

ОПТИКА И СПЕКТРОСКОПИЯ

УДК 620.179.13

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ИЗМЕРЕНИЯ ТОЛЩИНЫ И ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТИ ПЛЕНОК ТЕРМОВОЛНОВЫМ МЕТОДОМ

А. А. Карабутов, В. В. Клевицкий, А. П. Кубышкин, В. Я. Панченко

(Международный лазерный центр МГУ;

Научно-исследовательский центр по технологическим лазерам)

Теоретически исследуется задача бесконтактного определения теплофизических характеристик тонкого слоя с помощью лазерно-индуцированных тепловых волн. Конечность диаметра лазерного пучка позволяет находить толщину слоя и его температуропроводность независимо друг от друга. Анализируются импульсный и непрерывный режимы возбуждения тепловой волны, обсуждается вопрос о выборе оптимального режима в зависимости от характеристик исследуемого образца.

Введение

Лазерное возбуждение тепловых волн является эффективным средством дистанционного неразрушающего контроля и диагностики материалов [1, 2], в том числе тонких пленок [3–6]. Традиционный вариант термоволнового метода, однако, позволяет находить лишь комбинацию толщины и температуропроводности образца, тогда как зачастую требуется определять их раздельно. Сделать это возможно при исследовании диффузии тепла не только вглубь, но и вдоль поверхности [7, 8], учитывая при этом конечный диаметр лазерного пучка.

Лазерное возбуждение тепловых волн возможно в двух основных режимах — непрерывном и импульсном [6, 8–11], каждый из которых имеет свою область применимости. Как будет показано ниже, непрерывный режим возбуждения тепловых волн предпочтителен при регистрации температуры фронтальной, а импульсный — тыльной стороны слоя. Эти режимы рассматриваются отдельно.

Импульсное возбуждение тепловых волн

Пусть лазерный импульс (длительность τ_L , диаметр пучка $2a$), падает на поверхность бесконечного слоя толщины h . Используем приближение поверхностного поглощения лазерного излучения и пренебрегаем теплообменом слоя с окружающим пространством с обеих сторон. Форму лазерного пучка считаем гауссовой. Цилиндрически-симметричное уравнение теплопроводности для слоя и граничные условия имеют вид

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \chi \Delta T + \frac{I_0 \delta(z) f(t)}{\rho_0 c_p} \exp(-r^2/a^2), \quad (1)$$

$$\left. \frac{\partial T}{\partial z} \right|_{z=0} = \left. \frac{\partial T}{\partial z} \right|_{z=h} = 0, \quad (2)$$

где $\chi = \kappa/\rho_0 c_p$ — температуропроводность слоя, κ , ρ_0 , c_p — его теплопроводность, плотность и удельная теплоемкость, $\delta(z)$ — дельта-функция. Возбуждающий лазерный импульс интенсивности I_0 считаем коротким:

$f(t) = \tau_L \delta(t)$. Существуют два временных масштаба, характеризующих нагрев слоя. Первый соответствует интервалу установления температурного поля по глубине образца: $\tau_1 \sim h^2/\chi$, второй определяется спаданием температурного поля из-за поперечной диффузии тепла: $\tau_2 \sim a^2/\chi$. В эксперименте целесообразно измерять температуру тыльной стороны слоя, так как нагрев фронтальной стороны происходит слишком быстро — за время порядка длительности лазерного импульса. При достаточно коротком лазерном импульсе ($\tau_L \ll \tau_1$) температура в «эпицентре» на тыльной стороне образца возрастает до максимального значения в течение времени порядка τ_1 после лазерного импульса, а затем спадает в течение времени порядка τ_2 (см., напр., [6, 7]). При использовании узкофокусированного приемника (с радиусом чувствительной области $r_d \ll a$, например, в методе ИК-радиометрии) регистрируется именно температура в эпицентре ($r_\perp = 0$), а не интегральный вклад по всему лазерному пятну (как, например, при использовании фотоакустической ячейки). Решение задачи (1), (2) для температуры в эпицентре тыльной ($z = h$) стороны слоя может быть записано в виде

$$T(t) = \frac{E_0}{\rho_0 c_p h} \cdot \left\{ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp[-(\pi n)^2 \theta] \right\} \cdot \frac{1}{1 + \theta/m}, \quad (3)$$

