



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

Quantitative Hochauflösende Analyse Tomographischer Messdaten

Prof. Dr. Astrid Haibel

Möglichkeiten und Grenzen der tomographischen Analytik



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

Was kann die Tomographie?

- 3D Informationen
- hohe räumliche Auflösung
- quantitative Aussagen (3D Bildanalyse)
- dimensionelles Messen

Welche Grenzen hat diese Messmethode?

- technisch aufwändig
- zeitintensiv, d. h. (noch) nicht zur schnellen Prozessüberwachung einsetzbar
- Große Datenmengen → Spezialsoft- und hardware notwendig
- wenig mobiles Verfahren
- Methode allein liefert keine verlässliche Aussagen bezüglich der Strukturintegrität (z. B. Formschluss \neq Kraftschluss, mechanische Spannungen)

➡ Referenzmethode zur Kalibrierung anderer Prüfverfahren
(insbesondere Synchrotron-Tomographie)

Aktuelle Ansprüche an die Messmethode



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

- hohe räumliche, Dichte- und Zeitauflösung
- In-situ Messungen (heizen, kühlen, Druck, Zug, Korrosion...)
- Gleichzeitige Nutzung komplementärer Messverfahren (Diffraktion, Fluoreszenz,...)
- Implementierung neuer tomographischer Messverfahren (3D-XRD, DPC,...)
- Weiterentwicklung der Algorithmik zur quantitativen Analyse (z.B. Porengrößenverteilungen, Rissanalysen, dimensionelles Messen,...)

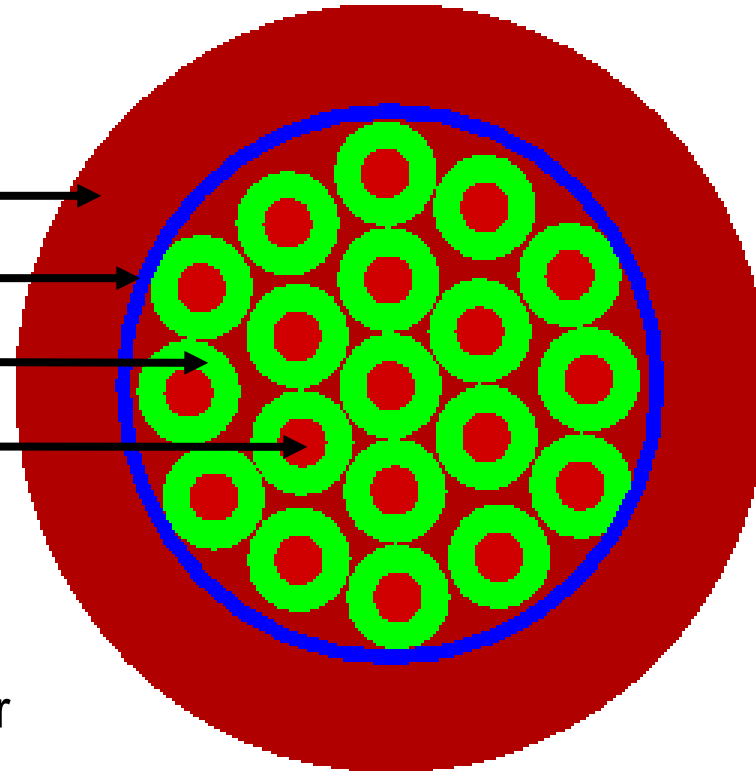
Multifilamentsupraleiter Nb_3Sn



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

Komponenten:

- **Kupfer** (als Abschirmung)
- **Tantal** (als Diffusionsbarriere)
- **Niob** (umgibt die Zinn Pools)
- **Tin** Pools



Herstellungsprozess:

- Strangpressen der Multifilamentleiter in der duktilen Ausgangsphase
- Wicklung der Spulen
- **Wärmebehandlung zur Bildung der Nb_3Sn -Phase aus Nb und Sn**

Charakteristische Parameter:

- Supraleitung bis zu $T_c=18$ K
(NbTi: 9.3 K)
- Obere kritische Feldstärke $B_{c2}= 25$ T
(NbTi: 11 T)

Prozessoptimierung durch Kombination von *in-situ* Tomographie und Diffraktion



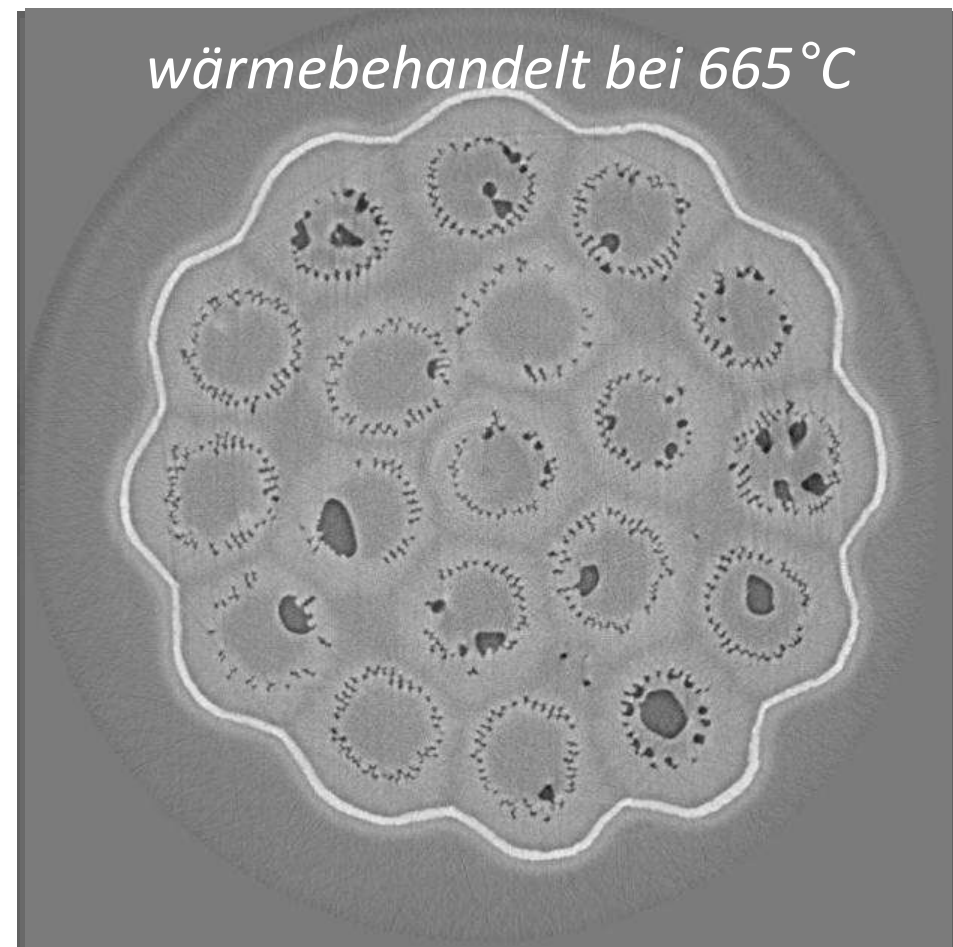
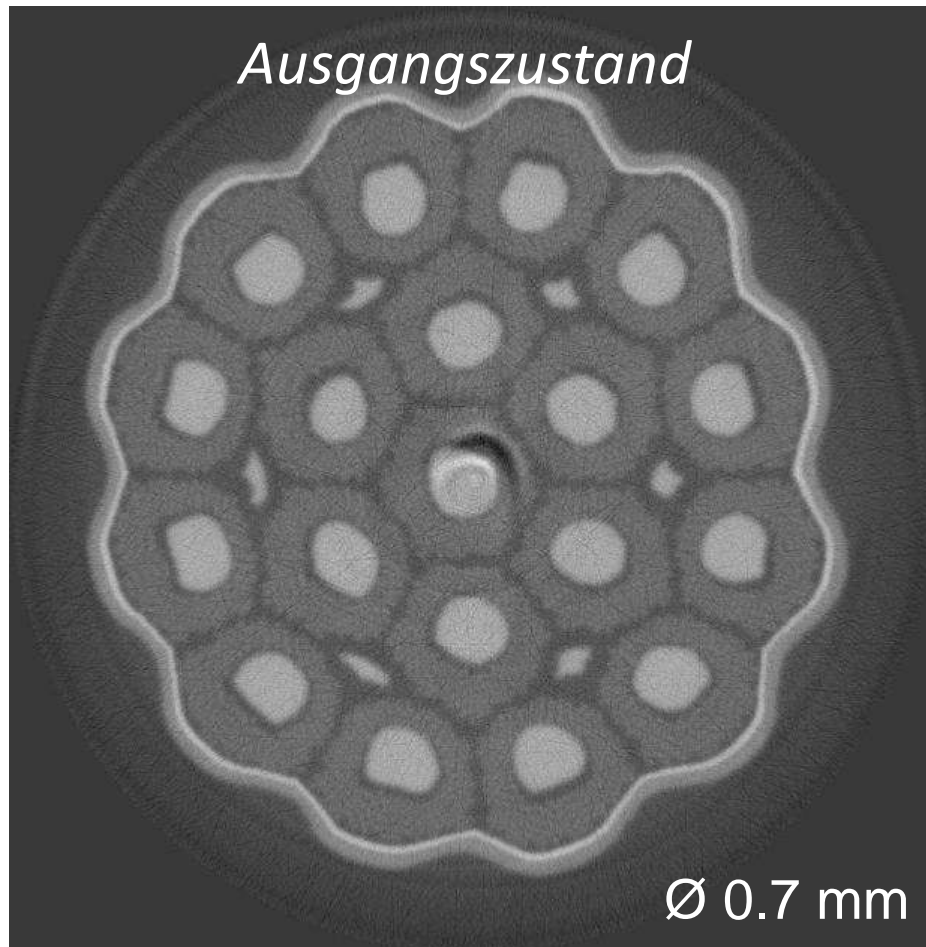
BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN

University of Applied Sciences

ESRF, ID15

In-situ Tomographie:

