



Politechnika Koszalińska

Wydział Elektroniki

Mgr inż. Leszek Bychto

**Metody fotoakustyczne w pomiarach parametrów
cieplnych i optycznych materiałów stosowanych w
elektronice.**

Rozprawa doktorska

Promotor: Prof. dr hab.

Aleksy Patryn

Spis Treści

WSTĘP.....	4
1. METODY BADANIA ZJAWISK FOTOTERMICZNYCH SŁUŻĄCE DO OKREŚLANIA PARAMETRÓW CIEPLNYCH I OPTYCZNYCH CIAŁ STAŁYCH.....	7
1.1.1. Bezpośredni pomiar temperatury.....	9
1.1.2. Emisja w podczerwieni – termowizja.....	13
1.1.3. Metoda odbiciowa.....	14
1.1.4. Detekcja piezoelektryczna.....	15
1.1.5. Metoda deflekcyjna – mirażu.....	17
1.1.6. Detekcja fotoakustyczna.....	17
2. PARAMETRY CIEPLNE A FOTOAKUSTYCZNE METODY ICH WYZNACZANIA .	19
2.1. PODSTAWOWE PARAMETRY CIEPLNE.....	19
2.2. ANALIZA TEORETYCZNA CHARAKTERYSTYK CZĘSTOTLIWOŚCIOWYCH AMPLITUDY I FAZY SYGNAŁU FOTOAKUSTYCZNEGO.....	25
2.2.1. Sygnał fotoakustyczny z przodu próbki.....	25
2.2.2. Sygnał fotoakustyczny z tyłu próbki.....	36
2.3. WYZNACZANIE DYFUZYJNOŚCI CIEPLNEJ.....	39
2.3.1. Tryb rejestracji z przodu próbki (Front).....	40
2.3.2. Tryb rejestracji z tyłu próbki (Rear).....	44
2.3.3. Połączenie metod „Przód” i „Tyl”.....	47
2.3.4. Zestawienie metod określania dyfuzyjności cieplnej.....	50
2.4. WYZNACZANIE EFUZYJNOŚCI CIEPLNEJ.....	57
2.4.1. Metoda „Amplituda-przód”.....	58
2.4.2. Metoda „Faza-przód”.....	61
2.5. WYZNACZANIE POZOSTAŁYCH PARAMETRÓW CIEPLNYCH.....	63
3. POMIARY PARAMETRÓW OPTYCZNYCH METODĄ FOTOAKUSTYCZNĄ.....	65
3.1. WSPÓLCZYNNIK ABSORPCJI OPTYCZNEJ.....	65
3.2. CHARAKTERYSTYKI WIDMOWE OBIEKTU OPTYCZNIE PRZEZROCZYSTEJ.....	67
3.2.1. Porównanie modelu R-G z modelem Ouzafe.....	69
4. STANOWISKO POMIAROWE.....	72
4.1. OPIS STANOWISKA.....	72
4.2. PROGRAM STERUJĄCO-POMIAROWY.....	74
4.3. KOMÓRKI FOTOAKUSTYCZNE.....	80
4.4. KALIBRACJA TORU POMIAROWEGO.....	81

5. PROCEDURY ANALITYCZNE.....	84
5.1. WYZNACZANIE DYFUZYJNOŚCI CIEPLNEJ	84
5.2. WYZNACZANIE EFUZYJNOŚCI CIEPLNEJ.....	85
5.3. OBLICZENIA POZOSTAŁYCH PARAMETRÓW CIEPLNYCH.....	86
5.4. WYZNACZANIE WSPÓŁCZYNNIKA ABSORPCJI OPTYCZNEJ.	87
6. ZESTAWIENIE UZYSKANYCH WYNIKÓW POMIARÓW WŁAŚCIWOŚCI CIEPLNYCH I OPTYCZNYCH MATERIAŁÓW STOSOWANYCH W ELEKTRONICE.	89
6.1. POMIARY PARAMETRÓW CIEPLNYCH.....	89
6.1.1. <i>Metody wyznaczania dyfuzyjności cieplnej.</i>	89
6.1.2. <i>Modelowe badania metod fotoakustycznych</i>	91
6.1.3. <i>Wyniki pomiarów parametrów cieplnych</i>	93
6.1.4. <i>Kleje przemysłowe EKO Solder AX201</i>	95
6.1.5. <i>Materiały krzemowe różnych typów.</i>	98
6.1.6. <i>Badanie właściwości cieplnych kryształów mieszanych Si-Ge.</i>	101
6.2. POMIARY SPEKTROSKOPOWE-FOTOAKUSTYCZNE.....	104
6.2.1. <i>Widmo współczynnika absorpcji CdTe.</i>	104
6.2.2. <i>Widmo współczynnika absorpcji krzemu domieszkowanego typu n i typu p.</i>	107
6.2.3. <i>Spektroskopowe pomiary kryształów mieszanych $Zn_{1-x}Mg_xBe_xSe$ i $Zn_{1-x}Be_xSe$.</i>	108
7. WNIOSKI KOŃCOWE	113
8. LITERATURA.....	115
9. DODATKI.....	120
9.1. PARAMETRY CIEPLNE NIEKTÓRYCH MATERIAŁÓW.	120
9.2. WYDRUK FRAGMENTU PROGRAMU STERUJĄCO-POMIAROWEGO (PANEL MODULATORA).	121
9.3. WYDRUK FRAGMENTU PROGRAMU ANALITYCZNEGO (ANALIZA SYGNAŁU W TRYBIE PHASE-LAG).	124

Wstęp.

Modelowanie zjawisk termicznych zachodzących w strukturach półprzewodnikowych oraz projektowanie przyrządów półprzewodnikowych wymaga znajomości podstawowych parametrów materiałowych. Do takich parametrów zaliczamy m.in. „pierwotne” parametry cieplne tj. przewodnictwo cieplne i ciepło właściwe oraz „wtórne” jak dyfuzyjność i efuzyjność cieplna. Do podstawowych parametrów optycznych można zaliczyć współczynniki absorpcji optycznej, szerokość przerwy energetycznej półprzewodnika oraz parametry poszerzenia termicznego nazywanego „ogonem Urbacha”. Konkretnie odmiany materiałów stosowanych w procesach technologicznych często mają parametry których wartość może odbiegać, czasami znacząco, od wartości typowych. Z tego powodu istnieje potrzeba opracowywania metod pomiarowych określających te parametry. Do takich metod należą m.in. metody wykorzystujące zjawiska fototermiczne. Spośród wielu technik szczególnie interesujące są metody fotoakustyczne i to one są przedmiotem niniejszej pracy. W porównaniu z metodami fototermicznymi takimi jak defleksyjna, mirażu czy piezoelektryczna metody fotoakustyczne charakteryzują się w miarę prostym modelem matematycznym i nieskomplikowaną aparaturą. Jak pokazały badania, poparte licznymi publikacjami krajowymi i zagranicznymi metody fotoakustyczne są doskonałym narzędziem pozwalającym określać parametry cieplne i optyczne typowych materiałów stosowanych w budowie przyrządów półprzewodnikowych. W związku z powyższym można postawić tezę, której udowodnienie stanowi treść niniejszej rozprawy:

„Możliwe jest określenie podstawowych parametrów cieplnych jak i wybranych parametrów optycznych materiałów półprzewodnikowych techniką fotoakustyczną w dziedzinie pomiarów częstotliwościowych oraz dziedzinie

pomiarów widmowych zarówno amplitudowych jak i fazowych w różnych konfiguracjach eksperymentalnych.”

Postawiona teza została udowodniona w niniejszej pracy przez realizację następujących celów cząstkowych rozprawy:

1. Oszacowanie jakie wielkości dyfuzyjności cieplnych są możliwe do określania metodami fotoakustycznymi w akustycznym zakresie częstotliwości (20[Hz] do 20[kHz]) dla typowych materiałów stosowanych w elektronice.
2. Opracowanie algorytmów pomiarowych pozwalających wyznaczać szereg podstawowych parametrów cieplnych oraz widm współczynnika absorpcji optycznej materiałów półprzewodnikowych techniką fotoakustyczną z analizy charakterystyk częstotliwościowych i widmowych sygnału fotoakustycznego (PA).
3. Opracowanie metod doświadczalnych wyznaczania parametrów cieplnych i optycznych z charakterystyk częstotliwościowych i widmowych amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego w różnych trybach i konfiguracjach pomiarowych.
4. Wykonanie pomiarów podstawowych parametrów cieplnych i optycznych wybranych grup materiałów i porównanie otrzymanych wyników z danymi literaturowymi.

Układ pracy przedstawia się następująco:

W rozdziale pierwszym przedstawiono istotę zjawisk fototermicznych oraz omówiono szereg metod wykorzystujących to zjawisko w pomiarach temperatury i określaniu parametrów cieplnych materiałów.

Drugi rozdział poświęcony jest technikom fotoakustycznym pozwalającym określać parametry cieplne (dyfuzyjność, efuzyjność oraz przewodność

cieplną). Omówiono definicje podstawowych parametrów cieplnych. Pokazano sposoby modelowania temperatury na powierzchni próbki np. z wykorzystaniem analogii elektro-termicznej (model linii długiej). Na podstawie modelu Rosencwaig-Gersho (R-G) przedstawiono charakterystyki częstotliwościowe amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego oraz przeanalizowano ich zależność od dyfuzyjności i efuzyjności cieplnej. Po uwzględnieniu warunków eksperymentalnych przyjęto do analizy danych eksperymentalnych uproszczoną postać modelu R-G. Omówiono sześć konfiguracji pomiarowych różniących się trybem rejestracji sygnału („przód”, „tył”, „przód-tył”) oraz wielkości mierzonej (amplituda, faza). Pokazano możliwość linearyzacji charakterystyk częstotliwościowych.

W rozdziale trzecim, poświęconym pomiarom współczynnika absorpcji optycznej i współczynnika poszerzenia termicznego- tzw. „ogona Urbacha” metodami fotoakustycznymi, omówiono zależność charakterystyk częstotliwościowych amplitudy i fazy sygnału od współczynnika absorpcji optycznej, parametrów cieplnych materiału i częstotliwości modulacji światła wzbudzającego. Porównano model R-G z modelem przedstawionym przez Ouzafe[19] będącym szczególnym przypadkiem modelu R-G.

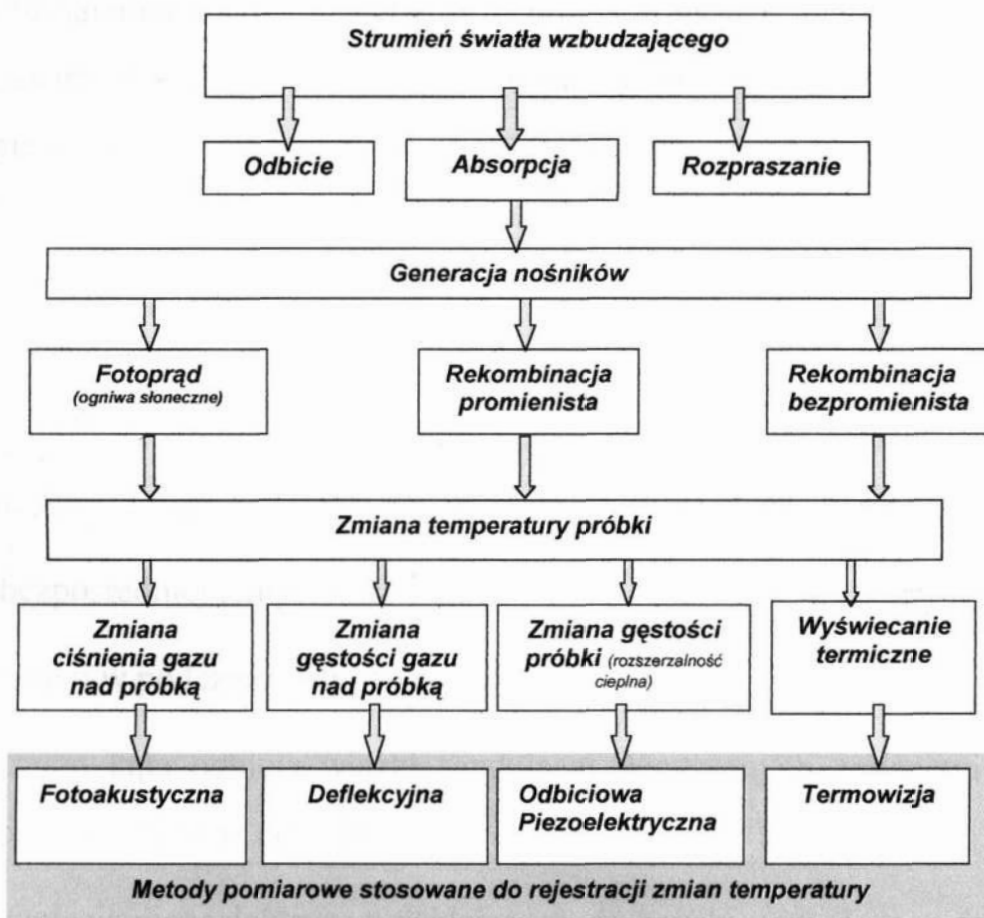
Rozdział czwarty zawiera opis wykonanego stanowiska do pomiarów fotoakustycznych i spektroskopowych.

W rozdziale piątym przedstawiono procedury analityczne służące do wyznaczania parametrów cieplnych i optycznych z częstotliwościowych pomiarów fotoakustycznych amplitudy i fazy.

Rozdział szósty zawiera wybrane wyniki wykonanych badań, opublikowanych na wielu konferencjach i w wielu czasopismach krajowych i zagranicznych.

1. Metody badania zjawisk fototermicznych służące do określania parametrów cieplnych i optycznych ciał stałych.

Fototermiczne metody określania parametrów cieplnych i optycznych polegają na pomiarze zmian temperatury w badanym obiekcie lub wokół niego wywołane absorpcją światła wzbudzającego. Powstawanie zjawiska fototermicznego oraz sposoby jego badania przedstawiono schematycznie na rysunku (Rys. 1-1).



Rys. 1-1 Zjawiska fototermiczne oraz metody ich badania.

Strumień światła (Rys. 1-1) pobudzający powierzchnię próbki może się częściowo odbić, rozproszyć lub jego część może być zaabsorbowana. Energia zaabsorbowana przez próbkę wywołuje w niej szereg zjawisk fizykochemicznych. Do głównych możemy zaliczyć rekombinację bezpromienistą

(drgania sieci krystalicznej), rekombinację promienistą (luminescencja), reakcje chemiczne (np. zmiana stanu skupienia) a w strukturach i przyrządach półprzewodnikowych może spowodować generację nośników (ogniwa słoneczne). Wspólną cechą tych zjawisk jest to że powodują generację źródeł ciepła w ośrodku pobudzonym strumieniem światła. Wielkość tych zjawisk zależy od rodzaju materiału (ciecz, gaz, ciało stałe, półprzewodnik), jego parametrów fizycznych, chemicznych, optycznych oraz od źródła światła wzbudzającego (mocy optycznej, długości fali, parametrów modulacji). Procesy te powodują zmianę pola temperatury w próbce i jej otoczeniu a mogą objawić się zmianami chemicznymi próbki, zmianami gęstości oraz zmianami gęstości i ciśnienia ośrodka otaczającego próbkę. Pomiar i analiza zmian pola temperatury w próbce lub jej otoczeniu wywołanych strumieniem światła wzbudzającego daje informację o procesach zachodzących w próbce oraz jej **właściwościach cieplnych i optycznych.**

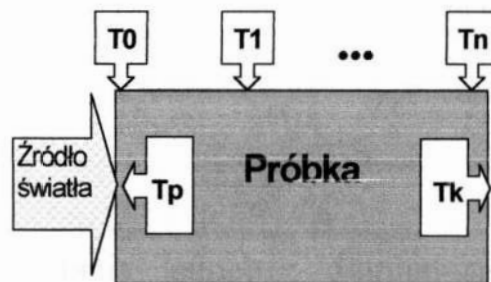
Pomiar temperatury może być zrealizowany różnymi metodami, poprzez rejestrację[46],[49]:

- bezpośrednio temperatury próbki
- emisji w podczerwieni - termowizja
- zmian kąta odbicia wiązki sondującej wywołanych zmianami gęstości próbki – metoda odbiciowa
- napięcia piezoelektryka przyklejonego do próbki wywołanego deformacją próbki – metoda piezoelektryczna
- zmian ugięcia wiązki sondującej wywołanych zmianami gęstości gazu otaczającego próbkę – metoda deflekcyjna (mirażu)
- zmian ciśnienia gazu otaczającego próbkę – metoda fotoakustyczna

Wymienione metody umożliwiają wyznaczanie podstawowych parametrów cieplnych (przewodność cieplną, ciepło właściwe, dyfuzyjność i efuzyjność cieplną) oraz optycznych (współczynnik absorpcji optycznej i wartości przerwy energetycznej).

1.1.1. Bezpośredni pomiar temperatury

Ta metoda polega na bezpośrednim pomiarze temperatury w jednym lub kilku wybranych punktach obiektu. Jako czujnik przeważnie stosowana jest termopara. Najczęściej mierzona jest temperatura górnej i dolnej powierzchni próbki. Metoda ta wymaga zapewnienia dobrego kontaktu cieplnego między czujnikiem a powierzchnią próbki np. przez zastosowanie past przewodzących. Dla cienkich warstw trzeba się liczyć z rejestracją małych różnic temperatur.



Rys. 1-2 Schemat układu pomiarowego stosowanego w technice bezpośredniego pomiaru temperatury.

Źródło światła (Rys. 1-2) lub np. grzałka elektryczna podgrzewa jeden koniec próbki. Za pomocą termopar mierzony jest rozkład temperatury wzdłuż próbki. Stosowana jest także technika polegająca na naporowywaniu termopar na powierzchnie obiektu. Rozwiązujemy w ten sposób problem dobrego kontaktu cieplnego między próbka a termoparą. Jednakże naporowywanie może zmienić parametry cieplne powierzchni co przy pomiarze cienkich warstw może znacząco wpłynąć na wynik.

Metody bezpośredniego pomiaru temperatury stosuje się m.in. do określania przewodności, dyfuzyjności i efuzyjności cieplnej. Wyróżnia się

metody mierzące rozkład temperatury w badanej próbce w stanie ustalonym i nieustalonym.

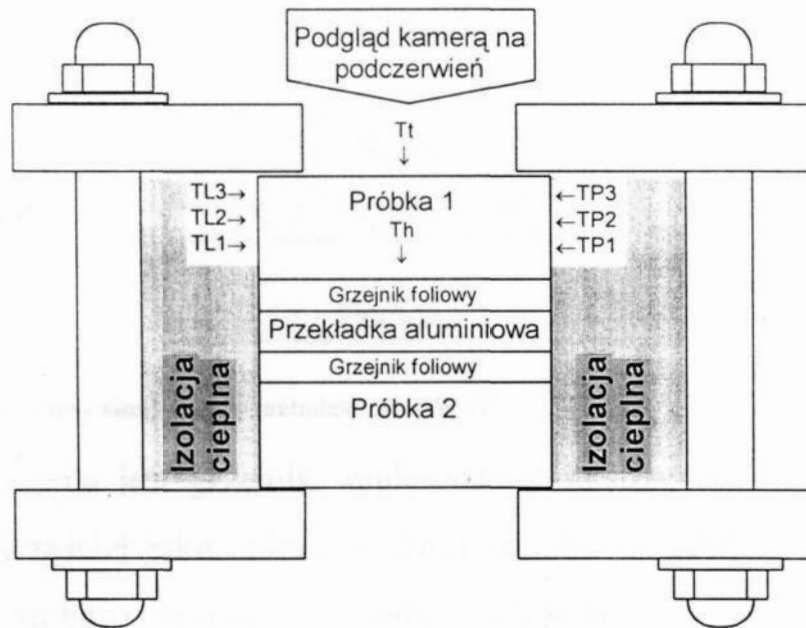
Ze względu na kształt stosowanych próbek dzieli się te metody na:

- ◆ „Hot-Plate”- próbka ma kształt krążka;
- ◆ „Hot-Rod”- próbka ma kształt pręta.

Ponadto poszczególne metody różnią się ilością zastosowanych czujników temperatury oraz ich rozmieszczeniem. Dodatkowo rozróżnia się metody z izolowanymi powierzchniami (pewne powierzchnie próbki izoluje się cieplnie od otoczenia) i nie izolowanymi powierzchniami (uwzględnia się wtedy wymianę ciepła między powierzchniami próbki a otoczeniem np. przez konwekcję). Pewne z tych metod stały się standardami w pomiarach przewodności cieplnej np. metody „Hot-Plate” z izolowaną [13] i nie izolowaną powierzchnią [14].

Metoda „Hot-Plate”

Przykład wykorzystania jednej z odmian metody „Hot-Plate” można znaleźć w pracy E.P.Fitzgerald i M.R.D.Davies [23]. Autorzy wykorzystali tą technikę do pomiaru przewodności cieplnej materiałów plastikowych wykorzystywanych do wytwarzania obudów elementów elektronicznych. Mierzone próbki miały średnicę 30[mm] i grubość 2.4[mm]- cienka próbka oraz 5.5[mm]- gruba próbka. Rozmieszczenie termopar oraz sposób mocowania próbki przedstawiono na rysunku poniżej.

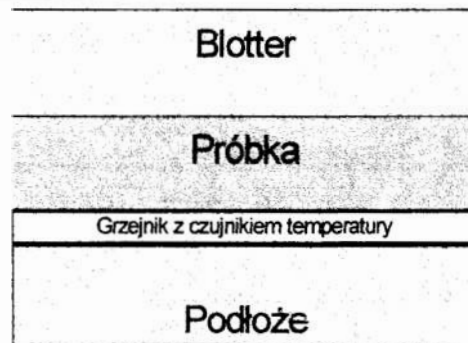


Rys. 1-3 Mocowanie próbki oraz rozmieszczenie czujników w metodzie „Hot-Plate”.

Dla zachowania symetrii układu wykorzystuje się dwie próbki przy czym mierzy się rozkład temperatury jednej próbki. Między próbkami umieszczone są grzejniki foliowe dostarczające ciepło do układu. Przekładka aluminiowa służy do równomiernego rozproszania ciepła na powierzchni grzejnej. Powierzchnie boczne odizolowane są od otoczenia za pomocą izolacji (wata szklana). Rozkład temperatury mierzony jest wzdłuż próbki za pomocą trzech czujników z jednej strony (TL1, TL2, TL3) oraz z drugiej (TP1, TP2, TP3). Dodatkowo dwa czujniki mierzą temperaturę na środku przedniej i tylnej powierzchni próbki (T_t i T_h). Za pomocą kamery na podczerwień kontrolowano równomierność rozkładu temperatury na powierzchni próbki.

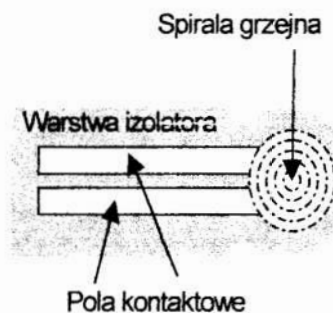
Metody stanu nieustalonego temperatury

Tego typu techniki polegają na pomiarze zmian temperatury w czasie po włączeniu źródła ciepła podgrzewającego próbkę. Jedną z odmian tej metody zwanej „Modified Hot Wire Blotter Technique” zaprezentowano w pracy[47].



Rys. 1-4 Układ pomiarowy stosowany w metodzie „Hot-Wire”.

Źródłem ciepła jest grzejnik, umieszczony między podłożem a próbką, wykonany najczęściej jako spirala z drutu oporowego [50] (Rys. 1-5) np. z niklu. Fakt zmiany rezystancji spirali wywołanej zmianą temperatury wykorzystano w detektorze temperatury. Spirala wraz z polami kontaktowymi umieszczona jest między cienkimi warstwami izolatora elektrycznego (folia, mika itp.).



Rys. 1-5 Budowa grzałki z czujnikiem temperatury.

Po włączeniu grzałki następuje pomiar zmian temperatury na powierzchni próbki. Trwa on przez okres w którym rozkład temperatury w próbce można traktować jak rozkład temperatury w obszarze półnieskończonym .

Opis czaso-przestrzennego rozkładu temperatury w półnieskończonym obszarze można znaleźć w pracy [15]:

$$T(x,t) = T_0 + \frac{2P}{S \cdot e} \cdot \sqrt{\frac{t}{\pi}} \cdot \text{ierfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha \cdot t}}\right) \quad (1-1)$$

$$\text{gdzie: } ierfc(x) = \int_x^{\infty} erfc(y) dy = \int_x^{\infty} \left[1 - \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \exp(-t^2) dt \right] dy$$

T_0 - temperatura początkowa

P - moc grzania

S - powierzchnia próbki (grzania)

e - efuzyjność cieplna

α - dyfuzyjność cieplna

x - odległość w próbce od powierzchni grzania

t - czas grzania

Na powierzchni grzania ($x=0$) rozwiązanie równania wygląda następująco:

$$T(t) = T_0 + \frac{2P}{S \cdot e} \cdot \sqrt{\frac{t}{\pi}} \quad (1-2)$$

Zmiana temperatury na powierzchni próbki jest proporcjonalna do e^{-1} i $t^{1/2}$.

Dla czasów $t < \tau$ równanie 1-2 jest także spełnione dla obiektów o skończonej grubości l .

$$\tau = \frac{4 \cdot l^2}{\pi^2 \cdot \alpha} [s] \quad (1-3)$$

gdzie: l - grubość materiału [m]

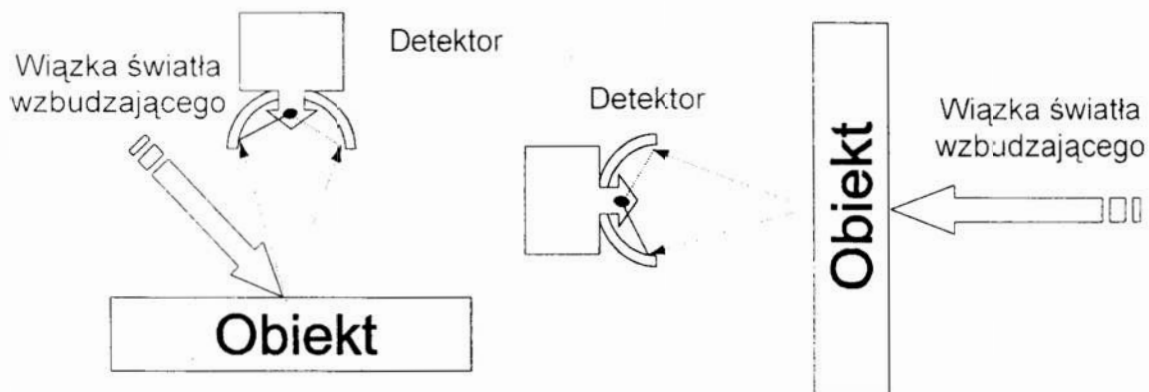
α - dyfuzyjność cieplna [m^2/s]

By określić punkt $t=\tau$ stosuje się tzw. blotter- dodatkową warstwę materiału o zupełnie innych parametrach cieplnych niż materiał badany. W czasie $t=0$ do $t=\tau$ bez względu na rodzaj blottera zmiany temperatury są zgodne z zależnością 1-3. Po czasie $t=\tau$ charakterystyki zaczynają się różnić co pozwala na określenie niezbędnego czasu pomiaru.

1.1.2. Emisja w podczerwieni – termowizja

Metoda ta wykorzystuje fakt iż każde ciało w temperaturze powyżej 0K emituje promieniowanie cieplne. W temperaturze pokojowej (300K) długość fali emitowanego promieniowania jest rzędu $10\mu m$ a więc jest to zakres

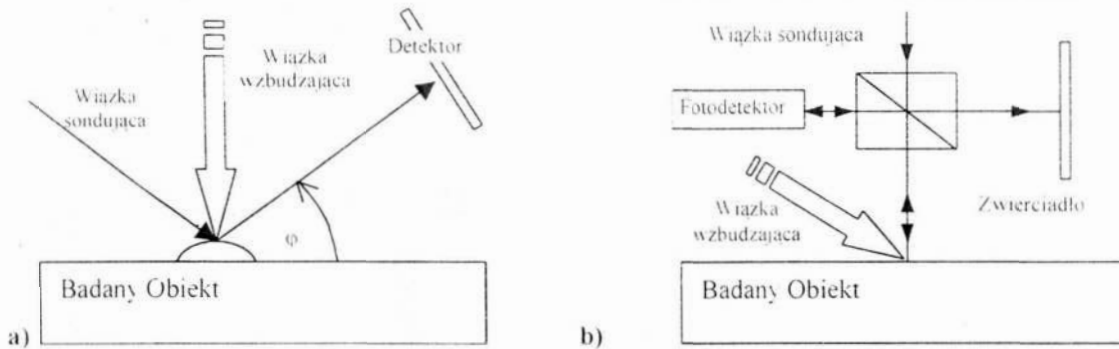
podczerwieni. Do rejestracji energii emitowanej przez obiekt stosowane są detektory podczerwieni np. fotodiody wykonane z HgTe. W celu zwiększenia rozdzielczości przestrzennej stosuje się specjalne reflektory optyczne, a w celu poprawienia czułości chłodzenie detektora do temperatury np. ciekłego azotu (80K). Metoda ta jest techniką bezkontaktową pomiaru temperatury co jest jej największą zaletą. W chwili obecnej stosowane są już powszechnie kamery na podczerwień dające rozkład temperatury na powierzchni. Detektorem w tym przypadku jest matryca fotodiod. Obraz termiczny powierzchni można uzyskać także mając jeden detektor. W tym momencie należy zmieniać położenie obiektu lub detektora np. za pomocą stolika X-Y. Wzajemne położenie czujnika, obiektu i źródła wymuszającego w różnych konfiguracjach stosowanych w termowizji przedstawia rysunek poniżej:



Rys. 1-6 Sposoby rejestracji promieniowania termicznego w zakresie podczerwieni.

1.1.3. Metoda odbiciowa

Generacja zmiennego pola temperatury w obiekcie powoduje zmianę kształtu powierzchni. Jeżeli powierzchnia materiału będzie oświetlana wiązką światła sondującego to zmiana kształtu powierzchni wpłynie na zmianę kierunku propagacji światła odbitego. Podstawą tej techniki jest więc pomiar odchylenia wiązki odbitej światła sondującego. Schematycznie jest to pokazane na rysunku 1-7a.



Rys. 1-7 Idea działania metod: a) odbiciowej i b) interferencyjnej.

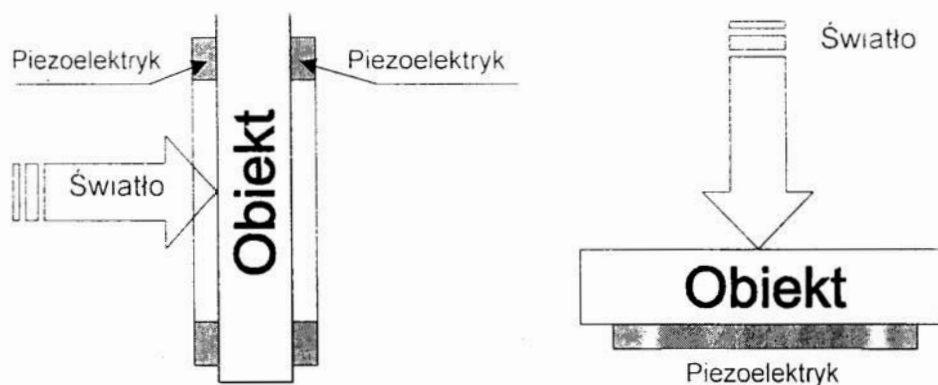
Obiekt jest pobudzany zmiennym strumieniem światła powodującym powstanie deformacji. Odbita wiązka światła sondującego zmienia swój kierunek propagacji. Odchylenie wiązki jest mierzone detektorem – fotodiody czterosegmentową. Zjawisko jest skomplikowane ze względu na zależność sygnału nie tylko od deformacji obiektu ale i od zmian temperatury gazu. Do zalet tej metody należą bezkontaktowość i duża czułość. Wadą jest konieczność stosowania gładkich powierzchni obiektu oraz konieczność stosowania dużej precyzji przy wzajemnym ustawianiu wiązki generującej i sondującej.

Rysunek 1-7b przedstawia metodę interferencyjną pomiaru temperatury powierzchni polegającą na pomiarze interferencji dwóch wiązek światła spójnych przestrzennie tzn. wiązki odbitej od zwierciadła i wiązki odbitej od powierzchni badanego obiektu, który podgrzewany jest periodycznym strumieniem światła-wiązka wzbudzająca.

1.1.4. Detekcja piezoelektryczna

Technika piezoelektryczna polega na pomiarze napięcia na piezoelektryku będącego rezultatem odkształceń próbki[5]. Odkształcenia próbki powstają w wyniku pobudzania jej zmiennym strumieniem światła. Czujnik piezoelektryczny ma kształt krążka lub pierścienia. W przypadku krążka możliwy jest pomiar odkształcenia na powierzchni obiektu przeciwnej do wzbudzenia. Używając czujnika w postaci pierścienia możemy mierzyć

odkształcenia z dwóch stron. Schematycznie jest to pokazane na rysunku poniżej.



Rys. 1-8 Konfiguracje pomiarowe stosowane w rejestracji piezoelektrycznej. a) obiekt przezroczysty, b) obiekt nieprzezroczysty.

Do zalet tej metody należy stosunkowo duża czułość. Do wad należy zaliczyć raczej skomplikowaną postać modelu matematycznego opisującego zależność między naprężeniem termicznym generowanym w próbce a napięciem wytwarzanym w piezoelektryku oraz konieczność zapewnienia dobrego kontaktu mechanicznego między próbką a detektorem. Problem połączenia mechanicznego rozwiązuje się poprzez przyklejenie piezoelektryka do próbki lub zastosowanie pasty sprzęgającej. Inny sposób mocowania próbki i piezoelektryka przedstawiono w pracy[45] i pokazano na rysunku poniżej.



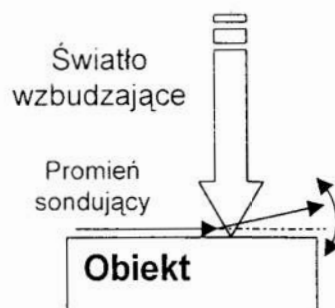
Rys. 1-9 Inny sposób montowania piezoelektryka.

Periodyczne ugięcia próbki, będące wynikiem ogrzewania jej strumieniem światła i powstania periodycznego gradientu temperatury wzdłuż grubości

próbki przekazywane są przez półsferę do powierzchni piezoelektryka i zamieniane na napięcie.

1.1.5. Metoda deflekcyjna – mirażu

Zasada działania metody mirażu polega na wykorzystaniu zmiany współczynnika załamania światła w powietrzu od temperatury (Rys. 1-10) [40,41,49].



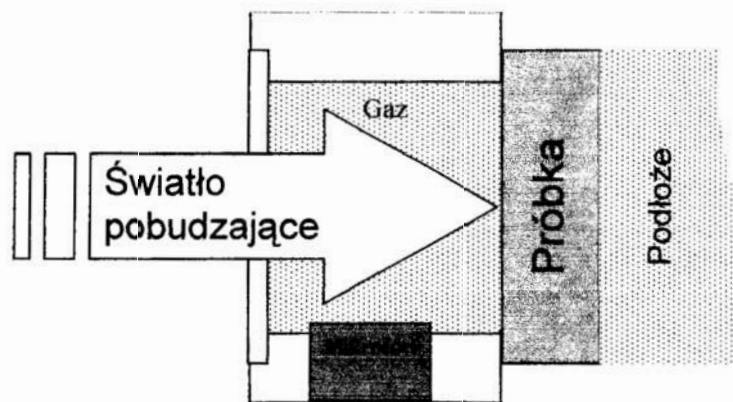
Rys. 1-10 Zasada działania metody mirażu.

Zmiany temperatury próbki w punkcie wzbudzenia strumieniem światła powodują zmianę temperatury gazu otaczającego obiekt a w konsekwencji zmianę współczynnika załamania światła w gazie (w punkcie tym powstaje tzw. soczewka cieplna). Jeżeli tuż nad powierzchnią przeprowadzimy wiązkę światła sondującego to w miejscu powstania soczewki cieplnej nastąpi jej odchylenie. Technika ta wymaga dokładnego ustawienia wiązki sondującej nad powierzchnią próbki oraz precyzyjnego układu do pomiaru odchylenia wiązki świetlnej.

1.1.6. Detekcja fotoakustyczna

Zasada działania tej metody polega na pomiarze zmian ciśnienia gazu w otoczeniu mierzonego obiektu [2,3]. Próbka umieszczona jest w szczelnej komórce zawierającej gaz (powietrze) i mikrofon. Ciepło wygenerowane w próbce w wyniku pobudzania jej zmiennym strumieniem światła podgrzewa

periodycznie warstwę przyścienną gazu. Jako że gaz wokół próbki stanowi zamkniętą objętość to podgrzewana periodycznie przyścienna warstwa gazu, działająca podobnie jak tłok, wywołuje periodyczne zmiany ciśnienia gazu. Zmiany ciśnienia rejestrowane są przez mikrofon. Analogowy sygnał otrzymywany z mikrofonu jest zapisywany w funkcji częstotliwości modulacji światła (charakterystyka amplitudowa i fazowa) i funkcji długości fali światła (charakterystyka spektralna). Schematycznie można to przedstawić za pomocą rysunku:

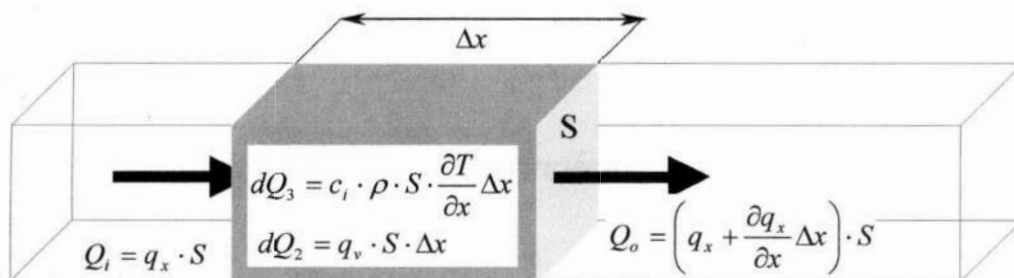


Rys. 1-11 Rejestracja sygnału fotoakustycznego.

2. Parametry cieplne a fotoakustyczne metody ich wyznaczania .

2.1. Podstawowe parametry cieplne.

Jeżeli jednorodna próbka o powierzchni przekroju poprzecznego S wykonana jest z materiału o gęstości ρ_i , ciepłe właściwym c_i i współczynniku przewodzenia ciepła k_i oraz wewnątrz ciała występuje przepływ ciepła tylko w jednym kierunku określony w każdym punkcie gęstością strumienia ciepła q_x to bilans ciepła dla elementu o długości Δx można schematycznie przedstawić w następujący sposób [18]:



Rys. 2-1 Bilans ciepła w jednowymiarowym modelu próbki.

Gęstość strumienia ciepła q przepływającego w wyniku mechanizmu przewodnictwa (zgodnie z prawem Fouriera) jest proporcjonalna do gradientu temperatury:

$$q_x = -k_i \frac{\partial T}{\partial x} \left[\frac{W}{m^2} \right] \quad (2-1)$$

Współczynnik k_i nosi nazwę przewodności cieplnej właściwej lub konduktywności cieplnej. Q_i [J/s] jest ilością energii cieplnej wpływającej przez powierzchnię S do próbki w jednostce czasu nazywaną dalej strumieniem ciepła, Q_o jest strumieniem ciepła wypływającym z próbki a różnica $Q_o - Q_i$ daje nam ubytek ciepła z wnętrza elementu.

$$dQ_1 = Q_o - Q_i = \Delta x \cdot S \cdot \frac{\partial}{\partial x} q_x = -\Delta x \cdot S \cdot k_i \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (2-2)$$

dQ_2 jest wydajnością wewnętrznych źródeł ciepła, a dQ_3 jest ciepłem kumulowanym wewnątrz elementu wynikającym z istnienia jego pojemności cieplnej określonej ciepłem właściwym c_i .

$$dQ_2 = \Delta x \cdot S \cdot q_v \quad (2-3)$$

$$dQ_3 = \Delta x \cdot S \cdot c_i \rho \frac{\partial}{\partial t} T \quad (2-4)$$

q_v jest ilością ciepła generowaną w jednostce czasu i jednostce objętości elementu

Z bilansu cieplnego wynika, że ilość ciepła zkumulowana w elemencie musi być równa różnicy ciepła wpływającego i wypływającego z niego.

