

Materialforschung mit Synchrotron-Refraktions-Computer-Tomographie an der BAMline

B. R. Müller, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

Einleitung

Die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) hat im Synchrotron-Strahlungslabor BESSY (im Wissenschafts- und Technologiezentrum Berlin-Adlershof) ein Röntgen-Strahlrohr (BAMline) sowie einen Messplatz für die zerstörungsfreie Materialcharakterisierung aufgebaut.

Der Messplatz erlaubt die Untersuchung mit monochromatischer Röntgenstrahlung im Energiebereich von 5 keV bis 80 keV mit hohem Photonenfluss. Seit Anfang 2001 ist der Messplatz in Betrieb. Die Besonderheiten der BAMline im Vergleich zu Labor-Röntgenquellen sind der hohe Photonenfluss, die freie Photonenenergiewahl mit Hilfe von Monochromatoren sowie die Polarisierungseigenschaften und die außerordentliche Parallelität der Strahlung bei großem Strahlquerschnitt. Dies ermöglicht Refraktions-Computer-Tomographie-Messungen an Metall-Matrix-Kompositen (MMC) in relativ kurzer Zeit, mit einer lateralen Ortsauflösung von ca. 5 µm.

Durch die Verwendung einer vergrößernden Röntgenoptik kann dieses Limit unterschritten, und innere Strukturen von 1 µm und darunter abgebildet werden.

Synchrotronstrahlung

Synchrotronstrahlung entsteht, wenn Elektronen mit großer kinetischer Energie durch ein Magnetfeld abgelenkt werden. Diese Strahlung wurde von Iwanenko und Pome-ranschuk 1944 vorausgesagt und 1947 das erste Mal an einem Dipol-Magneten in einem Elektronen-Synchrotron-Beschleuniger bei General Electric in den USA beobachtet (daher die Bezeichnung Synchrotronstrahlung).

Zunächst war sie ein unerwünschtes Nebenprodukt, da der damit verbundene Energieverlust die erreichbare Endenergie der Elektronen begrenzte. Doch bald erkannte man, dass es sich hier um eine Lichtquelle handelte, die ein kontinuierliches Energiespektrum vom infraroten bis zum harten Röntgenbereich lieferte. Schwinger entwickelte 1949 einen mathematischen Formalismus, der es erlaubt, die Eigenschaften der Synchrotronstrahlung exakt zu berechnen, was eine unabdingbare Voraussetzung für

die Kalibrierung von Detektoren bzw. Strahlungsquellen ist. Tomboulin und Hartmann setzten 1956 die Synchrotronstrahlung erstmals gezielt für wissenschaftliche Untersuchungen ein. Seitdem gibt es eine stetige Entwicklung dieser Strahlungsquelle sowie deren Anwendungsfelder.

Im Wissenschafts- und Technologiezentrum Berlin-Adlershof betreibt die Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung m.b.H. BESSY einen Speicherring der dritten Generation. Dieser zeichnet sich durch eine hohe Brillanz (ein Maß für die Leuchtdichte der Quelle) aus, die für eine hohe räumliche und spektrale Auflösung bei den Experimenten benötigt wird.

In Abb. 1 ist eine Luftaufnahme (links) sowie ein Modell (rechts) des prinzipiellen Aufbaus von BESSY wiedergegeben. In einem Vakuumsystem werden in einer Glühkathode Elektronen thermisch emittiert und auf eine kinetische Energie von 100 keV beschleunigt. Danach werden sie in einem Linearbeschleuniger (Mikrotron) auf 50 MeV beschleunigt und schließlich im Synchrotron (kleiner Ring Abb. 1 rechts) auf ihre Endenergie von 1,7 GeV gebracht. Mit dieser Energie werden sie in den Speicherring (großer Ring Abb. 1 rechts) gelenkt, wo sie von Ablenkmagneten (gelbe Klötze) auf einer Umlaufbahn von 240 m Länge gehalten werden. Tangential zur Umlaufbahn sind an den Ablenkmagneten sogenannte Strahlrohre aufgebaut (Abb. 1 oben links). Diese leiten die Synchrotronstrahlung zu den Experimentierplätzen.

