

## Untersuchung industrieller Bauteile mit bildgebenden Verfahren

I. Manke<sup>2</sup>, N. Kardjilov<sup>1</sup>, A. Haibel<sup>1</sup>, A. Rack<sup>1</sup>, A. Hilger<sup>1</sup>, M. Strobl<sup>1,3</sup>, W. Treimer<sup>1,3</sup>,  
S. Zabler<sup>2</sup>, J. Banhart<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Hahn-Meitner-Institut Berlin, <sup>2</sup>Technische Universität Berlin,  
<sup>3</sup>Technische Fachhochschule Berlin

### Einleitung:

Bildgebende Verfahren mit Neutronen und Synchrotronstrahlung haben bestimmte Vorteile gegenüber herkömmlichen Labor-CT-Anlagen, die sie in vielen Bereichen unersetzbar machen. In diesem Beitrag werden einige Beispiele für den Einsatz dieser Verfahren in der industriellen Forschung und Entwicklung präsentiert.

Ein entscheidender Vorteil von Neutronen ist, dass sie leicht zentimeterdicke Metallteile durchdringen können und gleichzeitig sehr sensitiv auf bestimmte andere Materialien reagieren. Zu letzteren gehören z.B. alle wasserstoffhaltigen Substanzen, wie etwa Treibstoffe, Öle, Schmiermittel, Kunststoffe, Lacke, Klebstoffe, biologische Materialien und natürlich Wasser und reiner Wasserstoff. Aber auch Objekte, die Lithium oder Bor enthalten, lassen sich sehr gut untersuchen, wie z.B. Lithium-Batterien.

Ein spezielles Anwendungsgebiet für die Neutronentomographie stellt die Untersuchung von Ruß- oder Ölablagerungen in Metallrohren dar. Herkömmlichen Röntgen-CT-Anlagen ist es kaum möglich, ein Material mit kleinem Abschwächungskoeffizienten hinter metallischen Bauteilen zu analysieren. Mit der Neutronentomographie wird dieses Problem umgangen, da das Metall für die Neutronen nahezu transparent ist, während Öle oder Schmiermittel einen hohen Schwächungskoeffizienten besitzen.

Die Synchrotrontomographie ermöglicht dagegen Messungen mit sehr hohen räumlichen Auflösungen. An der Messanlage an der BAMline am Elektronenspeicherring BESSY in Berlin sind Auflösungen bis zu 1,5 µm/Pixel möglich. Ein entscheidender Vorteil ist auch die hohe Abbildungsgenauigkeit des lokalen Schwächungskoeffizienten. Feine Inhomogenitäten im Material, die nur einen geringen Absorptionskontrast erzeugen, lassen sich daher mit der Synchrotrontomographie noch sichtbar machen.

## Technische Parameter der Tomographie-Anlagen

### *Neutronenradiographie und -tomographie*

Am Hahn-Meitner-Institut Berlin steht der BER-II-Forschungsreaktor als Neutronenquelle zur Verfügung. An diesem befinden sich zwei Messanlagen für Tomographie und Radiographie. Das erste Instrument ist die CONRAD-Anlage, die durch das Instrument V12 ergänzt wird [1]. Beide Anlagen nutzen sogenannte „kalte“ Neutronen, d.h. Neutronen mit sehr geringer Energie. Diese erzeugen im Vergleich zu thermischen Neutronen einen deutlich höheren Bildkontrast.

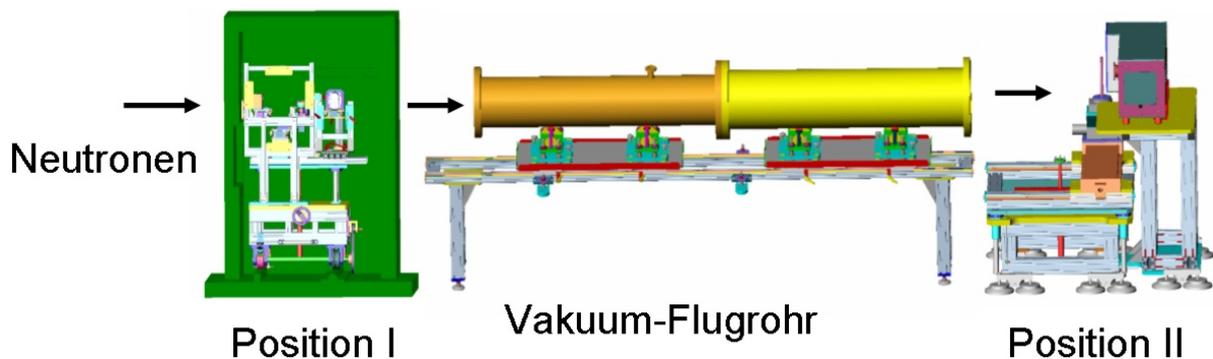
Die Neutronen werden über einen gekrümmten Neutronenleiter zu den Messplätzen geführt, so dass vom Reaktorinneren kein direkter Weg zu den Messpositionen führt. Dies gewährleistet eine hohe „Reinheit“ des Neutronenstrahls, ohne störende Einflüsse durch Gammastrahlen oder höherenergetische Neutronen aus dem Reaktorinneren.

