

Д.В. Мелюков, А.Г. Григорьянц

## ТЕХНОЛОГИЯ БЕСКАЛИБРОВОЧНОЙ ЛАЗЕРНОЙ ФОТОТЕРМИЧЕСКОЙ ДИАГНОСТИКИ ТОНКИХ СЛОЕВ И ПОКРЫТИЙ

*Рассмотрены вопросы измерения толщины слоя или покрытия с неизвестными характеристиками. Разработана теоретическая методика, позволяющая определять абсолютную толщину слоя в пределах 50...1000 мкм. Проведены эксперименты, подтверждающие реализуемость методики с погрешностью измерений 10...15 %.*

**E-mail:** dmitry.melyukov@gmail.com

**Ключевые слова:** неразрушающая диагностика, фототермические методы, лазер, покрытие, тепловой импеданс.

**Введение.** Большинство методик неразрушающей диагностики, используемых для определения размерных характеристик исследуемого объекта, требуют знания свойств материала или предварительной калибровки на идентичный материал [1]. В условиях, когда свойства материала неизвестны, возможности таких измерений ограничены лишь оценкой разности геометрических величин вдоль поверхности без определения абсолютных значений. В связи с этим разработка методики, не требующей знания свойств материала, позволяет расширить возможности неразрушающей диагностики и является актуальной научно-технической задачей.

Еще одним важным аспектом в области неразрушающей диагностики следует назвать контактный или требующий нахождения в ближнем поле характер измерений наиболее распространенных методов (ультразвук, вихретоковый и др.). При необходимости дистанционной диагностики, например, в агрессивных средах, применение таких методик затруднительно.

Рассматриваемая в статье лазерная фототермическая техника позволяет решить изложенные выше проблемы. Бесконтактный и дистанционный характер обеспечивается использованием электромагнитного излучения, как в качестве источника воздействия, так и для регистрации ответного сигнала. Для нагрева объекта применяется лазерное излучение с переменным диаметром пучка на поверхности объекта и модулированной выходной мощностью. Фотодетектор, чувствительный в инфракрасном (ИК) диапазоне, регистрирует тепловое излучение в центре пятна нагрева, зависящее от свойств и структуры материала и режима нагрева. При этом расстояние от фотодетектора до объекта может достигать нескольких метров и более. Таким образом, принципиально фототермическая техника позволяет осуществлять полностью бесконтактную и дистанционную диагностику в вакууме и через любые прозрачные препятствия, что качественно отличает ее от неразрушающей диагностики [2].

Наиболее часто рассматривается проблема определения одной или нескольких характеристик однородного слоя на поверхности однородного тела [3]. Общий недостаток существующих теоретических методик фототермической диагностики при такой проблеме — для определения всех характеристик слоя (теплопроводности, теплоемкости, толщины) требуется знать хотя бы одну из них. Для абсолютно неизвестного материала решить такую проблему невозможно, даже если необходимо определить только толщину [4].

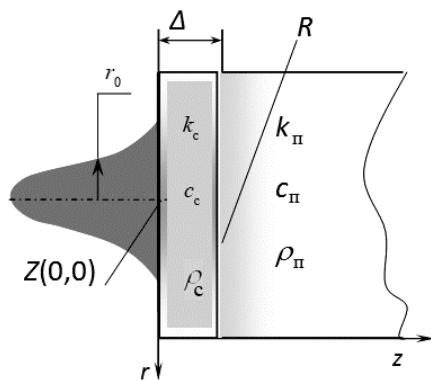
Далее аналитически исследуется модель тепловой диагностики в целях разработки бескалибровочной методики измерения всех характеристик слоя с полностью неизвестными характеристиками на заданной подложке.

**Теоретическая модель тепловой диагностики.** Рассмотрим систему (рис. 1), состоящую из однородного изотропного слоя толщиной  $\Delta$ , теплопроводностью  $k_c$  и объемной теплоемкостью  $c_c \rho_c$  на поверхности полубесконечной однородной изотропной подложки с теплопроводностью  $k_{\text{п}}$  и объемной теплоемкостью  $c_{\text{п}} \rho_{\text{п}}$ , нагреваемую источником с частотой модуляции мощности  $f$ , имеющей гауссовый профиль радиусом  $r_0$  (по уровню  $1/e$ ) на поверхности и объемным поглощением с экспоненциальным затуханием по глубине с коэффициентом  $\alpha$ .