Die BAMline

Das Energiespektrum der Synchrotronstrahlung ist proportional zur Feldstärke des Ablenkmagneten sowie zum Quadrat der kinetischen Energie der Elektronen ($E_c \sim B \cdot E^2$).

Die Elektronenenergie kann bei BESSY nicht geändert werden. Es ist jedoch möglich, die Magnetfeldstärke lokal zu erhöhen. Die BAM hat daher in Kooperation mit BESSY und der Physikalisch Technischen Bundesanstalt (PTB) einen supraleitenden 7 Tesla Wellenlängenschieber (WLS) in den Speicherring eingebaut (Abb. 2 links), der die gewünschte Verschiebung des Photonenenergiespektrums liefert (Abb. 2 rechts).

Der nutzbare Photonenenergiebereich wurde dadurch bis weit in den harten Röntgenbereich erweitert (vergleiche Ablenkmagnet- und WLS-Spektrum in Abb. 2 rechts). Die verfügbare Brillanz aus dem WLS ist im Energiebereich von 5keV bis 80keV um bis zu vier Zehnerpotenzen größer als die einer Drehanode.

Zur Nutzung dieses Spektrums wurde ein Strahlrohr mit Röntgenmessplatz (die BAMline) errichtet [1].

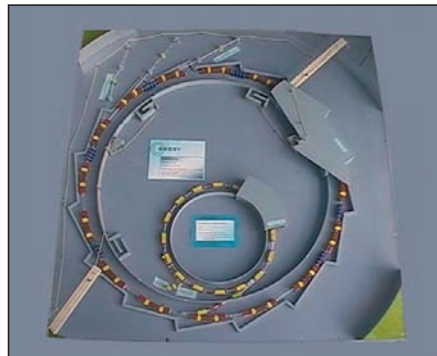


Abbildung 1: links: BESSY Luftaufnahme; rechts: BESSY-Modell mit Mikrotron, Synchrotron, Speicherring und Strahlrohren

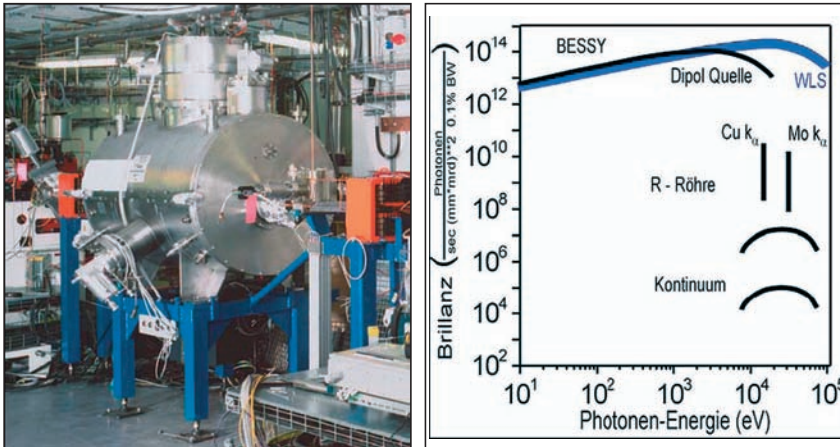


Abbildung 2: links, supraleitender WLS eingebaut in den BESSY Speicherring; rechts, Spektrale-Photonen-Fluss-Dichte in Abhängigkeit der Photonen-Energie eines Dipol-Magneten sowie des 7 Tesla WLS der BAMline im Vergleich zu Labor-Röntgenröhren

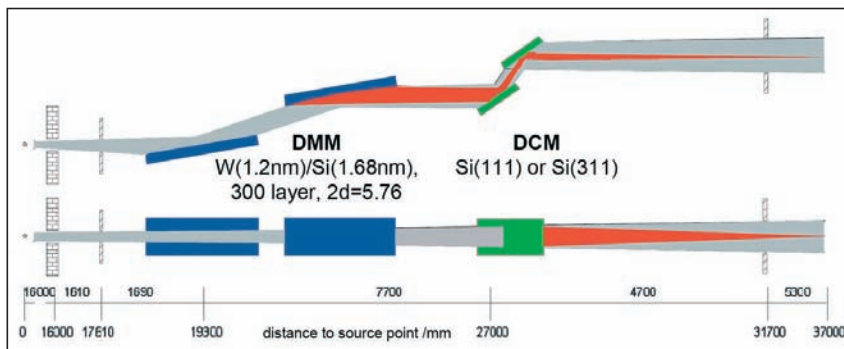


Abbildung 3: Schematische Ansicht der BAMline; oben: Seitenansicht; unten: Ansicht von oben

