

Dünnschicht-Kalorimetrie bei hohen Temperaturen: Messsystem und Anwendung

Hendrik Wulfmeier, Holger Fritze
Technische Universität Clausthal
Institut für Energieforschung und Physikalische Technologien

Die Ermittlung der thermodynamischen Daten dünner Schichten erfordert bei hohen Temperaturen neue experimentelle Ansätze, die vorzugweise auf planaren Temperatursensoren beruhen. Von Interesse sind die Temperatur und die Enthalpie von Phasenübergängen im Bereich bis 1000 °C.

Das entwickelte Messsystem zur Dünnschicht-Kalorimetrie (Thin-Film Calorimetry, TFC) basiert auf hochtemperaturstabilen Langasit-Einkristallen (LGS, $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$), die in Form von dünnen Scheiben als piezoelektrische Resonatoren betrieben werden und als Substrat für die zu untersuchenden Schichten dienen. Die starke Temperaturabhängigkeit der Resonanzfrequenz widerspiegelt dabei Temperaturänderungen, die durch die Aufnahme oder Abgabe latenter Wärme bei Phasenübergängen entstehen. Langasit selbst und die verwendeten Platinelektroden zeigen keine Phasenübergänge, so dass der Messeffekt ausschließlich den Schichten zugeschrieben werden kann. Abbildung 1 zeigt die Abhängigkeit der Frequenz eines unbeschichteten Langasit-Resonators von der Temperatur, die keine Unstetigkeiten aufweist. In Abbildung 2 ist das Schema des Messaufbaus dargestellt.

Im Verlauf einer Messung wird der kontinuierlichen Temperaturänderung eines Ofens eine lokale Störung durch einen Phasenübergang überlagert. Letzterer verursacht einen Frequenzsprung, wenn bei zunehmender Ofentemperatur ein exothermer Prozess stattfindet. Umgekehrt sorgt ein endothermer Prozess für eine kurzzeitige Verringerung des Temperaturanstiegs bzw. der Frequenzänderung. Die gegenwärtig eingesetzten Resonatoren erlauben den Nachweis einer Wärmemenge von $\Delta Q = 0,6 \text{ mJ}$. Charakterisiert werden können einzelne Schichten oder Schichtsysteme. Zum Nachweis der Funktionsfähigkeit des TFC-Systems werden Messungen an den Referenzmaterialien Zinn und Aluminium durchgeführt.

Im Rahmen des Vortrages werden das neu entwickelte TFC-System sowie anwendungsrelevante Beispiele diskutiert.

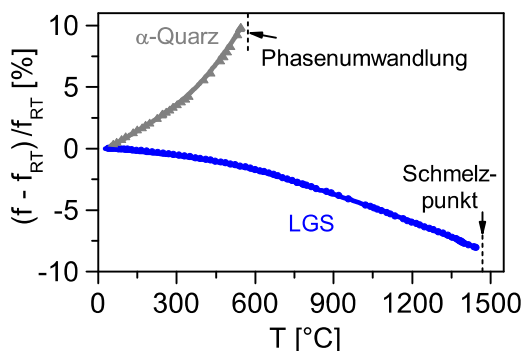


Abb. 1: Relative Resonanzfrequenz von LGS- und Quarz-Dickenscherschwingern als Funktion der Temperatur.

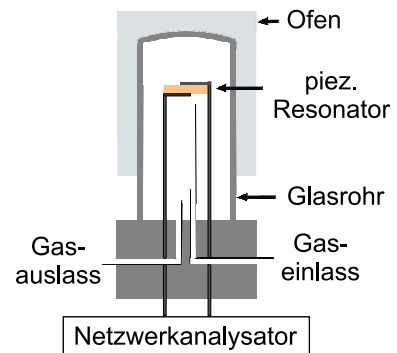


Abb. 2: Schema des Dünnschichtkalorimeters.