

(19)



URZĄD  
PATENTOWY  
RZECZYPOSPOLITEJ  
POLSKIEJ

(10) **PL 242311 B1**

(12)

## Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **428732**

(22) Data zgłoszenia: **2019.01.30**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2020.08.10 BUP 17/2020**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2023.02.13 WUP 07/2023**

(51) MKP:

**G01N 21/45** (2006.01)

**G01N 21/17** (2006.01)

**G01N 21/41** (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**INSTYTUT FIZYKI JĄDROWEJ IM. HENRYKA  
NIEWODNICZAŃSKIEGO POLSKIEJ AKADEMII  
NAUK, Kraków, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

**YEVHEN ZABILA, Kraków, PL  
MICHAŁ KRUPIŃSKI, Sosnowiec, PL  
ARKADIUSZ ZARZYCKI, Kraków, PL  
MARCIN PERZANOWSKI,  
Tomaszów Mazowiecki, PL  
ALEXEY MAXIMENKO, Kraków, PL  
PIOTR HOREGLAD, Ostrów, PL  
PIOTR STRĄCZEK, Mogilany, PL  
MARTA MARSZAŁEK, Kraków, PL**

(74) Pełnomocnik:

**Andrzej Kacperski, Kraków, PL**

(54) Tytuł:

**Sposób wyznaczania granicy wytrzymałości i stopnia spękania materiału metodą interferometrii optycznej**

**PL 242311 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyznaczania granicy wytrzymałości i stopnia spękania materiału metodą interferometrii optycznej, przeznaczony do bezkontaktowego wyznaczania granicy plastyczności materiałów cienkowarstwowych stosowanych w szczególności w elastycznych układach elektronicznych.

Do pomiaru odkształceń materiałów cienkowarstwowych wykorzystuje się pomiarowe techniki bezstykowe.

Powszechnie znaną i stosowaną w praktyce przemysłowej jest bezstykowa metoda wykorzystująca odbicie fali od powierzchni.

W opisie US 6795198 przedstawiony jest sposób i urządzenie do mierzenia cienkiej warstwy elementów półprzewodnikowych wyrobów elektronicznych. Urządzenie to zawiera laser, który wytwarza impuls optyczny i maskę dyfrakcyjną, która odbiera impuls optyczny i rozszczepia go generując co najmniej dwa impulsy pobudzające. Układ optyczny odbiera impulsy optyczne i przestrzennie i czasowo i sytuuje je na obiekcie lub w jego strukturze, tworząc wzór wzbudzenia, który uruchamia falę akustyczną. Fala akustyczna moduluje właściwość struktury, np. generuje zależną od czasu "pulsację powierzchni" lub moduluje właściwość optyczną, taką jak współczynnik załamania próbki lub współczynnik absorpcji. Pulsację powierzchni definiuje się jako zależną od czasu zmianę morfologii powierzchni; jej amplituda od wartości szczytowej do zerowej zazwyczaj nie przekracza jednego nanometra. Urządzenie zawiera także źródło światła, które wytwarza wiązkę sondy, która odzwierciedla modulowaną właściwość, aby wytworzyć wiązkę sygnału. Optyczny system detekcji odbiera odbitą wiązkę sygnału, a w odpowiedzi generuje indukowany światłem sygnał elektryczny. Analizator analizuje sygnał w celu dokonania pomiaru właściwości badanej struktury.

Inną metodą jest metoda interferometrii optycznej, wykorzystująca zjawisko interferencji fal świetlnych. Znany układ pomiarowy wykorzystywany przy tej metodzie zawiera czujnik optyczny z siatką dyfrakcyjną nakładaną na próbkę badanego materiału.

Układ taki przedstawiono w publikacji Y. Zabala, P. Horeglad, M. Krupiński, A. Zarzycki, M. Pezranowski, A. Maximenko, M. Marszałek „Optical Diffraction Strain Sensor Prepared by Interference Lithography”, *Acta Physica Polonica A*, 133 (4), 2018.

W omawianym układzie siatka dyfrakcyjna może być stosowana w czujniku działającym w trybie transmisyjnym lub odbiciowym. Ogólny schemat układu pomiarowego działającego w trybie transmisyjnym obejmuje laser małej mocy, sensor (siatkę dyfrakcyjną) umieszczoną na powierzchni badanej próbki oraz matrycę CCD, CMOS lub inną matrycę światłoczułą rejestrującą w czasie rzeczywistym obraz interferencyjny powstający po przejściu światła przez siatkę.

