

# Ein Verfahren zur rasterelektronenmikroskopischen Verschiebungsmessung in der Mikromechanik

R. Kühnert, B. Michel, W. Totzauer

## 1. Einleitung

Einen wichtigen Gesichtspunkt beim ökonomischen Einsatz von Konstruktionsmaterialien stellt die umfassende Nutzung der mechanischen Eigenschaften dieser Werkstoffe dar.

Damit kommt der Anwendung von Berechnungs- und Prüfmethode, die das Verhalten rißbhafter Bauteile unter Betriebsbedingungen adäquat beschreiben, eine erhöhte Bedeutung zu [1]. Die Bruchmechanik als ein mehrere Disziplinen tangierendes Wissenschaftsgebiet stellt sich die Aufgabe, Methoden und Verfahren zu entwickeln, mit deren Hilfe unter bestimmten Voraussetzungen Aussagen über die Bruchsicherheit von Konstruktionen und Bauteilen unter Berücksichtigung von Werkstoffinhomogenitäten wie Einschlüsse und Risse formuliert werden können [2].

Die übliche Bruchmechanik-Vorgehensweise auf der Basis makroskopisch-kontinuumsmechanischer Vorstellungen besteht dabei einerseits in der Modellierung realer Risse in Form sogenannter Rißmodelle, die unter Einbeziehung von Proben-, Riß- und Belastungskonfiguration eine zumindest näherungsweise Ermittlung des Spannungs- und Verschiebungsfeldes ermöglichen, andererseits in der auf diesen Werten aufbauenden Berechnung bestimmter experimentell abgesicherter Größen [3].

Bruchsicherheitsaussagen werden dann aus dem Vergleich der errechneten charakteristischen Größen mit deren experimentell ermittelten kritischen Werten abgeleitet.

Um die festkörperphysikalischen Prozesse und Mechanismen der Rißbildung, Rißeinleitung und Rißausbreitung zu untersuchen, bedient man sich einer Reihe experimenteller Techniken, unter denen die Rasterelektronenmikroskopie in zunehmendem Maße eine bevorzugte Stellung einnimmt [4].

So hat sich beispielsweise die Mikrofraktographie, die die meist ursachenspezifische Bruchflächenausbildung analysiert, als ein in der Bruchmechanik bereits heute routinemäßig betriebenes Standardverfahren herausgebildet [5].

Außerdem gestatten es moderne Geräte bei Verwendung spezieller in-situ-Deformationszusätze, die eingangs genannten Prozesse in Abhängigkeit von Werkstoff-, Last- und Geometrieinflüssen zu untersuchen, wobei die Kombination mit verschiedenen artverwandten Oberflächen- und Grenzflächenmethoden komplexe Aussagen über Ursachen und Charakter der ablaufenden Verformungsvorgänge erlaubt.

Darüberhinaus ermöglichen die gerätetechnisch-konstruktiven Besonderheiten des Rasterelektronenmikroskops (später REM), an speziell präparierten Proben auch Aussagen über den Verformungszustand ausgewähl-

ter Bereiche der Probenoberfläche in Form der dort auftretenden Verschiebungsfelder zu treffen. Ein solches Verfahren zur rasterelektronenmikroskopischen Verschiebungsmessung auf der Grundlage der Erzeugung verschiebungsbedingter Moire-Interferenzen wird in der vorliegenden Arbeit in den Verfahrensschritten **Präparation, Bildgewinnung, Bildverarbeitung** und **Interpretation** vorgestellt, wobei der Begriff „Bild“ in Anlehnung an den in der modernen Informationstechnik üblichen Sprachgebrauch für zwei- oder mehrdimensionale Signalverteilungen im elektromagnetischen oder auch mechanisch-akustischen Energiebereich steht [6].

## 2. REM-Isotethenverfahren

Als eine für die Messung von Verschiebungen geeignete Technik hat sich das auf dem Prinzip der Überlagerung von Bezugs- und verzerrtem Objektraster beruhende Isotethenverfahren der Moire-Technik erwiesen, das für die makroskopische Verformungsermittlung zu einem ausgereiften Verfahren entwickelt wurde [7] bis [9].