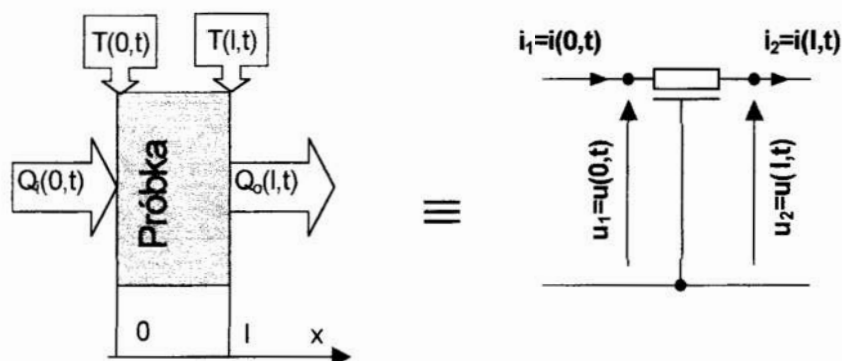
$$dQ_3 = dQ_2 - dQ_1 \quad (2-5)$$

$$\frac{c_i \rho}{k_i} \frac{\partial}{\partial t} T = \frac{1}{\alpha_i} \frac{\partial}{\partial t} T = \frac{q_v}{k_i} + \frac{\partial^2}{\partial x^2} T \quad (2-6)$$

Parametr $\alpha_s [m^2/s]$ nazywany jest *dyfuzyjnością cieplną*.

$$\alpha_i = \frac{k_i}{\rho_i \cdot c_i} \left[\frac{m^2}{s} \right] \quad (2-7)$$

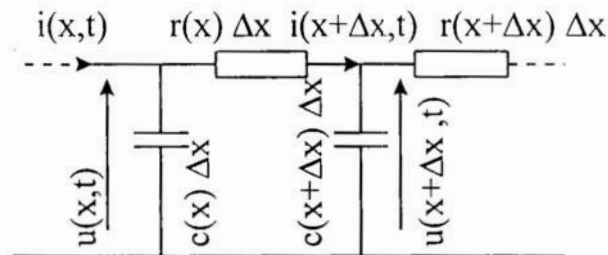
Jednowymiarowy model bilansu ciepła w materiale o długości l , powierzchni S , gęstości ρ , ciepłe właściwym c_i i współczynnika przewodzenia ciepła k_i można przedstawić, stosując analogię opisu zjawisk cieplnych i elektrycznych za pomocą układu linii długiej zbudowanej z elementów RC (Rys. 2-2)[1,34].



Rys. 2-2 Linia długa jako jednowymiarowy model opisujący bilans ciepła w materiale.

W tym wypadku strumieniowi cieplnemu odpowiada prąd w linii długiej a odpowiednikiem temperatury jest napięcie. Parametry RC linii długiej można opisać za pomocą właściwości cieplnych i fizycznych materiału (c_i , k_i , ρ) co będzie pokazane dalej.

Element próbki o długości Δx można opisać za pomocą układu elektrycznego przedstawionego na rysunku poniżej[1]:



Rys. 2-3 Analog elektryczny jednowymiarowego modelu próbki

Układ ten można opisać za pomocą równań Kirchhoffa:

$$\begin{aligned} u(x,t) - r(x) \cdot \Delta x \cdot i(x + \Delta x, t) - u(x + \Delta x, t) &= 0 \\ i(x,t) - c(x) \cdot \Delta x \cdot \frac{\partial}{\partial t} u(x,t) - i(x + \Delta x, t) &= 0 \end{aligned} \quad (2-8)$$

gdzie:

Δx - długość elementu

t - czas

$r(x)$ - rezystancja elementu na jednostkę długości (odpowiednik rezystancji cieplnej)

$c(x)$ - pojemność elementu na jednostkę długości (analog pojemności cieplnej)

$u(x,t)$ - napięcie w odległości x (odpowiednik temperatury)

$i(x,t)$ - prąd w odległości x (analog przepływającego strumienia ciepła)

Jeżeli $\Delta x \rightarrow 0$ to równania przyjmą postać:

$$\frac{\partial}{\partial x} u(x,t) = -r(x)i(x,t) \quad (2-9)$$

$$\frac{\partial}{\partial x} i(x,t) = -c(x) \frac{\partial}{\partial t} u(x,t) \quad (2-10)$$

Po zrózniczkowaniu otrzymamy:

$$\frac{1}{r(x)} \frac{\partial^2}{\partial x^2} u(x,t) = c(x) \frac{\partial}{\partial t} u(x,t) \quad (2-11)$$

Korzystając z transformacji Laplace'a:

$$\frac{dU(x,s)}{dx} = -r(x)I(x,s) \quad (2-12)$$

$$\frac{dI(x,s)}{dx} = -sc(x)U(x,s) \quad (2-13)$$

otrzymujemy układ równań:

$$\frac{d^2U(x,s)}{dx^2} - \frac{1}{r(x)} \frac{dr(x)}{dx} \frac{dU(x,s)}{dx} - sr(x)c(x)U(x,s) = 0 \quad (2-14)$$

$$\frac{d^2I(x,s)}{dx^2} - \frac{1}{c(x)} \frac{dc(x)}{dx} \frac{dI(x,s)}{dx} - sr(x)c(x)I(x,s) = 0 \quad (2-15)$$

Jeżeli próbka jest jednorodna to rezystancja $r(x)$ i pojemność $c(x)$ są stałe i nie zależą od odległości tzn.:

$$r(x)=r_0=\text{const}$$

$$c(x)=c_0=\text{const}$$

to otrzymujemy układ równań o postaci:

$$\frac{d^2U(x,s)}{dx^2} - sr_0c_0U(x,s) = 0 \quad (2-16)$$

$$\frac{d^2I(x,s)}{dx^2} - sr_0c_0I(x,s) = 0 \quad (2-17)$$

pierwsze równanie opisuje rozkład napięcia wzdłuż linii (lub temperatury wzdłuż próbki) a drugie opisuje rozkład prądu wzdłuż linii (lub strumienia ciepłego przepływającego wzdłuż próbki).

Rozwiązanie równania pierwszego i drugiego są następujące:

$$U(x) = A_1 e^{x\sqrt{sr_0c_0}} + A_2 e^{-x\sqrt{sr_0c_0}} \quad (2-18)$$

$$I(x) = -\frac{1}{r_0} \left(A_1 e^{x\sqrt{sr_0c_0}} - A_2 e^{-x\sqrt{sr_0c_0}} \right) \quad (2-19)$$

Jeżeli przyjmujemy następujące warunki początkowe:

$$U(0)=U_1; I(0)=I_1; U(l)=U_2; I(l)=I_2;$$

gdzie:

l - długość linii (lub grubość próbki)

U_1 - napięcie na wejściu linii (temperatura na przedniej powierzchni próbki)

I_1 - prąd wpływający do linii (wpływający strumień ciepła)

U_2 - napięcie na wyjściu linii (temperatura na powierzchni tylnej próbki)

I_2 - prąd wypływający z linii (wypływający strumień ciepła)

to równania przyjmą postać

$$U_1 = A_1 + A_2; I_1 = -\frac{\sigma l}{R} (A_1 - A_2) \quad (2-20)$$

$$U_2 = A_1 e^{\sigma l} + A_2 e^{-\sigma l}; I_2 = -\frac{\sigma l}{R} (A_1 e^{\sigma l} - A_2 e^{-\sigma l}) \quad (2-21)$$

gdzie:

$$\sigma = \sqrt{s \cdot RC} = \sqrt{j \cdot \omega RC} = \sqrt{j \cdot \frac{\omega}{\omega_0}} \text{ - współczynnik przenoszenia falowego linii;}$$

$$\omega_0 = \frac{\alpha}{l^2} \left[\frac{\text{rad}}{\text{s}} \right] \text{ - pulsacja charakterystyczna linii}$$

$$R = r_0 l = \frac{l}{k_l S} \left[\frac{\text{K}}{\text{W}} \right] \text{ - rezystancja całkowita linii (rezystancja termiczna)}$$

$$C = c_0 l = \rho \cdot c_l \cdot l \cdot S \left[\frac{\text{W} \cdot \text{s}}{\text{K}} \right] \text{ - pojemność całkowita linii (pojemność cieplna)}$$

eliminując z tych wyrażeń A_1 i A_2 otrzymujemy:

$$\cosh(\sigma l) \cdot U_2 + \frac{R}{\sigma l} \cdot \sinh(\sigma l) \cdot I_2 = U_1 \quad (2-22)$$

$$\frac{\sigma l}{R} \cdot \sinh(\sigma l) \cdot U_2 + \cosh(\sigma l) \cdot I_2 = I_1 \quad (2-23)$$

Parametr $R \cdot (\sigma l)^{-1}$ nazywany jest impedancją falową linii Z_f :

$$Z_f = \frac{R}{\sigma l} = \frac{1}{S \cdot e_i \cdot \sqrt{i \cdot \omega}} \quad (2-24)$$

gdzie:

$$e_i = \sqrt{\rho_i \cdot c_i \cdot k_i} \left[\frac{W \cdot \sqrt{s}}{K \cdot m^2} \right] \text{ jest efuzyjnością cieplną} \quad (2-25)$$

Ostatecznie, jednowymiarowy model próbki można opisać za pomocą równań czwórnikowych[34]:

$$A = \begin{bmatrix} \cosh(\sigma l) & Z_f \cdot \sinh(\sigma l) \\ \frac{1}{Z_f} \sinh(\sigma l) & \cosh(\sigma l) \end{bmatrix} \quad (2-26)$$

$$\begin{bmatrix} U_1 \\ I_1 \end{bmatrix} = A \cdot \begin{bmatrix} U_2 \\ I_2 \end{bmatrix} \quad (2-27)$$

Równania czwórnikowe nadają się również do obliczeń układów wielowarstwowych. W tym przypadku każda z warstw opisana jest macierzą A_i a cały układ opisany jest równaniem: $\begin{bmatrix} U_1 \\ I_1 \end{bmatrix} = (A_1 \times A_2 \times \dots \times A_n) \cdot \begin{bmatrix} U_2 \\ I_2 \end{bmatrix}$ gdzie n jest liczbą warstw.

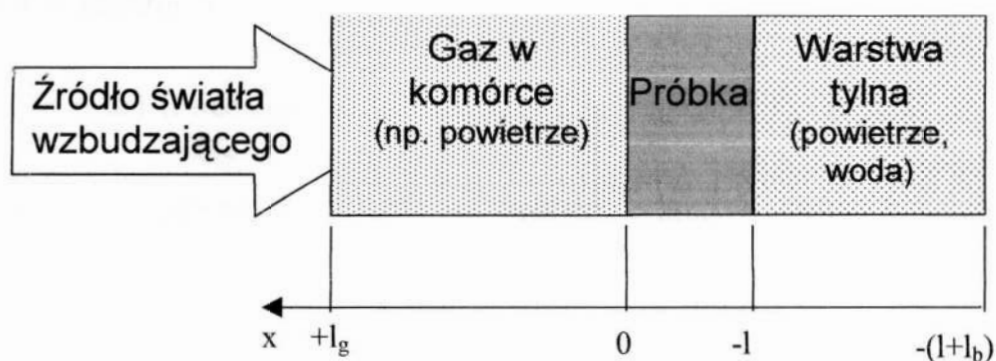
Modelowanie temperatury na powierzchni próbki w konfiguracji od przodu w przypadku obiektów wielowarstwowych rozpatrywane było również przez Baumann'a&Tilgner'a [10] z wykorzystaniem metody interferencyjnej.

W zagadnieniach eksperymentalnego określania parametrów cieplnych skoncentrowano się na metodzie ograniczonej do jednej warstwy „termicznie cienkiej” na podłożu „termicznie grubym” jako najbardziej efektywnej z punktu widzenia wyznaczenia dyfuzyjności i efuzyjności cieplnej a w konsekwencji przewodnictwa cieplnego i ciepła właściwego.

2.2. Analiza teoretyczna charakterystyk częstotliwościowych amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego.

2.2.1. Sygnał fotoakustyczny z przodu próbki.

Już w 1880 roku Aleksander Graham Bell odkrył, że kiedy modulowany strumień światła pada na metalową płytkę zamkniętą w szczelnym pudełku to po przyłożeniu do komórki tuby, usłyszy się dźwięk. Tyndall i Rentgen, motywowani odkryciem Bella, zauważyli że także gazy i ciecze zamknięte w szczelnej komorze, pobudzone modulowanym światłem wytwarzają dźwięk. Odkrycie Bella uznano jednak za niepraktyczne i zapomniano o nim. W latach 30-tych XX wieku ponownie przeegzaminowano zjawisko odkryte przez Bella i uznano jako dobrą technikę w analizie gazów. Jednakże przez 90 lat nie opublikowano zadawalającego modelu opisującego zjawisko fotoakustyczne w ciałach stałych. Dopiero lata siedemdziesiąte przyniosły zainteresowanie zjawiskiem fotoakustycznym w ciałach stałych i półprzewodnikach jako narzędziem przydatnym przy badaniu ich właściwości fizycznych. Allan Rosencwaig i Allen Gersho [2] przedstawili model matematyczny opisujący to zjawisko.



Rys. 2-4 Model fizyczny próbki umieszczonej w komórce fotoakustycznej

Światło absorbowane przez próbkę jest zamieniane w części lub całości, w wyniku rekombinacji bezpromienistej na ciepło. Jednowymiarowy model przepływu ciepła w próbce umieszczonej w komórce fotoakustycznej można

przedstawić następująco (Rys. 2-4). Komórka ma średnicę D i grubość L . Próbkę o grubości l i średnicy D zwróconą jest swoją przednią stroną do gazu (ta powierzchnia jest pobudzana przez światło). Za tylną powierzchnią znajduje się warstwa materiału o grubości l_b . Długość słupa gazu w komórce wynosi l_g .

Periodycznie modulowany strumień światła o długości λ pobudza próbkę z intensywnością I :

$$I = \frac{1}{2} \cdot I_0 (1 + \cos(\omega t)) \quad (2-28)$$

$I_0 [W/m^2]$ - jest natężeniem oświetlenia powierzchni.

Jeżeli przez $\beta [m^{-1}]$ oznaczymy współczynnik absorpcji optycznej w próbce dla długości fali światła λ to objętościową gęstość strumienia ciepła g wygenerowaną w odległości x (x przyjmuje dla próbki wartości ujemne od $x=0$ do $x=-l$), oznaczaną przez

$$g = \Delta Q / \Delta V$$

$$g = \Delta Q / \Delta V \quad (2-29)$$

gdzie ΔQ oznacza strumień ciepła generowany w elemencie o objętości ΔV wyrażamy zależnością:

$$g = \frac{1}{2} \beta I_0 \exp(\beta x) \cdot (1 + \cos(\omega t)) \quad (2-30)$$

Równania przepływu ciepła w próbce, warstwie tylnej i gazie można wyrazić zależnościami:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha_s} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{\beta \cdot I_0}{2 \cdot k_s} \cdot \exp(\beta x) \cdot (1 + \exp(j\omega t)) \quad \text{dla } -l \leq x \leq 0 \quad (2-31)$$

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha_b} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} \quad \text{dla } -(l + l_b) \leq x \leq -l \quad (2-32)$$

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha_g} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} \quad \text{dla } 0 \leq x \leq l_g \quad (2-33)$$

gdzie: T - jest temperaturą w punkcie x i chwili t ;

k_s - przewodność cieplna próbki;

$\alpha_g, \alpha_s, \alpha_b$ -dyfuzyjności termiczne gazu w komorze, próbki i materiału będącego podłożem.

Warunki brzegowe na temperaturę:

$$T_g(0,t) = T_s(0,t) \quad (2-34)$$

$$T_b(-l,t) = T_s(-l,t) \quad (2-35)$$

i gęstość strumienia ciepła

$$k_g \frac{\partial T_g}{\partial x}(0,t) = k_s \frac{\partial T_s}{\partial x}(0,t) \quad (2-36)$$

$$k_b \frac{\partial T_b}{\partial x}(-l,t) = k_s \frac{\partial T_s}{\partial x}(-l,t) \quad (2-37)$$

Rozwiązując te równania otrzymamy (dla składowej zmiennej temperatury na granicy próbka-gaz tzn. dla $x=0$) równanie[2,6]:

$$T = \frac{\beta I_0}{2k_s(\beta^2 - \sigma_s^2)} \left(\frac{(r-1)(b+1)\exp(\sigma_s l) - (r+1)(b-1)\exp(-\sigma_s l) + 2(b-r)\exp(-\beta l)}{(g+1)(b+1)\exp(\sigma_s l) - (g-1)(b-1)\exp(-\sigma_s l)} \right) \quad (2-38)$$

gdzie

$$b = \frac{e_b}{e_s}; g = \frac{e_g}{e_s} \quad (2-39)$$

$$r = \frac{\beta}{2\sigma_s} \quad (2-40)$$

$$\sigma_s = \frac{(1+j)}{\mu} = \frac{\sqrt{i \cdot \omega \cdot \omega_0^{-1}}}{l} \quad (2-41)$$

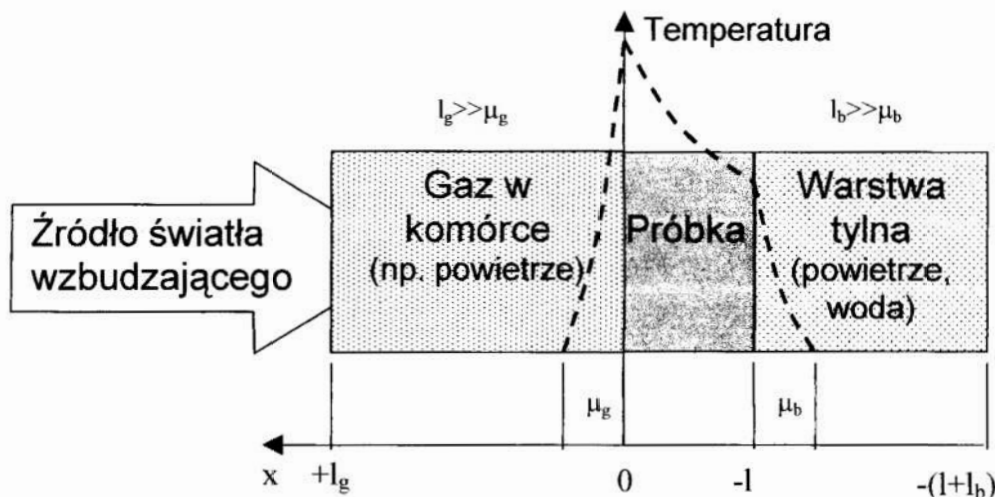
$$\omega_0 = \frac{\alpha}{l^2} \text{ - pulsacja charakterystyczna próbki} \quad (2-42)$$

$$\mu = \sqrt{\frac{2 \cdot \alpha}{\omega}} [m] \text{ - jest drogą dyfuzji ciepła w materiale} \quad (2-43)$$

e_g, e_s, e_b -efuzyjności termiczne gazu w komorze, próbki i materiału będącego podłożem

Wielkość μ określa długość drogi na której następuje e-krotny spadek amplitudy temperatury (np. jeżeli $\mu_i=1\text{mm}$ to na odcinku 1mm to amplituda temperatury zmaleje 2,7 razy).

Wzór (2-39) uzyskano przy założeniu że $l_b \gg \mu_b$ i $l_g \gg \mu_g$ tzn. gaz w komórce i warstwa tylna są obiektami termicznie grubymi. Schematycznie zobrazowano ten warunek na rysunku poniżej. Składowa zmienna temperatury szybko zanika w gazie i podłożu.



Rys. 2-5 Porównanie długości drogi dyfuzji zmiennego strumienia ciepła z grubościami gazu i warstwy tylnej – warunek stosowalności modelu R-G.

Amplituda i faza składowej zmiennej temperatury na powierzchni próbki jest funkcją wielu parametrów. Zależy ona od długości fali, częstotliwości modulacji i natężenia światła pobudzającego, parametrów cieplnych próbki, gazu i warstwy tylnej (dyfuzyjności i efuzyjności cieplnej) oraz grubości próbki. Zakładając że pomiary parametrów cieplnych odbywać się będą przy pobudzaniu taką długością fali dla której iloczyn $\beta l \gg 1$ np. przy założeniu absorpcji powierzchniowej, model RG można uprościć do następującej postaci:

$$T(\omega) = \frac{I_0}{2\sqrt{i\omega} \cdot (e_s + e_g)} \left(\frac{\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) + R_b \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right)}{\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) - R_g \cdot R_b \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right)} \right) \quad (2-44)$$

R_g i R_b - są to współczynniki odbicia strumienia ciepła na granicy dwóch warstw, odpowiednio gaz-próbka i warstwa tylna - próbka.

$$R_g = \frac{1-g}{1+g} = \frac{e_s - e_g}{e_s + e_g} \quad (2-45)$$

$$R_b = \frac{1-b}{1+b} = \frac{e_s - e_b}{e_s + e_b} \quad (2-46)$$

e_g , e_s , e_b - efuzyjności termiczne gazu w komorze, próbki i materiału będącego podłożem

Wytwarzanie sygnału fotoakustycznego

Źródłem sygnału fotoakustycznego w komórce jest okresowy przepływ ciepła z próbki do gazu. Szybki zanik składowej zmiennej temperatury w gazie (po przejściu drogi $2\pi\mu_g$ amplituda drastycznie spada) powoduje powstanie przygranicznej warstwy gazu, którą można porównać do tłoka. Dla porównania w powietrzu przy częstotliwości modulacji 100Hz grubość takiej warstwy wynosi ok. 0.1cm. Warstwa taka rozszerzając się okresowo powoduje powstanie periodycznego ciśnienia akustycznego w pozostałej części gazu. Zgodnie z pracą Rosencwaig'a składowa zmienna ciśnienia w komórce fotoakustycznej zależy od składowej zmiennej temperatury:

$$P(\omega) = \frac{\gamma \cdot P_0}{T_0 \cdot l_g \cdot \sigma_g} \cdot T(\omega) = \frac{\gamma \cdot P_0}{T_0 \cdot l_g \cdot \sqrt{i\omega \cdot \alpha_g^{-1}}} \cdot T(\omega) \quad (2-47)$$

gdzie:

γ - współczynnik rozszerzalności cieplnej gazu;

P_0 - ciśnienie gazu;

T_0 - temperatura gazu;

Z zależności (2-47) wynika że amplituda składowej zmiennej ciśnienia jest proporcjonalna do $f^{1/2}$ a przesunięcie fazy między składową zmienną

temperatury na powierzchni próbki a składową zmienną ciśnienia w komorze jest stałe i wynosi $\pi/4$ [rad].

$$|P(\omega)| \sim \frac{1}{\sqrt{\omega}} |T(\omega)| \quad \arg(P(\omega)) = \arg(T(\omega)) - \frac{\pi}{4} \quad (2-48)$$

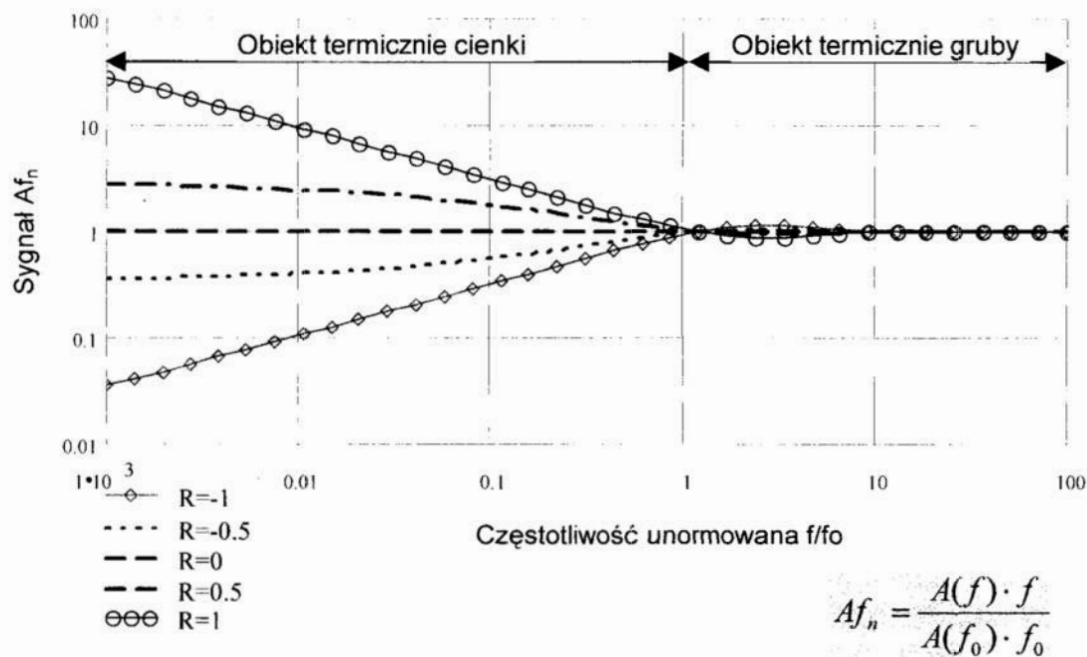
Poniżej przedstawiono analizę kształtu charakterystyk częstotliwościowych amplitudowych i fazowych sygnału fotoakustycznego obiektu optycznie nieprzezroczystego w celu pokazania możliwości zastosowania metody fotoakustycznej do wyznaczania parametrów cieplnych.

Charakterystyki częstotliwościowe obiektu optycznie nieprzezroczystego

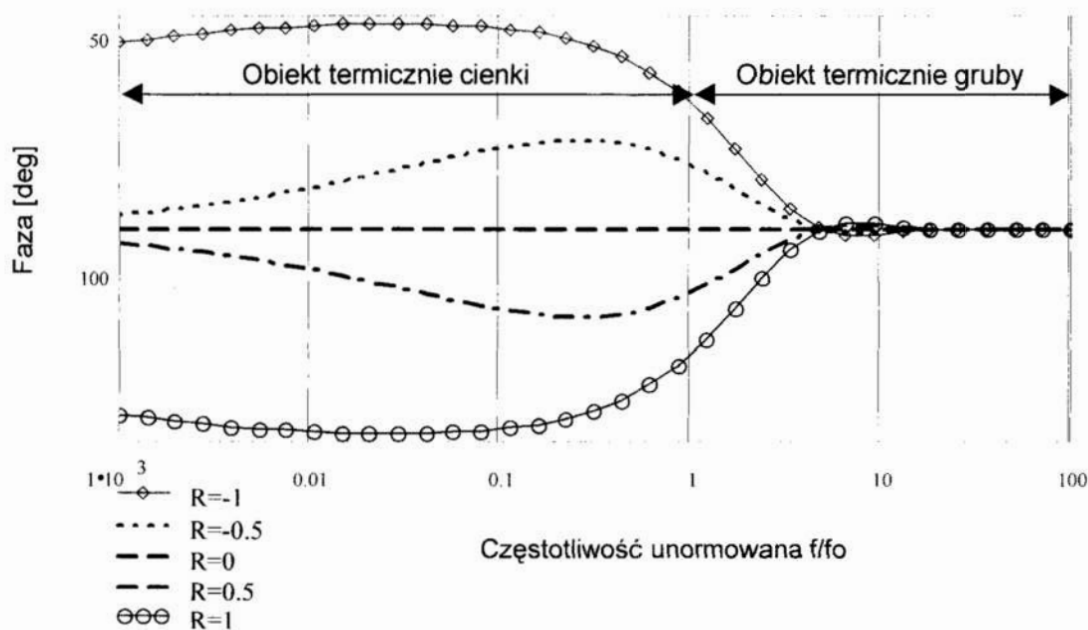
Poniżej przedstawione są charakterystyki częstotliwościowe amplitudy (Rys.2-6) i fazy (Rys.2-7) sygnału fotoakustycznego dla próbki optycznie nieprzezroczystej zgodnie z zależnością otrzymaną ze wzorów (2-44) i (2-47):

$$P(\omega) \sim \frac{1}{i\omega} \left(\frac{\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) + R_b \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right)}{\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) - R_b \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right)} \right) \quad (2-49)$$

We wzorze tym pominięto stałe wielkości (np. I_0 , T_0 , P_0) nie wpływające na kształt charakterystyk częstotliwościowych. Ponadto, zakładając że gazem w komórce fotoakustycznej jest powietrze przyjęto współczynnik $R_g=1$.



Rys. 2-6 Charakterystyki unormowanego iloczynu Af_n amplitudy sygnału fotoakustycznego A i częstotliwości modulacji f w funkcji unormowanej częstotliwości $f_n=f/f_0$ dla kilku wartości współczynnika R w trybie pobudzenia „od przodu”.

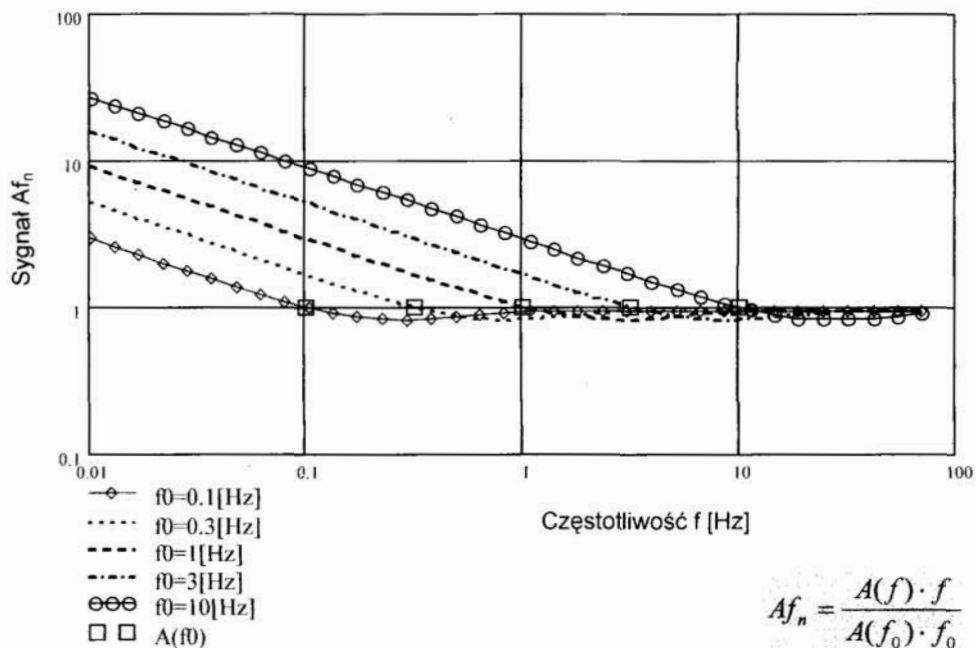


Rys. 2-7 Faza sygnału fotoakustycznego w funkcji unormowanej częstotliwości $f_n=f/f_0$ dla kilku wartości współczynnika R w trybie pobudzenia „od przodu”.

Dla częstotliwości pobudzenia f większych od częstotliwości charakterystycznej f_0 amplituda sygnału (Rys. 2-6) jest proporcjonalna do $1/f$

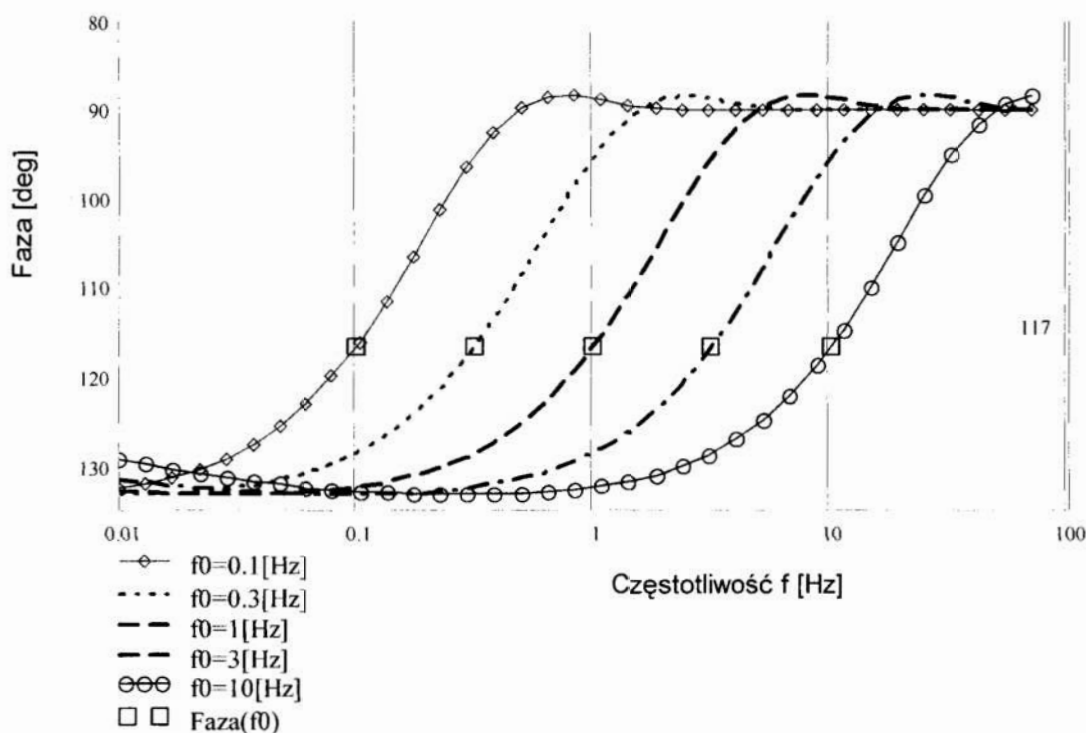
($A \cdot f = \text{const}$) a faza (Rys. 2-7) wynosi -90° . Przy takich częstotliwościach pobudzenia amplituda i faza sygnału nie zależą od parametrów warstwy podłoża czyli od wartości współczynnika R_b . Mówimy że obiekt jest termicznie gruby. Gdy częstotliwości pobudzenia są mniejsze od częstotliwości charakterystycznej mówimy że obiekt jest termicznie cienki. W tym obszarze częstotliwości na wielkość amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego wpływają już parametry cieplne podłoża. Z wyjątkiem przypadku gdy R_b jest równe 0 (warstwa podłoża ma taką samą efuzyjność cieplną co obiekt a zmienny strumień ciepła „nie widzi” granicy ośrodków obiekt-warstwa tylna). Gdy współczynnik $R_b > 0$ to amplituda sygnału jest wyższa w porównaniu z amplitudą sygnału gdy $R_b = 0$, faza maleje od -90° do maksymalnie -135° ($R_b = 1$), gdy $R_b < 0$ charakter zmian amplitudy i fazy jest odwrotny tzn. amplituda sygnału jest mniejsza od amplitudy sygnału dla $R_b = 0$ a faza rośnie od -90° do maksymalnie -45° ($R_b = -1$).

Przy częstotliwościach pobudzenia dużo niższych od częstotliwości charakterystycznej obiekt zachowuje się znów jak termicznie gruby. Faza osiąga poziom -90° a amplituda zależy tylko od stosunku efuzyjności cieplnych próbki i podłoża. Wykresy poniżej przedstawiają charakterystyki amplitudowe (Rys. 2-8) i fazowe (Rys. 2-9) sygnału fotoakustycznego wykreślone dla kilku częstotliwości charakterystycznych próbki i współczynnika $R_b = 1$. W punkcie f równym f_0 następuje zmiana nachylenia charakterystyki amplitudowej.



Rys. 2-8 Charakterystyki unormowanego iloczynu amplitudy sygnału fotoakustycznego A i częstotliwości modulacji f w funkcji częstotliwości f dla kilku wartości częstotliwości charakterystycznych f_0 w trybie pobudzenia „od przodu”.

Natomiast w przypadku fazy ma ona wartość ok. -117° w punkcie $f=f_0$.



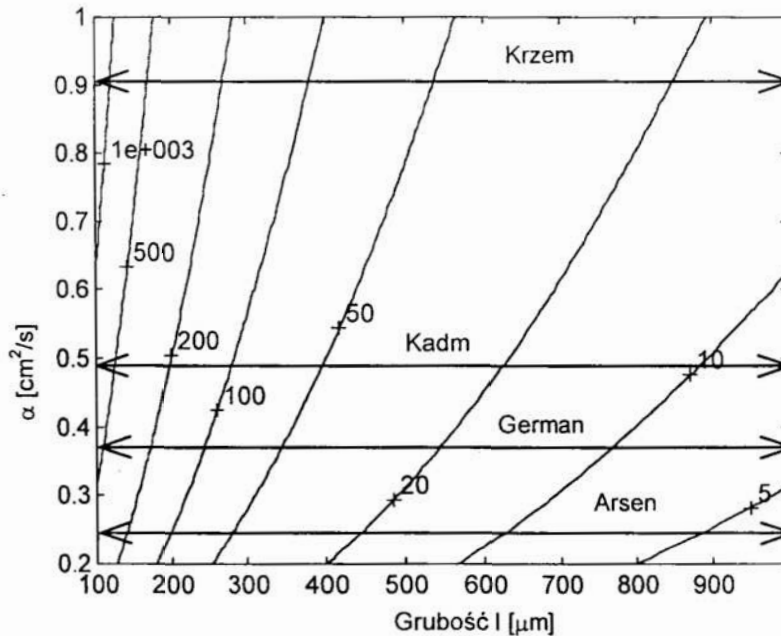
Rys. 2-9 Faza sygnału fotoakustycznego w funkcji częstotliwości f dla kilku częstotliwości charakterystycznych f_0 w trybie pobudzenia „od przodu”.

Podsumowując:

1. W obszarze niskich częstotliwości nachylenie charakterystyk amplitudowych zależy od współczynnika odbicia R czyli od efuzyjności cieplnych podłoża i próbki. To oznacza że znajomość parametrów cieplnych podłoża i oszacowanie współczynnika R z pomiarów charakterystyk sygnału fotoakustycznego pozwala na określenie efuzyjności cieplnej obiektu.
2. Faza sygnału dla częstotliwości pobudzenia, przy których następuje przejście z obszaru termicznie cienkiego do obszaru termicznie grubego, nie zależy od parametrów podłoża, lecz jest zdeterminowana częstotliwością charakterystyczną obiektu czyli jego dyfuzyjnością cieplną i grubością, co oznacza że obserwacja punktu przejścia z jednego obszaru do drugiego pozwala na określenie dyfuzyjności cieplnej obiektu.

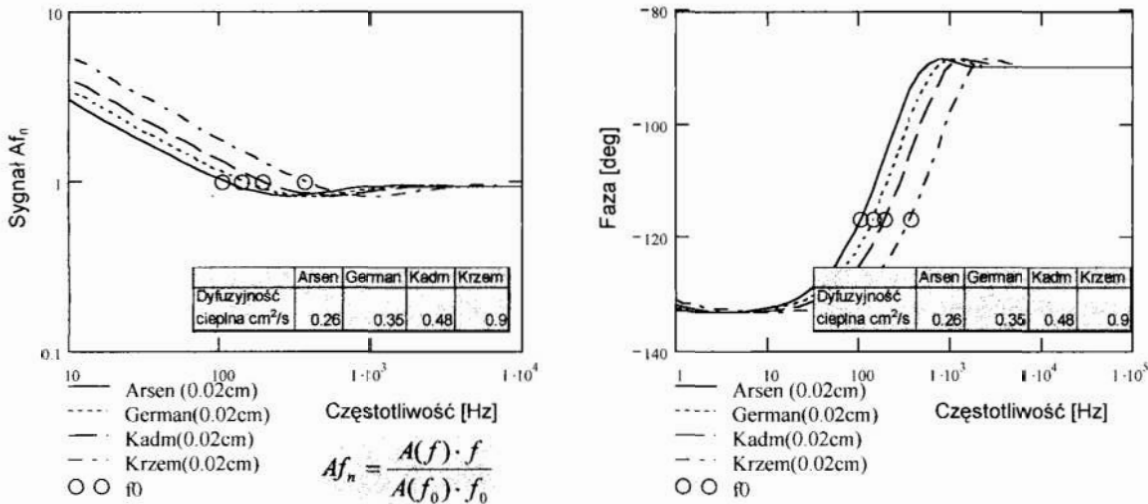
Możliwości określania parametrów cieplnych metodą fotoakustyczną

Możliwość rejestracji sygnału fotoakustycznego jest głównie ograniczona zakresem częstotliwości pracy mikrofonu wykorzystanego w pomiarach. Praktycznie jest to zakres od kilku Hz do kilkudziesięciu kHz. Ten czynnik oraz grubość próbki determinują zakres dyfuzyjności cieplnych możliwych do rejestracji metodami fotoakustycznymi. Jak pokazuje analiza charakterystyk amplitudowych i fazowych sygnału fotoakustycznego wyznaczenie dyfuzyjności cieplnej i efuzyjności cieplnej jest możliwe przy rejestracji sygnału w zakresie częstotliwości przynajmniej $0.1f_0$ do $10f_0$. Nasuwa się pytanie czy próbki materiałów półprzewodnikowych o typowych grubościach stosowanych przy produkcji przyrządów rzędu setek μm . i dyfuzyjnościach cieplnych rzędu 0.1 do $1 \text{ cm}^2/\text{s}$ charakteryzują się częstotliwością f_0 leżącą w zakresie częstotliwości akustycznych? Odpowiedź na to pytanie przedstawia wykres poniżej (Rys. 2-10).