- quantitative Analyse der Porenbildung innerhalb der Sn-Pools (Type I)
- quantitative Analyse der Bildung von "Kirkendall voids" (Type II)

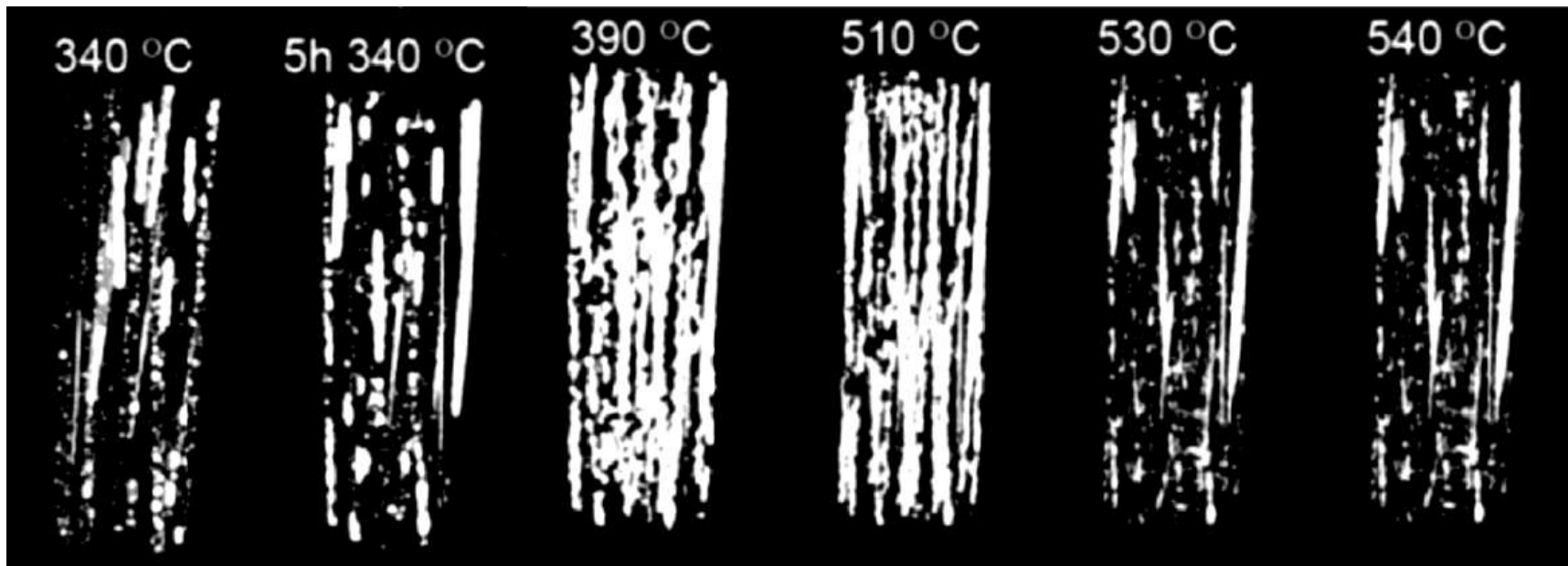
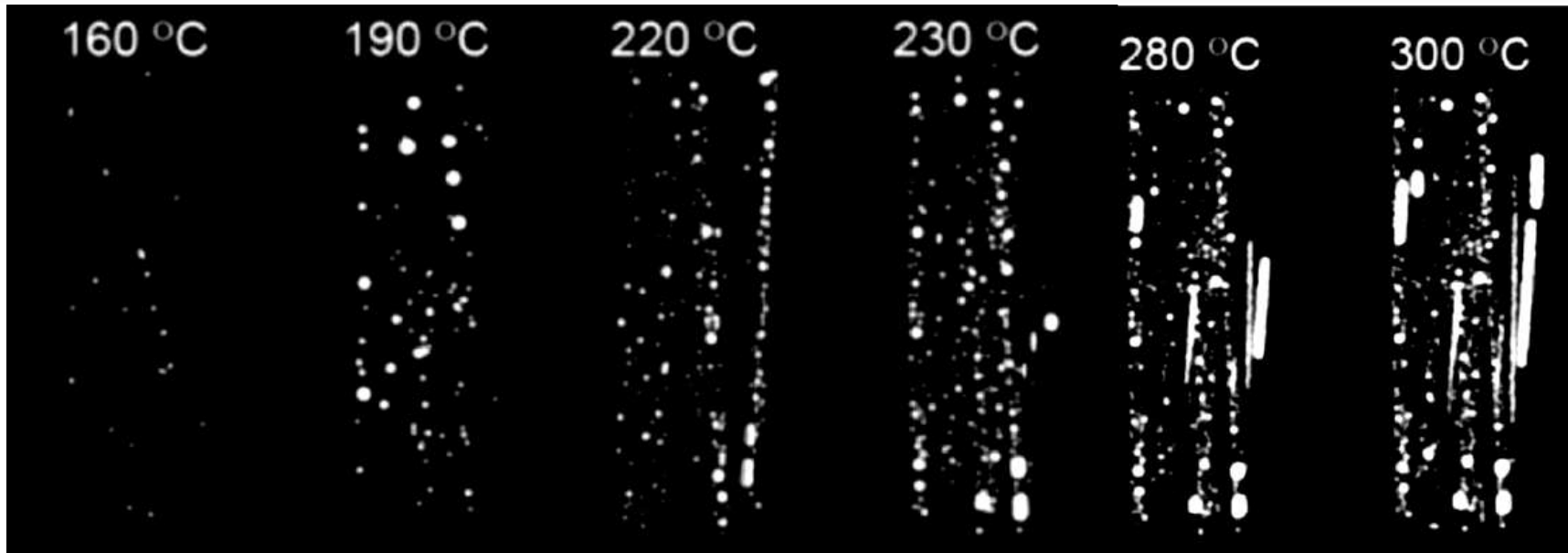


Porenbildung im Supraleiter



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN

University of Applied Sciences

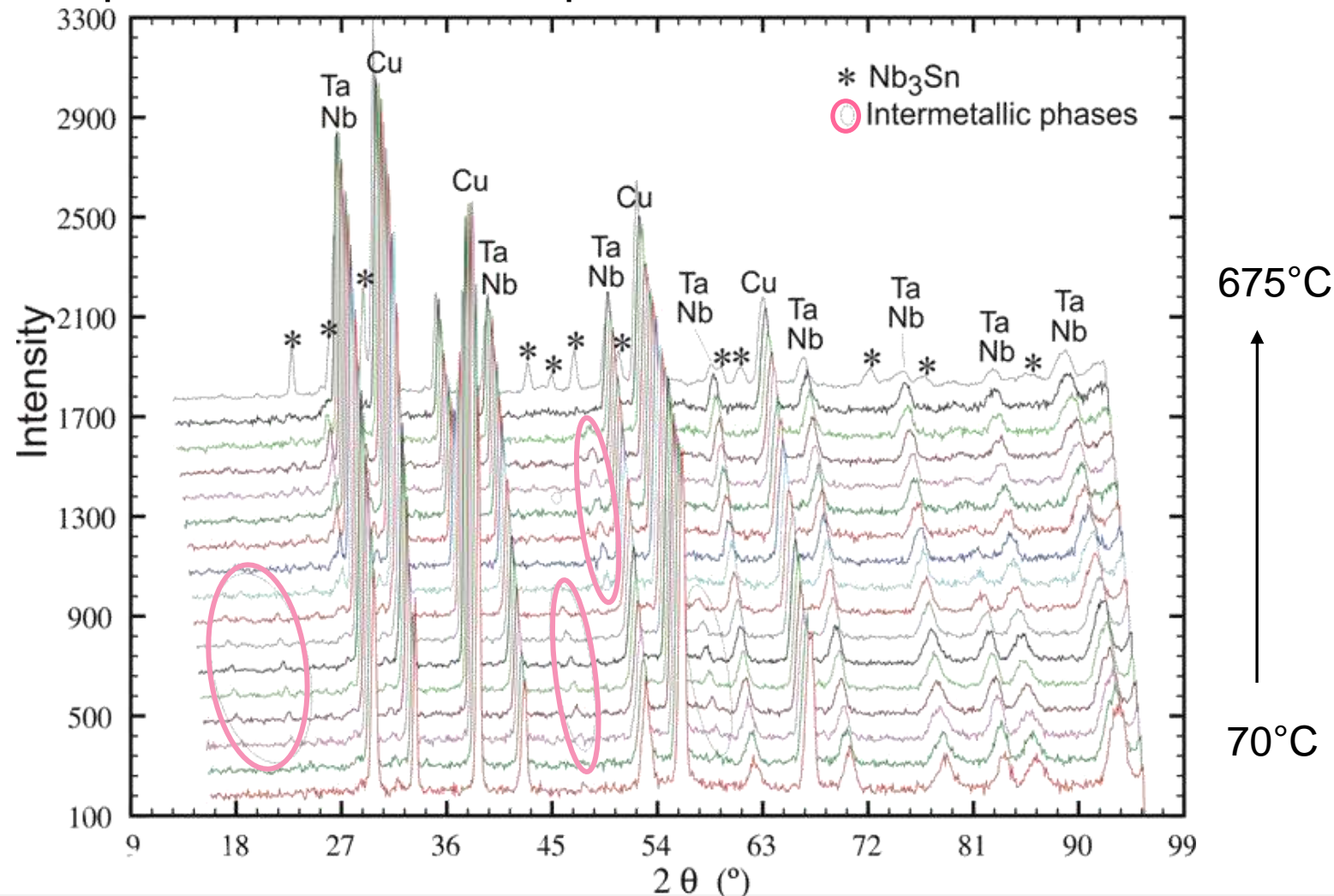


Prozessoptimierung durch Kombination Von in-situ Tomographie und Diffraktion



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

In-situ Diffraktometrie:
Quantitatives Erfassen der Entstehung von intermetallischen
Zwischenphasen sowie der supraleitenden Phase

