

# TERMIČNA ANALIZA TANKIH PLASTI (1. del)

Romana Cerc Korošec, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo,  
Aškerčeva 5, 1000 Ljubljana, Slovenija

## Thermal analysis of thin films (Part 1)

### ABSTRACT

A review of different ways of thermal analysis of thin films, especially on the field of thermogravimetry and dynamic scanning calorimetry is reported. The basic principle of thermomagnometry, emanation thermal analysis and high temperature XRD is also described. The application of thermal analysis of thin films for optimization of electrochromic effect of nickel oxide thin films, prepared by sol-gel route, will be presented in part 2.

### POVZETEK

V prispevku je podan pregled različnih načinov termične analize tankih plasti, predvsem na področju termogravimetrije in diferenčne dinamične kalorimetrije. Opisan je tudi princip termomagnetometrije, emanacijske termične analize in visokotemperaturne rentgenske difrakcije. Uporaba termične analize tankih plasti za optimiziranje elektrokromnega odziva nikelj-oksidnih tankih plasti, pripravljenih po sol-gel postopku, bo opisana v drugem delu prispevka.

## 1 UVOD

Tankoplastni materiali so zaradi svojih lastnosti postali nepogrešljivi na mnogih področjih moderne tehnologije. Primeri uporabe na nekaterih tehnoloških področjih so podani v tabeli 1.

Predvsem v elektronski in optoelektronski industriji se termična analiza vse pogosteje uporablja za študij tehnik nanosa in karakterizacijo tankoplastnih materia-

Tabela 1: Primeri uporabe tankih plasti [1]

Trde zaščitne prevleke za zaščito orodij pred obrabo in korozijo	TiN, TiC, CrN
Presojne optično aktivne prevleke	ZnSe, ZnS
Antirefleksijske prevleke	CeO <sub>2</sub> , SiO <sub>2</sub>
Tanke plasti polprevodnikov v raznovrstnih elektronskih komponentah	GaAs
Superprevodne tanke plasti v napravah za merjenje majhnih sprememb magnetnega polja	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-x</sub>
Fotoprevodne tanke plasti v sončnih celicah	CdTe
Izolacijske tanke plasti	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>
Luminiscenčne tanke plasti v prikazovalnikih	ZnS:Mn, SnO <sub>2</sub> :Eu
Prozorne prevodne plasti	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SnO <sub>2</sub> (ITO)
Kontakti	Različne kovine, npr. W, Pt, Ag, Au, Cu, Al
Plinski senzorji	SnO <sub>2</sub>
Tankoplastni kondenzatorji	BaTiO <sub>3</sub> , PbTiO <sub>3</sub>
Elektrokromne tanke plasti v »inteligentnih« oknih	WO <sub>3</sub> , NiO

lov. Iz rezultatov je razvidno, pri kateri temperaturi (oz. v kolikšnem času pri izotermnem merjenju) pride v tanki plasti do kemijskih (kemijska reakcija, termični razpad) oz. fizikalnih sprememb (fazni prehod). Rezultati termične analize tankih plasti so torej pomembni tako za pripravo in karakterizacijo plasti kot tudi za optimizacijo postopka priprave [2]. Zaradi masivne podlage, na katero je nanosena tanka plast, naletimo pri termični analizi tankih plasti tudi na nekatere težave. Pri termogravimetriji opazujemo spremembe v območju vzgonskega in aerodinamičnega efekta. Občutljivost tehtnic, ki so vgrajene v TG-aparature, je okoli 1  $\mu\text{g}$ , kar je dovolj za spremljanje izgube mase tanke plasti, vendar lahko omenjena dva efekta merjeni signal prekrijeta. Pri diferenčni dinamični kalorimetriji dostikrat ne dosežemo zadostne občutljivosti, ker se toplota, ki jo je vzorec pri termični spremembi porabil oz. sprostil, absorbira in prehaja v podlago. Masa podlage in njena toplotna kapaciteta torej presežeta majhen prispevek tanke plasti, katerega termično inducirane spremembe bi radi preučevali [2]. Zaradi nenehnega izpopolnjevanja merilnih tehnik in instrumentov pa je v sedanjem času mogoče opazovati toplotno inducirane spremembe tudi v tanki plasti, čeprav je količina preučevanega materiala majhna, ponavadi pod 1  $\text{mg}/\text{cm}^2$  [1].