Moire-Interferenzen entstehen bei der Überlagerung ähnlicher periodischer oder quasiperiodischer Strukturen, wobei unter Struktur die als Fourierreihe darstellbare Ortsabhängigkeit einer physikalische Größe  $S = S(\vec{r})$  verstanden wird, in der im quasiperiodischen Fall eine zusätzliche Ortsabhängigkeit von Fourierkoeffizienten bzw. Ortsfrequenzen auftreten kann.

Ähnliche Strukturen sollen sich bei annähernd gleichen Ortsfrequenzen lediglich im einen gemeinsamen Proportionalitätsfaktor in den Koeffizienten unterscheiden [10].

Die additive bzw. multiplikative Überlagerung zweier solcher Strukturen kann dann bei hinreichend schwacher Ortsabhängigkeit von Fourierkoeffizienten und Ortsfrequenzen für den hier betrachteten Fall der gegenseitigen Verschiebung Objekt- und Bezugsraster durch die Beziehungen

$$S_{\text{add}}(\vec{r}) = \sum_{m=n} \exp\{-2\pi i m \vec{b} \cdot \vec{r}\}$$

$$[B_m + P_n \exp\{-2\pi i (n\vec{p}(\vec{r}-\vec{u}) - m\vec{b}\vec{r})\}] \quad \text{bzw.}$$

$$S_{\text{mlt}}(\vec{r}) = \sum_{m,n} \exp\{-2\pi i (m+n)\vec{b}\vec{r}\}$$

$$B_m P_n \exp\{-2\pi i n(\vec{p}(\vec{r}-\vec{u}) - \vec{b}\vec{r})\}$$

mit  $\vec{r}$  = Ortsvektor,

$\vec{u}$  = Verschiebungsvektor,

$B_m, P_n$  = Fourierkoeffizienten von Bezugs- bzw. un-  
verformtem Objektraster,

$\vec{b}, \vec{p}$  = Ortsfrequenzen von Bezugs- bzw. unverformtem Objektraster

beschrieben werden.

Die dabei in beiden Fällen auftretende Modulation eines sich periodisch schnell mit dem Ort ändernden und deshalb oft kaum aufzulösenden ersten Faktors durch ein Exponentialglied, das nur relativ schwach von  $r$  abhängt, bewirkt die Ausbildung des Interferenzmusters, welches wiederum die Information über den Unterschied zwischen den überlagerten Strukturen enthält und somit für meßtechnische Anwendungen genutzt werden kann.

### 2.1. Präparation

Da zur Realisierung des Verfahrens die bei der zeilenweisen Abrasterung des interessierenden Probenoberflächenausschnitts auftretende ortsabhängige Sekundärelektronenausbeute als Objektrasterstruktur genutzt werden soll, muß der zu untersuchende Bereich durch geeignete Präparationsschritte so vorbehandelt werden, daß eine periodische Änderung dieser Größe auftritt, die betragsmäßig im Bereich des durch andere Kontrastarten bewirkten Signalumfangs liegt und somit einen merklichen Anteil im Kontrast der Sekundärelektronenabbildung ausmacht.

Prinzipiell eignen sich dazu alle konventionellen Techniken, die zur Herstellung von Rastern mit Liniendichten im Bereich  $10^2 \dots 10^3$  Linien/mm eingesetzt werden können.

### 2.2. Bildgewinnung

Der so markierte Oberflächenbereich der Probe (Objektrasterteilung  $p$ ) wird nach der vorzugsweise in-situ realisierten Deformation rasterelektronenmikroskopisch abgebildet, wobei das vom Abtastelektronenstrahl des Gerätes bewirkte Sekundärelektronensignal in geeigneten Abständen  $b$  ( $b \approx p$ ) auf dessen CRT-Display dargestellt wird.

Das entspricht der multiplikativen Überlagerung einer deformierten Objektrasterstruktur

$$S'_p(\vec{r}) = S_p(\vec{r} - \vec{u}(\vec{r})) \\ = \sum_n P_n \exp \left\{ -2\pi i n (\vec{r} - \vec{u}(\vec{r})) \cdot \vec{p} \right\}$$

mit einer Bezugsrasterstruktur

$$S_b(r) = \sum_m B_m \exp \left\{ -2\pi i m b \vec{r} \right\}$$

und hat die Ausbildung eines Interferenzmusters zur Folge, das mit Hilfe der gewöhnlich am REM vorhandenen Möglichkeiten fotografisch oder digital aufgezeichnet werden kann. Für das Argument der diese Moire-Interferenz beschreibenden Exponentialfunktion führt das an den geometrischen Orten der Interferenzstreifenmaxima auf die notwendige Bedingung

