ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ 1996
Seria: MATEMATYKA-FIZYKA z. 73 Nr kol. 1284

Jerzy BODZENTA, Roman BUKOWSKI, Zygmunt KLESZCZEWSKI, Jacek MAZUR, Barbara PUSTELNY

ZASTOSOWANIE FAL TERMICZNYCH W BADANIACH CIAŁ STAŁYCH

Streszczenie. W artykule opisano prace związane z pomiarowym zastosowaniem fal termicznych, prowadzone w Laboratorium Zastosowań Fal Termicznych Instytutu Fizyki. Przedstawiono opis teoretyczny fal termicznych i detekcji na soczewce cieplnej, analizę numeryczną i wyniki eksperymentalne. Wskazano dalsze kierunki badań.

THERMAL WAVE APPLICATION IN SOLID STATE INVESTIGATION

Summary. Works, connected with measuring applications of thermal waves, which are carried out in Thermal Wave Applications Laboratory of Institute of Physics, are described.Theoretical description of thermal lens detection, numerical analysis and experimental results are presented. Directions of further investigations are shown.

ПРИМЕНЕНИЕ ТЕПЛОВЫХ ВОЛН ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

Резюме. В статьи описаны работы по использованию тепловых волн в измерениях, проводимые в Лаборатории Применений Тепловых Волн Института Физики. Представлено теоретическое описание тепловых волн и детекции на тепловой линзе, числовой анализ и результаты эксперимента. Указаны направления дальнейших исследований.

1. Wstęp

Fototermiczne metody pomiarowe są obecnie szeroko stosowane w badaniach naukowych. Daje się również zaobserwować duże zainteresowanie ich wykorzystaniem na skalę techniczną. Rosnąca popularność metod fototermicznych jest związana z tym, że stanowią one uzupełnienie metod stosowanych tradycyjnie. Pozwalają uzyskać informacje o lokalnych własnościach cieplnych materiałów, co tradycyjnymi metodami (optycznymi, elektrycznymi, akustycznymi, itd.) jest niemożliwe. Zmiana własności cieplnych może być powiązana ze zmianami innych parametrów fizycznych próbek, co daje możliwość badania wpływu procesów technologicznych na własności materiałów. W niektórych przypadkach metody fototermiczne są znacznie czulsze od innych znanych technik pomiarowych, bądź też są jedynymi znanymi metodami uzyskania określonych informacji o próbce. Dodatkową zaletą fototermicznych metod pomiarowych jest ich nieniszczący charakter. Większość stosowanych technik zapewnia również bezkontaktowość pomiaru. Obecnie podstawowym problemem naukowym związanym z fototermicznymi metodami pomiarowymi jest właściwa interpretacja wyników eksperymentalnych. Oddzielną grupę zagadnień stanowi opracowanie nowych metod, ukierunkowanych na pomiar konkretnych parametrów materiałów.

W Zakładzie Akustyki Ciała Stałego od czterech lat istnieje Laboratorium Zastosowań Fal Termicznych, które zajmuje się powyższą tematyką. Prowadzone są w nim prace teoretyczne, dotyczące opisu powstawania sygnału w fototermicznych metodach pomiarowych, jak również prace doświadczalne. Prace te są obecnie finansowane z grantu 2 P302 084 06, przyznanego przez Komitet Badań Naukowych.

W niniejszej pracy przedstawiono podstawy teoretyczne fototermicznych metod pomiarowych oraz zaprezentowano wyniki dotychczasowych badań prowadzonych w Laboratorium.

2. Teoria

W metodach fototermicznych modulowana wiązka światła pada na próbkę i jest w niej częściowo pochłaniana. W wyniku procesów relaksacyjnych część pochłoniętej energii zmienia się w ciepło. W próbce pojawia się niestacjonarny rozkład temperatury. To niestacjonarne pole temperatury może być opisywane przez „fale termiczne". Rozchodzenie się fal termicznych w materiale jest zależne od jego własności. Mierząc lokalną temperaturę próbki lub wielkości z nią związane uzyskuje się informacje o lokalnych własnościach cieplnych materiałów.

Opis teoretyczny związany z fototermicznymi metodami pomiarowymi można podzielić na dwie części. Pierwsza jest związana z opisem nierównowagowego pola temperatury, generowanego modulowaną wiązką światła. Druga zależy od metody detekcji sygnału użytecznego i daje związek między sygnałem mierzonym i nierównowagowym rozkładem temperatury. W prowadzonych badaniach eksperymentalnych stosuje się detekcję sygnału, wykorzystującą ugięcie wiązki światła na soczewce cieplnej. Dlatego też zamieszczona poniżej analiza teoretyczna dotyczy właśnie tej metody detekcji.

2.1. Opis pola temperatury

W przypadku ogólnym rozkład temperatury w ośrodku opisuje równanie Fouriera-Kirchhoffa [1]

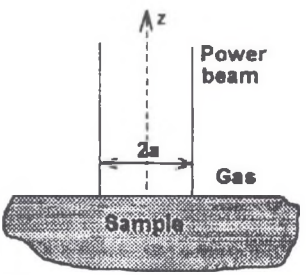
$$\vec{\nabla}[\kappa(\vec{r};t)\vec{\nabla}T(\vec{r};t)] = \rho(\vec{r};t)c_p(\vec{r};t)\frac{\partial T(\vec{r};t)}{\partial t} - Q(\vec{r};t), \tag{1}$$

gdzie: λ — współczynnik przewodnictwa cieplnego, ρ — gęstość ośrodka, c_p — ciepło właściwe, Q — gęstość objętościowych źródeł ciepła, t — czas, $\vec{r} = [x, y, z]$ — wektor położenia i współrzędne punktów w ośrodku.

Równanie powyższe można znacznie uprościć, jeżeli przyjąć, że ośrodek jest jednorodny i izotropowy. W tym przypadku otrzymujemy

$$\vec{\nabla}^2 T(\vec{r};t) = \frac{1}{\beta}\frac{\partial T(\vec{r};t)}{\partial t} - \frac{1}{\kappa}Q(\vec{r};t), \tag{2}$$

gdzie $\beta = \frac{\kappa}{\rho c_p}$ — dyfuzyjność cieplna ośrodka. W badaniach fototermicznych mamy do czynienia zawsze przynajmniej z dwoma ośrodkami — próbką i otaczającym ją ośrodkiem (zazwyczaj gazem) — rys. 1.



Rys. 1. Geometria eksperymentu
Fig. 1. Geometry of experiment

Niech próbka zajmuje półprzestrzeń $z \leqslant 0$. Jeżeli założymy, że fale termiczne są wzbudzone modulowaną wiązką laserową, pochłanianą tylko w próbce, to gęstość objętościo-

wych źródeł ciepła możemy zapisać następująco [2]

$$Q(\vec{r};t) = \frac{1}{2}\frac{P_0\alpha}{\pi a^2}e^{\alpha z}e^{-(\frac{r}{a})^2}e^{i\omega t} + c.c., \tag{3}$$

gdzie α — współczynnik pochłaniania światła, P_0 — moc wiązki, a — promień gaussowski wiązki laserowej.

W opisywanym przypadku rozkład temperatur można zapisać za pomocą układu równań:

$$\begin{aligned} \vec{\nabla}^2 T_g(\vec{r};t) - \frac{1}{\beta_g}\frac{\partial T_g}{\partial t} &= 0, \\ \vec{\nabla}^2 T_s(\vec{r};t) - \frac{1}{\beta_s}\frac{\partial T_s}{\partial t} &= -\frac{1}{\kappa}Q(\vec{r};t), \end{aligned} \tag{4}$$

gdzie indeksy g i s oznaczają odpowiednio próbkę i gaz.