## 2 VZGONSKI IN AERODINAMIČNI EFEKT

Na lonček deluje sila teže navzdol in v nasprotni smeri sila vzgona, ki je enaka teži izpodrinjenega plina (slika 1). Sili se v vsakem trenutku seštevata. S termotehniko merimo rezultanto obeh sil F, ki je enaka razliki med silo teže in silo vzgona (enačba 1). Sila teže lončka je enaka produktu mase lončka in zemeljskega pospeška, sila vzgona pa produktu gostote plina, ki je odvisna od temperature, volumna lončka in zemeljskega pospeška. Ker je sila vzgona temperaturno odvisna, se s temperaturo spreminja tudi rezultanta. Ko v peči začnemo segrevanje, se gostota plina v okolici

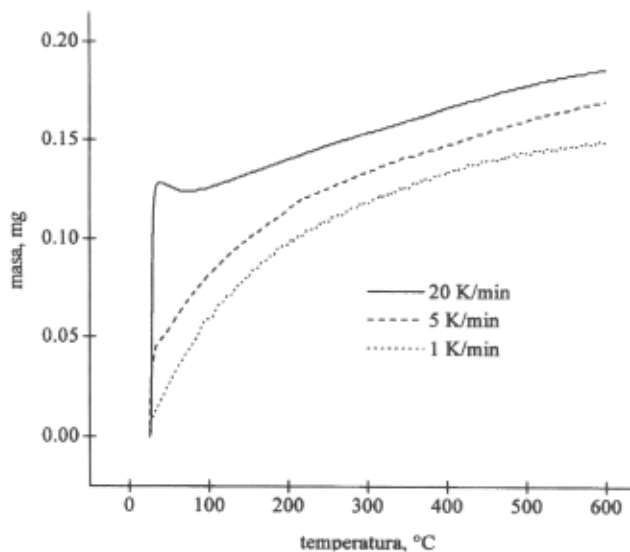


Slika 1: Sili, ki delujeta na lonček v statični atmosferi

$$\begin{aligned}
 F &= F(\text{teža}) - F(\text{vzgon}) = \\
 &= m(\text{lonček}) \cdot g - \rho(T) \cdot V(\text{lonček}) \cdot g = \\
 &= g[m(\text{lonček}) - \rho(T) \cdot V(\text{lonček})] \quad (1)
 \end{aligned}$$

g ..... težni pospešek  
 ρ(T) ..... gostota plina

lončka zmanjša, zato prazen lonček postane navidezno težji. Posledica tega je vzgonski efekt. Velikost »povečanja« mase lončka v statični atmosferi (to pomeni, da instrumenta ne prepihujemo) bi načeloma lahko izračunali iz splošne plinske enačbe (enačba 2). Vendar tudi v primeru statične atmosfere vzgonski efekt ni samo funkcija temperature, temveč tudi hitrosti segrevanja /3/. Obliko bazne linije za tri različne hitrosti segrevanja v statični atmosferi prikazuje slika 2.

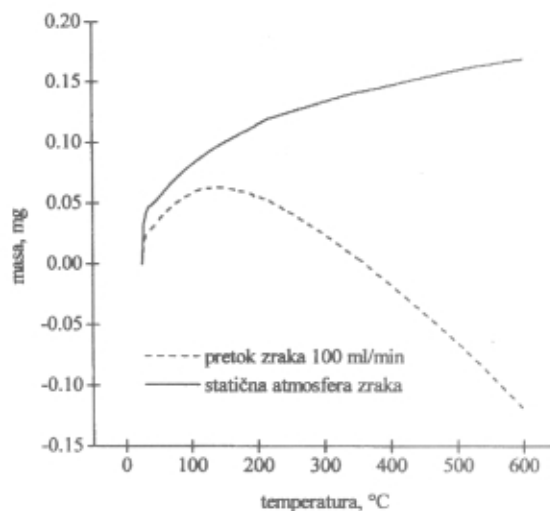


Slika 2: Oblika bazne linije v statični atmosferi, če je hitrost segrevanja 1,5 oziroma 20 K/min