Поверхность контакта слоя и подложки характеризуется тепловым сопротивлением  $R$ .

Если взять отношение преобразования Лапласа температуры поверхности в центре пятна нагрева к преобразованию Лапласа поверхностного теплового потока, вызывающего этот нагрев (лазерный луч), то получится величина, зависящая только от свойств материала, которая называется тепловым импедансом.

В зависимости от режима нагрева тепловой импеданс включает в себя тепловые параметры слоя и подложки в различных комбинациях. При этом следует отметить, что импеданс как комплексная величина имеет две определяющие характеристики — модуль и фазу. Для экспериментального измерения модуля теплового импеданса требуется определение поглощенной мощности лазера (измерение полной мощности и фактора поглощения поверхностью), а также реальной температуры поверхности. В то же время для измерения фазы достаточно непосредственного соотношения электрических сигналов накачки лазера и тока фотодетектора [5].



**Рис. 1. Схема теоретической модели тепловой диагностики**

Тепловой импеданс для рассматриваемой системы будет иметь вид [6]

$$\begin{aligned} \mathbf{Z}(f) = & \frac{\alpha}{k_c} \int_0^{\infty} \frac{0,5\xi e^{-0,25\xi^2}}{\left(\frac{\xi}{r_0}\right)^2 - i2\pi f \frac{c_c \rho_c}{k_c} - \alpha^2} \times \\ & \times \left[ \frac{2\alpha e^{-\kappa_1 \Delta}}{\kappa_1 D} \left( e^{-\alpha \Delta} - e^{-\kappa_1 \Delta} \right) (1 + Rk_{\pi} \kappa_2) + \right. \\ & \left. + \left( e^{-\kappa_1 \Delta} - \frac{\kappa_1}{\alpha} e^{-\alpha \Delta} \right) \frac{k_{\pi} \kappa_2}{k_c \kappa_1} \right] + \left( 1 - \frac{\alpha}{\kappa_1} \right) d\xi, \end{aligned} \quad (1)$$

где

$$\begin{aligned} D = & (1 + e^{-2\kappa_1 \Delta}) \frac{k_{\pi} \kappa_2}{k_c \kappa_1} + (1 - e^{-2\kappa_1 \Delta}) (1 + Rk_{\pi} \kappa_2); \\ \kappa_1 = & \sqrt{\left(\frac{\xi}{r_0}\right)^2 - i2\pi f \frac{c_c \rho_c}{k_c}}; \quad \kappa_2 = \sqrt{\left(\frac{\xi}{r_0}\right)^2 - i2\pi f \frac{c_{\pi} \rho_{\pi}}{k_{\pi}}}. \end{aligned}$$

Если диаметр пятна нагрева больше толщины слоя, то можно принять гипотезу одномерного распространения теплоты. Это упрощает решение дифференциальных уравнений теплопроводности. Тогда выражение (1) примет вид

$$\mathbf{Z}(f) = \frac{1}{b_c \sqrt{i2\pi f}} \left[ \frac{\text{th}(\sqrt{i2\pi f} \beta_3) + (\beta_1 + \beta_2 \sqrt{i2\pi f})}{\text{th}(\sqrt{i2\pi f} \beta_3) (\beta_1 + \beta_2 \sqrt{i2\pi f}) + 1} \right], \quad (2)$$

где  $\beta_1 = \frac{b_c}{b_{\pi}}$ ,  $\beta_2 = Rb_c$  и  $\beta_3 = \frac{c_c \rho_c \Delta}{b_c}$ ;  $b_c$  и  $b_{\pi}$  — тепловые эффузии слоя и подложки соответственно ( $b = \sqrt{kc\rho}$ ).

Следует отметить, что выражение (2) в отличие от выражения (1) позволяет вычлнить определенные комбинации тепловых параметров в предельных состояниях теплового импеданса. При некоторых режимах эти выражения будут давать идентичные данные, поскольку адекватно описывают такие случаи. Этот факт дает возможность проверить корректность расчетов и одновременно более точно проанализировать, какие комбинации параметров можно определить в той или иной точке. Поэтому далее будут исследованы две формулы одновременно.

