Jerzy BODZENTA, Bogusław BURAK

# ANALIZA NUMERYCZNA WPŁYWU OPORU CIEPLNEGO CIENKIEJ WARSTWY NA SYGNAŁ FOTOTERMICZNY

Streszczenie. Na podstawie wcześniej opracowanego modelu teoretycznego przeanalizowano możliwości metody wyznaczania oporu cieplnego cienkich warstw. Zbadano wpływ parametrów opisujących układ pomiarowy na czułość metody, rozumianą jako zdolność do pomiaru możliwie małych oporów cieplnych. Sformułowano wnioski dotyczące optymalnej konfiguracji układu pomiarowego.

# NUMERICAL ANALYSIS OF INFLUENCE OF THERMAL RESISTANCE OF THIN FILM ON PHOTOTHERMAL SIGNAL

**Summary.** Basing on earlier of developed theoretical model potentialities of photothermal method for determination of thermal resistance of thin films are analysed. Influence of parameters describing experimental setup on sensitivity of the method is investigated. The sensitivity means potentiality to determine as small thermal resistance as possible. Conclusions about optimal configuration of experimental setup are drawn.

# Wstęp

Jednym z trudniejszych problemów pomiarowych jest określenie własności cieplnych cienkich warstw naniesionych na grube podłoża. Metody stosowane do wyznaczania własności cieplnych "grubych" próbek są bardzo często metodami, które nie znajdują zastosowania w badaniach cienkich warstw naniesionych na grube podłoża. W celu wyznaczenia własności cieplnych cienkich warstw opracowywane są specjalne metody pomiarowe. Ich przegląd można znaleźć w artykułach [1,2,3,4,5]. Spośród innych metod wykorzystywanych do wyznaczania własności cieplnych cienkich warstw na szczególną uwagę zasługują badania bazujące na pomiarach fototermicznych. W zależności od metody możliwe jest wyznaczenie takich parametrów cieplnych, jak współczynnik przewodnictwa cieplnego, dyfuzyjność cieplna, opór cieplny [6]. Nie bez znaczenia jest również to, że badania fototermiczne z detekcją

fotodeflekcyjną są badaniami nieniszczącymi i bezkontaktowymi oraz cechują się wysoką czułością.

Metodę wyznaczania oporu cieplnego cienkich warstw naniesionych na grube podłoża, opartą na analizie wpływu warstwy na przejście fali termicznej przez granicę próbka - podłoże, przedstawiono w pracach [4,6]. Niniejsza praca ma na celu przeanalizowanie możliwości metody oraz określenie optymalnych parametrów układu pomiarowego.

# Model teoretyczny

Rozważmy próbkę o grubości d, współczynniku przewodnictwa cieplnego  $\kappa_x$  i dyfuzyjności cieplnej  $\beta_s = \kappa_s / \rho_s C_s$ . Niech z jednej strony próbki znajduje się gaz (o grubości l, współczynniku przewodnictwa cieplnego  $\kappa_g$  i dyfuzyjności cieplnej  $\beta_g$ ), a z drugiej strony płyn (o grubości h, współczynniku przewodnictwa cieplnego  $\kappa_f$  i dyfuzyjności cieplnej  $\beta_f$ ). Geometria rozważanego problemu została przedstawiona na rys. 1. Obszar, w którym umieszczono próbkę, ograniczono od góry grubą szybą, a od dołu grubą płytą mosiężną. Powinno to ograniczyć ewentualne przenoszenie ciepła przez konwekcję. Z drugiej strony dobrze są zdefiniowane warunki brzegowe. Przy stosunkowo małej mocy źródeł ciepła w próbce i dużej pojemności cieplnej warstwy szkła i mosiądzu temperatura tych warstw może być uważana za stałą i równą temperaturze otoczenia T<sub>0</sub>. Niech rozproszona wiązka światła laserowego (wiązka wymuszająca) oświetla równomiernie górną powierzchnię próbki. Założenie o równomiernym oświetleniu próbki pozwala na korzystanie przy opisie pola temperatury z modelu jednowymiarowego. Załóżmy ponadto, że absorpcja światła zachodzi tylko na powierzchni próbki (nie występują objętościowe źródła ciepła) oraz że gaz nad próbką nie pochłania energii z wiązki wymuszającej. Ponadto przyjmijmy, że wiązka sondująca jest równoległa do powierzchni próbki i przechodzi nad próbka na wysokości zo.



