

Jerzy **BODZENTA**  
Jacek **SPAŁEK**

## WYKORZYSTANIE FAL TERMICZNYCH DO BADANIA WARSTW SUPERTWARDYCH

**Streszczenie:** W artykule przedstawiono możliwości wykorzystania fal termicznych do badania właściwości cienkich warstw materiałów supertwardych. Opisano podstawowe właściwości fal termicznych i zaprezentowano przykładowe wyniki pomiarów. Wykazano możliwość obrazowania struktury warstwy i podłoża, na które warstwa została naniesiona, analizy jednorodności grubości warstwy i pomiaru właściwości cieplnych warstw.

### 1. WPROWADZENIE

Rozwój technologii nanoszenia cienkich warstw na różne podłoża doprowadził do szerokiego ich zastosowania w różnych dziedzinach techniki [1]. Warstwy o grubości nie przekraczającej 1  $\mu\text{m}$  są stosowane między innymi w mikroelektronice do zabezpieczenia powierzchni układów scalonych, są również wykorzystywane jako warstwy antyrefleksyjne i zabezpieczające elementów optycznych. Często dodatkowa warstwa naniesiona na powierzchnię materiału modyfikuje właściwości powierzchni. Wszczypty medyczne pokrywa się warstwami węgla diamentopodobnego w celu wytworzenia bariery dyfuzyjnej, zabezpieczającej przed korozją oraz uzyskania biogodności. Cienkie warstwy materiałów supertwardych – azotków, węglików czy też syntetycznego diamentu, nanoszone są na powierzchnie robocze narzędzi w celu podniesienia ich trwałości. W wielu przypadkach celem naniesienia warstwy jest nie tylko pasywacja powierzchni i poprawienie jej właściwości mechanicznych, ale także modyfikacja transportu ciepła w warstwie przypowierzchniowej. W przypadku układów scalonych i narzędzi tnących pożądana jest poprawa odprowadzania ciepła od źródeł powstających w czasie pracy urządzenia. W zastosowaniach medycznych ważne bywa wytworzenie warstwy słabo przewodzącej ciepło.

Kontrola właściwości nanoszonych warstw nie jest prosta. Typowe metody pomiarowe nie nadają się do badania takich obiektów. Dlatego też istnieje konieczność opracowania nowych metod. Przykładowy przegląd technik pomiarowych wykorzystywanych do badania warstw syntetycznego diamentu i węgla diamentopodobnego można znaleźć w pracy zbiorowej [2]. Niniejszy artykuł poświęcony jest metodom badania cienkich warstw wykorzystujących fale termiczne. W następnym rozdziale opisano podstawowe właściwości fal termicznych, ze szczególnym uwzględnieniem możliwości ich wykorzystania w pomiarach. Dalej opisano przykłady fototermicznych metod obrazowania struktury cienkich warstw diamentopodobnych, badania jednorodności grubości warstwy i pomiaru jej parametrów cieplnych. Artykuł kończy podsumowanie, w którym wskazano na perspektywy wykorzystania pomiarów fototermicznych w przemyśle.

### 2. FALE TERMICZNE

Pod pojęciem fal termicznych (fal temperatury) rozumiane jest rozchodzące się w przestrzeni zaburzenie pola temperatury. Zaburzenie to może być wywołane wieloma czynnikami. W technice pomiarowej najczęściej zaburzenie pola temperatury jest wywołane

---

Dr hab. inż. Jerzy **BODZENTA** – Politechnika Śląska, Instytut Fizyki, Gliwice

Dr inż. Jacek **SPAŁEK** – Osrodek Badawczo-Rozwojowy Urządzeń Mechanicznych OBRUM, Gliwice;  
Politechnika Śląska, Instytut Mechanizacji Górnictwa, Gliwice.

pochłanianiem w materiale energii z modulowanej wiązki światła. Dlatego też często metody pomiarowe oparte na falach termicznych generowanych modulowaną wiązką światła są nazywane metodami fototermicznymi. Szeroki przegląd fototermicznych metod pomiarowych można znaleźć w monografii [3]. W tym miejscu przedstawione zostaną jedynie podstawowe właściwości fal termicznych.

