

Untersuchungen zur Herstellung eines Moire-Gitters für Hochtemperaturanwendungen

Huimin, X.; Daxin, Z.

Für die Herstellung eines Hochtemperatur-Gitters wurde ein neues Verfahren entwickelt. Durch den Aufbau aus zwei aufgetragene Metallschichten erhöht sich die Widerstandsfähigkeit gegen Oxidation.

Die Anzahl der möglichen Anwendungsfälle des Gitters hat sich durch das neue Verfahren vergrößert, so daß jetzt fast alle Metalle beschichtet werden können. Das Verfahren und die Einflußfaktoren auf die Qualität des Gitters werden detailliert dargestellt.

In this paper, a new method for producing high temperature gratings was put forward. With two deposited metal layers on the specimen, the oxidation resistant ability of this grating was improved, and the objects of producing grating were enlarged, which covered almost all the metals. The procedure of producing grating and the controlling factors of grating quality were discussed in detail.

1 Einleitung

Die Verwendung der Moire-Methode für die Messung der Verformungen bei hohen Temperaturen begann in den 60er Jahren. 1964 haben Teocarís /1/ die Feuerfestmethode, Dantu /2/ die Radierungsmethode und Sciammarella/3/ die Beschichtungsmethode zur Herstellung der Hochtemperatur-Gitter entwickelt, um die Verformung von Objekten bei hohen Temperaturen zu messen. Diese Forschungen bildeten die wichtigste Grundlage der Hochtemperatur-Moire-Methode.

1979 benutzte Cloud /3/ eine Schicht Gold (Au) zur Formierung des Gitters und erhöhte den Messbereich der Temperatur bis auf 600°C.

Durch die Entwicklung moderner Wissenschaften und Technologien entsteht ein großer Bedarf an der Hochtemperatur-Moire-Methode, z.B. bei der Erforschung des Bruchverhaltens von Metallwerkstoffen und der mechanischen Eigenschaften von zusammengesetzten Werkstoffen unter Hochtemperatur, usw. Bei der Analyse dieser Probleme stellte sich her-

aus, daß immer höhere Meßbereiche und eine bessere Dauerstabilität des Gitters unter Hochtemperatur erreicht werden müssen.

In diesem Aufsatz wird dargestellt, wie durch ein neues Herstellungsverfahren des Gitters, in Form von zwei aufgetragenen Metallschichten die oben genannten Anforderungen zu erfüllen sind. Die Widerstandsfähigkeit des Gitters gegen Oxidation konnte auch bei langen Versuchszeiten unter Hochtemperatur (bis 950°C) sichtbar verstärkt werden. Für die Verifizierung der Forschungsergebnisse wurden die Gitter jeweils auf eine Metallplatte aus Beryllium-Bronze (QBe 2) und nichtrostendem Stahl (1Cr18Ni9Ti) aufgetragen. Damit wurden die Hochtemperaturversuche erfolgreich durchgeführt.

2 Die Herstellung des Gitters

(1) Bearbeitung der Probenoberfläche

Zunächst muß aus dem zu untersuchenden Grundwerkstoff eine Probe zur Applizierung des Gitters ausgewählt werden. Die Ebenheitsabweichung der Probenoberfläche darf 0.01mm nicht überschreiten und seine Rauhtiefe muß bis zu $R_{z0,8}$ poliert werden. Dann werden die vorhandenen Oxid- und Ölschichten mit Reinigungsmittel entfernt und unter fließendem Wasser abgespült. Nach dem Trocknen wird die Probe im Trockenglas aufbewahrt.

(2) Auftragen der Metallschicht A

Nach dem Schritt (1) wird die bearbeitete Oberfläche mit der Metallschicht A beschichtet. Ihre Dicke soll zwischen 0.5µm bis 1µm betragen. Das Material der Schicht A muß ein oxidationsresistentes Metall sein und die Kompatibilität der thermischen Verformung mit dem Probenmaterial haben.

