

# Einsatz von röntgenografischen Verfahren zur hochauflösenden Analyse von Rissmustern

Reiner ZIELKE<sup>1</sup>, Wolfgang TILLMANN<sup>1</sup>, Martin FISCHOEDER<sup>1</sup>,  
Maximilian AMBAUM<sup>1</sup>  
<sup>1</sup> RIF e.V., Dortmund

Kontakt E-Mail: reiner.zielke@rif-ev.de

**Kurzfassung.** Die Entstehung von Rissmustern ist ein faszinierendes Beispiel für die Strukturbildung. Sie können sowohl beim Trocknen von Erdreich, Holz, Farbe oder Stärkesuspensionen als auch bei der gerichteten Erstarrung von Lava unter Ausbildung prismatischer Säulen entstehen. Verursacht wird die Rissbildung, die bei der Herstellung und Anwendung von Keramiken ein Problem darstellt, durch Zugspannungen infolge inhomogener Schrumpfungsprozesse. Dabei ist es unerheblich, ob die Schrumpfung durch Trocknung, Abkühlung oder andere Prozesse bewirkt wird. Interessante Fragestellungen sind die Bestimmung des Rissabstands und der Risstiefe, aber auch die Bevorzugung sechseckiger Querschnitte.

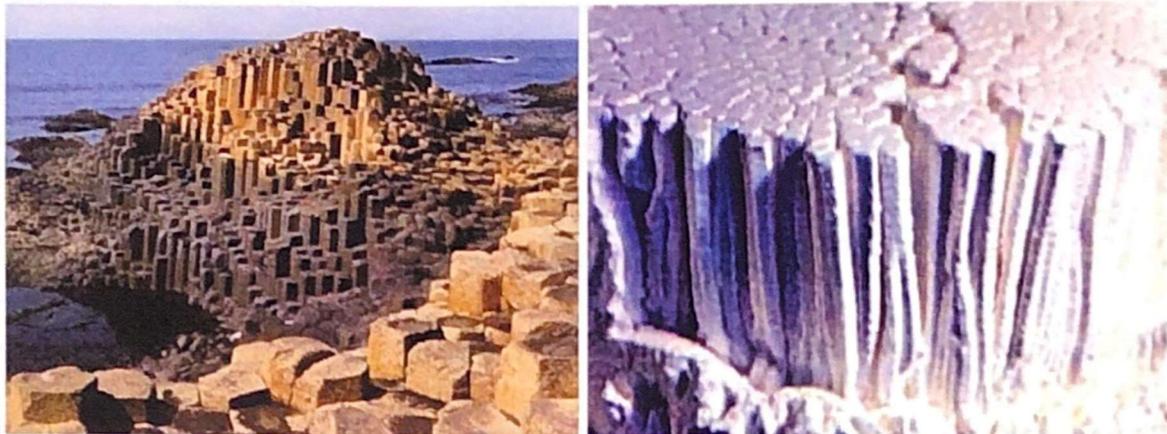
Für die Untersuchungen der Rissstrukturen sind hochauflösende Messungen notwendig. Bei der konventionellen Computertomografie wird die erreichbare Auflösung durch die Probengeometrie und die Probenmaße mitbestimmt. Aufgrund von Randeffekten, welche bei Thermoschock-Versuchen von Keramikproben entstehen, verringert sich das verwertbare Messvolumen. Eine Anpassung der Probengeometrie ist jedoch aufgrund der zu untersuchenden Merkmale der Rissstrukturen nicht möglich. Es besteht somit ein Zielkonflikt aus Messvolumen und erreichbarer Auflösung.

Daher werden zwei alternative Röntgenverfahren für hochauflösende Messungen eingesetzt. Hierzu zählt die Laminografie, bei der die Probe dicht an der Quelle vorbeibewegt wird und somit eine höhere Vergrößerung im Vergleich zur konventionellen Computertomografie ermöglicht. Eine weitere Methode stellt die Röntgenmikroskopie dar, welche durch eine zusätzliche optische Vergrößerung das Auflösungsvermögen steigert. Im Rahmen des Beitrages werden die Ergebnisse der drei röntgenografischen Verfahren (konventionelle Computertomografie, Laminografie und Röntgenmikroskopie) an ausgewählten Testkörpern vorgestellt. Zusätzlich wird die Effektivität eines Kontrastmittels zur besseren Rissdetektion untersucht.