Die verschiedenen Messpositionen sind für unterschiedliche Einsatzzwecke optimiert (Abbildung 1). An der ersten Messposition am CONRAD steht ein extrem hoher Neutronenfluss von  $10^9$  Neutronen/(cm<sup>2</sup>s) für schnelle In-Situ-Beobachtungen mit Zeitaufösungen bis 1 ms zur Verfügung. Der Strahlquerschnitt beträgt hier 3x5 cm<sup>2</sup>.

Die zweite Messposition ist für größere Objekte und hohe Auflösungen optimiert. Die bestmögliche räumliche Auflösung beträgt  $100\ \mu\text{m}$  aufgrund von grundlegenden Grenzen bei der Technik zur Detektion von Neutronen. Der Strahlquerschnitt beträgt etwa  $15 \times 15\ \text{cm}^2$ . Es sind aber auch deutlich größere Objekte messbar.

Die V12-Anlage bietet eine Messposition für Tomographie mit monochromatischen Neutronen. Diese ermöglichen eine besonders exakte Abbildung von Dichteunterschieden im Material. Die zweite Messposition ist für sehr spezielle Verfahren, wie der Refraktionstomographie, reserviert.

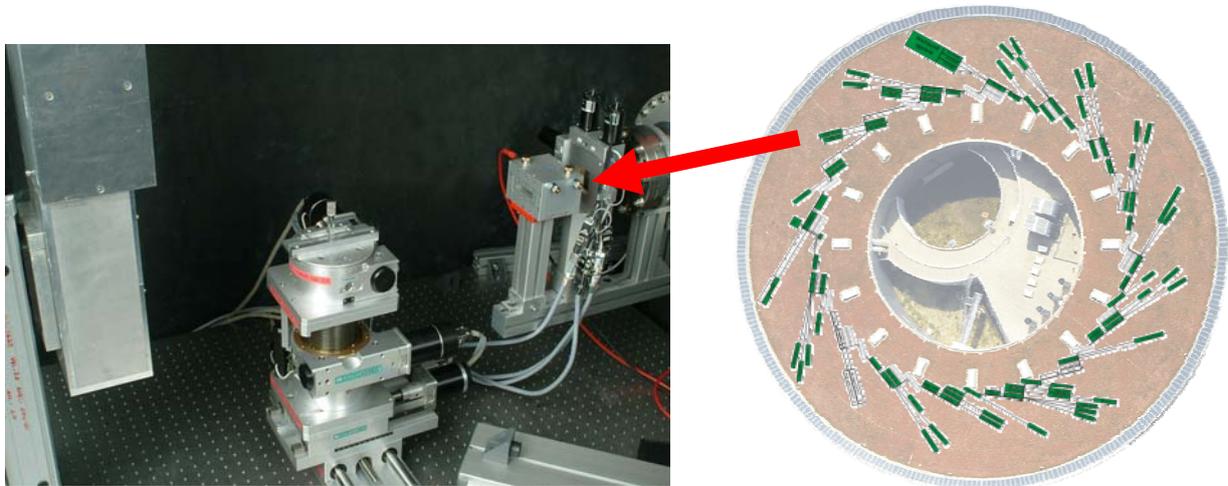
Zur Konversion der Neutronen in sichtbares Licht wird ein Szintillationsschirm verwendet. Das Bild auf diesem Schirm wird über einen Spiegel und ein Linsensystem auf eine CCD-Kamera projiziert.



**Abbildung 1:** Schematische Darstellung der CONRAD-Anlage für Neutronenradiographie und -tomographie am Hahn-Meitner-Institut Berlin

### ***Synchrotrontomographie***

Die Messanlage für Synchrotrontomographie befindet sich am Elektronenspeicherring BESSY in Berlin (Abbildung 2). Sie wird gemeinsam von der Abteilung SF3 des Hahn-Meitner-Instituts Berlin (AG Prof. Banhart) und der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) genutzt. Die Energie der Röntgenstrahlung lässt sich im Bereich zwischen 6 und 60 keV einstellen. Die Energieauflösung beträgt bei Verwendung eines Doppelmultilayer-Monochromators ca. 1,5 %; die maximale Photonenflussdichte bis zu  $10^{12}$  Photonen/( $\text{mm}^2\text{s}$ ).