Als Beschichtungsmethoden dienen entweder die Verdampfungsmethode im Vakuum oder die Schleuder-Methode. Um die Kompatibilität der beiden Materialien sicherzustellen, müssen im Vorfeld die Wärmeausdehnungskoeffizienten der Probe und der Metallschicht A gemessen werden.

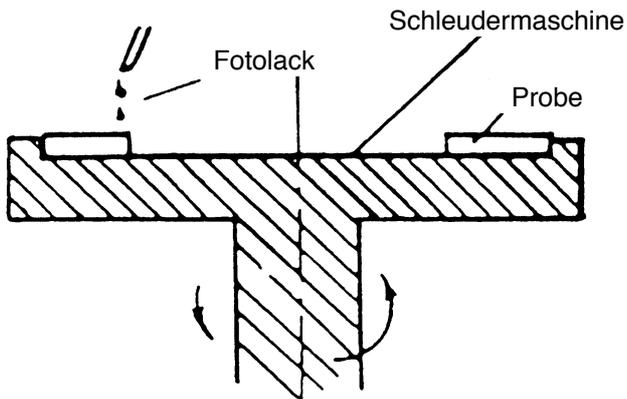


Bild 1: Skizze der Schleudermaschine

(3) Aufbringen des Fotolacks

Mit Hilfe der Schleuder-Methode wird eine Schicht Fotolack gleichmäßig über die Probenoberfläche verteilt. In **Bild 1** ist die Schleudermaschine in Form einer Skizze dargestellt. Die Dicke der Fotolackschicht kann über die Geschwindigkeit der Schleudermaschine eingestellt werden. Im allgemeinen kann die Dicke des Fotolacks $1\mu\text{m} - 3\mu\text{m}$ für die Herstellung eines Moire-Gitters mit der Liniendichte $10\text{ l/mm} - 100\text{ l/mm}$ betragen.

Um die Widerstandsfähigkeit gegen Oxidation zu erhöhen, muß die Probe nach dem Auftragen des Fotolacks in einem elektrischen Ofen erwärmt werden. Die Parameter der Temperatur und die Zeit für die Erwärmung hängt von der Eigenschaft des Fotolacks ab.

(4) Herstellung des Gitters

Die Vakuum-Absorptions-Maschine und das Belichtungssystem mit Ultraviolett-Lampe werden in **Bild 2** und **Bild 3** dargestellt. Bei Anschalten der Vakuum-

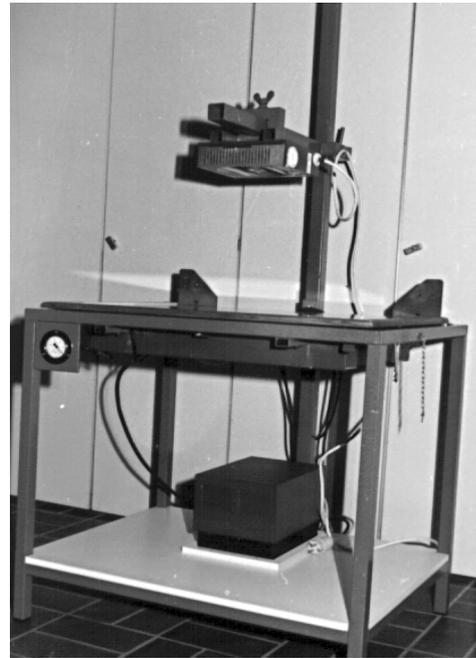
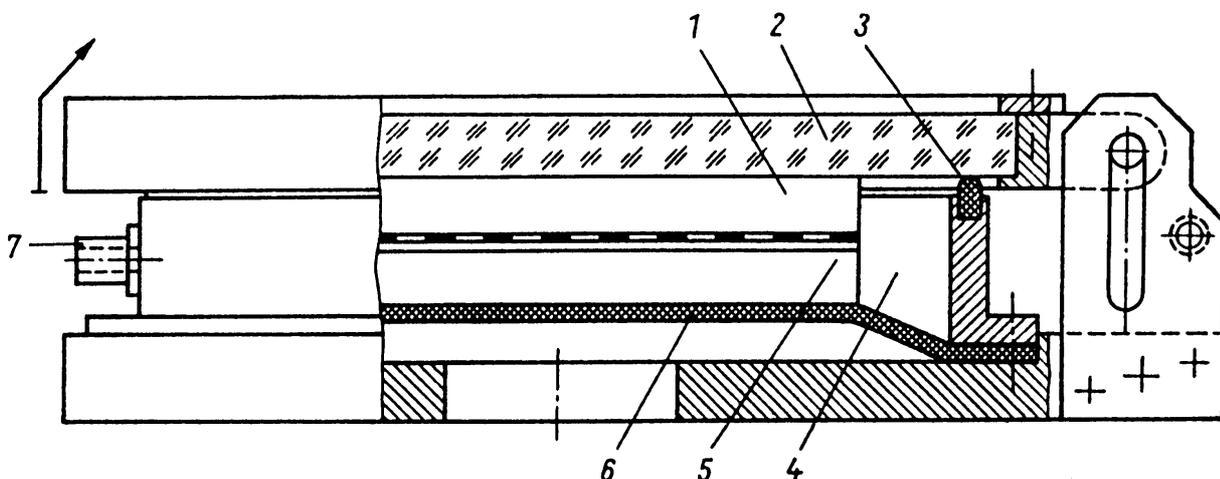