## Einführung

Im Alltag können Rissmuster auf trockenen Äckern, in ausgetrockneten Farben und Stärke-Wasser-Suspensionen beobachtet werden. Selbige Rissmuster treten auch bei der gerichteten Erstarrung von Lava und bei unter thermischer Wechselbelastung stehenden Keramiken auf. Beeindruckend ist die Bevorzugung von sechseckigen Polygonen, welche bei räumlicher Betrachtung Säulen bilden, wie in Abbildung 1 dargestellt. Diese Säulen und somit auch die Rissmuster verändern sich zudem in Abhängigkeit der Tiefe.





**Abb. 1** Während der Erstarrung ausgebildete Basaltsäulen (links).  
Durch Trocknung entstandene Säulen aus Stärke (rechts) [1]

In der Forschung und Entwicklung werden mit Hilfe numerischer Methoden Risse und Rissmuster simuliert. Zur Verifizierung der Simulationsergebnisse bedarf es experimenteller Untersuchungen. Während Computertomografiemessungen von Stärke-Wasser-Suspensionen gute Resultate liefern, stellt die röntgenographische Vermessung von Rissmustern in Keramiken eine Herausforderung dar [2].

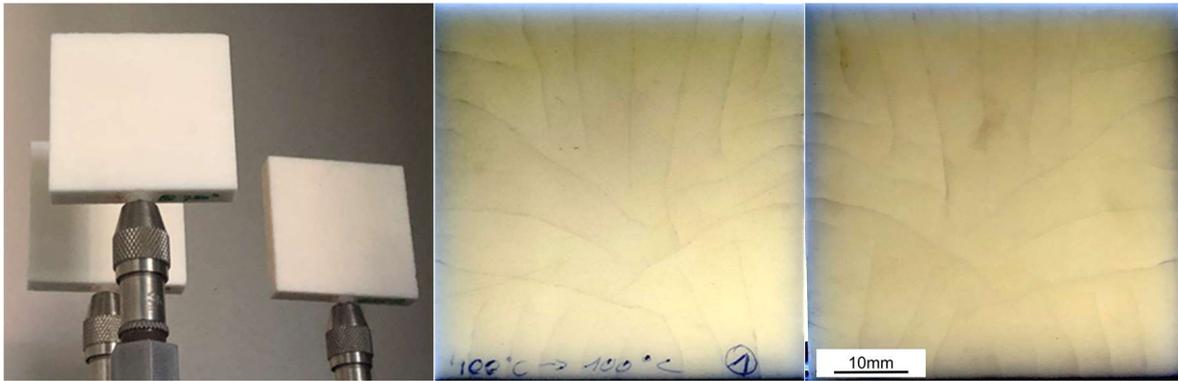
In Vorarbeiten hat sich gezeigt, dass die röntgenographische Vermessung von Thermoschockrisse bei Korund-Sinterkeramiken, aufgrund der geringen Korngröße und der damit verbundenen geringen Rissuferentfernung nicht umsetzbar ist. Alternative Prüfmethode, wie die Farbeindringprüfung, leisten keine räumliche Auswertung von Rissen und bieten keine hinreichende Auflösung [2].

Die angestrebte softwareseitige Detektion von Kennwerten (Risstiefe, Rissabstand, Risslänge), sowie die automatische Rissverfolgung setzen eine aussagekräftige röntgenographische Vermessung voraus.

In dieser Arbeit werden verschiedene Röntgenverfahren auf ihren Beitrag zum Erhalt von aussagekräftigen Messungen hin untersucht werden. Neben der konventionellen Computertomographie und der Röntgenmikroskopie existieren auch Tomographieverfahren für Proben mit einem hohen Kantenlängenverhältnis. Darüber hinaus könnte der Einsatz eines Kontrastmittels, welches in die Risse der Proben einzieht, eine deutliche Verbesserung mit sich bringen. Die Motivation hinter dieser Arbeit ist eine qualitative Verbesserung der röntgenographischen Vermessung, um eine Grundlage für automatisierte Auswertungen von Rissmustern und Kennwerten zu ermöglichen.

