

Der Schäumprozess von Aluminiumlegierungen: Tomoskopische Untersuchung der Gasnukleation

vorgelegt von
M.Sc.
Paul Hans Kamm
geb. in Köthen

von der Fakultät III - Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender: Prof. Dr. rer. nat. Walter Reimers
Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. John Banhart
Gutachterin: Prof. Dr.-Ing. Carolin Körner

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 23. August 2017

Berlin 2018

Danksagung

Ich danke zunächst Prof. John Banhart für die Ermöglichung, meine Dissertation in der Gruppe der Metallschäumer am Helmholtz-Zentrum bzw. an der TU Berlin anfertigen zu können.

Weiter danke ich Prof. Carolin Körner für die Erstellung eines Gutachtens und Prof. Walter Reimers für die Übernahme des Ausschussvorsitzes.

Mein besonderer Dank gilt Dr. Francisco García Moreno, der mit seinem schier unerschöpflichen Ideenvorrat immer wieder neue, spannende Themen findet. Ich danke ihm für die Betreuung meiner Arbeit und das Vertrauen in mich, dieses fachgebietsübergreifende Thema angemessen bearbeiten zu können.

Mein weiterer Dank gilt der Arbeitsgruppe der Metallschäumer (und den Ehemaligen): Tillmann Neu, Felix Bülk, Laurenz Radtke, Yamine Jouani, Nadine von der Eltz, Mike Noack, Dr. Catalina Jiménez, Dr. Korbinian Heim, Marlen Michaelis, Dr. Aaron Meagher, Beate Pfretzschner, Christoph von Schlippenbach und Olaf Rämmer, die immer während und nach der Arbeit für eine Unterhaltung bereit und bei vielen Fragen zur Seite standen. Hier seien auch Dr. Manuela Klaus, Dr. Daniel Apel, Christiane Förster und Dr. Anna Manzoni erwähnt.

Ich danke meiner Familie, insbesondere meiner Schwester Caroline, die den einen oder anderen Fehler in letzter Minute entdeckte.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meiner eigenen kleinen Familie Pauline, Henriette und Friederike bedanken, die ich in den letzten Wochen gern öfter gesehen hätte und die mich immer und vor allem in der Schlussphase dieser Arbeit unterstützt hat und mir den Rücken freihielt.

Danke!

...für Pauline, Henriette und Friederike

Inhaltsverzeichnis

I. Einleitung und Stand der Technik	1
I.1. Metallische Schäume	1
I.2. Nukleation und Wachstum	2
I.2.1. Klassische Nukleationstheorie	3
I.2.2. Blasenwachstum	4
I.3. Beobachtung dynamischer Prozesse	5
I.3.1. Schäumen von Metall	5
I.3.2. Zeitaufgelöste Tomographie	6
I.4. Motivation und Zielsetzung	7
II. Experimentelle Methoden	9
II.1. Probenherstellung	9
II.2. Untersuchungsverfahren	11
II.2.1. Tomoskopie	12
II.2.1.1. Bildaufnahme	14
II.2.1.2. Rekonstruktion	15
II.2.2. Temperaturaufnahme	16
II.2.3. Diffraktion	18
II.2.4. Mikroskopie	19
II.2.5. Radioskopie / Schäumen unter Druck	20
II.3. Bildverarbeitung	20
II.3.1. Vorbereitungen	20
II.3.1.1. Filter der Rekonstruktionen	20
II.3.1.2. Binarisierung	21
II.3.1.3. Wasserscheidentransformation	22
II.3.2. Analyse	22
II.3.2.1. Globale Messungen	22
II.3.2.2. Lokale Messungen	23
III. Ergebnisse	29
III.1. Der Schäumprozess	29
III.2. Die Gasnukleation	34
III.2.1. Rissbildung	35
III.2.2. Porenentstehung aus der Schmelze	39
III.3. Das Porenwachstum	42
III.3.1. Entwicklung der Porenmorphologie	43

III.3.2. Koaleszenz	46
III.3.3. Vergrößerung	48
III.3.4. Gefügeeinfluss	49
III.4. Treibmitteleinfluss	57
III.5. Variation der Heizrate	61
IV. Diskussion	63
IV.1. Der Schäumprozess	63
IV.2. Die Gasnukleation	66
IV.2.1. Thermische Expansion	66
IV.2.2. Lokalisierung der Nukleation	67
IV.3. Abschätzung der Energiebarriere	79
V. Zusammenfassung	84
Literaturverzeichnis	85
Abbildungsverzeichnis	97
Tabellenverzeichnis	99
Abkürzungsverzeichnis	99
Symbolverzeichnis	100
Anhang	102

I. Einleitung und Stand der Technik

Metallische Schäume sind ein seit mehr als 90 Jahren bekanntes Material [DM25]. Trotz der intensiven Forschung gibt es noch viele ungeklärte Aspekte. Beispielsweise sind die Mechanismen der Gasnukleation, Drainage, Filmstabilität und Vergrößerung noch nicht vollständig ergründet.

Diese Arbeit soll dem wichtigen Schritt der Gasnukleation in pulvermetallurgisch hergestellten Metallschäumen auf den Grund gehen, denn sie beeinflusst maßgeblich die spätere Schaumstruktur.

Um der Dynamik dieses Prozesses gerecht zu werden, wird ein Verfahren angewandt, das erst durch neueste Entwicklungen an Synchrotronstrahlungsquellen ermöglicht wird und den gesamten Schäumprozess in drei Dimensionen zeitaufgelöst beobachten kann.

I.1. Metallische Schäume

Metallische Schäume zählen zu den festen Schäumen oder porösen Feststoffen. Sie bestehen aus einer metallischen Festphase und einer darin dispergierten Gasphase. Diese Arbeit befasst sich mit den geschlossenporigen Schäumen, deren Gasphase, im Gegensatz zu den offenporigen Schwämmen, nicht miteinander verknüpft ist.

Es gibt verschiedene Herstellungsarten von geschlossenporigen metallischen Schäumen, wobei eine Unterteilung in direkte und indirekte Schaumherstellung (oder auch Schmelz- und Pulvermetallurgie) erfolgen kann [Ban06]. Die zu optimierenden Prozesse werden dabei von unterschiedlichen Mechanismen bestimmt.

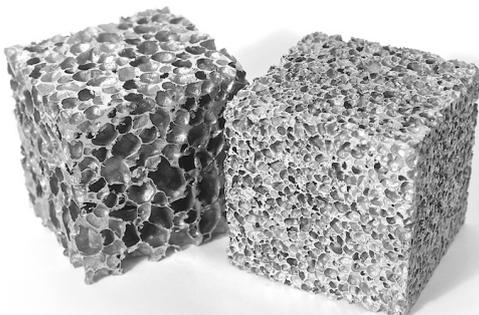


Abbildung I.1: Geschlossenporige Metallschaumwürfel mit unterschiedlicher Porengröße, hergestellt nach dem schmelzmetallurgischen *Alporas*-Verfahren von *Shinko Wire*, Kobe, Japan.

Metallische Schäume im Allgemeinen und Aluminiumschäume im Speziellen eignen sich durch ihre geringe Dichte bei gleichzeitig vorteilhaften mechanischen sowie phy-

sikalischen Eigenschaften für ein breites Feld an Anwendungen [GM16]. Trotzdem hat ein industrieller Durchbruch auf dem Massenmarkt noch nicht stattgefunden. Dies liegt unter anderem an den Herstellungskosten und an Qualitätsdefiziten, z. B. durch Inhomogenitäten in den Produkten, die aus Problemen bei der technologisch anspruchsvollen Herstellung resultieren.

Um diese Prozesse optimieren zu können, bedarf es eines besseren Verständnisses der grundlegenden Mechanismen des Schäumens. Es wurde beispielsweise viel Aufwand betrieben, den Kompaktierungsprozess zu verbessern [HHGMB09, JGMM⁺09]. Auch die Entwicklung neuer Legierungen wurde vorangetrieben [Ban13].

Um die Einflüsse einzelner Legierungselemente (in diesem Fall Silizium und Magnesium) zu verstehen und die verschiedenen Arten der Nukleation beobachten zu können, erfolgte eine gezielte Auswahl der Legierungen für diese Arbeit. Einerseits ist bekannt, dass Silizium die Schaumstruktur verbessert, was der Schmelzpunktserniedrigung durch die Legierungsbildung zugeschrieben wird, die zu weniger Rissen in frühen Schäumstadien führt, welche im späteren Schaum in großen Poren enden würden [DB00]. Andererseits gilt die Rolle von Magnesium als Presshilfsmittel zur Oxidhautbrechung, als Mischkristallbildner und Schmelzpunktserniedriger als vorteilhaft für die Schaumherstellung. Nutzt man beide Elemente zusammen, bildet sich die hochschmelzende und harte intermetallische Phase Mg_2Si , die beispielsweise zur Aushärtung von Aluminiumlegierungen genutzt wird und auch in Schäumen zellwandstabilisierend wirken kann [LB03].

I.2. Nukleation und Wachstum

Ein wichtiger Schritt beim Schäumen pulvermetallurgischer Halbzeuge ist die Gasnukleation, welche den Anfang der Blasenentstehung beschreibt.

Bildet sich in einer übersättigten, metastabilen Phase eine zweite thermodynamisch günstigere Phase aus, bei deren Umwandlung es zu einem Energiegewinn kommt, spricht man von Nukleation. Der Bildung eines stabilen Keims geht die Überschreitung einer kinetischen Hemmung voraus. Diese ist durch die Bildung einer Phasengrenzfläche und der damit verbundenen Arbeit beschrieben.

Die meisten Studien zur Untersuchung der Nukleation gehen von isothermen Bedingungen aus, was vielen kinetischen Transformationsprozessen beim Abkühlen oder Aufheizen jedoch nicht gerecht wird. Trotzdem ist es mit Methoden wie der Thermogravimetrie oder Differenzkalorimetrie möglich, zeitliche Veränderungen über einen nicht-konstanten Temperaturbereich auszuwerten, obwohl die zugrundeliegenden Formalismen ursprünglich für isotherme Bedingungen entwickelt wurden [Kis56, Hen79].

I.2.1. Klassische Nukleationstheorie

Die klassische Nukleationstheorie beschreibt zwei Arten der Nukleation: die homogene und die heterogene Nukleation. Durch Fluktuation agglomerieren ständig Moleküle unterschiedlicher Anzahl zu Clustern zusammen und zerfallen daraufhin wieder. Übersteigt ein Nukleus (Keim) einen kritischen Radius r_{cr} , beginnt er spontan zu wachsen, um die freie Energie zu minimieren [Jac06]. Die klassische Nukleationstheorie setzt voraus, dass makroskopische Gesetzmäßigkeiten auch auf Cluster anzuwenden sind. Bei der homogenen Nukleation entstehen Keime im Volumen der Schmelze.

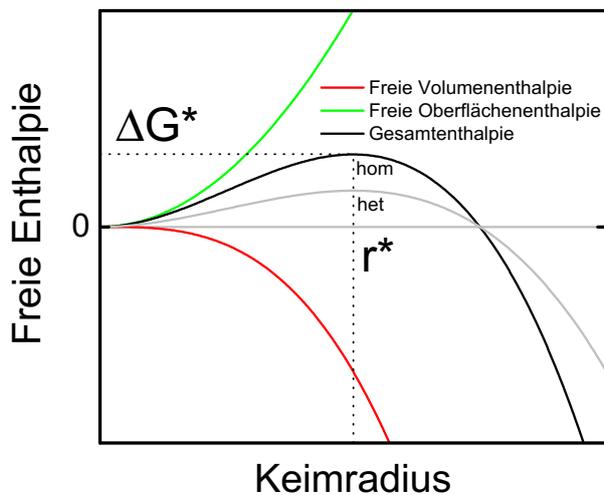


Abbildung I.2: Freie Bildungsenthalpie eines kugelförmigen Keims in Abhängigkeit seines Radius. Volumenterm (rot), Oberflächenterm (grün) und resultierende Funktion für den homogenen (schwarz) und heterogenen (grau) Fall.

Unter der Annahme eines kugelförmigen Keims, hier einer Gasblase in der Schmelze, ist in Abbildung I.2 seine freie Bildungsenthalpie ΔG über seinem Radius r dargestellt. Sie wird beschrieben durch den Volumen- und Oberflächenterm

$$\Delta G(r) = -\frac{4\pi r^3 \Delta p}{3} + 4\pi r^2 \sigma \quad (I.1)$$

$$r^* = \frac{2\sigma}{\Delta p} \quad (I.2)$$

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\sigma^3}{3\Delta p^2} \quad (I.3)$$

mit der treibenden Druckdifferenz Δp und der Oberflächenspannung σ , dem nach der LAPLACE-Gleichung

$$\Delta p = \frac{2\sigma}{r} \quad (I.4)$$

gegebenen kritischen Radius r^* , ab dem ein stabiles Wachstum möglich ist, und der dazugehörigen Energiebarriere ΔG^* [BK75].

Die Nukleationsratendichte \dot{n} (Anzahl stabiler Keime pro Volumen und Zeit) wird beschrieben durch einen ARRHENIUS-Ansatz, welcher ursprünglich für die Beschreibung

der chemischen Reaktionskinetik von Gasreaktionen in Abhängigkeit der mit ansteigender Temperatur zunehmenden Häufigkeit von Stoßprozessen unter den Reaktanten hergeleitet wurde

$$\dot{n}(T) = C_0 \cdot f_0 e^{-\frac{\Delta G^*}{k_B T}} \quad (1.5)$$

mit der Konzentration der Gasmoleküle C_0 , dem Frequenzfaktor f_0 (in Anlehnung an die erwähnte Stoßtheorie), der BOLTZMANN-Konstante k_B , der Temperatur T und der zur stabilen Keimbildung zu überwindenden Energiebarriere ΔG^* [CS87].

Die heterogene Nukleation beschreibt die Keimbildung an Fremdphasen wie beispielsweise vorhandenen Partikeln. Ihre Aktivierungsenergie wird beschrieben durch

$$\Delta G_{\text{het}}^* = F(\theta) \Delta G_{\text{hom}}^* \quad (1.6)$$

mit dem vom Benetzungswinkel θ

$$\cos \theta = \frac{\sigma_{\text{Matrix-Partikel}} - \sigma_{\text{Keim-Partikel}}}{\sigma_{\text{Keim-Matrix}}}, \quad (1.7)$$

beschrieben durch die indizierten Grenzflächenspannungen σ , und dem vom Winkel abhängigen Vorfaktor $0 \leq F(\theta) = \frac{(2+\cos\theta)(1-\cos\theta)^2}{4} \leq 1$, der zu einer Verringerung der Energiebarriere führt. Der kritische Radius verändert sich hingegen nicht (vgl. Abb. I.2).

I.2.2. Blasenwachstum

Nach ihrer Nukleation wachsen die Blasen frei bis zu einer Größe, ab der sie miteinander interagieren. Die treibende Kraft ist dabei der Blaseninnendruck. Gasmoleküle diffundieren aus der übersättigten Schmelze über die Grenzfläche in die Blase. Liegt ein Treibmittelpartikel direkt an einer solchen Grenzfläche, kann diese Diffusionslimitierung umgangen werden und die Blase ein schnelleres Wachstum durchlaufen.

Es wurden mehrere Wachstumsmodelle aufgestellt, die sich in ihrer Komplexität zum Beispiel durch bloße Berücksichtigung der Diffusion des gelösten Gases in die Blase, über das Einbeziehen von Konvektion, Viskosität und Oberflächenspannung oder der Menge und Verteilung des zur Verfügung stehenden Gases unterscheiden oder auch den abnehmenden Gasgehalt in der Schmelze und die abnehmende Schmelze zwischen den Blasen miteinbeziehen. [BL62, PP77, AD84, AAM92, SLF96, VY97].

Die meisten Untersuchungen beziehen sich auf Polymere, sind theoretischer Natur oder beruhen auf *ex-situ*-Experimenten oder sehr limitierten 2D-Beobachtungen [LPX⁺06].

I.3. Beobachtung dynamischer Prozesse

Der Prozess der Nukleation lässt sich schwer beobachten, da die kritischen Keime sehr klein sind und er im Inneren des Materials stattfindet. Auch ist die Zeitspanne, in der viele der in einem metallischen Schaum zu beobachtenden Prozesse ablaufen, kurz. Röntgenographische Abbildungsverfahren haben sich in den letzten Jahren als Mittel zur *in-situ*-Untersuchung metallischer Schäume etabliert. Neben den Laborgeräten bieten vor allem Synchrotronstrahlungsquellen eine gute örtliche Auflösung im einstelligen μm -Bereich oder darunter und durch den um Größenordnungen höheren Photonenfluss die Möglichkeit, die Schaumentwicklung in angemessener zeitlicher Auflösung ($< 1\text{ s}$) zu beobachten.

I.3.1. Schäumen von Metall

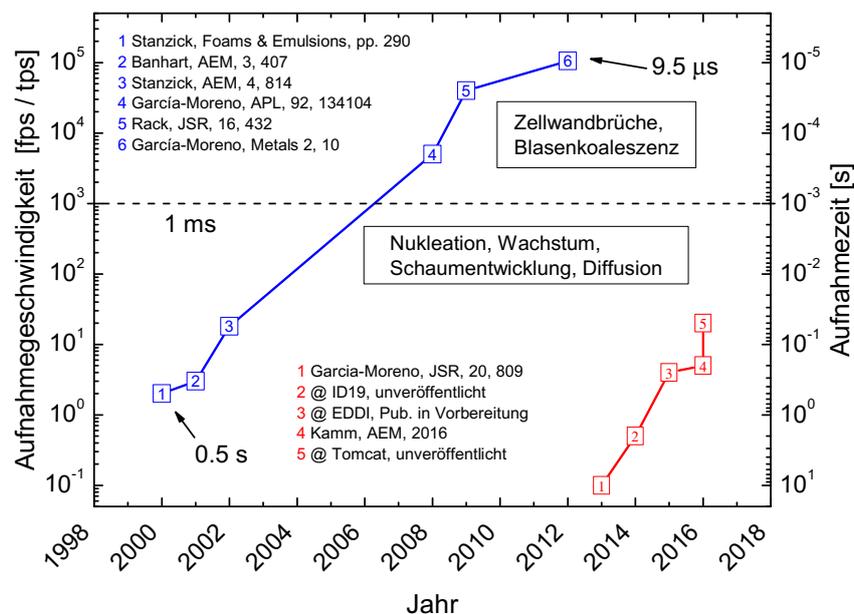


Abbildung I.3: Auswahl metallschaumrelevanter Veröffentlichungen zur Nutzung von Synchrotronstrahlung für radioskopische (blau) und tomoskopische Untersuchungen (rot) und die in den Arbeiten genutzten Aufnahmegeschwindigkeiten (zu Teilen aus [GMMJ+11]).

Erste Veröffentlichungen über die Nutzung von Synchrotronstrahlung zur *in-situ*-Beobachtung von metallischen Schäumen im flüssigen Zustand mit Bildwiederholraten von zwei Bildern pro Sekunde gehen zurück auf das Jahr 2000 [SBHB00]. Die zeitliche Auflösung der Experimente stieg daraufhin über die Jahre rasant an, bis 2012 Versuche zur Beobachtung von Zellwandplatzten in flüssigen Metallschäumen mit einem Bildintervall von $9,5\ \mu\text{s}$ (105000 Bilder pro Sekunde) realisiert werden konnten (vgl.

Abb. I.3, blauer Verlauf) [GMMJ⁺11]. In der Abbildung sind außerdem (in rot) die erreichten Aufnahmegeschwindigkeiten tomographischer Experimente der Arbeitsgruppe des Autors und die daraus entstandenen Veröffentlichungen zu sehen. Die stärker als bei der Radioskopie zunehmende Geschwindigkeit ist nur möglich durch die rasante Weiterentwicklung der Synchrotrons, *insertion devices*, Szintillatoren, Kameras, Computersysteme und Algorithmen.

Ein erster Versuch, Aluminiumschäume in drei Dimensionen zeitaufgelöst im flüssigen Zustand zu beobachten, geht zurück auf das Jahr 2006 und beinhaltet zwei aufeinanderfolgende Tomographien mit einer Dauer von 25 min, was einen stabilen Schaum erforderte [HRB06]. Eine Anforderung an dynamische Studien ist, dass die Geschwindigkeit der strukturellen Veränderung im System ν geringer als die örtliche Auflösung δ geteilt durch die Zeit einer Tomographie t_{Scan} ist [Mok14].

$$\nu < \frac{\delta}{t_{\text{Scan}}} \quad (I.8)$$

Die erste deutlich schnellere Tomographie an Metallschäumen (in diesem Fall war es zur Demonstration des Verfahrens ein fester Nickelschwamm) wurde in Kombination mit Diffraction 2013 für eine Tomographiedauer von 10 s an der *Energy Dispersive Diffraction* (EDDI)-Beamline durchgeführt und veröffentlicht [GMJK⁺13]. Die bereits erwähnte, für dynamische Prozesse angemessene zeitliche Auflösung von unter einer Sekunde (4 Tomographie(n) pro Sekunde (tps)) wurde schließlich mit dem weiterentwickelten, in dieser Arbeit präsentierten Aufbau an der EDDI-Beamline für tomographische Aufnahmen erreicht.