V statični atmosferi se zaradi vzgonskega efekta lončku s prostornino 200 μl v območju od 25 do 600 °C masa navidezno poveča za 0,150 mg pri hitrosti segrevanja 1 K/min, za 0,170 mg, če je le-ta 5 K/min, oziroma za 0,186 mg, če je hitrost segrevanja 20 K/min. Izračunana vrednost pri tlaku 100 kPa je 0,153 mg. Zato moramo za natančno delo pred snemanjem TG-krivulje vzorca vedno posneti bazno linijo (tj. prazen lonček pri istih pogojih, kot bomo kasneje vzorec) in jo nato odšteti od tiste za vzorec. Tako odštejemo vzgonski efekt. Slika 3 prikazuje obliko bazne linije za primer statične (instrumenta ne prepihujemo) in dinamične atmosfere pri hitrosti segrevanja 5 K/min.

$$\frac{\Delta m}{V} = \frac{p\bar{M}}{R} \left( \frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right) \quad (2)$$

V.....volumen lončka  
 p.....tlak  
 R.....splošna plinska konstanta  
 M.....povprečna molska masa plina  
 T<sub>1</sub>, T<sub>2</sub>...začetna oz. končna temperatura



Slika 3: Oblika bazne linije za primer statične in dinamične atmosfere pri hitrosti segrevanja 5 K/min

V dinamični atmosferi do okoli 150 °C prevladuje vzgonski efekt (masa se navidezno poveča), v višjem temperaturnem območju pa začne prevladovati aerodinamični efekt in masa začne navidezno padati. Aerodinamični efekt je posledica nastanka konvekcijskih toplotnih tokov v peči zaradi ne povsem enakomerne porazdelitve temperature. Velikost tega efekta je odvisna predvsem od velikosti in oblike lončka /3/. Pri drugačnih izvedbah peči lahko aerodinamični efekt povzroči navidezno povečanje mase, tako da se vzgonski in aerodinamični efekt seštejeta. Izvajanje meritev v vakuumu zniža vzgonski (enačba 2) in aerodinamični efekt, visok tlak pa oba stopnjuje.

### 3 KAJ JE TANKA PLAST?

#### 3. 1 Definicija tanke plasti

Zaenkrat še ni splošno sprejete definicije za pojem **tanka plast**. Po nekaterih razlagah naj bi se izraz nanašal na plast debeline manj od 1 μm, po drugi definiciji pa je pomembnejša od debeline plasti, ki je lahko tudi nekaj μm, tehnika samega nanašanja /1/.

#### 3. 2 Tehnike nanašanja tankih plasti

Glede na naravo tehnike nanašanja tankih plasti delimo v dve skupini, in sicer na fizikalne in kemijske /1/. Fizikalne metode vključujejo naparevanje, naprševanje, lasersko odnašanje (*laser ablation*) in epitaksijo z molekularnimi curki; kemijske pa delimo naprej na nanos iz parne faze ali iz raztopine. Tehniki nanosa iz parne faze sta kemijsko nanašanje iz parne faze (*chemical vapor deposition - CVD*) in njena novejša različica - epitaksija atomske plasti (*atomic layer epitaxy - ALE*). Pri CVD- in ALE-procesu trden ali tekoč prekursor najprej uplinimo, ga nato vodimo do podlage, kjer na njeni površini potečejo reakcije preko zaporedja agregatnih stanj *trdno/tekoče* → plin → trdno.