Die BAMline ist in Abb. 3 schematisch dargestellt und verfügt über zwei Monochromatoren: einen Doppel-Multilayer-Monochromator (DMM) für Photonenenergien von ca. 5 keV bis 80 keV mit einer Energiebandbreite von ca. 1% bis 2% (Abb. 5); und einen Doppel-Kristall-Monochromator (DCM) mit zwei Kristallsätzen (Si(111) und Si(311)) für den Energiebereich von ca. 5 keV bis 50 keV und einer Energiebandbreite von ca. 0,2%.

Synchrotron-Refraktions-Computer-Tomographie

Das in der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung BAM entwickelte zerstörungsfreie Verfahren der Röntgen-Refraktions-Computer-Tomographie nutzt die Brechungseigenschaften innerer Grenzflächen von Werkstoffstrukturen, um charakteristische Kenngrößen zu ermitteln.

Mit Hilfe des biegbaren zweiten Multilayer-Spiegels des DMM lässt sich die Strahlungskeule in ihrer vertikalen Ausbreitung kollimieren bzw. auf ca. 100µm am Probenort fokussieren. Horizontal kann die Strahlungskeule mit Hilfe des biegbaren zweiten Kristalls des DCM auf 250µm fokussiert werden.

Abb. 4 zeigt beide Monochromatoren vor dem Einbau in die BAMline. Die blaue Linie markiert den Strahlengang innerhalb des jeweiligen Monochromators. Die BAMline kann in vier Modi betrieben werden. Ohne Monochromatoren liefert sie das volle Spektrum des WLS. Verschiedene Filter können zur Einschränkung der Energiebandbreite genutzt werden. Beide Monochromatoren können einzeln oder in Kombination betrieben werden. Abb. 5 zeigt die Energieauflösung und die berechnete Photonenfluss-Dichte des DMM und des DCM durch eine Fläche von 1mm² am Ort der Probe, die sich 36m vom WLS entfernt befindet.

Die Arbeitsschwerpunkte an der BAMline sind:

- Röntgen-Fluoreszenz-Analyse RFA
- Computer-Tomographie CT
- Synchrotron-Refraktions-Computer-Tomographie SyRef-CT
- Radiometrie

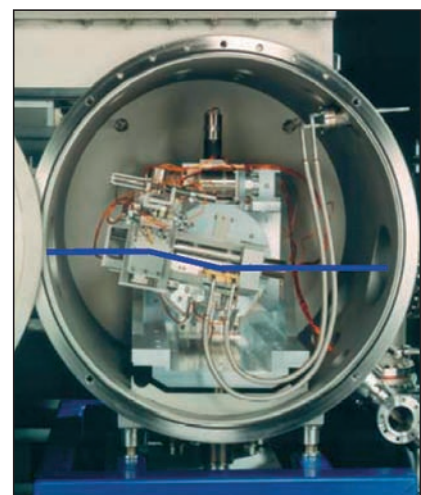
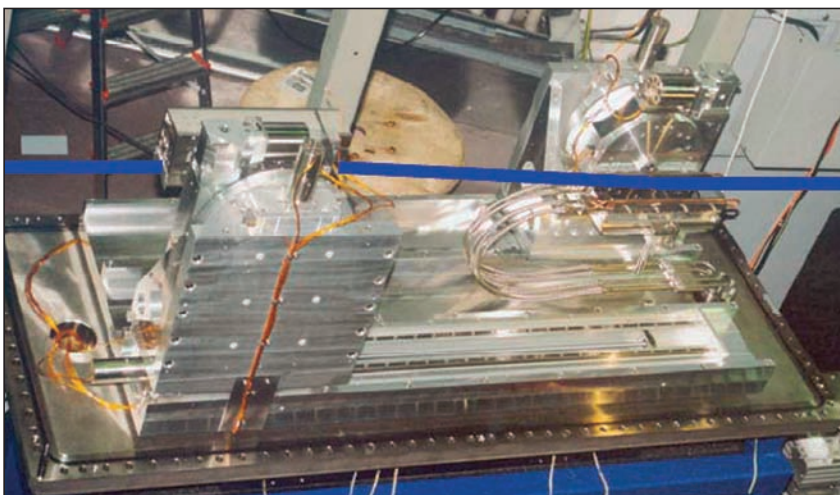