где $E_0 = I_0 \tau_L$ — плотность энергии лазерного импульса, $\theta = \chi t/h^2$ — безразмерное время, а

$$m = a^2/4h^2 \quad (4)$$

— безразмерный параметр подобия, характеризующий, в частности, отношение скоростей диффузии тепла в глубь слоя и поперек пучка.

Широкому лазерному пучку ($a \gg h$) соответствуют условия $m \rightarrow \infty$ и $\tau_1 \ll \tau_2$. В этом случае время нарастания температуры определяется только диффузией тепла в глубь слоя, а время ее спада — только диффузией поперек. Максимум температуры $\Delta T_{\max} \approx E_0/\rho_0 c_p h$ достигается в момент времени $t_m \approx 0, 2h^2/\chi$ после

лазерного импульса, а половина максимума — в момент

$$t_1 \approx 0,14h^2/\chi. \quad (5)$$

Отсюда, измеряя температуру с высоким временным разрешением и зная температуропроводность слоя, можно определить его толщину.

При диффузии тепла в поперечном направлении температура в эпицентре гауссова пучка спадает (при $t \gg t_1$) по закону

$$T(t) = \frac{E_0}{\rho_0 c_p h} \cdot \frac{1}{1 + 4\chi t/a^2}, \quad (6)$$

проходя через половину максимума в момент времени

$$t_2 = a^2/4\chi. \quad (7)$$

По экспериментально измеренному t_2 при известном радиусе лазерного пучка температуропроводность образца определяется независимо от его толщины. После этого толщина образца определяется из соотношения (5).

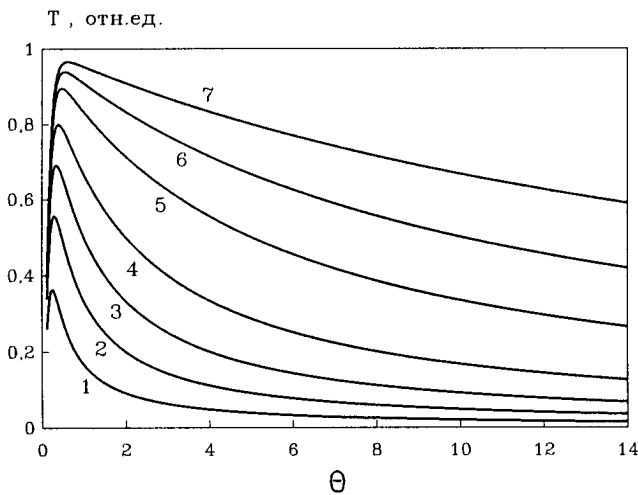


Рис. 1. Зависимость температуры тыльной стороны слоя от времени для различных значений параметра подобия m : $m = 0,2$ (1); $0,5$ (2); 1 (3); 2 (4); 5 (5); 10 (6) и 20 (7)

Для произвольного радиуса пучка необходимо учитывать конечность безразмерного параметра подобия m (4). Зависимость температуры в эпицентре от времени рассчитывалась численно по формуле (3) для различных m в диапазоне $1 \div 100$ (для некоторых значений m эти кривые приведены на рис. 1). Согласно численным расчетам, отношение t_2/t_1 с ростом параметра m растет практически линейно в широком диапазоне m (рис. 2, кривая 1) и может быть аппроксимировано с точностью не хуже 1%:

