

Måling af plastiske tøjningsfelter i 3D med røntgen-tomografiske teknikker

Kristoffer Haldrup*, Søren F. Nielsen og John A. Wert

Afdelingen for Materialeforskning/Metalstrukturer i 4D, Forskningscenter Risø,
Frederiksborgvej 399, 4000 Roskilde

*kristoffer.haldrup@risoe.dk

ABSTRACT

The investigation of strain fields in the bulk of opaque bodies has been frustrated for many years by the inaccessibility of the interior to non-destructive measurements. Over the last decade, this situation has changed by the introduction of a range of tomographic methods based both on advances in computer technology and in instrumentation. We present a general method for assessing the plastic strain in the interior of marker-containing specimens undergoing various types of deformation.

1. INTRODUKTION

Den rumlige fordeling af plastisk tøjning (strain) i materialer der undergår plastisk deformation, er af stor interesse indenfor mange områder, ikke mindst når emner formgives med nye metoder. Fra nogle af de tidligste kvantitative deformationseksperimenter^{1,2} og frem til i dag, har den fremherskende eksperimentelle metode været at dekorere en overflade af emnet med markører og ud fra deres indbyrdes forskydning bestemme tøjningsfeltet^{3,4,5}. Disse metoder har i dag en opløsning bedre end en mikrometer og har bidraget betydeligt til forståelsen af, hvilke faktorer der er bestemmende for plastisk flydning, men manglen på information ”i dybden” har altid været en hæmsko for anvendelsen af resultaterne.

I Afdelingen for Materialer på Risø har vi i løbet af de sidste fire år udviklet en metode til bestemmelse af det fulde tøjningsfelt i tre dimensioner hele vejen igennem bredt anvendte materialer som aluminium og fiberforstærket plast og har opnået en opløsning på ned til omkring 25 mikrometer. Denne metode er baseret på en fordeling af markører inden i det materiale der skal undersøges og er blevet mulig takket være en kraftig udvikling indenfor intense, synkrotron-baserede røntgenkilder og computerbaseret tomografi⁶, en teknik der er velkendt fra hospitalers CT-scannere. Teknikken er fleksibel med hensyn til hvilke materialer der kan undersøges, men i denne artikel vil primært en række resultater for aluminiumprøver blive præsenteret for at illustrere teknikken.

2. EKSPERIMENTEL METODE

Den grundlæggende ide bag denne eksperimentelle teknik er at følge markørers position før og efter en given deformation hele vejen igennem en prøves tykkelse⁷. Disse markører kan enten være kunstigt introduceret eller være der naturligt som f.eks. porer^{8,9,10}, men et krav for at anvende denne teknik i dens nuværende form er, at de har en røntgen-absorption der er betydeligt forskelligt fra det omgivende matrix-materiale. Hermed bliver det muligt ud fra en serie af røntgenbilleder taget fra forskellige vinkler at ”rekonstruere” hele prøvens volumen – specielt markørpartiklerne og deres positioner – ved hjælp af standard, computerbaserede tomografiske teknikker. Dette kan gøres før og efter deformationsskridt som bøjning, ekstrusion eller kompression og ved at genfinde en given partikels position før og efter kan flytningen af denne partikel bestemmes. Det bør i denne sammenhæng nævnes at også metoder baseret på Digital Image Correlation i materialer både med¹¹ og uden^{12,13} markører har fundet anvendelse til denne type af målinger.

Markører og sporing

Under udviklingen af denne metode har vi valgt at fokusere på et enkelt og forholdsvis velkendt system, pulver-sinteret aluminium, da dette har været anvendt på Risø i en årrække og da processeringsmetoden samtidig giver gode muligheder for introduktion af markørpartikler, i vores tilfælde Wolfram-partikler.

Prøverne er blevet lavet ved at blande Al-pulver med en middel-partikelstørrelse på omkring 10 mikrometer med W-pulver med en tilsvarende partikelstørrelse så dette udgør 1vol%, komprimere det blandede pulver under højt tryk, efterfulgt af ekstrusion ved 500 grader, hvorefter det ekstruderede materiale har en tæthed svarende til konventionelt produceret aluminium. Figur 1 viser SEM-billeder af en enkelt W-partikel, det blandede pulver og endeligt det ekstruderede materiale, men det er vigtigt at understrege at det her anvendte system på ingen måde er det eneste tænkelige. Af andre anvendte systemer kan nævnes glas-partikler i en epoxy-matriks.