I.3.2. Zeitaufgelöste Tomographie

Die zeitaufgelöste Tomographie wird im weiteren Verlauf der Arbeit Tomoskopie genannt. Dies ist ein Kunstwort, das sich aus den bildgebenden Verfahren der **Tomographie** (Räumliche Struktur des Inneren eines Objekts) und der zeitaufgelösten Radiographie (**Radioskopie**) zusammensetzt. Sie beschreibt demnach die Beobachtung der Entwicklung der dreidimensionalen Struktur mit der Zeit und dies mit einer hohen Wiederholrate. Die Grenzgeschwindigkeit ist hierbei nicht näher definiert, wird aber vom Autor auf den Sekundenbereich und darunter festgelegt.

Erste Tomoskopieversuche an Metallen beobachteten Dendritenwachstum in abkühlenden Aluminiumschmelzen mit zeitlichen Auflösungen von 0,15 s und ermittelten ihre Wachstumsgeschwindigkeiten [SDMS⁺12]. In den darauffolgenden Jahren wurden an mehreren Synchrotrons Systeme entwickelt, die diese Technik für Nutzer bereitstellten

und die Geschwindigkeiten bis auf 20 Hz für volle 180°-Tomographien herauftrieben [TMK⁺13, MSW⁺15, MLBA⁺16].

Schäume bieten sich durch ihre komplexen Strukturen und ihre Dynamik im flüssigen Zustand bzw. während ihrer Entwicklung für diese Untersuchungsmethode an und wurden am Beispiel von Polyurethanschäumen bereits untersucht [Par14].

In dieser Arbeit soll die neuste Entwicklung der bisher schnellsten Tomoskopieanlage für die Nukleationsuntersuchung genutzt werden. Geschwindigkeiten von 20 Hz werden dafür eingesetzt. Die zu erwartenden Datenmengen stellen dabei eine große Herausforderung an die weitere Analyse.

I.4. Motivation und Zielsetzung

Quantitative, tomographische Auswertungen früher Schäumstadien wurden bisher nur *ex-situ* an durch schnelles Abkühlen während des Schäumbeginns hergestellten Proben durchgeführt [HBS⁺02, RHB⁺09]. Daher konnte weder eine Aussage über die Dynamik des Schäumprozesses, noch darüber wie diese tomographische Aufnahme in der zeitlichen Entwicklung des Schaums überhaupt einzuordnen ist, gemacht werden. Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Anwendung der zeitaufgelösten Tomographie auf Metallschäume und die damit einhergehende Beobachtung und Quantifizierung der dynamischen Prozesse während der gesamten Schaumentwicklung. Dabei soll besonderer Wert auf die Anfangsstadien des Schäumprozesses gelegt werden, für die das Experiment zeitlich und örtlich möglichst hoch aufgelöst sein soll und über die momentan noch wenig bekannt ist.

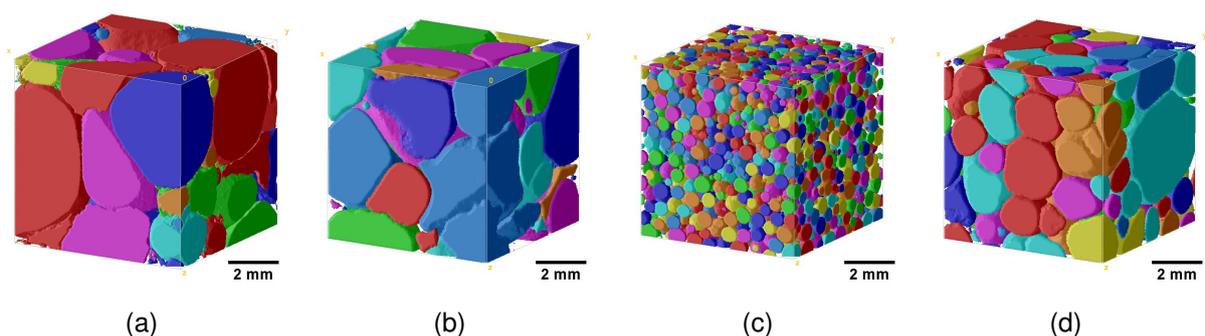


Abbildung I.4: Darstellung separierter Poren für vier aluminiumbasierte Schäume unterschiedlicher Legierungen: (a) Reinaluminium (0,5 Gew.-% TiH₂), (b) AlSi7 (0,5 Gew.-% TiH₂), (c) AlMg15Cu10 (ohne Treibmittel) und (d) AlSi8Mg5 (0,5 Gew.-% TiH₂)

Abbildung I.4 zeigt vier Tomogramme an vier verschiedenen festen Metallschäumen, denen verschiedenen Legierungen zugrundeliegen, wovon drei in dieser Arbeit be-

trachtet werden und die vierte (Abb. I.4(c)) ein Beispiel für einen treibmittelfreien Schaum darstellt. Stand der Technik ist, dass der Porenraum segmentiert und analysiert werden kann. In dieser Arbeit werden Methoden entwickelt, die es schließlich erlauben vergleichbare Informationen 20 mal pro Sekunde im flüssigen Zustand zu bekommen.

Mittels der entwickelten Methoden sollen die Fragen geklärt werden, wo und wann die Nukleation stattfindet und welchen Einfluss die anfängliche Porenentstehung auf die spätere Struktur des Schaums hat. Des Weiteren soll geklärt werden ob und wie man sie beeinflussen kann.

Um einen Eindruck des Einflusses verschiedener Legierungselemente auf das dynamische Schäumverhalten zu bekommen, wurden vier Zusammensetzungen ausgewählt: Reinaluminium als Ausgangspunkt, die in den Anfängen der Aluminiumschaumforschung oft benutzte Legierung AlSi7, die heute kommerziell erfolgreiche Legierung AlSi8Mg4 (alle mit zugesetztem Treibmittel TiH_2) und eine treibmittelfreie Legierung AlMg17,5, die den Wasserstoff zur Schaumbildung nur aus den an den Pulvern haftenden Adsorbaten nimmt. Die Rolle und der Einfluss des Treibmittels sollen hierbei besser verstanden werden.

Da sich die in dieser Arbeit betrachteten Entwicklungsschritte über den gesamten Schäumprozess und damit auch über mehrere Aggregatzustände (fest und flüssig) hinziehen, wird im Folgenden die Gasphase sowohl im festen als auch im flüssigen Zustand als Pore bezeichnet, obwohl der Term Blase für den flüssigen Zustand zutreffender wäre. Es kann jedoch nicht immer klar abgegrenzt werden, wann die Matrix den Phasenübergang vollzieht.

II. Experimentelle Methoden

Die vier in dieser Arbeit verwendeten Halbzeuge aus reinem Aluminium (Al) und der Legierungen AlSi7, AlMg17,5 und AlSi8Mg4 wurden aus Pulvern gemischt und auf unterschiedliche Weise hergestellt. Ihr Aufschäumverhalten wurde mittels röntgenographischer Methoden *in-situ* untersucht und Vorgehensweisen entwickelt, um die gewonnenen Daten zu analysieren.

II.1. Probenherstellung

Die Herstellung der Halbzeuge erfolgte auf pulvermetallurgischem Wege, welcher als Verfahren zur Herstellung metallischer Schäume seit vielen Jahren genutzt wird. Der Prozess wurde in den letzten Jahren durch Veränderungen der Parameter wie der Presstemperatur und -dauer weiter optimiert. Das Wissen um die verbesserten Werte findet Anwendung in dieser Arbeit.

Die Kompaktierung der Pulver zu einem schäumbaren Halbzeug wurde entweder durch uniaxiales oder Strangpressen vollzogen. Tabelle II.1 beinhaltet die für die Halbzeugherstellung verwendeten Pulver sowie die Angabe der charakteristischen Pulvergrößen.

Tabelle II.1: Liste verwendeter Pulver für die Legierungsherstellung

Typ	Zulieferer	Reinheit [Gew.-%]	D_{10} [μm]	D_{50} [μm]	D_{90} [μm]
Al	AMG Alpoco UK Ltd.	99,7	19,5	63,9	152,3
Si	Elkem AS	97,5	4,4	26,5	59,6
AlMg50	Possehl Erzkontor GmbH	k. A.	21,0	85,5	197,8
Mg	Carl-Roth GmbH	99,8	23,0	48,1	80,9
TiH ₂	Chemetall GmbH	98,8	3,2	14,1	33,2

Je nach Kompaktierungsart wurden entweder 30 g (uniaxiale Pressung) oder 100 g (Strangpressung) Pulver für die Halbzeuge eingewogen. Auf das für die in dieser Arbeit verwendeten Legierungen unterschiedliche eingewogene Gewichtsverhältnis wurden für Al und die Legierungen AlSi7 und AlSi8Mg4 0,25 Gew.-% vorbehandeltes (3 h bei 480 °C an Luft geglühtes) Titanhydrid (TiH₂) als Treibmittel hinzugegeben [Ken02, MB06]. Die thermische Vorbehandlung des Treibmittels lässt eine mehrschichtige Oxidstruktur, bestehend aus einer äußeren TiO₂-Hülle und einer Ti₃O-Zwischenschicht, auf der Oberfläche der δ^* -TiH₂-Phase entstehen. Die Wasserstoffabgabe wird durch die Umwandlung der als Diffusionshindernis dienenden TiO₂-Phase bestimmt und in Richtung höherer Temperaturen verschoben [JGMP⁺11, JGMR⁺12]. Vorversuche ergaben, dass sich ein niedrigerer Treibmittelgehalt als die üblicherweise verwendeten 0,5 Gew.-% positiv auf die Schaumexpansion sowie -struktur auswirkt. Auch erhofft

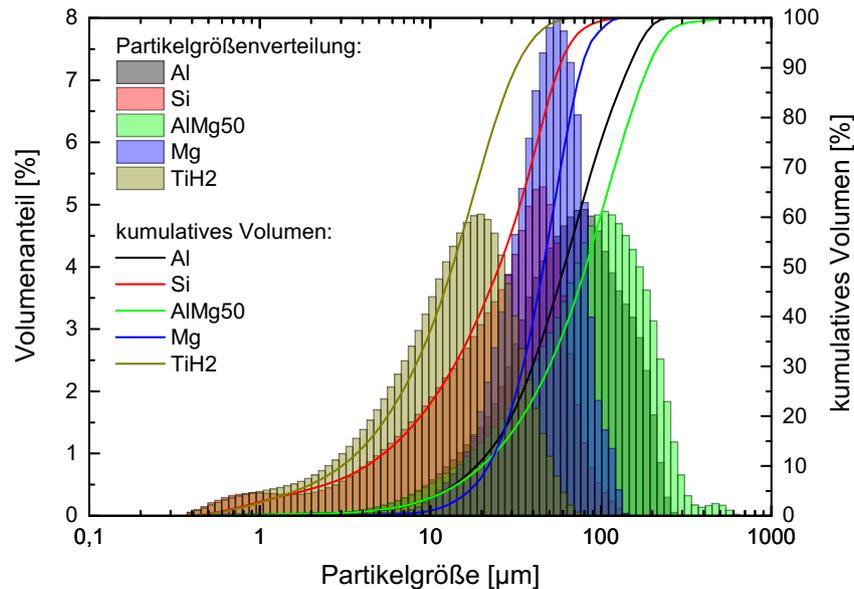


Abbildung II.1: Partikelgrößenverteilung der zur Halbzeugherstellung verwendeten Pulver aus Tabelle II.1.

man sich dadurch eine geringere Dynamik zum Zeitpunkt der Gasnukleation bzw. des anfänglichen Porenwachstums, was die tomoskopische Untersuchung in Bezug auf Bewegungsartefakte verbessern sollte. Alle eingewogenen Pulver wurden für 30 min mithilfe eines Rhönradmischers (*RRM MINI 80* der Firma *J. Engelsmann AG*) homogen vermischt.

Abbildung II.1 zeigt die mittels Laserbeugung erhaltenen Größenverteilungen der Pulverpartikel, aus denen auch die D_{10} -, D_{50} - und D_{90} -Werte in Tabelle II.1 ermittelt wurden. Sie wurden an einem Partikelgrößenmessgerät *LS 13 320* der Firma *Beckman Coulter* an den trockenen Pulvern bestimmt. Zu bemerken ist hierbei der beim Si- und TiH₂-Pulver vorhandene Anteil sehr kleiner Partikel unter 10 µm, wohingegen das AlMg50-Pulver auch einen kleinen Anteil an Korngrößen oberhalb von 300 µm aufweist. Das Magnesium-Pulver besitzt die engste Verteilung mit einem Verteilungsmaximum bei ca. 60 µm.

Der Matrizentemperatur- und Pressdruckverlauf während des (a) Aufheizens und uniaxialen Pressens der Pulver (der vorangegangene Kaltkompaktierungsschritt ist nicht dargestellt, wurde aber durch den gleichen Pressdruck für wenige Sekunden realisiert) und (b) Strangpressens des auch hier bereits kalt vorkompaktierten und extern auf Matrizentemperatur aufgeheizten Grünlings ist in Abbildung II.2 gezeigt.

In Abbildung II.2(a) sieht man die ca. 20-minütige Aufheizphase des sich in der Pressmatrize befindlichen Grünlings auf 400 °C (geregelter Matrizentemperatur), worauf eine 15-minütige Pressphase von anfänglich 300 kN folgt, was bei einem Pressmatrizendurchmesser von 36 mm einem Druck von ca. 300 MPa entspricht. In diesem Fall wur-

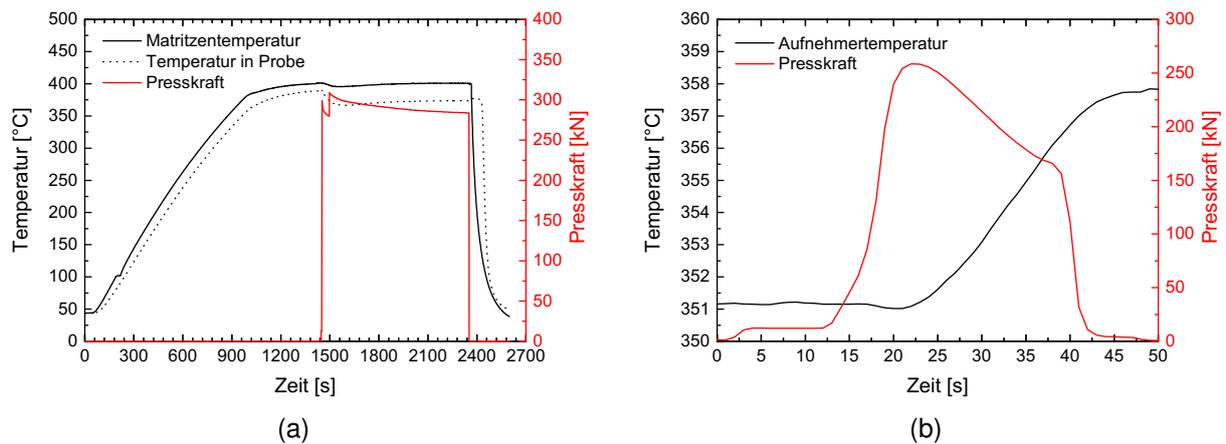


Abbildung II.2: Herstellung des Halbzeugs: Matrixtemperatur- und Presskraftverlauf beim (a) uniaxialen Pressen und (b) Strangpressen von Aluminiumpulver

de für die Temperaturmessung ein Thermoelement durch ein in der Matrize vorhandenes Loch in der Probe platziert und eine um ca. 30 K niedrigere Probenkerntemperatur (370 °C) während der Druckphase ermittelt. Insgesamt wurde die Probe für mehr als 25 min auf über 350 °C gehalten. Eine automatische Drucknachregelung der Presse erfolgte nur am Anfang, da der Schwellwert für eine erneute Nachregelung zum Ende nicht mehr unterschritten wurde.

Die Temperatur beim direkten Strangpressen im Aufnehmer nahe des Werkzeugs ist in Abbildung II.2(b) dargestellt. Nach Aufbringen der (nicht geschwindigkeitsgeregelten) Presskraft bewegt sich der Pressstempel für ca. 10 s in Richtung des Grünlings, was einen Kraftanstieg auf 12 kN zur Folge hat. Hat der Stempel den Grünling erreicht, staucht sich dieser im Rezipienten unter Erhöhung der Presskraft auf ca. 250 kN bis das Material schließlich zu fließen beginnt, was einen Temperaturanstieg (der in der Probe höher ausfallen dürfte) und Kraftabfall zur Folge hat. Die resultierenden, an den Seiten abgerundeten Flachprofile haben eine Höhe von 6 mm und eine Breite (abzüglich der Rundung) von 11,1 mm. Das Pressverhältnis der stranggepressten Halbzeuge beträgt 1:7,45.

Die fertigen Halbzeuge wurden anschließend mit einer Schneidemaschine *Brilliant 221* der Firma *ATM GmbH* zu Proben der Größe $4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$ mit der kürzesten Probenachse parallel zur Pressrichtung bzw. Richtung der kürzesten Strangausdehnung beim Strangpressen geschnitten.

II.2. Untersuchungsverfahren

Die experimentelle Untersuchung der Nukleation wurde in dieser Arbeit hauptsächlich durch röntgenographische Verfahren durchgeführt. Allen voran zu nennen ist die

zeitaufgelöste Tomographie mit Wiederholraten im Sekundenbereich oder darunter (Tomoskopie). Diese erst seit Kurzem zur Verfügung stehende Methode bietet die einzigartige Möglichkeit detaillierte, quantitative Volumenanalysen zerstörungsfrei und zeitaufgelöst während des Prozesses des Aufschäumens durchzuführen.

II.2.1. Tomoskopie

Im Gegensatz zur herkömmlichen Tomographie benötigt die zeitaufgelöste Tomographie bzw. Tomoskopie (griechisch: *skopein* = betrachten) einen großen Photonenfluss für eine ausreichende Belichtung der Projektionen, eine hohe Aufnahmegeschwindigkeit des Detektors sowie eine hohe Drehgeschwindigkeit der Rotationsachse, um den zu untersuchenden Prozess in der benötigten Zeitauflösung zu betrachten.

Die Belichtung bzw. der genügende Photonenfluss wird durch moderne Synchrotronstrahlungsquellen in Kombination mit geeigneten Szintillatoren realisiert. Zur schnellen Bildaufnahme wurde eine Hochgeschwindigkeitskamera genutzt, die die aufgenommenen Bilder entweder in einen schnellen Speicher direkt in der Kamera schreibt oder über eine Schnittstelle zu einem Computer überträgt. Grenzen für die Aufnahmedauer sind hier durch die Größe des Speichers (üblicherweise für den in die Kamera integrierten Speicher im Bereich unter 100 GB und für den Arbeitsspeicher des Computers unter 512 GB) gegeben. Bei der zweiten Variante besteht der Nachteil in der im Vergleich langsamen Übertragung, was zu einer Limitierung der Aufnahmegeschwindigkeit durch die Schnittstellenbandbreite (üblicherweise USB 3.0 mit 500 MB/s oder Gigabit-Ethernet mit 128 MB/s) führt. Eine höhere Aufnahmegeschwindigkeit kann durch Nutzung des Kamera-RAM als Puffer aufrecht erhalten werden. Zu beachten ist, dass es sich bei den benötigten Datenbandbreiten für die Tomoskopie in der Regel um Werte jenseits der Schreibgeschwindigkeiten moderner Festplatten und RAID-Systeme (unter 1 GB/s) handelt.

EDDI Beamline Bei dem im Verlauf dieser Arbeit weiterentwickelten und bis zum Nutzerbetrieb gebrachten *in-situ* Weißstrahltomographie und -diffraktions-Aufbau an der EDDI Beamline des Berliner Elektronenspeicherrings BESSY II wurde für die Bildaufnahme eine Hochgeschwindigkeitskamera *DIMAX HS4* (36 GB interner Speicher, 2000×2000 Px mit einer Pixelgröße auf dem Sensor von $11 \times 11 \mu\text{m}^2$) der Firma *PCO AG* eingesetzt (siehe Abb. II.3) [GMJK⁺13, KGM16]. Hinzu kommt eine vergrößernde Optik (4,3x), durch die eine Pixelbreite von $2,5 \mu\text{m}$ resultiert. Das Makroobjektiv ist durch einen Umlenkspiegel auf einen $150 \mu\text{m}$ dicken LuAG:Ce-Szintillator gerichtet, der die Synchrotronstrahlung, nach teilweiser Transmission durch die Probe, in sichtbares Licht umwandelt. Der in der Ausschnittsvergrößerung der Abbildung II.3 zu sehende

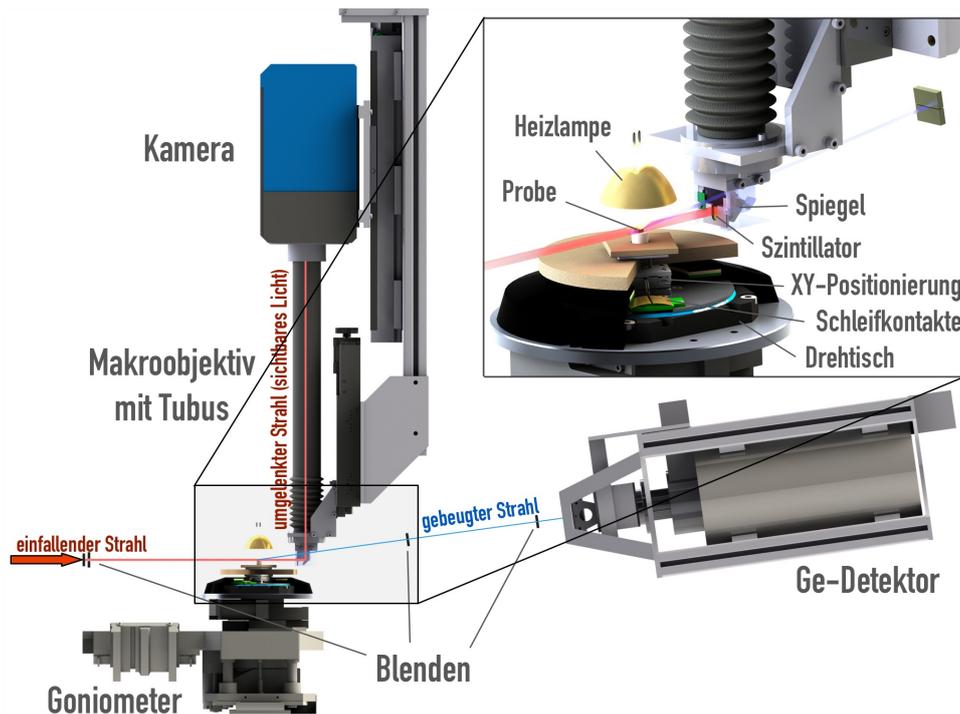


Abbildung II.3: Weißstrahltomographie- und -diffraktionsaufbau der EDDI Beamline am BESSY II.