$$t_2/t_1 = 7,142m - 3,1/\sqrt{m} + 11,95. \quad (8)$$

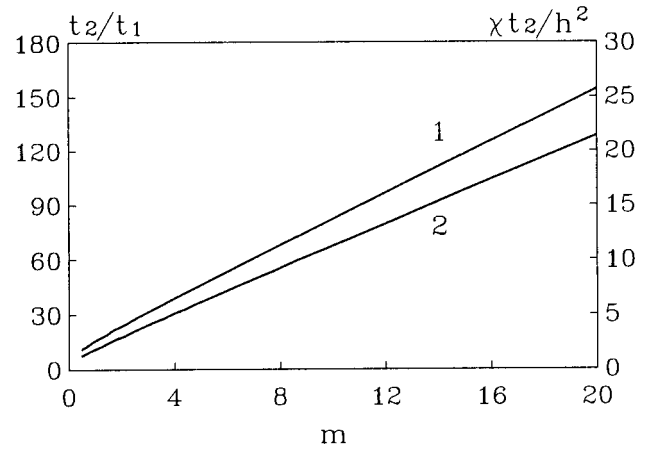


Рис. 2. Зависимость от параметра подобия m отношения времени спада температуры ко времени ее нарастания (1) и нормированного времени спада температуры (2)

Измеряя это отношение, можно определить m и затем по формуле (4) при известном радиусе пучка непосредственно вычислить толщину образца. Зависимость безразмерного времени $\theta_2 = \chi t_2/h^2$ от m (рис. 2, кривая 2) также может быть аппроксимирована на основании численных расчетов с точностью не хуже 1%:

$$\theta_2 = 0,955m + 0,395\sqrt{m} - 0,53. \quad (9)$$

Это позволяет найти локальную температуропроводность слоя χ .

Обсудим условия применимости полученных результатов. Основными приближениями являются малая длительность лазерного импульса и поверхностное поглощение света, а также точечная регистрация температуры в эпицентре.

Главным источником погрешности в определении χ и h слоя будет, видимо, погрешность измерения диаметра лазерного пучка a , что практически ограничивает точность измерений на уровне порядка $3 \div 5\%$. Кроме этого, в соответствии с (5) допустимая погрешность Δh измерения толщины слоя определяется погрешностью Δt_1 измерения времени t_1 . Длительность лазерного импульса в свою очередь не должна превышать Δt_1 . Отсюда следует ограничение

$$\tau_L \leq 0,3h\Delta h/\chi, \quad (10)$$

которое вполне может быть реализовано на практике. Так, например, если $h \sim 10^{-4}$ м, $\Delta h \sim 3 \cdot 10^{-6}$ м, $\chi \sim 0,1$ см²/с, то лазерный импульс должен быть короче, чем 10 мкс.

Формула (3) получена в приближении $\alpha \rightarrow \infty$, где α — коэффициент поглощения лазерного излучения. Это приближение справедливо, если глубина проникновения лазерного излучения в слой меньше глубины диффузии тепла за время лазерного импульса τ_L , которое оценивалось в (10). Отсюда следует требование

$$\alpha > (2/h)\sqrt{h/\Delta h}. \quad (11)$$

Так, для $h \sim 10^{-4}$ м, $\Delta h \sim 3 \cdot 10^{-6}$ м требуется $\alpha > 10^5$ м⁻¹.

Оптимальным в эксперименте является диапазон $m \sim (0,5 \div 20)$, что соответствует диаметру лазерного пучка $a \sim (1 \div 10)h$. (Как видно из рис.1, при более узком пучке падает амплитуда термоволнового отклика, а при более широком время спада сигнала слишком сильно превышает время его нарастания, что приводит к уменьшению точности определения m .) Энергия лазерного импульса, необходимая для достаточного нагрева при таком диаметре пучка, составляет

$$E = \rho_0 c_p h \Delta T_{\max} \pi a^2. \quad (12)$$

Принимая, что минимально обнаружимое в эксперименте изменение температуры $\Delta T_{\min} \sim 0,05$ К, и считая, что динамический диапазон ее измерения должен составлять не менее 40 дБ, получим $\Delta T_{\max} \sim 5$ К, и для $h \sim 10^{-4}$ м, $a \sim 10^{-3}$ м энергия лазерного импульса должна быть не менее $E \sim 10$ мДж.