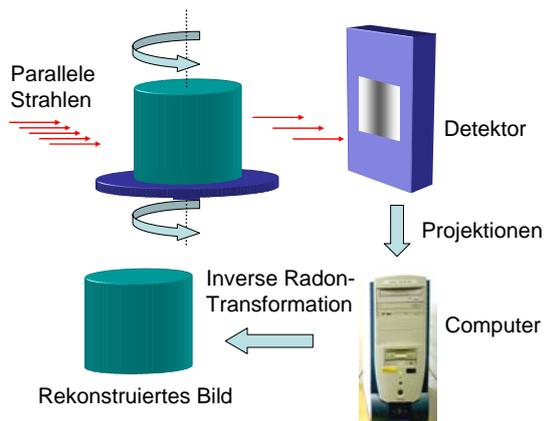


**Abbildung 2:** Messplatz für hochauflösende Synchrotrontomographie an der BAMline am Elektronenspeicherring BESSY

Zur Aufnahme der Radioramme wird ein Kamerasystem mit  $2048 \times 2048$  Pixel<sup>2</sup> eingesetzt. Bei einer Auflösung von  $1,5 \mu\text{m}/\text{Pixel}$  lassen sich noch Objekte mit einem maximalen Durchmesser von 3 mm untersuchen. Es stehen derzeit noch zwei weitere Einstellungen für größere Objekte zur Verfügung:  $3,5 \mu\text{m}$  Auflösung für Objekte mit bis zu 7 mm Durchmesser und  $7 \mu\text{m}$  Auflösung für Objekte mit bis zu 14 mm Durchmesser.

## Prinzip der Tomographie

Bei der Radiographie wird ein Objekt durchstrahlt und dabei eine Projektion erzeugt, die die Stärke der Absorption an verschiedenen Stellen abhängig von der Materialdicke und -art widerspiegelt. Zur Erzeugung eines Tomogramms, wird das Objekt zunächst auf einem drehbaren Tisch montiert und schrittweise gedreht [1,2]. Für jede Winkelposition wird dabei jeweils ein Radiogramm erstellt, bis ein Winkelbereich von  $180^\circ$  bzw.  $360^\circ$  abgedeckt ist (Abbildung 3). Zumeist sind mehrere hundert bis über tausend Einzelbilder nötig. Die Aufnahme dieser Daten benötigt etwa zwischen einer halben und einigen Stunden und erzeugt, abhängig von Bildauflösung und Objektgröße, Datenmengen von vielen Gigabyte. Aus den Radiogrammen wird dann mit einem mathematischen Verfahren ein dreidimensionales Bild rekonstruiert, das Tomogramm. Es stellt die räumliche Verteilung des lokalen Schwächungskoeffizienten in der Probe dar. Dieser ist abhängig von der lokalen Elementzusammensetzung und Dichte.



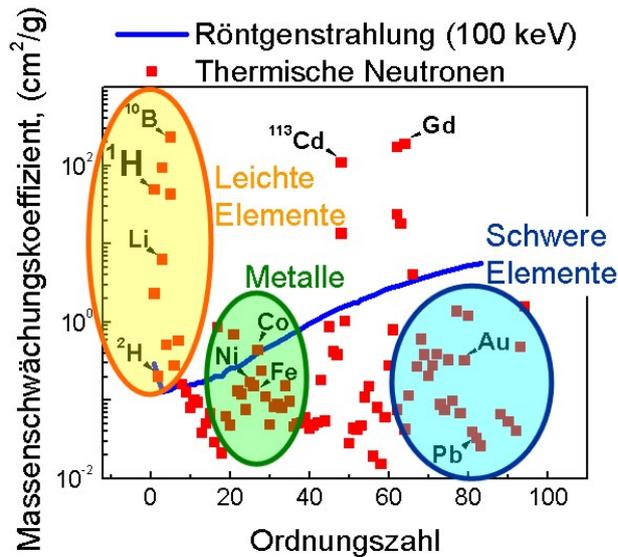
**Abbildung 3:** Prinzip der Tomographie

## Eigenschaften von Neutronen und Röntgenstrahlung

### *Vergleich zwischen Neutronen und Röntgenstrahlung*

Neutronen und Röntgenstrahlung haben unterschiedliche Eigenschaften, die teilweise zueinander komplementär sind [4]. Dies wird in Abbildung 4 verdeutlicht. Hier ist der Massenschwächungskoeffizient für Neutronen und Röntgenstrahlung in Abhängigkeit von der Ordnungszahl der Elemente aufgetragen. Die blaue Kurve zeigt das Verhalten von Röntgenstrahlung mit 100 keV Energie. Weil die Röntgenstrahlung mit den Elektronenhüllen wechselwirkt, ist der Schwächungskoeffizient umso größer je mehr Elektronen das Element besitzt. Daher wird Röntgenstrahlung sehr stark von Metallen absorbiert, während sie die meisten organischen Materialien leicht durchdringen kann.