Aufbau aus Szintillator und Spiegel ist nur zur Veranschaulichung offen dargestellt und im eigentlichen Aufbau lichtdicht verschlossen. Ein Piezo-betriebener Rotationstisch (*M-660.45* der Firma *Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG*), der mit einer maximalen Geschwindigkeit von 720° s^{-1} betrieben werden kann, erlaubt es, die Probe kontinuierlich zu drehen und somit dabei die Tomogramme aufzunehmen. Der Aufbau, der zum Aufschäumen der Proben genutzt wird, beinhaltet weiterhin einen Schleifkontakttring mit acht Kanälen zur Verbindung eines sich auf dem Rotationstisch mitdrehenden XY-Linearpositionierers (*PPX-32* der Firma *PI miCos GmbH*) und eines sich im Probenhalter unterhalb der Probe befindlichen Thermoelements zur Temperaturkontrolle.

TOMCAT Beamline Die ersten Messungen an der *TOmographic Microscopy and Coherent rAdiology experimenTs* (TOMCAT) der Synchrotron Lichtquelle Schweiz (SLS) erfolgten mit einer baugleichen Kamera (vgl. Abb. II.4(a)). In einer weiteren Messkampagne konnte die vom Paul Scherrer Institut (PSI) hauseigene Kameraentwicklung auf Basis eines pco.DIMAX-Sensors mit Glasfaserschnittstelle *Gigabyte Fast Read-out System for Tomography* (GigaFRoST), die mit einer Durchsatzrate von bis zu 8 GB/s auf 256 GB Speicher schreiben kann, genutzt werden. Dadurch waren wesentlich längere Aufnahmezeiten realisierbar (vgl. Tab. II.2) [MSB⁺on]. Der dortige Drehtisch, eine Sonderanfertigung der Firma *Aerotech, Inc.*, erlaubt eine Rotation mit einer

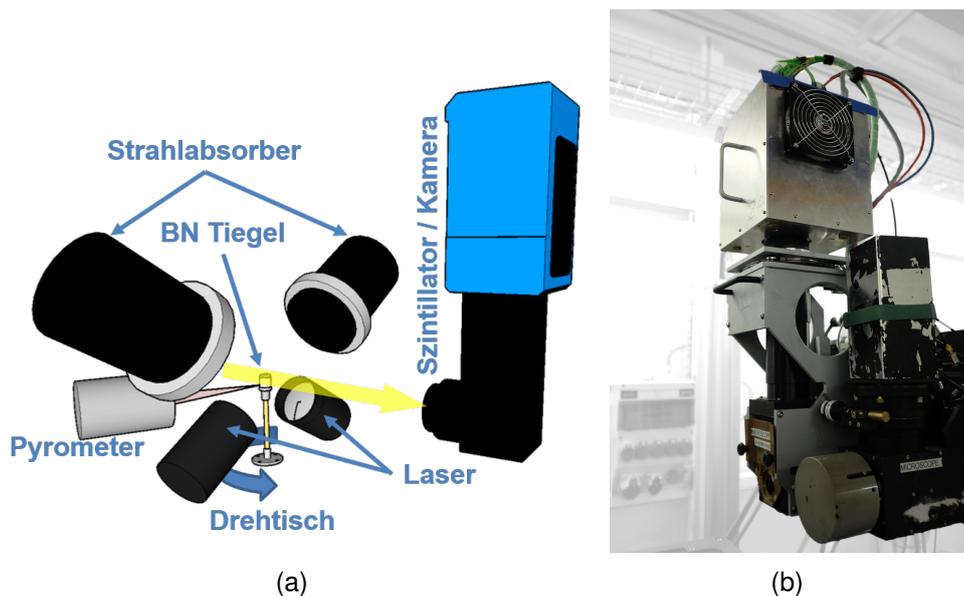


Abbildung II.4: (a) Skizze der Tomoskopie-Anlage mit pco.DIMAX-Kamerasystem nach [KGMN⁺16] und (b) GigaFRoST-Aufbau an der TOMCAT Beamline der SLS.

Geschwindigkeit von $3600^\circ \text{ s}^{-1}$, was bei konventioneller Rekonstruktion aufeinanderfolgender 180° -Projektionspakete zu einer maximalen Aufnahmegeschwindigkeit von 20 tps führt.

II.2.1.1. Bildaufnahme

Je nach Art der Projektionsaufnahme wird eine Synchronisation zwischen Kamera und Drehtisch benötigt. Die meisten der hier dargestellten Experimente wurden im sequenziellen Verfahren aufgenommen, was den Vorteil bietet, die Probe immer im gleichen Drehwinkelbereich zu beobachten, was zu keiner Verdrehung in der Rekonstruktion führt. Notwendige Bedingung hierfür ist jedoch die Kenntnis des genauen Winkels des Drehtisches, sodass die Kamera zur richtigen Zeit getriggert werden kann.

Sequenzielle Aufnahme Die sequenzielle Aufnahme bedarf nur des Startens durch den Experimentator und läuft danach bis zum voreingestellten Ende ab. Die Implementierung an der TOMCAT Beamline beinhaltet die Aufnahme der Korrekturbilder (siehe Kap. II.2.1.2) und die darauf folgende eigentliche Sequenzaufnahme. Zusätzlich ist es möglich, weitere Korrekturdateien nach oder bei langen zeitlichen Sequenzabständen zwischen den Messungen durchzuführen, da es über die Zeit zu Veränderungen im Strahlabbild kommen kann.

Post event triggering Eine weitere in dieser Arbeit genutzte Art der Aufnahme ist das *post event triggering*, welches durch kontinuierliche Speicherung der Bilder in einen Ringspeicher der Kamera mit Überschreibung älterer Bilddaten bei Erreichen der Speicherfüllung realisiert wird. Nach Stattfinden des aufzunehmenden Events wird die Aufnahme gestoppt und die bis dahin im Kameraspeicher befindlichen Bilder werden gesichert. Vorteil dieses Verfahrens ist die Einfachheit der Synchronisierung. Die Geschwindigkeit des Drehtisches sollte lediglich konstant und im besten Fall zeitlich mit der Aufnahmezeit einer ganzzahligen Bildmenge harmonisieren.

Tabelle II.2 bietet eine Übersicht über die Experimente, die im weiteren Verlauf dieser Arbeit betrachtet werden. Erkennbar ist der bei Nutzung des internen Kameraspeichers einzugehende Kompromiss aus Aufnahmegeschwindigkeit und -dauer. Erst durch die GigaFRoST-Entwicklung wurde es möglich, schnelle Tomogrammabfolgen über einen längeren Experimentzeitraum im Minutenbereich aufzunehmen, allerdings mit Abstrichen bei der Datenrate und damit der Bildgröße.

Tabelle II.2: Liste tomoskopischer Experimente

Kamera (Beamline)	Aufnahmegeschwindigkeit [tps]	Bildauflösung [Px]	Aufnahmedauer [s]
pco.DIMAX (EDDI)	0,4	1554 × 798	125
pco.DIMAX (TOMCAT)	1	1200 × 416	100
pco.DIMAX (TOMCAT)	10 (5)	1200 × 416	10
GigaFRoST (TOMCAT)	20	480 × 480	150
GigaFRoST (TOMCAT)	10	768 × 520	130

II.2.1.2. Rekonstruktion Die in den tomographischen Experimenten aufgenommenen Projektionen müssen zuerst Dunkel- und Hellfeld-korrigiert werden. Hierfür muss der Dunkelstrom des Kamerasensors, also eine Belichtung ohne einfallende Strahlung, aufgenommen werden, um auftretendes Untergrundrauschen, hervorgerufen durch Schwankungen im Auslesestrom, zu entfernen. Auch der Röntgenstrahl sowie Defekte oder Verschmutzungen am Szintillator weisen Unregelmäßigkeiten auf, welche mithilfe eines Bildes des einfallenden Strahls ohne Probe weitestgehend korrigiert werden können.

Üblicherweise werden mehrere Korrekturbilder aufgenommen und gemittelt. Das entstandene Dunkelfeldbild wird sowohl vom Hellfeld als auch vom Radiogramm subtrahiert. Das so korrigierte Radiogramm wird dann durch das korrigierte Strahlbild geteilt (vgl. Gl. II.1) und man erhält die reale Strahlintensität nach Durchdringen der Probe.

$$I_{\text{korr}} = \frac{I - I_{\text{dunkel}}}{I_0 - I_{\text{dunkel}}} \quad (\text{II.1})$$

Das so korrigierte Bild wird anschließend mit einem konditionalen Medianfilter bearbeitet, der jeden Bildpixel mit dem Medianwert von diesem und der ihn in einem gewählten Strukturelement (z. B. $3 \text{ Px} \times 3 \text{ Px}$) umgebenden Pixel ersetzt, sofern dieser eine zuvor definierte Differenz zum Ursprungswert übersteigt. Dies führt zur Reduzierung von linienförmigen Artefakten in der Rekonstruktion, die z. B. durch hochenergetische Röntgenquanten ausgelöst werden, die den Detektor erreichen. Er kann allerdings, obwohl kantenerhaltend, auch die örtliche Auflösung reduzieren.

Eine weitere Maßnahme zur Verbesserung des Kontrasts wurde durch einen Algorithmus zur Phasentrückgewinnung durchgeführt (siehe Anhang) [PMG⁺02].

Aus den korrigierten Aufnahmen werden Sinogramme (vgl. Anhang V, Abb. .2(a)) erstellt, indem für jede Detektorzeile senkrecht zur Drehachse alle Projektionen über einen Winkel von 180° gestapelt werden. Handelt es sich um eine Probe, die sich während der Drehung aus dem Betrachtungsbereich, auch *field of view* (FoV) genannt, heraus bewegt, so muss eine Korrektur erfolgen, da dies bei der Rekonstruktion des Schnittes einer solchen „lokalen“ Tomographie zu Artefakten, wie einem zum Rand hin starken Abfall der Grauwerte (vgl. Abb. .3(a) oder .3(c)), führen würde. Hierfür wird das Sinogramm in x -Richtung künstlich um die Werte der ersten Spalte auf der linken bzw. letzten Spalte auf der rechten Seite mit dem Ziel erweitert, die fehlenden Daten zu simulieren (vgl. Abb. .2(b)). Erweiterungen von etwa einem halben FoV haben sich in dieser und auch anderen Arbeiten als ausreichend erwiesen, was jedoch ebenfalls von der Größe des Bereichs außerhalb des FoV abhängt [MMS10].

Die weiterhin linienkorrigierten Sinogramme (siehe Anhang) werden mithilfe des *grid-rec*-Algorithmus (TOMCAT) oder, wie an der EDDI Beamline, mithilfe der auf der inversen RADON-Transformation beruhenden, gefilterten Rückprojektion - *filtered back projection* (FBP) - in tomographische Schnitte der Volumenrekonstruktion überführt [MS12]. Eine Grafikkarten-optimierte Variante der FBP, basierend auf der *ASTRA Tomography Toolbox*, wurde in den Datenverarbeitungsprozessablauf der EDDI Beamline mit *Matlab* (*MathWorks*) integriert [PBS11, APDB⁺15]. Die Rekonstruktionen der TOMCAT-Tomographien erfolgte auf dem Rechencluster der SLS.

II.2.2. Temperatureaufnahme

Die Erhitzung der Probe an der EDDI Beamline erfolgte durch eine über dem drehenden Aufbau angebrachte 150 W-Halogenlampe mit Gold-Reflektor mit einem auf die Probe gerichteten, definierten Brennpunkt (siehe vergrößerter Ausschnitt in Abb. II.3). Die Stromregelung der Lampe erfolgte bei einer konstant eingestellten Spannung von 15 V durch lineare Erhöhung in zwei Schritten: Im ersten Schritt mit $0,2 \text{ A s}^{-1}$ auf $6,3 \text{ A}$ mit darauffolgender Wartezeit, bis sich unter der Probe eine Temperatur von 300°C

einstellte, und im zweiten Schritt mit einer Rampe von $0,1 \text{ A s}^{-1}$ auf $7,5 \text{ A}$, woraufhin die Probertemperatur weiter stieg und die Probe schließlich zu schäumen begann. Die Temperaturmessung wurde über ein direkt unter der Probe im Probenhalter eingelassenes und über den Schleifkontakt nach außen geführtes Typ-K-Thermoelement realisiert.

An der TOMCAT Beamline erfolgte die Erhitzung der Probe, welche sich in einem eigens angefertigten Tiegel aus Bornitrid (BN) mit einem Innendurchmesser von 8 mm und einer Wandstärke von $0,25 \text{ mm}$ befand, über zwei auf den sich drehenden Tiegel gerichtete Infrarotlaser (980 nm Wellenlänge) der Firma *Apollo Instruments, Inc.* (vgl. Abb. II.4(a)) mit einer Leistung von jeweils 150 W [FRP+12]. Es wurden zwei Lasersysteme eingesetzt: Zunächst stand ein Lasersystem mit einem rechteckigen Fokus der Größe $1 \times 0,2 \text{ mm}^2$ zur Verfügung. Später wurde ein weiterentwickeltes Lasersystem genutzt, welches mit einem ovalen, $6 \times 4 \text{ mm}^2$ großen Spot eine homogenere Temperaturverteilung ermöglichte. Die Ermittlung der Temperatur während der tomoskopischen Aufnahmen des Schäumprozesses erfolgte berührungslos über ein Pyrometer *CTLaser 3M* der Firma *Optris GmbH* auf der BN-Tiegeloberfläche. Hierbei wird die vom Tiegel ausgesendete Infrarotstrahlung gemessen und von dieser auf eine Temperatur geschlossen. Da es sich dabei nicht um einen perfekten schwarzen (oder PLANCK'schen) Strahler handelt, ist der Emissionsgrad ϵ , welcher material-, wellenlängen- und temperaturabhängig ist, zu berücksichtigen. Das genutzte Pyrometer misst in einem Spektralbereich von $2,3 \mu\text{m}$, was im genutzten Temperaturbereich zu einer geringeren Abweichung des gemessenen Wertes (bei abweichendem Emissionsgrad) im Vergleich zu einem längerwelligen Spektrum führt. Der Messfehler bei einem um 10% falsch eingestellten Emissionsgrad liegt bei der zur Messung verwendeten Wellenlänge von $2,3 \mu\text{m}$ und dem Temperaturbereich von unter $700 \text{ }^\circ\text{C}$ bei unter 3% [MIC]. Die Bestimmung des Emissionsgrades erfolgt über das Aufschmelzen einer Referenzprobe mit bekanntem Schmelzpunkt (hier Reinaluminium) und der gleichzeitigen Beobachtung des Abrundens des Probenquaders mittels Röntgenradioskopie. Eine Temperaturabweichung zwischen Probe und Tiegel ist zu erwarten. Hier fällt die allmähliche Abweichung des Emissionsfaktors vom kalibrierten Wert ins Gewicht. Die gemessene Abweichung beträgt bis zu 20 K durch die Oberflächenveränderungen des Tiegels während der Heizphasen. Eine Kalibrierung der Emissionsgradeinstellung des Pyrometers ist daher, vor allem nach Austausch des Tiegels, nach einer gewissen Anzahl an Aufheizvorgängen erforderlich. Auch wenn das verwendete Tiegelmateriale *HeBoSint C100* der Firma *Henze* eine für Keramiken vergleichsweise hohe Wärmeleitfähigkeit von $35 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ aufweist, gibt es eine Temperaturdifferenz zwischen der

metallischen Probe im Inneren und auf der Tiegeloberfläche. Zur Ermittlung dieser Differenz und damit einhergehender Probertemperaturen wurden zwei Ansätze verfolgt.

Direkte Kalibrierung Für die direkte Kalibrierung an der TOMCAT Beamline wurde ein Typ-K-Thermoelement durch ein Loch im Tiegeldeckel direkt auf einer Reinaluminiumprobe platziert und diese, wie auch die anderen Proben, tomoskopiert. Da das Auslesen der Referenztemperatur auf einem zweiten Computer erfolgte, lässt sich der Anteil durch Synchronisationsfehler bei einer Sekunde Unterschied auf 2 K beziffern (bei höheren Heizraten mehr). Die Kalibrierungsmessung an der EDDI Beamline wurde ohne Drehung durch ein in die Mitte der Probe eingelassenes Thermoelement realisiert.

Indirekte Kalibrierung Die indirekte Temperaturkalibrierung erfolgte mithilfe eines temperaturstabilen Ofens (angefertigt von der *Swedish Space Corporation*), welcher während des Kalibriervorgangs mit Röntgenstrahlen durchleuchtet wird [GMJM⁺09]. Als Vergleichswert wird die Absorption, also die logarithmierten, hintergrundnormalisierten Grauwerte und die daraus resultierende Dichteänderung der Probe über den betrachteten Temperaturbereich, gewählt und mit den Proben aus den Tomoskopie-Experimenten verglichen. Der Vorgang wird für die verschiedenen Legierungen durchgeführt.

Ein weiterer, gelegentlich auftretender Effekt, der sich auf die Temperaturmessung auswirkte, war eine kurzzeitige Erhöhung der Tiegeltemperatur durch längeres Einwirken des Lasers beim manuellen Starten der sequenziellen Messung. Dabei musste der Drehtisch, um einen Bezugspunkt zu finden, während des Aufheizvorgang einmal gestoppt, um daraufhin wieder auf die gewünschte Drehgeschwindigkeit beschleunigt zu werden. Je nach Einwirkungsdauer äußerte sich dies in einer anfänglichen Abweichung von der eingestellten Heizrampe. In späteren Messkampagnen wurde dieses Problem einerseits durch die Nutzung eines anderen Lasersystems, andererseits durch Veränderungen im Messablauf beseitigt.

II.2.3. Diffraktion

Bei der energiedispersiven Röntgenbeugung an der EDDI Beamline wird ein polychromatischer Synchrotronstrahl (auch Weißstrahl) an den Kristallgittern der Probenbestandteile gebeugt und die Energie der gebeugten Photonen unter einem festen Winkel 2θ mit dem in Abbildung II.3 zu sehenden energiesensitiven Ge-Halbleiterdetektor

gemessen [JGMP⁺13, GMJK⁺13]. Nach dem BRAGGSchen Gesetz für den energiedispersiven Fall und die erste Beugungsordnung gilt

$$E_{hkl} = \frac{h_P c_L}{2d_{hkl} \sin \theta} \quad (\text{II.2})$$

mit dem PLANCKSchen Wirkungsquantum h_P , der Lichtgeschwindigkeit c_L und dem Netzebenenabstand

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2}} \quad (\text{II.3})$$

für eine Netzebenenchar $\{hkl\}$ mit den jeweiligen Gitterkonstanten a , b und c .

Der Vorteil einer solchen Messung liegt in der gleichzeitigen Aufnahme des gesamten Energiespektrums, was aufgrund der hohen Brillanz der Synchrotronstrahlung die Aufnahme vollständiger Diffraktogramme in kurzer Zeit (im Bereich weniger Sekunden) erlaubt.

Für die Experimente in dieser Arbeit wurden Diffraktogramme innerhalb von 2,5 s unter einem Winkel von $2\theta = 6^\circ$ aufgenommen. Das Streuvolumen wird durch Blenden (vgl. Abb. II.3) bestimmt. Der einfallende Strahl (in der Abbildung rot) wird im Querschnitt auf $2 \times 4 \text{ mm}^2$ eingestellt, um ein möglichst großes FoV für die Tomoskopie zu ermöglichen. Die weiteren Blenden, eingestellt auf $10 \mu\text{m}$ Höhe, dienen der Auswahl des Streuvolumens.

Die im Detektor gemessenen Ströme werden über eine Kalibrierungsfunktion in Energien umgerechnet und weiterhin mit dem Ringstrom und der Totzeit korrigiert. Über eine pseudo-VOIGT-Funktion werden in *Mathematica* (Wolfram Research, Inc.) die Reflexe angepasst und ihre Flächen bestimmt [GDG⁺07]. Unter der Annahme, die Peakflächen seien proportional zum Volumenanteil der ihnen zugehörigen Phasen, lassen sich ihre Verhältnisse abschätzen. Hierzu sind weitere Korrekturen bezüglich des Massenschwächungskoeffizienten und der während des Schäumens abnehmenden Dichte sowie der damit einhergehenden Verringerung der Peakintensitäten durchzuführen [Rad17].

