Ryszard PAWLAK¹, Leszek KLIMEK², Ryszard KAWCZYŃSKI¹, Mariusz TOMCZYK¹, **Maria WALCZAK**¹ ¹POLITECHNIKA ŁÓDZKA, INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI TEORETYCZNEJ, METROLOGII I MATERIAŁOZNAWSTWA, Stefanowskiego 18/22, 90-924 Łódź,

²POLITECHNIKA ŁÓDZKA, INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ, Żwirki 36, 90-924 Łódź

Ocena dokładności pomiarów w mikrotechnologiach materiałowych

Dr hab. inż. Ryszard PAWLAK

Absolwent Politechniki Łódzkiej (1973 r.), aktualnie profesor nadzwyczajny, dyrektor Instytutu Elektro-techniki Teoretycznej Metrologii i Materiałoznawstwa PŁ. Kierownik grantów i autor zgłoszeń patentowych. Tematyka badawcza dotyczy inżynierii materiałowej na potrzeby elektrotechniki i elektroniki, ze szczególnym uwzględnieniem mikrotechnologii laserowych. Członek Sekcji Elektrotechnologii Komitetu Elektrotechniki PAN, Laser Institute of America, PTETiS i Photonics Society of Poland.

e-mail: rypawlak@matel.p.lodz.pl

Dr hab. inż. Leszek KLIMEK

Ukończył Wydział Mechaniczny Politechniki Łódzkiej w roku 1980. Aktualnie jest kierownikiem Zakładu Badań Materiałów Instytutu Inżynierii Materiałowej PL, na stanowisku profesora nadzwyczajnego oraz kierownikiem Zakładu Technik Dentystycznych Uniwersytetu Medycznego w Łodzi. Jest realizatorem i kierownikiem grantów z zakresu inżynierii materiałowej i inżynierii biomedycznej. Szczególnym obszarem zainteresowań są metody obróbki powierzchniowej materiałów potrzeby inżynierii biomedycznej. na

e-mail: kemilk@.p.lodz.pl

Dr inż. Ryszard KAWCZYŃSKI

Jest absolwentem Politechniki Łódzkiej, obecnie adiunktem w Instytucie Elektrotechniki Teoretycznej Metrologii i Materiałoznawstwa Politechniki Łódzkiej. Jest autorem kilkudziesięciu publikacji. Jego zainteresowania naukowe dotyczą metod pomiarowych właściwości materiałów elektrotechnicznych oraz parametrów funkcjonalnych miniaturowych elementów i podzespołów elektronicznych.

e-mail: ryszkaw@matel.p.lodz.pl

Streszczenie

Pomiar różnorodnych wielkości fizycznych, określających cechy materiałowe elementów, podlegających obróbce przestrzennej lub modyfikacji w wyniku oddziaływania wiązki laserowej jest trudny ze względu na mikroskopijne wymiary elementów finalnych. W artykule omówiono wybrane zagadnienia dokładności pomiarów w trakcie opracowywania nowej technologii w skali mikrometrowej (pomiary parametrów wiązki laserowej, określania właściwości strukturalnych i mikrotwardości jako wybranej cechy funkcjonalnej).

Słowa kluczowe: dokładność pomiarów, laserowe mikrotechnologie materiałowe.

Estimation of measurement accuracy in materials microtechnologies

Abstract

Majority of material technologies making use of a laser beam are microtechnologies in micrometer- or even nanoscale. Such technological processes, considering that the volume of materials undergoing modification or synthesis as a result of laser treatment is extreme small, are very difficult to control in real time ("on line"). Therefore, proper elaboration of the microtechnology in order to prevent a measurement of large number of parameters during its multiple reproduction is the task of great importance. Direct use of measuring methods for macroscopic material objects is not acceptable. Generally, there are not many sophisticated

Dr inż. Mariusz TOMCZYK

Ukończył studia na Wydziale Elektrotechniki i Elektroniki Politechniki Łódzkiej w 2000 r. Aktualnie jest adiunktem w Zakładzie Materiałoznawstwa i Elektrotechnologii. Jest autorem ponad 30 artykułów w czasopismach i materiałach konferencji krajowych i zagranicznych. Jego zainteresowania naukowe dotyczą modelowania i realizacji laserowych procesów technologicznych oraz wykorzystania zaawansowanych narzędzi informatycznych w technologiach materiałowvch.

