können der Arbeit von Stoib [16] entnommen werden.

Die **Temperatur** spielt eine wichtige Rolle für die thermische Leitfähigkeit, da sich bei höheren Temperaturen mehr Phononen im Material befinden. Betrachtet man steigende Temperaturen, steigt die thermische Leitfähigkeit erst an und nimmt dann stark ab. Das liegt daran, dass eine steigende Phononenzahl zunächst zu mehr Wärmetransport führt, gleichzeitig aber auch die Streuung der Phononen untereinander zunimmt. Ab einer gewissen Temperatur überwiegt der negative Einfluss der Streuung und die thermische Leitfähigkeit nimmt wieder ab [16]. Dieses Verhalten ist in Kurve 1 [17] in **Abbildung 2** ersichtlich, welche die thermische Leitfähigkeit von einkristallinem Si zeigt.

Eine Verbesserung der **isotopen Reinheit** des einkristallinen Si durch Anreicherung von Si mit normalem Isotopengemisch mit ^{28}Si führt zu einer höheren maximalen thermische

Leitfähigkeit, wie in Kurve 2 [17] von **Abbildung 2** zu sehen ist. Bei höheren Temperaturen nähern sich die Werte der Kurven 1 und 2 an, da die Phononen-Phononen-Streuung für angereichertes und normales Si ähnlich wahrscheinlich ist [16].

Mit abnehmender **Schichtdicke** sinkt die thermische Leitfähigkeit aufgrund von mehr Grenzflächenstreuungseffekten an der Probenoberfläche und den Schichtübergängen. Außerdem existieren weniger Phononenmoden, wodurch die thermische Leitfähigkeit weiter sinkt [16]. Die Kurven 3 [18], 4 [18] und 5 [19] in **Abbildung 2** zeigen die thermische Leitfähigkeit von einkristallinen Si-Schichten mit einer Dicke von 1,6 μm , 420 nm und 20 nm. Es wird ersichtlich, dass die thermische Leitfähigkeit deutlich abnimmt. Ist das Reflexionsvermögen der dünnen Schicht gering, wird dieser Effekt noch dominanter [16].

Bei polykristallinen Schichten ist neben der Schichtdicke die **Korngröße** der Kristalle ein wesentlicher Faktor. Im Vergleich zu einkristallinem Si zeigen polykristalline Proben eine geringere thermische Leitfähigkeit, die mit abnehmender Korngröße kleiner wird. Bei Korngrößen, die deutlich kleiner sind als die Schichtdicke, haben Schichtdickenänderungen weniger Einfluss auf die thermische Leitfähigkeit. Durch **Dotierung** des Poly-Si sinkt die thermische Leitfähigkeit noch weiter [16]. Die Kurven 6 [20] und 7 [20] in **Abbildung 2** zeigen einen 1 μm dünnen Poly-Si-Film mit 400 nm Korngröße und einer Bor-Dotierung von $2 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ bzw. $1,6 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Kurve 8 [21] zeigt einen Poly-Si-Film mit einer Dicke von 1 μm und einer Korngröße von 190 nm ohne Dotierung. Es ist zu erkennen, dass der Einfluss der Korngröße größer ist als der der Dotierstoffkonzentration [21].

Betrachtet man **nanokristalline Strukturen** mit Korngrößen von wenigen Nanometern, kann eine weitere Abnahme der thermischen Leitfähigkeit beobachtet werden. Bei derart kleinen Körnern weist die thermische Leitfähigkeit von Bulk-Si Werte auf, die mit der thermische Leitfähigkeit dünner Schichten mit der Dicke der Korngröße vergleichbar ist [16]. Die Kurven 9 [22], 10 [22] und 11 [23] in **Abbildung 2** zeigen Bulk-Si mit Korngrößen von 550 nm, 76 nm und 30 nm. Es stellt sich heraus, dass die thermische Leitfähigkeit bei kleineren Korngrößen sinkt.

Betrachtet man nun **amorphe Materialien**, wird eine weitere Abnahme der thermischen Leitfähigkeit erwartet. Dazu werden die Kurven 12 [16] und 13 [16] in **Abbildung 2** untersucht. Diese zeigen hydrogenisiertes amorphes Si mit einem Wasserstoffanteil von 20% (Kurve 12) und reines amorphes Si (Kurve 13). Letzteres besitzt eine erhöhte amorphe Unordnung. Wie erwartet sinkt die thermische Leitfähigkeit weiter mit erhöhter amorpher Unordnung. Außerdem kann beobachtet werden, dass die Temperaturabhängigkeit für Systeme mit hoher Unordnung abnimmt [16].

Lokale Störungen des Kristallgitters verringern ebenfalls die thermische Leitfähigkeit. Um dies zu untersuchen, wurden Ge-Atome isovalent gegen beliebige Si-Atome ausgetauscht. Bereits ein Austausch von 1% der Si-Atome führt zu einer Abnahme der thermischen Leitfähigkeit um den Faktor 4. Die niedrigste thermische Leitfähigkeit wird bei einem Austausch von 50% der Si-Atome beobachtet [16, 24].

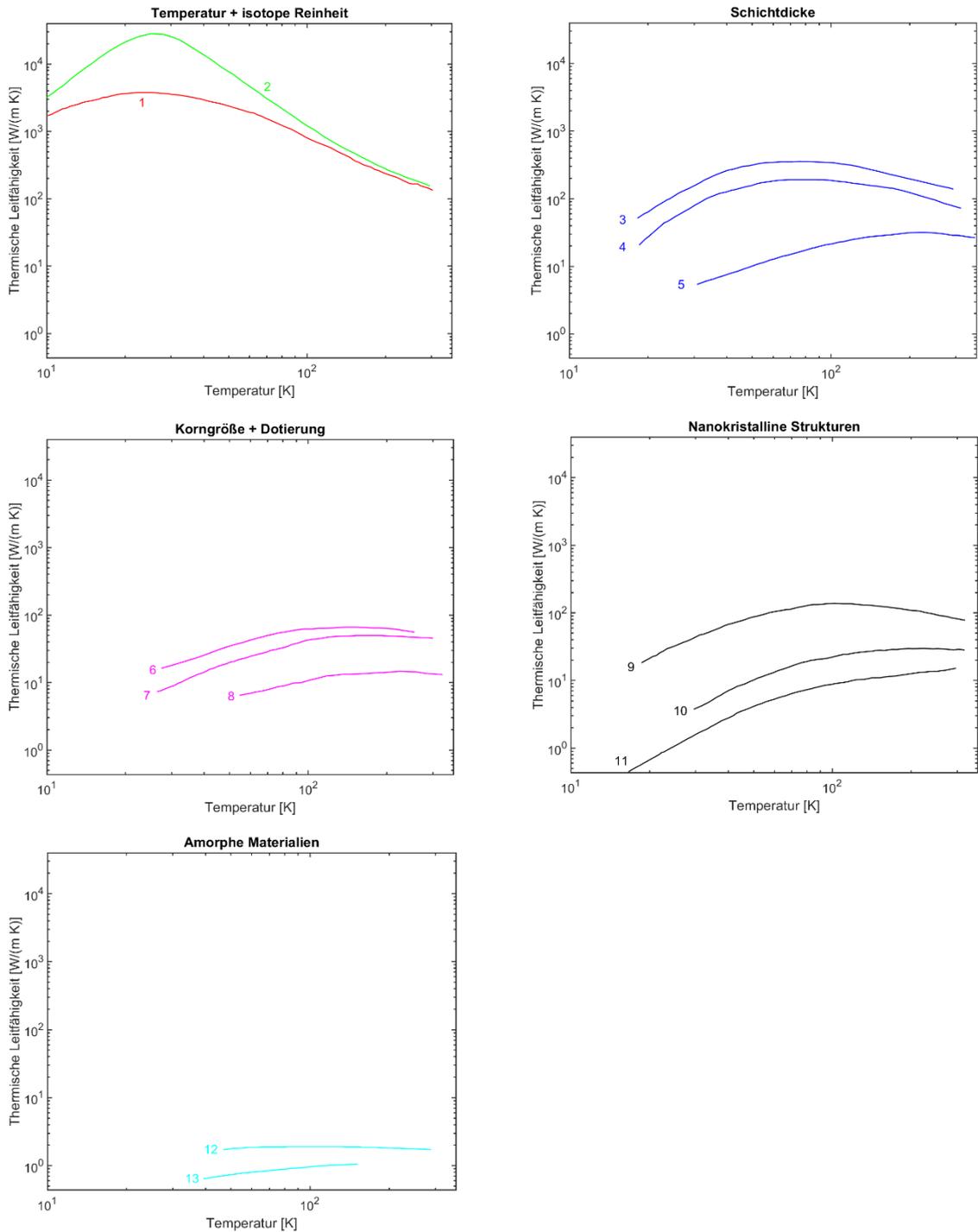


Abbildung 2 Thermische Leitfähigkeit von mono- und polykristallinem Si für verschiedene Temperaturen unter Einfluss verschiedener Modifikationen. Kurve 2 hat im Vergleich zu Kurve 1 eine erhöhte isotope Reinheit, die Kurven 3, 4 und 5 zeigen Schichten mit abnehmender Schichtdicke, die Kurven 6 und 7 zeigen dotierte Poly-Si-Schichten mit steigender Dotierung, Kurve 8 zeigt eine Poly-Si-Schicht mit kleinerer Korngröße im Vergleich zu den Kurven 6 und 7, die Kurven 9, 10 und 11 zeigen nanokristallines Si mit sinkender Korngröße und die Kurven 12 und 13 zeigen amorphes Si mit zunehmender amorpher Unordnung. Messdaten stammen aus [16–23], Grafik inspiriert durch [16].

2.2 Materialien

2.2.1 Siliziumdioxid (SiO_2)

Siliziumdioxid (SiO_2) und SiO_2 -Dünnschichten sind in der Mikro- und Nanotechnologie und in Halbleiterbauteilen weit verbreitet [25]. Hauptsächlich wird es in der Halbleiterindustrie als Gateoxid bei Feldeffekttransistoren eingesetzt. Aufgrund seiner bekannten und gut definierten Herstellprozesse wird es allerdings auch in vielen anderen Bereichen verwendet, wie zum Beispiel in optischen Technologien oder als Separator zwischen einzelnen Chips [26].

Siliziumdioxid zeichnet sich aus durch seine hohe Permittivitätszahl von 3,8 [25], seiner kleinen Defektdichte [26] und wenigen Einschlüssen an SiO_2/Si Grenzschichten [25]. Es besitzt außerdem eine hohe Durchschlagfestigkeit bei einer Feldstärke von über 10 MV/cm. Seine Bandlücke liegt bei 9,3 eV [27]. Neben seinen ausgezeichneten Eigenschaften als Isolator ist es auch chemisch stabil und im sichtbaren Spektrum transparent [26]. Aus diesem Grund wird es auch in der Optik eingesetzt.

In dieser Arbeit wird SiO_2 hauptsächlich als Referenz für thermische Leitfähigkeiten genutzt, da diese für verschiedenste Schichtdicken und Herstellverfahren gut dokumentiert ist [28–33].

2.2.2 Siliziumnitrid (Si_3N_4)

Siliziumnitrid (Si_3N_4) wird in verschiedensten Halbleiteranwendungen genutzt. Einige Beispiele dafür sind Oberflächenpassivierung, Kondensatoren in DRAM (dynamic random access memory), korrosionsresistente Beschichtungen und Gate-Isolatoren in MISFETs (metal insulator semiconductor field effect transistor) [34, 35]. Des Weiteren werden SiN -Dünnschichten auch als Antireflexionsbeschichtung auf Photovoltaikzellen genutzt [36, 37], da der Brechungsindex der Schicht durch Anpassen des Si/N-Verhältnisses verändert werden kann [38–40].

Siliziumnitrid existiert in drei verschiedenen Kristallstrukturen: α , β und γ [41]. Die beiden ersten sind unter Normaldruck herstellbar, die Synthetisierung der γ -Phase gelingt hingegen nur unter hohem Druck und hoher Temperatur [42]. Siliziumnitrid kann über verschiedenste Prozesse erzeugt werden. Einige davon sind die chemische Gasphasenabscheidung (engl. Chemical vapour deposition, CVD), Vacuum Evaporation und Ion-Plating [43].

Siliziumnitrid zeichnet sich aus durch eine hohe Dichte und Permittivitätszahl von ungefähr 7,5 [44], sowie eine besonders hohe Mohshärte von 9,5 [43]. Seine Bandlücke liegt bei 4,71 eV [44] und seine Durchschlagfestigkeit bei 0,5 MV/cm [45].

In dieser Arbeit wird Si_3N_4 als zweite Referenz neben SiO_2 genutzt, da auch hier der Herstellprozess gut definiert und wiederholbar ist und die thermische Leitfähigkeit gut dokumentiert ist [29, 46–52].

2.2.3 Bornitrid (BN)

Bornitrid kommt überwiegend amorph (a-BN), kubisch (c-BN) oder hexagonal (h-BN) vor. Es kann aber auch rhomboedrisch (r-BN) oder wurtzit (w-BN) auftreten [53]. Ein besonderes

Augenmerk liegt in der Forschung auf h-BN und c-BN. Bornitrid besitzt je nach Herstellprozess unterschiedliche Eigenschaften. Allgemein lässt sich aber sagen, dass es äußerst hart, chemisch stabil und transparent im sichtbaren Wellenlängenbereich ist. Außerdem ist es ein guter elektrischer Isolator [54].

Kubisches Bornitrid besitzt eine Sphalerit (auch Zinkblende genannt) Gitterstruktur in der gleichen Konfiguration wie Diamant [55]. Es zeichnet sich durch seine hohe Mohshärte von 9,5 [55] aus. Außerdem hat es eine Bandlücke von 6,4 eV [56, 57], eine Permittivitätszahl von 7,1 und eine hohe Durchschlagfestigkeit von 8 MV/cm [53]. Deshalb eignet sich c-BN hervorragend als elektrischer Isolator und als kratzfeste Beschichtung. Es wurde außerdem als Material für LEDs eingesetzt, die selbst bei einer Temperatur von 950 K noch funktionstüchtig waren. Die emittierte Wellenlänge liegt bei 215 nm [58]. Auch wurde ein Photodetektor für 193 nm Wellenlänge aus c-BN gefertigt [59].

Hexagonales Bornitrid zeichnet sich durch eine hexagonale Struktur in der Ebene aus, in der sich B- und N-Atome abwechseln. Die Bindung zwischen den Atomen ist dabei eine starke kovalente Bindung. Die einzelnen hexagonalen Strukturen werden durch die Ebene einfach „gestapelt“, wobei sich die B- und N-Atome abwechseln. Sprich, auf einem B-Atom liegt ein N-Atom und umgekehrt [55]. Liu et al. [60] haben aber gezeigt, dass es vermutlich verschiedene „Stapelordnungen“ gibt. Die Bindung durch die Ebene ist eine schwache, hervorgerufen durch Van der Waals Kräfte [55]. Aus den unterschiedlichen Bindungstypen ergeben sich stark richtungsabhängige Eigenschaften für h-BN.

Hexagonales Bornitrid besitzt eine Permittivitätszahl von 4 [53] und eine cross-plane Durchschlagfestigkeit von 10 MV/cm – 12 MV/cm [61] sowie eine in-plane Durchschlagfestigkeit von 3 MV/cm [62]. Außerdem hat es eine Bandlücke von ca. 5,9 eV [63], wobei diese für Monolagen theoretisch bei bis zu 12,7 eV liegen kann [55]. Im Gegensatz zu c-BN ist seine Mohshärte mit 1,65 [64] sehr klein. Aufgrund seiner Eigenschaften wird h-BN als festes Schmiermittel verwendet, oder als Zusatz zu Flüssigkeiten gegeben, um deren Schmiereigenschaften zu verbessern. Außerdem wird es als elektrischer Isolator in MISFET und anderen Halbleiterbauteilen verwendet oder als Beschichtung auf Metallen zur Erhöhung der Rostbeständigkeit [53].

In dieser Arbeit werden verschiedene BN-Schichten beleuchtet. Der Herstellprozess ist dabei in der Entwicklung mit dem Ziel eines industriellen Einsatzes, wodurch die Eigenschaften und auch die thermische Leitfähigkeit stark schwanken. Daher gibt es auch keine sinnvollen Vergleichswerte zur thermischen Leitfähigkeit in der Literatur. Es wird davon ausgegangen, dass die Schichten überwiegend amorpher- oder leicht nanokristalliner Natur mit bevorzugt hexagonaler Kristallstruktur sind.

2.2.4 Aluminiumnitrid (AlN)

Aluminiumnitrid (AlN) wird verwendet als Schutzbeschichtung in der Luft- und Raumfahrt [65] oder in der Optoelektronik als solar blind UV-Detektor [66]. Als solar blind bezeichnet man dabei einen Detektor, der die Hintergrundstrahlung der Sonne ausblenden kann. Des Weiteren wird AlN in akustischen Oberflächenwellenanwendungen wegen seiner hohen

akustischen Geschwindigkeit von 6000 m/s – 11000 m/s verwendet [67–69] oder zum Energy Harvesting [70, 71].

Aluminiumnitrid zeichnet sich durch seine hohe thermische Leitfähigkeit bei gleichzeitig schlechter elektrischer Leitfähigkeit aus. Es besitzt eine Bandlücke von 5,8 eV – 6 eV [72, 73] und eine Durchschlagfestigkeit von > 1,2 MV/cm [74]. Mit einer Mohshärte von 9 ist es ausgesprochen hart [75]. Außerdem zeigt AlN starke piezoelektrische Effekte [76].

In dieser Arbeit wird Aluminiumnitrid aufgrund seiner hohen thermischen Leitfähigkeit genutzt, um die Grenzen der 3-Omega Methode zu untersuchen.

2.3 Methoden zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit

Im Folgenden wird ein Überblick über drei der wichtigsten Methoden zur thermischen Charakterisierung gewährt. **Tabelle 1** gibt einen kurzen Überblick über die Unterschiede der Methoden.

Tabelle 1 Übersicht über die drei vorgestellten Methoden zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit.

	3-Omega Methode	SThM	TDTR
Leitfähigkeitsbereich Schichten [W/(m*K)]	0,1 – 115	Nur qualitativ	0,03 [77] – 2000 [78–80]
Schichtdicken	5 nm – Bulk	Wenige Atomlagen [81] – Bulk	20 nm [77, 82] – 20 µm [83] und Bulk [84–87]
Probenpräparation nötig	✓	x	✓
Gezieltes Messen lokaler Stellen	x	✓	x
Vermessen von elektrisch gut leitenden Proben	Nur mit Isolatorschicht	✓	✓

2.3.1 3-Omega Methode

2.3.1.1 Historischer Hintergrund

Die 3-Omega Methode wie sie heute als Standard gesehen wird, wurde von Cahill et al. 1989 [88] das erste Mal zur Messung der cross-plane (durch die Schichtebene) thermischen Leitfähigkeit angewandt und 1990 von ihnen verbessert [1]. Sie basiert auf der in 1910 gefundenen Theorie von O. Corbino zur Messung der Wärmediffusivität eines Filaments in Glühbirnen [89, 90] und den frequenzabhängigen Messungen der spezifischen Wärmekapazität von Flüssigkeiten mittels eines dünnen Heizers in 1987 von Birge und Nagel [91]. 1997 passte Lee et al. die Methode an, damit auch Dünnschichtmaterialien vermessen werden konnten [29]. 1999 wurden das erste Mal anisotrope Materialien auf cross- und in-

plane Leitfähigkeit vermessen [92]. Seitdem wurde die 3-Omega Methode teilautomatisiert [93] und für verschiedenste Anwendungen angepasst, wie zum Beispiel das Vermessen von Carbon Nanotubes [94], Gasen [95], Polymeren [96], Diamond like carbon (DLC) Schichten [97], Nanofluids [98] und freistehenden Membranen [99]. Weitere Anpassungen und Weiterentwicklungen werden im Abschnitt 2.3.1.4 näher beleuchtet.

2.3.1.2 Funktionsprinzip

Um Messungen mit der 3-Omega Methode durchführen zu können, muss ein Heizer auf der zu untersuchenden Probe abgeschieden werden. Genauere Informationen zur Heizergeometrie, -Materialien und -Abscheidemethoden können in den Kapiteln 3.4 und 4.2.2 sowie in Kapitel 5 gefunden werden. An diesen Heizer wird ein Wechselstrom mit der Frequenz 1ω angelegt. Infolgedessen erwärmt sich der Heizer, wie durch das Joule-Lenz-Gesetz [100] beschrieben. Die Temperatur und somit auch der Widerstand des Heizers oszillieren mit der Frequenz 2ω . Die über den Heizer abfallende Spannung enthält sowohl einen Frequenzanteil mit der Frequenz 1ω als auch einen Anteil mit der Frequenz 3ω . Aus dem 3ω -Anteil lässt sich die Temperaturamplitude des Heizers berechnen und aus dieser wiederum die thermische Leitfähigkeit der Probe. Aufgrund dieses 3ω -Anteils hat das Verfahren auch seinen Namen 3-Omega Methode erhalten [1, 101]. Eine ausführliche Erklärung rund um die Theorie der 3-Omega Methode findet sich in Kapitel 3.

In der Praxis ist es äußerst schwer, den 3ω -Anteil der Spannung zu detektieren, da dieser meist mehrere Größenordnungen kleiner ist als das Gesamtsignal. Aus diesem Grund wird in den meisten Fällen eine Wheatstonebrücke zur besseren Messbarkeit der kleinen Widerstandsänderungen des Heizers, sowie ein Lock-In Verstärker zum Herausfiltern des 3ω -Anteils verwendet [94, 102].

Die Methode kann immer nur die Gesamttemperaturamplitude der Probe bestimmen. Soll also zum Beispiel eine Dünnschicht auf einem Substrat vermessen werden, muss immer auch eine Referenzmessung an einer Substratprobe erfolgen, damit der reine Schichtanteil der Temperaturamplitude ermittelt werden kann und somit auch die thermische Leitfähigkeit der Schicht.

2.3.1.3 Sensitivität in cross- und in-plane Richtung

Die 3-Omega Methode wird hauptsächlich zur Bestimmung der thermischen cross-plane Leitfähigkeit verwendet, auch wenn einige Ansätze zur in-plane Messung (in der Schichtebene) existieren (siehe Kapitel 2.3.1.4.4). Aus diesem Grund liegt der Fokus dieser Arbeit auf der Verbesserung der cross-plane Messung. Eine Messung wird dabei niemals ausschließlich cross- oder in-plane Ergebnisse liefern, sondern immer einen Mischwert. Die cross- und in-plane Anteile werden dabei maßgeblich durch die Breite des Heizers und bei Dünnschichtmessungen durch das Substrat beeinflusst [101]. Die genauen Beziehungen dazu finden sich in den Abschnitten „Substrat ist isotherm“ und „Wärmefluss durch Schicht ist 1-dimensional“ im Kapitel 3.4. Um den Wärmefluss durch die Probe genauer zu verstehen, wird dieser schematisch für zwei verschiedene Heizerbreiten in **Abbildung 3** dargestellt.

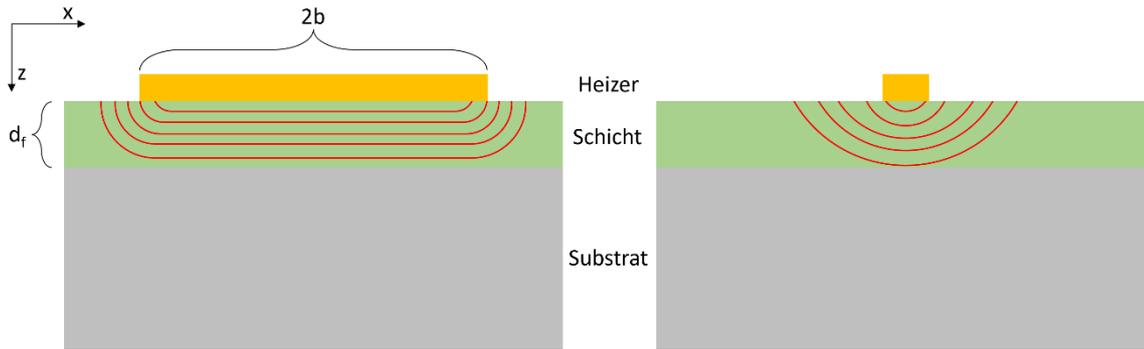


Abbildung 3 Schematische Darstellung des Wärmeflusses durch eine dünne Schicht auf Substrat für zwei verschiedene Heizerebreiten. Zu sehen ist jeweils ein Heizer mit der Breite $2b$ auf einer Dünnschicht der Dicke d_f die wiederum auf einem Substrat aufgebracht ist. Der Einfluss der Randeffekte nimmt mit sinkender Heizerebreite zu.

Es zeigt sich, dass die Wärmeausbreitung nicht perfekt senkrecht durch die Schicht verläuft, sondern an den Rändern des Heizers eine kugelförmige Ausbreitung stattfindet. Der Einfluss dieser Randeffekte wird durch die Breite des Heizers beeinflusst [101].

Quantitativ dargestellt wird der Zusammenhang zwischen cross- und in-plane Anteil und der Heizerebreite in **Abbildung 4**. Zu sehen ist die dimensionslose Sensitivität $-\frac{\partial \ln(R_f)}{\partial \ln(k_{z,x})}$ der 3-Omega Methode für cross- und in-plane Anteil aufgetragen gegen die dimensionslose Heizerebreite $\left(\frac{b}{d_f}\right) \cdot \left(\frac{k_z}{k_x}\right)^{0,5}$, wobei R_f dem thermischen Schichtwiderstand, $k_{z,x}$ den thermischen Leitfähigkeiten in z - und x -Richtung, b der Heizerehalbbreite und d_f der Schichtdicke entsprechen [101]. Die Indizes z und x stehen dabei für die cross- und in-plane Leitfähigkeit. Der thermische Schichtwiderstand wird berechnet mit [101]

$$R_f = \frac{2}{\pi} \cdot \left(\frac{b}{d_f}\right) \cdot \left(\frac{k_z}{k_x}\right)^{0,5} \cdot \left(\frac{d_f}{2k_z \cdot b \cdot l}\right) \cdot \int_0^{\infty} u^{-3} \cdot \sin^2(u) \cdot \tanh \left[u \cdot \left(\frac{d_f}{b}\right) \cdot \left(\frac{k_x}{k_z}\right)^{0,5} \right] du, \quad (25)$$

wobei l der Heizerelänge entspricht [101]. Berechnet wurde die Sensitivität beispielhaft für eine Schicht mit Dicke 500 nm und einer cross-plane Leitfähigkeit von 1 W/(m*K). Die eingezeichneten Stellen entsprechen Heizerebreiten von 50 nm, 10 μ m und 25 μ m von links nach rechts. Die Kennzeichnung in Schwarz ist für den Fall, dass die in-plane Leitfähigkeit gleich der cross-plane Leitfähigkeit ist. Der in Hellblau eingezeichnete Fall steht für eine zehnmal höhere in-plane Leitfähigkeit. Die mit Hilfe der gestrichelten Linien eingerahmten Flächen stellen den Bereich dar, in dem in dieser Arbeit gemessen wird. Selbst für den schlechtesten Fall des untersuchten Bereichs ist die cross-plane Sensitivität bei über 95%. Auch ersichtlich wird, dass selbst bei sehr dünnen Heizern der cross-plane Anteil immer überwiegt. Das macht eine in-plane Messung mit herkömmlichen Methoden nahezu unmöglich.

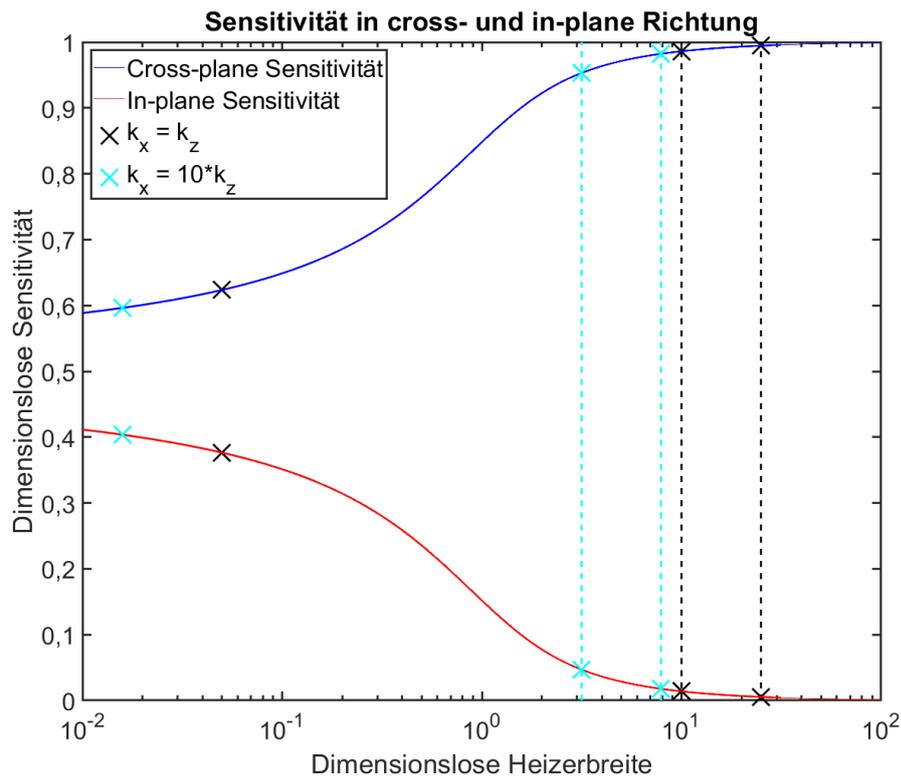


Abbildung 4 Dimensionslose Sensitivität $-\frac{\partial \ln(R_f)}{\partial \ln(k_{z,x})}$ der 3-Omega Methode in cross (blau)- und in-plane (rot) Richtung aufgezeichnet gegen die dimensionslose Heizerbreite $\left(\frac{b}{d_f}\right) \cdot \left(\frac{k_z}{k_x}\right)^{0,5}$ für eine beispielhafte Probe mit 500 nm Schichtdicke und einer thermischen cross-plane Leitfähigkeit von 1 W/(m*K). Die gekennzeichneten Stellen zeigen die Sensitivität für Heizer der Breite 50 nm, 10 μ m und 25 μ m (von links nach rechts gesehen) für den Fall, dass die in-plane Leitfähigkeit gleich der cross-plane Leitfähigkeit (schwarz) oder zehnmal höher (hellblau) als die cross-plane Leitfähigkeit ist. Der Bereich, in dem in dieser Arbeit für cross-plane Messungen genutzt wird, ist mit Hilfe der gestrichelten Linien gekennzeichnet. Die Sensitivität in cross-plane Richtung ist in diesem Fall immer mindestens 95%.

2.3.1.4 Varianten der 3-Omega Methode

2.3.1.4.1 Mehrere Heizer mit verschiedener Ausrichtung für 3D Wärmeausbreitung

Mit der herkömmlichen Methode ist es nur möglich Materialien mit isotroper thermischer Leitfähigkeit zu vermessen, oder anisotrope Materialien, bei denen die unterschiedlichen Ausbreitungsrichtungen entsprechend des in **Abbildung 1** gezeigten Koordinatensystems verlaufen. Die von Mishra et al. [103] gezeigte Variante ermöglicht die Vermessung eines willkürlich gelagerten Tensors der thermischen Leitfähigkeit innerhalb eines Substrats. Dazu werden mehrere Heizer in verschiedener Orientierung an unterschiedlichen Seiten des Substrats angebracht. Es wird davon ausgegangen, dass die Heizer als unendlich lang betrachtet werden können. Dadurch vereinfacht sich der Ansatz zu einem 2-dimensionalen Modell. Um den gesamten 3-dimensionalen Tensor der thermischen Leitfähigkeit berechnen zu können, werden zwei Sätze von jeweils drei Heizern benötigt (siehe **Abbildung 5**). Im Folgenden werden kurz die wichtigsten Formeln der Theorie aufgezählt und anschließend die Vorgehensweise erläutert, mit der der Leitfähigkeitstensor bestimmt werden kann.

Der Tensor der thermischen Leitfähigkeit wird definiert als [103]

$$\mathbf{k} = \begin{bmatrix} k_{zz} & k_{zx} & k_{zy} \\ k_{xz} & k_{xx} & k_{xy} \\ k_{yz} & k_{yx} & k_{yy} \end{bmatrix}. \quad (26)$$

Die Raumrichtungen, welche die Indizes anzeigen, können in **Abbildung 5** eingesehen werden. Die gemittelte Oberflächentemperatur über die Heizerbreite wird mit

$$\langle T_{surf} \rangle = \frac{P'}{\pi \cdot \sqrt{k_{zz} \cdot k_{xx} - k_{zx}^2}} \cdot \left\{ -\frac{1}{2} \cdot \ln \left(\frac{b^2 \cdot 2\omega \cdot C \cdot k_{zz}}{k_{zz} \cdot k_{xx} - k_{zx}^2} \right) + \frac{3}{2} - \gamma_E - i \cdot \frac{\pi}{4} \right\} \quad (27)$$

berechnet, wobei P' die Heizleistung pro Heizerlänge ist, C die volumetrische Wärmekapazität angibt und γ_E die Eulersche Konstante ist [103]. Die Steigung von Gleichung (27) ist dabei invers proportional zu [103]

$$k_{det} = \sqrt{k_{zz} \cdot k_{xx} - k_{zx}^2} = \sqrt{\det(\mathbf{k})}. \quad (28)$$

Damit nun der 3-dimensionale thermische Leitfähigkeitstensor \mathbf{k} berechnet werden kann, muss die volumetrische Wärmekapazität C des Materials bekannt sein. Außerdem werden mehrere Heizer in einer Anordnung ähnlich der, in **Abbildung 5** gezeigten, benötigt. Betrachtet man Heizer 1 und 2, so können mit Gleichung (27) aus der Steigung der Messkurve bei niedrigen Frequenzen mit Hilfe von Gleichung (28) und C die beiden thermischen Leitfähigkeiten k_{zz} und k_{xx} berechnet werden. Aus der Determinante ergibt sich dann $|k_{zx}|$. Mit Heizer 3 lässt sich dann $k_{z'z'}$ berechnen und durch [103]

$$k_{z'z'} = k_{zz} \cdot \cos^2(\theta) + k_{zx} \cdot \sin(2\theta) + k_{xx} \cdot \sin^2(\theta) \quad (29)$$

ergibt sich dann das Vorzeichen von $|k_{zx}|$. Der Winkel der Schrägen ist nicht vorgegeben, wobei die Sensitivität in zx -Richtung bei $\theta = 45^\circ$ am größten ist [103]. Mit den Heizern 4, 5 und 6 lässt sich dann auf gleiche Weise der komplette 3-dimensionale Tensor berechnen.

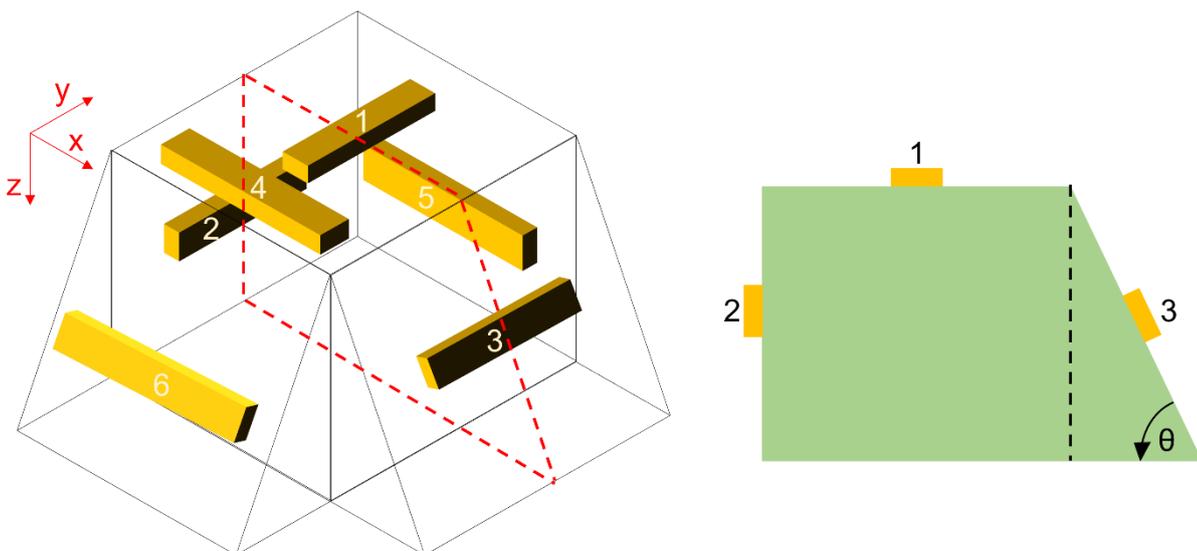


Abbildung 5 Links: Heizeranordnung zur Berechnung eines willkürlich gelagerten 3-dimensionalen Tensors der thermischen Leitfähigkeit von Bulkmaterialien. Rechts: Querschnitt entlang der roten, gestrichelten Linie im Bild links.

2.3.1.4.2 Heizer als separater Chip

Hu et al. [104] haben den Heizer nicht wie üblich auf der Probe, sondern auf einem separaten Chip aufgebracht. Dieser wird dann mit definiertem Druck gegen die Probe gepresst. Somit können auch Proben vermessen werden, auf denen unter normalen Umständen kein Heizer aufgebracht werden kann. Der Heizer wird dabei auf einem Glassubstrat aufgebracht, da dieses eine kleine thermische Leitfähigkeit hat und somit der Hauptwärmefluss durch die Probe führt. Über dem Heizer liegt eine ca. 20 nm dicke Siliziumnitridschicht, die als elektrischer Isolator dient [104]. Das Heizerdevice kann in **Abbildung 6** betrachtet werden.

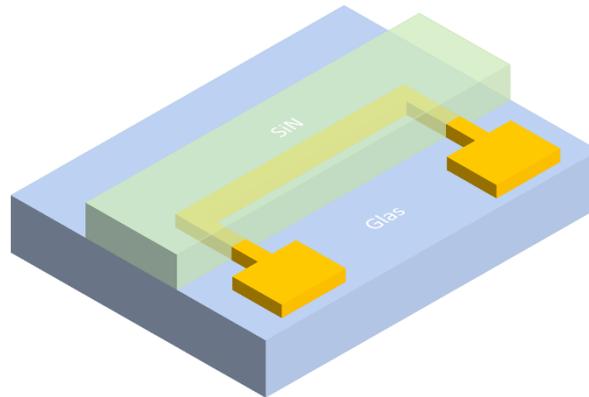


Abbildung 6 Schematische Darstellung des Heizerdevices. Der Heizer befindet sich auf einem Glassubstrat mit geringer thermischer Leitfähigkeit. Er ist zusätzlich durch eine Siliziumnitrid-Schicht abgedeckt, die als elektrischer Isolator dient. Der Heizerchip wird von oben mit definiertem Druck auf die Probe gepresst. Bild in Anlehnung an Hu et al. [104].

Bei der Auswertung einer Messung wird die Gesamttemperaturamplitude des Heizers ΔT_{ges} wie in Kapitel 3.1 erklärt berechnet. Das Ergebnis wird dann mit [104]

$$\Delta T_{ges} = P'' \cdot Z_t(\omega) \quad (30)$$

gefittet, wobei P'' die eingebrachte Leistungsdichte ist und $Z_t(\omega)$ die gesamte thermische Impedanz [104]

$$\frac{1}{Z_t(\omega)} = \frac{1}{R_{th} + \frac{1}{(R_f + Z_{subst}(\omega))^{-1} + i \cdot \omega \cdot C_{t,f}}} + \frac{1}{Z_{glas}(\omega)} \quad (31)$$

Mit:

$$R_f = \sqrt{\frac{2}{\omega \cdot p \cdot c \cdot k}} \quad (32)$$

$$C_t = \sqrt{\frac{p \cdot c \cdot k}{2\omega}} \quad (33)$$

$$Z^{-1}(\omega) = \sqrt{i \cdot \omega \cdot p \cdot c \cdot k} \quad (34)$$

R_{th} beschreibt hier den thermischen Widerstand zwischen Probe und Heizerchip, $C_{t,f}$ steht für die thermische Kapazität der Schicht, R_f ist der thermische Schichtwiderstand und $Z(\omega)$ ist die thermische Impedanz.

2.3.1.4.3 Heizer in Flüssigkeit

Mit dem Aufkommen von Nanofluids wurde auch nach neuen Methoden der thermischen Charakterisierung gesucht. Die 3-Omega Methode bietet diese Möglichkeit, wenn Aufbau und Theorie etwas angepasst werden. Hervorgetan haben sich dabei zwei Ansätze:

1. Aufbringen der Flüssigkeit auf einen Heizer auf Substrat [98]
2. Eintauchen eines freischwebenden Heizers in Flüssigkeit [102, 105]

Eine schematische Darstellung beider Konzepte ist in **Abbildung 7** zu betrachten.

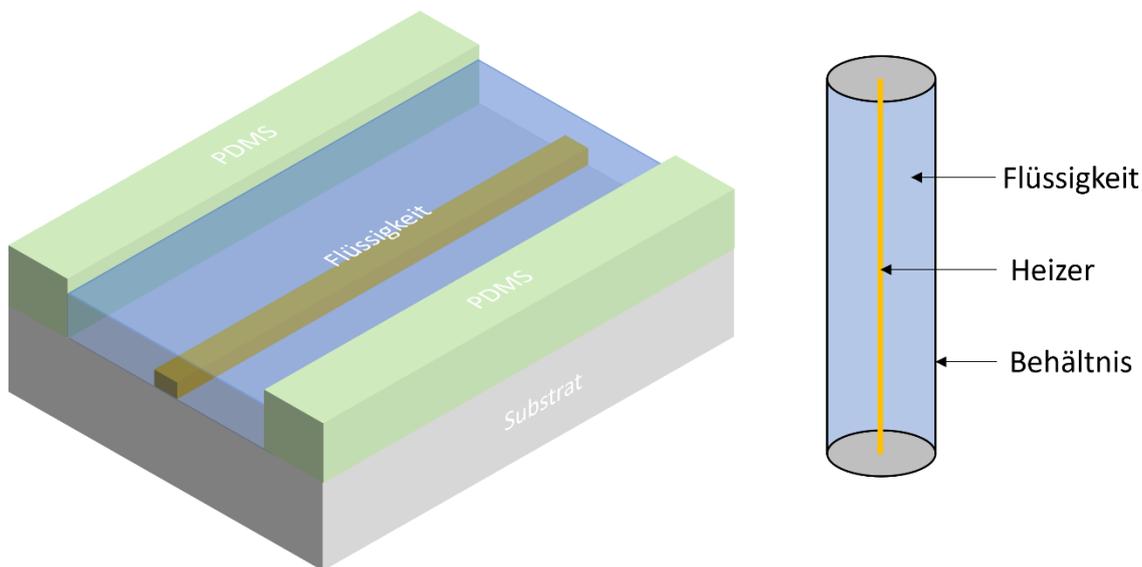


Abbildung 7 Links: Heizer auf Substrat mit Einfassung aus Polydimethylsiloxan (PDMS) oder anderem Material, das nicht mit der Flüssigkeit interagiert. Die Flüssigkeit wird einfach in die Einfassung gegeben. Rechts: Heizer freischwebend in Flüssigkeit ohne Substrat. Bild angelehnt an [98].

Bei Ansatz 1 wird die Temperaturamplitude des Heizers mit [98]

$$\Delta T = 2 \cdot \frac{U_{3\omega}}{I} \cdot \frac{\partial T}{\partial R} \quad (35)$$

einmal ohne Flüssigkeit nur für den Heizer auf Substrat im Vakuum und einmal mit Flüssigkeit an Luft gemessen, wobei $U_{3\omega}$ der 3-Omega Anteil der Spannung über den Heizer ist und I der Strom, der durch den Heizer fließt. Die Gesamttemperaturamplitude ergibt sich zu [98]

$$\frac{1}{\Delta T_{ges}} = \frac{1}{\Delta T_s} + \frac{1}{\Delta T_{flüssig}} \quad (36)$$

mit den Indizes s für das Substrat und $flüssig$ für die Flüssigkeit. Nachdem man $\Delta T_{flüssig}$ berechnet hat, kann mit [1]

$$\Delta T = \frac{P'}{\pi \cdot k} \cdot \int_0^{\infty} \frac{\sin^2(u \cdot b)}{(u \cdot b)^2 \cdot (u^2 + q_w^2)} du \quad (37)$$

Mit:

$$q_w = \sqrt{\frac{2\omega}{D}} \quad (38)$$

$$D = \frac{k}{c \cdot \rho} \quad (39)$$

die thermische Leitfähigkeit der Flüssigkeit gefittet werden, wobei D die Temperaturleitfähigkeit und q_w die thermische Wellenzahl ist. q_w^{-1} entspricht der thermischen Eindringtiefe.

Bei Ansatz 2 wird der Realteil des 3-Omega Anteils der Spannung über den Heizer durch [102]

$$U_{3\omega} = \frac{\alpha_R \cdot R_{s,0} \cdot R(T) \cdot I^3}{8 \cdot \pi \cdot k \cdot l} \cdot \left(\frac{1}{2} \cdot \ln\left(\frac{2D}{(2b_{dia})^2}\right) - \gamma_E - \frac{1}{2} \cdot \ln(\omega) \right) \quad (40)$$

berechnet. α_R steht hier für die temperaturabhängigen Koeffizienten des Widerstands (TCR), $R_{s,0}$ für den Widerstand des Heizers ohne angelegtes Signal, $R(T)$ für den temperaturabhängigen Widerstand des Heizers, l für die Heizerlänge und $2b_{dia}$ für den Heizerdurchmesser. Die thermische Leitfähigkeit der Flüssigkeit ergibt sich dann aus der Steigung von Gleichung (40) zu [102]

$$Slope = \frac{\alpha_R \cdot R_{s,0} \cdot R(T) \cdot I^3}{16 \cdot \pi \cdot k \cdot l} \quad (41)$$

Karthik et al. [105] verfolgen einen anderen theoretischen Ansatz zur Berechnung der thermischen Leitfähigkeit. Dieser soll hier allerdings nicht näher beleuchtet werden.

2.3.1.4.4 In-Plane Messung

Neben der klassischen cross-plane Messung ermöglicht die 3-Omega Methode auch Messungen der thermischen in-plane Leitfähigkeit. Dazu sind im Normalfall allerdings einige meist sehr aufwändige Präparationen oder Anpassungen durchzuführen. Eine erste Methode, mit der unter anderem auch die in-plane Leitfähigkeit gemessen werden kann, wird in Absatz 2.3.1.4.1 erklärt. Weitere Ansätze werden im Folgenden erläutert.

Der wohl einfachste Ansatz beruht auf der Theorie aus Kapitel 3.3. Hierzu werden lediglich zwei Heizer mit verschiedenen Heizerbreiten benötigt. Ein breiter Heizer dient zur Bestimmung der cross-plane Leitfähigkeit. Ein zweiter, deutlich dünnerer Heizer, wird dann zur Berechnung der in-plane Leitfähigkeit genutzt. Dazu wird das Messergebnis des breiten Heizers mit Gleichung (110) nach der cross-plane Leitfähigkeit gefittet und im Anschluss das Ergebnis des dünnen Heizers mit der gleichen Gleichung nach der in-plane Leitfähigkeit. Hierbei existieren allerdings zwei gravierende Probleme. Erstens ist der Einfluss der in-plane Leitfähigkeit in Gleichung (110) deutlich geringer als in cross-plane Richtung und zweitens, wie bereits weiter oben im Kapitel 2.3.1 erklärt, ist die Sensitivität der Messung in in-plane Richtung selbst bei sehr dünnen Heizern immer kleiner als die cross-plane Sensitivität.

Nennenswerte Sensitivität wird erst bei einer Heizerbreite von kleiner 1 Zehntel der Schichtdicke erwartet [101]. Daraus folgt, dass keine dünnen Schichten vermessen werden können, da es nicht oder nur sehr schwer möglich ist, so dünne Heizer herzustellen.

Ein zweiter Ansatz befasst sich mit der Eliminierung des cross-plane Pfads. Kann keine Wärme in cross-plane Richtung fließen, wird zwangsläufig die in-plane Leitfähigkeit gemessen. Dazu muss das Substrat unterhalb der Dünnschicht weggeätzt werden und die Schichtdicke so klein sein, dass der cross-plane Wärmefluss innerhalb der Schicht vernachlässigt werden kann. Dies ist für Schichten mit kleiner thermischer Leitfähigkeit bereits ab einer Schichtdicke von ca. 500 nm für kleine Messfrequenzen erreicht [106]. Bei einer so präparierten Probe spricht man von einem suspended Film. Ein typisches Proben-Setup kann in **Abbildung 8** links betrachtet werden.

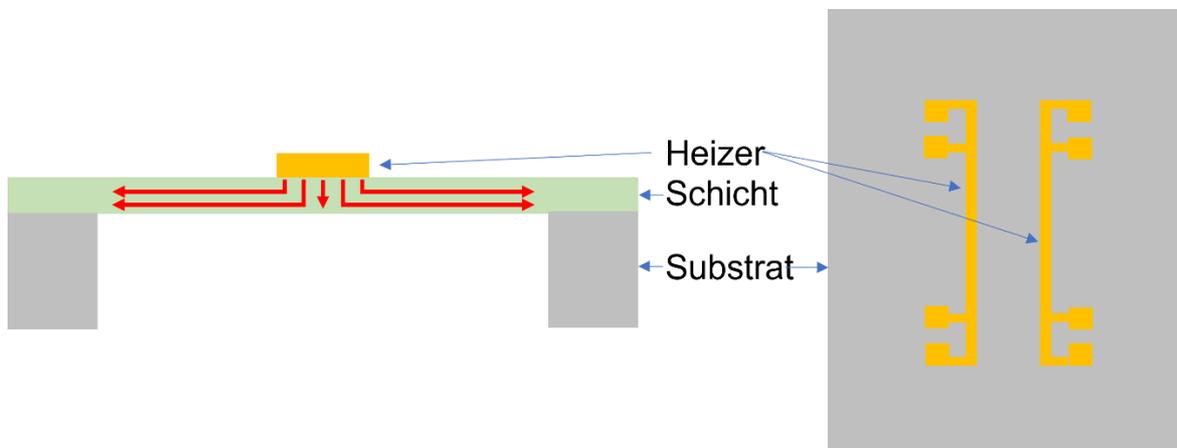


Abbildung 8 Links: Schematischer Aufbau einer suspended Film Probe. Unterhalb des Heizers wird das Trägersubstrat weggeätzt, damit die Schicht freisteht und die Wärme über die Seiten abfließen muss. In Rot ist der Wärmefluss eingezeichnet. Rechts: Schematischer Aufbau mit zwei Heizern, wobei einer nur als Heizer und der andere nur als Thermometer genutzt wird.

Für eine suspended Film Probe lässt sich Gleichung (110) zu [106]

$$\Delta T = \frac{P'}{\pi \cdot k_z} \cdot \int_0^\infty \frac{1}{B \cdot \tanh(B \cdot d_f)} \cdot \left(\frac{\sin(b \cdot \lambda)}{b \cdot \lambda} \right)^2 d\lambda \quad (42)$$

Mit:

$$B = \sqrt{\frac{k_x}{k_z} \cdot \lambda^2 + i \cdot \frac{2\omega \cdot C}{k_z}} \quad (43)$$

vereinfachen. Wird das Kriterium für vernachlässigbar kleine Schichtdicken [106]

$$\frac{d_f}{\sqrt{\frac{k_z}{2\omega \cdot C}}} < 0,4 \quad (44)$$

und das Kriterium für vernachlässigbar kleine Heizerbreiten

$$\frac{b}{\sqrt{\frac{k_x}{2\omega \cdot C}}} < 0,4 \quad (45)$$

eingehalten, vereinfacht sich Gleichung (42) weiter zu [106]

$$\Delta T = \frac{P'}{2d_f \cdot \sqrt{2\omega \cdot C \cdot k_x}} \cdot \exp\left(-\frac{i \cdot \pi}{4}\right). \quad (46)$$

Die Temperaturamplitude des Heizers kann, wie in Kapitel 3.1 beschrieben, berechnet werden und die thermische in-plane Leitfähigkeit wird dann mit Gleichung (42) oder (46) gefittet.

Ein dritter Ansatz bedient sich eines zweiten Heizers neben dem ersten. Die erste Heizerstruktur wird somit nur noch als reiner Heizer genutzt, die zweite dient als reines Thermometer und nimmt aufgrund ihrer Positionierung nur in-plane Anteile war [107]. Ein schematischer Aufbau kann in **Abbildung 8** rechts gesehen werden. Die Temperaturamplitude des Thermometers wird dabei durch [107]

$$\Delta T_{therm} = \xi \cdot \int_{x=-b_{heater}}^{b_{heater}} \int_{\tau=-b_{therm}}^{b_{therm}} K_0 \cdot [q_{w,im} \cdot (d_{heater} + \tau - x)] d\tau dx \quad (47)$$

Mit:

$$\xi = \frac{P}{\pi \cdot l \cdot k_{eff} \cdot 2b_{therm} \cdot 2b_{heater}} \quad (48)$$

$$q_{w,im} = \sqrt{i \cdot \frac{2\omega \cdot C}{k_x}} \quad (49)$$

$$k_{eff} = \sqrt{k_x \cdot k_z} \quad (50)$$

bestimmt, wobei k_{eff} für die effektive thermische Leitfähigkeit, K_0 für die modifizierte Bessel Funktion der zweiten Gattung 0-ter Ordnung, d_{heater} für den Abstand zwischen den beiden Heizern und die Indizes *therm* und *heater* jeweils für das Thermometer und den Heizer stehen.

Die gemessene Temperaturamplitude des Thermometers wird mit [107]

$$\Delta T_{meas} = \frac{\beta \cdot \sqrt{2} \cdot l_{cm}}{\alpha_R \cdot I_{DC}} \cdot \frac{R_{heater}}{R_{therm}} \cdot \frac{U_{2\omega}}{U_{1\omega}} \quad (51)$$

berechnet, wobei β ein Korrekturfaktor für die Heizerlänge ist, wenn mit einer 4 Pad Konfiguration gemessen wird, l_{cm} ist die Heizerlänge angegeben in Zentimeter und I_{DC} ist ein Gleichstrom, der auf das Thermometer gegeben wird, um eine gewisse Basistemperatur zu erreichen [107]. Wie man an Gleichung (51) erkennen kann, wird hier die 2-Omega Spannung über das Thermometer gemessen und nicht wie üblich die 3-Omega Spannung. Um die in-plane Leitfähigkeit k_x zu berechnen, wird zuerst eine übliche 3-Omega Messung nur mit dem

Heizer durchgeführt um die cross-plane Leitfähigkeit k_z zu bestimmen. Anschließend wird bei einer zweiten Messung die Temperaturamplitude des Thermometers mit Gleichung (51) berechnet und dann mit Gleichung (47) die effektive thermische Leitfähigkeit k_{eff} gefittet. Die in-plane Leitfähigkeit kann dann über Gleichung (50) berechnet werden [107]. Die Methode wurde so nur an Bulkmaterialien getestet, es gibt aber auch Möglichkeiten diese an Dünnschichten anzupassen [101].

2.3.2 Time Domain Thermoreflectance (TDTR)

2.3.2.1 Einleitung und historischer Hintergrund

Bei der Time Domain Thermoreflectance (TDTR) Methode werden thermische Eigenschaften eines Materials durch die temperaturabhängige Reflektivität einer Transducer-Schicht ermittelt, die meist eine ca. 100 nm dicke Al-Schicht ist. Dazu wird die Transducer-Schicht, die auf dem zu vermessenden Material aufgebracht ist, mit einem Pump-Laser erwärmt und die Reflektivitätsänderung der Transducer-Schicht beim Abkühlen mit einem zweiten Probe-Laser gemessen [108]. Die TDTR-Methode ermöglicht das Vermessen von dünnen Schichten bis zu 20 nm Schichtdicke [77, 82] und Bulkmaterial [84–87]. Der bisher erfolgreich vermessene Bereich der thermischen Leitfähigkeit liegt dabei bei 0,03 W/(m*K) [77] bis 2000 W/(m*K) [78–80, 108].

Die Thermoreflectance Techniken wurden in den 1970er und 1980er Jahren entwickelt [108]. Begonnen wurde dabei mit Continuous Wave (CW) Lichtquellen zum Heizen (Pump-Laser) und Messen (Probe-Laser) [109, 110]. In den 1980er Jahren ermöglichten Fortschritte bei gepulsten Piko- und Femtosekunden-Lasern neue Anwendungsmöglichkeiten im Bereich der Optik [111–113] sowie dem Messen von Wärmeausdehnungskoeffizienten [114] und thermischen Transporteigenschaften dünner Schichten [115, 116] und Interfaces [117–120]. Paddock und Eesley [115] waren dabei die Ersten, die im Jahr 1986 die Temperaturleitfähigkeit von Metallschichten gemessen haben. Maris et al. entwickelten 1987 eine picoseconds laser ultrasonic Methode [121], welche später weiterentwickelt wurde um auch anisotrope thermische Leitfähigkeiten [78, 80, 122, 123] zu messen [108].

2.3.2.2 Aufbau und Funktion

Der typische Aufbau der TDTR-Methode wird schematisch in **Abbildung 9** gezeigt. Als Lichtquelle wird meist ein Ti:Saphir Laser genutzt, welcher einen Laserpuls der Wellenlänge 800 nm mit einer Dauer von 150 fs und einer Frequenz von 80 MHz aussendet. Es gibt auch andere Lichtquellen [97,98], diese werden aber meist nur für Spezialanwendungen genutzt, da der Ti:Saphir Laser eine ausgezeichnete Strahlqualität aufweist [108].

Direkt hinter der Lichtquelle wird ein optischer Isolator verbaut, damit kein Licht zurück in den Laser gelangen kann. Das $\lambda/2$ -Plättchen vor dem Isolator wird zur Justage der Laserleistung genutzt, das zweite $\lambda/2$ -Plättchen dient dem Einstellen des Pump/Probe-Leistungsverhältnis. Der Laser wird durch einen polarisierenden Strahlteiler (PST) in einen Heizstrahl (Pump-Strahl) und einen Messstrahl (Probe-Strahl) aufgeteilt. Durch den PST stehen die Polarisierungsachsen der beiden Strahlen senkrecht zueinander [108]. Bevor der Heizstrahl mit einem weiteren PST durch das Objektiv auf die Probe gelenkt wird, wird er mit

einem elektro-optischen Modulator (EOM) moduliert. Die Modulierung hilft später mit einem Lock-In Verstärker zur besseren Signaldetektion und ist meist im Frequenzbereich von 0,2 MHz bis 20 MHz [108].

Der Probe-Strahl wird mit einer Verzögerungs-Einheit zeitlich versetzt und trifft somit verzögert auf der Probe auf, um das Abkühlverhalten des Transducers zu vermessen. Der Probe-Strahl kann durch einen optischen Chopper ebenfalls moduliert werden, um Störeinflüsse zu vermindern. Nachdem der Probe-Strahl auf der Probe aufgetroffen ist, wird der reflektierte Strahl in einen Detektor gelenkt, welcher sein Signal an einen Lock-In Verstärker zur Auswertung weiterleitet [108].

Nachdem nur der Probe-Strahl nützliche Informationen enthält, soll der Pump-Strahl möglichst eliminiert werden, da dieser ansonsten die Detektion des eigentlichen Messsignals erschwert. Dazu wird ein Großteil des Pump-Strahls bereits durch den PST nach dem Objektiv ausgekoppelt. Da allerdings bereits ein Pump-Strahl mit einer Intensität von 0,01% des Probe-Strahls ausreicht, um das Ergebnis zu stören, wird zusätzlich eine Blende vor dem Detektor montiert, die den leicht versetzt laufenden Pump-Strahl blockiert [108].

In den meisten Fällen wird die Phase des Probe-Strahls $\varphi = \arctan\left(\frac{U_{aus}}{U_{in}}\right)$ gemessen. Manchmal wird auch direkt mit dem Verhältnis $R_{TDTR} = -\frac{U_{in}}{U_{aus}}$ gearbeitet. Dies hat allerdings den Nachteil, dass die Signale normiert werden müssen, wobei ein Teil der Sensitivität verloren geht. Wird mit der Phase gearbeitet, müssen Phasenverschiebungen durch das Messequipment mit ausgeglichen werden [108]. Die Messwerte werden im Anschluss mit den Gleichungen

$$U_{in} = \text{Re}\{\Delta R_{TDTR}(t)\} \quad (52)$$

und

$$U_{aus} = \text{Im}\{\Delta R_{TDTR}(t)\} \quad (53)$$

Mit:

$$\Delta R_{TDTR}(t) = e^{i\omega_0 t} \cdot \sum_{n=-\infty}^{\infty} \Delta T(\omega_0 + n \cdot \omega_l) \cdot \exp(i \cdot \omega_l \cdot t_d \cdot n). \quad (54)$$

$$\Delta T(\omega) = P_P \cdot \int_0^{\infty} \frac{\Theta_{z=0}}{Q_{z=0}} \cdot \exp\left(-\pi^2 \cdot k_H^2 \cdot \frac{(w_1^2 + w_2^2)}{2}\right) \cdot 2\pi \cdot k_H dk_H \quad (55)$$

$$\Theta = e^{\lambda \cdot z} \cdot B^+ + e^{-\lambda \cdot z} \cdot B^- \quad (56)$$

$$Q = k_z \cdot \lambda \cdot (-e^{\lambda \cdot z} \cdot B^+ + e^{-\lambda \cdot z} \cdot B^-) \quad (57)$$

$$\lambda^2 = 4\pi^2 \cdot k_H^2 \cdot \frac{k_r}{k_z} + i \cdot \frac{\omega \cdot C}{k_z} \quad (58)$$

gefittet, um die thermische Leitfähigkeit der Probe oder auch andere Parameter zu erhalten [108]. Hier ist ω_0 die Modulationsfrequenz des Signals, ω_l ergibt sich aus der Wiederholfrequenz des Lasers $f_{rep} = \omega_l/2\pi$, t_d ist die Verzögerungszeit, P_p ist die durchschnittliche Leistung des Pump-Lasers, w_1 und w_2 sind die $\frac{1}{e^2}$ Radien des Pump- und Probe-Lasers, B^+ und B^- sind Konstanten, die durch die Randbedingungen definiert werden, k_r steht für die radialsymmetrische in-plane Leitfähigkeit und C ist die volumetrische Wärmekapazität [108]. Die hier gezeigte Theorie wird ausführlicher in [108, 124, 125] erklärt.

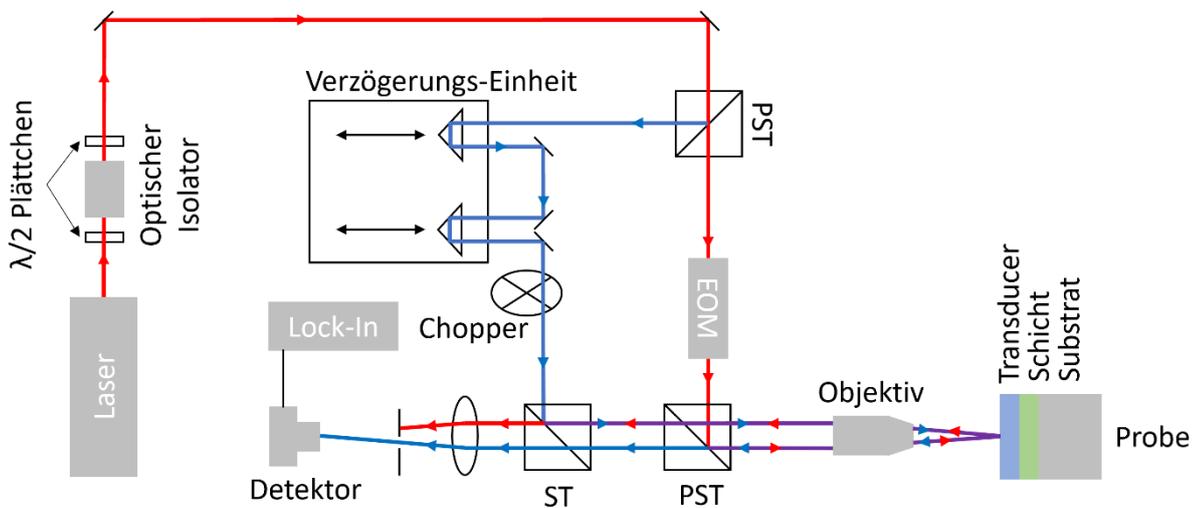


Abbildung 9 Schematischer Aufbau der TDTR-Methode. Gezeigt sind der Laser, sowie mehrere polarisierende Strahlteiler (PST) und ein normaler Strahlteiler (ST). Außerdem ist die Verzögerungs-Einheit abgebildet, die den Probe-Strahl mit definierter zeitlicher Verzögerung an der Probe ankommen lässt. Der Strahlengang des Probe-Strahls ist in Blau eingezeichnet, der Strahlengang des Pump-Strahls in Rot. Bereiche, die von beiden Strahlen durchlaufen werden, sind in Violett gekennzeichnet. Ein typischer Probenaufbau aus Substrat, Schicht und Transducer ist ebenfalls abgebildet. Die Abbildung ist angelehnt an [108, 126, 127].