Приведенные выше результаты относятся к случаю узкофокусированного (точечного) приемника тепловых волн. Это справедливо, если радиус чувствительной области приемника $r_d < a$, что вполне достижимо, например в методе ИК-радиометрии.

Непрерывное возбуждение тепловых волн

Пусть непрерывное лазерное излучение интенсивности I_0 с диаметром гауссова пучка $2a$, промодулированное синусоидально с частотой ω , падает на поверхность бесконечного слоя толщины h . Поглощение лазерного излучения считаем поверхностным и пренебрегаем теплообменом слоя с окружающим пространством с обеих сторон. Задача теплопроводности (1), (2) при $f(t) = \sin \omega t$ решается спектральным методом с помощью преобразования Фурье по времени и поперечной координате r_{\perp} , которое приводит к уравнению для комплексной пространственно-временной гармоники температуры \tilde{T} . В указанных приближениях его решение на фронтальной стороне слоя (при $z = 0$) имеет вид

$$\tilde{T}(\omega, z = 0, k_{\perp}) = \frac{I_0 \pi a^2}{\rho_0 c_p \chi} \cdot \frac{e^{-k_{\perp}^2 a^2 / 4} \tilde{f}(\omega)}{\sqrt{k_{\perp}^2 - i\omega/\chi}} \times \frac{1}{\text{th} \left(h \sqrt{k_{\perp}^2 - i\omega/\chi} \right)}, \quad (13)$$

где k_{\perp} — пространственный волновой вектор в поперечном направлении, $\tilde{f}(\omega)$ — фурье-образ временной зависимости мощности лазерного излучения.

Для определения частотной зависимости температуры в эпицентре (при $r_{\perp} = 0$) необходимо совершить обратное преобразование Ханкеля:

$$T(\omega, z, r_{\perp}) = 2\pi \int_0^{\infty} k_{\perp} dk_{\perp} \tilde{T}(\omega, z, k_{\perp}) J_0(k_{\perp} r_{\perp}). \quad (14)$$

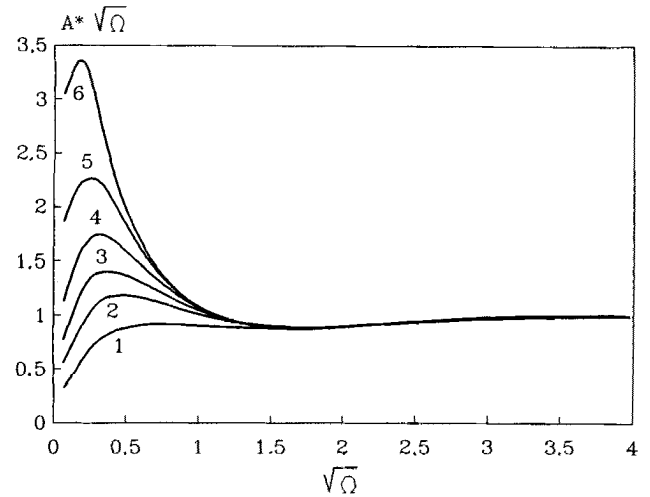


Рис. 3. Зависимость нормированной амплитуды от нормированной частоты для различных значений параметра подобия m : $m = 0,5$ (1); 1 (2); 2 (3); 5 (4); 10 (5) и 20 (6)