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

Aby wyprowadzić wzór na mierzony sygnał, należy opisać pole temperatury w gazie nad próbką, a następnie znależć ugięcie wiązki sondującej (promienia sondującego) na powstającej w gazie soczewce cieplnej. Do opisu ugięcia wiązki sondującej na soczewce cieplnej zastosowano model promieniowy [8]. W opisywanym przypadku należy rozwiązać układ równań Fouriera – Kirchhoffa zapisanych dla każdego ośrodka:

$$\frac{\partial^2 T_j(z,t)}{\partial^2 z} - \frac{1}{\beta_j} \frac{\partial T_j(z,t)}{\partial t} = 0$$
<sup>(1)</sup>

z warunkami brzegowymi:

$$T_{g}(0,t) = T_{s}(0,t)$$
, (2)

$$T_{g}(l,t) = T_{f}(-d-h,t) = T_{0}$$
(3)

$$-\kappa_{g} \frac{\partial T_{g}(z,t)}{\partial z}\Big|_{z=0} = -\kappa_{g} \frac{\partial T_{s}(z,t)}{\partial z}\Big|_{z=0} + (1-r)I_{0} \exp(i\omega t),$$
(4)

$$-\kappa_{f} \frac{\partial T_{f}(z,t)}{\partial z} \bigg|_{z=-d} = -\kappa_{s} \frac{\partial T_{s}(z,t)}{\partial z} \bigg|_{z=-d},$$
(5)

$$-\kappa_s \frac{\partial T_s(z,t)}{\partial z} \bigg|_{z=-d} = \frac{1}{R_{th}} \Big[ T_s(-d,t) - T_f(-d,t) \Big], \tag{6}$$

gdzie: r – współczynnik odbicia światła od powierzchni próbki,  $I_0$  – amplituda natężenia oświetlenia. Następnie ze wzoru

$$S(t) = K \frac{T_g(z,t)}{\partial z} \Big|_{z=z_0}$$
<sup>(7)</sup>

gdzie: K – stała, zależna od własności termooptycznych gazu i czułości detektora;  $T_g(z,t)$  – temperatura w gazie nad próbką, można wyznaczyć odchylenie normalne wiązki sondującej. Sygnał fotodeflekcyjny jest proporcjonalny do gradientu temperatury w gazie nad próbką. Po przejściu do dziedziny częstości i uwzględnieniu, że mierzona jest tylko składowa sygnału o częstości  $\omega$ , sygnał mierzony opisany jest wzorem [8]

$$S(\omega) = -\frac{KI_0\Gamma_{g,s}}{\kappa_g} \operatorname{ch}[\delta_g(I-z_0)] \times \frac{\operatorname{ch}(\delta_s d)\operatorname{sh}(\delta_f h) + \Gamma_{f,s}\operatorname{sh}(\delta_s d)\operatorname{ch}(\delta_f h) + \sqrt{i\omega}\Gamma_{f,R}\operatorname{ch}(\delta_s d)\operatorname{ch}(\delta_f h)}{M(\omega)},$$
(8)

gdzie:

$$\begin{split} \mathcal{M}(\omega) &= \mathrm{sh}(\delta_{g}l) \Big[ \mathrm{sh}(\delta_{s}d) \, \mathrm{sh}(\delta_{f}h) + \Gamma_{f,s} \, \mathrm{ch}(\delta_{s}d) \, \mathrm{ch}(\delta_{f}h) \Big] + \\ &+ \Gamma_{g,s} \, \mathrm{ch}(\delta_{g}l) \Big[ \mathrm{ch}(\delta_{s}d) \, \mathrm{sh}(\delta_{f}h) + \Gamma_{l,s} \, \mathrm{sh}(\delta_{s}d) \, \mathrm{ch}(\delta_{f}h) \Big] + \\ &+ \sqrt{i\omega} \, \Gamma_{f,R} \, \mathrm{ch}(\delta_{f}h) \Big[ \mathrm{sh}(\delta_{g}l) \, \mathrm{sh}(\delta_{s}d) + \Gamma_{g,s} \, \mathrm{ch}(\delta_{g}l) \, \mathrm{ch}(\delta_{s}d) \Big], \end{split}$$