2.3.3 Scanning Thermal Microscopy (SThM)

2.3.3.1 Historischer Hintergrund

Die Scanning Thermal Microscopy (SThM) basiert auf der Idee der Scanning Tunneling Microscopy (STM). Diese wurde 1982 von Binnig et al. [128, 129] erstmals zur Charakterisierung von Oberflächen im Vakuum eingesetzt. 1986 führte Williams et al. [130] den Scanning Thermal Profiler (SThP) ein, welcher ähnlich der STM aufgebaut ist, allerdings als erstes Gerät dieser Art die Temperatur als steuerbare Größe besaß. Bis zu dieser Zeit waren alle Verfahren im non-contact, das heißt, die Spitze oder der Taster war zu keiner Zeit in Berührung mit der Probe [131].

Ein großer Entwicklungsschritt kam erst im Jahr 1992, einige Jahre nach der Erfindung des Rasterkraftmikroskops (AFM), als Nonnenmacher et al. [132] eine AFM basierte Methode vorstellten, mit der sie die Oberflächentemperatur und Oberflächeneigenschaften an Luft

messen konnten. Ein Jahr später verbesserte Majumdar et al. [133] die Methode, sodass Oberfläche und Temperatur gleichzeitig gemessen werden konnten. Dies war der erste Prototyp der heutigen Scanning Thermal Microscopy [131].

SThM-Methoden werden seitdem stetig weiterentwickelt und verschiedenste 1D- und 2D-Materialien auf thermische Leitfähigkeit untersucht. Im Folgenden wird ein kurzer Einblick gewährt: Pumarol et al. [81] untersuchten monolagiges Graphen und fanden heraus, dass Schichten ohne Substrat höhere Leitfähigkeiten besitzen als Schichten auf Substrat. Hwang et al. [134, 135] untersuchten die thermische in-plane Leitfähigkeit von freischwebendem Graphen in Bezug auf Interfaces. Menges et al. [136] betrachteten den Zusammenhang zwischen der Anzahl an Graphenschichten auf SiO₂ und der thermischen Leitfähigkeit. Xu et al. [137] untersuchten die thermomechanischen Interfaceeffekte von 2D-Kristallen [131].

2.3.3.2 Aufbau und Funktion

Die heutige Scanning thermal Microscopy ist eine Messmethode des AFM im Kontaktmodus (schematischer Aufbau siehe **Abbildung 10**). Dementsprechend ist der Hauptaufbau identisch und wird hier nur kurz erläutert. Beim AFM wird eine Spitze mit Spitzenradius von teilweise wenigen Nanometern in Kontakt über eine Probe geführt. Auf die Rückseite der Spitze wird ein fokussierter Laser gestrahlt, dessen Reflektion mit einem Photo Array aufgenommen wird. Eine Auslenkung der Spitze durch die Probenoberfläche führt zu einer Verschiebung des reflektierten Laserpunkts auf dem Photo Array. Durch eine Feedbackschleife wird entweder die Spitzenhöhe angepasst, um die Laserauslenkung auszugleichen oder direkt das Signal des Photo Arrays verwendet, um die Topographie darzustellen [138]. Für die SThM ist eine gleichbleibende Kontaktkraft nötig, um die Kontaktfläche möglichst konstant zu halten. Daher wird die Auslenkung in z-Richtung (Höhe) angepasst. Neben dem normalen AFM-Aufbau erlaubt eine spezielle, heizbare Spitze das Erwärmen der Probe. Eine Wheatstone-Brücke ermöglicht zusätzlich das Wahrnehmen kleinster Widerstandsänderungen [131].

Um eine Messung durchführen zu können, wird ein Gleichstromsignal an die Spitze angelegt, wodurch diese sich erwärmt. Als nächstes muss die Wheatstone-Brücke durch einen variablen Widerstand ausgeglichen werden. Bewegt sich die Spitze anschließend über die Probe, werden Bereiche unterschiedlicher thermischer Leitfähigkeiten angefahren. Dadurch wird der Wärmefluss gegenüber dem Startpunkt entweder stärker oder schwächer und somit ändert sich die Temperatur der Spitze und damit auch ihr Widerstand. Diese Widerstandsänderung kann über die Wheatstone-Brücke gemessen werden und somit können qualitative Aussagen über die thermische Leitfähigkeit der Probe getroffen werden [138].

Es gibt zwei Operationsmodi für die klassische SThM. Einmal kann die Widerstandsänderung der Spitze direkt aufgezeichnet werden, dabei bleibt das angelegte Signal gleich. Dieser Modus heißt passiver Modus [131]. Im Gegensatz dazu wird beim aktiven Modus das angelegte Signal durch eine Feedbackschleife so angepasst, dass die Wheatstone-Brücke stets ausgeglichen bleibt. Bei diesem Modus wird das Heizsignal überwacht [131].

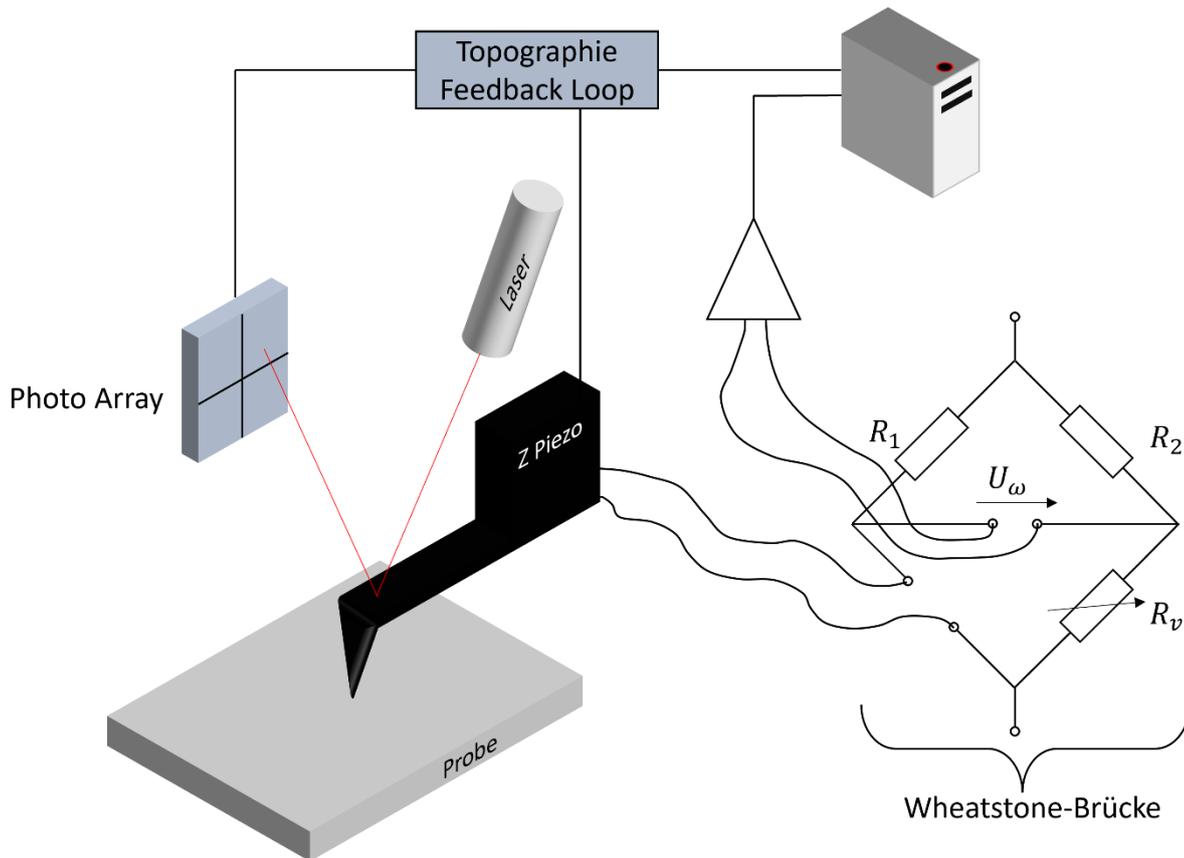


Abbildung 10 Schematischer Aufbau SThM. Auf der linken Seite sind die wichtigsten Bauteile eines AFMs zu sehen. Diese sind die Spitze samt Laser und Photo Array, sowie der Feedbackloop, der den z-Piezo ansteuert. Rechts zu sehen ist die Wheatstone-Brücke, welche ihr Signal über einen Verstärker weitergibt. Zu sehen ist ein passiver Aufbau, bei dem das Heizsignal nicht nachgesteuert wird.

2.3.3.3 Wärmeleitmechanismen zwischen Probe und Spitze

Von besonderem Interesse ist bei der SThM der Wärmefluss von der Spitze zur Probe. Aus diesem Grund werden im Folgenden die verschiedenen Wärmeleitmechanismen erläutert, die den größten Einfluss haben.

Der thermische Übergangswiderstand zwischen Probe und Spitze $R_{th,sp}$ kann nach Majumdar [139, 140] als

$$R_{th,sp} = \frac{1}{G_{th,sp}} = \frac{1}{G_{rad} + G_{gas} + G_w + G_{mc}} \quad (59)$$

beschrieben werden, wobei $G_{th,sp}$ der effektive Wärmeleitwert ist, welcher die Interaktionen zwischen Spitze und Probe beschreibt und G_{rad} , G_{gas} , G_w , G_{mc} sind die Anteile, welche den Wärmetransport durch Strahlung, umgebende Gase, den Wasserminiskus um die Spitze und den mechanischen Kontakt beschreiben.

2.3.3.3.1 Wärmeleitung durch mechanischen Kontakt

Der Anteil der Wärmeleitung durch mechanischen Kontakt G_{mc} kann auf zwei Arten berechnet werden. Geht man von einem kontinuierlichen Kontakt zwischen Probe und Spitze aus, lässt sich der Interfacewiderstand mit [138]

$$R_{th,mc} = \frac{R_{th,b}}{\pi \cdot b_{c,p}^2} \quad (60)$$

berechnen, wobei $R_{th,b} = 5 \cdot 10^{-7} \frac{K}{W}$ bis $5 \cdot 10^{-9} \frac{K}{W}$ experimentell für den Kontakt zwischen Festkörpern herausgefunden wurde [141–143] und $b_{c,p}$ der Radius des mechanischen Kontakts zwischen Spitze und Probe ist, der durch theoretische Modelle berechnet wird [144–147]. $b_{c,p}$ ist meist kleiner als einige Zehntel Nanometer [138].

In der Realität lässt sich der Wärmeleitwert des Kontakts G_{mc} nicht trivial bestimmen. Da der Kontakt zwischen Spitze und Probe nicht kontinuierlich ist, werden alle Teilkontakte separat betrachtet. Jeder Teilkontakt erhält dabei einen eigenen Kontaktradius $b_{c,i}$. Ist der Kontaktradius größer als die mittlere freie Weglänge der Wärmeträger l_p gilt klassischer diffuser Wärmetransport und die Teilleitwerte ergeben sich zu [138]

$$G_{mc,i} = K_h \cdot k \cdot b_{c,i} \quad (61)$$

K_h ist dabei ein geometrischer Faktor, der die Wärmeverbreitung in der Probe beschreibt. Ist $b_c < l_p$ müssen ballistische Ansätze mitberücksichtigt werden [138]. Diese werden in der Publikation von Prasher et al. [148] näher erläutert.

2.3.3.3.2 Wärmeleitung durch Wassermeniskus

Während Spitze und Probe in Kontakt sind, bildet sich durch Adsorption ein Wassermeniskus um die Spitze. Luo et al. [149] geben den Wärmeleitwert durch den Wassermeniskus mit [149]

$$G_w \approx 2\pi \cdot k_w \cdot R_a \cdot \left[\ln \left(1 + \frac{R_a}{d_a} \cdot (1 - \cos(\beta)) \right) + 1 - \cos(\beta) \right] \quad (62)$$

an. R_a ist dabei der Spitzenradius, d_a der Abstand zwischen Probe und Spitze, der durch das Wasser erzeugt wird und $\sin(\beta) = \frac{b_m}{2 \cdot R_a}$ mit b_m als Meniskusbreite [138]. Die Problematik des Wassermeniskus wird in Kapitel 8.2.3.4 genauer beleuchtet.

2.3.3.3.3 Wärmeleitung durch Gas

Wenn die SThM-Messung nicht im Vakuum stattfindet, kann Wärme auch durch umgebende Gase transportiert werden. Tatsächlich wird für Wollaston-Wire Spitzen knapp 65% der Wärme von der Spitze zur Probe über die Luft transportiert [138]. Dabei treten drei verschiedene Mechanismen auf. Ist die Spitze lang, ist ein großer Teil der heißen Spitze weit entfernt von der Probenoberfläche. Hier tritt Wärmeleitung durch Konvektion auf [150]. Bei etwas kürzeren Distanzen im einfachen Mikrometerbereich, ist vor allem Wärmeleitung durch Diffusion vorherrschend. Dieser Mechanismus kann durch FEM-Simulationen berechnet werden [138]. Erreicht der Abstand die Größenordnung der mittleren freien Weglänge der Trägergase (~ 70 nm für Luft) tritt ballistischer Wärmetransport auf. Dieser kann durch Direct Simulation Monte Carlo (DSMC) [151, 152] oder einem quasi-ballistischem Transfermodell [153] bestimmt werden. Ist die Fläche, in der ballistischer Transport vorherrscht, deutlich kleiner als die Fläche, in der diffuser Wärmetransport überwiegt, kann der ballistische Wärmetransport vernachlässigt werden [138].

2.3.3.3.4 *Wärmeübertrag durch Strahlung*

Bei Messungen, die nicht im Vakuum stattfinden, ist es äußerst schwer, Wärmeübertrag durch Strahlung von den vorherigen Wärmeleitmechanismen zu trennen. Häufig wird sie daher einfach bei einem anderen Mechanismus mitberücksichtigt und kann somit als eigenständiger Mechanismus vernachlässigt werden [138].

2.3.3.4 **Spizentypen**

In den Anfängen der SThM existierten nur wenige verschiedene Spizentypen. Inzwischen gibt es eine deutlich größere Auswahl. Im Folgenden sollen kurz die drei wichtigsten Spizentypen erklärt werden. Ausführlichere Erklärungen und Bilder zu den einzelnen Spizentypen können in Gomès et al. [138] und Zhang et al. [154] gefunden werden.

2.3.3.4.1 *Wollaston-Wire Spitzen*

Wollaston-Wire Spitzen waren die ersten SThM-Spizen [155, 156]. Sie bestehen aus einem V-förmig gebogenen Wollaston-Draht, welcher aus einem sehr dünnen Platin/Rhodium (90/10) Kern mit 5 µm Durchmesser und einem Silbermantel mit 75 µm Durchmesser besteht [157]. Die Spitze der V-Form wird angeätzt, sodass der dünne Platin/Rhodium Kern freigelegt wird. Die so erzeugte Spitze wird als AFM-Spitze verwendet. Dieser Spizentyp zeichnet sich durch seine lange Lebensdauer aus, allerdings hat er auch eine große aktive Fläche, wodurch sein Einsatzbereich stark eingeschränkt wird [138].

2.3.3.4.2 *Metallische Spitzen*

Metallische Spitzen bestehen aus einer flachen Siliziumdioxid Spitze, auf die ein dünner metallischer Film, meist bestehend aus Platin, als Widerstandselement aufgebracht wird [158–160]. Auf diese Weise kann das Heizelement sehr nah an der tatsächlichen Kontaktfläche der Spitze angebracht werden. Wird ein elektrisches Signal an das Widerstandselement angelegt, erwärmt es sich und die Spitze [138].

2.3.3.4.3 *Dotierte Silizium Spitzen*

Dieser Spizentyp besteht aus dotiertem Silizium. Der Cantilever ist U-förmig mit einer pyramidenförmigen Spitze an der Unterseite des Us. REM-Bilder einer dotierten Silizium Spitze können in **Abbildung 11** betrachtet werden. Die beiden Cantilever-Schenkel sind dabei hoch dotiert, das Verbindungsstück hingegen ist niedrig dotiert. Das Heizelement ist somit direkt über der eigentlichen Spitze. Mit diesem Spizentyp können Spitzenradien von unter 10 nm erreicht werden [138].

Für das verwendete Bruker Dimension Icon AFM und das VITA-Modul für SThM-Messungen gibt es lediglich die zwei zuletzt genannten Spizentypen. Da die metallischen Spitzen bei angelegtem Wechselstromsignal sehr stark zu schwingen beginnen (bis zur Zerstörung der Spitze) werden Spitzen des letzten Typs verwendet. Die genaue Spitzenbezeichnung ist Vita-DM-NanoTA-200 von Bruker.

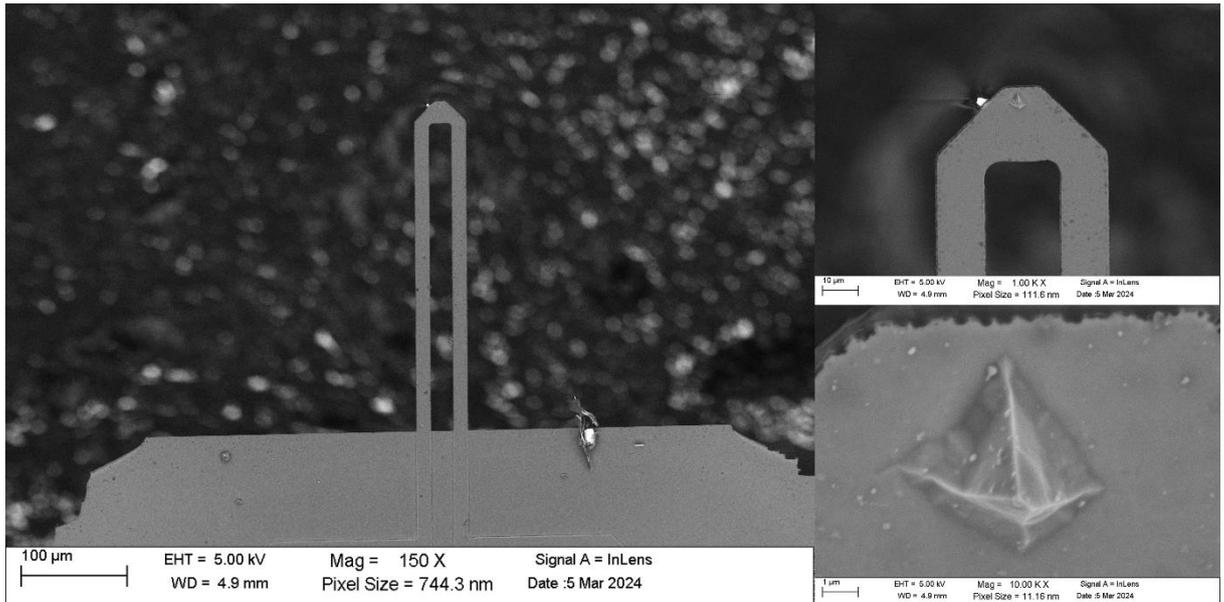


Abbildung 11 REM-Bild der Unterseite einer dotierten Silizium Spitze (Vita-DM-NanoTA-200) mit sukzessiv steigender Vergrößerung. Links: Gesamter U-förmiger Cantilever bei 150-facher Vergrößerung. Rechts oben: Steg zwischen den beiden Cantilever-Schenkeln mit der eigentlichen Spitze bei 1.000-facher Vergrößerung. Rechts unten: Pyramidenförmige Spitze bei 10.000-facher Vergrößerung.

2.4 Grundlagen Machine Learning

2.4.1 Einführung

Arthur Samuel prägte den Begriff des Machine Learnings (ML) 1959. Er definiert Machine Learning als ein Programm, das ein Verhalten an den Tag legt, welches nicht explizit programmiert wurde, sondern im Gegenteil ein Verhalten zeigt, das dem Programmierer komplett neu ist [161]. Dieses Verhalten ist durch drei Faktoren erlernt [162]:

1. Trainingsdaten, welche dem Programm zur Verfügung stehen
2. Eine Methode, welche den Fehler zwischen aktuellem und perfektem Verhalten zeigt
3. Ein Feedback-Mechanismus, der anhand der aufgezeigten Fehler besseres Verhalten vorschlägt

Machine Learning beschreibt das Prinzip des Lernens durch Übung. Sind Konzepte zu komplex, um sie akkurat zu beschreiben, oder ist uns das Konzept selbst unbekannt, bietet Machine Learning die Möglichkeit, dieses Konzept mit Hilfe von Beispieldaten (Trainingsdaten) zu vermitteln, selbst wenn wir dieses nicht kennen. Man unterscheidet grob zwei verschiedene Lernprozesse [163]:

1. Supervised Learning
2. Unsupervised Learning

Beim Supervised Learning enthalten die Beispieldaten neben den Eingaben auch das erwünschte Ergebnis. Im Supervised Learning gibt es zwei Hauptgruppen: Classification und Regression [164]. Beim Klassifizieren geht es um das Erkennen von Labels oder Klassen. Als

Beispiel können hierzu Heizerbreiten als Eingabe dienen und als Ergebnis wird eine Eingruppierung in „dünn“ oder „breit“ erwartet. Im Gegensatz dazu sind bei Regressionsproblemen Ein- und Ausgaben kontinuierlich.

Beim Unsupervised Learning gibt es hingegen keine vorgegebenen Ergebnisdaten. Ein klassisches Beispiel für Unsupervised Learning ist Clustering. Dabei werden die Eingabedaten in ähnliche Gruppen eingeteilt [165].

Eine klassische Anwendung für Machine Learning sind Spamfilter für einen E-Mail Provider. Das Beschreiben des Konzepts einer Spam-Mail ist äußerst komplex, da eine Vielzahl verschiedener Parameter beeinflusst, ob wir eine Mail als Spam, oder als informativ wahrnehmen. Früher wurden für Spamfilter einfache E-Mail-Adresslisten geführt. Kommt eine Mail von einer Adresse, welche auf der Ausschlussliste steht, wird diese als Spam klassifiziert. Dieses Vorgehen funktioniert gut bei klassischen Spam E-Mail-Adressen, die ausschließlich unerwünschte Werbung, betrügerische Inhalte, oder ähnliches versenden. Oft verschicken aber auch seriöse E-Mail-Adressen Nachrichten, die man als störend empfinden kann, wie zum Beispiel unerwünschte Newsletter, Angebote oder Zeitungsartikel. Setzt man diese E-Mail-Adressen auf die Ausschlussliste, landen oft eigentlich interessante Mails im Spam-Ordner. Moderne Spamfilter arbeiten deshalb mit sogenannten Clustering Algorithmen. Diese erlauben es, ein Modell zu trainieren, welches Spam-Mails intelligent erkennt. Weitere Anwendungsgebiete von Machine Learning sind unter anderem Computer Vision, Sprachverarbeitung und Bilderkennung [166].

2.4.2 Machine Learning Theorie

In dieser Arbeit werden ausschließlich Supervised Learning Methoden angewandt, daher wird im Folgenden hauptsächlich auf Supervised Learning eingegangen. Der Großteil der Erklärungen ist aber auch auf Unsupervised Learning anwendbar.

2.4.2.1 Vorbereiten des Datensatzes

Um Machine Learning erfolgreich anwenden zu können, muss bereits eine große Menge an Daten verfügbar sein. Bevor mit dem eigentlichen Trainingsprozess begonnen werden kann, müssen die vorhandenen Daten richtig formatiert und verarbeitet werden. Daten für den Trainingsprozess müssen in der gleichen Form vorliegen wie Daten, die später zur Auswertung mit dem entstandenen Modell erwartet werden. Ein voller Datensatz besteht dabei aus mehreren **Samples** oder **Feature-Vektoren**, also Einzelmessungen. Jedes Sample hat eine Reihe von **Features** (beschreibende Parameter) und im Falle des Supervised Learnings auch ein oder mehrere Ergebnisse, die sogenannten **Targets** [163].

Nehmen wir an, es soll ein Modell trainiert werden mit dem Zweck, einen Heizer für 1-dimensionalen Wärmefluss als „geeignet“ oder „ungeeignet“ zu klassifizieren. Die Features, die dafür benötigt werden, sind „Heizerbreite“, „Heizerlänge“ und „Film-Schichtdicke“. Das Ergebnis für jedes Sample ist „geeignet“ oder „ungeeignet“. **Tabelle 2** zeigt einen beispielhaften Datensatz für das beschriebene Modell. Der Datensatz enthält drei Samples oder Feature-Vektoren mit jeweils drei Features und einem Target.

Tabelle 2 Beispieldatensatz zur Bestimmung der 1-Dimensionalität des Wärmeflusses für verschiedene Heizergeometrien und Film-Schichtdicken.

	Features			Target
	Heizerbreite	Heizerlänge	Film-Schichtdicke	
Featurevektor 1	2 μm	11 mm	100 nm	Ungeeignet
Featurevektor 2	20 μm	13 mm	300 nm	Geeignet
Featurevektor 3	30 μm	17 mm	1000 nm	Geeignet

Bei der Auswahl der Features ist darauf zu achten, dass das vorhandene Problem genau beschrieben wird. Die Features müssen alle wichtigen Details und Zusammenhänge enthalten. Werden wichtige Features vergessen, kann das Modell kein richtiges Verhalten erlernen und es kommt zum Underfitting. Allerdings darf die Anzahl der Features auch nicht beliebig hoch gewählt werden. Gibt es viele Features, die den gleichen Parameter oder das gleiche Konzept abbilden, wird diesem im Training mehr Gewicht zugeordnet und somit das Ergebnis verfälscht [163].

Nachdem alle Features ausgewählt wurden, wird der fertige Datensatz in die drei Sub-Datensätze Training, Validation und Test aufgeteilt. Die beiden ersten sind zwingend notwendig, der Testdatensatz kann ergänzend gewählt werden. Jedes Sample soll dabei ausschließlich in einem der drei Datensätze enthalten sein [164]. Der Trainingsdatensatz ist dabei mit Abstand der größte. Er sollte, je nach Gesamtgröße des Datensatzes, zwischen 75% und 90% aller Daten umfassen [162].

Der Trainings- und Validationdatensatz werden dem ML-Modell zur Verfügung gestellt. Anhand des Trainingsdatensatzes wird das Modell trainiert. Dazu erhält das Modell sowohl Features als auch Targets der jeweiligen Samples. Der Trainingsstand des Modells wird mit Hilfe der Validationdaten getestet. Das Modell erhält dazu alle Features und trifft eigene Vorhersagen, welche dann mit den Targets verglichen werden. Nachdem das Training abgeschlossen ist, wird das fertige ML-Modell mit den Testdaten überprüft. Wie bei den Validationdaten erhält das Modell auch hier nur die Feature-Vektoren ohne Target und muss eigene Vorhersagen treffen, die mit den Targetwerten abgeglichen werden [162]. Der Unterschied zwischen Validation- und Testdaten besteht darin, dass Testdaten per Hand ausgewählt werden und so besonders „schwierige“ Fälle erzeugt werden können. Außerdem wird somit sichergestellt, dass das gesamte zukünftig erwartete Eingabespektrum abgedeckt wird und dadurch eine realistische Abschätzung zur Güte des trainierten ML-Modells möglich wird. Des Weiteren ist es möglich, dass sich das Modell mit der Zeit an die Validationdaten anpasst und somit seine tatsächlichen Fähigkeiten überschätzt [162].

2.4.2.2 Validation Strategien

Nachdem nun bekannt ist, welche Datensätze zum erfolgreichen Trainieren eines ML-Modells nötig sind, werden im Folgenden kurz drei Methoden erklärt, wie man Trainings- und Validationdaten am besten aufteilt:

- **Hold Out Validation:** Bei der Hold Out Validation werden die Daten zufällig nach einer vorher festgelegten Verteilung aufgeteilt (z.B. 85% Training / 15% Validation). Dabei soll die Verteilung innerhalb der beiden Gruppen gleichbleiben. Im Beispieldatensatz aus **Tabelle 2** würde das bedeuten, dass in beiden Datensätzen jeweils der gleiche Anteil an als „geeignet“ und „ungeeignet“ gelabelte Daten vorhanden sind. Um die Anpassung an die Validationdaten zu vermeiden, sollten die Samples innerhalb der beiden Datensätze nach jedem Trainingsschritt neu verteilt werden [164].
- **Cross-Fold Validation:** Bei der Cross-Fold Validation werden die Daten in eine vorher definierte Anzahl gleich großer Datensätze unterteilt. Alle Datensätze bis auf einen dienen als Trainingsdaten, der letzte Datensatz zur Validierung (Validationdaten). Nach dem Training wird ein anderer Datensatz zum Validationdatensatz erklärt und die restlichen Datensätze bilden wiederum die Trainingsdaten. Dieser Vorgang wird so lange wiederholt, bis jeder Datensatz genau einmal Validationdatensatz war. Am Ende wird das Modell gewählt, das bei der Validierung, oder dem Testen mit Testdaten am besten abgeschnitten hat [164].
- **Resubstitution Validation:** Bei der Resubstitution Validation werden alle Daten sowohl als Trainings- als auch als Validationdaten genutzt. Dies hat den Vorteil, dass somit mehr Daten zum Training verfügbar sind [167]. In der Realität überschätzt das Modell aber oft seine eigene Güte, da die Daten „auswendig“ gelernt werden und somit die Generalisierbarkeit, also die Übertragung auf neue Daten sehr schlecht ist [162, 164].

2.4.2.3 Das Modell / der Lernalgorithmus

Sind die Datensätze alle aufgestellt, folgt die Modellauswahl. Als Modell soll im Folgenden der Lernalgorithmus bezeichnet werden, welcher mit den vorbereiteten Daten arbeitet. Es gibt eine Vielzahl an verschiedenen Modellen, von denen die wichtigsten im Kapitel 2.4.3 erklärt werden. Meist kann nicht vorhergesagt werden, welches das perfekte Modell für eine Anwendung ist. Im Normalfall werden deshalb viele verschiedene Modelle trainiert und das mit der besten Güte feinabgestimmt [168].

Jedes Modell besitzt verschiedene **Modellparameter**. Diese Parameter werden im Verlauf des Trainings verändert und angepasst, bis am Ende ein finales Set an Modellparametern entstanden ist. Gewichtungen und der Bias (siehe **induktives Bias** unten) sind dabei klassische Parameter, die in fast jedem Modell zu finden sind [162, 169].

Modellparameter werden am Ende jeder **Iteration** oder **Epoche** verändert. Eine Epoche ist vorüber, wenn das Modell einmal mit allen Trainingsdaten trainiert wurde. Große Datensätze werden gerne in **Batches** aufgeteilt, also in kleinere Subdatensätze. Ist das Training eines Batches abgeschlossen, ist eine Iteration vollendet. Das Aufteilen in Batches hat den Vorteil, dass an mehreren Batches parallel gelernt werden kann. Nachdem auch nach Iterationen Modellparameter angepasst werden können, beschleunigt das Aufteilen der Daten in Batches den Lernvorgang [162, 164].

Neben den Modellparametern gibt es die **Hyperparameter**. Hyperparameter sind Parameter, die keinen direkten Einfluss auf das Modell haben. Sie sind während eines kompletten

Trainingsvorgangs gleich und können nur vor oder nach dem Training geändert werden [169]. Während Modellparameter direkt das Modell und dessen Trainingsverhalten beeinflussen, wirken Hyperparameter auf die Trainingsumgebung ein. Klassische Hyperparameter sind unter anderem die Lernrate, Lerndauer und Batch Size [162].

Jedem Modell ist zusätzlich noch ein **induktives Bias** (engl. Inductive bias) eigen. Stößt ein Modell während des Trainings auf mehrere **Hypothesen**, die ein gleich gutes Ergebnis liefern, entscheidet das Modell entsprechend seinem induktiven Bias. Verschiedene Biase können dabei sein: „finde eine Hypothese, die so allgemein wie möglich ist“ oder „finde eine Hypothese, die so spezifisch wie möglich ist“ [164]. Eine Hypothese ist in diesem Fall eine Funktion, oder ein Set von Modellparametern die die „reale“ Funktion hinter den Daten so gut wie möglich abbildet [167].

Damit ein Modell weiß ob es seine Parameter ändern muss, gibt es die **Verlustfunktion (engl. loss function)**. Diese zeigt die aktuelle Güte eines Modells, indem sie vom Modell vorhergesehene Ergebnisse mit den vorhandenen Targets vergleicht. Ein kleiner Loss Wert entspricht dabei einer guten Anpassung. Es gibt eine Vielzahl an verschiedenen Verlustfunktionen, die bekannteste für numerische Labels ist die quadratische Fehler Verlustfunktion (engl. squared error loss) wobei der Loss L

$$L((x, y), h) := (y - h(x))^2 \quad (63)$$

als die quadratische Abweichung des Target Wertes y und des vorhergesagten Wertes $h(x)$ definiert ist, h die derzeitige Hypothese anzeigt und x ein Sample ist [163].

Um Modellparameter und Hyperparameter richtig zu optimieren, gibt es **Optimizer** und **Hyperparameter Optimizer**. Die wichtigsten davon finden sich in den Kapiteln 2.4.4 und 2.4.5. Eine ausführliche Erklärung zu verschiedenen Optimizern ist in Sun et. al [170] zu finden. Optimizer für Modell- und Hyperparameter sind Algorithmen, die systematisch die jeweiligen Parameter anpassen um die Verlustfunktion zu verkleinern [162, 169].

2.4.3 Vorstellung wichtiger Modelle

2.4.3.1 Lineare Modelle

Bei linearen Modellen wird eine lineare Gleichung der Form

$$f(x) = w_1 \cdot x_1 + w_2 \cdot x_2 + \dots + w_n \cdot x_n + b \quad (64)$$

aufgestellt, wobei w_i die Gewichtung zu jedem Feature x_i eines Samples darstellt [164] und b der Bias des Modells ist [171]. Die Gewichtungen und der Bias werden im Trainingsprozess bestimmt. Trotz seiner relativ einfachen Erscheinung werden lineare Ansätze oft verfolgt, da sie leicht zu verstehen sind, wenig Rechenleistung erfordern und schnell erste Ergebnisse liefern [164].

2.4.3.2 Entscheidungsbäume (engl. Decision Tree)

Entscheidungsbäume werden meist für Klassifizierungsprobleme genutzt, können aber auch für Probleme mit kontinuierlichen Antworten verwendet werden. Ein Entscheidungsbaum sortiert Samples aufgrund ihrer Features. Dabei entspricht jeder Knoten einem Feature und

die Zweige den Feature Werten [168, 172]. Der Startknoten wird meist als Wurzel bezeichnet und die Ausgaben am Ende werden Blätter genannt [164]. Die so entstehende Entscheidungsstruktur verarbeitet Features nacheinander im Gegensatz zu den meisten anderen Modellen, wo alle Features parallel betrachtet werden [173].

Ein Beispiel für einen Entscheidungsbaum auf Basis der Beispieldaten aus **Tabelle 2** wird in **Abbildung 12** gezeigt. Abgebildet ist der erste Ast eines vollen Entscheidungsbaums. In der realen Anwendung werden alle unnötigen Äste und Zweige abgeschnitten.

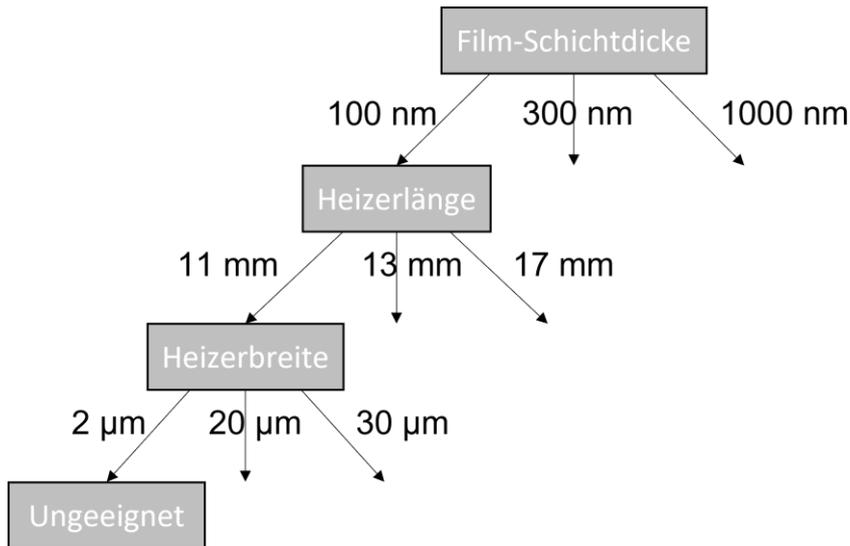


Abbildung 12 Beispiel eines Entscheidungsbaums auf Grundlage der Beispieldaten aus **Tabelle 2**.

2.4.3.3 Gaußsche Prozess Regression (engl. Gaussian Process Regression, GPR)

Ein Gaußscher Prozess (GP) wird beschrieben durch seine Mittelwertfunktion $m(x)$ und seine Kovarianzfunktion $k(x, x')$. Dies steht im Gegensatz zu einer Gauß-Verteilung, bei der Mittelwert und Kovarianz Vektoren sind. Ein Gaußscher Prozess ist also eine Verallgemeinerung der Gauß-Verteilung [174].

Die Gaußsche Prozess Regression ist ein nichtlineares, nichtparametrisches Verfahren zur Interpolation von Daten [175]. Sie versucht eine kontinuierliche Funktion [174]

$$f \sim GP(m(x), k(x, x')) \quad (65)$$

in einer Weise aufzustellen, sodass die Verlustfunktion kleinere Werte annimmt. Anhand dieser Funktion können dann Vorhersagen über neue Samples gemacht werden [175].

2.4.3.4 Neuronales Netz (engl. Neural Network)

2.4.3.4.1 Übersicht

Ein neuronales Netz besteht aus einer Vielzahl an Neuronen, die in verschiedenen Ebenen (Layers) miteinander verknüpft sind. In einer Layer befinden sich mehrere Neuronen parallel zueinander. Diese sind nicht miteinander verknüpft. Allerdings ist jedes Neuron in der Regel mit allen anderen Neuronen der vorhergehenden und der nachfolgenden Layer verknüpft. Jede Verknüpfung hat dabei eine individuelle Gewichtung [173]. Eine schematische Darstellung eines neuronalen Netzes wird in **Abbildung 13** gezeigt.

Jedes Neuron besitzt eine Propagierungsfunktion und eine Transfer- oder Aktivierungsfunktion. Die Propagierungsfunktion verarbeitet dabei die Eingänge, meist wird dafür die Summe der Eingangssignale genutzt. Die Transferfunktion berechnet dann die Ausgabe des Neurons. Dafür verwendet sie als Eingangsparameter das Ergebnis der Propagierungsfunktion. Eine der häufigsten Transferfunktionen ist die Sigmoid Funktion [173]

$$f(x) = \frac{1}{1 + e^{-x}}. \quad (66)$$

Ein klassisches neuronales Netz ist ein feed-forward Netz. Ein Datensatz wird in die erste Layer des Netzes eingespeist und durchläuft nacheinander alle Layers, bis am Ende ein Ergebnis ermittelt wird. Um die Lernfähigkeit deutlich zu erhöhen, gibt es neben den feed-forward Netzen auch backpropagation Netze. Diese geben Teile der Informationen an frühere Layer zurück und ermöglichen so schnelleres Lernen von komplexeren Sachverhalten [164].

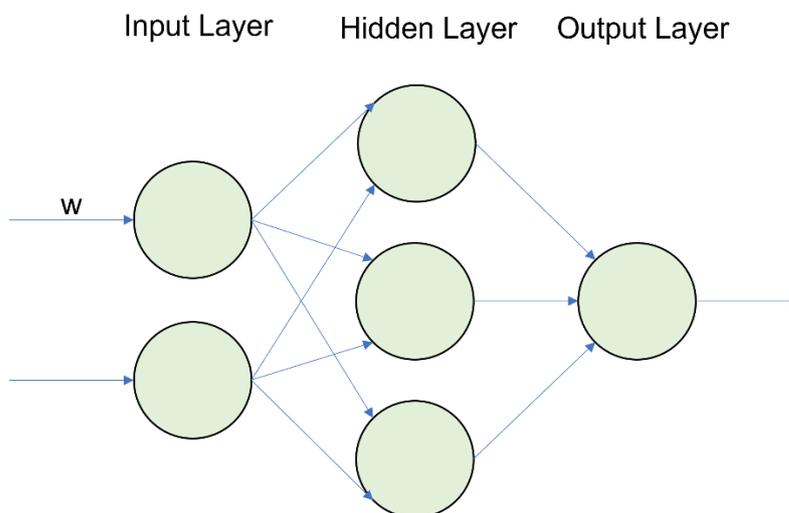


Abbildung 13 Schematische Darstellung eines neuronalen Netzes. Jeder Kreis entspricht einem Neuron, die Pfeile zeigen die Verknüpfungen zwischen den Neuronen. Jede Verknüpfung hat eine individuelle Gewichtung w . Das dargestellte Netz hat zwei Inputs und einen Output.

2.4.3.4.2 Long Short-Term Memory (LSTM)

Ein spezielles neuronales Netz ist das Long Short-Term Memory (LSTM) Netz. Es ist auf Sequenz-Daten spezialisiert, sprich Daten, die in irgendeiner Weise aufeinander folgen. Ein klassisches Beispiel dafür sind Zeitreihen. Das Besondere am LSTM-Netz ist, dass es sich Zustände aus vorhergegangenen Datenpunkten merkt und somit Zusammenhänge innerhalb einer Sequenz erkannt werden können, im Gegensatz zu anderen ML-Methoden, bei denen jeder Datenpunkt als individuelles Sample betrachtet wird [163]. Dies ist möglich, indem ein zusätzliches Forget Gate in jedes Neuron eingefügt wird. Das Forget Gate kombiniert den Input mit dem vorhergegangenen Output und definiert durch einen Zahlenwert zwischen 0 und 1 wie viel des vorherigen Zustandes vergessen werden soll [162].

2.4.4 Optimizer

Dieses Kapitel gibt einen kurzen Überblick über die wichtigsten Parameter Optimizer. Für genauere Erklärungen siehe Sun et. al [170].

2.4.4.1 Gradient Descent

Die Gradient Descent Methode ist eine der am leichtesten verständlichen Methoden zur Optimierung von Parametern. Betrachtet wird die Auswirkung der Änderung von Parametern auf die Verlustfunktion und deren Steigung. Die Parameter werden anhand der Steigung angepasst und so ein Minimum der Verlustfunktion gefunden [169].

Ein wichtiger Parameter dabei ist die Lernrate. Sie ist ein Faktor, mit dem die Steigung der Verlustfunktion multipliziert wird. Eine hohe Lernrate führt zu schnelleren Erfolgen, kann aber dazu führen, dass kein Minimum gefunden wird. Eine niedrige Lernrate erhöht die Trainingsdauer, führt aber zu genaueren Ergebnissen. Zu beachten ist hier, dass eine zu niedrige Lernrate dazu führen kann, dass ein lokales Minimum anstatt dem globalen Minimum gefunden wird [163]. Die Funktionsweise wird schematisch in **Abbildung 14** dargestellt.

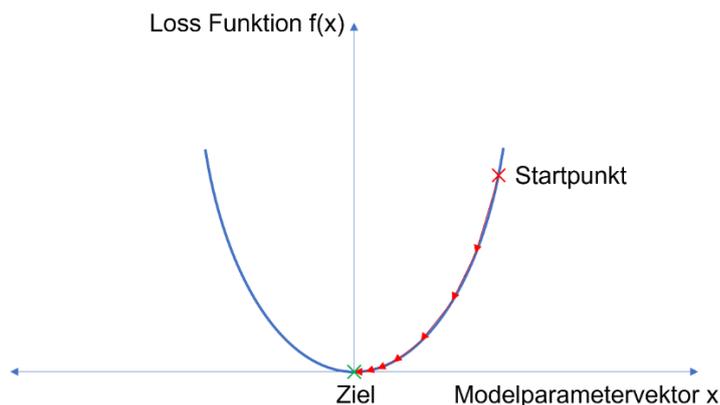


Abbildung 14 Schematische Darstellung der Gradient Descent Methode.

2.4.4.2 Adagrad

Die Adagrad Methode ist eine Verbesserung des klassischen Gradient Descents. Sie passt die Lernrate automatisch auf Basis früherer Gradienten an. Der Hauptvorteil der Methode ist, dass die Lernrate nicht mehr manuell angegeben werden muss und somit das Unter- oder Überschätzen der Lernrate wegfällt [170].

2.4.4.3 RMSprop

Die RMSprop Methode ist wiederum eine Weiterentwicklung von Adagrad. Sie löst das Problem, dass bei Adagrad die Lernrate irgendwann gegen 0 geht, indem nicht mehr alle vorherigen Gradienten berücksichtigt werden, sondern nur noch eine gewisse Anzahl der letzten Gradienten genutzt wird [170].

2.4.4.4 Adam

Die Adaptive moment estimation (Adam) ist eine weitere Verbesserung der Gradient Descent Methode. Sie ist die am meisten verbreitete, da sie die Vorteile verschiedener anderer

Methoden vereint. Adam führt außerdem eine angepasste, individuelle Lernrate für jeden Parameter ein [176]. Die Methode ist ausführlich erklärt in Zhang [176].

2.4.5 Hyperparameter Optimizer

Dieses Kapitel gibt einen kurzen Überblick über die wichtigsten Hyperparameter Optimizer. Genauere Erklärungen finden sich in den jeweiligen Quellenangaben.

2.4.5.1 Grid Search

Bei der Grid Search wird eine Matrix aus allen möglichen Hyperparameterkombinationen gebildet. Das Modell wird mit jeder möglichen Kombination aus Hyperparametern trainiert und so der beste Hyperparametervektor gefunden. Diese Methode liefert die besten Ergebnisse. In der Realität wird sie allerdings nur äußerst selten angewendet, da der Rechenaufwand mit jedem zusätzlichen Hyperparameter exponentiell anwächst und so viele Anwendungen nahezu unendlichen Zeitaufwand erfordern würden [162].

2.4.5.2 Random Search

Random Search bildet ähnlich wie Grid Search eine Matrix aller möglichen Hyperparameterkombinationen. Allerdings werden nicht alle Kombinationen genutzt, sondern nur eine Gruppe zufällig ausgewählter Hyperparametervektoren. Random Search liefert bei gleicher vorgegebener Rechenzeit nahezu immer bessere Ergebnisse als Grid Search, da ein deutlich größerer Bereich des Hyperparameterraums abgesucht werden kann [177].

2.4.5.3 Gradient Search

Gradient Search basiert auf dem gleichen Prinzip wie der Gradient Descent Optimizer, mit dem Unterschied, dass der Gradient einer Zielfunktion untersucht wird, deren Parameter der Loss des trainierten Modells ist. Die Zielfunktion ist dabei für verschiedene Gradient Search Methoden unterschiedlich [178, 179].

2.4.5.4 Evolutionary Methods

Evolutionäre Methoden verändern alle Hyperparameter um zufällige Beträge. Dabei werden nur nach einer Verbesserung des Trainings die Hyperparameter erneuert. Bei schlechteren Ergebnissen wird mit den vorherigen Parametern ein neuer Versuch mit anderen zufälligen Änderungen unternommen [180]. Eine der bekanntesten Ansätze findet sich in Rechenberg [181].

2.4.5.5 Probabilistic Methods

Wie der Name suggeriert, nutzen probabilistische Methoden ein Wahrscheinlichkeitsmodell, welches sie aufstellen, indem vorherige Ergebnisse nach Hyperparametervariationen gespeichert und evaluiert werden. Eine der bekanntesten Methoden hierfür ist die Bayes'sche Optimierung (engl. Bayesian Optimization). Obwohl sie hervorragend für kleinere Hyperparameterdimensionen von bis zu 10 Parametern funktioniert, liefert sie für höhere Dimensionen nur ähnlich exakte Ergebnisse wie vergleichbare Methoden [182, 183].

Kapitel 3

Theorie 3-Omega Methode

3.1 Klassischer Ansatz

Im Folgenden wird der klassische Ansatz zur Auswertung einer 3-Omega Messung diskutiert, wie er in ähnlicher Weise bereits von Cahill 1990 [1] vorgestellt wurde. Die Herleitung kann in dieser Form auch in [184] gefunden werden. Das Prinzip der Methode wurde bereits in Kapitel 2.3.1 erläutert.

Um den 3-Omega Heizer zu erwärmen, wird ein Wechselstromsignal mit Frequenz ω an den Heizer angelegt. Dieser Strom kann durch [185]

$$I(t) = I_0 \cdot \cos(\omega t) \quad (67)$$

ausgedrückt werden, wobei I_0 der Amplitude des Stroms entspricht. Die entstehende Heizleistung $P(t)$ wird definiert als

$$P(t) = I(t)^2 \cdot R_s = \frac{I_0^2 \cdot R_s}{2} \cdot (1 + \cos(2\omega t)), \quad (68)$$

mit R_s als elektrischen Widerstand des Heizers. Die Heizleistung kann zu [10]

$$P(t) = P_{DC} + P_{2\omega} \cdot \cos(2\omega t) \quad (69)$$

umgeschrieben werden. P_{DC} entspricht dabei dem Gleichanteil und $P_{2\omega} \cdot \cos(2\omega t)$ dem periodisch zeitabhängigen Anteil der Leistung. Sowohl die Heizleistung als auch die Temperaturänderung $\Delta T(t)$ [185]

$$\Delta T(t) = \Delta T_{2\omega} \cdot \cos(2\omega t + \varphi) \quad (70)$$

sind Funktionen der Zeit und abhängig von der Frequenz 2ω . $\Delta T_{2\omega}$ entspricht der Temperaturamplitude, welche die Information zur thermischen Leitfähigkeit enthält, und φ ist die Phasenverschiebung, die durch die Trägheit der joule'schen Erwärmung entsteht [185].

Mit sich verändernder Temperatur ändert sich auch der Widerstand des Heizers. Dies wird beschrieben durch den Temperaturkoeffizienten des Widerstands α_R [100] (kurz TCR: temperature coefficient of resistance)

$$\alpha_R = \frac{1}{R_{s,0}} \cdot \frac{dR_s(T)}{dT}, \quad (71)$$

wobei $R_{s,0}$ der elektrische Widerstand des Heizers bei Referenztemperatur (meist Raumtemperatur) ist. Nachdem die Temperaturänderung zeitabhängig ist, ist demzufolge auch die Widerstandsänderung zeitabhängig, was mit [185]

$$R_s(t) = R_{s,0} \cdot (1 + \alpha_R \cdot \Delta T_{2\omega} \cdot \cos(2\omega t + \varphi)) \quad (72)$$

beschrieben werden kann.

Im Experiment wird der Spannungsabfall über den Heizer gemessen. Dieser kann durch Multiplizieren der Gleichungen (67) und (72) berechnet werden [186]:

$$U(T) = I(t) \cdot R_s(t) \quad (73)$$

$$U(t) = R_{s,0} \cdot I_0 \cdot \cos(\omega t) + \frac{R_{s,0} \cdot I_0 \cdot \alpha_R \cdot \Delta T_{2\omega}}{2} \cdot \cos(\omega t + \varphi) + \frac{R_{s,0} \cdot I_0 \cdot \alpha_R \cdot \Delta T_{2\omega}}{2} \cdot \cos(3\omega t + \varphi) \quad (74)$$

$$U(t) = U_0 \cdot \cos(\omega t) + \frac{U_0 \cdot \alpha_R \cdot \Delta T_{2\omega}}{2} \cdot \cos(\omega t + \varphi) + \frac{U_0 \cdot \alpha_R \cdot \Delta T_{2\omega}}{2} \cdot \cos(3\omega t + \varphi) \quad (75)$$

Da die Information zur thermischen Leitfähigkeit im 3ω -Anteil von Gleichung (75) enthalten ist, wird dieser weiter untersucht. Der 3ω -Anteil ist 3 – 4 Größenordnungen kleiner als der 1ω -Anteil, daher wird ein Lock-In Verstärker und eine Wheatstone-Brückenschaltung zur Detektion verwendet. Aus Gleichung (75) ergibt sich für $\Delta T_{2\omega}$ der Ausdruck [187]

$$\Delta T_{2\omega} = \frac{2}{\alpha_R} \cdot \frac{U_{3\omega}}{U_0} \quad (76)$$

wenn nur der 3ω -Anteil berücksichtigt wird. Nimmt man für die Eingangsspannung den 1ω -Anteil an ergibt sich aus Gleichung (76)

$$\Delta T_{2\omega} = \frac{2}{\alpha_R} \cdot \frac{U_{3\omega}}{U_{1\omega}}. \quad (77)$$

Die Temperaturamplitude setzt sich zusammen aus einem Substrat ΔT_s - und einem Schichtanteil ΔT_f und kann beschrieben werden als [185]

$$\Delta T_{2\omega} = \Delta T_s + \Delta T_f. \quad (78)$$

In unserem Experiment wird die Spannung über den Heizer nicht direkt gemessen. Stattdessen wird, wie oben kurz erklärt, die Brückenspannung einer Wheatstone-Brücke $W_{3\omega}$ gemessen. Die Spannung über den Heizer lässt sich dann mit [187]

$$U_{3\omega} = \frac{R_v + R_s}{R_v} \cdot W_{3\omega}, \quad (79)$$

berechnen, wobei R_s der Heizerwiderstand und R_v der Widerstand der Dekade in der Brückenschaltung sind. Die Temperaturamplitude des Substrats kann durch [29]

$$\Delta T_s = \frac{P}{l \cdot \pi \cdot k_s} \cdot \left[\frac{1}{2} \cdot \ln \left(\frac{k_s}{c \cdot p \cdot b^2} \right) + \eta - \frac{1}{2} \cdot \ln(2\omega) \right] \quad (80)$$

ermittelt werden. $2b$ ist dabei die Heizerbreite, l die Heizerlänge, k_s die thermische Leitfähigkeit des Substrats, η ist experimentell zu 1,05 bestimmt worden [29] und c und p sind die spezifische Wärmekapazität und die Dichte des Substrats. Alternativ kann die Temperaturamplitude des Substrats auch durch eine Referenzmessung mit einer reinen Substratprobe bestimmt werden.

Nachdem ΔT_s und $\Delta T_{2\omega}$ nun bekannt sind, kann die Temperaturamplitude der Schicht ΔT_f mit Hilfe von Gleichung (78)

$$\Delta T_f = \Delta T_{2\omega} - \Delta T_s \quad (81)$$

berechnet werden. Die thermische Leitfähigkeit der Schicht k_f kann dann mit [185, 188]

$$k_f = \frac{P \cdot d_f}{2b \cdot l \cdot \Delta T_f} \quad (82)$$

ermittelt werden, wobei d_f die Schichtdicke ist.

Betrachtet man Gleichung (80) erkennt man, dass die thermische Leitfähigkeit des Substrats abhängig ist von der Steigung der logarithmischen Messgerade. Sie lässt sich berechnen mit [189]

$$k_s = \frac{P}{2 \cdot \pi \cdot l} \cdot \frac{\ln \left(\frac{\omega_1}{\omega_2} \right)}{\Delta T_2 - \Delta T_1}, \quad (83)$$

wobei ω_1 und ω_2 zwei beliebige Messfrequenzen und ΔT_1 und ΔT_2 die zugehörigen Temperaturamplituden sind.

Ein erster grober Ansatz ermöglicht außerdem die Berechnung der thermischen Leitfähigkeit von dünnen Schichten in einer Probe mit zwei übereinanderliegenden Dünnschichten, sofern die Leitfähigkeit einer der beiden Schichten bekannt ist. Die Leitfähigkeit der unbekannt Schicht lässt sich berechnen mit [189]

$$k_{f_2} = \frac{d_{f_2}}{\frac{d_{ges}}{k_{f,eff}} - \frac{d_{f_1}}{k_{f_1}}}. \quad (84)$$

Die Indizes f_1 und f_2 beziehen sich auf die beiden Dünnschichten. f_1 bezieht sich auf die bekannte Schicht, f_2 auf die zu berechnende. d_{ges} bezieht sich auf die Gesamtdicke der Dünnschichten. $k_{f,eff}$ ist die kombinierte Leitfähigkeit der beiden Schichten, die berechnet wird mit Gleichung (82). Zu beachten ist, dass die Messungenauigkeit bei dieser Methode hoch ist. Für genauere Berechnungen bei Multischichtsystemen wird Gleichung (110) aus Kapitel 3.3 empfohlen.

3.2 Bestimmen des Temperaturkoeffizienten des Widerstands

Damit die thermische Leitfähigkeit nach Kapitel 3.1 berechnet werden kann, wird der Temperaturkoeffizient des Widerstands α_R des Heizers benötigt. Dieser wird in einer separaten Messung bestimmt, indem die Probe auf eine bestimmte Temperatur erhitzt und dann der Widerstand des Heizers als Funktion der Temperatur gemessen wird. Nach Gleichung (71) ergibt sich der Temperaturkoeffizient aus dem Widerstand der Probe bei Referenztemperatur und der Steigung der gemessenen Geraden. Eine Messung wird in **Abbildung 15** gezeigt.

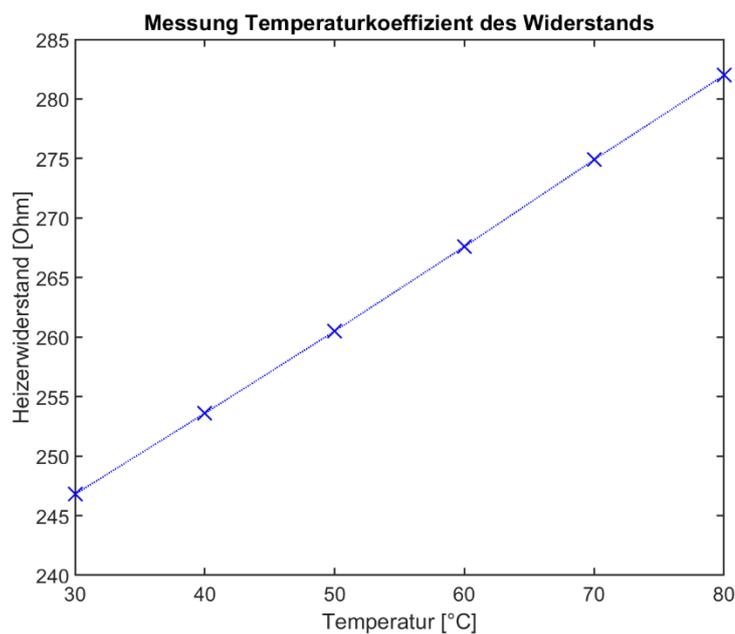


Abbildung 15 Messung des Temperaturkoeffizienten des Widerstands für einen 13 mm langen und 2 μm breiten Heizer auf einer 20 nm dicken SiO_2 -Schicht auf Si-Substrat. Gemessen wird der Heizerwiderstand bei verschiedenen Probestemperaturen. Der Temperaturkoeffizient ergibt sich gemäß Gleichung (71) aus dem Widerstand bei Referenztemperatur und der Steigung der Messgerade. Für diese Messung ergibt sich $\alpha_R = 0,00291$ mit $R_{h,0} = 242,6 \Omega$.

3.3 Berechnung der gesamten Temperaturamplitude eines Heizers innerhalb eines Multischichtsystems

Im Folgenden wird die Formel zur Berechnung der gesamten Temperaturamplitude eines beliebigen Heizers innerhalb eines Multischichtsystems hergeleitet. Die thermische Leitfähigkeit einer Probe erhält man, indem die hergeleitete Formel (Gleichung (110)) mittels eines Fits an eine reale Messung angepasst wird. Zur Nomenklatur der Schichten und Grenzschichten siehe **Abbildung 16**. Für eine genauere Herleitung siehe Raudzisz (2007) [10].

Als Startpunkt wird die allgemeine Diffusionsgleichung [10]

$$k_x \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + k_y \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + k_z \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \rho \cdot c \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (85)$$

gewählt, wobei k die thermische Leitfähigkeit in den drei Raumrichtungen x , y und z ist und c und ρ der spezifischen Wärmekapazität und der Dichte des Materials entsprechen. Ab diesem Zeitpunkt wird x als die horizontale Achse, z als die vertikale Achse und y als in die Ebene zeigende Achse definiert. Im eingeschwungenen Zustand kann T als [10]

$$T = \Delta T \cdot \exp(i2\omega t) \quad (86)$$

beschrieben werden. Des Weiteren wird k künftig als cross-plane Leitfähigkeit, k_{xz} als Quotient von cross- und inplane Leitfähigkeit und D als die Temperaturleitfähigkeit definiert [10]

$$k = k_z \quad (87)$$

$$k_{xz} = \frac{k_x}{k} \quad (88)$$

$$D = \frac{k}{\rho \cdot c} \quad (89)$$

Für die weitere Herleitung wird die Probe immer so betrachtet, dass ein Querschnitt von Heizer und Probe in der Ebene liegen und sich der Heizer der Länge nach in die Ebene hinein ausbreitet. Dadurch kann im Folgenden die y -Achse vernachlässigt werden [10].

Mit den vorangegangenen Überlegungen lässt sich die Diffusionsgleichung umschreiben zu [10]

$$k_{xz} \cdot \frac{\partial^2 \Delta T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \Delta T}{\partial z^2} - \frac{i2\omega}{D} \cdot \Delta T = 0. \quad (90)$$

Durch eine Fourier-Transformation

$$\tilde{T}(k_i, z) = FT(\Delta T(x, z)) \quad (91)$$

kann Gleichung (90) in die Differenzialgleichung

$$\frac{d^2 \tilde{T}}{dz^2} - \left(k_{xz} \cdot k_i + \frac{i2\omega}{D} \right) \cdot \tilde{T} = 0 \quad (92)$$

umgewandelt werden [10]. Die Lösung von Gleichung (92) für eine Schicht a innerhalb eines Multischichtsystems lautet wie folgt [10]:

$$\mathbf{T}_a = \begin{pmatrix} T_a^+(z) \\ T_a^-(z) \end{pmatrix} \quad (93)$$

Mit:

$$T_a^\pm(z) = \tilde{T}_a^\pm \cdot \exp(\pm u_a \cdot z) \quad (94)$$

$$u_a = \sqrt{k_{xz} \cdot k_i^2 + \frac{i2\omega}{D_a}} \quad (95)$$

Durch die Transformationsmatrix \mathbf{U} kann die Temperaturamplitude an einer beliebigen Stelle z_j berechnet werden, wenn die Temperaturamplitude an der Stelle z_i bekannt ist [10].

$$\mathbf{T}_a(z_j) = \mathbf{U}_a(L) \cdot \mathbf{T}_a(z_i) \quad (96)$$

Mit:

$$\mathbf{U}_a(L) = \begin{pmatrix} \exp(u_a \cdot L) & 0 \\ 0 & \exp(-u_a \cdot L) \end{pmatrix} \quad (97)$$

$$L = z_j - z_i \quad (98)$$

Genutzt wird diese Gleichung, um die Temperaturamplitude an der Unterseite einer Schicht zu berechnen, wenn die Temperaturamplitude an der Oberseite bekannt ist.