Rys. 2-10 Dyfuzyjność cieplna α w funkcji grubości próbki l dla różnych parametrów f_0 będących częstotliwościami charakterystycznymi próbek.

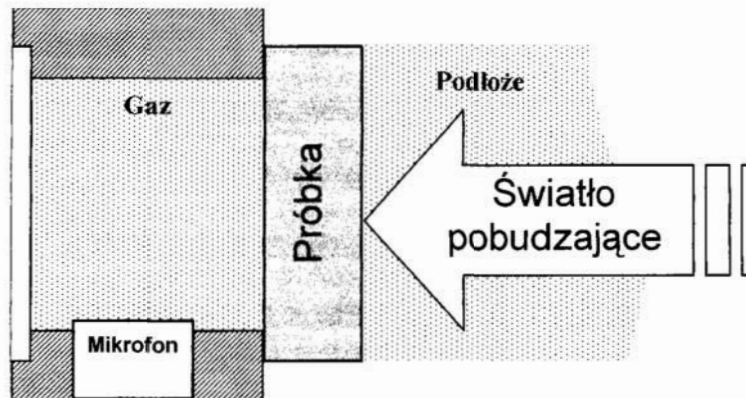
Dla typowych materiałów wykorzystywanych przy produkcji przyrządów półprzewodnikowych takich jak krzem ($\alpha=0.9[\text{cm}^2/\text{s}]$), kadm ($\alpha=0.48[\text{cm}^2/\text{s}]$), german ($\alpha=0.35[\text{cm}^2/\text{s}]$), arsen ($\alpha=0.26[\text{cm}^2/\text{s}]$) i grubości rzędu kilkuset mikrometrów, częstotliwości charakterystyczne leżą w zakresie od kilku Hz do kilku kHz. Z tego wynika że możliwe jest badanie parametrów cieplnych tego typu materiałów i struktur metodami fotoakustycznymi. Rys. 2-11 przedstawia charakterystyki amplitudowe i fazowe sygnału fotoakustycznego dla typowych wartości dyfuzyjności i grubości próbek. Wynika z nich że w zakresie częstotliwości akustycznych dyfuzyjność cieplna typowych materiałów stosowanych w mikroelektronice wpływa w sposób istotny na wielkość i kształt charakterystyk amplitudowych i fazowych sygnału fotoakustycznego a więc rejestracja sygnału fotoakustycznego pozwala określać dyfuzyjność cieplną.



Rys. 2-11 Amplituda i faza sygnału akustycznego dla materiałów:arsen, german, kadm, krzem o grubości 200[μm].

2.2.2. Sygnał fotoakustyczny z tyłu próbki.

Przypadek rozważany w rozdziale 2.2.1 opisywał sytuację pomiaru składowej zmiennej temperatury na powierzchni próbki od strony pobudzenia. Można sobie wyobrazić sytuację odwrotną tzn. próbka pobudzana jest z jednej strony a pomiar temperatury odbywa się z drugiej. Schematycznie przedstawiono to na rysunku poniżej.



Rys. 2-12 Rejestracja sygnału fotoakustycznego z tyłu próbki.

Próbka oświetlana jest zmiennym strumieniem światła przechodzącym przez warstwę podłoża. W typowych zastosowaniach tego trybu pomiarowego warstwą podłoża jest gaz otaczający badaną próbkę. Zmienny strumień ciepła

po przejściu przez próbkę wywołuje periodyczne zmiany ciśnienia w komórce fotoakustycznej.

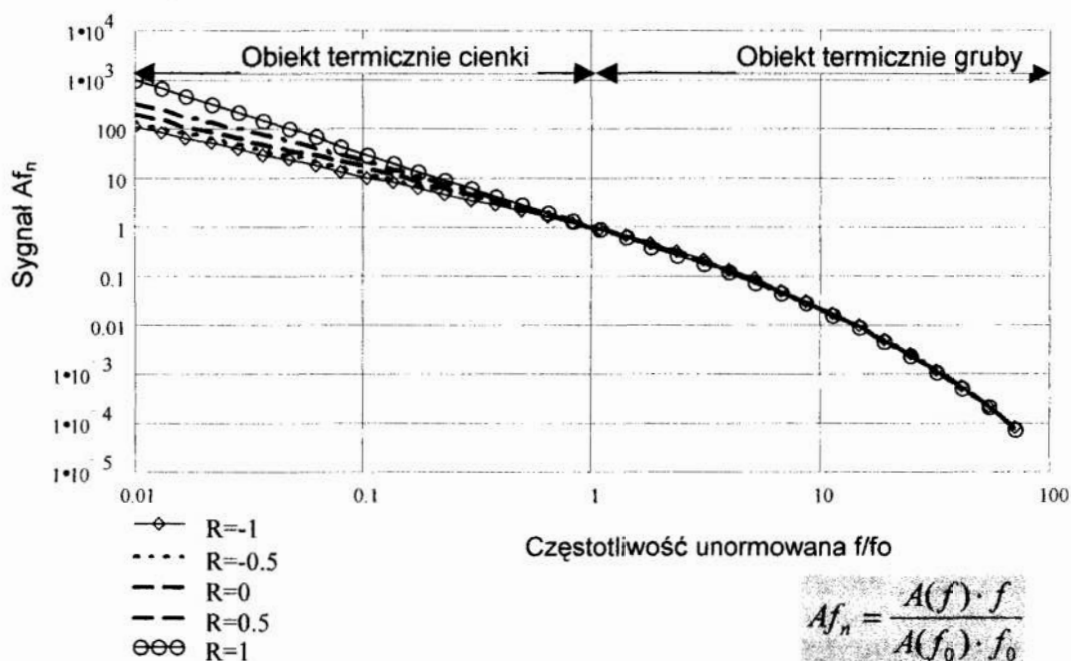
Przy założeniu absorpcji powierzchniowej ($\beta \rightarrow \infty$), $R_g=1$ i pominięciu wielkości nie wpływających na kształt charakterystyki częstotliwościowej, zależność sygnału fotoakustycznego w funkcji częstotliwości dana jest wzorem:

$$P_r(\omega) \sim \frac{1}{i\omega} \left(\frac{1 + R_b}{\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) - R_b \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right)} \right) \quad (2-50)$$

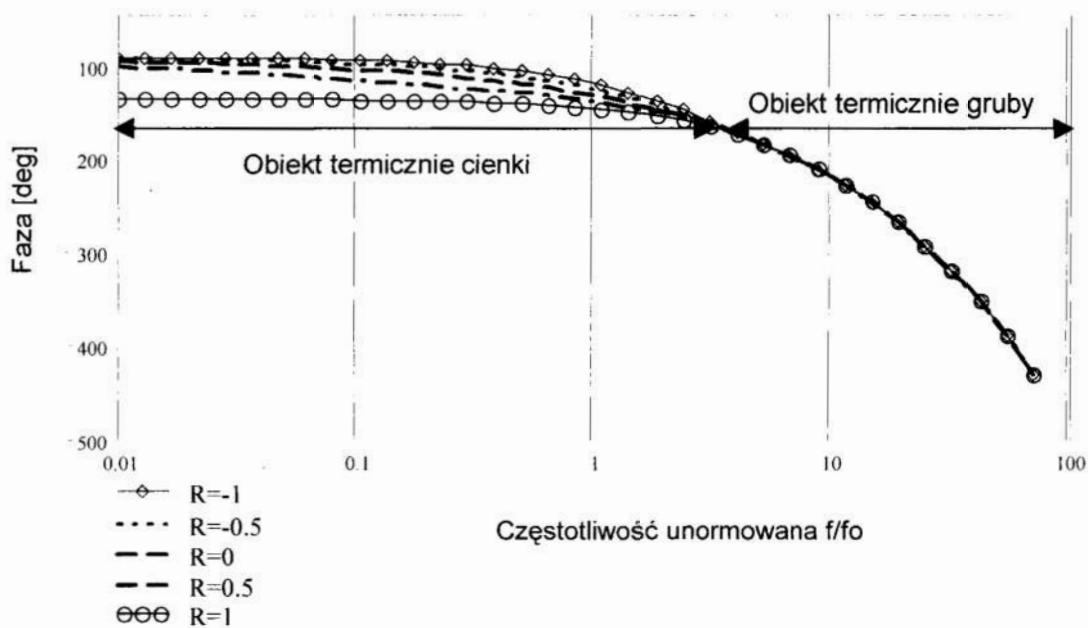
gdzie: $\omega = 2\pi f$

ω_0 – pulsacja charakterystyczna równa α/l^2

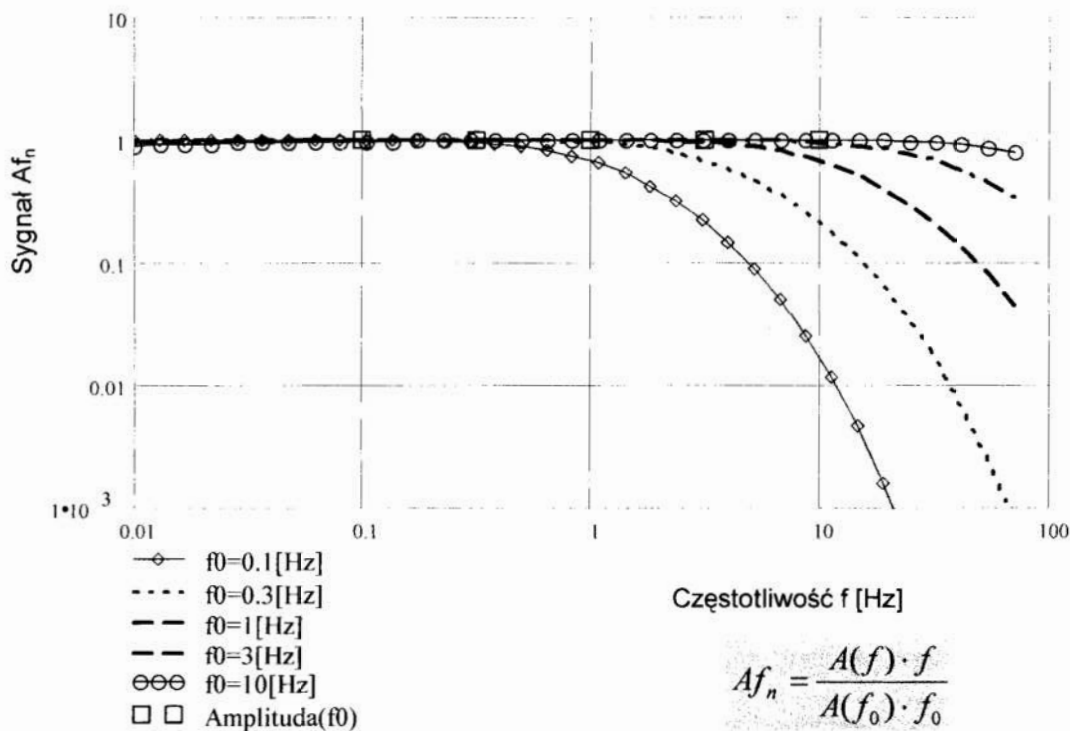
R_b – współczynnik odbicia między próbką a warstwą podłoża równa $(e_s - e_b) / (e_s + e_b)$



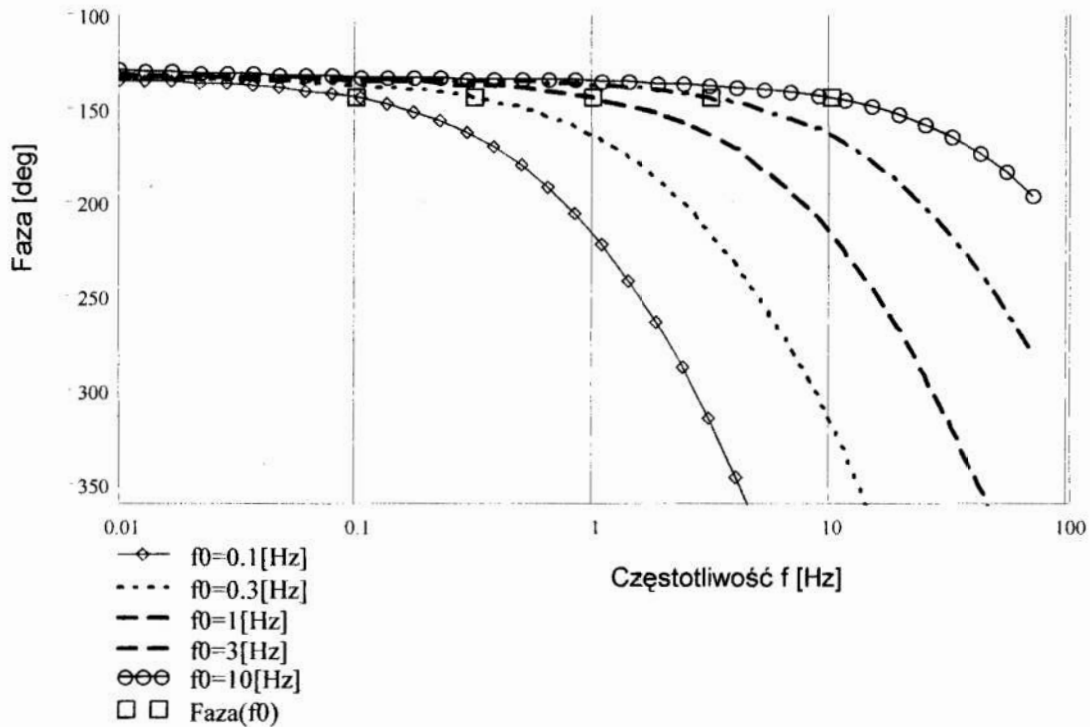
Rys. 2-13 Charakterystyki unormowanego iloczynu Af_n amplitudy sygnału fotoakustycznego A i częstotliwości modulacji f w funkcji unormowanej częstotliwości $f_n=f/f_0$ dla kilku wartości współczynnika R_b w trybie pobudzania „od tyłu”.



Rys. 2-14 Faza sygnału fotoakustycznego w funkcji unormowanej częstotliwości $f_n=f/f_0$ dla kilku wartości współczynnika R_b w trybie pobudzenia „od tyłu”.



Rys. 2-15 Charakterystyki unormowanego iloczynu Af_n amplitudy sygnału fotoakustycznego A i częstotliwości modulacji f w funkcji częstotliwości f dla kilku wartości częstotliwości charakterystycznych f_0 i $R_b=1$ w trybie pobudzenia „od tyłu”.



Rys. 2-16 Faza sygnału fotoakustycznego w funkcji częstotliwości f dla kilku wartości częstotliwości charakterystycznych f_0 i $R_b=1$ w trybie pobudzenia „od tyłu”.

2.3. Wyznaczanie dyfuzyjności cieplnej.

Jak wynika z analizy charakterystyk częstotliwościowych amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego w trybie rejestracji „od przodu” (rozdział 2.2.1) i w trybie rejestracji „od tyłu” (rozdział 2.2.2) istnieje związek między kształtem charakterystyki częstotliwościowej sygnału fotoakustycznego a dyfuzyjnością cieplną badanego obiektu. Celem poniższych rozważań jest szczegółowa analiza charakterystyk pozwalająca na określenie metod wyznaczania dyfuzyjności cieplnej. Ponadto przeanalizowane zostały charakterystyki będące połączeniem metod „Przód” i „Tył” tzn. charakterystyki będące stosunkiem amplitud „Przód-Tył” oraz różnicy faz „Przód-Tył”. Przedstawione metody wyznaczania dyfuzyjności cieplnej opierają się na następujących założeniach: absorpcja jest powierzchniowa tzn. iloczyn współczynnika absorpcji optycznej β i grubości płytki l_s jest dużo większy od jedności oraz warstwa podłoża i gaz

w komórce fotoakustycznej to powietrze czyli współczynniki odbicia R_g i R_b równe są 1. W tym przypadku sygnał fotoakustyczny w trybie rejestracji „Przód”, „Tył” oraz „Przód-Tył” opisać można następującymi zależnościami:

$$S_f \sim \frac{1}{i\omega} \left(\frac{\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) + \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right)}{\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) - \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right)} \right) \sim \frac{1}{i \cdot f} \cdot \frac{\cosh\left(\sqrt{\frac{f}{f_0}} \cdot i\right)}{\sinh\left(\sqrt{\frac{f}{f_0}} \cdot i\right)} \quad (2-51)$$

$$S_r \sim \frac{1}{i\omega} \left(\frac{2}{\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) - \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right)} \right) \sim \frac{1}{i \cdot f} \cdot \frac{1}{\sinh\left(\sqrt{\frac{f}{f_0}} \cdot i\right)} \quad (2-52)$$

$$S_{fr} \sim \frac{1}{2i\omega} \left(\exp\left(\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) + \exp\left(-\sqrt{\frac{i\omega}{\omega_0}}\right) \right) \sim \frac{1}{i \cdot f} \cdot \cosh\left(\sqrt{\frac{f}{f_0}} \cdot i\right) \quad (2-53)$$

gdzie:

f – częstotliwość modulacji światła pobudzającego

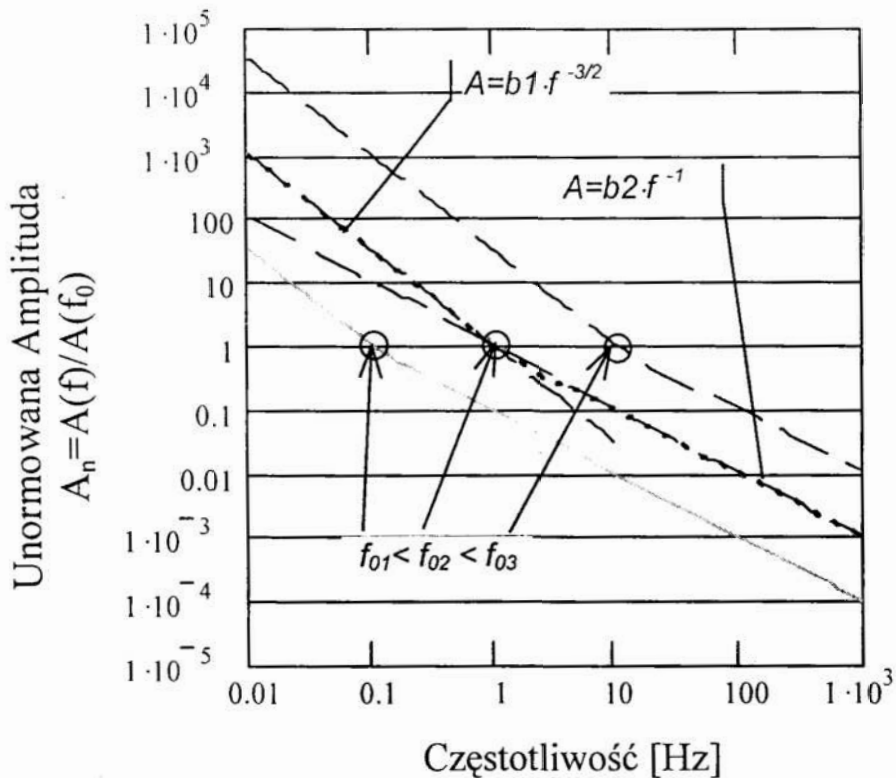
$$f_0 \text{ – częstotliwość charakterystyczna zdefiniowana jako: } f_0 = \frac{\alpha}{2\pi l^2} [\text{Hz}] \quad (2-54)$$

α jest dyfuzyjnością cieplną próbki, l to grubość próbki.

2.3.1. Tryb rejestracji z przodu próbki (Front)

Metoda „Amplituda-przód”

Charakterystyki poniżej przedstawiają zależność amplitudy sygnału fotoakustycznego od częstotliwości wykreślone dla trzech obiektów o różnych częstotliwościach charakterystycznych (0.1[Hz], 1[Hz], 10[Hz]).



Rys. 2-17 Unormowana amplituda sygnału foakustycznego w funkcji częstotliwości modulacji f – tryb pobudzenia „przód”.

Charakterystyki mają punkt przegięcia w punkcie o częstotliwości $f=f_0$. Amplituda dla częstotliwości mniejszych od f_0 jest proporcjonalna do $f^{-3/2}$ a dla częstotliwości większych od f_0 jest proporcjonalna do f^{-1} .

Jeżeli $A(f)=b_1 \cdot f^{-3/2}$ dla $f < f_0$ i $A(f)=b_2 \cdot f^{-1}$ dla $f > f_0$ to logarytmując obustronnie otrzymamy równania dwóch prostych przecinających się w punkcie f_0 :

$$\log(A) = \log(f^{-3/2}) + \log(b_1) \text{ dla } f < f_0 \quad (2-55)$$

$$\log(A) = \log(f^{-1}) + \log(b_2) \text{ dla } f > f_0 \quad (2-56)$$

Wyznaczając $b_1 = A(f) \cdot f^{3/2}$ dla $f < f_0$ i $b_2 = A(f) \cdot f$ dla $f > f_0$ określamy częstotliwość charakterystyczną ze wzoru:

$$f_0 = \left(\frac{b_1}{b_2} \right)^2 \quad (2-57)$$

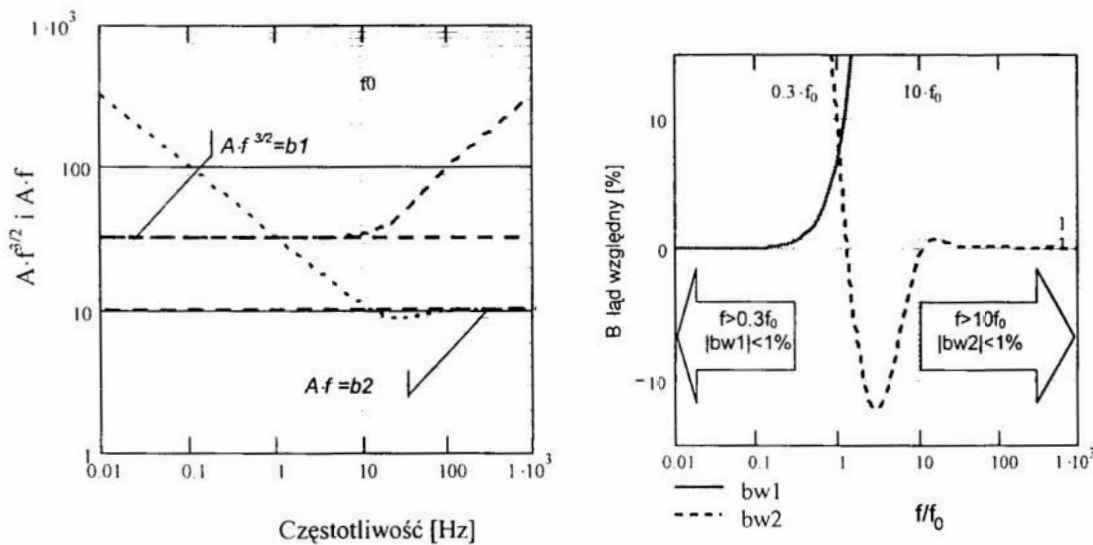
Rysunek 2-18a przedstawia charakterystyki $A(f) \cdot f^{3/2}$ i $A(f) \cdot f$. Współczynniki b_1 i b_2 wyznaczamy jako średnie kilku punktów pomiarowych. Od dobrania zakresu częstotliwości dla których wyznaczymy współczynniki b_1 i b_2 zależy dokładność wyznaczenia dyfuzyjności cieplnej. Jak widać z Rys. 2-18b względne odchylenie współczynnika b_1 wyrażone zależnością:

$$bw1(f) = \left(\frac{A(f) \cdot f^{3/2}}{A(f_d) \cdot f_d^{3/2}} - 1 \right) \cdot 100\%;$$

od wartości określonej dla bardzo małego $f_d \ll f_0$ jest mniejsze od 1% dla $f < 0.3f_0$. Natomiast odchylenie względne współczynnika

$$b_2$$
 wyrażone zależnością:
$$bw2(f) = \left(\frac{A(f) \cdot f}{A(f_g) \cdot f_g} - 1 \right) \cdot 100\%;$$

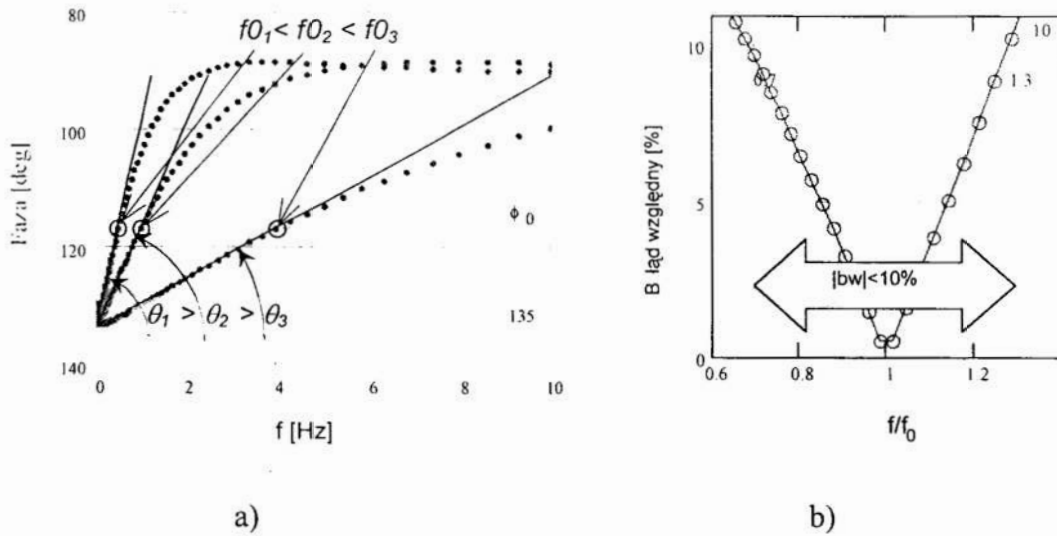
dla $f_g \gg f_0$ jest mniejsze od 1% dla częstotliwości większych od $10f_0$.



Rys. 2-18 a) Charakterystyki współczynników b_1 i b_2 w funkcji częstotliwości. b) Błąd względny wyznaczenia b_1 i b_2 .

Metoda „Faza-przód”

Dyfuzyjność materiału można także określić z charakterystyk fazowych sygnału fotoakustycznego. Przykładowe wykresy fazy dla trzech próbek o różnych dyfuzyjnościach przedstawione są poniżej (Rys. 2-19a).



Rys. 2-19 a) Faza sygnału fotoakustycznego w funkcji częstotliwości modulacji f , w trybie pobudzenia od „przodu”; b) procentowe odchylenie współczynnika kierunkowego prostej dopasowania od nachylenia prostej w punkcie $\phi(f_0)$.

Faza sygnału zmienia się od -135° ($-\frac{3 \cdot \pi}{4} [rad]$) dla częstotliwości niskich (obiekt termicznie cienki) do -90° ($-\frac{\pi}{2} [rad]$) dla częstotliwości wysokich (obiekt termicznie gruby). W punkcie $f=f_0$ faza sygnału równa jest $\phi_0 = -117^\circ = -2,043 [rad]$ a nachylenie $a(f_0) = \frac{d\phi(f)}{df} = \frac{0,277}{f_0}$. W zakresie częstotliwości od $0,7f_0$ do $1,4f_0$ względne, procentowe odchylenie współczynników kierunkowych prostych:

$$bw = \left| \frac{a(f) - a(f_0)}{a(f_0)} \right| \cdot 100\% \quad (2-58)$$

wyznaczonych w punktach f i f_0 jest mniejsze od 10% (Rys. 2-19b).

W związku z tym częstotliwość charakterystyczna f_0 określana z nachylenia prostej $a(f) = \frac{d\phi(f)}{df}$ i z zależności:

$$f_0 = \frac{0,277 [rad]}{a [rad \cdot Hz^{-1}]} \quad (2-59)$$

z względnym błędem procentowym <10%.

2.3.2. Tryb rejestracji z tyłu próbki (Rear)

Metoda „Amplituda-tył”

Dla częstotliwości większych od f_0 tzn. gdy obiekt jest już termicznie gruby amplitudę sygnału fotoakustycznego można aproksymować równaniem:

$$I_R(f) \sim A \cdot \frac{1}{f} \cdot \exp\left(-\sqrt{\frac{f}{2 \cdot f_0}}\right) \quad (2-60)$$

gdzie:

I_R - Amplituda sygnału fotoakustycznego

f - częstotliwość modulacji światła wzbudzającego

f_0 - częstotliwość charakterystyczna: $f_0 = \frac{\alpha}{2 \cdot \pi \cdot l^2}$ (α -dyfuzyjność cieplna, l -grubość próbki)

A - stały współczynnik niezależny od częstotliwości

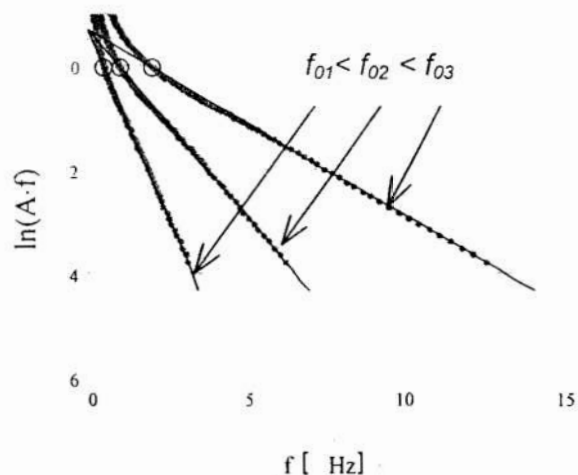
Po przekształceniu otrzymamy równanie prostej: $y = a \cdot x + b$, gdzie: $y = \ln(I_R \cdot f)$

$$x = \sqrt{f}; \quad b = \ln(A); \quad a = -\frac{1}{\sqrt{2 \cdot f_0}}.$$

$$a = \frac{d(\ln(I_R \cdot f))}{d(\sqrt{f})} = -\frac{1}{\sqrt{2 \cdot f_0}} = \text{const.} \quad (2-61)$$

Nachylenie tej krzywej zależy od wielkości częstotliwości charakterystycznej a więc o dyfuzyjności cieplnej.

Wykres poniżej przedstawia charakterystyki amplitudowe sygnału fotoakustycznego trzech obiektów o różnych częstotliwościach charakterystycznych.



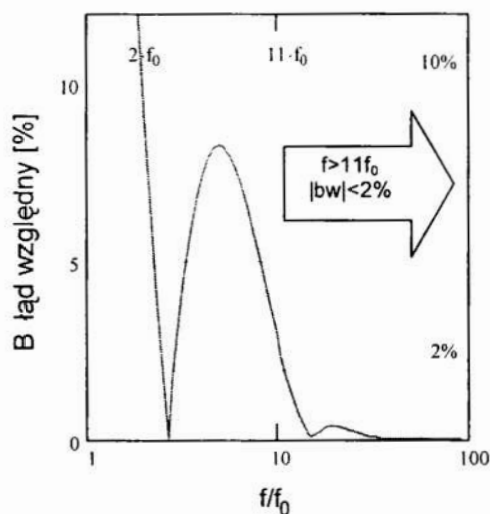
Rys. 2-20 Logarytm iloczynu amplitudy i częstotliwości modulacji f sygnału fotoakustycznego w trybie pobudzania od „tyłu”

Kropki przedstawiają logarytm iloczynu amplitudy i częstotliwości a linie przerywane dopasowanie prostą do tych krzywych. Im większa częstotliwość charakterystyczna tym mniejsze nachylenie prostej (wzór 2-61).

Na rysunku 2-21 przedstawiono względne odchylenie $b_w = \left| \frac{a_r - a}{a} \right| \cdot 100\%$

współczynnika kierunkowego prostej aproksymującej: $a = -\frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0}$ a

współczynnikiem teoretycznym $a_r = \frac{d(\ln(I_R \cdot f))}{d(\sqrt{f})}$.



Rys. 2-21 Odchylenie procentowe prostej dopasowania od charakterystyki rzeczywistej.

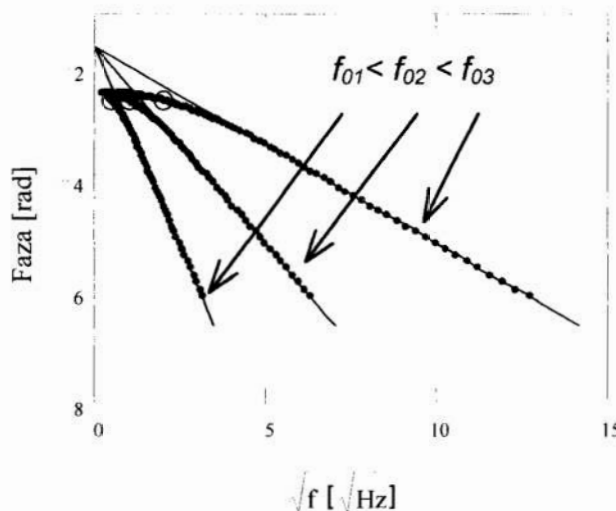
Współczynnik a_r staje się bliski wartości $a = -\frac{1}{\sqrt{2 \cdot f_0}}$ dla częstotliwości większych od f_0 i jest mniejsze od 10% dla częstotliwości większych od $2f_0$ a dla częstotliwości większych od $11f_0$ spada już do wartości mniejszej od 2%.

Metoda „Faza-tył”

Fazę sygnału fotoakustycznego w trybie rejestracji „od tyłu” dla częstotliwości dla których obiekt jest już „termicznie gruby”, podobnie jak amplitudę można aproksymować odcinkiem prostej o nachyleniu:

$$a = \frac{d(\varphi_R [\text{rad}])}{d(\sqrt{f})} = -\frac{1}{\sqrt{2 \cdot f_0}} = \text{const.} \quad (2-62)$$

Charakterystyki poniżej przedstawiają fazy sygnału fotoakustycznego w funkcji \sqrt{f} dla trzech częstotliwości charakterystycznych (0.25, 1, 4 [Hz]) i ich aproksymacje prostymi o nachyleniu $a = -\frac{1}{\sqrt{2 \cdot f_0}}$.

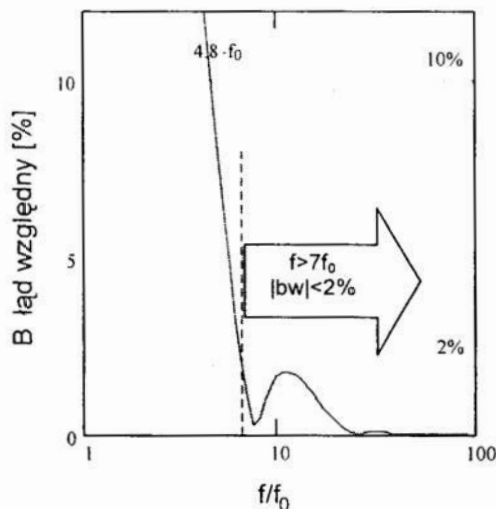


Rys. 2-22 Faza sygnału fotoakustycznego w funkcji pierwiastka częstotliwości f w trybie rejestracji od „tyłu”.

Na rysunku 2-23 przedstawiono procentowe odchylenie $bw = \left| \frac{a_r - a}{a} \right| \cdot 100\%$

współczynnika kierunkowego prostej aproksymującej: $a = -\frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0}$ od wartości

teoretycznej $a_r = \frac{d(\ln(I_R \cdot f))}{d(\sqrt{f})}$.



Rys. 2-23 Odchylenie prostej dopasowania od charakterystyki rzeczywistej.

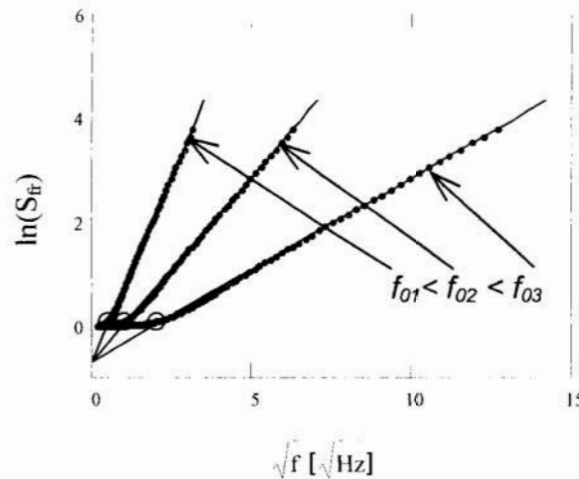
Dla częstotliwości pobudzenia większych od $4.8f_0$ odchylenie procentowe współczynnika teoretycznego a_r od wartości $a=1/(2f_0)^{1/2}$ jest mniejsze od 10% a dla częstotliwości większych od $7f_0$ jest już mniejsze niż 2%.

2.3.3. Połączenie metod „Przód” i „Tył”.

Mając dane o sygnale fotoakustycznym zmierzonym w trybie rejestracji „z przodu” i „z tyłu” można wyznaczyć charakterystyki będące stosunkiem amplitud i różnicą faz „przód-tył”. Jak jest to pokazane poniżej charakterystyki te także niosą informację o dyfuzyjności próbki.

Stosunek Amplitud „Przód-Tył”

Charakterystyki poniżej przedstawiają logarytm stosunku amplitud „Przód-Tył” w funkcji pierwiastka z częstotliwości wykreślone dla trzech różnych dyfuzyjności cieplnych.



Rys. 2-24 Stosunek amplitud sygnału fotoakustycznego

Informacja o dyfuzyjności ukryta jest w nachyleniu prostej wykreślonej we współrzędnych $\ln(S_f / S_R) \rightarrow \sqrt{f}$ dla stosunku amplitud „przód-tył” przy częstotliwościach modulacji większych od f_0 tzn. gdy obiekt jest już termicznie gruby.

$$a = \frac{d(\ln(S_f / S_R))}{d(\sqrt{f})} = \frac{1}{\sqrt{2 \cdot f_0}} = const. \quad (2-63)$$

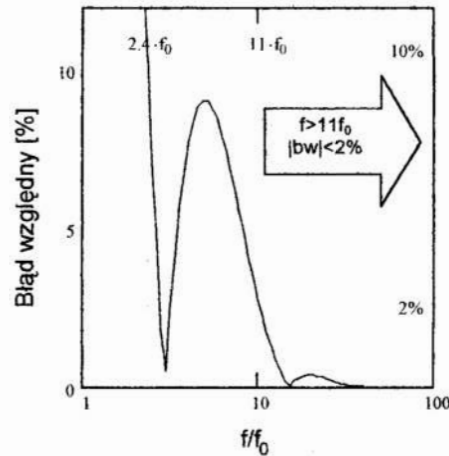
Wartość współczynnika $a_r = \frac{d(\ln(I_{Sf/Sr}))}{d(\sqrt{f})}$ dąży do wartości $a = 1/(2f_0)^{1/2}$ wraz

ze wzrostem częstotliwości pobudzenia f . Procentowe odchylenie

$$bw = \left| \frac{a_r - a}{a} \right| \cdot 100\% \text{ wartości rzeczywistej: } a_r = \frac{d(\ln(I_{Sf/Sr}))}{d(\sqrt{f})} \text{ od współczynnika}$$

kierunkowego prostej dopasowania $a = \frac{1}{\sqrt{2 \cdot f_0}}$ przedstawia charakterystyka

poniżej (Rys. 2-25).



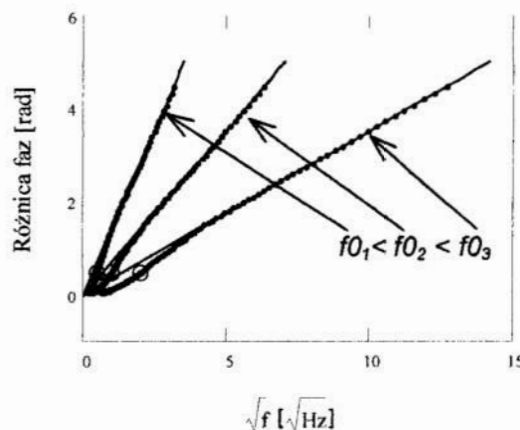
Rys. 2-25 Odchylenie procentowe współczynnika kierunkowego prostej dopasowania a od współczynnika rzeczywistego a_r .

Powyżej częstotliwości $2.4f_0$ odchylenie procentowe bw jest mniejsze od 10% a powyżej $11f_0$ nie przekracza już 2%.

Różnica faz „Przód-Tył” (Phase-Lag).