$$\delta_j = \sqrt{\frac{i\omega}{\beta_j}}, \ \Gamma_{j,k} = \frac{\varepsilon_j}{\varepsilon_k}, \ \Gamma_{j,R} = \varepsilon_j R_{ih}, \ \varepsilon_j = \sqrt{\kappa_j \rho_j c_j} - \text{efuzyjność cieplna}.$$

#### Analiza numeryczna

Celem analizy numerycznej było określenie wpływu parametrów geometrycznych i cieplnych warstw, tworzących układ przedstawiony na rys. 1, na czułość omawianej metody wyznaczania oporu cieplnego cienkiej warstwy. Przez czułość rozumiana jest zdolność do pomiaru jak najmniejszej wartości oporu cieplnego warstwy.

Punktem wyjścia do analizy numerycznej była zależność opisana wzorem (8). W programie komputerowym MATLAB została stworzona funkcja obliczająca sygnał w zależności od wymienionych parametrów (tekst źródłowy funkcji został przedstawiony w pracy [9]). W tabeli 1 przedstawiono parametry cieplne, które wykorzystano w analizie numerycznej.

Ośrodek	к W-m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	$m^2 s^{-1}$	$\varepsilon$ W·s <sup>-1/2</sup> m <sup>-2</sup> K <sup>-1</sup>
Powietrze	260.10-4	21.8.10-6	5.57
Krzem	148	90.2·10 <sup>-6</sup>	$1.56 \cdot 10^4$
Woda	607·10 <sup>-3</sup>	145.8·10 <sup>-9</sup>	$1.59 \cdot 10^{3}$
Gliceryna	260·10 <sup>-3</sup>	85.4·10 <sup>-9</sup>	$0.89 \cdot 10^{3}$
Miedź	401	116.5.10-6	$3.72 \cdot 10^4$
Srebro	429	174.0·10 <sup>-6</sup>	3.25·10 <sup>4</sup>

Parametry cieplne wykorzystywane w analizie numerycznei [10]

Tabela 1

Ponieważ wstępne obliczenia wykazały, że wpływ grubości warstwy gazu (powietrza) nad próbką jest niewielki, parametr ten pominięto w dalszej analizie numerycznej i przyjęto, że grubość warstwy powietrza wynosi  $l=1000 \mu$ m. Drugim parametrem nie branym pod uwagę w analizie numerycznej jest wysokość wiązki sondującej  $z_0$  nad powierzchnią próbki. W eksperymencie korzystne jest, aby wiązka sondująca przechodziła jak najbliżej powierzchni, gdyż wówczas sygnał mierzony jest duży. Należy jednak unikać wystepowania efektów dyfrakcyjnych, związanych z brzegami. Model teoretyczny opisujący ugięcie wiązki sondującej na soczewce cieplnej nie uwzględnia efektów związanych z dyfrakcją, dlatego w realnym eksperymencie należy tak dobrać wysokość wiązki sondującej nad powierzchnią próbki, by dyfrakcja nie zachodziła. W praktyce okazuje się, że dyfrakcja nie zachodzi, jeżeli wysokość wiązki sondującej nad powierzchnią próbki jest co najmniej równa podwojonemu promieniowi gaussowskiemu wiązki sondującej. Gdy przyjmie się, że wiązka sondująca ma promień gaussowski równy 50  $\mu$ m, minimalna wysokość wiązki sondującej powinna wynosić  $z_0=100 \mu$ m. Wartość ta została przyjęta w analizie numerycznej.

