EAN '94

32th Conference of Experimental Stress Analysis
32. konference o experimentální analýze napět
30. 5. - 2. 6. 1994 VŠST Liberec Czech Republic

EXPERIMENTAL METHODS OF STRAIN MEASUREMENTS IN MICROSTRUCTURES

EXPERIMENTÁLNÍ METODY STUDIA PŘETVOŘENÍ V MIKROSTRUKTURÁCH

Berka L., Sova M.

Abstract Many today technological elements have dimensions of microscale character, where mechanical means of measurements are still unfit for use. Microscopic methods based on different physical principles are useful in these cases. Measurement of strains represent a special problem where microscope is a part of a system only. The paper gives a short survey of this field where application of three basic principles.

Úvod. Studium materiálových struktur bylo vždy spojeno s vývojem mikroskopické techniky optickou počínaje. Se zřetelem k účelu mělo její dosavadní použití převážně kvalitativní charakter a teprve široký rozvoj mikrotechniky a mikrotechnologií způsobil, že začal rozvoj měřících metod potřebných ke stanovení nejen absolutních rozměrů, ale i relativních délkových změn - deformací. V jejich stanovení existuje však i "jistá" hranice oddělující mechaniku pevných látek od vědy o materiálu. Na rozdíl od deformace fyzikálních struktur (atomárních či molekulárních) [1,2], kde se jedná o změnu vzdáleností mezi atomy, jsou předmětem našeho studia systémy sestávající z mechanických částic vzniklých jak segregací tak agregací [3,4]. Příbuznost problému je proto důvodem, abychom se úvodem zmínili i o fyzikálních metodách studia struktur a přetváření.

Fyzikální struktury. Východiskem ke studiu atomové mřížky bylo použití rentgenové difrakce a transmisní elektronové mikroskopie. Za dobu posledních dvou desetiletí vznikly jak modifikace a technická zdokonalení předcházejících metod, tak i metody nové. Je to jednak neutronová difrakce, používající tentýž princip jako difrakce rentgenová, mající však, díky průchodu paprsku i dosti tlustým vzorkem, specifické možnosti. Zcela novými možnostmi se vyznačuje zejména tunelovací mikroskopie, jež umožňuje zobrazit průběh potenciálu atomových sil na povrchu látky. Snímáním změn potenciálu v rastrovacím režimu obdrží se za použití počítačové analýzy jejich průběh, jejž lze zaznamenat analogově nebo digitálně. Výhodou uvedené

metody je relativní jednoduchost jejího použití, jelikož nevyžaduje umístění vzorků ve vakuu [5].

Struktury mechanických částic. Mikrointerferometrie. Aktuálním problémem experimentální analýzy přetvoření materiálových struktur je nehomogenita deformací na úrovni jejich složek majících lineární rozměry v rozsahu 5 - 500 mikrometrů. V technologických aplikacích (kupř. deformace mikroelektronických součástek) se opět jedná o deformaci prvků s rozměry přibližně stejného rozsahu, u nichž již nelze k měření deformací použít mechanické nebo odporové snímače. Jediným prostředkem měření deformací jsou pak optické metody použité v kombinaci s optickou nebo rastrovací elektronovou mikroskopií. Široké uplatnění zde nacházejí zejména interferenční metody typu Moiré umožňující získat obraz deformace v reálném čase [6,7]. Za referenční rastr se použije řádkování televizní obrazovky, s níž interferuje obrazový rastr, jímž je opatřen povrch vzorku. Jelikož dnešní rastrovací elektronové mikroskopy jsou již vybaveny i systémy obrazové analýzy s patřičným softwarem, pro použití k Moiré analýze je nutné ještě je doplnit deformačním adaptérem umístěným ve vakuové komoře mikroskopu a zkoumaný vzorek opatřit rastrem potřebné hustoty, t.j. 300 až 400 čar na milimetr. K získání adapteru i nanesení rastru je třeba navázat spolupráci se specializovanými pracovišti. Rastr je možné vytvořit metodami světelné a elektronové litografie, ale i mechanickým rytím.

Při použití optické mikroskopie nalézají uplatnění i další interferenční metody jako je metoda kaustik, specle interferometrie a holografie, případně jejich kombinace. Příklad takovéhoto systému ukazuje schéma, jejž navrhli a realizovali C.A. Sciammarella a G. Bhat [8]. Výhodou interferenčních metod je, že poskytují globální obraz o průběhu měřených veličin v určité oblasti, i když určení jejich lokálních hodnot má za následek nižší přesnost měření.

Mikrofotogrammetrie. Dalším optickým principem, jejž lze užít k měření přetvoření mikroobjektů, je umělý stereoskopický vjem. Ten dává možnost prostorové rekonstrukce objektu ze dvojice stereoskopických snímků. Snímky musejí být pořízeny současně, technicky "identickými" a stejně orientovanými měřickými komorami, umístěnými na konstantní délkové bázi. Dvojici stereoskopických snímků je také možno pořídit metodou časové základny, jež se často používá v tzv. netopografické fotogrammetrii. Snímky se pořídí následně jednou komorou v časovém intervalu, v jehož průběhu dochází ke změně polohy nebo deformaci objektu. Výhodou je, že snímky jsou pořizovány toutéž komorou, avšak při manipulaci s ní - výměna kazet - je třeba dbát, aby nedošlo ke změně její polohy. Z uvedeného jsou patrny široké možnosti pro využití této metodiky, jež je podmíněno existencí odpovídajících fotokomor se záznamem na skleněné desky, jež zajišťují teplotní stabilitu snímků. Z popisu vyhodnocení je dále patrno, že tento postup je na rozdíl od interferenční metody ryze lokální a vychází z rekonstrukce souřadnic jednotlivých bodů. Z nich pak postupným proměřováním souřadnic sousedních bodů umožňuje určení přetvoření celého objektu.