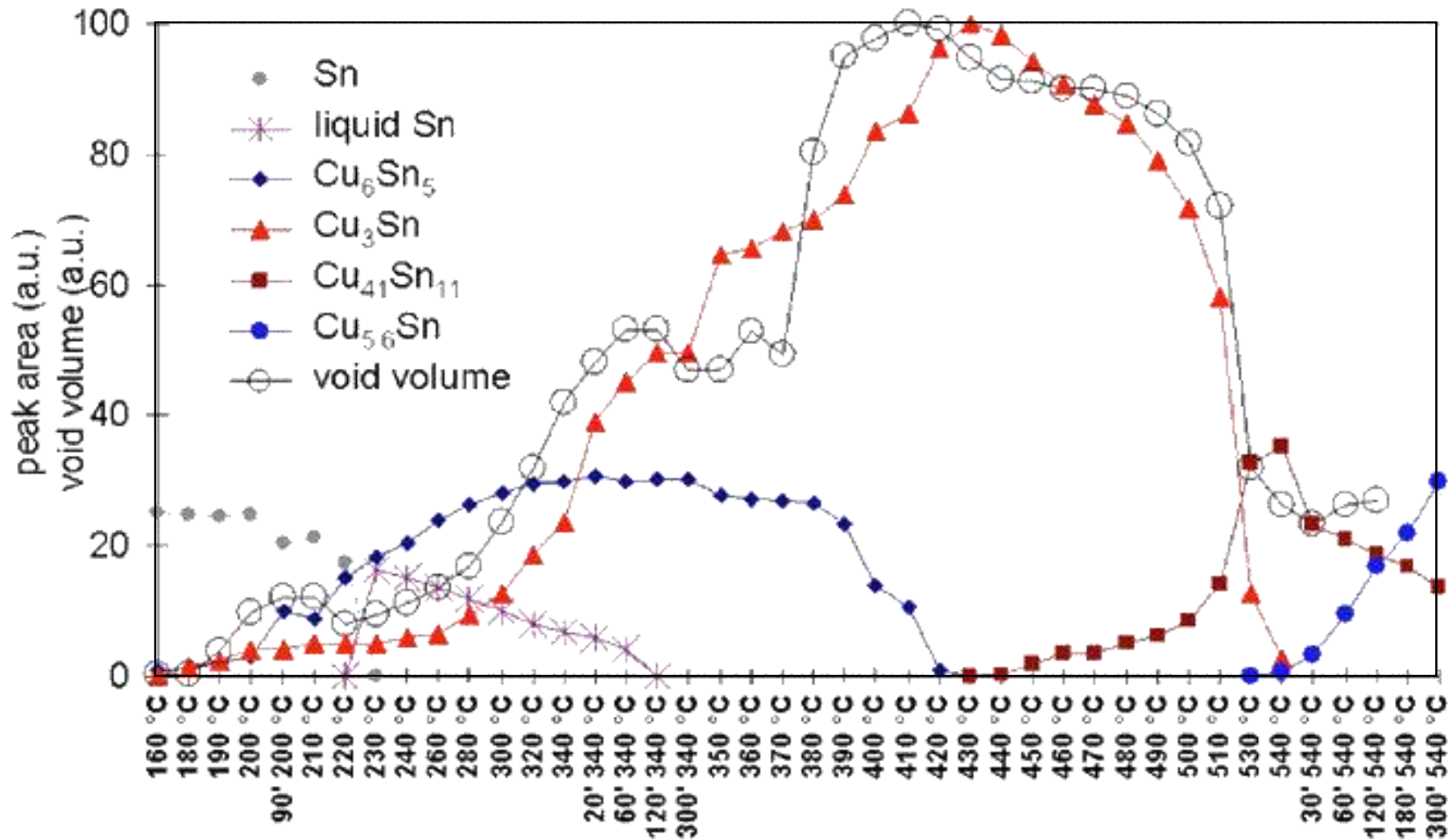


Korrelation zwischen Phasen- und Porenbildung



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN

University of Applied Sciences



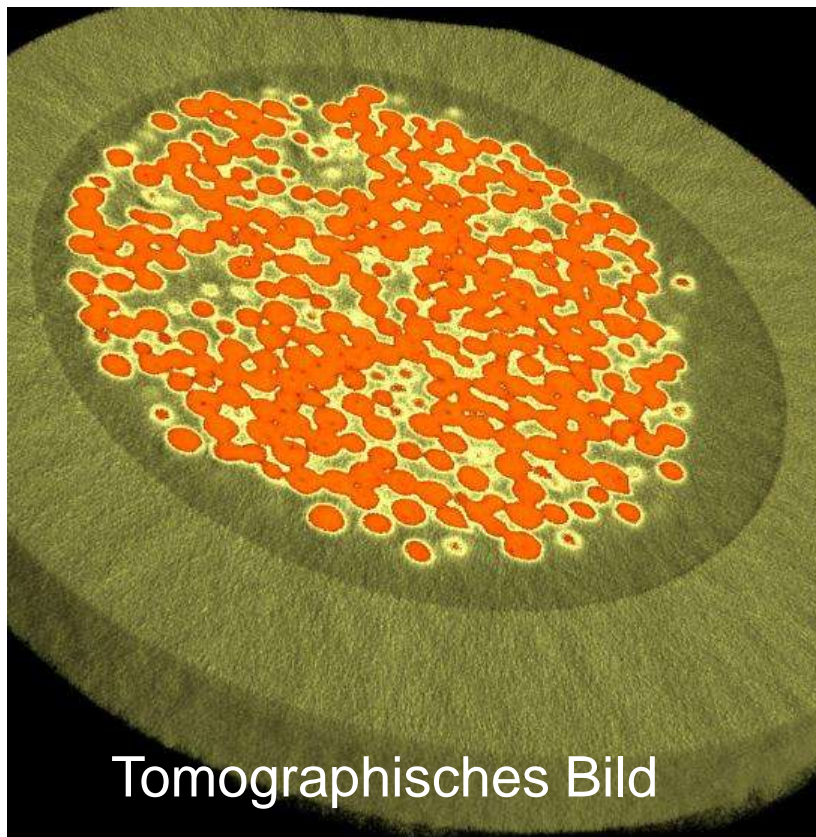
Quantitative Tomographische Analytik - In-situ Untersuchung eines Sinterprozesses -



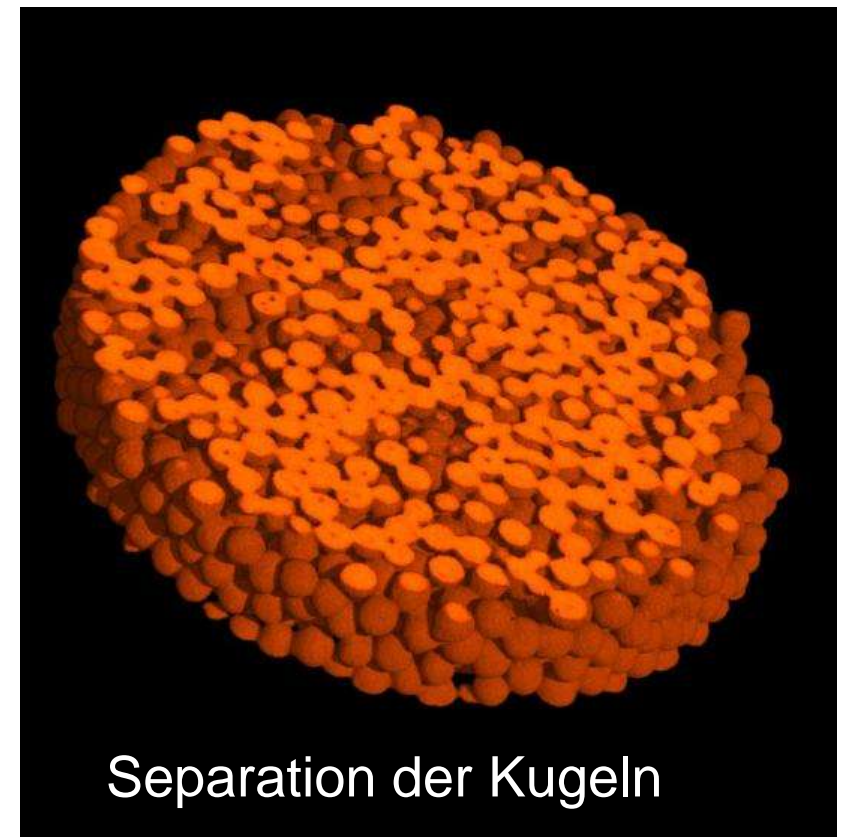
BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

- Probengeometrie: 960 x 980 x 100 Voxel
- $E = 60 \text{ keV}$, $\Delta x = 3.5 \text{ }\mu\text{m}$, $t = 3.5 \text{ s}$
- Sintertiegel: Al_2O_3
- Werkstoff: Kupferkugeln ($\text{Ø } 100\text{-}120 \text{ }\mu\text{m}$)