$$\vec{p}(\vec{r} - \vec{u}(\vec{r})) - \vec{b} \vec{r} = M / M \in P$$

mit  $M$  = Interferenzstreifenordnung,

aus der sich die Komponente des Verschiebungsvektors in Richtung des unverformten Objektrasters ableiten läßt. Für die übliche Variante der Verwendung paralleler Ausgangsstrukturen läßt sich die entsprechende Verschiebungskomponente demzufolge aus dem Zusammenhang

$$u_{\perp}(r_{\perp}) = r_{\perp}(1 - p/b) - Mp$$

mit

$r_{\perp}$  = Komponente des Ortsvektors in Richtung von Bezugs- bzw. unverzerrtem Objektraster,

$u_{\perp}$  = Komponente des Verschiebungsvektors in Richtung von Bezugs- bzw. unverzerrtem Objektraster

ermitteln.

### 2.3. Bildverarbeitung

Der Einsatz rechentechnischer Hilfsmittel bei der Verarbeitung bildhafter Vorlagen ist auch bei der Auswertung von Interferenzmustern Voraussetzung dafür, derartige Verfahren mit vertretbarem Aufwand im Routinebetrieb einsetzen zu können [11] bis [13].

Die hier im Überblick beschriebene Realisierung basiert auf der Verwendung eines Bilddigitalisiergeräts in Verbindung mit einem dialogorientierten Tischrechner-system in der Konfiguration Rechner, Grafik-Display, Drucker sowie geeignete Massenspeichereinheiten für Programm- und Datenfiles.

Das in BASIC erstellte Auswerteprogrammsystem SMM (Scanning-Micro-Moire) umfaßt 4 Teilprogramme zur Realisierung der entsprechenden Aufgaben der Bildverarbeitung bzw. Interpretation.

Alle Teilprogramme sind in Menü-Technik erstellt, so daß der Bearbeiter aus dem jeweils am Rechner-Display angezeigten Kommando-Menü das entsprechend der aktuellen Aufgabenstellung erforderliche Dienstprogramm über ein zugehöriges dreistelliges Tastaturkommando anwählen und abarbeiten kann.

Tabelle 1 beschreibt die Zuordnung der Teilprogramme zu den Verfahrens- bzw. Verfahrensteilschritten.

Tabelle 1

Zuordnung der Teilprogramme des Programmsystems SMM zu den Verfahrensschritten

Verfahrensschritt (-teilschritt)	Teilprogramm
<b>Bildverarbeitung</b>	
- optische Vorverarbeitung	-
- Digitalisierung	-
- digitale Vorverarbeitung	SMM.PP
- Diskretisierung	SMM.DI
- Auswertung	SMM.CO
<b>Interpretation</b>	
	SMM.IN

Nach einer je nach Qualität der Bildvorlagen mehr oder weniger notwendigen optischen Vorverarbeitung werden diese zunächst am Digitalisiergerät im Format 128 x 128 in Falschfarbendarstellung digitalisiert und auf Lochband ausgegeben. Mit Hilfe des Vorverarbeitungsprogramms SMM.PP kann innerhalb dieser Matrix in be-

grenztem Umfang eine digitale Bildverbesserung erfolgen. Das zugehörige Kommando-Menü sowie die in den einzelnen Dienstprogrammen auszuführenden Aufgabenkomplexe sind in Tabelle 2 aufgeführt.

**Tabelle 2**

Kommandomenü des Vorverarbeitungsprogramms SMM.PP

Tastaturkommando	Aufgaben des zugehörigen Dienstprogramms
LOA	Laden des digitalisierten Bildes von Lochband oder Massenspeicher
SUB	Elementweise Bildsubtraktion zur Untergrundeliminierung
AMP	digitale Konturverstärkung
DSP	Grauwertdarstellung am Grafik-Display
STO	Abspeichern des Bildinhalts
LET	Beschriftung von Grafik-Darstellungen
DMP	Ausdruck von Grafik-Darstellungen
GTO	Programmverzweigung (Laden angewählter Teilprogramme)

Das Diskretisierungsprogramm SMM.DI dient der gezielten Informationsreduktion des eingelesenen und u. U. vorverarbeiteten Signalfeldes und ermöglicht die Bestimmung und Initialisierung der Schnittpunkte der Interferenzstreifenmaxima mit den Linien eines orthogonalen Auswertenetzes der Teilung  $T \times T$  ( $T$  i. a. 16 oder 32) unter Verwendung der in Tabelle 3 genannten Kommandos.