Soll die Temperaturamplitude in einer zweiten Schicht b berechnet werden, wird dafür die Transformationsmatrix $\mathbf{\Gamma}$ [10]

$$\mathbf{\Gamma}_{ba} = \frac{1}{2\gamma_b} \cdot \begin{pmatrix} \gamma_b + \gamma_a & \gamma_b - \gamma_a \\ \gamma_b - \gamma_a & \gamma_b + \gamma_a \end{pmatrix} \quad (99)$$

Mit:

$$\gamma_{a,b} = u_{a,b} \cdot k_{a,b} \quad (100)$$

benötigt. Soll ein thermischer Kontaktwiderstand zwischen den beiden Schichten a und b berücksichtigt werden, wird statt Gleichung (99)

$$\mathbf{\Gamma}_{ba} = \frac{1}{2\gamma_b} \cdot \begin{pmatrix} \gamma_b + \gamma_a + \gamma_b \gamma_a \cdot R_{ba} & \gamma_b - \gamma_a - \gamma_b \gamma_a \cdot R_{ba} \\ \gamma_b - \gamma_a + \gamma_b \gamma_a \cdot R_{ba} & \gamma_b + \gamma_a - \gamma_b \gamma_a \cdot R_{ba} \end{pmatrix} \quad (101)$$

verwendet [10]. Mit Hilfe von $\mathbf{\Gamma}$ kann nun die Temperaturamplitude in Schicht b direkt unterhalb der Grenzfläche mittels der Temperaturamplitude in Schicht a direkt oberhalb der Grenzfläche berechnet werden [10]:

$$\mathbf{T}_b = \mathbf{\Gamma}_{ba} \cdot \mathbf{T}_a \quad (102)$$

Damit Gleichung (102) gültig ist, muss die Temperatur und der Wärmefluss an der Grenzfläche als stetig angenommen werden [10].

Mit Hilfe der beiden Matrizen \mathbf{A} und \mathbf{B}

$$\mathbf{A} = \mathbf{\Gamma}_{j+1,j} \times \mathbf{U}_j(L_j) \times \dots \times \mathbf{\Gamma}_{2,1} \times \mathbf{U}_1(L_1) \times \mathbf{\Gamma}_{1,0} \times \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (103)$$

$$\mathbf{B} = \mathbf{U}_{j+1}(-L_{j+1}) \times \mathbf{\Gamma}_{j+1,j+2} \times \dots \times \mathbf{U}_N(-L_N) \times \mathbf{\Gamma}_{N,N+1} \times \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix} \quad (104)$$

kann somit durch schrittweises Anwenden der Gleichungen (96) und (99) (oder (101)) die Temperaturamplitude direkt ober- und unterhalb einer definierten Position z_j berechnet werden [10]

$$\mathbf{T}_{j+1}(z_j^-) = T_0 \cdot \mathbf{A} = T_0 \cdot \begin{pmatrix} A^+ \\ A^- \end{pmatrix} \quad (105)$$

$$\mathbf{T}_{j+1}(z_j^+) = T_{N+1} \cdot \mathbf{B} = T_{N+1} \cdot \begin{pmatrix} B^+ \\ B^- \end{pmatrix}. \quad (106)$$

Im bisherigen Verlauf ist immer von einer undefinierten Wärmequelle ausgegangen worden. Dies soll im nachfolgenden geändert werden. Zuerst wird dafür von einer linienförmigen Quelle ausgegangen. Die Gleichung zur Berechnung der Amplitude der Temperaturos zillation eines Heizers ergibt sich dann zu [10]:

$$\tilde{T}_j = \frac{q'}{2\gamma_{j+1}} \cdot \frac{(B^+ + B^-)(A^+ + A^-)}{A^+ \cdot B^- - A^- \cdot B^+}, \quad (107)$$

wobei $q' = P/(2b \cdot l)$ ist. Im Folgenden soll nun ein Heizer mit definierter Breite $2b$ anstatt des linienförmigen Heizers berücksichtigt werden. Dafür wird ein konstanter Wärmefluss im Bereich von $-b \leq x \leq b$ angenommen und eine adiabatische Randbedingung am Rest der Ebene, in der der Heizer liegt, angesetzt [10]

$$f(x) = \begin{cases} 1; & -b \leq x \leq b \\ 0; & \text{sonst} \end{cases}. \quad (108)$$

Auf diese Weise ergibt sich für die mittlere Temperaturamplitude ΔT_{2b} [10]:

$$\Delta T_{2b} = \frac{P}{2\pi \cdot l} \cdot \int_0^\infty \frac{1}{2\gamma_{j+1}} \cdot \frac{\sin^2(k_i \cdot b)}{(k_i \cdot b)^2} \cdot \frac{(B^+ + B^-)(A^+ + A^-)}{A^+ \cdot B^- - A^- \cdot B^+} dk_i, \quad (109)$$

wobei P der Heizleistung durch den Heizer und l der Heizerlänge entsprechen. Gleichung (109) ist nicht analytisch lösbar. Das Ergebnis kann aber durch numerische Integration angenähert werden.

Bisher wird vom Heizer nur die endliche Breite berücksichtigt. Im Folgenden sollen nun zusätzlich die Dicke d_h , die Dichte p_h , die spezifische Wärmekapazität c_h und ein thermischer Kontaktwiderstand zwischen Heizer und Schicht R_{th} berücksichtigt werden. Dies geschieht mit Hilfe eines elektrischen Netzwerkmodells und der Analogie zwischen elektrischem Strom und Wärmestrom [10]. Die endgültige Formel zur Berechnung der mittleren Temperaturamplitude eines Heizers mit definierter Breite und Materialparametern ergibt sich nach Raudzis zu [10]

$$\Delta T_{ges} = \frac{\Delta T_{2b} + R_{th} \cdot \frac{P}{2b \cdot l}}{1 + i \cdot 2\omega \cdot p_h \cdot c_h \cdot d_h \cdot \left(\frac{\Delta T_{2b} \cdot 2b \cdot l}{P} + R_{th} \right)}, \quad (110)$$

wobei ΔT_{2b} Gleichung (109) entspricht.

Betrachtet man einen Heizer auf semi-unendlichem isotropen Substrat, ohne jegliche Dünnschicht, wird Gleichung (110) zu [188]

$$\Delta T_{s,h} = \frac{P}{2 \cdot l \cdot k_s} \cdot \frac{\frac{2}{\pi} \cdot \int_0^\infty \frac{\sin^2(\lambda)}{\lambda^2 \cdot \sqrt{\lambda^2 + q_w^2 \cdot \lambda^2}} d\lambda + \sigma}{1 + \gamma \cdot q_w^2 \cdot b^2 \cdot \left(\frac{2}{\pi} \cdot \int_0^\infty \frac{\sin^2(\lambda)}{\lambda^2 \cdot \sqrt{\lambda^2 + q_w^2 \cdot \lambda^2}} d\lambda + \sigma \right)} \quad (111)$$

Mit:

$$q_w = \sqrt{\frac{2\omega}{D_s}} \quad (112)$$

$$D_s = \frac{k_s}{c_s \cdot \rho_s} \quad (113)$$

$$\sigma = \frac{R_{th} \cdot k_s}{b} \quad (114)$$

$$\gamma = \frac{c_h \cdot \rho_h \cdot d_h}{c_s \cdot \rho_s \cdot b} \quad (115)$$

wobei q_w die thermische Wellenzahl und D_s die Temperaturleitfähigkeit sind. Die Indizes h und s stehen jeweils für den Heizer und das Substrat.

Die zur Berechnung von Gleichung (110) benötigten Matrizen **A** und **B** beziehen sich hierbei immer auf die Heizerposition. Der Heizer wird immer als sich in einer Schicht befindend angenommen. Bei einer realen Probe befindet er sich meistens an der Probenoberfläche. In diesem Falle wird er als direkt unterhalb der Grenzfläche 0 in Schicht 1 angenommen. Ist der Heizer innerhalb einer Schicht eingebettet, wird diese für die Rechnung in zwei Schichten mit gleichen Eigenschaften aufgeteilt und der Heizer befindet sich dann wieder an der Grenzschicht [10].

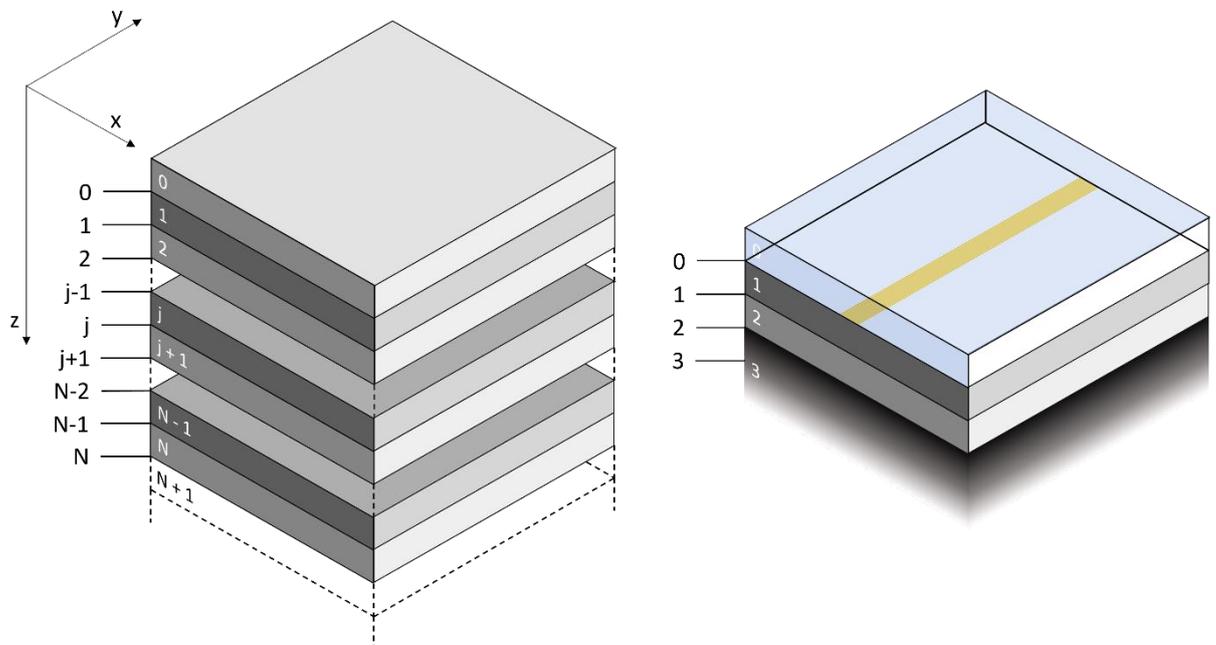


Abbildung 16 Links: Nomenklatur bezüglich der verschiedenen Grenzflächen und Schichten anhand eines allgemeinen Schichtstapels. Rechts: In dieser Arbeit hauptsächlich verwendeter Schichtaufbau. Schicht 0 ist dabei die Grenzschicht nach oben (Luft), Schicht 1 ist die zu untersuchende Dünnschicht, Schicht 2 ist das Substrat und Schicht 3 ist die Grenzschicht nach unten (auch Substrat für semi-infinite Annahme). Der Heizer liegt direkt unterhalb von Grenzfläche 0. Zeichnung nach Vorlage von [10].

3.4 Kriterien zur Auswahl der Heizergeometrie und Messfrequenzen

Der in Kapitel 3.1 und 3.3 erläuterten Theorie zur 3-Omega Methode liegen einige Annahmen zugrunde. Diese Annahmen schränken den Bereich der wählbaren Heizergeometrien und Messfrequenzen ein. Im Folgenden werden diese Annahmen und weitere, durch Simulationen oder experimentelle Untersuchungen definierte Voraussetzungen zur Bestimmung zulässiger Heizerstrukturen erläutert [1, 101, 188, 190–192]. Alle Annahmen und Voraussetzungen sind so gewählt, dass ein theoretischer Fehler von unter 1% erreicht wird. Die thermische Wellenlänge wird dabei als $\lambda = \sqrt{D/\omega}$ definiert, D ist die Temperaturleitfähigkeit, h der Wärmeübergangskoeffizient und die Indizes x und z beschreiben die thermische Leitfähigkeit in in- und cross-plane Richtung.

Schicht-Wärmefluss ist quasi-statisch: Die volumetrische Wärmekapazität des Materials wird als vernachlässigbar klein angesehen ($C \rightarrow 0$). Dadurch wird sichergestellt, dass das Material keine Energie speichert und die Wärme sich gleichmäßig verteilt. Diese Annahme ist erfüllt falls [101, 190]

$$\frac{\lambda_f}{d_f} > 5,7. \quad (116)$$

Die Voraussetzung gilt nur für den klassischen Ansatz aus Kapitel 3.1 [101].

Substrat ist semi-unendlich: Die Substratdicke wird als groß gegenüber der thermischen Wellenlänge angesehen ($d_s \rightarrow \infty$). Dadurch wird sichergestellt, dass die Wärmewelle das Substrat nicht ganz durchdringt. Die Annahme ist gültig für [101, 188]

$$\frac{d_s}{\lambda_s} > 2. \quad (117)$$

Heizer ist infinitesimal dünn: Der Heizer kann als linienförmige Quelle angesehen werden. Dafür muss die Heizerbreite aus Sicht des Substrats sehr dünn sein ($2b \rightarrow 0$). Dies wird sichergestellt indem [101, 188]

$$\frac{\lambda_s}{b} > 5. \quad (118)$$

Diese Voraussetzung gilt nur für den klassischen Ansatz aus Kapitel 3.1 [101].

Heizer ist unendlich lang: Der Heizer wird als lang gegenüber der thermischen Wellenlänge λ angesehen ($l \rightarrow \infty$). Dadurch wird Wärmeausbreitung in 2 Dimensionen gewährleistet und Randeffekte an den Enden des Heizers können vernachlässigt werden. Die Annahme ist zulässig für [101]

$$\frac{l}{\lambda} > 15. \quad (119)$$

Heizer ist masselos: Der Heizer wird als masselos angenommen. Dadurch kann die volumetrische Wärmekapazität des Heizers vernachlässigt werden und es wird sichergestellt, dass der Heizer die Messung nicht beeinflusst. Die Voraussetzung ist erfüllt für [101, 188, 190]

$$\left(\frac{c_h \cdot \rho_h}{c_f \cdot \rho_f}\right) \left(\frac{d_h \cdot d_f}{\lambda_f^2}\right) < 0,01. \quad (120)$$

Diese Annahme gilt nur für den klassischen Ansatz aus Kapitel 3.1 [101].

Konvektions- und Strahlungseffekte werden vernachlässigt: Parasitäre Wärmeverluste in Form eines Wärmeflusses von der Probenoberfläche zur Umgebung durch Strahlung und Konvektion werden als vernachlässigbar klein angenommen. Zur Bildung des Kriteriums werden zwei Fälle, einmal für einen dominierenden thermischen Schichtwiderstand und einmal für einen dominierenden thermischen Substratwiderstand, betrachtet [101]. Die Verlustraten ergeben sich zu

$$\frac{Q_{rad+conv}}{Q_{cond}} \approx \frac{h \cdot d_f}{k_f} \quad (121)$$

für den ersten Fall und

$$\frac{Q_{rad+conv}}{Q_{cond}} \approx \frac{h \cdot \lambda_s}{2k_s} \quad (122)$$

für den zweiten Fall, wobei h für einen kombinierten Wärmeübergangskoeffizienten von $h = h_{conv} + h_{rad} \approx 200 \frac{W}{m \cdot K}$ steht [101]. Als Maßgabe für das Kriterium wird stets der größere der beiden Terme aus den Gleichungen (121) und (122) betrachtet [1, 101]

$$\frac{Q_{rad+conv}}{Q_{cond}} \approx \max \left[\frac{h \cdot d_f}{k_f}, \frac{h \cdot \lambda_s}{2k_s} \right] < 0,01. \quad (123)$$

Substrat ist isotherm: Das Substrat wird als isotherm angenommen. Dafür muss die thermische Substratleitfähigkeit groß gegenüber der thermischen Leitfähigkeit der Schicht sein ($k_s \rightarrow \infty$). Die Voraussetzung ist erfüllt für [101, 188]

$$\left(\frac{k_f}{k_s}\right)^2 < 0,01. \quad (124)$$

Wärmefluss durch Schicht ist 1-dimensional: Soll die thermische Leitfähigkeit durch die Schicht (cross-plane) gemessen werden, ist ein 1-dimensionaler Wärmefluss durch die Schicht nötig. Dafür wird eine große Heizbreite benötigt [101, 188]:

$$\left(\frac{b}{d_f}\right) \cdot \left(\frac{k_{f,z}}{k_{f,x}}\right)^{\frac{1}{2}} > 30. \quad (125)$$

Für die fortgeschrittene Auswertung aus Kapitel 3.3 wird dieses Kriterium nicht benötigt, da hier ein 2-dimensionaler Wärmefluss berücksichtigt werden kann.

Einfluss einer nativen Oxidschicht: Es ist möglich, dass sich auf dem Substrat eine native Oxidschicht bildet. Der dadurch entstehende Fehler ergibt sich aus [191, 192]

$$\frac{\pi \cdot k_s \cdot 2 \cdot 10^{-9}}{2b \cdot k_{f,z} \cdot \ln\left(\frac{d_s}{b}\right) + 1,0484} < 0,01. \quad (126)$$

Für die fortgeschrittene Auswertung aus Kapitel 3.3 wird dieses Kriterium nicht benötigt, da die native Oxidschicht hier in Form eines Schichtwiderstands berücksichtigt werden kann.

Heizer ist homogene Wärmequelle: Der Heizer wird als homogene Wärmequelle gesehen und somit kann laterale Wärmestreuung im Heizer vernachlässigt werden falls [101]:

$$\left(\frac{d_h \cdot d_f}{b^2}\right) \left(\frac{k_h}{k_f}\right) < 1 \quad (127)$$

Es soll hier angemerkt werden, dass der theoretisch zulässige Frequenzbereich, der sich aus den vorhergehenden Voraussetzungen ergibt, meist größer ist als der in der Praxis anwendbare Bereich. Für die Messungen in dieser Arbeit wird der Frequenzbereich deshalb innerhalb der theoretischen Grenzen separat angepasst. Es wurde festgestellt, dass die Streuung der Messungen für kleine Frequenzen deutlich höher ist als für höhere Frequenzen. Dieses Verhalten kann in **Abbildung 17** betrachtet werden, wo knapp 40 Messungen mit verschiedensten Parametern ausgewertet werden. Aus **Abbildung 17** geht hervor, dass eine untere Frequenzgrenze von 100 Hz sinnvoll erscheint. Für die obere Frequenzgrenze wird die Linearität der logarithmischen Messkurve betrachtet. Diese endet meist bei ca. 1 kHz bis 2 kHz. Die obere Frequenzgrenze wird dementsprechend gewählt.

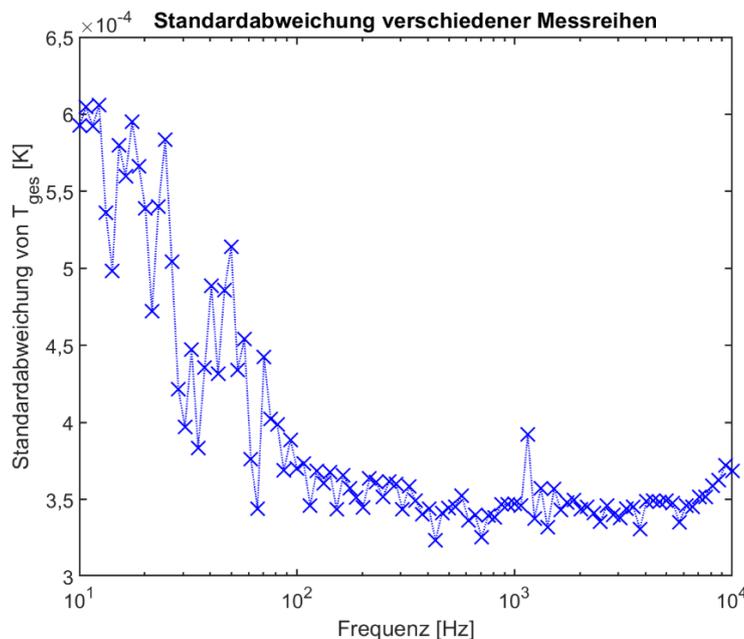


Abbildung 17 Mittelwert der Standardabweichung von T_{ges} verschiedener Messungen für jede Messfrequenz. Die Messungen umfassen AlN-Schichtdicken zwischen 50 nm und 2000 nm, sowie Heizerbreiten zwischen 10 μ m und 25 μ m und Heizerlängen zwischen 9 mm und 17 mm.

3.5 Messaufbau 3-Omega Methode

In diesem Kapitel wird der Messaufbau erläutert, mit dem alle 3-Omega Messungen in dieser Arbeit durchgeführt wurden. **Abbildung 18** zeigt den schematischen Messaufbau. Zu sehen ist die Probe (R_s), die in eine Wheatstone-Brücke integriert wird, um die Widerstandsänderung der Probe zu verstärken. Die Brücke besteht neben der Probe aus zwei $10\text{ k}\Omega$ Widerständen (R_1 und R_2) und einem variablen Widerstand (Dekadenwiderstand 05303 von EKF-System), mit dem die Brücke abgeglichen werden kann. Links in **Abbildung 18** zu sehen ist der Lock-In Verstärker (Anfatec eLockIn 204/2), welcher gleichzeitig die Heizspannung liefert und die 3-Omega Komponente der Brückenspannung misst, aus der die thermische Leitfähigkeit berechnet werden kann.

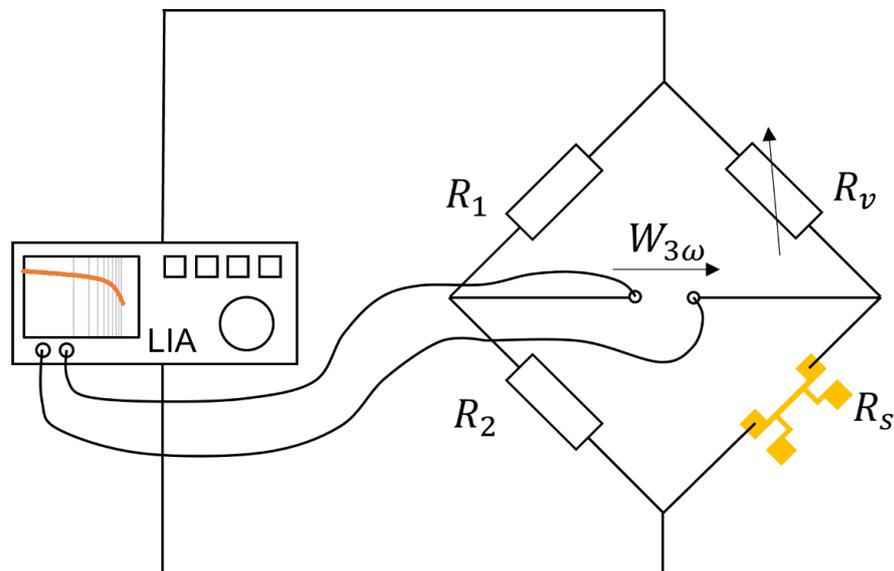


Abbildung 18 Schematischer Aufbau des 3-Omega Messstands. Zu sehen ist rechts die Wheatstone-Brücke, welche zwei $10\text{ k}\Omega$ Widerstände, einen variablen Widerstand und die Probe enthält. Links sieht man den Lock-In Verstärker, welcher gleichzeitig das Ansteuersignal liefert und die 3-Omega Komponente der Brückenspannung misst.

Neben den in der Theorie erforderlichen Bauteilen werden in der Praxis noch weitere Komponenten benötigt, um die Messung einfacher zu gestalten und weitere wichtige Messwerte aufzunehmen. Der gesamte Aufbau kann in **Abbildung 19** betrachtet werden.

Bevor eine Messung gestartet werden kann, muss die Probe mit der Wheatstone-Brücke verbunden werden. Dazu benötigt werden zwei Kontaktnadeln, die auf die Kontaktpads der Probe aufgesetzt werden müssen. Da die Pads mit einer Kantenlänge von $400\text{ }\mu\text{m}$ sehr klein sind, werden die Nadeln mit Mikromanipulatoren (K&W NK50) bewegt. Ein optisches Mikroskop (Nikon SMZ74ST) dient dabei als Orientierungshilfe. Vor Messstart muss außerdem die Wheatstone-Brücke abgeglichen werden. Dafür wird ein Oszilloskop (Rohde & Schwarz HMO1022) genutzt, das die Spannungen über die Widerstände R_1 und R_v ausliest. Sind die Spannungen gleich, ist die Brücke abgeglichen. Unterstützend kann am Lock-In Verstärker die Brückenspannung ausgelesen werden, welche für eine abgeglichene Brücke minimal werden muss. Der Probenwiderstand wird mit einem Multimeter (FLUKE115) gemessen.

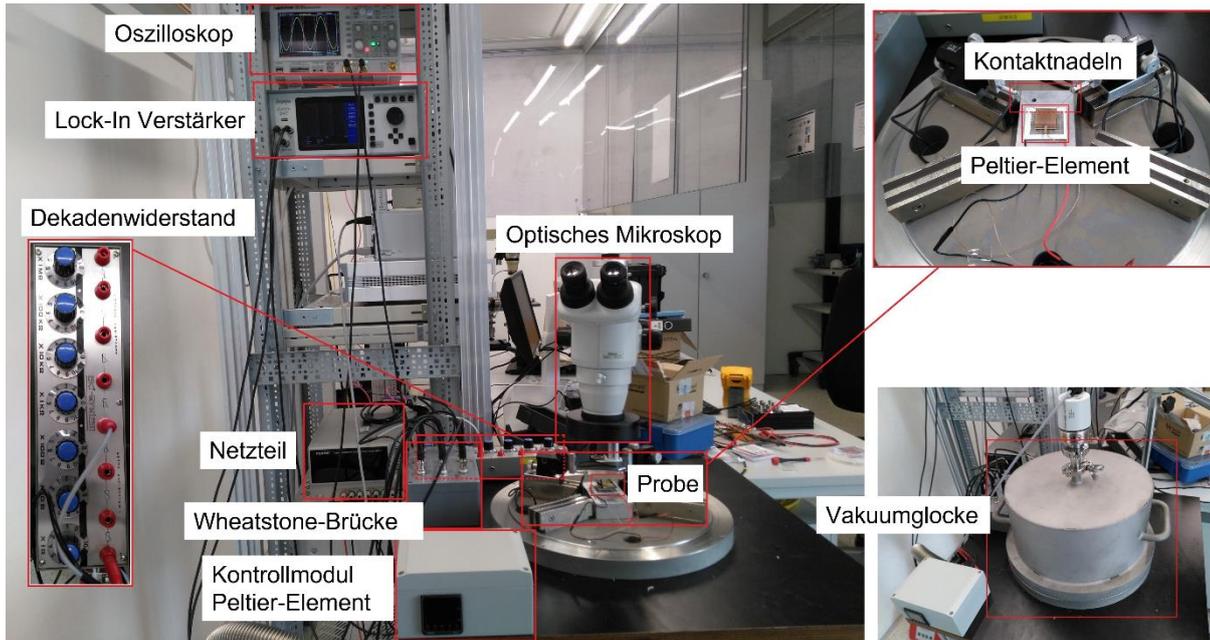


Abbildung 19 Aufbau des 3-Omega Messstands. Die gezeigten Elemente und deren Funktion wird im Text ausführlich erläutert.

Neben der eigentlichen 3-Omega Messung muss für jede Probe der Temperaturkoeffizient des Widerstands (TCR) bestimmt werden. Dazu muss die Probe erhitzt und dann bei definierten Temperaturen der Widerstand gemessen werden. Zum Erhitzen der Probe wird ein zweistufiges Kaskaden-Peltier-Element, sowie ein selbst gebautes Kontrollmodul genutzt. Sowohl das Peltier-Element als auch das Kontrollmodul werden durch ein TENMA 72-2645 DC power supply Netzteil versorgt. Zur allgemeinen Verbesserung der Messgenauigkeit steht der gesamte Aufbau auf einer schwingungsentkoppelten Grundplatte. Außerdem ist der Messstand unter einer Vakuumglocke aufgebaut und kann somit evakuiert (Pfeifer Vacuum Hi Cube Vacuum Pump) werden. Es hat sich aber gezeigt, dass bloßes Aufsetzen der Vakuumglocke einen ähnlichen Effekt wie eine Messung im Vakuum bewirkt. Deshalb wird aus Zeitgründen auf das Evakuieren verzichtet.

Kapitel 4

Probenlayout und Herstellung

4.1 Probenlayout

Alle Proben, die in dieser Arbeit untersucht werden, haben als Basis einen acht Zoll Silizium Wafer mit einer Dicke von ca. 730 μm . Das Silizium ist leicht p-dotiert mit Bor als Akzeptormaterial. Der spezifische elektrische Widerstand der Wafer liegt bei 9 – 18 $\Omega \cdot \text{cm}$. Auf dem Silizium werden die entsprechenden Schichten abgeschieden und auf der Schicht wird dann der 3-Omega Heizer aufgebracht. Die Heizer bestehen typischerweise aus Gold oder Aluminium mit dünnen Platin- und Titanschichten als Haftvermittler. Ein Heizer besteht dabei aus dem eigentlichen Heizelement und zwei viereckigen Kontaktpads auf jeder Seite. Diese werden benötigt, damit der Heizer an den Messstand angeschlossen werden kann. Auf jeder Probe sind Heizer verschiedener Längen und Breiten aufgebracht. **Tabelle 3** zeigt die verschiedenen Heizerkonfigurationen, die auf jeder Probe zu finden sind. Auf einem Wafer befinden sich 67 Sets mit jeweils allen Heizerstrukturen. Ein ganzer Wafer, sowie eine Probe und ein Heizer werden in **Abbildung 20** gezeigt.

Tabelle 3 Auflistung der verschiedenen Heizerstrukturen auf einer Probe. Gezeigt sind die verschiedenen Heizerlängen und die verschiedenen Heizerbreiten, die für die jeweiligen Längen verfügbar sind.

Heizerlänge [mm]	Heizerbreiten [μm]
9	1, 2, 5, 10, 20, 25
11	2, 5, 10, 20, 25
13	2, 5, 10, 20, 25
15	2, 5, 10, 20, 25
17	2, 5, 10, 20, 25

Der Abscheideprozess für die Heizer erzeugt keinen perfekt rechteckigen Heizerquerschnitt. Dies ist bedingt durch die Belichtungstechnik, die zur Abscheidung verwendet wird und muss bei der Bestimmung der Heizerbreite berücksichtigt werden. In **Abbildung 21** wird der Querschnitt eines Heizers gezeigt. Der Querschnitt weist eine Trapezform anstelle einer Rechteckform auf. Der Unterschied in Heizerbreite zwischen oberer Kante und unterer Kante beträgt abhängig von Heizerbreite, Heizermaterial und Schicht zwischen wenigen 100 nm und bis zu 2 μm . Für die Messung wird zwingend die untere Breite, also an der Grenze zur Schicht, benötigt. Das Vermessen mit einem Lichtmikroskop erzeugt dabei meist falsche Breiten, da es äußerst schwer ist, genau auf die Probenoberfläche zu fokussieren. In dieser Arbeit werden deshalb alle Heizerbreiten mit Hilfe einer AFM-Messung ermittelt.

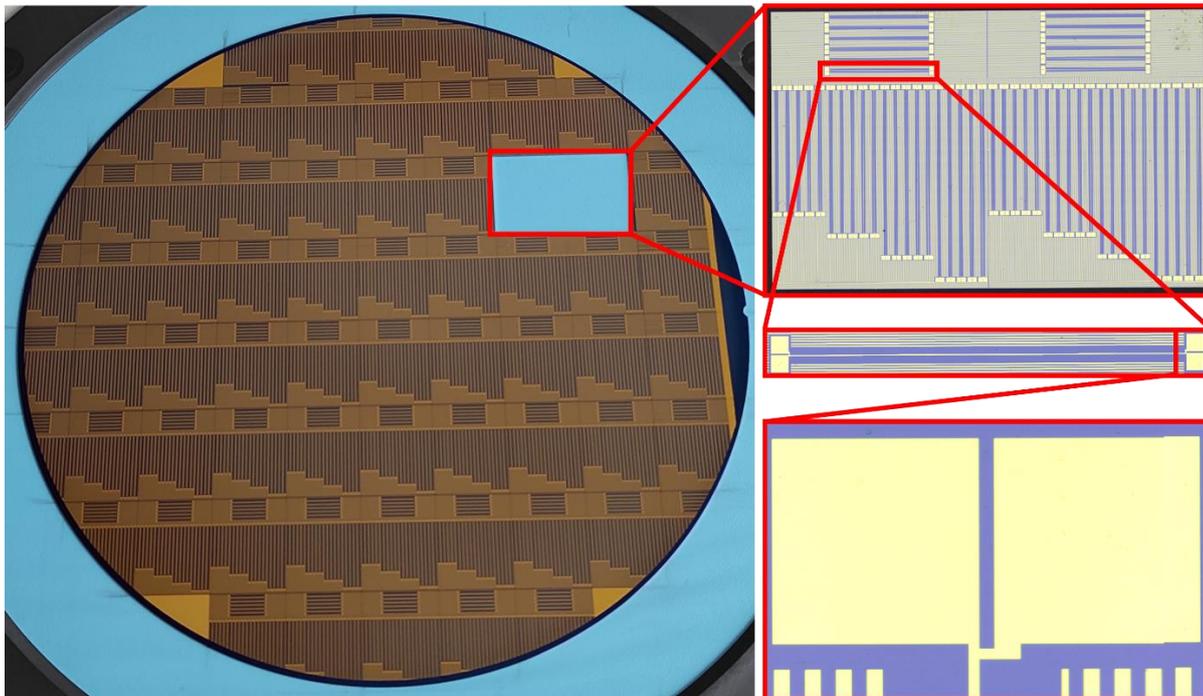


Abbildung 20 Links: Ganzer Wafer mit 67 Sets von Heizern. Rechts oben: Eine Probe mit zwei Sets von Heizern. Rechts mittig: Einzelner Heizer mit 9 mm Länge und 25 μm Breite. Rechts unten: Kontaktpads am Ende eines Heizers.

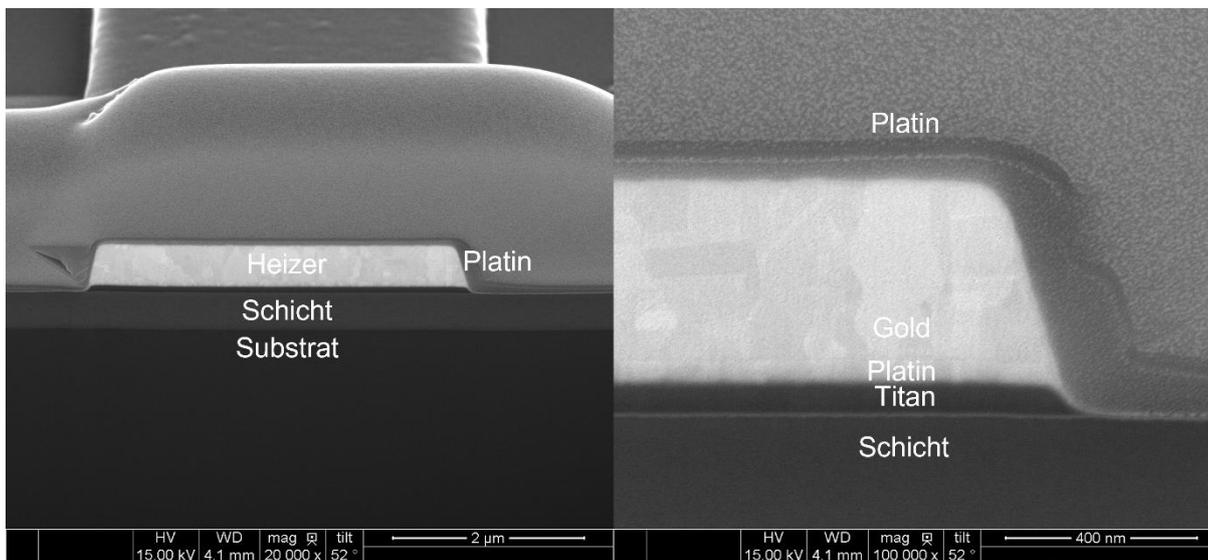


Abbildung 21 Rasterelektronenmikroskop- (REM) Aufnahme eines Heizers im Querschnitt. Der Schnitt wurde mittels Focused Ion Beam (FIB)-Cut erzeugt. Die Platinschicht, die die Probe umgibt, dient zum Schutz beim FIB-Cut und ist auf den normalen Proben nicht vorhanden. Links: Gesamter Heizer im Querschnitt auf einer SiO_2 -Schicht auf Si-Substrat. Rechts: Rechte Flanke des Heizers. Zu sehen ist ein Goldheizer mit einer dünnen Platin- und Titanschicht als Haftvermittler.

4.2 Probenherstellung

4.2.1 Schichtabscheidung

Alle Proben sind auf Basis eines p-Typ (100) Siliziumwafers mit spezifischem elektrischem Widerstand von $9 - 18 \Omega \cdot \text{cm}$ hergestellt. Bevor die Schichten darauf abgeschieden werden, wird jeder Wafer einer RCA-Reinigung unterzogen. Sie besteht aus einem Standard Clean 1 (SC1) mit NH_4OH , H_2O_2 und H_2O im Verhältnis 1:2:50 und einem Standard Clean 2 (SC2) mit HCl , H_2O_2 und H_2O im Verhältnis 1:2:50. Zwischen allen Schritten werden die Wafer mit deionisiertem Wasser gespült und am Ende zusätzlich mit Stickstoffgas (N_2) getrocknet.

Die SiO_2 -Schichten werden entweder mittels plasmaunterstützter chemischer Gasphasenabscheidung (engl. plasma enhanced chemical vapor deposition; kurz PECVD) bei einer Prozesstemperatur von 400°C abgeschieden oder als thermisches Feuchtoxid. Bei ersterem kommt Silan und N_2O als Prozessgas zum Einsatz. Bei letzterem wird der Si-Wafer bei 1000°C gasförmigem H_2O ausgesetzt, sodass die Waferoberfläche oxidiert und somit zu SiO_2 umgewandelt wird.

Die Si_3N_4 -Schichten werden wie ein Teil der SiO_2 -Schichten ebenfalls mittels PECVD abgeschieden. Als Prozessgase kommt hier allerdings neben Silan reiner Stickstoff (N_2) zum Einsatz.

Die BN-Schichten werden mittels reaktiver Gleichstrom-Kathodenzerstäubung (engl. Reactive DC sputter deposition) hergestellt, ebenso wie die AlN-Schichten. Die Prozessgase sind in beiden Fällen Ar und N_2 . Ar-Ionen werden dabei in Richtung des Targets (B oder Al) beschleunigt und kollidieren anschließend damit. Dadurch werden B- oder Al-Atome aus dem Target herausgeschlagen und reagieren dann an der Probenoberfläche mit Stickstoff zur jeweiligen Schicht. Die genauen Prozessparameter für alle Schichten sind in **Tabelle 4** einzusehen.

Tabelle 4 Auflistung aller Proben mit verschiedenen Herstellparametern. Neben Material und Abscheideprozess sind die Prozesstemperatur und Prozessgase gegeben.

Material	Prozess	Temperatur [$^\circ\text{C}$]	Gas
SiO_2	PECVD	400	Silan + N_2O
SiO_2	Thermisches Feuchtoxid	1000	H_2O
BN	Reaktives DC Sputtern	50 – 400	Ar + N_2
Si_3N_4	PECVD	400	Silan + N_2
AlN	Reaktives DC Sputtern	50 – 400	Ar + N_2

4.2.2 Heizerabscheidung

Die Heizstruktur für die Ti/Pt/Au-, Ti/Ni- und Ti/Ni+Cr-Heizer werden durch Elektronenstrahlverdampfen (engl. electron-beam physical vapor deposition; kurz e-beam PVD) und einen Lift-off-Prozess abgeschieden. Das Lift-off-Verfahren beginnt damit, dass die Lackhaftung auf dem Wafer mittels Hexamethyldisilazan (HMDS) erhöht wird. Anschließend

wird ein 2,2 μm dicker Negativlack durch Spin-Coating aufgebracht und bei 110 °C ausgeheizt. Danach erfolgt die Belichtung des Lacks mit einem Stepper Belichter bei 365 nm (i-Linie) und einem für diese Versuche entwickeltem Reticle. Anschließend wird die Probe ein weiteres Mal erhitzt. Danach muss der Fotolack 90 Sekunden lang in einem Entwicklerbad auf der Basis von Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH) entwickelt werden. Dabei lösen sich alle nicht belichteten Bereiche des Fotolacks. Anschließend werden die Heizmaterialien über die gesamte Oberfläche der Probe durch Elektronenstrahlverdampfen abgeschieden. Nun kann der Photolack mit 1-Methyl-2-Pyrrolidon (NMP) und Ultraschallunterstützung entfernt werden. Dabei verschwinden auch die überflüssigen Heizmaterialien auf dem Fotolack. Der Abscheideprozess der Heizer ist damit abgeschlossen und die Probe wird ein letztes Mal mit deionisiertem Wasser gereinigt und mit Stickstoffgas getrocknet. Die Prozessschritte sind in **Abbildung 22** dargestellt.

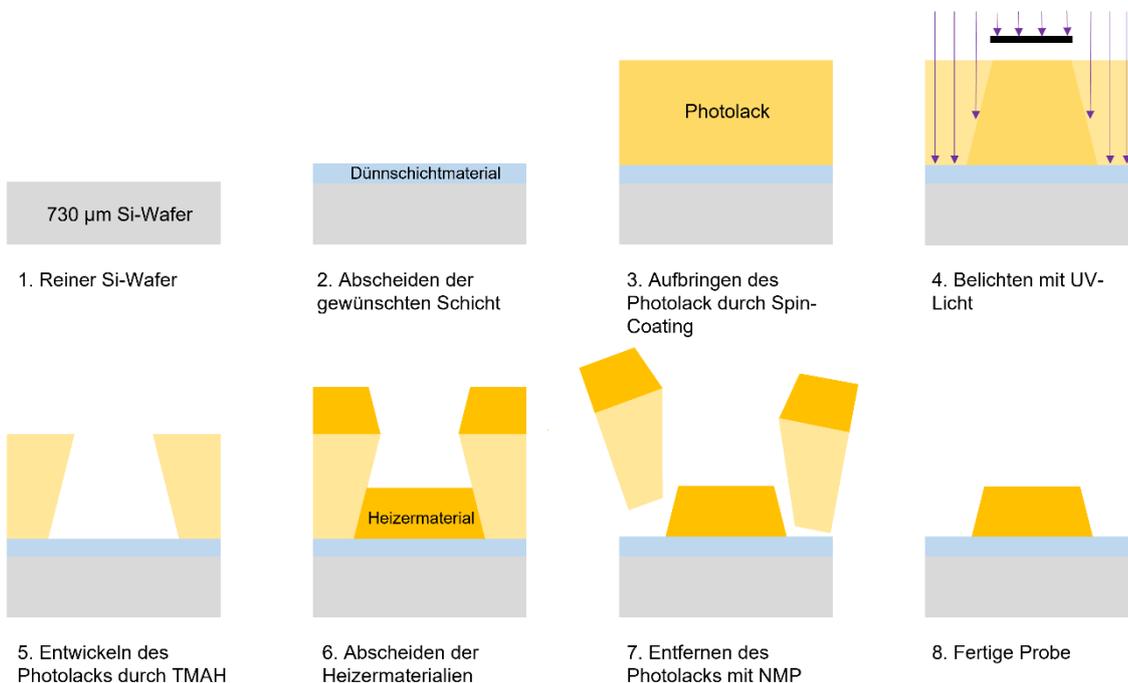


Abbildung 22 Illustration des Herstellprozesses der Heizerstrukturen für Ti/Pt/Au-, Ti/Ni- und Ti/Ni+Cr-Heizer.

Im Gegensatz zu den anderen Heizmaterialien werden die Al-Heizer geätzt. Dadurch ergibt sich eine vertauschte Reihenfolge der Prozessschritte.

Als erstes erfolgt die ganzflächige Abscheidung von Al auf der Dünnschicht mittels Gleichstrom-Kathodenzerstäubung. Anschließend wird der Photolack aufgebracht und strukturiert. Im Gegensatz zum anderen Verfahren verwendet man hier Positivlack. Es bleiben also alle Bereiche des Lacks erhalten, welche nicht belichtet wurden. Nach dem Entwickeln wird das Heizmaterial durch reaktives plasma-unterstütztes Ionenätzen strukturiert und im letzten Schritt wird dann der restliche Photolack mit O₂-Plasma entfernt. Der gesamte Prozess wird in **Abbildung 23** gezeigt.

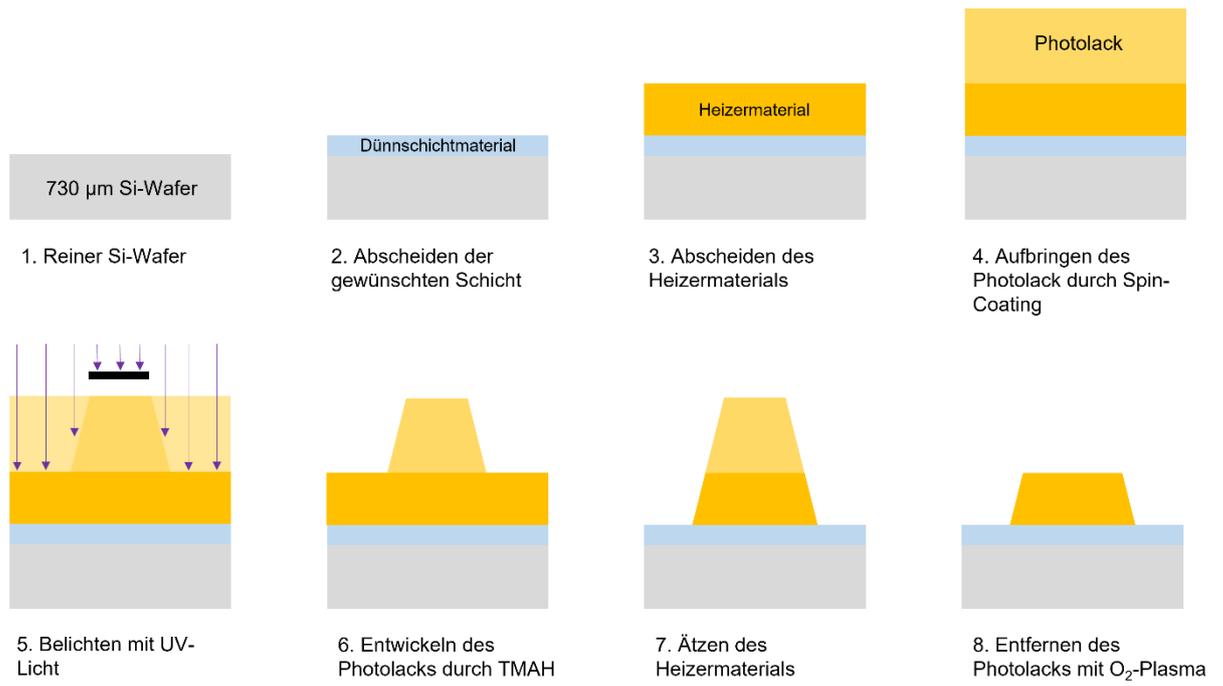


Abbildung 23 Illustration des Herstellprozesses der Heizerstrukturen für Al-Heizer.

Kapitel 5

Analyse verschiedener Heizerparameter

In Kapitel 3.4 werden alle nötigen theoretischen Voraussetzungen genannt, die bei der Auswahl von Heizerstrukturen zu berücksichtigen sind. Es wird ersichtlich, dass für die 3-Omega Methode keine beliebigen Heizer verwendet werden dürfen. In diesem Kapitel werden verschiedene Strukturen auf Basis der vorher genannten Voraussetzungen getestet. Außerdem werden verschiedene Heizermaterialien untersucht und näher auf die Heizerhöhe eingegangen. Diese wird durch die Voraussetzungen in Kapitel 3.4 nicht berücksichtigt.

5.1 Heizermaterial

Bei der Wahl des Heizermaterials spielen verschiedene Faktoren eine wichtige Rolle. Für ein präzises Ergebnis wird vom Heizermaterial ein hoher TCR erwartet, weshalb häufig reine Metalle verwendet werden. Ein hoher TCR sorgt dafür, dass selbst bei kleinen Temperaturänderungen des Heizers seine Widerstandsänderung groß ist und somit die messbare Spannung einen höheren Ausschlag liefert. Für eine einfache Berechnung sollte der TCR zudem linear verlaufen.

Neben den theoretischen Überlegungen spielen noch einige praktische Voraussetzungen wie Verfügbarkeit und Verarbeitbarkeit des Materials, sowie dessen spezifischer elektrischer Widerstand, eine Rolle. Der Widerstand ist hier wichtig, da der Messaufbau nur eine endlich große Anregespannung ausgeben kann und bei zu hohem Heizerwiderstand keine ausreichende Heizleistung erzeugt werden kann.

Tabelle 5 Verschiedene Heizermaterialien und zugehöriger elektrischer Widerstand, Heizleistung und TCR stellvertretend für einen 17 mm langen und 25 μm breiten Heizer.

Material	Ti/Pt/Au	Ti/Ni	Ti/Ni+Cr(80/20)	Al
Heizerhöhe [nm]	60/60/500	60/100	60/100	950
Elektrischer Widerstand [Ω]	34	779	3871	23
Heizleistung [mW]	103	12	2,6	105
TCR [1/K]	0,00290	0,00375	0,00140	0,00365

Im Folgenden werden vier verschiedene Heizmaterialien untersucht. Die einzelnen Materialien werden hinsichtlich elektrischem Widerstand, resultierender Heizleistung und TCR stellvertretend für einen 17 mm langen und 25 µm breiten Heizer verglichen. Die Ergebnisse können in **Tabelle 5** eingesehen werden.

Untersucht wurde Gold mit einer Titan- und Platin-Schicht als Haftvermittler, Nickel mit einer Titan-Schicht als Haftvermittler, Nickel-Chrom im Verhältnis 80/20 mit einer Titan-Schicht als Haftvermittler und Aluminium. Die Gold- und Nickel-Heizer werden mittels Lift-Off Prozess strukturiert, die Aluminium-Heizer werden geätzt. Die unterschiedlichen Heizerdicken ergeben sich durch Limitierungen im Herstellprozess. Es zeigt sich, dass die Gold- und Aluminium-Heizer durch ihre große Höhe einen größeren Heizerquerschnitt und damit einen kleineren Widerstand besitzen. Somit kann eine größere Heizleistung erzeugt werden. Die Gold-, Nickel- und Aluminium-Heizer zeichnen sich durch einen sehr hohen TCR aus, wobei der TCR des Nickel-Heizers am höchsten ist. Auffällig ist zudem eine äußerst atypische Messkurve beim Nickel-Chrom-Heizer. Eine solche Messkurve und eine typische Messkurve zum Vergleich werden in **Abbildung 24** gezeigt.

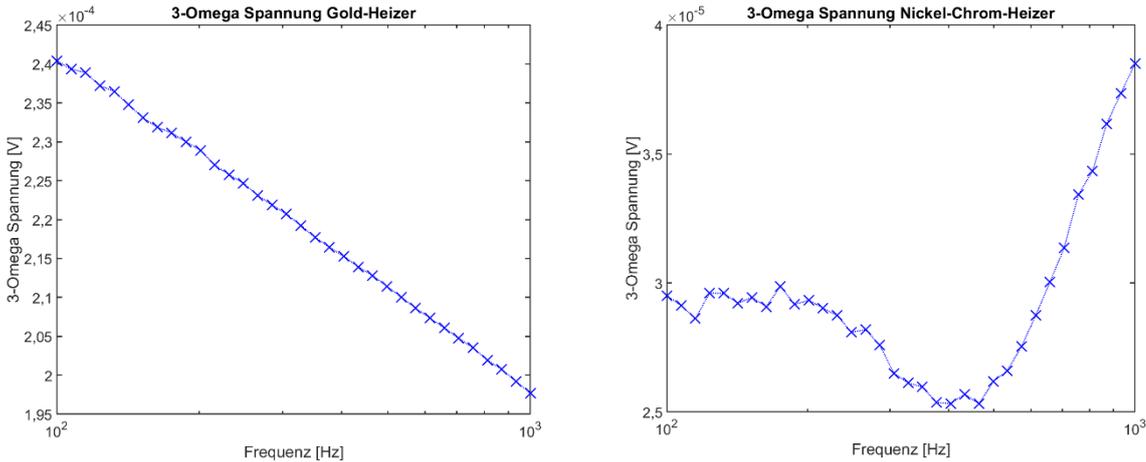


Abbildung 24 3-Omega Spannung über einen Heizer für zwei verschiedene Heizmaterialien. Links: Messkurve eines Gold-Heizers. Dies ist eine typische Messkurve wie sie erwartet wird. Zu sehen ist ein linearer Zusammenhang zwischen logarithmischer Frequenz und Messspannung. Rechts: Messkurve eines Nickel-Chrom-Heizers. Verhalten der Messkurve ist atypisch. Diese Messung kann nicht sinnvoll ausgewertet werden.

Als Ergebnis wird festgehalten, dass Aluminium als Heizmaterial am besten geeignet ist. Gold ist das zweitbeste Material. Die Aluminiumheizer werden allerdings durch Ätzen strukturiert. Dabei besteht stets die Gefahr, dass die zu untersuchende Schicht angegriffen wird. Zudem ist die Abweichung von Prozess zu Prozess unterschiedlich, was jedes Mal zu leicht unterschiedlichen Heizern führt. Die Gold-Heizer werden hingegen mit einem Lift-Off Prozess strukturiert, der schonend für die Schicht ist und eine hohe Wiederholgenauigkeit aufweist. Aus diesem Grund wird Gold als Standardmaterial für Heizer in dieser Arbeit verwendet.

5.2 Heizerhöhe

Nachdem in Kapitel 5.1 Gold als Standardmaterial für die Heizer definiert wird und der Herstellprozess für Gold eine gewisse Freiheit bezüglich der Heizerhöhe zulässt, werden in diesem Abschnitt drei verschiedene Heizerhöhen verglichen. Das Verhältnis der Titan-, Platin- und Goldschicht bleibt dabei gleich und ist wie in **Tabelle 5** beschrieben. Die Heizerhöhe sollte laut Theorie keinen Einfluss auf das Messergebnis haben. Es wird erwartet, dass die Hauptunterschiede durch die unterschiedlichen Heizerwiderstände und die somit unterschiedliche Heizleistung zustande kommen. Die Ergebnisse des Vergleichs sind in **Tabelle 6** einzusehen.

Tabelle 6 Vergleich dreier Heizerhöhen von verschiedenen Heizerstrukturen mit Längen zwischen 9 mm und 17 mm und Breiten zwischen 10 μm und 25 μm . Gezeigt wird immer der kleinste und größte Wert aller Heizer. Untersucht wird der Heizerwiderstand und die daraus resultierende Heizleistung, die 3-Omega Spannung und die Temperaturamplitude durch die Schicht, sowie der TCR eines 500 nm dicken thermischen SiO_2 . Da der TCR von der Heizergeometrie unabhängig ist, wird hier ein Mittelwert angegeben.

Heizerhöhe [nm]	620	310	102
Heizerwiderstand [Ω]	33 – 55	66 – 112	235 – 404
Heizleistung [W]	0,09 – 0,1	0,06 – 0,084	0,022 – 0,036
3-Omega Spannung über Heizer [μV]	228 – 581	237 – 472	122 – 186
Temperaturamplitude durch Schicht ΔT_f [K]	0,09 – 0,25	0,08 – 0,19	0,04 – 0,07
TCR	0,0029	0,00272	0,00236

Wie erwartet steigt der Widerstand der Heizer für kleinere Heizerhöhen. Dadurch sinkt die Heizleistung und somit auch die 3-Omega Spannung und die Temperaturamplitude, die durch die Schicht erzeugt wird. Die kleinere Heizleistung hat für die 310 nm dicken Heizer noch wenig Einfluss auf die Messwerte. Erst beim 102 nm dicken Heizer wird ein deutlicher Abfall ersichtlich. Zusätzlich fällt auf, dass der TCR mit sinkender Heizerhöhe kleiner wird. Somit verschlechtert sich für Gold mit niedriger Heizerhöhe auch die Sensitivität. Ähnlich wie bei den Messwerten schlägt sich dieser Effekt auch erst für den 102 nm dicken Heizer bemerkbar nieder.

Es zeigt sich, dass ein dickerer Gold-Heizer größere Messsignale erzeugt und eine erhöhte Sensitivität besitzt. Eine merkliche Verschlechterung der Messungen tritt unterhalb einer Heizerhöhe von 310 nm auf. Für diese Arbeit werden deshalb im Normalfall Gold-Heizer mit der Höhe 620 nm gewählt.

5.3 Heizerbreite und -länge

Nachdem in Kapitel 5.1 und Kapitel 5.2 bereits Heizermaterial und -höhe gefunden wurden, werden in diesem Abschnitt Heizerbreiten und -längen untersucht. Dabei werden nur Heizer verwendet, die alle Kriterien aus Kapitel 3.4 erfüllen. Es werden verschiedene Heizer mit

Längen zwischen 9 mm und 17 mm und Breiten zwischen 5 μm und 25 μm untersucht. Die nominellen Heizerkonfigurationen können in **Tabelle 7** eingesehen werden.

Tabelle 7 Heizerlängen und die zugehörigen Heizerbreiten für die Untersuchung verschiedener Heizerkonfigurationen. Es ergeben sich insgesamt 20 verschiedene Heizer.

Heizerlänge [mm]	Heizerbreite [μm]
9	5, 10, 20, 25
11	
13	
15	
17	

Es werden alle Heizer auf derselben Probe aufgebracht wie es in Kapitel 4.1 gezeigt wird und mehrmals vermessen. Untersucht wird dabei die berechnete thermische Leitfähigkeit der Probe. Diese sollte unabhängig vom verwendeten Heizer gleich sein, da alle Kriterien aus Kapitel 3.4 erfüllt wurden. Untersucht wird eine 500 nm dicke SiO_2 -Schicht und eine 330 nm dicke BN-Schicht. Alle Messungen werden mit der klassischen Auswertemethode wie in Kapitel 3.1 beschrieben und einer Regressionsanalyse basierend auf Gleichung (110) aus Kapitel 3.3 ausgewertet. Die Ergebnisse für die SiO_2 -Probe werden in **Abbildung 25** dargestellt. Es wird klar ersichtlich, dass die einzelnen Heizer stark abweichende Ergebnisse liefern, obwohl diese laut Theorie gleich sein sollten. Zusätzlich sieht man, dass die Abweichung für verschiedene Heizerlängen bei steigender Heizerbreite zunimmt. Es ist außerdem ein Aufwärtstrend der thermischen Leitfähigkeit für steigende Heizerbreiten zu erkennen.

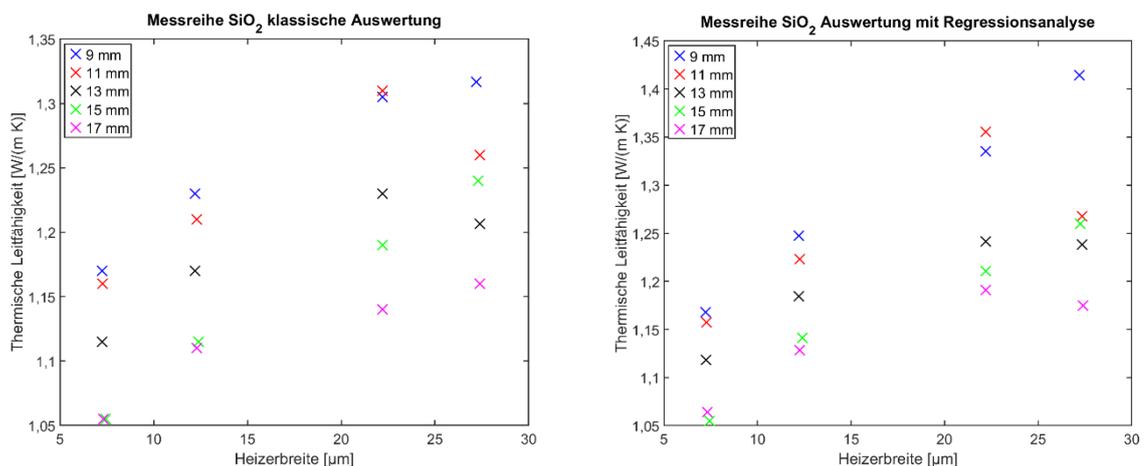


Abbildung 25 Thermische Leitfähigkeit einer 500 nm dicken SiO_2 -Schicht (thermisches Oxid). Die Legende zeigt die jeweiligen Heizerlängen. Die Heizerbreiten werden auf der x-Achse gezeigt. Links: Klassische Auswertung. Rechts: Auswertung mit Regressionsanalyse.

Abbildung 26 zeigt die Ergebnisse für die BN-Probe. Auch hier werden starke Abweichungen zwischen den einzelnen Heizern, sowie der Trend steigender Abweichungen für größere Heizerbreiten festgestellt. Im Gegensatz zur ersten Probe stellt man hier einen Abwärtstrend der thermischen Leitfähigkeit für steigende Heizerbreiten fest.

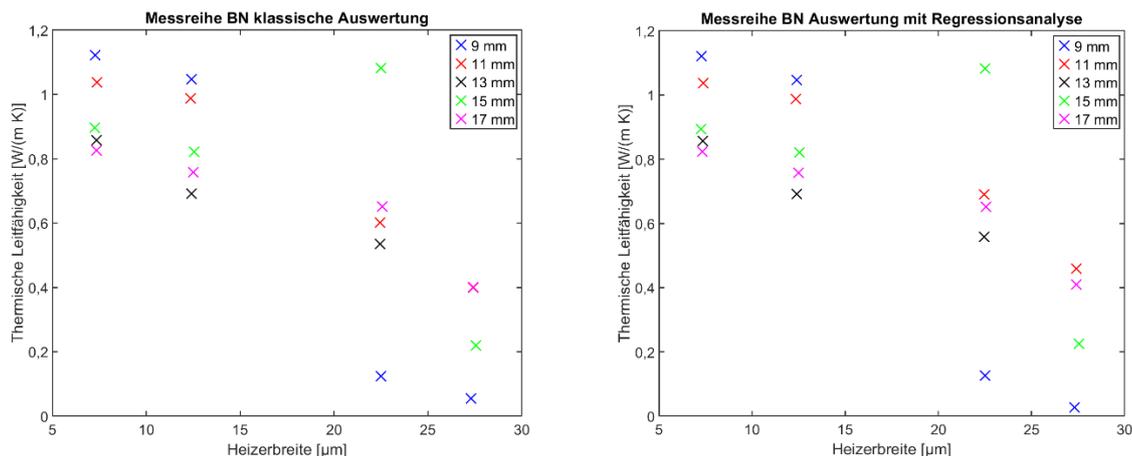


Abbildung 26 Thermische Leitfähigkeit einer 330 nm dicken BN-Schicht. Die Legende zeigt die jeweiligen Heizerlängen. Die Heizerbreiten werden auf der x-Achse gezeigt. Links: Klassische Auswertung. Rechts: Auswertung mit Regressionsanalyse.

Die Ergebnisse der beiden Proben zeigen, dass trotz aller eingehaltener Kriterien die Ergebnisse für verschiedene Heizerkonfigurationen stark voneinander abweichen und auch kein allgemeiner Trend hinsichtlich einer gemeinsamen Leitfähigkeit für verschiedene Heizer ersichtlich ist. Dies wird durch die Ergebnisse in **Tabelle 8** zusätzlich verdeutlicht. Für die SiO₂-Probe ergibt sich eine maximale Abweichung der thermischen Leitfähigkeit zwischen zwei unterschiedlichen Heizern von 0,26 W/(m*K) bzw. 0,36 W/(m*K). Dies entspricht ca. 22% bzw. 30% des Mittelwerts. Für die BN-Probe ergibt sich eine maximale Abweichung zwischen zwei unterschiedlichen Heizern von 1,07 W/(m*K) bzw. 1,09 W/(m*K). Dies entspricht ca. 155% bzw. 156% des Mittelwerts. Die Mittelwerte der beiden Auswertemethoden stimmen für jede Probe gut überein. Nachdem auf diese herkömmlichen Weisen keine zufriedenstellenden Ergebnisse erzielbar sind, wird in Kapitel 6 eine neue Art der Auswertung vorgestellt.