Do pomiaru może być wykorzystany obraz transmisyjny, odbiciowy lub oba naraz. Można zauważyć, że pomimo iż krawędzie struktur formujących siatkę dyfrakcyjną są zdefektowane, obraz interferencyjny jest bardzo wyraźny. Dzieje się tak na skutek zachowania dobrej powtarzalności stałej siatki na dużej powierzchni. Defekty powstałe podczas produkcji siatek nie wpływają zatem na położenie prążków i jedynie mogą prowadzić do nieznacznego rozproszenia światła, zmieniając wartość natężenia sygnału tła, co nie wpływa na pomiar.

Na podstawie odległości pomiędzy prążkami interferencyjnymi zarejestrowanymi przed i po zdeformowaniu czujnika, wyznaczyć można składowe względne odkształcenia ( $\varepsilon_x = \Delta x/x_0$ ,  $\varepsilon_y = \Delta y/y_0$ ) badanego materiału, w dwóch prostopadłych do siebie kierunkach: x (w poziomie) oraz y (w pionie). Na podstawie takiego pomiaru można następnie wyznaczyć wartość współczynnika Poissona  $\mu_s = -\varepsilon_x/\varepsilon_y$ .

W przypadku gdy znane są wartości modułu Younga mierzonego materiału, czujnik umożliwia również pomiar mechanicznych naprężeń w zakresie odkształceń sprężystych.

Celem rozwiązania według wynalazku jest wprowadzenie dla opisanej wyżej znanej metody pomiaru odkształceń – dodatkowej możliwości wyznaczania granicy wytrzymałości i stopnia spękania materiału przy bezkontaktowym wyznaczaniu granicy plastyczności materiałów cienkowarstwowych stosowanych w szczególności w elastycznych układach elektronicznych.

Według wynalazku, sposób obejmuje zatem najpierw wyznaczanie stopnia odkształcenia materiału podłoża metodą interferometrii optycznej, w którym wiązkę światła z lasera kieruje się na próbkę badanego materiału, na powierzchni którego umieszczona jest siatka dyfrakcyjna stanowiąca sensor. Wiązka tego światła przechodzi również przez cienką warstwę badanego materiału, umieszczonego na przeciwnej do siatki powierzchni elastycznego podłoża. Światło przechodzące przez próbkę kieruje się

do matrycy światłoczułej rejestrującej obraz interferencyjny, na podstawie którego wyznacza się składowe względne odkształcenia ( $\varepsilon_x$ ,  $\varepsilon_y$ ) badanego materiału.

Istota rozwiązania według wynalazku polega na tym, że następnie dokonuje się pomiaru natężenia wiązki, odpowiadającej prążkowi interferencyjnemu zerowego rzędu, przechodzącej przez badany materiał przed i po odkształceniu, wprowadzając modulację pierwotnej wiązki lasera periodyczną funkcją o zadanej częstotliwości, która pozwala w torze detekcyjnym uzyskać sygnał niezależny od zewnętrznych czynników zakłócających, następnie zmiennoprądowy sygnał z detektora wzmacnia się i filtruje z zastosowaniem filtra Fouriera lub wzmacniacza fazoczułego, a następnie sygnał przekazuje się do rejestratora danych, przy czym podczas pomiaru obniża się intensywność centralnego prążka interferencyjnego padającego na matrycę światłoczułą kierując za pomocą półprzepuszczalnego lustra prążek centralny bezpośrednio do fotorejestratora, w wyniku czego otrzymuje się dane o zmianach intensywności światła przechodzącego przez próbkę. W wyniku zastosowania powyższych etapów pomiaru uzyskuje się identyfikację granicy wytrzymałości badanego materiału.

Następnie dla pozostałej warstwy badanego materiału z mikropęknięciami wyznacza się sumaryczne pole przekroju pęknięć w odniesieniu do powierzchni określonej przekrojem wiązki lasera, w wyniku czego otrzymuje się parametr stopnia spękania badanego materiału.