Для более полного понимания влияния каждого из параметров на систему используется анализ чувствительности, основанный на построении зависимостей приведенных коэффициентов чувствительности параметра  $\chi$  от функции  $\eta$  [7]:

$$X_{\eta, \chi} = \chi \frac{\partial \eta}{\partial \chi}. \quad (3)$$

Выражение (3) показывает, какой вклад вносит конкретный параметр в значение функции в исследуемой точке. Поскольку размерность приведенного коэффициента чувствительности совпадает с размерностью функции, то это позволяет сравнивать влияние параметров между собой и со значением функции. Соответственно, если в конкретной точке влияние какого-то из параметров равно нулю, то нельзя по измерению значения функции определить этот параметр. Кроме того, если в некоторой точке влияние нескольких параметров является линейной комбинацией друг друга, то в этом случае невозможно найти эти параметры по отдельности, можно определить только их линейную комбинацию. Такие параметры также называют коррелированными.

Далее приведен численный анализ чувствительности параметров для слоя с подложкой. Рассмотрены логарифмические амплитудно-фазочастотные характеристики (ЛАФЧХ) теплового импеданса  $Z$  системы. Для исследования модуля теплового импеданса удобно также рассмотреть модуль, приведенный к частоте ( $Z'$ , Вт $\sqrt{с} / (м^2 \cdot К)$ ), что бы размерность этого выражения совпадала с тепловой эффузией тела:

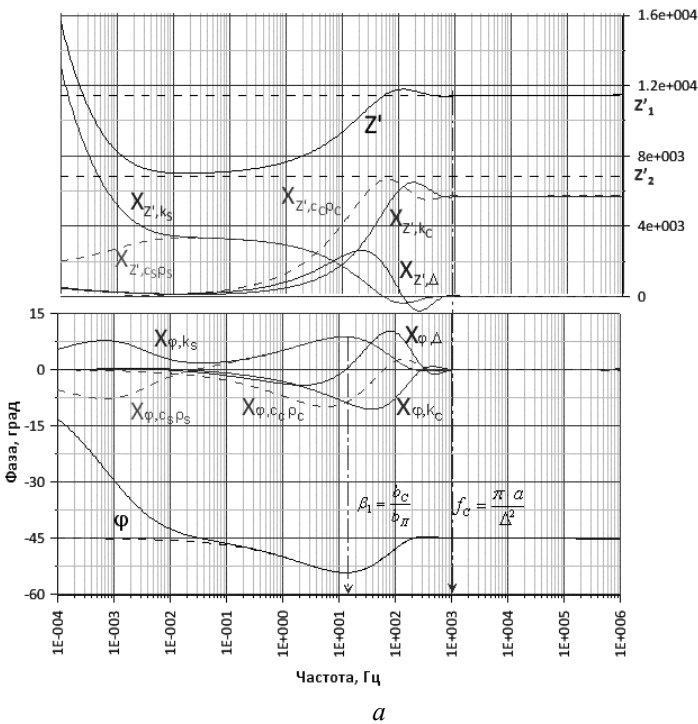
$$Z' = \frac{1}{Z \sqrt{2\pi f}}.$$

Фаза теплового импеданса (как комплексной величины) приведена в градусах.

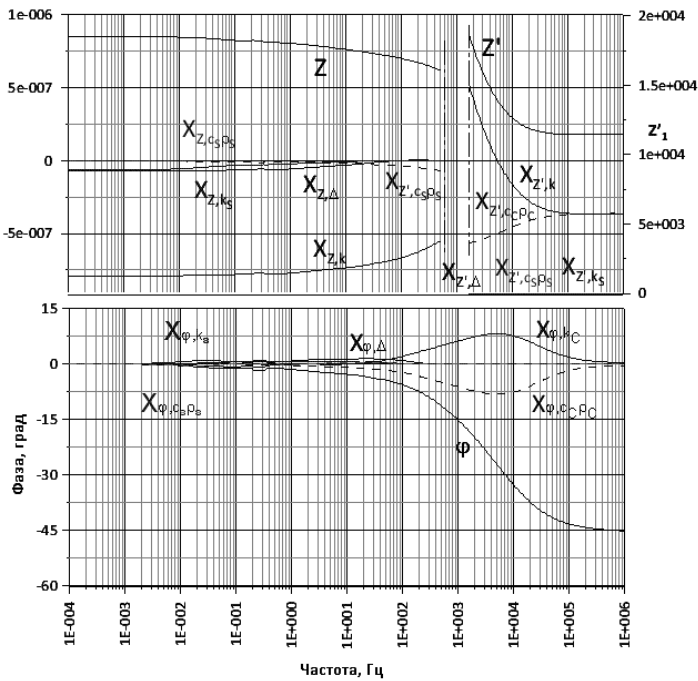
Рассмотрим слой тантала толщиной 300 мкм на полубесконечной подложке из коррозионно-стойкой стали с идеальным тепловым контактом между ними. Соответствующие ЛАФЧХ теплового импеданса для пятна нагрева радиусом 50 мм приведены на рис. 2, а.