Abbildung 4: links: Doppel Multilayer Monochromator (DMM) und rechts: Doppel Kristall Monochromator (DCM) vor dem Einbau in die BAMline. Die blaue Linie zeigt den Strahlengang im jeweiligen Monochromator

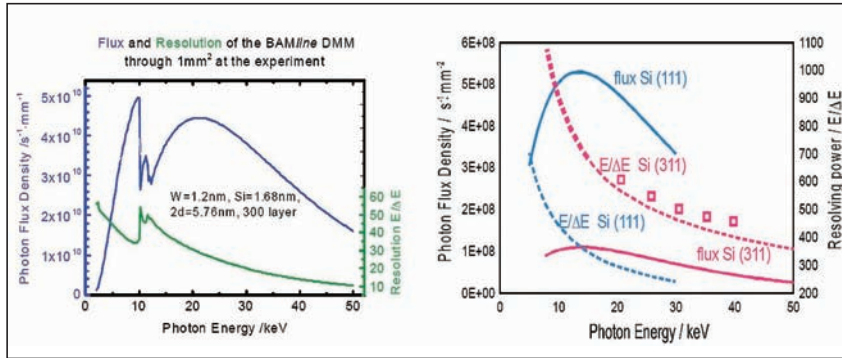


Abbildung 5: links: berechnete Photonenfluss-Dichte des DMM durch eine Fläche von 1mm² am Ort des Experiments (36m vom WLS entfernt). Der untere Graph zeigt die erreichbare Energieauflösung des DMM. Rechts: berechnete Photonenfluss-Dichte des DCM durch eine Fläche von 1mm² am Ort des Experiments. Die gestrichelten Graphen zeigen die erreichbare Energieauflösung für die jeweiligen Kristallpaare des DMM. Die eingezeichneten Quadrate geben gemessene Werte wieder

