

Präzise Wärmeleitfähigkeitstest an Diamanten durch die richtige Geräte- und Verfahrenswahl

Jinyan Li, Applications Laboratory Shanghai, Dorothea Stobitzer und Alberto Gomez, Applications Laboratory Selb



Einleitung

Das Wärmemanagement ist ein zentrales Thema für zahlreiche Anwendungen und gewinnt zunehmend an Bedeutung. Dies gilt insbesondere für moderne, leistungsstarke elektronische und optoelektronische Geräte (5G-Anwendungen, Hochleistungsrechner oder Hochleistungs-Halbleiterchips), die auf extrem kleinem Raum erhebliche Mengen an Wärme erzeugen. Um die Wärme schnell abzuleiten, müssen Kühlkörper/Wärmeleitbeschichtungen aus Materialien mit hoher Wärmeleitfähigkeit an der Wärmequelle positioniert werden (z. B. Kühlrippen, Lüfter, Kühlkörper usw.).

Bei der Suche nach optimalen Materialkandidaten hat sich Diamant als vielversprechende Lösung herausgestellt. Diamant ist nicht nur eines der derzeit im industriellen Maßstab härteste hergestellte Materialien, sondern weist auch die höchste Wärmeleitfähigkeit aller bekannten natürlichen Materialien auf. Bei Raumtemperatur kann seine Wärmeleitfähigkeit zum Teil sogar Werte über 2000 W/(m·K) annehmen, was etwa vier- bis fünfmal höher ist als

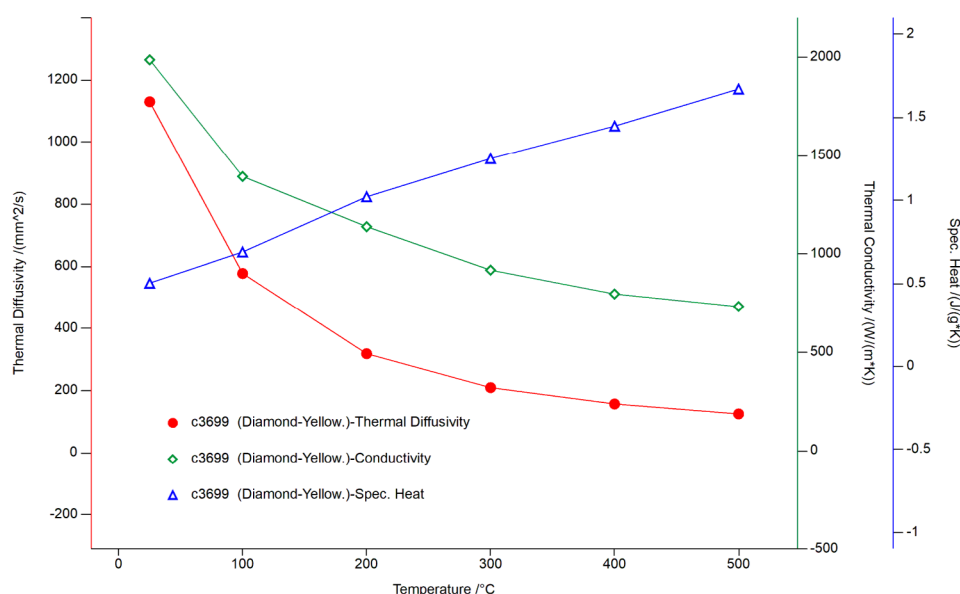
die von Kupfer oder Silber. In Kombination mit seinem außergewöhnlich niedrigen Wärmeausdehnungskoeffizienten und seinen elektrischen Isolationseigenschaften bei Raumtemperatur ist Diamant ein hervorragendes Material für anspruchsvolle Anwendungen im Bereich des Wärmemanagements. Dabei ist es besonders wichtig, die Wärmeleitfähigkeit genau zu prüfen. Die extrem hohe Wärmeleitfähigkeit und optische Transparenz stellen jedoch erhebliche Herausforderungen für die präzise Messung der thermischen Eigenschaften dar. Daher ist die Auswahl geeigneter thermischer Prüfverfahren, -geräte und -techniken entscheidend.