Neutronen verhalten sich dagegen völlig anders (rote Punkte in Abbildung 4) [6]. Sie wechselwirken vor allem mit den Atomkernen. Daraus ergibt sich eine im Gegensatz zur Röntgenstrahlung sehr starke Abschwächung durch einige leichte Elemente, wie Wasserstoff oder Lithium. Metalle und andere schwere Elemente sind dagegen sehr leicht durchdringbar. Aufgrund dieser Eigenschaften können Neutronen sehr gut wasserstoffhaltige Substanzen, wie Treibstoffe, Öl, Schmiermittel, Ruß und ähnliches, hinter metallischen Bauteilen untersuchen.



**Abbildung 4:** Massenabschwächungskoeffizient für Neutronen und Röntgenstrahlung

Die Vorteile der Tomographie mit Neutronen und mit der Röntgenstrahlung eines Synchrotrons sind hier noch einmal im Überblick dargestellt:

**Vorteile der Neutronentomographie am Hahn-Meitner-Institut Berlin:**

- hohe Empfindlichkeit für wasserstoffhaltige Materialien
- hohe Durchdringung von Metallen  
⇒ Untersuchung von Wasser-, Öl- und Klebstoff-Verteilungen in Metallobjekten möglich
- Untersuchung von größeren Proben (~ 20 cm Durchmesser)
- Isotopenempfindlichkeit
- Sensitivität gegenüber Magnetfeldern

**Vorteile der Synchrotrontomographie an der BAMline am BESSY:**

- hohe räumliche Auflösung:  $\leq 1.5 \mu\text{m}/\text{Pixel}$
- hohe Flussdichte von bis zu  $10^{12}$  Photonen/ $\text{mm}^2/\text{s}$   
⇒ rauscharme Bilder + kurze Messzeit
- monochromatische Strahlung  
⇒ feine Unterschiede in der Elementzusammensetzung räumlich auflösbar
- Variable Strahlungsenergie (6-60 keV)  
⇒ Optimale Anpassung der Strahleigenschaften an die Eigenschaften der Probe

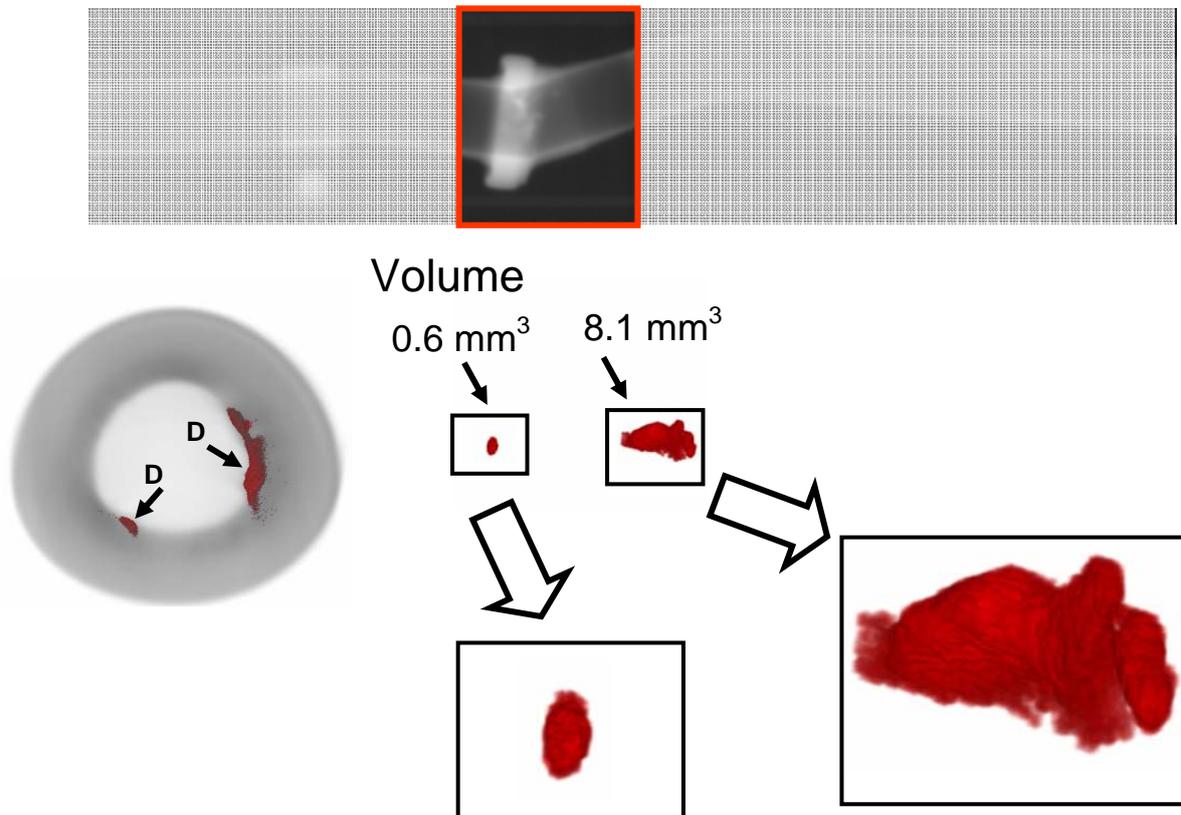
**Experimentelle Ergebnisse und Anwendungsbeispiele**