Jak już wspomniano powyżej fala termiczna jest to propagujące się w przestrzeni zaburzenie pola temperatury. W jednym wymiarze zmiany temperatury wywołane falą mogą być opisane równaniem

$$\Delta T(x, t) = \Delta T_0 \exp\left(-\sqrt{\frac{\omega}{2\beta}} x\right) \cos\left(\omega t - \sqrt{\frac{\omega}{2\beta}} x\right), \quad (1)$$

gdzie  $\Delta T_0$  – amplituda zmian temperatury,  $\omega$  – pulsacja fali,  $\beta$  – dyfuzyjność cieplna. Dyfuzyjność cieplna jest określona współczynnikiem przewodnictwa cieplnego  $\kappa$ , gęstością  $\rho$  i ciepłem właściwym  $C$

$$\beta = \frac{\kappa}{\rho C}. \quad (2)$$

Z równania (1) wynika, że liczba falowa fali termicznej  $k = \sqrt{\omega/2\beta}$  jest określona właściwościami cieplnymi materiału i pulsacją fali. Liczba falowa jest zarazem współczynnikiem tłumienia fali. Oznacza to, że po przejściu odległości równej jednej długości fali amplituda zaburzenia maleje do około 0.2% wartości początkowej, czyli praktycznie całkowicie zanika. Głębokość wnikania fali termicznej w materiał charakteryzuje termiczna droga dyfuzji, będąca odwrotnością liczby falowej

$$\mu = \frac{1}{k} = \sqrt{\frac{2\beta}{\omega}}. \quad (3)$$

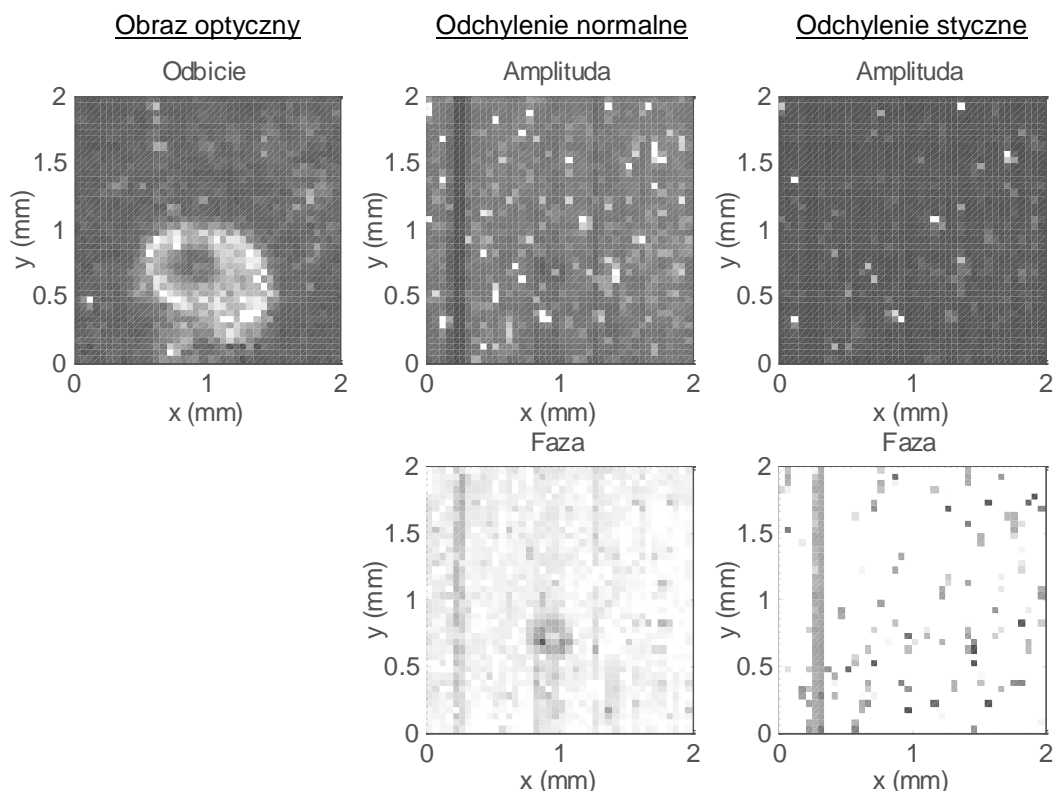
Fala termiczna „widzi” tylko przypowierzchniową warstwę materiału o grubości określonej termiczną drogą dyfuzji. Ma to ważne znaczenie praktyczne. Niezależnie od wybranej metody detekcji, sygnał mierzony zależy jedynie od właściwości fizycznych warstwy o grubości  $\mu$ . Grubość ta może być zmieniana poprzez odpowiedni dobór pulsacji fali.