W każdym z etapów pomiaru stosuje się jako sensor siatkę dyfrakcyjną, którą stanowi element odkształcalny.

Rozwiązanie według wynalazku przedstawione jest poniżej, z odwołaniem do rysunków, na których poszczególne figury przedstawiają:

- fig. 1 – schemat znanego układu pomiarowego z zastosowaniem optycznego czujnika odkształceń,
- fig. 2 – przykładowe wyniki przeprowadzonego znaną ze stanu techniki metodą pomiaru składowych odkształceń  $\varepsilon_x, \varepsilon_y$  oraz współczynnika  $\nu$  z zastosowaniem optycznego czujnika; pomiar wykonany był dla folii polimidowej, a uzyskana wartość współczynnika Poissona wyniosła  $\mu_s = 0,38 \pm 0,08$ ,
- fig. 3 – schemat układu do pomiaru sposobem według wynalazku,
- fig. 4 – schemat próbki zintegrowanej z optycznym czujnikiem odkształceń do wyznaczania granicy wytrzymałości w testach na rozciąganie sposobem według wynalazku,
- fig. 5 – przykładowe wyniki pomiaru sposobem według wynalazku.

Sposób według wynalazku pozwala na wyznaczenie granicy wytrzymałości materiału, czyli odkształcenia, przy którym w badanym materiale pojawiają się mikropęknięcia. Polimerowe podłoże jest bardziej elastyczne od warstwy badanego materiału, takiego jak na przykład cienka metaliczna warstwa. Dlatego pęknięcia podczas rozciągania pojawiają się tylko w warstwie badanego materiału.

Do wyznaczenia granicy wytrzymałości materiału oprócz danych uzyskanych z obrazu interferencyjnego ( $\varepsilon_x$ ,  $\varepsilon_y$ ,  $\mu_s$ ) potrzebny jest pomiar natężenia wiązki ( $I$ ) przechodzącej przez mierzony materiał przed i po odkształceniu. W tym celu została wprowadzona modulacja wiązki lasera. Pozwala to w torze detekcyjnym uzyskać sygnał niezależny od zewnętrznych czynników zakłócających (na przykład zmiany warunków oświetlenia w pomieszczeniu lub zmiany nasłonecznienia za oknem).

Układ pomiarowy wyposażony został w półprzepuszczalne lustro pokazane na fig. 3. Położenie lustra dobrane jest tak, by odbijało ono w kierunku fotodetektora centralny ( $n = 0$ ) prążek interferencyjny. Natężenie centralnego prążka jest znacznie większe od natężenia maksimów interferencyjnych wyższych rzędów ( $n = 1, 2, 3, \dots$ ), i może lokalnie uszkodzić matrycę światłoczułą. Dlatego jedną z funkcji lustra jest obniżenie jasności centralnego prążka interferencyjnego padającego na matrycę. Dodatkowo obniżenie intensywności prążka zerowego rzędu w stosunku do maksimów ugiętych pod wyższymi kątami pozwala na zawężenie zakresu natężeń rejestrowanych przez matrycę, co usprawnia rejestrację obrazu interferencyjnego.

Drugą funkcją lustra jest kierowanie części lub całości wiązki przechodzącej przez siatkę bez ugięcia na fotodetektor, służący do odczytu intensywności wiązki przechodzącej przez czujnik. Intensywność ta rejestrowana jest w torze pomiarowym schematycznie przedstawionym na rysunku fig. 3. Duża dokładność pomiaru natężenia wiązki zapewniona jest poprzez modulację pierwotnej wiązki lasera periodyczną funkcją o zadanej częstotliwości  $f_0$ , która pozwala w torze detekcyjnym uzyskać sygnał niezależny od zewnętrznych czynników zakłócających. Dzięki niej można wyeliminować zakłócenia pochodzące od zewnętrznych źródeł światła, takich jak oświetlenie w pomieszczeniu lub rozproszone światło od innych urządzeń.

Zmiennoprądowy sygnał z detektora jest wzmacniany i filtrowany z zastosowaniem filtra Fouriera lub wzmacniacza fazo-czułego (Lock-In), a następnie przekazywany do rejestratora danych. Warto zaznaczyć, że podczas deformacji siatki położenie prążka centralnego nie zmienia się, co umożliwia ciągły monitoring intensywności prążka centralnego bez potrzeby przesuwania lustra podczas pomiaru.