Poniżej przedstawione są charakterystyki różnicy faz „Przód-Tył” i proste dopasowania (wzór 2-64). Informacja o dyfuzyjności ukryta jest w nachyleniu prostej wykreślonej $\varphi_{FR} [rad] \rightarrow \sqrt{f}$ dla różnicy faz przy częstotliwościach modulacji większych od f_0 tzn. gdy obiekt jest już termicznie gruby.

$$a = \frac{d(\varphi_{PL} [rad])}{d(\sqrt{f})} = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0} = const. \quad (2-64)$$

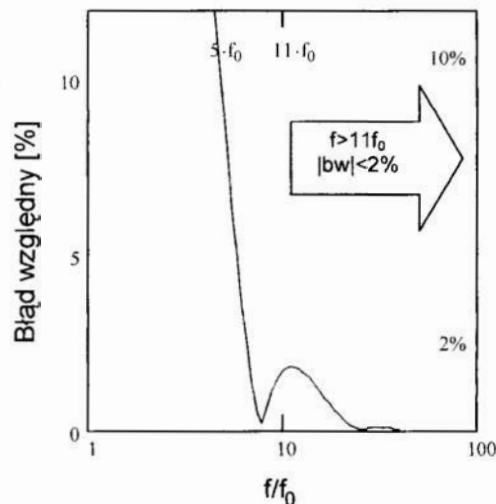


Rys. 2-26 Różnica faz sygnału fotoakustycznego (Phase-Lag).

Procentowe odchylenie $bw = \left| \frac{a_r - a}{a} \right| \cdot 100\%$ wartości rzeczywistej nachylenia:

$a_r = \frac{d(\varphi_{r1}, [rad])}{d(\sqrt{f})}$ od współczynnika kierunkowego prostej dopasowania

$a = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0}$ przedstawia charakterystyka poniżej (Rys. 2-27).



Rys. 2-27 Odchylenie prostej dopasowania od charakterystyki rzeczywistej.

Odchylenie procentowe bw jest mniejsze od 10% dla częstotliwości większych od $5f_0$ a dla częstotliwości większych od $11f_0$ nie przekracza ono 2%.

2.3.4. Zestawienie metod określania dyfuzyjności cieplnej.

Z pomiarów częstotliwościowych amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego w trybie pobudzenia „od przodu” jak i „od tyłu” możliwe jest określenie dyfuzyjności cieplnej badanego materiału. Analiza teoretyczna charakterystyk częstotliwościowych opisanych modelem matematycznym właściwym dla danej metody pomiarowej pozwoliła określić zakres częstotliwości w którym możliwe jest ich zlinearyzowanie oraz określenie dokładności wyznaczenia f_0 . Z tego względu metody pomiarowe można podzielić na trzy grupy:

- I. Metoda mieszana
- II. Metoda średnio-częstotliwościowa
- III. Metody wysokoczęstotliwościowe

Metoda mieszana wymaga pomiarów amplitudy sygnału fotoakustycznego dla częstotliwości f zarówno niskich ($f < f_0$) jak i wysokich ($f > f_0$). Logarytm amplitudy sygnału jest proporcjonalny do logarytmu częstotliwości. We współrzędnych $\log(A) \sim \log(f)$ współczynnik proporcjonalności równy jest -1.5 w zakresie niskich częstotliwości ($f < f_0$) a w zakresie wysokich częstotliwości ($f > f_0$) równy jest -1 . Dwie proste: $\log(A) = -1.5 \cdot \log(f) + \log(b_1)$ i $\log(A) = -\log(f) + \log(b_2)$ przecinają się w punkcie $f_0 = (b_1/b_2)^2$. Metoda ta w porównaniu z pozostałymi jest najbardziej wymagająca (szeroki zakres częstotliwości pomiarowych) i dająca największy błąd gdyż na jego wartość wpływają błędy określenia dwóch wielkości (b_1 i b_2).

W przypadku metody średnio-częstotliwościowej (faza w trybie rejestracji „od przodu”) wymagany jest pomiar w okolicach f_0 . W tym zakresie częstotliwości faza jest w stanie przejścia z wartości -135° (obiekt „termicznie cienki”) do -90° (obiekt „termicznie gruby). Współczynnik kierunkowy prostej stycznej w punkcie $f=f_0$ wynosi $0.277/f_0$ a w przedziale częstotliwości od $0.7f_0$ do $1.3f_0$ zmiana wartości tego współczynnika nie przekracza 10% wartości $0.277/f_0$. Błąd względny wyznaczenia f_0 jest proporcjonalny do błędu względnego z jakim określono współczynnik kierunkowy prostej $a = \frac{d(\varphi_f [\text{rad}])}{d(f)}$.

Grupa III- wysokoczęstotliwościowa wymaga pomiarów amplitudy lub fazy sygnału fotoakustycznego dla częstotliwości większych od f_0 . W zakresie dużych częstotliwości pomiarowych ($f > f_0$) charakterystyki amplitudowe i fazowe wykreślone w odpowiednich współrzędnych właściwych dla danej metody można aproksymować prostą której współczynnik kierunkowy wynosi:

$|a| = \frac{1}{\sqrt{2 \cdot f_0}}$. Odchylenie wartości rzeczywistej współczynnika kierunkowego

prostej (a_r) stycznej w punkcie f od wartości a jest tym mniejsze im większa jest częstotliwość f .

W tabeli 2-1 przedstawiono funkcje amplitudy i fazy w odpowiednich współrzędnych (f lub $f^{1/2}$) zapewniające liniowość charakterystyk umożliwiające zastosowanie metody linearyzacji, związki między współczynnikami kierunkowymi prostych (współczynnikami przesunięcia b_1 i b_2 - w przypadku metody „amplituda-przód”) a częstotliwością charakterystyczną f_0 oraz względny błąd określenia f_0 wynikający z błędu wyznaczenia współczynników kierunkowego (współczynników przesunięcia b_1 i b_2 - w przypadku metody „amplituda-przód”).

Tabela 2-1 Sposoby wyznaczania częstotliwości charakterystycznej dla poszczególnych metod pomiarowych.

Grupa	Metoda	Sposób wyznaczania	Określenie f_0	Względny błąd określenia f_0
I	Amplituda Przód	$A(f) \cdot f^{1.5} = b_1$ dla $f < f_0$ $A(f) \cdot f = b_2$ dla $f > f_0$	$f_0 = \left(\frac{b_1}{b_2} \right)^2$	$\frac{\Delta f_0}{f_0} = \pm 2 \sqrt{\left \frac{\Delta b_1}{b_1} \right ^2 + \left \frac{\Delta b_2}{b_2} \right ^2}$
II	Faza Przód	$a = \frac{d(\varphi_F [rad])}{d(f)} = \frac{0.277}{f_0}$	$f_0 = \frac{1}{0.277a}$	$\frac{\Delta f_0}{f_0} = \left \frac{\Delta a}{a} \right $
III	Amplituda Tył	$a = \frac{d(\ln(I_R \cdot f))}{d(\sqrt{f})} = -\frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0}$	$f_0 = \frac{1}{2a^2}$	$\frac{\Delta f_0}{f_0} = 2 \cdot \left \frac{\Delta a}{a} \right $
III	Faza Tył	$a = \frac{d(\varphi_R [rad])}{d(\sqrt{f})} = -\frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0}$	$f_0 = \frac{1}{2a^2}$	$\frac{\Delta f_0}{f_0} = 2 \cdot \left \frac{\Delta a}{a} \right $
III	Stosunek Amplitud „Przód-Tył”	$a = \frac{d(\ln(S_{FR}))}{d(\sqrt{f})} = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0}$	$f_0 = \frac{1}{2a^2}$	$\frac{\Delta f_0}{f_0} = 2 \cdot \left \frac{\Delta a}{a} \right $
III	Różnica Faz „Przód-Tył”	$a = \frac{d(\varphi_{FR} [rad])}{d(\sqrt{f})} = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0}$	$f_0 = \frac{1}{2a^2}$	$\frac{\Delta f_0}{f_0} = 2 \cdot \left \frac{\Delta a}{a} \right $

Po określeniu częstotliwości charakterystycznej wyznaczamy dyfuzyjność cieplną (wzór 2-65) i błąd względny (wzór 2-66) zgodnie z zależnościami:

$$\alpha = 2 \cdot \pi \cdot f_0 \cdot l^2 \quad (2-65)$$

$$\frac{\Delta\alpha}{\alpha} = \pm \sqrt{\left| \frac{\Delta f_0}{f_0} \right|^2 + 2 \left| \frac{\Delta l}{l} \right|^2} \quad (2-66)$$

gdzie:

$f_0, \Delta f_0$ – częstotliwość charakterystyczna próbki i jej błąd oszacowania

$l, \Delta l$ – grubość próbki i jej błąd oszacowania

Maksymalne błędy określenia f_0 dla poszczególnych metod:

I. Amplituda-Przód: w zakresie $f < 0.3f_0$ i $f > 5f_0$; $bw=4\%$ (Rys. 2-18b)

II. Faza-Przód: $0.7f_0 < f < 1.3f_0$; $bw=10\%$ (Rys. 2-19b)

III. Amplituda-Tył: $f > 7f_0$; $bw=15\%$ (Rys. 2-21)

Faza-Tył: $f > 7f_0$; $bw=4\%$ (Rys. 2-23)

Stosunek Amplitud: $f > 7f_0$; $bw=15\%$ (Rys. 2-25)

Różnica Faz: $f > 7f_0$; $bw=4\%$ (Rys. 2-27)

Analizując poszczególne sposoby wyznaczania f_0 pod kątem błędu metody nie można jednoznacznie stwierdzić który jest najlepszy. W trybach rejestracji „od przodu” amplituda sygnału fotoakustycznego maleje wolniej niż w trybach rejestracji „od tyłu” dlatego też w warunkach eksperymentalnych możliwy jest pomiar sygnału fotoakustycznego dla większych częstotliwości modulacji. Jeżeli f_0 badanego materiału jest takie że możliwy jest pomiar sygnału w zakresie poniżej i powyżej f_0 to stosujemy metody: „Amplituda-Przód” i „Faza-

¹⁾ Błędy względne zostały wyznaczone za pomocą metody pochodnych logarytmu. Opis tej metody można znaleźć m.in. w literaturze [4].

Przód”. Jeżeli w warunkach eksperymentalnych w trybach rejestracji „od-tyłu” możliwy jest pomiar sygnału dla częstotliwości większych od f_0 lub częstotliwość charakterystyczna badanego materiału jest mniejsza niż możliwa do rejestracji przez aparaturę (w praktyce częstotliwość minimalna wynosi 10[Hz]) to stosujemy metody należące do grupy III. Z pośród tych metod najmniejszy błąd określenia f_0 dają metody fazowe. Metody „Stosunek-Amplitud” i „Różnica-Faz” są bardziej pracochłonne (wymagają pomiarów w trybach „Przód” i „Tył”) ale nie potrzebują uwzględniania krzywej kalibracyjnej toru pomiarowego.

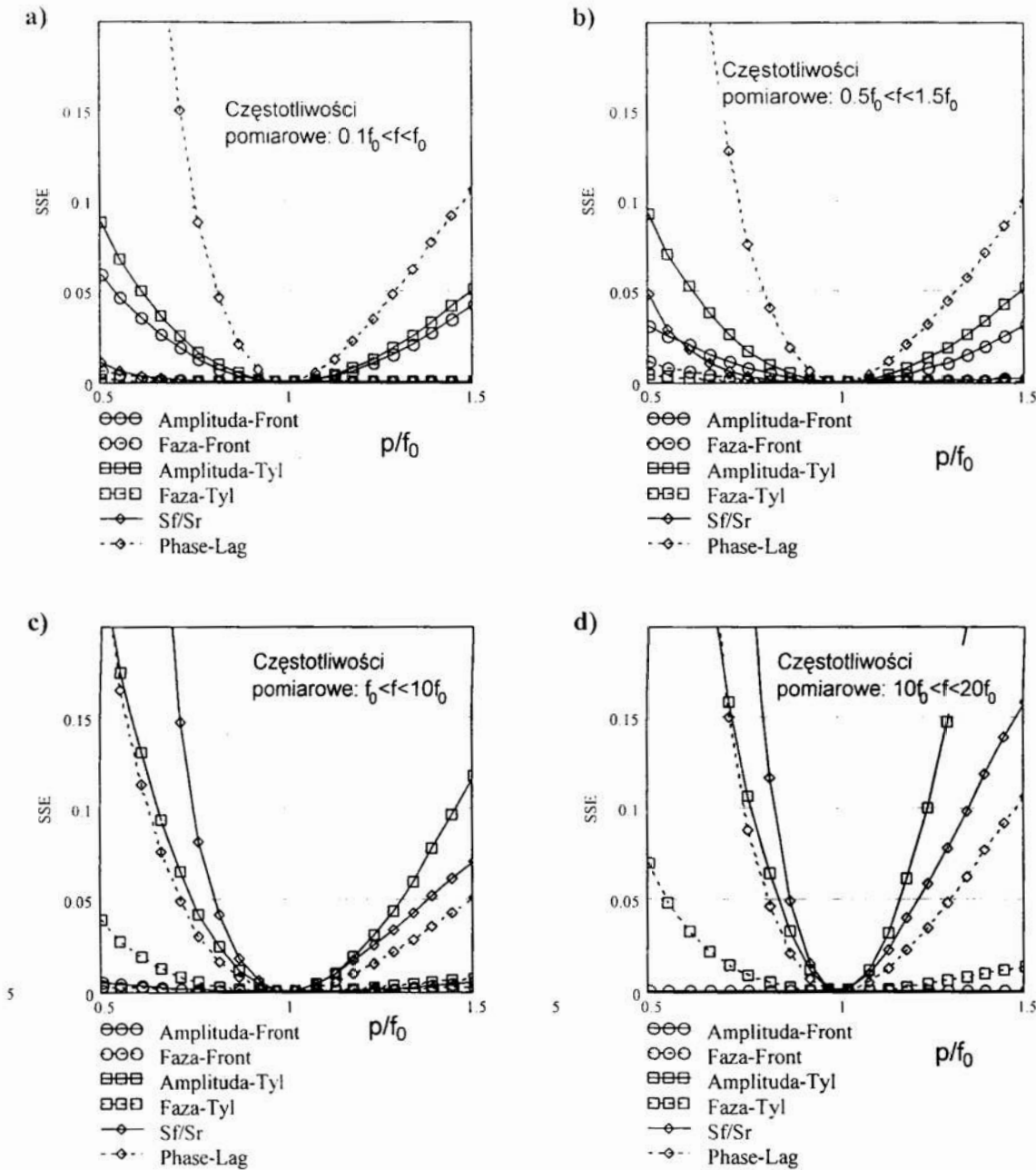
W trakcie pomiarów na częstotliwościach dużo większych od f_0 może pojawić się niepożądany efekt tzw. „drum effect” – dodatkowy sygnał wywołany drganiami obiektu spowodowany dużym gradientem temperatury między przednią a tylną warstwą obiektu [7,27]. Wpływ tego zjawiska jest większy w trybach rejestracji „od tyłu”.

W związku z tym że metody opisane powyżej wymagają odrzucenia punktów pomiarowych, które dają duży błąd w określaniu f_0 przeanalizowano możliwość dopasowywania punktów pomiarowych do krzywej teoretycznej metodą najmniejszych kwadratów ($SSE = \sum (Y_i - F(X_i, p))^2 = \min$) dla wszystkich punktów pomiarowych. Przyjęte kryteria dopasowania zastosowane dla poszczególnych podano w tabeli poniżej.

Estymatory dopasowania policzone dla poszczególnych metod pomiarowych zamieszczono na wykresach Rys.2-28 a,b,c,d. Z wykresów tych wynika że różne metody pomiarowe są w różny sposób wrażliwe na zmianę parametru p minimalizującego funkcję SSE w różnych zakresach częstotliwości pomiarowych w stosunku do częstotliwości charakterystycznej f_0 mierzonego obiektu.

Tabela 2-2 Estymatory dopasowania metodą najmniejszych kwadratów.

Metoda		Dopasowanie metodą najmniejszych kwadratów
Amplituda Przód d		$Famp(f, f_0, R) = \left \frac{1}{i \cdot f} \left(\frac{\exp(\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}}) + R \cdot \exp(-\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}})}{\exp(\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}}) - R \cdot \exp(-\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}})} \right) \right $ $SSE = \sum_i \left(\frac{Y_i - Famp(X_i, p, l)}{Y_i} \right)^2 = \min$
Faza Przód d		$Fphase(f, f_0, R) = \arg \left(\frac{1}{i \cdot f} \frac{\exp(\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}}) + R \cdot \exp(-\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}})}{\exp(\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}}) - R \cdot \exp(-\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}})} \right)$ $SSE = \sum_i \left(\frac{Y_i - Fphase(X_i, p, l)}{Y_i} \right)^2 = \min$
Amplituda Tył		$Ramp(f, f_0, R) = \left \frac{1}{i \cdot f} \left(\frac{1 + R}{\exp(\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}}) - R \cdot \exp(-\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}})} \right) \right $ $SSE = \sum_i \left(\frac{Y_i - Ramp(X_i, p, l)}{Y_i} \right)^2 = \min$
Faza Tył		$Rphase(f, f_0, R) = \arg \left(\frac{1}{i \cdot f} \left(\frac{1 + R}{\exp(\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}}) - R \cdot \exp(-\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}})} \right) \right)$ $SSE = \sum_i \left(\frac{Y_i - Rphase(X_i, p, l)}{Y_i} \right)^2 = \min$
Stosunek Amplitud S _f /S _r		$SfSr(f, f_0, R) = \left \frac{\exp(\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}}) + R \cdot \exp(-\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}})}{1 + R} \right $ $SSE = \sum_i \left(\frac{Y_i - SfSr(X_i, p, l)}{Y_i} \right)^2 = \min$
Różnica faz (Phase- Lag)		$Phlag(f, f_0, R) = \arg \left(\frac{\exp(\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}}) + R \cdot \exp(-\sqrt{i \cdot f \cdot f_0^{-1}})}{1 + R} \right)$ $SSE = \sum_i \left(\frac{Y_i - Phlag(X_i, p, l)}{Y_i} \right)^2 = \min$
<p>Gdzie: X-wektor częstotliwości pomiarowych f; Y-wektor wielkości mierzonych; p- częstotliwość charakterystyczna; f₀ minimalizująca funkcję SSE; R- współczynnik odbicia fali cieplnej w tym przypadku równy 1.</p>		



Rys. 2-28 Estymatory dopasowania (SSE) w funkcji parametru p dla wszystkich metod wyznaczania f_0 wyznaczone dla czterech różnych zakresów częstotliwości pomiarowych: a) $0.1f_0 < f < f_0$; b) $0.5f_0 < f < 1.5f_0$; c) $f_0 < f < 10f_0$; d) $10f_0 < f < 20f_0$

W zakresie małych częstotliwości $0.1f_0 < f < f_0$ najczulsze na zmianę parametru p są metody: „Różnica-Faz”, „Amplituda-Tył”, „Amplituda-Przód” (Rys. 2-28a).

W zakresie średnich częstotliwości $0.5f_0 < f < 1.5f_0$ najczulsze na zmianę parametru p są metody: „Różnica-Faz”, „Amplituda-Tył”, „Amplituda-Przód” (Rys. 2-28b).

W zakresie częstotliwości $f_0 < f < 10f_0$ najczulsze na zmianę parametru p są metody: „Amplituda-Tył”, „Stosunek Amplitud”, „Różnica-Faz” (Rys. 2-28c).

W zakresie częstotliwości $10f_0 < f < 20f_0$ najczulsze na zmianę parametru p są metody: „Amplituda-Tył”, „Stosunek Amplitud”, „Różnica-Faz” (Rys. 2-28d).

2.4. Wyznaczanie efuzyjności cieplnej.

Znajomość efuzyjności cieplnej materiału wraz z dyfuzyjnością cieplną pozwala na wyznaczenie przewodnictwa cieplnego. Pomiar efuzyjności cieplnej polega na wprowadzeniu jako warstwy tylnej materiału innego niż powietrze. Efuzyjność powietrza jest bardzo mała w porównaniu z efuzyjnością typowych materiałów dlatego współczynnik odbicia między warstwą materiału a powietrza jest bliski jedności.

Wprowadzenie jako warstwę tylną materiału o znanej efuzyjności (np. wodę) wpływa na zmianę charakterystyk częstotliwościowych sygnału fotoakustycznego. Pomiar tych charakterystyk pozwala na wyznaczenie współczynnika odbicia a co za tym idzie efuzyjności cieplnej badanego materiału. Współczynnik odbicia R zdefiniowany jest następująco:

$$R = \frac{e_s - e_b}{e_s + e_b}$$

e_s, e_b - efuzyjności próbki, warstwy tylnej zdefiniowane: $e_i = (k_i C_i \rho_i)^{1/2}$.

Metody opisane poniżej opierają się na pomiarze różnic między charakterystykami częstotliwościowymi amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego w trybie pobudzania „od przodu” układu próbka-powietrze i próbka-ciecz. Do analizy matematycznej wykorzystano model R-G. Przy

założeniu że mierzony obiekt ma dużą wartość współczynnika absorpcji optycznej dla długości fali źródła światła wzbudzającego, współczynnik odbicia między gazem w komórce fotoakustycznej a próbką wynosi $R=1$ oraz warstwa podłoża jest „termicznie gruba” dla analizowanych częstotliwości to model R-G można uprościć do postaci:

$$S_f \sim \frac{1}{\sigma_g \cdot \sigma_s} \cdot \frac{\exp(l \cdot \sigma_s) + R_b \cdot \exp(-l \cdot \sigma_s)}{\exp(l \cdot \sigma_s) - R_b \cdot \exp(-l \cdot \sigma_s)} \sim \frac{1}{i \cdot f} \cdot \frac{\exp\left(\sqrt{\frac{f}{f_0}} \cdot i\right) + R_b \cdot \exp\left(-\sqrt{\frac{f}{f_0}} \cdot i\right)}{\exp\left(\sqrt{\frac{f}{f_0}} \cdot i\right) - R_b \cdot \exp\left(-\sqrt{\frac{f}{f_0}} \cdot i\right)} \quad (2-67)$$

gdzie:

f – częstotliwość modulacji światła pobudzającego

f_0 – częstotliwość charakterystyczna zdefiniowana jako: $f_0 = \frac{\alpha}{2\pi l^2}$ [Hz]

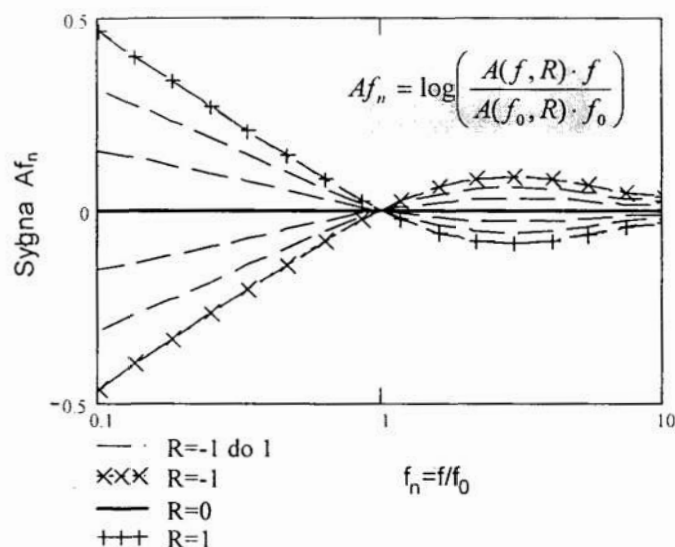
R_b – współczynnik odbicia fali cieplnej między próbką a podłożem

2.4.1. Metoda „Amplituda-przód”

Wykres poniżej przedstawia rodzinę krzywych amplitud sygnału fotoakustycznego (zależność 2-67) wykreślonych w formie:

$$A_{f_n} = \log\left(\frac{|S_f(f, R)| \cdot f}{|S_f(f_0, R)| \cdot f_0}\right) \text{ w funkcji logarytmu unormowanej częstotliwości}$$

$f_n = f/f_0$ dla parametru R zmieniającego się od -1 do 1 .



Rys. 2-29 Logarytm unormowanej amplitudy sygnału fotoakustycznego w funkcji unormowanej częstotliwości dla kilku wartości współczynnika R.

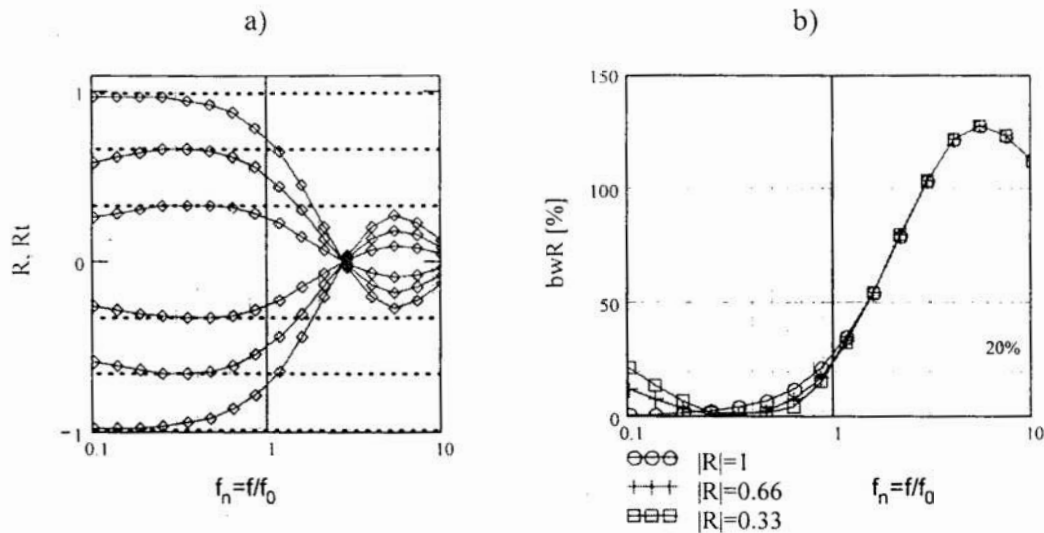
Z charakterystyk tych widać wpływ parametrów cieplnych podłoża na amplitudę sygnału fotoakustycznego w zakresie częstotliwości poniżej ok. $10f_0$ oraz można zaobserwować liniowość charakterystyk $Af_n(f, R) \sim \log(f_n)$.

Przeanalizowano korelację między nachyleniem charakterystyk $Af_n(f, R) \sim \log(f_n)$ a współczynnikiem R i określono ją jako:

$$R_t = -2 \cdot \left(\frac{d(Af_n(f, R))}{d(\log(f_n))} \right) \quad (2-68)$$

Poniżej przedstawiono zależność R_t w funkcji częstotliwości unormowanej f_n - Rys. 2-30a oraz błąd określenia R z R_t ($b_w R = \left| \frac{R - R_t}{R} \right| \cdot 100\%$) - Rys. 2-30b. W zakresie częstotliwości modulacji leżących między $0.1f_0$ a f_0 błąd określenia współczynnika R za pomocą zależności 2-68 jest mniejszy od 20%.

Większy zakres częstotliwości pomiarowych pozwalających uzyskać mniejszy błąd określenia współczynnika R uzyskano analizując charakter zmian amplitudy sygnału fotoakustycznego w stosunku do zmian amplitudy sygnału fotoakustycznego mierzonego w warunkach gdy współczynnik R wynosi 1.



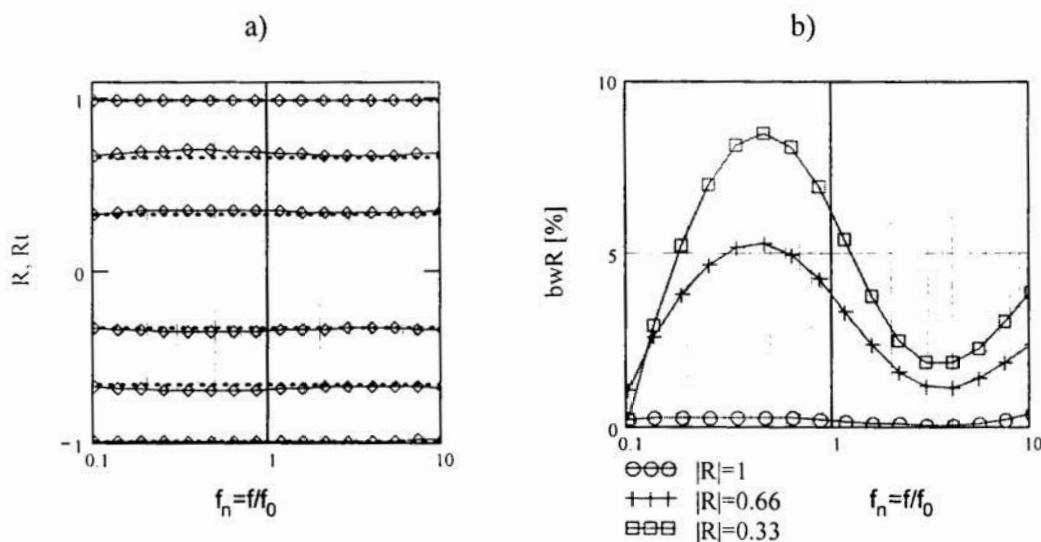
Rys. 2-30 a) Współczynnik R_t w funkcji częstotliwości unormowanej f_n b) procentowe odchylenie R_t od rzeczywistego współczynnika R .

Współczynnik R określono ze stosunku unormowanych charakterystyk $Af_n(f,R)/Af_n(f,R=1)$ zgodnie z zależnością:

$$R_t(f) = \frac{\log(|S_f(f,R)| \cdot f) - \log(|S_f(f_0,R)| \cdot f_0)}{\log(|S_f(f,R=1)| \cdot f) - \log(|S_f(f_0,R=1)| \cdot f_0)} \quad (2-69)$$

Poniżej przedstawiono zależność R_t w funkcji częstotliwości unormowanej

f_n - Rys. 2-31a oraz błąd określenia R z R_t ($bwR = \left| \frac{R - R_t}{R} \right| \cdot 100\%$) - Rys. 2-31b

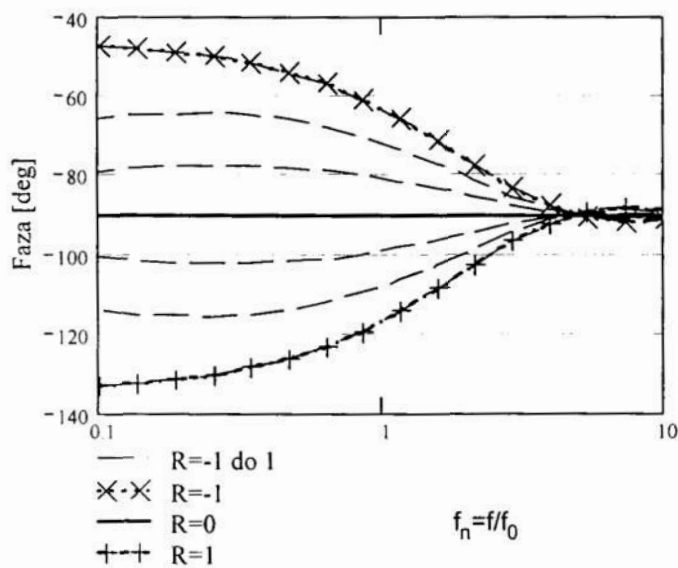


Rys. 2-31 a) Współczynnik R_t w funkcji częstotliwości unormowanej f_n b) procentowe odchylenie R_t od rzeczywistego współczynnika R .

W porównaniu z metodą określania współczynnika R z nachylenia unormowanych charakterystyk amplitudowych (wzór 2-68) uzyskano mniejszy błąd ($bwR < 10\%$) przy szerszym zakresie częstotliwości pomiarowych ($0.1f_0$ a $10f_0$).

2.4.2. Metoda „Faza-przód”

Podobnie jak na amplitudę sygnału tak i na fazę sygnału fotoakustycznego ma wpływ rodzaj materiału podłoża. Rodzina charakterystyk przedstawiająca fazę sygnału fotoakustycznego w funkcji unormowanej częstotliwości modulacji f_n dla różnych wartości parametru R przedstawiono na wykresie poniżej.

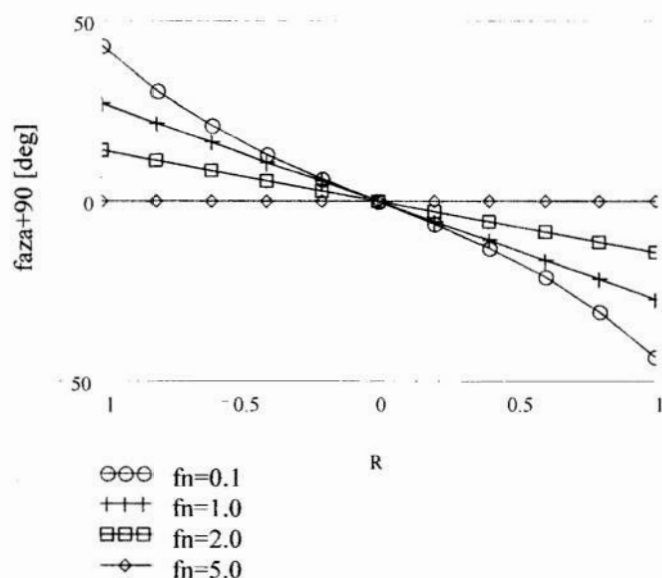


Rys. 2-32 Rodzina charakterystyk fazy sygnału fotoakustycznego w funkcji częstotliwości dla kilku wartości współczynnika R .

Widać że zmiana materiału podłoża powoduje zmniejszenie opóźnienia fazowego w porównaniu z fazą sygnału dla $R=1$. Największą zmianę fazy (90°) otrzymujemy gdy współczynnik odbicia będzie równy -1 a f_n będzie dużo mniejsze o 1 . Wpływ podłoża maleje wraz ze wzrostem f_n . Dla f_n większych od

10 obiekt staje się „termicznie gruby” i zanika wpływ parametrów podłoża na fazę sygnału fotoakustycznego.

Wykres poniżej przedstawia fazę sygnału fotoakustycznego w funkcji współczynnika odbicia R dla kilku unormowanych częstotliwości f_n .



a

Rys. 2-33 Faza sygnału fotoakustycznego w funkcji współczynnika R.

Dodatkowo faza przesunięta jest o stałą wartość równą 90° . Możemy stwierdzić liniową zmianę fazy spowodowaną liniową zmianą współczynnika odbicia w pewnym zakresie wartości f_n . Wzrost f_n powoduje spadek nachylenia zależności $\phi=f(f_n)$ a więc maleje dokładność wyznaczania współczynnika R. Przy mniejszych f_n (od ok. 0.1) pojawia się nieliniowość charakterystyki. Przy zachowaniu liniowego obszaru zmian f_n współczynnik R możemy wyznaczyć bezpośrednio z zależności:

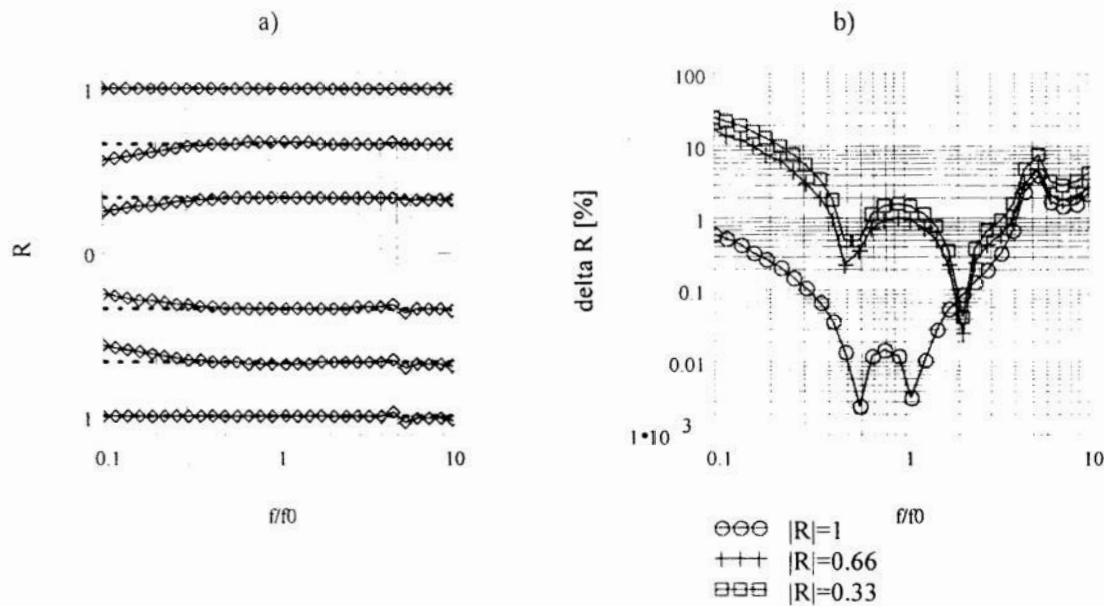
$$R = \frac{\phi_R [\text{deg}] + 90^\circ}{\phi_{R=1} [\text{deg}] + 90^\circ} \quad (2-70)$$

gdzie:

$\phi_{R=1}$ – faza sygnału fotoakustycznego w sytuacji gdy podłożem jest powietrze

ϕ_R – faza sygnału fotoakustycznego po zmianie podłoża

Charakterystyki na wykresie poniżej (Rys. 2-34a) przedstawiają R wyznaczone za pomocą zależności 2-70 w funkcji f_n . Linie przerywane wskazują wartość rzeczywistą współczynnika R natomiast linie $-\diamond-$ wskazują wartości obliczone współczynnika R . Rys. 2-34b pokazuje procentowy błąd oszacowania R .



Rys. 2-34 a) Współczynnik R wyznaczony za pomocą wzoru 2-70 oraz b) błąd względny jego oszacowania.

2.5. Wyznaczanie pozostałych parametrów cieplnych.

W wyniku pomiaru częstotliwości charakterystycznej f_0 , jedną z metod zaprezentowanych w rozdziale 2.3 i przy znajomości grubości l mierzonego obiektu wyznaczamy *dyfuzyjność cieplną*. Pomiar współczynnika R i znajomość *efuzyjności cieplnej* użytego w pomiarach podłoża pozwala na obliczenie *efuzyjności cieplnej* materiału. Przy znajomości *gęstości materiału* i obliczeniu dyfuzyjności i efuzyjności cieplnej można wyznaczyć pozostałe parametry cieplne: *przewodność cieplną* i *ciepło właściwe*. Niezbędne dane i zależności pozwalające określić parametry cieplne z pomiarów fotoakustycznych zebrano w tabeli poniżej.

Tabela 2-3 Zestawienie danych i zależności pozwalających wyznaczyć parametry cieplne.

Parametry katalogowe	Parametr	Przyjęty lub obliczony błąd parametru
Efuzyjność podłoża:	$e_w \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	$\Delta e_w \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$
Gęstość materiału:	$\rho \left[\frac{kg}{m^3} \right]$	$\Delta \rho \left[\frac{kg}{m^3} \right]$
Grubość materiału:	$l [m]$	$\Delta l [m]$
Parametry określone z pomiarów fotoakustycznych		
Częstotliwość charakterystyczna	$f_0 [Hz]$	$\Delta f_0 [Hz]$
Współczynnik odbicia	$R [1/1]$	$\Delta R [1/1]$
Parametry policzone		
Dyfuzyjność cieplna	$\alpha_s = 2 \cdot \pi \cdot f_0 \cdot l^2 \left[\frac{m^2}{s} \right]$	$\frac{\Delta \alpha}{\alpha} = \sqrt{\left[\frac{\Delta f_0}{f_0} \right]^2 + 2 \left[\frac{\Delta l}{l} \right]^2} \cdot 100 [\%]$
Efuzyjność cieplna	$e_s = e_w \cdot \frac{1 + R}{1 - R} \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	$\frac{\Delta e_s}{e_s} = \sqrt{\left[\frac{\Delta e_w}{e_w} \right]^2 + \frac{2R^2}{1 - R^2} \left[\frac{\Delta R}{R} \right]^2} \cdot 100 [\%]$
Przewodność cieplna	$\kappa_s = e_s \cdot \sqrt{\alpha_s} \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$	$\frac{\Delta \kappa_s}{\kappa_s} = \sqrt{\left[\frac{\Delta e_s}{e_s} \right]^2 + \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta \alpha}{\alpha} \right]^2} \cdot 100 [\%]$
Ciepło właściwe	$c = \frac{e_s}{\rho_s \cdot \sqrt{\alpha_s}} \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right]$	$\frac{\Delta c}{c} = \sqrt{\left[\frac{\Delta e_s}{e_s} \right]^2 + \left[\frac{\Delta \rho_s}{\rho_s} \right]^2 + \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta \alpha}{\alpha} \right]^2} \cdot 100 [\%]$

3. Pomiarów parametrów optycznych metodą fotoakustyczną.

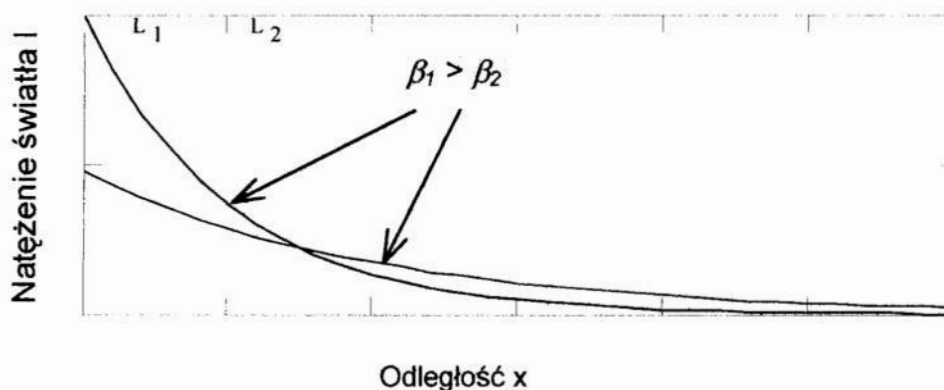
3.1. Współczynnik absorpcji optycznej.