Praktyczne metody pomiarowe wykorzystujące zależność propagacji fal termicznych od właściwości próbki są bardzo różne. Opis wielu technik pomiarowych można znaleźć w cytowanej już monografii [3]. W tym miejscu warto jedynie zwrócić uwagę, że właściwości cieplne materiału, a w szczególności jego współczynnik przewodnictwa cieplnego, silnie zależą od struktury materiału. Wszelkiego rodzaju defekty struktury powodują zmniejszenie wartości współczynnika przewodnictwa cieplnego, a więc również zmiany mierzonego sygnału. Dodatkowo amplituda zaburzenia pola temperatury zależy od ilości energii pochłoniętej w próbce, a więc od jej właściwości optycznych. W następnych rozdziałach przedstawione zostały wyniki pomiarów wykonanych w Laboratorium Zastosowań Fal Termicznych Instytutu Fizyki Politechniki Śląskiej.

### 3. OBRAZOWANIE STRUKTURY WARSTW

Przykładem jakościowych pomiarów wykorzystujących fale termiczne jest obrazowanie. Zasada pomiaru oparta jest na zależności mierzonego sygnału od lokalnych właściwości cieplnych i optycznych badanej próbki. Na rys 1. pokazano wyniki otrzymane dla próbki stali medycznej, pokrytej cienką warstwą węgla o strukturze diamentu. Do detekcji sygnału wykorzystano zjawisko mirażu. Nad powierzchnią próbki biegła wiązka światła z lasera. Zmiany temperatury w warstwie powietrza przylegającej do powierzchni próbki powodują odchylenie wiązki sondującej. Rejestrowana była amplituda i faza odchylenia w kierunku równoległym (odchylenie styczne) i prostopadłym (odchylenie normalne) do

powierzchni próbki. Dodatkowo mierzono również natężenie światła odbitego od powierzchni próbki (obraz optyczny).



**Rys. 1. Odbiciowy obraz optyczny oraz amplitudowy i fazowy obraz fototermiczny próbki dla dwóch odchyień wiązki sondującej.**

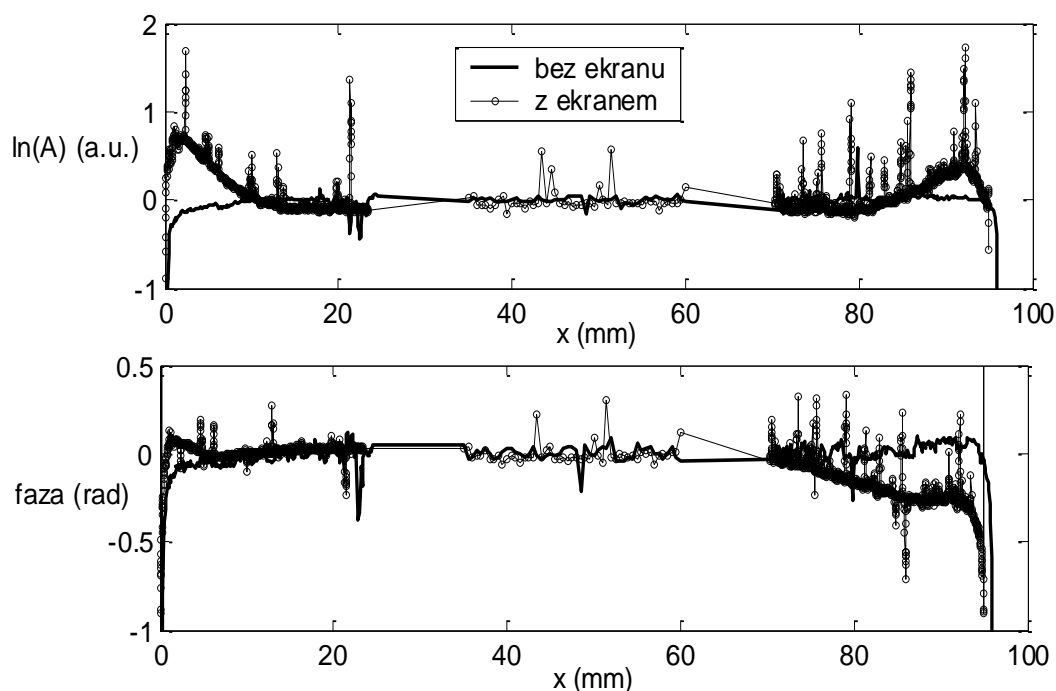
Obszar obrazowany był kwadratem o boku 2 mm. Wybrano go tak, aby zawierał część warstwy z defektem. Defekt ten jest wyraźnie widoczny w obrazie optycznym. W obrazach fototermicznych jest on widoczny znacznie słabiej, natomiast pojawia się, szczególnie w obrazie fazowym, wyraźna struktura pionowa. Struktura ta jest najprawdopodobniej związana z nierównościami powierzchni, na którą została naniesiona warstwa. Dodatkowo można zauważyć drobne niejednorodności w strukturze samej warstwy. Ważne jest, że obraz fototermiczny niesie informację o rozkładzie właściwości cieplnych warstwy oraz defektach mających wpływ na transport ciepła między warstwą i podłożem (np. obszary delaminacji). Jest to informacja, której nie można otrzymać za pomocą innych metod obrazowania.