Dodatkowo musi być spełniony warunek ciągłości temperatury i gęstości strumienia ciepła na granicy ośrodków

$$\begin{aligned} T_g\Big|_{z=0} &= T_s\Big|_{z=0}, \\ \kappa_g\frac{\partial T_g}{\partial z}\Big|_{z=0} &= \kappa_s\frac{\partial T_s}{\partial z}\Big|_{z=0}. \end{aligned} \tag{5}$$

Ogólna postać rozwiązania powyższych równań jest skomplikowana. Okazuje się również, że szczegółowa analiza pola temperatury w niektórych przypadkach nie jest konieczna.

Aby przeanalizować podstawowe własności otrzymywanych rozwiązań, rozpatrzmy najprostszy przypadek. Niech natężenie światła w przekroju wiązki jest stałe ($a \to \infty$). Wówczas równanie Fouriera dla próbki przyjmuje postać [3]

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{1}{\beta}\frac{\partial T}{\partial t} = 0, \tag{6}$$

z warunkiem brzegowym

$$T(z=0;t) = \bar{T}_0 + \Delta T_0 e^{i\omega t}, \tag{7}$$

gdzie $\bar{T}_0$ — średnia temperatura powierzchni, ΔT_0 — amplituda zmian temperatury, ω — częstotliwość modulacji światła.

Rozwiązanie równania (6) z warunkiem brzegowym (7) ma postać

$$T(z;t) = \bar{T}_{z0} + \Delta T_0 e^{-\frac{z}{\mu}}e^{i(\omega t - \frac{z}{\mu})}, \tag{8}$$

gdzie T_{z0} — średnia temperatura w punkcie z oraz $\mu = \sqrt{\frac{2\beta}{\omega}}$ — droga dyfuzji termicznej. Drugi człon w rozwiązaniu, opisujący niestacjonarny rozkład temperatury w ośrodku,

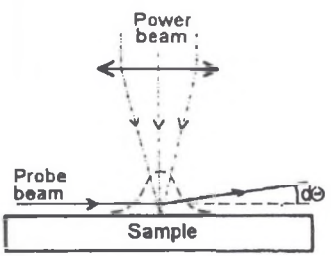
opisuje właśnie tzw. falę termiczną. Z zapisanego rozwiązania wynikają pewne podstawowe własności fal termicznych. Fale termiczne są falami silnie tłumionymi. Ich współczynnik tłumienia jest równy liczbie falowej. Oznacza to, że zanikają one na drodze porównywalnej z długością fali. Długość fal termicznych i ich prędkość zależą od częstotliwości (fale termiczne charakteryzuje silna dyspersja). Dla długości fal mamy

$$\lambda = \frac{2\pi}{k} = 2\pi\mu = 2\pi\sqrt{\frac{2\beta}{\omega}}. \tag{9}$$

Zmieniając częstotliwość modulacji można zmieniać głębokość wnikania zaburzenia w próbkę. Umożliwia to analizę profili głębokościowych własności cieplnych materiału.

2.2. Ugięcie wiązki światła na soczewce cieplnej

Przejdźmy teraz do opisu metody detekcji. Ideę metody ilustruje rys. 2.



Rys. 2. Detekcja na soczewce cieplnej
Fig. 2. Thermal lens detection

Nierównowagowy rozkład temperatury w gazie nad próbką powoduje lokalne zmiany współczynnika załamania. Wytworzony w ten sposób obszar przestrzennego, nierównowagowego rozkładu współczynnika załamania jest nazywany soczewką cieplną. Promień światła w wyniku przejścia przez soczewkę cieplną jest uginany. Kąt ugięcia określa wzór [4]

$$\vec{\phi} \approx -\int_l \frac{1}{n}\frac{dn}{dT}\vec{\nabla}T_g \times d\vec{l}, \tag{10}$$

gdzie n jest współczynnikiem załamania otaczającego ośrodka gazowego (powietrze), a całkowanie odbywa się po drodze promienia.

Jako że zmiany temperatury są małe, zależność powyższą można przepisać w postaci

$$\vec{\phi} \approx -\frac{1}{n}\frac{dn}{dT}\int_l \vec{\nabla}T_g \times d\vec{l}. \tag{11}$$

Rozkładając wektor $\vec{\phi}$ na składowe otrzymujemy kąty odchylania wiązki sondującej w kierunku normalnym ϕ_n i stycznym ϕ_t do powierzchni próbki

$$\phi_n \approx -\frac{1}{n}\frac{dn}{dT}\int_{-\infty}^{\infty}\frac{\partial T_g}{\partial z}dx, \tag{12}$$

$$\phi_t \approx \frac{1}{n}\frac{dn}{dT}\int_{-\infty}^{\infty}\frac{\partial T_g}{\partial y}dx. \tag{13}$$

Ze względu na niezależność zmiennych x i y, z można zamienić kolejność całkowania i różniczkowania. Doprowadza to do zmodyfikowanej zależności

$$\phi_{n,t}(y,z;t) = \pm\frac{1}{n}\frac{dn}{dT}\frac{\partial}{\partial\xi}\int_{-\infty}^{\infty}T_g(x,y,z;t)dx; \qquad \xi = y,z. \tag{14}$$

Jak widać, problem wyznaczenia odchylenia wiązki sondującej sprowadza się do wyznaczenia funkcji

$$\Theta_g(y,z;t) = \int_{-\infty}^{\infty}T_g(x,y,z;t)dx. \tag{15}$$

Można zauważyć, że funkcja $\Theta_g(y,z;t)$ jest *zerową składową fourierowską* funkcji $T_g(x,y,z;t)$ względem zmiennej x. Spostrzeżenie to pozwala sprowadzić problem związany z wyznaczeniem pola temperatury z trzech wymiarów do dwóch. Wtedy równania (4) i warunki brzegowe (5) przyjmują, po częściowej przestrzennej transformacji Fouriera, postać

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial z^2} - k_2^2 - \frac{i\omega}{\beta_g}\right)\hat{\Theta}_g(k_2,k_3;\omega) = 0, \tag{16}$$

$$\left(-k_3^2 - k_2^2 - \frac{i\omega}{\beta_s}\right)\hat{\Theta}_s(k_2,k_3;\omega) = -\frac{P_0\alpha e^{-(\frac{ak_2}{2})^2}}{2(\alpha+ik_3)}, \tag{17}$$

$$\Theta_g(y,z)\Big|_{z=0} = \Theta_s(y,z)\Big|_{z=0}, \tag{18}$$

$$\kappa_g\frac{\partial\Theta_g(y,z)}{\partial z}\Big|_{z=0} = \kappa_s\frac{\partial\Theta_s(y,z)}{\partial z}\Big|_{z=0}, \tag{19}$$

gdzie k_2, k_3 — zmienne fourierowskie odpowiadające zmiennym przestrzennym y i z.

W powyższych równaniach zależność od czasu została zastąpiona zależnością od częstotliwości, poprzez zastosowanie transformaty Fouriera i pozostawienie jednej częstotliwości (równej częstotliwości modulacji). W eksperymencie mierzona jest tylko składowa sygnału o częstości modulacji ω.