Współczynnik absorpcji optycznej $\beta(h\nu)$ ²⁾ zdefiniowany jest jako względna szybkość zmniejszania się natężenia światła wzdłuż jego drogi poruszania się.

$$\beta(h\nu) = \frac{-1}{I(x, h\nu)} \frac{dI(x, h\nu)}{dx} \left[\frac{1}{m} \right] \quad (3-1)$$

gdzie: $h\nu$ - energia fotonów [eV]; $I(x, h\nu)$ - natężenie światła [W]

Współczynnik absorpcji optycznej charakteryzuje absorpcję światła w materiale i jest funkcją energii światła (długości fali λ). Znajomość tego parametru ma znaczenie w konstruowaniu np. ogniw słonecznych w których fotonapięcie zależy od ilości fotonów zaabsorbowanych w obszarze złącza, która to ilość zależy od energii fotonów oświetlających złącze oraz współczynnika absorpcji optycznej. Sytuację taką przedstawiono schematycznie na rysunku poniżej.



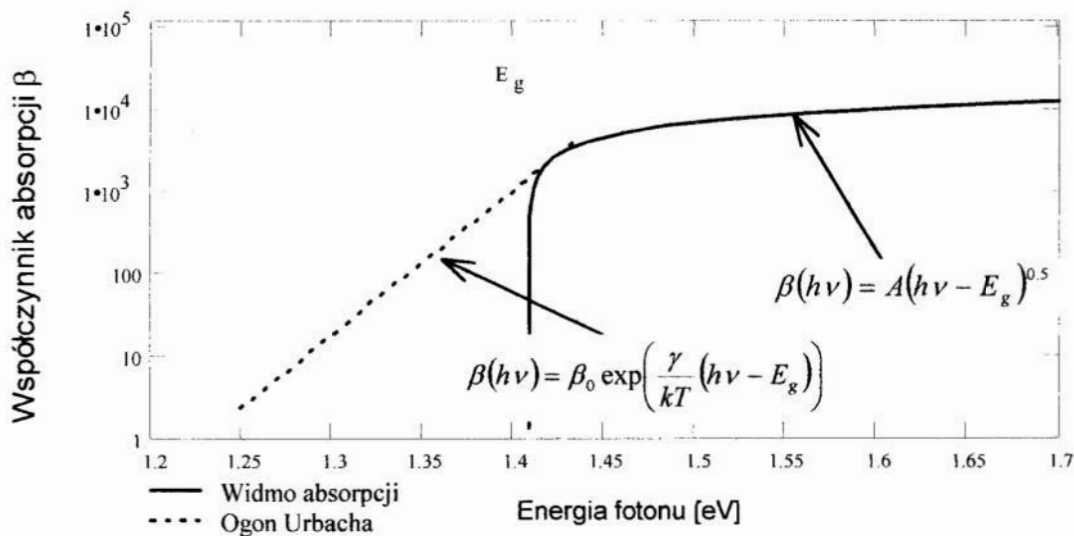
Rys. 3-1 Rozkład natężenia światła I na drodze x dla różnych wartości współczynnika absorpcji β .

²⁾ ze względu na stosowanie symbolu „ α ” jako dyfuzyjności cieplnej w fotoakustyce i współczynnika absorpcji optycznej w optyce przyjęto w tej pracy symbol „ β ” dla oznaczenia współczynnika absorpcji optycznej

Jeżeli x to odległość od powierzchni złącza a między L_1 a L_2 występuje obszar aktywny to energia absorbowana w tym obszarze jest większa dla większego współczynnika absorpcji:

$$\text{dla } \beta_1 > \beta_2 : I_0 \cdot \beta_1 \int_{L_1}^{L_2} \exp(-\beta_1 \cdot x) > I_0 \cdot \beta_2 \int_{L_1}^{L_2} \exp(-\beta_2 \cdot x).$$

Ze zjawiskiem absorpcji w materiałach półprzewodnikowych wiąże się ściśle zjawisko termicznego poszerzenia pasma absorpcji zwane popularnie „ogonem Urbacha”. Zjawisko to zostało zamodelowane i przedstawione na rysunku poniżej.



Rys. 3-2 Przykład widma współczynnika absorpcji z efektem poszerzenia termicznego.

Teoretycznie w idealnym półprzewodniku w temperaturze 0°K nie występuje absorpcja dla energii fotonów mniejszych od przerwy energetycznej E_g (Rys. 3-2 – linia ciągła - $\beta(h\nu) = A(h\nu - E_g)^{0.5}$). Jednakże w temperaturze większej od 0°K pojawia się absorpcja fotonów o energiach mniejszych od E_g (Rys. 3-2 – kropki). Wielkość tej absorpcji opisuje się równaniem:

$$\beta(h\nu) = \beta_0 \exp\left(\frac{\gamma}{kT}(h\nu - E_g)\right) \quad (3-2)$$

gdzie:

β_0 -punkt przecięcia krzywych: „ogonu Urbacha” i wsp. β w obszarze absorpcji pasmo-pasmo

γ - współczynnik poszerzenia termicznego

kT - potencjał elektrotermiczny

3.2. Charakterystyki widmowe obiektu optycznie przezroczystego.

Model Rosencwaig-Gersho (R-G)[2] przedstawiony w rozdziale drugim opisywał zależność sygnału fotoakustycznego będącego funkcją parametrów cieplnych (dyfuzyjności i efuzyjności cieplnej) oraz współczynnika absorpcji optycznej badanej próbki.

$$P \sim \frac{\beta}{2k_s(\beta^2 - \sigma_s^2)\sigma_g} \left(\frac{(r-1)(b+1)\exp(\sigma_s l) - (r+1)(b-1)\exp(-\sigma_s l) + 2(b-r)\exp(-\beta l)}{(g+1)(b+1)\exp(\sigma_s l) - (g-1)(b-1)\exp(-\sigma_s l)} \right)$$

gdzie:

$$b = \frac{e_b}{e_s}; g = \frac{e_g}{e_s}; r = \frac{\beta}{2\sigma_s}$$

$$\sigma_s = (1+i)\alpha_s; \sigma_g = (1+i)\alpha_g$$

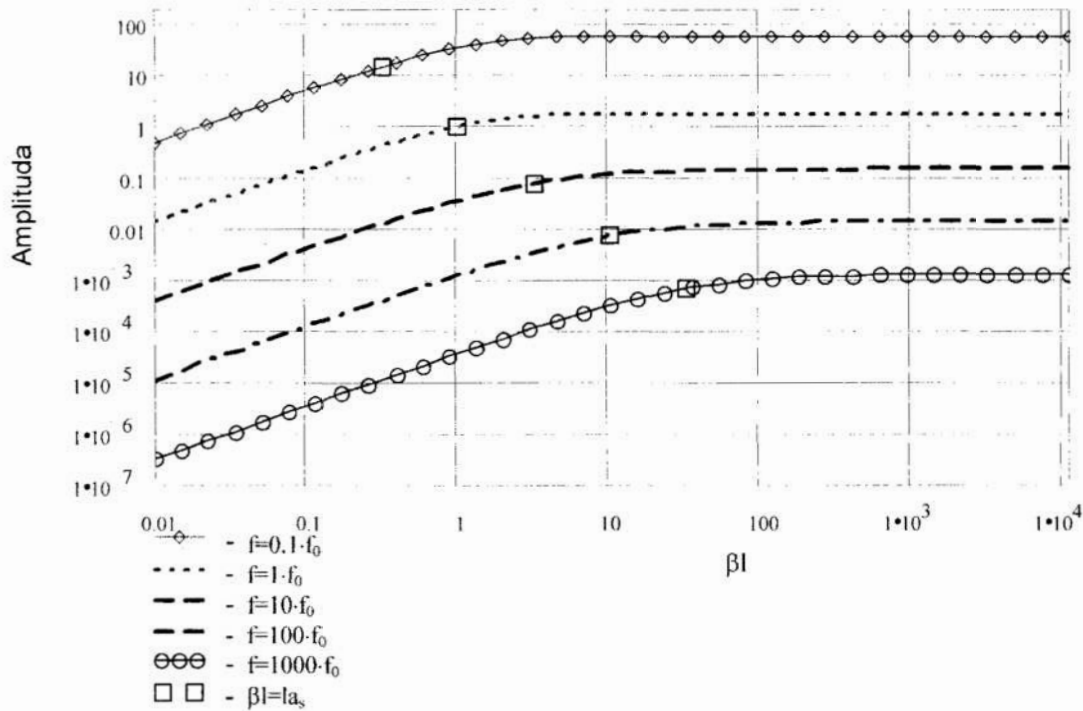
$$\alpha_s = \sqrt{\frac{\pi \cdot f}{\alpha_s}}; \alpha_g = \sqrt{\frac{\pi \cdot f}{\alpha_g}}$$

α_g, α_s - dyfuzyjności cieplne gazu w komorze i próbki

e_g, e_s, e_b - efuzyjności termiczne gazu w komorze, próbki i materiału będącego podłożem

W celu określania parametrów cieplnych zastosowano uproszczone zależności zakładając że dla długości fali światła pobudzającego mierzony obiekt występuje absorpcja powierzchniowa tzn. iloczyn βl jest dużo większy od jedności. W pomiarach współczynnika absorpcji optycznej β korzystamy z tej samej zależności (patrz wzór wyżej), przy czym wymagana jest znajomość dyfuzyjności cieplnej α_s .

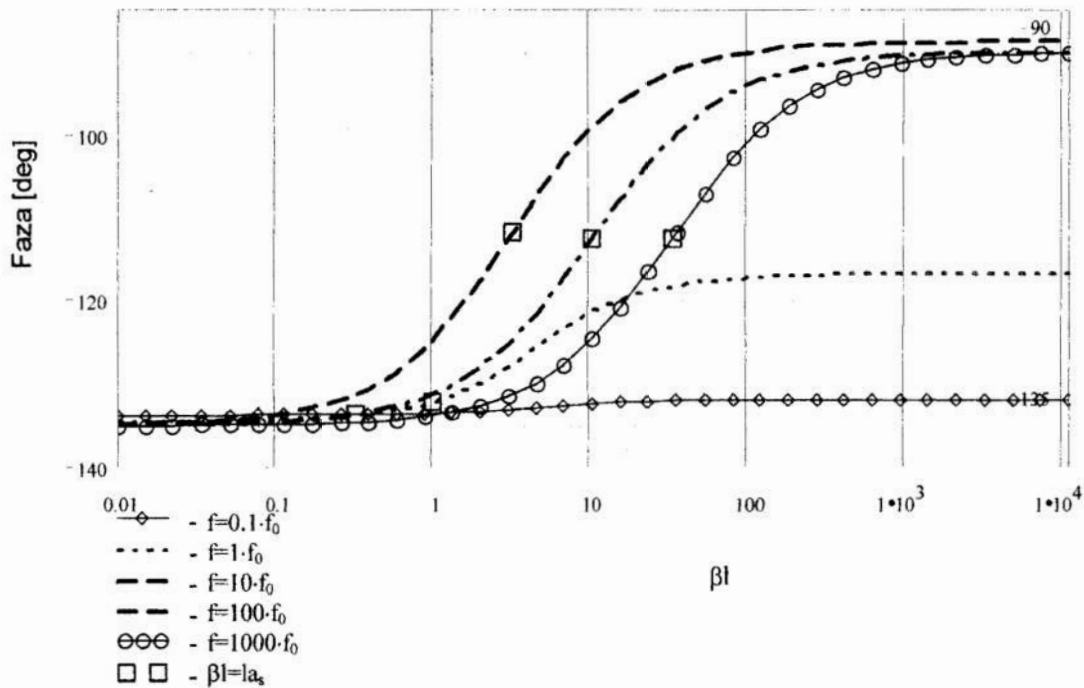
Wykres poniżej przedstawia amplitudę sygnału fotoakustycznego w funkcji iloczynu współczynnika absorpcji optycznej β i grubości próbki l dla kilku częstotliwości modulacji światła wzbudzającego ($0.1f_0$, f_0 , $10f_0$, $100f_0$, $1000f_0$).



Rys. 3-3 Amplituda Sygnału Fotoakustycznego w funkcji iloczynu współczynnika absorpcji optycznej β i grubości l dla kilku częstotliwości pobudzenia f . „□” przedstawiają punkt w którym βl równe jest la_s .

Poziom sygnału maleje wraz ze wzrostem częstotliwości modulacji natomiast wzrasta zakres wartości współczynników absorpcji możliwych do rejestracji. Amplituda sygnału fotoakustycznego rośnie wraz ze wzrostem współczynnika absorpcji optycznej β i po przekroczeniu punktu $\beta l = la_s$ osiąga poziom nasycenia (saturacji). Im większa będzie częstotliwość pobudzenia tym większa będzie wartość współczynnika absorpcji optycznej β możliwa do wyznaczenia.

Poniżej przedstawiono fazę sygnału fotoakustycznego w funkcji iloczynu współczynnika absorpcji optycznej β i grubości próbki l dla kilku częstotliwości modulacji światła wzbudzającego ($0.1f_0$, f_0 , $10f_0$, $100f_0$, $1000f_0$).



Rys. 3-4 Faza Sygnału Fotoakustycznego w funkcji iloczynu współczynnika absorpcji optycznej β i grubości l dla kilku częstotliwości pobudzenia f . „□” przedstawia punkt w którym βl równe jest $l a_s$.

Dla iloczynu $\beta l \ll l a_s$ faza sygnału fotoakustycznego wynosi -135° podobnie jak dla obiektu termicznie cienkiego. Jeżeli βl jest porównywalne z $l a_s$ faza zmienia się od -135° do maksymalnie -90° osiągając punkt nasycenia (podobnie jak w przypadku amplitudy). Wielkość fazy punktu nasycenia jest zależna od częstotliwości pobudzenia f i dla $f \gg f_0$ i $\beta l \gg l a_s$ wynosi ona -90° . Maksymalny zakres zmian fazy wynosi 45° .

3.2.1. Porównanie modelu R-G z modelem Ouzafe

W pracy [19] opisano inną zależność na amplitudę i fazę sygnału fotoakustycznego w funkcji współczynnika absorpcji optycznej β .

$$Am \sim \frac{\beta \cdot \mu}{2\pi f \sqrt{1 + (\beta \cdot \mu + 1)^2}} = \frac{\beta \cdot l \sqrt{\frac{2 \cdot f_0}{f}}}{2\pi f \sqrt{1 + \left(\beta \cdot l \sqrt{\frac{2 \cdot f_0}{f}} + 1 \right)^2}} \quad (3-3)$$

$$Ph = -\pi + \operatorname{atan}(\beta \cdot \mu + 1) = -\pi + \operatorname{atan}\left(\beta \cdot l \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot f_0}{f}} + 1\right) \quad (3-4)$$

gdzie:

β - współczynnik absorpcji optycznej

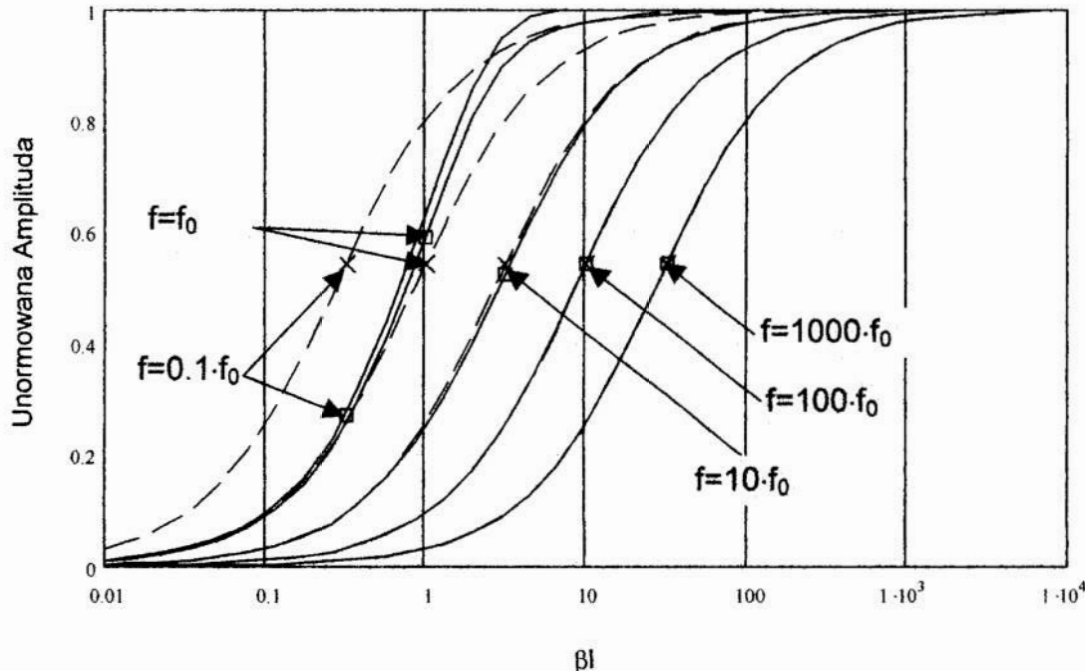
μ - długość drogi dyfuzji cieplnej $\mu = \sqrt{\frac{\alpha}{\pi \cdot f}} = l \cdot \sqrt{\frac{2f_0}{f}}$

f - częstotliwość modulacji światła

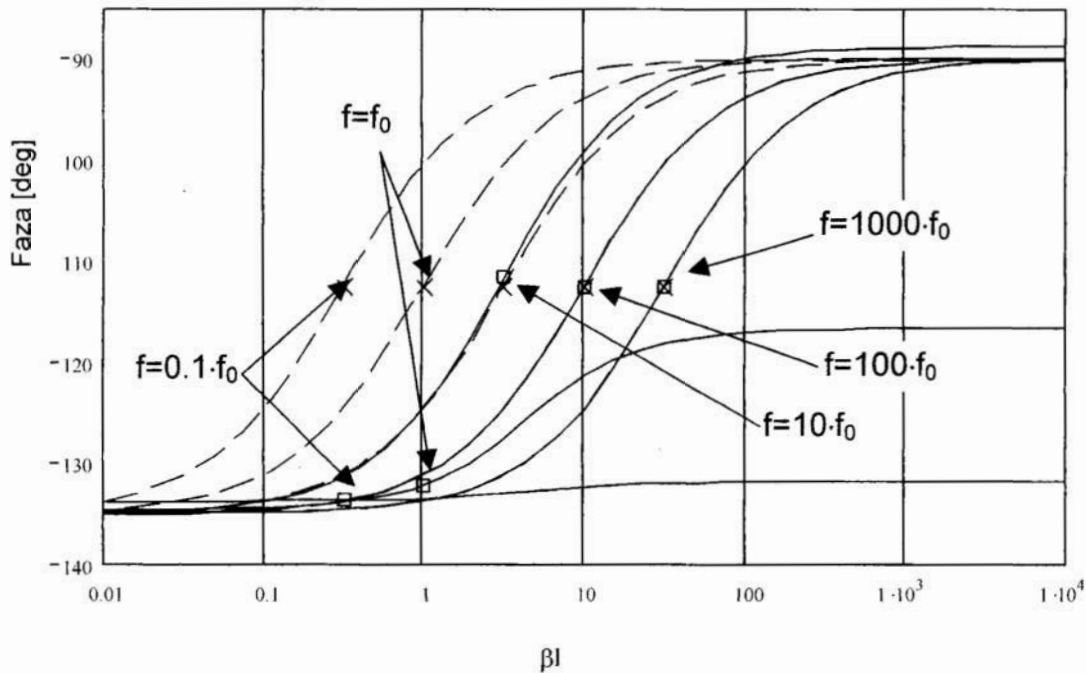
f_0 - częstotliwość charakterystyczna

α - dyfuzyjność cieplna

Na wykresach poniżej porównano zależność amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego dla modelu R-G i zależności podanej przez Ouzafe. Wynika z nich że podane zależności są zgodne z modelem R-G przy założeniu termicznej grubości próbki tzn. przy pobudzaniu próbki światłem o częstotliwości modulacji dużo większej od częstotliwości charakterystycznej f_0 .



Rys. 3-5 Porównanie amplitud sygnału fotoakustycznego w modelu R-G i Ouzafe. Amplituda jest unormowana w punkcie odpowiadającym dużej absorpcji β i wykreślona w funkcji iloczynu współczynnika absorpcji optycznej β i grubości l dla kilku częstotliwości pobudzenia f . „□” i „X” przedstawiają punkt w którym βl równe jest l_0 . Linie ciągłe – model R-G, przerywane model Ouzafe.



Rys. 3-6 Porównanie faz sygnału fotoakustycznego w modelu R-G i Ouzafe. Faza wykreślona w funkcji iloczynu współczynnika absorpcji optycznej β i grubości l dla kilku częstotliwości pobudzenia f . „□” i „X” przedstawiają punkt w którym βl równe jest λ_s . Linie ciągłe – model R-G, przerywane model Ouzafe.

Z zależności (3-3) i (3-4) wyznaczono zależności na współczynnik absorpcji optycznej β :

$$\beta = \frac{1}{\mu} \cdot \frac{q^2 + q \cdot \sqrt{2 - q^2}}{(1 - q^2)} \quad (3-5)$$

$$\beta = \frac{1}{\mu} \cdot \left(\tan \left(\frac{\pi}{180} \cdot (\varphi + 180^\circ) \right) - 1 \right) \quad (3-6)$$

gdzie:

q – amplituda unormowana względem amplitudy nasycenia;

φ – faza sygnału fotoakustycznego

$$\mu - \text{długość drogi dyfuzji } \mu = \sqrt{\frac{\alpha}{\pi \cdot f}} = l \cdot \sqrt{\frac{2f_0}{f}}$$

Zależności (3-5) i (3-6) zostały wykorzystane w pracy do wyznaczania widm współczynnika absorpcji w funkcji długości fali światła wzbudzającego λ poprzez pomiar $q(\lambda, f)$ oraz $\varphi(\lambda, f)$.

4. Stanowisko pomiarowe

W celu przeprowadzenia badań eksperymentalnych zbudowano specjalne stanowisko pomiarowe. Umożliwia ono zarówno pomiary częstotliwościowe jak i spektroskopowe w automatycznym trybie rejestracji. Opracowano oprogramowanie pozwalające na sterowanie poszczególnymi elementami stanowiska oraz pomiar sygnału fotoakustycznego.

Metodykę wyznaczania parametrów podzielono na dwa etapy: pomiar badanego obiektu na stanowisku pomiarowym i analizę uzyskanych danych. Procedury analityczne zaprojektowano w środowisku pakietu matematycznego MathCad.

4.1. Opis stanowiska

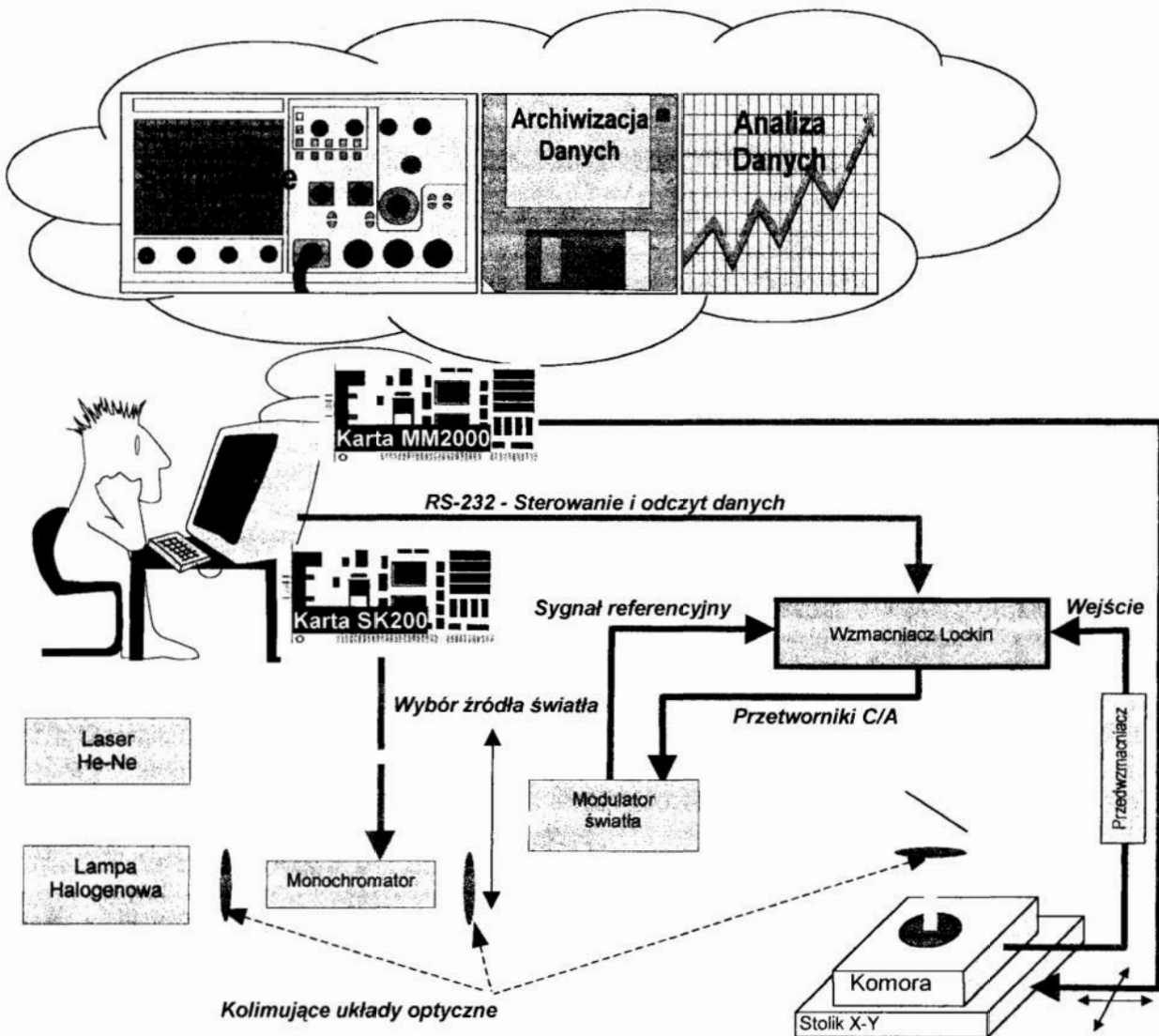
W skład zaprojektowanego i wykonanego stanowiska wchodzi następujące podstawowe urządzenia:

- Dwa rodzaje *źródeł światła* (stosowane w zależności od rodzaju badań):
 - wysokostabilny laser He-Ne (633[nm] i moc 20[mW])
 - lampa halogenowa OPTEL o mocy 240[W]
- *monochromator siatkowy* „OPTEL M250” wraz z kartą sterowania silnikiem krokowym „SK200”, pozwalający ustawiać długość fali z dokładnością 0.1[nm] w zakresie od 300[nm] do 1200[nm].
- *mechaniczny modulator światła* „Scitec Instruments 300C” z zestawem precyzyjnych tarcz umożliwiających ręczną lub za pomocą zewnętrznego napięcia precyzyjną regulację częstotliwość modułacji światła w zakresie 5[Hz] do 3[kHz].
- Jednofazowy, analogowy, sterowany komputerowo *wzmacniacz* „lock-in” „Scitec Instruments MC500” o czułości od 100[nV] do 1[V] w zakresie

częstotliwości 10[Hz] do 100[kHz], umożliwiającą odczyt amplitudy, fazy i częstotliwości sygnału z wyświetlaczy LCD lub za pomocą komputera podłączonego do interfejsu szeregowego RS232.

- komputer PC,
- komora fotoakustyczna ze zbiornikiem na ciecż- konstrukcja własna.

Schemat blokowy stanowiska [35] przedstawiony został poniżej.

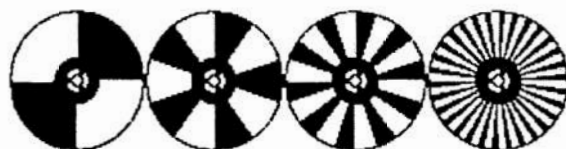


Rys. 4-1 Schemat stanowiska pomiarowego

W zależności od wykonywanych badań wykorzystywane jest jedno ze źródeł światła. Do pomiarów parametrów cieplnych stosowany jest laser

natomiast w pomiarach spektroskopowych lampa halogenowa i monochromator.

Długość fali światła na wyjściu monochromatora może być ustawiana ręcznie lub za pomocą komputera. Odczyt nastawionej długości odbywa się za pomocą licznika umieszczonego w obudowie monochromatora lub za pomocą programu sterującego. Do modulacji jasności strumienia światła wykorzystano czoper mechaniczny. Zakres pracy modulatora zmieniany jest za pomocą tarcz o różnej ilości okien (Rys. 4-2)



Rys. 4-2 Fotografia przedstawiająca tarcze modulatora z 2, 5, 10 i 30 okienkami.

Częstotliwość modulacji ustawiana jest ręcznie lub zewnętrznym napięciem sterującym. Modulator jest także wyposażony w wyjście sygnału referencyjnego. Wyjście to podawane jest do wejścia sygnału referencyjnego wzmacniacza „lock-in”. Wykorzystując możliwość programowego odczytu częstotliwości sygnału referencyjnego za pomocą wzmacniacza „lock-in” oraz sterowania tą częstotliwością zewnętrznym sygnałem napięciowym podawanym z przetwornika C/A wbudowanym do wzmacniacza „lock-in” wykonano programową procedurę ustawiania częstotliwości modulacji. Zmodulowany strumień światła pobudza obiekt umieszczony w komórce fotoakustycznej. Sygnał fotoakustyczny doprowadzany jest do wejścia wzmacniacza „lock-in” w którym następuje pomiar amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego. Mierzone dane są rejestrowane przez program sterujący.

4.2. Program sterująco-pomiarowy.

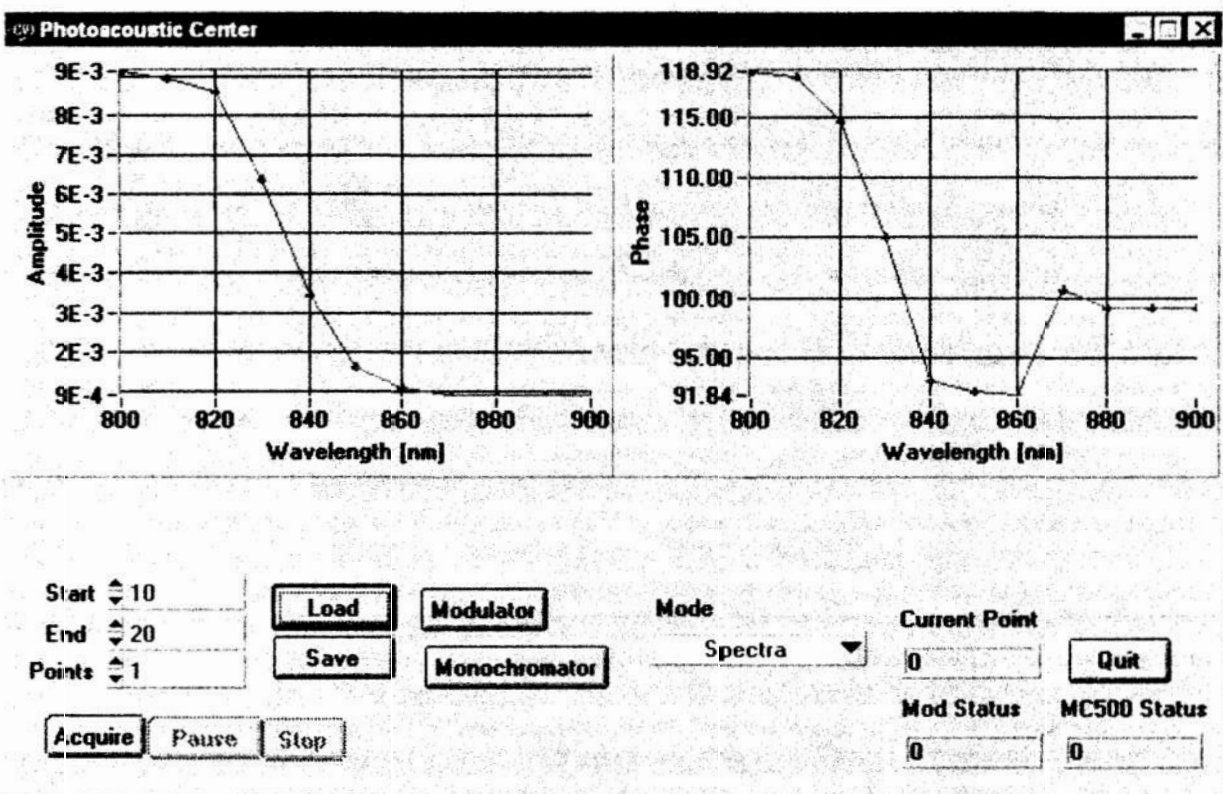
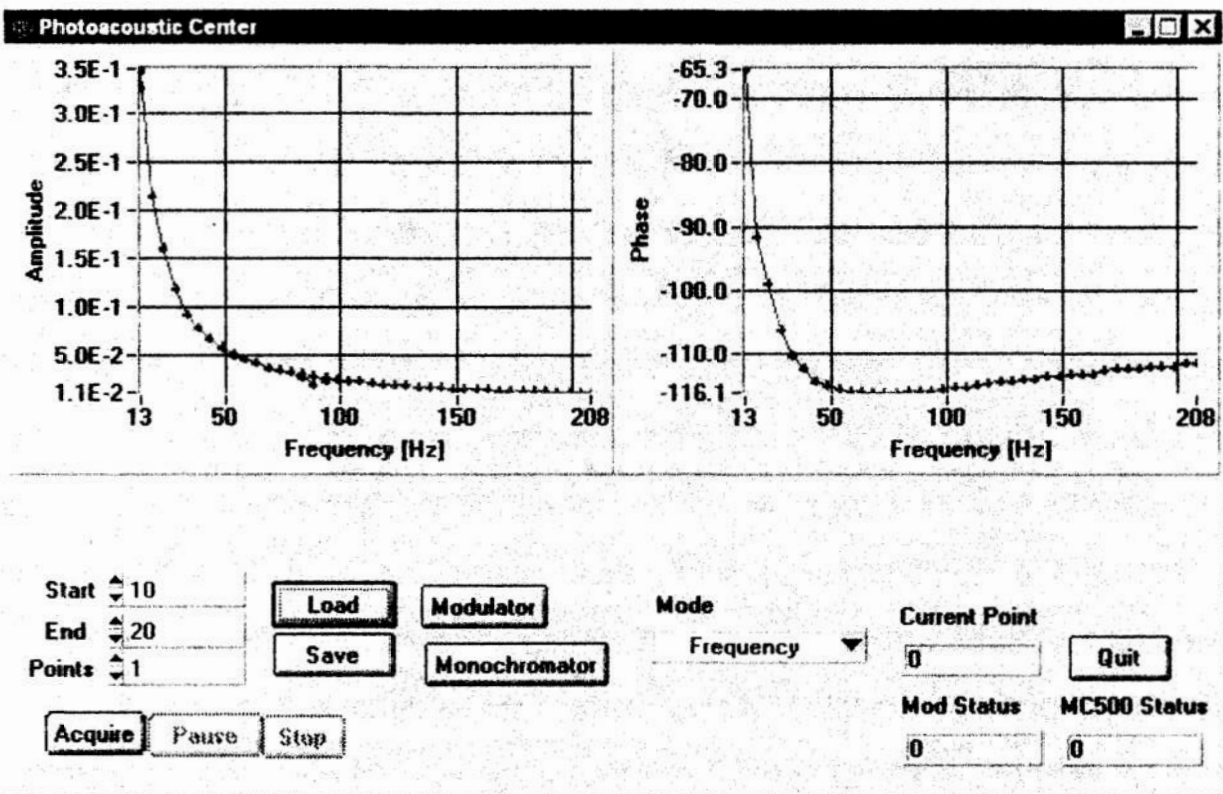
Program sterująco-pomiarowy napisany za pomocą pakietu Lab-Windows CVI. Środowisko to doskonale nadaje się do tworzenia aplikacji kontrolno-

miarowych. Biblioteki standardowych funkcji umożliwiają szybką i prostą konstrukcję procedur obsługi interfejsów komputerowych (RS232, IEEE488-GPIB, VXI itp.). Zestawy funkcji obsługujących konkretne urządzenia są grupowane w modułach programowych zwanych panelami funkcyjnymi. Tak utworzone panele funkcyjne mogą być dołączane do aplikacji wymagających obsługi tych urządzeń. Graficzny interfejs użytkownika jest także wyglądem nastawiony na budowę programów kontrolno-pomiarowych. Prócz typowych kontrolek takich jak 'pole edycyjne' czy 'lista wyboru' biblioteka pakietu Lab-Windows CVI zawiera całą gamę kontrolek przypominających wyglądem rzeczywiste elementy umieszczane na panelach urządzeń elektronicznych tj. przyciski, wyłączniki, mierniki wychyłowe czy wyświetlacze LCD. Wszystkie elementy interfejsu użytkownika umieszczane są w oknach zwanych panelami.

Program sterowania stanowiskiem został zaprojektowany w sposób modułowy. Trzy panele wykorzystane w tym programie realizują funkcje: obsługi procesu pomiarowego, sterowania monochromatorem i modulatorem światła.

Panel główny

Główny panel stanowi moduł zawierający funkcje związane z wyborem trybu pomiarowego, ustawianiem parametrów pomiaru, wyświetlaniem wyników na wykresach oraz obsługą zbiorów z danymi. Wygląd panelu głównego przedstawiony jest na rysunku poniżej.



Rys. 4-3 Wygląd panelu pomiarowego w trybie- a) tryb „Frequency” b) tryb „Spectra”.

Panel główny umożliwia kontrolę wszystkich urządzeń wykonawczych wchodzących w skład stanowiska tj. modulatora, monochromatora oraz odczyt amplitudy i fazy mierzonej przez wzmacniacz „lock-in”.

Panel umożliwia wybór jednego z dwóch trybów pomiarowych (wybieranych w polu ‘Mode’):

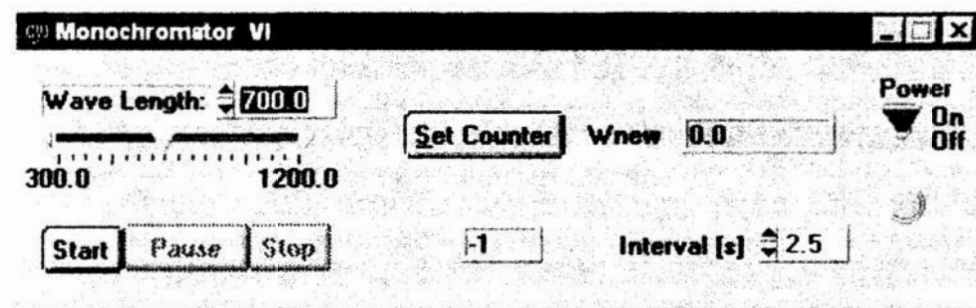
- ◆ Frequency – pomiary amplitudy i fazy w funkcji częstotliwości
- ◆ Spectra – pomiar amplitudy i fazy w funkcji długości fali

Okienka „Start”, „End”, „Points” służą do ustawienia odpowiednio wartości początkowej, końcowej oraz ilości mierzonych punktów, natomiast przyciski „Acquire”, „Pause” i „Stop” do sterowania procesem pomiarowym (uruchomienie, wstrzymanie i przerwanie). Wyniki pomiaru amplitudy i fazy sygnału są na bieżąco kreślone na wykresach. Pole „Current point” podaje numer aktualnie mierzonego punktu a pola „Mod Status” i „MC500” określają aktualny stan modulatora i wzmacniacza lock-in. Przyciski „Save” i „Load” pozwalają na zapis i odczyt danych do i z pliku. Przyciski „Monochromator” i „Modulator” uruchamiają panele sterujące, odpowiednio monochromatora i modulatora. Panele te pozwalają na ręczną obsługę tych urządzeń.