II.2.4. Mikroskopie

Für die Anfertigung der lichtmikroskopischen Bilder wurde ein *Zeiss Axioplan 2*-Mikroskop genutzt. Zur besseren Unterscheidung der Gefügebestandteile wurde die Technik des Differential-Interferenz-Kontrasts (DIK) eingesetzt. Hierbei wird das Licht in zwei Teilstrahlen aufgeteilt und senkrecht zueinander polarisiert, um einen reliefartigen Kon-

trast zwischen kleinsten Höhenunterschieden auf der Probenoberfläche im resultierenden Bild zu erzeugen [Lan68].

Die rasterelektronenmikroskopischen (REM) Untersuchungen wurden an einem *LEO 1530* mit *Gemini-Säule* durchgeführt. Hierbei kam auch die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX - *energy dispersive X-ray spectroscopy*) zur örtlichen Bestimmung der Elementanteile in den Gefügen zum Einsatz.

II.2.5. Radioskopie / Schäumen unter Druck

Die röntgenradioskopischen Aufnahmen entstanden in der in [GMFB04] beschriebenen Anlage, bestehend aus einer μ -Fokus-Röntgenquelle *Hamamatsu L8121-03* (150 kV / 10 W bei 5 μ m Spotgröße) und einem Flachbilddetektor *Hamamatsu C7942CA-02* (50 μ m Pixelgröße, 112 \times 117 mm² Bildfläche).

Das Aufschäumen unter Druck wurde in einem speziell angefertigten Druckbehälter mit einem keramischen Widerstandsheizelement der Firma *Bach Resistor Ceramics GmbH* durchgeführt. Das Verfahren ist unter anderem beschrieben in [Kam13].

II.3. Bildverarbeitung

Die rekonstruierten Tomogramme wurden mit eigens entwickelten und in ihrer Geschwindigkeit optimierten Skripten mit dem Programm *MATLAB* weiterverarbeitet und analysiert.

II.3.1. Vorbereitungen

Die bei der hochauflösenden Tomoskopie anfallenden Datenmengen bedürfen einer angepassten Dateistruktur, die es erlaubt, gezielt auf bestimmte Bereiche zuzugreifen und gleichzeitig wenig Überhang beim Schreiben und Lesen dieser zu erzeugen. In dieser Arbeit wurde für diesen Zweck eine Mischung aus TIF- und HDF5-Format (*Hierarchical Data Format*) genutzt, das ein Ablegen verschiedener bearbeiteter Bilddaten (gefiltert, binarisiert, separiert) in *Datasets* und so eine hierarchische Sortierung mit schnellem Zugriff erlaubt.

II.3.1.1. Filter der Rekonstruktionen Um kleine Veränderungen (Rauschen) in homogenen Bereichen zu unterdrücken und die Weiterverarbeitung zu vereinfachen, empfiehlt es sich, die Grauwerte der Tomographien zu filtern. Hierzu wird ein Medianfilter, der einem Rangordnungsfilter entspricht und den Median des zu filternden und seiner

umliegenden Voxel an seine Stelle schreibt, verwendet. Hierdurch werden Kantenübergänge nicht stark beeinflusst und die Struktur bleibt weitestgehend erhalten. Der Filterkernel wird in seiner Form und Größe den zu filternden Tomographien angepasst. Ein Bereich von $3 \times 3 \times 3$ Voxeln ist in den meisten Fällen ausreichend.

Für die Selektierung sehr schwach unterschiedlich absorbierender Phasen (siehe AlMg50-Partikel in Kapitel III.3.4) wurde z. T. auch ein bilateraler Filter eingesetzt, der sowohl den Grauwertunterschied als auch den Abstand vom zu filternden Pixel miteinbezieht [TM98, CSU11]. Da dieser Filter jedoch sehr rechenintensiv ist und das Endergebnis manuell weiterzubearbeiten ist, wurde er nur an ausgewählten Tomographien angewandt.

II.3.1.2. Binarisierung Die Binarisierung und damit Auswahl der verschiedenen Komponenten in der Tomographie ist zur weiteren Analyse und Quantifizierung von großer Bedeutung. Es gilt, einige Einflüsse auf die Grauwerte bei der Wahl des Grenzwertes zu berücksichtigen.

Bei der Schwellwertsetzung zur Porensparierung ist darauf zu achten, die Grauwertgrenze so hoch zu wählen, dass möglichst alle Poren erkannt werden, jedoch nicht zu viel Rauschen hinzu genommen wird. Ein zu hoch gewählter Schwellwert äußert sich bei der Ermittlung der Porenanzahl in einem anfänglich konstanten Untergrund durch zusätzlich ermittelte Rauschpixelcluster, die durch das morphologische Öffnen nicht vollständig verschwinden, also größer als der Kernel sind.

Des Weiteren sind Phasenveränderungen zu berücksichtigen, die beispielsweise durch das Aufschmelzen von stark oder schwach absorbierenden Bestandteilen und deren Vermischung den durchschnittlichen Grauwert der Matrixphase verändern.

Während des Schäumvorgangs werden durch die Porenentstehung Grenzflächen gebildet und gleichzeitig wird die Materialdicke zwischen den Poren verringert. Durch Fresnelbeugung an diesen Grenzflächen wird der Durchschnittsgrauwert der Matrix erhöht. Eine Verstärkung dieses Effekts wird durch das weitere „Herauswachsen“ des Schaumes aus dem FoV und der damit einhergehenden Zunahme von Artefakten verursacht. Hierdurch ist es bei den phasenkontrastverstärkten Tomoskopien beispielsweise nicht möglich, die hochabsorbierenden Phasen mittels konstantem Schwellwert über den gesamten Bereich zu selektieren. Eine manuelle Überprüfung der geeigneten Schwellwertsetzung über den gesamten Experimentierbereich ist deshalb vonnöten.

Weitere mögliche Einflüsse, die allerdings weniger von Bedeutung waren, sind die Fluktuation der Strahlhelligkeit über den Experimentierzeitraum oder die Strahlaufhärtung in der Probe.

II.3.1.3. Wasserscheidentransformation Ein Verfahren zur Segmentierung von Bildbereichen ist die Wasserscheidentransformation (WST). Diese Segmentierung ist notwendig, da es oftmals dünne Filme gibt, die durch die begrenzte räumliche Auflösung nicht abgebildet werden können. Die WST unterteilt sich in zwei Schritte. Zuerst wird die euklidische Distanztransformation (EDT) der binarisierten Porenbilder erstellt. Dabei wird jeder Voxel des Bildvordergrundes (Pore) durch seinen minimalen Abstand zum Bildhintergrund (Material) ersetzt [RP68]. Im zweiten Schritt werden die Maxima der EDT bis zu einem auf die Objektgröße angepassten Kontrastwert zusammengefasst, um als Startobjekte für die weitere Transformation zu dienen. Das Volumen wird nun invertiert und stellt ein vierdimensionales Potentialgebirge, bei denen die vorher zusammengefassten Maxima nun die Täler bilden, dar. Durch das schrittweise Fluten dieser Täler werden an den Berührstellen des fiktiven Wassers Dämme errichtet und dem Hintergrund (Material) hinzugefügt. Die so separierten Poren werden ihren Tälern zugeordnet und können somit voneinander unterschieden werden [MB90, Pre92, Weg99].

II.3.2. Analyse

Um aus den Datensätzen verwert- und vergleichbare Informationen zu gewinnen, wurden die im Folgenden beschriebenen Verfahren angewandt und Messwerte extrahiert.

II.3.2.1. Globale Messungen Globale Parameter werden anhand des gesamten Volumens bestimmt. Zu ihnen zählen die Porosität, die Anzahl der Poren oder Partikel und die mittlere Materialstärke bzw. deren Verteilung.

Porosität Die Porosität wird pro Zeitschritt aus dem Verhältnis der Anzahl der bei der Binarisierung bestimmten Porenvoxel zur Gesamtvoxelzahl bestimmt.

Porendichte Die Anzahl der zu einem Zeitpunkt vorhandenen Poren entspricht der Anzahl der mithilfe der Wasserscheidentransformation separierten Volumina. In Bezug auf das betrachtete Volumen ergibt sich eine unter den verschiedenen Experimenten vergleichbare Porendichte.

Materialstärke Die Materialstärke zwischen den Poren oder anderen Objekten wird, wie in Abbildung II.5 dargestellt, über die euklidische Distanztransformation des Bereichs, dessen Stärke ermittelt werden soll (Abb. II.5(a)), bestimmt. Diese wird mit den zuvor ermittelten Wasserscheiden (Grenzflächen in Abb. II.5(b)) maskiert, um eine

Grenzflächen-gewichtete Verteilung der kürzesten Abstände zum nächsten Porenvoxel (Abb. II.5(c)) zu erhalten. Die erhaltenen Grauwerte müssen mit der doppelten Voxelkantenlänge multipliziert werden, da es sich um den Abstand zwischen Materialmitte und Rand handelt [Kon15].

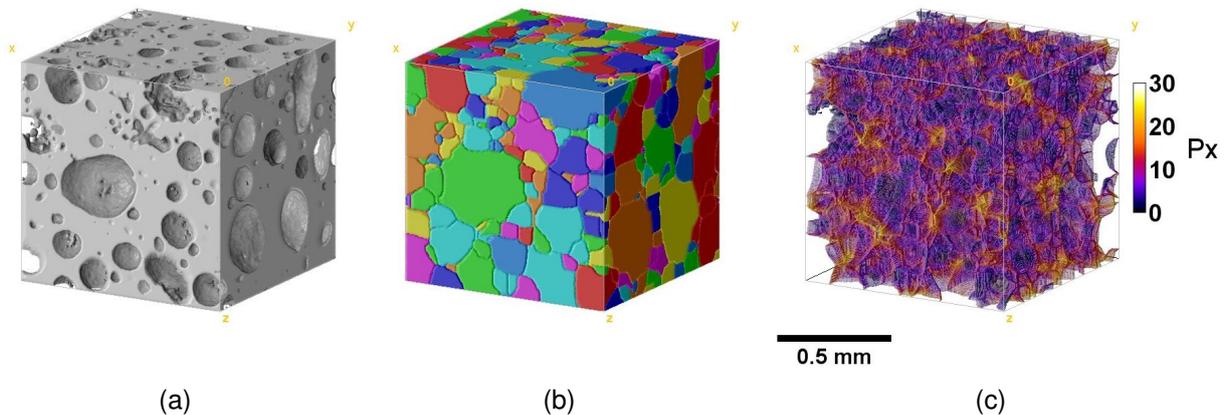


Abbildung II.5: 3D-Darstellung (a) der Matrixphase, (b) der durch Wasserscheiden getrennten Bereiche und (c) der in Falschfarben dargestellten (in Pixelbreite), kürzesten Abstände der auf den Wasserscheiden befindlichen Voxel zur nächsten Pore.

II.3.2.2. Lokale Messungen Lokale Messungen sind die einzelne Poren oder andere Volumenelemente betreffenden Kennwerte, die sich auf Grundlage der Separierung mittels Wasserscheidentransformation für unabhängig voneinander markierte Bereiche ergeben. Zu ihnen zählen das Porenvolumen, ein bei Annahme einer Kugel aus diesem ableitbarer, äquivalenter Porendurchmesser, der Schwerpunkt im Raum und, von diesem ausgehend, die durch die Hauptkomponentenanalyse bestimmten Hauptachsen und Varianzen der zu den einzelnen Poren gehörenden Koordinaten sowie die räumliche Ausdehnung in Richtungen dieser Achsen. Ein Problem ergibt sich bei Betrachtung eines begrenzten Volumens. Da es wenig sinnvoll ist, die genannten Kennwerte für angeschnittene Objekte zu bestimmen, werden diese, die Randflächen des Betrachtungsvolumens berührenden Bereiche vor der Ermittlung der lokalen Messwerte entfernt und diese nur für die verbleibenden Objekte bestimmt. Dies kann zu Verfälschungen, beispielsweise bei der Volumen-gewichteten Porendurchmesserverteilung, führen, wie es in Abbildung II.6 ersichtlich wird.

Die Verteilung lokaler Messwerte kann in Form eines Histogramms dargestellt werden und Aufschluss über die Gesamtmorphologie des Volumens geben.

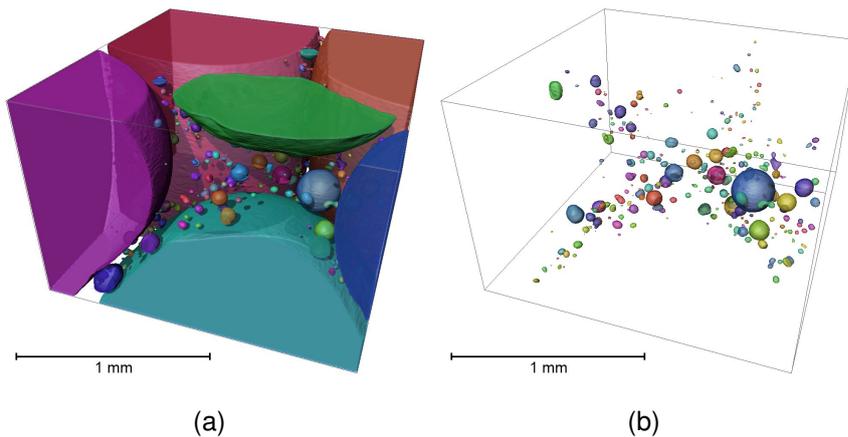


Abbildung II.6: Beispielvolumenausschnitt mit separierten Poren (a) vor und (b) nach der Entfernung der den Rand berührenden Bereiche.

Äquivalenter Porendurchmesser Der äquivalente Durchmesser $D_{\text{äq}}$ einer Pore (oder Durchmesser eines anderen Objekts, wie z. B. eines TiH_2 -Partikels) beschreibt den zu einer Kugel des gleichen Volumens gehörenden Durchmesser.

$$D_{\text{äq}} = \sqrt[3]{\frac{6V}{\pi}} \quad (\text{II.4})$$

Der mittlere Porendurchmesser \bar{D} kann als Maximum einer Normalverteilung der volumengewichteten äquivalenten Porendurchmesser angegeben werden und bezieht sich dann auf das Gesamtvolumen.

Hauptkomponentenanalyse Die Hauptkomponentenanalyse (auch KARHUNEN-LOÈVE- oder HOTELLING-Transformation genannt) bestimmt über die Hauptachsen-Transformation eine sinnvolle orthogonale Basis zu einem Datensatz (in diesem Fall der zu einer Pore gehörigen Voxelmenge), deren erste Koordinate in Richtung der größten Varianz des Datensatzes zeigt [Pea01, Hot33]. Sie reduziert den Datensatz auf bestimmte Merkmale, kann zur Identifizierung von Mustern dienen und die Dimensionalität verringern. Sie wird durch diese Möglichkeit der Vereinfachung auch häufig in der Datenkompression eingesetzt.

Um die linearen Abhängigkeiten zu bestimmen, werden zunächst die Varianzen und Kovarianzen zwischen den Koordinaten (hier am Beispiel für x und y) für die Punkte P_i des Datensatzes mit

$$K_{xy} = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^n (P_{x,i} - \bar{P}_x) (P_{y,i} - \bar{P}_y) \quad (\text{II.5})$$

berechnet (\bar{P} entspricht dem Schwerpunkt) und in die Kovarianzmatrix

$$K_{xyz} = \begin{bmatrix} K_{xx} & K_{xy} & K_{xz} \\ K_{xy} & K_{yy} & K_{yz} \\ K_{xz} & K_{yz} & K_{zz} \end{bmatrix} \quad (\text{II.6})$$

eingetragen. Mit

$$\det(K_{xyz} - \lambda E) = 0 \quad (\text{II.7})$$

werden die Nullstellen und damit die Eigenwerte $\lambda_{1,2,3}$ bestimmt. E ist hierbei die Einheitsmatrix. Aus den Eigenwerten werden im Folgenden mit

$$(K_{xyz} - \lambda_j E) \cdot \vec{e}_j = 0 \quad (\text{II.8})$$

die drei Eigenvektoren $\vec{e}_{1,2,3}$ und damit die voneinander unabhängigen gedrehten Hauptachsen berechnet (Hauptachsentransformation). Die Eigenwerte stellen die Varianzen in die neuen Koordinatenrichtungen dar.

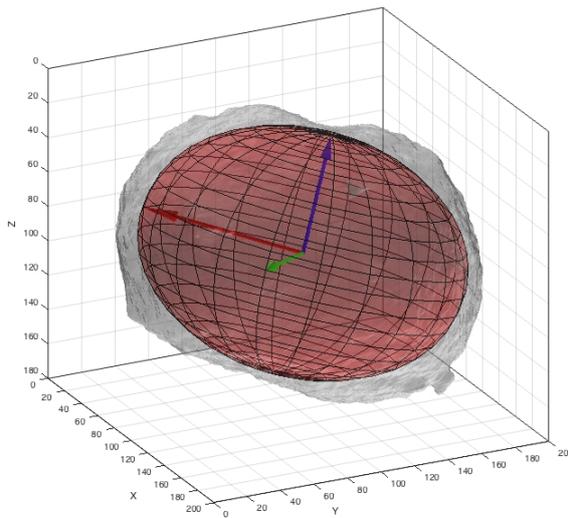


Abbildung II.7: 3D-Rendering einer Porenoberfläche (grau) mit eingezeichneten Eigenvektoren: erste (rot), zweite (grün) und dritte (blau) Hauptkomponente mit Länge der doppelten jeweiligen Standardabweichungen und umschreibendem Ellipsoid (rot). Einheiten der Achsen in Pixelbreite.

Am Beispiel einer segmentierten Pore im dreidimensionalen Raum lässt sich das Prinzip als eine Übertragung ihrer Voxel auf ein Ellipsoid verdeutlichen (vgl. Abb. II.7), das der Randverteilung einer dreidimensionalen GAUSSverteilung entspricht [Rac06, Hel09]. Dieses Ellipsoid hat hierbei analog zur klassischen Mechanik das gleiche Trägheitsmoment wie die betrachtete Pore. Die Bestimmung der Ausrichtung seiner Hauptachsen erfolgt, wie beschrieben, über die Ermittlung der Kovarianzmatrix der einzelnen zur Pore gehörigen Voxelkoordinaten. Die örtliche Ausdehnung kann dann in Richtung der Eigenvektoren für jede Hauptrichtung bestimmt werden.

Formbeschreibung Die durch die Hauptkomponentenanalyse gewonnenen Eigenvektoren werden zur Klassifizierung der Porenform eingesetzt. Die genutzte Methode wurde ursprünglich für die Sedimentanalyse entwickelt und teilt Objekte in vier Formkategorien (kugelig, flach, stengelig und flachstengelig) in Abhängigkeit der Verhältnisse ihrer Achsenlängen (Eigenwerte der Kovarianzmatrix) ein [Zin35, Kru41]. Die Darstellung erfolgt in einem ZINGG-Diagramm (vgl. Abb. II.8), welches das Längungsverhältnis I/L (I : *intermediate* - mittlere Achsenlänge, L : *long* - längste Achsenlänge) über dem Flachheitsverhältnis S/I (S : *short* - kürzeste Achsenlänge) der charakterisierten Objekte zeigt.