BESSY, BAMline



Tomographisches Bild



Separation der Kugeln

Quantitative Tomographische Analytik



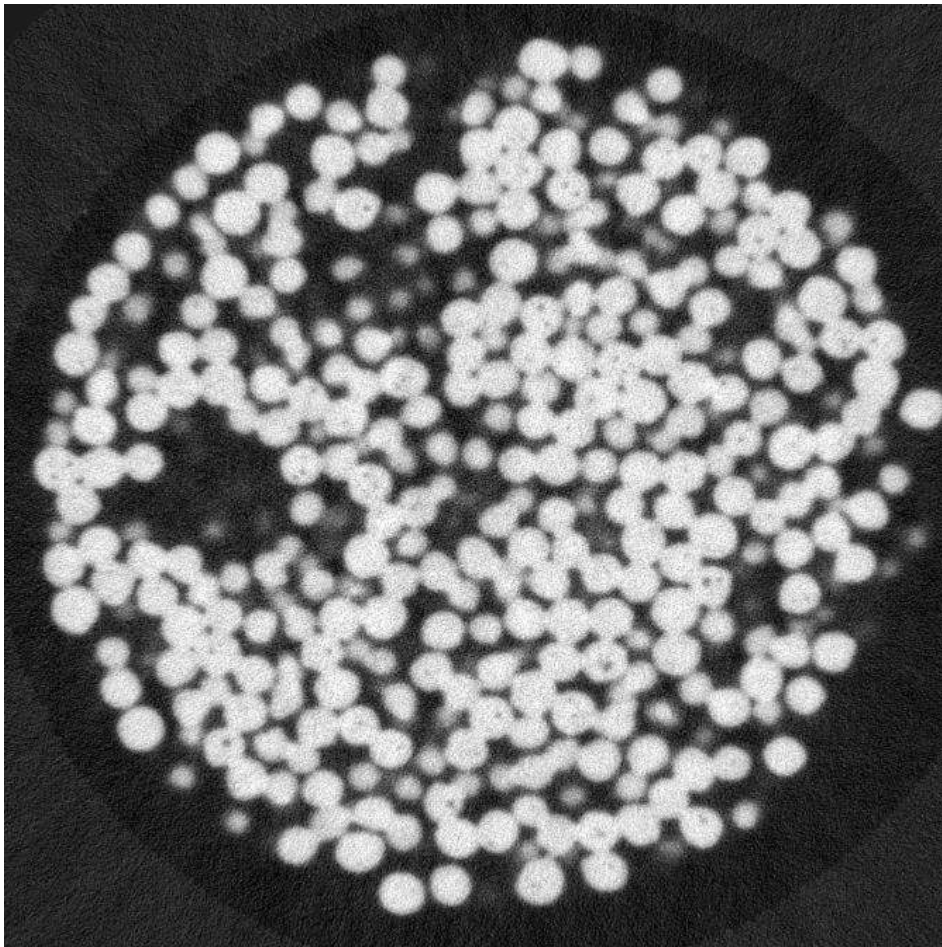
TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DRESDEN



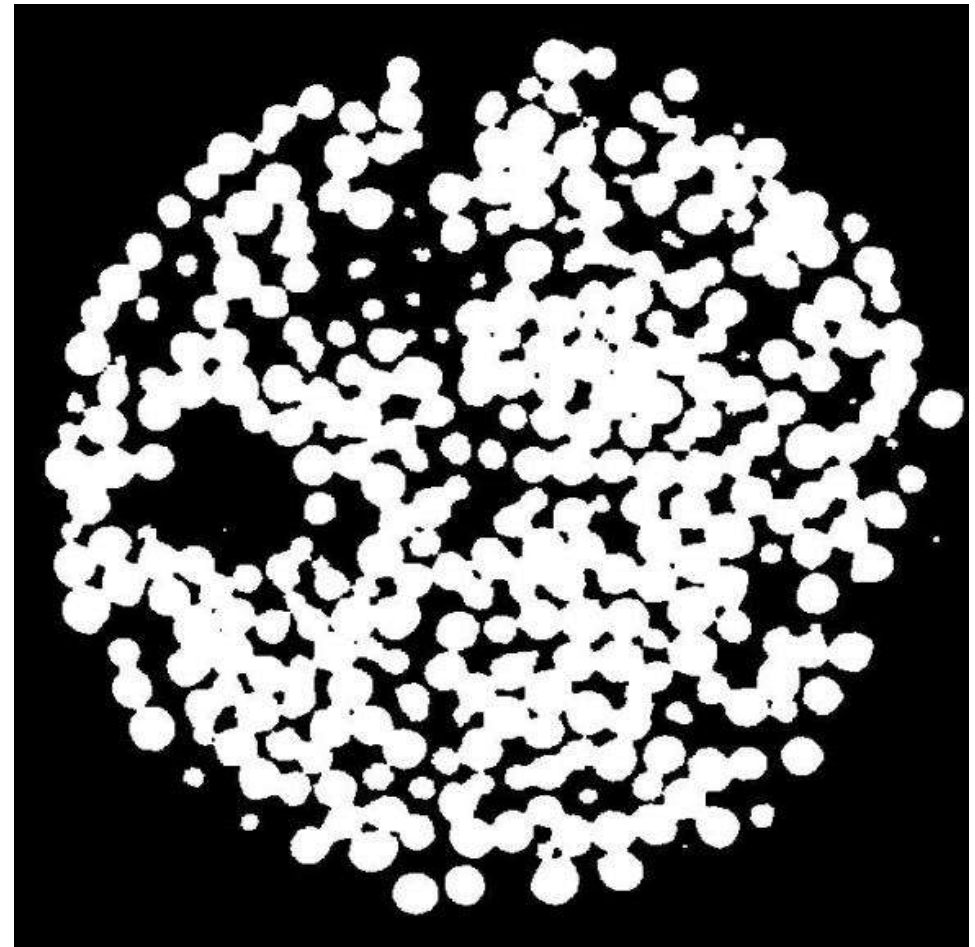
BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN

