

# Zerstörungsfreie Einblicke in kleinste Strukturen

## Synchrotron-Mikrotomographie



► Dr. Alexander Rack, Institut für Synchrotronstrahlung – ANKA, Forschungszentrum Karlsruhe

### Historie

In den 1970er Jahren stellte der englische Ingenieur G. N. Hounsfield einen Apparat zur zerstörungsfreien dreidimensionalen Untersuchung von Objekten mittels Röntgenlicht vor. Die Methode der Computer-Tomographie (CT) fand schnell vielfältige Anwendungen in der Medizin. Anfang der 1980er Jahre wurde begonnen, die Stärken der CT für die Materialwissenschaften und industrielle Anwendungen zu erforschen. Seit den 1990ern wird CT auch in der Industrie eingesetzt. Durch die Weiterentwicklung der Methode sind mittlerweile Auflösungen im sub-Mikrometerbereich erreichbar.

### Röntgenquellen

Klassisch wird Röntgenlicht in einer Röntgenröhre durch den Beschuss der Elektrode mit beschleunigten Elektronen erzeugt (Röntgenbremsstrahlung und charakteristische Röntgenstrahlung). Das entstandene Röntgenlicht wird als fächer- oder kegelförmiger Strahl für die CT genutzt. Eine viel leistungsfähigere wenn auch aufwendigere Röntgenquelle ist ein Synchrotron. Dort werden Elektronen mit einer Geschwindigkeit nahe der Lichtgeschwindigkeit mittels Dipolmagneten auf einer geschlossenen Bahnkurve gehalten. Beim Durchqueren eines Magnetfeldes werden die Elektronen abgelenkt und geben dabei Synchrotronlicht ab (Dipolstrahlung). Aufgrund der relativistischen Geschwindigkeiten der Elektronen ist die Abstrahlcharakteristik nahezu parallel in eine Raumrichtung. Dabei sind Wellenlängen bis in den harten Röntgenbereich mit um Größenord-

nungen höherem Fluss als an einer Röntgenröhre zugänglich [1].

### Mikrotomographie

Bei der klassischen CT in den Materialwissenschaften wird die zu untersuchende Probe rotiert und dabei aus verschiedenen Blickwinkeln von ihr Röntgenbilder aufgezeichnet, aus denen dann die Massenverteilung in der Probe berech-

net werden kann. Dient eine Röntgenröhre als Quelle beziehungsweise allgemein eine stark divergente Quelle, so kann durch die Abstände Quelle-Probe-Detektor die Vergrößerung bei der Abbildung gewählt werden. Die Auflösung ist durch die endliche Ausdehnung des Brennflecks der Röhre (wenige Mikrometer für höchste Auflösung – MikroCT ( $\mu$ CT)), also der Quellgröße, limitiert. Am Synchrotron kann aufgrund der nahezu parallelen Strahlausbreitung der Abstand zur Quelle auf bis über 100 m erhöht und so der Einfluss der Quellgröße auf die Auflösung nahezu eliminiert werden. Typischerweise wird bei der Synchrotron- $\mu$ CT ( $S\mu$ CT) das von der Probe abgeschwächte Röntgenlicht von einem Einkristall-Szintillator in sichtbares Licht konvertiert und dieses mittels einer Mikroskop-Optik auf einen CCD projiziert. Neben der hohen Dynamik eines solchen Detektors sind so Auflösungen bis in den sub-Mikrometerbereich erreichbar. Ferner ist es, bedingt durch den hohen Fluss, möglich, mit monochromatischem Röntgenlicht zu arbeiten, wodurch eine quantitative Bestimmung der Schwächung des Röntgenlichts durch die Probe gewährleistet ist. Strahlaufhärtungsartefakte werden so verhindert als auch die Dichteauflösung und damit der Materialkontrast deutlich erhöht. Die nahezu parallele Strahlausbreitung am Synchrotron garantiert eine hohe Rekonstruktionsqualität der Volumenbilder [2, 3].

Synchrotronstrahlung im Gegensatz zum Röntgenlicht einer Röhre verfügt ferner über eine partielle räumliche Kohärenz, das heißt, dass Interferenzerscheinungen beobachtbar sind. Diese werden verwendet, um den Materialkontrast weiter zu erhöhen (Phasenkontrast) [4].