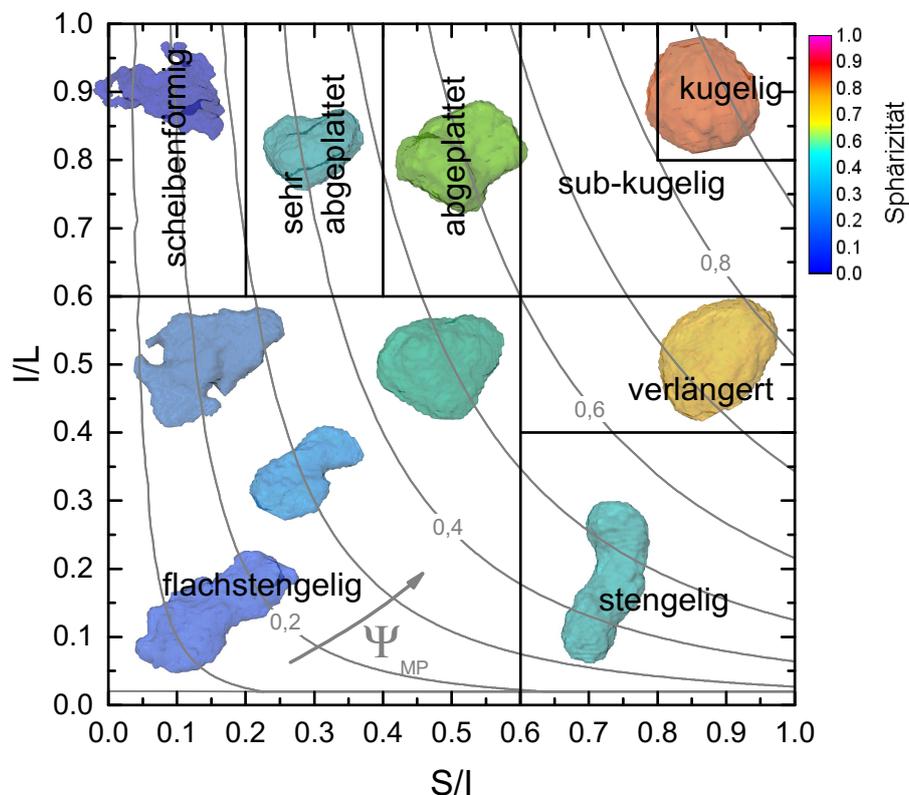


Abbildung II.8: ZINGG-Diagramm mit eingezeichneten Isolinien der genutzten Projektionssphärizität Ψ_{MP} und 3D-Darstellungen typischer Poren, eingefärbt nach ihrer Sphärizität

Sphärizität Die Sphärizität oder Ähnlichkeit zu einer Kugel ist definiert als das Verhältnis der Oberfläche einer Kugel A_K gleichen Volumens des Objekts V_O geteilt durch die Objektfläche A_O (WADELL-Sphärizität) [Wad33].

$$\Psi_A = \frac{A_K}{A_O} = \frac{\pi^{\frac{1}{3}} (6V_O)^{\frac{2}{3}}}{A_O} \quad (\text{II.9})$$

Das Volumen eines Körpers kann einfach und mit geringer Abweichung über die Aufsummierung aller zum Körper gehörenden Voxel ermittelt werden, wohingegen die Oberfläche eines gerasterten Körpers nicht trivial ermittelt werden kann. Die Summe aller Grenzflächen nach dem Schachbrettmuster ergäbe eine sehr viel größere Fläche und damit ein Problem für die Bestimmung der Sphärizität. Mithilfe sogenannter MINKOWSKI-Funktionale kann eine sehr viel realitätsnähere Oberfläche approximiert werden [LKD07]. Die Berechnung erfordert jedoch eine hohe Rechenleistung, weshalb zur Bestimmung der Porensphärizität ein anderer Wert in dieser Arbeit genutzt wurde: Die effektive Absetzsphärizität (auch Sphärizität der maximalen Projektionsfläche) Ψ_{MP} wird durch Dividieren der größten Projektionsfläche des Ellipsoids in die Projektionsfläche einer Kugel gleichen Volumens ermittelt [Fol55, SF58].

$$\Psi_{MP} = \frac{\pi (LIS)^{\frac{2}{3}}}{\pi LI} = \left(\frac{S^2}{LI} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{II.10})$$

Dieser Wert ergibt robustere Ergebnisse als die WADELL-Sphärizität bei, im Verhältnis zur örtlichen Auflösung, kleinen Poren und ist zudem nicht so stark anfällig gegenüber überschätzten Flächen. Ein Beispiel dafür ist in Abbildung II.9 zu sehen. Die Verteilungen der Sphärizitäten sind ähnlich, nur dass die Sphärizität der maximalen Projektion (Abb. II.9(b)) sich bis zu niedrigeren Werten erstreckt und Änderungen durch die breitere Verteilung besser ersichtlich werden.

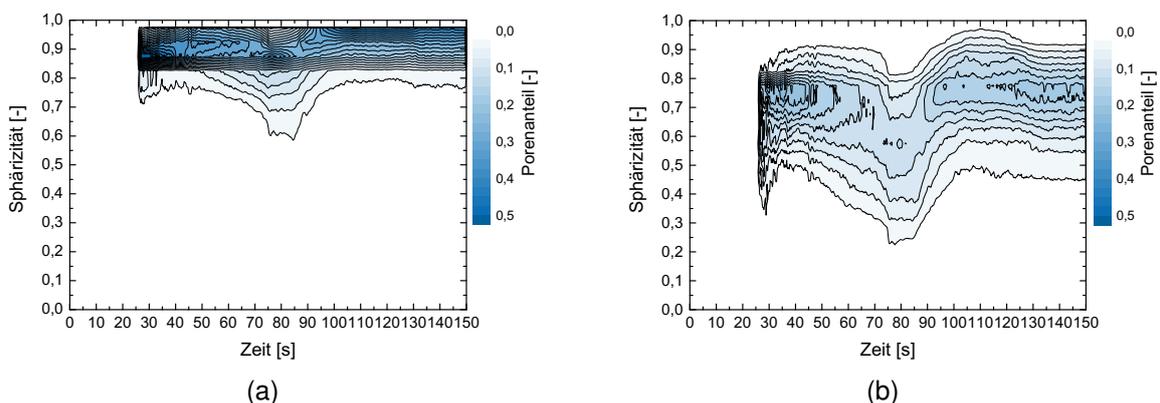


Abbildung II.9: Verteilungsverlauf der (a) Oberflächensphärizität der Poren nach WADELL einer AlSi8Mg4-Probe während des Aufschäumens und (b) für die Sphärizität der maximalen Projektion nach FOLK

Die Ergebnisse der Objektcharakterisierung werden auch zum Filtern von zuvor nicht korrigierbaren Artefakten eingesetzt. Ein Beispiel ist im Anhang, Abbildung .4 zu sehen, bei dem eine Reihe von Pixelfehlern auf dem Kamerachip, die durch die in Ka-

pitel II.2.1.2 beschriebene Projektionskorrektur nicht ohne Weiteres korrigierbar sind, zu einer ringförmigen Struktur im Tomogramm führen. Diese kann zu weiten Teilen durch das Herausfiltern von Poren 1.) im konstanten, weil physikalisch auf dem Detektor vorkommenden Höhenbereich der Fehler (Ortslimit) und 2.) mit einer Sphärizität unterhalb eines Schwellwertes (Eigenschaftenslimit) reduziert werden. Weitere Kombinationen können an das jeweilige Problem angepasst werden, um möglichst nur die daraus resultierenden Artefakte und keine Probeninformationen zu entfernen.

Tracking Das erfolgreiche Verfolgen von Poren im Gefolge einer zeitlichen Entwicklung stellt sehr hohe Ansprüche an deren korrekte Separation und damit an die Bildqualität des Tomogramms sowie an die zeitliche Auflösung in Bezug auf die Dynamik der Veränderungen in der Probe. Der genutzte Algorithmus basiert auf der *Ungarischen Methode* (auch KUHN-MUNKRES-Algorithmus), welche die Optimierung einer eindeutigen Zuordnung zweier Gruppen von Objekten zum Ziel hat [Kuh55, Mun57]. Hierfür werden alle zu einem gegebenen Zeitpunkt ermittelten Schwerpunkte der detektierten Poren den Schwerpunkten des nachfolgenden Zeitpunkts zugeordnet, indem ein globales Minimum der Summe aller euklidischen Distanzen ermittelt wird. Eine zuvor gewählte maximale Verknüpfungsdistanz dient hierbei zum Ausschluss zu weit entfernter Poren und damit Vermeidung von Falschsegmentierung z. B. bei Verschwinden einzelner Poren durch Koaleszenz oder Herausbewegung aus dem betrachteten Volumen. Ein weiterer, auf eine variable Eigenschaft (z. B. Volumen oder Sphärizität) bezogener Begrenzungswert wurde als zusätzliche Verbesserung zur Vermeidung falscher Zuordnungen genutzt, beispielsweise um eine neu entstandene, kleine Pore von einer sich bewegenden, großen Pore durch den Volumenunterschied zu trennen. Hierfür eingesetzte Grenzwerte wurden an das jeweilige Experiment angepasst und bewegten sich üblicherweise im Bereich von 30 μm bis 60 μm für das Schwerpunktsabstandslimit und 300 % bzw. 50 % für die obere respektive untere Volumengrenze.

III. Ergebnisse

Die gewonnenen Ergebnisse lassen sich in allgemeine, den gesamten Schäumprozess beschreibende und im Speziellen auf das frühe Stadium der Porenentwicklung bezogene Resultate unterteilen. Es werden insbesondere der Einfluss des Treibmittels und der Heizrate beim Schäumen untersucht.

III.1. Der Schäumprozess

Der Schäumprozess kann in verschiedene Stadien untergliedert werden, die sich auf unterschiedliche Weise tomoskopisch untersuchen lassen. Am Anfang steht die thermische Expansion des Halbzeugs mit zunehmender Temperatur.

Hat die Temperatur einen legierungsabhängigen, genügend hohen Wert erreicht, beginnen die Elemente in den einzelnen Gefügebestandteilen des aus den Pulvern gepressten Halbzeugs zu diffundieren, um in einen thermodynamisch stabileren Zustand gemäß des zugrundeliegenden Phasensystems zu gelangen. In Abhängigkeit der genutzten Pulver werden hierdurch oftmals die Liquidus- und Solidustemperaturen herabgesetzt. Wird das Gefüge mechanisch instabil, beispielsweise durch Überschreiten der Solidustemperatur, bei gleichzeitiger Freisetzung von Gasen, kommt es zur Gasnukleation bzw. - so es bereits vorhandene Defekte gibt (welche mit höchster Wahrscheinlichkeit in pulvermetallurgisch hergestellten Halbzeugen vorhanden sind) und diese vom Gas erreichbar sind - zur Füllung der Kavitäten bis der Druck so groß ist, dass diese wachsen und das Halbzeug auseinandertreiben.

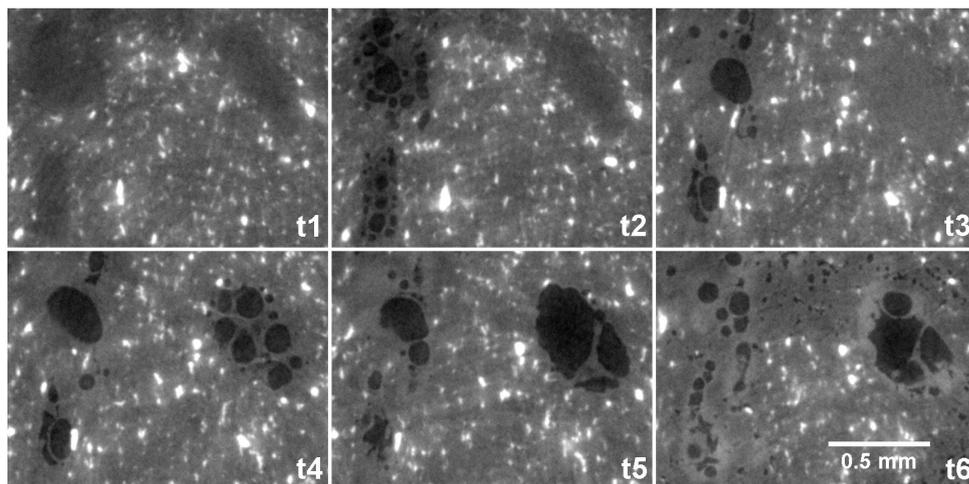


Abbildung III.1: Tomographische Schnitte einer AlMg15Cu10-Probe ohne Treibmittelzusatz für sechs Zeitpunkte, (nicht gleichmäßig) verteilt über einen Zeitraum von ca. 60 s, aufgenommen mit einer zeitlichen Auflösung von 4 tps in frühen Stadien der Porenentstehung.

Abbildung III.1 zeigt am Beispiel einer AlMg15Cu10-Legierung ohne zugesetztes Treibmittel die Elementdiffusion und Porenentstehung in Form von tomographischen Schnitten während des Aufheizens zu sechs über einen Zeitraum von 1 min verteilten Zeitpunkten. Zum Zeitpunkt t_1 sind drei dunkle Bereiche zu erkennen, die ausgehend von der Auswahl der Elementarpulver der Legierung dem vormals reinen Magnesiumpulver (mit einer Korngröße größer als $300\ \mu\text{m}$) aufgrund seiner im Vergleich zu den anderen Elementen schwachen Röntgenabsorption zugeordnet werden können. Die weißen Bereiche stellen Cu dar und dazwischen, in grau, befindet sich die Al-Matrix. Man erkennt bei t_2 in den zwei linken der Mg-reichen Bereiche entstehende Poren, die sich in t_3 zum Teil bereits vereinigt haben. Der rechte Bereich hat inzwischen in seiner Röntgenabsorption zugenommen, was auf die Diffusion stärker absorbierender Elemente in diesen Bereich schließen lässt. Auch die Umgebung der vormals gebildeten Poren ist nun heller dargestellt. Zum Zeitpunkt t_4 bilden sich nun auch Poren im letzten der drei besprochenen Bereiche, die sich in t_5 vereinigt haben. In t_6 ist eine erneute stärkere Aufhellung der Bereiche um die vorher entstandenen Poren in den Mg-reichen Phasen zu sehen - bei gleichzeitiger Abnahme der Cu-Partikel im oberen Bildabschnitt zwischen den ehemaligen Mg-Partikeln und Entstehung kleiner Poren in ebendiesem Abschnitt. Die genannten Stadien des Schäumprozesses können sich also in einem solch komplexen Gefüge überschneiden oder gar in unterschiedlicher Reihenfolge ablaufen.

Nachdem sich das während des Aufheizens entstehende Gas in der Restporosität (Kavitäten) des Halbzeugs sammelt und beginnt, Druck aufzubauen, kommt es zum Wachstum der Kavitäten und deren Inerscheinungtreten in Form von mit den genutzten tomoskopischen Mitteln örtlich auflösbaren Poren.

Abbildung III.2 zeigt ein solches Experiment für eine andere Legierung und eine zeitliche Auflösung von 20 tps über einen Betrachtungszeitraum von 150 s (3000 aufeinanderfolgende Tomogramme). Zu sehen sind der Temperaturverlauf, beginnend bei $460\ ^\circ\text{C}$ und bis auf $590\ ^\circ\text{C}$ ansteigend, für etwa 30 s dort konstant und danach durch Abschaltung der Laserheizung bis zum Ende hin abfallend.

Die Porendichteentwicklung ist in Form von Punkten dargestellt, die der Porenanzahl pro Volumeneinheit jeweils eines Tomogramms entsprechen. Ihr Verlauf steigt ab etwa 25 s ($470\ ^\circ\text{C}$) an, erreicht ein erstes Maximum von $700\ \text{mm}^{-3}$ bei 68 s/ $560\ ^\circ\text{C}$, fällt daraufhin leicht ab ($650\ \text{mm}^{-3}$), um kurz darauf schlagartig zuzunehmen und bei 83 s/ $580\ ^\circ\text{C}$ ein zweites Maximum von $2900\ \text{mm}^{-3}$ zu durchlaufen. Diesem folgt eine fast ebenso steile Abnahme der Porendichte bis zu einem Knick bei 125 s/ $430\ ^\circ\text{C}$ während des Abkühlens, der bei einer bis zum Ende der Betrachtung konstanten Porendichte von etwa $600\ \text{mm}^{-3}$ endet.

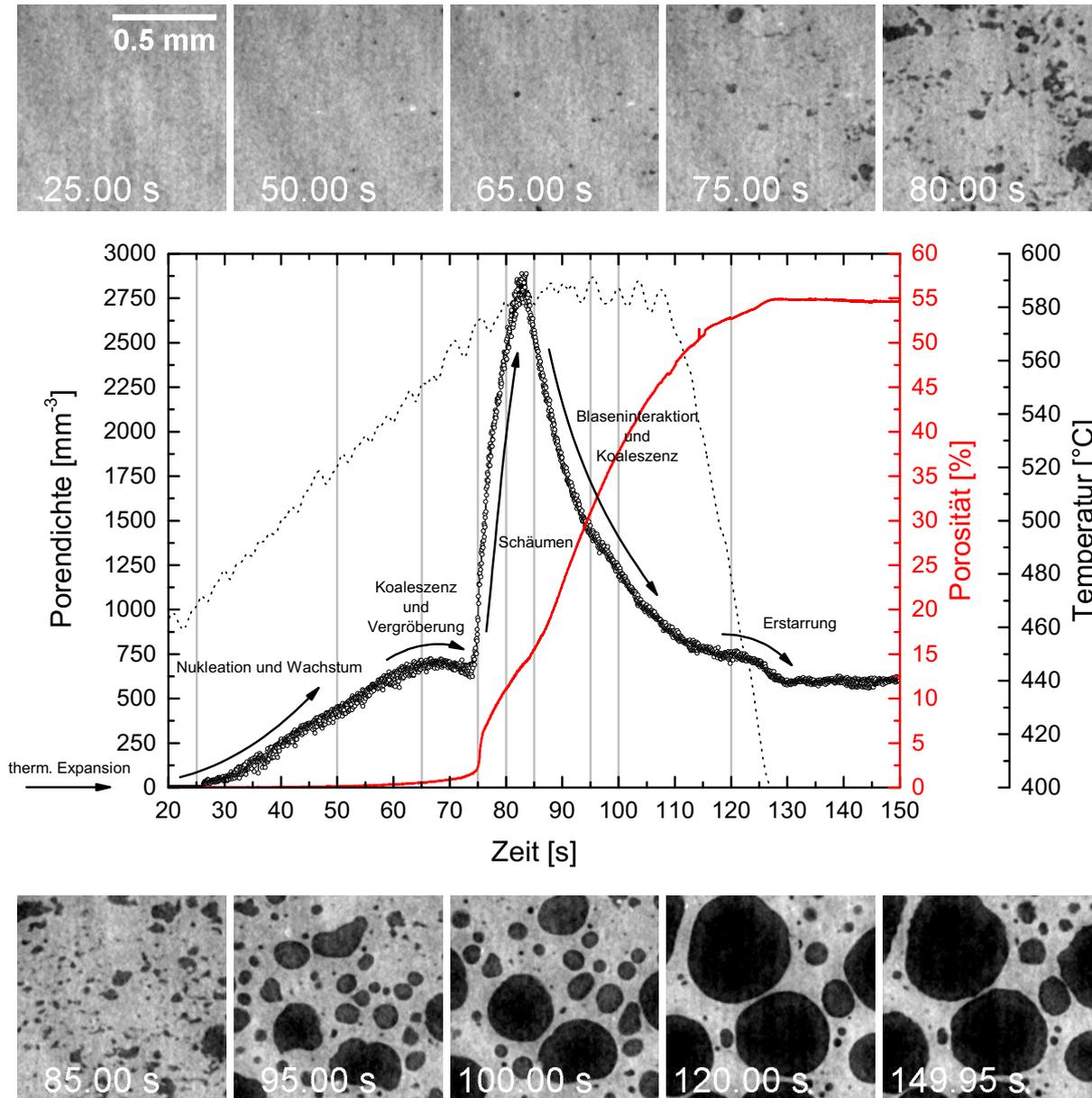


Abbildung III.2: Temperaturverlauf an der Tiegeloberfläche (gestrichelt), Entwicklung der volumennormierten Porenanzahl (schwarze Punkte) und Porosität (rot) während des Aufschäumens einer AlSi8Mg4-Probe mit einer zeitlichen Auflösung von 20 tps (insgesamt 3000 Tomogramme) umrahmt von vertikalen Schnitten der Tomogramme zu unterschiedlichen Zeiten.

Die Porosität nimmt anfänglich, bis 75 s bzw. bis zum zweiten Porendichteanstieg, nur wenig (auf etwa 2 %) zu, um daraufhin mit einem Sprung auf 6 % und einem Zuwachs bis zum Erreichen des zweiten Porendichtemaximums auf 14 % zu steigen. Die Porosität nimmt anschließend weiter zu und erreicht zum Ende einen Wert von 55 %. Zu beachten ist, dass durch die pyrometrische Temperaturmessung an der Tiegeloberfläche, ein Versatz zwischen Proben temperatur und gemessener Temperatur besteht, weshalb es so scheint, als würde die Temperatur schon auf 480 °C abgesunken sein, obwohl die Porosität noch steigt.

Die vertikalen tomographischen Schnitte zeigen die Matrixphase (grau), das Titanhydrid (weiß) und die Poren (schwarz) zu den im Graphen jeweils mit grauen Linien markierten Zeitpunkten. Erste entstandene Poren sind bei 25 s zu erahnen und bei 50 s deutlich zu sehen. Diese wachsen weiter und bilden bei 80 s bereits ein weit verbreitetes Netzwerk aus. In den folgenden Bildern ist eine stärkere Zunahme des Porenvolumens zu sehen. Zwischen den Abbildungen für 120 und 149,95 s kommt es im Zuge der Erstarrung zu einer Rauigkeitszunahme der Porengrenzen.

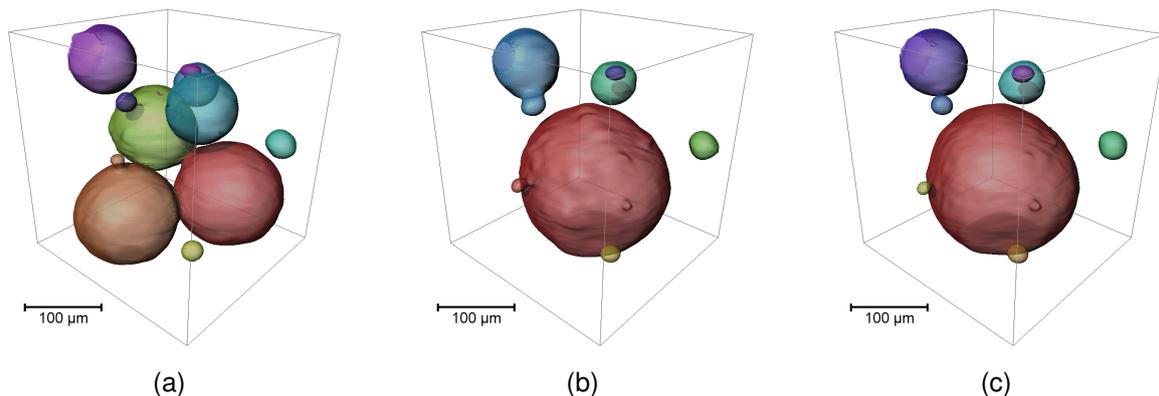


Abbildung III.3: Vereinigung von vier Poren zu einer Pore mit einem Zeitintervall von 50 ms zwischen (a), (b) und (c) zum Ende der Haltezeit (112 s in Abb. III.2) beim Schäumen der Legierung AISi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂.