## 1. Untersuchte Probenkörper

Für die nachfolgenden Untersuchungen wurden Korundproben mit den Maßen 50x50x4mm betrachtet. Um entsprechende Rissmuster einzubringen wurde diese auf 250°C, 450°C, 550°C, 750°C und 950°C erhitzt und in einem 100°C temperierten Wasserbad abgeschreckt. Aufgrund des Thermoschocks bilden sich Risse, welche zum Großteil durch die gesamte Probentiefe verlaufen. In der Abbildung 2 ist exemplarisch die Probe, welche auf 400°C erhitzt wurde, dargestellt.

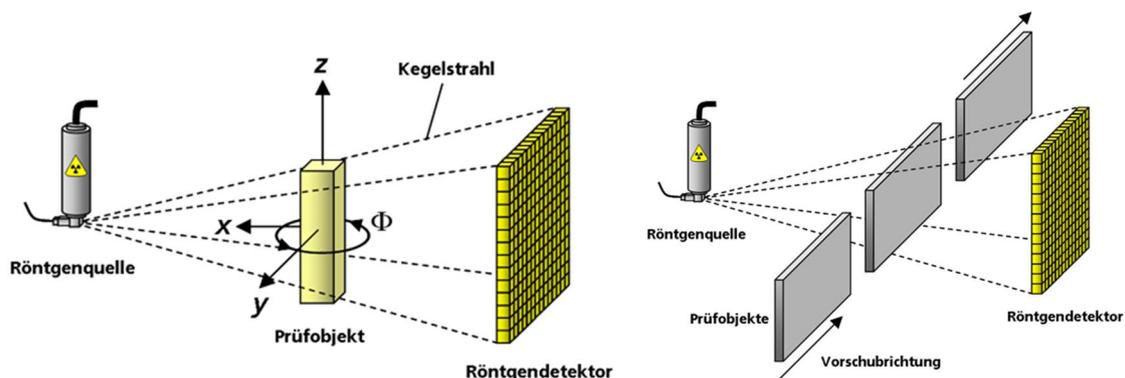


**Abb. 2** Untersuchte Proben (links), Vorderansicht (mitte) und Rückansicht (rechts) einer untersuchten Keramikprobe

Sowohl an der Vorder- als auch Rückseite sind die Risse optisch deutlich zu erkennen. Von besonderem Interesse ist aber der Verlauf der Risse in Richtung der Bauteiltiefe.

## 2. Eingesetzte Messmethoden

Zur Bestimmung des Risstiefenverlaufs bietet sich die Computertomografie an, welche eine hochauflösende Untersuchung des Probenkörpers ermöglicht. Der prinzipielle Aufbau ist in der Abbildung 3 links skizziert. Dabei gilt, je näher die Probe an der Röntgenquelle positioniert werden kann, desto höher ist die Auflösung. Allerdings dreht sich bei einer Computertomografie die Probe schrittweise um die eigene Achse. Für eine zylinderförmige Probe bleibt bei einer Drehung der Abstand zur Röntgenquelle konstant. Bei einer plattenförmigen Probe, wie sie hier betrachtet wird, muss der Abstand der Drehachse der Probe zur Röntgenquelle mehr als die halbe Länge der Breite der Probe betragen. Daraus resultiert, dass die Breite der Probe den Abstand und somit die Auflösung limitiert.