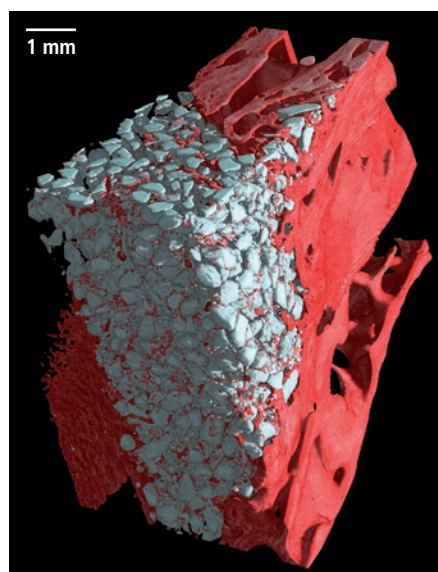


Abb. 1: 3D-Rendering des Tomogramms eines Schafskieferknochens (rot), in dem ein künstlicher Defekt zur Unterstützung der Knochenregeneration mit Biokeramiken (weiß) aufgefüllt wurde [5]. Die Darstellung erfolgte mittels Volume Graphics VGStudio Max.

**Computer-Tomographie mit Röntgenstrahlung wird seit Jahrzehnten erfolgreich in der Medizin eingesetzt. Dieser Artikel zeigt auf, wie durch die Verwendung von Synchrotronlicht tomographische 3D-Aufnahmen mit Mikrometer-Auflösung erzeugt werden und stellt verschiedene Anwendungen der Synchrotron-Mikrotomographie in den Materialwissenschaften und der zerstörungsfreien Prüftechnik vor.**

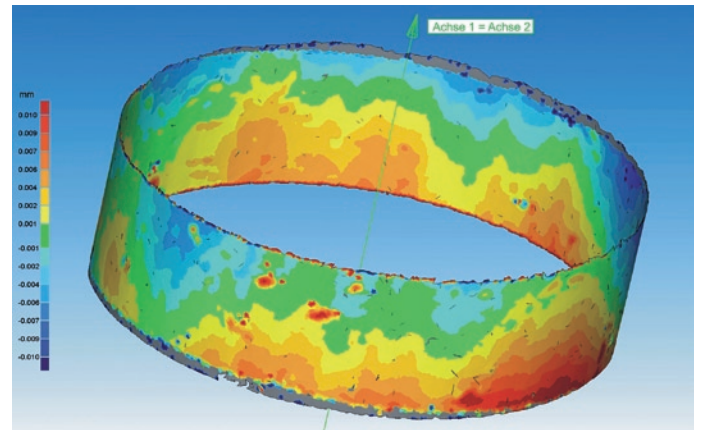
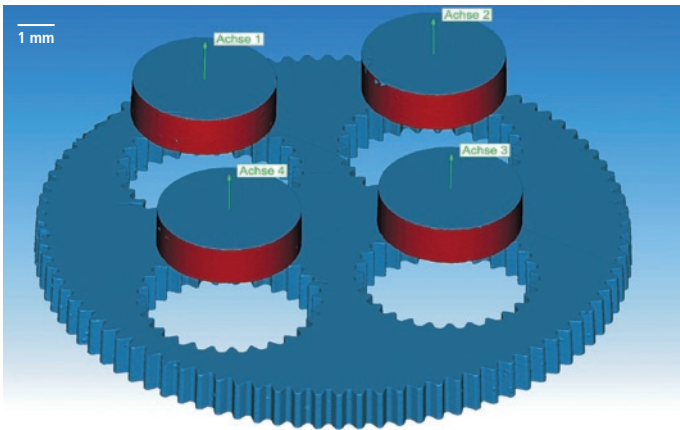


Abb. 2: Dimensionelles Messen: das segmentierte CT-Bild einer Maske zur Herstellung von Mikrozahlrädern (links) erlaubt es, die Genauigkeit der Formen untereinander zu prüfen und die Abweichungen zu visualisieren (rechts) [6].