Bild 3: Belichtungssystem mit UV-Lampe

pumpe reduziert sich das Spiel zwischen Probe und Muttergitter mit Hilfe des Drucks des weichen Gummis 6 bis auf fast Null, so daß der Beugungseffekt des Muttergitters bei der Belichtung bzw. die Fehler zwischen den Abständen der Gitterlinien im wesentlich beseitigt werden können.

Der Fotolack wird von einer UV-Lampe über der Vakuum-Maschine belichtet (siehe Bild 3). Die Belichtungszeit hängt von der Dicke des Fotolacks, der Leistung der UV-Lampe und der Entfernung zwischen der Probe und der Lampe ab. Der Fotolack wird in den entsprechenden chemischen Lösungen nach der Belichtung entwickelt, fixiert und gespült, dadurch entsteht ein Fotolackgitter auf der Probenoberfläche.



1. Muttergitter; 2. Quarzglas; 3. Dichtungsring; 4. Vakuumraum, 5. Probe; 6. Gummi; 7. Absaugröhre

Bild 2: Zeichnung der Vakuum-Absorptions-Maschine

(5) Auftragen der Metallschicht B

Die Metallschicht muß auch aus oxidationsresistentem Material bestehen und die Differenz zwischen den Wärmedehnungskoeffizienten der Metalle A und B muß sehr klein sein.

Die Typen der Gitter hängen von der Auswahl des Metalls B ab. Wenn Schicht B und A aus dem gleichen Metall sind, wird ein Phasengitter formiert. Wenn es eine großen Wärmedehnungsdifferenz zwischen Metall A und B gibt, wird ein Amplitudengitter über der Probe formiert. Das Verfahren des Auftragens der Metallschicht B entspricht dem Schritt (2).

(6) Entfernung des Fotolacks

Der zwischen den Metallschichten A und B befindliche Fotolack kann mit Aceton oder AZ-100 von der Probenoberfläche entfernt werden. Somit ist ein Gitter aus den zwei Metallschichten A und B für Hochtemperatur auf der Probenoberfläche entstanden.

Das Verfahrensschritte des oben genannten Prozesses sind in **Bild 4** dargestellt.