Tabelle 8 Auswertung der Messergebnisse einer 500 nm dicken SiO₂-Schicht und einer 330 nm dicken BN-Schicht für verschiedene Heizergeometrien. Zu sehen sind der Mittelwert aller Messungen, sowie Minimal-, Maximalwert und die maximale Abweichung zweier Heizer jeweils für beide Proben und beide Auswertemethoden.

Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]	SiO ₂		BN	
	Klassisch	Regression	Klassisch	Regression
Mittelwert	1,19	1,21	0,69	0,70
Minimalwert	1,06	1,05	0,05	0,03
Maximalwert	1,32	1,41	1,12	1,12
Maximale Abweichung	0,26	0,36	1,07	1,09

Kapitel 6

Simultane Auswertung mehrerer 3-Omega Messungen

6.1 Problemdefinition

Bisher wurde angenommen, dass Heizer, die alle Anforderungen aus Kapitel 3.4 erfüllen, zuverlässig die thermische cross-plane Leitfähigkeit mit der 3-Omega Methode ermitteln können. Dies wurde in Kapitel 5.3 widerlegt. Es wurde gezeigt, dass verschiedene Heizer teils stark voneinander abweichende Ergebnisse liefern, obwohl sie alle Anforderungen erfüllen. Das gleiche Problem wurde bereits in Kühnel et al. (2022) [184] angesprochen. Die dort beschriebene Lösung beinhaltet umfangreiche Referenzmessungen eines bekannten Materials mit Parametern, die ähnlich zu denen der zu vermessenden Probe sind. Dieser Ansatz funktioniert gut für Proben mit thermischen Leitfähigkeiten $< 1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, ist allerdings sehr aufwendig und aufgrund seiner Limitierung nicht allgemeingültig. Das Problem lässt sich auch nicht durch bisherige verbesserte Auswertemethoden, wie in Kapitel 3.3 beschrieben, beheben (siehe Kapitel 5.3).

In diesem Kapitel soll deshalb eine neue Auswertemethode entwickelt werden, die das oben genannte Problem der heizerabhängigen Messergebnisse beseitigt. Dazu verwendet wird Gleichung (110). Diese wird in bisherigen Auswerteverfahren für eine Regressionsanalyse verwendet. Es wird also so lange über die gemessenen Temperaturamplituden eines Heizers für verschiedene Messfrequenzen gefittet, bis die Abweichung zwischen Mess- und Fitwerten ein Minimum erreicht. Dazu wird in Gleichung (110) der Wert der thermischen Leitfähigkeit verändert. Erreicht die Abweichung ein Minimum, wird der aktuelle Wert der Leitfähigkeit als Ergebnis akzeptiert. Die neue Methode nutzt einen ähnlichen Ansatz, es sollen aber verschiedene Heizer parallel betrachtet werden.

Die folgenden Kapitel gehen genauer auf das Konzept der neuen Auswertemethode und die Gruppe der Heizer, die benutzt werden, ein. Außerdem wird mittels alternativer Methoden die Richtigkeit der ermittelten Ergebnisse überprüft und somit die neue Auswertemethodik verifiziert. Anschließend erfolgt eine Bestimmung der Modellgüte und Standardabweichung der Ergebnisse sowie eine Ermittlung der Grenzen der Methode hinsichtlich Schichtdickenauflösung und maximaler thermischer Leitfähigkeit.

6.2 Konzept der entwickelten Auswertemethode

Die neu entwickelte Auswertemethode basiert auf der, in Kapitel 3.3 vorgestellten Methode, allerdings werden Heizer verschiedener Geometrien innerhalb der gestellten Anforderungen vermessen und simultan einer Regressionsanalyse unterzogen. Im Folgenden sei Gleichung (110) $f(x)$, wobei x den zu fittenden Parametern entspricht. Für n durchgeführte Messungen werden n Funktionen der Form

$$f_n(k_f, R_b, R_{th,n}) \quad (128)$$

gebildet, wobei k_f der thermischen Leitfähigkeit der Schicht, $R_{th,n}$ dem jeweiligen thermischen Übergangswiderstand zwischen Heizer und Schicht und R_b dem thermischen Übergangswiderstand zwischen Schicht und Substrat entspricht. Diese Funktionen werden in einer einzelnen Funktion

$$F(k_f, R_b, R_{th,1} \dots R_{th,n}) = \begin{cases} f_1(k_f, R_b, R_{th,1}) & \text{für Messung 1} \\ \vdots & \vdots \\ f_n(k_f, R_b, R_{th,n}) & \text{für Messung } n \end{cases} \quad (129)$$

zusammengefasst. Die Regressionsanalyse wird nun für $F(k_f, R_b, R_{th,1} \dots R_{th,n})$ durchgeführt. Auf diese Weise werden alle Messungen simultan gefittet und man erhält einen Ergebnisvektor der Form

$$(k_f \quad R_b \quad R_{th,1} \quad \dots \quad R_{th,n}). \quad (130)$$

Da Messungen verschiedener Heizer in die Regressionsanalyse mit einfließen, erhält man ein Ergebnis, das unabhängig von einzelnen Heizergeometrien ist.

Der Übergangswiderstand R_b muss nicht zwingend ermittelt werden. Vor der Regressionsanalyse wird zusätzlich mit Gleichung (111) die thermische Leitfähigkeit des Substrats k_s bestimmt.

6.3 Definieren der Heizergruppe

Für die im vorherigen Kapitel erläuterte Auswertemethode wird ein Satz Heizer mit verschiedenen Geometrien benötigt, um am Ende ein heizerunabhängiges Ergebnis zu erhalten. Das Vermessen vieler verschiedener Heizer ist allerdings sehr zeitaufwändig. Dementsprechend soll im Folgenden eine Gruppe Heizer definiert werden, die ein möglichst präzises Ergebnis mit einer kleinen Anzahl an Heizern liefert. Dazu werden möglichst viele verschiedene Heizer einer Probe vermessen und anschließend in unterschiedliche Gruppen aufgeteilt, welche dann ausgewertet werden. Die Gruppe mit allen Heizern dient dabei als Referenz, da angenommen wird, dass mit allen Heizern das beste Ergebnis erzeugt werden kann. Untersucht wird eine 100 nm dicke Si_3N_4 -Schicht auf Si-Substrat. Die unterschiedlichen Heizerstrukturen, sowie die Gruppeneinteilung und die Ergebnisse können in **Tabelle 9** eingesehen werden.

Tabelle 9 Übersicht über alle vermessenen Heizer sowie die verschiedenen gebildeten Gruppen und die ermittelte thermische Leitfähigkeit. Die erste Zeile zeigt alle möglichen Heizergeometrien mit ihren verschiedenen Längen und Breiten. Die letzte Spalte zeigt die ermittelte thermische Leitfähigkeit. Die einzelnen Gruppen enthalten alle Heizer (Gruppe 1), nur kurze Heizer (Gruppe 2), nur lange Heizer (Gruppe 3), den jeweils schmalsten Heizer einer jeden Länge (Gruppe 4) und den jeweils breitesten Heizer einer jeden Länge (Gruppe 5).

Länge [mm] Breite [μm]	9 10	11 10	13 10	13 20	15 10	15 20	15 25	17 10	17 20	17 25	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]
Gruppe 1 Alle	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	1,13
Gruppe 2 Kurze	x	x									1,06
Gruppe 3 Lange								x	x	x	1,12
Gruppe 4 Schmalste	x	x	x		x			x			1,09
Gruppe 5 Breiteste	x	x		x			x			x	1,13

Es zeigt sich, dass die Gruppen 3 und 5 am nächsten am Referenzwert von Gruppe 1 liegen. Es wird sich für Gruppe 5 entschieden, da hier eine größere Variation innerhalb der Heizergeometrien zu finden ist und laut Theorie breitere Heizer auch bessere cross-plane Ergebnisse erzeugen sollen.

6.4 Verifizieren der Simultanauswertung

Die neu entwickelte Auswertemethode soll nun mit der in Kapitel 6.3 gefundenen Heizergruppe getestet und die Ergebnisse verifiziert werden. Dazu werden drei verschiedene Ansätze verfolgt. Zur Verifizierung der Ergebnisse werden Vergleichsmessungen mit einer anderen, kommerziell verfügbaren Messmethode durchgeführt. Anschließend erfolgt die Untersuchung einer größeren Messreihe von SiO_2 -Proben verschiedener Schichtdicken. Hier wird der Zusammenhang zwischen Schichtdicke und gemessener thermischer Leitfähigkeit untersucht. Auf diese Weise kann die Stimmigkeit der Messergebnisse innerhalb der Messreihe überprüft werden und somit Rückschlüsse auf die Güte der Ergebnisse gezogen werden. Zu guter Letzt wird anhand zweier Proben überprüft, ob die Auswertemethodik tatsächlich die thermische cross-plane Leitfähigkeiten misst, oder ein Mischergebnis aus cross- und in-plane Leitfähigkeit ausgibt.

6.4.1 Vergleichsmessungen mit TDTR

Für die Vergleichsmessungen wird das Gerät Netzsch PicoTR der Firma Netzsch-Gerätebau GmbH im FF Modus verwendet. Dieses misst die thermische Leitfähigkeit mit einer Time Domain Thermoreflectance (TDTR) Methode (siehe Kapitel 2.3.2). Die TDTR Methode wird als Vergleich genutzt, da bereits gezeigt wurde, dass die 3-Omega Methode und TDTR gut vergleichbar sind [193]. Der FF Modus bedeutet, dass sowohl Anrege-, als auch Messlaser von

oben auf die Probe strahlen. Da für die 3-Omega Methode Heizer auf der Probe benötigt werden und für das PicoTR eine reflektierende Transducer-Schicht, können nicht die gleichen Proben verwendet werden. Um möglichst gute Übereinstimmung zu erhalten, werden alle Proben am gleichen Tag innerhalb des gleichen Prozesses hergestellt. Nur die Postprozessierung (Heizer oder Transducer) weicht entsprechend der Messmethode ab. Untersucht wurden jeweils zwei SiO₂-Schichten, eine BN-Schicht und eine AlN-Schicht. Die Proben wurden so gewählt, dass sowohl ein Material mit kleiner und ein Material mit großer thermischer Leitfähigkeit untersucht wird. Die Ergebnisse können in **Tabelle 10** eingesehen werden. Es zeigt sich, dass die Ergebnisse aller Messungen sehr gut übereinstimmen.

Tabelle 10 Probenkonfigurationen und zugehörige gemessene thermische Leitfähigkeit jeweils einmal mit der TDTR-Methode und einmal mit der 3-Omega Methode. Die Messfehler bei der 3-Omega Methode werden mit der in Kapitel 6.6 vorgestellten Methode berechnet.

Probe	Material	Schichtdicke [nm]	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]	
			PicoTR	3-Omega Methode
1	SiO ₂	431	0,96	0,94 ± 0,02
2	SiO ₂	859	1,09	1,00 ± 0,03
3	BN	840	3,01	3,00 ± 0,06
4	AlN	858	52	54 ± 0,55

6.4.2 Untersuchen der Korrelation zwischen Schichtdicke und thermischem Schichtwiderstand

Laut Yamane et al. [187] und Kim et al. [92] besteht ein linearer Zusammenhang zwischen Schichtdicke d_f und thermischem Schichtwiderstand R_f [194, 195]

$$R_f = \frac{d_f}{k_f}, \quad (131)$$

sofern sich die Beschaffenheit einer Schicht nicht mit der Schichtdicke ändert. k_f ist hier die thermische Leitfähigkeit der Schicht. Im Folgenden wird eine Reihe verschieden dicker SiO₂-Schichten auf Si-Substrat untersucht. Da das SiO₂ amorph und homogen aufwächst, verändert sich die Struktur nicht mit der Schichtdicke. Somit sollte ein linearer Zusammenhang zwischen Schichtdicke und thermischem Schichtwiderstand R_f erkennbar sein. Die exakten Schichtdicken, sowie die ermittelten thermischen Leitfähigkeiten finden sich in **Tabelle 11**.

Tabelle 11 Ergebnisse der Messreihe der SiO₂-Proben. Zu sehen sind die verschiedenen Schichtdicken und die jeweils gemessene thermische Leitfähigkeit.

Schichtdicke [nm]	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]
5,8	0,16
10,7	0,26
20,3	0,39
29,9	0,48
49,8	0,65
110	0,73
431	0,94
859	1,00

Abbildung 27 zeigt die thermische Leitfähigkeit aufgetragen gegen die Schichtdicke und auch den thermischen Schichtwiderstand aufgetragen gegen die Schichtdicke. Es ist ein klarer linearer Zusammenhang erkennbar. Dieser wird verdeutlicht durch eine Fitgerade mit $R^2 = 0,9995$. Die Ergebnisse zeigen somit Sinnhaftigkeit und unterstützen die These, dass die mit der neuen Auswertemethode erzeugten Ergebnisse glaubwürdig sind.

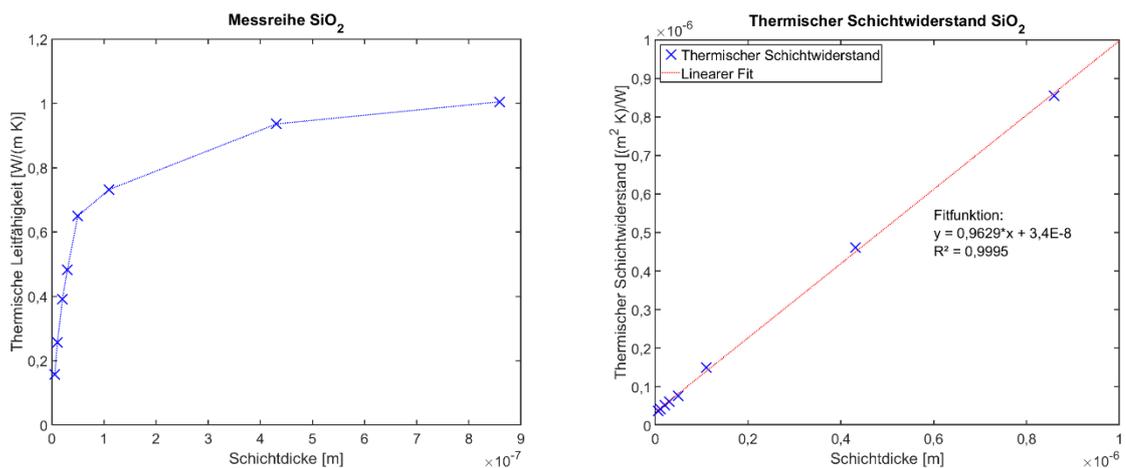


Abbildung 27 Links: Gemessene thermische Leitfähigkeit von SiO₂ für verschiedene Schichtdicken. Rechts: Thermischer Schichtwiderstand, berechnet aus Messergebnissen, für verschiedene Schichtdicken.

6.4.3 Verifizierung der cross-plane Annahme

In diesem Abschnitt soll untersucht werden, ob tatsächlich eine reine thermische cross-plane Leitfähigkeit gemessen wird. Dazu werden zwei Proben mit einer 500 nm dicken SiO₂-Schicht vorbereitet. Die erste Probe hat den üblichen Aufbau von Substrat/Schicht/Heizer. Bei der zweiten Probe hingegen ist die SiO₂-Schicht nur direkt unterhalb der Heizer vorhanden. An allen anderen Stellen wurde die Schicht komplett weggeätzt. Dadurch wird verhindert, dass sich die Wärmewelle in der Ebene ausbreiten kann und ein reiner cross-plane Wärmefluss wird erzwungen. Für diese beiden Proben werden Alu Heizer verwendet, da hier Strukturierung und Ätzschritt in einem erledigt werden können ohne zusätzlichen Aufwand zu erzeugen. Der Querschnitt einer solchen Probe, sowie die schematische Darstellung des Querschnitts einer normalen und der geätzten Probe können in **Abbildung 28** betrachtet

werden. Die thermische Leitfähigkeit für beide Proben wird berechnet zu $0,94 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ für die normale Probe und $0,95 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ für die geätzte Probe. Die Ergebnisse sind nahezu identisch. Demzufolge kann davon ausgegangen werden, dass die neue Auswertemethode tatsächlich eine reine thermische cross-plane Leitfähigkeit berechnet.

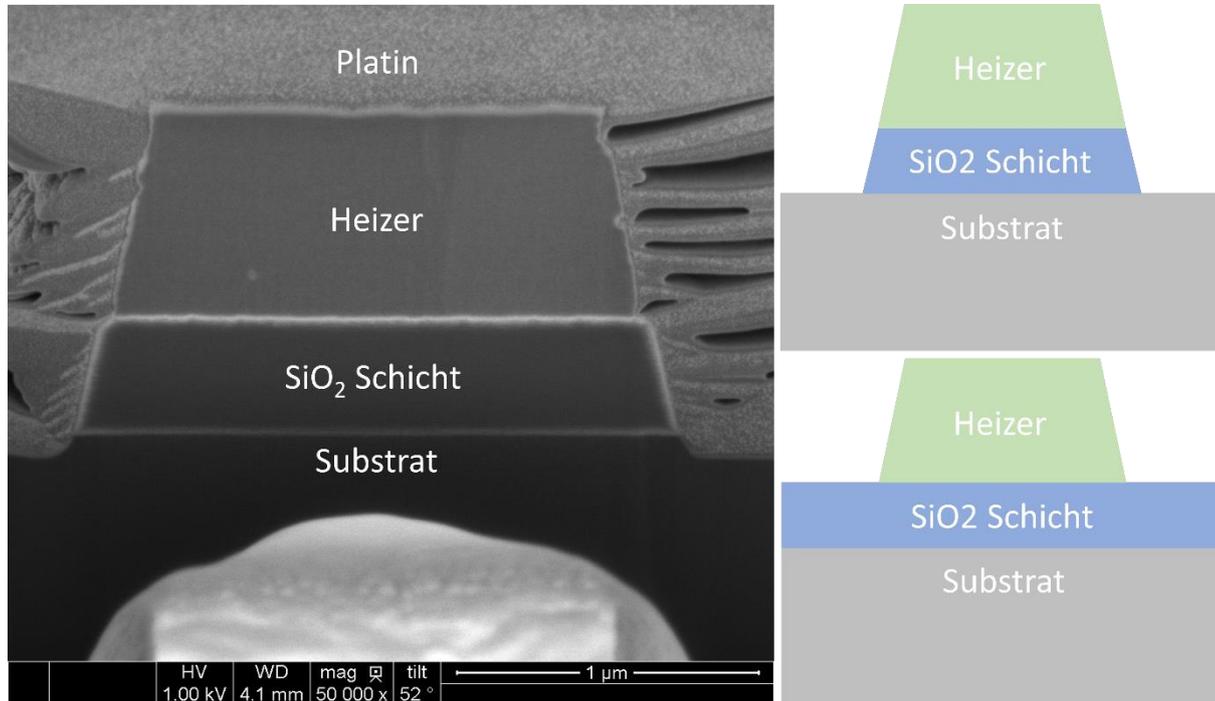


Abbildung 28 Links: REM-Bild eines FIB-Cuts der geätzten Probe. Zu sehen ist die Probe im Querschnitt. Das Si-Substrat ist ganz unten, darüber die SiO₂-Schicht und oben abschließend der Heizer. Die SiO₂-Schicht bleibt nur direkt unterhalb des Heizers stehen, rechts und links davon wird sie komplett weggeätzt. Die Platinschicht um die ganze Probe ist eine Maßnahme zum Schutz beim Materialabtrag durch das FIB und ist auf den vermessenen Proben nicht vorhanden. Rechts oben: Schematische Darstellung des links gezeigten Querschnitts. Rechts unten: Schematische Darstellung des Querschnitts einer üblichen Probe mit durchgängiger Dünnschicht als Vergleich.

6.5 Betrachtung der Modellgüte

Im Folgenden wird eine Betrachtung der Güte der simultanen Regression angestrebt. Typischerweise wird diese über das Bestimmtheitsmaß R^2

$$R^2 = \frac{SSR}{TSS} \quad (132)$$

definiert, wobei SSR die Regressions-Quadratsumme und TSS die Gesamt-Quadratsumme ist. Das Bestimmtheitsmaß nimmt dabei Werte zwischen 0 und 1 an. Je näher der Wert an 1 liegt, desto besser ist das Regressionsmodell [196].

Das Bestimmtheitsmaß hat den Mangel, dass sich bei steigender Parameteranzahl n der Wert von R^2 automatisch erhöht. Um dem entgegenzuwirken, wird das angepasste Bestimmtheitsmaß R^2_{ang}

$$R^2_{ang} = 1 - \frac{SSE}{TSS} \cdot \frac{m-1}{m-n} = 1 - (1 - R^2) \cdot \left(\frac{m-1}{m-n} \right) \quad (133)$$

eingeführt, wobei m die Anzahl der Messpunkte, n die Anzahl der Fitparameter und SSE die Residuen-Quadratsumme ist. Das angepasste Bestimmtheitsmaß behebt den Mangel des normalen Bestimmtheitsmaßes. Es ist zur Kenntnis zu nehmen, dass R_{ang}^2 nicht auf das Intervall $[0;1]$ begrenzt ist, wie das normale Bestimmtheitsmaß. Da dem normalen Bestimmtheitsmaß ein „Strafterm“ hinzugefügt wird, um den Anstieg bei steigender Parameteranzahl auszugleichen, können bei kleinen Werten von R^2 für R_{ang}^2 auch negative Werte entstehen [196].

Das Bestimmtheitsmaß R^2 liefert nur für lineare Regressionsprobleme glaubwürdige Ergebnisse [197]. Da das hier vorliegende Regressionsproblem nichtlinearer Natur ist und es sich zusätzlich um einen Simultanfit handelt, muss die Güte hier neu definiert werden. Dabei werden verschiedene Kriterien untersucht, die anschließend näher erläutert werden.

Berechnung TSS, SSE, SSR, Residuen, Standardabweichung

Zur Überprüfung der Fitgüte werden einige Standardparameter benötigt. Diese werden im Folgenden definiert:

Gesamte-Quadratsumme TSS:

$$TSS = \sum (y_i - \bar{y}_i)^2$$

Residuen-Quadratsumme SSE:

$$SSE = \sum (y_i - \hat{y}_i)^2$$

Regressions-Quadratsumme SSR:

$$SSR = TSS - SSE$$

Residuen:

$$Resid = y_i - \hat{y}_i$$

Mit:

y_i = Messwerte

\bar{y}_i = Mittelwert der Messwerte

\hat{y}_i = Gefittete Werte

m = Anzahl an Messpunkten

n = Anzahl an Fitparametern

6.5.1 Fitgenauigkeit

Die Fitgenauigkeit ist ein erster Indikator dafür, ob die Regression erfolgreich war. Sie gibt an, wie groß die Abweichung zwischen Messwerten und gefitteten Werten ist. Als Maß dafür wird die Standardabweichung des Modells σ (oder auch: Quadratwurzel des mittleren quadratischen Fehlers (RMSE))

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{m - n}} = \sqrt{\frac{SSE}{m - n}} \quad (134)$$

gewählt [196]. Für eine hohe Fitgenauigkeit muss die Standardabweichung des Modells gegen 0 gehen oder zumindest deutlich kleiner als die Messwerte sein. Aus der Standardabweichung des Modells lässt sich die Varianz Var

$$Var = \sigma^2 \quad (135)$$

bilden. Sie kann ebenso als Indikator für die Fitgenauigkeit genutzt werden.

6.5.2 Mittelwertfreiheit der Modellfehler

Die Mittelwertfreiheit der Modellfehler zeigt eine Verschiebung der Regressionsergebnisse gegenüber den Messwerten an. Zur Überprüfung wird der Mittelwert aller Residuen gebildet [196]

$$\frac{\sum Resid}{m} = \overline{Resid} \approx 0. \quad (136)$$

Kann keine Verschiebung festgestellt werden, geht der Mittelwert der Residuen gegen 0.

6.5.3 Überprüfen der Modelladäquatheit

Die Modelladäquatheit gibt an, ob das Modell in der Lage ist, die Messwerte richtig abzubilden. Beispielsweise ist eine lineare Modellfunktion nicht dazu in der Lage einen quadratischen Sachverhalt darzustellen. Zur Überprüfung der Modelladäquatheit werden die gemessenen Werte mit den Regressionswerten verglichen. Dazu werden die gemessenen Werte in einem Diagramm gegen die gefitteten Werte aufgetragen. Weisen die Werte einen linearen Zusammenhang auf, ist die Modelladäquatheit gegeben. Zeigt sich eine andersartige Beziehung, weist das Modell Fehler auf [196]. **Abbildung 29** zeigt eine solche Auftragung beispielhaft für eine Messung an einer 50 nm dicken SiO₂-Schicht auf Si-Substrat.

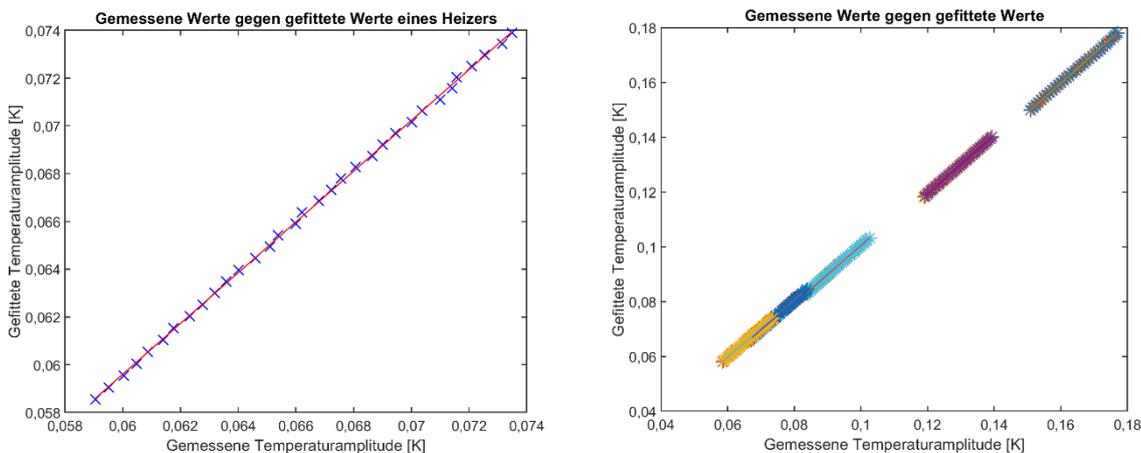


Abbildung 29 Gemessene Temperaturamplituden aufgetragen gegen gefittete Temperaturamplituden am Beispiel einer Messung (links) einer 50 nm dicken SiO₂-Schicht auf Si-Substrat und der gesamten Messreihe (rechts). Die rote Linie (links) zeigt eine Fitgerade durch die aufgetragenen Punkte zur Verdeutlichung der linearen Korrelation. Die Fitgenauigkeit beträgt $R^2 = 0,9996$.

6.5.4 Überprüfen der Modellgüte anhand eines Beispiels

Die oben gezeigten Kriterien sollen nun anhand eines Beispiels für eine Messreihe einer 50 nm dicken SiO₂-Schicht auf Si-Substrat überprüft werden. Die Kriterien werden einmal auf die ganze Messreihe und einmal auf die einzelnen Messungen angewandt, um potenzielle Ausreißer zu erkennen. **Abbildung 30** zeigt die ermittelten Werte aller Messungen der Messreihe, sowie die gefitteten Werte für jede Messung.

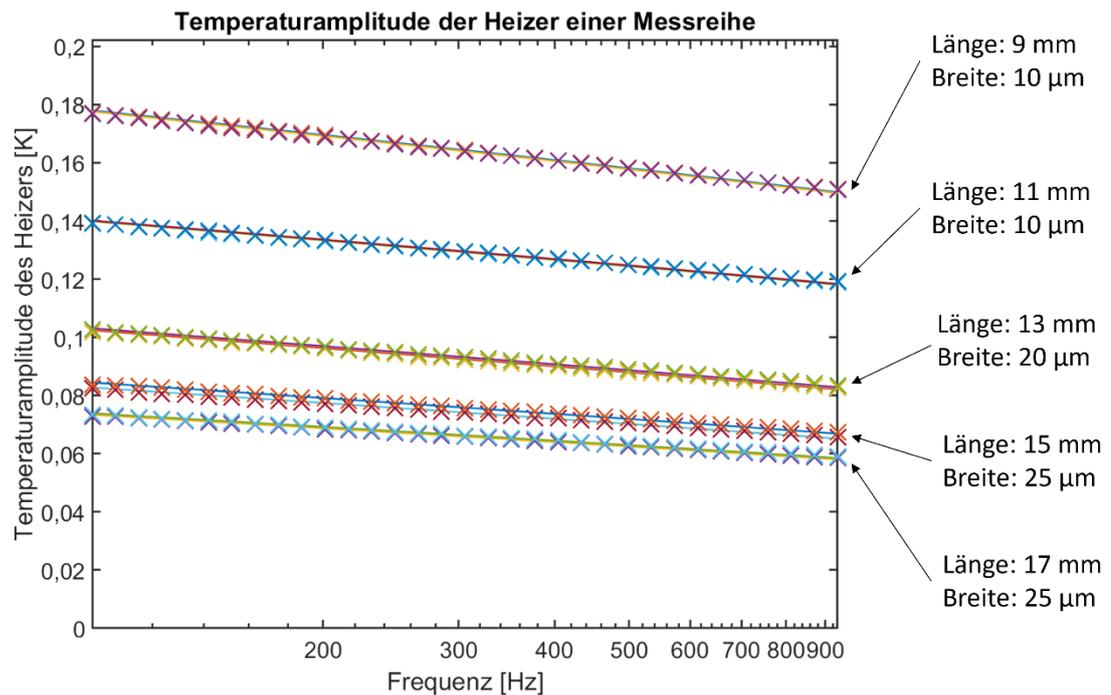


Abbildung 30 Gemessene Temperaturamplituden einer Messreihe einer 50 nm dicken SiO₂-Schicht auf Si-Substrat sowie die gefitteten Werte als eingezeichnete Linien (erzeugt mit Hilfe des Simultanfits) für verschiedene Messfrequenzen. Angegeben sind auch die Heizerlängen und -breiten zu den einzelnen Messkurven.

Tabelle 12 zeigt die Daten des Fitgütetests. Zu sehen ist die Standardabweichung und der Mittelwert der Residuen für jeweils die einzelnen Messungen und das Gesamtmodell. Außerdem wird das Bestimmtheitsmaß des Linearfits der linearen Korrelation von Mess- und Fitwerten zur Überprüfung der Modelladäquatheit gezeigt. Die Standardabweichung liegt zwei bis drei Größenordnungen unter den absoluten Messwerten und ist somit sehr klein. Zu beobachten ist, dass die Standardabweichung bei Heizern mit größerer Kontaktfläche leicht abnimmt. Die Mittelwerte der Residuen liegen 4 bis 6 Größenordnungen unter den absoluten Messwerten und sind nahezu 0. Eine Verschiebung der Messwerte gegenüber den Fitwerten ist somit auszuschließen. Zur Überprüfung der Modelladäquatheit wird die Linearität der Korrelation zwischen Mess- und Fitwerten überprüft. Die entsprechenden Graphen sind in **Abbildung 29** zu sehen. Die Güte des Linearfits zu jeder Geraden aus **Abbildung 29** ist in **Tabelle 12** zu sehen. Es zeigt sich, dass die Linearität mit einem durchschnittlichen R^2 von über 0,999 sehr gut gegeben ist. Zusammenfassend lässt sich sagen, die Fitgenauigkeit ist sehr hoch, die Mittelwertfreiheit ist gegeben und die Modelladäquatheit wurde bestätigt.

Tabelle 12 Ergebnisse der Überprüfung der Fitgüte für eine Messreihe einer 50 nm dicken SiO₂-Schicht auf Si-Substrat. Zu sehen ist die Standardabweichung und der Mittelwert der Residuen für jeweils die einzelnen Messungen und das Gesamtmodell. Außerdem wird die Fitgüte des Linearfits der linearen Korrelation von Mess- und Fitwerten zur Überprüfung der Modelladäquatheit gezeigt.

		Einzelmessung			Gesamtmodell	
Heizerlänge [mm]	Heizerbreite [μm]	Standardabweichung [K]	Mittelwert der Residuen [K]	R ² der Modelladäquatheitsprüfung	Standardabweichung [K]	Mittelwert der Residuen [K]
9	10	4,60E-04	2,02E-06	0,9996	4,05E-04	1,09E-06
9	10	5,88E-04	7,47E-07	0,9998		
11	10	4,40E-04	1,17E-06	0,9998		
11	10	4,55E-04	1,19E-06	0,9998		
13	20	3,73E-04	1,04E-06	0,9995		
13	20	4,51E-04	1,30E-06	0,9998		
15	25	3,66E-04	1,03E-06	0,9994		
15	25	3,15E-04	8,59E-07	0,9995		
17	25	2,51E-04	7,05E-07	0,9996		
17	25	2,95E-04	8,65E-07	0,9996		

6.6 Berechnung der Standardabweichung der Ergebnisse

Nachdem eine Probe vermessen wurde, werden die aufgenommenen Messungen nach der neuen Auswertemethode simultan gefittet mit Gleichung (110). Diese berechnet die gesamte Temperaturamplitude des Heizers ΔT_{ges} . Die Parameter nach denen gefittet wird, sind die thermische Leitfähigkeit der Schicht auf dem Substrat k_1 , der thermische Übergangswiderstand zwischen Schicht und Substrat R_b sowie die jeweiligen thermischen Übergangswiderstände zwischen Heizer und Schicht R_{th} . Da es sich hierbei um einen nichtlinearen Fit handelt und Gleichung (110) ein analytisch nicht lösbares Integral enthält, ist die Berechnung der Standardabweichung der Regressionsergebnisse nicht trivial.

Im Folgenden wird ein Ansatz diskutiert, welcher auf der Grundlage einer Monte-Carlo Analyse beruht und dessen Ziel es ist, den Einfluss aller möglichen Parameter auf die Gesamttemperaturamplitude des Heizers zu bestimmen.

6.6.1 Ansatz

Das Ziel dieses Ansatzes ist es, den Einfluss einer jeden Fehlerquelle auf die Gesamttemperaturamplitude des Heizers ΔT_{ges} zu bestimmen und so fehlerbehaftete synthetische Messreihen zu generieren. Diese werden dann mit der neuen Auswertemethode evaluiert und aus den Fitergebnissen der synthetischen Messungen ergibt sich dann die Standardabweichung für die realen Fitergebnisse.

Als erstes werden dafür alle möglichen Fehlerquellen identifiziert und wenn möglich die Größe des Fehlers für jeden Parameter angegeben. Eine Übersicht dazu findet sich in **Tabelle 13**. Gezeigt werden die Variablennamen, sowie eine kurze Erklärung dieser und der zugehörige Teilfehler. Des Weiteren wird erläutert, ob ein Parameter in der Fehlerrechnung berücksichtigt wird und eine kurze Erläuterung gegeben, falls dies nicht der Fall ist. Die Indizes 1, 2, b und h stehen für die zu untersuchende Schicht, das Substrat, Randbedingungen und Heizerparameter.

Anschließend werden die bisher nicht bekannten Fehler berechnet. Der Fehler der Heizleistung ergibt sich dabei mit Hilfe der Gauß'schen Fehlerfortpflanzung. Ein erster Teilfehler der Gesamttemperaturamplitude lässt sich ebenfalls auf diese Weise berechnen. Die restlichen Teilfehler von ΔT_{ges} erhält man, indem der Einfluss der einzelnen Parameter auf ΔT_{ges} bestimmt wird. Der Gesamtfehler von ΔT_{ges} ergibt sich dann aus den einzelnen Teilfehlern und mit ihm lassen sich dann die Standardabweichungen der Fitparameter bestimmen.

Tabelle 13 Auflistung der beteiligten Fehlerquellen. Die Indizes 1, 2, b und h stehen für die zu untersuchende Schicht, das Substrat, Randbedingungen und Heizerparameter. Wird ein Fehler nicht berücksichtigt, erfolgt eine kurze Begründung. Für alle berücksichtigten Fehler wird angegeben, wie sie berücksichtigt werden und der erwartete Teilfehler wird genannt. „Berechnet“ bedeutet hierbei, dass der Fehler nicht fix ist und für jede Messung eigens berechnet wird. „Siehe ΔT_{ges} “ bedeutet, dass der Parameter als Teilfehler in Kapitel 6.6.2 bei ΔT_{ges} berücksichtigt wird.

Formelzeichen	Bedeutung	Berücksichtigt für Fehlerrechnung	Begründung	Berücksichtigt in	Fehler
k_1	thermische Leitfähigkeit	X	Fitvariable		
k_2	thermische Leitfähigkeit	✓		Monte Carlo	Berechnet
k_{xz_1}	In-Plane Leitfähigkeitskoeffizient	X	Vorgabe der Auswertung		
k_{xz_2}	In-Plane Leitfähigkeitskoeffizient	X	Vorgabe der Auswertung		
c_1	spezifische Wärmekapazität	X	Materialparameter		
c_2	spezifische Wärmekapazität	X	Materialparameter		
p_1	Dichte	X	Materialparameter		
p_2	Dichte	X	Materialparameter		
w	Frequenz Omega	✓		Monte Carlo	50 ppm
d_1	Schichtdicke	✓		Monte Carlo	1% SiO ₂ , 2% AlN

Kapitel 6
 Simultane Auswertung mehrerer 3-Omega Messungen

Formelzeichen	Bedeutung	Berücksichtigt für Fehlerrechnung	Begründung	Berücksichtigt in	Fehler
					und Si ₃ N ₄ , 4% BN
d_2	Schichtdicke	✓		Monte Carlo	10 μm
k_{b_1}	thermische Leitfähigkeit	X	Materialparameter		
c_{b_1}	spezifische Wärmekapazität	X	Materialparameter		
ρ_{b_1}	Dichte	X	Materialparameter		
k_{b_2}	thermische Leitfähigkeit	X	Materialparameter		
c_{b_2}	spezifische Wärmekapazität	X	Materialparameter		
ρ_{b_2}	Dichte	X	Materialparameter		
P	Heizleistung	✓		Monte Carlo	Berechnet
l	Heizerlänge	✓		Monte Carlo	1.4 μm
$2b$	Heizerbreite	✓		Monte Carlo	Berechnet
R_b	Interfacewiderstand zwischen Schicht und Substrat	X	Fitvariable		
$R_{th,i_{1b_1}}$	Interfacewiderstand zwischen Schicht und Umgebung	X	Wird vernachlässigt, da Wärmetransport in Umgebung vernachlässigt werden kann (siehe Kapitel 3.4)		
$R_{th,i_{2b_2}}$	Interfacewiderstand zwischen Substrat und "Boden"	X	Wird vernachlässigt, da Wärmewelle Substrat nicht ganz durchdringt		
α_R	Temperature coefficient of resistance (TCR); Temperaturkoeffizient des Widerstands	✓		ΔT_{ges}	Berechnet
R_s	Probenwiderstand	✓		ΔT_{ges}	0.5%

Formelzeichen	Bedeutung	Berücksichtigt für Fehlerrechnung	Begründung	Berücksichtigt in	Fehler
R_v	Dekadenwiderstand	✓		ΔT_{ges}	1%
U_{g_2}	Spannung an Brückenschaltung	✓		ΔT_{ges}	Siehe ΔT_{ges}
c_h	spezifische Wärmekapazität Heizer	X	Materialparameter		
p_h	Dichte Heizer	X	Materialparameter		
d_h	Dicke Heizer	X	Materialparameter		
R_{th}	Interfacewiderstand zwischen Heizer und Schicht	X	Fitvariable		
R_1	Widerstand in Brückenschaltung	✓		ΔT_{ges}	0.1%
R_2	Widerstand in Brückenschaltung	✓		ΔT_{ges}	0.1%
R_i	Innenwiderstand Lock-In	✓		ΔT_{ges}	1%
U_{R_s}	Spannung über Probe	✓		ΔT_{ges}	Siehe ΔT_{ges}
$W_{1\omega}$	Brückenspannung	✓		ΔT_{ges}	300 nV/\sqrt{Hz}
$W_{3\omega}$	Realteil 3 Omega Anteil Spannung über Brücke	✓		ΔT_{ges}	300 nV/\sqrt{Hz}
$U_{3\omega}$	Realteil 3 Omega Anteil Spannung über Probe	✓		ΔT_{ges}	Siehe ΔT_{ges}
U_{g_1}	Signal des Lock-In Verstärkers	✓		ΔT_{ges}	230 nV/\sqrt{Hz}
ΔT_{ges}	gesamte Temperaturamplitude des Heizers	✓		ΔT_{ges}	Berechnet

6.6.2 Berechnung der Fehler der Heizleistung und eines ersten Teilfehlers der Gesamttemperaturamplitude des Heizers

Die Fehler der Heizleistung und der erste Teilfehler der Gesamttemperaturamplitude des Heizers ΔT_{ges} lassen sich gewöhnlich mit der Gauß'schen Fehlerfortpflanzung berechnen. Für den Teilfehler der Temperaturamplitude wird dazu Gleichung (137)

$$\Delta T_{ges} = \frac{2 \cdot U_{3\omega}}{\alpha_R \cdot U_{R_s}} \quad (137)$$

Mit:

$$U_{3\omega} = \frac{R_v + R_s}{R_v} \cdot W_{3\omega} \quad (138)$$

$$U_{R_s} = \left(\frac{R_1}{R_1 + R_2} \cdot U_{g2} \right) - W_{1\omega} \quad (139)$$

$$U_{g2} = \frac{U_{g1} \cdot R_{ges}}{R_{ges} + R_i} \quad (140)$$

$$R_{ges} = \frac{(R_v + R_s) \cdot (R_1 + R_2)}{(R_v + R_s) + (R_1 + R_2)} \quad (141)$$

partiell nach allen Variablen abgeleitet und diese Ableitungen mit ihren jeweiligen absoluten Fehlern multipliziert

$$\Delta T_{ges_1} = \frac{\partial \Delta T_{ges}}{\partial \alpha_R} \cdot \Delta \alpha_R \quad (142)$$

$$\Delta T_{ges_2} = \frac{\partial \Delta T_{ges}}{\partial \dots} \cdot \Delta \dots$$

...

Dadurch erhält man alle absoluten Teilfehler. Die Wurzel der Summe aller quadratischen Teilfehler bildet den absoluten Gesamtfehler

$$\Delta T_{ges_{abs}} = \sqrt{\Delta T_{ges_1}^2 + \Delta T_{ges_2}^2 + \dots} \quad (143)$$

Der relative Gesamtfehler bildet sich durch

$$\Delta T_{ges_{rel}} = \frac{\Delta T_{ges_{abs}}}{\Delta T_{ges}} \quad (144)$$

Für den Fehler der Heizleistung wird analog dazu mit

$$P = \frac{U_{R_s}^2}{R_s} \quad (145)$$

vorgegangen. Die einzelnen partiellen Ableitungen finden sich in **Anhang A**.

6.6.3 Berechnung der restlichen Teilfehler der Gesamttemperaturamplitude des Heizers

Um die restlichen Teilfehler der Temperaturamplitude des Heizers für die verschiedenen Parameter zu ermitteln, wird ein Ansatz auf Basis einer Monte-Carlo Analyse genutzt. Dazu ist als erstes einmalig ein Fit der Messdaten mit Gleichung (110) durchzuführen. Mit den ermittelten Fitparametern (k_1 , R_b und $R_{th,i}$) soll dann mit Hilfe von Gleichung (110) eine synthetische Messreihe durch Einsetzen der Fitparameter erzeugt werden. Anschließend wird ein Parameter mit einem zufälligen Fehler innerhalb seiner Fehlertoleranzen beaufschlagt und mit dem neu generierten Parameter eine neue synthetische Messreihe erzeugt. Dieser Vorgang wird 100-mal wiederholt und damit 100 synthetische, fehlerbehaftete Datensätze generiert. Diese werden nun statistisch ausgewertet, um den Einfluss des Parameters auf die Temperaturamplitude des Heizers zu ermitteln. Zu diesem Zweck wird die Standardabweichung der Messreihen bei einer Frequenz f bestimmt durch

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum (\Delta T_{ges_{synth,i}} - \overline{\Delta T_{ges_{synth}}})^2}, \quad (146)$$

wobei n die Anzahl synthetischer Messreihen, $\Delta T_{ges_{synth,i}}$ die Temperaturamplitude bei einer Frequenz der i -ten synthetischen Messreihe und $\overline{\Delta T_{ges_{synth}}}$ der Mittelwert aller Temperaturamplituden bei einer Frequenz ist. Somit wird eine Standardabweichung für jede Frequenz berechnet. Dieses Prozedere wird für jeden Parameter durchgeführt.

Gleichung (147) zeigt die Struktur einer Messmatrix und einer Matrix mit synthetischen Messwerten. Die Messwerte einer Messung stehen dabei in einer Spalte, wobei die Messfrequenz von oben nach unten zunimmt. Die einzelnen Spalten zeigen die Messwerte aller Messungen für eine Probe, die simultan ausgewertet werden. Die 100 synthetisch generierten Messmatrizen werden dabei in einer 3D-Matrix übereinander „gestapelt“.

$$\begin{pmatrix} \Delta T_{ges_{1,f1}} & \cdots & \Delta T_{ges_{n,f1}} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ \Delta T_{ges_{1,fn}} & \cdots & \Delta T_{ges_{n,fn}} \end{pmatrix} \quad (147)$$

Die Indizes zeigen die Messnummer und die Frequenz bei der gemessen wird. $\Delta T_{ges_{3,f5}}$ zeigt dann die Temperaturamplitude des Heizers der 3ten Messung bei der 5ten gemessenen Frequenz. Gleichung (148) zeigt den Fehlervektor, der einen Parameter mit einem zufällig beaufschlagtem Fehler innerhalb seiner Toleranz für jede Messung enthält. Dieser Vektor dient als Input zur Generierung der synthetischen Messreihen. Der Index zeigt dabei die Messreihe an.

$$(Parameter\ x_1 \pm Fehler\ Parameter\ x \quad \dots \quad Parameter\ x_n \pm Fehler\ Parameter\ x) \quad (148)$$

Für Parameter deren Fehler frequenzabhängig ist, wird der Fehlervektor durch eine Fehlermatrix ersetzt. Diese kann in Gleichung (149) betrachtet werden. Die Indizes sind Indikator für die Messnummer analog zu Gleichung (147).

$$\begin{pmatrix} Parameter\ x_{1,f1} \pm Fehler\ Parameter\ x & \dots & Parameter\ x_{n,f1} \pm Fehler\ Parameter\ x \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ Parameter\ x_{1,fn} \pm Fehler\ Parameter\ x & \dots & Parameter\ x_{n,fn} \pm Fehler\ Parameter\ x \end{pmatrix} \quad (149)$$

Gleichung (150) zeigt die entstandene Matrix, welche alle Standardabweichungen für jeden Messpunkt einer jeden Messung zeigt.

$$\begin{pmatrix} \sigma_{1,f1} & \dots & \sigma_{n,f1} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ \sigma_{1,fn} & \dots & \sigma_{n,fn} \end{pmatrix} \quad (150)$$

6.6.4 Berechnung der Fehler der Fitparameter

Nachdem alle Teilfehler (Standardabweichung für jeden Parameter) bestimmt wurden, wird analog zu Gleichung (143) der Gesamtfehler für die Temperaturamplitude des Heizers berechnet, indem die Wurzel der Summe aller quadratischen Teilfehler gebildet wird.

Mit Hilfe der so entstandenen Matrix, die alle Standardabweichungen enthält, werden wiederum 100 synthetische Messreihen mit jeweils i Messungen generiert (i entspricht der Anzahl an Messungen der ursprünglichen, realen Messreihe), indem ein zufälliger, gaußverteilter Fehler mit Standardabweichung gleich der erhaltenen Standardabweichungsmatrix auf die ursprünglich erzeugte, erste synthetische Messreihe addiert wird.

Alle synthetischen Messreihen werden nun genau wie die ursprünglichen Messdaten gefittet. So erhält man eine Lösungsmatrix mit 100 Lösungszeilen

$$\begin{pmatrix} k_{11} & R_{b1} & R_{th1,1} & \dots & R_{th1,i} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ k_{1100} & R_{b100} & R_{th100,1} & \dots & R_{th100,i} \end{pmatrix}. \quad (151)$$

Aus den so erhaltenen Lösungen wird mit Hilfe von Gleichung (146) für jeden Fitparameter die Standardabweichung berechnet

$$(\sigma_{k_1} \quad \sigma_{R_b} \quad \sigma_{R_{th1}} \quad \dots \quad \sigma_{R_{thi}}). \quad (152)$$

Abbildung 31 zeigt den Ablauf zur Berechnung des Messfehlers in einem Flussdiagramm. Der Fehler für die thermische Leitfähigkeit des Substrats wird auf die gleiche Weise berechnet. Die Messfehler liegen meist im Bereich zwischen 1% und 3% (siehe **Tabelle 10**) oder teilweise sogar unter 1% und werden deshalb im Rest der Arbeit nicht explizit bei jedem Ergebnis genannt.

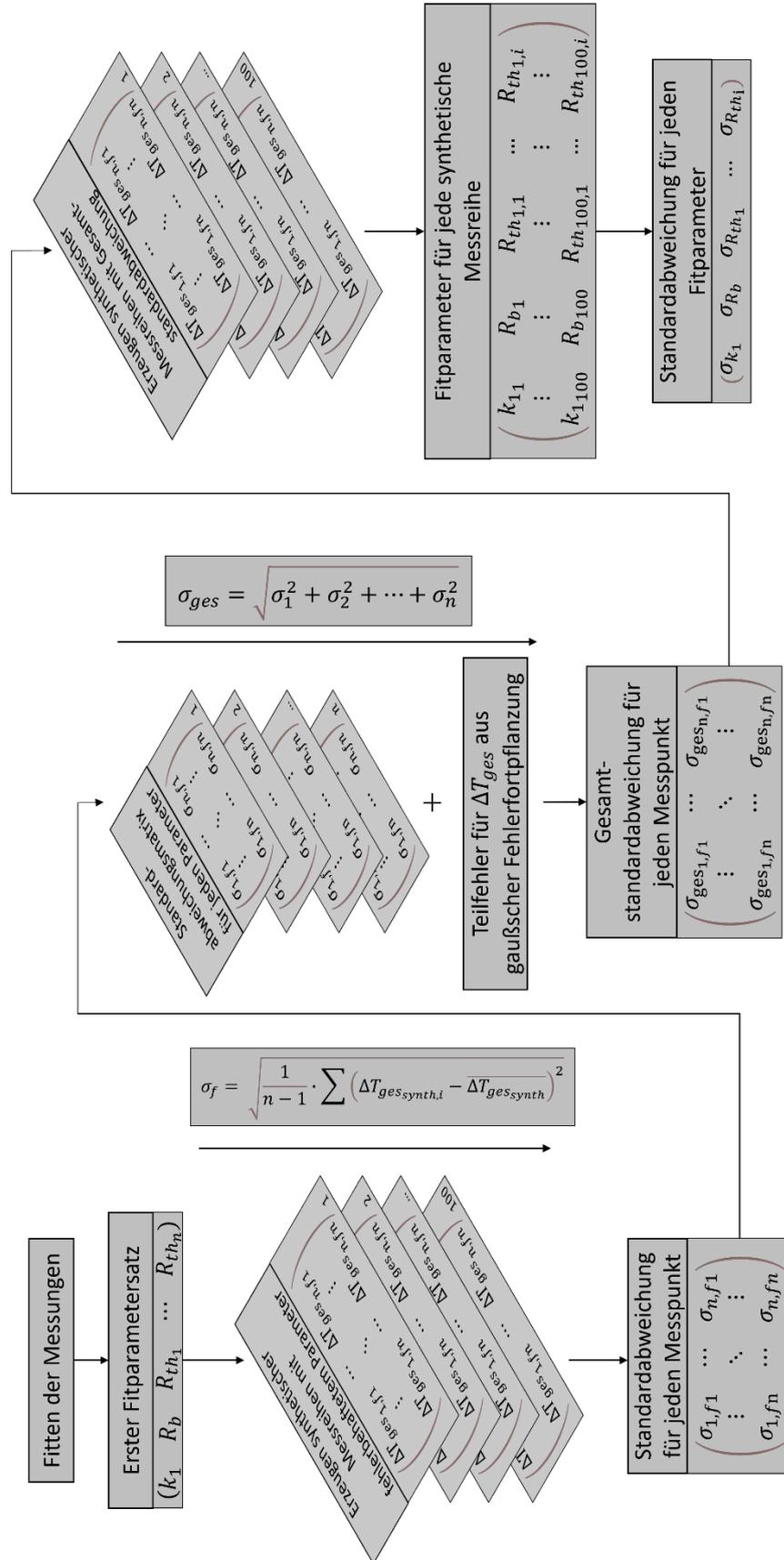


Abbildung 31 Flussdiagramm zum Ablauf der Berechnung der Standardabweichung einer Messreihe.

6.6.5 Betrachtung der Teilfehler

Betrachtet werden die Teilfehler für zehn verschiedene Messreihen. Da nach der Auswertung der zehn Messreihen ein klarer Trend ersichtlich war, wurde auf eine Auswertung von weiteren Messreihen verzichtet. Es zeigt sich, dass der größte Teilfehler durch das Berechnen der Gesamttemperaturamplitude aus den Messergebnissen entsteht. Dahinter folgen mit ungefähr gleichem Einfluss die Berechnung der Heizleistung, das Fitten der Substratleitfähigkeit und die Messungenauigkeit bei der Bestimmung der Schichtdicke. Erstaunlicherweise haben sowohl die Messungenauigkeiten der Heizerbreite als auch der Heizerlänge einen vergleichsweise kleinen Einfluss (ca. 1 – 2 Größenordnungen kleiner als der Teilfehler der Gesamttemperaturamplitude). Dieser kleine Einfluss auf den Gesamtfehler lässt sich damit erklären, dass beide Parameter mit äußerster Präzision gemessen werden. Der Messfehler bei den Heizerbreiten liegt bei ca. 20 nm – 150 nm und der Messfehler der Heizerlängen liegt bei ca. 1,4 μm . Im **Anhang B** in **Tabelle 34** können alle Teilfehler für die ausgewerteten Messreihen betrachtet werden.

6.7 Grenzen der 3-Omega Methode

Wie in Kapitel 3 ausführlich erklärt wird, misst die 3-Omega Methode die Gesamttemperaturamplitude ΔT_{ges} eines Heizers auf einer dünnen Schicht für verschiedene Messfrequenzen. Zur Berechnung der thermischen Leitfähigkeit der dünnen Schicht wird nur der Anteil der Temperaturamplitude benötigt, der durch die Schicht hervorgerufen wird. Daher wird eine Referenzmessung mit reinem Substrat ohne Dünnschicht benötigt. Trägt man die gemessene ΔT_{ges} gegen die logarithmische Messfrequenz auf, ergibt sich eine Gerade. Eine Veränderung des thermischen Widerstands der Schicht (durch Schichtdickenänderung oder Änderung der thermischen Leitfähigkeit) führt dabei zu einer Verschiebung der Gerade in y-Richtung, wobei ein kleiner werdender thermischer Widerstand zu einer Verschiebung nach unten führt.

Untersucht wird deshalb in diesem Kapitel, wie klein der Abstand zwischen zwei Messkurven oder einer Mess- und einer Referenzkurve sein darf, damit sie noch als separate Messungen aufgelöst werden können. Daraus ergeben sich dann minimal messbare Schichtdicken, Schichtdickenänderungen und maximal messbare thermische Leitfähigkeiten.

6.7.1 Minimal auflösbare Schichtdicke

In diesem Abschnitt wird die Auflösungsgrenze der klassischen 3-Omega Methode hinsichtlich unterschiedlicher Schichtdicken desselben Materials untersucht. Betrachtet wird dabei die minimale Änderung der Schichtdicke eines Materials, für die gerade noch unterschiedliche Temperaturamplituden des Heizers gemessen werden können und die kleinste absolut messbare Schichtdicke.

Zu diesem Zweck werden mit Hilfe von Gleichung (110) Messergebnisse auf Basis realer Messungen für unterschiedliche Schichtdicken simuliert und der Abstand dieser zueinander untersucht. Um als voneinander unterscheidbare Messung zugelassen zu werden, muss der Abstand der Temperaturamplituden deutlich größer als die Messungenauigkeit der realen

Messungen sein. Als Maßstab für die Messungenauigkeit wird hierzu die Standardabweichung der einzelnen Messungen genutzt. Der Abstand der Temperaturamplitude zweier Schichtdicken wird definiert als

$$\Delta T_{Abst} = \Delta T_{ges,d_2} - \Delta T_{ges,d_1} \quad (153)$$

bei einer gegebenen Frequenz f , wobei d_2 und d_1 die jeweiligen Schichtdicken sind. Als Beispiel werden in **Abbildung 32** berechnete Temperaturamplituden für reines Substrat und Substrat mit Schichten verschiedener Schichtdicken gezeigt.

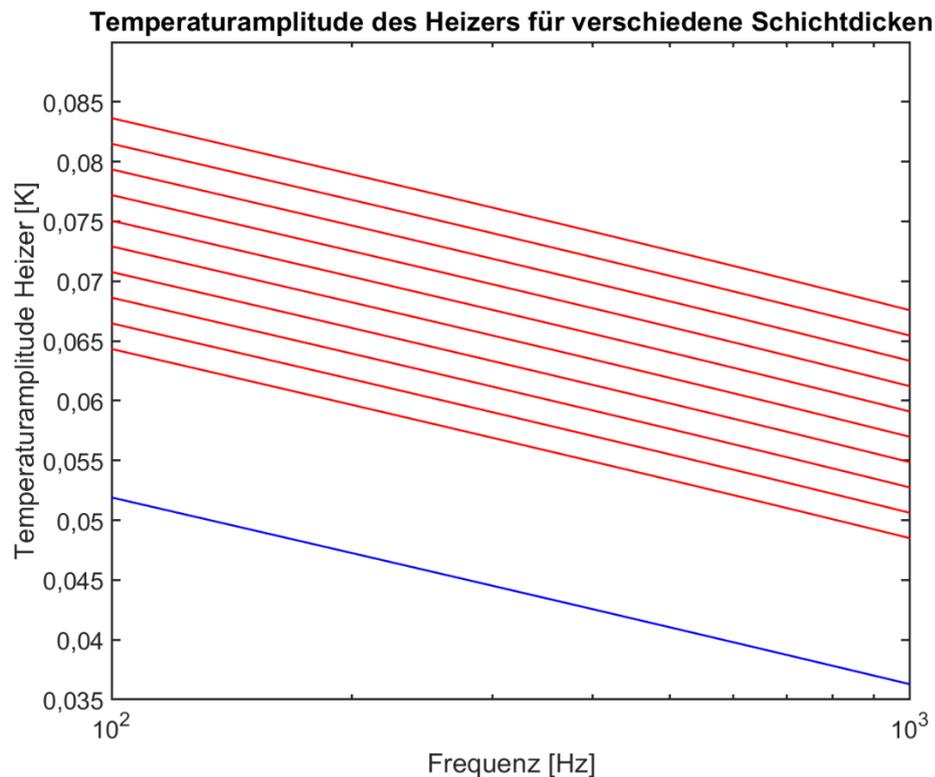


Abbildung 32 Berechnete Temperaturamplituden eines 17 mm langen und 25 μm breiten Heizers für verschiedene SiO_2 -Schichtdicken zwischen 1 nm und 100 nm in 10 nm Schritten in Rot und Temperaturamplitude des Heizers für Substrat ohne Schicht in Blau. Untersucht wird der Abstand zwischen zwei benachbarten roten Linien oder einer roten und der blauen Linie.

Zur Berechnung der Temperaturamplitude des Heizers mit Gleichung (110) wird die thermische Leitfähigkeit für jede Schichtdicke benötigt. Diese kann auf Basis einer realen Messreihe über den Zusammenhang [92, 187]

$$k_f = \frac{d_f}{m \cdot d_f + t} = \frac{1}{m + \frac{t}{d_f}} \quad (154)$$

für beliebige Schichtdicken berechnet werden. Die Koeffizienten m und t sind die Steigung und der y-Achsenabschnitt der Gerade die entsteht, wenn thermischer Schichtwiderstand gegen Schichtdicke geplottet werden. Ein Beispiel der genannten Gerade, sowie die zugehörigen Messergebnisse können für eine SiO_2 -Messreihe in **Abbildung 27** betrachtet werden.

Untersucht werden in diesem Kapitel zwei reale Messreihen für SiO₂ und Si₃N₄. Anschließend wird ein allgemeiner Ansatz formuliert, mit dem die Schichtdickenauflösung abgeschätzt werden kann. Das oben geschilderte Verfahren ist nur valide, wenn sich die Beschaffenheit der zu untersuchenden Schicht nicht mit steigender Schichtdicke verändert.

6.7.1.1 Messreihe Siliziumdioxid (SiO₂)

Vermessen wurden SiO₂-Dünnschichten auf Si-Substrat mit Schichtdicken zwischen 5 nm und 850 nm. Die genauen Schichtdicken und Ergebnisse können in **Tabelle 14** betrachtet werden. **Abbildung 27** zeigt die Ergebnisse und den thermischen Schichtwiderstand aufgetragen gegen die Schichtdicke. Nach erster Betrachtung zeigt sich, dass ein Schichtdickenunterschied von 4,9 nm aufgelöst werden kann und auch die minimale Schichtdicke von 5,8 nm vermessen werden konnte. Die Messreihe wird nun genutzt, um mit den Gleichungen (110) und (154) synthetische Messergebnisse zu erzeugen.

Tabelle 14 Schichtdicken und gemessene thermische Leitfähigkeiten für die verschiedenen Proben der SiO₂-Messreihe.

Schichtdicke [nm]	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]
5,8	0,16
10,7	0,26
20,3	0,39
29,9	0,48
49,8	0,65
110	0,73
431	0,94
859	1,00

Als erstes wird mit Hilfe der synthetischen Messungen untersucht, ob der Abstand zweier Temperaturamplituden unterschiedlicher Schichtdicken abhängig ist von der absoluten Schichtdicke und der betrachteten Frequenz. Dazu werden mit Gleichung (110) Temperaturamplituden für Schichtdicken zwischen 1 nm und 100 nm mit einer Schrittweite von 1 nm für einen 17 mm langen und 25 µm breiten Heizer erzeugt. Die Betrachtung verschiedener absoluter Schichtdicken bei gleichbleibender Frequenz zeigt, dass die maximale Schwankung des Abstands der Temperaturamplituden bei 2,44e-7 K liegt. Die maximale Schwankung für zwei beliebige benachbarte Schichtdicken über alle gemessenen Frequenzen liegt bei 2,6e-6 K. Der mittlere Abstand der Temperaturamplitude zwischen zwei Schichtdicken liegt hingegen bei 2,14e-4 K und somit zwei bis drei Größenordnungen über den beiden Schwankungen. Daraus folgt, dass der Abstand sowohl für verschiedene absolute Schichtdicken als auch für verschiedene Messfrequenzen für unsere Zwecke als konstant angenommen werden kann und der Mittelwert über alle Schichtdicken und Frequenzen den Abstand gut abbildet. Des Weiteren liegt der Abstand zwischen der Temperaturamplitude des Substrates und der dünnsten Schicht bei 7,8e-3 K und ist somit im Vergleich zur Standardabweichung der realen Messungen mit 2,37e-4 K deutlich größer.

Tabelle 15 zeigt nun den mittleren Abstand der Temperaturamplitude des Heizers für verschiedene Schichtdickenunterschiede, sowie die jeweils zugehörigen maximalen Abweichungen innerhalb einer Frequenz und entlang aller Messfrequenzen für zwei definierte Schichtdicken. Außerdem gezeigt wird die Veränderung des thermischen Schichtwiderstandes und der Faktor, um den der mittlere Abstand der Temperaturamplitude größer ist als die berechnete Standardabweichung der realen Messungen. Es zeigt sich, dass Schichtdickenunterschiede von bis zu 2 nm aufgelöst werden können (je nachdem wie groß der Sicherheitsfaktor gewählt wird) und die minimal auflösbare Schichtdicke bei unter 1 nm liegt.

Tabelle 15 Mittlerer Abstand der Temperaturamplitude des Heizers für verschiedene Schichtdickenabstände, sowie maximale Abweichungen innerhalb einer Frequenz und entlang aller Messfrequenzen, Unterschied des thermischen Schichtwiderstands und der Faktor, um den der mittlere Abstand größer ist als die ermittelte Standardabweichung der Messungen.