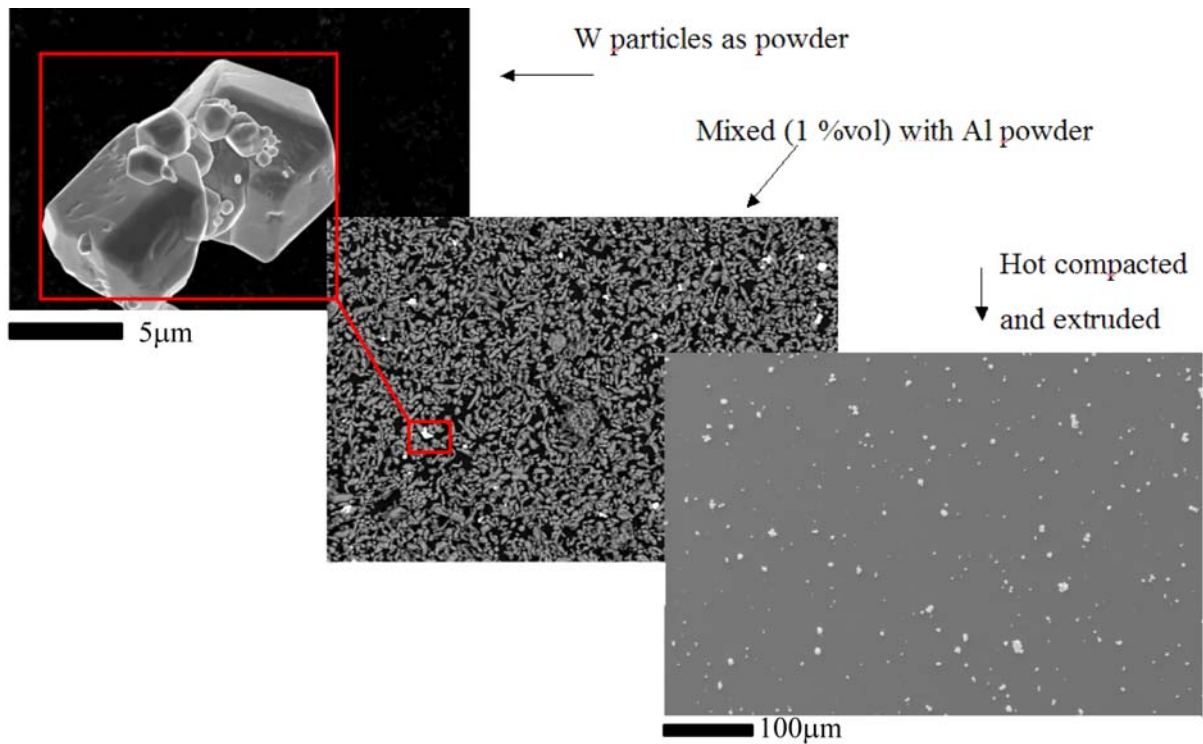
Selve eksperimentet kræver en særdeles kraftig røntgenkilde da mere end én mm af et metallisk materiale skal gennemlyses, og da en høj kvalitet af data også kræver en stor grad af monokromaticitet af røntgenstrålingen, foretages målingerne ved en synkrotron-røntgenkilde. De fleste større synkrotronfaciliteter har i dag eksperimentelle stationer til tomografiske eksperimenter og data til dette projekt er blevet optaget både ved HASYLAB i Hamborg, Tyskland og ved SLS i Villigen, Schweiz. Opløsningen af de rå absorptionsbilleder er typisk omkring 2 μm og i de rekonstruerede data, tomogrammet, lidt større, knapt 3 μm .

Det første skridt i databehandling er at analysere det ovenfor nævnte ”tomogram” af hele prøvens volumen og finde markørpartiklerne. Figur 2 viser to af de sidste skridt i denne proces, til venstre hvorledes prøvens form og struktur bliver afbildet ved at vise hvert enkelt voxels (3D-pixel) røntgen-absorptionskoefficient på en gråskala, og til højre en 3D-repræsentation af de enkelte markørpartikler i et mindre volumen. For at opnå sidstnævnte er det nødvendigt at segmentere datasættet, således at markørerne fremstår tydeligt og isoleret, hvorefter software-pakken DIPLib¹⁴ benyttes til at registrere karakteristika som størrelse og form for hver enkelt markør, karakteristika der gør det muligt at genfinde de enkelte partikler blandt de mange (op mod 250.000 for nogle prøver) andre efter hvert deformationsskridt.