University of Applied Sciences

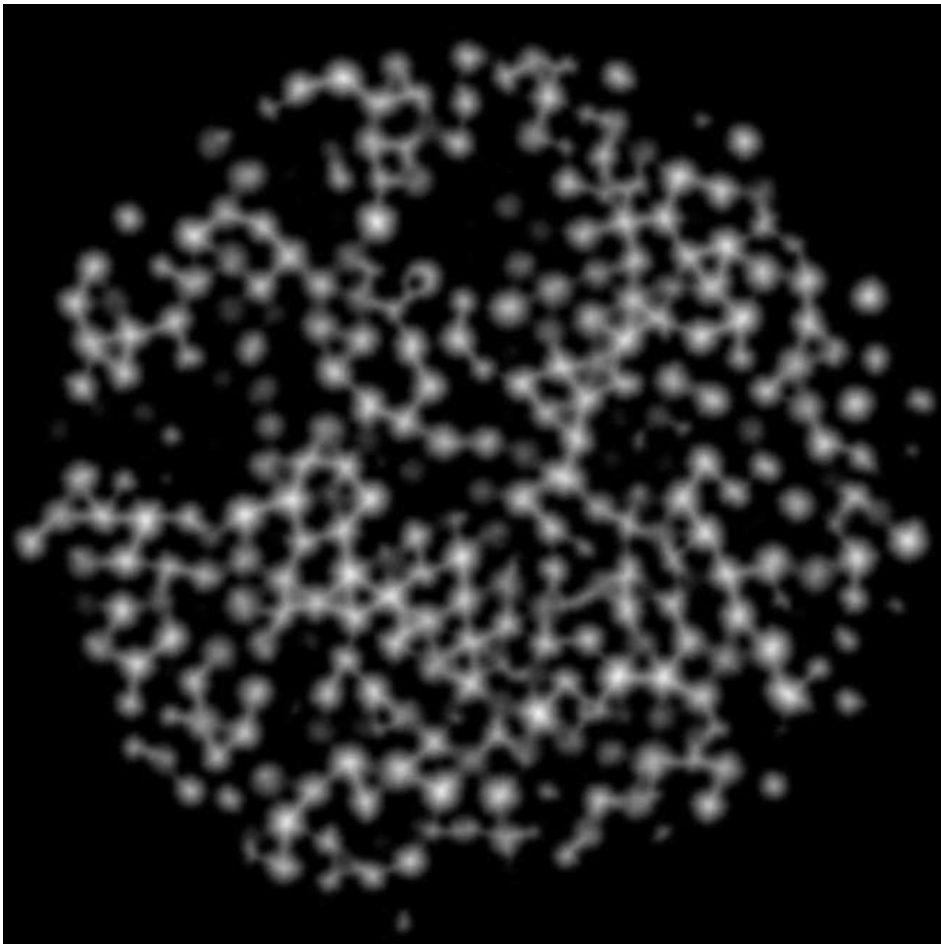
Graustufenbild



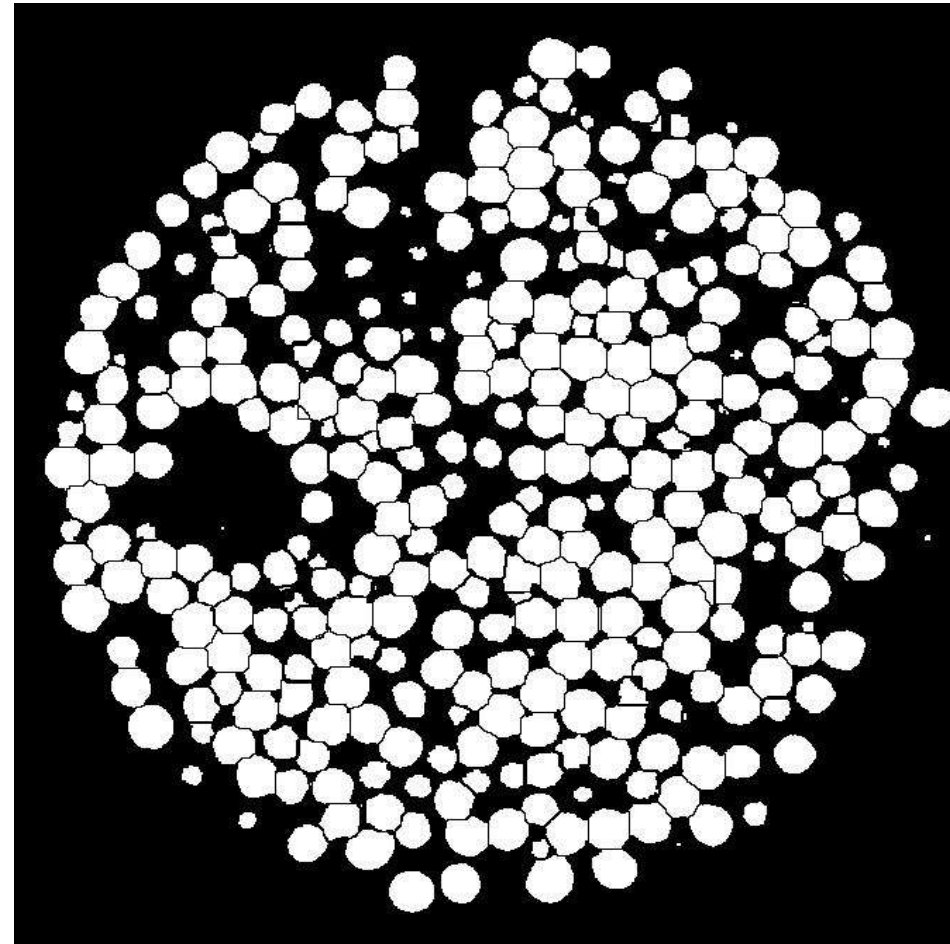
Boolsches Bild



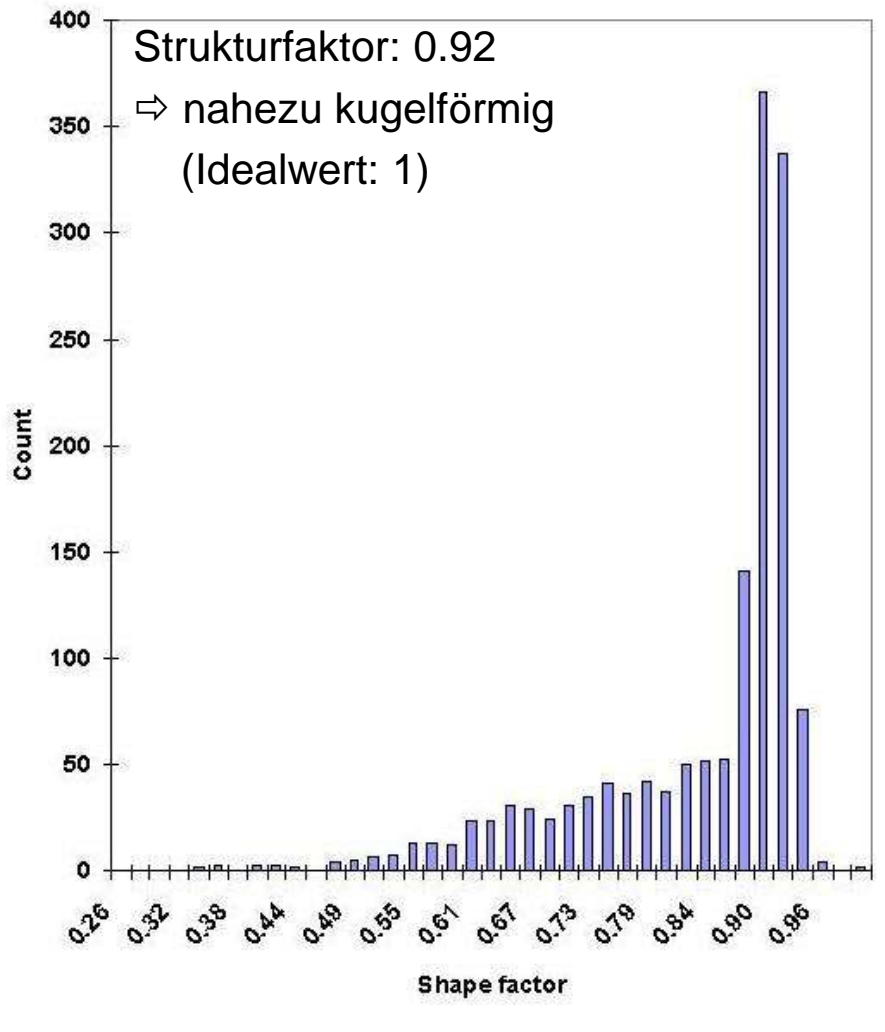
Euklidische Distanztransformation



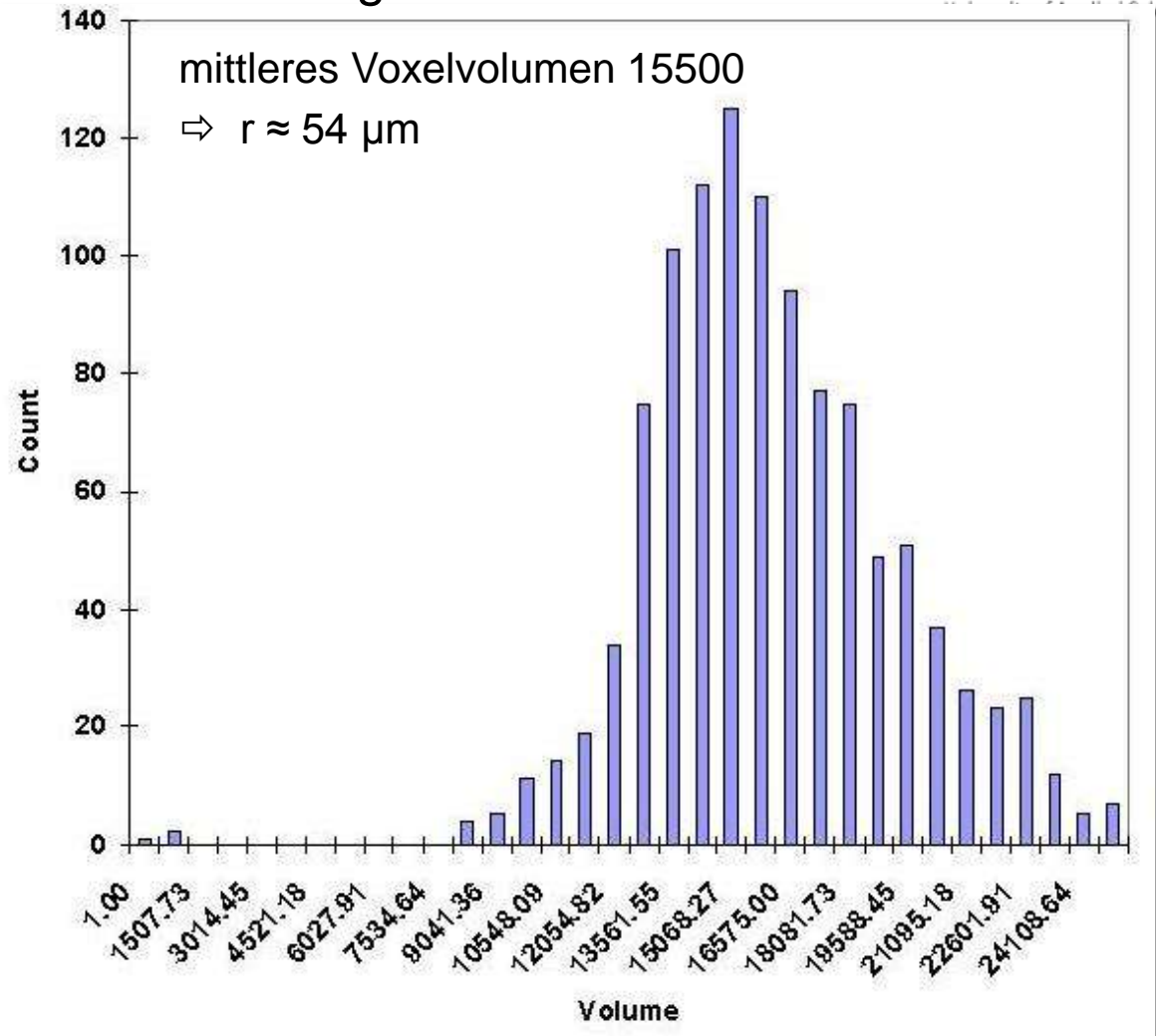
Wasserscheidentransformation



Strukturfaktor

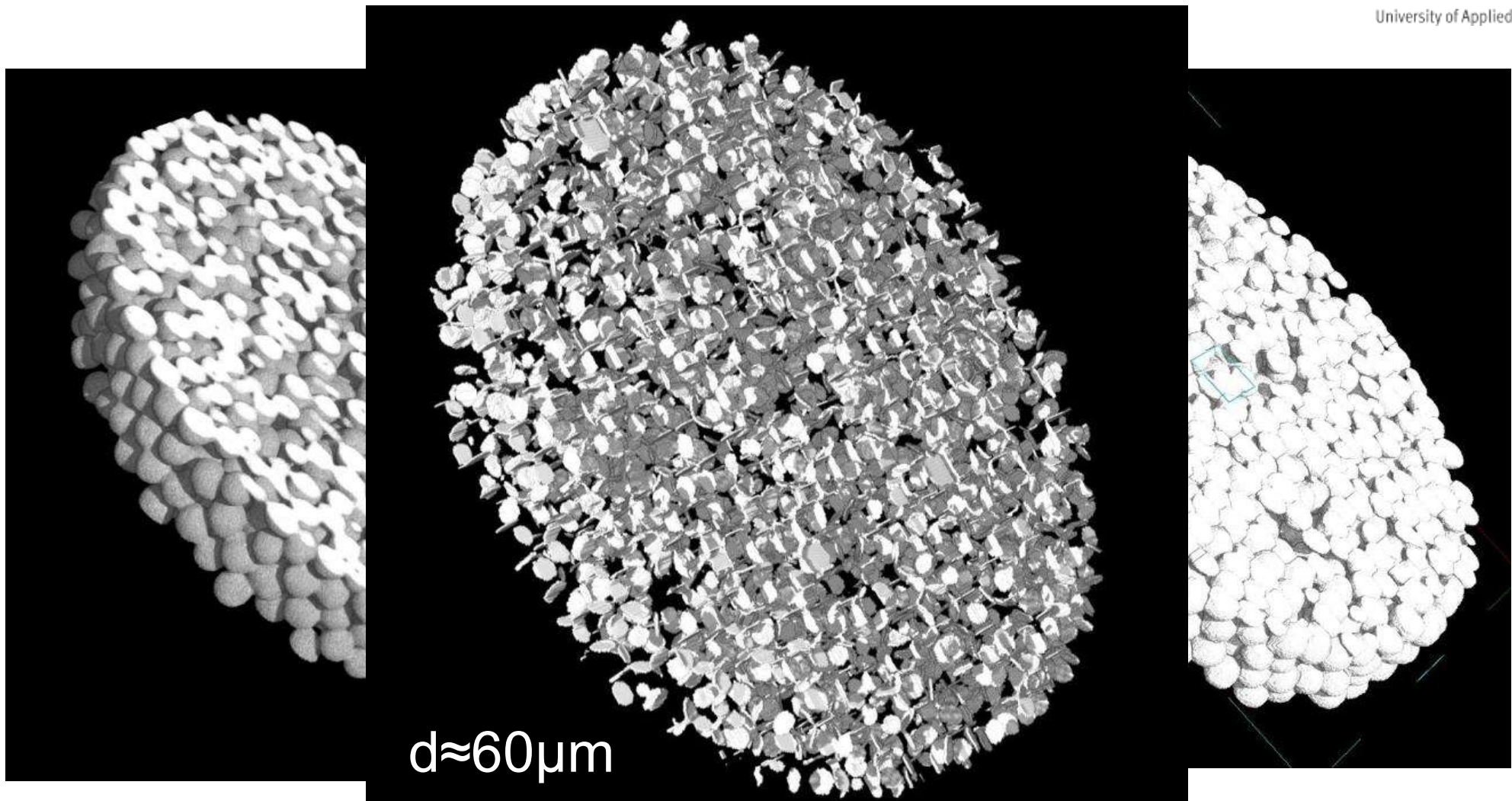


Mittleres Kugelvolumen in Voxel





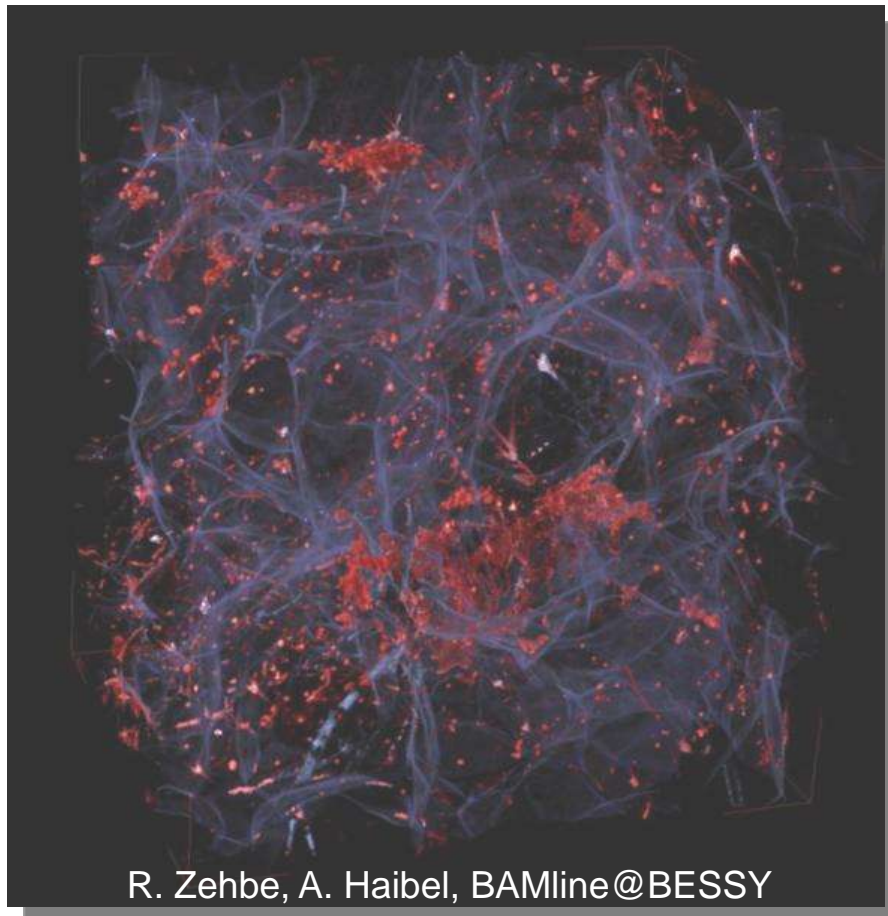
Berechnung der Sinterhalsquerschnitte



Quantitative Tomographische Analytik - Tomographie an Keramikschaumen -

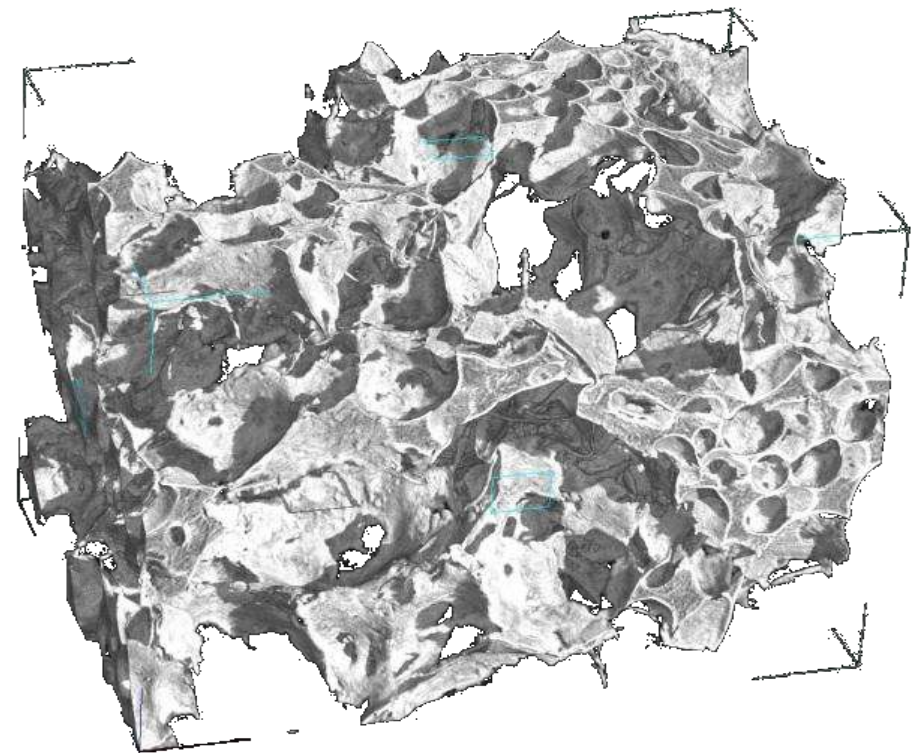


BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences



R. Zehbe, A. Haibel, BAMline@BESSY

Entwicklung und Optimierung von
Biokeramiken als Trägerstruktur