Tehnike nanašanja iz raztopine so: sol-gel, nanašanje s tehniko potapljanja podlage oziroma vrtenja le-te (*dip- in spin-coating*) ter pršenje, ki mu sledi piroliza (*spray pyrolysis*). Pri tehnikah nanašanja iz raztopine končni produkt v obliki trdne tanke plasti (*solid thin film*) dobimo preko zaporedja *tekočina* → trdno.

### 3. 3 Načini termične analize tankih plasti

Pri termični analizi tankih plasti je ena najtežjih stopenj priprava ustreznega vzorca /4/. Ker termično analizo lahko izvedemo bodisi za tanko plast, ki jo pred meritvijo odstranimo s podlage, ali za tanko plast, ki je med meritvijo še vedno na podlagi, v grobem delimo vzorce tankih plasti za termično analizo v dve skupini /5/:

**1. samostojne tanke plasti** – to so plasti brez podlage (*separated films*), pri čemer je

- material že sam po sebi v obliki tanke plasti (*self-supporting films, substrate-free* oz. *free-standing films*) ali pa
- tanko plast pred merjenjem odstranimo s podlage;

**2. tanke plasti na podlagi** (*supported films*) so lahko nanese na

- planarno podlago
- uprašeno podlago.

#### 3. 3. 1 Klasične metode termične analize tankih plasti

- V primeru samostojnih tankih plasti vzorec pripravimo v praškasti obliki in termično analizo izvedemo na klasičen način. V to skupino spadajo kovinske folije (lističi zlata, aluminijeva folija), tanke plasti amorfne zlitin, ki nastanejo s hitrim ohlajanjem iz tekoče faze, tanke plasti polimerov, v tanki plasti posušeni geli idr.
- Tanke plasti, katerih debelina je večja od mikrometra, mehansko odstranimo s podlage /6/. Zadostno količino vzorca (nekaj mg) dobimo že z majhne površine.

#### 3. 3. 2 Načini ločevanja tanke plasti od podlage

- Kadar je plast zelo tanka (< 100 nm) oziroma je adhezija na podlago močna, je s strganjem le-te težko dobiti dovolj vzorca za analizo. V takih primerih skušamo tanko plast ločiti od podlage z enim od naslednjih načinov:
  - če imata tanka plast in podlaga zelo različen termični razteznostni koeficient (npr. tanka plast keramike na kovini ali nasprotno) in nanašamo plast na podlago iz plinaste faze, jo lahko po končanem nanašanju odstranimo tako, da oboje skupaj na hitro ohladimo. Na plasti nastanejo razpoke, zato se začne luščiti /7/.
  - tanko plast ločimo od podlage z raztapljanjem podlage, npr. aluminijevo folijo raztopimo s HCl /8/. Pri takem načinu tvegamo, da preučevana plast s topilom reagira oziroma da majhna količina topila ostane v tanki plasti.
- Vzorci tankih plasti na uprašeni podlagi preučujemo kot navaden praškast vzorec, saj je zaradi velike specifične površine podlage zagotovljeno dovolj vzorca za klasično termično analizo /9/.

#### 3. 3. 3 Preučevanje tankih plasti na podlagi

Rezultati termične analize tankih plasti in pripadajočih praškastih vzorcev se lahko razlikujejo zaradi sprememb v mikrostrukturi vzorcev, kot so stopnja kris-