Амплитуда и фаза комплексного интеграла (14) для температуры (13) вычисляются численно. Как известно, для полубесконечного образца при поверхностном поглощении света амплитуда гармоник температуры поверхности убывает обратно пропорционально квадратному корню из частоты: $A \sim 1/\sqrt{\Omega}$, где нормированная частота

$$\Omega = \omega h^2 / \chi. \quad (15)$$

Поэтому целесообразно исследовать зависимость нормированной амплитуды $A\sqrt{\Omega}$ от $\sqrt{\Omega}$. На рис.3 приведен график этой зависимости для различных значений параметра подобия $m = a^2/4h^2$. При $\omega \rightarrow \infty$ нормированная амплитуда стремится к единице независимо от m , так как длина затухания тепловой волны на высоких частотах становится значительно меньше толщины слоя, и работает модель полубесконечного образца. В области низких частот кривые $A\sqrt{\Omega}$ существенно различаются при различных m . С ростом m максимум нормированной амплитуды растет (рис.4, кривая 1), а нормированная частота, при которой он достигается, убывает (рис.4, кривая 2). Аппроксимации, построенные на основании численных расчетов

$$(A\sqrt{\Omega})_{\max} = 0,86 m^{0,468}, \quad (16)$$

$$(\sqrt{\Omega})_{\max} = 0,61 m^{-0,468}, \quad (17)$$

позволяют определить m экспериментально с точностью до 3–5%.

По измеренной в эксперименте амплитудно-частотной зависимости $A = A(\omega)$ строится зависимость $A\sqrt{\omega}$ от $\sqrt{\omega}$. Чтобы избежать учета амплитудных коэффициентов в формуле (13), нормированная на $1/\sqrt{\omega}$ амплитуда нормируется также на ее асимптотическое значение при $\omega \rightarrow \infty$. Тогда максимум $A\sqrt{\omega}$ позволяет определить параметр m (рис.4, кривая 1). По найденному m при известном диаметре лазерного пучка a из (4) определяется толщина слоя h . Далее, зная частоту ω достижения максимума в эксперименте и нормированную частоту Ω для известного m ((15); рис.4, кривая 2), можно найти теплопроводность слоя χ из (15).

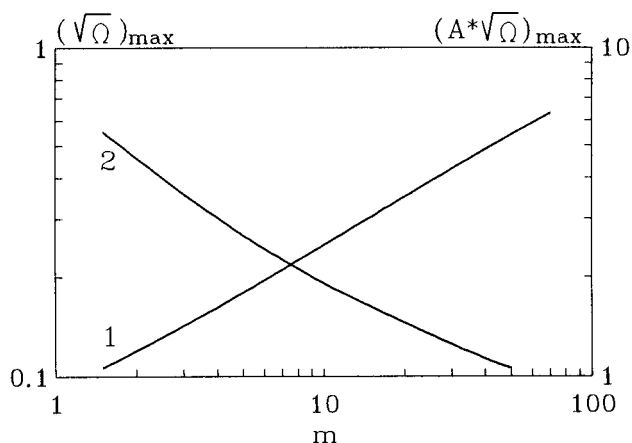


Рис. 4. Зависимость от параметра подобия m максимума нормированной амплитуды (1) и частоты, на которой достигается максимум нормированной амплитуды (2)

При регистрации температуры с тыльной стороны слоя использование непрерывного режима нецелесообразно. Это связано с тем, что амплитуда высокочастотных гармоник температуры на тыльной стороне стремится к нулю при $\omega \rightarrow \infty$ (ввиду сильного затухания высокочастотных тепловых волн); следовательно, нормировка амплитуды в эксперименте на ее значение при $\omega \rightarrow \infty$ не представляется возможной.

Обсудим условия применимости полученных результатов. При использовании непрерывного режима основной проблемой является измерение амплитудно-частотной зависимости в широком диапазоне частот модуляции.

Верхняя граница определяется асимптотическим поведением амплитудно-частотной зависимости при $\omega \rightarrow \infty$. На частоте, при которой эта зависимость выходит на горизонтальный участок ($\sqrt{\Omega} \sim 3$), термоволновой сигнал должен быть еще достаточно велик для регистрации. Принимая, что предельно возможная частота составляет 1–2 кГц, для хорошо теплопроводящих материалов ($\chi \sim 0,1 \text{ см}^2/\text{с}$) получим ограничение для толщины слоя: $h \geq 100 \text{ мкм}$. При меньшей теплопроводности образца ($\chi \sim 0,01 \text{ см}^2/\text{с}$) можно работать и с более тонкими слоями ($h \geq 30 \text{ мкм}$).