Die Laser/Light-Flash-Analyse (LFA), ein berührungsloses thermisches Messverfahren, eignet sich sehr gut zur Untersuchung von Materialien mit hoher Wärmeleitfähigkeit. In diesem Anwendungsbeispiel wird darauf eingegangen, wie Proben mit hoher Wärmeleitfähigkeit und transparente Proben, wie beispielsweise Diamant, unter Verwendung der NETZSCH LFA 717 *HyperFlash*® gemessen werden können. Die bei der Untersuchung angewandten experimentellen Techniken werden erläutert.

Charakterisierung in der Through-Plane-Richtung

Abbildung 1 zeigt die Ergebnisse für die Temperaturleitfähigkeit, die spezifische Wärmekapazität und die Wärmeleitfähigkeit einer 2,69 mm dicken Diamantprobe. Bei Raumtemperatur beträgt die Temperaturleitfähigkeit der Probe etwa 1100 mm²/s und ihre Wärmeleitfähigkeit etwa 2000 W/(m·K). Mit steigender Temperatur nimmt die Wärmeleitfähigkeit rapide ab, was auf den starken Anstieg der Phonon-Phonon-Streuung (Umklapp-Prozesse) zurückzuführen ist [1]. Bei 300 °C fällt die Wärmeleitfähigkeit unter 1000 W/(m·K). Dies deutet darauf hin, dass die Wärmeleitfähigkeit von Diamanten erheblich von Temperaturänderungen beeinflusst wird.

Bei der Analyse von Materialien mit einer derart hohen Temperaturleitfähigkeit mittels LFA ist die Minimierung der Lichtimpulslänge und ihrer Energie unerlässlich, um bei der erforderlichen Temperatur genaue und zuverlässige Ergebnisse zu erhalten. Die LFA 717 kombiniert eine einstellbare Impulsbreite über einen weiten Bereich von 10 bis 1500 µs mit einem hochempfindlichen Detektor und einer Datenerfassungsfrequenz von 2 MHz. Dadurch ist eine genaue Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit selbst bei Diamantproben sichergestellt. In Tabelle 1 sind die Messbedingungen aufgeführt.



1 Thermophysikalische Eigenschaften von Diamant in der Through-Plane-Richtung

Tabelle 1 LFA-Messbedingungen

Probe	Diamant
Probenvorbereitung	mit Gold besputtert und einer dünnen Grafitschicht bedeckt
Probengröße	Kantenlänge: 10 mm; Dicke: 2,69 mm
Probenhalter	4 quadratische Proben
Temperatur-bereich	RT bis 500 °C
Atmosphäre	Stickstoff
Pulsbreite	50 µs
Modell	Transparent

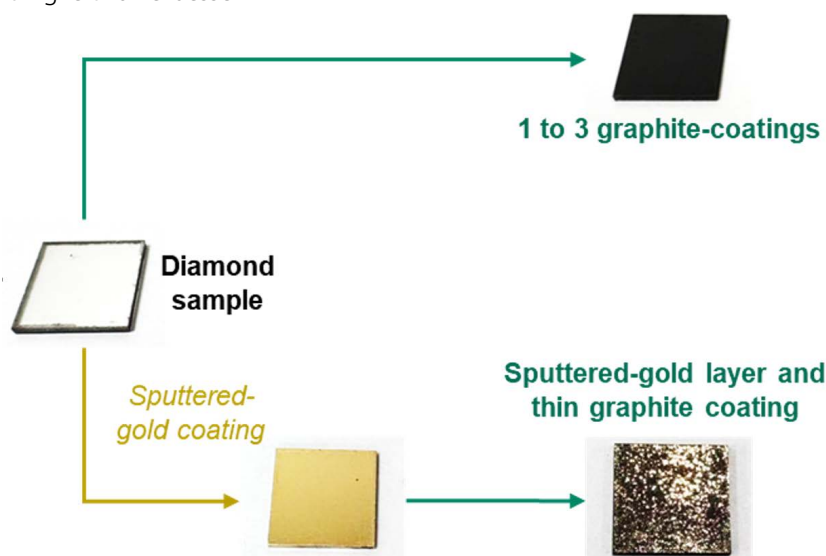
APPLICATIONNOTE Präzise Wärmeleitfähigkeitstest an Diamanten durch die richtige Geräte- und Verfahrenswahl