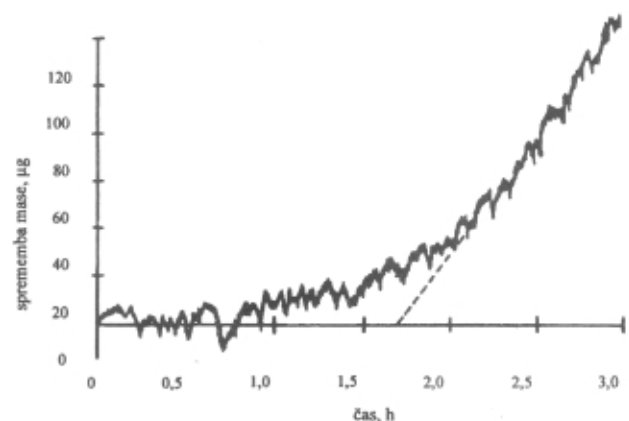
taliničnosti oz. amorfnosti, velikost in orientacija kristalnih zrn, vsebnost točkastih napak, dislokacij in makroskopskih defektov /5, 10/. Temperatura kristalizacije amornega selena je npr. zelo odvisna od priprave vzorca. Przuluski /15/ je na stekleno podlago velikosti 27 x 30 mm neparil 0,01 - 0,05  $\mu\text{m}$  debel termočlen Ni-Cu in ga zaščitil s plastjo  $\text{SiO}_2$ , da je preprečil reakcijo niklja oz. bakra s selenom (shema vezave termočlenov je ponazorjena na sliki 5a). Nato je na eno stran parov termoelementov nanese še selen. Temperatura kristalizacije, ki jo je izmeril v tem primeru, je bila 90 °C. Če pa je isti vzorec postrgal s podlage in termično analizo izvedel na klasičen način, je določil temperaturo kristalizacije 115 °C. Temperatura kristalizacije za praškasti vzorec je bila 135 °C.

Prav tako je s strganjem tanke plasti s podlage večkrat težko dobiti dovolj vzorca za klasično analizo, zato je zeleno, da se termična analiza tankih plasti izvaja tudi alternativno, tako da vzorec ostane na podlagi.

- Večja površina vzorca zagotavlja večjo količino preiskovanega materiala. Klasične TG-aparature so prirejene za analizo majhne količine vzorca (od 10 do 50 mg), zato je premer peči pri teh aparataturah majhen (2 - 3 cm), mikrotehnica omejuje območje mase in termočlen meri temperaturo peči blizu lončka. Za analizo večjih vzorcev je potrebno izdelati primeren instrument. Lieb s sodelavci /11/ je preučeval učinkovitost oksidativne inhibicije nitridnih plasti z *in-situ* termogravimetričnimi meritvami. Nitridna plast preprečuje oksidacijo spodnje plasti silicija, tako da otežuje difuzijo oksidanta. Zakasnitev oksidacije ustreza času, ki je potreben, da se vrhna plast nitrida spremeni v prepustnejši oksid.

Termogravimetrična krivulja, ki prikazuje naraščanje mase ploščice v odvisnosti od časa zaradi oksidacije pri temperaturi 1000 °C, je pri preučevanju tankih plasti zaradi digitalnega in instrumentalnega šuma nazobčana (slika 4).

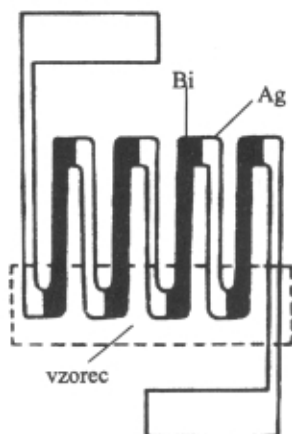
- Termične lastnosti tankih plasti lahko opazujemo s skrbno izvedbo meritev. Če sta vzgonski in aerodinamični efekt velikostno primerljiva z izgubo mase, to onemogoča natančno delo. V nekaterih primerih lahko oba efekta odštejemo tako, da posnamemo ustrezno bazno linijo (tj. prazen lonček oz. lonček, napolnjen s podlago /2/.



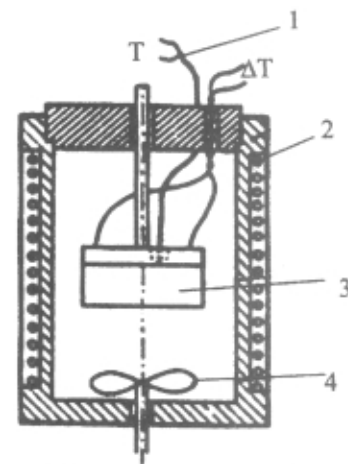
Slika 4: *In-situ* merjenje spremembe mase ploščice silicijevega nitrida v kisikovi atmosferi v odvisnosti od časa /11/.