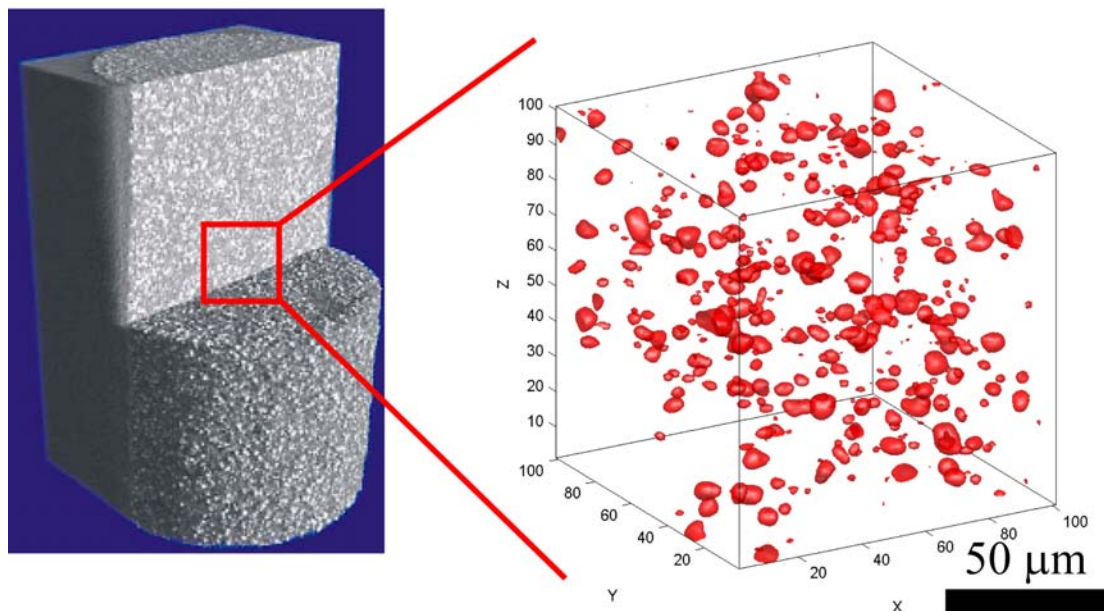
Med hver enkelt markørpartikels position før og efter en påtrykt deformation er det nu muligt at definere forskydningen for hver enkelt markør igennem $\vec{U} = (u_1, u_2, u_3)$, med 1,2,3 de tre akser i prøvens koordinatsystem og $u_{1,2,3}$ forskydningerne langs disse. Ved at gøre dette for alle markører fås det lokalt bestemte forskydningsfelt

$$\vec{U}(\vec{x}) = (u_1(\vec{x}), u_2(\vec{x}), u_3(\vec{x})), \quad \vec{x} = (x_1, x_2, x_3)$$

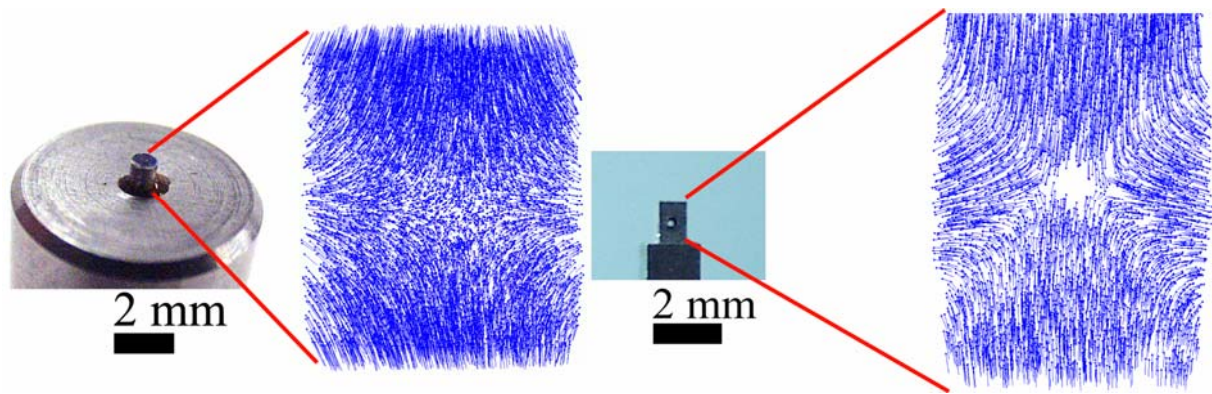
for dette deformationsskridt. Dette forskydningsfelt kan visualiseres med en vektor på hver enkelt partikelposition som vist i Figur 3, en metode der giver et håndgribeligt indtryk af hvorvidt der er heterogenitet på ”prøveskala”.