Sind die Poren angewachsen und fangen an, miteinander zu interagieren, kommt es zur Gasdiffusion zwischen ihnen (Vergrößerung) und bei instabilen Zellwänden zum Zusammenballen (Koaleszenz). Eine Koaleszenzerscheinung in der Probe aus Abbildung III.2 ist in Abbildung III.3 für drei aufeinanderfolgende Tomogramme mit einer jeweiligen Aufnahmedauer (und damit einem zeitlichen Abstand) von 50 ms um die Experimentierzeit von 112 s zu sehen. In (a) sind noch elf Poren vorhanden, wovon sich in (b) bereits vier zu einer größeren, nicht ganz runden Pore vereinigt haben, welche in (c) wieder eine glatte Oberfläche und Kugelform aufweist. Das Ereignis findet, wie in

Kapitel I.3 bereits erwähnt, in einem sehr kurzen Zeitintervall unterhalb der tomographischen Auflösung statt.

Wird der Schaum lange auf hoher Temperatur gehalten, kommt es zum Kollaps durch Drainage, Instabilität der Zellwände und Gasdiffusion in die Umgebung. Wird der Schaum abgekühlt, kommt es bei der Erstarrung zum „Einfrieren“ der Struktur. In

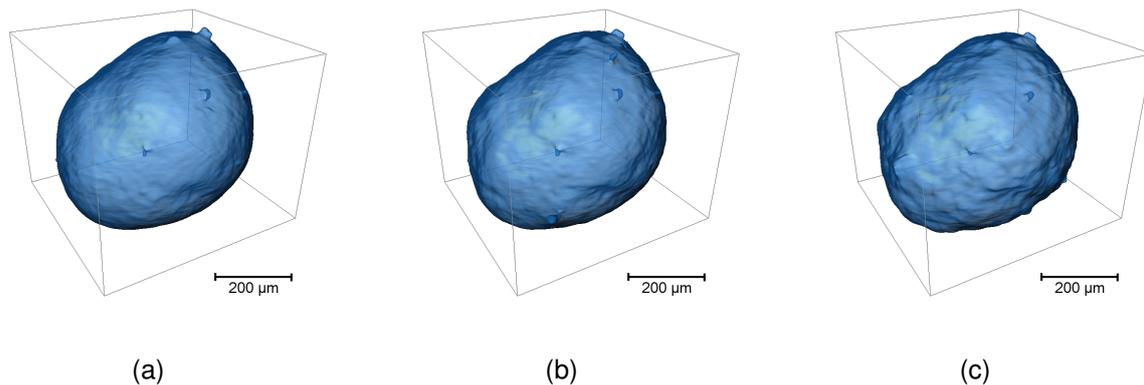


Abbildung III.4: Entwicklung der Oberflächenrauigkeit einer großen Pore der Legierung $\text{AlSi8Mg4} + 0,25 \text{ Gew.-% TiH}_2$ während der Erstarrung in zeitlichen Abständen von 5 s um 125 s (vgl. Abb. III.2).

den Tomogrammen kann die Erstarrung anhand der Porenoberflächen verfolgt werden. Diese nehmen in ihrer Rauigkeit, wie in Abbildung III.4 für drei Tomogramme mit einem jeweiligen zeitlichen Abstand von 5 s zu sehen, zu.

Die angesprochenen Stadien des Schäumens sind je nach betrachteter Legierung und den ausgewählten Schäumparametern unterschiedlich ausgeprägt. Abbildung III.5 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen gleicher Vergrößerungen der Halbzeuge der untersuchten Legierungen. Das Aluminiumgefüge (SP) (a) ist geprägt von der hellen Aluminiumphase und sehr dunklen TiH_2 -Partikeln verschiedener Größe. Die grauen, fein verteilten Bereiche sind Oxidreste der ehemaligen Pulveroberflächen.

Das Gefüge der AlSi7 -Halbzeuge (UA) (b) besteht erneut aus einer hellen Al-Matrix, grauen, kantigen Si-Partikeln und kleineren, schwarz dargestellten TiH_2 -Partikeln.

Die eingelassen wirkenden Bereiche im AlMg17,5 -Gefüge (UA) (c) sind die sich zum Teil berührenden ehemaligen AlMg50 -Pulverpartikel. Dazwischen sind die Aluminiumkörner mit den teilweise zu erkennenden, grauen ehemaligen Pulvergrenzflächen zu sehen.

Das Halbzeug der Legierung AlSi8Mg4 (UA) (d) zeigt eine helle Al-Matrix, graue Si-Partikel, eingelassene AlMg50 - und schwarze TiH_2 -Partikel. Zudem sind an den Si- AlMg -Grenzflächen schwarze Bereiche zu erkennen, die der Zusammensetzung von Mg_2Si entsprechen (vgl. Abb. III.23(b)). Anders als beim AlMg17,5 -Halbzeug (c) wei-

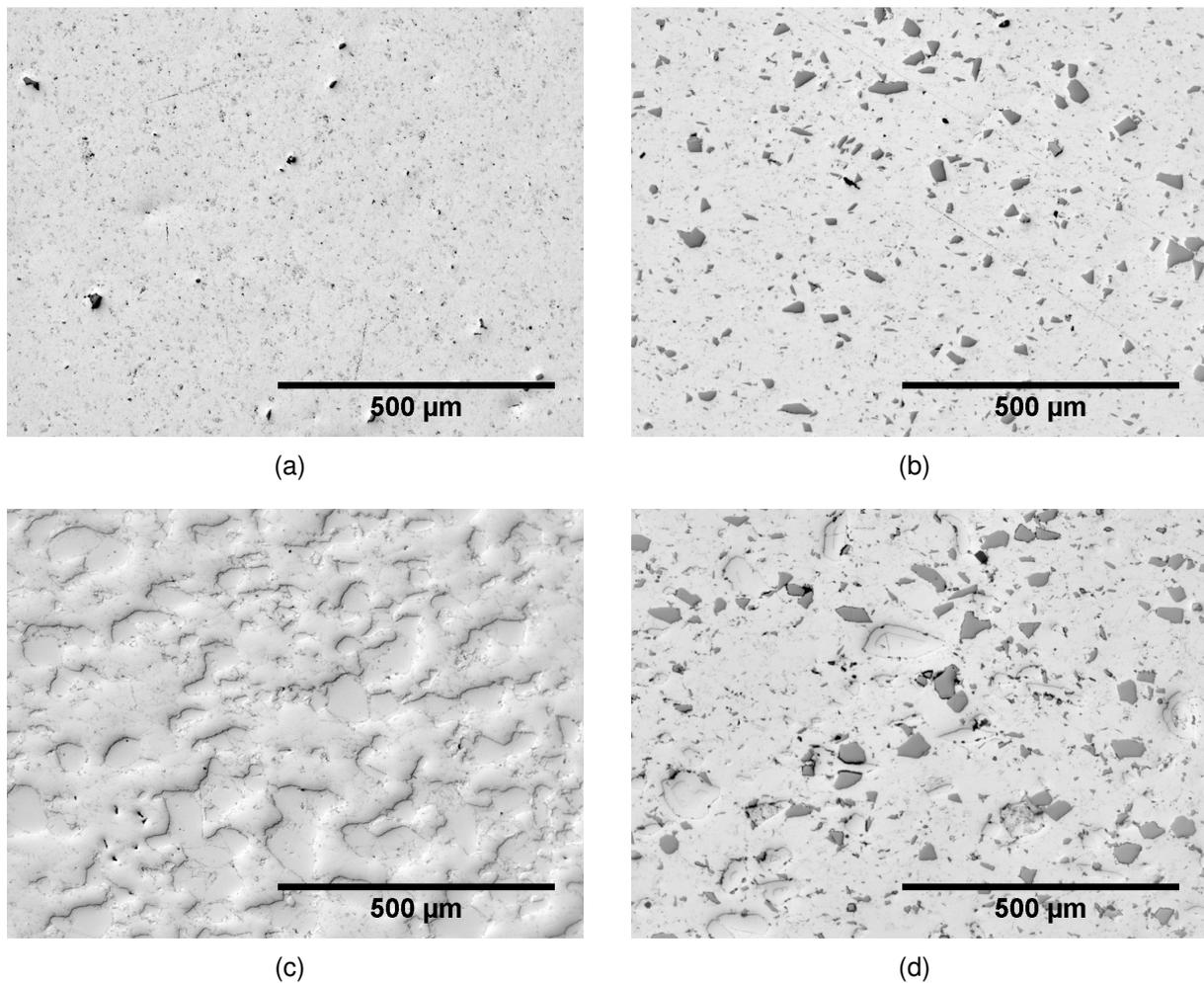


Abbildung III.5: Lichtmikroskopische Gefügaufnahmen der Halbzeuge aus (a) Al + 0,25 Gew.-% TiH_2 (stranggepresst (SP)), (b) AlSi7 + 0,25 Gew.-% TiH_2 (uniaxial gepresst (UA)), (c) AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) und (d) AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH_2 (UA).

sen die größeren AlMg50-Partikel in (d) einen abgesetzten Randbereich von ca. 25 μm Dicke auf.

Zwischen den lichtmikroskopischen Aufnahmen der strang- und uniaxial gepressten Aluminiumhalbzeuge konnten keine nennenswerten Unterschiede festgestellt werden. Im Folgenden soll nun genauer auf die frühen Stadien des Schäumprozesses während des Aufheizens eingegangen werden.

III.2. Die Gasnukleation

Die eigentliche Nukleation ist durch die begrenzte örtliche Auflösung des Experiments nicht zu beobachten. Im Folgenden wird davon ausgegangen, dass die letztendlich auflösbaren Poren, den bei der Nukleation entstandenen Poren entsprechen. Die beim

Schäumprozess entstehenden Poren können in unterschiedlichen Formen in Erscheinung treten. Die Beobachtungen aus dieser Arbeit legen eine Unterteilung in zwei Arten nahe: die Stofftrennung im festen Zustand, die sich als Rissbildung manifestiert und die Porenbildung aus der Schmelze. Je nach Legierung zeigen sich charakteristische Unterschiede der Porenentstehung auf die im Folgenden eingegangen wird.

III.2.1. Rissbildung

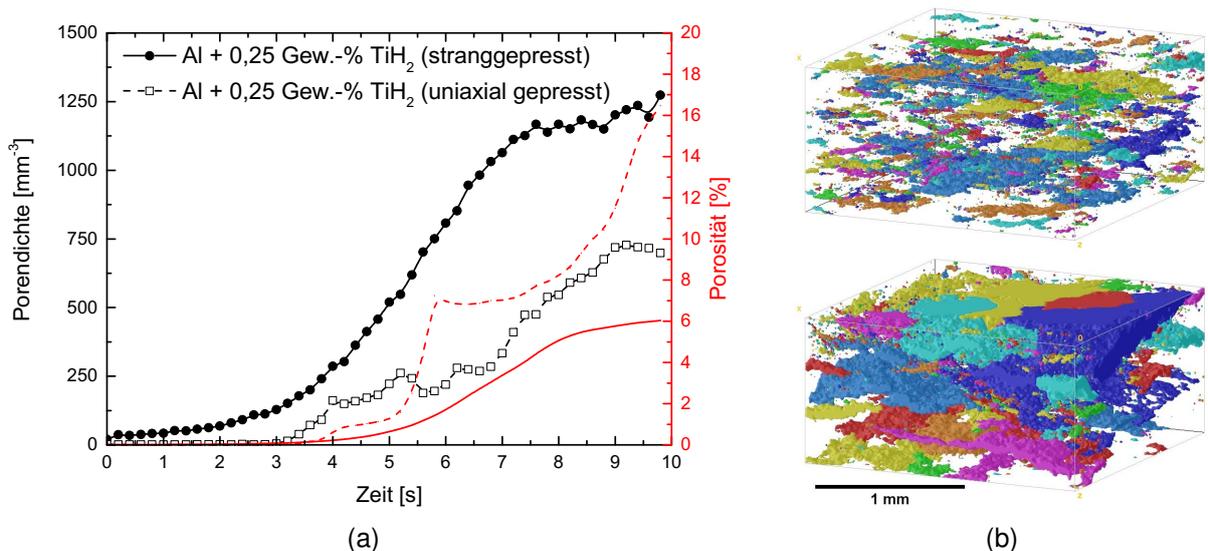


Abbildung III.6: Vergleich der Pressmethode für Al + 0,25 Gew.-% TiH₂: (a) Porendichte- (schwarz) und Porositätsentwicklung (rot) für das strang- (rund, gefüllt) und uniaxial gepresste (eckig, offen) Halbzeug während des Aufschäumens bei einer konstanten Heizrate von 2 K s^{-1} und (b) 3D-Darstellung der separierten Poren (Risse) zum Endzeitpunkt $t = 9,8 \text{ s}$ für SP (oben) und UA (unten).

Abbildung III.6 zeigt die Porendichte- und Porositätsentwicklung zweier unterschiedlich kompakterer Aluminiumhalbzeuge mit 0,25 Gew.-% TiH₂ für ein Betrachtungsvolumen von 4 mm^3 und einer zeitlichen Auflösung von 5 tps. Die Porendichte der stranggepressten Probe steigt mit zunehmender Zeit (und Temperatur) vorerst immer schneller an, bis sie bei 7 s und ca. 1100 mm^{-3} abflacht. Die Porosität verläuft ähnlich, geht aber erst bei 8 s in den Bereich langsamen Anstiegs über und endet bei 6%. Die Verläufe für die uniaxial gepresste Probe sind weniger ebenmäßig und zeigen sowohl Zu- als auch Abnahmen der Werte über den Zeitverlauf. Die jeweils starken Porositätszunahmen bei 4, 5,2 und 9,2 s bei gleichzeitiger Abnahme der Porendichte lassen auf die Verbindung von Rissen untereinander schließen, was auch in den Tomogrammen erkennbar ist. Am Ende befinden sich im betrachteten Bereich mit 700 mm^{-3} nur etwa halb so viele Poren bei einer mit 16,5% fast dreimal so hohen Porosität wie in der stranggepressten

Probe (vgl. Abb. III.6(b)). Dies führt beispielsweise dazu, dass bereits in den frühen Stadien durch Entfernung der Randporen nur etwa 5 bis 30 Vol.-% der Poren (UA) lokal ausgewertet würden (vgl. Kap. II.3.2.2), wohingegen es mit 15 bis 60 Vol.-% bei der stranggepressten Probe mehr als doppelt so viele sind.

Wegen besagter Unterschiede wurde entschieden, weitere Auswertungen an stranggepressten (SP) Aluminiumhalbzeugen durchzuführen. Eine tomoskopische Aufnahme mit einer zeitlichen Auflösung von 1 tps und einem Betrachtungsvolumen von 3 mm^3 bei einer Voxelbreite von $3 \mu\text{m}$ für eine Aluminiumprobe (SP) mit 0,25 Gew.-% TiH_2 -Zusatz bildet den Ausgangspunkt der folgenden Untersuchungen.

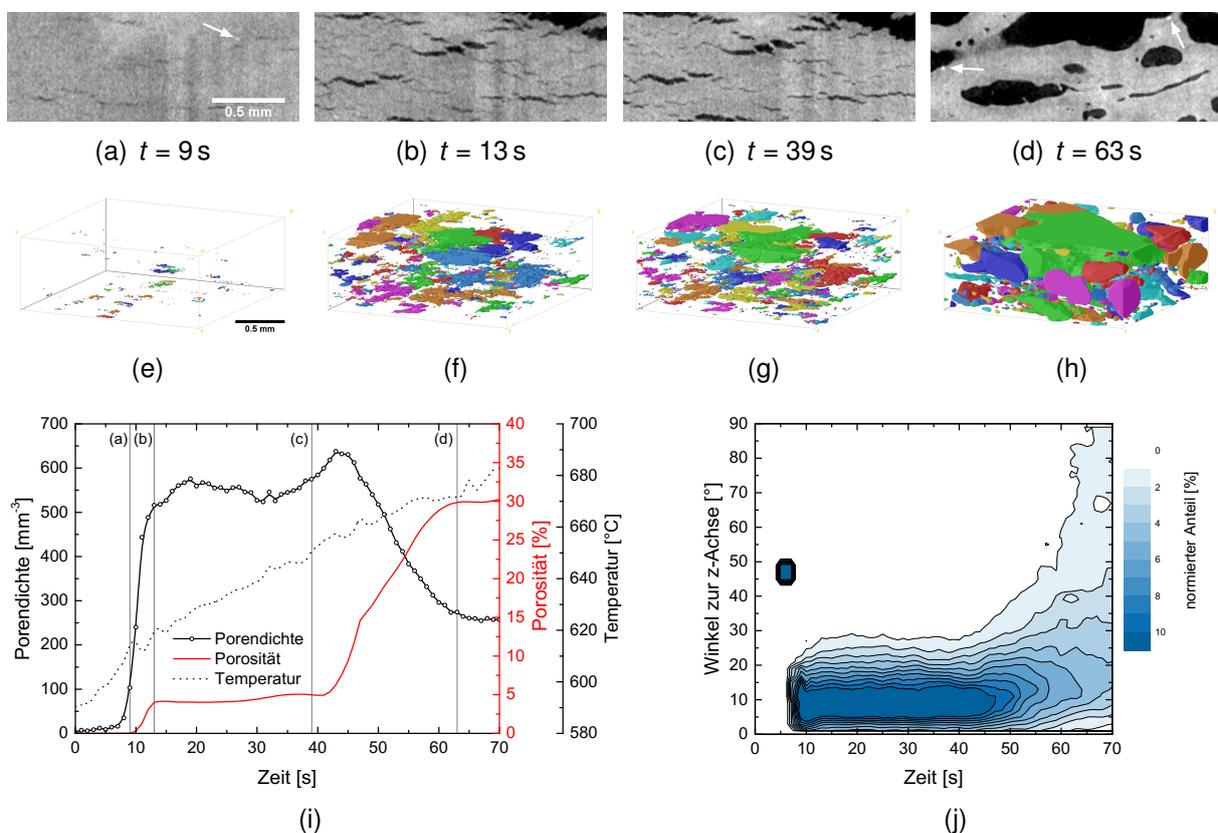


Abbildung III.7: Frühes Schäumstadium von Aluminium (a-d) vertikale Schnitte durch die Tomogramme und (e-h) 3D-Darstellungen der separierten Poren einer Aluminiumprobe (SP) mit 0,25 Gew.-% TiH_2 für verschiedene Zeiten (Aufnahmerate 1 tps), (i) Porendichten- (schwarz), Porositäts- (rot) und Temperaturverlauf (gestrichelt) des Aufschäumens und (j) Verteilung der Winkel zwischen kürzester Porenausdehnung und z-Achse.

AI Das frühe Stadium des Schäumens der Aluminiumprobe mit 0,25 Gew.-% TiH_2 (SP) wird in Abbildung III.7 gezeigt. In den 2 mm breiten und 0,75 mm hohen Schnitten in Abbildung III.7(a-d) sind die Matrix in grau, Poren in schwarz und, durch die im Ver-

gleich zu den anderen Bestandteilen hohe Röntgenabsorption von Ti, das Treibmittel in weiß (mit Pfeilen markiert) dargestellt. Darunter (Abb. III.7(e-h)) sind 3D-Darstellungen der separierten Poren des analysierten Volumens zu sehen. Die Farbdarstellung veranschaulicht in dieser Abbildung lediglich die Trennung der einzelnen Bereiche. Zu erkennen sind in der Ebene orthogonal zur kürzesten Probenausdehnung ausgerichtete Rissstrukturen, die ab etwa 9 s Experimentierzeit (610 °C an der Tiegeloberfläche) deutlich sichtbar sind (vgl. Abb. III.7(i) und (a,e)). Diese nehmen innerhalb der nächsten vier Sekunden in ihrer Anzahl auf über 500 mm⁻³ und an Porosität bis auf 4 % zu (vgl. III.7(b,f)) und stagnieren dann bis 39 s/650 °C auf diesem Niveau (vgl. III.7(c,g)). Im darauffolgenden Bereich, der in etwa mit dem Überschreiten der Schmelztemperatur des Aluminiums $T_m = 660$ °C zusammen fällt, steigt die Porosität erneut bis auf 30 % bei gleichzeitiger Abnahme der Porendichte auf 250 mm⁻³. Dies ist zum einen auf das limitierte Betrachtungsvolumen und zum anderen auf die beginnende Vereinigung einiger Risse zurückzuführen.

Abbildung III.7(j) zeigt die Porenanzahl-normierte Verteilung der Winkel zwischen den mit der Hauptkomponentenanalyse bestimmten kürzesten Porenachsen \vec{c}_i und der globalen z-Richtung \vec{z} . Der Verteilungsverlauf wurde zur besseren Veranschaulichung über einen Bereich von 4° und 2 s geglättet. Der Winkel wird aus dem Skalarprodukt

$$\vec{z} \cdot \vec{c} = z_1 c_1 + z_2 c_2 + z_3 c_3 = |\vec{z}| |\vec{c}| \cos \angle(\vec{z}, \vec{c}) \quad (\text{III.1})$$

mit $\vec{z} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}$ und dem normierten Vektor $\vec{c} = \begin{pmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \end{pmatrix}$ mit

$$\angle(\vec{z}, \vec{c}) = \frac{\arccos(c_3) \cdot 180^\circ}{\pi} \quad (\text{III.2})$$

berechnet.