Schrittweite Schichtdicke [nm]	Mittlerer Abstand zwischen zwei Schichtdicken [K]	Maximaler Unterschied des Abstands innerhalb einer Frequenz [K]	Maximaler Unterschied des Abstands für zwei benachbarte Schichtdicken [K]	Delta thermischer Widerstand [(m ² *K)/W]	Faktor, um den mittlerer Abstand größer ist als Standardabweichung der Messung
1	2,14e-4	2,44e-7	2,60e-6	9,63e-10	0,90
2	4,27e-4	4,78e-7	5,20e-6	1,93e-9	1,80
3	6,41e-4	7,17e-7	7,81e-6	2,89e-9	2,70
4	8,55e-4	9,11e-7	1,04e-5	3,85e-9	3,61
5	1,1e-3	1,11e-6	1,30e-5	4,81e-9	4,64
7,5	1,6e-3	1,67e-6	1,95e-5	7,22e-9	6,75
10	2,1e-3	1,95e-6	2,60e-5	9,62e-9	8,86

6.7.1.2 Messreihe Siliziumnitrid (Si₃N₄)

Vermessen wurden Si₃N₄-Dünnschichten auf Si-Substrat mit Schichtdicken zwischen 100 nm und 2 µm. Die genauen Schichtdicken und Ergebnisse können in **Tabelle 16** betrachtet werden. **Abbildung 33** zeigt die Ergebnisse und den thermischen Schichtwiderstand aufgetragen gegen die Schichtdicke.

Tabelle 16 Schichtdicken und gemessene thermische Leitfähigkeiten für die verschiedenen Proben der Si₃N₄-Messreihe.

Schichtdicke [nm]	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]
100,5	1,13
494,5	1,31
940,7	1,50
2032	1,60

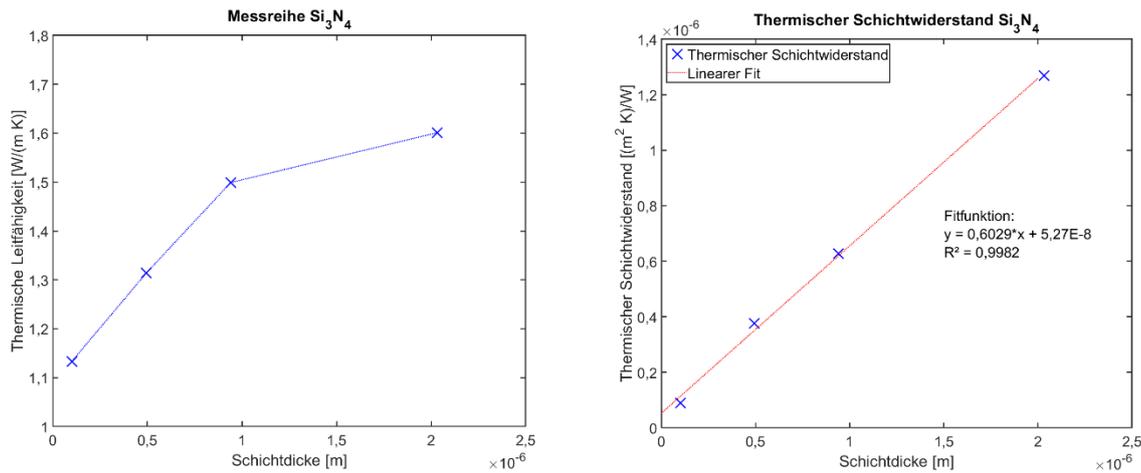


Abbildung 33 Links: Gemessene thermische Leitfähigkeit von Si₃N₄ für verschiedene Schichtdicken. Rechts: Thermischer Schichtwiderstand, berechnet aus Messergebnissen, für verschiedene Schichtdicken.

Das Vorgehen für Siliziumnitrid ist gleich dem für Siliziumdioxid. Die Standardabweichung der realen Messungen beträgt 3,43e-4 K. Die maximalen Abweichungen innerhalb einer Frequenz für verschiedene Schichtdicken und die Abweichungen für zwei Schichtdicken im gesamten Frequenzbereich sind auch hier deutlich kleiner als der mittlere Abstand der Temperaturamplituden und können somit als konstant angenommen werden. Der minimale Abstand zwischen der Temperaturamplitude des Substrates und der dünnsten Schicht (1 nm) liegt bei 9,8e-3 K.

Tabelle 17 Mittlerer Abstand der Temperaturamplitude des Heizers für verschiedene Schichtdickenabstände, sowie Maximale Abweichungen innerhalb einer Frequenz und entlang aller Messfrequenzen, Unterschied des thermischen Schichtwiderstands und der Faktor, um den der mittlere Abstand größer ist als die ermittelte Standardabweichung der Messungen.

Schrittweite Schichtdicke [nm]	Mittlerer Abstand zwischen zwei Schichtdicken [K]	Maximaler Unterschied des Abstands innerhalb einer Frequenz [K]	Maximaler Unterschied des Abstands für zwei benachbarte Schichtdicken [K]	Delta thermischer Widerstand [(m ² ·K)/W]	Faktor, um den mittlerer Abstand größer ist als Standardabweichung der Messung
1	1,30e-4	1,44e-7	1,55e-6	6,029e-10	0,38
2	2,61e-4	2,81e-7	3,10e-6	1,21e-9	0,76
3	3,91e-4	4,22e-7	4,65e-6	1,81e-9	1,14
4	5,21e-4	5,37e-7	6,20e-6	2,41e-9	1,52
5	6,52e-4	6,56e-7	7,75e-6	3,01e-9	1,90
7,5	9,78e-4	9,86e-7	1,16e-5	4,52e-9	2,85
10	1,3e-3	1,16e-6	1,55e-5	6,03e-9	3,79

Tabelle 17 zeigt den mittleren Abstand der Temperaturamplitude des Heizers für verschiedene Schichtdickenunterschiede, sowie die jeweils zugehörigen maximalen Abweichungen innerhalb einer Frequenz und entlang aller Messfrequenzen für zwei

definierte Schichtdicken. Außerdem gezeigt wird die Veränderung des thermischen Schichtwiderstandes und der Faktor, um den der mittlere Abstand der Temperaturamplitude größer ist als die berechnete Standardabweichung der realen Messungen. Es zeigt sich, dass Schichtdickenunterschiede von bis zu 4 nm aufgelöst werden können und die minimal auflösbare Schichtdicke bei unter 1 nm liegt.

6.7.1.3 Abschätzen der minimal auflösbaren Schichtdickenänderung

Nachdem in den vorherigen Abschnitten anhand zweier Messreihen die minimal auflösbare Schichtdickenänderung berechnet wurde, soll in diesem Kapitel eine allgemeine Formel zur Abschätzung dieser gefunden werden. Dazu benötigt wird der Abstand zwischen den Werten der Gesamttemperaturamplitude zweier Messungen. Dieser muss größer als die Standardabweichung der Messungen sein.

Betrachtet wird dazu die Formel zur Berechnung der thermischen Leitfähigkeit [185, 188]

$$\Delta T_f = \frac{P \cdot d_f}{2b \cdot l \cdot k_f} \quad (155)$$

Da sich Gesamt- und Schichttemperaturamplitude nur um den konstanten Wert der Substratamplitude unterscheiden, kann statt der Gesamt- auch die Schichttemperaturamplitude betrachtet werden. Folglich lässt sich der Abstand der Temperaturamplituden zweier Messungen dann mit

$$\Delta T_{Abst} = \frac{P}{2b \cdot l} \cdot \left(\frac{d_{f2}}{k_{f2}} - \frac{d_{f1}}{k_{f1}} \right) \quad (156)$$

berechnen, da $\frac{P}{2b \cdot l}$ nur vom Heizer und nicht von der Probe abhängt. Mit dem thermischen Schichtwiderstand $R_{th,f} = \frac{d_f}{k_f}$ [92, 187] ergibt sich

$$\Delta T_{Abst} = \frac{P}{2b \cdot l} \cdot \Delta R_{th,f} \quad (157)$$

Mit der intrinsischen thermischen Leitfähigkeit [92]

$$k_{int} = \frac{\Delta d_f}{\Delta R_{th,f}} \quad (158)$$

ergibt sich für den Abstand der Temperaturamplituden

$$\Delta T_{Abst} = \frac{P}{2b \cdot l} \cdot \frac{\Delta d_f}{k_{int}} \quad (159)$$

Die intrinsische thermische Leitfähigkeit ist dabei ein schichtdickenunabhängiger Materialparameter. Mit Gleichung (159) kann nun der Abstand der Temperaturamplituden für ein beliebiges Schichtdickenintervall Δd_f mit Hilfe einer abgeschätzten intrinsischen thermischen Leitfähigkeit bestimmt werden und so mit Hilfe der Standardabweichung der Messungen eine ungefähre Auflösungsgrenze für Schichtdickenunterschiede abgeschätzt werden.

6.7.2 Maximal auflösbare thermische Leitfähigkeit

Bei einer 3-Omega Messung wird immer neben der eigentlichen Probe, ein reines Substrat als Referenz gemessen. Der Unterschied der Temperaturamplitude zwischen Probe und Referenz (siehe **Abbildung 32**; blaue Kurve entspricht Referenz, rote Kurven entsprechen den Proben) entsteht dabei durch den thermischen Widerstand der Schicht und wird verwendet, um die thermische Leitfähigkeit zu bestimmen (gut erkennbar in Gleichung (82)). Mit steigender thermischer Leitfähigkeit sinkt der thermische Widerstand und somit die Differenz der Temperaturamplituden.

In diesem Abschnitt wird untersucht, wie groß die thermische Leitfähigkeit für verschiedene Schichtdicken sein darf, damit die Messung noch einen Unterschied zwischen Referenz und Probe erkennen kann und somit die Leitfähigkeit noch sinnvoll bestimmbar ist. Zu diesem Zweck wird eine Messreihe an verschieden dicken AlN-Schichten durchgeführt. Die gefundenen Ergebnisse werden anschließend mit simulierten Ergebnissen aus Gleichung (110) untersucht und ergänzt.

Vermessen wurden 5 AlN-Schichten mit den Schichtdicken 50 nm, 100 nm, 500 nm, 1 μm und 2 μm . Da das AlN durch den Abscheideprozess der Heizer angegriffen wird, muss zusätzlich auf dem AlN eine 100 nm dicke SiO₂-Schicht abgeschieden werden. Diese dient als Schutz für die AlN-Schicht. Daher ist für diese Messungen nicht das reine Substrat die Referenz, sondern ein Substrat, auf dem die gleiche 100 nm dicke SiO₂-Schicht abgeschieden wird, wie auf den AlN-Proben.

Es gilt nun herauszufinden, wie groß die Messunsicherheit für die verschiedenen Heizer ist und ob die Differenz der Temperaturamplituden zwischen Probe und Referenz größer als die Messunsicherheit ist. Dazu wird die Standardabweichung der Messergebnisse für jeden Heizer, sowohl für die Proben als auch für die Referenzen, berechnet. Anschließend werden die Standardabweichungen von Referenz und Probe addiert und mit der Differenz der Temperaturamplituden zwischen Probe und Referenz verglichen. Ist die Differenz deutlich größer als die kombinierte Standardabweichung, kann die AlN-Schicht gut aufgelöst und somit eine thermische Leitfähigkeit sinnvoll berechnet werden. Es zeigt sich, dass die Differenz der Temperaturamplituden im Durchschnitt 22-mal größer ist als die kombinierte Standardabweichung. Der kleinste Wert ist 1,6, wobei dieser nur ein einziges Mal vorkommt und es insgesamt auch nur einen Wert gibt, der kleiner als 2 ist. Der größte Wert liegt bei 244. Es lässt sich also mit großer Sicherheit sagen, dass bei allen Proben die AlN-Schicht klar aufgelöst werden konnte und somit nun die thermische Leitfähigkeit berechnet werden kann. Die Ergebnisse der Messungen finden sich in den ersten beiden Spalten aus **Tabelle 18**.

Tabelle 18 Exakte Schichtdicken der AlN-Schichten und berechnete thermische Leitfähigkeit für jede Schicht, sowie berechnetes oberes theoretisches Limit der auflösbaren thermischen Leitfähigkeit bei mindestens doppelt so großer Differenz der Temperaturamplitude zwischen Probe und Referenz im Vergleich zur kombinierten Standardabweichung von Probe und Referenz.

Schichtdicke [nm]	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]	Theoretisches Limit der Thermischen Leitfähigkeit [W/(m*K)]
1	X	0,29
5	X	1,42
10	X	2,85
20	X	5,72
52	11,83	14,17
102	12,41	26,56
501	48,55	86,97
1005	59,19	107,23
1965	112,65	123,28
5000	X	132,19
10000	X	135,3
20000	X	135,3
25000	X	135,3

Die Ergebnisse werden mit Literaturwerten aus zwei anderen Quellen [65, 198] verglichen und können in **Abbildung 34** eingesehen werden. Es zeigt sich, dass die Ergebnisse gut mit denen aus der Literatur übereinstimmen.

Im zweiten Teil werden mit Gleichung (110) auf Basis der realen Messungen nun synthetische Messwerte erzeugt. Dabei wird für eine vorgegebene Schichtdicke die Leitfähigkeit der Schicht so lange erhöht, bis der Abstand der Temperaturamplituden von Probe und Referenz kleiner als das doppelte der mittleren Standardabweichungen der Messungen ist. Die mittlere Standardabweichung der Messungen für die AlN-Schichten beträgt $3,46e-4$ K. Die Ergebnisse dazu können in **Tabelle 18** in der rechten Spalte betrachtet werden. Es wird ersichtlich, dass die Auflösungsgrenze immer oberhalb der gemessenen thermischen Leitfähigkeiten liegt, was die obige Auswertung anhand der realen Messungen unterstützt. Zusätzlich wurden noch die theoretischen Limits für sehr dünne- und sehr dicke Schichten berechnet. Wie erwartet tritt bei dicken Schichten eine Sättigung auf, da mit der 3-Omega Methode keine thermischen cross-plane Leitfähigkeiten von dünnen Schichten gemessen werden können, die größer als die des Substrats sind.

Die berechneten Obergrenzen der thermischen Leitfähigkeit liegen alle ungefähr auf einer Kurve, die durch Gleichung (154) mit $m = 7,25 \cdot 10^{-3}$ und $t = 2,65 \cdot 10^{-9}$ beschrieben werden kann. Die Anpassung liegt bei $R^2 = 0,998$. Somit können theoretische Obergrenzen für beliebige Schichtdicken berechnet werden. Diese Anpassung gilt allerdings nur im berechneten Schichtdickenbereich mit Si-Substrat als gesichert.

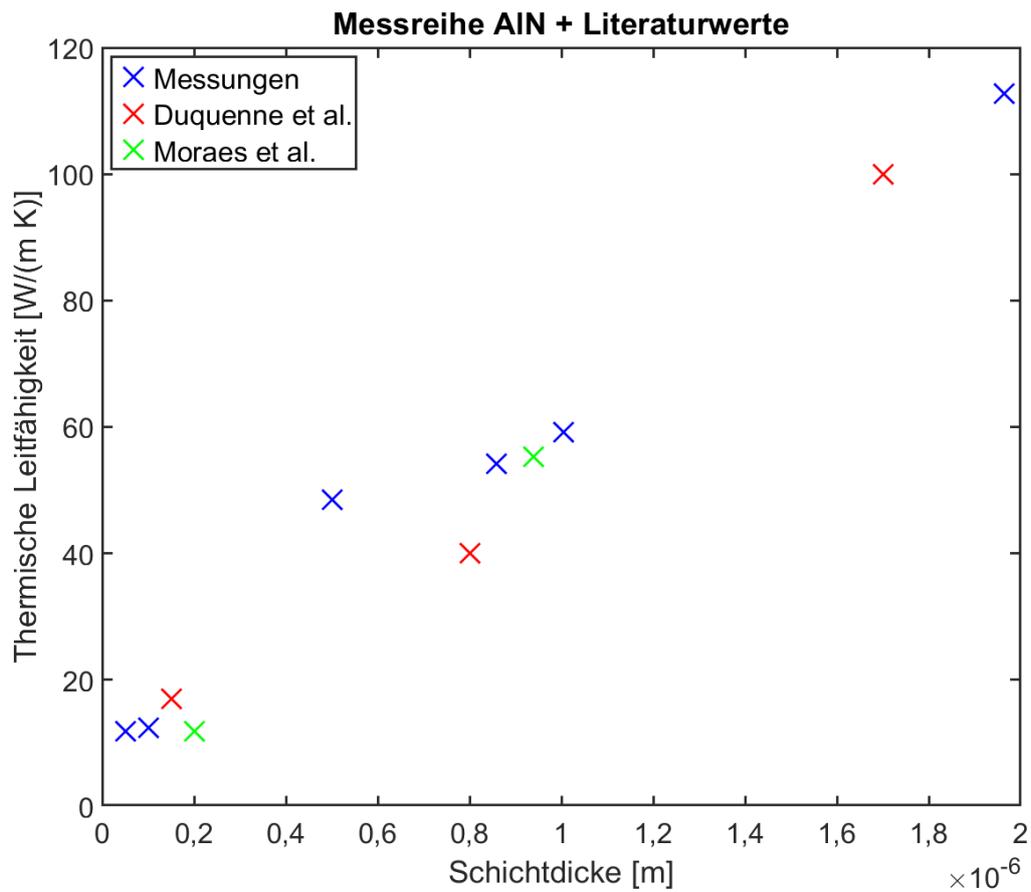


Abbildung 34 Ergebnisse der AlN-Messungen inklusive des Ergebnisses für die 850 nm dicke AlN-Schicht aus der Messreihe der Vergleichsmessungen (siehe **Tabelle 10**), sowie Vergleichswerte aus der Literatur [65, 198].

Kapitel 7

Datenauswertung mittels Machine Learning

Das Ziel dieses Kapitels ist das überwachte Trainieren (supervised learning) eines Machine Learning Modells, das den Messaufwand zur Bestimmung der thermischen cross-plane Leitfähigkeit eines Materials auf Substrat reduziert. Mit der neu entwickelten Auswertung (siehe Kapitel 6) werden fünf verschiedene Heizer mindestens zwei Mal vermessen. Insgesamt werden also mindestens 10 Messungen benötigt. Dieser Aufwand ist nötig, da unterschiedliche Heizer teils voneinander abweichende Ergebnisse liefern. Das ML-Modell soll die cross-plane Leitfähigkeit mit nur einer Messung hinreichend genau bestimmen können.

7.1 Datenauswahl

7.1.1 Featureauswahl

Wie bereits in Kapitel 2.4.2.1 beschrieben, ist es bei der Featureauswahl wichtig, das Problem in seiner Gesamtheit gut durch die gewählten Features zu beschreiben. Es sollten aber nicht zu viele Features definiert werden, da so die Gefahr wächst, einige Aspekte des Problems mehrfach wiederzugeben und somit deren Gewichtung beim Training zu erhöhen [164].

Als Features werden alle Parameter gewählt, die das Messergebnis einer 3-Omega Messung beeinflussen, sowie das Messergebnis selbst. Diese sind:

- Gesamttemperaturamplitude des Heizers T_{ges} (Frequenzabhängig)
- Heizleistung P (Frequenzabhängig)
- Heizerbreite $2b$
- Heizerlänge l
- Schichtdicke des Dünnsfilms d_f
- Spezifische Wärmekapazität des Dünnsfilms c
- Dichte des Dünnsfilms ρ

Die Rohdaten der Messung liefern eigentlich die 3-Omega Spannung über die Brücke, die 1-Omega Spannung über die Probe, den TCR-Wert und die Proben- und Dekadenwiderstände. All diese Parameter werden aber in der Gesamttemperaturamplitude berücksichtigt und somit kann die Anzahl an Features minimiert werden. Heizleistung, Heizergeometrie und Schichtdicke beeinflussen die Messung erheblich und werden somit ebenso als Features festgelegt. Die Materialparameter Dichte und spezifische Wärmekapazität haben laut

Gleichung (110) nur einen kleinen Einfluss, werden hier aber als Marker mit aufgenommen, um auf verschiedene Materialien hinzuweisen. Der Einfluss der beiden Parameter wird im Kapitel 7.4 begutachtet.

7.1.2 Probenauswahl

Bei der Probenauswahl für den Trainings- und Validationdatensatz wird darauf geachtet, einen möglichst großen Raum aus verschiedenen Schichtdicken und Materialien abzudecken. So finden sich Proben mit einer großen Bandbreite von Schichtdicken von 5 nm bis 2000 nm und allen bisher vermessenen Materialien, mit Ausnahme von AlN, da hier ein Zweischichtsystem benötigt wird und sich der Probenaufbau somit stark von den anderen Proben unterscheidet. Die vermessenen Heizer haben Längen zwischen 9 mm und 17 mm und Breiten zwischen 2 μm und 27 μm . Eine Übersicht über alle Proben des Trainings- und Validationdatensatzes findet sich in **Tabelle 19** wieder. Zu jeder in der Tabelle gelisteten Probe existieren mehrere Messungen mit verschiedenen Heizergeometrien. Insgesamt enthält der Trainings- und Validationdatensatz 196 Messungen mit ca. 6500 bis 19600 individuellen Messpunkten.

Tabelle 19 Liste aller Proben für Trainings- und Validationdatensatz.

Nummer	Material	Schichtdicke [nm]	Nummer	Material	Schichtdicke [nm]
1	SiO ₂	5	10	SiO ₂	850
2	SiO ₂	10	11	SiO ₂	1000
3	SiO ₂	20	12	BN	425
4	SiO ₂	30	13	BN (150 °C)	500
5	SiO ₂	50	14	BN	500
6	SiO ₂	100	15	BN	850
7	SiO ₂	425	16	Si ₃ N ₄	100
8	SiO ₂	500	17	Si ₃ N ₄	1000
9	SiO ₂ Feuchtoxid	500	18	Si ₃ N ₄	2000

Bei der Auswahl der Proben für den Testdatensatz wird darauf geachtet, möglichst das gesamte Spektrum zukünftiger Proben abzubilden, sowie neue, bisher unbesehene Proben einzubauen, um die Generalisierbarkeit des Modells zu testen. Eine Übersicht über alle Proben des Testdatensatzes findet sich in **Tabelle 20** wieder. Zu jeder in der Tabelle gelisteten Probe existieren mehrere Messungen mit verschiedenen Heizergeometrien. Der Testdatensatz enthält eine Probe jedes Materials. Mit Probe Nummer 3 wird zudem eine Kombination aus Material und Schichtdicke eingeführt, mit der das ML-Modell so noch nie konfrontiert wurde. Insgesamt enthält der Testdatensatz 24 Messungen mit insgesamt ca. 800 bis 2400 individuellen Messpunkten.

Tabelle 20 Liste aller Proben für Testdatensatz.

Nummer	Material	Schichtdicke [nm]
1	SiO ₂	100
2	BN	500
3	Si ₃ N ₄	500

7.1.3 Datensätze

Mit Hilfe der ausgewählten Features und Samples werden nun insgesamt 6 verschiedene Datensätze erzeugt. Alle verfügbaren ML-Modelle (siehe Kapitel 7.2) werden mit jedem Datensatz trainiert. Eine Übersicht über alle Datensätze findet sich in **Tabelle 21**.

Tabelle 21 Übersicht über alle generierten Datensätze.

Nummer	Frequenzbereich [Hz]	Features	Individuelle Messpunkte Training	Individuelle Messpunkte Test
1	10 – 10000	Tges, P, 2b, l, d, c, p	19600	2400
2	100 – 10000	Tges, P, 2b, l, d, c, p	13132	1608
3	100 – 1000	Tges, P, 2b, l, d, c, p	6468	792
4	10 – 10000	Tges, P, 2b, l, d	19600	2400
5	100 – 10000	Tges, P, 2b, l, d	13132	1608
6	100 – 1000	Tges, P, 2b, l, d	6468	792

Untersucht werden drei verschiedene Frequenzbereiche, sowie zwei verschiedene Feature-Kollektionen. Die Frequenzbereiche umfassen:

- Gesamter Frequenzbereich
- Frequenzen größer 100 Hz: kleine Frequenzen werden ausgelassen, da diese meist eine deutlich größere Streuung aufweisen.
- Frequenzen zwischen 100 Hz und 1000 Hz: Dieses Intervall stellt ungefähr den linearen Bereich da.

Die beiden Feature-Kollektionen unterscheiden sich hinsichtlich der beiden Materialparameter Dichte und spezifische Wärmekapazität. Wie bereits in Kapitel 7.1.1 beschrieben, ist der Einfluss der beiden Features fraglich und wird auf diese Weise untersucht.

7.2 Modellauswahl

7.2.1 Matlab

Das Auswählen eines spezifischen ML-Modells gestaltet sich in der Regel äußerst schwierig. Obwohl man die Funktionsweise verschiedener Modelle kennt, ist es meist schwer, ihr exaktes

Lernverhalten vorherzusagen [199]. Meist wird daher der Ansatz verfolgt, viele verschiedene Modelle zu trainieren und das mit der besten Performance auszuwählen. Matlab bietet zu diesem Zweck eine Vielzahl vordefinierter ML-Modelle in der Regression-Learner App der Statistics and Machine Learning Toolbox. Eine kurze Übersicht findet sich in **Tabelle 22**.

Als Validation Strategie werden jeweils einmal Holdout Validation, einmal 5 fold Cross-Validation und einmal Resubstitution Validation gewählt, so dass jeder Datensatz einmal mit jeder Strategie trainiert wird.

Tabelle 22 Übersicht über die in Matlab integrierten Machine Learning-Modelle.

Art	Anzahl verschiedener Modelle
Linear Regression	5
Regression Trees	5
Support Vector Machines	8
Gaussian Process Regression	6
Kernel Approximation Regression	3
Ensemble of Trees	4
Neural Networks	7

7.2.2 LSTM Deep Learning Netz

Zusätzlich zu den 38 vorhandenen Modellen wird ein LSTM Deep Learning Netz programmiert. Dieses besteht aus den folgenden vier Layers:

- Input Layer: Nimmt Eingaben an
- LSTM Layer: Long Short-Term Memory Layer
- Fully Connected Layer: Verknüpft vorhergehende Schicht mit nachfolgender Schicht [200]. Wird hier genutzt, um von vielen Neuronen der LSTM-Layer auf ein Neuron der Output Layer zu verkleinern.
- Output Layer: Gibt Ergebnis aus

Das Netz besitzt die folgenden Hyperparameter:

- Epochen: Entspricht der maximalen Anzahl an Trainingszyklen für den gesamten Datensatz
- Mini Batch Size: Entspricht der Batch-Größe. Wird zu 196 gesetzt → Es werden in jedem Trainingszyklus alle Daten genutzt. Das führt zu etwas längeren Trainingszeiten, dafür ist das Ergebnis genauer. Bei kleineren Datensätzen ist dies zu empfehlen, größere Datensätze werden meist in kleinere Batches unterteilt.
- Number of hidden Units: Gibt an, wie viel Information zwischen Datenpunkten weitergegeben wird. Wird der Wert zu groß angegeben, besteht die Gefahr des Overfittings. Wird zu 100 gesetzt.
- Solver: Als Solver wird hier der Parameter Optimierer bezeichnet. Es wird der Adam Optimierer genutzt.

- Shuffle: Gibt an, ob Trainings- und Validationdaten nach einer gewissen Anzahl an Zyklen neu verteilt werden sollen. Ist in diesem Fall so eingestellt, dass nach jedem Zyklus Trainings- und Validationdaten neu verteilt werden. Dadurch wird verhindert, dass sich das Modell an einen festen Validationdatensatz anpasst und somit schlechter generalisierbar wird.
- Validation Frequency: Gibt an, nach wie vielen Zyklen das Modell mit den Validationdaten getestet wird. Ist auf 1 gesetzt, so dass nach jedem Zyklus validiert wird.
- Lernrate: Gibt an, wie schnell gelernt wird. Ein hoher Wert führt zu schnelleren, aber ungenaueren Ergebnissen.

Da es in Matlab nicht möglich ist, Hyperparameter Optimierer einzubauen, werden die Hyperparameter Epochen und Lernrate per Hand variiert. Als Standard wird 5000 Epochen lang gelernt. Konvergiert die Lernkurve nach dieser Zeit noch nicht, wird der Wert angepasst. Für die Lernrate werden standardmäßig die Werte $5e-3$, $5e-4$ und $5e-5$ gewählt. Konvergiert die Lernkurve auch bei der niedrigsten Lernrate noch sehr schnell, wird auch hier eine noch kleinere Lernrate ausgewählt.

Als Validation Strategie wird Holdout Validation gewählt, da Matlab beim Programmieren keine andere Strategie zulässt, ohne erheblichen Aufwand zu betreiben.

7.3 Auswertung

7.3.1 Matlab

Jeder der sechs Datensätze wurde mit jedem von Matlab verfügbaren Modell und jeder verfügbaren Validation Strategie trainiert. **Tabelle 23** zeigt das Modell, das für jeden Datensatz und jede Validation Strategie am besten abgeschlossen hat. Die Test RMSE Spalte zeigt dabei die Wurzel des mittleren quadratischen Fehlers des Testdatensatzes an und die Test R^2 Spalte das Bestimmtheitsmaß. Beim ersten Datensatz wurden die Hyperparameter der Validation Strategien etwas variiert, um die besten Werte zu erhalten. Bei der Holdout Validation wurde sich für eine Aufteilung von 85% zu 15% für Trainings- und Validationdaten entschieden. Die Cross-Fold Validation wird exakter, je mehr Faltungen man durchführt. Typische Werte sind hier 5, 15, und 50. Für die initialen Trainingsläufe werden 5 Faltungen genutzt, da jede Faltung mehr zusätzlichen Rechenaufwand bedeutet. Für die späteren Trainingsläufe werden 50 Faltungen verwendet.

Insgesamt am besten abgeschnitten haben die Boosted- und Bagged-Entscheidungsbäume. Bei den Validation Strategien halten sich Holdout- und Cross-Fold Validation die Waage. Für eine Optimierung der Hyperparameter werden dementsprechend die beiden Entscheidungsbäume gewählt. Als Validation Strategie wird die Cross-Fold Validation mit 50 Faltungen genutzt, da diese meist die besten Ergebnisse liefert [201, 202]. Trainiert wird am Datensatz 1. Die gefundenen Hyperparameter werden anschließend für ein finales Training an Datensatz 1 und 3 getestet, da diese am erfolgversprechendsten erscheinen (siehe **Tabelle 23**). Alle Trainingsläufe können im **Anhang C** in **Tabelle 35** und **Tabelle 36** eingesehen werden. Die Optimierung der Boosted Trees Methode wurde nach anfänglichen Versuchen eingestellt,

da die Ergebnisse nicht vielversprechend waren. Bei der Bagged Trees Methode zeichnete sich besonders die Hyperparameterkombination 7 und 25 für die minimale Blattanzahl und die Anzahl an Lernern ab. Da der Trainingsprozess jedes Mal etwas anders abläuft, werden mit dieser Kombination 100 Modelle jeweils für die Datensätze 1 und 3 trainiert. Die besten Modelle für jeden Datensatz werden in **Tabelle 24** gezeigt.

Tabelle 23 Trainingsergebnisse für die ML-Modelle, die in Matlab hinterlegt sind. Gezeigt ist jeweils das beste Modell für jeden Datensatz und jede Validation Strategie. Die besten Modelle jedes Datensatzes sind grün hervorgehoben.

Daten-satz	Validation Methode	Modell	Test RMSE	Test R ²
1	Resubstitution Validation	Bagged Trees	0,094716	0,98
1	Holdout Validation 5%	Bagged Trees	0,17269	0,93
1	Holdout Validation 5%	Optimizable Ensemble	0,18812	0,92
1	Holdout Validation 5%	Bagged Trees	0,13946	0,95
1	Holdout Validation 15%	Bagged Trees	0,088744	0,98
1	Holdout Validation 15%	Bagged Trees	0,17324	0,93
1	Holdout Validation 15%	Optimizable SVM	0,13296	0,96
1	Holdout Validation 25%	Optimizable GPR	0,17752	0,92
1	Holdout Validation 25%	Bagged Trees	0,11812	0,97
1	Holdout Validation 25%	Optimizable GPR	0,1382	0,95
1	Cross Validation 5 Folds	Bagged Trees	0,14353	0,95
1	Cross Validation 15 Folds	Bagged Trees	0,087333	0,98
1	Cross Validation 50 Folds	Bagged Trees	0,08774	0,98
2	Resubstitution Validation	Optimizable SVM	0,10737	0,97
2	Holdout Validation 15%	Bagged Trees	0,11017	0,97
2	Cross Validation 5 Folds	Bagged Trees	0,099848	0,98
3	Resubstitution Validation	Optimizable Ensemble	0,15077	0,95
3	Holdout Validation 15%	Bagged Trees	0,077554	0,99
3	Cross Validation 5 Folds	Bagged Trees	0,10258	0,97
3	Cross Validation 50 Folds	Bagged Trees	0,10856	0,97
4	Resubstitution Validation	Boosted Trees	0,21817	0,89
4	Holdout Validation 15%	Optimizable GPR	0,1728	0,93
4	Cross Validation 5 Folds	Optimizable Neural Network	0,12292	0,96
5	Resubstitution Validation	Narrow Neural Network	0,2078	0,9
5	Holdout Validation 15%	Boosted Trees	0,22522	0,88
5	Cross Validation 5 Folds	Optimizable Ensemble	0,21009	0,89
6	Resubstitution Validation	Boosted Trees	0,11057	0,97
6	Holdout Validation 15%	Boosted Trees	0,11057	0,97
6	Cross Validation 5 Folds	Boosted Trees	0,11057	0,97

Tabelle 24 Jeweils bestes trainiertes Modell für die Datensätze 1 und 3.

Daten-satz	Validation Methode	Modell	Minimale Blattanzahl	Anzahl Lerner	Test RMSE	Test R ²
1	Cross-Fold Validation 50	Bagged Trees	7	25	0,050036	0,99
3					0,051975	0,99

Betrachtet man die Ergebnisse aus **Tabelle 24**, würde man sich für das Modell des Datensatzes 1 (ab jetzt Modell 1 genannt) entscheiden, da sein RMSE-Wert kleiner als der des Modells des Datensatzes 3 (ab jetzt Modell 3 genannt) ist. Betrachtet man die Ergebnisse genauer, scheint es, als wäre die Streuung von Modell 1 bei SiO₂ und Si₃N₄ größer als bei Modell 3. Dies wird in **Abbildung 35** ersichtlich.

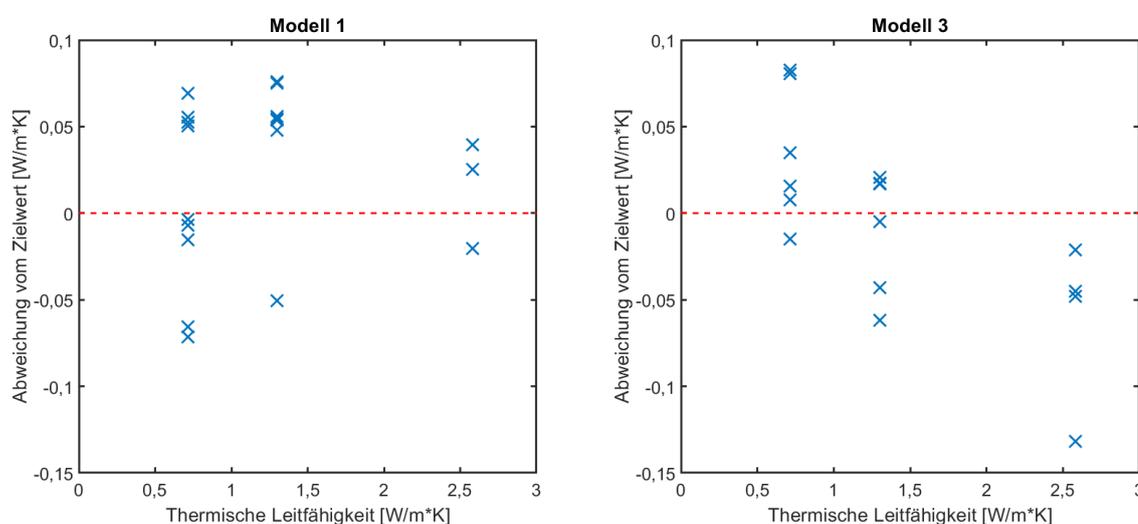


Abbildung 35 Abweichung der Ergebnisse der beiden Matlab-Modelle. Die thermischen Leitfähigkeitswerte auf der x-Achse entsprechen den verschiedenen Materialien SiO₂ (0,71 W/(m*K)), Si₃N₄ (1,30 W/(m*K)) und BN (2,58 W/(m*K)).

Da die absoluten Ergebnisse für SiO₂ und Si₃N₄ kleiner sind als für BN, ist hier eine kleinere Streuung vorzuziehen, wohingegen die etwas größere Streuung bei BN nicht so sehr ins Gewicht fällt. Dies wird in **Tabelle 25** deutlich, in der die Fehlerintervalle der beiden Modelle verglichen werden. Als Fehlerintervall wird hier der Abstand des jeweils kleinsten und größten Ergebnisses der beiden Modelle für jedes Material definiert.

Tabelle 25 Fehlerintervalle für die beiden finalen Modelle 1 und 3.

Material	Target-Wert	Fehlerintervall Modell 1	Fehlerintervall Modell 3
SiO ₂	0,713	0,141	0,098
Si ₃ N ₄	1,301	0,127	0,083
BN	2,582	0,060	0,111

Um dies genauer zu untersuchen, werden die Ergebnisse jeweils als Boxplot in **Abbildung 36** gezeigt.

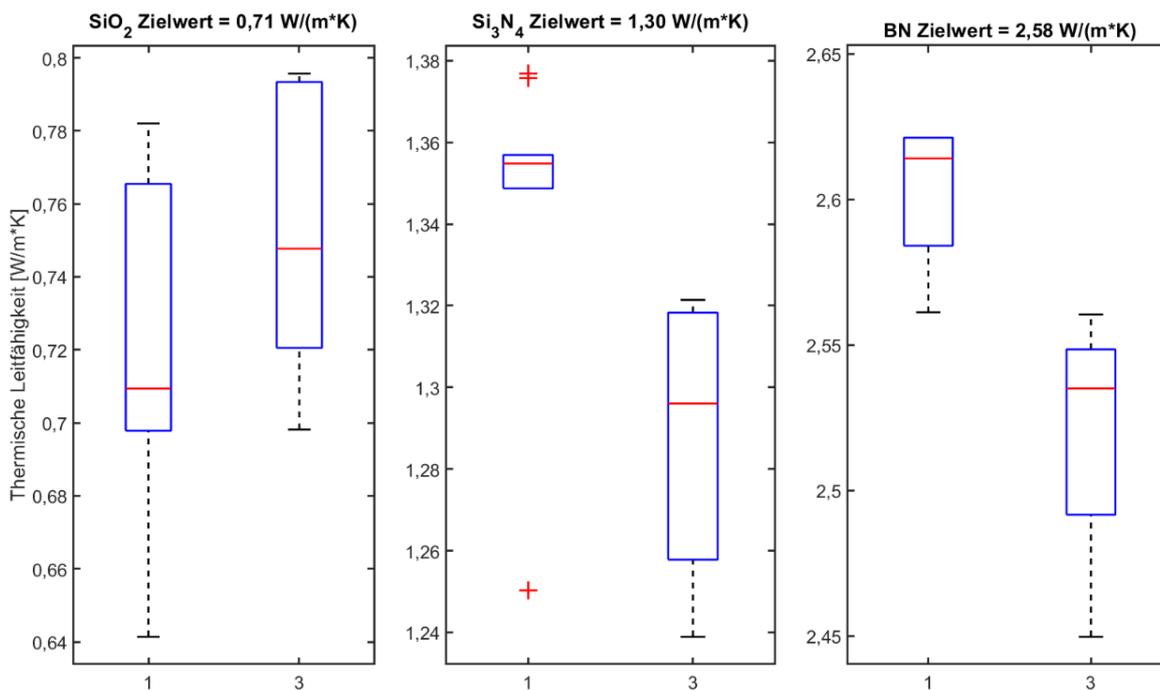


Abbildung 36 Vergleich der Modellgenauigkeiten der Matlab-Modelle 1 und 3 mit Hilfe von Boxplots. Gezeigt sind jeweils ein Boxplot für jedes Modell und jedes Material.

Die Boxplots bestätigen die Vermutung, welche durch die schnelle Betrachtung der Fehlerintervalle aufgestellt wurden. Die kleinere Streuung von Modell 3 bei SiO₂ und Si₃N₄ wird hier deutlich ersichtlich. Der Median der Messwerte liegt bei Modell 1 für SiO₂ und BN allerdings näher am Target Wert. Trotz dieser kleinen Einschränkung wird sich schließlich für Modell 3 anstelle von Modell 1 aufgrund der geringeren Streuung bei kleinen thermischen Leitfähigkeiten entschieden. Die etwas größere Abweichung des Medians bei SiO₂ wird dabei in Kauf genommen.

7.3.2 Long Short-Term Memory Modell

Neben den Matlab internen Modellen wurde ein eigenes LSTM-Netz (siehe Kapitel 7.2.2) programmiert. Es wird wieder mit allen sechs Datensätzen trainiert. Variiert werden hauptsächlich die Größe des Validationdatensatzes, Lernrate, MiniBatch Size und Anzahl der Hidden Units. Außerdem wurde neben dem Adam Optimierer ein SGDM (stochastic gradient descent with momentum) Optimierer getestet. Dieser lieferte für die vorhandenen Datensätze sehr schlechte Ergebnisse und wird daher nicht weiterverfolgt. Eine Übersicht über alle anfänglich trainierten Modelle findet sich im **Anhang C** in **Tabelle 37**.

Es zeigt sich, dass für verschieden große Validationdatensätze ähnliche Ergebnisse erzielt werden. Die besten Ergebnisse liefern aber die Trainingsläufe, bei denen mit 15% Validationdaten gearbeitet wird. Des Weiteren erzielt die größte Lernrate die besten Ergebnisse. Überraschend ist, dass eine kleinere Batchgröße bessere Ergebnisse liefert. Die Vorteile kleinerer Batchgrößen werden in Kapitel 2.4.2.3 erläutert, diese treten aber eigentlich erst bei größeren Datenmengen in den Vordergrund. Mit diesem Wissen sind anfänglich

hauptsächlich größere Batchgrößen trainiert worden, da somit immer mit allen Daten trainiert wird.

Mit den erhaltenen Erkenntnissen wird ein zweiter großer Trainingslauf gestartet, bei dem sich auf kleinere Batchgrößen und größere Lernraten mit 15% Holdout konzentriert wird. Alle Trainingsläufe können im **Anhang C** in **Tabelle 38** eingesehen werden. Es zeigt sich, dass bei kleineren Batchgrößen und größeren Lernraten die Trainingsergebnisse deutlich besser werden. Auf Basis von **Tabelle 37** und **Tabelle 38** im **Anhang C** werden einige Modelle zur Optimierung ausgewählt. Jedes der gewählten Modelle wird mehrere tausend Male trainiert. Die Modellauswahl sowie die zugehörigen Trainingsergebnisse werden in **Tabelle 26** gezeigt.

Tabelle 26 Modellauswahl für finales LSTM-Netz Training. Das beste Modell ist grün hinterlegt.

Datensatz	Validation Methode	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
1	Holdout Validation 25%	64	0,00005	150	0,2054	0,8987
1	Holdout Validation 15%	196	0,005	50	0,058	0,9919
1	Holdout Validation 15%	196	0,005	150	0,0489	0,9942
1	Holdout Validation 15%	64	0,05	100	0,029	0,998
2	Holdout Validation 15%	196	0,005	50	0,045	0,99
2	Holdout Validation 25%	196	0,005	150	0,0754	0,9864
2	Holdout Validation 25%	196	0,005	150	0,0468	0,9947
3	Holdout Validation 15%	196	0,005	50	0,06	0,98
3	Holdout Validation 15%	196	0,005	100	0,0449	0,9952
3	Holdout Validation 15%	64	0,005	100	0,0323	0,9975
3	Holdout Validation 25%	64	0,05	100	0,025	0,998
3	Holdout Validation 15%	64	0,00005	100	0,037	0,9656
3	Holdout Validation 15%	32	0,05	150	0,0234	0,9987
3	Holdout Validation 15%	32	0,05	100	0,0151	0,9995
4	Holdout Validation 15%	32	0,005	100	0,024	0,9986
6	Holdout Validation 15%	32	0,005	100	0,0198	0,9991

Das beste Modell ist wie bei den Matlab-Modellen mit Datensatz 3 trainiert. Nachdem das Modell deutlich bessere Ergebnisse als die anderen Modelle zeigt, wird hier auf einen Vergleich verzichtet. **Abbildung 37** und **Abbildung 38** zeigen die Boxplots und die Abweichungen von den Targetwerten für das ausgewählte (grün hinterlegte) Modell.

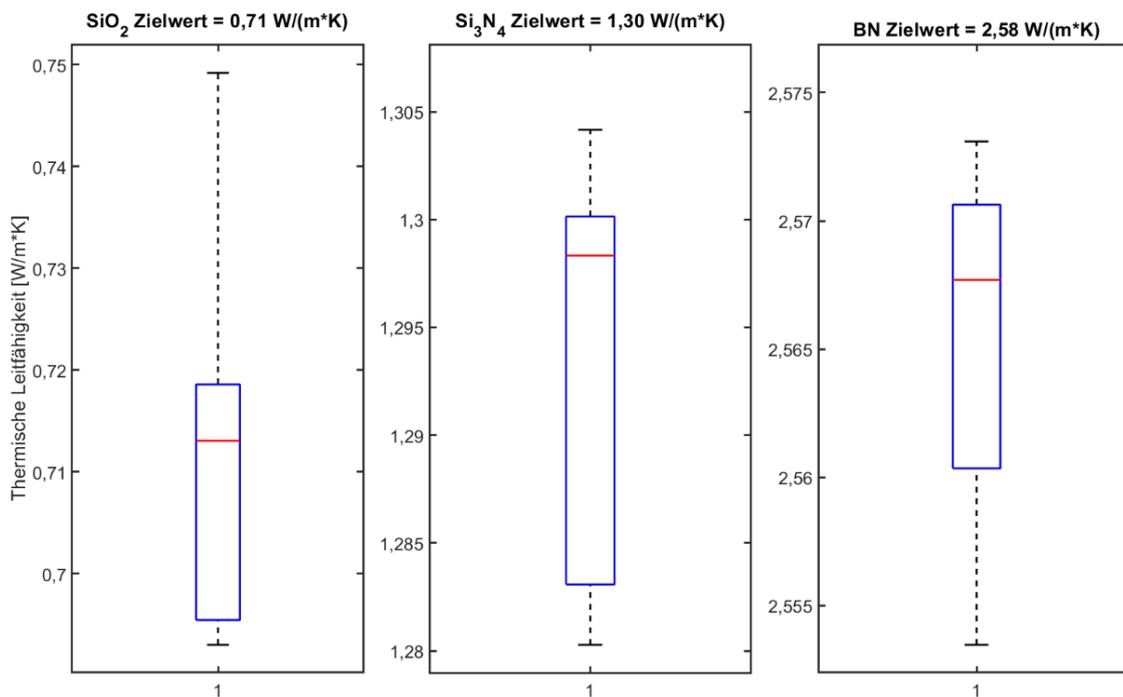


Abbildung 37 Boxplots für das beste LSTM-Modell. Gezeigt ist der Ergebnisbereich des LSTM-Modells für verschiedene Messungen mit verschiedenen Heizern an derselben Probe.

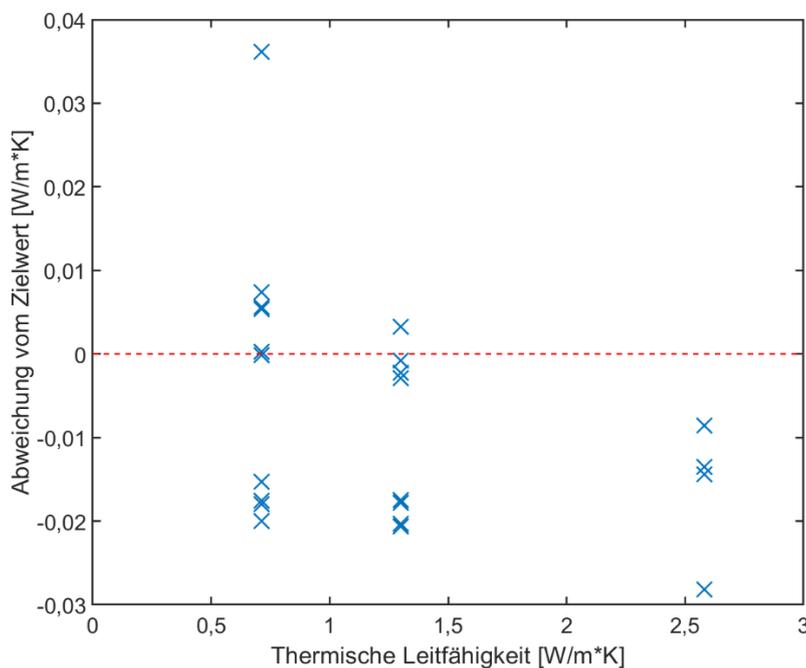


Abbildung 38 Abweichung der einzelnen Messungen vom Targetwert für das beste LSTM-Netz. Die thermischen Leitfähigkeitswerte auf der x-Achse entsprechen den verschiedenen Materialien SiO₂ (0,71 W/(m*K)), Si₃N₄ (1,30 W/(m*K)) und BN (2,58 W/(m*K)).

7.4 Ergebnisse

Es wurden Machine Learning Modelle auf zwei verschiedene Arten trainiert. Einmal mit der Matlab-eigenen Regression-Learner App und einmal mit einem selbst programmierten LSTM-Netz. Im Folgenden werden die am besten trainierten Modelle beider Arten verglichen, um somit zu einem finalen Modell zu gelangen. **Tabelle 27** zeigt die RMSE-Werte und die Güte R^2 der beiden Modelle für die einzelnen Materialien, sowie den gesamten Testdatensatz. Es wird ersichtlich, dass das LSTM-Netz deutlich genauere Ergebnisse liefert. Diese These wird durch die Abweichungen der einzelnen Messungen in **Abbildung 39** sowie die Boxplots in **Abbildung 40** unterstützt. Als finales Modell wird dementsprechend klar das LSTM-Netz gewählt.

Tabelle 27 Vergleich der jeweils besten Modelle aus der Regression-Learner App und dem LSTM-Netz.

	Matlab Modell 3	LSTM	Matlab Modell 3	LSTM	Matlab Modell 3	LSTM
Material	RMSE		RMSE Gesamt		R ²	
SiO ₂	0,0545	0,0164	0,0520	0,0150	0,99	0,9995
Si ₃ N ₄	0,0359	0,0122				
BN	0,0471	0,0177				

Des Weiteren fällt auf, dass die beiden besten Modelle jeweils mit Datensatz 3 trainiert wurden. Der in Kapitel 7.1.1 eher als gering eingeschätzter Einfluss der spezifischen Wärmekapazität und der Dichte der Schicht ist dementsprechend größer als gedacht. Der für die Modelle wichtige Frequenzbereich begrenzt sich auf den linearen Bereich von 100 Hz bis 1000 Hz.

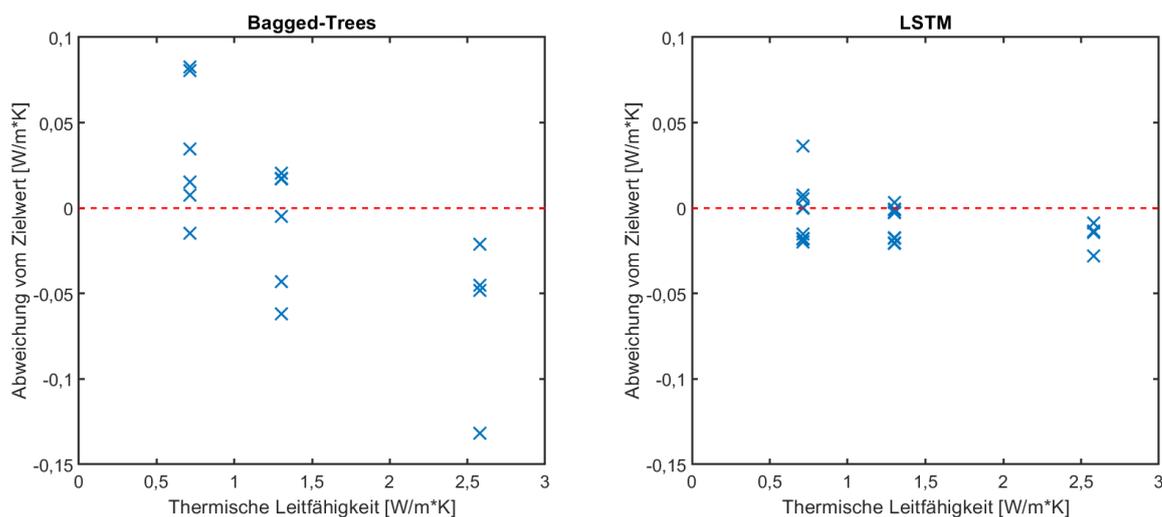


Abbildung 39 Abweichung der Ergebnisse der beiden besten Modelle. Die thermischen Leitfähigkeitswerte auf der x-Achse entsprechen den verschiedenen Materialien SiO₂ (0,71 W/(m*K)), Si₃N₄ (1,30 W/(m*K)) und BN (2,58 W/(m*K)).

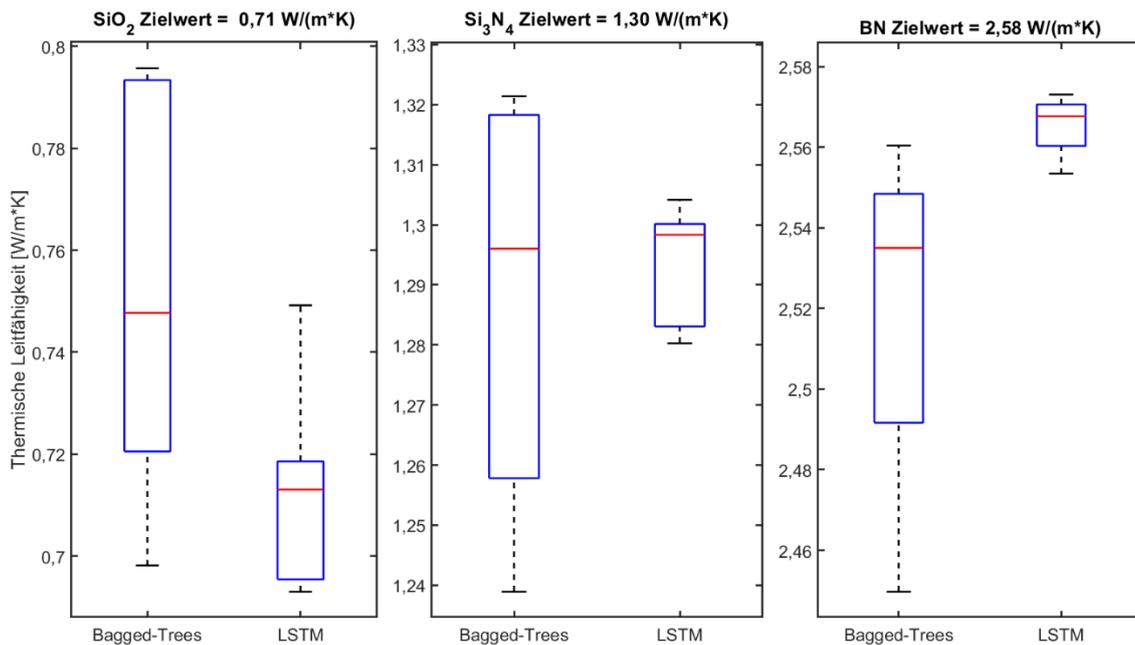


Abbildung 40 Vergleich der Modellgenauigkeiten der beiden besten Modelle mit Hilfe von Boxplots. Gezeigt sind jeweils ein Boxplot für jedes Modell und jedes Material.

7.5 Vergleich Machine Learning Modell und Auswertung mit Regression

Nachdem das beste ML-Modell gefunden wurde, soll dieses nun mit der in Kapitel 6 beschriebenen bisherigen Auswertung verglichen werden. Dabei wird der Wert für die thermische cross-plane Leitfähigkeit des simultanen Fits nach bestem Wissen und vergleichenden Messungen mit anderen Messmethoden (siehe Kapitel 6.4) als „wahrer“ oder Target Wert angesehen. Die Abweichungen des ML-Modells zu diesem Target können in **Tabelle 28** eingesehen werden. Die Abweichung liegt für alle Materialien deutlich unter 1%. In Zusammenhang mit den Daten aus **Abbildung 39** und **Abbildung 40** sowie **Tabelle 27** wird das LSTM-Netz als valide Alternative zur bisherigen Auswertetechnik angesehen. Das ML-Modell hat den Vorteil, dass nur ein Heizer vermessen werden muss anstelle der üblichen 5. Daraus ergibt sich eine Verkürzung der Mess- und Auswertezeit von ca. 6 Stunden auf 1 Stunde.

Tabelle 28 Zielwerte der thermischen Leitfähigkeit für jedes Material, sowie das mittlere Ergebnis des LSTM-Netzes und die mittlere Abweichung von den Zielwerten.

Material	Target Wert [W/(m*K)]	Mittleres LSTM-Netz Ergebnis [W/(m*K)]	Mittlere Abweichung [W/(m*K)]
SiO ₂	0,713	0,711	0,002
Si ₃ N ₄	1,301	1,293	0,008
BN	2,581	2,565	0,016

7.6 Zusammenfassung

Die LSTM-Ergebnisse sind in sehr guter Übereinstimmung mit den Simultanfit-Ergebnissen. Das LSTM-Netz bietet dabei aber den Vorteil, dass nur ein Heizer vermessen werden muss, im Gegensatz zu den 5 Heizern bei der Simultanfit-Methode. Dies führt zu erheblicher Zeitersparnis und macht das LSTM-Netz zu einer deutlichen Verbesserung der 3-Omega Methode.

Das LSTM-Netz ist wie jedes Machine Learning Tool eine Blackbox. Es kann lediglich der Input und der Output überprüft werden, allerdings ist es nicht möglich einen Einblick in die Ergebnisfindung des Programms zu bekommen. Daher sollten nur Proben auf diese Weise ausgewertet werden, deren Parameter ähnlich derer der im Trainingsdatensatz enthaltenen Daten sind. Für präzise Ergebnisse wird weiterhin die klassische neu entwickelte 3-Omega Auswertung empfohlen.

Das LSTM-Netz ist aber kein „abgeschlossenes“ Programm. Es kann stets mit neuen Messungen weitertrainiert und damit sein Horizont erweitert und die Genauigkeit verbessert werden.

Kapitel 8

3-Omega Scanning Thermal

Microscopy

8.1 Motivation und Aufbau

Die klassische 3-Omega Methode, wie sie auch in dieser Arbeit genutzt wird, hat trotz fortlaufender Verbesserungen einige Methodik bedingte Schwächen. Der wohl größte Nachteil der Methode ist die extensive Probenpräparation. Auf jedes zu untersuchende Material muss eine Heizerstruktur aufgebracht werden. Dieser Prozess benötigt vielfältiges Knowhow und Equipment und ist gewissermaßen destruktiv. Des Weiteren wird die thermische Leitfähigkeit über die gesamte Kontaktfläche des Heizers gemittelt. Dies ist wünschenswert, wenn ein Materialparameter gesucht wird, gibt allerdings keinerlei Aufschluss über lokale thermische Leitfähigkeitsunterschiede.

Im Gegensatz dazu kann die Scanning Thermal Microscopy (SThM) (siehe Kapitel 2.3.3) lokale thermische Leitfähigkeitsunterschiede, mit Hilfe einer beheizten AFM-Spitze, detektieren. Allerdings ist die Methode nur qualitativ, es können also keine Aussagen über die exakte thermische Leitfähigkeit gemacht werden.

Bei der Kombination der beiden Messmethoden wird die SThM mit einem Bruker Dimension Icon AFM als Basis verwendet. Die übliche Messbrücke ist dabei durch eine eigens angefertigte Wheatstone-Brücke zu ersetzen. Die Generierung des Anregesignals erfolgt mit einem externen Lock-In Verstärker der Firma Anfatec (Anfatec eLockIn 204/2). Dieser dient auch zur Detektion des 3-Omega Signals, welches dann in den AFM-Controller (Nanoscope V) eingespeist und dort mit den Topographiedaten des AFMs synchronisiert wird. Der 3-Omega Heizer ist hier, ähnlich wie beim SThM, durch eine beheizte AFM-Spitze (Bruker VITA-DM-NANOTA-200) zu ersetzen. Der schematische Aufbau kann in **Abbildung 41** betrachtet werden, während der reale Aufbau in **Abbildung 42** zu finden ist. Die farbig eingerahmten Bereiche der beiden Abbildungen zeigen dabei jeweils die gleichen Komponenten.

Mit der Kombination beider Messmethoden wird erwartet, dass quantitative Aussagen über die lokale thermische Leitfähigkeit gemacht werden können. Außerdem entfällt das Aufbringen der Heizerstrukturen, da als Heizer eine AFM-Spitze verwendet wird.

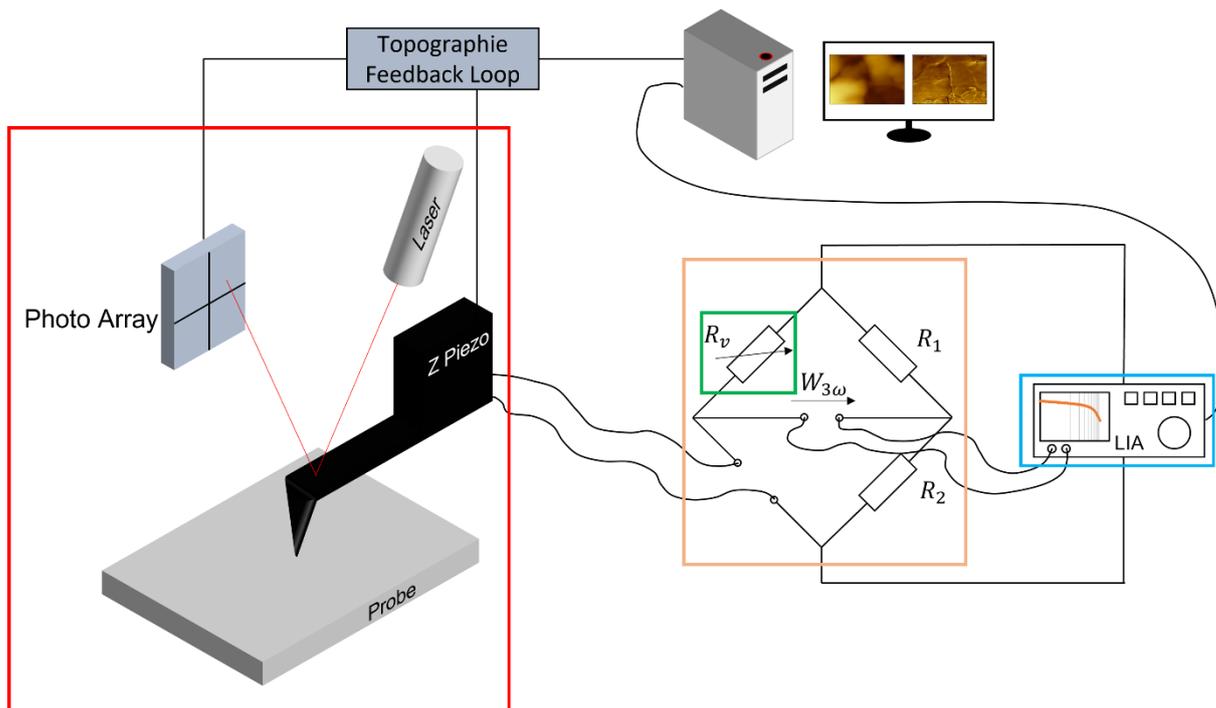


Abbildung 41 Schematischer Aufbau der 3-Omega SThM-Kombination. Rot: Klassischer AFM-Aufbau mit Probe, Spitze und Laser + Photo Array; Orange: Wheatstone-Brücke, Grün: Variabler Dekadenwiderstand; Blau: Lock-In Verstärker. Die Farbkodierung stimmt mit **Abbildung 42** überein.