**Abb. 3** Grundprinzip einer CT-Messung (links) und der Laminografie (rechts)

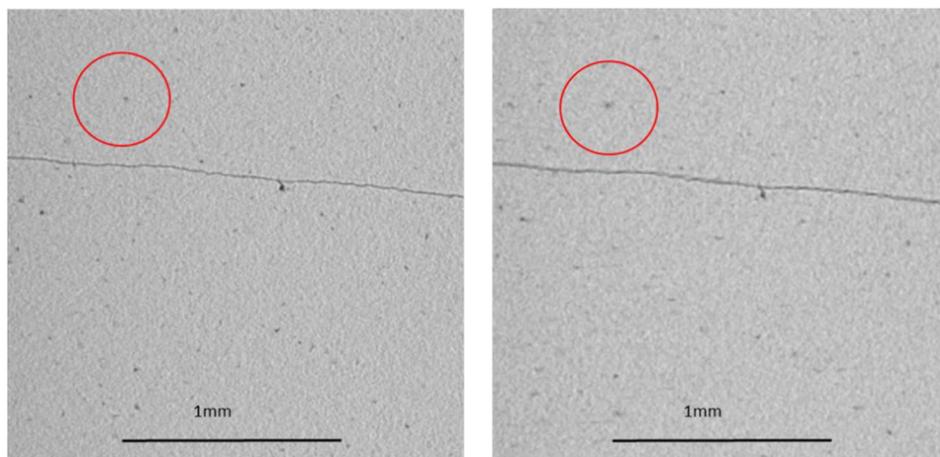
Eine Alternative zur konventionellen Computertomografie stellt die Laminografie dar. Das Messprinzip ist in der Abbildung 3 rechts skizziert. In diesem Fall wird die Probe während der Messung nicht rotiert, sondern an dem Detektor vorbeibewegt. Neben dieser parallelen Translationslaminografie können auch andere Laminografieverfahren wie die Swing-Laminografie, die Planaren- oder die CLARA Rotationslaminografie eingesetzt werden. Alle Laminografieverfahren ermöglichen einen geringen Abstand zwischen Probenkörper und Röntgenquelle und somit eine höhere Vergrößerung als die konventionelle Computertomografie. Für die Untersuchungen stand zusätzlich ein Röntgenmikroskop der Firma ZEISS (XRADIA 520 VERSA) zur Verfügung. Dieses System wandelt die

Röntgenstrahlung, nachdem diese vom Probekörper abgeschwächt wurde, in sichtbares Licht um. Dadurch ist eine zweistufige Vergrößerung durch die klassische Computertomografie und durch eine optische Vergrößerung möglich. Somit kann die eingeschränkte Auflösung der konventionellen Computertomografie durch eine nachträgliche optische Vergrößerung kompensiert werden.

Um den Kontrast zwischen der Keramik und den vorliegenden Rissen zu erhöhen, wurden auch Messungen mit einem Kontrastmittel durchgeführt. Das Kontrastmittel wurde nach Schilling et al. aus Zinkjodid (30g), Kodak Photo-Flo (5ml), Isopropylalkohol (5ml) und destilliertem Wasser (5ml) hergestellt [3]. Die Proben wurden für eine Stunde in einer mit dem Kontrastmittel gefüllten Schale belassen. Aufgrund der Kapillarwirkung zieht das Kontrastmittel in die Risse ein und verbleibt dort, während der Isopropylalkohol und das destillierte Wasser verdampfen.

### 3. Messergebnisse

Die Laminografiemessungen wurden an einer konventionellen Computertomografieanlage durchgeführt, wobei die anschließende Rekonstruktion mit einer selbsterstellten Software erfolgte. Auf diese Art wurde sowohl die Translations- als auch die Rotationslaminografie eingesetzt. Dabei zeigte sich ein hohes laterales Auflösungsvermögen. Die Tiefenaufklärung, welche bei den hier untersuchten Probekörpern relevant ist, war jedoch gering. Aus diesem Grund wurde der Schwerpunkt dieser Arbeiten auf das Röntgenmikroskop gelegt, welches durch die zusätzliche optische Vergrößerung auch hochauflösende Messungen ermöglicht. Mit dem Röntgenmikroskop kann zusätzlich für Proben mit ungünstigen Kantenlängenverhältnissen die High-Aspect-Ratio-Tomography (HART) [4] eingesetzt werden. Diese passt die Rotationsschritte und -weite während der Messung an die Probengeometrie an. Zunächst wurde die High-Aspect-Ratio-Tomography mit der konventionellen Computertomografie verglichen. Vermessen wurde jeweils der gleiche Probenbereich. Die Abbildung 4 zeigt links die Untersuchungen mit der HART-Methode und rechts mit der normalen Computertomografie.