Panel monochromatora

Monochromator sterowany jest za pomocą silnika krokowego. Przekładnia jest równa 200[kroków/1nm]. Program oblicza różnicę między aktualną pozycją a zadaną i po przeliczeniu na kroki generuje odpowiednią ich ilość do silnika. Po uruchomieniu programu należy ustawić licznik pozycji monochromatora (‘Wavelength’) na wartość odczytaną z licznika mechanicznego umieszczonego w monochromatorze i zatwierdzić przyciskiem ‘Set Counter’. Program umożliwia sterowanie monochromatora w zakresie 300[nm]-1200[nm] z

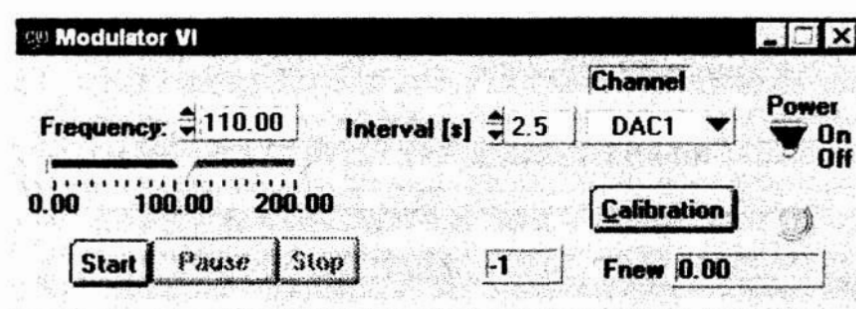
krokiem 0.1[nm]. Rysunek poniżej przedstawia wygląd panelu monochromatora.



Rys. 4-4 Panel sterowania monochromatorem.

Panel modulatora

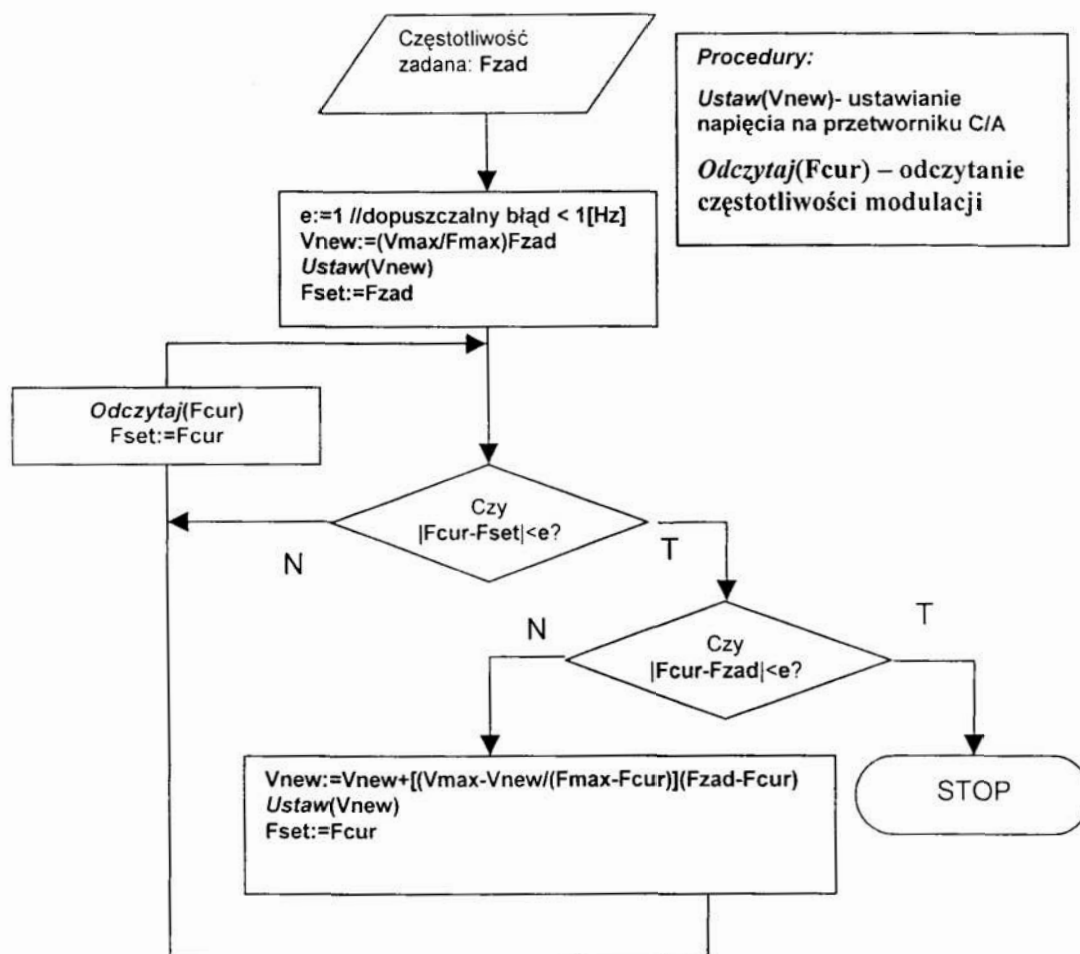
Do sterowania modulatora światła służy jeden z 4 przetworników C/A umieszczonych we wzmacniaczu „lock-in”. Do wejścia sterującego można podawać napięcia w zakresie od 0÷10[V] dlatego wykorzystano tylko połowę zakresu pracy przetworników C/A (od 0[V] do 10.24[V]). Rozdzielczość 5[mV] jest wystarczająca by uzyskać regulację z dokładnością 1[Hz], a taka jest dokładność odczytu miernika częstotliwości we wzmacniaczu „lock-in”. Sygnał referencyjny o częstotliwości modulacji jest doprowadzany do wejścia referencyjnego wzmacniacza „lock-in”. Wygląd panelu modulatora przedstawiony jest na rysunku poniżej.



Rys. 4-5 Panel sterowania modulatorem.

Po uruchomieniu programu włączana jest procedura kalibracji tzn. przy napięciu $V_{max}=10V$ mierzona jest maksymalna częstotliwość F_{max} . Proces ten można powtórzyć w każdej chwili przyciskiem „Calibration”.

Po wprowadzeniu żądanej częstotliwości (pole „Frequency”) uruchamiamy przyciskiem „Start” procedurę jej ustawiania (Rys. 4-5). Algorytm działania procedury dostrajania częstotliwości modulacji przedstawiony jest poniżej.



Rys. 4-6 Algorytm działania procedury dostrajania częstotliwości modulatora.

W pierwszym przybliżeniu wartość początkowa napięcia obliczana jest z zależności liniowej: $V_{new} = \frac{V_{max}}{F_{max}} \cdot F_{zad}$. Po czasie dt zadany przez użytkownika (pole „Inteval”) procedura sprawdza czy obroty modulatora są już ustabilizowane ($|F_{cur}(t+dt)-F_{cur}(t)|<e$; e oznacza dopuszczalny uchyb częstotliwości). Jeżeli warunek jest spełniony to sprawdzane jest czy aktualna

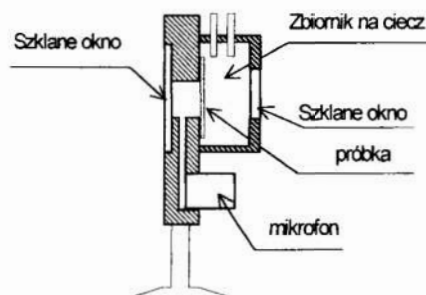
częstotliwość jest równa częstotliwości zadanej. Jeżeli tak to procedura się kończy jeżeli nie to ustawiana jest nowa wartość napięcia obliczana z

$$\text{zależności: } V_{new} = V_{new} + \frac{V_{max} - V_{new}}{F_{max} - F_{cur}} \cdot (F_{zad} - F_{cur}) .$$

4.3. Komórki fotoakustyczne.

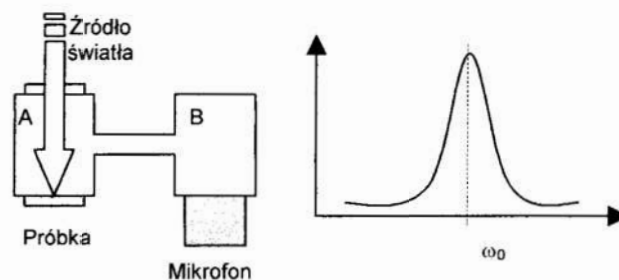
Najważniejszym urządzeniem stanowiska fotoakustycznego jest komórka fotoakustyczna. Średnica otworu komory wynosi 10[mm] a grubość 3[mm]. Jedna strona jest zamknięta szybką szklaną natomiast druga jest zamykana próbką. Dodatkowo istnieje możliwość zamocowania, z tyłu komory, zbiornika na ciecz. Mikrofon pojemnościowy umieszczony jest poniżej otworu komory.

Mikrofon i komora połączone są kanałem o średnicy 1[mm]. Ten typ komórki fotoakustycznej należy do tzw. szerokopasmowych.



Rys. 4-7 Komórka fotoakustyczna.

W pomiarach fotoakustycznych a szczególnie spektroskopowych wykorzystuje się również komórki fotoakustyczne rezonansowe. Budowa takiej komórki przedstawiona jest na rysunku poniżej.

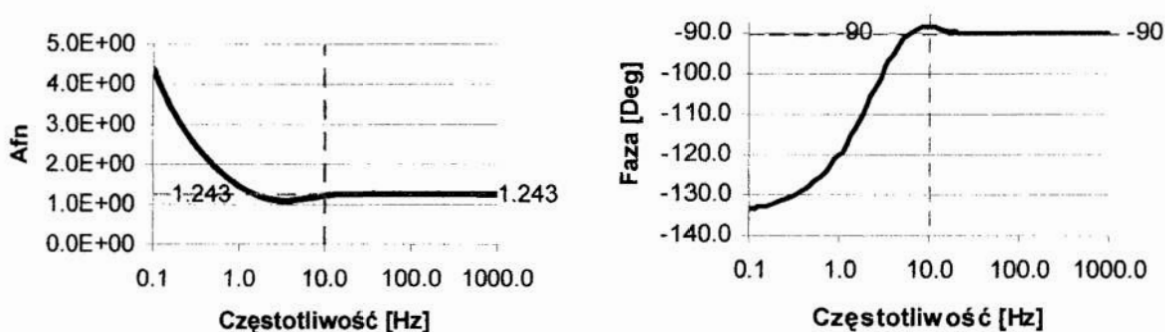


Rys. 4-8 Budowa komórki fotoakustycznej o wyraźnej charakterystyce rezonansowej.

4.4. Kalibracja toru pomiarowego.

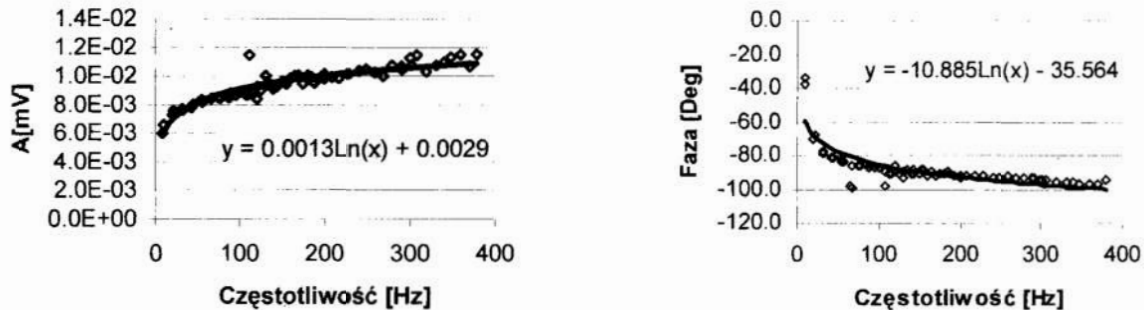
Każdy element toru pomiarowego posiada swoją charakterystykę amplitudową i fazową którą trzeba uwzględnić przy analizie danych pomiarowych. W tym celu należy wykalibrować cały tor pomiarowy. Jeden ze sposobów polega na pomiarze charakterystyk amplitudowych i fazowych obiektu o znanych parametrach cieplnych. Porównanie tych wyników z charakterystykami teoretycznymi daje poprawkę którą uwzględnia się w pomiarach innych obiektów. Jeżeli założymy że obiekt jest termicznie gruby oraz optycznie nieprzezroczysty w zakresie interesujących nas częstotliwości to wyznaczanie krzywej kalibracyjnej znacznie się uprości ponieważ iloczyn amplitudy i częstotliwości sygnału fotoakustycznego oraz faza osiągają stały poziom w trybie pobudzania próbki od przodu.

Jako obiekt „termicznie gruby” wykorzystano płytki aluminiowe o grubości 3mm. Charakterystyki (Rys. 4-9) pokazują amplitudę i fazę modelowego sygnału fotoakustycznego. Parametry aluminium przyjęte do obliczeń były następujące: $\rho=2800[\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}]$; $c=913[\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}]$; $\kappa=180[\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}]$ Dla tych parametrów dyfuzyjność cieplna wynosi: $\alpha=7.04\cdot 10^{-5}[\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}]$ a częstotliwość charakterystyczna $f_0=1.2[\text{Hz}]$. Powyżej częstotliwości 10[Hz] iloczyn $A\cdot f$ oraz faza są stałe.



Rys. 4-9 Unormowana charakterystyka iloczynu amplitudy i częstotliwości oraz faza sygnału fotoakustycznego dla obiektu kalibracyjnego o parametrach podanych powyżej.

Charakterystyki poniżej przedstawiają amplitudę i fazę sygnału fotoakustycznego zmierzonego dla płytek aluminiowych o grubości 3mm.



Rys. 4-10 Sygnał fotoakustyczny obiektu kalibracyjnego zmierzony na stanowisku pomiarowym.

Punkty doświadczalne sygnału amplitudowego zostały interpolowane równaniem:

$$S_{ac}(f) \cdot f = 0.0013 \cdot \ln(f) + 0.0029$$

a sygnału fazowego:

$$S_{pc}(f) = -10.885 \cdot \ln(f) - 35.564$$

Poprawkę dla amplitudy wyznaczamy w następujący sposób:

$$s_{ac}(f) = \frac{A(f_g) \cdot f_g}{S_{ac}(f) \cdot f} = \frac{1.243}{0.0013 \cdot \ln(f) + 0.0029} \cdot k$$

a dla fazy:

$$s_{pc}(f) = \Phi(f_g) - S_{pc}(f) = -90 - S_{pc}(f) + \varphi_0 = 10.885 \cdot \ln(f) - 54.436$$

gdzie:

$A(f_g)$, $\Phi(f_g)$ – teoretyczna amplituda i faza sygnału dla częstotliwości dla której obiekt jest już termicznie gruby (f_g)

k - stały współczynnik (w tym przypadku równy 1), pojawiający się np. przy zmianie natężenia źródła światła lub materiału użytego jako ciało „termicznie grube”. Współczynnik ten pojawi się również przy uwzględnieniu poprawki dla mierzonego obiektu. (Iloczyn $A(f)f$ po uwzględnieniu poprawki, w obszarze termicznie grubym nie da stałej wartości 1.243).

φ_0 – stałe przesunięcie fazy sygnału (w tym przypadku równe 0). Może pojawić się w momencie zmiany warunków pomiaru (poprawka mierzona przy jednym ustawieniu modulatora mechanicznego a próbka przy innym).

Poprawkę amplitudową przemnażamy przez amplitudę sygnału fotoakustycznego natomiast poprawkę fazową dodajemy do fazy sygnału fotoakustycznego.

$$s_{af}(f) = S_{af}(f) \cdot s_{ac}(f) \cdot k$$

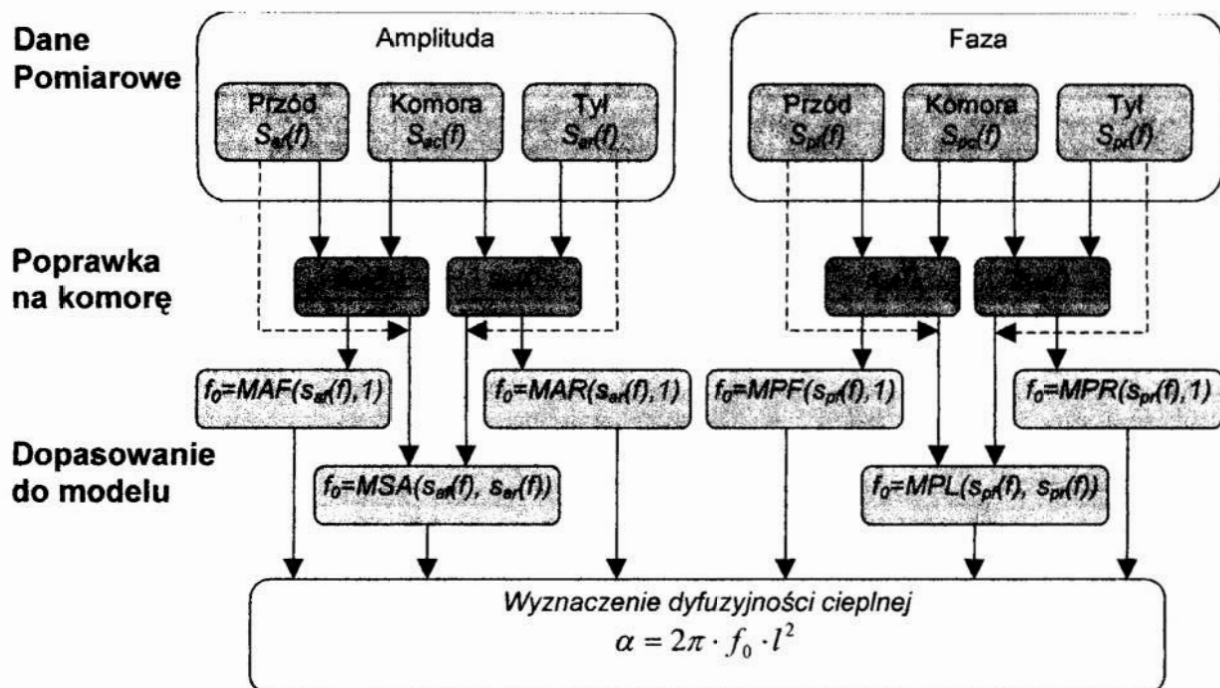
$$s_{pf}(f) = S_{pf}(f) + s_{pc}(f) + \varphi_0$$

5. Procedury analityczne.

Zmierzone dane poddawane są analizie matematycznej w celu uzyskania interesującego nas parametru. W tym celu opracowano procedury analityczne i programowe do wyznaczania parametrów cieplnych próbki oraz współczynnika absorpcji optycznej próbki. Podejście matematyczne zostało przedstawione w rozdziale 2. Arkusze kalkulacyjne przygotowano za pomocą pakietu MathCad firmy MathSoft, zawierającego szereg funkcji matematycznych niezbędnych w analizie.

5.1. Wyznaczanie dyfuzyjności cieplnej

W celu wyznaczenia dyfuzyjności cieplnej badanego materiału poddawane są analizie dane uzyskane w trakcie pomiarów sygnału fotoakustycznego w trybach rejestracji „Front” i „Rear”. Przebieg procesu analizy został schematycznie przedstawiony na rysunku poniżej.



Rys. 5-1 Schemat działania programu analitycznego-wyznaczanie dyfuzyjności cieplnej.

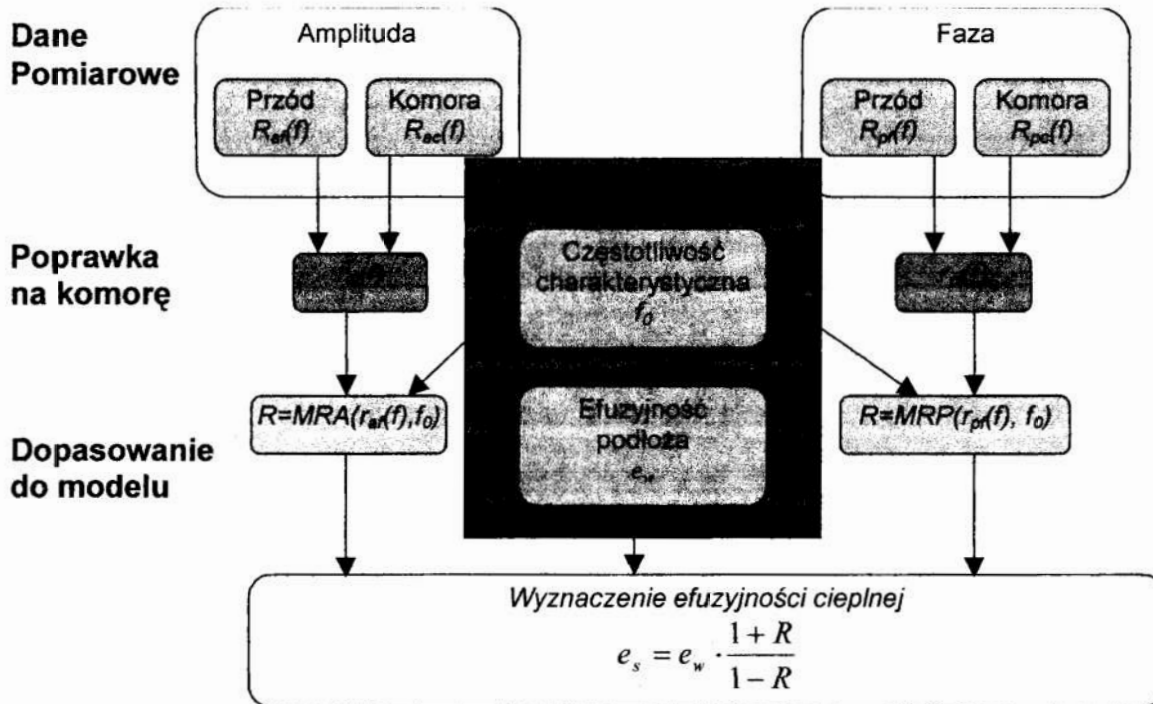
Procedurę wyznaczenia dyfuzyjności cieplnej można podzielić na cztery etapy:

- a) Wczytanie danych z pomiarów w trybach rejestracji „Front” i „Rear”. Pliki zawierające amplitudę i fazę sygnału w funkcji częstotliwości pobudzenia są następnie rozdzielane na dane typu „Amplituda” i „Faza” (Dane: $S_{af}(f)$, $S_{ar}(f)$, $S_{pf}(f)$, $S_{pr}(f)$).
- b) Uwzględnienie krzywej kalibracyjnej toru pomiarowego- Wczytywany jest plik z danymi kalibracyjnymi. Dane są rozdzielane na zbiory typu „Amplituda” i „Faza” i dodawane do danych pomiarowych. W efekcie otrzymujemy poprawione dane: $s_{af}(f)$, $s_{ar}(f)$, $s_{pf}(f)$, $s_{pr}(f)$.
- c) Dopasowanie danych do modelu- Dane po uwzględnieniu krzywej kalibracyjnej toru pomiarowego pobierane są przez procedury realizujące dopasowanie ich do modelu matematycznego ($f_0 = \text{MAF}(s_{af}(f), 1)$, $f_0 = \text{MAR}(s_{ar}(f), 1)$, $f_0 = \text{MSA}(s_{af}(f), s_{ar}(f))$, $f_0 = \text{MPF}(s_{pf}(f), 1)$, $f_0 = \text{MPR}(s_{pr}(f), 1)$, $f_0 = \text{MPL}(s_{pf}(f), s_{pr}(f))$). Jako wynik otrzymujemy wyznaczone częstotliwości charakterystyczne f_0 .
- d) Obliczenie dyfuzyjności cieplnej. Z częstotliwości charakterystycznej f_0 jest wyznaczana dyfuzyjność termiczna materiału na podstawie zależności:
$$\alpha = 2\pi \cdot f_0 \cdot l^2$$
; f_0 -częstotliwość charakterystyczna, l -grubość próbki.

5.2. Wyznaczanie efuzyjności cieplnej.

Określenie efuzyjności cieplnej materiału odbywa się na podstawie analizy amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego w trybie rejestracji „Front” przy zmianie materiału podłoża. Poza danymi eksperymentalnymi potrzebna jest jeszcze znajomość dyfuzyjności cieplnej i grubości materiału lub jego częstotliwość charakterystyczna f_0 a także znajomość efuzyjności cieplnej użytego podłoża e_w . W pierwszej fazie działania algorytmu następuje analiza wstępna danych pomiarowych, podobnie jak to było w przypadku procedury wyznaczania dyfuzyjności cieplnej (patrz rozdział 5.1), czyli wczytanie danych

z plików, podział na dane typu „Amplituda” i „Faza” oraz uwzględnienie krzywej kalibracyjnej toru pomiarowego. Następnie procedury: $R=MRA(r_{af}(f), f_0)$ $R=MRP(r_{pf}(f), f_0)$ wyznaczają współczynnik odbicia R (Rys. 5-2).



Rys. 5-2 Schemat działania programu analitycznego-wyznaczenie efuzyjności cieplnej.

W ostatnim kroku obliczana jest wartość efuzyjności z zależności: $e_s = e_w \cdot \frac{1+R}{1-R}$.

5.3. Obliczenia pozostałych parametrów cieplnych.

Jeżeli znana jest gęstość materiału ρ_s to po wyznaczeniu dyfuzyjności cieplnej κ_s i efuzyjności cieplnej e_s obliczana jest także wartość przewodności

cieplnej: $\kappa_s = e_s \cdot \sqrt{\alpha_s}$ i ciepła właściwego $c = \frac{e_s}{\rho_s \cdot \sqrt{\alpha_s}}$.

Wszystkie wyniki badań umieszczane są w arkuszu pomiarowym którego przykład przedstawiono w tabeli 5-1.

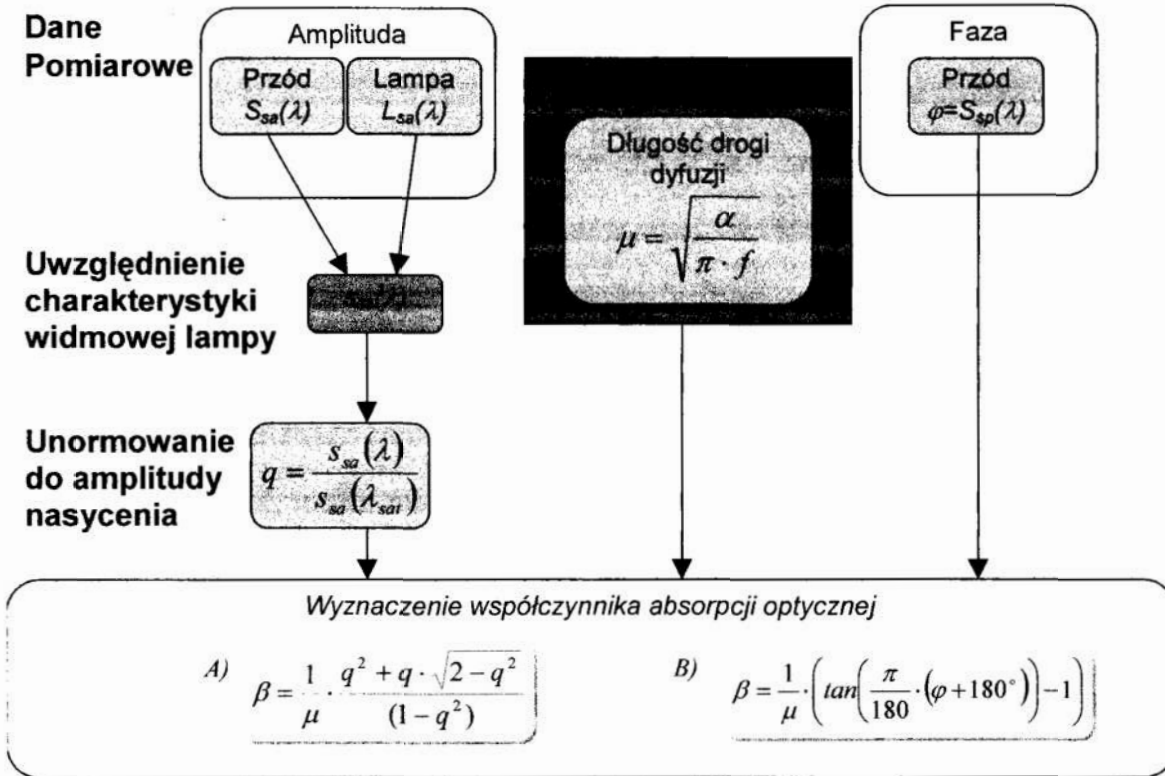
Tabela 5-1 Wyniki uzyskane w badaniach.

Parametry katalogowe i inne przyjęte do obliczeń		„Faza-Przód”	„Faza-Tył”	„Amplituda-przód”
Efuzyjność wody: $e_w \left[\frac{W \cdot \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	Gęstość: $\rho \left[\frac{kg}{m^3} \right]$	2330	2330	2330
$1.55 \cdot 10^3$	Grubość: l [m]	$240 \cdot 10^{-6}$	$240 \cdot 10^{-6}$	$240 \cdot 10^{-6}$
Parametry określone z pomiarów fotoakustycznych				
Parametr f_0 [Hz]		139	139	247
Współczynnik R [1/1]		0.76	0.76	0.8
Parametry policzone				
Dyfuzyjność cieplna: $\alpha_s = \left[\frac{m^2}{s} \right]$	$\alpha_s = 2\pi f_0 l^2$	0.5	0.5	0.89
Efuzyjność cieplna: $e_s \left[\frac{W \cdot \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	$e_s = e_w \cdot \frac{1+R}{1-R}$	11400	11400	13940
Przewodność cieplna: $\kappa \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$	$\kappa_s = e_s \cdot \sqrt{\alpha_s}$	80	80	132
Ciepło właściwe: $c \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right]$	$c = \frac{e_s}{\rho_s \cdot \sqrt{\alpha_s}}$	687	687	633

5.4. Wyznaczanie współczynnika absorpcji optycznej.

Zależności matematyczne służące wyznaczaniu absorpcji optycznej metodami fotoakustycznymi zostały opisane w rozdziale 4.

Współczynnik absorpcji optycznej wyznaczamy zarówno z pomiarów amplitudowych jak i fazowych. Widmo amplitudowe sygnału po uwzględnieniu charakterystyki widmowej lampy jest normowane do amplitudy nasycenia. Następnie korzystając ze wzorów A) i B) (Rys. 5-3) wyznaczamy widmo współczynnika absorpcji.



Rys. 5-3 Algorytm działania procedur służących do wyznaczenia współczynnika absorpcji optycznej z pomiarów widmowych amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego.

6. Zestawienie uzyskanych wyników pomiarów właściwości cieplnych i optycznych materiałów stosowanych w elektronice.

Aby zrealizować cel pracy wykonano szereg symulacji teoretycznych i badań eksperymentalnych na szerokiej gamie materiałów stosowanych w elektronice. Wyniki badań opublikowano w materiałach konferencyjnych i czasopismach polskich i zagranicznych. Wykonane badania można podzielić na grupę pomiarów parametrów cieplnych (przykładowe wyniki przedstawiono w rozdziale 6.1) oraz na grupę pomiarów spektroskopowych (przykładowe wyniki w rozdziale 6.2). Dla każdego rodzaju pomiarów wykonano symulacje teoretyczne i badania wstępne na materiałach o znanych parametrach cieplnych i optycznych oraz zbadano nowe rodzaje materiałów stosowanych w elektronice.

6.1. *Pomiary parametrów cieplnych.*

Pod kątem wyznaczania parametrów cieplnych przebadano wiele rodzajów materiałów począwszy od metali (aluminium, miedź, mosiądz) [21,22,27,31,36], poprzez materiały półprzewodnikowe [25,28,29,30,31,36,38,51](różne rodzaje krzemu i krysztály mieszane Si-Ge o różnej koncentracji frakcji Ge w Si-krysztály typu $Si_{1-x}Ge_x$) a skończywszy na przemysłowych klejach przewodzących [37,39]. W badaniach wykorzystano różne tryby pomiarowe (rozdział 2).

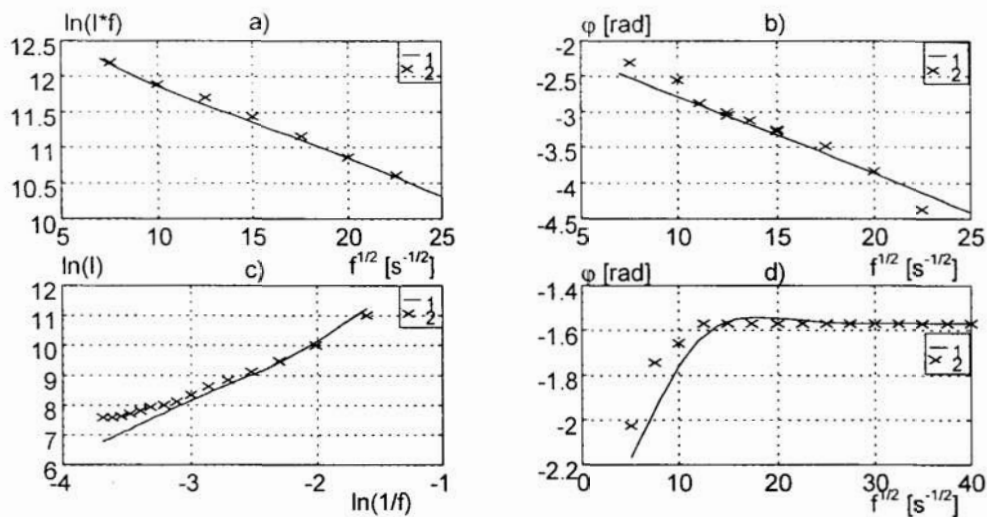
6.1.1. *Metody wyznaczania dyfuzyjności cieplnej.*

W pracach [21,27] zbadano wyznaczanie dyfuzyjności cieplnej. Procedury analityczne zweryfikowano eksperymentalnie. Jako materiał testowy użyto płytki aluminiowe o grubości 500[μ m]. Dyfuzyjność określono czterema metodami na podstawie pomiaru amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego w

trybie pobudzenia od przodu i tyłu. Dyfuzyjność cieplną oszacowano na:

$$\alpha = \frac{\pi \cdot l^2}{c^2} = 0.67 \frac{\text{cm}^2}{\text{s}}$$

Podobne wielkości dyfuzyjności cieplnej dla materiału aluminiowego spotykamy w literaturze [49]. Na wykresach poniżej znajdują się dane doświadczalne i dopasowane do nich krzywe teoretyczne.



Rys. 6-1 Charakterystyki częstotliwościowe amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego zmierzone w trybach: a) „Amplituda-Tył”, b) „Faza-Tył”, c) „Amplituda-Przód”, d) „Faza-Przód” zmierzone dla płytek Al grubości $l=500[\mu\text{m}]$.

Dyfuzyjność cieplną określono ze współczynnika kierunkowego prostych z wykresów amplitudy i fazy sygnału akustycznego w trybie pobudzenia „od tyłu”:

- Amplituda: $a = \frac{d(\ln(I_R \cdot f))}{d(\sqrt{f})} = -\frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0} = \frac{-\sqrt{\alpha}}{l\sqrt{\pi}} = \text{const.}$ (Wzór 2-61);
- Faza: $a = \frac{d(\varphi_R [\text{rad}])}{d(\sqrt{f})} = -\frac{1}{\sqrt{2} \cdot f_0} = \frac{-\sqrt{\alpha}}{l\sqrt{\pi}} = \text{const.}$ (Wzór 2-62);

Gdzie: a -współczynnik nachylenia prostej

α -dyfuzyjność cieplna

l -grubość badanego materiału

f_0 -częstotliwość charakterystyczna

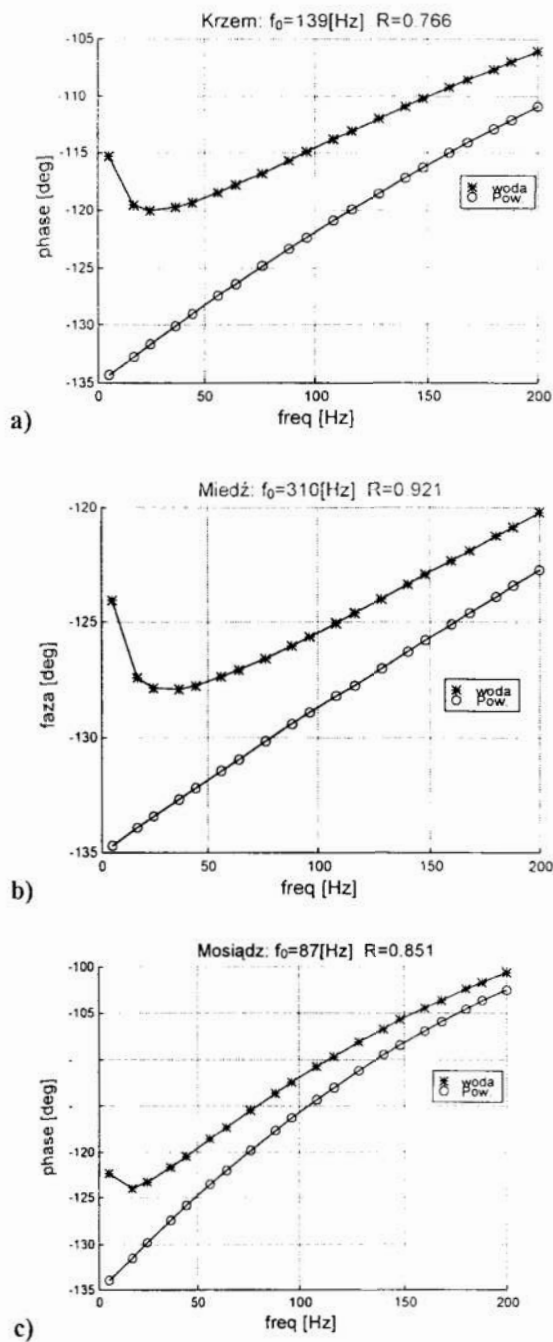
W pracach [21,27] pokazano praktyczne wykorzystanie fotoakustycznych metod wyznaczania dyfuzyjności cieplnej opisanych w rozdziałach 2.3.1 i 2.3.2

6.1.2. Modelowe badania metod fotoakustycznych

Prace [31,36] prezentują modelowe badania metod fotoakustycznych pod kątem wykorzystania ich w określaniu wszystkich parametrów cieplnych, zarówno dyfuzyjności cieplnej jak i efuzyjności cieplnej, przewodności cieplnej i ciepła właściwego. Do analizy przyjęto trzy typy materiałów: Krzem, Miedź, Mosiądz o znanych parametrach cieplnych. Na tej podstawie obliczono spodziewane wartości parametru $x = l \sqrt{\frac{\pi}{\alpha}} = \frac{1}{\sqrt{2f_0}}$ i R. Dla tych parametrów wykreślono charakterystyki częstotliwościowe i zbadano zmianę sygnału fotoakustycznego wynikającego ze zmiany podłoża z powietrznego na wodne.

Tabela 6-1 Podsumowanie wyników analizy.