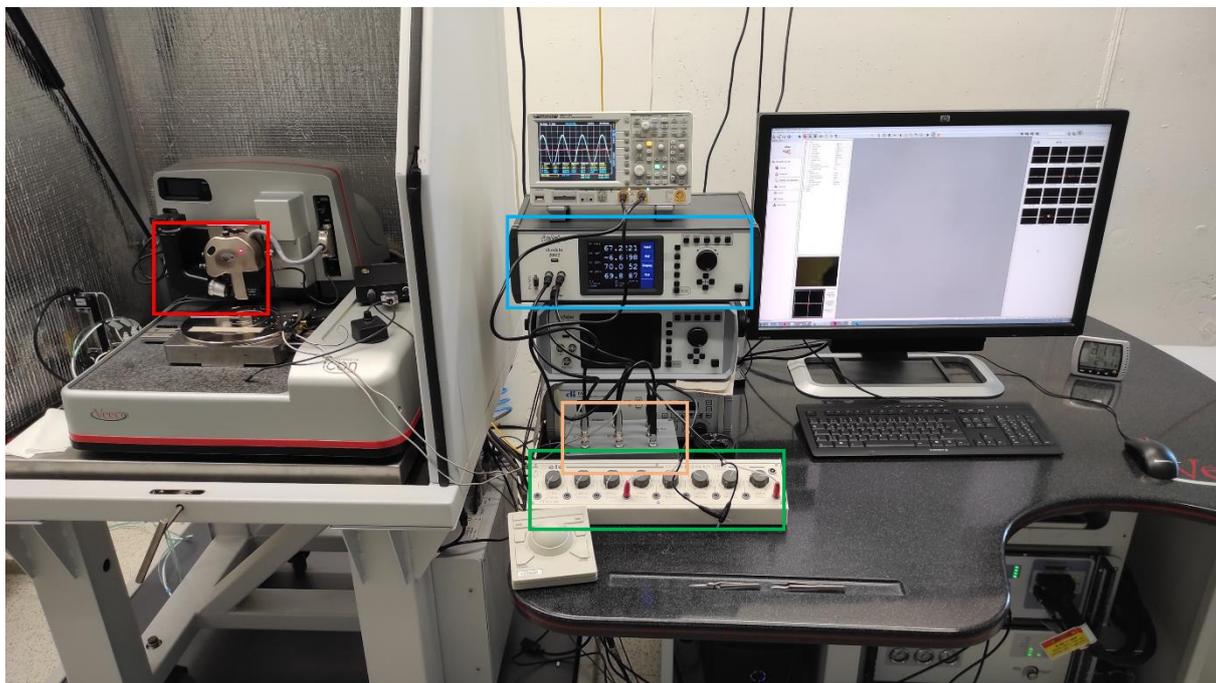


Abbildung 42 Aufbau der 3-Omega SThM-Kombination. Rot: Klassischer AFM-Aufbau mit Probe, Spitze und Laser + Photo Array; Orange: Wheatstone-Brücke, Grün: Variabler Dekadenwiderstand; Blau: Lock-In Verstärker. Die Farbkodierung stimmt mit **Abbildung 41** überein.

8.2 Theorie

8.2.1 Bulkmessung

Die Theorie zur Vermessung von Bulkmaterialien wurde durch Fiege et al. [203] inspiriert. Es wird davon ausgegangen, dass ähnlich wie bei der klassischen 3-Omega Methode, die thermische Leitfähigkeit des Substrats oder Bulks durch die Steigung der logarithmischen Messgerade ermittelt werden kann. Dies geht aus den Gleichungen (80) und (83) hervor. Betrachtet man Gleichungen (75) und (76), welche den 3-Omega Anteil der Heizerspannung beschreiben, erhält man für zwei unterschiedliche Messfrequenzen

$$U_{3\omega,2} - U_{3\omega,1} = \frac{U_0 \cdot \alpha_R}{2} \cdot (\Delta T_{s,2} - \Delta T_{s,1}), \quad (160)$$

wobei ΔT_s die Temperaturamplitude des Materials aus Gleichung (80) ist und die Indizes 1 und 2 die beiden unterschiedlichen Messfrequenzen anzeigen.

Betrachtet man Gleichung (80) und ersetzt alle frequenzunabhängigen Teile durch eine Konstante C erhält man für ΔT_s [203]

$$\Delta T_s = \frac{P}{l \cdot \pi \cdot k} \cdot (C - \ln(\omega)). \quad (161)$$

Setzt man nun Gleichung (161) in Gleichung (160) ein, erhält man [203]

$$U_{3\omega,2} - U_{3\omega,1} = \frac{U_0 \cdot \alpha_R}{2} \cdot \left[\frac{P}{l \cdot \pi \cdot k} \cdot (\ln(\omega_1) - \ln(\omega_2)) \right]. \quad (162)$$

Es wird ersichtlich, dass die Steigung $\frac{U_{3\omega,2} - U_{3\omega,1}}{\ln(\omega_1) - \ln(\omega_2)}$ indirekt proportional zur thermischen Leitfähigkeit ist. Die genaue Beziehung zwischen Steigung und thermischer Leitfähigkeit wird experimentell zu

$$\frac{U_{3\omega,2} - U_{3\omega,1}}{\ln(\omega_1) - \ln(\omega_2)} = a_1 + \frac{a_2}{k} \quad (163)$$

bestimmt, wobei die Koeffizienten a_1 und a_2 durch Referenzmessungen ermittelt werden.

8.2.2 Dünnschichtmessung

Die Theorie der Vermessung von dünnen Schichten leitet sich aus der klassischen 3-Omega Methode her. Von besonderer Bedeutung sind dabei Gleichungen (77), (78) und (82), welche im Nachfolgenden nochmals aufgeführt werden. Es wird davon ausgegangen, dass die Temperaturamplitude der Spitze hauptsächlich geprägt wird durch das Substrat. Die dünne Schicht wird lediglich als zusätzlicher thermischer Widerstand angesehen, der einen Offset der Temperaturamplitude erzeugt (siehe **Abbildung 32**). Die Gesamttemperaturamplitude der Spitze ergibt sich somit zu (siehe Gleichung (78))

$$\Delta T_{ges} = \Delta T_s + \Delta T_f. \quad (164)$$

Misst man den 1-Omega und 3-Omega Anteil der Spannung über der Spitze lässt sich mit den Gleichungen (75) und (76) die Gesamttemperaturamplitude der Spitze zu

$$\Delta T_{ges} = \frac{2 \cdot U_{3\omega}}{\alpha_R \cdot U_{R_s}} \quad (165)$$

berechnen, wobei angenommen wird, dass $U_{1\omega} \approx U_{R_s}$ ist. Nach Gleichung (82) lässt sich die thermische Leitfähigkeit der Schicht aus

$$k_f = \frac{P \cdot d_f}{2b \cdot l \cdot \Delta T_f} \quad (166)$$

gewinnen, wobei $2b \cdot l$ der thermischen Kontaktfläche zwischen Spitze und Probe entspricht.

Im Folgenden wird sowohl die Heizleistung P als auch die thermische Kontaktfläche $2b \cdot l$ als konstant angenommen. Somit ergibt sich Gleichung (166) mit

$$\frac{P}{2b \cdot l} = konst. = a \quad (167)$$

zu

$$k_f = a \cdot \frac{d_f}{\Delta T_f}. \quad (168)$$

Die Konstante a kann dabei durch Referenzmessungen eines bekannten Substrats und einer Probe mit Dünnschicht auf Substrat ermittelt werden. Das Substrat muss für Referenz und Probe gleich sein.

Setzt man Gleichungen (164) und (165) in Gleichung (168) ein

$$k_f = \frac{k_{f,ref}}{d_{f,ref}} \cdot d_f \cdot \frac{\left(\frac{2 \cdot U_{3\omega,ref}}{U_{R_s,ref}} - \frac{2 \cdot U_{3\omega,subst}}{U_{R_s,subst}} \right)}{\left(\frac{2 \cdot U_{3\omega}}{U_{R_s}} - \frac{2 \cdot U_{3\omega,subst}}{U_{R_s,subst}} \right)} \quad (169)$$

stellt sich heraus, dass die Messung unabhängig vom Temperaturkoeffizienten des Widerstands (TCR) α_R ist. Die Indizes *ref* und *subst* stehen hier für die Referenzprobe und das Substrat. Die hier gezeigte Methode kommt somit dank Referenzmessungen ohne die Bestimmung von Parametern aus, die ohnehin schwer bis gar nicht bestimmbar sind.

8.2.3 Limitierungen der Methode

8.2.3.1 Stark schwankende Spitzenqualität

Der Cantilever der VITA-DM-NANOTA-200 Spitzen verbiegt sich leicht bei angelegter Spannung. Im normalen DC-Gebrauch der Spitze ist das nicht relevant. Da in unserem Fall allerdings eine Wechselspannung angelegt wird, führt dies zu einer Oszillation des Cantilevers. Ist die Amplitude dieser Schwingung zu groß, wird sie als Artefakt im Messbild sichtbar und die vertikale Auflösung dementsprechend verkleinert. Außerdem wird dadurch die Kontaktkraft verändert, was zu unterschiedlichem Wärmefluss führen kann. Die

Amplitude dieser Schwingung schwankt in einem Bereich von 2 nm bis über 100 nm, je nach Spitze.

Des Weiteren auffällig ist eine starke Schwankung bezüglich der Sensitivität der Spitzen. Dies fällt mehr ins Gewicht bei Dünnschichtmessungen, da hier die zu messenden Unterschiede in der Brückenspannung bei teilweise unter $10 \mu\text{V}$ liegen. Es werden immer 5 Spitzen pro Packung geliefert. In einer Packung waren durchschnittlich 2 von 5 Spitzen in der Lage dünne Schichten zu vermessen.

8.2.3.2 Signaldrift (nur bei Dünnschichten signifikant)

Es wurde ein leichter Signaldrift der 3-Omega Brückenspannung festgestellt. Dieser wurde über einen längeren Zeitraum aufgezeichnet und ist in **Abbildung 43** zu sehen. Für die Messung wurde eine Spitze auf einer Probe aufgesetzt und ein Signal angelegt. Die Spitze bleibt in Ruhe während der gesamten Zeit. Es wird eine lose Korrelation mit der Umgebungstemperatur vermutet. Diese erklärt allerdings nicht das Verhalten vor Minute 150 und nach Minute 750. Es werden demzufolge weitere Einflussfaktoren vermutet, die allerdings nicht näher spezifiziert werden konnten.

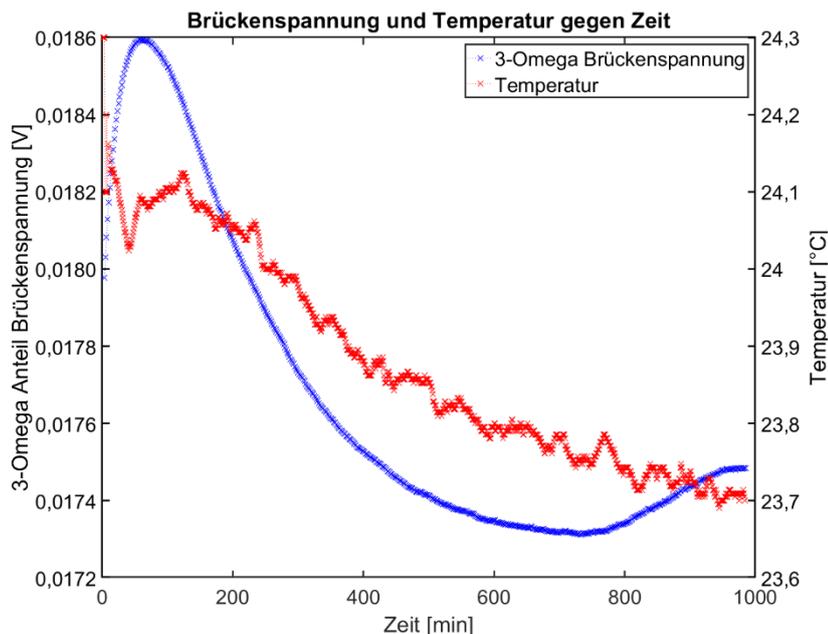


Abbildung 43 3-Omega Anteil der Brückenspannung (blau) gemessen über einen längeren Zeitraum, sowie die Umgebungstemperatur (rot).

8.2.3.3 Topographieeinflüsse

8.2.3.3.1 Oberfläche

Es ist bekannt, dass bei klassischen SThM-Messungen die Oberfläche der Probe das thermische Signal beeinflussen kann [204–206]. Diese Artefakte treten auch bei der 3-Omega SThM-Methode auf. Die Artefakte entstehen dadurch, dass sich, z.B. an einer Kante, die Kontaktfläche zwischen Spitze und Probe verändert und somit auch der Wärmefluss verändert wird. Diese Artefakte kommen meist bei scharfen Kanten und großen

Spitzenradien, wie z.B. bei Wollaston-Wire Spitzen [206] vor. Laut Dong et al. [204] treten sie ab einer Oberflächenrauheit von ca. 20 nm auf.

Da die hier verwendeten Spitzen einen Spitzenradius von ca. 10 nm – 30 nm [138, 207] aufweisen und die Oberflächenrauheit der Proben meist zwischen 5 nm und 40 nm liegt, wird davon ausgegangen, dass Oberflächeneffekte keine, oder nur eine untergeordnete Rolle spielen.

8.2.3.3.2 Höhenunterschiede (nur bei Dünnschichten)

Neben den klassischen Oberflächeneinflüssen kann die Spitze noch auf andere Weise durch die Topographie der Probe beeinflusst werden. Es hat sich gezeigt, dass Wärme nicht nur durch die Kontaktfläche mittels Konduktion übertragen wird, sondern auch durch Konvektion über die Luft [140, 208, 209]. Das bedeutet, wenn sich die Umgebung der Spitze stark ändert, auch ohne direkten Kontakt, kann sich der Wärmeabfluss von der Spitze verändern. Dies wird in **Abbildung 44** verdeutlicht. Gerade kleine, ausgeprägtere Vertiefungen in einer Probe erhöhen die abfließende Wärme und führen damit zu einer zu hoch angenommenen thermischen Leitfähigkeit. Da bislang keine Möglichkeit bekannt ist, dieses Phänomen auszugleichen, werden in Messungen in dieser Arbeit, Stellen mit überhöhter thermischer Leitfähigkeit zu 0 gesetzt und somit nicht in der Auswertung berücksichtigt.



Abbildung 44 Schematische Darstellung des Wärmeabflusses von einer AFM-Spitze auf einer Probe. Links: Probe mit geringer Oberflächenrauheit und ohne topographische Merkmale, Rechts: Probe mit ausgeprägten topographischen Merkmalen.

Diese Art der Artefakte tritt nur bei Dünnschichtmessungen auf, da die Bulkmethode die Steigung der Messergebnisse und nicht die Messergebnisse selbst betrachtet. Dies wird deutlich in Kapitel 8.3.1.2.

8.2.3.4 Wassermeniskus

Bei Messungen an Luft und in Kontakt bildet sich um die Spitze ein mikroskopischer Wassertropfen. Dieser ist allgemein bekannt als Wassermeniskus [210]. Der Wassermeniskus erweitert die effektive Kontaktfläche und somit auch den Kanal, über den Wärme von der Spitze zur Probe übertragen wird. Es wird angenommen, dass sich ab einer Spitzentemperaturen von ca. 100°C kein Wassermeniskus mehr bildet [211]. Untersuchungen des Wassermeniskus haben gezeigt, dass entgegen ursprünglicher Annahmen, sein Auftreten kein großer Einflussfaktor ist. Laut Assy et al. [212] ist der Anteil des Wassermeniskus kleiner als 4% bezogen auf die gesamte Wärmeleitung. Zhang et al. [154] berichtet sogar, dass der Wassermeniskus nur 1% – 3% des Solid-Solid Kontakts zwischen Spitze und Probe ausmacht. Außerdem gibt es wohl starke Unterschiede in Abhängigkeit von der vermessenen Oberfläche und Luftfeuchte [213], sowie der Hydrophilie oder Hydrophobie der Probe [214].

Die hier verwendeten Spitzen werden mit Hilfe von drei genau definierten Kunststoffen (PCL, Schmelzpunkt: 55°C; PE, Schmelzpunkt: 116°C; PET, Schmelzpunkt: 235°C) kalibriert, um die Spitzentemperatur bestimmen zu können. Dazu wird die Spitze auf den Proben abgesetzt und die Spannung so lange erhöht, bis die Spitze ins Material eindringt. Aus den drei Spannung/Temperatur Punkten wird dann eine Kalibrierkurve erstellt, mit deren Hilfe die Spitzentemperatur für verschiedene Spannungen berechnet werden kann.

Die Spitzentemperatur beträgt ca. 85°C und somit ist mit einem Wassermeniskus zu rechnen. Eine höhere Spannung kann nicht angelegt werden, da die Oszillation des Cantilevers ansonsten so stark wird, dass das Messergebnis beeinflusst wird.

8.3 Messungen

Im Folgenden werden verschiedene Messungen und Ergebnisse für Bulk- und Dünnschichtproben gezeigt. Unterschieden wird dabei jeweils zwischen lokalen Messungen und Scans. Bei einer lokalen Messung wird die AFM-Spitze auf der zu untersuchenden Probe aufgesetzt und nicht bewegt. Bei einem Scan wird wie bei einer normalen AFM-Messung die Spitze aufgesetzt und dann Zeile für Zeile über einen vorher definierten Bereich gefahren und somit ein Bild erzeugt. Vor jeder Messreihe wird eine Stunde zum Einschwingen des Messstands gewährt. Lokale Messungen sind dabei leichter durchzuführen und liefern tendenziell präzisere Ergebnisse. Daher werden diese zuerst durchgeführt und dienen der Verifikation der Methode. Alle Messungen werden an Luft bei normalem Atmosphärendruck und einer durchschnittlichen Temperatur von 24°C durchgeführt.

8.3.1 Bulk

8.3.1.1 Lokale Messung

Mit Hilfe der in Kapitel 8.2.1 gezeigten Theorie sollen in diesem Absatz lokale Messungen an Bulkmaterialien durchgeführt werden. Dafür werden zwei Gruppen an Proben untersucht. Eine Gruppe bestehend aus verschiedenen Kunststoffen und Gläsern, um den niedrigen thermischen Leitfähigkeitsbereich abzudecken und eine Gruppe bestehend aus Metallen, um den hohen thermischen Leitfähigkeitsbereich abzudecken. Alle Proben werden vor den Messungen so poliert, dass eine möglichst kleine Oberflächenrauheit erreicht wird, um mögliche topographische Einflussfaktoren auszuschließen und eine hohe Wiederholgenauigkeit zu gewährleisten. Bei den Metallen wurden Oberflächenrauheiten von wenigen Nanometern erreicht.

Bei einer Messung wird die AFM-Spitze auf der Probe abgesetzt und die Wheatstone Brücke mit Hilfe des Dekadenwiderstands ausgeglichen. Für die folgenden Messungen einer Messreihe soll der Dekadenwiderstand nicht mehr verändert werden. Anschließend ist der 3-Omega Anteil der Brückenspannung für Frequenzen zwischen 0,1 Hz und 100 Hz zu messen. Dabei werden insgesamt 100 Messungen bei verschiedenen Frequenzen durchgeführt. Alle Proben werden mindestens zwei Mal vermessen. Der lineare Bereich in logarithmischer Darstellung wird anschließend zu 1 Hz – 10 Hz bestimmt. Dieser Bereich wird für die Auswertung der Steigung genutzt.

Untersucht werden fünf Referenzproben und ein Phenolharz mit unbekannter thermischer Leitfähigkeit. Eine Liste der Referenzproben mit den zugehörigen thermischen Leitfähigkeiten, sowie dem erwarteten Leitfähigkeitsbereich des Phenolharzes findet sich in **Tabelle 29**.

Tabelle 29 Verschiedene Kunststoffe und Gläser, sowie deren Literaturwerte der thermischen Leitfähigkeit und zugehörige Quellen. Es wurde stets der Mittelwert aller angegebenen Quellen für jedes Material gebildet. Die letzte Zeile gibt den erwarteten Leitfähigkeitsbereich für das Phenolharz basierend auf verschiedenen Quellen an.

Material	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]	Quellen
Polystyrol	0,17	Gu [215], Wieme [216]
Acrylglas PMMA	0,19	Assael [217], Du [218]
Polycaprolactam PA6	0,23	Li [219], Ding [220], Huang [221], Zhou [222]
Kalk Natron-Glas / Mikroskopie Objektträger	1	Marienfeld Superior Datenblatt [223], Liu [224]
Quarzglas	1,38	Combis [225]
Phenolharz PF	0,24 – 0,38	Yuan [226], Agrawal [227], Zhao [228]

Die Ergebnisse der Referenzmessungen werden entsprechend Gleichung (163) gefittet um damit die Koeffizienten $a_1 = -5,43e-5$ V und $a_2 = -1,35e-4$ V*W*m⁻¹*K⁻¹ zu bestimmen. Mit deren Hilfe kann dann die thermische Leitfähigkeit des Phenolharzes aus der gemessenen Steigung $-4,28e-4$ V zu $0,36$ W/(m*K) berechnet werden. Die erhaltene thermische Leitfähigkeit liegt im Bereich des Erwarteten. Die Kalibrierkurve und eine Messkurve von PMMA können in **Abbildung 45** betrachtet werden.

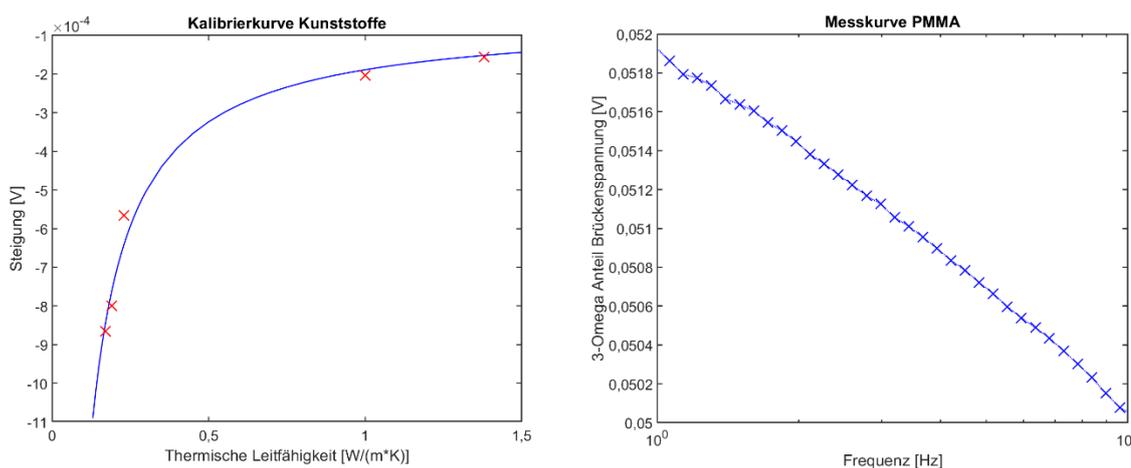


Abbildung 45 Links: Steigung der einzelnen Referenzmessungen gegen die thermische Leitfähigkeit der Proben in Rot. Ermittelte Kalibrierkurve in Blau. Rechts: Messung der 3-Omega Brückenspannung des PMMA.

Als nächstes werden verschiedene Metalle auf die gleiche Weise untersucht, um die Sensitivität im hohen thermischen Leitfähigkeitsbereich zu untersuchen. Die Proben weisen alle eine sehr hohe Reinheit auf. Somit können Literaturwerte als Vergleich herangezogen werden. Die untersuchten Proben werden in **Tabelle 30** gezeigt.

Tabelle 30 Thermische Leitfähigkeit der verschiedenen vermessenen Metalle und zugehörige Referenzen.

Material	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]	Quellen
Niob	52	Williams [229]
Eisen	80	Williams [230]
Kobalt	99	Laubitz [231]
Molybdän	143	Moore [232]
Wolfram	172	Hust [233]
Aluminium	237	Cook [234]
Kupfer	402	Hust [235]

Mit Hilfe der gemessenen Ergebnisse wird **Abbildung 45** ergänzt. Die gesammelten Ergebnisse von Kunststoffen, Gläsern und Metallen kann in **Abbildung 46** betrachtet werden. Es zeigt sich, dass sich die Ergebnisse der Metallmessungen gut in das Gesamtbild einpassen. Allerdings sind die Steigungsunterschiede bei diesen hohen thermischen Leitfähigkeiten so klein, dass sie innerhalb der Messungenauigkeit verschwinden. Somit können keine sinnvollen Ergebnisse für Bulkmaterialien mit sehr hohen thermischen Leitfähigkeiten erzielt werden.

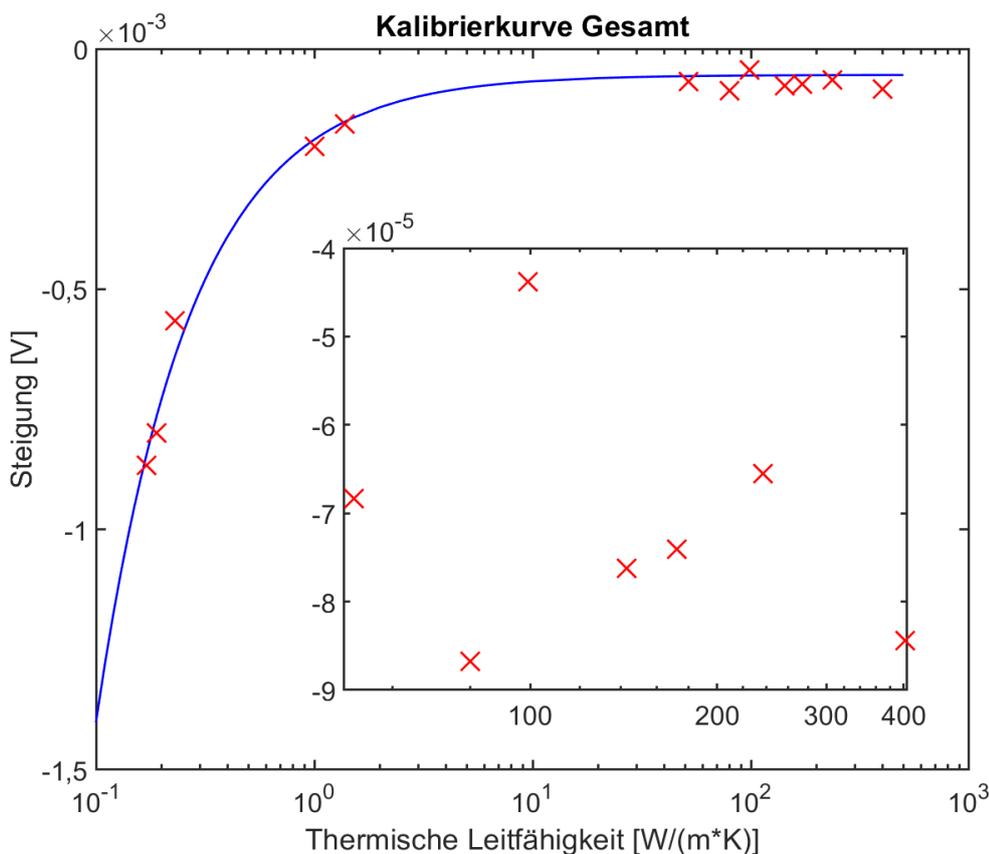


Abbildung 46 Sammlung aller Messergebnisse in Rot. Die damit erzeugte Kalibrierkurve wird in Blau gezeigt. Die Gruppe an Messungen auf der rechten Seite sowie das Insert zeigen die Messergebnisse für die verschiedenen Metalle.

8.3.1.2 Scan

Bei einer scannenden Messung wird prinzipiell wie bei einer lokalen Messung vorgegangen. Anstelle einzelner Positionen wird hingegen aber ein ganzer Bereich vermessen. Bei einer Auflösung von 256×256 Bildpunkten kann allerdings nicht für jeden Punkt eine komplette 3-Omega Messung durchgeführt werden, da dies ungefähr 150 Tage Messzeit pro Bild in Anspruch nehmen würde. Dementsprechend wird ein Bild immer zweimal aufgenommen, mit jeweils einer festen Messfrequenz. Aus der Überlagerung der beiden Bilder kann dann für jeden Bildpunkt die Steigung berechnet werden. Die beiden gewählten Frequenzen sind im Normalfall 30 Hz und 40 Hz. Es werden hier etwas größere Frequenzen gewählt, da selbst bei der kleinsten Scangeschwindigkeit ansonsten die Spitzengeschwindigkeit zu groß ist. Bei erneuter Betrachtung der lokalen Messungen im Frequenzbereich von 30 Hz – 40 Hz zeigt sich, dass auch dieser Frequenzbereich eine plausible Kalibrierkurve liefert (siehe **Abbildung 47**).

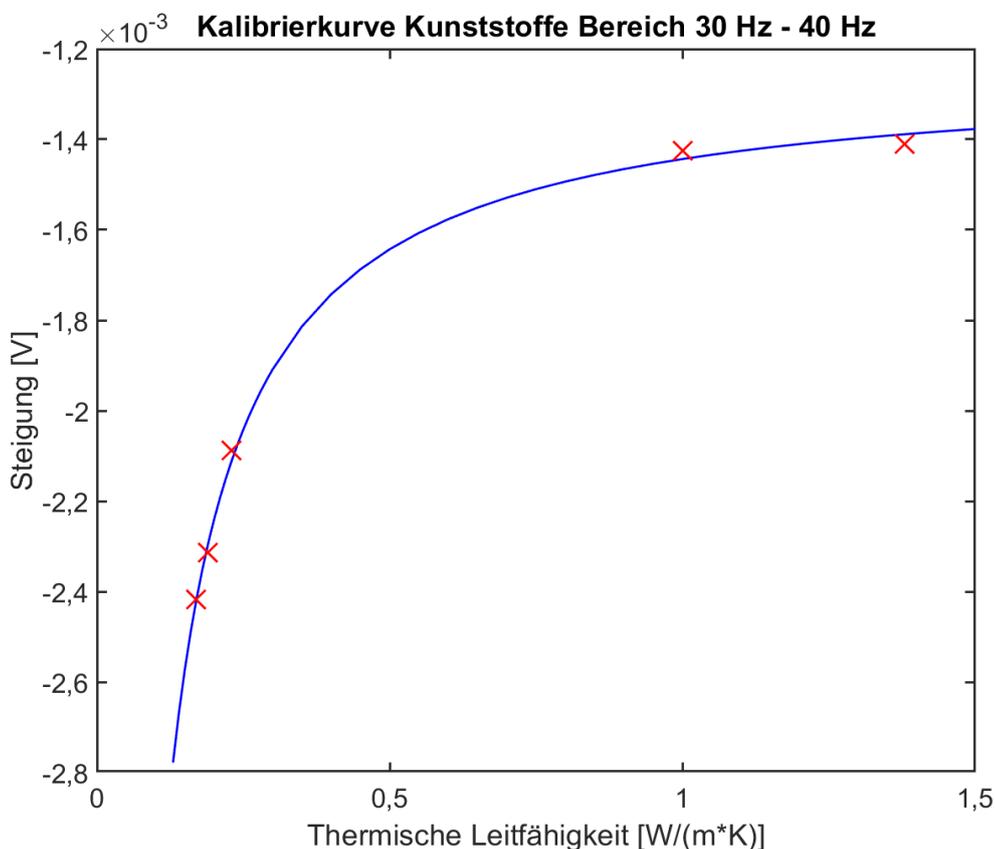


Abbildung 47 Kalibrierkurve der Kunststoffmessungen für einen Frequenzbereich von 30 Hz – 40 Hz. Steigung der einzelnen Referenzmessungen gegen die thermische Leitfähigkeit der Proben in Rot. Ermittelte Kalibrierkurve in Blau.

Vermessen wird ein Polyesterharz (UP), als Referenzen dienen Polystyrol, Polycaprolactam und Quarzglas. Die 3-Omega Signale der Brückenspannung für die beiden Messfrequenzen sowie die zugehörige Topographie und die berechnete thermische Leitfähigkeit sind in **Abbildung 48** zu sehen.

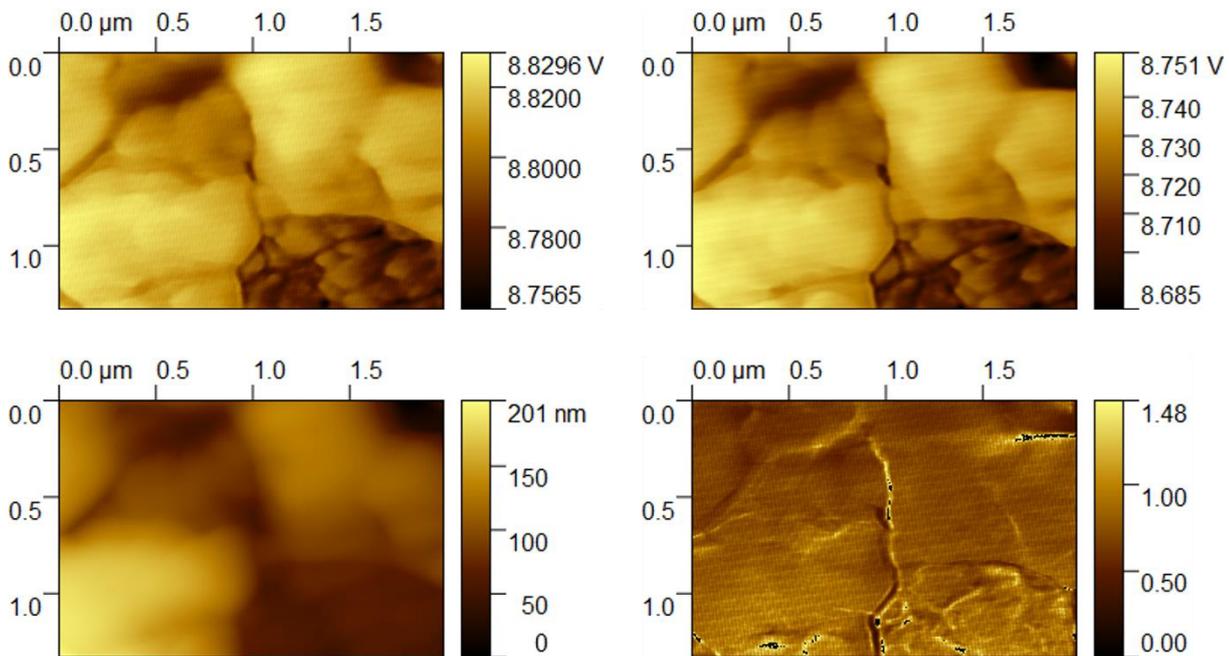


Abbildung 48 Oben links: 3-Omega Signal der Brückenspannung bei einer Messfrequenz von 30 Hz. Oben rechts: 3-Omega Signal der Brückenspannung bei einer Messfrequenz von 40 Hz. Unten links: Topographie der Probe. Unten rechts: Thermische Leitfähigkeit der Probe

Die gemittelte thermische Leitfähigkeit über die gesamte Messung beträgt $0,77 \text{ W}/(\text{m}^*\text{K})$. Referenzen in der Literatur reichen von $0,2 \text{ W}/(\text{m}^*\text{K})$ [236] bis $1,03 \text{ W}/(\text{m}^*\text{K})$ [237]. Betrachtet man die 3-Omega Signale der einzelnen Messungen und das thermische Leitfähigkeitsbild, wird ersichtlich, dass die Bulkmethode topographisch bedingte Artefakte aufgrund ihrer differentiellen Natur ausgleicht. Dies bestätigt die Aussage aus Kapitel 8.2.3.3.2.

Zur genaueren Betrachtung der Messergebnisse und um zu evaluieren, ob die Ergebnisse durch andere Faktoren beeinflusst werden, wird die Messung anhand des Topographiebildes in unterschiedliche Bereiche unterteilt und diese separat untersucht. Die einzelnen Bereiche können in **Abbildung 49** betrachtet werden.

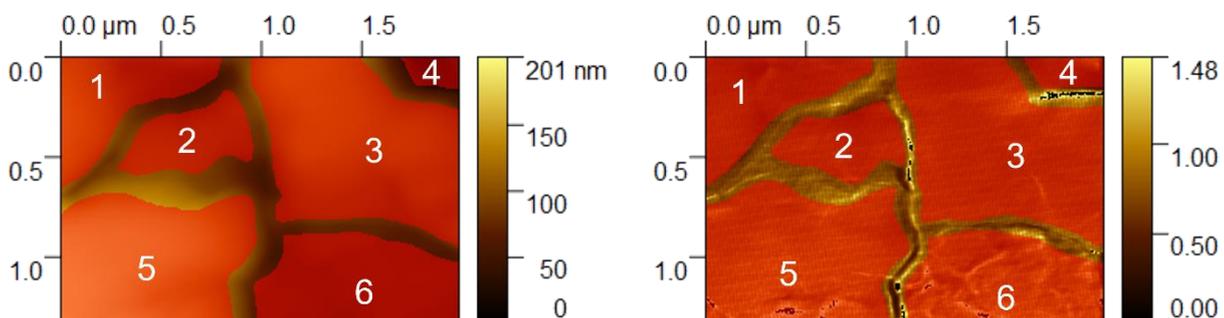


Abbildung 49 Eingezeichnete Bereiche über dem Topographiebild (links) und dem thermischen Leitfähigkeitsbild (rechts). Die Bereiche sind in beiden Bildern gleich.

Untersucht werden mögliche Korrelationen bezüglich Topographie (Höhe der jeweiligen Bereiche), Größe der Bereiche (Fläche) und Rauheit mit der thermischen Leitfähigkeit. Die Messwerte zu den jeweiligen Parametern sind in **Tabelle 31** zu sehen. Um eine Korrelation zwischen den einzelnen Parametern und der thermischen Leitfähigkeit festzustellen wird im

Zuge eines t-Tests der P-Wert für ein Signifikanzniveau von 0,05 berechnet [238–240]. Als Nullhypothese wird dabei keine Korrelation angesetzt. Ist der berechnete P-Wert größer als das Signifikanzniveau wird die Nullhypothese bestätigt und es liegt keine Korrelation vor. Die Ergebnisse dazu sind ebenfalls in **Tabelle 31** einzusehen. Es zeigt sich, dass zwischen keinem der Parameter und der berechneten thermischen Leitfähigkeit eine Korrelation besteht. Somit kann ausgeschlossen werden, dass durch diese drei Parameter die Messung verfälscht wird.

Tabelle 31 Thermische Leitfähigkeit, Höhe, Fläche und Rauheit der einzelnen Bereiche zur Messung aus **Abbildung 48** und **Abbildung 49**. Außerdem zu sehen ist der P-Wert für ein Signifikanzniveau von 0,05 für einen Korrelationstest zwischen der thermischen Leitfähigkeit und dem jeweiligen Parameter.

Bereich	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]	Höhe [nm]	Fläche [μm ²]	Rauheit [nm]
1	0,63	101,6	0,27	27,23
2	0,67	88,4	0,18	8,02
3	0,73	106,4	0,74	16,33
4	0,60	22,6	0,036	8,54
5	0,87	155	0,58	23,46
6	0,88	61,8	0,4	5,37
P-Wert		0,35	0,18	0,94

8.3.2 Dünnschichten

8.3.2.1 Lokale Messung

Mit Hilfe der in Kapitel 8.2.2 gezeigten Theorie sollen in diesem Absatz lokale Messungen an Dünnschichtmaterialien durchgeführt werden. Untersucht werden dafür verschiedene SiO₂- und Si₃N₄-Dünnschichten, die bereits mit der verbesserten 3-Omega Methode untersucht wurden. Die 3-Omega Ergebnisse dienen hier als Referenzwerte. Die hier durchgeführten Messungen sollen als Validierung der Messmethodik dienen. Die Messparameter sind gleich der in Kapitel 8.3.1.1 beschriebenen, mit dem Unterschied, dass der Frequenzbereich für einige Proben von 0,5 Hz – 50 Hz gewählt wurde. Die Anpassung wurde vorgenommen, da bei diesen Proben bei Frequenzen unter 0,5 Hz die Messergebnisse zu stark schwanken und deshalb nicht verwendet werden können. Außerdem wurde festgestellt, dass bei Frequenzen über 50 Hz die Temperaturamplitude der Schicht ΔT_f in der Regel nicht mehr konstant ist. Daher wird 50 Hz als Obergrenze festgelegt.

Im Gegensatz zur Bulkmessung wird eine Referenzdünnschicht auf gleichem Substrat wie die zu untersuchende Schicht, sowie eine reine Substrat-Probe benötigt. Das Substrat und die Referenz werden vermessen und mit Hilfe der 3-Omega und 1-Omega Signale wird die Temperaturamplitude der Spitze für die jeweilige Messung berechnet. Die Temperaturamplituden von Referenz ΔT_{ges} und Substrat ΔT_s werden voneinander subtrahiert um die Temperaturamplitude der Schicht ΔT_f berechnen zu können. Auf diese Weise kann die Konstante a berechnet werden. Anschließend wird die eigentliche Probe vermessen, die Temperaturamplitude berechnet und von der Substrattemperaturamplitude abgezogen. Mit

Hilfe von a kann dann die thermische Leitfähigkeit berechnet werden. Da ein leichter Signaldrift festgestellt wurde, wird die Substratmessung zwischen allen Messungen wiederholt und die Startzeit jeder Messung notiert. Auf diese Weise können am Ende alle Messungen mit Hilfe der Substratmessungen normiert und der Einfluss des Signaldrifts somit reduziert werden. Der ausgewertete Frequenzbereich wird so gewählt, dass die berechnete Temperaturamplitude der Schicht ΔT_f möglichst lange konstant bleibt. Als Beispiel werden in **Abbildung 50** die Gesamttemperaturamplituden einer Messreihe sowie die daraus resultierenden Temperaturamplitude der Schichten ΔT_f gezeigt. Der Auswertebereich wird für diese Messreihe zwischen 10 Hz und 50 Hz definiert, da zuvor die Schwankung von ΔT_f zu groß ist und sich erst ab 10 Hz ein konstanter Wert einstellt. Es ist interessant zu sehen, dass die Schichttemperaturamplitude deutlich über den linearen Messbereich hinaus noch konstant bleibt. Das Substrat wird dreimal vermessen, einmal vor jeder Messung und einmal am Ende, um eine gute Basis zur Normierung der Messergebnisse zu schaffen. Für die hier gezeigte Messung ist der Signaldrift sehr klein und die Ergebnisse müssen nicht normiert werden.

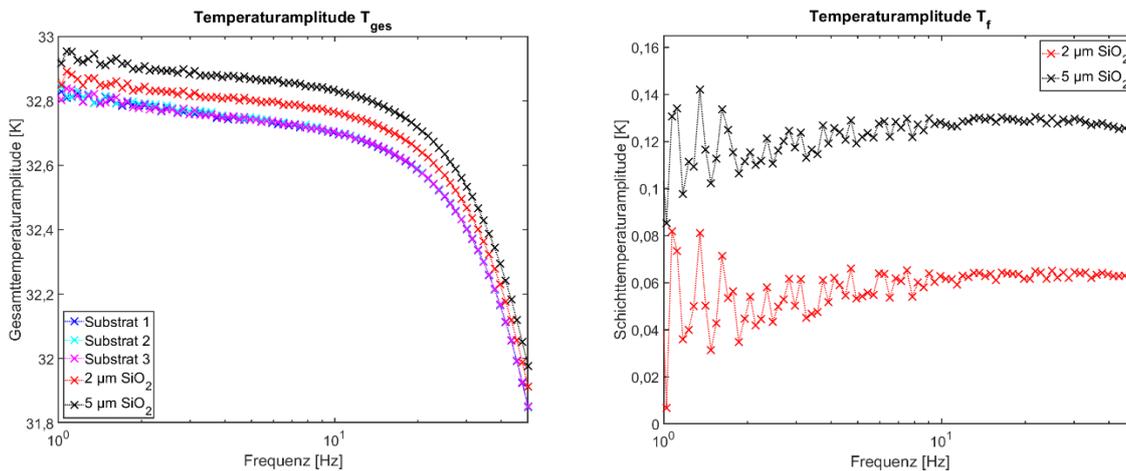


Abbildung 50 Links: Gesamttemperaturamplitude für eine Messreihe mit einer 2 μm dicken SiO_2 -Schicht und einer 5 μm dicken SiO_2 -Schicht, sowie eine Substratmessungen vor jeder eigentlichen Messung und einer zusätzlichen Substratmessung am Ende. Rechts: Schichttemperaturamplitude für beide Proben.

In einer Messreihe werden jeweils zwei Proben vermessen. Da die thermische Leitfähigkeit aller Proben bekannt ist, kann jeweils eine Probe als Referenz genutzt werden, um die thermische Leitfähigkeit der anderen Probe zu bestimmen. Auf diese Weise können mit einer Messreihe zwei Untersuchungen vorgenommen werden. Die Ergebnisse der Messreihen können in **Tabelle 32** eingesehen werden. Gezeigt sind die Proben mit ihrer jeweils durch die 3-Omega Methode bestimmten thermischen Leitfähigkeiten, sowie die mit dieser Methode berechneten thermischen Leitfähigkeiten.

Die gemessenen thermischen Leitfähigkeiten stimmen gut mit den Referenzwerten der 3-Omega Methode überein. Bei Messreihe 4 wurde die 2 μm dicke Schicht nicht mit der 3-Omega Methode vermessen, da keine Probe mit entsprechenden 3-Omega Heizern zur Verfügung stand. Das Ergebnis liegt aber im Bereich der Literaturwerte [33]. Somit wird festgestellt, dass die hier entwickelte Theorie funktioniert. Der kleinste vermessene thermische Widerstand

liegt bei ca. $1,5e-7$ ($m^2 \cdot K$)/W. Es war nicht möglich kleinere thermische Widerstände aufzulösen, da die Messungenauigkeit zu groß wird.

Tabelle 32 Auflistung der verschiedenen Messreihen. Gezeigt sind die Materialien, Schichtdicken, die gemessene thermische Leitfähigkeit mit der 3-Omega Methode, die als Referenz dient und die mit 3-Omega SThM gemessene thermische Leitfähigkeit.

Messreihe	Material	Schichtdicke [nm]	Thermische Leitfähigkeit 3-Omega [W/(m ² K)]	Thermische Leitfähigkeit gemessen [W/(m ² K)]
1	SiO ₂	108	0,71	0,69
		510	0,98	1,03
2	SiO ₂	110	0,73	0,79
		431	0,94	0,88
3	Si ₃ N ₄	495	1,31	1,29
		2032	1,60	1,55
4	SiO ₂	2071	x	1,25
		4950	1,47	x

8.3.2.2 Scan

Bei einer scannenden Messung wird prinzipiell wie bei einer lokalen Messung vorgegangen. Ähnlich wie bei den Bulkmessungen wird auch hier nur eine Frequenz vermessen, da die Messzeit ansonsten auf ca. 150 Tage ansteigen würde. Aus den vorherigen Messungen geht hervor, dass sich eine Frequenz von 50 Hz gut eignet. Wie in Kapitel 8.2.3 bereits beschrieben, gibt es einige Einschränkungen die zu beachten sind. Zum einen gilt es den leichten Signaldrift zu berücksichtigen. Aus diesem Grund wird nur ein schmaler Streifen vermessen, um die Messzeit der gesamten Messreihe so kurz wie möglich zu halten. Des Weiteren ist mit Artefakten durch Topographieeinflüsse zu rechnen. Betroffene Stellen werden im Ergebnis zu 0 gesetzt und damit nicht berücksichtigt.

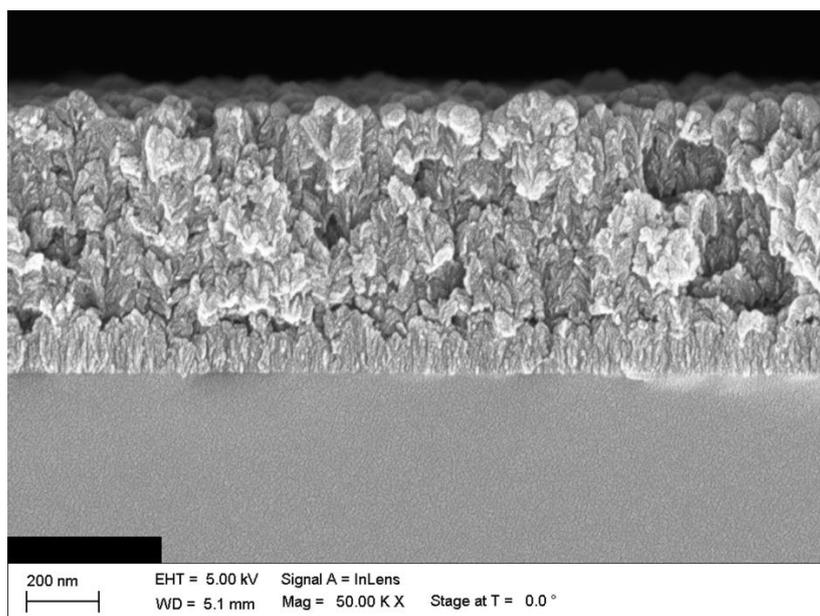


Abbildung 51 760 nm dicke BN-Schicht auf Si-Substrat.

Untersucht wird eine 760 nm dicke BN-Schicht auf Si-Substrat. Als Referenz wird eine 5 μm dicke SiO_2 -Schicht auf Si-Substrat gewählt. Die BN-Schicht kann in **Abbildung 51** betrachtet werden.

Die gemessene Topographie sowie die gemessene 3-Omega Spannung und die berechnete thermische Leitfähigkeit sind in **Abbildung 52** zu sehen. Wie bereits erwartet, kann ein starker Topographieeinfluss an tiefen Stellen der Probe bemerkt werden. Für diese Stellen wird, wie in Kapitel 8.2.3.3.2 beschrieben, eine deutlich überhöhte thermische Leitfähigkeit berechnet. Die betreffenden Stellen werden im Ergebnisbild zu 0 gesetzt und für die Auswertung nicht berücksichtigt. Die gemittelte thermische Leitfähigkeit über den gesamten Bereich beträgt 0,68 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$. Eine ähnliche Schicht wurde mit der 3-Omega Methode vermessen und ein Ergebnis von 0,81 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ erzielt. Nachdem der Herstellprozess für diese BN-Schicht noch in Entwicklung ist, wird eine größere Toleranz erwartet. Somit scheinen die Ergebnisse schlüssig.

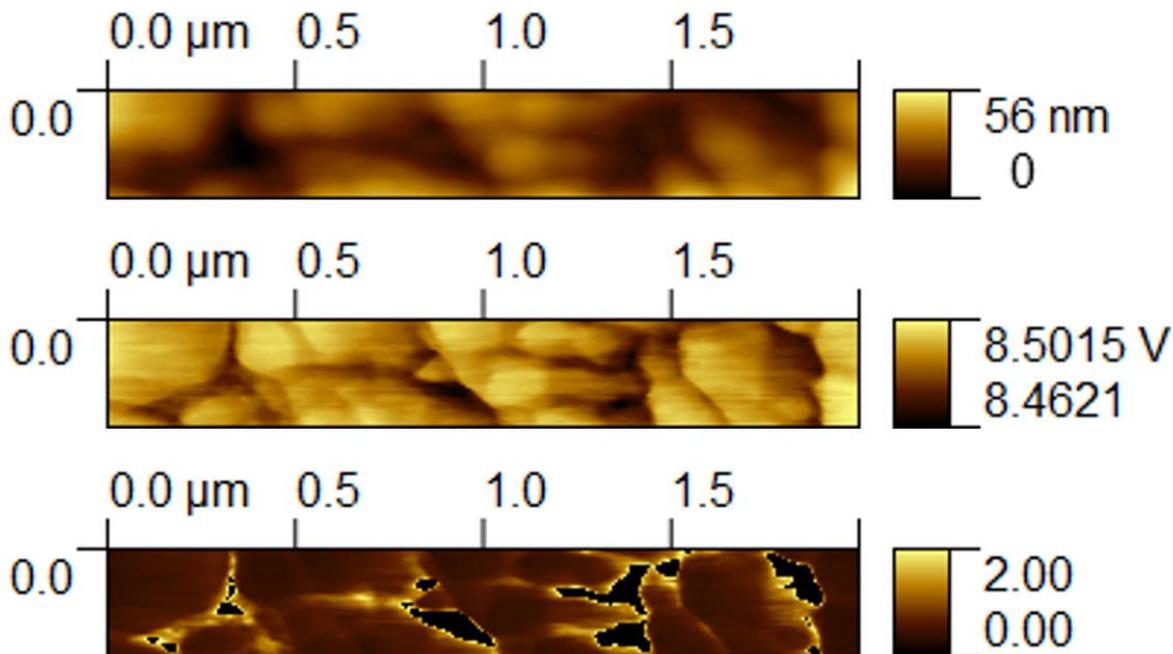


Abbildung 52 Ergebnisse der Messung zur BN-Schicht (siehe **Abbildung 51**). Oben: Gemessene Topographie. Mitte: Gemessenes 3-Omega Signal der Brückenspannung. Unten: Berechnete thermische Leitfähigkeit. Stellen, an denen die thermische Leitfähigkeit aufgrund von Topographieeinflüssen überschätzt wird, werden zu 0 gesetzt und somit nicht in der Messung berücksichtigt.

Zur genaueren Betrachtung der Messergebnisse und um zu evaluieren, ob die Ergebnisse durch andere Faktoren beeinflusst werden, wird die Messung anhand des Topographiebildes in unterschiedliche Bereiche unterteilt und diese separat betrachtet. Die einzelnen Bereiche können in **Abbildung 53** betrachtet werden.

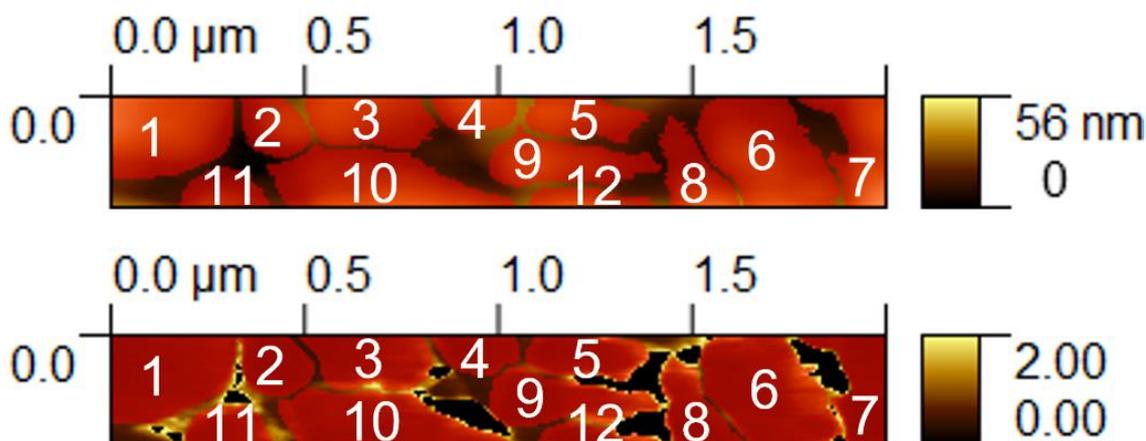


Abbildung 53 Eingezeichnete Bereiche über dem Topographiebild (oben) und dem thermischen Leitfähigkeitsbild (unten). Die Bereiche sind in beiden Bildern gleich.

Die Auswertung erfolgt analog zur Auswertung der Bulk-Scan-Messung (siehe Kapitel 8.3.1.2). Die Ergebnisse sind in **Tabelle 33** einzusehen. Die P-Werte aller drei Parameter liegen deutlich über dem Signifikanzniveau von 0,05 und somit liegt für keinen der Parameter eine Korrelation mit der berechneten thermischen Leitfähigkeit vor. Eine Beeinflussung der Ergebnisse durch diese Parameter wird daher ausgeschlossen.

Tabelle 33 Thermische Leitfähigkeit, Höhe, Fläche und Rauheit der einzelnen Bereiche zur Messung aus **Abbildung 52** und **Abbildung 53**. Außerdem zu sehen ist der P-Wert für ein Signifikanzniveau von 0,05 für einen Korrelationstest zwischen der thermischen Leitfähigkeit und dem jeweiligen Parameter.

Bereich	Thermische Leitfähigkeit [W/(m*K)]	Höhe [nm]	Fläche [nm ²]	Rauheit [nm]
1	0,52	30,28	60096	9,45
2	0,45	21,64	22898	7,48
3	0,67	27,16	38336	6,34
4	0,47	32,00	16892	5,48
5	0,71	27,78	27083	5,80
6	0,67	24,27	75887	7,36
7	0,46	30,00	36592	9,67
8	0,67	21,68	27251	10,11
9	0,70	25,19	41626	6,42
10	0,65	25,09	67947	8,14
11	0,72	17,20	17847	6,28
12	0,74	30,17	12419	5,14
P-Wert		0,29	0,98	0,22

Kapitel 9

Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde die 3-Omega Messmethodik zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit von dünnen Schichten und Bulkmaterialien umfassend beleuchtet. Dazu wurde zuerst ein Einblick in die verschiedenen Mechanismen des Wärmetransports und der thermischen Leitfähigkeit gegeben. Außerdem wurde auf verschiedene Einflussfaktoren auf die thermische Leitfähigkeit eingegangen und kurz die einzelnen, in der Arbeit vermessenen Materialien vorgestellt, sowie das allgemeine Probenlayout und deren Herstellung erklärt.

Neben der 3-Omega Methode wurden zwei weitere Methoden zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit dargelegt. Diese sind die Time Domain Thermoreflectance (TDTR) Methode und die Scanning Thermal Microscopy (SThM). Die 3-Omega Methode wurde ausführlich erklärt, sowie alternative Methoden auf Basis der 3-Omega Methode vorgestellt. Näher eingegangen wurde auf das Design verschiedener Heizerstrukturen und deren Einfluss auf die Messergebnisse. Es wurde eine verbesserte Auswerterroutine vorgestellt und mit Vergleichsmessungen der TDTR-Methode verifiziert. Anschließend wurde eine Methode entwickelt, mit der die Auswertung statistisch untersucht werden kann. Auch wurden die Grenzen der 3-Omega Methode hinsichtlich minimal vermessbarer Schichtdicke und maximal detektierbarer thermischer Leitfähigkeit untersucht.

Zusätzlich zur neu entwickelten Auswertemethodik wurden auf Basis von mehreren tausend Messpunkten verschiedene Machine Learning Modelle und neuronale Deep Learning Netze trainiert. Final wurde ein neuronales Long Short-Term Memory (LSTM) Deep Learning Netz erstellt, welches Ergebnisse mit einer Abweichung von unter 1% zum Zielwert erreicht.

Als letzter Punkt wurden 2 3-Omega SThM-Methoden für die lokale Vermessung der thermischen Leitfähigkeit für Bulk- und Dünnschichtmaterialien in einer AFM-Umgebung entwickelt und getestet.

Die hier entwickelte 3-Omega SThM-Methode ist für Messungen an Luft geeignet. Zukünftig wäre eine Adaption im Vakuum vielversprechend, da die Sensitivität bei Messungen an Luft spürbar eingeschränkt ist.

Anhang A

Partielle Ableitungen

$$\frac{\partial T_{ges}}{\partial \alpha} = \frac{2W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v)}{R_v \cdot \alpha^2 \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} \right) \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)} \quad (170)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial T_{ges}}{\partial R_v} &= \frac{2W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v)}{R_v^2 \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{\sigma_2}{\sigma_3} \right)} - \frac{2W_{3\omega}}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{\sigma_2}{\sigma_3} \right)} \\ &= \frac{2W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_4 \cdot \sigma_1} - \frac{R_1 \cdot U_{g1}}{\sigma_3} + \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{R_1 + R_2}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} - \frac{\sigma_5}{\sigma_1} \right)}{\sigma_4^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{\sigma_2}{\sigma_3} \right)^2} \end{aligned} \quad (171)$$

Mit:

$$\sigma_1 = (R_1 + R_2 + R_s + R_v)^2$$

$$\sigma_2 = R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)$$

$$\sigma_3 = \sigma_4 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)$$

$$\sigma_4 = R_i + \frac{\sigma_5}{R_1 + R_2 + R_s + R_v}$$

$$\sigma_5 = (R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial T_{ges}}{\partial R_s} &= \frac{2W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_4 \cdot \sigma_1} - \frac{R_1 \cdot U_{g1}}{\sigma_3} + \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{R_1 + R_2}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} - \frac{\sigma_5}{\sigma_1} \right)}{\sigma_4^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{\sigma_2}{\sigma_3} \right)^2} \\ &= \frac{2W_{3\omega}}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{\sigma_2}{\sigma_3} \right)} \end{aligned} \quad (172)$$

$$\frac{\partial T_{ges}}{\partial W_{3\omega}} = - \frac{2R_s + 2R_v}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} \right) \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)} \quad (173)$$

$$\begin{aligned} & \frac{\partial T_{ges}}{\partial R_1} \\ &= 2W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v) \\ & \left(\frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_4 \cdot \sigma_1} - \frac{U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_3} + \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{R_s + R_v}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} - \frac{\sigma_5}{\sigma_1} \right)}{\sigma_4^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right) \\ & \cdot \frac{1}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_3} \right)^2} \end{aligned} \quad (174)$$

$$\begin{aligned} & \frac{\partial T_{ges}}{\partial R_2} = 2W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v) \\ & \left(\frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_4 \cdot \sigma_1} + \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{R_s + R_v}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} - \frac{\sigma_5}{\sigma_1} \right)}{\sigma_4^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right) \\ & \cdot \frac{1}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_4 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)^2} \end{aligned} \quad (175)$$

$$\frac{\partial T_{ges}}{\partial W_{1\omega}} = - \frac{2W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v)}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} \right) \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)} \quad (176)$$

$$\begin{aligned} & \frac{\partial T_{ges}}{\partial U_{g1}} = - \frac{1}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} \right) \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \\ & \cdot \frac{1}{2R_1 \cdot W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v)^2} \\ & \cdot \frac{1}{\left(W_{1\omega} - \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} \right) \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)^2} \end{aligned} \quad (177)$$

$$\frac{\partial T_{ges}}{\partial R_i} = - \frac{1}{R_v \cdot \alpha \cdot \left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} \right)^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v) \cdot \frac{2R_1 \cdot U_{g1} \cdot W_{3\omega} \cdot (R_s + R_v)^2}{\left(W_{1\omega} - \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} \right) \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)^2} \quad (178)$$

$$\frac{\partial P}{\partial R_v} = \left(2W_{1\omega} - \frac{2R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_3} \right) \cdot \frac{\left(\frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_4 \cdot \sigma_1} - \frac{R_1 \cdot U_{g1}}{\sigma_3} + \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{R_1 + R_2}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} - \frac{\sigma_5}{\sigma_1} \right)}{\sigma_4^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)}{R_s} \quad (179)$$

$$\frac{\partial P}{\partial R_s} = \left(2W_{1\omega} - \frac{2R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_3} \right) \cdot \frac{\left(\frac{\sigma_2}{\sigma_4 \cdot \sigma_1} - \frac{R_1 \cdot U_{g1}}{\sigma_3} + \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{R_1 + R_2}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} - \frac{\sigma_5}{\sigma_1} \right)}{\sigma_4^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)}{R_s} - \frac{\left(W_{1\omega} - \frac{\sigma_2}{\sigma_3} \right)^2}{R_s^2} \quad (180)$$

$$\frac{\partial P}{\partial R_1} = \left(2W_{1\omega} - \frac{2R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_3} \right) \cdot \frac{\left(\frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_4 \cdot \sigma_1} - \frac{U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_3} + \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{R_s + R_v}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} - \frac{\sigma_5}{\sigma_1} \right)}{\sigma_4^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)}{R_s} \quad (181)$$

$$\frac{\partial P}{\partial R_2} = \left(2W_{1\omega} - \frac{2R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_4 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right) \cdot \frac{\left(\frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\sigma_4 \cdot \sigma_1} + \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(\frac{R_s + R_v}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} - \frac{\sigma_5}{\sigma_1} \right)}{\sigma_4^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)}{R_s} \quad (182)$$

$$\frac{\partial P}{\partial W_{1\omega}} = \frac{2W_{1\omega} - \frac{2R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v}\right) \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)}}{R_s} \quad (183)$$

$$\frac{\partial P}{\partial R_i} = \frac{2R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v) \cdot \left(W_{1\omega} - \frac{R_1 \cdot U_{g1} \cdot (R_s + R_v)}{\left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v}\right) \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \right)}{R_s \cdot \left(R_i + \frac{(R_1 + R_2) \cdot (R_s + R_v)}{R_1 + R_2 + R_s + R_v} \right)^2 \cdot (R_1 + R_2 + R_s + R_v)} \quad (184)$$

Anhang B

Einfluss der Teilfehler auf den Gesamtfehler

Tabelle 34 Teilfehler in [K], mit deren Hilfe der Gesamtfehler zur Berechnung der synthetischen Messreihen berechnet wird. Angegeben ist hier der betragsmäßige Mittelwert über die verschiedenen Messfrequenzen und Messungen innerhalb einer Messreihe. Grün gefärbte Bereiche besitzen einen hohen Einfluss, rot gefärbte einen niedrigen.