**Tabelle 3**

Kommandomenü des Diskretisierungsprogramms SMM.DI

Tastaturkommando	Aufgaben des zugehörigen Dienstprogramms
LOA, DSP	vgl. Tabelle 2
DIM	manuelle Diskretisierung (Schnittpunktbestimmung mittels Cursor)
CON	Kontrolle und Korrektur der Diskretisierung
CTR	Markierung von Unstetigkeitsflächen
STO...GTO	vgl. Tabelle 2

Aus diesen Schnittpunkten werden im Auswertprogramm SMM.CO mittels glättender kubischer Splines die Feldwerte der jeweiligen Verschiebungskomponente in den Knotenpunkten des Auswertenetzes bestimmt (Kommando-Menü vgl. Tabelle 4).

**Tabelle 4**

Kommandomenü des Auswerteprogramms SMM.CO

Tastaturkommando	Aufgaben des zugehörigen Dienstprogramms
LOA	Laden des diskretisierten Bildes oder der digitalisierten Schnittpunkte von Lochband
DIS	Ermittlung der Feldwerte der Verschiebung in den Knotenpunkten des Auswertenetzes
MED	Medianfilterung des Auswertefeldes
LIS	formatierte Feldwertausgabe über Drucker oder Rechner-Display
SHO	räumliche Darstellung der Feldwerte in wählbarer Perspektive („Profildarstellung“)
ISO	Isoliniendarstellung der Feldwerte
COR	Kontrolle und Korrektur der Feldwerte

SAV Abspeichern des Auswertefeldes  
 RCL Rückruf des Auswertefeldes in den Hauptspeicher  
 LET...GTO vgl. Tabelle 2

#### 2.4. Interpretation

Schließlich lassen sich unter Verwendung des Teilprogramms SMM.IN aus den Verschiebungskomponenten  $U_x$  und  $U_y$  die ebenen Komponenten des Verzerrungs- und Spannungstensors über dem untersuchten Ausschnitt der Probenoberfläche ermitteln. Dazu kann über die in Tabelle 5 beschriebenen Kommandos verfügt werden.

**Tabelle 5**

Kommandomenü des Interpretationsprogramms SMM.IN

Tastaturkommando	Aufgaben des zugehörigen Dienstprogramms
TRN	Drehung des Auswertefeldes $U_y$ um $-90^\circ$
DEV	Ermittlung der partiellen Ableitungen der Verschiebungskomponenten $U_x$ und $U_y$ in den Knotenpunkten des Auswertenetzes
STN	Ermittlung der ebenen Komponenten des Verzerrungstensors
STS	Ermittlung der ebenen Komponenten des Spannungstensors nach wählbaren Ansätzen
MED...GTO	vgl. Tabelle 4

Die Verarbeitung von Interferenzvorlagen mit Hilfe des Programmsystems SMM ermöglicht also die Berechnung der ebenen Komponenten von Verschiebung, Verzerrung und (bei bekanntem Materialverhalten) Spannung an  $(T+1) \times (T+1)$  Knotenpunkten, wobei innerhalb des analysierten Bereiches eine beliebige Anzahl von Unstetigkeitsflächen bzgl. der Verschiebung wie Einschlüsse oder Risse berücksichtigt wird. Prinzipiell kann das beschriebene Programmsystem bei geringfügiger Modifikation zur Verarbeitung beliebiger Interferenzmuster im vorn beschriebenen Sinn eingesetzt werden.

Auf der Grundlage des beschriebenen Verfahrens der rasterelektronenmikroskopischen Verschiebungsmessung lassen sich neben der Ermittlung unmittelbar ableitbarer Größen eine Reihe bruchmechanischer Untersuchungen ausführen. So können unter Verwendung der ermittelten Feldgrößen verschiedene Bruchgrößen für die eingesetzten Materialien in unmittelbarer Nähe der Rissspitze bestimmt und in Verbindung mit numerischen Berechnungen Aussagen über Form und Größe der energiedissipativen Zone in Abhängigkeit von den Versuchsparametern und verwendeten Materialien abgeleitet werden. Gegenwärtig laufende Arbeiten haben zum Ziel, Integralkonzepte der Bruchmechanik im unmittelbaren Rissspitzenbereich zu testen.