Probenvorbereitung und deren Einfluss

Proben für LFA-Messungen werden in der Regel mit Graphit beschichtet, um ihre Absorptions- und Emissionsfähigkeit für Lichtstrahlung zu erhöhen sowie ihre Reflektivität zu verringern (siehe Abbildung 2). Bei herkömmlichen Proben ist der Einfluss der Graphitbeschichtung auf die Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeit oft vernachlässigbar. Dies ist bei Diamant, insbesondere bei Einkristall-Diamant mit außergewöhnlich hoher Wärmeleitfähigkeit, jedoch nicht der Fall. Übermäßig dicke Graphitbeschichtungen senken die gemessene Temperaturleitfähigkeit erheblich. Eine unzureichende Beschichtungsdicke kann das Blitzlicht hingegen nicht vollständig absorbieren. Die hohe Lichtdurchlässigkeit von Diamant beeinträchtigt in diesem Fall die Qualität des Detektorsignals und somit die Genauigkeit der Analyse. Eine effiziente Lösung hierfür ist das Aufbringen einer dünnen, Gold-Sputterschicht auf der Oberfläche der Diamantprobe, um diese undurchsichtig zu machen. Anschließend wird eine dünne Graphitbeschichtung aufgetragen, um die Strahlungsabsorption- und Emissionsfähigkeit zu verbessern.

Messungen an Diamanten mit unterschiedlichen Beschichtungen

Tabelle 2 vergleicht die Auswirkungen von vier Oberflächenbeschichtungsmethoden auf die Temperaturleitfähigkeit einer Einkristall-Diamantprobe mit einer Dicke von 1,948 mm. Als Beschichtungsmethoden wurden gewählt: ein, zwei und drei Graphitschichten sowie Goldsputtern mit dem anschließenden Aufbringen einer dünnen Graphitschicht bei Raumtemperatur. Es zeigt sich, dass bei direkter Beschichtung der Probe mit Graphit jede Graphitschicht die Probendicke um etwa 10 µm erhöht. Das heißt, nach dem Aufbringen von drei Graphitschichten hatte sich die Probendicke um etwa 30 µm erhöht. Entsprechend nahm die Temperaturleitfähigkeit der Diamantprobe mit zunehmender Dicke der Graphitbeschichtung ab. Wie erwartet, verringert die Kombination aus einer dünnen Goldsputterbeschichtung und einer dünnen, nicht durchgehenden Graphitschicht den Einfluss der erforderlichen Oberflächenbeschichtung auf die Analyse.



2 Foto der Diamantproben, hergestellt mit unterschiedlichen Probenvorbereitungsmethoden

Tabelle 2 Einfluss der Art der Probenbeschichtung auf die resultierende Temperatureitfähigkeit bei RT. Ausgangsprobendicke vor der Beschichtung: 1,948 mm.

Probenvorbereitung	Dicke (mm)	Temperatureitfähigkeit (mm ² /s)
einmalige Graphitbeschichtung	1,960	1093,16
zweimalige Graphitbeschichtung	1,969	1011,42
dreimalige Graphitbeschichtung	1,978	731,84
eine Goldschicht besputterd + dünne Graphitbeschichtung	1,956	1223,25

APPLICATIONNOTE Präzise Wärmeleitfähigkeitstest an Diamanten durch die richtige Geräte- und Verfahrenswahl

Zur Verifizierung der Ergebnisse zur Temperaturleitfähigkeit wurden zwei weitere Diamantproben mit unterschiedlichen Dicken (0,915 mm und 3,001 mm) analysiert.

Die Werte für die Temperaturleitfähigkeit aller drei Proben – mit einem Mittelwert von ca. 1240 mm²/s und einer Standardabweichung von weniger als 3 % – sind sehr ähnlich, was die hohe Reproduzierbarkeit dieser mit der NETZSCH LFA 717 durchgeführten Analyse unterstreicht (siehe Tabelle 3).

Bemerkenswert ist, dass die für die drei Proben aufgezeichneten Detektorsignale eine hervorragende Übereinstimmung mit den angepassten Modell-Kurven zeigen (siehe Abbildung 3).