Einflussfaktor	SiO2 5 nm	SiO2 10 nm	SiO2 20 nm	SiO2 30 nm	SiO2 50 nm	SiO2 100 nm	SiO2 425 nm	SiO2 850 nm	BN 425 nm	BN 850 nm
Heizerbreite	1.85E-04	8.11E-05	6.37E-05	2.00E-05	4.30E-05	6.86E-05	2.10E-04	1.85E-04	1.55E-04	5.91E-04
Schichtdicke	4.32E-03	2.47E-04	2.76E-04	3.27E-04	4.17E-04	7.86E-04	2.39E-03	4.32E-03	7.59E-04	1.24E-03
Substratdicke	2.13E-08	1.68E-07	1.01E-07	5.15E-09	5.28E-10	4.49E-09	2.96E-09	2.13E-08	3.03E-10	3.91E-09
Heizerlänge	3.29E-05	6.39E-06	6.65E-06	7.41E-06	7.75E-06	1.00E-05	2.00E-05	3.29E-05	9.45E-06	1.28E-05
Heizleistung	2.38E-03	6.17E-04	6.16E-04	6.84E-04	7.24E-04	7.64E-04	1.48E-03	2.38E-03	7.95E-04	1.17E-03
Frequenz	2.64E-07	2.32E-07	2.33E-07	2.56E-07	2.62E-07	2.46E-07	2.56E-07	2.64E-07	2.57E-07	2.64E-07
Substratleitfähigkeit	5.53E-03	3.72E-04	4.05E-04	3.97E-04	4.64E-04	5.97E-04	2.28E-03	5.53E-03	5.67E-04	9.32E-04
Aus Messung Berechnete Temperatur- Amplitude (Tges)	7.67E-03	4.41E-03	4.31E-03	4.41E-03	4.60E-03	4.40E-03	6.63E-03	7.67E-03	4.53E-03	5.33E-03
Teilfehler aus Tges										
TCR	1.49E-03	7.29E-04	2.99E-04	3.97E-04	1.20E-03	8.95E-04	3.44E-03	1.49E-03	5.49E-04	8.49E-04

Anhang B

Einfluss der Teilfehler auf den Gesamtfehler

Einflussfaktor	SiO2 5 nm	SiO2 10 nm	SiO2 20 nm	SiO2 30 nm	SiO2 50 nm	SiO2 100 nm	SiO2 425 nm	SiO2 850 nm	BN 425 nm	BN 850 nm
Widerstand Dekade	5.98E-03	1.39E-03	1.41E-03	1.51E-03	1.61E-03	1.79E-03	3.67E-03	5.98E-03	1.88E-03	2.79E-03
Widerstand Heizer	8.06E-04	2.87E-04	2.80E-04	3.05E-04	3.20E-04	2.55E-04	4.98E-04	8.06E-04	3.15E-04	5.65E-04
3-Omega Brückenspannung	3.76E-03	4.03E-03	3.98E-03	4.03E-03	3.99E-03	3.77E-03	3.77E-03	3.76E-03	3.95E-03	4.16E-03
Widerstand R1	2.33E-04	4.49E-05	4.64E-05	4.91E-05	5.29E-05	6.75E-05	1.41E-04	2.33E-04	6.68E-05	9.04E-05
Widerstand R2	2.32E-04	4.48E-05	4.63E-05	4.90E-05	5.27E-05	6.73E-05	1.41E-04	2.32E-04	6.66E-05	9.01E-05
1-Omega Brückenspannung	1.24E-06	2.54E-07	2.60E-07	2.76E-07	2.97E-07	3.60E-07	7.53E-07	1.24E-06	3.65E-07	5.14E-07
Angelegte Spannung	3.02E-07	5.75E-08	5.95E-08	6.29E-08	6.78E-08	8.69E-08	1.83E-07	3.02E-07	8.60E-08	1.17E-07
Innenwiderstand Lock-In	1.68E-03	3.63E-04	3.70E-04	3.94E-04	4.22E-04	4.94E-04	1.02E-03	1.68E-03	5.11E-04	7.33E-04

Anhang C

Informationen zum Lernfortschritt verschiedener künstliche Intelligenz Methoden

Tabelle 35 Optimierung des Bagged Trees Modell am Datensatz 1 mit Cross-Fold Validation mit 50 Faltungen. Die Anmerkungen unterteilen die Tabelle in separate Bereiche. Die Bereiche wurden von oben nach unten der Reihe nach trainiert und jeweils die Informationen des vorhergegangenen Trainings zur Hyperparametervariation genutzt.

Minimale Blattanzahl	Anzahl Lerner	Test RMSE	Test R ²	Anmerkungen
				Allgemeine Variation in größerem Bereich
8	30	0,11628	0,97	
80	30	0,45279	0,51	
1	30	0,12701	0,96	
8	300	0,12569	0,96	
8	3	0,18127	0,92	
				Variationen in kleinerem Bereich
8	30	0,08255	0,98	
6	30	0,13392	0,96	
4	30	0,1537	0,94	
2	30	0,1123	0,97	
8	150	0,11032	0,97	
8	600	0,11364	0,97	
				Test zu größeren Bereichen
8	30	0,12309	0,96	
20	30	0,24279	0,86	
40	30	0,42388	0,57	
60	30	0,47468	0,46	
80	30	0,44637	0,52	
8	1000	0,11563	0,97	
8	1500	0,14027	0,95	
				Feinabstimmung der Bereiche + Extremtest
8	30	0,17434	0,93	

Anhang C

Informationen zum Lernfortschritt verschiedener künstliche Intelligenz Methoden

Minimale Blattanzahl	Anzahl Lerner	Test RMSE	Test R ²	Anmerkungen
800	30	0,64587	0	
5	30	0,12396	0,96	
6	30	0,12649	0,96	
7	30	0,1196	0,97	
9	30	0,13726	0,95	
10	30	0,093592	0,98	
8	5	0,2181	0,89	
8	10	0,12413	0,96	
8	15	0,15313	0,94	
8	20	0,15358	0,94	
8	25	0,058157	0,99	
				Mehrfaches Training vierversprechender Kombinationen
8	30	0,1314	0,96	
8	30	0,10644	0,97	
8	30	0,11478	0,97	
8	30	0,10936	0,97	
8	30	0,067314	0,99	
8	25	0,17727	0,92	
8	25	0,11589	0,97	
8	25	0,11045	0,97	
8	25	0,13284	0,96	
8	25	0,15946	0,94	
7	30	0,16804	0,93	
7	30	0,11923	0,97	
7	30	0,11074	0,97	
7	30	0,11151	0,97	
7	30	0,10336	0,97	
7	25	0,09498	0,98	
7	25	0,098151	0,98	
7	25	0,14214	0,95	
7	25	0,067634	0,99	
7	25	0,095987	0,98	
				Kleinere Variationen
7	20	0,14315	0,95	
7	20	0,16663	0,93	
7	22	0,12675	0,96	
7	22	0,16234	0,94	
7	24	0,21604	0,89	
7	24	0,19875	0,91	
7	26	0,15835	0,94	
7	26	0,14059	0,95	

Minimale Blattanzahl	Anzahl Lerner	Test RMSE	Test R ²	Anmerkungen
7	28	0,1671	0,93	
7	28	0,13784	0,95	

Tabelle 36 Optimierung des Boosted Trees Modell am Datensatz 1 mit Cross-Fold Validation mit 50 Faltungen.

Minimale Blattanzahl	Anzahl Lerner	Lernrate	Test RMSE	Test R ²
8	30	0,1	0,25724	0,84
80	30	0,1	0,52459	0,34
1	30	0,1	0,21138	0,89
8	300	0,1	0,28583	0,8
8	3	0,1	1,0042	-1,42
8	30	1	0,29171	0,8
8	30	0,01	1,0213	-1,5

Tabelle 37 Initiale Trainingsprozesse mit dem LSTM-Netz. Untersucht werden der Einfluss des Holdout Bereichs, MiniBatch Größe, Lernrate und Anzahl der Hidden Units.

Datensatz	Validation Methode	Epochen	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	100	0,509	0,3778
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	100	0,2008	0,9
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	100	0,149	0,95
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	100	0,2857	0,8
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	150	0,14	0,95
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	150	0,1082	0,97
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	150	0,1455	0,9492
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	50	0,4855	0,43
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	50	0,1038	0,09741
1	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	50	0,2295	0,8735
1	Holdout Validation 15%	5000	64	0,0005	100	0,1818	0,9206

Anhang C

Informationen zum Lernfortschritt verschiedener künstliche Intelligenz Methoden

Datensatz	Validation Methode	Epochen	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	100	0,2285	0,8746
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	100	0,1939	0,9097
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	100	0,263	0,8339
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	150	0,2859	0,8037
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	150	0,1614	0,9375
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	150	0,325	0,7463
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	50	0,4562	0,5001
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	50	0,241	0,8605
1	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	50	0,2625	0,8345
1	Holdout Validation 25%	5000	64	0,0005	100	0,1812	0,9212
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	100	0,1678	0,9324
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	100	0,1311	0,9588
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	100	0,2364	0,8658
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	150	0,1596	0,9389
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	150	0,094	0,9788
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	150	0,2005	0,9035
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	50	0,1723	0,9287
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	50	0,1494	0,9464
2	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	50	0,2817	0,8095
2	Holdout Validation 15%	5000	64	0,005	100	0,1441	0,9501
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	100	0,3546	0,6981

Daten-satz	Validation Methode	Epochen	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	100	0,1571	0,9407
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	100	0,3101	0,769
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	150	0,138	0,9543
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	150	0,0639	0,9902
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	150	0,1769	0,9248
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	50	0,2265	0,8768
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	50	0,2018	0,9022
2	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	50	0,376	0,6605
2	Holdout Validation 25%	5000	64	0,005	100	0,0959	0,9779
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	100	0,1663	0,9336
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	100	0,0608	0,9911
3	Holdout Validation 15%	20000	196	0,005	100	0,0747	0,9866
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	100	0,2956	0,7901
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	150	0,2107	0,8933
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	150	0,1115	0,9701
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	150	0,2333	0,8693
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	50	0,2151	0,8889
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	50	0,0873	0,9817
3	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	50	0,2944	0,7919
3	Holdout Validation 15%	5000	64	0,005	100	0,0971	0,9774
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	100	0,1459	0,9489

Anhang C

Informationen zum Lernfortschritt verschiedener künstliche Intelligenz Methoden

Datensatz	Validation Methode	Epochen	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	100	0,1553	0,9421
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	100	0,2384	0,8635
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	150	0,1515	0,9449
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	150	0,1416	0,9519
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	150	0,157	0,9408
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	50	0,3099	0,7693
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	50	0,2934	0,7932
3	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	50	0,2077	0,8964
3	Holdout Validation 25%	5000	64	0,005	100	0,1265	0,9616
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	100	0,2251	0,8783
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	100	0,1598	0,9387
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	100	0,2794	0,8125
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	150	0,2239	0,8796
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	150	0,0829	0,9835
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	150	0,1943	0,9093
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	50	0,2084	0,8957
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	50	0,1792	0,9229
4	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	50	0,4758	0,4562
4	Holdout Validation 15%	5000	64	0,005	100	0,0954	0,9781
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	100	0,2524	0,8471
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	100	0,177	0,9247

Daten-satz	Validation Methode	Epochen	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	100	0,2525	0,8468
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	150	0,1974	0,9064
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	150	0,1165	0,9674
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	150	0,3548	0,6977
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	50	0,4571	0,4983
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	50	0,1452	0,9494
4	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	50	0,4272	0,5618
4	Holdout Validation 25%	5000	64	0,005	100	0,0805	0,9844
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	100	0,2603	0,8372
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	100	0,1985	0,9054
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	100	0,349	0,7074
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	150	0,1105	0,9707
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	150	0,1759	0,9257
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	150	0,2439	0,8571
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	50	0,1907	0,9126
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	50	0,1588	0,9394
5	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	50	0,26805657	0,82744336
5	Holdout Validation 15%	5000	64	0,005	100	0,0949	0,9784
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	100	0,26627621	0,82972783
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	100	0,11289737	0,96939117
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	100	0,26764834	0,82796848

Anhang C

Informationen zum Lernfortschritt verschiedener künstliche Intelligenz Methoden

Datensatz	Validation Methode	Epochen	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	150	0,08985622	0,98061013
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	150	0,09560546	0,97804958
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	150	0,26548579	0,83073729
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	50	0,71297497	0,22075176
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	50	0,08231847	0,98372674
5	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	50	0,23346467	0,86910558
5	Holdout Validation 25%	5000	64	0,005	100	0,0932	0,9791
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	100	0,28164443	0,80950606
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	100	0,10304195	0,97450197
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	100	0,27579266	0,81733972
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	150	0,26243111	0,83460993
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	150	0,07836951	0,98525059
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	150	0,26855454	0,8268016
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,0005	50	0,25437212	0,84461194
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,005	50	0,18562788	0,91725057
6	Holdout Validation 15%	5000	196	0,00005	50	0,18152122	0,92087144
6	Holdout Validation 15%	5000	64	0,005	100	0,0501	0,994
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	100	0,2001088	0,90383631
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	100	0,0922125	0,97957993
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	100	0,35901189	0,69047445
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	150	0,21595325	0,88800508

Daten-satz	Validation Methode	Epochen	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	150	0,11708929	0,96707594
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	150	0,25817433	0,83993185
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,0005	50	0,22572203	0,87764364
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,005	50	0,10685401	0,97258049
6	Holdout Validation 25%	5000	196	0,00005	50	0,24815758	0,8521117
6	Holdout Validation 25%	5000	64	0,005	100	0,1142	0,9687

Tabelle 38 Zweiter Trainingslauf mit größeren Lernraten und kleineren Batchsizes.

Daten-satz	Validation Methode	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
1	Holdout Validation 15%	32	0,0005	100	0,28677842	0,80249786
1	Holdout Validation 15%	32	0,005	100	0,04873733	0,99429566
1	Holdout Validation 15%	32	0,05	100	0,05071677	0,99382293
1	Holdout Validation 15%	32	0,0005	50	0,14990953	0,94603187
1	Holdout Validation 15%	32	0,005	50	0,06970183	0,98833275
1	Holdout Validation 15%	32	0,05	50	0,05468894	0,9928174
1	Holdout Validation 15%	32	0,0005	150	0,17168248	0,92921674
1	Holdout Validation 15%	32	0,005	150	0,09338713	0,9790563
1	Holdout Validation 15%	32	0,05	150	0,11829826	0,96639258
1	Holdout Validation 15%	64	0,0005	100	0,24658655	0,85397822
1	Holdout Validation 15%	64	0,005	100	0,09382562	0,97885913
1	Holdout Validation 15%	64	0,05	100	0,06666876	0,98932606
1	Holdout Validation 15%	64	0,0005	50	0,34885445	0,70774138

Anhang C

Informationen zum Lernfortschritt verschiedener künstliche Intelligenz Methoden

Daten- satz	Validation Methode	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
1	Holdout Validation 15%	64	0,005	50	0,05119338	0,99370635
1	Holdout Validation 15%	64	0,05	50	0,06712558	0,98917931
1	Holdout Validation 15%	64	0,0005	150	0,20480476	0,89927
1	Holdout Validation 15%	64	0,005	150	0,08016636	0,98456657
1	Holdout Validation 15%	64	0,05	150	0,1058547	0,97309095
2	Holdout Validation 15%	32	0,0005	100	0,2038	0,9003
2	Holdout Validation 15%	32	0,005	100	0,1669	0,9331
2	Holdout Validation 15%	32	0,05	100	0,0564	0,9924
2	Holdout Validation 15%	32	0,0005	50	0,2267	0,8765
2	Holdout Validation 15%	32	0,005	50	0,1677	0,9325
2	Holdout Validation 15%	32	0,05	50	0,1097	0,9711
2	Holdout Validation 15%	32	0,0005	150	0,1687	0,9316
2	Holdout Validation 15%	32	0,005	150	0,125	0,9625
2	Holdout Validation 15%	32	0,05	150	0,1882	0,9149
2	Holdout Validation 15%	64	0,0005	100	0,1326	0,9577
2	Holdout Validation 15%	64	0,005	100	0,1971	0,9067
2	Holdout Validation 15%	64	0,05	100	0,0409	0,996
2	Holdout Validation 15%	64	0,0005	50	0,35040492	0,70513773
2	Holdout Validation 15%	64	0,005	50	0,11319127	0,96923161
2	Holdout Validation 15%	64	0,05	50	0,05158517	0,99360955
2	Holdout Validation 15%	64	0,0005	150	0,12661371	0,96150178

Daten-satz	Validation Methode	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
2	Holdout Validation 15%	64	0,005	150	0,10150496	0,97525692
2	Holdout Validation 15%	64	0,05	150	0,07214301	0,9875012
3	Holdout Validation 15%	64	0,0005	100	0,1518	0,9447
3	Holdout Validation 15%	64	0,005	100	0,1286	0,9603
3	Holdout Validation 15%	64	0,05	100	0,0837	0,9832
3	Holdout Validation 15%	64	0,5	100	0,2735	0,8204
3	Holdout Validation 15%	64	0,00005	100	0,3304	0,7379
3	Holdout Validation 15%	64	0,0005	150	0,1251	0,9624
3	Holdout Validation 15%	64	0,005	150	0,1009	0,9756
3	Holdout Validation 15%	64	0,00005	150	0,2087	0,8954
3	Holdout Validation 15%	64	0,0005	50	0,1612	0,9376
3	Holdout Validation 15%	64	0,005	50	0,0963	0,9777
3	Holdout Validation 15%	32	0,005	100	0,0792	0,985
3	Holdout Validation 15%	32	0,0005	100	0,122	0,9643
3	Holdout Validation 15%	32	0,05	100	0,0328	0,9974
3	Holdout Validation 15%	32	0,005	150	0,0499	0,994
3	Holdout Validation 15%	32	0,05	150	0,0498	0,9914
3	Holdout Validation 15%	32	0,005	50	0,0797	0,9847
3	Holdout Validation 15%	32	0,05	50	0,0899	0,9806
4	Holdout Validation 15%	32	0,0005	100	0,24355026	0,85755211
4	Holdout Validation 15%	32	0,005	100	0,04935462	0,99415022

Anhang C

Informationen zum Lernfortschritt verschiedener künstliche Intelligenz Methoden

Daten-satz	Validation Methode	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
4	Holdout Validation 15%	32	0,05	100	0,17850213	0,9234817
4	Holdout Validation 15%	32	0,0005	50	0,20114729	0,90283555
4	Holdout Validation 15%	32	0,005	50	0,05040393	0,99389887
4	Holdout Validation 15%	32	0,05	50	0,04973883	0,99405885
4	Holdout Validation 15%	32	0,0005	150	0,15858862	0,93960196
4	Holdout Validation 15%	32	0,005	150	0,06049644	0,991211
4	Holdout Validation 15%	32	0,05	150	0,18458578	0,91817707
4	Holdout Validation 15%	64	0,0005	100	0,13657595	0,95520526
4	Holdout Validation 15%	64	0,005	100	0,03487887	0,99707848
4	Holdout Validation 15%	64	0,05	100	0,04854247	0,99434119
4	Holdout Validation 15%	64	0,0005	50	0,39602664	0,62335902
4	Holdout Validation 15%	64	0,005	50	0,1054421	0,97330028
4	Holdout Validation 15%	64	0,05	50	0,05510426	0,99270797
4	Holdout Validation 15%	64	0,0005	150	0,11656732	0,9673689
4	Holdout Validation 15%	64	0,005	150	0,10010333	0,97593558
4	Holdout Validation 15%	64	0,05	150	0,18329433	0,91931796
5	Holdout Validation 15%	32	0,0005	100	0,21964486	0,88414341
5	Holdout Validation 15%	32	0,005	100	0,04433802	0,99527901
5	Holdout Validation 15%	32	0,05	100	0,08488318	0,98269701
5	Holdout Validation 15%	32	0,0005	50	0,09802157	0,97692603
5	Holdout Validation 15%	32	0,005	50	0,10828463	0,97184134

Daten- satz	Validation Methode	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
5	Holdout Validation 15%	32	0,05	50	0,06486304	0,98989642
5	Holdout Validation 15%	32	0,0005	150	0,30089304	0,78257823
5	Holdout Validation 15%	32	0,005	150	0,04565144	0,99499512
5	Holdout Validation 15%	32	0,05	150	0,06610681	0,98950529
5	Holdout Validation 15%	64	0,0005	100	0,26554111	0,83066672
5	Holdout Validation 15%	64	0,005	100	0,08804762	0,98138279
5	Holdout Validation 15%	64	0,05	100	0,04586159	0,99494898
5	Holdout Validation 15%	64	0,0005	50	0,16605525	0,93378079
5	Holdout Validation 15%	64	0,005	50	0,06953248	0,98838943
5	Holdout Validation 15%	64	0,05	50	0,05163728	0,99359667
5	Holdout Validation 15%	64	0,0005	150	0,27254775	0,82161272
5	Holdout Validation 15%	64	0,005	150	0,05264808	0,99334353
5	Holdout Validation 15%	64	0,05	150	0,03944615	0,99626327
6	Holdout Validation 15%	32	0,0005	100	0,1347407	0,95640105
6	Holdout Validation 15%	32	0,005	100	0,04265828	0,99562991
6	Holdout Validation 15%	32	0,05	100	0,05789638	0,99195027
6	Holdout Validation 15%	32	0,0005	50	0,28669414	0,80261403
6	Holdout Validation 15%	32	0,005	50	0,0593161	0,99155062
6	Holdout Validation 15%	32	0,05	50	0,04871155	0,9943018
6	Holdout Validation 15%	32	0,0005	150	0,14784089	0,94751108
6	Holdout Validation 15%	32	0,005	150	0,07863843	0,98514926

Anhang C

Informationen zum Lernfortschritt verschiedener künstliche Intelligenz Methoden

Datensatz	Validation Methode	MiniBatch Size	Lernrate	Hidden Units	Test RMSE	Test R ²
6	Holdout Validation 15%	32	0,05	150	0,11665193	0,96732146
6	Holdout Validation 15%	64	0,0005	100	0,11227585	0,96972722
6	Holdout Validation 15%	64	0,005	100	0,13082778	0,95889646
6	Holdout Validation 15%	64	0,05	100	0,16182648	0,93711054
6	Holdout Validation 15%	64	0,0005	50	0,16811655	0,93212658
6	Holdout Validation 15%	64	0,005	50	0,07449129	0,98667425
6	Holdout Validation 15%	64	0,05	50	0,04345149	0,99546587
6	Holdout Validation 15%	64	0,0005	150	0,15740448	0,94050056
6	Holdout Validation 15%	64	0,005	150	0,06362546	0,9902783
6	Holdout Validation 15%	64	0,05	150	0,11541285	0,96801198

Liste der Abkürzungen und Formelzeichen

Formelzeichen

A	Fläche
C	Volumetrischen Wärmekapazität
C_t	Thermische Kapazität
D	Temperaturleitfähigkeit
E_{th}	Innere thermische Energie
F_{1-2}	Sichtfaktor
G	Wärmeleitwert
I	Strom
I_0	Amplitude des Stroms
K_0	Modifizierte Bessel Funktion der zweiten Gattung 0-ter Ordnung
L	Abstand zwischen zwei Punkten in z-Richtung innerhalb eines Mehrschichtsystems
O	Oberfläche
P	Heizleistung
P'	Heizleistung pro Heizerlänge
P''	Leistungsdichte
$P_{2\omega}$	Wechselstromkomponente des Heizleistung
P_{DC}	Gleichstromkomponente des Heizleistung
P_P	Durchschnittliche Leistung des Pump-Lasers
Q	Wärmeleistung
Q_{cond}	Wärmeleistung durch Wärmeleitung
Q_{conv}	Wärmeleistung durch Konvektion
Q_{rad}	Wärmeleistung durch Strahlung

R_1	Elektrischer Widerstand in Wheatstone-Brücke
R^2	Bestimmtheitsmaß
R_2	Elektrischer Widerstand in Wheatstone-Brücke
R_a	Spitzenradius einer AFM-Spitze
R_{ang}^2	Angepasstes Bestimmtheitsmaß
R_b	Thermischer Übergangswiderstand zwischen Schicht und Substrat
R_f	Thermischer Schichtwiderstand
R_{ges}	Elektrischer Gesamtwiderstand der Wheatstone-Brücke
R_i	Elektrischer Innenwiderstand des Lock-In Verstärkers
$R_{s,0}$	Elektrischer Widerstand des Heizers bei Referenztemperatur
R_s	Elektrischer Widerstand des Heizers
R_{th}	Thermischer Übergangswiderstand zwischen Heizer und Probe
R_v	Elektrischer Widerstand des Dekadenwiderstands
ΔR_{TDTR}	Gemessenen TDTR-Signal
<i>Resid</i>	Residuum
<i>SSE</i>	Residuen-Quadratsumme
<i>SSR</i>	Regressions-Quadratsumme
T	Temperatur
\tilde{T}	Fourier-Transformierte der Temperaturamplitude
T_∞	Temperatur der Umgebung
T_{body}	Temperatur der zu kühlenden Körpers
T_{surf}	Temperaturprofil der Oberfläche
ΔT	Temperaturamplitude
ΔT_{2b}	Gesamttemperaturamplitude des Heizers unter Berücksichtigung der Heizerbreite
$\Delta T_{2\omega}$	Gesamttemperaturamplitude des Heizers
ΔT_{Abst}	Differenz zweier Temperaturamplituden von Proben mit unterschiedlicher Schichtdicke bei gleicher Frequenz
$\Delta T_{ges_{n,fm}}$	Gesamttemperaturamplitude des Heizers unter Berücksichtigung sämtlicher Heizerparameter der Messung n für Frequenz m

ΔT_{ges}	Gesamttemperaturamplitude des Heizers unter Berücksichtigung sämtlicher Heizerparameter
$\Delta T_{s,h}$	Temperaturamplitude des Heizers hervorgerufen durch das Substrat unter Berücksichtigung sämtlicher Heizerparameter
$\langle T_{surf} \rangle$	Gemittelte Oberflächentemperatur über die Heizerbreite
TSS	Gesamt-Quadratsumme
U	Spannung
U_{R_s}	Spannung über Heizer
U_0	Amplitude der Eingangsspannung
U_{g1}	Angelegte Spannung an gesamten Messaufbau
U_{g2}	Angelegte Spannung an Wheatstone-Brücke
$U_{1\omega}$	1-Omega Komponente der Spannung über den Heizer
$U_{3\omega}$	3-Omega Komponente der Spannung über den Heizer
$U_{in,aus}$	In- oder außerhalb der Phase liegendes Messsignal einer TDTR-Messung
\mathbf{U}	Transformationsmatrix zur Berechnung der Temperaturamplitude an einer beliebigen Stelle innerhalb eines Mehrschichtsystems
V	Volumen
Var	Varianz
$W_{3\omega}$	3-Omega Komponente der Wheatstone-Brückenspannung
Z_t	Thermische Impedanz
<hr/>	
b	Halbbreite des Heizers
$b_{c,p}$	Radius des mechanischen Kontakts zwischen AFM-Spitz und Probe
b_{dia}	Radius des Heizers (bei Heizerdraht)
b_m	Breite eines Wassermeniskus um eine AFM-Spitze
c	Spezifische Wärmekapazität
c_0	Lichtgeschwindigkeit
d	Dicke
d_a	Abstand zwischen AFM-Spitze und einer Probe, der durch einen Wassermeniskus erzeugt wird

d_{ges}	Schichtdicke des Schichtsystems bei Zweischichtsystemen
e	Von einem realen Körper abgestrahlte Energie
e_{λ_b}	Von einem schwarzen Körper abgestrahlte Energie in Abhängigkeit der Wellenlänge
e_b	Von einem schwarzen Körper abgestrahlte Energie
h	Wärmeübergangskoeffizient
\bar{h}	Gemittelter Wärmeübergangskoeffizient
h_{conv}	Wärmeübergangskoeffizient für Konvektion
h_p	Planksches Wirkungsquantum
h_{rad}	Wärmeübergangskoeffizient für Strahlung
i	Imaginäre Einheit
k	Thermische Leitfähigkeit
k_b	Boltzmann-Konstante
$k_{f,eff}$	Thermische Leitfähigkeit des Schichtsystems bei Zweischichtsystemen
k_{int}	Intrinsische thermische Leitfähigkeit
$k_{ph,m}$	thermische Leitfähigkeit der einzelnen Phononenmoden
l	Länge des Heizers
l_T	Abstand zweier unterschiedlicher Temperaturen in einem Medium in Flussrichtung der Wärme
l_p	Mittlere freie Weglänge der Phononen
p	Dichte
p_g	Grenzflächenreflektivität
q	Wärmestrom
q_w	Thermische Wellenzahl
q_w^{-1}	Thermische Eindringtiefe
t	Zeit
t_d	Verzögerungszeit
v_g	Gruppengeschwindigkeit der Phononenmoden
v_{sch}	Schallgeschwindigkeit
$w_{1,2}$	$\frac{1}{e^2}$ Radius des Pump (1)- oder Probe (2)-Lasers

w_v	Wellenvektor
<hr/>	
Γ_{ba}	Transformationsmatrix zur Berechnung der Temperaturamplitude in einer Schicht b bei bekannter Temperaturamplitude in Schicht a innerhalb eines Mehrschichtsystems
<hr/>	
α_R	Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands
γ_E	Eulersche Konstante
ϵ	Emissionsgrad
η	Experimentell bestimmte Konstante ($\eta = 1,05$)
η_r	Rauheit der Grenzfläche
λ	Thermische Wellenlänge
λ_ω	Elektromagnetische Wellenlänge
σ	Standardabweichung
σ_f	Standardabweichung einer Messreihe für eine Frequenz
σ_{sb}	Stefan-Blotzmann-Konstante
ω	Kreisfrequenz
ω_0	Modulationsfrequenz des Lasers
ω_l	Kreisfrequenz des Lasers

Allgemeingültige Indizes

s	Substrat
f	Schicht
h	Heizer
x	In-Plane
z	Cross-Plane
$synth$	Parameter einer synthetisch erzeugten Messung

Abkürzungen

AFM	Atomic Force Microscope / Rasterkraftmikroskop
BN	Bornitrid
CVD	Chemische Gasphasenabscheidung
DLC	Diamond like carbon
DRAM	Dynamic Random Access Memory
FIB	Focused Ion Beam
HMDS	Hexamethyldisilazan
MISFET	Metal insulator semiconductor field effect transistor
ML	Machine Learning
NMP	1-Methyl-2-Pyrrolidon
PECVD	Plasmaunterstützte chemische Gasphasenabscheidung
PVD	Physical Vapor Deposition
REM	Rasterelektronenmikroskop
SGDM	Stochastic Gradient Descent with Momentum
Si ₃ N ₄	Siliziumnitrid
SiO ₂	Siliziumdioxid
SThM	Scanning Thermal Microscopy
SThP	Scanning Thermal Profiler
STM	Scanning Tunneling Microscopy
TCR	Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands
TDTR	Time Domain Thermoreflectance
TMAH	Tetramethylammoniumhydroxid

Abbildungsverzeichnis

- Abbildung 1** Ausrichtung der Achsen des Koordinatensystems für eine typische 3-Omega Probe bestehend aus Substrat, Dünnschicht und einem Heizelement.3
- Abbildung 2** Thermische Leitfähigkeit von mono- und polykristallinem Si für verschiedene Temperaturen unter Einfluss verschiedener Modifikationen. Kurve 2 hat im Vergleich zu Kurve 1 eine erhöhte isotope Reinheit, die Kurven 3, 4 und 5 zeigen Schichten mit abnehmender Schichtdicke, die Kurven 6 und 7 zeigen dotierte Poly-Si-Schichten mit steigender Dotierung, Kurve 8 zeigt eine Poly-Si-Schicht mit kleinerer Korngröße im Vergleich zu den Kurven 6 und 7, die Kurven 9, 10 und 11 zeigen nanokristallines Si mit sinkender Korngröße und die Kurven 12 und 13 zeigen amorphes Si mit zunehmender amorpher Unordnung. Messdaten stammen aus [16–23], Grafik inspiriert durch [16].9
- Abbildung 3** Schematische Darstellung des Wärmeflusses durch eine dünne Schicht auf Substrat für zwei verschiedene Heizerbreiten. Zu sehen ist jeweils ein Heizer mit der Breite $2b$ auf einer Dünnschicht der Dicke d_f die wiederum auf einem Substrat aufgebracht ist. Der Einfluss der Randeffekte nimmt mit sinkender Heizerbreite zu.....14
- Abbildung 4** Dimensionslose Sensitivität $-\partial \ln R_f / \partial \ln k_z, x$ der 3-Omega Methode in cross (blau)- und in-plane (rot) Richtung aufgezeichnet gegen die dimensionslose Heizerbreite $bdf \cdot k_z k_x 0,5$ für eine beispielhafte Probe mit 500 nm Schichtdicke und einer thermischen cross-plane Leitfähigkeit von $1 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$. Die gekennzeichneten Stellen zeigen die Sensitivität für Heizer der Breite 50 nm, 10 μm und 25 μm (von links nach rechts gesehen) für den Fall, dass die in-plane Leitfähigkeit gleich der cross-plane Leitfähigkeit (schwarz) oder zehnmals höher (hellblau) als die cross-plane Leitfähigkeit ist. Der Bereich, in dem in dieser Arbeit für cross-plane Messungen genutzt wird, ist mit Hilfe der gestrichelten Linien gekennzeichnet. Die Sensitivität in cross-plane Richtung ist in diesem Fall immer mindestens 95%.15
- Abbildung 5** Links: Heizeranordnung zur Berechnung eines willkürlich gelagerten 3-dimensionalen Tensors der thermischen Leitfähigkeit von Bulkmaterialien. Rechts: Querschnitt entlang der roten, gestrichelten Linie im Bild links.16
- Abbildung 6** Schematische Darstellung des Heizerdevices. Der Heizer befindet sich auf einem Glassubstrat mit geringer thermischer Leitfähigkeit. Er ist zusätzlich durch eine Siliziumnitrid-Schicht abgedeckt, die als elektrischer Isolator dient. Der Heizerchip wird von oben mit definiertem Druck auf die Probe gepresst. Bild in Anlehnung an Hu et al. [104].....17
- Abbildung 7** Links: Heizer auf Substrat mit Einfassung aus Polydimethylsiloxan (PDMS) oder anderem Material, das nicht mit der Flüssigkeit interagiert. Die Flüssigkeit wird einfach in die Einfassung gegeben. Rechts: Heizer freischwebend in Flüssigkeit ohne Substrat. Bild angelehnt an [98].18
- Abbildung 8** Links: Schematischer Aufbau einer suspended Film Probe. Unterhalb des Heizers wird das Trägersubstrat weggeätzt, damit die Schicht freisteht und die Wärme über die Seiten abfließen muss. In Rot ist der Wärmefluss eingezeichnet. Rechts: Schematischer

Aufbau mit zwei Heizern, wobei einer nur als Heizer und der andere nur als Thermometer genutzt wird. 20

Abbildung 9 Schematischer Aufbau der TDTR-Methode. Gezeigt sind der Laser, sowie mehrere polarisierende Strahlteiler (PST) und ein normaler Strahlteiler (ST). Außerdem ist die Verzögerungs-Einheit abgebildet, die den Probe-Strahl mit definierter zeitlicher Verzögerung an der Probe ankommen lässt. Der Strahlengang des Probe-Strahls ist in Blau eingezeichnet, der Strahlengang des Pump-Strahls in Rot. Bereiche, die von beiden Strahlen durchlaufen werden, sind in Violett gekennzeichnet. Ein typischer Probenaufbau aus Substrat, Schicht und Transducer ist ebenfalls abgebildet. Die Abbildung ist angelehnt an [108, 126, 127]. 24

Abbildung 10 Schematischer Aufbau SThM. Auf der linken Seite sind die wichtigsten Bauteile eines AFMs zu sehen. Diese sind die Spitze samt Laser und Photo Array, sowie der Feedbackloop, der den z-Piezo ansteuert. Rechts zu sehen ist die Wheatstone-Brücke, welche ihr Signal über einen Verstärker weitergibt. Zu sehen ist ein passiver Aufbau, bei dem das Heizsignal nicht nachgesteuert wird. 26

Abbildung 11 REM-Bild der Unterseite einer dotierten Silizium Spitze (Vita-DM-NanoTA-200) mit sukzessiv steigender Vergrößerung. Links: Gesamter U-förmiger Cantilever bei 150-facher Vergrößerung. Rechts oben: Steg zwischen den beiden Cantilever-Schenkeln mit der eigentlichen Spitze bei 1.000-facher Vergrößerung. Rechts unten: Pyramidenförmige Spitze bei 10.000-facher Vergrößerung. 29

Abbildung 12 Beispiel eines Entscheidungsbaums auf Grundlage der Beispieldaten aus **Tabelle 2**. 34

Abbildung 13 Schematische Darstellung eines neuronalen Netzes. Jeder Kreis entspricht einem Neuron, die Pfeile zeigen die Verknüpfungen zwischen den Neuronen. Jede Verknüpfung hat eine individuelle Gewichtung w . Das dargestellte Netz hat zwei Inputs und einen Output. 35

Abbildung 14 Schematische Darstellung der Gradient Descent Methode. 36

Abbildung 15 Messung des Temperaturkoeffizienten des Widerstands für einen 13 mm langen und 2 μm breiten Heizer auf einer 20 nm dicken SiO_2 -Schicht auf Si-Substrat. Gemessen wird der Heizerwiderstand bei verschiedenen Probertemperaturen. Der Temperaturkoeffizient ergibt sich gemäß Gleichung (71) aus dem Widerstand bei Referenztemperatur und der Steigung der Messgerade. Für diese Messung ergibt sich $\alpha R = 0,00291$ mit $R_{h,0} = 242,6 \Omega$ 41

Abbildung 16 Links: Nomenklatur bezüglich der verschiedenen Grenzflächen und Schichten anhand eines allgemeinen Schichtstapels. Rechts: In dieser Arbeit hauptsächlich verwendeter Schichtaufbau. Schicht 0 ist dabei die Grenzschicht nach oben (Luft), Schicht 1 ist die zu untersuchende Dünnschicht, Schicht 2 ist das Substrat und Schicht 3 ist die Grenzschicht nach unten (auch Substrat für semi-infinite Annahme). Der Heizer liegt direkt unterhalb von Grenzfläche 0. Zeichnung nach Vorlage von [10]. 45

Abbildung 17 Mittelwert der Standardabweichung von T_{ges} verschiedener Messungen für jede Messfrequenz. Die Messungen umfassen AlN-Schichtdicken zwischen 50 nm und 2000 nm, sowie Heizerbreiten zwischen 10 μm und 25 μm und Heizerlängen zwischen 9 mm und 17 mm. 48

Abbildung 18 Schematischer Aufbau des 3-Omega Messstands. Zu sehen ist rechts die Wheatstone-Brücke, welche zwei 10 k Ω Widerstände, einen variablen Widerstand und die

Probe enthält. Links sieht man den Lock-In Verstärker, welcher gleichzeitig das Ansteuersignal liefert und die 3-Omega Komponente der Brückenspannung misst.	49
Abbildung 19 Aufbau des 3-Omega Messstands. Die gezeigten Elemente und deren Funktion wird im Text ausführlich erläutert.	50
Abbildung 20 Links: Ganzer Wafer mit 67 Sets von Heizern. Rechts oben: Eine Probe mit zwei Sets von Heizern. Rechts mittig: Einzelner Heizer mit 9 mm Länge und 25 μm Breite. Rechts unten: Kontaktpads am Ende eines Heizers.	52
Abbildung 21 Rasterelektronenmikroskop- (REM) Aufnahme eines Heizers im Querschnitt. Der Schnitt wurde mittels Focused Ion Beam (FIB)-Cut erzeugt. Die Platinschicht, die die Probe umgibt, dient zum Schutz beim FIB-Cut und ist auf den normalen Proben nicht vorhanden. Links: Gesamter Heizer im Querschnitt auf einer SiO_2 -Schicht auf Si-Substrat. Rechts: Rechte Flanke des Heizers. Zu sehen ist ein Goldheizer mit einer dünnen Platin- und Titanschicht als Haftvermittler.....	52
Abbildung 22 Illustration des Herstellprozesses der Heizerstrukturen für Ti/Pt/Au-, Ti/Ni- und Ti/Ni+Cr-Heizer.	54
Abbildung 23 Illustration des Herstellprozesses der Heizerstrukturen für Al-Heizer.....	55
Abbildung 24 3-Omega Spannung über einen Heizer für zwei verschiedene Heizermaterialien. Links: Messkurve eines Gold-Heizers. Dies ist eine typische Messkurve wie sie erwartet wird. Zu sehen ist ein linearer Zusammenhang zwischen logarithmischer Frequenz und Messspannung. Rechts: Messkurve eines Nickel-Chrom-Heizers. Verhalten der Messkurve ist atypisch. Diese Messung kann nicht sinnvoll ausgewertet werden.	57
Abbildung 25 Thermische Leitfähigkeit einer 500 nm dicken SiO_2 -Schicht (thermisches Oxid). Die Legende zeigt die jeweiligen Heizerlängen. Die Heizerbreiten werden auf der x-Achse gezeigt. Links: Klassische Auswertung. Rechts: Auswertung mit Regressionsanalyse.	59
Abbildung 26 Thermische Leitfähigkeit einer 330 nm dicken BN-Schicht. Die Legende zeigt die jeweiligen Heizerlängen. Die Heizerbreiten werden auf der x-Achse gezeigt. Links: Klassische Auswertung. Rechts: Auswertung mit Regressionsanalyse.	60
Abbildung 27 Links: Gemessene thermische Leitfähigkeit von SiO_2 für verschiedene Schichtdicken. Rechts: Thermischer Schichtwiderstand, berechnet aus Messergebnissen, für verschiedene Schichtdicken.....	65
Abbildung 28 Links: REM-Bild eines FIB-Cuts der geätzten Probe. Zu sehen ist die Probe im Querschnitt. Das Si-Substrat ist ganz unten, darüber die SiO_2 -Schicht und oben abschließend der Heizer. Die SiO_2 -Schicht bleibt nur direkt unterhalb des Heizers stehen, rechts und links davon wird sie komplett weggeätzt. Die Platinschicht um die ganze Probe ist eine Maßnahme zum Schutz beim Materialabtrag durch das FIB und ist auf den vermessenen Proben nicht vorhanden. Rechts oben: Schematische Darstellung des links gezeigten Querschnitts. Rechts unten: Schematische Darstellung des Querschnitts einer üblichen Probe mit durchgängiger Dünnschicht als Vergleich.	66
Abbildung 29 Gemessene Temperaturamplituden aufgetragen gegen gefittete Temperaturamplituden am Beispiel einer Messung (links) einer 50 nm dicken SiO_2 -Schicht auf Si-Substrat und der gesamten Messreihe (rechts). Die rote Linie (links) zeigt eine Fitgerade durch die aufgetragenen Punkte zur Verdeutlichung der linearen Korrelation. Die Fitgenauigkeit beträgt $R^2 = 0,9996$	68

Abbildung 30 Gemessene Temperaturamplituden einer Messreihe einer 50 nm dicken SiO₂-Schicht auf Si-Substrat sowie die gefitteten Werte als eingezeichnete Linien (erzeugt mit Hilfe des Simultanfits) für verschiedene Messfrequenzen. Angegeben sind auch die Heizerlängen und -breiten zu den einzelnen Messkurven. 69

Abbildung 31 Flussdiagramm zum Ablauf der Berechnung der Standardabweichung einer Messreihe. 77

Abbildung 32 Berechnete Temperaturamplituden eines 17 mm langen und 25 µm breiten Heizers für verschiedene SiO₂-Schichtdicken zwischen 1 nm und 100 nm in 10 nm Schritten in Rot und Temperaturamplitude des Heizers für Substrat ohne Schicht in Blau. Untersucht wird der Abstand zwischen zwei benachbarten roten Linien oder einer roten und der blauen Linie. 79

Abbildung 33 Links: Gemessene thermische Leitfähigkeit von Si₃N₄ für verschiedene Schichtdicken. Rechts: Thermischer Schichtwiderstand, berechnet aus Messergebnissen, für verschiedene Schichtdicken. 82

Abbildung 34 Ergebnisse der AlN-Messungen inklusive des Ergebnisses für die 850 nm dicke AlN-Schicht aus der Messreihe der Vergleichsmessungen (siehe **Tabelle 10**), sowie Vergleichswerte aus der Literatur [65, 198]. 86

Abbildung 35 Abweichung der Ergebnisse der beiden Matlab-Modelle. Die thermischen Leitfähigkeitswerte auf der x-Achse entsprechen den verschiedenen Materialien SiO₂ (0,713 W/(m*K)), Si₃N₄ (1,3 W/(m*K)) und BN (2,58 W/(m*K)). 93

Abbildung 36 Vergleich der Modellgenauigkeiten der Matlab-Modelle 1 und 3 mit Hilfe von Boxplots. Gezeigt sind jeweils ein Boxplot für jedes Modell und jedes Material. 94

Abbildung 37 Boxplots für das beste LSTM-Modell. Gezeigt ist der Ergebnisbereich des LSTM-Modells für verschiedene Messungen mit verschiedenen Heizern an derselben Probe. 96

Abbildung 38 Abweichung der einzelnen Messungen vom Targetwert für das beste LSTM-Netz. Die thermischen Leitfähigkeitswerte auf der x-Achse entsprechen den verschiedenen Materialien SiO₂ (0,713 W/(m*K)), Si₃N₄ (1,3 W/(m*K)) und BN (2,58 W/(m*K)). 96

Abbildung 39 Abweichung der Ergebnisse der beiden besten Modelle. Die thermischen Leitfähigkeitswerte auf der x-Achse entsprechen den verschiedenen Materialien SiO₂ (0,713 W/(m*K)), Si₃N₄ (1,3 W/(m*K)) und BN (2,58 W/(m*K)). 97

Abbildung 40 Vergleich der Modellgenauigkeiten der beiden besten Modelle mit Hilfe von Boxplots. Gezeigt sind jeweils ein Boxplot für jedes Modell und jedes Material. 98

Abbildung 41 Schematischer Aufbau der 3-Omega SThM-Kombination. Rot: Klassischer AFM-Aufbau mit Probe, Spitze und Laser + Photo Array; Orange: Wheatstone-Brücke, Grün: Variabler Dekadenwiderstand; Blau: Lock-In Verstärker. Die Farbkodierung stimmt mit **Abbildung 42** überein. 101

Abbildung 42 Aufbau der 3-Omega SThM-Kombination. Rot: Klassischer AFM-Aufbau mit Probe, Spitze und Laser + Photo Array; Orange: Wheatstone-Brücke, Grün: Variabler Dekadenwiderstand; Blau: Lock-In Verstärker. Die Farbkodierung stimmt mit **Abbildung 41** überein. 101

Abbildung 43 3-Omega Anteil der Brückenspannung (blau) gemessen über einen längeren Zeitraum, sowie die Umgebungstemperatur (rot). 104

Abbildung 44 Schematische Darstellung des Wärmeflusses von einer AFM-Spitze auf einer Probe. Links: Probe mit geringer Oberflächenrauheit und ohne topographische Merkmale, Rechts: Probe mit ausgeprägten topographischen Merkmalen.....	105
Abbildung 45 Links: Steigung der einzelnen Referenzmessungen gegen die thermische Leitfähigkeit der Proben in Rot. Ermittelte Kalibrierkurve in Blau. Rechts: Messung der 3-Omega Brückenspannung des PMMA.	107
Abbildung 46 Sammlung aller Messergebnisse in Rot. Die damit erzeugte Kalibrierkurve wird in Blau gezeigt. Die Gruppe an Messungen auf der rechten Seite sowie das Insert zeigen die Messergebnisse für die verschiedenen Metalle.	108
Abbildung 47 Kalibrierkurve der Kunststoffmessungen für einen Frequenzbereich von 30 Hz – 40 Hz. Steigung der einzelnen Referenzmessungen gegen die thermische Leitfähigkeit der Proben in Rot. Ermittelte Kalibrierkurve in Blau.	109
Abbildung 48 Oben links: 3-Omega Signal der Brückenspannung bei einer Messfrequenz von 30 Hz. Oben rechts: 3-Omega Signal der Brückenspannung bei einer Messfrequenz von 40 Hz. Unten links: Topographie der Probe. Unten rechts: Thermische Leitfähigkeit der Probe	110
Abbildung 49 Eingezeichnete Bereiche über dem Topographiebild (links) und dem thermischen Leitfähigkeitsbild (rechts). Die Bereiche sind in beiden Bildern gleich.....	110
Abbildung 50 Links: Gesamttemperaturamplitude für eine Messreihe mit einer 2 µm dicken SiO ₂ -Schicht und einer 5 µm dicken SiO ₂ -Schicht, sowie eine Substratmessungen vor jeder eigentlichen Messung und einer zusätzlichen Substratmessung am Ende. Rechts: Schichttemperaturamplitude für beide Proben.	112
Abbildung 51 760 nm dicke BN-Schicht auf Si-Substrat.....	113
Abbildung 52 Ergebnisse der Messung zur BN-Schicht (siehe Abbildung 51). Oben: Gemessene Topographie. Mitte: Gemessenes 3-Omega Signal der Brückenspannung. Unten: Berechnete thermische Leitfähigkeit. Stellen, an denen die thermische Leitfähigkeit aufgrund von Topographieeinflüssen überschätzt wird, werden zu 0 gesetzt und somit nicht in der Messung berücksichtigt.....	114
Abbildung 53 Eingezeichnete Bereiche über dem Topographiebild (oben) und dem thermischen Leitfähigkeitsbild (unten). Die Bereiche sind in beiden Bildern gleich.	115

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 Übersicht über die drei vorgestellten Methoden zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit.....	12
Tabelle 2 Beispieldatensatz zur Bestimmung der 1-Dimensionalität des Wärmeflusses für verschiedene Heizergeometrien und Film-Schichtdicken.	31
Tabelle 3 Auflistung der verschiedenen Heizerstrukturen auf einer Probe. Gezeigt sind die verschiedenen Heizerlängen und die verschiedenen Heizerbreiten, die für die jeweiligen Längen verfügbar sind.....	51
Tabelle 4 Auflistung aller Proben mit verschiedenen Herstellparametern. Neben Material und Abscheideprozess sind die Prozesstemperatur und Prozessgase gegeben.....	53
Tabelle 5 Verschiedene Heizermaterialien und zugehöriger elektrischer Widerstand, Heizleistung und TCR stellvertretend für einen 17 mm langen und 25 μm breiten Heizer. ..	56
Tabelle 6 Vergleich dreier Heizerhöhen von verschiedenen Heizerstrukturen mit Längen zwischen 9 mm und 17 mm und Breiten zwischen 10 μm und 25 μm . Gezeigt wird immer der kleinste und größte Wert aller Heizer. Untersucht wird der Heizerwiderstand und die daraus resultierende Heizleistung, die 3-Omega Spannung und die Temperaturamplitude durch die Schicht, sowie der TCR eines 500 nm dicken thermischen SiO_2 . Da der TCR von der Heizergeometrie unabhängig ist, wird hier ein Mittelwert angegeben.....	58
Tabelle 7 Heizerlängen und die zugehörigen Heizerbreiten für die Untersuchung verschiedener Heizerkonfigurationen. Es ergeben sich insgesamt 20 verschiedene Heizer. ..	59
Tabelle 8 Auswertung der Messergebnisse einer 500 nm dicken SiO_2 -Schicht und einer 330 nm dicken BN-Schicht für verschiedene Heizergeometrien. Zu sehen sind der Mittelwert aller Messungen, sowie Minimal-, Maximalwert und die maximale Abweichung zweier Heizer jeweils für beide Proben und beide Auswertemethoden.....	60
Tabelle 9 Übersicht über alle vermessenen Heizer sowie die verschiedenen gebildeten Gruppen und die ermittelte thermische Leitfähigkeit. Die erste Zeile zeigt alle möglichen Heizergeometrien mit ihren verschiedenen Längen und Breiten. Die letzte Spalte zeigt die ermittelte thermische Leitfähigkeit. Die einzelnen Gruppen enthalten alle Heizer (Gruppe 1), nur kurze Heizer (Gruppe 2), nur lange Heizer (Gruppe 3), den jeweils schmalsten Heizer einer jeden Länge (Gruppe 4) und den jeweils breitesten Heizer einer jeden Länge (Gruppe 5).	63
Tabelle 10 Probenkonfigurationen und zugehörige gemessene thermische Leitfähigkeit jeweils einmal mit der TDTR-Methode und einmal mit der 3-Omega Methode. Die Messfehler bei der 3-Omega Methode werden mit der in Kapitel 6.6 vorgestellten Methode berechnet..	64
Tabelle 11 Ergebnisse der Messreihe der SiO_2 -Proben. Zu sehen sind die verschiedenen Schichtdicken und die jeweils gemessene thermische Leitfähigkeit.....	65
Tabelle 12 Ergebnisse der Überprüfung der Fitgüte für eine Messreihe einer 50 nm dicken SiO_2 -Schicht auf Si-Substrat. Zu sehen ist die Standardabweichung und der Mittelwert der Residuen für jeweils die einzelnen Messungen und das Gesamtmodell. Außerdem wird die	

Fitgüte des Linearfits der linearen Korrelation von Mess- und Fitwerten zur Überprüfung der Modelladäquatheit gezeigt.	70
Tabelle 13 Auflistung der beteiligten Fehlerquellen. Die Indizes 1, 2, b und h stehen für die zu untersuchende Schicht, das Substrat, Randbedingungen und Heizerparameter. Wird ein Fehler nicht berücksichtigt, erfolgt eine kurze Begründung. Für alle berücksichtigten Fehler wird angegeben, wie sie berücksichtigt werden und der erwartete Teilfehler wird genannt. „Berechnet“ bedeutet hierbei, dass der Fehler nicht fix ist und für jede Messung eigens berechnet wird. „Siehe ΔT_{ges} “ bedeutet, dass der Parameter als Teilfehler in Kapitel 6.6.2 bei ΔT_{ges} berücksichtigt wird.	71
Tabelle 14 Schichtdicken und gemessene thermische Leitfähigkeiten für die verschiedenen Proben der SiO ₂ -Messreihe.	80
Tabelle 15 Mittlerer Abstand der Temperaturamplitude des Heizers für verschiedene Schichtdickenabstände, sowie maximale Abweichungen innerhalb einer Frequenz und entlang aller Messfrequenzen, Unterschied des thermischen Schichtwiderstands und der Faktor, um den der mittlere Abstand größer ist als die ermittelte Standardabweichung der Messungen.	81
Tabelle 16 Schichtdicken und gemessene thermische Leitfähigkeiten für die verschiedenen Proben der Si ₃ N ₄ -Messreihe.	81
Tabelle 17 Mittlerer Abstand der Temperaturamplitude des Heizers für verschiedene Schichtdickenabstände, sowie Maximale Abweichungen innerhalb einer Frequenz und entlang aller Messfrequenzen, Unterschied des thermischen Schichtwiderstands und der Faktor, um den der mittlere Abstand größer ist als die ermittelte Standardabweichung der Messungen.	82
Tabelle 18 Exakte Schichtdicken der AlN-Schichten und berechnete thermische Leitfähigkeit für jede Schicht, sowie berechnetes oberes theoretisches Limit der auflösbaren thermischen Leitfähigkeit bei mindestens doppelt so großer Differenz der Temperaturamplitude zwischen Probe und Referenz im Vergleich zur kombinierten Standardabweichung von Probe und Referenz.	85
Tabelle 19 Liste aller Proben für Trainings- und Validationdatensatz.	88
Tabelle 20 Liste aller Proben für Testdatensatz.	89
Tabelle 21 Übersicht über alle generierten Datensätze.	89
Tabelle 22 Übersicht über die in Matlab integrierten Machine Learning-Modelle.	90
Tabelle 23 Trainingsergebnisse für die ML-Modelle, die in Matlab hinterlegt sind. Gezeigt ist jeweils das beste Modell für jeden Datensatz und jede Validation Strategie. Die besten Modelle jedes Datensatzes sind grün hervorgehoben.	92
Tabelle 24 Jeweils bestes trainiertes Modell für die Datensätze 1 und 3.	93
Tabelle 25 Fehlerintervalle für die beiden finalen Modelle 1 und 3.	93
Tabelle 26 Modellauswahl für finales LSTM-Netz Training. Das beste Modell ist grün hinterlegt.	95
Tabelle 27 Vergleich der jeweils besten Modelle aus der Regression-Learner App und dem LSTM-Netz.	97
Tabelle 28 Zielwerte der thermischen Leitfähigkeit für jedes Material, sowie das mittlere Ergebnis des LSTM-Netzes und die mittlere Abweichung von den Zielwerten.	98

Tabelle 29 Verschiedene Kunststoffe und Gläser, sowie deren Literaturwerte der thermischen Leitfähigkeit und zugehörige Quellen. Es wurde stets der Mittelwert aller angegebenen Quellen für jedes Material gebildet. Die letzte Zeile gibt den erwarteten Leitfähigkeitsbereich für das Phenolharz basierend auf verschiedenen Quellen an. 107

Tabelle 30 Thermische Leitfähigkeit der verschiedenen vermessenen Metalle und zugehörige Referenzen. 108

Tabelle 31 Thermische Leitfähigkeit, Höhe, Fläche und Rauheit der einzelnen Bereiche zur Messung aus **Abbildung 48** und **Abbildung 49**. Außerdem zu sehen ist der P-Wert für ein Signifikanzniveau von 0,05 für einen Korrelationstest zwischen der thermischen Leitfähigkeit und dem jeweiligen Parameter. 111

Tabelle 32 Auflistung der verschiedenen Messreihen. Gezeigt sind die Materialien, Schichtdicken, die gemessene thermische Leitfähigkeit mit der 3-Omega Methode, die als Referenz dient und die mit 3-Omega SThM gemessene thermische Leitfähigkeit. 113

Tabelle 33 Thermische Leitfähigkeit, Höhe, Fläche und Rauheit der einzelnen Bereiche zur Messung aus **Abbildung 52** und **Abbildung 53**. Außerdem zu sehen ist der P-Wert für ein Signifikanzniveau von 0,05 für einen Korrelationstest zwischen der thermischen Leitfähigkeit und dem jeweiligen Parameter. 115

Tabelle 34 Teilfehler in [K], mit deren Hilfe der Gesamtfehler zur Berechnung der synthetischen Messreihen berechnet wird. Angegeben ist hier der betragsmäßige Mittelwert über die verschiedenen Messfrequenzen und Messungen innerhalb einer Messreihe. Grün gefärbte Bereiche besitzen einen hohen Einfluss, rot gefärbte einen niedrigen. 121

Tabelle 35 Optimierung des Bagged Trees Modell am Datensatz 1 mit Cross-Fold Validation mit 50 Faltungen. Die Anmerkungen unterteilen die Tabelle in separate Bereiche. Die Bereiche wurden von oben nach unten der Reihe nach trainiert und jeweils die Informationen des vorhergegangenen Trainings zur Hyperparametervariation genutzt. 123

Tabelle 36 Optimierung des Boosted Trees Modell am Datensatz 1 mit Cross-Fold Validation mit 50 Faltungen. 125

Tabelle 37 Initiale Trainingsprozesse mit dem LSTM-Netz. Untersucht werden der Einfluss des Holdout Bereichs, MiniBatch Größe, Lernrate und Anzahl der Hidden Units. 125

Tabelle 38 Zweiter Trainingslauf mit größeren Lernraten und kleineren Batchsizes. 131

Literaturverzeichnis

- [1] D. G. Cahill, "Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: the 3ω method," *Review of Scientific Instruments*, vol. 61, no. 2, pp. 802–808, 1990, doi: 10.1063/1.1141498.
- [2] W. M. Rohsenow, J. P. Hartnett, and Y. I. Cho, *Handbook of heat transfer*, 3rd ed.: McGraw-Hill, 1998.
- [3] N. Hannoschöck, *Wärmeleitung und -transport*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2018.
- [4] G. T. Hohensee, R. B. Wilson, J. P. Feser, and D. G. Cahill, "Magnon-phonon coupling in the spin-ladder compound $\text{Ca}_9\text{La}_5\text{Cu}_{24}\text{O}_{41}$ measured by time-domain thermoreflectance," *Phys. Rev. B*, vol. 89, no. 2, 2014, doi: 10.1103/PhysRevB.89.024422.
- [5] R. A. Pulavarthy and M. A. Haque, "Evidence of ballistic thermal transport in lithium niobate at room temperature," *International Communications in Heat and Mass Transfer*, vol. 81, pp. 28–33, 2017, doi: 10.1016/j.icheatmasstransfer.2016.12.008.
- [6] M. Maldovan, "Transition between ballistic and diffusive heat transport regimes in silicon materials," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 101, no. 11, p. 113110, 2012, doi: 10.1063/1.4752234.
- [7] A. Makris, T. Haeger, R. Heiderhoff, and T. Riedl, "From diffusive to ballistic Stefan-Boltzmann heat transport in thin non-crystalline films," *RSC Adv.*, vol. 6, no. 96, pp. 94193–94199, 2016, doi: 10.1039/C6RA20407D.
- [8] T. An *et al.*, "Unidirectional spin-wave heat conveyer," *Nature materials*, vol. 12, no. 6, pp. 549–553, 2013, doi: 10.1038/nmat3628.
- [9] J. H. Lienhard IV and J. H. Lienhard V, *A heat transfer textbook*. Cambridge, Massachusetts, U.S.A, 2001.
- [10] Carsten Eric Raudzis, "Anwendung und Erweiterung der 3 Omega Methode zur Charakterisierung komplexer Mehrschichtsysteme in der Mikrosystemtechnik," Dissertation, Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen, Tübingen, 2007.
- [11] J. Stefan, "Über die Beziehung zwischen der Wärmestrahlung und der Temperatur," *Sitzungsberichte der mathematisch-naturwissenschaftlichen classe der kaiserlichen. Akademie der Wissenschaften*, pp. 391–428, 1879.
- [12] L. Boltzmann, "Ableitung des Stefan'schen Gesetzes, betreffend die Abhängigkeit der Wärmestrahlung von der Temperatur aus der electromagnetischen Lichttheorie," *Ann. Phys.*, vol. 258, no. 6, pp. 291–294, 1884, doi: 10.1002/andp.18842580616.
- [13] W. Wien, "Eine neue Beziehung der Strahlung schwarzer Körper zum zweiten Hauptsatz der Wärmetheorie," pp. 156–165, doi: 10.1007/978-3-663-13885-3_12.
- [14] M. Planck, "Faksimile aus den Verhandlungen der Deutschen Physikalischen Gesellschaft 2 (1900) S. 237: Zur Theorie des Gesetzes der Energieverteilung im Normalspectrum; von M. Planck," *Phys. Bl.*, vol. 4, no. 4, pp. 146–151, 1948, doi: 10.1002/phbl.19480040404.
- [15] S. Berber, Y. K. Kwon, and D. Tománek, "Unusually High Thermal Conductivity of Carbon Nanotubes," *Condensed Matter*, pp. 1–4, 2008.