Na rys. 2 przedstawiono zależność logarytmu naturalnego z amplitudy i fazę sygnału fotodeflekcyjnego od pierwiastka z częstotliwości modulacji wiązki wymuszającej dla próbki krzemowej i próbki krzemowej z naniesioną warstwą. Obliczenia zostały wykonane dla grubości próbki krzemowej o grubości  $d=300 \,\mu\text{m}$  i oporze cieplnym warstwy  $R_{th}=10^{-5} \,\text{m}^2\text{K} \,\text{W}^{-1}$ . Przyjęto również, że pod próbką znajduje się warstwa wody o grubości  $h=50 \,\mu\text{m}$ . Należy zwrócić uwagę, że różnice między logarytmami naturalnymi amplitudy i fazami poszczególnych sygnałów są zauważalne jedynie dla małych częstotliwości modulacji wiązki wymuszającej i są małe. Wiąże się to z faktem, że dla małych częstotliwości modulacji fala termiczna jest dłuższa i głębiej wnika w próbkę, docierając do warstwy pokrycia. Tylko jeżeli fala dojdzie do tej warstwy, będzie widoczny jej wpływ na sygnał mierzony. Dla częstotliwości wyższych z punktu widzenia wnikania fal termicznych próbka może być traktowana jak półnie-



skończona. Na rys. 3 zostały przedstawione opisane powyżej zależności, ograniczone do przedziału stosunkowo małych częstotliwości modulacji wiązki wymuszającej.

Rys. 2. Zależność amplitudy i fazy sygnału od częstotliwości. Opis w tekście Fig. 2. Dependence of signal amplitude and phase of the signal on modulation frequency. Description in the text



Rys.3. Zależność amplitudy i fazy sygnału od częstotliwości. Opis w tekście Fig. 3. Dependence of signal amplitude and phase on modulation frequency. Description in the text

Ponieważ omawiane różnice między sygnałami są małe, dlatego w praktyce analizuje się nie amplitudę i fazę sygnału mierzonego, lecz stosunek sygnałów otrzymanych dla próbki bez warstwy i próbki z warstwą  $SS(\omega)$ .

$$SS(\omega) = \frac{S_{bez \text{ warstwy}}(\omega)}{S_{z \text{ warstwg}}(\omega)}$$
(9)

Pierwsza część analizy numerycznej będzie poświęcona wpływowi parametrów geometrycznych i cieplnych warstwy płynu pod próbką na zdefiniowany stosunek sygnałów.

Na rys. 4 przestawiono zależność logarytmu naturalnego z amplitudy i fazę stosunku  $SS(\omega^{1/2})$  dla różnych płynów pod próbką (grubość płynu pod próbką  $h=50 \ \mu\text{m}$ , grubość próbki krzemowej  $d=300 \ \mu\text{m}$  i opór cieplny warstwy  $R_{th}=10^{-5} \ \text{m}^2\text{K}\cdot\text{W}^{-1}$ ). Z przedstawionych zależności wynika, że różnice między sygnałami są największe, jeżeli pod próbką znajduje się woda (ośrodek o możliwie dużej efuzyjności cieplnej). Fakt ten można wytłumaczyć następująco. Stosunek efuzyjności cieplnej próbki do efuzyjności cieplnej płynu pod próbką jest współczynnikiem odbicia fal termicznych na granicy próbka – płyn. Im bliższe są wartości efuzyjności tch dwóch ośrodków, tym łatwiej fala termiczna wnika w płyn pod próbką, przechodząc przez opór cieplny. Tym samym fala termiczna "widzi" cienką warstwę charaktery-zowaną oporem cieplnym. Zastosowanie wody jako płynu pod próbką będzie woda.



Rys. 4. Zależność amplitudy i fazy stosunku SS(ω) od częstotliwości dla różnych płynów pod próbką. Opis w tekście

Fig. 4. Dependence of amplitude and phases of signals ratio SS(ω) on frequency for different fluids under sample. Description in the text



Rys. 5. Zależność amplitudy i fazy stosunku SS(ω) od częstotliwości dla różnych grubości warstwy wody pod próbką. Opis w tekście

Fig. 5. Dependence of amplitude and phases of signal ratio SS(ω) on frequency for different thickness of layer of water under sample. Description in the text