- Uporaba visokoločljivega TG-instrumenta lahko izboljša ločljivost TG-krivulje do te mere, da dobimo dobre rezultate za tanke plasti na podlagi /12/. Metoda je analogna kvaziizotermni, kar pomeni, da se segrevanje v peči upočasni takoj, ko tehtnica zazna izgubo mase. Ko proces poteče do konca, se segrevanje nadaljuje do naslednje spremembe mase. Pri izotermnem snemanju je potreben temperaturni regulator, ki zagotavlja stabilno temperaturo /13/.
- Za študij kristalizacije amorfni materialov, kjer nas zanima tako temperatura kristalizacije kot njen potek v odvisnosti od časa, uporabljamo več različnih tehnik /14/. Najprimernejša je kalorimetrija, pri kateri merimo sproščen toplotni tok pri pretvorbi iz amorfne v kristalinično stanje med procesom kristalizacije. Vendar je pri tanki plasti količina preučevanega materiala zelo majhna in DSC-metoda večkrat ni dovolj občutljiva, da bi zaznala spremembo. Zadostno občutljivost DSC-tehnike lahko v nekaterih primerih dosežemo tako, da podlago, na kateri je nanosena tanka plast, položimo neposredno na termočlen, tako da se plast dotika termočlena. Zadošča že majhna površina ( $15 \text{ mm}^2$ ) in majhna debelina ( $150 \text{ nm}$ ) vzorca, za referenco pa uporabimo vzorec, ki je bil predhodno staran pri taki temperaturi, da je kristalizacija že potekla. Namesto DSC-metode so včasih dobrodošle meritve električne upornosti (*electrical resistivity measurements* - ERM).
- Standardni DTA- oz. DSC-instrument je prirejen analizi praškastih vzorcev. Kot je bilo že večkrat poudarjeno, so toplotno inducirane spremembe lahko zelo odvisne od oblike vzorca, pri čemer mislimo predvsem na razliko med prahovi (kserogeli) in tankimi plastmi. Uporaba amorfni halkogenidnih polprevodnikov je vezana izključno na tankoplastni nanos, zato je DTA - analizo smiselno izvesti prav za tak tip vzorca. Przulski /15/ je izdelal merilno ploščo v velikosti  $\sim 2 \times 2 \text{ cm}^2$ , ki zagotavlja večjo površino merjenega vzorca. Na borosilikatni stekleni substrat je najprej napolnil termočlene in jih zaščitil s plastjo  $\text{SiO}_2$ . Shema vezave osmih zaporedno vezanih termočlenov podaja slika 5.

Termonapetost na tako pripravljene merilne plošči je bila za par termočlenov  $0,068 \text{ mV/K}$ . Na eno stran



Slika 5: Shema vezave osmih zaporedno vezanih Ag - Bi termočlenov, katerih debelina je približno  $0,5 \mu\text{m}$  /15/.



Slika 6: Merilno ploščo namestimo v peč in merimo generirano termonapetost, ki je posledica porabe oziroma sproščanja toplote v vzorcu.

- 1 - kontrolni termočlen
- 2 - ohišje peči
- 3 - nosilec vzorca
- 4 - mešalo

termočlenov je nato napolnil še preučevani vzorec selena, katerega debelina je bila  $\sim 1,9 \mu\text{m}$ . Merilno ploščo je vstavil v peč (slika 6), ki jo je grel s konstantno hitrostjo. Med segrevanjem je meril nastalo termonapetost v odvisnosti od temperature peči. Iz podatkov je določil temperaturo steklastega prehoda in temperaturo kristalizacije. Opisana metoda ima pred drugimi nekatere prednosti, saj je priprava merilne plošče preprosta in relativno poceni, za izvedbo meritve pa je potreboval majhno količino vzorca ( $\sim 20 \mu\text{g}$ ).

- Večjo površino preiskovanega vzorca lahko dobimo tudi tako, da za podlago izberemo folijo, ki z vzorcem med gretjem ne reagira in se jo lahko zvije. Nanjo nanosimo vzorec in jo nato narežemo ali zvijemo v lonček /16/.