Figur 1. Fra øverst til venstre mod højre ses SEM-billeder af en enkelt W markørpartikel i høj opløsning, det blandede Al+W pulver og til sidst det ekstruderede materiale. Det typiske blandingsforhold er 1 %vol W partikler.



Figur 2. Et eksempel på en cylinderformet kompressionsprøve i aluminium rekonstrueret i 3D ud fra 720 normale røntgen-absorptionsbilleder taget for hver kvarte grad igennem 180 grader. Gråtonernes repræsenterer her hvert enkelt punkts absorptionskoefficient for den brugte energi, 24 keV. Til højre ses et udsnit af midten af prøven hvor dataene er segmenteret og kun markørerne er vist. Det ses, hvorledes disse varierer i størrelse og form, hvilket gør det muligt at spore dem efter hvert deformationsskridt.



Figur 3. To undersøgte prøver med tilhørende forskydningsfelter ved omkring 10% (0.10) plastisk tøjning. Den cylinderformede prøve til venstre udviser homogenitet på prøvens længdeskala mens prøven til højre har et hul igennem midten, hvilket promoverer et heterogent forskydningsfelt.

For at kvantificere og undersøge fænomener forbundet med plastisk flydning er det imidlertid nødvendigt at viderebehandle forskydningsfeltet ved at udregne forskydningsgradientfeltet, der er direkte relateret til det lokale tøjningsfelt og dermed prøvens mekaniske respons. Dette er defineret ved

$$e_{ij} = \frac{\partial u_i}{\partial x_j} = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} & \frac{\partial u_2}{\partial x_1} & \frac{\partial u_3}{\partial x_1} \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_2} & \frac{\partial u_2}{\partial x_2} & \frac{\partial u_3}{\partial x_2} \\ \frac{\partial u_1}{\partial x_3} & \frac{\partial u_2}{\partial x_3} & \frac{\partial u_3}{\partial x_3} \end{pmatrix}$$

-Denne matrix, e_{ij} , indeholder al information omkring det lokale deformationsfelt men er temmelig besværlig at visualisere, da der til alle målepunkter (i 3 dimensioner) er knyttet ni størrelser.

Eksperimentel opløsning

Den rumlige opløsning for denne type af markør-baseret tøjningsmåling er direkte relateret til tætheden af markører. For den her beskrevne tilsætning af 1vol% 10 μm W partikler og med de nuværende sporingsalgoritmers effektivitet på godt 75% fås en rumlig opløsning på omkring 25 μm . Usikkerheden på målingen af den lokale tøjning er bestemt af den nøjagtighed med hvilken partiklernes position før og efter en påtrykt deformation kan bestemmes og er bestemt til at være bedre end 2% (0.02) tøjning. Dette svarer til en nøjagtighed i positionsbestemmelsen på eksempelvis 0.5 μm ved en forskydning på 25 μm .