Na rys. 5 przestawiono zależność amplitudy i fazę stosunku  $SS(\omega^{1/2})$  dla różnych grubości warstwy wody pod próbką (grubość próbki krzemowej  $d=300 \,\mu$ m, opór cieplny warstwy  $R=10^{-5} \text{ m}^2 \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$ ). Z zależności przedstawionej na rys. 5 wynika, że różnice między sygnałami są tym większe, im cieńsza jest warstwa wody pod próbką. Jeżeli warstwa wody pod próbką jest cienka, to fala termiczna po odbiciu od warstwy metalu ograniczającego układ wraca i ponownie przechodzi przez granicę próbka – płyn. W wyniku dwukrotnego przejścia fali termicznej przez warstwę charakteryzowaną oporem cieplnym opór ten ma większy wpływ na rozkład temperatury w układzie. Ponadto w warstwie wody występuje interferencja fal termicznych, co dodatkowo zwiększa czułość pomiaru. W tym miejscu należy zaznaczyć, że warstwa wody pod próbką powinna mieć stałą grubość. Z posiadanego przez autorów doświadczenia wynika, że w praktyce realne jest uzyskanie warstwy o grubości 50  $\mu$ m.

W dalszej części analizy numerycznej zostanie przyjęte, że grubość warstwy wody wynosić będzie  $h=50 \ \mu m$ .

Dalsza część niniejszej pracy będzie poświęcona analizie wpływu własności cieplnych i geometrycznych podłoża, na którym naniesiono warstwę. Wpływ grubości podłoża na logarytm amplitudy i fazę stosunku sygnałów  $SS(\omega^{1/2})$  został przedstawiony na rys. 6 (próbka krzemowa, opór cieplny warstwy  $R_{th}=10^{-5}$  m<sup>2</sup>K·W<sup>-1</sup>). Z zależności przedstawionej na rys. 6



- Rys.6. Zależność amplitudy i fazy stosunku SS(ω) od częstotliwości dla różnych grubości próbki krzemowej. Opis w tekście
- Fig.6. Dependence of amplitude and phases of signal ratio  $SS(\omega)$  on frequency for different thickness of siliceous sample. Description in the text



- Rys. 7. Zależność amplitudy i fazy stosunku SS(ω) od częstotliwości dla różnych próbek. Opis w tekście.
- Fig. 7. Dependence of amplitude and phases of signal ratio  $SS(\omega)$  on frequency for different samples. Description in the text

wynika, że czułość zdecydowanie rośnie wraz ze zmniejszeniem grubości podłoża, ponieważ im mniejsza jest grubość podłoża, tym większy wpływ na "średnie" własności cieplne próbki ma opór cieplny cienkiej warstwy na jej powierzchni.

Wpływ rodzaju podłoża na logarytm amplitudy i fazę stosunku  $SS(\omega^{1/2})$  przedstawia rys. 7 (podłoże krzemowe o grubości  $d=300 \mu m$ , opór cieplny warstwy  $R_{th}=10^{-5} m^2 \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$ ).

Interpretacja zależności przedstawionej na rys. 7 jest bardzo trudna do przeanalizowania, ponieważ w mierzonym sygnale opisanym wzorem (8) znajduje się kombinacja wielu parametrów opisujących rozpatrywany układ. Zależności tej nie można interpretować już tak prosto jak poprzednich, ponieważ parametry cieplne opisujące próbkę są ze sobą ściśle związane, zmiana jednego parametru pociąga za sobą również zmianę innych parametrów. Można jedynie oczekiwać, że im większa będzie dyfuzyjność cieplna podłoża, tym mniejsze opory cieplne warstwy będą miały widoczny wpływ na propagację fali termicznej w próbce. Z drugiej jednak strony korzystnie jest, aby różnica efuzyjności cieplnych próbki i płynu pod próbką była mała.

Na koniec analizy numerycznej zostanie jeszcze przedstawiony wpływ oporu cieplnego na wyznaczany stosunek sygnałów. Na rys. 8 przestawiono amplitudy i fazę stosunku  $SS(\omega^{1/2})$  w zależności od oporu cieplnego warstwy. Obliczenia zostały wykonane dla optymalnych wartości pozostałych parametrów układu. Dokładniejsza analiza wykazała, że





Fig. 8. Dependence of amplitude and phases of signal ratio  $SS(\omega)$  on frequency for different values of thermal resistance. Description in the text

w przypadku podłoży krzemowych o grubości około 300  $\mu$ m opisywaną metodą można wyznaczać opory rzędu 5-10<sup>-4</sup> m<sup>2</sup>K·W<sup>-1</sup> i większe.