### 3. 3. 4 Posebne tehnike termične analize

- Tanko plast in njene morebitne interakcije s podlago lahko preučujemo tudi z občutljivimi in selektivnimi tehnikami, med katere spada termomagnetometrija /2/. Pri tej tehniki merimo »navidezno« maso, ki je posledica interakcije med vzorcem v peči in zunanjim magnetnim poljem, ki smo ga ustvarili okoli peči. Merjenje »navidezne« mase vključuje tako privlačno kot odbojno silo. Pri praktičnem delu lahko opazujemo le magnetne spremembe feromagnetnih materialov, ker je njihova interakcija z zunanjim magnetnim poljem močna. Tako so s termomagnetometrijo študirali oksidacijo  $75 \text{ nm}$  debele plasti kobalta /2/. Kobalt je feromagnetna kovina. Pri segrevanju v kisikovi atmosferi nastajajo kobaltovi oksidi in feromagnetna kovina se porablja. Majhno povečanje mase tanke plasti, ki je posledica oksidacije kobalta in je s termotehtico ne bi zaznali, lahko ojačimo z močnim zunanjim magnetnim poljem. Na začetku meritve tanka plast kobalta skupaj s podlago tehta  $33,05 \text{ mg}$ . Ko okrog peči ustvarimo magnetno polje, se masa zaradi magnetne interakcije poveča na  $33,80 \text{ mg}$ . Med gretjem vzorca v kisikovi atmosferi se zaradi oksidacije kobalta magnetna interakcija manjša, kar instrument zazna kot spre-

membo mase. Po končani oksidaciji je masa vzorca praktično enaka, kot je bila na začetku brez magnetnega polja, ker je masa tanke plasti kobaltovih oksidov nemerljivo večja od mase kobalta. Občutljivost termomagnetometrije z uporabo močnega magnetnega polja je taka, da lahko spremljamo oksidacijo ene atomske plasti.

- Emanacijska termična analiza je posebej uporabna za študij sprememb v nanostrukturi tankih plasti in prahov. Temelji na sproščanju atomov radioaktivnih inertnih plinov iz trdnega vzorca, ko temperatura vzorca narašča. Pred meritvijo trden vzorec implantiramo z radioaktivnim plinom, tako da med samo sintezo vključimo v trden vzorec  $^{228}\text{Th}$  ali  $^{224}\text{Ra}$  /17/. Plin, ki se med termično obdelavo sprošča, lahko povežemo z razpadom, zgoščevanjem strukture ali faznimi prehodi.
- Visokotemperaturna rentgenska difrakcija (HTXRD) *In-situ* visokotemperaturna rentgenska difrakcija je termoanalitična metoda, pri kateri spremljamo spremembe v kristalni strukturi vzorca, medtem ko ga segrevamo po vnaprej določenem temperaturnem programu /18/. S to metodo direktno merimo difraktograme tankih plasti debeline nekaj deset nm /1/ in opazujemo strukturne spremembe, ki se pojavijo med segrevanjem:
  - izginjanje, nastanek ali spremembo kristalne strukture
  - določitev trdnih kristaliziranih snovi, ki so produkti reakcij
  - iz sprememb parametrov osnovne celice sklepamo na nastanek termičnih raztezkov oz. napetosti
  - razlikujemo med kristalizirano trdno snovjo in talino (opazujemo proces taljenja)
  - opazujemo visokotemperaturne metastabilne faze, ki jih pri *ex-situ* analizi ne moremo detektirati, ker se vzorec že prej ohladi.

Zgornja temperaturna meja teh instrumentov je  $1500^{\circ}\text{C}$ . Slabost te metode je na eni strani dolgotrajnost meritev, na drugi pa nezmožnost opazovanja (in s tem razlikovanja) amorfnih snovi in talin.