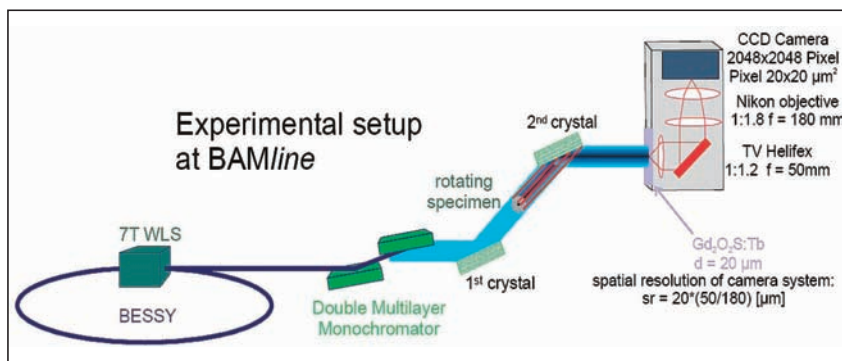


Abbildung 6: Prinzip und Strahlengang der 3D-Synchrotron-Refraktions-CT

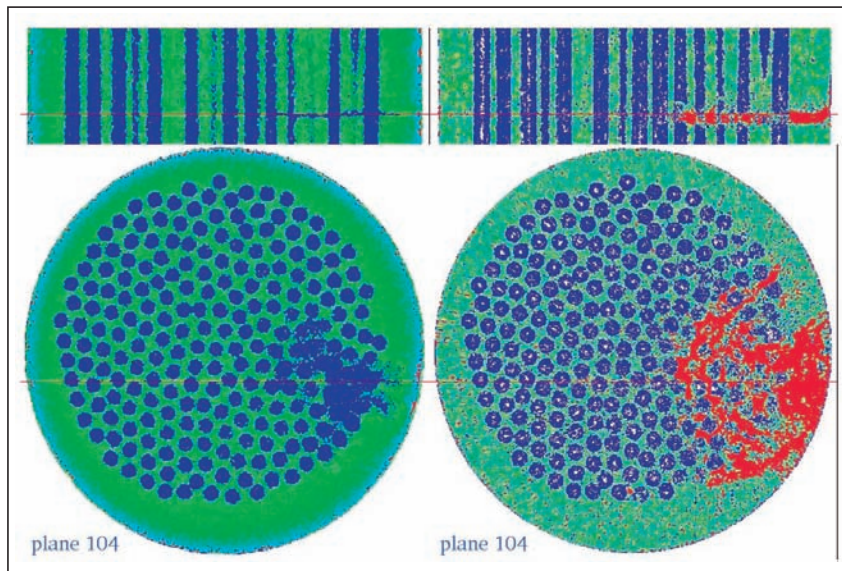


Abbildung 7: Untersuchung einer Zugprobe aus SiC-Faser verstärktem Titan-Werkstoff nach Wechsellast (Ermüdung). Oben: Schnittebene parallel zur Probenachse, unten: Schnittebene senkrecht zur Probenachse. Die rote Linie markiert die Schnittlinie der senkrecht aufeinander stehenden Schnittebenen. Links: Rekonstruktion aus einem Absorptions-Computer-Tomographie (Absorptions-CT) Datensatz (Quelle: Röntgenröhre mit 100 kV; 4,7X4,7X4,7 μm³ Voxel). Rechts: Rekonstruktion derselben Ebene aus einem Synchrotron-Refraktions-Computer-Tomographie (3D Synchrotron-Refraktions-CT) Datensatz (Quelle: Synchrotronstrahlung mit 50 keV Photonenenergie; 5,3X5,3X5,3 μm³)

Die kennzeichnende Wechselwirkung des Verfahrens beruht auf der Ablenkung von Röntgenstrahlen an inneren Grenzflächen zwischen Bereichen verschiedener Dichte. Dies ist analog zum bekannten Brechungsverhalten des sichtbaren Lichts an optischen Linsen und Prismen. Der Unterschied liegt jedoch darin, dass der Brechungsindex n für Röntgenstrahlen in Materie nahe bei eins liegt, und zur Folge hat, dass Röntgenstrahlen beim Durchgang durch Grenzflächen nur um einen sehr kleinen Winkel (wenigen Bogenminuten) abgelenkt werden. Das Verfahren wurde an anderer Stelle ausführlich beschrieben [2, 3].

Experimenteller Aufbau und Messverfahren

Mit Hilfe der Synchrotronstrahlung konnte das Messverfahren auch erfolgreich auf die Untersuchung von Metallmatrix-Komposite (MMC) angewendet werden. Das Verfahren ermöglicht die selektive dreidimensionale Abbildung innerer Oberflächen in heterogenen Materialien mit hohem Kontrast, unabhängig vom konventionellen Dichte-Kontrast. Wegen der Nutzung monochromatischer Synchrotronstrahlung weisen die Messungen keine Aufhärtungseffekte auf. Prinzip und Strahlengang der 3D-Synchrotron-Refraktions-CT sind in Abb. 6 skizziert.

Die Probe befindet sich zwischen zwei Reflexionskristallen in einem monochromatischen, parallelen Röntgenstrahl (Strahlquerschnitt ca. 7 mm x 4 mm). Ein Teil der Strahlung wird in der Probe absorbiert, und der transmittierte Teil wird über den zweiten Kristall auf einen Fluoreszenzschirm reflektiert. Der Fluoreszenzschirm ist über eine vergrößernde Optik an einen Flächendetektor (CCD) gekoppelt. Der durch den Refraktionseffekt an inneren Grenzflächen gestreute Teil der Strahlung wird dagegen nicht vom zweiten Kristall reflektiert (rot gezeichnete Strahlen in Abb. 6). Dies führt in den gemessenen Radiogrammen zu einem zusätzlichen Kontrast. In Analogie zu dem bekannten Prinzip der Computer-Tomographie wird die Probe in mehreren Winkelschritten um eine Achse gedreht. Aus dem gemessenen Datensatz lassen sich durch gefilterte Rückprojektion einzelne Schnittebenen rekonstruieren (siehe Abb. 7) und zu einem 3D-Datensatz zusammenfassen.