## Podsumowanie

W pracy przeanalizowano wpływ parametrów układu pomiarowego na czułość metody wyznaczania oporu cieplnego cienkich warstw. Podstawowy wniosek, który można sformułować na podstawie analizy numerycznej, jest następujący: korzystne jest, aby podłoża, na które nanosi się warstwy do badań, były możliwie cienkie i miały dużą dyfuzyjność cieplną. Znaczny wzrost czułości można uzyskać, jeżeli próbka spoczywa na "dopasowanym cieplnie" płynie (płynie o zbliżonej dyfuzyjności cieplnej). Wpływ warstwy pokrycia na sygnał jest widoczny dla stosunkowo małych częstotliwości modulacji.

Praca została zrealizowana w ramach BW 459/RMF-1/99.

#### Literatura

- Plamann K., Fournier D.: Thermal conductivity of CVD diamond: methods and results. Phys. Stat. Sol. (A), 154, (1996), 351.
- Graebner J.E.: Measurement techniques and results for the thermal conductivity of CVD diamond. Electrochemical. Soc. Proc. 95-4, (1995), 479.
- Fournier D., Plamann K.: Thermal measurements on diamond and related materials. Diamond Relat. Mater., 4. (1995), 809.
- Preston S.D.: A review of techniques for measuring the thermal diffusivity of thin films and coatings. High Temperatures – High Pressures, 27/28, (1995/1996), 111.
- Bodzenta J.: Metody pomiaru parametrów cieplnych cienkich warstw. Zeszyty Naukowe Pol. Śląskiej, seria Matematyka-Fizyka (w tym numerze).
- Bodzenta J.: Wyznaczanie własności cieplnych ciał stałych metodami fototermicznymi. Materiały II Krajowej Konferencji "Podstawy fizyczne badań nieniszczących", Gliwice 1997, 25.
- Bodzenta J., Mazur J., Burak B.: Proc. 4<sup>th</sup> Workshop on Photoacoustics and Photothermics, "Determination of thermal resistance of submicron films", Gliwice-Ustroń (1999), 111.
- Jackson W.B., Amer N.M., Boccara A.C., Fournier D.: Photothermal defection spectroscopy and detection. Appl. Opt. 22, (1981), 1333.

- Burak B.: Analiza własności cieplnych cienkich warstw supertwardych z wykorzystaniem komputerowych metod dopasowania wieloparametrowego. Praca dyplomowa magisterska, Pol. Śl., Gliwice 1999.
- 10. Tablice chemiczne. Wydawnictwo Adamantan, Warszawa 1998.

Recenzent: Prof. dr hab. inż. Brunon Szadkowski

Instytut Fizyki Politechnika Śląska w Gliwicach, ul. Bolesława Krzywoustego 2, 44-100 Gliwice

## Abstract

Basing on 1D theoretical model of thermal wave propagation in layered structure the analysis of possibility of determining thermal resistance of thin coating film deposited on thick substrate is carried out. The structure of three layers: gas above the sample, the sample and fluid under sample. Between the sample and the fluid may exists additional thin film, thermal properties of which are described by the thermal resistance. Results of photothermal experiment with detection by mirage effect are numerically simulated. Frequency dependence of signal is calculated for different thermal and geometrical parameters of the structure. Especially the influence of the thermal effusivity and thickness of the fluid layer is analysed. It has been show that the best sensitivity to the thermal resistance of the coating can be achieved for thin fluid layers with high thermal effusivity. It is also concluded, that analysis of the measured signals should be carried out for ratio of signals obtained from sample with coating film and the reference sample without coating. Taking into account accuracy of photothermal possible to measurements is should be determined thermal resistances down to  $5 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$  for films deposited of 300 µm thick silicon substrates.