Диаграмма приведенного модуля показывает, что в области частот более 1 кГц параметрами, определяющими поведение кривой, являются только характеристики слоя (теплопроводность и теплоемкость) в форме тепловой эффузии и значение  $Z'_1$  соответствует тепловой эффузии слоя. При этом фаза импеданса равна  $-45^\circ$ , что соответствует одномерному тепловому потоку в однородном теле.

С уменьшением частоты нагрева и с соответствующим более глубоким прониканием тепловой волны начинается проявление толщины слоя, а затем свойств подложки.



a



b

Рис. 2. Логарифмические амплитудно-фазочастотные характеристики теплового импеданса слоя тантала на подложке из коррозионно-стойкой стали для пятна нагрева радиусом 50 мм в случае, когда диаметр пятна больше (a) и меньше (б) толщины слоя

На ЛАФЧХ это видно по соответствующим отклонениям кривых от постоянных значений на более высоких частотах. Частота  $f_c$ , ниже которой начинается проявление толщины слоя, зависит от толщины слоя и от его температуропроводности. Выражение для этого можно получить из формулы (2) для одномерной модели, когда  $\beta_3 = (\pi/f_c)^{0,5}$ . Далее с уменьшением частоты и проявлением свойств подложки кривая фазы имеет характерную точку минимума, которая не зависит от толщины слоя, а только от соотношения эффузий слоя и подложки  $\beta_1$ . Это позволяет определить соответствующее соотношение по измерению значения минимума фазы.

В диапазоне значений частоты 0,01...1,00 Гц приведенный модуль зависит только от теплопроводности и теплоемкости подложки в виде тепловой эффузии слоя, что подтверждает значение функции  $Z_2'$ .

Для частоты нагрева менее 0,01 Гц начинает преобладать режим объемного теплоотвода, а тепловой импеданс слоя становится значительно меньше импеданса подложки, охваченной тепловой волной или зоной термического влияния. Поэтому диаграммы ведут себя как диаграммы, соответствующие обычному однородному телу с тепловыми свойствами подложки. Чтобы это подчеркнуть, на диаграмме фазы штриховой линией показан расчет одномерной модели.

Как уже было отмечено, описанный выше анализ проведен для пятна нагрева диаметром, превышающим толщину слоя, что делает справедливой модель одномерного теплопереноса в слое и части подложки.

Рассмотрим сфокусированный луч ( $r_0 = 50$  мкм), размеры которого значительно меньше толщины слоя (рис. 2, б).

В области высоких частот нагрева приведенный модуль зависит от теплопроводности и теплоемкости слоя и численно равен тепловой эффузии слоя, в области низких частот абсолютный модуль зависит от теплопроводности слоя и незначительно от теплопроводности подложки и толщины слоя. Влияние теплопроводности подложки толщины слоя снижается с уменьшением радиуса пятна нагрева. При этом, как и для однородного тела, в области низких частот (что также означает объемную теплопередачу) отсутствует влияние емкостных тепловых свойств и слоя и подложки.

Диаграмма фазы (см. рис. 2, б) имеет такой же характер, как и в случае однородного тела, т. е. принимает значения  $-45^\circ$  и  $0^\circ$  в областях высоких и низких частот соответственно без зависимости от тепловых параметров слоя и подложки. Однако диаграмма фазы зависит от температуропроводности слоя в промежуточной области. Таким образом, в случае сфокусированного нагрева слоя на подложке лучом радиусом, много меньшим толщины слоя, теплопередача в этом слое может быть рассмотрена как аналогичная теплопередача в полубесконечном теле.