e-mail: martom@matel.p.lodz.pl

Dr inż. Maria WALCZAK

Ukończyła studia na Wydziale Elektrycznym Politechniki Łódzkiej w zakresie Elektroniki. Jest adiunktem w Zakładzie Materiałoznawstwa i Elektrotechnologii Politechniki Łódzkiej (WEEIA). Jest autorką kilkudziesięciu referatów i artykułów do czasopism i materiałów konferencyjnych krajowych i zagranicznych. Zajmuje się modelowaniem i realizacją procesów związanych z technologiami i mikrotechnologiami laserowymi.



e-mail: mwalczak@matel.p.lodz.pl

measuring methods and systems for micro- or nanoscale. Problems of measurement accuracy are discussed in the paper. The authors tried to solve them during their research at different stages of new laser microtechnologies. The presented issues include measurements of selected laser beam parameters, structural evaluation, among other, electron microanalysis and some functional properties of elements produced by laser technology.

Keywords: measurements accuracy, materials laser microtechnologies.

1. Wstęp

Realizacja większości procesów technologicznych wymaga kontroli i regulacji dużej liczby parametrów, m.in. w celu zachowania odpowiednich standardów jakości wytwarzanych elementów

W tym zakresie szczególnie trudne okazuja się technologie inżynierii materiałowej, dla prowadzenia których niezbędne jest mierzenie wielu różnorodnych wielkości fizycznych. Pomiar tych wielkości jest na ogół trudny i nie może być przeprowadzony w czasie rzeczywistym ("on line"), z wykorzystaniem typowych metod pomiarowych. Szczególnego znaczenia nabiera zatem takie opracowanie technologii, by jej odtwarzanie było w możliwie małym stopniu zależne od pomiarów dużej liczby parametrów w trakcie realizacji. Bez watpienia niezwykle wyrafinowane zagadnienia pomiarowe ujawniają się w badaniach dotyczących inżynierii materiałowej w mikroskali. Do trudności, związanych z wielościa i różnorodnościa wielkości fizycznych wymagajacych mierzenia, dochodzą dodatkowe utrudnienia związane z wymiarami obiektów. W skali mikrometrowej lub submikrometrowej nie jest możliwe proste zastosowanie metod opracowanych do pomiaru właściwości obiektów materialnych makroskopowych, a specyficzne dla skali "mikro" lub "nano" metody na ogół nie istnieia.

Do ważnych i perspektywicznych technologii materiałowych należa mikrotechnologie laserowe. Wieloletnie doświadczenie badawcze w zakresie zastosowań technologicznych laserów w mikroskali skłania autorów do zaprezentowania zagadnień





pomiarowych związanych z opracowaniem podstaw tych technologii. Wszystkie przedstawione w referacie problemy pomiarowe pochodzą z badań własnych zespołu autorów. Dotyczą one kilku wybranych, znaczących etapów opracowania nowej mikrotechnologii, począwszy od pomiarów parametrów samego procesu mikroobróbki laserowej, poprzez zaawansowane badania struktury i pomiar wybranych właściwości funkcjonalnych uzyskanych elementów [1, 2, 3, 4, 5].

2. Dokładność pomiarów parametrów obróbki laserowej

Stosowanie laserów w mikroobróbce materiałów wymaga precyzyjnego określenia takich parametrów jak: moc (energia) promieniowania, czas trwania impulsu, powierzchniowej gęstości mocy (energii) itd. Wiele z tych parametrów zmienia się w trakcie procesu np. w wyniku zmian temperatury. Przykładem może być powtarzalność energii kolejnych impulsów laserowych. Zmiana temperatury powoduje deformację rezonatora optycznego i odkształcenia rdzenia ośrodka czynnego co w konsekwencji prowadzi do zmian energii kolejnych impulsów. Wykres stabilności energii impulsów lasera Nd:YAG: Kwant 15 przedstawiono na rysunku 1. W takim przypadku do opisu parametrów procesu posługujemy się wartościami uśrednionymi.