Rozwiązanie równania (16) można przyjąć w postaci

$$\tilde{\Theta}_g(k_2, z; \omega) = A_g(k_2; \omega)e^{-\delta_g z} + B_g(k_2; \omega)e^{\delta_g z}, \tag{20}$$

gdzie $\delta_g^2 = k_2^2 + \frac{i\omega}{\beta_g}$, a ze względów fizycznych wybrano $B_g = 0$ i $\mathrm{Re}\delta_g \geqslant 0$.

Natomiast rozwiązanie równania (17) przyjmuje bardziej skomplikowaną postać

$$\begin{aligned}\tilde{\Theta}_s(k_2, z) &= \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} dk_3 e^{-ik_3 z} \frac{P_0 \alpha}{2} \frac{e^{-(\frac{ak_2}{2})^2}}{(\alpha + ik_3)\left(k_2^2 + k_3^2 + \frac{i\omega}{\beta_s}\right)} + \\ &+ A_s(k_2; \omega)e^{-\delta_s z} + B_s(k_2; \omega)e^{\delta_s z},\end{aligned} \tag{21}$$

gdzie $\delta_s^2 = k_2^2 + \frac{i\omega}{\beta_s}$, a ze względów fizycznych wybrano $A_s = 0$ i $\mathrm{Re}\delta_s \geqslant 0$.

Całkę po k_3 we wzorze (21) da się obliczyć „przez residua". Przy uwzględnieniu warunków brzegowych (18) oraz przy założeniu (spełnionym w warunkach eksperymentalnych dla próbek nieprzeźroczystych), że $\alpha \to \infty$, otrzymujemy wyrażenie na $\Theta_g(y, z; \omega)$ w postaci

$$\Theta_g(y, z; \omega) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} dk_2 e^{-ik_2 y} A_g(k_2; \omega)e^{-\delta_g z}, \tag{22}$$

gdzie $A_g(k_2; \omega) = \sqrt{\frac{\pi}{2}} P_0 e^{-(\frac{ak_2}{2})^2} \frac{\kappa_s}{\kappa_s \delta_s + \kappa_g \delta_g}$.

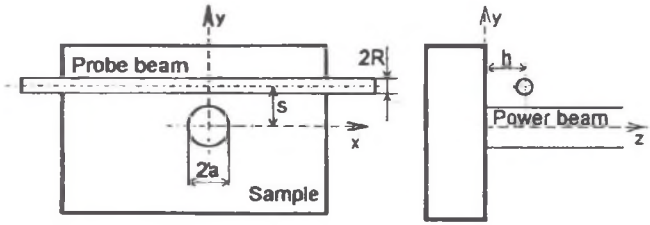
Otrzymana zależność w połączeniu ze wzorem (14) pozwala na obliczenie numeryczne funkcji $\phi_{n,t}(y, z; \omega)$, nie uwzględnia jednak zależności mierzonego sygnału od parametrów wiązki sondującej (dokładniej – wzór (14) daje wynik prawidłowy dla *nieskończenie cienkiego* promienia sondującego). Propozycja uwzględnienia skończonych rozmiarów poprzecznych wiązki sondującej została podana w pracy [5]. Autorzy założyli, że sygnał odbierany przez detektor jest związany z odchyleniami pojedynczych promieni zależnością

$$\Phi_{n,t}(s, h; \omega) = N \int_0^{+\infty} dz \int_{-\infty}^{+\infty} dy I(y, z; s, h)\phi_{n,t}(y, z; \omega), \tag{23}$$

gdzie $I(y, z; s, h) = I_0 e^{-\frac{(z-h)^2 + (y-s)^2}{R^2}}$ — rozkład natężenia światła w wiązce sondującej (promień gaussowski wiązki wynosi R), h, s — odpowiednio wysokość środka wiązki sondującej nad próbką i odległość od płaszczyzny xy (geometrię oddziaływania ilustruje rys. 3). Po przekształceniach odpowiednie wzory przyjmują postać

$$\Phi_n(s, h; \omega) = N_n R^2 e^{-i\omega \frac{R^2}{4\beta}} \int_{-\infty}^{+\infty} dk_2 \frac{\delta_g e^{-(\frac{ak_2}{2})^2 - \delta_g h - ik_2 s} \mathrm{Erfc}\left(\frac{\delta_g R}{2} - \frac{h}{R}\right)}{\kappa_s \delta_s + \kappa_g \delta_g}, \tag{24}$$

$$\Phi_t(s, h; \omega) = N_t R^2 e^{-i\omega \frac{R^2}{4\beta}} \int_{-\infty}^{+\infty} dk_2 \frac{k e^{-(\frac{ak_2}{2})^2 - \delta_g h - ik_2 s} \mathrm{Erfc}\left(\frac{\delta_g R}{2} - \frac{h}{R}\right)}{\kappa_s \delta_s + \kappa_g \delta_g}. \tag{25}$$



Rys. 3. Geometria układu detekcji
Fig. 3. Detection scheme geometry

3. Analiza numeryczna

Zawarty w poprzednim rozdziale opis matematyczny zjawiska rozchodzenia się fal termicznych wyindukowanych modulowanym światłem laserowym i ich detekcji stał się podstawą do analizy numerycznej eksperymentu. Celem przeprowadzonych symulacji komputerowych było:

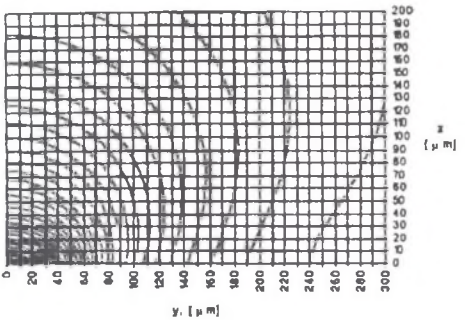
- symulacja powstającego pola temperatury, uśrednionej wzdłuż drogi propagacji wiązki sondującej (por. wzór (15));
- zbadanie zależności mierzonego sygnału od parametrów układu pomiarowego;
- uzyskanie wskazówek dotyczących możliwości optymalizacji stanowiska pomiarowego.

3.1. Symulacja pola temperatury

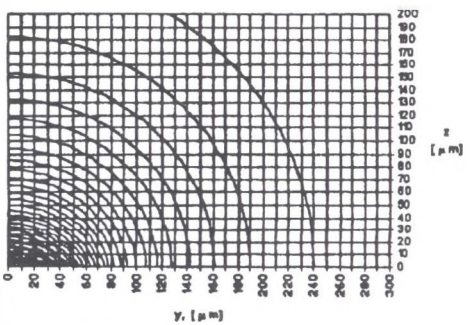
W celu jakościowego zaznajomienia się z rozkładem pola temperatury powstającym w gazie nad próbką obliczono numerycznie wartość funkcji $\Theta_g(y, z; \omega)$, opisującą średni rozkład temperatury wzdłuż drogi propagacji wiązki sondującej. Na rysunkach 4-6 przedstawiono linie $\Theta = const$ na płaszczyźnie yz dla różnych wartości β_g. Rysunek 4, ilustrujący przypadek $\beta_g > \beta_s$, wskazuje na możliwość odwrócenia gradientu temperatury i powstania przepływu ciepła od gazu do próbki. Rysunek 5 przedstawia rozkład temperatury w warunkach eksperymentu ($\beta_g \cong \beta_s$).