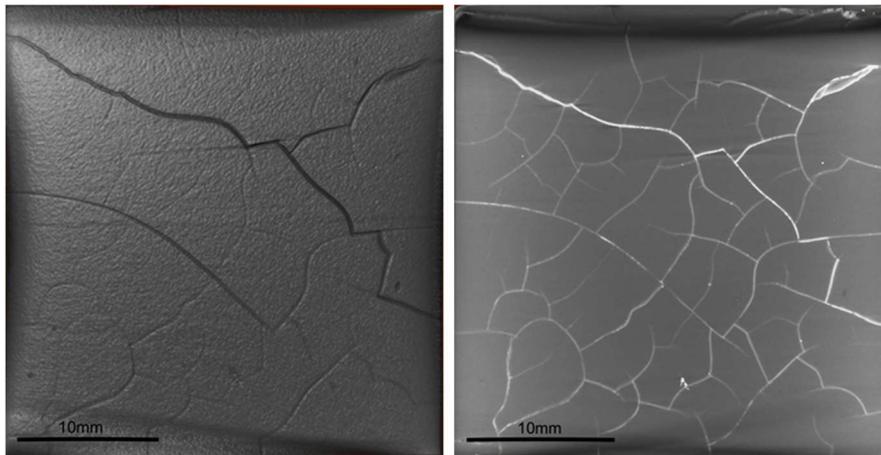


**Abb. 4** HART Messung (links) und konventionelle CT (rechts)

Hier zeigt sich, dass die Schärfe im Fall der HART-Methode höher ist als bei der konventionellen Computertomografie (besonders erkennbar in dem rot markierten Bereich). Somit stellt die HART-Methode eine Steigerung der Bildqualität dar und wird für die weiteren Untersuchungen eingesetzt.

Da die Risse oberflächenoffen sind, wurde bei den Untersuchungen auch das im Kapitel 2 beschriebene Kontrastmittel eingesetzt. Die nachfolgende Abbildung 5 links zeigt

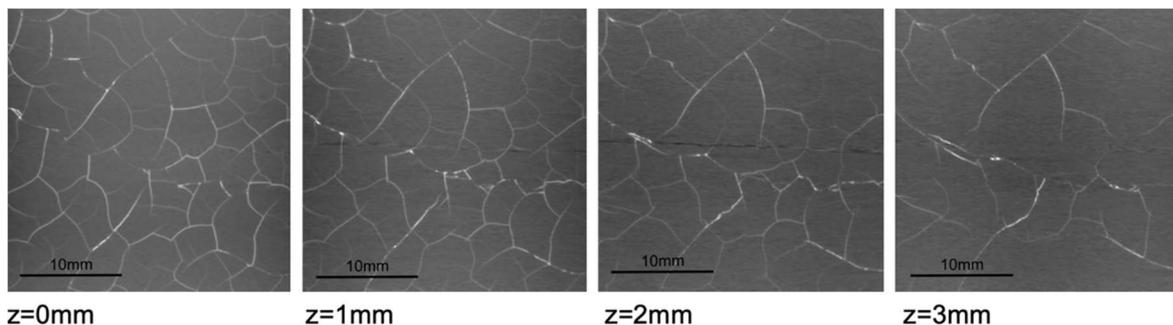
die Messung mit der HART-Methode und Abbildung 5 rechts die Untersuchung mit der HART-Methode zusammen mit dem Einsatz von Kontrastmittel.



**Abb. 5** HART-Messung ohne Kontrastmittel (links) und HART-Messung mit Kontrastmittel (rechts)

Die Risse sind mit Hilfe des Kontrastmittels wesentlich deutlicher zu erkennen und können mit der Auswertesoftware auch einfacher segmentiert und ausgewertet werden. Allerdings können so nur oberflächenoffene Fehler gefunden werden. Da die durch Thermoschock eingebrachten Risse oberflächenoffen sind, ist der Einsatz des Kontrastmittels in dieser Anwendung vertretbar.

Für die Untersuchung des Rissverlaufs sind Informationen aus der Probentiefe notwendig. In der Abbildung 6 sind Computertomografieaufnahmen aus unterschiedlichen Probentiefen dargestellt. Die Probe wurde auf 750°C erhitzt und dann abgeschreckt.