Рассмотренные ЛАФЧХ будут иметь такие же характерные точки для других комбинаций теплофизических свойств слоя и подложки. Они позволяют определить все характеристики слоя и содержат даже избыточную информацию. Однако следует еще раз отметить, что при проведении измерений некоторого неизвестного материала слоя для определения значений модуля требуется знать его фактор поглощения на длине излучения лазера, а также испускательную способность тела в диапазоне длин волн детектора теплового излучения для определения реальной температуры поверхности. Эти два параметра заранее неизвестны и требуют независимого измерения, что усложняет измерение собственно модуля импеданса, в то время, как фаза импеданса не зависит от этих двух оптических параметров и может быть измерена непосредственно. Поэтому с практической точки зрения измерение фазы является наиболее приемлемым параметром, и следует рассмотреть возможности определения теплофизических характеристик слоя с этой точки зрения.

Основываясь на приведенном выше анализе, можно заключить, что измерения фазы несут в себе значительно меньше информации, чем импеданс в целом, и позволяют установить все теплофизические характеристики слоя только при ряде условий. В их числе присутствуют знание теплофизических характеристик подложки, а также возможность провести измерения сфокусированным и расфокусированным излучением. Схема алгоритма комбинированного измерения приведена на рис. 3. Таким образом, при известных характеристиках подложки и возможности провести измерения в двух тепловых режимах для слоя можно определить теплопроводность слоя, его объемную теплоемкость и толщину. При невозможности сфокусировать пятно нагрева в радиус, меньший толщины слоя измерения фазы, можно найти только коэффициенты  $\beta_1$  и  $\beta_3$ , последний из которых содержит неопределенность относительно теплоемкости и толщины. Если с помощью коэффициента  $\beta_1$  можно найти тепловую эффузию слоя при известной тепловой эффузии подложки, то в коэффициенте  $\beta_3$  можно изменять толщину и теплоемкость так, чтобы тепловая эффузия и сам коэффициент оставались неизменными. Измерение путем воздействия сфокусированным пятном нагрева устраняет эту неопределенность и позволяет однозначно определить все три параметра слоя.

Однако в рассматриваемом случае следует отметить, что если требуется измерение только толщины слоя, то знание тепловых характеристик слоя необязательно. Для определения толщины необходимо измерение только коэффициента  $\beta_3$  и температуропроводности. Таким образом, остается только условие возможности получения одномерного и объемного теплового режима в слое, т. е. возможность сфокусировать и расфокусировать лазерный пучок радиусом, много большим и много меньшим толщины слоя.