3.2. Symulacja eksperymentu

Korzystając ze wzorów (24), (25) przeprowadzono szereg symulacji komputerowych, których celem było otrzymanie zbiorów punktów odpowiadających punktom doświadczalnym, przy zadanym zestawie parametrów opisujących układ pomiarowy. Obliczenia



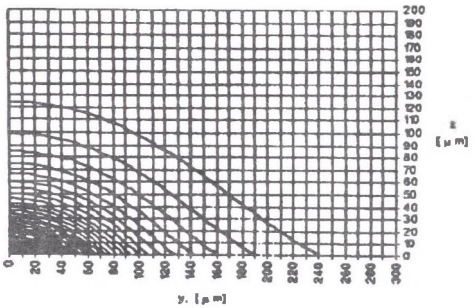
Rys. 4. Rozkład amplitudy temperatury uśrednionej $\Theta_g(y,z;\omega)$ dla $\beta_g > \beta_s$ ($\beta_g = 1.40\ cm^2s^{-1}$, $\beta_s = 0.25\ cm^2s^{-1}$). Liniami połączono punkty o jednakowej wartości funkcji $\Theta_g(y,z;\omega)$
Fig. 4. Average temperature $\Theta_g(y,z;\omega)$ amplitude distribution for $\beta_g > \beta_s$ ($\beta_g = 1.40\ cm^2s^{-1}$, $\beta_s = 0.25\ cm^2s^{-1}$). Lines connect points corresponding to equal values of function $\Theta_g(y,z;\omega)$



Rys. 5. Rozkład amplitudy temperatury uśrednionej $\Theta_g(y,z;\omega)$ dla $\beta_g = \beta_s$ ($\beta_g = \beta_s = 0.25\ cm^2s^{-1}$). Liniami połączono punkty o jednakowej wartości funkcji $\Theta_g(y,z;\omega)$
Fig. 5. Average temperature $\Theta_g(y,z;\omega)$ amplitude distribution for $\beta_g = \beta_s$ ($\beta_g = \beta_s = 0.25\ cm^2s^{-1}$). Lines connect points corresponding to equal values of function $\Theta_g(y,z;\omega)$

polegały na numerycznym wyznaczeniu wartości całek (24), (25) dla kolejnych wartości parametru s w przedziale od $-300\ \mu m$ do $300\ \mu m$ co $10\ \mu m$. Przykładowy wynik symulacji przedstawiono na rys. 7. Jest on odpowiednikiem wykresów eksperymentalnych, przedstawionych na rys. 14. Krótką charakterystykę parametrów układu wraz z uwagami dotyczącymi możliwości ich kontrolowania w ramach stanowiska pomiarowego zawiera tabela 1.

Zastosowanie symulacji numerycznej umożliwiło zbadanie zależności otrzymywanych wyników od parametrów stanowiska pomiarowego zmieniających się w szerokim zakresie.



Rys. 6. Rozkład amplitudy temperatury uśrednionej $\Theta_g(y,z;\omega)$ dla $\beta_g < \beta_s$ ($\beta_g = 0.05\ cm^2s^{-1}$, $\beta_s = 0.25\ cm^2s^{-1}$). Liniami połączono punkty o jednakowej wartości funkcji $\Theta_g(y,z;\omega)$

Fig. 6. Average temperature $\Theta_g(y,z;\omega)$ amplitude distribution for $\beta_g < \beta_s$ ($\beta_g = 0.05\ cm^2s^{-1}$, $\beta_s = 0.25\ cm^2s^{-1}$). Lines connect points corresponding to equal values of function $\Theta_g(y,z;\omega)$

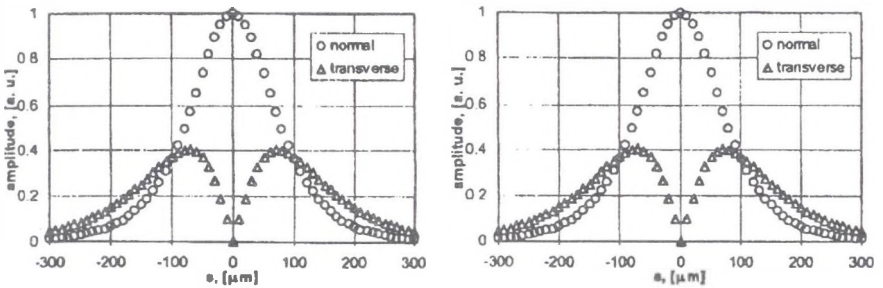
Tabela 1

Część ukladu	Parametry	Uwagi
gaz, próbka	$\kappa_s, \beta_s, \kappa_g, \beta_g$	jako próbkę wybrano GaAs, gaz otaczający - powietrze, wartości stałych materiałowych z tablic
wiązka wymuszająca	ω	zadana częstość generatora ν ($\omega = 2\pi\nu$)
	a	*trudne do oszacowania*
wiązka sondująca	R	*trudne do oszacowania*
geometria detekcji	h	*trudne do oszacowania*
	s	znane

Na rys. 8 przedstawiono analizę zależności amplitudy i fazy odchylenia normalnego i stycznego od zmian częstotliwości modulacji, promienia gaussowskiego wiązki sondującej i wysokości środka tej wiązki nad próbką.

Zależność od częstotliwości

Wpływ zmiany częstotliwości modulacji na odchylenia przedstawia rys. 8. Wyraźnie widoczny jest spadek amplitudy sygnału ze wzrostem częstotliwości, a także zawężenie się wykresów odpowiadające skracaniu długości fali termicznej ze wzrostem częstotliwości.



Rys. 7. Wynik symulacji dla parametrów: $a = 10\ \mu m, R = 50\ \mu m, h = 100\ \mu m, \nu = 1\ kHz$
Fig. 7. Simulation results for: $a = 10\ \mu m, R = 50\ \mu m, h = 100\ \mu m, \nu = 1\ kHz$

Zależność od wysokości wiązki sądującej nad powierzchnią próbki h

Na rys. 9 przedstawiono zależność odchylenia dla różnych wartości parametru h. Na uwagę zasługuje „spłaszczanie się" wykresu fazy ze wzrastającą wysokością.

Jedna z opisanych niżej metod wyznaczania dyfuzyjności (rozdział 4.3) wykorzystuje zależności częstotliwościowe fazy stycznej, nie uwzględnia jednak zmienności fazy z wysokością, co może być źródłem błędów systematycznych. Warto w tym miejscu zwrócić uwagę na fakt, że właściwy wybór wysokości detekcji nie jest prosty. Obniżenie wiązki tuż nad powierzchnię próbki jest wprawdzie pożądane (mierzony sygnał lepiej odzwierciedla rozpływ ciepła w badanym materiale), ale doprowadza do powstania efektów dyfrakcyjnych zaburzających znacznie pracę detektora. Problem ten jest oczywiście związany z wielkością promienia wiązki sondującej.

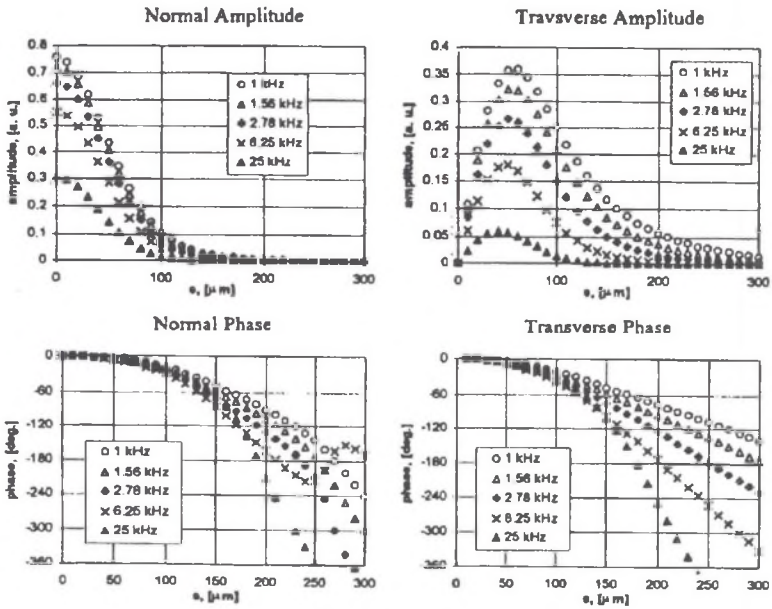
Zależność od promienia wiązki sondującej R

Rysunek 10 ilustruje zależność odchylenia wiązki sondującej „widzianego" przez detektor od jej promienia gaussowskiego. Widać, że dopóki spełniona jest zależność $R \leqslant h/2$, wykresy nie ulegają praktycznie zmianie.