W celu określenia granicy wytrzymałości materiału na jedną stronę polimerowego podłoża nanoszona jest siatka dyfrakcyjna optycznego czujnika deformacji, a na przeciwną cienka warstwa badanego materiału. Przekrój takiego układu schematycznie przedstawiono na fig. 4. Natężenie wiązki światła przechodzącej przez taki układ możemy opisać wzorem:

$$\frac{I_{\varepsilon}}{I_{\varepsilon=0}} = \frac{S_s + S_f e^{-\chi_f d_f (1+\mu_f \varepsilon)}}{S_s + S_f e^{-\chi_f d_f}} e^{-\chi_s d_s \mu_s \varepsilon} \quad (1)$$

gdzie:  $\varepsilon$  – odkształcenie względne w kierunku rozciągania próbki;  $I_{\varepsilon}$  – natężenie wiązki przechodzącej przez badaną próbkę, zmierzone dla zadanej wartości  $\varepsilon$ ;  $I_{\varepsilon=0}$  – początkowa wartość natężenia  $I_{\varepsilon}$  wyznaczona dla niezdeformowanej próbki ( $\varepsilon = 0$ );  $S_f$  – pole powierzchni próbki przykrytej warstwą badanego materiału;  $S_s$  – sumaryczne pole powierzchni pęknięć w warstwie badanego materiału;  $d_f$  oraz  $d_s$  – początkowe grubości badanej warstwy (indeks  $f$ ) oraz polimerowego podłoża (indeks  $s$ ) wyznaczone dla niezdeformowanej próbki;  $\mu_f$  oraz  $\mu_s$  – liczba Poissona warstwy i podłoża odpowiednio;  $\chi_f$  oraz  $\chi_s$  – współczynniki absorpcji warstwy oraz podłoża.

W przypadku małych odkształceń, poniżej granicy wytrzymałości materiału, warstwa badanego materiału nie ma pęknięć ( $S_s = 0$ ), a wzór (1) upraszcza się do postaci:

$$\frac{I_{\varepsilon}}{I_{\varepsilon=0}} = e^{-(\chi_s d_s \mu_s + \chi_f d_f \mu_f) \varepsilon} \quad (2)$$

Można go również zlinearyzować do postaci:

$$\ln\left(\frac{I_{\varepsilon}}{I_{\varepsilon=0}}\right) = -(\chi_s d_s \mu_s + \chi_f d_f \mu_f) \varepsilon \quad (3)$$

Przykładowe wyniki pomiaru powyższej wielkości dla warstwy bizmutu o grubości 50 nm przedstawiono na fig. 5 – wyniki pomiaru natężenia wiązki światła ( $\lambda = 650$  nm, moc użytej diody laserowej  $P = 1$  mW) przepuszczonej przez układ warstwa-podłoże przedstawione w postaci  $\ln(I_{\varepsilon}/I_{\varepsilon=0}) = f(\varepsilon)$ . Pomiar wykonano dla warstwy bizmutu o grubości 50 nm osadzonej na poliimidowym podłożu o grubości 12,7  $\mu\text{m}$ . Punktami zaznaczono dane pomiarowe a liniami dopasowanie.

Dla danych przedstawionych na wykresie można wyróżnić dwa obszary: początkowy, gdzie z uwagi na brak pęknięć obserwujemy liniowy przebieg zgodny z równaniem (3) oraz zakres nieliniowy opisywany równaniem (1). Wyraźne zagięcie przebiegu widoczne na wykresie dla  $\varepsilon = 1,6\%$  określa granicę wytrzymałości materiału i wyznacza odkształcenie, przy którym w warstwie powstają pęknięcia. Wartość ta została zweryfikowana za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej, gdzie dla warstw bizmutu o grubości 50 nm powstanie wyraźnych mikropęknięć było obserwowane po przekroczeniu odkształcenia ( $\varepsilon = 1,6\%$ ).