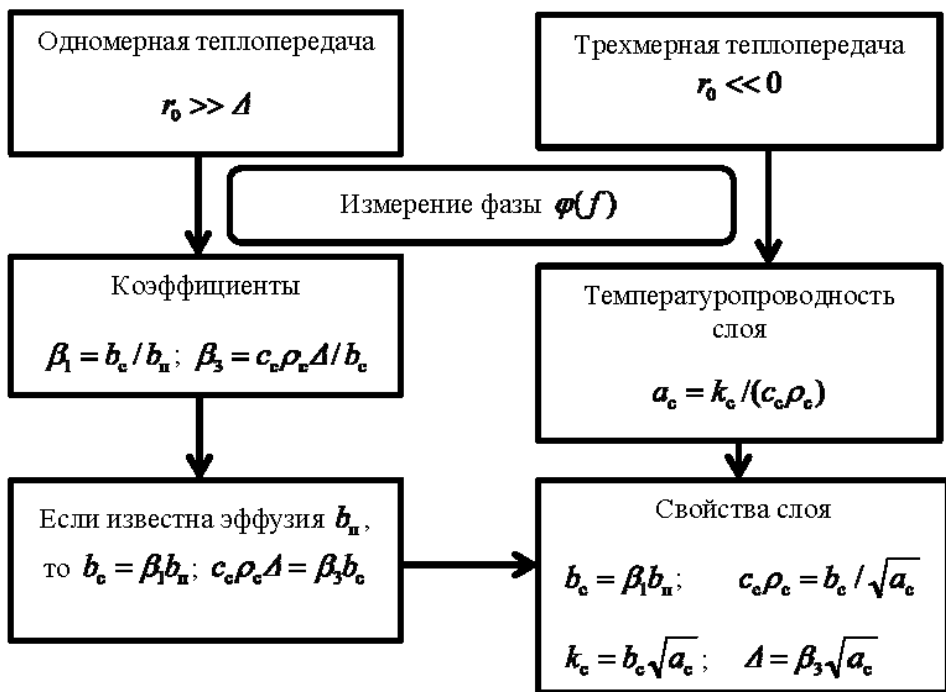


Рис. 3. Схема алгоритма комбинированного измерения

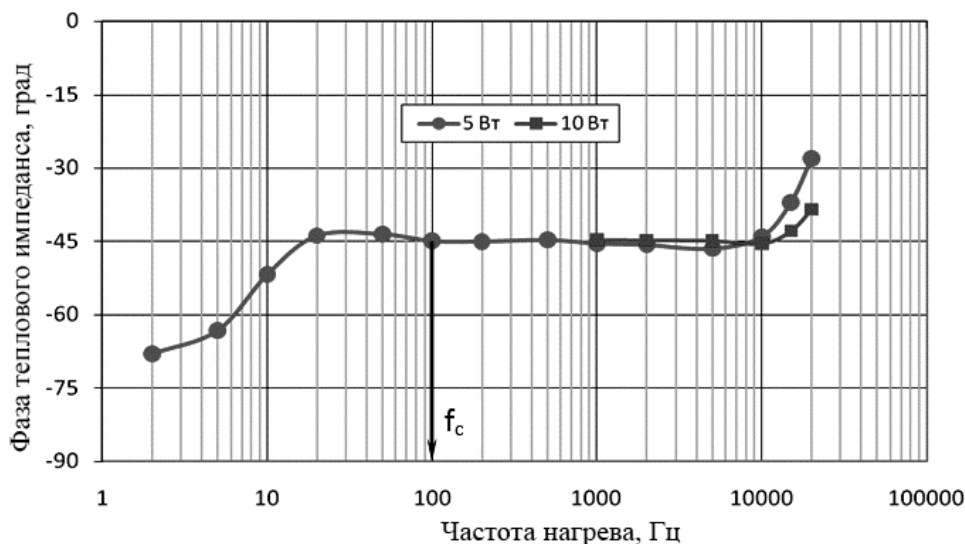
Следовательно, предложенная методика тепловой диагностики путем измерений только фазы теплового импеданса позволяет проводить измерения абсолютной толщины однородного изотропного слоя с неизвестными тепловыми характеристиками на однородной изотропной подложке с неизвестными тепловыми характеристиками. Толщина слоя, которая может быть измерена такой методикой, должна составлять от нескольких десятков до нескольких сотен микрометров.

**Экспериментальные результаты.** Для подтверждения разработанной методики было проведено экспериментальное исследование образца на лабораторной установке тепловой диагностики. В качестве источника нагрева применялся непрерывный волоконный лазер с максимальной выходной мощностью 100 Вт, позволяющий модулировать выходное излучение синхронно с внешним управляющим сигналом по гармонической функции с частотой до 10 кГц. В качестве детектора ИК-излучения был использован фотодетектор, способный регистрировать тепловое излучение в диапазоне 4...12 мкм (по уровню 50 % от максимума чувствительности) с частотой до 10 МГц. Зона измерений детектора на поверхности составляет 500 мкм.

Поскольку природа источника нагрева для тепловой диагностики совпадает с регистрируемым феноменом (электромагнитное излучение), требуется устранить влияние лазерного излучения на измерения ИК-детектора. Для этой цели применяли фильтр, блокирующий паразитное излучение менее 2 мкм.



В качестве тестового образца был выбран лист коррозионно-стойкой стали толщиной 400 мкм как наиболее простой случай слоя. На рис. 4 приведена фазочастотная характеристика теплового импеданса выбранного образца.



**Рис. 4. Фазочастотная характеристика теплового импеданса листа коррозионно-стойкой стали толщиной 400 мкм**

Чтобы подтвердить независимость тепловой диагностики от режима нагрева листа были выполнены две серии измерений при средних мощностях лазера 5 и 10 Вт. В диапазоне значений частот 1...10 кГц фаза соответствует значению однородного тела ( $-45^\circ$ ) для двух мощностей. Значения частоты более 10 кГц являются некорректными ввиду искажения формы лазерного импульса. Отклонение фазы от значения  $-45^\circ$ , отличное от отклонения для однородного тела, при частоте нагрева менее 100 Гц соответствует проявлению обратной стороны слоя (подложки), которое возникает на различных частотах в зависимости от толщины.