Rys. 1.Stabilność energii impulsów laserowychFig. 1.Stability of laser pulse energy

Bardzo ważnym parametrem podczas mikroobróbki jest rozkład gęstości mocy w przekroju poprzecznym wiązki. Rozkład ten zależy od konstrukcji rezonatora optycznego i może być jedno lub wielomodowy. Dla typowych rozkładów np. gaussowskiego obliczenie dokładnej wartości mocy nie jest trudne. Zazwyczaj jednak mamy do czynienia z nierównomiernymi rozkładami wielomodowymi. W takim przypadku założenia do modelowania procesu mają charakter szacunkowy. Rozkłady temperatur na powierzchni materiału w zależności od poprzecznej gęstości mocy przedstawiono na rysunku 2 [4].

W laserowych procesach technologicznych o charakterze termicznym bardzo ważne znaczenie ma sprzężenie energetyczne wiązki z powierzchnią metalu. W trakcie oddziaływania wiązki laserowej tylko część energii zostaje pochłonięta przez materiał. Współczynnik absorpcji przede wszystkim zależy od rodzaju materiału oraz długości fali promieniowania laserowego. Absorpcja zależy ponadto od temperatury, struktury powierzchni, poprzecznego rozkładu gęstości mocy, ciśnienia oraz wielu czynników które ulegają zmianie w trakcie oddziaływania. W procesach, w których dochodzi do przetopu materiału, absorpcja zmienia się w wyniku zmiany stanu materii.



- Rys. 2. Rozkład temperatury na powierzchni metalu w wyniku oddziaływania wiązki laserowej o różnej strukturze modowej: a) wiązka jednomodowa TEM₀₀ b) wiązka wielomodowa TEM_{m,n}
- Fig. 2. Temperature distribution on metal surface due to treatment of laser beam of different mode-structure: a) single-mode laser beam TEM_{00} b) multi-mode laser beam $TEM_{m,n}$

a)

b)

- Rys. 3. Przekrój metalograficzny spawanych laserowo połączeń drutowych Ni-Mo: a) spoina głęboka, b) spoina płytka
- Fig. 3. Metallographic section of laser welded joints of Ni-Mo wires: a) deep joint; b) shallow joint

Określenie, także na etapie modelowania procesu, optymalnych parametrów wiązki laserowej ma niezwykle istotne znaczenie, wpływa bowiem nie tylko na geometryczne wymiary przetapianych obszarów, ale również na ich strukturę. Przykładem mogą być przedstawione na rysunku 3 przekroje metalograficzne laserowo spawanych mikropołączeń nikiel-molibden. Dla dużych gęstości mocy (rys. 3a) na dnie spoiny tworzą się wysokorezystywne obszary fazy ε zawierające 90% Mo. Połączenia z małą głębokością przetopu (niska wartość powierzchniowej gęstości mocy) (rys. 3b) charakteryzują się obszarami o małej zawartości molibdenu. Występują tu głównie fazy α i β o małej rezystywności. Te cechy struktury w decydujący sposób determinują rezystancję połączenia [3,5]. Znaczenie dokładności określania parametrów energetycznych wiązki laserowej i jej wpływu na skutki oddziaływania przedstawiono na przykładzie laserowego spawania połączeń elektrycznych. Wyniki modelowania oraz badania doświadczalne [4] rezystancji połączeń laserowych taśmy Ni o grubości 250 µm i szerokości 1.5 mm z taśmą molibdenową o grubości 500 µm i szerokości 1.5 mm pokazano w tab. 1.