Нижняя граница определяется минимально реализуемой частотой модуляции оптического прерывателя: частота достижения максимума нормированной амплитуды не должна быть ниже этого значения. Согласно (14), для хорошо теплопроводящих материалов ($\chi \sim 0,1 \text{ см}^2/\text{с}$) при радиусе лазерного пучка $a \sim 50 \text{ мкм}$ данная частота порядка 1 кГц, при $a \sim 300 \text{ мкм}$ — порядка 30 Гц. При меньшей теплопроводности ($\chi \sim 0,01 \text{ см}^2/\text{с}$) — 100 и 3 Гц соответственно. Таким образом, в случае слабо теплопроводящих материалов нецелесообразно использовать широкие пучки, так как при этом частота достижения максимума становится

слишком низкой. С другой стороны, при слишком узком пучке (при малых m) амплитуда температуры в эпицентре мала (рис. 3) из-за сильной диффузии тепла поперек пучка. Оптимальным является диапазон $m \sim (3 \div 50)$, что соответствует диаметру лазерного пучка $a \sim (3 \div 15)h$. Мощность лазерного излучения, необходимая для достаточного нагрева образца, составляет

$$P = \rho_0 c_p \chi \cdot 2\pi h \Delta T_{\max} \quad (18)$$

и для $\Delta T_{\max} \sim 5 \text{ К}$, $h \sim 10^{-4} \text{ м}$, $\chi \sim 10^{-1} \text{ см}^2/\text{с}$ имеет порядок 0,1 Вт.

Как и для импульсного режима, наибольшую погрешность в определении толщины и теплопроводности слоя будет вносить погрешность измерения диаметра лазерного пучка a , ограничивающая точность измерений на уровне порядка $3 \div 5\%$.

Заключение

Предложенная модификация термоволнового метода, учитывающая конечный диаметр лазерного пучка, позволяет независимо определять толщину и теплопроводность тонкого слоя как в импульсном, так и в непрерывном режиме возбуждения тепловой волны. При этом для регистрации температуры тыльной стороны слоя предпочтительно использовать импульсный, а для фронтальной — непрерывный режим. Метод является бесконтактным и позволяет диагностировать характеристики покрытий в диапазоне толщин $10 \div 500 \text{ мкм}$.

Литература

1. Busse G. // Physical Acoustics / Ed. by W. Mason. N. Y., 1988. V. 18. P. 403.
2. Progress in Photothermal and Photoacoustic Sciences and Technology / Ed. by A. Mandelis. L.; N. Y., 1991. V. 1.
3. Резников А. В., Чердиченко О. Б. // Изв. РАН, сер. физ. 1992. **56**, № 5. С. 213.
4. Lau S. K., Almond D. P., Patel P. M. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1991. **24**. P. 428.
5. Zhang B., Imhof B. E., Hartel W. // J. de Physique. 1994. V. 4, Colloque № 7, Suppl. jr III, N 7. P. 643.
6. Коробов А. И., Одина Н. И., Кокшайский И. Н., Жданова Н. В. // Измерит. техника. 1996. № 4. С. 48.
7. Бойченко В. Л., Карабутов А. А., Лукьяненко Е. А., Шелемин Е. Б. Метод измерения толщины слоя: Патент СССР 1779922 А1.
8. Mattias E., Grunbeck H. et al. // 7th Int. Topical Meeting on Photoacoustic and Photothermal Phenomena / Ed. by D. Bicanic. Doorwerth, Netherlands, 1991.
9. Leung W. P., Tam A. C. // J. Appl. Phys. 1984. **56**, № 1. P. 153.
10. Tam A. C. // Infrared Phys. 1985. **25**, № 1/2. P. 305.
11. Cho K., Davis C. C. // IEEE J. Quant. Electron. 1989. **25**, № 5. P. 1112.

Поступила в редакцию
06.12.96