Parametry katalogowe i inne przyjęte do obliczeń		Krzem	Miedź	Mosiądz
Efuzyjność wody: $e_w \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	Gęstość: $\rho \left[\frac{kg}{m^3} \right]$	2330	8900	8600
$1.55 \cdot 10^3$	Grubość: l [m]	$200 \cdot 10^{-6}$	$200 \cdot 10^{-6}$	$200 \cdot 10^{-6}$
Przewodność cieplna: $\kappa \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$		71	329	91
Ciepło właściwe: $c \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right]$		858	471	464
Dyfuzyjność cieplna: $\alpha_s = \left[\frac{m^2}{s} \right]$	$\alpha_s = \frac{\kappa}{\rho \cdot c}$	0.35	0.78	0.22
Efuzyjność cieplna: $e_s \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	$e_s = \sqrt{\kappa \cdot \rho \cdot c}$	11900	37180	19100
Parametry policzone				
Parametr f_0 [Hz]	$f_0 = \frac{\alpha}{2\pi l^2}$	139	310	87
Współczynnik R[1/1]	$R = \frac{e_s - e_w}{e_s + e_w}$	0.77	0.92	0.85

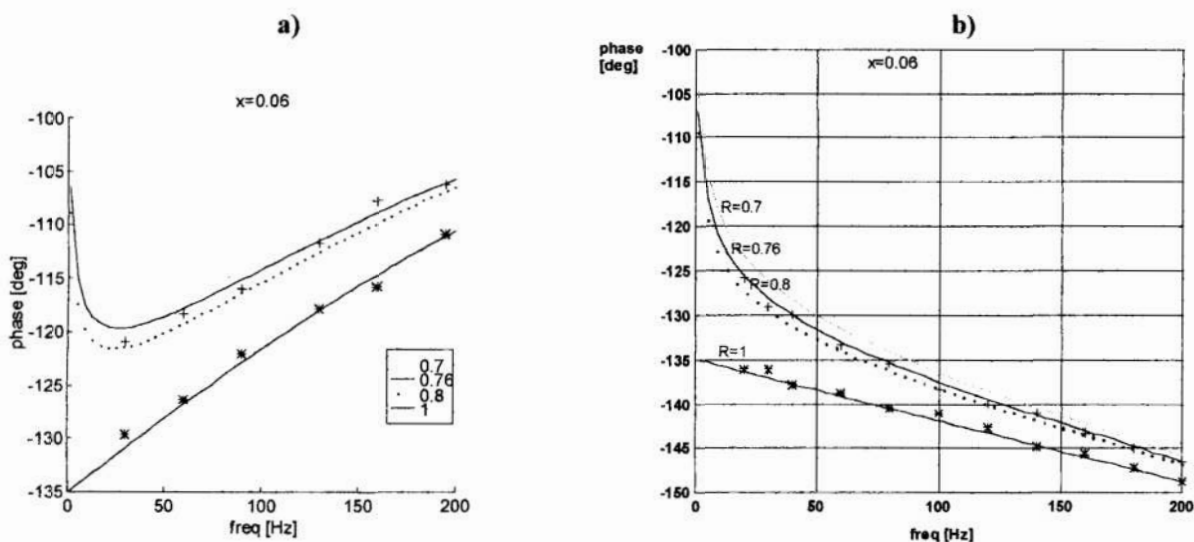


Rys. 6-2 Przykładowe charakterystyki fazy sygnału fotoakustycznego w trybie „faza-przód” dla materiałów: a) krzem, b) miedź c) mosiądz oraz przypadków gdy podłożem było powietrze i woda.

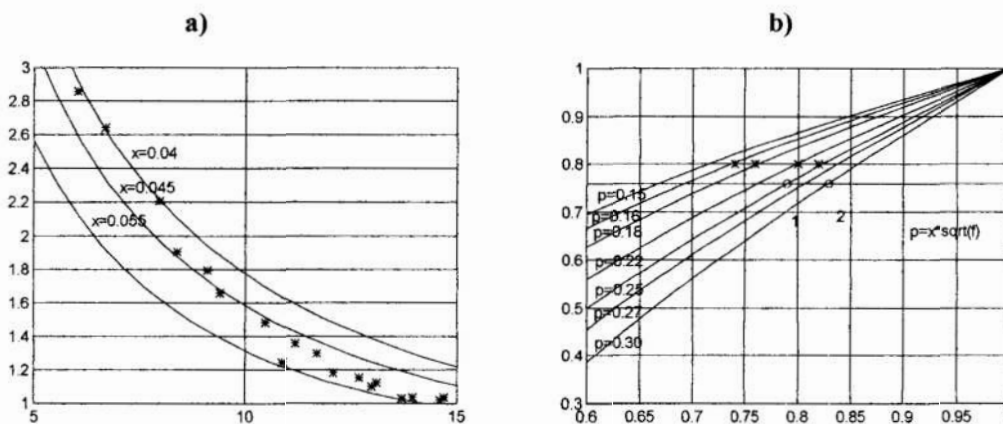
Symulacje teoretyczne pokazały, że w zakresie realnych do osiągnięcia przez aparaturę pomiarową częstotliwości charakterystyki amplitudowe i fazowe sygnału fotoakustycznego pozwolą na wyznaczenie parametrów cieplnych materiałów o podobnych właściwościach jak krzem czy miedź i mosiądz. Analiza teoretyczna została zweryfikowana eksperymentalnie w dalszych pracach.

6.1.3. Wyniki pomiarów parametrów cieplnych

W pracach [25,28,29,30] zweryfikowano opracowane algorytmy pomiarowe i analityczne pozwalające wyznaczyć dyfuzyjność cieplną, efuzyjność cieplną, przewodność cieplną i ciepło właściwe. Jako materiał badawczy wykorzystano krzem monokrystaliczny. Przykładowe dane eksperymentalne z dopasowanymi wynikami teoretycznymi przedstawiono na wykresach poniżej:



Rys. 6-3 Faza sygnału fotoakustycznego zmierzona w trybach a) „pobudzenie-przód” i b) „pobudzenie-tył” dla podłoża powietrznego ($R=1$) i wodnego ($R=0.76$). „*” i „+” przedstawiają punkty doświadczalne a linie ciągłe krzywe teoretyczne.



Rys. 6-4 Wyniki otrzymane dla płytek krzemowych: a) pomiar amplitudy, oszacowane $x=0.045$, b) oszacowanie R ze stosunku amplitud sygnału przy pomiarze z użyciem wody jako podłoża do amplitudy sygnału gdy podłożem było powietrze $S(R)/S(R=1)$

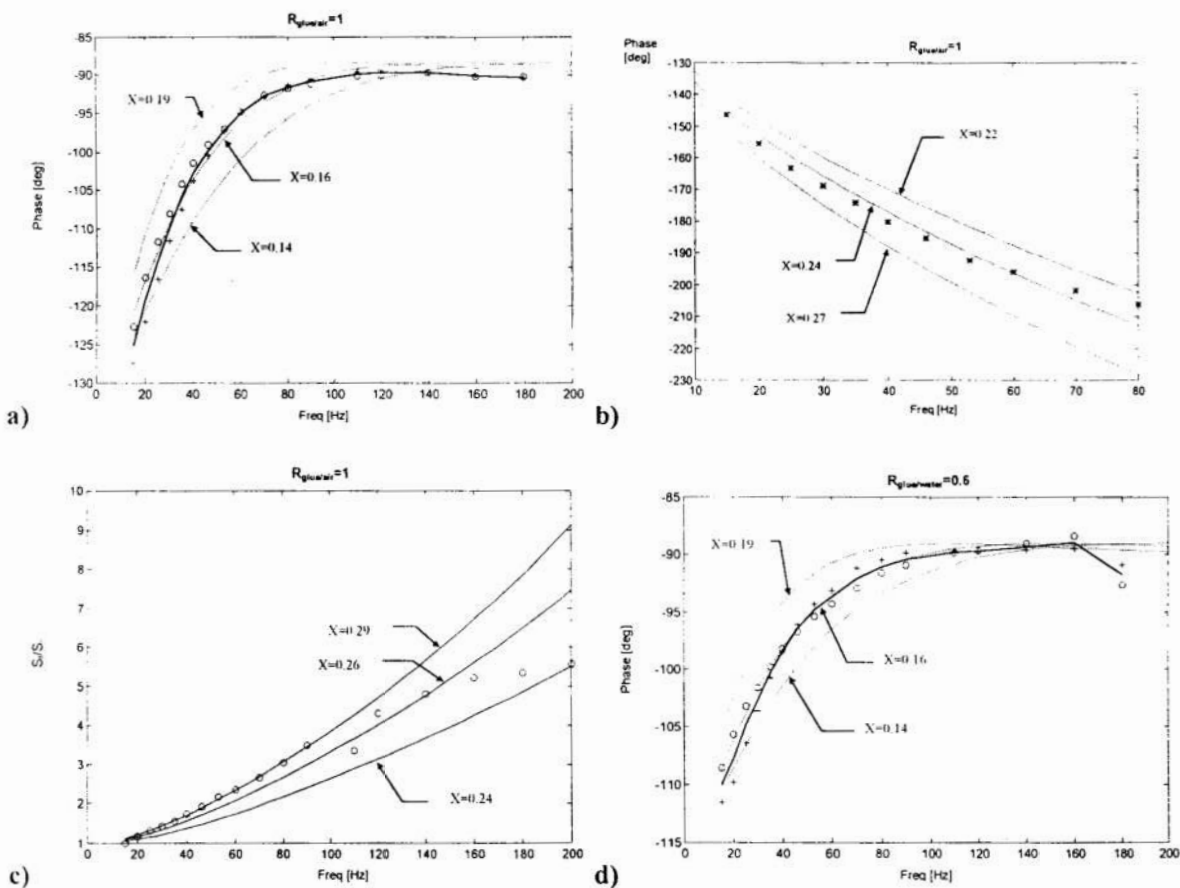
W tabeli (Tabela 6-2) przedstawiono wyniki uzyskane w eksperymencie. Wartości parametrów cieplnych uzyskanych metodami fotoakustycznymi porównywalne są z wynikami literaturowymi.

Tabela 6-2 Wyniki uzyskane w badaniach.

Parametry katalogowe i inne przyjęte do obliczeń		„Faza-Przód”	„Faza-Tył”	„Amplituda-przód”
Efuzyjność wody: $e_w \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	Gęstość: $\rho \left[\frac{kg}{m^3} \right]$	2330	2330	2330
$1.55 \cdot 10^3$	Grubość: l [m]	$240 \cdot 10^{-6}$	$240 \cdot 10^{-6}$	$240 \cdot 10^{-6}$
Parametry określone z pomiarów fotoakustycznych				
Parametr $x \left[\sqrt{s} \right]$	$x = (2 \cdot f_0)^{-\frac{1}{2}}$	0.06	0.06	0.045
Współczynnik R [1/1]		0.76	0.76	0.8
Parametry policzone				
Dyfuzyjność cieplna: $\alpha_s = \left[\frac{m^2}{s} \right]$	$\alpha_s = \pi \cdot \left(\frac{l}{x} \right)^2$	0.5	0.5	0.89
Efuzyjność cieplna: $e_s \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	$e_s = e_w \cdot \frac{1+R}{1-R}$	11400	11400	13940
Przewodność cieplna: $\kappa \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$	$\kappa_s = e_s \cdot \sqrt{\alpha_s}$	80	80	132
Ciepło właściwe: $c \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right]$	$c = \frac{e_s}{\rho_s \cdot \sqrt{\alpha_s}}$	687	687	633

6.1.4. Kleje przemysłowe EKO Solder AX201

W pracach [37] i [39] przebadano kleje przewodzące typu EKO Solder AX201 produkcji Amepox Co Ltd Łódź. Dyfuzyjność cieplną określono trzema metodami: „Faza-przód”, „Faza-tył” oraz stosunek amplitud „Sf/Sr” (Rys. 6-5a,b,c). Współczynnik R określono z pomiarów „faza-przód” przy użyciu wody jako podłoża (Rys. 6-5d).



Rys. 6-5 Pomiary kleju EKO Solder AX201 (Amepox Co Ltd Łódź) – wyznaczenie dyfuzyjności. a) metoda „faza-przód” $x=0.16[s^{1/2}]$, b) „faza-tył” $x=0.24[s^{1/2}]$, c) stosunek amplitud S_f/S_r $x=0.26[s^{1/2}]$ i współczynnika $R=0.6$ d).

W tabeli 6-3 przedstawiono uzyskane wyniki pomiarów oraz obliczeń.

Tabela 6-3 Porównanie wyników pomiaru parametrów cieplnych kleju przewodzącego EKO Solder AX201 o grubości 150 μm.

Parametry katalogowe i inne przyjęte do obliczeń		„Faza-Przód”	„Faza-Tył”	„S _f /S _r ”
Efuzyjność wody: $e_w \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	Gęstość: $\rho \left[\frac{kg}{m^3} \right]$	3600	3600	3600
$1.55 \cdot 10^3$	Grubość obiektów: l [m]	$150 \cdot 10^{-6}$	$150 \cdot 10^{-6}$	$150 \cdot 10^{-6}$
Parametry określone z pomiarów fotoakustycznych				
Parametr $x \left[\sqrt{s} \right]$	$x = (2 \cdot f_0)^{-\frac{1}{2}}$	0.16	0.24	0.26
Współczynnik R[1/1]		0.6	0.6	0.6
Parametry policzone				
Dyfuzyjność cieplna: $\alpha_s = \left[\frac{m^2}{s} \right]$	$\alpha_s = \pi \cdot \left(\frac{l}{x} \right)^2$	0.028	0.012	0.89
Efuzyjność cieplna: $e_s \left[\frac{W \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	$e_s = e_w \cdot \frac{1+R}{1-R}$	61960	61960	61960
Przewodność cieplna: $\kappa \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$	$\kappa_s = e_s \cdot \sqrt{\alpha_s}$	10.3	6.8	6.3
Ciepło właściwe: $c \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right]$	$c = \frac{e_s}{\rho_s \cdot \sqrt{\alpha_s}}$	1036	1554	1683

Poniżej przedstawiono porównanie przewodności cieplnej innych lutowi z badanym klejem EKO Solder i typową wartością przewodności cieplnej krzemu. Badania wykazały kilkukrotnie mniejszą wartość przewodności cieplnej kleju w porównaniu z innymi lutowiami.

Tabela 6-4 Przewodności cieplne różnych cyn lutowniczych, krzemu i kleju przewodzącego EKO Solder AX 201 z Ag jako wypełniaczem.

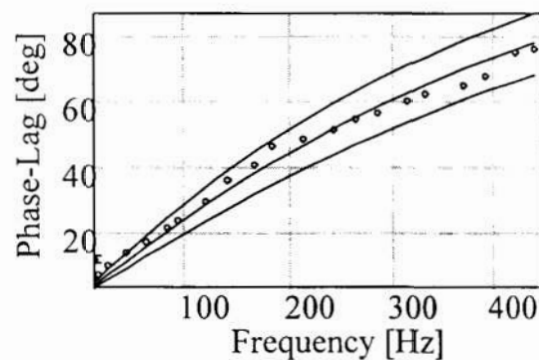
Lutowia	Przewodność cieplna [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$]
Sn63Pb37	50.9
Sn91Bi7.2Ag1.8	39.9
Sn97Ag1.8Cu0.8Sb0.4	61
Sn91Zn9	85.5
Sn91Zn8Bi1	72.7
Sn91Cu9	66.7
Sn97Cu2Bi1	74.5
Silicon	100
EKO Solder AX 201 Ag filling	7.7

6.1.5. Materiały krzemowe różnych typów.

W pracy [38] przedstawiono wyniki pomiarów parametrów cieplnych materiałów krzemowych wykonanych różnymi technologiami (monokryształy oraz polikryształy: kolumnowe i ciągnione). Dyfuzyjność cieplną określono z pomiarów metodami „Phase-Lag” (Rys. 6-6) i „Stosunek amplitud S_f/S_r ” a efuzyjność cieplną z pomiarów „Faza-Przód” (Rys. 6-7) przy wykorzystaniu wody jako podłoża.

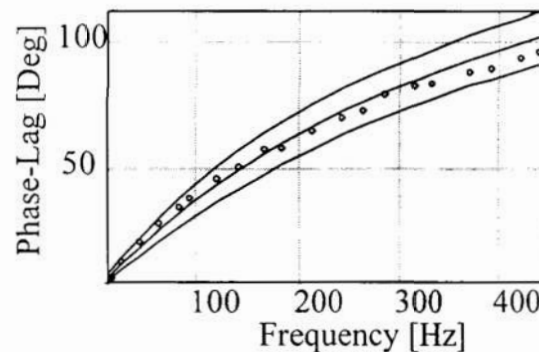
Monokryształy:

$$l=240\mu\text{m } \alpha=0.066 \text{ [s}^{1/2}\text{]};$$



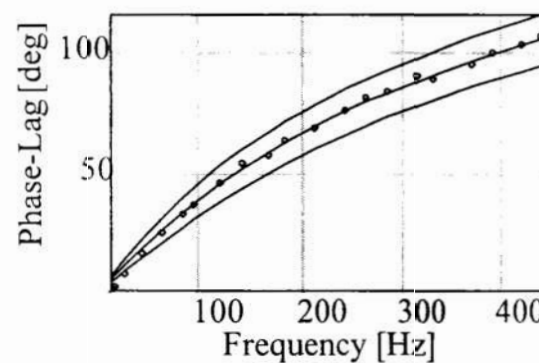
Polikryształy kolumnowe:

$$l=350\mu\text{m } \alpha=0.084 \text{ [s}^{1/2}\text{]}$$



Polikryształy ciągnione:

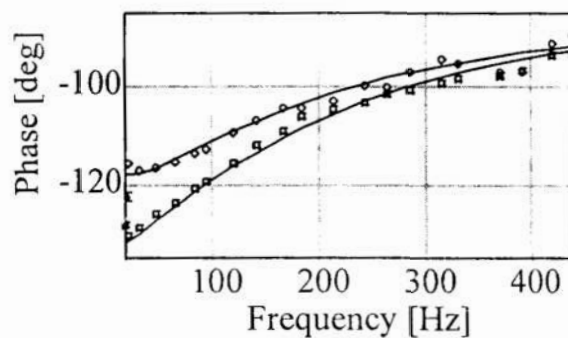
$$l=400\mu\text{m } \alpha=0.087 \text{ [s}^{1/2}\text{]}$$



Rys. 6-6 Wyniki eksperymentalne- metoda „Phase Lag”.

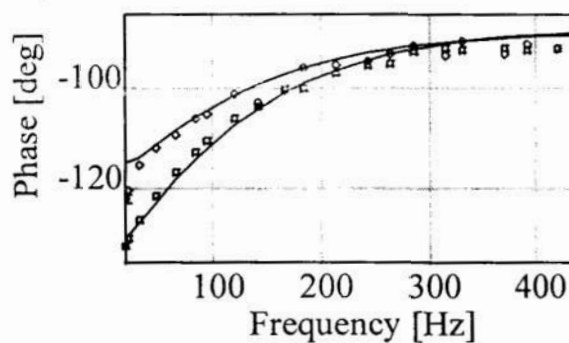
Monokryształy:

$l=240\mu\text{m}$, $R=0.72$;



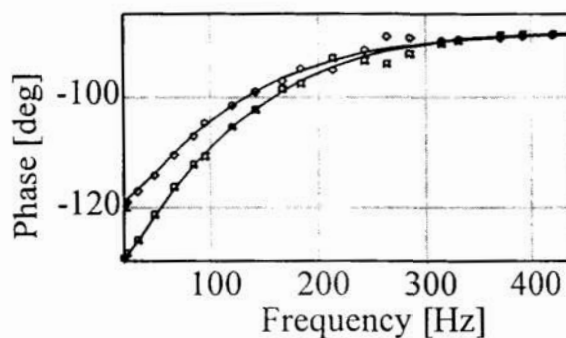
Polikryształy typu 'columnar':

$l=350\mu\text{m}$, $R=0.65$;



Polikryształy typu 'ribbon':

$l=400\mu\text{m}$, $R=0.75$;



Rys. 6-7 Wyniki eksperymentalne-metoda „Faza-front”, wyznaczenie współczynnika R.

Podsumowanie uzyskanych wyników przedstawiono w tabeli (Tabela 6-5).

Tabela 6-5 Podsumowanie uzyskanych wyników pomiarowych.

Parametry katalogowe i inne przyjęte do obliczeń		Monokryształy	Polikryształy typu 'columnar'	Polikryształy typu 'ribbon'
Efuzyjność wody: $e_w \left[\frac{W \cdot \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	Gęstość: $\rho \left[\frac{kg}{m^3} \right]$	2330	2330	2300
$1.55 \cdot 10^3$	Grubość: l [m]	$240 \cdot 10^{-6}$	$350 \cdot 10^{-6}$	$400 \cdot 10^{-6}$
Parametry określone z pomiarów fotoakustycznych				
Parametr $x \left[\sqrt{s} \right]$	$x = (2 \cdot f_0)^{-1/2}$	0.066	0.084	0.087
Współczynnik $R[1/1]$		0.72	0.65	0.75
Parametry policzone				
Dyfuzyjność cieplna: $\alpha_s = \left[\frac{m^2}{s} \right]$	$\alpha_s = \pi \cdot \left(\frac{l}{x} \right)^2$	0.41	0.54	0.66
Efuzyjność cieplna: $e_s \left[\frac{W \cdot \sqrt{s}}{m^2 \cdot K} \right]$	$e_s = e_w \cdot \frac{1+R}{1-R}$	9516	7300	1084
Przewodność cieplna: $\kappa \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$	$\kappa_s = e_s \cdot \sqrt{\alpha_s}$	61	54	88
Ciepło właściwe: $c \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right]$	$c = \frac{e_s}{\rho_s \cdot \sqrt{\alpha_s}}$	633	424	571

6.1.6. *Badanie właściwości cieplnych kryształów mieszanych Si-Ge.*

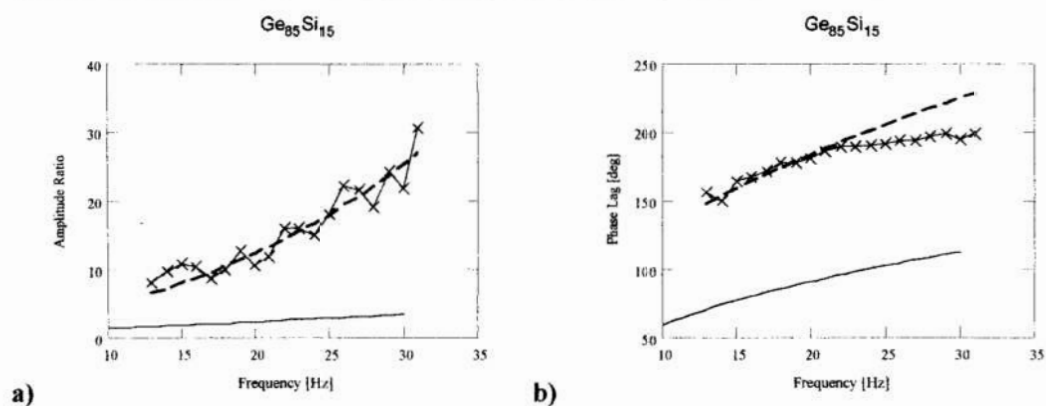
W celu określania parametrów cieplnych materiałów mieszanych typu $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ ³⁾ zastosowano metody opisane w rozdziale 2. Z tych pomiarów określono dyfuzyjność cieplną, efuzyjność cieplną oraz przewodność cieplną. Ponadto określono dyfuzyjność cieplną materiałów ze zmienną koncentracją germanu wzdłuż jednej z osi.

Materiał: $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$:

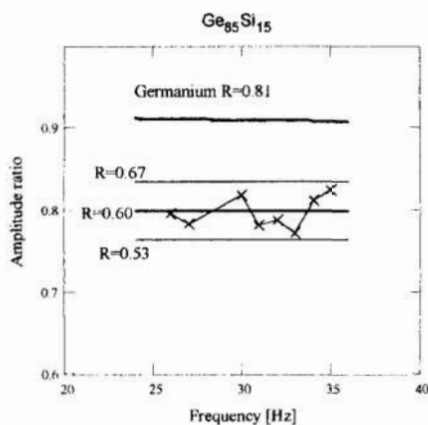
W celu wyznaczenia dyfuzyjności cieplnej materiałów zmierzono ich charakterystyki częstotliwościowe sygnału fotoakustycznego w trybie rejestracji „od przodu” i „od tyłu”. Jako przykład podano niżej wyniki badań materiałów $\text{Ge}_{85}\text{Si}_{15}$ (85% Ge oraz 15% Si) i $\text{Ge}_{97}\text{Si}_3$ (97% Ge i 3%Si). Określone dyfuzyjności cieplne wynoszą $\alpha=0.074 [\text{cm}^2\text{s}^{-1}]$ dla próbki $\text{Ge}_{85}\text{Si}_{15}$ oraz $\alpha=0.1 [\text{cm}^2\text{s}^{-1}]$ dla próbki $\text{Ge}_{97}\text{Si}_3$. Dyfuzyjność cieplną wyznaczono ze stosunku amplitud „przód-tył” oraz różnicy faz- „phase-lag”. Przykładowe charakterystyki dla $\text{Ge}_{85}\text{Si}_{15}$ przedstawiono na rysunku (Rys. 6-8). Dla porównania przedstawiono na wykresach charakterystyki teoretyczne stosunku amplitud i różnicy faz obliczone dla próbki Germanu (linie ciągłe).

Efuzyjność cieplną określono na podstawie charakterystyk częstotliwościowych stosunku amplitud sygnału fotoakustycznego mierzonych na podłożu powietrznym i wodnym. Określone współczynniki odbicia fali termicznej wynoszą $R=0.60$ dla materiałów $\text{Ge}_{85}\text{Si}_{15}$ oraz $R=0.53$ dla $\text{Ge}_{97}\text{Si}_3$. Przykładowe charakterystyki przedstawiono (Rys. 6-9). Dla porównania przedstawiono na wykresach charakterystyki stosunku amplitud i różnicy faz obliczone dla germanu.

³⁾ Kryształy wyhodowane były w Instytucie Hodowli Kryształów w w Berlinie przez Dr N.Abrasimowa.



Rys. 6-8 Charakterystyki częstotliwościowe stosunku amplitud (a) i różnicy faz (b) sygnałów fotoakustycznych w trybie rejestracji „przód” i „tył”. Linie przerywana przedstawia krzywą dopasowania do danych doświadczalnych (krzyżyki). Wyznaczona dyfuzyjność cieplna wyniosła $\alpha=0.074$ [cm^2s^{-1}]. Linia ciągła przedstawia krzywą obliczoną dla germanu o dyfuzyjności cieplnej $\alpha=0.3$ [cm^2s^{-1}].



Rys. 6-9 Charakterystyki częstotliwościowe stosunku amplitud sygnału fotoakustycznego przy zmianie podłoża z powietrza na wodę. Krzyżyki przedstawiają dane doświadczalne, linie ciągłe: przebieg sygnału w przypadku gdyby materiałem badanym był german ($R=0.81$) oraz dla wyznaczonego R równego 0.60 . Linie przerywane określają wartość minimalną i maksymalną oszacowania R ($0.53 \div 0.67$).

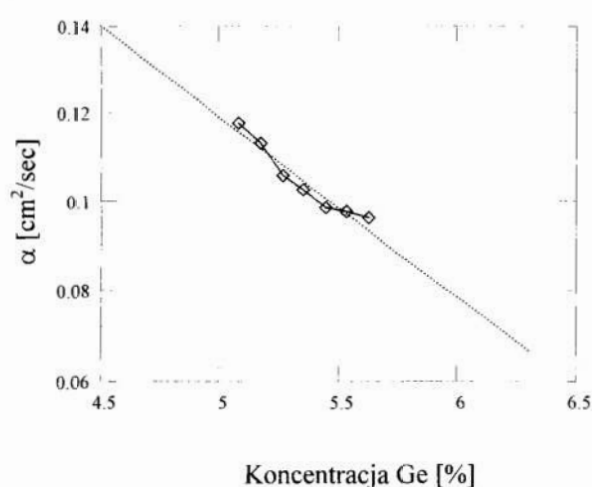
Wyniki obliczonych parametrów cieplnych przedstawiono w tabeli poniżej. Dla porównania zamieszczono także literaturowe parametry cieplne krzemu i germanu.

Tabela 6-6 Literaturowe i otrzymane doświadczalnie wyniki pomiarów próbek $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

	Dyfuzyjność cieplna	Efuzyjność cieplna	Przewodność cieplna
	cm^2s^{-1}	$\text{W K}^{-1}\text{m}^{-2}\text{s}^{1/2}$	$\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$
German	0.351	1.01E+04	6.00E+01
Krzem	0.902	1.56E+04	1.48E+02
$\text{Ge}_{85}\text{Si}_{15}$	0.074	6.36E+03	1.73E+01
$\text{Ge}_{97}\text{Si}_3$	0.1	5.17E+03	1.63E+01

Zależność dyfuzyjności cieplnej kryształów $Si_{1-x}Ge_x$ od zawartości germanu.

Celem tych badań było określenie przestrzennych zmian parametrów cieplnych w materiałach o zmiennej koncentracji domieszek. Dla badanych obiektów zmierzono charakterystyki częstotliwościowe „punkt po punkcie”, wzdłuż gradientu koncentracji domieszek. Poniżej przedstawiono wyniki otrzymane dla kryształów mieszanych w których zawartość germanu zmieniała się od 4.5% do 7%.



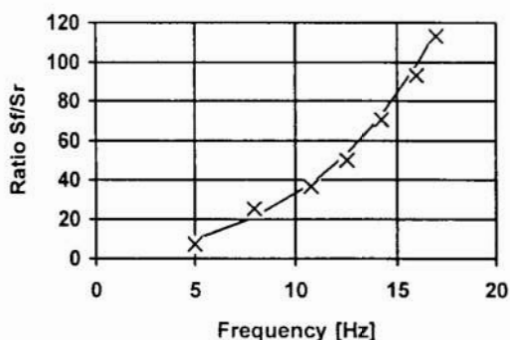
Rys. 6-10 Dyfuzyjność cieplna w funkcji koncentracji Ge w próbce $Si_{1-x}Ge_x$

Parametry cieplne kryształów mieszanych znacznie różnią się od parametrów cieplnych poszczególnych pierwiastków składowych. Jak pokazały badania kryształy mieszane mają ogólnie gorsze parametry cieplne. Wielkość koncentracji wpływa także na wielkość parametrów cieplnych. Wzrost koncentracji pogarsza dyfuzyjność cieplną co zostało zaobserwowane w badaniach i powinno być brane pod uwagę przy konstruowaniu przyrządów zbudowanych na bazie materiałów Ge_xSi_{1-x} .

6.2. Pomiar spektroskopowe-fotoakustyczne.

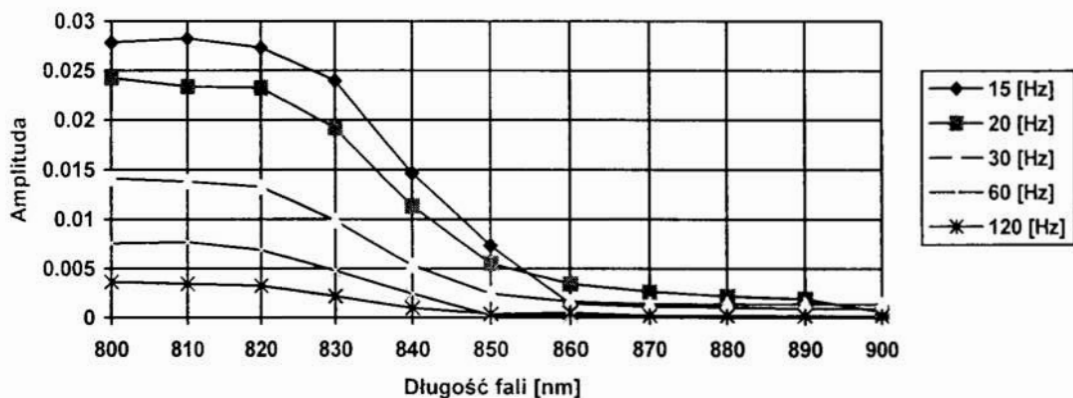
6.2.1. Widmo współczynnika absorpcji CdTe.

W pracach [52, 53] zbadano widmo współczynnika absorpcji β serii próbek wykonanych z CdTe o grubości 0.19mm. W celu określenia dyfuzyjności cieplnej zastosowano metodę „Stosunku amplitud Sf/Sr”. Oszacowana w ten sposób dyfuzyjność cieplna CdTe wynosi $\alpha=0.065 [\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}]$.

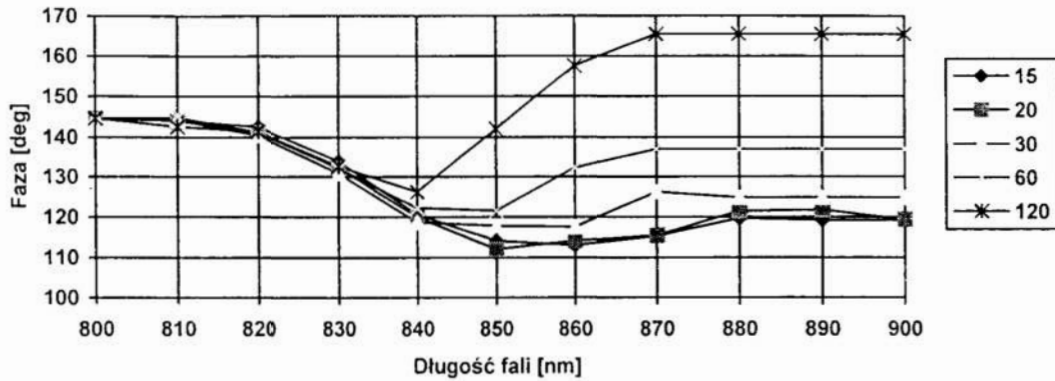


Rys. 6-13 Sygnał Sf/Sr- określenie dyfuzyjności CdTe. "x"-punkty doświadczalne, linia ciągła-dopasowanie teoretyczne $\alpha=0.065[\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}]$.

Przeanalizowano sygnał fotoakustyczny dla długości fal światła wzbudzającego od 500-900nm. Dla długości fal poniżej 800nm stwierdzono efekt nasycenia dlatego też powtórnie zmierzono obiekt w zakresie 800-900nm z krokiem 10nm. Wyniki pomiarów prezentują wykresy (Rys. 6-14a i b).



a)



b)

Rys. 6-14 Amplituda i faza sygnału fotoakustycznego dla próbki CdTe w funkcji długości fali światła λ dla częstotliwości modulacji: 15, 20, 30, 60, 120 Hz.

Charakterystyki widmowe amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego posłużyły do wyznaczenia widma współczynnika absorpcji optycznej próbki CdTe dla różnych długości fali światła wzbudzającego $-\beta(\lambda)$.

Dopasowanie widma współczynnika absorpcji optycznej z charakterystyk amplitudowych i fazowych przedstawione jest poniżej. Linia ciągła reprezentuje zależność teoretyczną o następującej postaci:

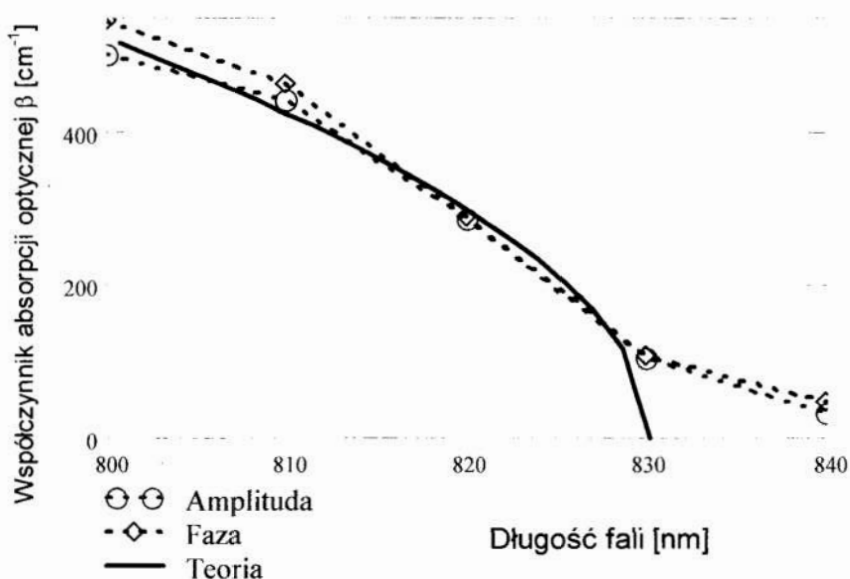
$$\beta(\lambda) = 2.2 \cdot 10^3 \cdot \left(\frac{1241.25}{\lambda} - 1.495 \right)^{1/2}$$

gdzie

$E_g = 1.495$ [eV] – przerwa energetyczna CdTe w temperaturze pokojowej

współczynnik: $A_0 = 2.2 \cdot 10^3$ [$\text{cm}^{-1} \text{eV}^{-1/2}$]

λ - długość fali wyrażona w nanometrach.



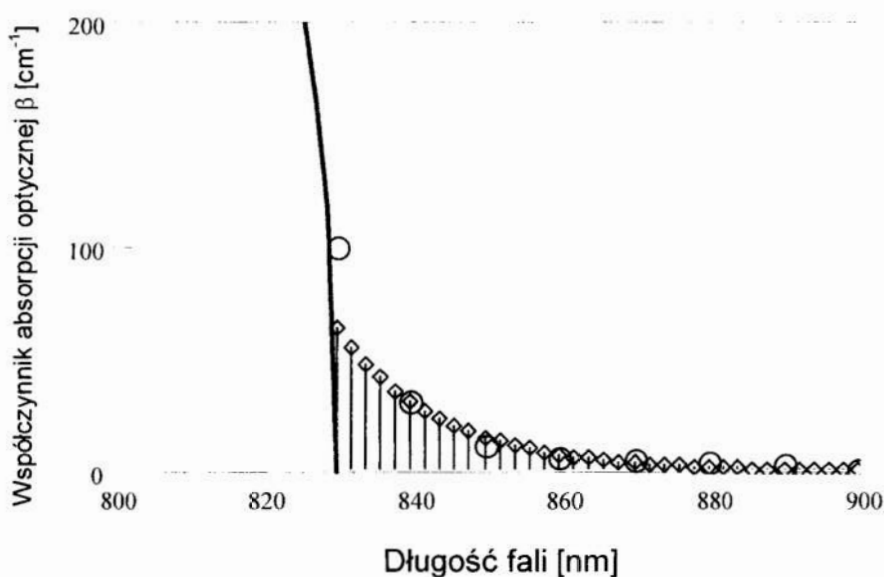
Rys. 6-13 Widmo współczynnika absorpcji optycznej CdTe w temperaturze pokojowej.

Na wykresie poniżej, jako przykład, przedstawiono uzyskane widmo współczynnika absorpcji w zakresie poniżej przerwy energetycznej E_g tzn. w zakresie „ogona Urbacha”. Parametry dopasowania zależności teoretycznej:

$$\beta(h\nu) = \beta_0 \exp\left(\frac{\gamma}{kT}(h\nu - E_g)\right) \quad (\text{wzór 3-2})$$

do punktów doświadczalnych wynoszą:

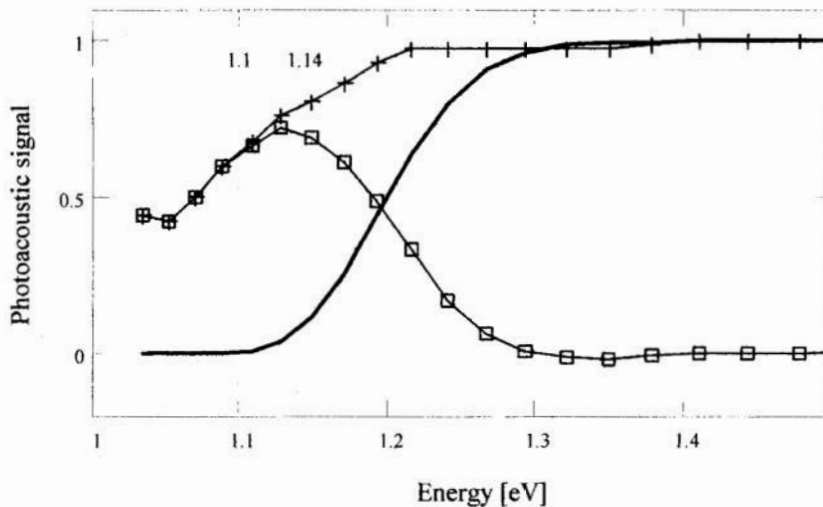
$$\beta_0 = 100 \text{ cm}^{-1}, \quad \gamma = 1.$$



Rys. 6-14 Ogon Urbacha-wyznaczone parametry dopasowania wynoszą: $\beta_0 = 80 \text{ cm}^{-1}$, $\gamma = 1$. „O”-punkty doświadczalne.

6.2.2. Widmo współczynnika absorpcji krzemu domieszkowanego typu n i typu p.

W pracy [42] przedstawiono rezultaty pomiarów widma sygnału fotoakustycznego dla krzemu domieszkowanego borem(B) i fosforem(P). Przykładowe widmo fotoakustyczne dla Si:P przedstawiono na rysunku poniżej (Rys. 6-15).



Rys. 6-15 Widmo sygnału fotoakustycznego dla krzemu domieszkowanego fosforem Si:P („+”). Linia ciągła przedstawia teoretyczne widmo sygnału fotoakustycznego dla krzemu niedomieszkowanego. „□”- różnica widm między krzemem domieszkowanym i niedomieszkowanym.