Es ist im Bereich zwischen 7 und 50 s eine sehr enge Verteilung um einen Winkel kleiner als 10° erkennbar. Die Risse sind also stark (horizontal) ausgerichtet. Ab etwa 40 s verbreitert und verschiebt sich die Verteilung hin zu höheren Werten mit einem Maximum bei 17° nach 70 s. In III.7(d) ist erkennbar, dass sich die Poren zu diesem Zeitpunkt zu einem großen Teil bereits stark abgerundet haben. Die vermeintliche Häufung bei 5 s/50° ist ein auf die geringe Anzahl an Poren zu diesem Zeitpunkt zurückzuführendes Artefakt.

Zu beachten ist, dass die den Rand des Betrachtungsvolumens berührenden Poren zwar in die globalen Messwerte wie der Porendichte oder Porosität, nicht jedoch in die

lokalen Berechnungen wie der Achsenausrichtung (wie in II.3.2.2 beschrieben) miteinbezogen werden.

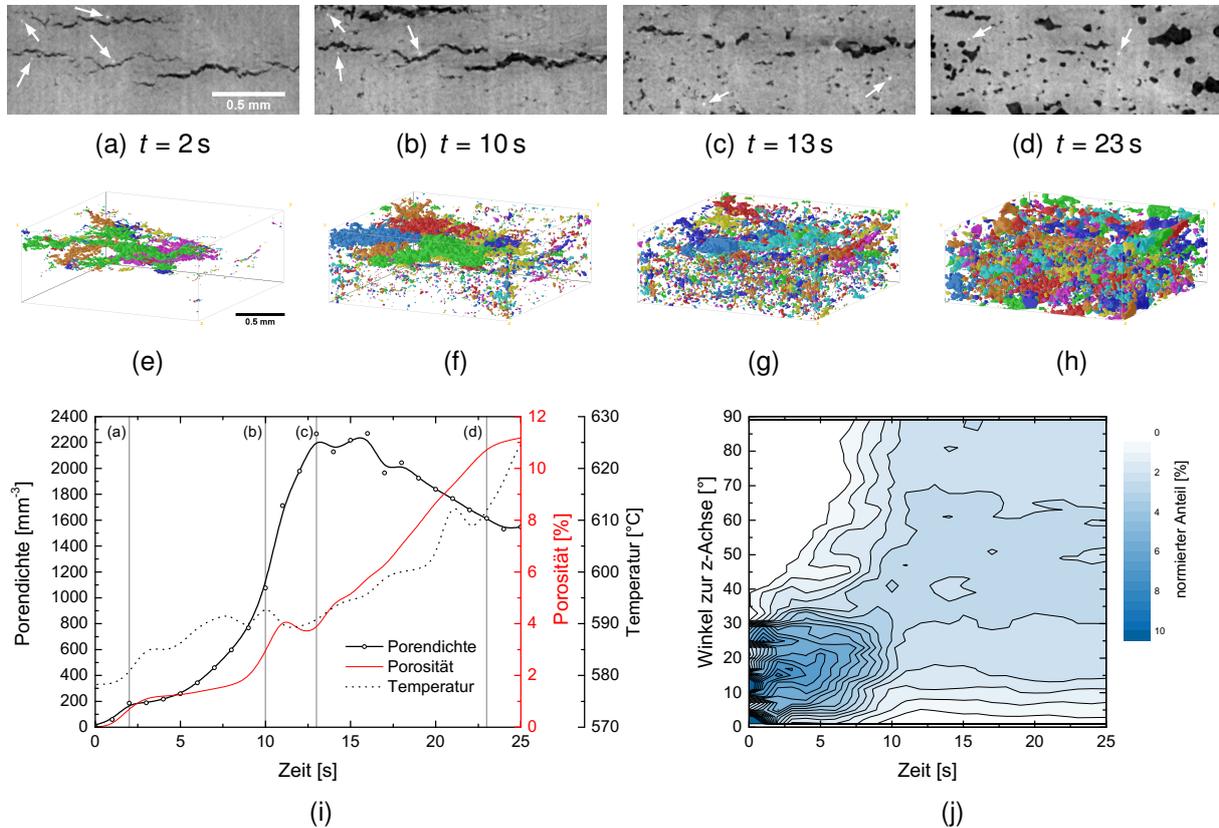


Abbildung III.8: Frühes Schäumstadium von AISi7 (a-d) vertikale Schnitte durch die Tomogramme und (e-h) 3D-Darstellungen der separierten Poren einer AISi7-Probe (UA) mit 0,25 Gew.-% TiH_2 für verschiedene Zeiten (Aufnahmerate 1 tps), (i) Porendichten- (schwarz), Porositäts- (rot) und Temperaturverlauf (gestrichelt) des Aufschäumens und (j) Verteilung der Winkel zwischen kürzester Porenausdehnung und z-Achse.

AISi7 Die Abbildung III.8 stellt analog zu Abbildung III.7 die Analyse des frühen Schäumstadiums für eine uniaxial gepresste Probe der Legierung AISi7 mit 0,25 Gew.-% TiH_2 (in III.8(a-d) mit Pfeilen markiert) dar. Zu Beginn, ab etwa 580°C (gemessener Temperatur), gibt es eine Rissentwicklung (vgl. III.8(a)), die mit einem Porositätsanstieg von 1 % einhergeht und, wie bei der Aluminiumprobe, eine Ausrichtung senkrecht zur Pressachse zeigt (vgl. III.8(f)). Im Anschluss daran kommt es zu einer zweiten Porenentwicklungsstufe mit einer starken Zunahme der Porendichte bis auf 2200 mm^{-3} bei einer Porosität von 4 % (vgl. III.8(c)). Die neu entstandenen Poren zeigen eine wesentlich breitere Verteilung der Achsenwinkel, die im Vergleich sowohl zum Anfang als auch zur Aluminiumprobe zu höheren Werten um 50° verschoben sind. Eine eindeu-

tige Ausrichtung der meisten Poren, wie am Anfang, ist somit nicht mehr vorhanden. Die diskreten Werte zu Beginn sind der geringen anfänglichen Anzahl an Poren zuzuschreiben. Die Porosität steigt zum Ende des betrachteten Bereichs hin weiter bis auf 11 % bei gleichzeitiger Abnahme der Porendichte auf 1500 mm^{-3} .

III.2.2. Porenentstehung aus der Schmelze

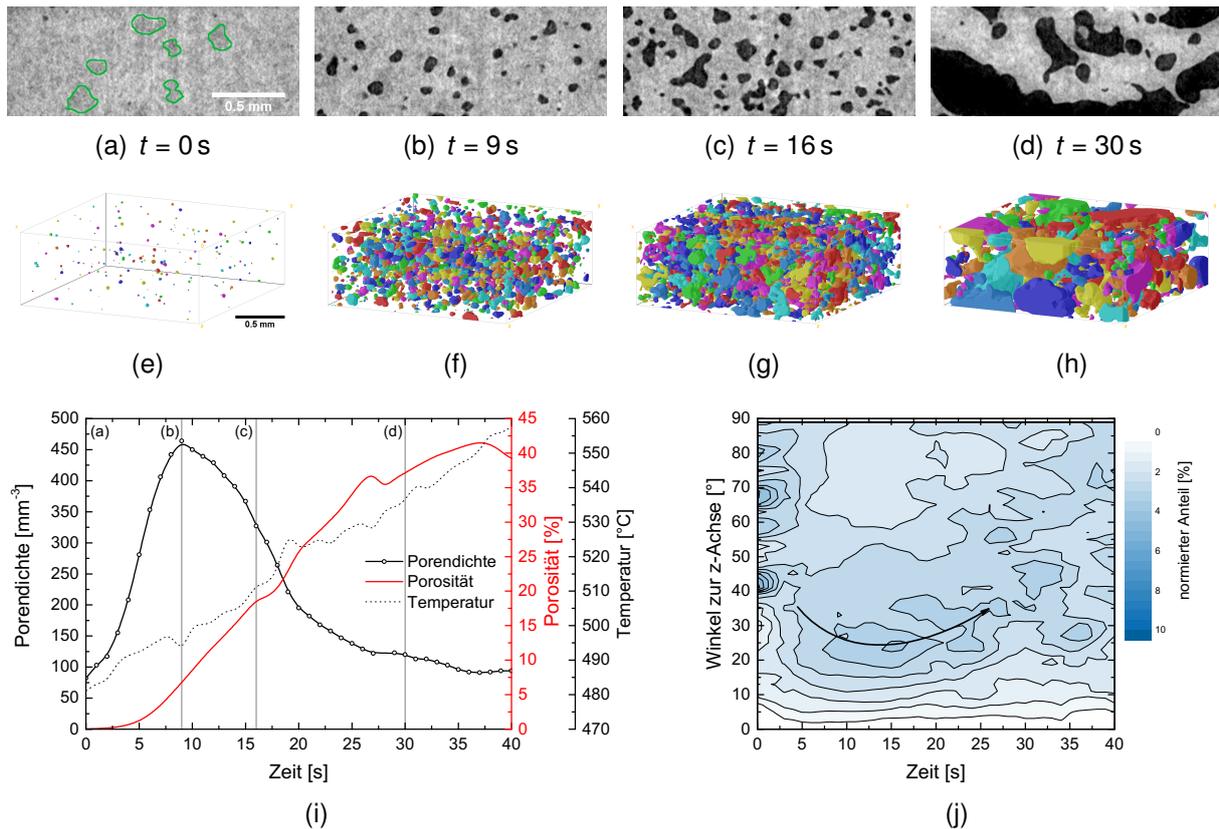


Abbildung III.9: Frühes Schäumstadium von AlMg17,5 (a-d) vertikale Schnitte durch die Tomogramme und (e-h) 3D-Darstellungen der separierten Poren einer AlMg17,5-Probe (UA) ohne zusätzliches Treibmittel für verschiedene Zeiten (Aufnahmerate 1 tps), (i) Porendichten- (schwarz), Porositäts- (rot) und Temperaturverlauf (gestrichelt) des Aufschäumens und (j) Verteilung der Winkel zwischen kürzester Porenausdehnung und z-Achse.

AlMg17,5 Die in dieser Arbeit betrachteten magnesiumhaltigen Legierungen zeigen eine andere Art der Porenbildung. Die Porenentstehung in der AlMg17,5-Probe (UA) ohne zugesetztes Treibmittel (Gasquelle: AlMg50 Pulver) wird in Abbildung III.9 gezeigt. In den tomographischen Schnitten III.9(a-d) sind dunklere Bereiche zu erkennen, die zum Teil grün umrandet wurden. Diese stellen die ehemaligen AlMg50-Pulverpartikel dar (vgl. Abb. III.5(c)). Zu Beginn, bei 480 °C gemessener Temperatur, sind bereits runde Poren entstanden, die in kurzer Zeit eine weniger regelmäßige Form annehmen

(vgl. III.9(a) und (b)). Einige haben sich bei $t = 9$ s bereits vereinigt, was sich im weiteren Verlauf fortsetzt und zu großen, untereinander verbundenen Bereichen zum Ende des Betrachtungszeitraums führt (siehe III.9(d)). Die Porosität steigt in den ersten 25 s stetig und schnell ($1,7\% \text{ s}^{-1}$) an und endet mit einem leichten Abfall bei 40 %. Die maximale Porendichte von ca. 450 mm^{-3} ist nach 9 s erreicht. Sie fällt daraufhin schnell ab und erlangt einen Wert von 100 mm^{-3} (vgl. III.9(e)). Bei Erreichen des Anzahlmaximums bildet sich eine leichte Ausrichtung der kürzesten Porenachsen in z-Richtung aus, welche kurz darauf wieder verschwindet (vgl. III.9(f)).

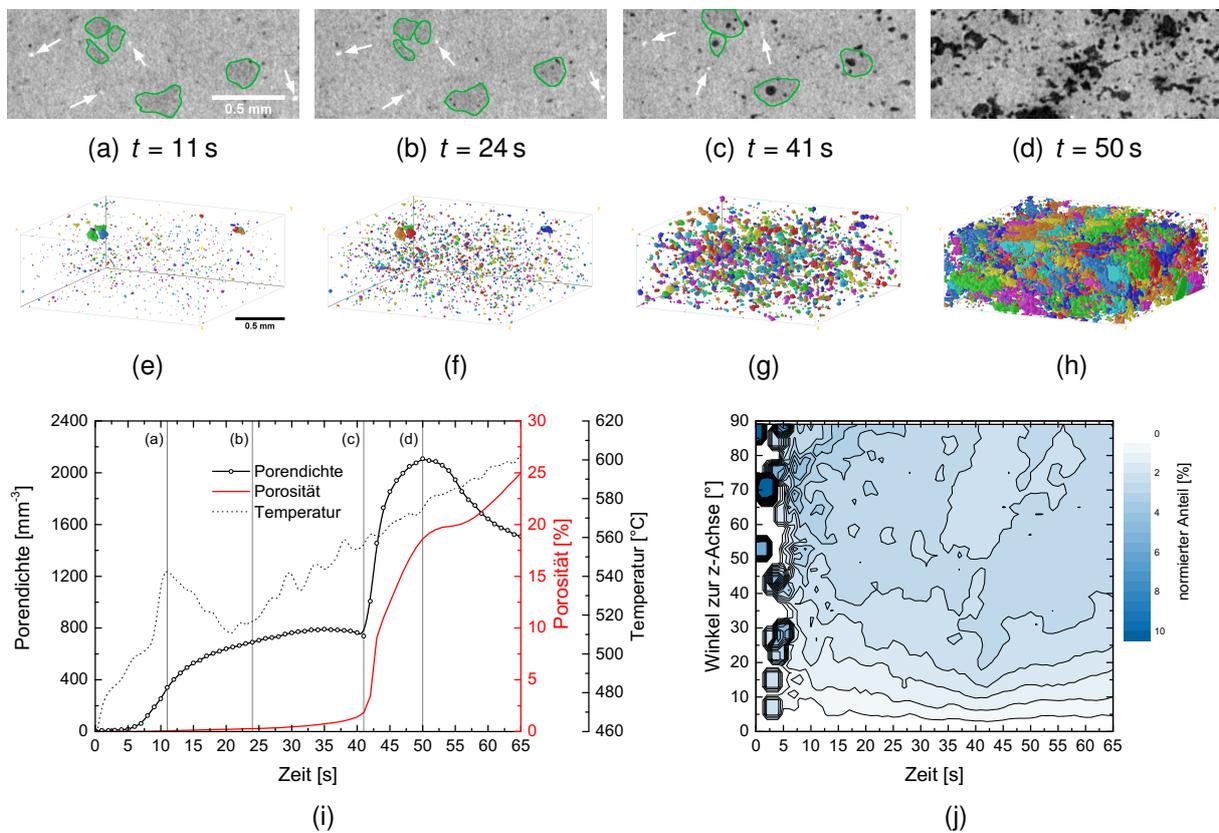


Abbildung III.10: Frühes Schäumstadium von AlSi8Mg4 (a-d) vertikale Schnitte durch die Tomogramme und (e-h) 3D-Darstellungen der separierten Poren einer AlSi8Mg4-Probe (UA) mit 0,25 Gew.-% TiH_2 für verschiedene Zeiten (Aufnahmerate 1 tps), (i) Porendichten- (schwarz), Porositäts- (rot) und Temperaturverlauf (gestrichelt) des Aufschäumens und (j) Verteilung der Winkel zwischen kürzester Porenausdehnung und z-Achse.

AlSi8Mg4 Die Legierung AlSi8Mg4 + 0,25 % TiH_2 (UA) wird in Abbildung III.10 betrachtet. Es handelt sich dabei um eine andere Probe, als in Abbildung III.2. In III.10(a-d) sind die in ihrer Absorption schwächeren und daher im Grauwert dunkleren ehemaligen AlMg50-Pulverpartikel grün und die TiH_2 -Partikel mit weißen Pfeilen markiert

(vgl. Abb. III.5(d)). Auffällig ist die in zwei Schritten ablaufende Porenentwicklung. Im ersten Schritt entstehen ab etwa 480 °C runde Poren III.10(a), die anwachsen und sich lokal vereinigen (III.10(b) und (c)), was zu einer leichten Abnahme der Porendichte vom bis dorthin erreichten Maximum bei 790 mm⁻³ auf 740 mm⁻³ führt. Es ist zu sehen, dass sie bevorzugt in den grün markierten Bereichen entstehen. Die Porosität in diesem Stadium ist mit unter 2% gering. Der zweite Anstieg ab 560 °C führt zu einer Porendichte von über 2000 mm⁻³ und geht mit einem großen Anstieg der Porosität auf ca. 20% kurz nach Erreichen des Porendichtemaximums III.10(d) einher. Die Poren verbinden sich untereinander zu größeren Bereichen. Eine Ausrichtung der Poren ist, wenn überhaupt, dann nur sehr leicht zu Beginn des zweiten Schritts (30 bis 40°) zu beobachten (vgl. III.10(f)). Die Winkel sind jedoch sehr gleichmäßig verteilt und die Struktur wirkt nicht rissartig. Artefakte am Anfang sind auf die in III.10(e) und (f) gut erkennbaren großen Poren zurückzuführen, die bereits vor dem Betrachtungszeitraum entstanden sind. Der unstete Temperaturverlauf zu Beginn der Messung ist auf den in Kapitel II.2.2 beschriebenen Effekt zurückzuführen, der durch das Stoppen und erneute Anfahren des Tiegels in Erscheinung tritt.

Aus den ermittelten Porendichten lassen sich durch Ableiten nach der Zeit die Nukleationsratendichten \dot{n} mit

$$\dot{n} = \frac{dn}{dt} \quad (\text{III.3})$$

berechnen.

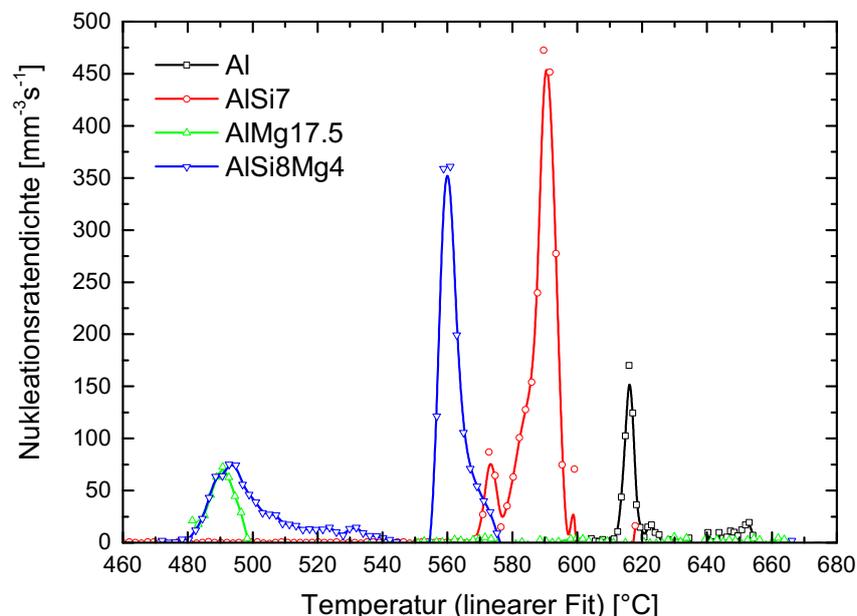


Abbildung III.11: Nukleationsratendichte der Poren über der steigenden Schäumtemperatur (linear approximiert) für die vier betrachteten Legierungen (schwarz: Al + 0,25 Gew.-% TiH₂ (SP), rot: AlSi7 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA), grün: AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) und blau: AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA)).

Abbildung III.11 zeigt die Nukleationsratendichten der vier untersuchten Legierungen über der Temperatur. Diese musste dafür mit einem linearen Fit angepasst werden. Die magnesiumhaltigen Legierungen haben bei 490 °C einen ähnlichen Verlauf bis auf ein Maximum von $75 \text{ mm}^{-3} \text{ s}$, wobei AlSi8Mg4 noch bis zu höheren Temperaturen eine positive, aber abfallende Rate aufweist, die bei Erreichen der zweiten Porenbildungsphase bei 560 °C stark ansteigt bis auf über $350 \text{ mm}^{-3} \text{ s}$. Auch AlSi7 zeigt zwei aufeinanderfolgende Peaks bei 575 bzw. 590 °C, wobei der zweite Peak den höchsten der vier Legierungen mit einer Rate von $470 \text{ mm}^{-3} \text{ s}$ darstellt. Bei höheren Temperaturen zeigt die Aluminiumprobe eine zuerst höhere Nukleationsratendichte von $170 \text{ mm}^{-3} \text{ s}$ bei 615 °C und einen zweiten, kleineren und verbreiterten Peak von nur $20 \text{ mm}^{-3} \text{ s}$ bei 650 °C.

III.3. Das Porenwachstum

Die im vorhergehenden Kapitel betrachteten Poren wachsen und bilden charakteristische Formen aus, deren Entwicklungen während des Wachstums im Folgenden betrachtet werden.