4. Badania eksperymentalne

4.1. Stanowisko pomiarowe

Schemat zestawionego stanowiska pomiarowego przedstawiono na rys. 11. Wiązka światła z lasera argonowego (Power beam) przechodzi przez modulator akustooptyczny (AOM). Wiązka ugięta w modulatorze jest ogniskowana za pomocą obiektywu mikroskopowego na powierzchni badanej próbki. Wykorzystanie wiązki ugiętej pozwala uzyskać

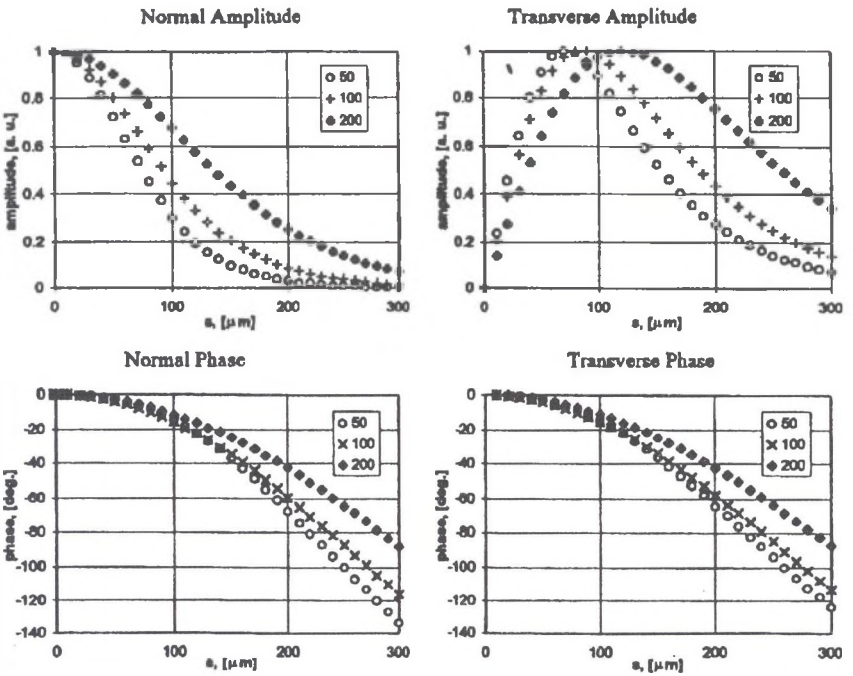


Rys. 8. Wyniki symulacji komputerowej punktów pomiarowych dla ustalonych parametrów wiązek ($a = 50\ \mu m, R = 25\ \mu m, h = 25\ \mu m$) i pięciu częstotliwości ν (wykresy amplitud unormowano)

Fig. 8. The results of computer simulation of experimental points for fixed beams parameters ($a = 50\ \mu m, R = 25\ \mu m, h = 25\ \mu m$) and five frequencies ν (normalised plots)

modulację amplitudy o głębokości 100%. Sygnał modulujący jest przebiegiem prostokątnym o częstotliwości od 1 do 100 kHz. Promień gaussowski wiązki światła na powierzchni próbki wynosi ok. 10 μm.

Rolę wiązki sondującej (Probe beam) pełni wiązka światła z lasera He-Ne. Promień tej wiązki w przewężeniu wynosi 50 μm. Przechodząc przez soczewkę cieplną wiązka sondująca zmienia kierunek propagacji. Odchylenie wiązki rejestrowane jest przez diodę czterosegmentową (PD). Daje to możliwość rejestracji odchylenia normalnego (prostopadłego do powierzchni próbki) i stycznego (równoległego do powierzchni próbki). Sygnały z diody czterosegmentowej, odpowiadające wymienionym odchyleniom, podawane są na nanowoltomierze homodynowe (Normal, Transverse), dla których sygnałem odniesienia jest przebieg z generatora modulującego. Każdy z nanowoltomierzy rejestruje dwie składowe sygnału przesunięte w fazie o $\pi/2$. Pozwala to na obliczenie amplitudy i fazy obydwu odchyleń.



Rys. 9. Wyniki symulacji komputerowej punktów pomiarowych dla ustalonego promienia wiązki wymuszającej $a = 50\ \mu m$, promień wiązki sondującej $R = 50\ \mu m$, częstotliwość modulacji $\nu = 1\ kHz$ i wysokość $h = 50$, 100 i 200 μm (wykresy amplitud i faz unormowano)

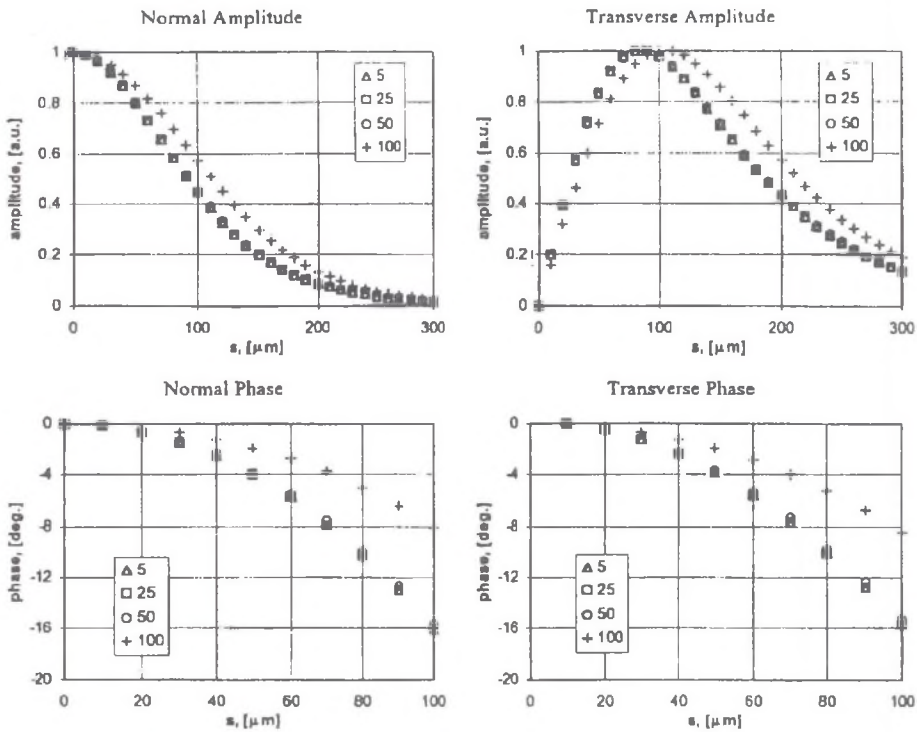
Fig. 9. Simulation results for fixed power beam radius $a = 50\ \mu m$, probe beam radius $R = 50\ \mu m$, frequency $\nu = 1\ kHz$ and $h = 50$, 100 i 200 μm (normalised plots)

W stanowisku dokonuje się również pomiaru natężenia światła padającego na próbkę i odbitego od jej powierzchni (fotodetektory PD1 i PD2). Od mierzonych wartości składowych sygnałów są odejmowane sygnały szumów, mierzone przy przesłoniętej wiązce mocy (przysłona BS).