Použití této metody k analýze deformací mikrostruktur a mikroobjektů je podmíněno pořízením kvalitních mikroskopických snímků povrchu vzorku [3,9]. Podle požadavků může být povrch opracován buď leštěním nebo leptáním a dále opatřen mřížkou či bodovým polem. Leptaný povrch může být použit při studiu defoeqwmcí materiálových struktur, pokud jeho obraz má potřebnou morfologii, rozlišení a kontrast. Mřížky mohou být použity jak na leštěném tak i na leptaném povrchu. Aby byla využita vysoká přesnost stereokomparátoru jsou nároky na jejich vlastnosti značně vysoké. Má-li se dosáhnout relativní přesnost v určení rozdílu vzdálenosti mezi sousedními čarami rastru i 2%, je třeba, aby tloušťka čáry na snímku činila stejný procentuální podíl k distanční konstantě mřížky D. Tomuto požadavku odpovídá mřížka či bodové pole s konstantou D=10 mikrometrů a tloušťkou čáry 0,2 mikrometru. To představuje současný technologický limit, jež při mikroskopickém zobrazení dává výsledky horší, protože rastr je buď nekontrastní nebo naopak příliš září, což vede v obojím případě ke zvětšení tloušťky čar a tím i ke zhoršení podmínek pro koincidenci. Přes uvedené nedostatky je přesnost metody vyšší než u interferenčních metod díky lokální povaze měření. Stanovení průběhu přetvoření v jisté oblasti pak představuje úlohu značně pracnou, neboť potřeba vizuální identifikace několika set uzlů mřížky není nic mimořádného. Metoda nachází uplatněni v kombinaci s jinými zejména interferenčními metodami, je-li třeba přesněji stanovit hodnoty přetvoření v místech lokalizace deformací.

Mikroidentifikační metoda. Novou metodou vyvinutou pro potřeby studia makro- i mikrostruktur je tzv. identifikační metoda, opírající se o analýzu změn geometrické struktury za pomoci numerické analýzy mikroskopického obrazového kontrastu [10]. Předpokládá vysokou definovanost identifikační struktury - bodového rastru, který na rozdíl od fotogrammetrického rastru s charakteristikou jedna padesátina vyžaduje pro poměr průměrů a vzdálenosti těžišť bodů hodnotu jedna ku jedna a půl. Analýza obrazu se provádí na digitalizovaných mikroskopických snimcích základního bloku, pořízených před a po deformaci vzorku. Vyhodnocení se provádí za použití programů umožňujících rozlišení bodů a matrice, výpočet jejich plochy a polohy těžišť. Z jejich rozdílů - získaných ze snímků před a po deformaci - se obdrží přírůstky posunutí mezi sousedními body. Z nich se pak již stanoví složky tensoru deformace v rovině povrchu vzorku. Popsaná metodika umožňuje plně automatizovaný postup vyhodnocení a vyžaduje, aby všechny její fáze plynule na sebe navazovaly, což lze dosáhnout jen s použitím počítačové techniky vysoké výkonnosti a vysoké kapacity. To se týče jak zhotovení dokonalého identifikačního rastru, k čemuž se ukazuje jako nejvhodnější optická litografie. Protože mnohé technologické postupy dnes probíhají při vysokých teplotách, bude na použité metody měření kladen i tento požadavek, včetně teplotní odolnosti identifikačních rastrů [11]. Pro numerickou analýzu jsou vhodné počítačové systémy typu Kontron s obrazovkou 1024x760 pixel. Pokud jde o SE mikroskopy, lze užít kterýkoliv dnešní typ, neboť všechny jsou již dnes digitalizovány. Pro měření deformací je nutné, aby mikroskop byl doplněn deformačním adaptérem.

Literatura

[1] A.M.Stoneham, MRS Bulletin, Nov. 1991, Vol. XVI, No. 11, p. 22-26.
[2] D.Seidman, Dongbu Shi, MRS Bulletin, Dec. 1991, Vol. XVI, No. 12, p. 18-21.
[3] L.Berka, M.Růžek, J. Mater. Sci., May 1984, Vol. 19, No. 5, p. 1486-1495.
[4] J. McKelvie, P.M. Mackenzie, A. McDonach and C.A.Valker, Experimental mechanics, Dec. 1993, Vol.33, No.4, p.320-326.
[5] H.J. Güntherodt, R. Viesedanger, Scanning Tunneling Microscopy I, II, Springer Series in Surface Sciences, Vol. 20, 28, 1992.
[6] R. Kühnert, B. Michel, K. Heniger, J. Auersperg, Bild und Ton, 1988, 10 VEB Fotokinoverlag Leipzig, p. 308-311.
[7] J.V.Dally and D.T.Read, Experimental Mechanics, Dec. 1993, Vol. 33, No. 4, p. 270-277.
[8] C.A.Sciammarella, G.Bhat, Proc. of the 9th Ind. Conf. on Experimental Mechanics, TU Denmark Copenhagen 1990, p. 1924-1933.
[9] E.A.Franke, D.J.Venzel and D.L.Davidson, Rev. Sci. Instrum. 62 (5), May 1991, p. 1270-1279.
[10] M.A.N.Hendryks, Identification of the mechanical behavior of solid materials. TU Eindhoven, 1991.
[11] P.J.Sevenhuijsen, J.S.Sirkis, F.Bremand, Experimental Techniques 23, May/June 1993, p. 22-26.

Ladislav Berka, Ing. CSc.
Miloš Sova, Ing. CSc.
Fakulta stavební ČVUT, Thákurova 7, 166 29 Praha 6