 Tab. 1.
 Wartość rezystancji połączenia "taśma Ni-taśma Mo" spawanego wiązką laserową

Tab. 1.	Resistance value of the laser beam welding joint between band N
	and band Mo

Głębokość spoiny μm	Konduktywność obszarów połączenia MS/m	Rezystancja połączenia m Ω
500	2.86/1.43	0.240
350	5.02/2.35	0.137
275	5.02/2.35	0.099

3. Dokładność w pomiarach strukturalnych

Mikroanaliza rentgenowska jest metodą pozwalającą na określanie składu chemicznego materiałów w mikroobszarach. W połączeniu z elektronową mikroskopią skaningową jest często wykorzystywana w badaniach materiałowych. Możliwa jest zarówno analiza jakościowa (określenie pierwiastków występujących w badanym materiale), jak i ilościowa (pozwalająca na określenie procentowej zawartości każdego z nich). Najistotniejsze przyczyny błędów towarzyszących mikroanalizie rentgenowskiej przedstawiono poniżej.

4. Przyczyny błędów w jakościowej mikroanalizie rentgenowskiej

Mikroanaliza rentgenowska opiera się na zjawisku powstawania charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego wzbudzanego wiązką elektronów pierwotnych. Z rysunku 4 widać, że mimo iż średnica wiązki elektronów jest rzędu nanometrów, samo zjawisko wzbudzenia zachodzi w obszarze, którego średnica i głębokość jest zdecydowanie większa (rzędu mikrometrów). Obszar wzbudzenia zależy od napięcia przyspieszającego elektrony oraz od rodzaju materiału (pierwiastki lekkie, czy ciężkie).





Elektrony wtórne lub wstecznie rozproszone, odpowiedzialne za powstanie obrazu, pochodzą z obszaru wielokrotnie mniejszego (kilkudziesięciu nanometrów). Nie można zatem dokonać dokładnej analizy składu chemicznego obiektów o wymiarach mniejszych niż kilka mikrometrów. Przy obiektach mniejszych analiza zawsze będzie obejmować obszar sąsiadujący o odmiennym składzie. Ponadto obszar obserwowany w mikroskopie SEM nie pokrywa się z obszarem analizowanym, co jest konsekwencją różnej wielkości obszarów wzbudzenia charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego i elektronów wtórnych lub wstecznie rozproszonych (rys. 4).

Dla uzyskania możliwie największej wiarygodności wyników wybrany do mikroanalizy obszar powinien być większy od krytycznego, a analizę punktową należy prowadzić z dala od granic międzyfazowych. Należy również uwzględnić, że informacje uzyskane na podstawie analizy jednego punktu nie są miarodajne.



- Rys. 5. Błędy mikroanalizy chemicznej obszar analizowany inny niż obserwowany w mikroskopie: a) obszar w pobliżu granicy ziaren; b) obszar analizy większy od analizowanego obiektu
- Fig. 5. Errors in electron microanalysis the analyzed area different from the one visible on the microscope screen: a) area close to the grain boundary; b) the analyzed area bigger than the analyzed object

Problem pokazany na rys. 5a ma również miejsce podczas analizy warstw cienkich. Może wówczas dojść do "przebicia" warstwy przez wiązkę elektronów. W takim przypadku oprócz sygnału z warstwy uzyskamy również sygnał od materiału podłoża, na które nałożono badaną warstwę. Kolejną przyczyną powstawania błędów może być nieodpowiednie przygotowanie próbek. Może wówczas dochodzić do wprowadzenia do badanej próbki materiałów używanych do wykonywania zgładów metalograficznych (szlifierskich, polerskich, odczynników trawiących). Wymienione powyżej czynniki mogą powodować, że w wyniku mikroanalizy pojawią się pierwiastki, które w rzeczywistości nie występują w badanym obszarze.