Procedura pomiarowa jest kontrolowana przez komputer klasy IBM PC/AT za pośrednictwem magistrali GPIB. W pamięci komputera rejestrowane są wyniki pomiarów.

Przy opracowaniu wyników pomiarów przeprowadzona jest korekcja amplitud sygnałów uwzględniająca zmiany natężenia światła w wiązce mocy, co istotne jest w przypadku zmian mocy przy długim czasie pracy lasera argonowego.

Odchylenia normalne, styczne oraz natężenie światła odbitego mogą być mierzone w zależności od częstotliwości, położenia wiązki mocy na próbce (w funkcji dwóch zmiennych) i wzajemnego położenia wiązki mocy i wiązki sondującej.

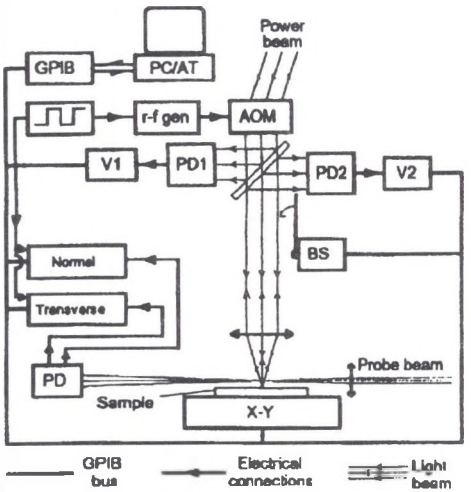


Rys. 10. Wyniki symulacji komputerowej punktów pomiarowych dla ustalonego promienia wiązki wymuszającej $a = 50\ \mu m$, wysokosci środka wiązki sondującej nad próbką $h = 100\ \mu m$ i częstotliwości modulacji $\nu = 1\ kHz$. Promień gaussowski wiązki sondującej $R = 5$, 25, 50 i 100 μm (wykresy amplitud i faz unormowano)
Fig. 10. Simulation results for fixed power beam radius $a = 50\ \mu m$, $h = 100\ \mu m$ and frequency $\nu = 1\ kHz$; probe beam radius $R = 5$, 25, 50 and 100 μm (normalised plots)

4.2. Obrazowanie

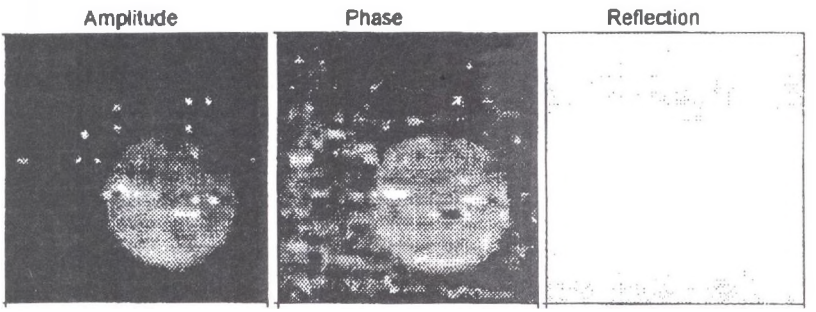
W niniejszym rozdziale zaprezentowane zostaną wyniki pomiarów sygnału w funkcji położenia wiązki mocy na próbce, co daje możliwość obrazowania obszarów o różnych własnościach cieplnych.

Na rys. 12 przedstawiono zależność amplitudy i fazy sygnału fototermicznego w funkcji dwóch zmiennych. Badano płytkę krzemową typu p o orientacji $<100>$, implantowaną jonowo fosforem. Obszary implantowane mają kształt okręgów o promieniu 1 mm. Należy zwrócić uwagę, że metoda detekcji w tym przypadku była nieco inna od opisanej. Zastosowano metodę fotodeflekcyjnej detekcji deformacji powierzchni. Metoda ta wykorzystuje zmianę kierunku propagacji wiązki światła odbitej od powierzchni próbki na skutek defor-



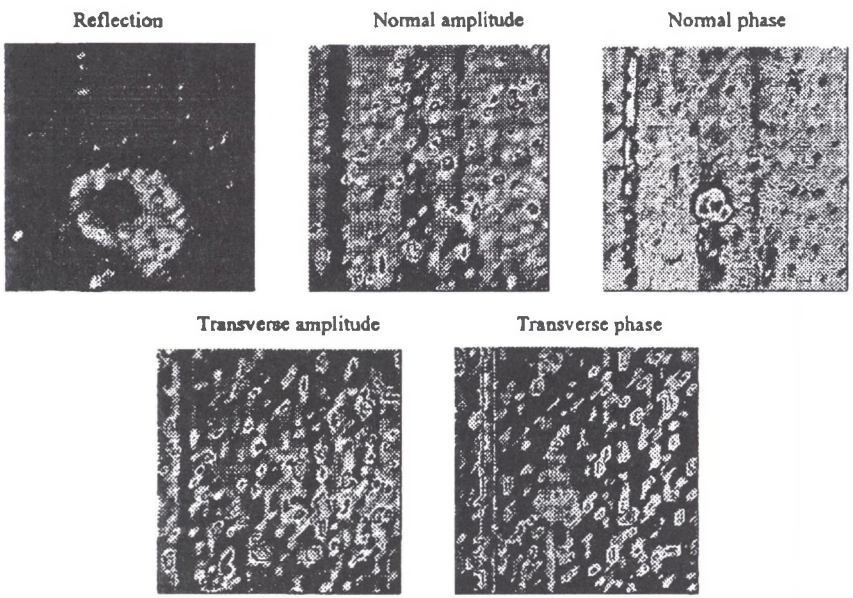
Rys. 11. Układ pomiarowy
Fig. 11. Measuring setup

macji. Dokładny opis metody można znaleźć w pracy [6]. Obrazowany obszar miał kształt kwadratu o boku 2 *mm*. W obrazie amplitudowym i fazowym widać obszary o zmienionych na skutek implantacji własnościach cieplnych. Dla porównania zamieszczono również zależność natężenia światła odbitego od próbki od położenia. Zależność ta odpowiada obrazowi optycznemu powierzchni próbki. Implantowany obszar w obrazie optycznym nie jest widoczny.



Rys. 12. Amplitudowy, fazowy i odbiciowy obraz próbki krzemowej implantowanej jonowo
Fig. 12. Amplitude, phase and reflection image of ion-implanted silicon wafer

Analogiczne pomiary przeprowadzono dla próbki stalowej pokrytej warstwą diamentopodobną. Podobnie jak w poprzednim przypadku obrazowany obszar był kwadratem o boku 2 *mm*. Obszar obrazowany wybrano tak, aby zawierał lokalne przebarwienie warstwy diamentopodobnej, związanej z jej przegrzaniem. Otrzymane wyniki ilustruje rys. 13. W obrazie optycznym wyraźnie widoczny jest obszar przebarwienia. W obrazach fototermicznych obszar ten widoczny jest głównie w pomiarach fazy. Natomiast we wszystkich z nich pojawiają się dodatkowe struktury, niewidoczne optycznie. Ich pochodzenie nie jest do końca wyjaśnione. Prawdopodobnie są one związane z nierównościami powierzchni stali pod warstwą pokrycia lub z obszarami o różnej strukturze krystalicznej w warstwie pokrycia.