Przedstawiony wynalazek pozwala na prowadzenie pomiarów dla odkształceń przekraczających granicę wytrzymałości. Pomiaru takie pozwalają na ilościowe określenie stopnia zniszczenia materiału. W tym celu dla warstwy z mikropęknięciami należy wyznaczyć stosunek parametru  $S_s$  określającego sumaryczne pole przekroju pęknięć do pola powierzchni  $S$  określonego przekrojem wiązki lasera. Stosunek ten może być traktowany ja ko miara stopnia zniszczenia materiału i może posłużyć do ilościowej analizy mikropęknięć. Z modelu optycznego wynika, że jego wartość można wyznaczyć jako:

$$\frac{S_s}{S} = \left( 1 + e^{\chi_f d_f} \left( \frac{e^{\chi_f d_f \mu_f \varepsilon} - 1}{\frac{I_\varepsilon}{I_{\varepsilon=0}} e^{(\chi_f d_f \mu_f + \chi_s d_s \mu_s) \varepsilon} - 1} - 1 \right) \right)^{-1} \quad (4)$$

W przypadku jednorodnej wiązki lasera o średnicy  $D$  wartość  $S$  wyznacza się jako przekrój  $S = \pi D^2/4$ .

Przykładowe zastosowanie opisanej metody obejmuje testowanie materiałów cienkowarstwowych przeznaczonych do wykorzystania w elastycznych układach elektronicznych. Każdy tego typu materiał przed zastosowaniem w elektronice musi być sprawdzony pod kątem wytrzymałości na pęknięcia, które mogą powstać przy deformacji układów. Granica wytrzymałości determinuje maksymalne odkształcenie, któremu może podlegać układ podczas pracy i jest jednym z najważniejszych parametrów każdego giętkiego układu elektronicznego. Przedstawiona metoda zapewnia szybki, bezinwazyjny pomiar tego parametru, w warunkach pracy i z dużą dokładnością.

### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyznaczania granicy wytrzymałości i stopnia spękania materiału metodą interferometrii optycznej, przeznaczony do bezkontaktowego wyznaczania granicy plastyczności materiałów cienkowarstwowych stosowanych w szczególności w elastycznych układach elektronicznych, w którym wiązkę światła z lasera kieruje się na próbkę badanego materiału, na powierzchni którego umieszczona jest siatka dyfrakcyjna stanowiąca sensor, wiązka tego światła przechodzi również przez cienką warstwę badanego materiału, umieszczonego na przeciwnej do siatki powierzchni elastycznego podłoża, światło przechodzące przez próbkę kieruje się do matrycy światłoczułej rejestrującej w czasie rzeczywistym obraz interferencyjny powstający po przejściu światła przez próbkę, uzyskując dane z obrazu interferencyjnego na podstawie których wyznacza się składowe względne odkształcenia ( $\varepsilon_x$ ,  $\varepsilon_y$ ) oraz liczbę Poissona  $\mu$  badanego materiału, **znamienny tym**, że następnie dokonuje się pomiaru natężenia wiązki, odpowiadającej prążkowi interferencyjnemu zerowego rzędu, przechodzącej przez badany materiał przed i po odkształceniu, wprowadzając modulację pierwotnej wiązki lasera periodyczną funkcją o zadanej częstotliwości, która pozwala w torze detekcyjnym uzyskać sygnał niezależny od zewnętrznych czynników zakłócających, następnie zmiennoprądowy sygnał z detektora wzmacnia się i filtruje z zastosowaniem filtra Fouriera lub wzmacniacza fazoczułego, a następnie sygnał przekazuje się do rejestratora danych, przy czym podczas pomiaru obniża się intensywność centralnego prążka interferencyjnego padającego na matrycę światłoczułą kierując za pomocą półprzepuszczalnego lustro prążek centralny bezpośrednio do fotorejestatora, w wyniku czego otrzymuje się dane o zmianach intensywności światła przechodzącego przez próbkę i w wyniku zastosowania powyższych etapów pomiaru uzyskuje się identyfikację granicy wytrzymałości badanego materiału.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że dla warstwy badanego materiału z mikropęknięciami wyznacza się sumaryczne pole przekroju pęknięć w odniesieniu do powierzchni określonej przekrojem wiązki lasera, w wyniku czego otrzymuje się parametr stopnia spękania badanego materiału.
3. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że jako sensor stosuje się siatkę dyfrakcyjną stanowiącą element odkształcalny.