### 3.3.5 Termično analizo dopolnimo z *in-situ* meritvami

Velika občutljivost masnega spektrometra omogoča določitev izjemno majhne množine hlapnih produktov, ki nastanejo pri termičnem razpadu (EGA - analiza tankih plasti). Ta metoda omogoča detekcijo ne le plinov, kot so  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{NH}_3$ , ampak tudi elementov (As, Zn, Li,...), kar je posebej uporabno pri raziskavah v industriji polprevodnikov. Komponente, ki rade kon-

denzirajo in jih pri masnem spektrometru z ogreto kapilaro izgubimo, detektiramo tako, da vzorec termično razpade v vakuumu v neposredni bližini ionizacijskega elementa /19/. Pri procesiranju GaAs-polprevodniških naprav so pogosto opazili, da kontakti, ki so jih naparili kot tanke plasti zlata na polprevodno površino galijevega arzenida, ne delujejo. Raziskava MS-EGA (*mass spectroscopy-evolved gas analysis* - detekcija sproščenih plinov z masnim spektrometrom) je pokazala, da je izguba kontakta posledica reakcije polprevodnika z zlatom /20/.

## 4 SKLEP

V prispevku je zbran literaturni pregled termične analize tankih plasti, ki jo lahko izvajamo bodisi za samostojne tanke plasti (tanko plast ločimo od podlage) ali pa za tanke plasti, nanasene na podlago. Ker je slednja tehnika zahtevnejša, je članek osredotočen na to tematiko, predstavljene pa so tudi posebne tehnike termične analize.

## 5 LITERATURA

- /1/ L. Niinistö, J. Thermal Anal. Cal., 56(1999), 7 - 15
- /2/ P. K. Gallagher, J. Thermal. Anal., 38(1992), 17 - 26
- /3/ W. W. Wendlandt: Thermal methods of analysis, Interscience publishers, New York (1964), 20 - 21.
- /4/ M. Leskelä, T. Leskelä, L. Niinistö, J. Thermal. Anal. Cal., 40(1993), 1077 - 1088
- /5/ Y. Sawada, N. Mizutani, Netsu Sokutei 16(1989), 185 - 194, prevod I. Godler
- /6/ P. K. Gallagher, W. R. Sinclair, R. A. Fastnacht, J. P. Luongo, Thermochim. Acta, 8(1974), 141 - 148
- /7/ N. Tohge, A. Matsuda, T. Minami, J. Am. Ceram. Soc., 70(1987), C13 - C15
- /8/ M. Kumeda, H. Komatsu, T. Shimizu, Thin Solid Films, 129(1985), 227 - 230
- /9/ M. Leskelä, P. Eskelinen, M. Ritala, Thermochim. Acta, 214(1993), 19 - 26
- /10/ M. Kawarada, Y. Nishina, Japan. J. Appl. Phys., 16(1977), 1531 - 1539
- /11/ S. Lieb, R. K. MacCrone, J. Theimer, E. W. Maby, J. Mater. Res., 1(1986), 792 - 796
- /12/ P. S. Gill, S. R. Sauerbrunn, B. S. Crowe, J. Thermal. Anal. 38(1992), 255 - 266
- /13/ P. K. Gallagher, W. R. Sinclair, D. D. Bacon, G. W. Kammlott, J. Electrochem. Soc., 130(1983), 2054 - 2056
- /14/ F. Nava, G. Ottaviani, G. Riontino, Materials Letters, 3(1985), 311 - 313
- /15/ J. Przulski, J. Plochanski, W. Bujwan, J. Thermal. Anal., 21(1981), 235 - 238
- /16/ S. Hackwood, G. Beni, P. K. Gallagher, Solid State Ionics, 2(1981), 297 - 299
- /17/ V. Balek, Thermochim. Acta, 22(1978), 1 - 156
- /18/ T. Leskelä, Thermoanalytical techniques in the study of inorganic materials, Dissertation, Helsinki (1996), 22 - 40
- /19/ P. K. Gallagher, Thermochim. Acta, 82(1984), 325 - 334
- /20/ E. Kinsbron, P. K. Gallagher, A. T. English, Solid State Electron., 22(1979), 517