Rys. 13. Optyczny i fototermiczny obraz próbki stalowej z pokryciem diamentopodobnym
Fig. 13. Optical and photothermal image of steel sample with diamond-like coating

4.3. Wyznaczanie dyfuzyjności cieplnej

Jak już wspomniano w rozdziale 2, propagacja fal termicznych w próbce jest zależna od jej lokalnych własności cieplnych. W pracach [7, 8] Kuo i współpracownicy zaproponowali metodę wyznaczania dyfuzyjności cieplnej próbek. Idea fizyczna metody jest prosta. Jeżeli założyć, że mamy punktowe źródło fali termicznej, to w odległości $\lambda/4$ od źródła faza sygnału zmienia się o $\pi/2$. Oznaczając poprzez x_0 odległość punktów, odpowiadających

zmianom fazy o $\pi/2$ względem źródła fali i leżących na prostej przechodzącej przez źródło po jego przeciwnych stronach, można zapisać równość

$$x_0 = \frac{\lambda}{2}. \tag{26}$$

W celu uwzględnienia skończonych rozmiarów źródła do prawej strony równania (26) dodaje się jeszcze pewną stałą d. Prowadzi to, przy uwzględnieniu wzoru (9), do równania

$$x_0 = \sqrt{\frac{\pi\beta}{f}} + d. \tag{27}$$

Salazar i współpracownicy [2] do ostatniej zależności wprowadzili dodatkową stałą, uwzględniającą własności termooptyczne próbki. Uogólnienie metody na dowolne przesunięcie fazowe zaproponował Figari [9]. Odległość między punktami odpowiadającymi zmianie fazy o Φ może być zapisana następująco

$$x_0 = A(\Phi)\sqrt{\pi\beta}f^{-1/2} + d, \tag{28}$$

gdzie $A(\Phi)$ — stała zależna od kąta Φ. Można przyjąć, że dla $\Phi > 20$

$$A(\Phi) = a\Phi + b, \tag{29}$$

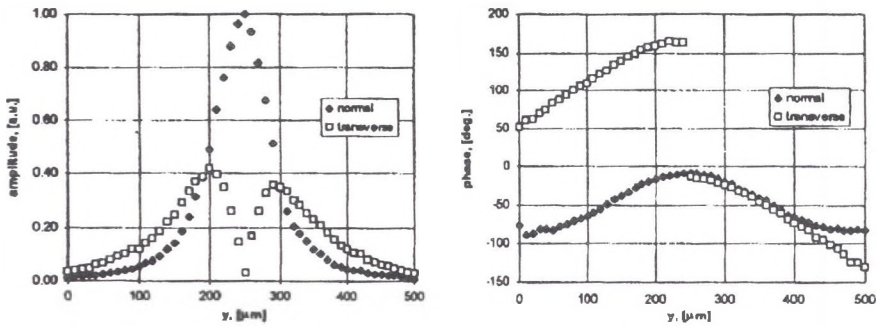
gdzie $a = 0.0116\ deg^{-1}$, $b = 0.1553$.

We wszystkich cytowanych pracach przyjmuje się, że sygnałem mierzonym jest odchylenie styczne. Z równania (28) wynika, że wyznaczając z zależności odchylenia stycznego od wzajemnego położenia wiązki mocy i detekcyjnej wielkości x_0 odpowiadające określonym kątom Φ można wyznaczyć dyfuzyjność cieplną próbki β.

Autorzy wykorzystali zmodyfikowaną metodę Figari do wyznaczania dyfuzyjności cieplnej monokryształu GaAs. Zmierzono zależności amplitudy i fazy odchylenia normalnego i stycznego od wzajemnej odległości wiązki mocy i sondującej. Przykładowy wynik pomiaru przedstawiono na rys. 14. Należy zauważyć, że zmienna y, tutaj i dalej, odpowiada parametrowi s, wprowadzonemu w analizie teoretycznej (por. rys. 3). Porównanie z prezentowanymi w rozdziale 3 wynikami symulacji numerycznych pozwala stwierdzić dobrą zgodność zależności mierzonych i obliczonych.

Pomiary powtarzano dla dziewięciu częstotliwości z przedziału 1 kHz - 25 kHz, wybranych tak, aby wielkość $f^{-1/2}$ zmieniała się ze stałym krokiem. Zmiany mierzonych zależności przy zmianach częstotliwości pokazano na rys. 15. Na podstawie wyników pomiarów zbudowano wykres topologiczny zależności fazy odchylenia stycznego od wzajemnego położenia wiązek i $f^{-1/2}$ (rys. 16).

Linie stałej fazy na tym wykresie, zgodnie z zależnością (28), powinny być prostymi. Uzyskane wyniki pozostają w dobrej zgodności z modelem teoretycznym. Dopasowując proste do linii stałej fazy wyznaczono wielkości $x_0(\Phi)$, odpowiadające częstotliwości



Rys. 14. Zależność sygnału fototermicznego od odległości między wiązką sondującą i wiązką mocy
Fig. 14. Photothermal signal dependence on distance between probe and power beam

1 kHz, oraz przybliżoną wartość stałej d. W analizowanym przypadku $d \approx 60\ \mu m$. Tak znalezione punkty naniesiono na wykres $x_0(\Phi)$ i metodą najmniejszych kwadratów dopasowano do nich prostą (rys. 17). Z analizy teoretycznej wynika, że równanie dopasowanej prostej ma postać

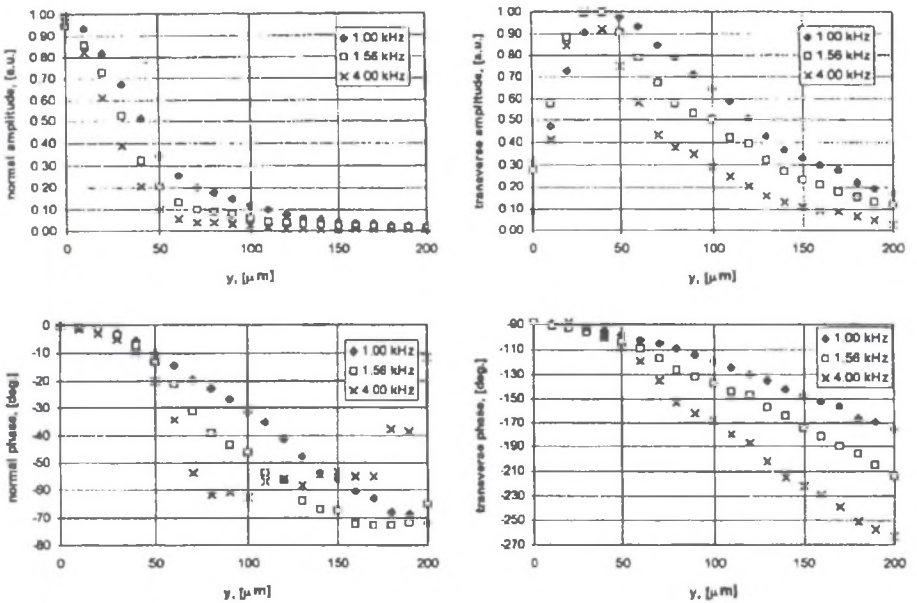
$$x_0 = a\sqrt{\frac{\pi\beta}{f}}\Phi + \left(b\sqrt{\frac{\pi\beta}{f}} + d\right). \tag{30}$$

Porównując wartości współczynników w równaniu (29) z otrzymanymi w regresji liniowej obliczono dyfuzyjność cieplną GaAs. Otrzymano wartość $\beta = (0.29 \pm 0.03) cm^2 s^{-1}$. Wynik pozostaje w dobrej zgodności z rezultatami, uzyskanymi przy zastosowaniu innych metod i mieszczącymi się w przedziale $0.21 \div 0.26\ cm^2 s^{-1}$.