### 3. Schlußbemerkungen

Der hybride Einsatz verschiedener im REM realisierbarer festkörperanalytischer Feldmeßverfahren während in-situ-Deformationsexperimenten in Verbindung mit numerischen Berechnungsmethoden bietet innerhalb

bruchmechanischer Untersuchungen die Möglichkeit, parallel zur Ortsabhängigkeit bestimmter Struktur- und Gefügeeigenschaften über dem interessierenden Oberflächenbereich belasteter Zug- oder Biegeproben auch die dort erfolgten Verschiebungen feldmäßig erfassen und somit z. B. die in der Risßspitzenumgebung gültigen Energiebilanzen vom Standpunkt der Mikromechanik (im Sinne einer mikroskopisch-strukturellen Kontinuumsmechanik) aus besser interpretieren zu können [14], [15].

#### LITERATUR

- [ 1 ] Blumenauer, H., Pusch, G.: Technische Bruchmechanik. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig 1982.
- [ 2 ] Blumenauer, H.: Bruchmechanik – Erforschung von Bruchursachen und -erscheinungen. Urania (1983) H. 5, S. 24 – 29.
- [ 3 ] Fischer, K.-F., Sörgel, W.: Ein Beitrag zur Systematisierung der Vorgehensweise in der Bruchmechanik. Wiss. Beiträge IH Zwickau 2 (1976) H. 4, S. 73 – 85.
- [ 4 ] Mitsche, M.: Anwendung des Rasterelektronenmikroskops bei Eisen- und Stahlwerkstoffen. Radex-Rundschau (1987) H. 3/4, S. 571 – 890.
- [ 5 ] Möser, M.: Elektronenmikroskopische Fraktographie. In: Elektronenmikroskopie in der Festkörperphysik. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften Berlin 1982.
- [ 6 ] Schulze, W., Wilhelmi, W.: Digitale Bildverarbeitung. NTB 26 (1982) H. 5, S. 129 – 130.
- [ 7 ] Vocke, W., Ullmann, K.: Experimentelle Dehnungsanalyse-Dehngitter- und Moireverfahren, VEB Fachbuchverlag Leipzig 1974.
- [ 8 ] Heymann, J.: Stand und Entwicklung der experimentellen Festkörpermechanik an der Sektion Maschinen-Bauelemente. Wiss. Z. Techn. Hochschule Karl-Marx-Stadt 20 (1978) H. 5, S. 641 – 650.
- [ 9 ] Holister, G. S.: Experimental Stress Analysis – Principles and methods. University Press Cambridge 1967.
- [ 10 ] Unangst, D.: Moire-Topographie. In: Dynamische Interferenztheorie. Akademie-Verlagsgesellschaft Geest & Portig K.-G. Leipzig 1976.
- [ 11 ] Takamori, T., Kominami, S., Yonemochi, M.: Computer-Aided Image Processing of Moire-Pattern of Vortices Behind Cylinders in Steady Flow. Trans. Soc. Instrum. and Control Eng. 19 (1983) H. 10, S. 813 – 818.
- [ 12 ] Hunter, A. R., Milly, T., Lopicz, D.: Computerized Data Acquisition and Processing of Moire-Fringe Information. Instrumentation in the Aerospace Industry 29 (1983), S. 583 – 595.
- [ 13 ] Gasvik, K. J.: Moire Techniques by Means of Digital Image Processing. Appl. Opt. 22 (1983), S. 3543 – 3548.
- [ 14 ] Michel, B.: Über das Wechselverhältnis von Kontinuumsmechanik und Strukturphysik fester Körper. Fortschritte der Physik 30 (1982) H. 5, S. 233 – 310.
- [ 15 ] Michel, B. et. al.: Reihe Fracture Mechanics, Micromechanics. Coupled Fields 2 (1984) H. 17 (im Druck).

#### Anschrift der Autoren:

Prof. Dr. sc. nat. Bernd Michel  
 Dr.-Ing. Werner Totzauer  
 Dipl.-Phys. Rolf Kühnert  
 Akademie der Wissenschaften der DDR  
 Institut für Mechanik  
 DDR-9010 Karl-Marx-Stadt, PSF 408