*Neutronentomographie*

Rußverteilungen in Abgasleitungen

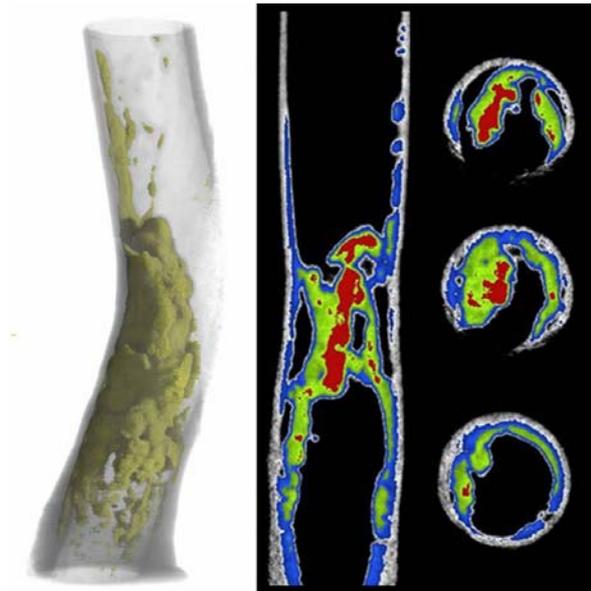
Ein wichtiger Anwendungsbereich für die Neutronentomographie ist die Analyse von Rußverteilungen in metallischen Objekten. Als Beispiel ist hier ein Abgasrohr eines Flugzeugtriebwerks gezeigt (Abbildung 5). Im gekrümmten Bereich in der Mitte hat sich eine geringe Menge Ruß angelagert. Aufgrund der beschriebenen Eigenschaften von Neutronen

lassen sich die Ablagerungen sehr deutlich erkennen und quantitativ analysieren. Es sind zwei zusammenhängende Bereiche von Ablagerungen zu finden. Ihre Volumina betragen  $0,6 \text{ mm}^3$  und  $8,1 \text{ mm}^3$ .



**Abbildung 5:** Rußablagerungen in einer Abgasleitung

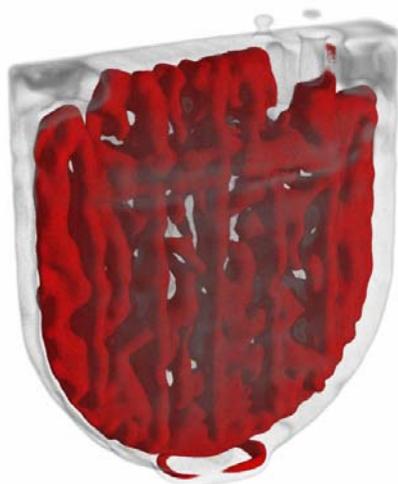
Die Ablagerungen können als Keimpunkte für noch größere Akkumulationen von Ruß dienen, bis das Abgasrohr schließlich zu verstopfen droht. Abbildung 6 zeigt so einen Fall. Es hat sich so viel Ruß angesammelt, dass der Gasstrom erheblich gestört wird. In Abbildung 6 links ist das Stahlrohr halbtransparent dargestellt, so dass die Rußablagerung im Inneren (grün) sichtbar wird. Die rechten Bilder zeigen Querschnitte durch das Tomogramm in vertikaler und horizontaler Richtung. Die Farben geben die Stärke des Schwächungskoeffizienten wieder. Rot sind die Bereiche mit hoher Abschwächung, d.h. mit hohem Wasserstoffanteil im Ruß, dargestellt. Das sind die zeitlich jüngeren Ablagerungen. Blau deutet hingegen auf eine geringe Abschwächung und damit einen geringen Wasserstoffanteil hin.



**Abbildung 6:** Rußablagerungen in einem Abgasrohr (20 mm Durchmesser): Links ist das Tomogramm gezeigt, mit halbtransparenter Stahlhülle. Rechts sind Querschnitte aus dem Tomogramm in Falschfarben zu sehen.