in der Zellforschung



Gesinterter keramischer Schaum

Ex vivo Stammzellenkultivierung



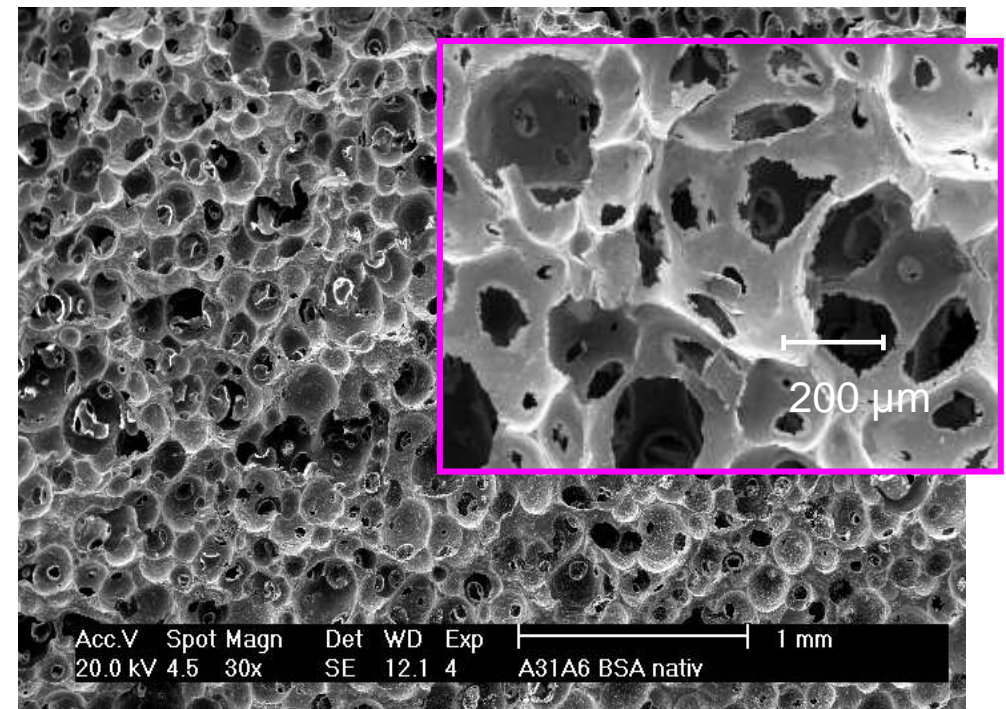
BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

- Zur erfolgreichen ex vivo Stammzellenkultivierung benötigt man ein passendes Kultivierungsmedium.
- Keramische Schäume haben ähnliche Strukturen wie menschliches Knochengewebe.

⇒ **Nutzung von proteinbasierten keramischen Schäumen als 3D Matrix zur Stammzellenkultivierung**



Lichtmikroskopie von menschlichem Knochengewebe



Elektronenmikroskopie eines keramischen Schaums

Probenpräparation



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

Für eine gute Versorgung der Stammzellen muss die Keramikschaum-Struktur großporig und gut durchdringbar sein.