3. RESULTATER

Homogen deformation

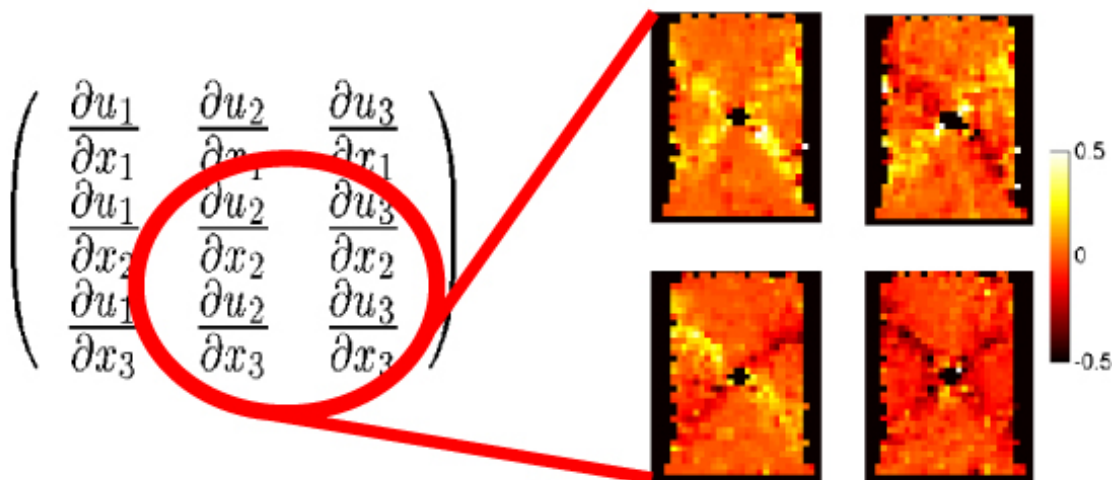
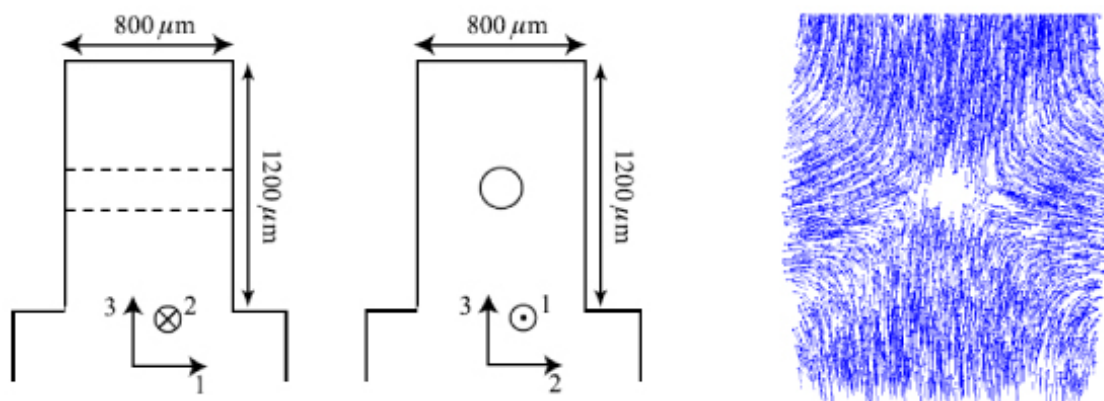
For at validere metoden, blev i første omgang cylindriske kompressionsprøver drejet direkte fra det ekstruderede materiale undersøgt. Disse kan antages at være homogene på prøvens længdeskala (1 mm) da de største strukturelle enheder i prøven er tværsnittet af de indgående W og Al-partikler, begge cirka 10 μm . Detaljerede studier af den centrale del af en sådan prøve definerede de ovenfor nævnte grænser for opløseligheden af metoden⁷.

Et vigtigt spørgsmål med hensyn til den her præsenterede teknik er, hvorvidt tilsætningen af markørpartikler påvirker materialets mekaniske egenskaber. For at undersøge dette, fokuserede en senere analyse af den samme homogene prøve på en region af prøven, hvor blandingen af de to pulvere tilfældigvis havde været ufuldkommen således at et område var uden nogle W partikler. Ingen variation i prøvens mekaniske respons kunne ses nær denne region med den ovenfor nævnte eksperimentelle opløsning og på dette grundlag konkluderedes, at de tilsatte W-partikler kun har en meget begrænset indflydelse på materialets mekaniske egenskaber¹⁵. Dette er ikke uventet, idet pulver-sinteret aluminium i forvejen er kraftigt forstærket af oxidlaget fra pulvermaterialet, der bliver til en dispersion af fine partikler under bearbejdningen, en dispersion som virker langt mere forstærkende end de relativt grove og få W-partikler.