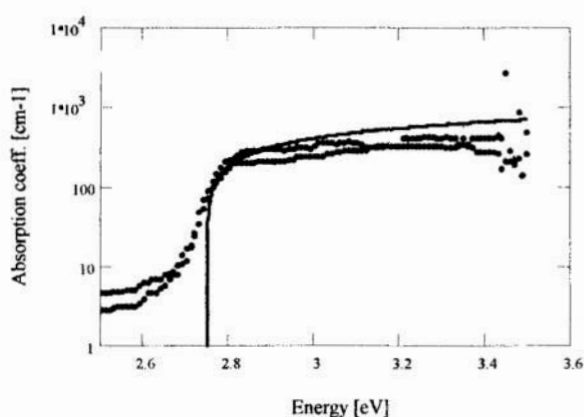
Dla porównania przedstawiono unormowaną charakterystykę widma sygnału fotoakustycznego policzonego z widma współczynnika absorpcji typowego materiału krzemowego niedomieszkowanego. Badania pokazały że możliwa jest obserwacja zmian współczynnika absorpcji za pomocą badania charakterystyk widmowych sygnału fotoakustycznego poprzez rejestrację sygnału fotoakustycznego w funkcji energii fotonów wzbudzających. Domieszki typu fosfor a więc typu donorowego w Si mają głębokość około 40[meV]. Wartość ta jak to pokazano w pracy [42] jest możliwa do detekcji za pomocą techniki fotoakustycznej

6.2.3. Spektroskopowe pomiary kryształów mieszanych $Zn_{1-x-y}Mg_yBe_xSe$ i $Zn_{1-x}Be_xSe$.

W pracach [52] i [53] przedstawiono wyniki obliczeń⁴⁾ widma współczynnika absorpcji optycznej $\beta(h\nu)$ i przerwy energetycznej E_g kryształów mieszanych $Zn_{1-x-y}Mg_yBe_xSe$ i $Zn_{1-x}Be_xSe$. Kryształy $Zn_{1-x-y}Mg_yBe_xSe$ badane były przy jednym składzie (w przypadku pracy [52] $x=0.14$ $y=0.06$) a różnej technologii obróbki natomiast kryształy $Zn_{1-x}Be_xSe$ badane były przy różnej koncentracji domieszek berylu. Przykładowe, uzyskane wyniki przedstawiono poniżej w formie wykresów i tabel.

Wyniki badań dla $Zn_{1-x}Be_xSe$

Badania przeprowadzono na serii próbek kryształów mieszanych $Zn_{1-x}Be_xSe$ dla x w zakresie 0,04 do 0.26. Przykładowe widmo absorpcji badanych kryształów przedstawiono na rysunku 6-17 (w tym przypadku dla $x=0.04$). Z dopasowania krzywej teoretycznej do danych doświadczalnych określono wartość przerwy energetycznej E_g w temperaturze pokojowej równą 2.75[eV] oraz wartość współczynnika normalizującego wartość absorpcji $A_0=800$ [$cm^{-1}eV^{-1/2}$] (patrz tabela 6-7).

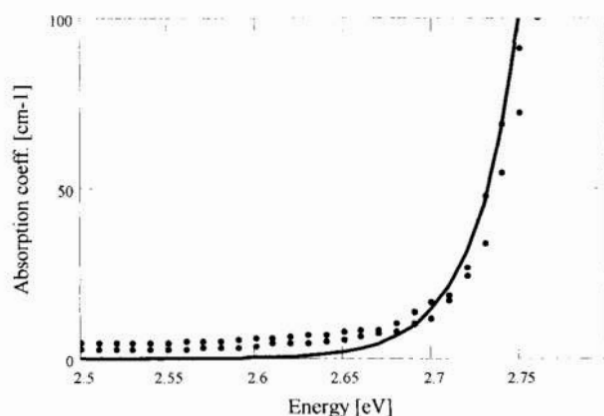


Rys. 6-16 Zależność współczynnika absorpcji optycznej wyznaczona z pomiarów przy częstotliwości modulacji 21[Hz]. Linia ciągła przedstawia teoretyczną zależność współczynnika absorpcji.

⁴⁾ Kryształy $Zn_{1-x-y}Mg_yBe_xSe$ i $Zn_{1-x}Be_xSe$ zostały wyhodowane i zmierzone w Zakładzie Fizyki Półprzewodników Uniwersytetu Toruńskiego przez zespół prof. dr hab. H. Męczyńskiej.

Różnica współczynników absorpcji obserwowana w eksperymencie poniżej wartości przerwy energetycznej E_g została zinterpretowana jako tzw. „ogon Urbacha” występujący w próbkach materiałów półprzewodnikowych w temperaturach pokojowych i jest interpretowana jako wynik termicznego poszerzenia pasma absorpcji.

Wyniki eksperymentalne współczynnika absorpcji oraz dopasowanie teoretyczne danych doświadczalnych w obszarze energii fotonów fali wzbudzającej poniżej przerwy energetycznej E_g przedstawiono na rysunku poniżej.



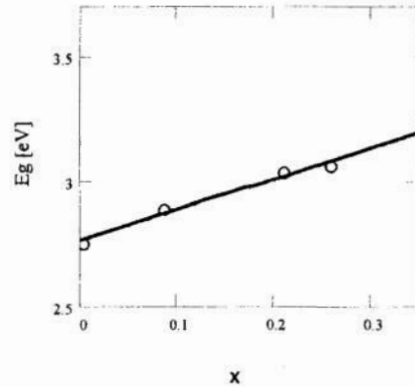
Rys. 6-17 Zależność współczynnika absorpcji w regionie poniżej przerwy energetycznej E_g . Punkty reprezentują dane doświadczalne natomiast linia ciągła przedstawia krzywą teoretyczną. Dla obszaru „ogonu Urbacha” wyznaczono następujące parametry: $\beta_0=100\text{cm}^{-1}$, $\gamma=1$.

Wartość parametru dopasowania $\gamma=1$ wskazuje na typowo termiczny charakter poszerzenia (wzór 3-2). Zebrane wyniki badań wykonane na serii próbek w zakresie x od 0.04 do 0.26 przedstawiono w tabeli 6-7.

Tabela 6-7 Przerwa energetyczna E_g i parametry wyznaczone dla „ogonu Urbacha” przy różnych koncentracjach berylu.

$\text{Zn}_{1-x}\text{Be}_x\text{Se}$				
Koncentracja berylu: x	0.04	0.09	0.21	0.26
$E_g[\text{eV}]$	2.75	2.89	3.04	3.06
$A_0[\text{cm}^{-1}\text{eV}^{-1/2}]$	800	1200	1800	3700
$\beta_0[\text{cm}^{-1}]$	100	100	100	180
γ [1]	1	0.75	0.45	0.42

Poniżej przedstawiono zależność przerwy energetycznej od koncentracji berylu.



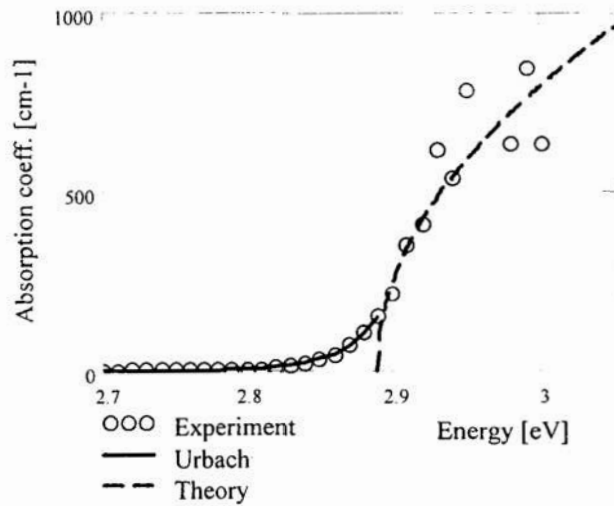
Rys. 6-18 Wyznaczona zależność przerwy energetycznej od koncentracji berylu (x).

Wykres 6-18 wykazuje że w miarę wzrostu koncentracji berylu wzrasta wartość przerwy energetycznej E_g .

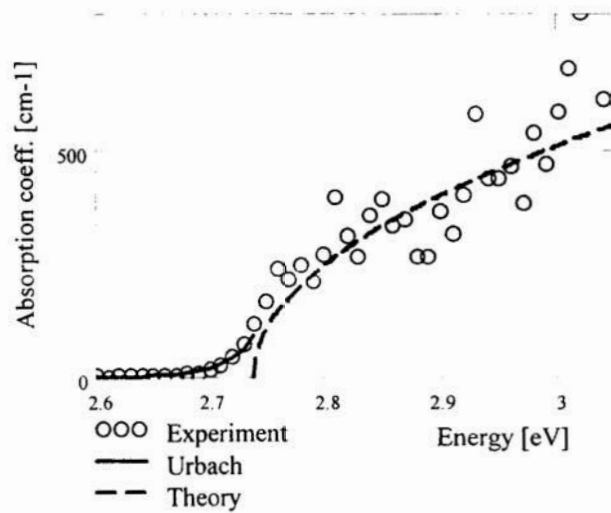
Wyniki badań dla $Zn_{1-x-y}Mg_yBe_xSe$; $x=0.14$, $y=0.06$

Celem badań przeprowadzonych na kryształach mieszanych $Zn_{1-x-y}Mg_yBe_xSe$ było określenie w jakim stopniu obróbka technologiczna próbek wpływa na wartości parametrów optycznych otrzymywanych drogą pomiarów fotoakustycznych. Problem wynika z faktu iż sygnał który jest rejestrowany w komorze fotoakustycznej pochodzi jedynie z warstw przypowierzchniowych próbek o głębokości w przybliżeniu równych długości drogi dyfuzji ciepła $\mu(f)$. Fakt ten powoduje iż stan powierzchni próbek odgrywa istotną rolę w procesie określania parametrów optycznych. W przypadku metod transmisyjnych sygnał jest proporcjonalny do średniej wartości absorpcji w całej grubości próbki. Przykładowe rezultaty obliczeń współczynnika absorpcji w funkcji energii fotonów światła wzbudzającego dla materiału $Zn_{1-x-y}Mg_yBe_xSe$; $x=0.14$, $y=0.06$ przedstawiają rysunki 6-19a,b,c.

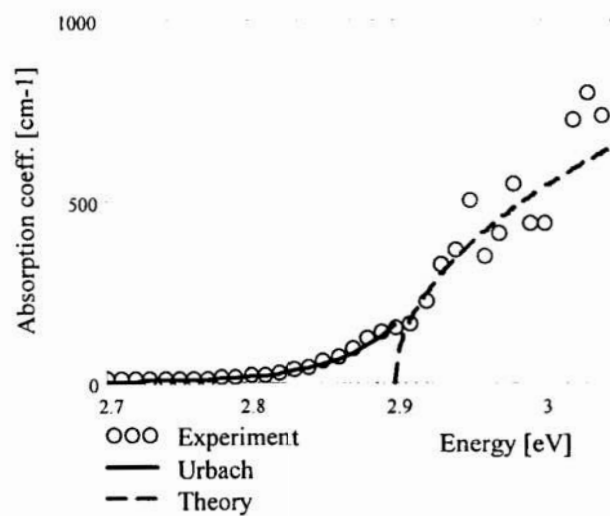
Po hodowli



Po wygrzewaniu



Po wygrzewaniu i
polerowaniu



Rys. 6-19 Widmo współczynnika absorpcji β z obszarem „ogonu Urbacha” wyznaczone dla trzech typów materiałów: a) bezpośrednio po hodowli, b) po wygrzewaniu i c) po wygrzewaniu i polerowaniu.

Wartości parametrów optycznych uzyskanych w wyniku pomiarów przedstawiono w tabeli poniżej.

Tabela 6-8 Przerwa energetyczna E_g i parametry wyznaczone dla regionu Urbacha. Koncentracje wyniosły: $x=0.14$ a $y=0.06$.

$Zn_{1-x-y} Mg_y Be_x Se$	Po hodowli	Po wygrzewaniu	Po wygrzewaniu i polerowaniu
E_g [eV]	2.89	2.74	2.9
A_0 [$cm^{-1}eV^{-1/2}$]	2400	1000	1700
β_0 [cm^{-1}]	150	90	160
γ [1/1]	1	1	0.6

Z analizy otrzymanych rezultatów wynika że istnieje silny wpływ obróbki technologicznej na wartości parametrów optycznych.

7. Wnioski końcowe

Celem pracy było opracowanie metod fotoakustycznych, w tym algorytmów analitycznych i procedur doświadczalnych pozwalających wyznaczać parametry cieplne (dyfuzyjność cieplną, efuzyjność cieplną, przewodność cieplną i ciepło właściwe) i optyczne (współczynnik absorpcji optycznej) materiałów stosowanych w elektronice z analizy charakterystyk częstotliwościowych i widmowych sygnału fotoakustycznego w różnych trybach pomiarowych. Zdaniem autora cel został osiągnięty gdyż zrealizowano zadania jakie były niezbędne do jego osiągnięcia a mianowicie:

1. Przeanalizowano modele matematyczne opisujące zjawisko fotoakustyczne pod kątem możliwości wyznaczania parametrów cieplnych i optycznych materiałów stosowanych w elektronice. W przypadku metod służących wyznaczaniu parametrów cieplnych przeanalizowano różne konfiguracje pomiarowe. Określono warunki dla których istnieje możliwość linearyzacji charakterystyk częstotliwościowych sygnału fotoakustycznego.
2. Na bazie przyjętych modeli opracowano procedury pomiarowe i analityczne.
3. Zaprojektowano i zbudowano w pełni skomputeryzowane stanowisko, z oryginalnym i napisanym do tego celu oprogramowaniem sterująco-pomiarowym, pozwalające wykonywać pomiary fotoakustyczne i spektroskopowe.
4. Potwierdzono, na podstawie badań materiałów o znanych z literatury parametrach cieplnych i optycznych, wiarygodność opracowanych algorytmów pomiarowych i procedur analitycznych.

Rezultaty badań materiałów testowych potwierdziły słuszność przyjętych procedur pomiarowych i analitycznych. Otrzymane wyniki parametrów cieplnych i optycznych nie odbiegały o znanych z literatury lecz były

wyznaczone za pomocą nowych opracowanych przez autora metod fotoakustycznych.

Po stwierdzeniu wiarygodności i skuteczności opracowanych algorytmów przebadano i wyznaczono parametry cieplne i optyczne szerokiej gamy nowych materiałów stosowanych w elektronice. Należały do nich materiały krzemowe wykonane nowymi technologiami, kryształy mieszane Si-Ge o różnej koncentracji germanu (kryształy typu $Si_{1-x}Ge_x$ - materiały wyhodowane w Instytucie Hodowli Kryształów w Berlinie przez dr N.Abrasimowa) oraz bezołowiowe kleje przewodzące stosowane w nowych technologiach montażu elementów elektronicznych (EKO Solder AX201-Amepox Co Ltd Łódź). W przypadku pomiarów spektroskopowych przeanalizowano charakterystyki i wyznaczono widmo współczynnika absorpcji grupy kryształów mieszanych typu $Zn_{1-x-y}Mg_yBe_xSe$ i $Zn_{1-x}Be_xSe$ o różnej koncentracji magnezu i berylu oraz różnej technologii obróbki (wyhodowane w Zakładzie Fizyki Półprzewodników Uniwersytetu Toruńskiego przez zespół prof. dr hab. H. Męczyńskiej).

Do najważniejszych, oryginalnych przyczynków naukowych autor zalicza **opracowanie procedur eksperymentalnych i analitycznych** pozwalających wyznaczać parametry cieplne i optyczne materiałów stosowanych w elektronice z pomiarów charakterystyk częstotliwościowych amplitudy i fazy sygnału fotoakustycznego oraz **weryfikację praktyczną opracowanych algorytmów** polegającą na wyznaczeniu parametrów cieplnych i optycznych szerokiej gamy **nowych materiałów elektronicznych**.

Przeprowadzone badania potwierdzają tezę że technika fotoakustyczna jest doskonałym narzędziem pozwalającym wyznaczać parametry cieplne (dyfuzyjność cieplną, efuzyjność cieplną, przewodność cieplną i ciepło właściwe) i optyczne (współczynnik absorpcji optycznej) zarówno typowych jak i nowych materiałów elektronicznych.

8. Literatura

1. Janusz Roszkiewicz: „Układy RC o stałych rozłożonych”, WKŁ, Warszawa 1972
2. Allan Rosencwaig, Allen Gersho: „Theory of the Photoacoustic effect with solids”: *Journal of Applied Physics*, 47(1), January 1976, pp.64-69.
3. A.Rosencwaig: „Photoacoustic spectroscopy of solids”, *Rev. Sci. Instrum.*, 48, 1977, pp.1133-1137.
4. K.Wyszkowski: „Ocena dokładności pomiarów w badaniach laboratoryjnych”, *Wydawnictwa Politechniki Warszawskiej*, Warszawa 1978.
5. W.Jackson, N.Amer: „Piezoelectric Photoacoustic Detection: Theory and Experiment”, *J.Appl.Phys* 51, 1980, pp.3334-3353.
6. C.A.Benett, R.R.Patty: „Thermal Wave Interferometry: a Potential Application of the photoacoustic effect”, *Applied Optics*, 21(1), January 1982, pp.49-54.
7. P.Charpentier, F.Lepoutre, L.Bertrand: „Photoacoustic Measurements of Thermal Diffusivity Description of the ‘Drum effect’”, *Journal of Applied Physics*, 53(1), January 1982, pp.608-614.
8. R.T.Swimm: „Photoacoustic Determination of Thin-film Thermal Properties”, *Appl. Phys. Lett.*, 42(11), June 1983.
9. A.Lachaine: „Thermal Analysis by Photoacoustic Phase Measurements: Effect of Sample Thickness”, *Journal of Applied Physics*, 57(11), June 1985, pp.5075-5077.
10. J.Baumann, R.Tilgner: „Determining Photothermally the Thickness of Buried Layer”, *Journal of Applied Physics*, 58(5), September 1985, pp.1982-1985.
11. O.Pessoa, C.L.Cesar, N.A.Patel, H.Vargas ...: „Two-Beam Photoacoustic Phase Measurement of the Thermal Diffusivity of Solids”, *Journal of Applied Physics*, 59(4), February 1986, pp.1316-1318.
12. N.F.Leite, N.Cella, H.Vargas...: „Photoacoustic Measurement of Thermal Diffusivity of Polymer Foils”, *Journal of Applied Physics*, 61(8), April 1987, pp.3025-3027.

13. *British Standards Institute, 1988: „BS874: Part 2: Section 2.1: British Standards for Determining Thermal Insulating Properties: Guarded Hot-Plate Method”.*
14. *British Standards Institute, 1988: „BS874: Part 2: Section 2.2: British Standards for Determining Thermal Insulating Properties: Unguarded Hot-Plate Method”.*
15. *W. Janke: „Zjawiska termiczne w elementach i układach półprzewodnikowych, WNT, Warszawa 1992.*
16. *H. Budzisz, E. Filipow-Ciskowska: „Pascal - metody numeryczne”, Wydawnictwo Uczelniane Wyższej Szkoły Inżynierskiej, Koszalin 1990.*
17. *J. Oderfeld: „Statystyczne podstawy prac doświadczalnych”, Wydawnictwa Politechniki Warszawskiej, Warszawa 1990.*
18. *Z. Orłóś: „Naprężenia cieplne”, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 1991.*
19. *M. Ouzafe, P. Poulet, J. Chambron: „Photoacoustic detection of triplet state and singlet oxygen in highly absorbing samples”, Photochem. Photobiol. 55, 1992, pp. 491-503.*
20. *A.K. Gosh, K.K. Som, S. Chatterjee, B.K. Chaudhuri: „Photoacoustic Spectroscopic Study of Energy Gap, Optical Absorption and Thermal diffusivity of polycrystalline $ZnSe_xTe_{x-1}$ ($0 \leq x \leq 1$) alloys”, Phys. Rev. B, 51(8), February 1995, pp. 4842-4848.*
21. *Z. Suszyński, M. Maliński, L. Bychto: „Photoacoustic Measurements of the Thermal Diffusivity of solids”, 1st Thermic Workshop, Ustroń 1996.*
22. *Z. Suszyński, M. Maliński, L. Bychto: „Measurements of the Thermal Diffusivity of materials by the ‘Front Illumination Method’”, 1st Thermic Workshop, Ustroń 1996.*
23. *E.P. Fitzgerald, M.R.D. Davies: „Thermal Conductivity of Plastic Encapsulants”, International Workshop on Thermal Investigation of Ics and Microstructures, Budapeszt 1996, pp. 133-142.*
24. *T. Phan, S. Dilhaire, V. Quintard, D. Lewis...: „Modelling and Measurement of micrometric interconnect's transient temperature. Application to the thermal conductivity identification.”, International Workshop on Thermal Investigation of Ics and Microstructures, Budapeszt 1996, pp. 153-159.*

25. M.Maliński, Z.Suszyński, **L.Bychto**: „*Thermal Wave Analysis of the Thermal Parameters of Thin Layers by Photoacoustic Phase Measurement*”, XVI Międzynarodowa Konferencja Układów Hybrydowych, Jurata 1996.
26. J.Philip: „*A Photoacoustic Scanning Method to Determine Thermal Effusivity of Solid Samples*”, *Rev. Sci. Instrum.*, 67(10), October 1996, pp.3621-3623.
27. Z.Suszyński, M.Maliński, **L.Bychto**: „*Photoacoustic Measurements of the Thermal Diffusivity of Solids in the Presence of a Drum Effect*”, *Archives of Acoustics*, 22(3), 1997, pp.343-349.
28. M.Maliński, **L.Bychto**: „*Photoacoustic Determination of the Thermal Parameters of Materials*”, *Proceedings 26th Winter School on Molecular and Quantum Acoustics EAA Symposium*, 1997, pp.83-86.
29. M.Maliński, **L.Bychto**: „*Photoacoustic Determination of Thermal Parameters of Layers in Front and Rear Surface Illumination Methods*”, *Molecular & Quantum Acoustics*, t.18, 1997, pp.169-177.
30. M.Maliński, **L.Bychto**: „*Determination of the Thermal Parameters of materials by the photoacoustic amplitude measurements*”, *Molecular & Quantum Acoustics*, t.18, 1997, pp.179-185.
31. M.Maliński, **L.Bychto**: „*Photoacoustic Methods of Determination of Thermal Parameters of Electronic Materials*”, *Proceedings of 3rd Thermic Workshop, Cannes-France 1997*, pp.254-259.
32. M.Maliński, **L.Bychto**: „*Low Frequency Photoacoustic Amplitude Method of Determination of the Thermal Parameters of Solids and Liquids*”, *Proceedings 44th Open Acoustic Seminar, Jastrzębia Góra 1997*, pp.459-464.
33. A.Sikorska, M.Grus: „*Badanie krawędzi absorpcji w polikrystalicznym proszku CdS:Cu metodą fotoakustyczną*”, *Proceedings 44th Open Acoustic Seminar, Jastrzębia Góra 1997*, pp.593-600.
34. **L.Bychto**, M.Maliński: „*An Electric Analog of Heat Propagation Based on the Theory of the Distributed Line*”, *Proceedings 20th National Conference-Circuit Theory and Electronic Networks, Kołobrzeg 1997*, pp.253-258.
35. **L.Bychto**, M.Maliński, A.Patrin: „*Photoacoustic and Photovoltaic Techniques as a Tool for Examination of Microelectronic Structures and Materials*”, *Proceedings 21st JSHM-Poland Chapter Conference, Ustroń 1997*, p.15-20.

36. Z. Suszyński, M. Maliński, **L. Bychto**: „*Thermal Measurement Method of Electronic Materials*”, *IEEE Transactions on Components, Packaging and Manufacturing Technology Part A*, vol 21, No.3, September 1998.
37. M. Maliński, **L. Bychto**, R. Kisiel: „*Photoacoustic Measurements of the Thermal Properties of the Electrically Conducting Glues Used in the Assembly of Hybrid Circuits*”, *Proceedings of 3rd Workshop on Photoacoustics and Photothermics*, Ustroń 1998, p.169.
38. A. Patrin, M. Maliński, **L. Bychto**: „*The Influence of the Growth Technology on the Thermal Parameters of Silicon-Photoacoustic Studies*”, *Proceedings of XXII Conference IMAPS-Poland*.
39. M. Maliński, **L. Bychto**, R. Kisiel: „*Photoacoustic Measurements of the Thermal Properties of Electrically Conducting Adhesives Used in the Assembly of Electronic Components*”, *Proceedings of 4th Thermic Workshop, Cannes France September 1998*, pp.147-150.
40. J. Bodzenta, J. Mazur, B. Burak: „*Determination of Thermal Resistance of Submicron Films*”, *Proceedings of 4th Workshop on Photoacoustics and Photothermics*, Ustroń 1999, pp.111-114.
41. J. Bodzenta, J. Mazur, B. Burak: „*Modelling of Thermal Properties of Thin Films*”, *Proceedings of 4th Workshop on Photoacoustics and Photothermics*, Ustroń 1999, pp.111-114.
42. M. Maliński, **L. Bychto**, A. Patrin: „*Near Band Edge Photoacoustic Spectra of n-Si and p-Si Single Crystals.*”, *Proceedings of XXIII Conference IMAPS-Poland, Kołobrzeg 1999*, p.81-85.
43. M. Maliński, **L. Bychto**: „*Photoacoustic Studies of the Absorption Coefficient of CdTe*”, *Proceedings of 5th Thermic Workshop, Rome October 1999*, pp.225-230.
44. **L. Bychto**, M. Maliński: „*The Influence of the Quality of the Semiconductor Surface on the Photoacoustic Signal Characteristics on the Example of CdTe Studies*”, *Proceedings of 5th Thermic Workshop, Rome October 1999*, pp.231-236.
45. J. Zakrzewski, F. Firszt, S. Łęgowski i inni: „*Photoacoustic investigations of beryllium contacting wide gap II-VI mixed crystals*”, *Proceedings of 5th Thermic Workshop, Rome Italy October 1999*, pp.241-245.
46. M. Rohde: „*Nondestructive Testing and Determination of Thermal Parameters in Thin Films and Microcomponents*”, *Proceedings of 5th Thermic Workshop, Rome Italy October 1999*, pp.17-22.

47. N. Mathis: „*Interfacial Heat Reflectance Technique for Thermal Management Design*”, *Proceedings of 5th Thermic Workshop, Rome Italy October 1999*, pp.29-33.
48. S. Brandt: „*Analiza Danych- metody statystyczne i obliczeniowe*”, PWN, Warszawa 1999.
49. J. Bodzenta: „*Fale termiczne w badaniach ciał stałych*”, *Zeszyty naukowe Politechniki Śląskiej, Matematyka-Fizyka, Zeszyt 85, Gliwice 1999*.
50. C. Dixon, M.R. Strong, S.M. Zhang: „*Transient Plane Source Technique for Measuring Thermal Properties of Silicone Materials Used in Electronic Assemblies*”.
51. A. Patrin, N.V. Abrosimov, M. Maliński, L. Bychto: „*Photoacoustic Approach for $Si_{1-x}Ge_x$ Thermal Parameters Measurements*”, *Proceedings of XXIV Conference IMAPS-Poland, 2000*, p.355-359.
52. M. Maliński, L. Bychto, F. Firszt, J. Szatkowski, J. Zakrzewski: „*Determination of the optical absorption coefficient of $Zn_{1-x}Mg_yBe_x$ mixed crystals from the PAS experiments- Improved Approach*”, *ICCP, Kyoto 2000*.
53. M. Maliński, L. Bychto, S. Łęgowski, J. Szatkowski, J. Zakrzewski: „*Photoacoustic Spectroscopy Studies of $Zn_{1-x}Be_xSe$ Mixed Crystals*”, *Proceedings of 6th Thermic Workshop, Budapest September 2000*, pp.93-96.

9. Dodatki

9.1. Parametry cieplne niektórych materiałów.

Materiał	Gęstość kg/m ³	Ciepło właściwe J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹	Przewodność Ciepła W·m ⁻¹ ·K ⁻¹	Dyfuzyjność Ciepła cm ² /s	Efuzyjność Ciepła W·s ^{1/2} ·m ⁻² ·K ⁻¹	Częstotliwość charakterystyczna dla grubości l[cm]			
						0,01	0,10	0,50	1,00
Gazy									
Powietrze	1,19	1008,00	0,03	0,22	5,57	2176,68	21,77	0,87	0,22
Ciecze									
Aceton	785	2152	0,18	0,00107	551	1,70	0,068	0,0170	0,0007
Amoniak	602	2092	0,48	0,00381	778	6,06	0,242	0,0606	0,0024
Rtęć	13530	139	8,32	0,04410	3962	70,19	2,808	0,7019	0,0281
Woda	997	4175	0,61	0,00146	1589	2,32	0,093	0,0232	0,0009
Ciała Stałe - pierwiastki									
Arsen	5780	328	50	0,26	9740	420	16,78	4,20	0,17
Gal	5900	372	35	0,16	8775	253	10,13	2,53	0,10
German	5323	320	60	0,35	10123	559	22,37	5,59	0,22
Glin	2700	902	237	0,97	24031	9726	97,26	3,89	0,97
Kadm	8650	231	96,6	0,48	13896	769	30,78	7,69	0,31
Krzem	2328	705	148	0,90	15585	1436	57,44	14,36	0,57
Miedź	8950	384	401	1,16	37152	1855	74,20	18,55	0,74
Platyna	21410	132	71	0,25	14268	401	16,04	4,01	0,16
Srebro	10490	235	429	1,74	32520	2771	110,8	27,71	1,11
Złoto	19280	129	317	1,27	28089	2028	81,12	20,28	0,81
Żelazo	7870	449	80,3	0,23	16846	362	14,47	3,62	0,14
Ciała Stałe - inne									
Bakelit	1270	1590	0,23	0,0012	686	1,84	0,073	0,018	0,00073
Brąz 95Cu 5Al	7800	420	82,60	0,25	16450	401,49	16,06	4,01	0,16
Diament	3510	510	2320	12,97	64419	20653	826	206,53	8,26
Duraluminium	2800	913	180	0,70	21451	1121	45	11,21	0,45
Grafit	1685	710	0,081	0,000677	311	1,08	0,04	0,01	0,00043
Guma	970	1590	0,150	0,000973	481	1,55	0,06	0,02	0,00062
Papier	1300	1500	0,210	0,001077	640	1,71	0,07	0,02	0,00069
Pleksi	1190	1380	0,19	0,001175	563	1,87	0,07	0,02	0,00075
Sól kuchenna	2170	864	6,50	0,0347	3491	55,21	2,21	0,55	0,02
Stal	7800	450	80	0,2279	16757	362,93	14,52	3,63	0,15
Styropian	16	1200	0,04	0,0208	28	33,17	1,33	0,33	0,01
Szkło	2500	700	1,10	0,0063	1387	10,01	0,40	0,10	0,00400
Tekstolit	1350	1500	0,34	0,0017	830	2,67	0,11	0,03	0,00107

9.2. Wydruk fragmentu programu sterująco-pomiarowego (panel modulatora).

```
#include <utility.h>
#include "mod.h"
#include "mod_fp.h"
#include <ansi_c.h>
#include <userint.h>
int MOD_enable;
int MOD_status;
int val;
double MOD_vmax=10.00;
double MOD_vnew=10.00;
double MOD_fmax=10;
double MOD_fmin=10;
int MOD_channel=1;

void MOD_Stop(int panel);

int CVICALLBACK MOD_SetFreq (int panel, int control, int event,
void *callbackData, int eventData1, int eventData2)
{
    int MOD_enable;
    double Fnew, Fcur, Vcur, Fmax;
    switch (event) {
        case EVENT_COMMIT:
            //po wybraniu nowej czestotliwosci:
            //uaktywnij STOP, PAUSE i ustaw FREQ na INDICATOR
            GetCtrlVal (panel, MOD_POWERLED, &MOD_enable);
            if (MOD_enable==1) {
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_PAUSEBUTTON, ATTR_DIMMED, !MOD_enable);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_STOPBUTTON, ATTR_DIMMED, !MOD_enable);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_FREQSLIDE, ATTR_DIMMED, !MOD_enable);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_FREQSLIDE, ATTR_CTRL_MODE, VAL_INDICATOR);
                //ukryj calibrate
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_CALIBRATE, ATTR_DIMMED, MOD_enable);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_STARTBUTTON, ATTR_DIMMED, MOD_enable);
                //wez Fnew i Fmax z panelu
                GetCtrlVal (panel, MOD_FREQSLIDE, &Fnew);
                GetCtrlAttribute (panel, MOD_FREQSLIDE, ATTR_MAX_VALUE, &Fmax);
                //zapamietaj Fnew w NEWFREQ
                SetCtrlVal (panel, MOD_NEWFREQ, Fnew);
                // Policz nowe napiecie i ustaw na lockinie i wyswietl na panelu
                MOD_vnew=Fnew*MOD_vmax/Fmax;
                //if (MOD_vnew>MOD_vmax) MOD_vnew=MOD_vmax;
                MC500_SetDAC (MOD_channel, MOD_vnew);
                SetCtrlVal (panel, MOD_NEWV, MOD_vnew);
                //uruchom timer
                MOD_status=MOD_STEP;
                SetCtrlVal (panel, MOD_IND, MOD_status);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_TIMER1, ATTR_ENABLED, 1);
            }
            break;
    }
    return 0;
}

int CVICALLBACK MOD_SetStatus (int panel, int control, int event,
void *callbackData, int eventData1, int eventData2)
{
    int run;
    switch (event) {
        case EVENT_COMMIT:
            if (control==MOD_STOPBUTTON) MOD_Stop (panel);
            else {GetCtrlVal (panel, control, &run);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_TIMER1, ATTR_ENABLED, !run);
            }
            break;
    }
    return 0;
}

int CVICALLBACK MOD_SetTStep (int panel, int control, int event,
void *callbackData, int eventData1, int eventData2)
```

```

{
    double interval;
    switch (event) {
        case EVENT_COMMIT:
            GetCtrlVal (panel, control, &interval);
            SetCtrlAttribute (panel, MOD_TIMER1, ATTR_INTERVAL, interval);
            break;
    }
    return 0;
}

int CVICALLBACK MOD_Timer (int panel, int control, int event,
    void *callbackData, int eventData1, int eventData2)
{
    double Fcur, Fset, Fnew, Fmax, eps;
    switch (event) {
        case EVENT_TIMER_TICK:
            eps=0.5;
            MC500_GetFrequency (&Fcur);
            GetCtrlVal (panel, MOD_FREQSLIDE, &Fset);
            if (abs(Fcur-Fset)<eps){
                switch (MOD_status){
                    case MOD_STEP: GetCtrlVal (panel, MOD_NEWFREQ, &Fnew);
                                    if (abs(Fnew-Fcur)<eps)
                                        MOD_Stop(panel);
                                    else{
                                        GetCtrlAttribute
                                        (panel, MOD_FREQSLIDE, ATTR_MAX_VALUE, &Fmax);
                                        MOD_vnew=MOD_vnew+(MOD_vmax-MOD_vnew)*(Fnew-Fset)/(Fmax-Fset);
                                        SetCtrlVal (panel, MOD_NEWV, MOD_vnew);
                                        MC500_SetDAC (MOD_channel, MOD_vnew);
                                    }
                                    break;
                    case MOD_CAL: SetCtrlAttribute
                                    (panel, MOD_FREQSLIDE, ATTR_MAX_VALUE, Fset);
                                    MOD_Stop(panel);
                                    break;
                }
            }
            SetCtrlVal (panel, MOD_FREQSLIDE, Fcur);
            SetCtrlVal (panel, MOD_IND, MOD_status);
            break;
    }
    return 0;
}

int CVICALLBACK MOD_SetChan (int panel, int control, int event,
    void *callbackData, int eventData1, int eventData2)
{
    switch (event) {
        case EVENT_VAL_CHANGED:
            GetCtrlVal (panel, control, &MOD_channel);
            break;
    }
    return 0;
}

int CVICALLBACK MOD_Calibration (int panel, int control, int event,
    void *callbackData, int eventData1, int eventData2)
{
    double Fcur;
    switch (event) {
        case EVENT_COMMIT:
            GetCtrlVal (panel, MOD_POWERLED, &MOD_enable);
            if(MOD_enable==1){
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_PAUSEBUTTON, ATTR_DIMMED, !MOD_enable);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_STOPBUTTON, ATTR_DIMMED, !MOD_enable);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_FREQSLIDE, ATTR_DIMMED, !MOD_enable);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_FREQSLIDE, ATTR_CTRL_MODE, VAL_INDICATOR);
                //ukryj calibrate
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_CALIBRATE, ATTR_DIMMED, MOD_enable);
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_STARTBUTTON, ATTR_DIMMED, MOD_enable);
                //ustaw minimalna czestotliwosc
                SetCtrlAttribute (panel, MOD_FREQSLIDE, ATTR_MIN_VALUE, MOD_fmin);
                MOD_vnew=MOD_vmax;
                MC500_SetDAC (MOD_channel, MOD_vmax);
                SyncWait (Timer(), 3.0);
            }
    }
}

```

```
MC500_GetFrequency(&Fcur);
SetCtrlVal(panel,MOD_FREQSLIDE,Fcur);
//włącz timer
MOD_status=MOD_CAL;
SetCtrlVal(panel,MOD_IND,MOD_status);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_TIMER1,ATTR_ENABLED,1);
}
break;
}
return 0;
}

int CVICALLBACK MOD_Power(int panel, int control, int event,
void *callbackData, int eventData1, int eventData2)
{
int mod_on=0;
switch(event){
case EVENT_COMMIT:

break;
case EVENT_VAL_CHANGED:
GetCtrlVal(panel,control,&mod_on);
if(MC500_Opened()==0){
MessagePopup("Modulator","Nie mogę włączyć Modulatora\n"
"ponieważ Lockin jest wyłączony");
mod_on=0;
//jeżeli nie aktywny MC500
//to ukryj SET i STOP i przestaw SET na PAUSE
SetCtrlAttribute(panel,MOD_PAUSEBUTTON,ATTR_DIMMED,!mod_on);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_STOPBUTTON,ATTR_DIMMED,!mod_on);
SetCtrlVal(panel,MOD_PAUSEBUTTON,0);
SetCtrlVal(panel,control,mod_on);
}
SetCtrlVal(panel,MOD_POWERLED,mod_on);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_FREQSLIDE,ATTR_DIMMED,!mod_on);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_CALIBRATE,ATTR_DIMMED,!mod_on);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_STARTBUTTON,ATTR_DIMMED,!mod_on);
break;
}
return 0;
}

void MOD_Stop(int panel){
SetCtrlAttribute(panel,MOD_TIMER1,ATTR_ENABLED,0);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_PAUSEBUTTON,ATTR_DIMMED,1);
SetCtrlVal(panel,MOD_PAUSEBUTTON,0);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_STOPBUTTON,ATTR_DIMMED,1);
//pokaz CALIBRATE
SetCtrlAttribute(panel,MOD_CALIBRATE,ATTR_DIMMED,0);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_STARTBUTTON,ATTR_DIMMED,0);
SetCtrlAttribute(panel,MOD_FREQSLIDE,ATTR_CTRL_MODE,VAL_VALIDATE);
MOD_status=MOD_STOP;
SetCtrlVal(panel,MOD_IND,MOD_status);
}
}
```

9.3. Wydruk fragmentu programu analitycznego (analiza sygnału w trybie Phase-Lag).

Metoda Phase-Lag

Dane wejściowe: S_{pl}

1. Wybranie zakresu danych do analizy- od i_{min} do i_{max} $i_{min} := 11$ $i_{max} := 20$ $n := i_{max} - i_{min}$

2. Dopasowanie prostej do punktów: $Y=aX+b$ $a := \text{slope}(X, Y)$ $b := \text{intercept}(X, Y)$

3. Odchylenie średniokwadratowe od prostej regresji $S_r := \text{round}\left[\sqrt{\frac{1}{n-2} \cdot \sum_{k=0}^{n-1} (Y_k - a \cdot X_k - b)^2}, 3\right]$ $S_r = 0.025$

4. Poziom ufności: $p := 0.95$

5. Liczba krytyczna testu t-Studenta: $T_\alpha := \text{qt}[0.5 \cdot (1 + P), n - 2]$

6. Współczynnik a: $a = 0.08176$

7. Odchylenie wsp. a: $\Delta a := \text{round}\left(T_\alpha \cdot \frac{S_r}{\sqrt{\text{var}(X)} \cdot n}, 3\right)$ $\Delta a = 0.01$

8. Częstotliwość charakterystyczna f_0 : $f_0 := \text{round}\left(\frac{1}{2 \cdot a^2}, 2\right)$ $f_0 = 74.8$

9. Błąd częstotliwości Δf_0 : $\Delta f_0 := 2 \cdot f_0 \cdot \frac{\Delta a}{a}$ $\Delta f_0 = 18.29793$