Variation der Zusammensetzung der Schäume

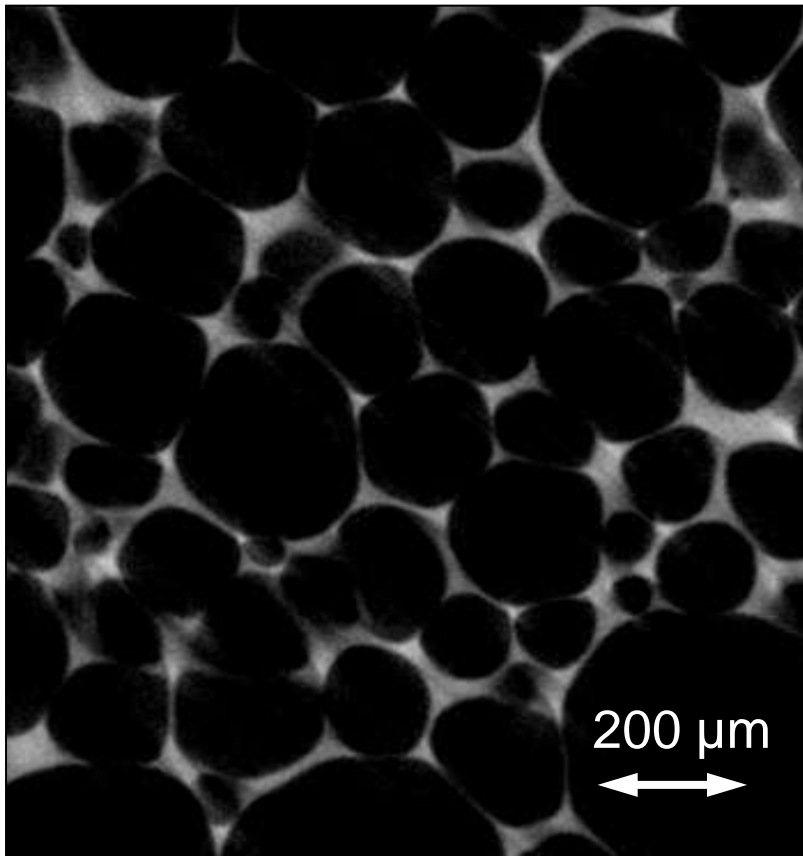
⇒ Einsatz unterschiedlich modifizierter Proteine

Verschiedene Präparationswege

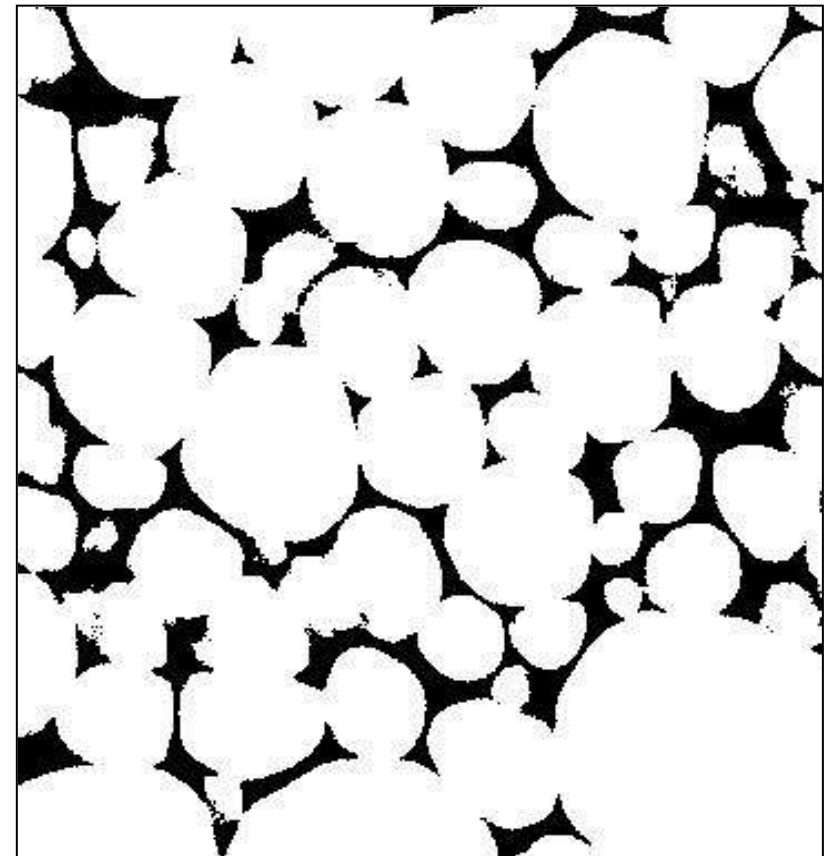
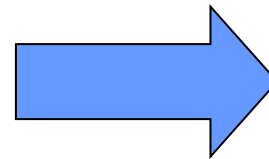
⇒ Fixieren des Schaums entweder durch Mikrowellen oder durch Trocknung

Mittels Synchrotron-Tomographie wurde der Einfluss der verschiedenen Präparationswege und Zusammensetzungen auf die Porengrößenverteilung im Schaum quantitativ analysiert.

Binarisierung



2D Bild des tomographischen Datensatzes



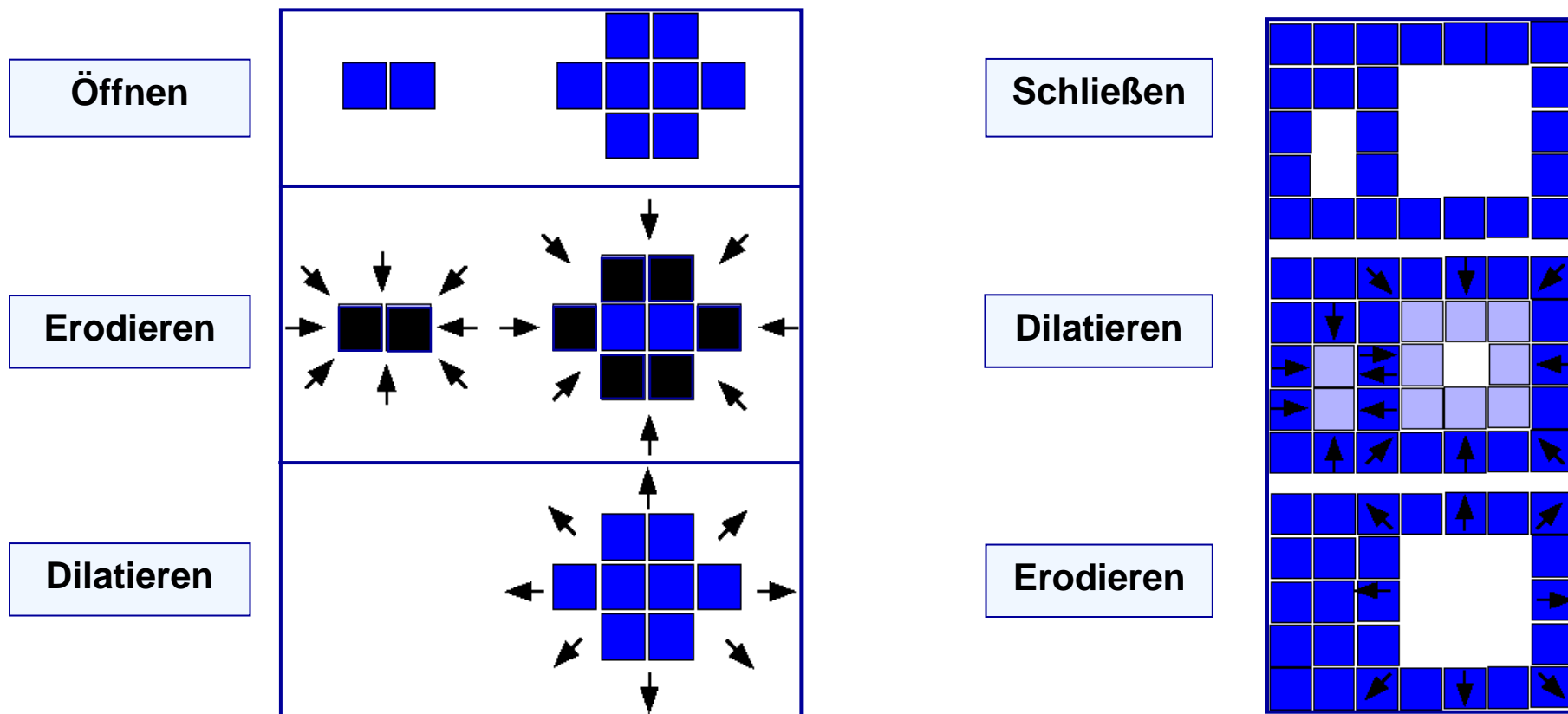
Boolsches Bild (Schwarz/Weiß-Bild)

Morphologische Transformationen

zur Glättung und Rauschunterdrückung

Öffnen (Erodieren – Dilatieren)

Schließen (Dilatieren - Erodieren)



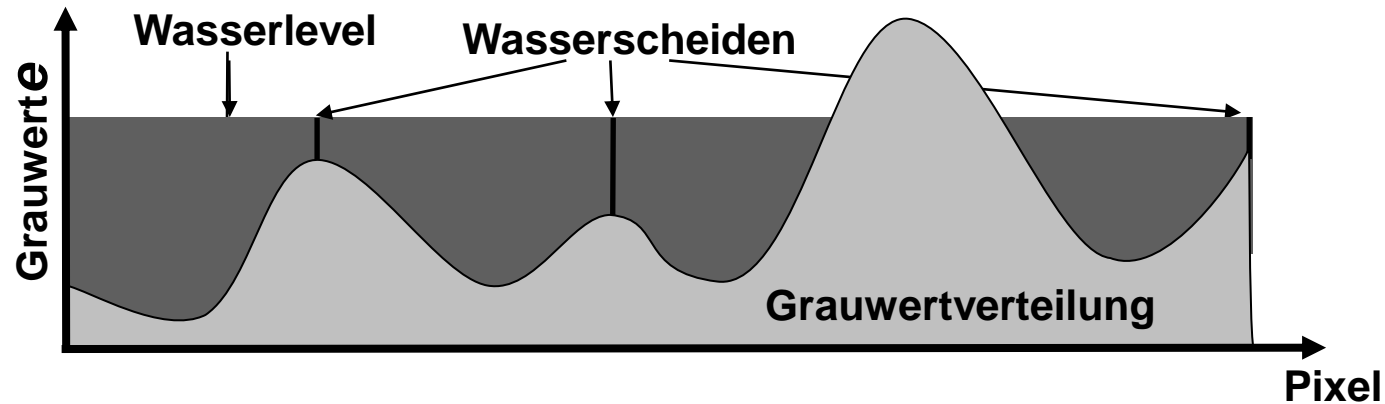
Quantitative Tomographische Analytik



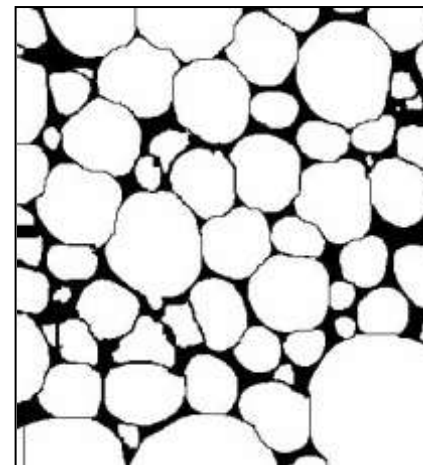
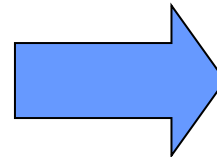
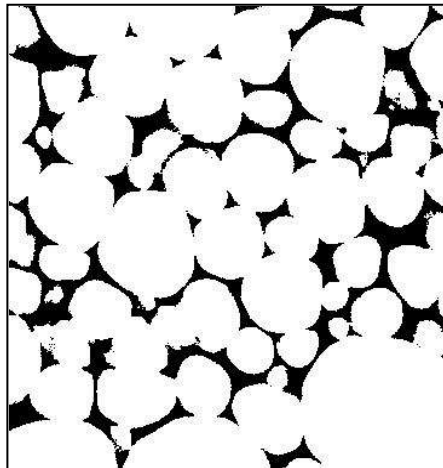
BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