Heterogen deformation

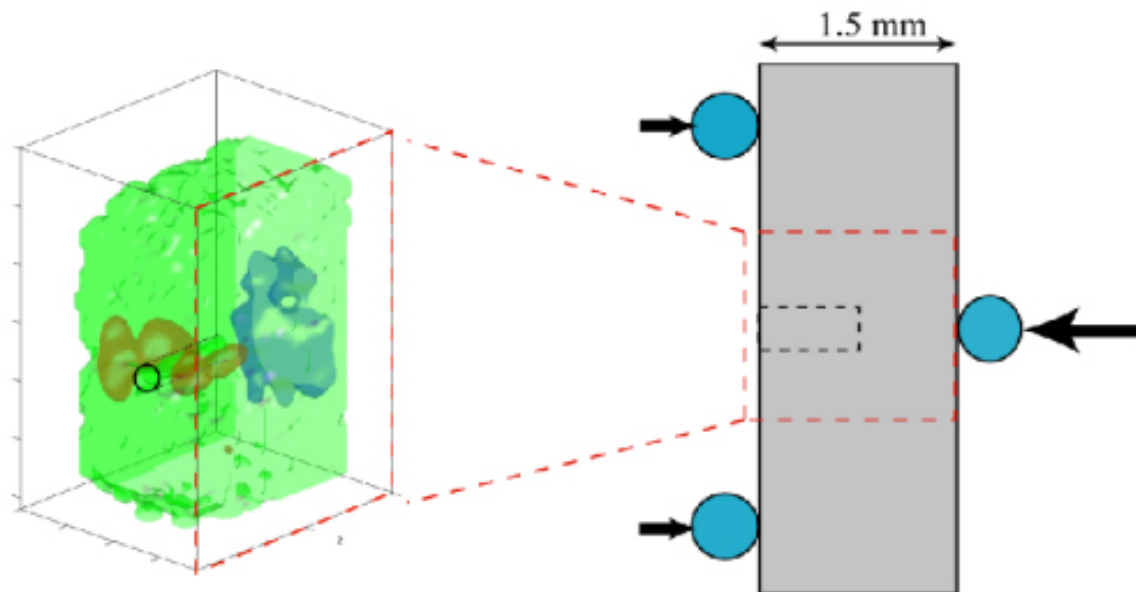
Efter igennem studierne af den homogene prøve at have fået bekræftet at markørpartikler dybt i et metallisk materiale kunne følges igennem flere deformationsskridt ved hjælp af tomografi, fokuserede et følgende forsøg på at detektere og kvantificere plastisk flydning i et ikke-homogent tilfælde. Til dette formål konstrueredes en rektangulær prøve med et hul tværs igennem, en prøvegeometri der fra klassisk deformationsmekanik er kendt for at promovere heterogen plastisk flydning, og som på grund af dens symmetri giver mulighed for midling af data langs den ene akse, hvorved resultaterne lettere kan visualiseres. Som Figur 4 (top) viser, gav denne udformning af prøven et inhomogent forskydningsfelt formet som et kryds og centreret på hullets akse; på overfladen fremstod prøven umiddelbart med en fra kompressionsprøvninger velkendt tøndeform som normalt skyldes friktion mellem prøven og kompressionsstemplerne.

Nærmere analyse af det fra forskydningsfeltet udregnede forskydningsgradientfelt viste imidlertid, at det krydsformede flydemønster svarede til to planer med forhøjet tværtøjning som illustreret i Figur 4 (bund), og med denne oplysning kunne prøvens deformationsopførsel forstås ud fra en mekanisk model baseret på minimering af det mekaniske arbejde¹⁶. De eksperimentelle resultater blev også sammenlignet med computermødel, hvilket bevirkede forfining af både computermødel og fortolkning af resultater¹⁷; dette arbejde blev foretaget i samarbejde med KOM-programmet i Risøs Afdeling for Materialer.



Figur 4 **Top:** Prøvegeometri og plastisk flydning i en kompressionsprøve med et central hul – kompression er langs 3-retningen. **Bund:** Fire komponenter af forskydningsgradient-tensoren midlet langs hullets akse. Prøvens deformation ses at være koncentreret langs to planer der skærer hinanden langs hullets akse.

For øjeblikket er analysearbejdet i gang for mere komplicerede prøvegeometrier hvor makro-skala mekanisk analyse ikke er mulig, d.v.s. geometrier hvis mekaniske respons som regel udelukkende undersøges ved hjælp af computermodellering med Finite Element metoder. Figur 5 viser et eksempel på en sådan struktur, hvor en bjælke med et centralt hul bliver deformeret ved tre-punkts bøjning. I modsætning til eksemplet ovenfor er tøjningsfeltet i dette tilfælde ægte tredimensionelt, og blot det at visualisere en enkelt komponent med både positive og negative værdier bliver en udfordring, men vi forventer at resultater af denne type vil være af stor interesse indenfor eksempelvis forudsigelse af brud.