## Anwendungen

S $\mu$ CT stellt anschaulich gesprochen ein zerstörungsfreies 3D-Mikroskop dar. Der Kontrast bei der Abbildung ist im einfachsten Fall gegeben via der unterschiedlichen lokalen Schwächung des Röntgenlichts durch die Probe. So lassen sich mittels S $\mu$ CT zum Beispiel sehr gut keramische Implantate in Knochengewebe visualisieren. In Abb. 1 ist das Tomogramm eines Schafkieferrknochens zu sehen. Im Rahmen einer Studie wurden hier künstlich Defekte im Knochen erzeugt und jeweils mit verschiedenen Biokeramiken aufgefüllt, um den Einfluss unterschiedlicher Keramiken auf die Knochenregeneration zu untersuchen (27 keV Röntgenlicht, räumliche Auflösung 20  $\mu$ m – die endliche Fläche des CCD-Chips in Kombination mit der Probengröße bestimmt die maximal verwendbare Auflösung). Aufgrund des hohen Materialkontrastes der S $\mu$ CT konnten im resultierenden Volumenbild Keramik- und Knocheninformation getrennt und dann kombiniert farbig dargestellt werden. Im Grenzbereich Knochen-Keramik ist sehr gut die Neubildung von Knochengewebe zu sehen [5].

Die Möglichkeit, in tomographischen Volumenbildern Objekte zu identifizieren und deren räumliche Information weiter zu verarbeiten, erlaubt es auch, Genauigkeitsprüfungen durchzuführen – dimensionelles Messen. Ein Beispiel ist die in Abb. 2 dargestellte Maske für die Herstellung von Mikrozahlrädern (15 keV Röntgenlicht). Aus dem 3D-Bild wurden die Objektoberflächen extrahiert und im Stereo-Lithographie-Format STL gesichert. Dieser Datensatz erlaubt eine Segmentierung der einzelnen Objekte und einen Vergleich der Abmessungen der Objekte untereinander [6].

Reicht der Absorptionskontrast oder die Auflösung nicht aus, um die interessierenden Details zu detektieren, so kann am Synchrotron zusätzlich mit Phasenkontrast gearbeitet werden. Dazu wird der Abstand der Probe zum Detektor von wenigen Millimetern auf mehrere Zentimeter er-

höht. Das Resultat ist eine Kantenüberhöhung an Materialgrenzen im Röntgenbild, die sich auf die rekonstruierten Volumenbilder überträgt. Mit etwas Aufwand kann sogar der lokale Phasenshift, den der Röntgenstrahl beim Durchque-

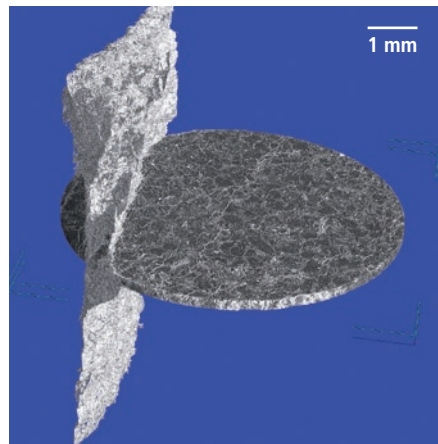


Abb. 3: Räumlicher Verlauf eines künstlich induzierten Risses in einer Gesteinsprobe, das Gestein ist bis auf eine Scheibe ausgeblendet [7].

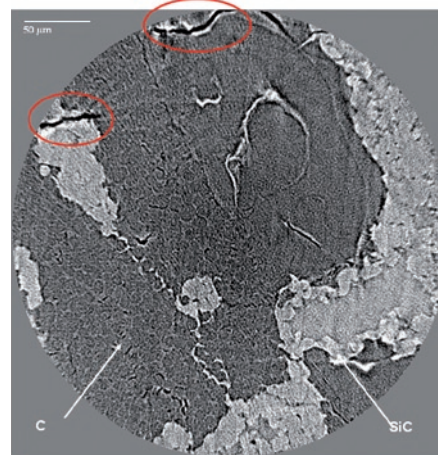


Abb. 4: Tomographische Ebene einer kohlenstoffkurzfaserverstärkten SiC-Keramik (Fraunhofer ISC, Dr. J. Meinhardt) bei einer Auflösung von 1.5  $\mu$ m, aufgrund von Phasenkontrast sind Mikrorisse (rot markiert), Kohlenstoffkurzfaser sowie SiC-Kristalle (in der hellen Siliziumphase) sichtbar [8].