### Lithium-Batterie

Neben Wasserstoff gehört auch Lithium zu den Elementen, die sehr stark mit den Neutronen wechselwirken. Daher lässt sich die Verteilung von Lithium in Batterien sehr gut analysieren. Abbildung 7 zeigt das Tomogramm einer Lithium-Jodid-Batterie, wie sie in Herzschrittmachern Verwendung findet. Die metallische Hülle ist halbtransparent und das Lithium rot dargestellt. Eine neuwertige Batterie weist eine homogene Verteilung des Lithiums auf. Bei dieser bereits teilweise verbrauchten Batterie sind starke Veränderungen gegenüber der ursprünglichen Lithium-Verteilung zu finden. Das Lithium häuft sich in einigen Bereichen an, während es in anderen Bereichen nahezu vollständig verschwunden ist. Ziel dieser Untersuchung war es, die Lebensdauer dieser Herzschrittmacher-Batterien zu erhöhen, um die Intervalle für den operativen Austausch möglichst weit zu vergrößern.

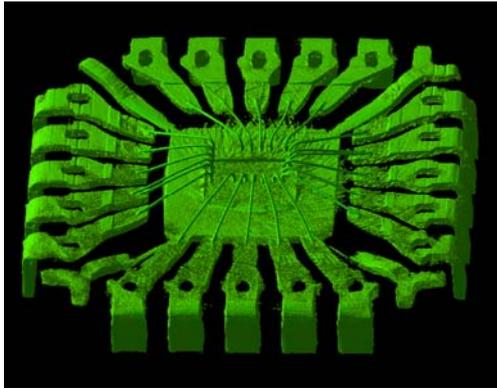


**Abbildung 7:** Tomogramm einer Lithium-Jodid-Batterie. Die Metallhülle ist halbtransparent dargestellt, das Lithium im Inneren rot

## *Synchrotrontomographie*

### Mikroelektronik

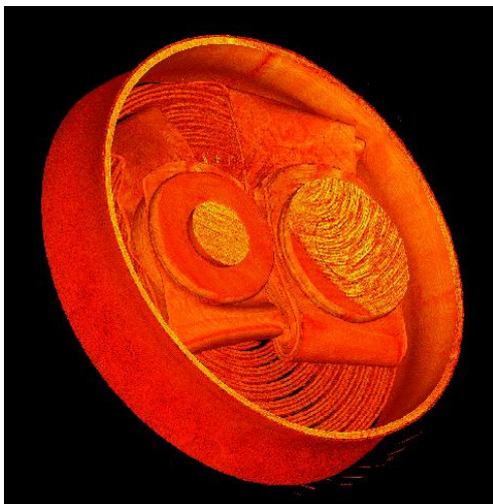
Im Gegensatz zu Neutronentomographie können die Röntgenstrahlen wasserstoffhaltige Materialien gut durchstrahlen und metallische Komponenten im Inneren sichtbar machen. In Verbindung mit der hohen räumlichen Auflösung ermöglicht dies zum Beispiel Anwendungen im Bereich der Mikroelektronik.



**Abbildung 8:** Tomogramm eines in Epoxidharz eingebetteten Mikrochips. Das umgebende Epoxidharz ist transparent dargestellt, so dass die innere Metallstruktur sichtbar wird.

Abbildung 8 zeigt das Tomogramm eines in Epoxidharz vollständig eingeschlossenen Mikrochips. Das Epoxidharz ist transparent dargestellt, so dass die metallischen Bestandteile im Inneren sichtbar werden. Wichtige Anwendungen sind hier die Untersuchung der Qualität von Lötverbindungen und die Analyse von Mikrorissen.

Bei dem in Abbildung 9 gezeigten Tomogramm eines Papierkondensators stand vor allem die Analyse der Kontaktbereiche zwischen den einzelnen Wicklungen im Vordergrund.



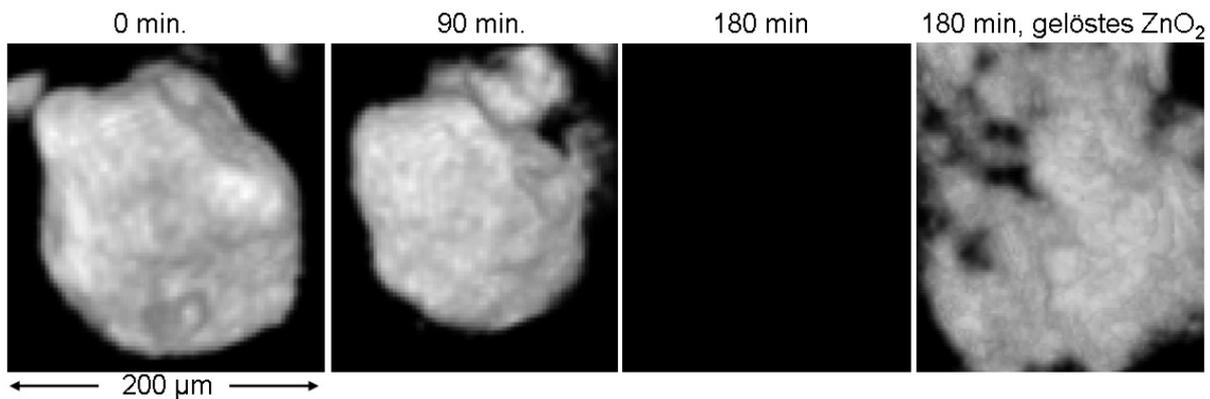
**Abbildung 9:** Tomogramm eines Papierkondensators