Na podkreślenie zasługuje fakt, że zastosowana metoda wyznaczania dyfuzyjności cieplnej jest oparta na uśrednieniu wyników pomiarów otrzymanych w wielu seriach pomiarowych. Powinno to zapewnić lepszą dokładność pomiaru. Ponadto możliwa jest weryfikacja słuszności przyjętego modelu teoretycznego.

5. Wnioski

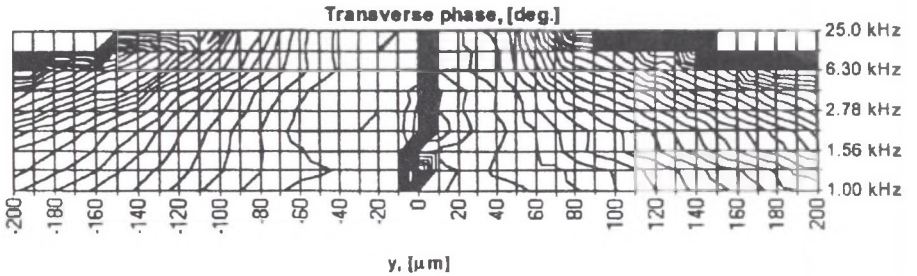
Przedstawione wyniki prac teoretycznych, analizy numerycznej i badań doświadczalnych pozwalają stwierdzić, że fototermiczne metody pomiarowe dają szerokie możliwości badania materiałów. Możliwe jest ich zastosowanie tak w badaniach jakościowych (np. obrazowanie), jak i analizach ilościowych (np. wyznaczanie dyfuzyjności cieplnej). Porównanie wyników eksperymentu z analizą numeryczną pozwala stwierdzić dobrą zgodność jakościową. Problemem pozostaje uzyskanie zgodności ilościowej.



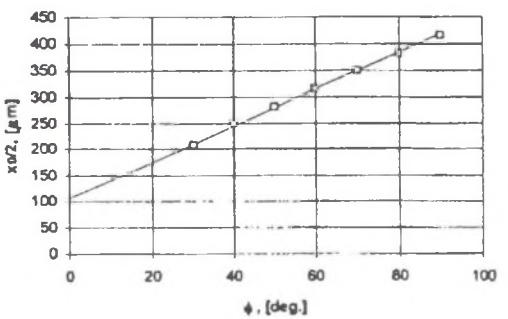
Rys. 15. Zależność sygnału fototermicznego od odległości między wiązką sondującą i wiązką mocy dla częstotliwości 1.00 kHz, 1.56 kHz, 4.00 kHz
Fig. 15. Photothermal signal dependence on distance between probe and power beam for freqences 1.00 kHz, 1.56 kHz, 4.00 kHz

Analiza obliczonych rozkładów temperatury (rys. 6) prowadzi do wniosku, że wyniki pomiarów silnie zależą od wysokości wiązki sondującej nad powierzchnią próbki. Może to powodować, że wyniki uzyskiwane w pomiarach ilościowych będą obarczone błędem systematycznym. Jedną z możliwości jego oszacowania jest powtórzenie pomiarów dla różnych wysokości wiązki sondującej nad próbką. Jednak najbardziej celowe wydaje się stworzenie metody analizy danych pomiarowych, opartej na dopasowaniu wyznaczonych parametrów do zmierzonych zależności metodą dopasowania wieloparametrowego, a nie tylko na podstawie punktów charakterystycznych.

Dalsze prace prowadzone w Laboratorium Zastosowań Fal Termicznych będą ukierunkowane na stworzenie opisu teoretycznego próbek niejednorodnych. Konieczne jest także opracowanie nowych metod analizy danych pomiarowych, opartych na dopasowaniu wieloparametrowym. Prace doświadczalne będą miały na celu weryfikację wyników teoretycznych i stworzenie metod pomiaru konkretnych parametrów fizycznych próbek. Prowadzone są między innymi wspólne prace z Instytutem Metaloznawstwa Wydziału Mechanicznego – Technologicznego Politechniki Śląskiej. Powinny one doprowadzić do praktycznego zastosowania opisywanych metod.



Rys. 16. Wykres topologiczny zależności fazy stucznej od $f^{-1/2}$ i wzajemnego położenia wiązek
Fig. 16. Topological plot of transverse phase vs. $f^{-1/2}$ and distance between probe and power beam



Rys. 17. Zależność $x_0(\Phi)$ (opis w tekście)
Fig. 17. Dependence $x_0(\Phi)$ (description in the text)

Literatura

[1] S. Wiśniewski, *Wymiana ciepła*, PWN, Warszawa 1988.

[2] A. Salazar, A. Sanchez-Lavega, J. Fernandez, J. Appl. Phys. **65** (11), 4150 (1989).

[3] J. Bodzenta, B. Pustelna, Z. Kleszczewski, Ultrasonics **31** (5), 315 (1993).

[4] J. C. Murphy, L. C. Aamodt, J. Appl. Phys. **51**, 4580 (1980).

[5] J. Rantala, J. Jaarinen, P. K. Kuo, Appl. Phys. **A55**, 586 (1992).

[6] J. Bodzenta, B. Pustelna, R. Bukowski, Z. Kleszczewski, *Materiały OSA '93*, Rzeszów 1993, 363-366.

[7] P. K. Kuo, J. Lin, C. B. Reyes, R. D. Favro, L. Thomas, D. S. Kim, Shu-yi Zhang, L. J. Inglehart, D. Fournier, A. C. Boccara, N. Yacoubi, Can. J. Phys. **64**, 1165 (1986).

[8] P. K. Kuo, E. D. Sendler, R. D. Favro, L. Thomas, Can. J. Phys. **64**, 1168 (1986).

[9] A. Figari, J. Appl. Phys. **71** (7), 3138 (1992).

Recenzent: Prof. dr hab. Mikołaj Łabowski

Wpłynęło do redakcji 10.12.1994 r.

Abstract

Photothermal measuring methods are relatively new measuring techniques. The methods base on propagation of temperature disturbance, generated by modulate light beam. The paper begins with theoretical description of nonequilibrium temperature field in a sample, heated with harmonically modulated laser beam, focused on the sample surface. A photodeflection detection of the temperature field (mirage effect) is concerned. Analytical expressions for normal and transverse deflection of a probe beam, running parallel to the sample surface are derived. The probe beam runs through the thermal lens caused by nonequilibrium temperature field. Results of theoretical considerations are used in numerical analysis of photothermal experiment. The temperature distribution above the sample are calculated. Dependence of probe beam deflection on different parameters is analysed. The second part of the paper is devoted to experimental investigations. Measuring setup for photothermal measurements is described. Results of selected experiments are presented. The possibility of thermal structures imaging of ion-implanted silicon and steel samples coated with diamond-like layer is shown. Results of thermal diffusivity determination of GaAs single crystals are presented. Satisfactory agreement between theoretical model and experimental results are obtained. Conclusions about directions of further investigations are drawn.