W przedstawionym przykładzie badano niewielki obszar próbki. Nie oznacza to jednak, że fototermiczne metody obrazowania nie mogą być wykorzystane również do badania dużych obiektów. Zastosowanie nowoczesnych kamer termowizyjnych pozwala na szybkie obrazowanie fototermiczne, np. części maszyn [4].

#### 4. BADANIE JEDNORODNOŚCI WARSTW

Kolejnym przykładem zastosowania fal termicznych do pomiarów jakościowych jest badanie jednorodności grubości warstwy naniesionej na płaskie podłoże. W przedstawionym przykładzie analizowano wpływ warunków technologicznych na jednorodność warstwy węgla diamentopodobnego, naniesionej na podłoże krzemowe. Warstwy nanoszono metodą osadzania z plazmy. W pierwszym procesie wykorzystano standardowy układ elektrod, a w drugim wprowadzono dodatkowo ekran, mający poprawić rozkład pola w pobliżu próbki. Na Rys. 2 pokazano wyniki pomiarów fototermicznych dla dwóch otrzymanych w ten sposób

próbek. Jak można zauważyć zastosowanie ekranu wpłynęło niekorzystnie na jednorodność warstwy w sąsiedztwie brzegów próbki (linia kółkowana). Tak w sygnale amplitudowym, jak i fazowym widoczne są wyraźne zmiany w tych obszarach.



**Rys. 2. Amplituda i faza sygnału fototermicznego zarejestrowanego przy przesuwaniu się wzdłuż średnicy płytki krzemowej z naniesioną warstwą węgla diamentopodobnego.**

Zaprezentowana metoda pomiaru jest metodą bezkontaktową i nieniszczącą. Może być stosowana w przypadku warstw przezroczystych i nieprzezroczystych, w szerokim zakresie grubości. W zamieszczonym przykładzie grubość warstwy w centralnej części próbki wynosiła około 300 nm.

Metody pomiaru grubości warstw z wykorzystaniem fal termicznych stają się obecnie standardowymi metodami wykorzystywanymi w niektórych gałęziach przemysłu. Świadczy o tym opublikowana ostatnio norma DIN [5].

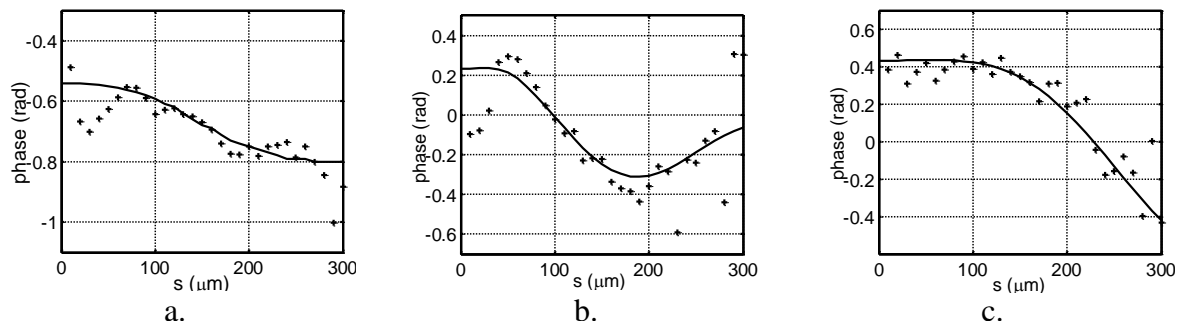
## 5. POMIAR PARAMETRÓW CIEPLNYCH

Fale termiczne można wykorzystać nie tylko w badaniach jakościowych, ale również w pomiarach ilościowych. Jako, że ich propagacja zależy od parametrów cieplnych ośrodka, metody fototermiczne stosuje się głównie do pomiaru tych parametrów. Metody fototermiczne są szczególnie interesujące w przypadku badania próbek, dla których nie można zastosować metod klasycznych. Przykładem może być tutaj pomiar parametrów cieplnych cienkich warstw – warstw o grubości nie przekraczającej 1  $\mu\text{m}$ .