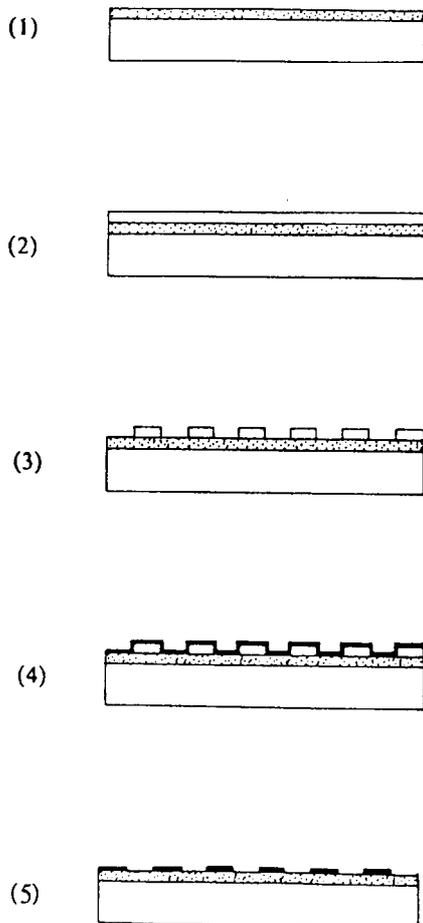


Bild 4: Verfahren zur Herstellung des Gitters mit zwei Metallschichten

- (1) Auftragen der Metallschicht A
- (2) Aufbringen des Fotolacks
- (3) Herstellung des Gitters
- (4) Auftragen der Metallschicht B
- (5) Gitter nach Entfernen des Fotolacks

3 Hochtemperaturversuch

Um die Durchführbarkeit der Methode zu prüfen, wurden je eine Metallplatte aus Beryllium Bronze (QBe 2) und eine aus nichtrostendem Stahl mit der Dicke von 0.14 mm als Objekt zur Herstellung der Gitter gewählt. Das Muttergitter war ein Amplitudengitter mit einer Liniendichte von 40 l/mm auf Glas.

Zur Herstellung der Gitter, wurde nach dem Polieren und dem Auftragen des Metalls A, die Probenoberfläche mit dem Fotolack in einer Dicke von 1,5 µm beschichtet. Danach wurde der Fotolack unter einer 1000W UV-Lampe (die Entfernung zwischen dem Fotolack und der Lampe betrug 1m) 40 Sekunden belichtet. Dann wurde die Probe in 0.5% NaOH 90 Sekunden entwickelt und mit destilliertem Wasser 60 Sekunden gespült.

Nach dem Auftragen des Metalls B und der Entfernung des übriggebliebenen Fotolacks zwischen A und B wurde schließlich ein Metallgitter mit zwei Metallschichten auf der Probenoberfläche hergestellt.

Um einen Oxidationsversuch durchzuführen, wurde das Gitter in einen elektrischen Ofen gelegt. Die Struktur des Gitters auf der nichtrostenden Stahlplatte (Type: A-A, Phasengitter) wurde nach 2 Stunden bei 950°C in **Bild 5** dargestellt.

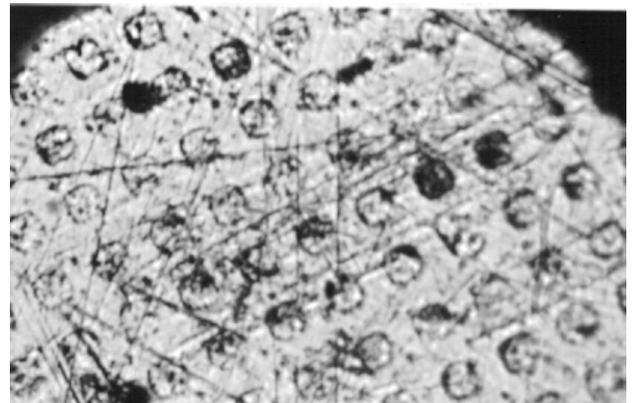


Bild 5: Gitterstruktur nach 2 Stunden bei 950°C

Ein Dauerversuch mit dem Gitter auf einer QBe 2 Platte (Typ: A-B, Amplitudengitter) dauerte 1000 Stunden bei 550°C. Die Gitterstruktur wurde unter einem "Scanner-Elektronen-Mikroskop" (S.E.M) aufgenommen (siehe **Bild 6**).