## Alkaline-Batterie

Da die Tomographie eine zerstörungsfreie Untersuchungsmethode ist, lassen sich auch zeitliche Veränderungen in einem Objekt analysieren, wie das nächste Beispiel zeigt. Hier wurden chemische Prozesse in einer handelsüblichen Alkaline-Batterie untersucht. Die Batterie wurde schrittweise entladen und nach jedem Schritt tomographiert. Im Inneren befindet sich Zinkpulver das bei der Entladung oxidiert wird und sich im umgebenden Elektrolyten auflöst.

Abbildung 10 zeigt eines dieser Zinkpartikel in der Batterie nach verschiedenen Entladungszeiten [5]. In dieser Abbildung ist nur das reine Zink dargestellt. Alle anderen Substanzen ( $ZnO_2$  und Elektrolyt) haben einen geringeren Schwächungskoeffizienten. Sie sind transparent geschaltet und daher nicht sichtbar.

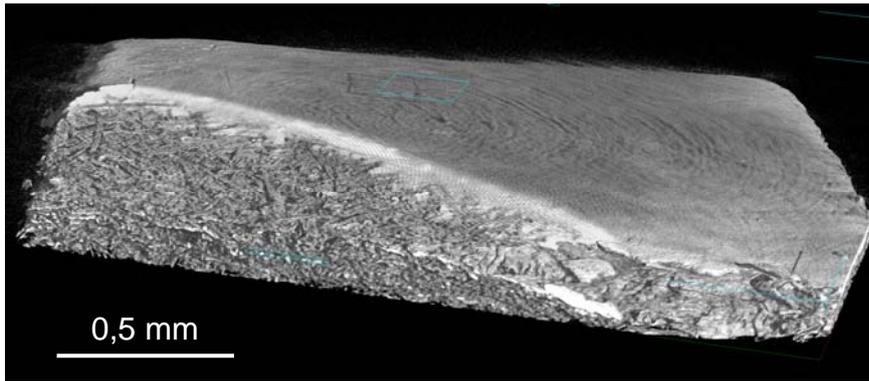
Nach 90 Min. Entladung ist das Partikel deutlich kleiner geworden, da ein Teil des Zinks oxidiert wurde und sich im Elektrolyten gelöst hat. Nach 180 Minuten ist das Zinkpartikel vollständig oxidiert und kein Zink im Bildausschnitt mehr zu finden. In einer anderen Darstellung des selben Bildausschnitts wurde nun das gelöste  $ZnO_2$  sichtbar gemacht (Bild ganz rechts). Es sind keine klaren Konturen mehr zu finden, da das  $ZnO_2$  in die Umgebung diffundiert ist.



**Abbildung 10:** Ein Zinkpartikel in einer Alkaline-Batterie nach verschiedenen Entladungszeiten. Die Elektrolytflüssigkeit ist transparent dargestellt, d.h. nicht sichtbar. In dem Bild ganz rechts ist das gelöste Zinkoxid gezeigt.