5. Przyczyny błędów w ilościowej mikroanalizie rentgenowskiej

Podczas wykonywania analiz ilościowych oprócz wymienionych wcześniej problemów pojawiają się jeszcze inne. Analizy te są analizami porównawczymi. Oznacza to, że otrzymane widmo jest porównywane z widmem wzorcowym, uzyskanym w takich samych warunkach. Utrzymanie takich samych warunków analizy jest czesto trudne do zrealizowania. Szczególnie dotyczy to warunków prądowo napięciowych, ponieważ elektronowe mikroskopy skaningowe, współpracujące z przystawkami do mikroanalizy, z reguły nie mają odpowiedniej stabilizacji tych parametrów. Innym problemem pojawiającym się podczas analizy ilościowej jest właściwy dobór napięcia przyspieszającego w celu wzbudzenia odpowiednich pierwiastków. Przyjmuje się, że powinno ono być 2 – 3 razy większe od energii wzbudzenia. Biorąc pod uwagę, że napięcia te mogą wynosić od kilkuset eV (pierwiastki lekkie) do kilkunastu, a nawet kilkudziesięciu keV (pierwiastki ciężkie), dla wielu kombinacji pierwiastków spełnienie tego warunku jest trudne lub wręcz niemożliwe. Przy analizie ilościowej występują dodatkowe wymagania, jak zachowanie prostopadłości badanej powierzchni do osi optycznej mikroskopu i gładkość powierzchni preparatu. Wszelkie odchylenia od tych wymagań powodują zmianę liczby fotonów promieniowania docierających do detektora, co oczywiście prowadzi do zafałszowania wyników.

Oddzielnym zagadnieniem jest zdolność rozdzielcza detektora mieszcząca się w zakresie 90 – 130 eV. Może ona doprowadzić do trudności z rozdzieleniem, leżących blisko siebie, linii pochodzących od różnych pierwiastków. Z częściej spotykanych są to: O $K\alpha - V K\alpha$, $Si K\alpha - W M\alpha - Ta - M\alpha - Rb M\alpha$, $S K\alpha - Mo L\alpha - Pb$ $M\alpha$. Konsekwencją trudności w rozróżnieniu linii może być błędne oznaczenie pierwiastków, jak i błędna analiza ilościowa.

6. Pomiar parametrów funkcjonalnych produktów mikrotechnologii laserowych

W laserowych procesach technologicznych w skali mikrometrowej są obrabiane, modyfikowane lub nawet syntezowane różnorodne materiały: metale i tworzywa metaliczne, ceramika i szkło, półprzewodniki, dielektryki, w tym tworzywa polimerowe. W zależności od przeznaczenia produkty mikrotechnologii materiałowych powinny odznaczać się określonym zespołem właściwości funkcjonalnych. Problemy związane z dokładnością określenia tych właściwości zostaną pokazane na przykładzie pomiaru mikrotwardości.

Pomiar mikrotwardości jest jedną z metod oceny zmian własności mechanicznych materiału, np. w wyniku laserowego przetapiania warstwy wierzchniej metalu lub jej domieszkowania. Takie mikrotechnologie badano i rozwijano m.in. w celu uzvskania materiałów stykowych o zwiększonej odporności erozyjnej [2, 6]. Pomiar mikrotwardości ma także istotne znaczenie dla oceny właściwości wytrzymałościowych mikropołaczeń spawanych laserem. Problem ten ujawnił się m.in. podczas opracowania laserowej technologii montażu wyprowadzeń drutowych w półprzewodnikowych przyrządach mocy [3, 4, 5]. Wzrost mikrotwardości warstwy zmodyfikowanej w stosunku do mikrotwardości materiału wyjściowego oznacza powstanie nowych, twardych faz struktury, wiąże się także ze wzrostem dyslokacji, naprężeń mechanicznych i rezystywności metalu. Pomiar mikrotwardości materiałów poddanych obróbce laserowej utrudniają ograniczone rozmiary obszarów modyfikowanych (grubość warstwy rzędu 200 – 300 µm) i konieczność zachowania minimalnej odległości pomiedzy odciskami pomiarowymi (równej co najmniej trzem przekątnym odcisku). Z powyższych wymagań wynika ograniczona liczba odcisków pomiarowych. Dodatkowe źródła błędów pomiarowych stanowia: odczyt siły ze skali mikrotwardościomierza z dokładnością 0.5 kreski skali, zarówno podczas skalowania przyrządu jak i pomiarów oraz niepewność co do uniknięcia naprężeń po obróbce mechaniczno- chemicznej próbki.