Abb. 7 zeigt die Rekonstruktion einer Schnittebene durch einen belasteten Zugstab mit 3,6 mm Durchmesser aus

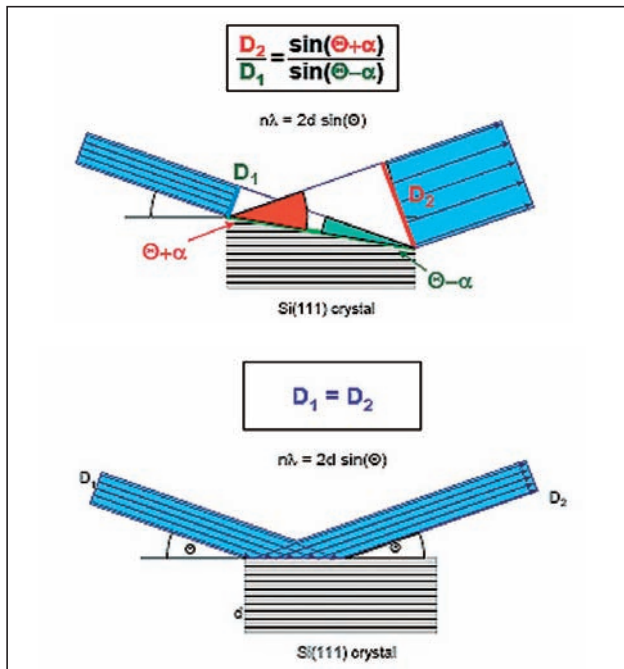


Abbildung 8: Oben: Symmetrisch (parallel) zu den reflektierenden Netzebenen geschnittener Kristall. Unten: Asymmetrisch zu den reflektierenden Netzebenen geschnittener Kristall

SiC-Faser verstärktem Titan-Wertstoff (Ti-MMC). Links aus dem Datensatz einer konventionellen Absorptions-Kontrast Messung, rechts aus dem Datensatz mit dem Grenzflächen-Kontrast der Synchrotron-Refraktions-CT gemessen. Die völlig andersartige Information des neuartigen Verfahrens ist offensichtlich. Die Synchrotron-Refraktions-CT detektiert eine deutlich größere Schädigung der Zugprobe (Rissausbreitung - roter Bereich Abb. 7 rechts) als die Absorptions-CT (Rissausbreitung - blauer Bereich Bild 7 links).

Vergrößerung

Um in die Nanometerwelt vorzudringen, kann die Eigenschaft asymmetrisch geschnittener Kristalle als vergrößernde Optik vor dem Detektorsystem genutzt werden.

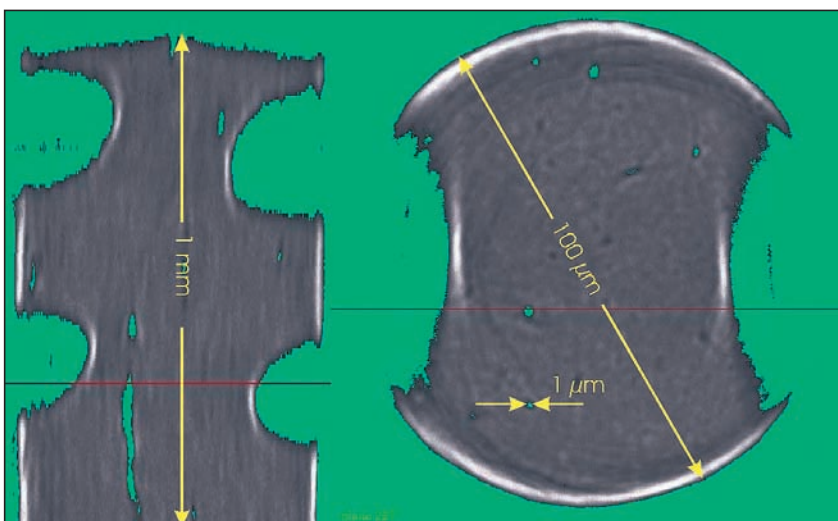


Abbildung 9: Rekonstruktion eines Mikrobohrers aus Stahl bei 45-facher Vergrößerung aus einem 3D Synchrotron-Refraktions-CT Datensatz. Links: Schnittebene parallel zur Bohrerachse, rechts: Schnittebene senkrecht zur Bohrerachse. Die rote Linie markiert die Schnittlinie der senkrecht aufeinander stehenden Schnittebenen.