ren der Probe erfährt, bestimmt werden. Der Phasenshift wiederum ist deutlich empfindlicher für verschiedene Materialien als die reine Absorption [4]. Eine Anwendung für die Kantenüberhöhung ist in Abb. 3 zu sehen: der räumliche Verlauf eines Risses innerhalb einer Gesteinsprobe. Im Rahmen einer Studie wurden verschiedene Gesteinsproben druckbelastet um künstlich Risse zu induzieren und so den Ausgangspunkt der Rissbildung zu ermitteln. Die Kantenüberhöhung ermöglicht die Detektion von Mikrorissen und eine genauere Auflösung der feinen Risspitze. Für die Visualisierung wurde die Rissstruktur im Bild separiert und sozusagen freistehend dargestellt [7].

Bei Materialphasen, die bezüglich ihrer Chemie und ihrer Dichte nahezu identisch sind, wie zum Beispiel Silizium und Siliziumkarbid, werden die Vorteile des Phasenkontrastes in Kombination mit der zerstörungsfreien Materialprüfung besonders interessant. Eine entsprechende Probe ist in Abb. 4 dargestellt: die tomographische Ebene (17 keV Röntgenlicht, ca. 1,5  $\mu$ m räumliche Auflösung) einer kohlenstoffkurzfaserverstärkten SiC-Keramik (Fraunhofer ISC, Dr. J. Meinhardt). Innerhalb der im Bild hell dargestellten Siliziumphase sind sehr gut Unterstrukturen zu erkennen, die durch einen qualitativen Vergleich mit REM-Bildern ähnlicher Proben als SiC-Kristalle identifiziert werden konnten. Besonders interessant sind hier die beim Produktionsprozess entstehenden Mikrorisse, die im tomographischen Bild sehr gut zu erkennen sind. Der helle Rand der Risse ist die bereits beschriebene Kantenüberhöhung beim Arbeiten mit Phasenkontrast am Synchrotron [8].

Die Vorteile der Röntgenbildgebung am Synchrotron sind der hohe Photonenfluss, der auch schnelle Radiographie mit Belichtungszeiten von wenigen Millisekunden erlaubt, die nahezu parallele Strahlausbreitung, die Möglichkeit, mit monochromatischem Röntgenlicht zu arbeiten und die partielle räumliche Kohärenz. Dadurch

sind hohe Auflösungen und verschiedene Kontrastmodi zugänglich. Die Synchrotron- $\mu$ CT stellt eine wunderbare Erweiterung der Möglichkeiten der klassischen  $\mu$ CT im Labor dar.

#### Literatur

- [1] Wiedemann, H.: Synchrotron Radiation, Springer-Verlag (2003)
- [2] Flannery, P. B.; Deckmann, H. W.; Roberge, W. G.; D'Amico, K. L.: Science 237 (4821), 1439-1444 (1987)
- [3] Bonse, U.; Busch, F.: Prog. Biophys. Molec. Biol. 65, 133–169 (1996)
- [4] Cloetens, P.; Ludwig, W.; Baruchel, J.; Van Dyck, D.; Van Landuyt, J.; Guigay, J. P.; Schlenker, M.: Appl. Phys. Lett. 75 (19), 2912–2914 (1999)
- [5] Rack, A.; Knabe, C.; Stiller, M.; Koch, Ch.; Seligmann, H.; Zabler, S.; Weidemann, G.; Goebbels, J.: DGZfP Proceedings BB 103-CD, ISBN 3-931381-86-2 (2006)
- [6] Weidemann, G.; Goebbels, J.; Riesemeier, H.; Wolk, Th.; Bartscher, M.; Hilpert, U.: BESSY Annual Report 2005, 373–374 (2006)
- [7] Thermann, K.; Kremmin, B.; Zabler, S.; Manke, I.; Tiedemann, J.: BESSY Annual Report 2005, 366–367 (2006)
- [8] Rack, A.: Dissertation, <http://opus.kobv.de/tuberlin/volltexte/2006/1370> (2006)

#### ► KONTAKT

**Dr. Alexander Rack**  
Institut für Synchrotronstrahlung – ANKA  
Forschungszentrum Karlsruhe  
Eggenstein-Leopoldshafen  
[alexander.rack@iss.fzk.de](mailto:alexander.rack@iss.fzk.de)  
[www.fzk.de/anka](http://www.fzk.de/anka)