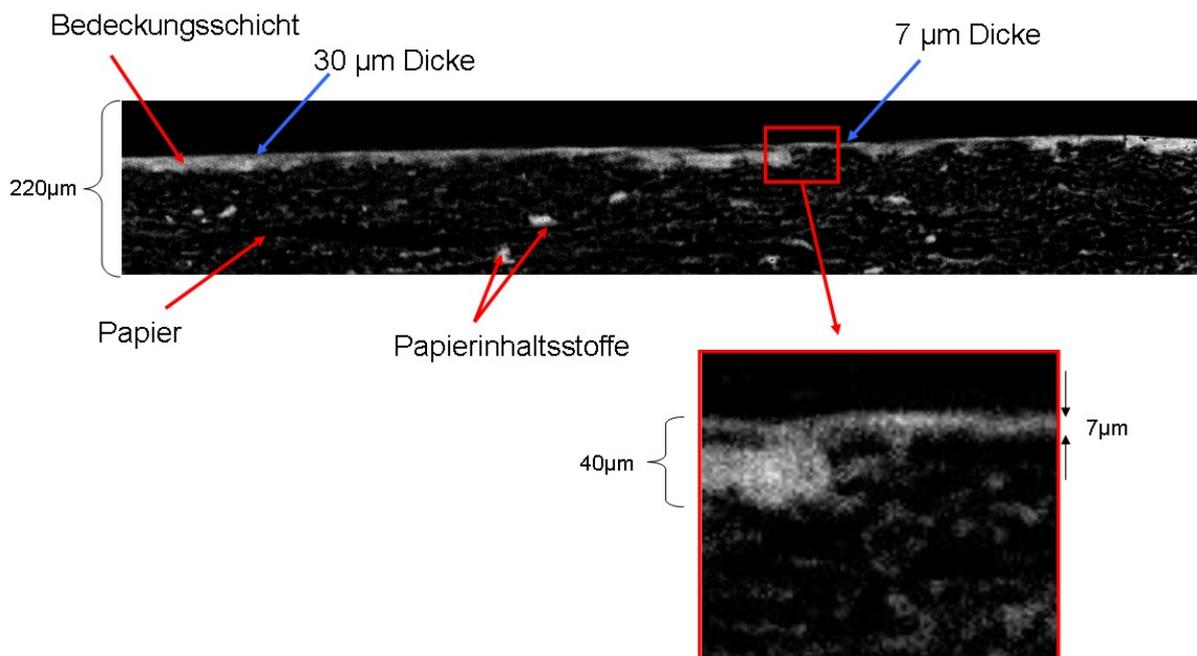
## Oberflächenbeschichtungen

Die hohe räumliche Auflösung ermöglicht auch die Untersuchung von Materialbeschichtungen. Abbildung 11 zeigt das Tomogramm einer Probe eines beschichteten Faltschachtelkartons [7]. Die Beschichtung (heller oberer Bereich) hebt sich sehr deutlich vom restlichen Teil ab. Hintergrund der Fragestellung war die Analyse der Homogenität der Oberflächenbeschichtung, die aus einer komplexen Mischung von Carbonat, Kaolin und einem Binder besteht.



**Abbildung 11:** Tomogramm einer Probe eines beschichteten Faltschachtelkartons

In dem Querschnitt in Abbildung 12 ist der Verlauf der Beschichtung entlang der Oberfläche zu sehen. Der Querschnitt wurde aus der Mitte des Tomogramms entnommen und ist mit einem erhöhten Grauwert-Kontrast dargestellt. Die Beschichtung und die stark absorbierenden Inhaltsstoffe des Papiers sind hell dargestellt, während die restlichen Bestandteile schwarz sind. So lässt sich der Verlauf der Beschichtung besser erkennen. Die Schichtdicke zeigt dabei starke Schwankungen im Bereich zwischen 7  $\mu\text{m}$  und 40  $\mu\text{m}$ . Die Beschichtung besteht aus zwei unterschiedlichen Lagen. Bei der ersten Lage handelt es sich um eine Art Grundierung, die zunächst die Poren an der Oberfläche ausfüllen soll, damit der nach Außen sichtbare dünne Anstrich besser haftet und glattflächig erscheint. Daher ist die obere dünne Schicht über den gesamten Bereich relativ homogen mit einer Stärke von ca. 7-10  $\mu\text{m}$ . Die dickere Schicht darunter zeigt dagegen starke Schwankungen mit Dicken zwischen 10-30  $\mu\text{m}$ . An einigen Stellen ist sie sogar so dünn, so dass sie von der oberen Schicht kaum noch zu unterscheiden ist.



**Abbildung 12:** Beschichtete Papieroberfläche. Querschnitt aus einem Tomogramm senkrecht zur Oberfläche des Papiers.

## Literaturverzeichnis:

- [1] N. Kardjilov, A. Hilger, I. Manke, M. Strobl, W. Treimer, J. Banhart, Industrial applications at the new cold neutron radiography and tomography facility of the HMI, Nuclear Instruments & Methods in Physics Research A 542, p. 16-21, (2005)
- [2] A. C. Kak, M. Slaney, Principals of Computerized Tomographic Imaging, IEEE Press, New York, 1987
- [3] G. T. Herman, Image Reconstruction from Projections: The Fundamentals of Computerized Tomography, Academic Press, New York, 1980
- [4] I. Manke, N. Kardjilov, R. Schneider, A. Haibel, A. Denker, A. Rack, A. Hilger, F. García Moreno, J. Banhart, Zerstörungsfreie Messmethoden am Hahn-Meitner-Institut: Neutronen, Ionen und Röntgenstrahlen für die Industrie. Materialprüfung 46, p. 414-413 (2004)
- [5] A. Haibel, I. Manke, A. Rack, A. Melzer, J. Banhart, Discharging Investigations of Alkaline Batteries by means of In-Situ Synchrotron Tomography, Journal of Power Sources, submitted 2005
- [6] N. Kardjilov, Further developments and applications of radiography and tomography with thermal and cold neutrons, Dissertationsschrift (2003), <http://tumblr.biblio.tu-muenchen.de/publ/diss/ph/2003/kardjilov.pdf>
- [7] I. Manke, A. Haibel, A. Rack, S. Zabler, J. Banhart, Hochauflösende Tomographie mit Synchrotronstrahlung an Papier, PTS-Workshop: Moderne Oberflächenanalytik und bildgebende Verfahren, PTS-MS 529, p. 11.1 – 11.17, München (2005)