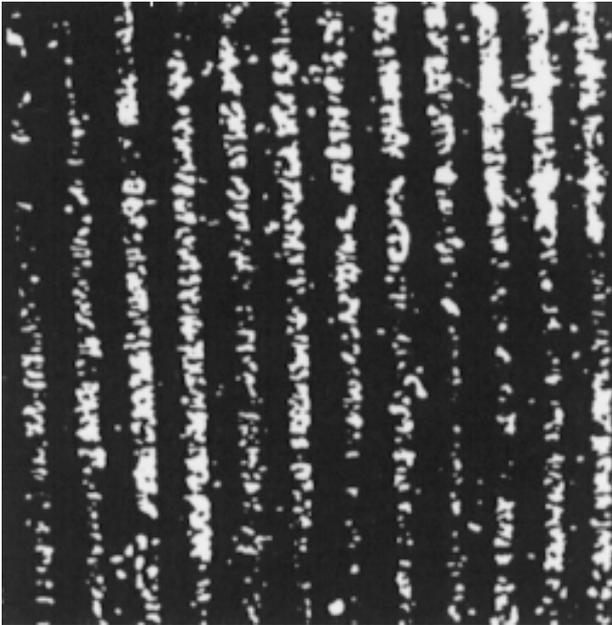


Bild 6: Gitterstruktur im S.E.M. nach 1000 h bei 550°C

4 Qualitätsanalyse des Gitters

Die wichtigsten Faktoren, die die Qualität des Gitters beeinflussen, sind die Umgebung der Fotoradierung, die Qualität des Muttergitters, die Parameter der Fotoradierung, der Beleuchtungszustand und die Parameter der Lampen. Die Faktoren werden nachfolgend jeweils analysiert:

(1) Umgebung der Fotoradierung

Die Operation der Fotoradierung muß in einem trockenen und staubfreien Raum durchgeführt werden.

(2) Auswahl des Muttergitters

Das Muttergitter muß klare Ränder und einen sehr großen Kontrast haben. Die Auswahl des Muttergitters wird unter einem metallografischen Mikroskop durchgeführt.

(3) Die Parameter der Fotoradierung

Die Parameter der Vorwärme, Belichtung und Entwicklung spielen eine entscheidende Rolle für die Qualität der Fotolackgitter. Wenn die Fotoradierung unter ungenügender Vorwärme, oder übermäßiger Belichtung, oder unsachgemäßer Entwicklung durchgeführt wird, entsteht ein unvollkommenes Gitter und es werden sogar ganze Gitterlinien entfernt. Wenn die Fotoradierung unter übermäßiger Vorwärme, oder unzureichender Belichtung, oder mangelhafter Entwicklung ausgeführt wird, können sich die Gitterlinien

auf der Probenoberfläche nicht formieren und die Metallschicht B wird bei Entfernung des Fotolacks zerstört.

Nomalerweise sollte man vor der Herstellung des Gitters ein Minimum der Belichtungsleistung für eine bestimmte Dicke des Fotolacks und die optimalen Parameter der Vorwärme und Entwicklung festlegen. O.g. Ergebnis gilt für positiven Fotolack.

(4) Lichtquelle

Bei Belichtung mit Punktlicht verursacht die Ausbreitung der Lichtquelle einen Fehler zwischen den Abstände der Gitterlinien (siehe Bild 7). Das wird in folgender Gleichung dargestellt.