Segmentieren der Poren:

1. Euklidische Distanztransformation
2. Wasserscheidentransformation



Boolsches
Bild



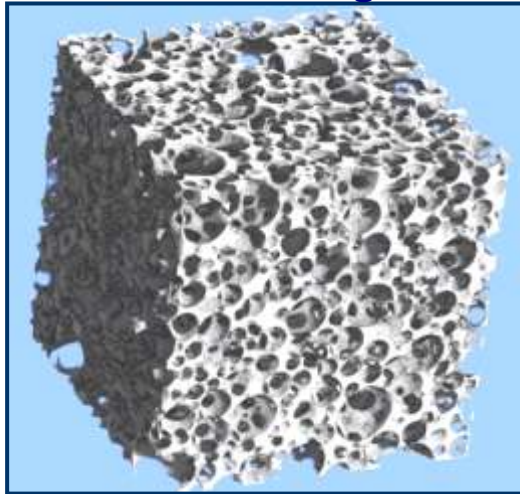
Wasserscheiden-
transformiertes
Bild

Quantitative Tomographische Analytik

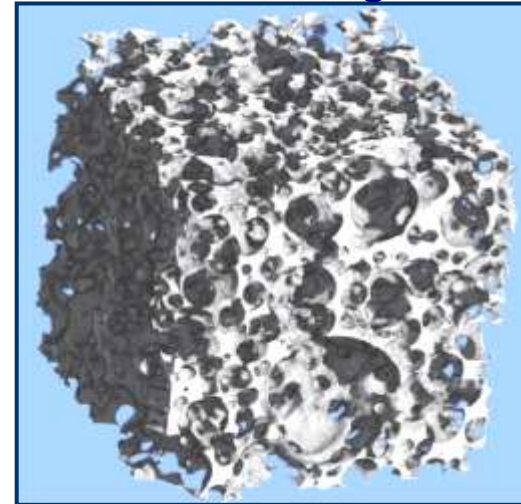


BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN
University of Applied Sciences

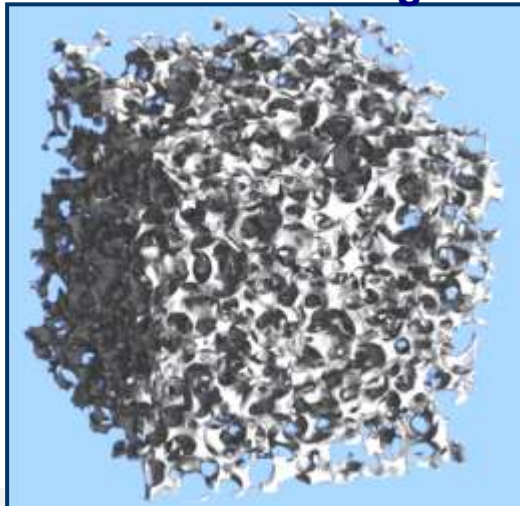
**Ausgangszusammensetzung
Mikrowellenfixierung**



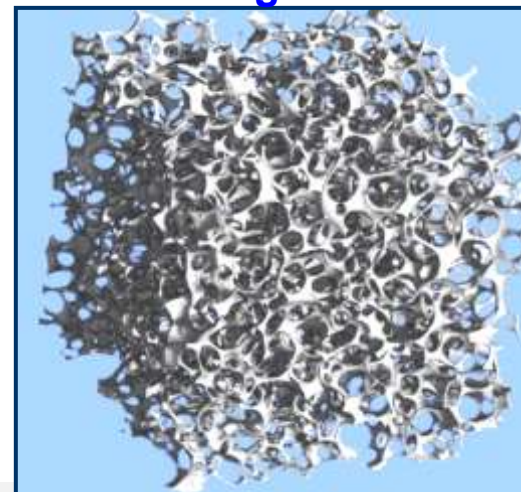
**Dispersionsmittel zugesetzt
Mikrowellenfixierung**



**Protein variiert
Dispersionsmittel zugesetzt
Mikrowellenfixierung**

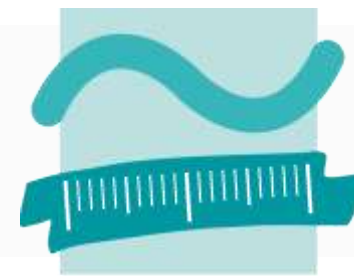


**Protein variiert
Dispersionsmittel zugesetzt
Lufttrocknung in Trockenkammer**



1.44 mm Kantenlänge

Quantitative Tomographische Analytik

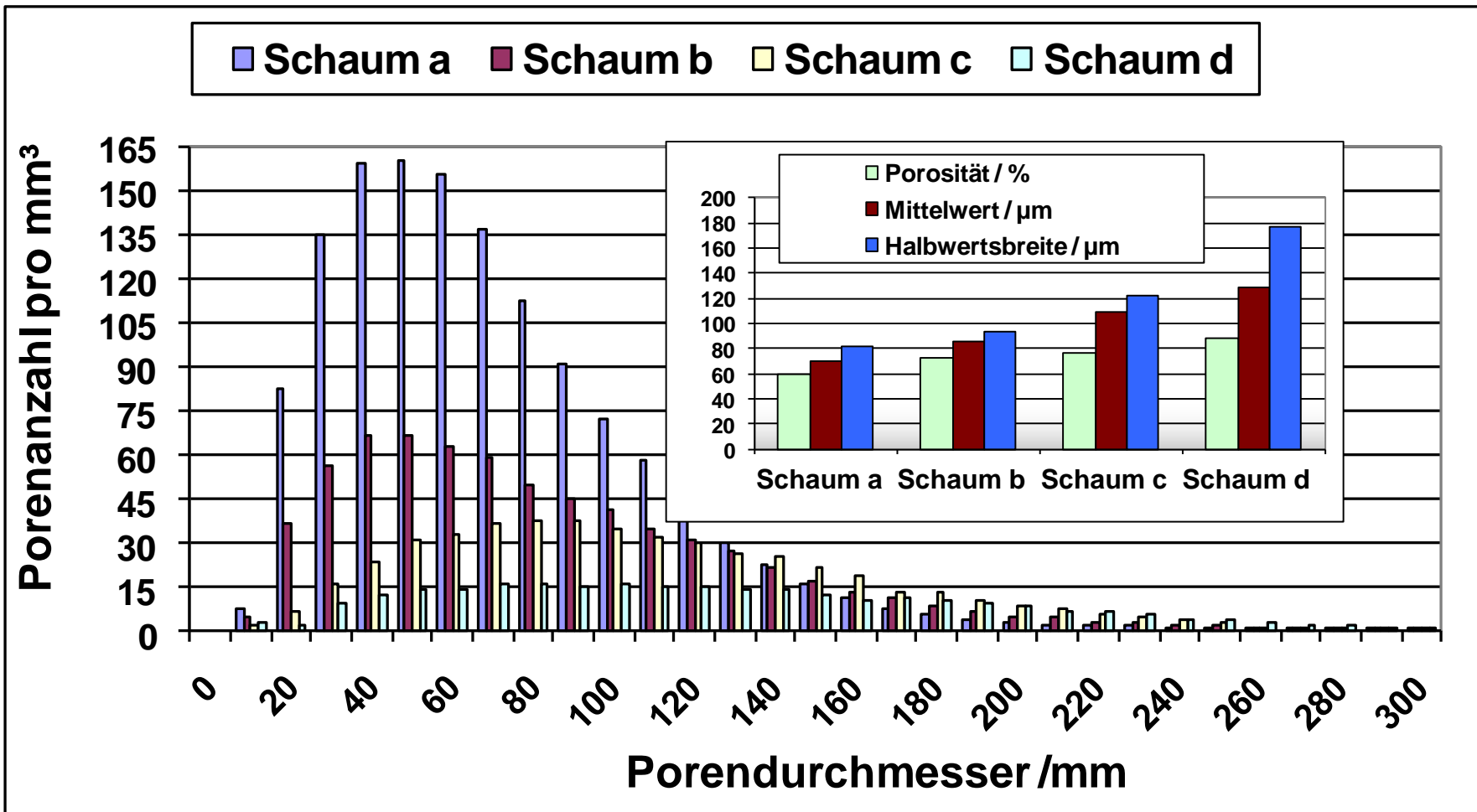


BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN

University of Applied Sciences

- Ausgangskomponenten
- Dispersionsmittel zugesetzt

- Protein variiert
- Trockenkammerfixierung





- 1) Umfassenden chemisch-physikalischen Prozessanalyse durch in-situ quantitative tomographische Porositätsanalyse in Kombination mit diffraktometrischen Messungen
- 2) Zeitaufgelöste in-situ Erfassung eines Sinterprozesses
- 3) Chemisch-physikalische Prozessanalyse mittels quantitativer tomographischer Porengrößenverteilungs- und Porenformanalyse



BEUTH HOCHSCHULE
FÜR TECHNIK
BERLIN

University of Applied Sciences

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!