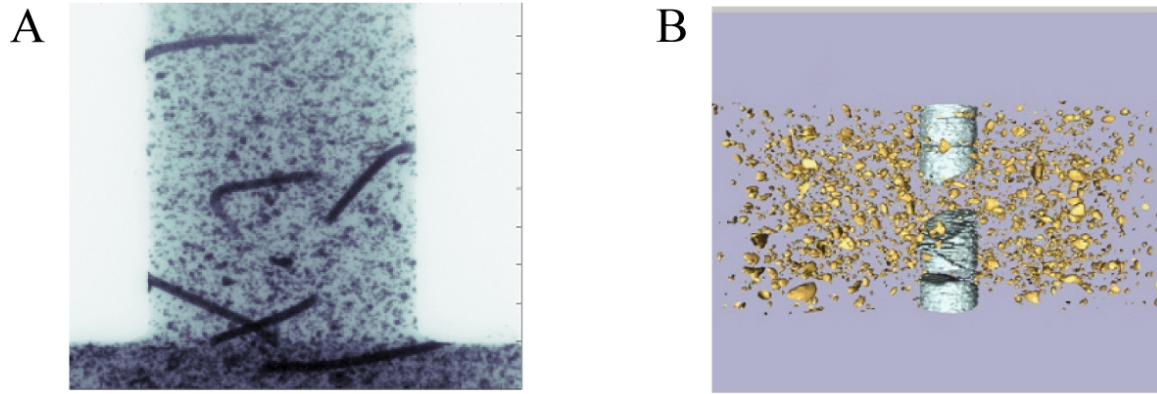


Figur 5. Tredimensionelle iso-overflader for 33-komponenten af tøjningsfeltet i en bjælke med et hul under en tre-punkts bøjningstest – 3-retningen er langs bjælkens længderetning. Den røde farve nær forkanten svarer til forlængelse, den blå farve nær prøvens bagkant til kompression og den lyse grønne afgrænser det analyserede volumen.

Mikrostrukturelle effekter

Foruden de ovenfor nævnte eksempler på karakterisering af inhomogene tøjningsfelter er også effekter af materialers mikrostruktur blevet udforsket med den nyudviklede metode. Et eksempel på en klasse af materialer hvor mikrostrukturen er af afgørende betydning er fiberforstærkede kompositmaterialer, hvor tøjningskoncentrationer omkring den forstærkende fase kan føre til delaminering, fiberbrud og i sidste ende brud af hele komponenter. Figur 6 viser to eksempler på strukturer, som er blevet undersøgt og hvor analysen for øjeblikket er i gang. I eksemplet til venstre er der tale om en testprøve af al aluminium forstærker med W-fibre mens der til højre er vist en glasfiber indstøbt i epoxy og omgivet af markørpartikler af glas. I dette tilfælde er både den rumlige fordelingen af fiberbruddene og tøjningsfeltet af betydelig interesse for forskning og udvikling indenfor fiberkompositter.

En anden klasse af problemer hvor information omkring den rumlige fordeling af tøjningen er af betydelig både grundvidenskabelig og anvendelsesorienteret interesse, er i forbindelse med det mekaniske samspil mellem de enkelte krystallografiske korn i et metallisk materiale. Disse prøver og den efterfølgende databehandling har vist sig at være særdeles udfordrende, men dataene er nu i hus og analysen i gang.



Figur 6. **A:** Absorptionsbillede af en aluminiumprøve med W-tråde som forstærkende fase og hvor også markørpartiklerne fremtræder. **B:** Rekonstrueret volumen med en glasfiber i epoxy med fiberen omgivet af markørpartikler i glas. Tomogrammet er optaget efter deformation og flere fiberbrud er synlige. Data for **B** er optaget ved the Swiss Light Source, SLS.

4. AFRUNDING

Vi har her præsenteret en ikke-destruktiv eksperimentel metode til måling af plastisk tøjning igennem hele materialestykker -- ikke kun på overfladen eller tværsnit -- der udsættes for plastisk deformation. Metoden er generelt anvendelig for en lang række af materialer og vi forventer, at den vil kunne finde anvendelse indenfor områder, som i dag primært bliver studeret med avancerede computermodeller, og hvor resultaterne har været svære at verificere eksperimentelt, eksempelvis indenfor områder som deformations- og brudmekanik. For krystallinske prøver åbner udviklingen indenfor 3D diffraktionsteknikker^{e.g.18} for nye muligheder for at foretage en samtidig eksperimentel bestemmelse af både lokale krystalorienteringer og lokale tøjningsfelter langt inde i materialet, et eksperiment der ikke hidtil har været muligt på trods af et stort ønske om netop at foretage netop denne type måling.

Da metoden er bredt anvendelig og på ingen måde begrænset til de her præsenterede systemer er det muligt at en lang række anvendelser blot venter på at blive opdaget og udnyttet efterhånden som teknologisk innovation indenfor formgivning kræver stadig større forståelse for de fundamentale processer.

TAK TIL

Vi vil som forfattere gerne takke F. Beckmann (HASYLAB) og M. Stamapanoni (SLS) med kolleger for deres store hjælp med at optage og rekonstruere de tomografiske data. Også stor tak til P. Nielsen, P. Olesen og L. Lorenzen (Risø) for prøvefremstilling m.v. og til L. P. Mikkelsen og L. Mishnaevsky (Risø) for deres hjælp med Finite Element beregninger. Endelig vil vi takke Danmarks Grundforskningsfond for at støtte Grundforskningscenteret: "Metalstrukturer i Fire Dimensioner" i hvilket arbejdet blev udført.