## Rysunki

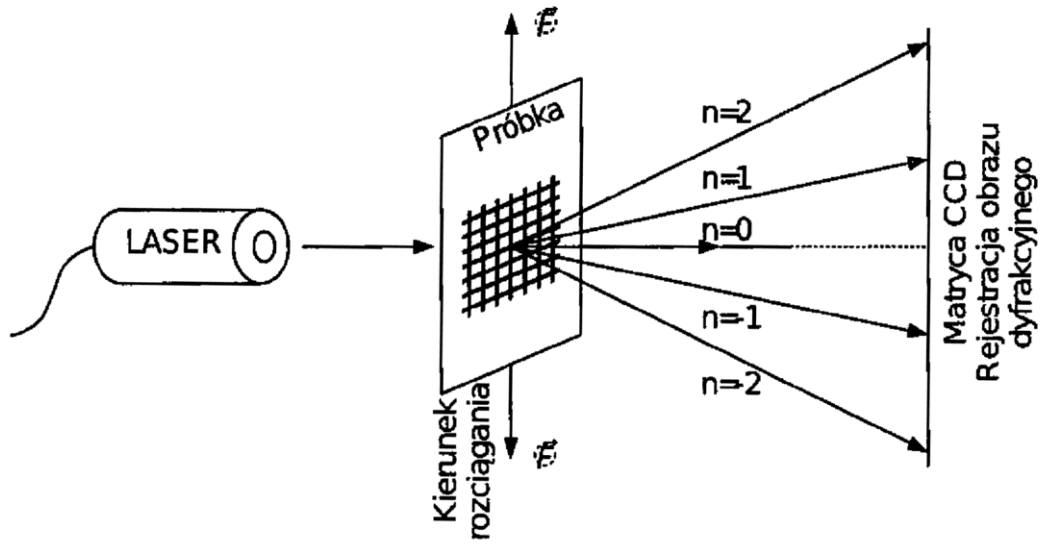


Fig. 1

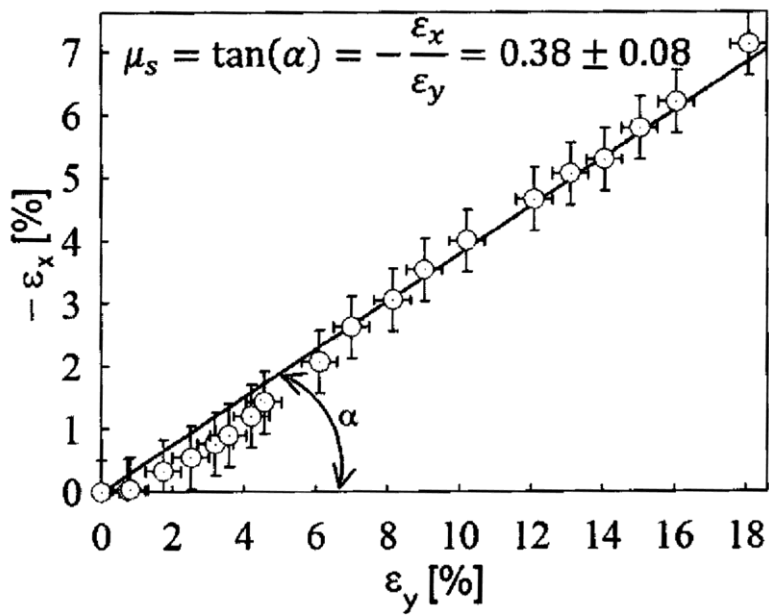


Fig. 2