Согласно результатам параметрического анализа (см. рис. 3), можно вычислить коэффициент  $\beta_3 = (\pi/f_c)^{0,5}$ . Для рассматриваемого случая (см. рис. 4)  $\beta_3 = 0,177$ .

Определение параметра позволяет выполнить первую часть алгоритма расчета значения абсолютной толщины однородного слоя, а именно в режиме одномерного теплового потока, вызываемого нагревом расфокусированным лучом. Для второй части алгоритма требуется сфокусировать лазерное излучение и детектор теплового излучения в пятно размером на порядок меньше толщины слоя, т. е. в несколько десятков микрон. Практически такая операция вполне реализу-

ема для источника нагрева, однако невозможна для детектора теплового излучения. Поскольку уровень теплового потока пропорционально зависит от площади зоны измерений, то электрический сигнал, генерируемый детектором в режиме сфокусированного излучения, будет ниже, чем у представленных измерений. Однако даже эти данные (см. рис. 4) имеют уровень теплового сигнала на порядок меньше шума детектора, что вынуждает применять длительные периодические измерения с помощью синхронного усилителя. Когда тепловой сигнал снизится еще на несколько порядков, его измерение станет невозможным используемыми средствами. Необходимо либо использовать более чувствительный детектор, либо другими способами повышать уровень теплового сигнала, например, дополнительным нагревом, увеличением испускательной способности материала и др.

Для решения указанной проблемы было предложено оценить температуропроводность на тестовом однородном образце, выполненном из такого же материала что и рассматриваемый лист. Такой подход обоснован, поскольку, как было отмечено выше, нагрев сфокусированным пучком лазерного излучения аналогичен нагреву однородного полубесконечного тела. Следовательно, с точки зрения процессов теплопередачи нагрев сфокусированным лучом идентичен нагреву расфокусированным лучом на тестовом образце. Таким образом, возможно косвенно реализовать вторую часть алгоритма определения параметров.

Значение температуропроводности  $a = 4 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$  (согласуется с табличными значениями для этой марки стали). Комбинируя полученное значение коэффициента  $\beta_3 = 0,177$  с рассчитанным значением температуропроводности  $a$  согласно алгоритму, приведенному на рис. 3, получаем значение толщины слоя:

$$\Delta = \beta_3 \sqrt{a} = 354 \text{ мкм.} \quad (4)$$

Значение (4) хорошо согласуется с реальной толщиной листа — 400 мкм. Таким образом, можно утверждать, что разработанная методика расчета толщины слоя, независимая от тепловых характеристик материала, реализуема практически. На используемом оборудовании погрешность расчетных и реальных данных составляет около 10...15 %.

**Выводы.** Разработанная теоретическая методика лазерной фото-термической диагностики позволяет бесконтактно, дистанционно и бескалибровочно измерять толщину однородного слоя (покрытия) с неизвестными теплофизическими характеристиками вне зависимости от того, на какой подложке он находится. Экспериментально подтверждена принципиальная реализуемость данной методики с погрешностью измерений 10...15 %. Для дальнейшего совершенствования технологии требуется повысить чувствительность фотодетектора.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ 18353—79. Контроль неразрушающий. Классификация видов и методов. — М.: Изд-во стандартов, 2004. — 12 с.
2. Вавилов В.П. Инфракрасная термография и тепловой контроль. — М.: Спектр, 2009. — 545 с.
3. Almond D.P., Patel P.M. *Photothermal Science and Techniques*. — London: Chapman&Hall, 1996. — 241 p.
4. Melyukov D.V. *Etude et Développement D'une Méthode de Caractérisation in-situ et à Distance de Dépôts en Couches Minces par Pyrométrie Active Laser*. Thèse de Doctorat. 05.10.2011 / ENISE. Saint-Etienne (France). 2011. — 132 p.
5. Мелюков Д.В. Разработка и исследование процесса бесконтактно-управляемой лазерной абляции слоистых материалов. Дис. ... канд. техн. наук. — М., 2012. — 140 с.
6. *Phase Lock-In Laser Active Pyrometry for Surface Layer Characterisation: Rapport CEA / A. Semerok et al. NT DPC/SCP 09-301 in dice A. Saclay, 2009.* — 94 p.
7. Beck J.V., Arnold K.J. *Parameters Estimation in Engineering and Science*. — NY: Wiley, 1977. — 501 p.

Статья поступила в редакцию 11.09.2012