z=0mm

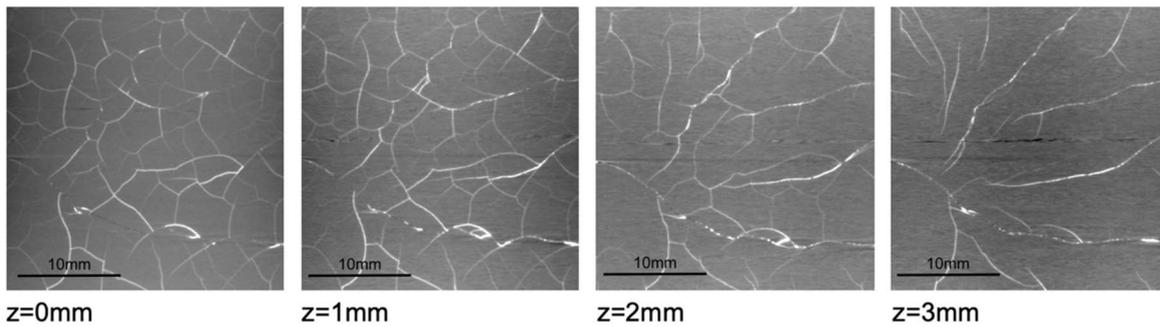
z=1mm

z=2mm

z=3mm

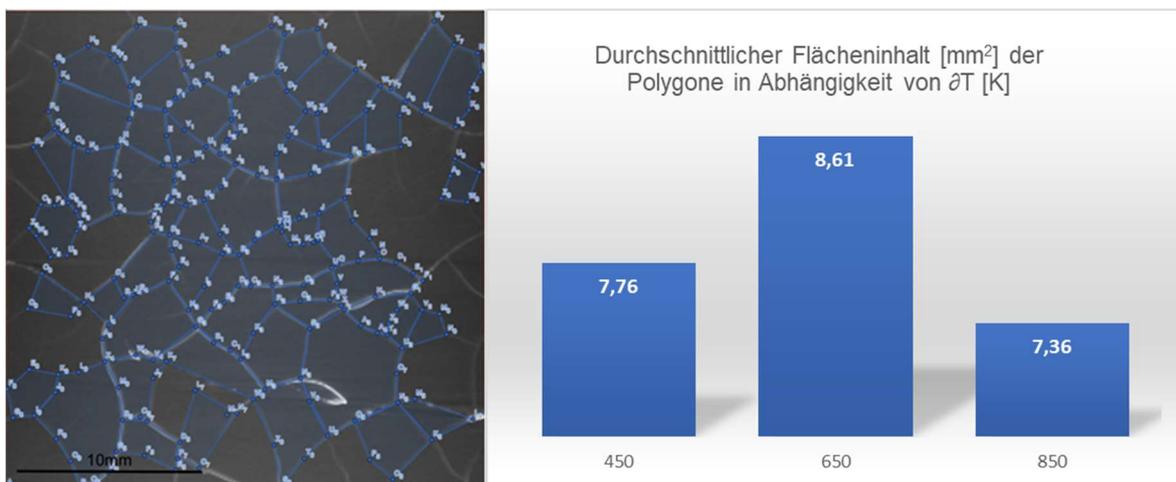
**Abb. 6** Untersuchungen des Risstiefenverlaufs für die auf 750°C erhitzten Probe

Die Risse sind auch in der Bauteiltiefe durch das Kontrastmittel deutlich zu erkennen. Die Rissverläufe ändern sich mit zunehmender Probentiefe in der Art, dass die von den Rissen eingeschlossene Fläche größer wird. Dies zeigt sich auch im Fall der auf 450°C erhitzten Probe (Abbildung 7).



**Abb. 7** Untersuchungen des Risstiefenverlaufs für die auf 450°C erhitzten Probe

Auch hier ändert sich der Rissverlauf in der Probentiefe, wobei hier im Vergleich zu der auf 750°C erhitzten Probe das Rissmuster feiner ist, d.h. die von den Rissen eingeschlossene Fläche ist hier geringer. Für die Bestimmung der von Rissen eingeschlossenen Fläche wurde die Freeware Geogebra (<https://www.geogebra.org/>) eingesetzt.