Das Prinzip wird durch die Skizze des Strahlengangs in Abb. 8 verdeutlicht. Schneidet man einen Kristall so, dass die Oberfläche mit den reflektierenden Netzebenen einen Winkel α einschließen (asymmetrischer Schnitt), so wird bei Erfüllung der Bragg-Bedingung ($n\lambda=2d\sin(\Theta)$) der reflektierte Röntgenstrahl in der Streuebene, gemäß der in Abb. 8 gegebenen trigonometrischen Verhältnisse, aufgeweitet. D. h. die durch eine absorbierende Probe im Röntgenstrahl verursachte örtliche Intensitätsmodulation kann durch Reflexion an einem asymmetrisch geschnittenen Kristall in der Streuebene räumlich vergrößert werden. Der Vergrößerungsfaktor ist $V=\sin(\Theta+\alpha) / \sin(\Theta-\alpha)$.

Für eine vergrößernde CT-Messung wird dazu in Abb. 6 der zweite Kristall durch einen asymmetrisch geschnittenen Kristall ersetzt. Mit dem verwendeten Si-Kristall, dessen Asymmetriewinkel $\alpha=5,7^\circ$ beträgt, können Vergrößerungen zwischen 1,6 (bei 5keV) und 95 (bei 19,5keV) erzielt werden. Abb. 9 zeigt die Rekonstruktion einer vergrößernden 3D-Synchrotron-Refraktions-CT eines Mikrobohrers aus Stahl bei 45-facher Vergrößerung bei einer Photonenenergie von 19 keV. Die dadurch erzielte lineare Auflösung in der Schnittebene senkrecht zur Bohrerachse beträgt 200 nm (rechte Bildhälfte). Poren bzw. Werkstoffinhomogenitäten mit einem Durchmesser von weniger als 1 μm können detektiert werden.

Zusammenfassung

Die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) betreibt bei BESSY in Berlin-Adlershof einen Röntgen-Messplatz (die BAMline) für die zerstörungsfreie Materialcharakterisierung. Die BAMline liefert monochromatische, parallele Röntgenstrahlung mit hohem Photonenfluss (bis zu vier Zehnerpotenzen größer als bei Drehanoden) und großem Strahlquerschnitt im Energiebereich von 5 keV bis 80 keV. Ein Untersuchungsschwerpunkt ist die Synchrotron-Refraktions-Computer-Tomographie (SyRef-CT), mit deren Hilfe können Risse, Poren und Inhomogenitäten z.B. in modernen Metall-Matrix-Kompositen (MMC) mit einer lateralen Ortsauflösung von ca. 5 μm detektiert werden können. Durch den Einsatz einer vergrößernden Röntgenoptik (asymmetrisch geschnittene Kristalle vor dem Detektor) kann dieses Limit unterschritten, und innere Strukturen von 1 μm und darunter visualisiert werden.

Zitate

- [1] W. Görner, M.P. Hentschel, B.R. Müller, H. Riesemeister, M. Krumrey, G. Ulm, W. Diете, U. Klein, R. Frahm; BAMline: the first hard X-ray beamline at BESSY II, Nucl. Ins. and Meth. Phys. Res. A, 467-468 (2001), 703-706.
- [2] Hentschel, M.P.; Hosemann, R.; Lange, A.; Uther, B.; Brückner, R.: Röntgenkleinwinkelbrechung an Metalldrähten, Glasfäden und hartelastischem Polypropylen. Acta. Cryst. A43 (1987), 506-513.
- [3] M.P. Hentschel, K.-W. Harbich, A. Lange, Nondestructive evaluation of single fibre debonding in composites by X-ray refraction, NDT&E International 27 (1994), 275.