REFERENCER

1. G. Sachs and W. Eisbein, "Kraftbedarf und fließvorgänge beim stangenpressen," *Deutsche Materialprüfungsanstalten Mitteilungen* **16**, pp.67–96,1931.
2. M. L. Devenpeck and O. Richmond, "Strip-drawing experiments with a sigmoidal die profile," *Journal of Engineering for Industry* , pp.425–428,1965.
3. H.-A. Crostack, G. Fischer, E. Soppa, S. Schmauder, and Y.-L. Liu, "Localization of strain in metal-matrix composites studied by a scanning electron microscope-basedgrating method," *Journal of Microscopy* **201**, pp.171–178,2000.
4. D. Raabe, M. Sachtleber, Z. Zhao, F. Roters, and S. Zaefferer, "Micromechanical and macromechanical effects in grain scale polycrystal plasticity experimentation and simulation," *Acta Materialia* **49**, pp.3433– 3441,2001.
5. B. M. Schroeter and D. L. McDowell, "Measurement of deformation fields in polycrystalline ofhc copper," *International Journal of Plasticity* **19**, pp.1355–1376,2003.
6. L. Salvo, P. Cloetens, E. Maire, S. Zabler, J. J. Blandin, J.-Y. Bu ere, W. Ludwig, E. Boller, D. Bellet, and C. Josserond, "X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **200**, pp.273–286,2003.
7. S. Nielsen, H. Poulsen, F. Beckmann, C. Thorning, and J. Wert, "Measurements of plastic displacement gradient components in three dimensions using marker particles and synchrotron x-ray absorpction micro to-mography," *Acta Materialia* **51**, pp.2407–2415,2003.
8. H.Toda, I. Sinclair, J.-Y. Buffere, E. Maire, T. Connolley, M. Joyce, K. . H. Khor, and P. Gregson, "Assessment of the fatigue crack closure phenomenon in damage-tolerant aluminium alloy by in-situ high-resolution synchrotron x-ray microtomography," *Philosophical Magazine* **83**, pp.2429–2448,2003.
9. H. Toda, I. Sinclair, J.-Y. Buffere, E. Maire, K. Khor, P. Gregson, and T. Kobayashi, "A 3d measurement procedure for internal local crack driving forces via synchrotron x-ray radiation," *Acta Materialia* **52**, pp.1305–1317,2004.
10. T. Ohgaki, H. Toda, M. Kobayashi, K. Uesugi, M. Niinomi, T. Akahori, T. Kobayash, K. Makii, and Y. Aruga, "In situ observations of compressive behaviour of aluminium foams by local tomography using high-resolution x-rays," *Philosophical Magazine* **86**, pp.4417–4438,2006.
11. S. A. McDonald, L. C. R. Schneider, A. Cocks, and P. J. Withers, "Particle movement during the deep penetration of a granular material studied by x-ray microtomography," *Scripta Materialia* **54**, pp.191–196, 2006.
12. E. Verhulp, B. van Rietbergen, and R. Huiskes, "A three-dimensional image correlation technique for strain measurements in microstructures," *Journal of Biomechanics* **37**, pp.1313–1320,2004.

13. B.K.Bay, T.Smith, D.Fyhrie, and M.Saad, "Digital volume correlation: Three-dimensional strain mapping using x-ray tomography," *Experimental Mechanics* **39**, pp.217–226, 1999.
14. <http://www.ph.tn.tudelft.nl/DIPlib/>
15. K. Haldrup, S. F. Nielsen, F. Beckmann, and J. A. Wert, "Plastic strain measurements: From 2d to 3d," *Materials Science and Technology* **21**, pp.1428–1431, 2005.
16. K. Haldrup, S. F. Nielsen, F. Beckmann, and J. A. Wert, "Inhomogeneous plastic flow investigated by x-ray absorption micro-tomography of an aluminium alloy containing marker particles," *Journal of Microscopy* **222**, pp.28–35, 2006.
17. K. Haldrup, S.F.Nielsen, L. Mishnaevsky Jr., F. Beckmann and J.A. Wert, "3-dimensional strain fields from tomographic measurements", *Developments in x-ray tomography V (Proceedings of the SPIE, vol. 6318)*, 2006
18. G. Winther, L. Margulies, S. Schmidt, and H. Poulsen, "Lattice rotations of individual bulk grains part ii: correlation with initial orientation and model comparison," *Acta Materialia* **44**, pp.2863–2872, 2004.