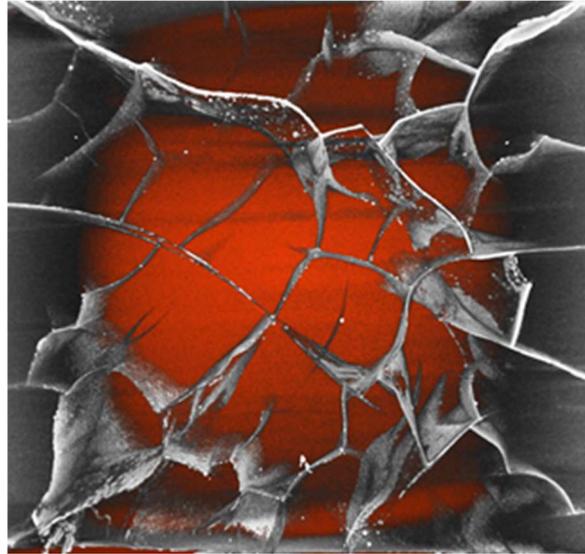
**Abb. 8** In Geogebra markierte Polygone der  $\partial T$  450K Probe (links), durchschnittlicher Flächeninhalt der Polygone in Abhängigkeit von  $\partial T$  (rechts)

Die Vorgehensweise sowie das Ergebnis zeigt die Abbildung 8. Links in der Abbildung 8 sind die von den Rissen eingeschlossenen Flächen mit Hilfe von Polygonen markiert. Anschließend werden die eingeschlossenen Flächen bestimmt und ein Durchschnittswert ermittelt. Dies wurde für drei Abschrecktemperaturen durchgeführt, wobei das Ergebnis in der Abbildung 8 rechts dargestellt ist. Die Auswertung bestätigt die subjektive Beobachtung, dass die eingeschlossene Fläche abhängig von der Abschrecktemperatur ist.

### 3. Zusammenfassung und Ausblick

Ausgehend von der Motivation die röntgenographische Messung von Rissstrukturen in Keramikproben zu verbessern, wurden verschiedene Röntgenverfahren auf ihre Potentiale hin untersucht. Bei der für die Untersuchungen vorhandene Laminografie reichte die Tiefenauflösung für eine exakte Beschreibung der Proben nicht aus. Die Vorteile der Laminografie konnten teilweise durch Einsatz eines Röntgenmikroskops, welche durch die Umwandlung der Röntgenstrahlung in optisches Licht eine zweistufige Vergrößerung ermöglicht, umgesetzt werden. Zusätzlich wurde die High-Aspect-Ratio-Tomography eingesetzt, was eine deutliche Steigerung der Auflösung ermöglichte. Neben diesen

messtechnischen Anpassungen wurde zusätzlich ein Kontrastmittel eingesetzt. Der Effekt des Kontrastmittels auf die Messqualität ist hoch. Nachteilig am Einsatz des Kontrastmittels ist, dass es nur Risse mit Kontakt zur Oberfläche erreicht. Jedoch ermöglicht der Einsatz des Kontrastmittels qualitativ hochwertige Messungen, welche die Grundlage für automatisierte Auswertungen von Rissmustern und Kennwerten sein könnte.



**Abb. 9** Separiertes Rissmuster aus einer Keramikprobe

In Abbildung 9 sind die isolierten Rissmuster aus einer Keramikprobe abgebildet. Ohne den Einsatz des Kontrastmittels ist diese isolierte und räumliche Darstellung der Rissstrukturen nicht möglich. Dies verdeutlicht den positiven Effekt des Kontrastmittels. Die in dieser Arbeit erreichte Qualität der Messergebnisse lässt eine manuelle statistische Auswertung der Merkmale durchaus zu. Hierzu wurde die Auswertung des durchschnittlichen Flächeninhaltes der Polygone demonstriert.

## **Danksagung**

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) sei an dieser Stelle für die finanzielle Unterstützung der Arbeiten im Rahmen des Projekts TI 343/49-2 gedankt.

## **Referenzen**

- [1] Schilling, P.; Karedla, B.; Tatiparthi, A.; Verges, M.; Herrington, P.: X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites. *Composites Science and Technology* 65, 2005, 2071-2078.
- [2] Nellesen, J.: *Experimental Mechanics: Evolution of crack patterns in dried starch-water slurries analyzed by processing X-ray computer tomographic images*. Research paper. RIF e.V. - Institut für Forschung und Transfer. Dortmund, 2016.
- [3] Schilling, P.; Karedla, B.; Tatiparthi, A.; Verges, M.; Herrington, P.: X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites. *Composites Science and Technology* 65, 2005, 2071-2078.
- [4] Carl Zeiss X-ray Microscopy, Inc.: *Technical Procedure: High Aspect Ratio Tomography (HART)*