- [16] B. Stoib, "Fabrication and thermoelectric properties of sintered group-IV nanoparticles," Walter Schottky Institut, Technische Universität München, München, 2015.
- [17] A. V. Inyushkin, A. N. Taldenkov, A. M. Gibin, A. V. Gusev, and H.-J. Pohl, "On the isotope effect in thermal conductivity of silicon," *phys. stat. sol. (c)*, vol. 1, no. 11, pp. 2995–2998, 2004, doi: 10.1002/pssc.200405341.
- [18] M. Asheghi, Y. K. Leung, S. S. Wong, and K. E. Goodson, "Phonon-boundary scattering in thin silicon layers," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 1997, no. 71, pp. 1798–1800, 1997.
- [19] W. Liu and M. Asheghi, "Phonon-boundary scattering in ultrathin single-crystal silicon layers," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 84, no. 19, pp. 3819–3821, 2004, doi: 10.1063/1.1741039.
- [20] A. D. McConnell, S. Uma, and K. E. Goodson, "Thermal conductivity of doped polysilicon layers - Microelectromechanical Systems, Journal of," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 2001, no. 10, pp. 360–369, 2001.
- [21] S. Uma, A. D. McConnell, M. Asheghi, K. Kurabayashi, and K. E. Goodson, "Temperature-Dependent Thermal Conductivity of Undoped Polycrystalline Silicon Layers," *International Journal of Thermophysics*, vol. 2001, no. 22, pp. 605–616, 2001.
- [22] Z. Wang, J. E. Alaniz, W. Jang, J. E. Garay, and C. Dames, "Thermal conductivity of nanocrystalline silicon: importance of grain size and frequency-dependent mean free paths," *Nano letters*, vol. 11, no. 6, pp. 2206–2213, 2011, doi: 10.1021/nl1045395.
- [23] T. Claudio *et al.*, "Effects of impurities on the lattice dynamics of nanocrystalline silicon for thermoelectric application," *J Mater Sci*, vol. 48, no. 7, pp. 2836–2845, 2013, doi: 10.1007/s10853-012-6827-y.
- [24] J. Garg, N. Bonini, B. Kozinsky, and N. Marzari, "Role of disorder and anharmonicity in the thermal conductivity of silicon-germanium alloys: a first-principles study," *Physical review letters*, vol. 106, no. 4, p. 45901, 2011, doi: 10.1103/PhysRevLett.106.045901.
- [25] M. Baklanov, M. Green, and K. Maex, Eds., *Dielectric Films for Advanced Microelectronics*. Southern Gate, Chichester, West Sussex, England: John Wiley & Sons.
- [26] H. R. Huff and D. C. Gilmer, *High dielectric constant materials: VLSI MOSFET applications*. Berlin, New York: Springer, 2005.
- [27] Z. A. Weinberg, G. W. Rubloff, and E. Bassous, "Transmission, photoconductivity, and the experimental band gap of thermally grown Si O₂ films," *Phys. Rev. B*, vol. 19, no. 6, pp. 3107–3117, 1979, doi: 10.1103/PhysRevB.19.3107.
- [28] A. J. Griffin, F. R. Brotzen, and P. J. Loos, "Effect of thickness on the transverse thermal conductivity of thin dielectric films," *Journal of Applied Physics*, vol. 75, no. 8, pp. 3761–3764, 1994, doi: 10.1063/1.356049.
- [29] S.-M. Lee and D. G. Cahill, "Heat transport in thin dielectric films," *Journal of Applied Physics*, vol. 81, no. 6, pp. 2590–2595, 1997, doi: 10.1063/1.363923.
- [30] K. E. Goodson, M. I. Flik, L. T. Su, and D. A. Antoniadis, "Annealing-temperature dependence of the thermal conductivity of LPCVD silicon-dioxide layers," *IEEE Electron Device Lett.*, vol. 14, no. 10, pp. 490–492, 1993, doi: 10.1109/55.244740.
- [31] S. Govorkov, W. Ruderman, M. W. Horn, R. B. Goodman, and M. Rothschild, "A new method for measuring thermal conductivity of thin films," *Review of Scientific Instruments*, vol. 68, no. 10, pp. 3828–3834, 1997, doi: 10.1063/1.1148035.

- [32] D. G. Cahill and T. H. Allen, "Thermal conductivity of sputtered and evaporated SiO₂ and TiO₂ optical coatings," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 65, no. 3, pp. 309–311, 1994, doi: 10.1063/1.112355.
- [33] C. E. Raudzis, F. Schatz, and D. Wharam, "Extending the 3ω method for thin-film analysis to high frequencies," *Journal of Applied Physics*, vol. 93, no. 10, pp. 6050–6055, 2003, doi: 10.1063/1.1569663.
- [34] X. Zhang and C. P. Grigoropoulos, "Thermal conductivity and diffusivity of free-standing silicon nitride thin films," *Review of Scientific Instruments*, vol. 66, no. 2, pp. 1115–1120, 1995, doi: 10.1063/1.1145989.
- [35] L. Liu, W. Liu, N. Cao, and C. Cai, "Study on The Performance of PECVD Silicon Nitride Thin Films," *Defence Technology*, vol. 9, no. 2, pp. 121–126, 2013, doi: 10.1016/j.dt.2013.10.004.
- [36] J. M. Kopfer, S. Keipert-Colberg, and D. Borchert, "Capacitance–voltage characterization of silicon oxide and silicon nitride coatings as passivation layers for crystalline silicon solar cells and investigation of their stability against x-radiation," *Thin Solid Films*, vol. 519, no. 19, pp. 6525–6529, 2011, doi: 10.1016/j.tsf.2011.04.107.
- [37] Da Li *et al.*, "Silicon nitride and intrinsic amorphous silicon double antireflection coatings for thin-film solar cells on foreign substrates," *Thin Solid Films*, vol. 583, pp. 25–33, 2015, doi: 10.1016/j.tsf.2015.03.051.
- [38] B. Budaguan, D. Stryahilev, and A. Aivazov, "Optical properties, statistics of bond angle deformations and density of states in Si-rich a-SiN_x:H alloys," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 210, 2-3, pp. 267–274, 1997, doi: 10.1016/S0022-3093(96)00575-3.
- [39] K. Deenamma Vargheese and G. Mohan Rao, "Electrical properties of silicon nitride films prepared by electron cyclotron resonance assisted sputter deposition," *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 19, no. 5, pp. 2122–2126, 2001, doi: 10.1116/1.1374631.
- [40] S.-L. Ku and C.-C. Lee, "Optical and structural properties of silicon nitride thin films prepared by ion-assisted deposition," *Optical Materials*, vol. 32, no. 9, pp. 956–960, 2010, doi: 10.1016/j.optmat.2010.01.032.
- [41] N. Hegedüs, K. Balázs, and C. Balázs, "Silicon Nitride and Hydrogenated Silicon Nitride Thin Films: A Review of Fabrication Methods and Applications," *Materials (Basel, Switzerland)*, vol. 14, no. 19, 2021, doi: 10.3390/ma14195658.
- [42] J. Z. Jiang, F. Kragh, D. J. Frost, K. Ståhl, and H. Lindelov, "Hardness and thermal stability of cubic silicon nitride," *J. Phys.: Condens. Matter*, vol. 13, no. 22, L515–L520, 2001, doi: 10.1088/0953-8984/13/22/L11.
- [43] C.-E. Morosanu, "The preparation, characterization and applications of silicon nitride thin films," *Thin Solid Films*, vol. 65, no. 2, pp. 171–208, 1980, doi: 10.1016/0040-6090(80)90254-0.
- [44] D. Legut, U. D. Wdowik, and P. Kurtyka, "Vibrational and dielectric properties of α -Si₃N₄ from density functional theory," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 147, 1-2, pp. 42–49, 2014, doi: 10.1016/j.matchemphys.2014.03.058.
- [45] R. Daneshpajoo and M. K. Anvarifard, "Raised breakdown voltage in a high-voltage recessed LDD-SOI by submerged Si₃N₄," *Int J Numerical Modelling*, vol. 36, no. 2, 2023, doi: 10.1002/jnm.3044.

- [46] M. T. Alam, M. P. Manoharan, M. A. Haque, C. Muratore, and A. Voevodin, "Influence of strain on thermal conductivity of silicon nitride thin films," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 22, no. 4, p. 45001, 2012, doi: 10.1088/0960-1317/22/4/045001.
- [47] M. von Arx, O. Paul, and H. Baltes, "Process-dependent thin-film thermal conductivities for thermal CMOS MEMS," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 9, no. 1, pp. 136–145, 2000, doi: 10.1109/84.825788.
- [48] S. Bai, Z. Tang, Z. Huang, and J. Yu, "Thermal Characterization of Si₃N₄ Thin Films Using Transient Thermoreflectance Technique," *IEEE Trans. Ind. Electron.*, vol. 56, no. 8, pp. 3238–3243, 2009, doi: 10.1109/TIE.2009.2022078.
- [49] P. Eriksson, J. Y. Andersson, and G. Stemme, "Thermal characterization of surface-micromachined silicon nitride membranes for thermal infrared detectors," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 6, no. 1, pp. 55–61, 1997, doi: 10.1109/84.557531.
- [50] J. Kuntner, A. Jachimowicz, F. Kohl, and B. Jakoby, "Determining the thin-film thermal conductivity of low temperature PECVD silicon nitride," *Proceedings EUROSENSORS 2006*, pp. 388–389.
- [51] N. Stojanovic, J. Yun, E. Washington, J. M. Berg, M. W. Holtz, and H. Temkin, "Thin-Film Thermal Conductivity Measurement Using Microelectrothermal Test Structures and Finite-Element-Model-Based Data Analysis," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 16, no. 5, pp. 1269–1275, 2007, doi: 10.1109/JMEMS.2007.900877.
- [52] B. L. Zink and F. Hellman, "Specific heat and thermal conductivity of low-stress amorphous Si–N membranes," *Solid State Communications*, vol. 129, no. 3, pp. 199–204, 2004, doi: 10.1016/j.ssc.2003.08.048.
- [53] X. Zhang and J. Meng, "Recent progress of boron nitrides," in *Ultra-Wide Bandgap Semiconductor Materials*: Elsevier, 2019, pp. 347–419.
- [54] S. Arya and A. D'Amico, "Preparation, properties and applications of boron nitride thin films," *Thin Solid Films*, vol. 157, no. 2, pp. 267–282, 1988, doi: 10.1016/0040-6090(88)90008-9.
- [55] N. Izyumskaya, D. O. Demchenko, S. Das, Ü. Özgür, V. Avrutin, and H. Morkoç, "Recent Development of Boron Nitride towards Electronic Applications," *Adv. Electron. Mater.*, vol. 3, no. 5, 2017, doi: 10.1002/aelm.201600485.
- [56] R. M. Chrenko, "Ultraviolet and infrared spectra of cubic boron nitride," *Solid State Communications*, vol. 14, no. 6, pp. 511–515, 1974, doi: 10.1016/0038-1098(74)90978-8.
- [57] D. A. Evans *et al.*, "Determination of the optical band-gap energy of cubic and hexagonal boron nitride using luminescence excitation spectroscopy," *J. Phys.: Condens. Matter*, vol. 20, no. 7, p. 75233, 2008, doi: 10.1088/0953-8984/20/7/075233.
- [58] O. Mishima, J. Tanaka, S. Yamaoka, and O. Fukunaga, "High-temperature cubic boron nitride p-N junction diode made at high pressure," *Science (New York, N.Y.)*, vol. 238, no. 4824, pp. 181–183, 1987, doi: 10.1126/science.238.4824.181.
- [59] A. Soltani *et al.*, "193nm deep-ultraviolet solar-blind cubic boron nitride based photodetectors," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, no. 5, p. 53501, 2008, doi: 10.1063/1.2840178.
- [60] L. Liu, Y. P. Feng, and Z. X. Shen, "Structural and electronic properties of h-BN," *Phys. Rev. B*, vol. 68, no. 10, 2003, doi: 10.1103/PhysRevB.68.104102.

- [61] Y. Hattori, T. Taniguchi, K. Watanabe, and K. Nagashio, "Comparison of device structures for the dielectric breakdown measurement of hexagonal boron nitride," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 109, no. 25, 2016, doi: 10.1063/1.4972555.
- [62] Y. Hattori, T. Taniguchi, K. Watanabe, and K. Nagashio, "Anisotropic Dielectric Breakdown Strength of Single Crystal Hexagonal Boron Nitride," *ACS applied materials & interfaces*, vol. 8, no. 41, pp. 27877–27884, 2016, doi: 10.1021/acsami.6b06425.
- [63] B. Arnaud, S. Lebègue, P. Rabiller, and M. Alouani, "Huge excitonic effects in layered hexagonal boron nitride," *Physical review letters*, vol. 96, no. 2, p. 26402, 2006, doi: 10.1103/PhysRevLett.96.026402.
- [64] M. I. Petrescu, "Boron nitride theoretical hardness compared to carbon polymorphs," *Diamond and Related Materials*, vol. 13, no. 10, pp. 1848–1853, 2004, doi: 10.1016/j.diamond.2004.05.004.
- [65] V. Moraes *et al.*, "Thermal conductivity and mechanical properties of AlN-based thin films," *Journal of Applied Physics*, vol. 119, no. 22, p. 225304, 2016, doi: 10.1063/1.4953358.
- [66] M. Lee *et al.*, "Nanovoid-driven highly crystalline aluminum nitride and its application in solar-blind UV photodetectors," *J. Mater. Chem. C*, vol. 8, no. 41, pp. 14431–14438, 2020, doi: 10.1039/D0TC03208E.
- [67] M. El Hakiki, O. Elmazria, M. B. Assouar, V. Mortet, A. Talbi, and F. Sarry, "High SAW velocity and high electromechanical coupling coefficient with the new three layered structure: ZnO/AlN/diamond," in *IEEE Ultrasonics Symposium, 2004*, Montreal, Canada, 2004, pp. 195–198.
- [68] H. P. Loebel, C. Metzmacher, R. F. Milsom, P. Lok, F. van Straten, and A. Tuinhout, "RF Bulk Acoustic Wave Resonators and Filters," *Journal of Electroceramics*, vol. 12, 1/2, pp. 109–118, 2004, doi: 10.1023/B:JECR.0000034005.21609.91.
- [69] R. Tabrizian, M. Rais-Zadeh, and F. Ayazi, "Effect of phonon interactions on limiting the f.Q product of micromechanical resonators," in *TRANSDUCERS 2009 - 2009 International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*, Denver, CO, USA, 2009, pp. 2131–2134.
- [70] P. M. Mayrhofer *et al.*, "ScAlN MEMS Cantilevers for Vibrational Energy Harvesting Purposes," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 26, no. 1, pp. 102–112, 2017, doi: 10.1109/JMEMS.2016.2614660.
- [71] L. Algieri *et al.*, "Flexible Piezoelectric Energy-Harvesting Exploiting Biocompatible AlN Thin Films Grown onto Spin-Coated Polyimide Layers," *ACS Appl. Energy Mater.*, 2018, doi: 10.1021/acsaem.8b00820.
- [72] Y. Zang, L. Li, Z. Ren, L. Cao, and Y. Zhang, "Characterization of AlN thin film prepared by reactive sputtering," *Surf. Interface Anal.*, vol. 48, no. 10, pp. 1029–1032, 2016, doi: 10.1002/sia.6018.
- [73] S. Strite and H. Morkoç, "GaN, AlN, and InN: A review," *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, vol. 10, no. 4, pp. 1237–1266, 1992, doi: 10.1116/1.585897.
- [74] A. Iqbal and F. Mohd-Yasin, "Reactive Sputtering of Aluminum Nitride (002) Thin Films for Piezoelectric Applications: A Review," *Sensors (Basel, Switzerland)*, vol. 18, no. 6, 2018, doi: 10.3390/s18061797.

- [75] A. Belyanin, L. Bouilov, V. Zhirnov, A. Kamenev, K. Kovalskij, and B. Spitsyn, "Application of aluminum nitride films for electronic devices," *Diamond and Related Materials*, vol. 8, 2-5, pp. 369–372, 1999, doi: 10.1016/S0925-9635(98)00412-9.
- [76] R. M. Pinto, V. Gund, C. Calaza, K. K. Nagaraja, and K. B. Vinayakumar, "Piezoelectric aluminum nitride thin-films: A review of wet and dry etching techniques," *Microelectronic Engineering*, vol. 257, p. 111753, 2022, doi: 10.1016/j.mee.2022.111753.
- [77] C. Chiritescu *et al.*, "Ultralow thermal conductivity in disordered, layered WSe₂ crystals," *Science (New York, N.Y.)*, vol. 315, no. 5810, pp. 351–353, 2007, doi: 10.1126/science.1136494.
- [78] A. J. Schmidt, X. Chen, and G. Chen, "Pulse accumulation, radial heat conduction, and anisotropic thermal conductivity in pump-probe transient thermoreflectance," *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, no. 11, p. 114902, 2008, doi: 10.1063/1.3006335.
- [79] Z. Cheng *et al.*, "Probing Growth-Induced Anisotropic Thermal Transport in High-Quality CVD Diamond Membranes by Multifrequency and Multiple-Spot-Size Time-Domain Thermoreflectance," *ACS applied materials & interfaces*, vol. 10, no. 5, pp. 4808–4815, 2018, doi: 10.1021/acsami.7b16812.
- [80] P. Jiang, X. Qian, and R. Yang, "Time-domain thermoreflectance (TDTR) measurements of anisotropic thermal conductivity using a variable spot size approach," *Review of Scientific Instruments*, vol. 88, no. 7, p. 74901, 2017, doi: 10.1063/1.4991715.
- [81] M. E. Pumarol *et al.*, "Direct nanoscale imaging of ballistic and diffusive thermal transport in graphene nanostructures," *Nano letters*, vol. 12, no. 6, pp. 2906–2911, 2012, doi: 10.1021/nl3004946.
- [82] M. N. Luckyanova *et al.*, "Coherent phonon heat conduction in superlattices," *Science (New York, N.Y.)*, vol. 338, no. 6109, pp. 936–939, 2012, doi: 10.1126/science.1225549.
- [83] Netzsch Gerätebau GmbH, *Spezifikationen NanoTR und PicoTR*. [Online]. Available: <https://analyzing-testing.netzsch.com/de/produkte-und-loesungen/time-domain-thermoreflectance-analyzer-tdta/nanotr-picotr>
- [84] Z. Guo *et al.*, "Anisotropic thermal conductivity in single crystal β -gallium oxide," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 106, no. 11, p. 111909, 2015, doi: 10.1063/1.4916078.
- [85] X. Qian, P. Jiang, and R. Yang, "Anisotropic thermal conductivity of 4H and 6H silicon carbide measured using time-domain thermoreflectance," *Materials Today Physics*, vol. 3, pp. 70–75, 2017, doi: 10.1016/j.mtphys.2017.12.005.
- [86] J. Liu, G.-M. Choi, and D. G. Cahill, "Measurement of the anisotropic thermal conductivity of molybdenum disulfide by the time-resolved magneto-optic Kerr effect," *Journal of Applied Physics*, vol. 116, no. 23, 2014, doi: 10.1063/1.4904513.
- [87] P. Jiang, X. Qian, X. Gu, and R. Yang, "Probing Anisotropic Thermal Conductivity of Transition Metal Dichalcogenides MX₂ (M = Mo, W and X = S, Se) using Time-Domain Thermoreflectance," *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla.)*, vol. 29, no. 36, 2017, doi: 10.1002/adma.201701068.
- [88] D. G. Cahill, H. E. Fischer, T. Klitsner, E. T. Swartz, and R. O. Pohl, "Thermal conductivity of thin films: Measurements and understanding," *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 7, no. 3, pp. 1259–1266, 1989, doi: 10.1116/1.576265.
- [89] O. Corbino, "Thermal oscillations in lamps of thin fibres with alternating current flowing through them and the resulting effect on the rectifier as a result of the presence of even-numbered harmonics," *Physikalische Zeitschrift*, vol. 1910, no. 11, 1910.

- [90] O. Corbino, "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," *Physikalische Zeitschrift*, vol. 1911, no. 12, 1911.
- [91] N. O. Birge and S. R. Nagel, "Wide-frequency specific heat spectrometer," *Review of Scientific Instruments*, vol. 58, no. 8, pp. 1464–1470, 1987, doi: 10.1063/1.1139434.
- [92] J. H. Kim, A. Feldman, and D. Novotny, "Application of the three omega thermal conductivity measurement method to a film on a substrate of finite thickness," *Journal of Applied Physics*, vol. 86, no. 7, pp. 3959–3963, 1999, doi: 10.1063/1.371314.
- [93] D. A. Chernodoubov and A. V. Inyushkin, "Automatic thermal conductivity measurements with 3-omega technique," *The Review of scientific instruments*, vol. 90, no. 2, p. 24904, 2019, doi: 10.1063/1.5084103.
- [94] X. J. Hu, A. A. Padilla, J. Xu, T. S. Fisher, and K. E. Goodson, "3-Omega Measurements of Vertically Oriented Carbon Nanotubes on Silicon," *Journal of Heat Transfer*, vol. 2006, no. 128, pp. 1109–1113, 2006, doi: 10.1115/1.2352778.
- [95] S. N. Schiffres and J. A. Malen, "Improved 3-omega measurement of thermal conductivity in liquid, gases, and powders using a metal-coated optical fiber," *The Review of scientific instruments*, vol. 82, no. 6, p. 64903, 2011, doi: 10.1063/1.3593372.
- [96] K. Takayama, G. Ito, S. Kanazawa, R. Ikkatai, and K. Noda, "Cross-Plane Thermal Transport in Acceptor-Doped Thiophene-Based Polymer Thin Films Investigated by the 3-Omega Method," *Physica Status Solidi (a)*, 2023, doi: 10.1002/pssa.202300110.
- [97] K. T. Wojciechowski, R. Zybala, and R. Mania, "Application of DLC layers in 3-Omega thermal conductivity method," *Journal of Achievements in materials and Manufacturing Engineering*, vol. 37, no. 2, pp. 512–517, 2009.
- [98] D.-W. Oh, A. Jain, J. K. Eaton, K. E. Goodson, and J. S. Lee, "Thermal conductivity measurement and sedimentation detection of aluminum oxide nanofluids by using the 3ω method," *International Journal of Heat and Fluid Flow*, vol. 29, no. 5, pp. 1456–1461, 2008, doi: 10.1016/j.ijheatfluidflow.2008.04.007.
- [99] A. Jain and K. E. Goodson, "Measurement of the thermal conductivity and heat capacity of freestanding shape memory thin films using the 3 omega method," *Journal of Heat Transfer*, vol. 2008, no. 130, 2008, doi: 10.1115/1.2945904.
- [100] D. Zastrow, *Elektrotechnik: Ein Grundlagenlehrbuch*, 14th ed. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2000.
- [101] C. Dames, "Measuring the Thermal Conductivity of Thin Films: 3 Omega and Related Electrothermal Methods," *Annual Rev Heat Transfer*, vol. 16, no. 1, pp. 7–49, 2013, doi: 10.1615/AnnualRevHeatTransfer.v16.20.
- [102] S. Ezzehouany, S. Tiferras, A. Drighil, A. Kassiba, and S. Ouaskit, "Experimental and COMSOL Multiphysics Modeling of Nanofluids Thermal Conductivity Using 3 Omega Method," *Int J Thermophys*, vol. 43, no. 7, 2022, doi: 10.1007/s10765-022-03033-w.
- [103] V. Mishra, C. L. Hardin, J. E. Garay, and C. Dames, "A 3 omega method to measure an arbitrary anisotropic thermal conductivity tensor," *The Review of scientific instruments*, vol. 86, no. 5, p. 54902, 2015, doi: 10.1063/1.4918800.
- [104] X. J. Hu, A. A. Padilla, J. Xu, T. S. Fisher, and K. E. Goodson, "3-Omega Measurements of Vertically Oriented Carbon Nanotubes on Silicon," *Journal of Heat Transfer*, vol. 128, no. 11, pp. 1109–1113, 2006, doi: 10.1115/1.2352778.

- [105] R. Karthik, R. Harish Nagarajan, B. Raja, and P. Damodharan, "Thermal conductivity of CuO–DI water nanofluids using 3- ω measurement technique in a suspended micro-wire," *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 40, pp. 1–9, 2012, doi: 10.1016/j.expthermflusci.2012.01.006.
- [106] S. Kommandur and S. Yee, "A suspended 3-omega technique to measure the anisotropic thermal conductivity of semiconducting polymers," *The Review of scientific instruments*, vol. 89, no. 11, p. 114905, 2018, doi: 10.1063/1.5045077.
- [107] A. T. Ramu and J. E. Bowers, "A "2-omega" technique for measuring anisotropy of thermal conductivity," *Review of Scientific Instruments*, vol. 83, no. 12, p. 124903, 2012, doi: 10.1063/1.4770131.
- [108] P. Jiang, X. Qian, and R. Yang, "Tutorial: Time-domain thermoreflectance (TDTR) for thermal property characterization of bulk and thin film materials," *Journal of Applied Physics*, vol. 124, no. 16, p. 161103, 2018, doi: 10.1063/1.5046944.
- [109] A. Rosencwaig, "Thermal-wave imaging," *Science (New York, N.Y.)*, vol. 218, no. 4569, pp. 223–228, 1982, doi: 10.1126/science.218.4569.223.
- [110] A. Rosencwaig and A. Gersho, "Theory of the photoacoustic effect with solids," *Journal of Applied Physics*, vol. 47, no. 1, pp. 64–69, 1976, doi: 10.1063/1.322296.
- [111] R. H. Magruder *et al.*, "Optical properties of gold nanocluster composites formed by deep ion implantation in silica," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, no. 15, pp. 1730–1732, 1993, doi: 10.1063/1.109588.
- [112] Y.-C. Chen *et al.*, "Ultrafast optical switching properties of single-wall carbon nanotube polymer composites at 1.55 μm ," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 81, no. 6, pp. 975–977, 2002, doi: 10.1063/1.1498007.
- [113] P. A. George *et al.*, "Ultrafast optical-pump terahertz-probe spectroscopy of the carrier relaxation and recombination dynamics in epitaxial graphene," *Nano letters*, vol. 8, no. 12, pp. 4248–4251, 2008, doi: 10.1021/nl8019399.
- [114] X. Zheng, D. G. Cahill, R. Weaver, and J.-C. Zhao, "Micron-scale measurements of the coefficient of thermal expansion by time-domain probe beam deflection," *Journal of Applied Physics*, vol. 104, no. 7, 2008, doi: 10.1063/1.2988111.
- [115] C. A. Paddock and G. L. Eesley, "Transient thermoreflectance from thin metal films," *Journal of Applied Physics*, vol. 60, no. 1, pp. 285–290, 1986, doi: 10.1063/1.337642.
- [116] W. S. Capinski, H. J. Maris, T. Ruf, M. Cardona, K. Ploog, and D. S. Katzer, "Thermal-conductivity measurements of GaAs/AlAs superlattices using a picosecond optical pump-and-probe technique," *Phys. Rev. B*, vol. 59, no. 12, pp. 8105–8113, 1999, doi: 10.1103/PhysRevB.59.8105.
- [117] B. C. Gundrum, D. G. Cahill, and R. S. Averback, "Thermal conductance of metal-metal interfaces," *Phys. Rev. B*, vol. 72, no. 24, 2005, doi: 10.1103/PhysRevB.72.245426.
- [118] H.-K. Lyo and D. G. Cahill, "Thermal conductance of interfaces between highly dissimilar materials," *Phys. Rev. B*, vol. 73, no. 14, 2006, doi: 10.1103/PhysRevB.73.144301.
- [119] G. T. Hohensee, R. B. Wilson, and D. G. Cahill, "Thermal conductance of metal-diamond interfaces at high pressure," *Nature communications*, vol. 6, p. 6578, 2015, doi: 10.1038/ncomms7578.

- [120] R. B. Wilson, B. A. Apgar, W.-P. Hsieh, L. W. Martin, and D. G. Cahill, "Thermal conductance of strongly bonded metal-oxide interfaces," *Phys. Rev. B*, vol. 91, no. 11, 2015, doi: 10.1103/PhysRevB.91.115414.
- [121] C. Thomsen, H. J. Maris, and J. Tauc, "Picosecond acoustics as a non-destructive tool for the characterization of very thin films," *Thin Solid Films*, vol. 154, 1-2, pp. 217–223, 1987, doi: 10.1016/0040-6090(87)90366-X.
- [122] J. P. Feser and D. G. Cahill, "Probing anisotropic heat transport using time-domain thermoreflectance with offset laser spots," *Review of Scientific Instruments*, vol. 83, no. 10, p. 104901, 2012, doi: 10.1063/1.4757863.
- [123] J. P. Feser, J. Liu, and D. G. Cahill, "Pump-probe measurements of the thermal conductivity tensor for materials lacking in-plane symmetry," *Review of Scientific Instruments*, vol. 85, no. 10, p. 104903, 2014, doi: 10.1063/1.4897622.
- [124] D. Maillat, "Thermal quadrupoles: solving the heat equation through integral transforms," *Wiley*, 2000.
- [125] A. J. Schmidt, "Optical characterization of thermal transport from the nanoscale to the macroscale," Dissertation, Department of Mechanical Engineering, Massachusetts Institute of Technology, Massachusetts, 2008.
- [126] K. C. Collins, A. A. Maznev, J. Cuffe, K. A. Nelson, and G. Chen, "Examining thermal transport through a frequency-domain representation of time-domain thermoreflectance data," *The Review of scientific instruments*, vol. 85, no. 12, p. 124903, 2014, doi: 10.1063/1.4903463.
- [127] C. Wei, X. Zheng, D. G. Cahill, and J.-C. Zhao, "Invited article: micron resolution spatially resolved measurement of heat capacity using dual-frequency time-domain thermoreflectance," *The Review of scientific instruments*, vol. 84, no. 7, p. 71301, 2013, doi: 10.1063/1.4815867.
- [128] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, "Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 49, no. 1, pp. 57–61, 1982, doi: 10.1103/PhysRevLett.49.57.
- [129] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, "Tunneling through a controllable vacuum gap," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 40, no. 2, pp. 178–180, 1982, doi: 10.1063/1.92999.
- [130] C. C. Williams and H. K. Wickramasinghe, "Scanning thermal profiler," *Microelectronic Engineering*, vol. 5, 1-4, pp. 509–513, 1986, doi: 10.1016/0167-9317(86)90084-5.
- [131] Y. Li, Y. Zhang, Y. Liu, H. Xie, and W. Yu, "A Comprehensive Review for Micro/Nanoscale Thermal Mapping Technology Based on Scanning Thermal Microscopy," *J. Therm. Sci.*, vol. 31, no. 4, pp. 976–1007, 2022, doi: 10.1007/s11630-022-1654-1.
- [132] M. Nonnenmacher and H. K. Wickramasinghe, "Scanning probe microscopy of thermal conductivity and subsurface properties," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 61, no. 2, pp. 168–170, 1992, doi: 10.1063/1.108207.
- [133] A. Majumdar, J. P. Carrejo, and J. Lai, "Thermal imaging using the atomic force microscope," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, no. 20, pp. 2501–2503, 1993, doi: 10.1063/1.109335.
- [134] K. Yoon *et al.*, "Measuring the thermal conductivity of residue-free suspended graphene bridge using null point scanning thermal microscopy," *Carbon*, vol. 76, pp. 77–83, 2014, doi: 10.1016/j.carbon.2014.04.051.

- [135] G. Hwang and O. Kwon, "Measuring the size dependence of thermal conductivity of suspended graphene disks using null-point scanning thermal microscopy," *Nanoscale*, vol. 8, no. 9, pp. 5280–5290, 2016, doi: 10.1039/c5nr08097e.
- [136] F. Menges, H. Riel, A. Stemmer, C. Dimitrakopoulos, and B. Gotsmann, "Thermal transport into graphene through nanoscopic contacts," *Physical review letters*, vol. 111, no. 20, p. 205901, 2013, doi: 10.1103/PhysRevLett.111.205901.
- [137] K. Xu *et al.*, "Dynamic interfacial mechanical-thermal characteristics of atomically thin two-dimensional crystals," *Nanoscale*, vol. 10, no. 28, pp. 13548–13554, 2018, doi: 10.1039/C8NR03586E.
- [138] S. Gomès, A. Assy, and P.-O. Chapuis, "Scanning thermal microscopy: A review," *Physica Status Solidi (a)*, vol. 212, no. 3, pp. 477–494, 2015, doi: 10.1002/pssa.201400360.
- [139] A. Majumdar, "Scanning Thermal Microscopy," *Annu. Rev. Mater. Sci.*, vol. 29, no. 1, pp. 505–585, 1999, doi: 10.1146/annurev.matsci.29.1.505.
- [140] L. Shi and A. Majumdar, "Thermal Transport Mechanisms at Nanoscale Point Contacts," *Journal of Heat Transfer*, vol. 124, no. 2, pp. 329–337, 2002, doi: 10.1115/1.1447939.
- [141] B. A. Nelson and W. P. King, "Measuring material softening with nanoscale spatial resolution using heated silicon probes," *Review of Scientific Instruments*, vol. 78, no. 2, p. 23702, 2007, doi: 10.1063/1.2435589.
- [142] R. J. Stoner and H. J. Maris, "Kapitza conductance and heat flow between solids at temperatures from 50 to 300 K," *Physical review. B, Condensed matter*, vol. 48, no. 22, pp. 16373–16387, 1993, doi: 10.1103/PhysRevB.48.16373.
- [143] T. Beechem, S. Graham, P. Hopkins, and P. Norris, "Role of interface disorder on thermal boundary conductance using a virtual crystal approach," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, no. 5, 2007, doi: 10.1063/1.2437685.
- [144] K. L. Johnson, K. Kendall, and D. Roberts, "Surface energy and the contact of elastic solids," *Proc. R. Soc. Lond. A*, vol. 324, no. 1558, pp. 301–313, 1971, doi: 10.1098/rspa.1971.0141.
- [145] B. Derjaguin, V. Muller, and Y. Toporov, "Effect of contact deformations on the adhesion of particles," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 53, no. 2, pp. 314–326, 1975, doi: 10.1016/0021-9797(75)90018-1.
- [146] V. Muller, V. Yushchenko, and B. Derjaguin, "On the influence of molecular forces on the deformation of an elastic sphere and its sticking to a rigid plane," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 77, no. 1, pp. 91–101, 1979, doi: 10.1016/0021-9797(80)90419-1.
- [147] V. M. Muller, B. V. Derjaguin, and Y. Toporov, "On two methods of calculation of the force of sticking of an elastic sphere to a rigid plane," *Colloids and Surfaces*, vol. 7, no. 3, pp. 251–259, 1983, doi: 10.1016/0166-6622(83)80051-1.
- [148] R. S. Prasher and P. E. Phelan, "Microscopic and macroscopic thermal contact resistances of pressed mechanical contacts," *Journal of Applied Physics*, vol. 100, no. 6, 2006, doi: 10.1063/1.2353704.
- [149] K. Luo, Z. Shi, J. Varesi, and A. Majumdar, "Sensor nanofabrication, performance, and conduction mechanisms in scanning thermal microscopy," *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, vol. 15, no. 2, pp. 349–360, 1997, doi: 10.1116/1.589319.

- [150] S. Lefèvre, S. Volz, and P.-O. Chapuis, "Nanoscale heat transfer at contact between a hot tip and a substrate," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 49, 1-2, pp. 251–258, 2006, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2005.07.010.
- [151] N. D. Masters, W. Ye, and W. P. King, "The impact of subcontinuum gas conduction on topography measurement sensitivity using heated atomic force microscope cantilevers," *Phys. Fluids*, vol. 17, no. 10, p. 100615, 2005, doi: 10.1063/1.1932313.
- [152] X. J. Liu, Y. W. Yang, and J. P. Yang, "Direct simulation Monte Carlo on thermal distribution of rarefied gas under heated atomic force microscope nanoprobe," *Journal of Applied Physics*, vol. 105, no. 1, 2009, doi: 10.1063/1.3054549.
- [153] P.-O. Chapuis, J.-J. Greffet, K. Joulain, and S. Volz, "Heat transfer between a nano-tip and a surface," *Nanotechnology*, vol. 17, no. 12, pp. 2978–2981, 2006, doi: 10.1088/0957-4484/17/12/026.
- [154] Y. Zhang, W. Zhu, F. Hui, M. Lanza, T. Borca-Tasciuc, and M. Muñoz Rojo, "A Review on Principles and Applications of Scanning Thermal Microscopy (SThM)," *Adv. Funct. Mater.*, vol. 30, no. 18, p. 1900892, 2020, doi: 10.1002/adfm.201900892.
- [155] R. J. Pytkki, P. J. M. Patrick J. Moyer, and P. E. W. Paul E. West, "Scanning Near-Field Optical Microscopy and Scanning Thermal Microscopy," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 33, 6S, p. 3785, 1994, doi: 10.1143/JJAP.33.3785.
- [156] A. I. Buzin, P. Kamasa, M. Pyda, and B. Wunderlich, "Application of a Wollaston wire probe for quantitative thermal analysis," *Thermochimica acta*, vol. 381, no. 1, pp. 9–18, 2002, doi: 10.1016/S0040-6031(01)00648-7.
- [157] R. B. Dinwiddie, R. J. Pytkki, and P. E. West, "Thermal conductivity contrast imaging with a scanning thermal microscope," *Thermal Conductivity*, no. 22, 1993.
- [158] I. W. Rangelow, T. Gotszalk, P. Grabiec, K. Edinger, and N. Abedinov, "Thermal nanoprobe," *Microelectronic Engineering*, 57-58, pp. 737–748, 2001, doi: 10.1016/S0167-9317(01)00466-X.
- [159] G. Wielgoszewski *et al.*, "Microfabricated resistive high-sensitivity nanoprobe for scanning thermal microscopy," *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena*, vol. 28, no. 6, C6N7-C6N11, 2010, doi: 10.1116/1.3502614.
- [160] G. Mills *et al.*, "Detection of subsurface voids using scanning thermal microscopy," *Ultramicroscopy*, vol. 80, no. 1, pp. 7–11, 1999, doi: 10.1016/S0304-3991(99)00047-9.
- [161] A. L. Samuel, "Some Studies in Machine Learning Using the Game of Checkers," *Journal of Research and Development*, vol. 3, no. 3, 1959.
- [162] A. V. Joshi, *Machine Learning and Artificial Intelligence*. Cham: Springer International Publishing, 2020.
- [163] A. Jung, *Machine Learning*. Singapore: Springer Nature Singapore, 2022.
- [164] Z.-H. Zhou, *Machine Learning*. Singapore: Springer Singapore, 2021.
- [165] Ankur Saxena and Shivani Chandra, *Artificial Intelligence and Machine Learning in Healthcare*. Singapore: Springer Nature Singapore, 2021.
- [166] Pramila P. Shinde and Seema Shah, *2018 Fourth International Conference on Computing, Communication, Control and Automation (ICCUBEA): A Review of Machine Learning and Deep Learning Applications*. Piscataway, NJ: IEEE, 2018. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/servlet/opac?punumber=8681925>

- [167] S. Raschka, "Model Evaluation, Model Selection, and Algorithm Selection in Machine Learning," Nov. 2018.
- [168] B. Mahesh, "Machine Learning Algorithms - A Review," *International Journal of Science and Research*, vol. 9, no. 1, 2020.
- [169] H. B. Braiek and F. Khomh, "On testing machine learning programs," *Journal of Systems and Software*, vol. 164, p. 110542, 2020, doi: 10.1016/j.jss.2020.110542.
- [170] S. Sun, Z. Cao, H. Zhu, and J. Zhao, "A Survey of Optimization Methods From a Machine Learning Perspective," *IEEE transactions on cybernetics*, vol. 50, no. 8, pp. 3668–3681, 2020, doi: 10.1109/TCYB.2019.2950779.
- [171] C. C. Aggarwal, *Machine Learning for Text*. Cham: Springer International Publishing, 2022.
- [172] S. B. Kotsiantis, "Supervised Machine Learning: A Review of Classification Techniques," *Informatica*, no. 31, 2007.
- [173] M. Kubat, *An Introduction to Machine Learning*. Cham: Springer International Publishing, 2021.
- [174] Carl Edward Rasmussen, "Gaussian Processes in Machine Learning," *Bousquet, O., von Luxburg, U., Rätsch, G. (eds) Advanced Lectures on Machine Learning. ML 2003. Lecture Notes in Computer Science*, 2003, doi: 10.1007/978-3-540-28650-9_4.
- [175] V. L. Deringer, A. P. Bartók, N. Bernstein, D. M. Wilkins, M. Ceriotti, and G. Csányi, "Gaussian Process Regression for Materials and Molecules," *Chemical reviews*, vol. 121, no. 16, pp. 10073–10141, 2021, doi: 10.1021/acs.chemrev.1c00022.
- [176] Zijun Zhang, *2018 IEEE/ACM 26th International Symposium on Quality of Service (IWQoS): 4-6 June 2018, Banff, Canada*. Piscataway, NJ: IEEE, 2018.
- [177] James Bergstra and Yoshua Bengio, "Random Search for Hyper-Parameter Optimization," *Journal of Machine Learning Research*, vol. 13, 2012.
- [178] Luca Franceschi, Michele Donini, Paolo Frasconi, and Massimiliano Pontil, "Forward and Reverse Gradient-Based Hyperparameter Optimization," *Proceedings of the 34th International Conference on Machine Learning, Sydney, Australia*, vol. 70, 2017.
- [179] R. Salomon, "Evolutionary algorithms and gradient search: similarities and differences," *IEEE Trans. Evol. Computat.*, vol. 2, no. 2, pp. 45–55, 1998, doi: 10.1109/4235.728207.
- [180] H.-P. Schwefel, *Numerische Optimierung von Computer-Modellen mittels der Evolutionsstrategie: Mit einer vergleichenden Einführung in die Hill-Climbing- und Zufallsstrategie*. Basel: Springer Basel AG, 1977.
- [181] I. Rechenberg, "Evolutionsstrategie: Optimierung technischer Systeme nach Prinzipien der biologischen Evolution," 1973.
- [182] Tobias Domhan, Jost Tobias Springenberg, Frank Hutter, "Speeding up Automatic Hyperparameter Optimization of Deep Neural Networks by Extrapolation of Learning Curves," *Proceedings of the 24th International Joint Conference on Artificial Intelligence*, 2015.
- [183] Z. Wang, F. Hutter, M. Zoghi, D. Matheson, and N. de Freitas, "Bayesian Optimization in a Billion Dimensions via Random Embeddings," *jair*, vol. 55, pp. 361–387, 2016, doi: 10.1613/jair.4806.
- [184] Fabian Kühnel, Christoph Metzke, Jonas Weber, Josef Schätz, and Georg S. Duesberg and Günther Benstetter, "Investigation of Heater Structures for Thermal Conductivity

- Measurements of SiO₂ and Al₂O₃ Thin Films Using the 3-Omega Method," *Nanomaterials (Basel, Switzerland)*, 2022, doi: 10.3390/nano12111928.
- [185] Dongliang Zhao, Xin Qian, Xiaokun Gu, Saad Ayub Jajja, and Ronggui Yang, "Measurement Techniques for Thermal Conductivity and Interfacial Thermal Conductance of Bulk and Thin Film Materials," *Journal of Electronic Packaging*, no. 138, 2016, doi: 10.1115/1.4034605.
- [186] N. O. Birge, P. K. Dixon, and N. Menon, "Specific heat spectroscopy: Origins, status and applications of the 3 ω method," *Thermochimica acta*, 304-305, 304/305, pp. 51–66, 1997, doi: 10.1016/S0040-6031(97)00201-3.
- [187] T. Yamane, N. Nagai, S. Katayama, and M. Todoki, "Measurement of thermal conductivity of silicon dioxide thin films using a 3 ω method," *J. Appl. Phys.*, vol. 91, no. 12, p. 9772, 2002, doi: 10.1063/1.1481958.
- [188] T. Borca-Tasciuc, A. R. Kumar, and G. Chen, "Data Reduction in 3 Omega Method for THin-Film Thermal Conductivity Determination," *Review of Scientific Instruments*, vol. 2001, 72(4), pp. 2139–2147, 2001, doi: 10.1063/1.1353189.
- [189] G. Chen *et al.*, "Heat conduction in alloy-based superlattices," *17th International Conference on Thermoelectrics*, pp. 202–205, 1998, doi: 10.1109/ICT.1998.740352.
- [190] Y. S. Ju and K. E. Goodson, "Process-dependent thermal transport properties of silicon-dioxide films deposited using low-pressure chemical vapor deposition," *Journal of Applied Physics*, vol. 85, no. 10, pp. 7130–7134, 1999, doi: 10.1063/1.370523.
- [191] W. Jaber and P.-O. Chapuis, "Non-idealities in the 3 ω method for thermal characterization in the low- and high-frequency regimes," *AIP Advances*, vol. 8, no. 4, p. 45111, 2018, doi: 10.1063/1.5027396.
- [192] L. Zhang, H. C. Jiang, C. Liu, J. W. Dong, and P. Chow, "Annealing of Al₂O₃ thin films prepared by atomic layer deposition," *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 40, no. 12, pp. 3707–3713, 2007, doi: 10.1088/0022-3727/40/12/025.
- [193] Y. K. Koh *et al.*, "Comparison of the 3 ω method and time-domain thermoreflectance for measurements of the cross-plane thermal conductivity of epitaxial semiconductors," *Journal of Applied Physics*, vol. 105, no. 5, p. 54303, 2009, doi: 10.1063/1.3078808.
- [194] K. Takayama, G. Ito, S. Kanazawa, R. Ikkatai, and K. Noda, "Cross-Plane Thermal Transport in Acceptor-Doped Thiophene-Based Polymer Thin Films Investigated by the 3-Omega Method," *Physica Status Solidi (a)*, 2023, doi: 10.1002/pssa.202300110.
- [195] E. A. Scott, J. T. Gaskins, S. W. King, and P. E. Hopkins, "Thermal conductivity and thermal boundary resistance of atomic layer deposited high- k dielectric aluminum oxide, hafnium oxide, and titanium oxide thin films on silicon," *APL Materials*, vol. 6, no. 5, p. 58302, 2018, doi: 10.1063/1.5021044.
- [196] Y. Shardt and H. Weiß, *Methoden der Statistik und Prozessanalyse*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2021.
- [197] A. N. Spiess and N. Neumeyer, "an evaluation of r² as an inadequate measure of nonlinear models in pharmacological and biochemical research," *MBC Pharmacology*, vol. 2010, no. 6, 2010, doi: 10.1186/1471-2210-10-6.
- [198] C. Duquenne, M.-P. Besland, P. Y. Tessier, E. Gautron, Y. Scudeller, and D. Averty, "Thermal conductivity of aluminium nitride thin films prepared by reactive magnetron

- sputtering," *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 45, no. 1, p. 15301, 2012, doi: 10.1088/0022-3727/45/1/015301.
- [199] T. Kraska, A. Talwalkar, and J. Duchi, "Mlbase: A distributed Machine-learning System," *6th Biennial Conference on Innovative Data Systems Research (CIDR 2013)*, 2013.
- [200] Nitin Kumar Chauhan and Krishna Singh, *2018 International Conference on Computing, Power and Communication Technologies (GUCON): Galgotias University, Greater Noida, UP, India, Sep. 28-29, 2018*. Piscataway, NJ: IEEE, 2018.
- [201] R. Larracy, A. Phinyomark, and E. Scheme, "Machine Learning Model Validation for Early Stage Studies with Small Sample Sizes," *Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society. IEEE Engineering in Medicine and Biology Society. Annual International Conference*, vol. 2021, pp. 2314–2319, 2021, doi: 10.1109/EMBC46164.2021.9629697.
- [202] T. Horvat, L. Havaš, and D. Srpak, "The Impact of Selecting a Validation Method in Machine Learning on Predicting Basketball Game Outcomes," *Symmetry*, vol. 12, no. 3, p. 431, 2020, doi: 10.3390/sym12030431.
- [203] G. B. M. Fiege, A. Altes, R. Heiderhoff, and L. J. Balk, "Quantitative thermal conductivity measurements with nanometre resolution," *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 32, no. 5, L13–L17, 1999, doi: 10.1088/0022-3727/32/5/003.
- [204] L. Dong and Y. Li, "Experimental identification of topography-based artifact phenomenon for micro-/nanoscale thermal characterization of polymeric materials in scanning thermal microscopy," *AIP Advances*, vol. 12, no. 4, p. 45311, 2022, doi: 10.1063/5.0088360.
- [205] P. Klapetek, J. Martinek, P. Grolich, M. Valtr, and N. J. Kaur, "Graphics cards based topography artefacts simulations in Scanning Thermal Microscopy," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 108, pp. 841–850, 2017, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.12.036.
- [206] J. Martinek, P. Klapetek, and A. C. Campbell, "Methods for topography artifacts compensation in scanning thermal microscopy," *Ultramicroscopy*, vol. 155, pp. 55–61, 2015, doi: 10.1016/j.ultramic.2015.04.011.
- [207] C. Metzke, F. Kühnel, J. Weber, and G. Benstetter, "Scanning Thermal Microscopy of Ultrathin Films: Numerical Studies Regarding Cantilever Displacement, Thermal Contact Areas, Heat Fluxes, and Heat Distribution," *Nanomaterials (Basel, Switzerland)*, vol. 11, no. 2, 2021, doi: 10.3390/nano11020491.
- [208] K. Kim, J. Chung, G. Hwang, O. Kwon, and J. S. Lee, "Quantitative measurement with scanning thermal microscope by preventing the distortion due to the heat transfer through the air," *ACS nano*, vol. 5, no. 11, pp. 8700–8709, 2011, doi: 10.1021/nn2026325.
- [209] S. Koo, J. Park, S. Koo, and K. Kim, "Local Heat Dissipation of Ag Nanowire Networks Examined with Scanning Thermal Microscopy," *J. Phys. Chem. C*, vol. 125, no. 11, pp. 6306–6312, 2021, doi: 10.1021/acs.jpcc.0c10774.
- [210] D. Huang, Q. Sun, Z. Liu, S. Xu, R. Yang, and Y. Yue, "Ballistic Thermal Transport at Sub-10 nm Laser-Induced Hot Spots in GaN Crystal," *Advanced science (Weinheim, Baden-Wuerttemberg, Germany)*, vol. 10, no. 2, e2204777, 2023, doi: 10.1002/advs.202204777.

- [211] Z. Liu, Y. Feng, and L. Qiu, "Near-field radiation analysis and thermal contact radius determination in the thermal conductivity measurement based on SThM open-loop system," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 120, no. 11, p. 113506, 2022, doi: 10.1063/5.0080083.
- [212] A. Assy and S. Gomès, "Temperature-dependent capillary forces at nano-contacts for estimating the heat conduction through a water meniscus," *Nanotechnology*, vol. 26, no. 35, p. 355401, 2015, doi: 10.1088/0957-4484/26/35/355401.
- [213] L. Q. Guo, X. M. Zhao, Y. Bai, and L. J. Qiao, "Water adsorption behavior on metal surfaces and its influence on surface potential studied by in situ SPM," *Applied Surface Science*, vol. 258, no. 22, pp. 9087–9091, 2012, doi: 10.1016/j.apsusc.2012.06.003.
- [214] M. Luna, J. Colchero, and A. M. Baró, "Study of Water Droplets and Films on Graphite by Noncontact Scanning Force Microscopy," *J. Phys. Chem. B*, vol. 103, no. 44, pp. 9576–9581, 1999, doi: 10.1021/jp991256y.
- [215] J. Gu, Q. Zhang, J. Dang, C. Yin, and S. Chen, "Preparation and properties of polystyrene/SiCw/SiCp thermal conductivity composites," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 124, no. 1, pp. 132–137, 2012, doi: 10.1002/app.35089.
- [216] T. Wieme, L. Duan, N. Mys, L. Cardon, and D. R. D'hooge, "Effect of Matrix and Graphite Filler on Thermal Conductivity of Industrially Feasible Injection Molded Thermoplastic Composites," *Polymers*, vol. 11, no. 1, 2019, doi: 10.3390/polym11010087.
- [217] M. J. Assael, S. Botsios, K. Gialou, and I. N. Metaxa, "Thermal conductivity of polymethyl methacrylate (PMMA) and Borosilicate Crown Glass BK7 // Thermal Conductivity of Polymethyl Methacrylate (PMMA) and Borosilicate Crown Glass BK7," *Int J Thermophys*, vol. 26, no. 5, pp. 1595–1605, 2005, doi: 10.1007/s10765-005-8106-5.
- [218] F. Du, C. Guthy, T. Kashiwagi, J. E. Fischer, and K. I. Winey, "An infiltration method for preparing single-wall nanotube/epoxy composites with improved thermal conductivity," *J. Polym. Sci. B Polym. Phys.*, vol. 44, no. 10, pp. 1513–1519, 2006, doi: 10.1002/polb.20801.
- [219] X. Li, L. Shao, N. Song, L. Shi, and P. Ding, "Enhanced thermal-conductive and anti-dripping properties of polyamide composites by 3D graphene structures at low filler content," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 88, pp. 305–314, 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2016.06.007.
- [220] P. Ding, S. Su, N. Song, S. Tang, Y. Liu, and L. Shi, "Highly thermal conductive composites with polyamide-6 covalently-grafted graphene by an in situ polymerization and thermal reduction process," *Carbon*, vol. 66, pp. 576–584, 2014, doi: 10.1016/j.carbon.2013.09.041.
- [221] H. Huang *et al.*, "A facile strategy to improve the mechanical and thermal conductivity of PA6 nanocomposites by introducing graphene oxide/sodium benzoate compounding nucleator," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 139, no. 10, p. 51761, 2022, doi: 10.1002/app.51761.
- [222] S. Zhou, Y. Chen, H. Zou, and M. Liang, "Thermally conductive composites obtained by flake graphite filling immiscible Polyamide 6/Polycarbonate blends," *Thermochimica acta*, vol. 566, pp. 84–91, 2013, doi: 10.1016/j.tca.2013.05.027.
- [223] Marienfeld Superior, "Datenblatt Objektträger Marienfeld Superior: <https://www.marienfeld-superior.com/anleitungen-2610.html?file=files/Medien/PDFs/Technische%20Informationen/DE/Datenblatt-Objekttraeger-DE.pdf&cid=75634>,"

- [224] K. Liu, Y. Kim, and H. Noh, "ArF Excimer Laser Micromachining of MEMS Materials: Characterization and Applications," *Journal of Micro and Nano-Manufacturing*, vol. 2, no. 2, 2014, doi: 10.1115/1.4027121.
- [225] P. Combis, P. Cormont, L. Gallais, D. Hebert, L. Robin, and J.-L. Rullier, "Evaluation of the fused silica thermal conductivity by comparing infrared thermometry measurements with two-dimensional simulations," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 101, no. 21, p. 211908, 2012, doi: 10.1063/1.4764904.
- [226] F.-Y. Yuan, H.-B. Zhang, X. Li, X.-Z. Li, and Z.-Z. Yu, "Synergistic effect of boron nitride flakes and tetrapod-shaped ZnO whiskers on the thermal conductivity of electrically insulating phenol formaldehyde composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 53, pp. 137–144, 2013, doi: 10.1016/j.compositesa.2013.05.012.
- [227] R. Agrawal, N. S. Saxena, M. S. Sreekala, S. Thomas, and R. Agrawal, "Effect of treatment on the thermal conductivity and thermal diffusivity of oil-palm-fiber-reinforced phenolformaldehyde composites // Effect of treatment on the thermal conductivity and thermal diffusivity of oil-palm-fiber-reinforced phenolformaldehyde composites," *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, vol. 38, 38 // 7, pp. 916–921, 2000, doi: 10.1002/(SICI)1099-0488(20000401)38:7<916::AID-POLB2>3.0.CO;2-0.
- [228] X. Zhao *et al.*, "Interactive oxidation-reduction reaction for the in situ synthesis of graphene-phenol formaldehyde composites with enhanced properties," *ACS applied materials & interfaces*, vol. 6, no. 6, pp. 4254–4263, 2014, doi: 10.1021/am405983a.
- [229] R. K. Williams, W. H. Butler, R. S. Graves, and J. P. Moore, "Experimental and theoretical evaluation of the phonon thermal conductivity of niobium at intermediate temperatures," *Phys. Rev. B*, vol. 28, no. 11, pp. 6316–6324, 1983, doi: 10.1103/PhysRevB.28.6316.
- [230] R. K. Williams, D. W. Yarbrough, J. W. Masey, T. K. Holder, and R. S. Graves, "Experimental determination of the phonon and electron components of the thermal conductivity of bcc iron," *Journal of Applied Physics*, vol. 52, no. 8, pp. 5167–5175, 1981, doi: 10.1063/1.329418.
- [231] M. J. Laubitz and T. Matsumura, "Transport Properties of the Ferromagnetic Metals. I. Cobalt," *Can. J. Phys.*, vol. 51, no. 12, pp. 1247–1256, 1973, doi: 10.1139/p73-163.
- [232] J. P. Moore, R. K. Williams, and R. S. Graves, "Precision measurements of the thermal conductivity, electrical resistivity, and Seebeck coefficient from 80 to 400 K and their application to pure molybdenum," *Review of Scientific Instruments*, vol. 45, no. 1, pp. 87–95, 1974, doi: 10.1063/1.1686455.
- [233] J. G. Hust and P. J. Giarratano, "Standard Reference Materials: Thermal Conductivity and Electrical Resistivity Standard Reference Materials: Tungsten SRM's 730 and 799, from 4 to 3000K," *Institute for Basic Standards, National Bureau of Standards*.
- [234] J. G. Cook, J. P. Moore, T. Matsumura, and M. P. van der Meer, *Thermal Conductivity 14*. Boston, MA, s.l.: Springer US, 1976.
- [235] J. G. Hust and A. B. Lankford, "Thermal conductivity of aluminum, copper, iron, and tungsten for temperatures from 1 K to the melting point," 1984.
- [236] A. Patnaik, M. Abdulla, A. Satapathy, S. Biswas, and B. K. Satapathy, "A study on a possible correlation between thermal conductivity and wear resistance of particulate

- filled polymer composites," *Materials & Design*, vol. 31, no. 2, pp. 837–849, 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2009.07.046.
- [237] L. V. Madriaga, "Effect of Nanoclay on the Curing and Thermal Conductivity of Unsaturated Polyester Resin," *International Journal of Scientific Research and Innovative Technology*, no. 1, pp. 26–33, 2014.
- [238] R. A. Fisher, *Statistical methods for research workers*, 13th ed. Edinburgh: Oliver and Boyd, 1958.
- [239] M. G. Kendall, *The Advanced Theory of Statistics*, Ed. Macmillan, 4th ed., 1979.
- [240] W. H. Press, *Numerical recipes: The art of scientific computing*, 2nd ed. Cambridge [u.a.]: Cambridge Univ. Press, 1993.

Publikationsliste

Metzke, C.; Benstetter, G.; Frammelsberger, W.; Weber, J.; Kühnel, F. Temperature Dependent Investigation of Hexagonal Boron Nitride Using Scanning Thermal Microscopy. In Proceedings of the 6th Nano Today Conference, Lisbon, Portugal, 16–20 June 2019.

Christoph Metzke, Werner Frammelsberger, Jonas Weber, Fabian Kühnel, K. Zhu, M. Lanza, Günther Benstetter, On the Limits of Scanning Thermal Microscopy of Ultrathin Films, *Materials*, vol. 13, no. 3, 2020, DOI: 10.3390/ma13030518

Metzke, C.; Kühnel, F.; Weber, J.; Benstetter, G. Scanning Thermal Microscopy of Ultrathin Films: Numerical Studies Regarding Cantilever Displacement, Thermal Contact Areas, Heat Fluxes, and Heat Distribution. *Nanomaterials* 2021, 11, 491. <https://doi.org/10.3390/nano11020491>

Kühnel, F.; Metzke, C.; Weber, J.; Schätz, J.; Duesberg, G.S.; Benstetter, G. Investigation of Heater Structures for Thermal Conductivity Measurements of SiO₂ and Al₂O₃ Thin Films Using the 3-Omega Method. *Nanomaterials* 2022, 12, 1928. <https://doi.org/10.3390/nano12111928>

Jonas Weber; Yue Yuan; Fabian Kühnel; Christoph Metzke; Josef Schätz; Werner Frammelsberger et al. (2023): Solid Platinum Nanoprobes for Highly Reliable Conductive Atomic Force Microscopy. In: *ACS Applied Materials and Interfaces*. DOI: 10.1021/acsami.3c01102.

Jonas Weber, Yue Yuan, Sebastian Pazos, Fabian Kühnel, Christoph Metzke, Josef Schätz, Werner Frammelsberger, Günther Benstetter, and Mario Lanza (2023): Current-Limited Conductive Atomic Force Microscopy. In: *ACS Applied Materials and Interfaces*. DOI: 10.1021/acsami.3c10262

Artikel:

Kühnel, F.; Weber, J.; Metzke, C.; Benstetter, G., Thermo reflectance imaging re-imagined, *Wiley Analytical Science*, 20.10.2021, <https://analyticalscience.wiley.com/do/10.1002/was.00170278>

Kühnel, F.; Weber, J.; Metzke, C.; Benstetter, G., Thermoreflectance Imaging neu gedacht, *GIT Labor-Fachzeitschrift* 11-12/2021 S.40-42, 25.11.2021

Sonstiges:

Paper für die Applied Research Conference in Deggendorf. Kühnel, F., Metzke, C. (2019). *Thermal Analysis of Hexagonal Boron Nitride with Scanning Thermal Microscopy*. ISBN: 978-3-96409-182-6

Poster für die Konferenz International Meeting on Lithium Batteries: Furtmair, M., Wolters, A., Kühnel, F., Thannhuber, M., Sötz, V., Sternad, M. (2022) The Impact of Fast-Charging on Cell Ageing of Industrial High-Power Lithium-Ion Batteries

Poster für die Konferenz Nanobrücken 2022: Nanomechanical Testing Conference: Weber, J., Benstetter, G., Kühnel, F., Metzke, C., Lanza, M., Liu, D. (2022) Advances in Combined Mechanical and Electrical SPM Characterization of Thin Films

Danksagungen

Mit großer Dankbarkeit möchte ich zuallererst meinem Betreuer von der Universität der Bundeswehr München, Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Georg Düsberg, meine tiefste Wertschätzung aussprechen. Sein unermüdliches Engagement, seine fachliche Expertise und seine inspirierende Führung waren von unschätzbarem Wert für den erfolgreichen Abschluss meiner Promotion. Ohne seine Unterstützung wäre dieser Meilenstein in meiner akademischen Laufbahn nicht möglich gewesen.

Ein besonderer Dank gebührt auch Prof. Dr.-Ing. Günther Benstetter, Leiter des Instituts für Qualitäts- und Materialanalysen der Technischen Hochschule Deggendorf, der nicht nur seine umfassende Kenntnis und Erfahrung mit mir geteilt hat, sondern auch maßgeblich an der Initiierung eines Forschungsprojekts beteiligt war, das die Grundlage für meine Arbeit bildete. Seine konstruktive Kritik und fachkundige Beratung haben meine Forschungsarbeit entscheidend geprägt und vorangebracht.

Ebenso möchte ich meine aufrichtige Dankbarkeit gegenüber meinen geschätzten Kollegen Jonas Weber, Christoph Metzke, Edgar Lodermeier und Heiko Ranzinger zum Ausdruck bringen. Sie haben stets für eine großartige Arbeitsatmosphäre und ein äußerst positives Arbeitsklima gesorgt. Darüber hinaus möchte ich mich für die bereichernden Gespräche bedanken, die oft neue Perspektiven eröffnet haben. Ihre Ideen und Einblicke haben dazu beigetragen, dass dieses Werk zu dem wurde, was es heute ist.

Ein spezieller Dank gilt auch Josef Schätz, dessen großzügige Bereitstellung von Proben mein Forschungsprojekt erst ermöglichte. Seine Unterstützung war von unschätzbarem Wert und hat meine Arbeit in entscheidendem Maße vorangebracht.

Des Weiteren möchte ich Dr. Martin Brunner und Frau Kazuko Ishikawa von der Netzsch Gerätebau GmbH für ihre freundliche Unterstützung und die Bereitstellung von Vergleichsergebnissen mit dem Netzsch PicoTR danken.

Nicht zu vergessen ist auch Johannes Arbinger, der mich mit seiner hervorragenden Masterarbeit in den Anfängen meiner Promotion unterstützt hat.

Zu guter Letzt möchte ich meinen Eltern und meinem Bruder meinen tiefsten Dank aussprechen. Ihre bedingungslose Unterstützung und unermüdliche Ermutigung haben mich auf meinem gesamten akademischen Weg begleitet und gestärkt. Ohne sie wäre diese Reise nicht möglich gewesen.