$$\Delta P = \frac{L \cdot \Delta Z}{Z}$$

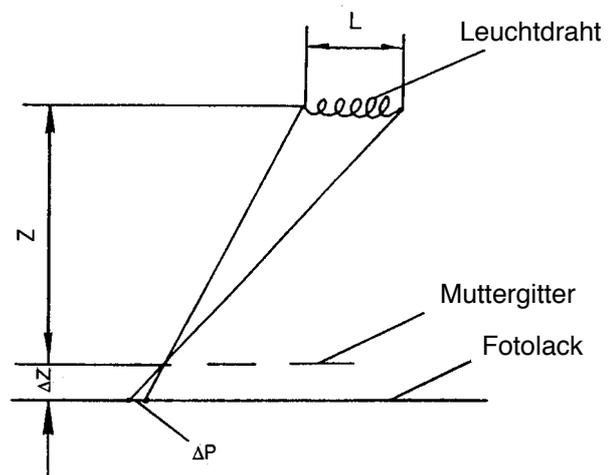


Bild 7: Die geometrische Analyse der Abstandfehler der Gitterlinien

ΔP : Der absolute Fehler der Abstände der Gitterlinien

L: Die Länge der Lichtquelle

Z: Die Entfernung zwischen der Lichtquelle und dem Muttergitter

ΔZ : Die Entfernung zwischen dem Muttergitter und dem Fotolack

Die Gleichung (1) führt zur Schlußfolgerung, daß, wenn $Z \gg L$, dann $\Delta P \approx 0$.

Bei der Belichtung mit einer parallelen Lichtquelle, müssen das Licht und die Probenoberfläche senkrecht aufeinander stehen, sonst entsteht der Fehler zwischen den Gitterlinien auch.

5 Zusammenfassung

Die o.g. Verfahren zur Herstellung des Gitters haben folgende Merkmale:

(1) Durch die Methode der zwei übereinander aufgetragenen Metallschichten auf die Probenoberfläche, wird das Verfahren zur Herstellung des Gitters auf alle Metalle erweitert, die poliert werden können. Die Methode kann als allgemeine Methode zur Herstellung der Moire-Gitter für Hochtemperatur genutzt werden. Das Verfahren eignet sich besonders für die Überleitung in den Handel, wenn man das Gitter auf Metallen herstellt, die eine hohe Widerstandsfähigkeit gegen Oxidation haben.

(2) Die Typen der Gitter hängen von der Metallschicht A und B ab. Es können entweder Phasengitter oder Amplitudengitter mit dem o.g. Verfahren hergestellt werden. Das Phasengitter kann zur regelmäßigen und langfristigen indirekten Vor-Ort-Messung der Restverformung unter Hochtemperatur angewendet werden. Dazu werden in regelmäßigen Zeitabständen Phasengitter-Aufnehmer am Meßobjekt für den Meßzeitraum befestigt und anschließend im Labor ausgewertet. Das Amplitudengitter dient als wichtiges Messelement zur direkten Messung der Verformung unter Hochtemperatur.

(3) Durch die Auswahl von Metallen mit hoher Widerstandsfähigkeit gegen Oxidation für beide Schichten wird die Temperaturbeständigkeit und die Kriechstabilität bei langer Versuchszeit sichtbar erhöht.

6 Förderung

Das Projekt wurde finanziell unterstützt durch die Naturwissenschaftliche Stiftung in China, den „Sonderforschungsbereich 180“ der Deutschen Forschungsgemeinschaft und die Alexander von Humboldt Stiftung.

7 Literatur

/1/ Theocaris, P.S., 'The Moire Method in Thermal Fields', Exp. Mech., (5), 223-231, (1964).

/2/ Dantu, P., 'Extension of the Moire Method to Thermal Problems', Exp. Mech., (3), 64-69, (1964).

/3/ Sciammarella, C.A. and Ross, B.E., 'Thermal Stress in Cylinders by the Moire Method', Exp. Mech., (5) 289-296, (1964).

/4/ Cloud, G., Radke, R., and Peiffer, J., 'Moire Gratings for High Temperatures and Long Times', Exp. Mech., (5), 19N-21N, (1979).

/5/ Clauwe, M. De., 'Etching Moire Test Grids in Steel', Strain, (3), 135-138, (1974).

/6/ Xie, H. und Dai, F., 'Herstellung eines holographischen Gitters für hohe Temperaturen' Institutsmittellung ISSN 0947-2274 (Band 19, 1994).

/7/ Zou, Daqing; Xie, Huimin; Dai, Fulong, 'The Study of the Replicating Technique of the High Frequency Phase Style Deformed Gratings From a Curve Surface', Opticad Techniques (No. 4 1996)