- Rys. 6. Błędy względne pomiaru mikrotwardości w funkcji siły nacisku wglębnika; wartości: --- średnia; ♦ maksymalna; ■ minimalna, ▲ - odchylenie względne skalowania przyrządu
- Fig. 6. Relative errors of microhardness measurement vs. load of Vickers indenter; values: --- average; ◆ maximum; ■ minimum, ▲ - relative deviation of apparatus calibration

Błędy pomiarowe występują już na etapie skalowania mikrotwardościomierza. Pomiary siły nacisku wykazały, że największe błędy względne pomiarów (ok. 3%) występują dla małych wartości siły nacisku wgłębnika Vickersa (piramida diamentowa) (rys. 2), pojawiają się zatem ograniczenia odnośnie wyboru odpowiedniej siły nacisku.



Rys. 7. Pomiar mikrotwardości w laserowej spoinie punktowej o złożonej i rozdrobnionej strukturze

Fig. 7. Measurement of microhardness in a laser welded joint of fine and diverse structure

Badania mikrotwardości warstw przetapianych lub domieszkowanych laserowo wykazują istnienie różnych faz o rozmiarach porównywalnych lub mniejszych niż rozmiar odcisku zapewniający wiarygodność pomiaru (rys. 7).

Jak wynika z powyższych rozważań w celu zachowania dobrej wiarygodności siła nacisku wgłębnika powinna być nie mniejsza niż 0.39 N, wówczas błędy pomiarów mikrotwardości zasadniczo nie przekraczają 1%. Aby zaobserwować tendencje zmiany parametrów materiałowych w wyniku mikroobróbki laserowej, przy zachowaniu dostatecznego poziomu ufności, konieczne jest wykonanie wielu próbek w identycznych warunkach procesu. Występuje jednakże wtedy problem powtarzalności warunków obróbki (omówiony powyżej), jak i rozróżnienia rodzajów faz istniejących w warstwie modyfikowanej (rys. 7).

7. Wnioski

W artykule wskazano na istotne trudności pomiarowe występujące podczas opracowania mikrotechnologii materiałowych z wykorzystaniem wiązki laserowej. Głównymi przyczynami niedostatecznej dokładności pomiarów zarówno parametrów procesu technologicznego, jak i właściwości strukturalnych, a także cech funkcjonalnych uzyskanych produktów, są mikrometrowe wymiary elementów. Nawet metody predestynowane do pomiarów w mikroskali, jak mikroanaliza rentgenowska, pomiar mikrotwardości, czy wykonywane przy zastosowaniu technik mikroskopowych pomiary właściwości elektrycznych nie zapewniają najwyższej dokładności.

8. Literatura

- Pawlak R., Kostrubiec F., Walczak M., Tomczyk M., Problems of precise laser microalloying and microremelting in submilimeter scale, 11th NOLAMP Conference in Laser Processing of Materials, Acta Universitatis Lappeenrantaesis, 273, 2007.
- [2] Pawlak R., Gawroński Z., Gasser A., Wissenbach K., Non-equilibrium solidification by laser surface alloying of molybdenum with nickel: structure and properties of alloyed layers, Journal of Materials Science, Chapman & Hall vol.36, 2001, pp.3261-3271.
- [3] Kostrubiec F., Lisik Z., Pawlak R., Jakubowska K., Korbicki A.: New laser technology for wire bonding in power devices, Microelectronics Journal, Elsevier, vol.32, 2001, pp.543-546.
- [4] Pawlak R., Walczak M.: Mikropołączenia elektryczne spawane laserem - modelowanie rezystancji, Prace Nauk. Inst. Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Polit. Wr. Nr 38, seria : Konf. nr 13, Postępy w elektrotechnologii V, 2003, s. 299-306.
- [5] Tomczyk M., Analysis of thermo kinetic processes in laser bonding, conducting great electric current density, Z. Nauk. Polit. Łódzkiej, nr 117, 2009, str. 55-60.
- [6] Kostrubiec F., Walczak M., Thermal stresses in the tungsten and molybdenum surface layer following laser treatment", Journal of Materials Science Letters Chapman & Hall 13, 1994, str.34-36.

otrzymano / received: 19.06.2010 przyjęto do druku / accepted: 01.09.2010