Na Rys. 3 pokazano wyniki pomiarów dla trzech warstw azotku węgla naniesionych na różnie przygotowane podłoża krzemowe. Mierzono zależność fazy odchylenia stycznego w zjawisku mirażu od odległości pomiędzy wiązką sondującą i źródłem fali. Na podstawie dopasowania krzywych teoretycznych wyznaczono opór cieplny poszczególnych warstw. Otrzymano następujące wartości efektywnego współczynnika przewodnictwa cieplnego dla badanych warstw:

- warstwa CN bezpośrednio na krzemie –  $0.50 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \text{K}^{-1}$ ,
- warstwa CN na krzemie z międzywarstwą  $\text{SiO}_2$  –  $0.06 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \text{K}^{-1}$ ,
- warstwa CN na krzemie z międzywarstwami  $\text{SiO}_2$  i Au –  $0.02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \text{K}^{-1}$ .

Jak można zauważyć, każda kolejna międzywarstwa nanoszona na podłoże krzemowe powoduje zmniejszenie efektywnego współczynnika przewodnictwa cieplnego warstwy.



**Rys. 3. Wyniki pomiarów dla warstw CN naniesionych:**

- bezpośrednio na krzem,
- na krzem z warstwą  $\text{SiO}_2$ ,
- na krzem z warstwą  $\text{SiO}_2$  i Au.

Linie ciągłe – dopasowane zależności teoretyczne.

## 5. PODSUMOWANIE

Przedstawione w artykule przykłady ilustrują możliwości wykorzystania fal termicznych w badaniach materiałów. Wszystkie pomiary zostały wykonane w Instytucie Fizyki Politechniki Śląskiej. Do podstawowych zalet metod fototermicznych należy ich bezkontaktowość, to jest brak konieczności bezpośredniego kontaktu jakichkolwiek czujników z badaną próbką. Są to również pomiary nieniszczące.

Pomiary fototermiczne nie powinny być traktowane jako alternatywa powszechnie przyjętych metod badawczych. Są one źródłem innej informacji – informacji o parametrach cieplnych próbek. Należy jednak podkreślić, że właściwości cieplne bardzo silnie zależą od struktury wewnętrznej materiału. Pojawienie się defektów, na przykład mikropęknięć, amorfizacji struktury materiału itp. będzie powodowało wyraźne zmniejszenie współczynnika przewodnictwa cieplnego, co znajdzie odbicie w mierzonym sygnale. Badania prowadzone dla krzemu implantowanego jonowo wykazały, że pomiary fototermiczne są w tym przypadku znacznie czulsze od pomiarów akustycznych. Jednocześnie rozwój techniki, a w szczególności dostępność detektorów podczerwieni i kamer termowizyjnych pozwala znacznie uprościć metody rejestracji sygnału i zbliżyć je do standardów przemysłowych. Wszystko to powoduje, że fototermiczne metody pomiarowe znajdują zastosowanie nie tylko w laboratoriach naukowych, ale również w przemyśle.

## 6. LITERATURA

- [1] TOUZELBAEV M.N., GOODSON K.E.: Applications of micron-scale passive diamond layers for the integrated circuits and micromechanical systems industries, *Diamond Relat. Mater.* **7**, 1-14 (1998).
- [2] *Nanotechnology in Materials Science*, S. Mitura ed., Elsevier, Amsterdam 2000.
- [3] BODZENTA J.: Fale termiczne w badaniach ciał stałych, *Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej: Matematyka-Fizyka*, z. 85, Gliwice 1999.

- [4] WU D., ZZINGER G., KARPEN W., BUSSE G.: Nondestructive inspection of turbine blades with lock-in thermography, *Materials Science Forum* **210-213**, 289-294 (1996)
- [5] Schichtdickenmessung und Charakterisierung von Oberflächen mittels Oberflächenwellen. Teil 2: Photothermische Schichtdickenmessung. DIN 50992-2.

## **APPLICATION OF THERMAL WAVES FOR INVESTIGATIONS OF SUPERHARD FILMS**

**Abstract:** Possibilities of using thermal waves for investigations of superhard films are presented. Basic properties of thermal waves are described and exemplary experimental results are presented. Possibilities of applying thermal waves for imaging of structure of the film and substrate, for analyzing of film thickness homogeneity and for determination of thermal properties of thin films are shown.

Recenzent: dr inż. Roman BOGUCKI