Zusammenfassung

Die mit der LFA 717 *HyperFlash*® durchgeführten Messungen belegen die hervorragende Eignung des Gerät zur genauen Bestimmung der thermischen Eigenschaften von äußerst herausfordernden Materialien wie Diamant, das eine extrem hohe Wärmeleitfähigkeit mit einer erheblichen optischen Transparenz vereint. Die Ergebnisse zeigen, dass selbst unter anspruchsvollen Messbedingungen mit geeigneten Oberflächenvorbereitungs- und Auswertungsstrategien zuverlässige und hochgradig reproduzierbare Daten gewonnen werden können.

Tabelle 3 Temperaturleitfähigkeit von Diamantproben unterschiedlicher Dicke (mit dünner Sputter-Goldschicht und teilweiser Graphitbeschichtung).

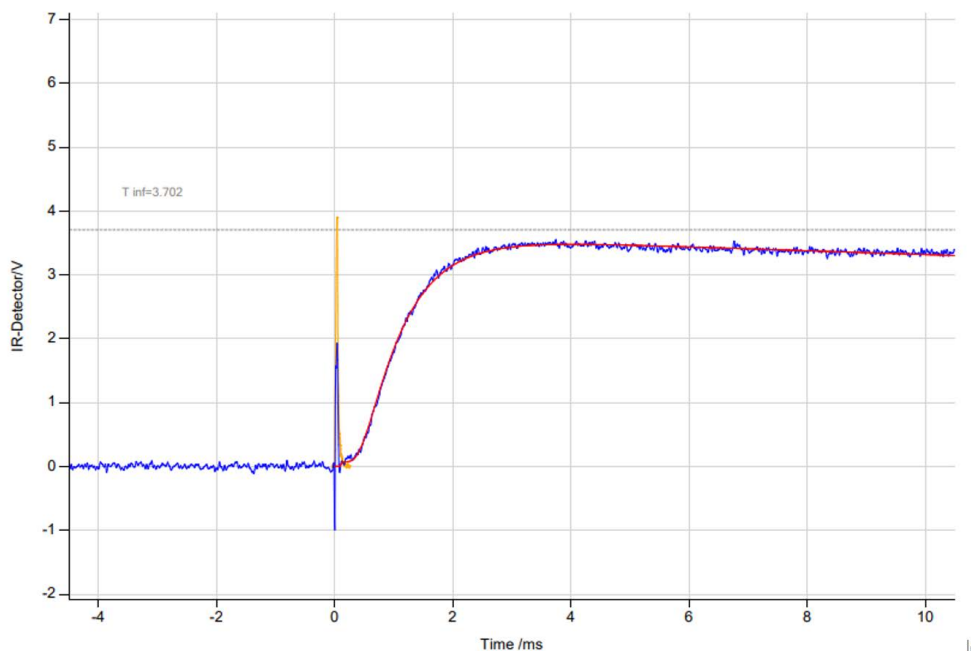
Probe	Temperaturleitfähigkeit (mm ² /s)
Diamant-0,915 mm	1225,25
Diamant-1,948 mm	1223,25
Diamant-3,001 mm	1277,61

Für diese Proben wurde ein kombinierter Beschichtungsansatz angewendet: Aufbringen einer Gold-Sputterschicht, gefolgt von einer dünnen Graphitschicht, was für eine optimale Signalqualität sorgt. Diese Vorbereitung ermöglichte eine stabile Signalerfassung und verbesserte die Datenqualität erheblich. Basierend auf dem resultierenden Signalverhalten wurde das am besten geeignete Auswertungsmodell (Standard- oder Transparenzmodell) ausgewählt, wodurch eine genaue Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit sichergestellt wurde.

Insgesamt erwies sich die LFA 717 als hochpräzises, robustes und gleichzeitig flexibles Messgerät, das eine zuverlässige Charakterisierung von Materialien mit extremen thermischen und optischen Eigenschaften ermöglicht.

Literatur

[1] Field, J. E. (Ed.). (1992). The properties of natural and synthetic diamond. Academic Press.



3 Kurve des Temperaturanstiegs der Diamantprobe mit Gold Sputtering; Probendicke: 3,001 mm, Model: Transparent.