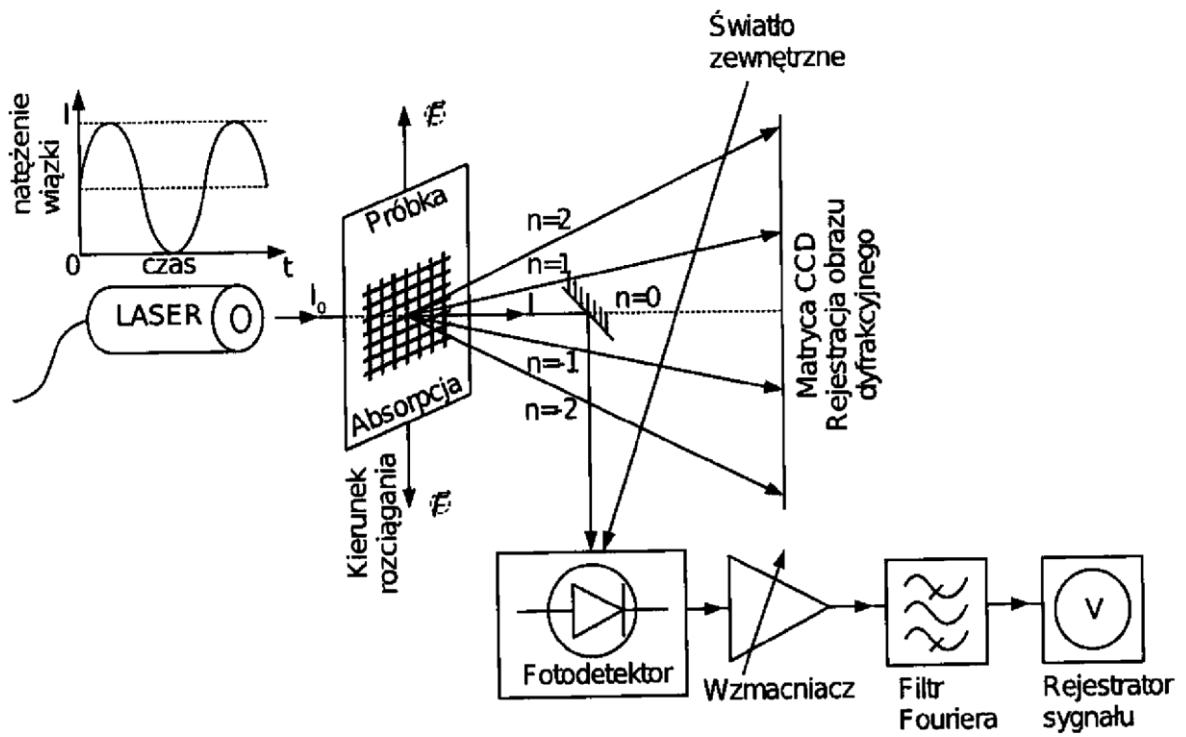


Fig. 3

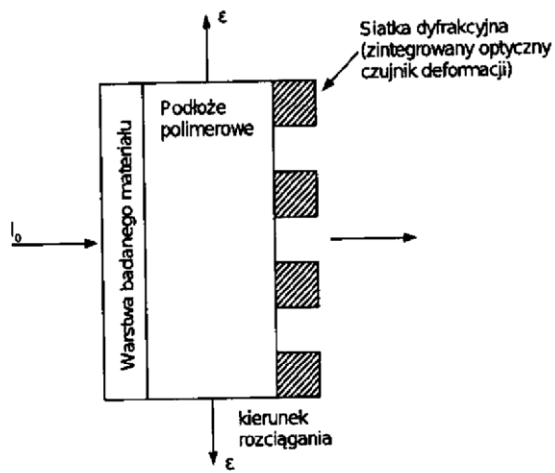


Fig. 4

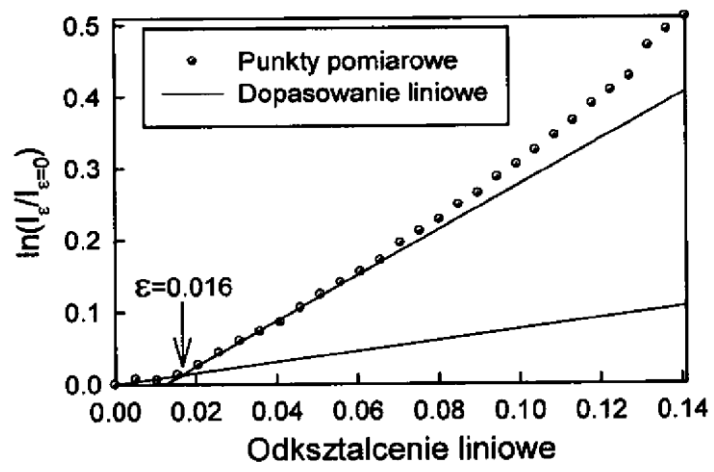


Fig. 5