Die Entwicklung der volumengewichteten Porengrößenverteilung (äquivalenter Porendurchmesser) für die vier betrachteten Legierungen ist in Abbildung III.12 dargestellt. Die Al-Probe (Abb. III.12(a)) zeigt eine sehr breite Verteilung mit einigen diskreten Werten, die sich zwischen 10 und 40 s bei 50 bis 250 μm wenig verändern. Nach 40 s verschiebt sich die Verteilung zu höheren Werten und wird breiter. Für die AlSi7-Probe hat die Verteilung (Abb. III.12(b)) anfangs größere Einzelwerte, die auf die im vorherigen Kapitel bereits besprochenen Risse zurückzuführen sind. Die neu entstehenden Poren bei 9 s haben einen mittleren Durchmesser von 20 μm , welcher sich im Betrachtungszeitraum bei gleichzeitiger Verbreiterung der Verteilung auf etwas über 50 μm erhöht. Die vor Beginn des Betrachtungszeitraums bereits entstandenen Poren in der AlMg17,5-Legierung (Abb. III.12(c)) haben einen mittleren Durchmesser von etwa 30 μm , welcher bis 16 s bei sich verbreiternder Verteilung auf ca. 140 μm ansteigt. Der darauf folgende Anstieg fächert sich auf, wobei sich das untere Ende der Verteilung nur noch wenig verändert. Der mittlere Porendurchmesser der Legierung AlSi8Mg4 (Abb. III.12(d)) beginnt bei etwa 15 μm und steigt bis zum Ende des ersten Bereichs bis 41 s auf etwa 50 μm bei nur geringfügiger Verbreiterung der Verteilung, die in diesem Bereich die schmalste der vier betrachteten Legierungen ist. Nach Übergang in den zweiten Bereich nach 41 s nimmt ein Teil der Poren abrupt an Durchmesser zu, während weiterhin ein großer Anteil kleinerer Poren mit Durchmessern zwischen 20 und 50 μm bis zum Ende des Betrachtungszeitraums besteht.

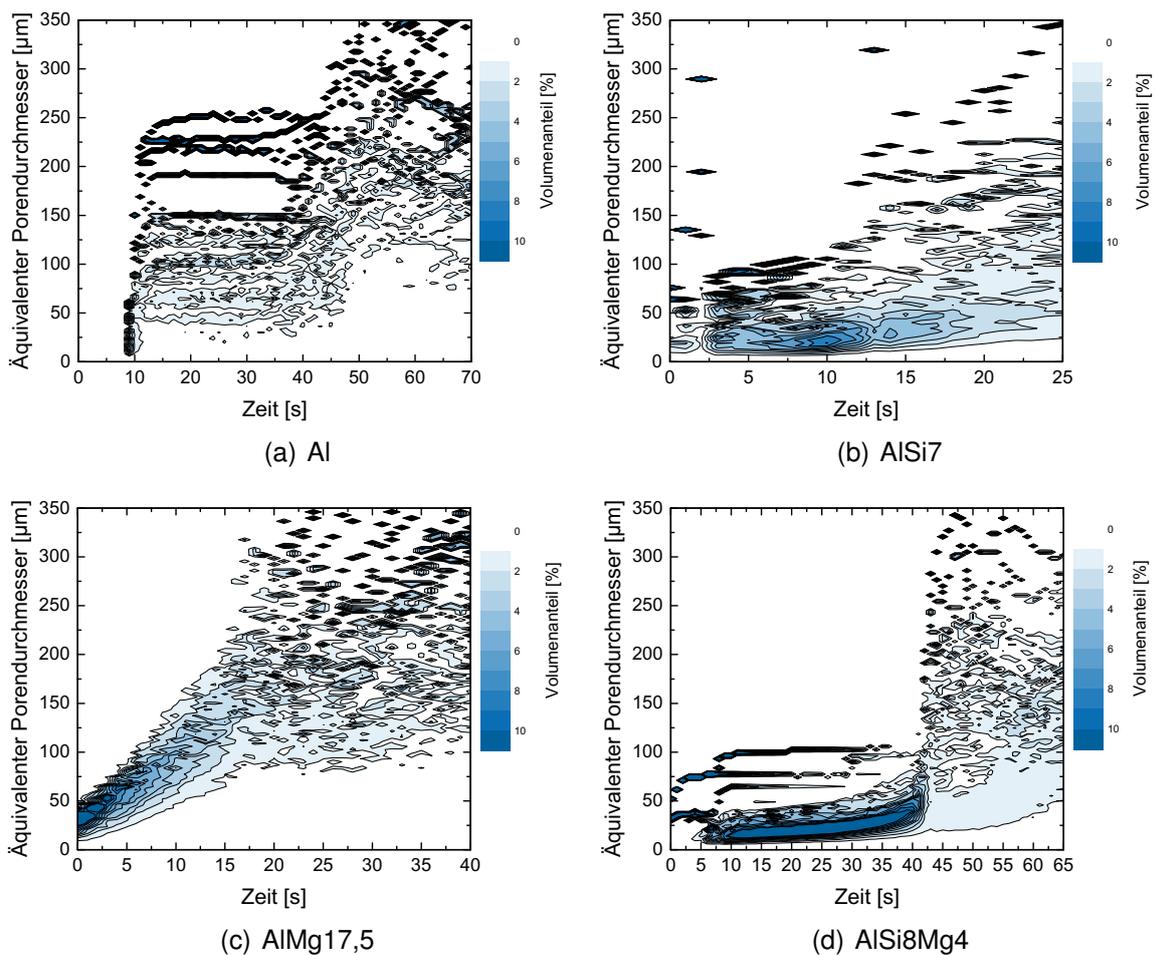


Abbildung III.12: Volumengewichtete Porengrößenverteilung der Legierungen (a) Al + 0,25 Gew.-% TiH₂ (SP), (b) AlSi7 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA), (c) AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) und (d) AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA).

III.3.1. Entwicklung der Porenmorphologie

Im Folgenden wird die sich mit der Schäumzeit verändernde Morphologie der Poren beleuchtet.

Al Abbildung III.13(a) zeigt die Anzahl-normierte Sphärizitätsverteilung bzw. ihre Veränderung während des Aufschäumens über den bereits zuvor in Abbildung III.7 betrachteten Zeitbereich. Ein Verteilungsmaximum bei geringen Werten von etwa 0,1 ist bis zu einer Schäumzeit von 40 s zu beobachten. Darauf folgend gibt es einen Anstieg der mittleren Sphärizität bis auf ca. 0,7 einhergehend mit einer Verbreiterung der Verteilung.

Die mittlere Porenform lässt sich zu den verschiedenen Zeiten aus Abbildung III.13(b) ablesen. Eine Veränderung weg von einem durch sehr flache Poren geprägten, An-

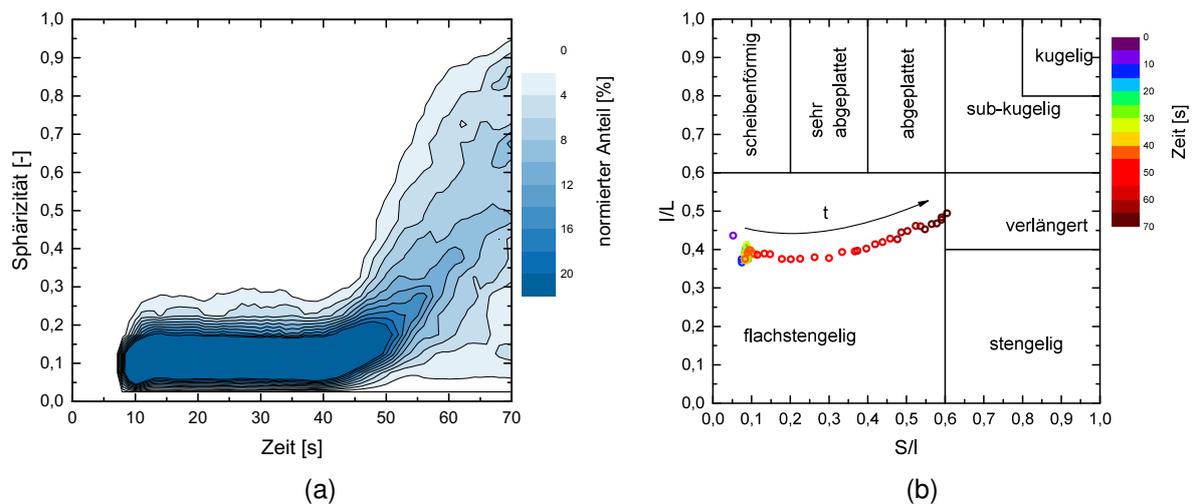


Abbildung III.13: Charakterisierung der Porenform in frühen Schäumstadien von Aluminium + 0,25 Gew.-% TiH₂ (SP) (a) Sphärizitätsverteilung und (b) durchschnittliche Porenform nach ZINGG (siehe Kap. II.3.2.2) über der Schäumzeit (vgl. Abb. III.7).

fangsbereich ($S/I \sim 0,1$) hin zu $S/I \sim 0,6$ bei gleichzeitigem Anstieg von $I/L \sim 0,4$ auf $\sim 0,5$ ist erneut ab ca. 40 s zu beobachten.

AlSi7 Die Sphärizitäten der Poren aus der Legierung AlSi7 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) verteilen sich zu Schäumbeginn bei niedrigen Werten um 0,25 (vgl. Abb. III.14(a)), welche jedoch höher liegen als bei der Aluminiumprobe. Nach Überschreiten des Rissbildungsbereichs, mit der starken Zunahme der Porendichte (siehe Abb. III.8(i)) zusammenfallend, steigt auch das Sphärizitätsverteilungsmaximum auf Werte zwischen 0,4 und 0,5 bei einer Zunahme der Verteilungsbreite.

Die Formentwicklung ist ähnlich zur Entwicklung der Poren im Aluminiumhalbzeug, beginnt jedoch bei einer etwas weniger flachen ($S/I \sim 0,15$), dafür jedoch länglicheren ($I/L \sim 0,35$) Form (vgl. Abb. III.14(b)). Die Verschiebung des Formmittels geht anfangs schneller (zu einem Großteil innerhalb von 5 s), später langsamer und verläuft etwas unterhalb (zu länglicheren Formen verschoben) der Entwicklung der Aluminiumprobe.

AlMg17,5 Beginnend bei $\psi_{MP} > 0,8$ zeigt sich die Entwicklung der Porensphärizität in AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) (Abb. III.15(a)). Nach einem kurzen Anstieg, der auf die limitierte Ortsauflösung und die mit zunehmendem Objektvolumen einhergehende bessere Formabschätzung zurückzuführen ist, fällt die mittlere Sphärizität auf Werte um 0,4, um im weiteren Verlauf nahezu linear wieder auf 0,75 anzusteigen, wobei aber ein Teil der betrachteten Poren bei niedrigeren Werten bis zu 0,25 verbleibt.

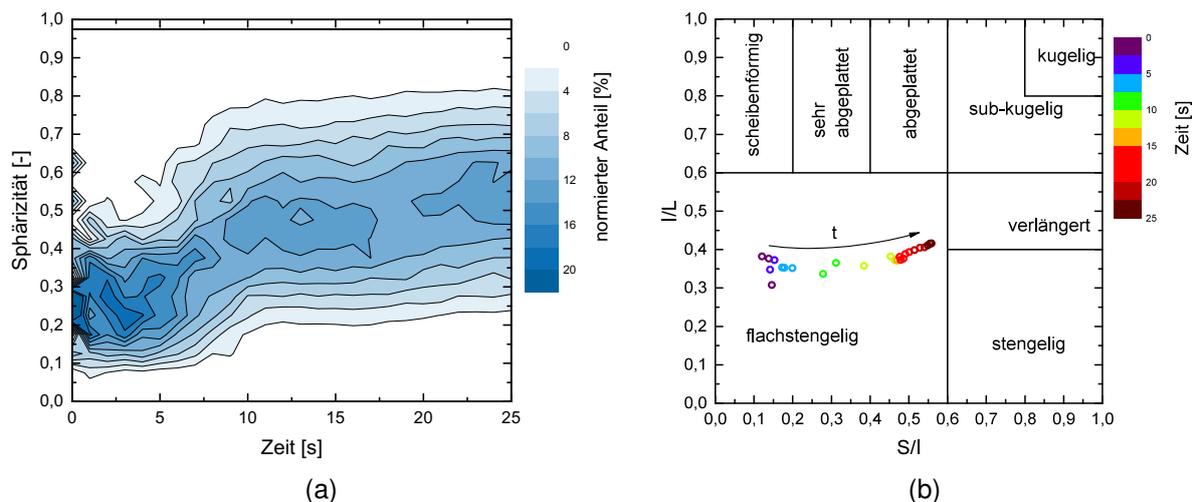


Abbildung III.14: Charakterisierung der Porenform in frühen Schäumstadien von AISi7 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) (a) Sphärizitätsverteilung und (b) durchschnittliche Porenform nach ZINGG über der Schäumzeit (vgl. Abb. III.8).

Auch die mittlere Porenform (Abb. III.15(b)) entwickelt sich anders als in den vorher betrachteten Legierungen. Sie beginnt, wie aus der Sphärizität bereits vermutet, im kugeligen Bereich (S/I und $I/L \sim 0,85$). Ihre Werte fallen dann bis etwa 15 s auf $S/I \sim 0,5 / I/L \sim 0,4$ in den flachstengeligen Grenzbereich ab (t_1), um sich daraufhin auf dem selben Weg, jedoch langsamer, innerhalb von 25 s wieder in Richtung sub-kugelig bei $S/I \sim 0,7 / I/L \sim 0,6$ zu erhöhen (t_2).

AlSi8Mg4 Die Sphärizitätsentwicklung in AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA), zu sehen in Abbildung III.16(a), folgt einem ähnlichen Verlauf wie die der Legierung AlMg17,5, allerdings mit einem längeren Anfangsbereich. Dieser erstreckt sich bei $\Psi \sim 0,8$ bis etwa 35 s, wobei ein Anteil der Poren bereits vor 20 s beginnt, niedrigere Sphärizitäten aufzuweisen. Nach einem Sprung zu im Mittel niedrigeren Werten von 0,5 bei Erreichen der zweiten Porenbildungsphase ab 42 s geht die Sphärizität in eine Erhöhung bis 0,7 bei gleichbleibender Verteilungsbreite bis zum Ende des Betrachtungszeitraums über.

Die mittlere Porenform (Abb. III.16(b)) verhält sich erneut ähnlich zur Form der AlMg17,5-Legierung, wobei die ersten Werte bis 15 s (t_1) von den zuvor entstandenen großen Poren bestimmt werden, schwankend über einen großen Bereich verteilt sind und sich erst durch die Entstehung der neuen runden Poren hin zu höheren Werten im sub-kugeligen Bereich verschieben ($S/I \sim 0,75 / I/L \sim 0,7$). Mit zunehmender Schäumzeit längen sich die Poren im ersten Porenentwicklungsbereich bis 35 s (t_2), um danach mit Eintritt in den zweiten Porenentwicklungsbereich in den flachstenge-

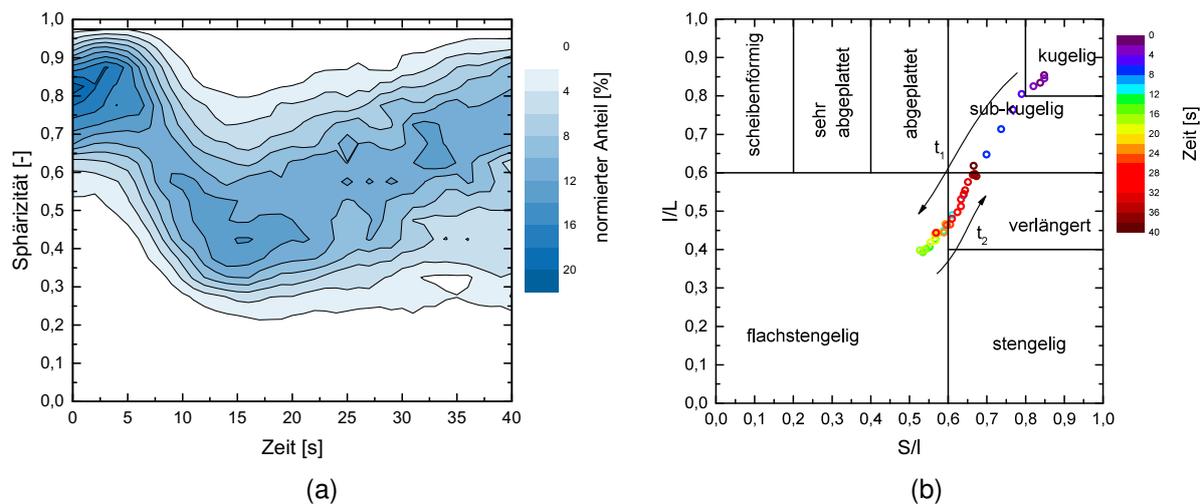


Abbildung III.15: Charakterisierung der Porenform in frühen Schäumstadien von AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) (a) Sphärizitätsverteilung und (b) durchschnittliche Porenform nach ZINGG über der Schäumzeit mit den zwei aufeinanderfolgenden, eingezeichneten Verläufen t_1 und t_2 (vgl. Abb. III.9).

ligen Bereich bei $S/I \sim 0,5$ / $I/L \sim 0,4$ bis etwa zum Porendichtemaximum bei 50 s überzugehen (t_3). Der darauf folgende Anstieg bis $S/I \sim 0,65$ / $I/L \sim 0,5$ ist in Richtung des länglichen Bereichs verschoben.

III.3.2. Koaleszenz

Für die Legierung AlMg17,5 wurde bereits festgestellt, dass sich die Poren, so sie denn nahe beieinander sind, in frühen Stadien vereinigen (vgl. Abb. III.9(b)). Um genauere Aussagen darüber treffen zu können, wurde ein weiteres Experiment mit einer zeitlichen Auflösung von 5 tps über einen Zeitraum von 10 s zu Beginn der Porenentwicklung (vor Erreichen des Porendichtemaximums aus Abb. III.9(i)) durchgeführt. Die Übereinstimmung der Messwerte für die beiden Experimente während des Überlappungszeitraums war hierbei sehr hoch.

Bei näherer Betrachtung der Tomogramme wurde eine der ersten Koaleszenzen, dargestellt in Abbildung III.17(b), bei 6,6 s entdeckt. Diese fällt in etwa mit dem Anstiegswechsel des in Abbildung III.17(a) dargestellten Porendistanzverhältnisses, berechnet aus der Summe der mittleren Materialstärke \bar{s} und des mittleren Porendurchmessers \bar{D} , normiert mit Letzterem, vom steil von 14 auf $5 \bar{D}$ abfallenden Anfangsbereich zwischen 0 und 6 s in den Bereich des langsameren Abfallens von 2 auf $1,5 \bar{D}$ zwischen 10 und 20 s zusammen.

Für die Quantifizierung der auftretenden Koaleszenzen ist es allerdings nötig, die Poren zu verfolgen, um zu wissen, welche Pore sich zu welchem Zeitpunkt wo befindet oder

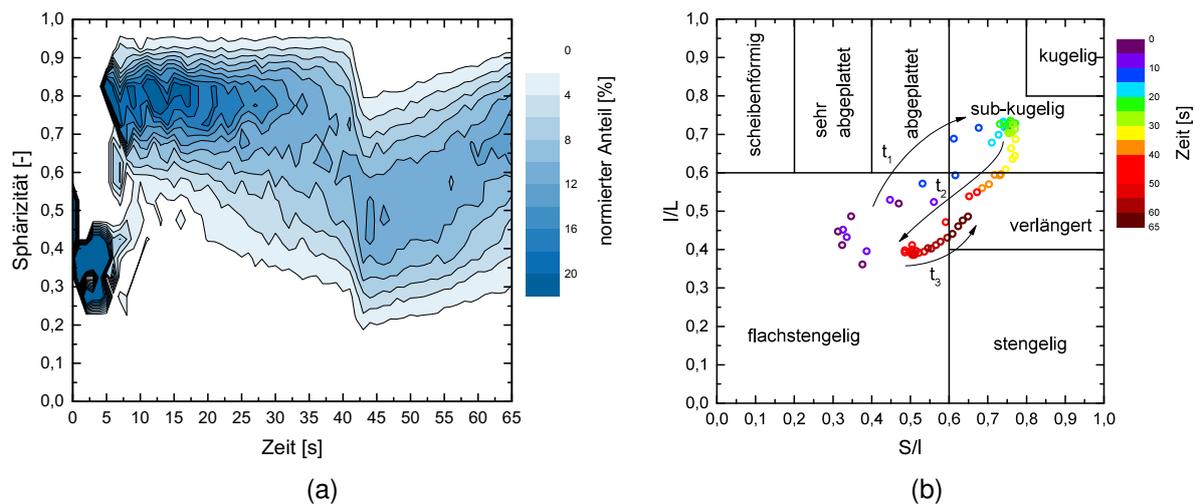


Abbildung III.16: Charakterisierung der Porenform in frühen Schäumstadien von AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) (a) Sphärizitätsverteilung und (b) durchschnittliche Porenform nach ZINGG über der Schäumzeit mit den drei aufeinanderfolgenden, eingezeichneten Verläufen t_1 , t_2 und t_3 (vgl. Abb. III.10).

gegebenenfalls verschwindet. Um das Wachstum der einzelnen Poren zu verfolgen, wurde der in Kapitel II.3.2.2 beschriebene Tracking-Algorithmus auf die Poren einer AlMg17,5-Probe ohne Treibmittel, die mit einer Geschwindigkeit von 5 tps tomoskopiert wurde, angewandt. Die maximale Verknüpfungsdistanz zwischen den Porenschwerpunkten war hierbei auf 30 μm bei einem Volumenveränderungslimit von +200 % respektive -20 % eingestellt. Abbildung III.18 zeigt hierbei für drei Zeiten aus besagtem Experiment die nach den globalen (getrackten) Porenindizes eingefärbten Porenvolumina. Es handelt sich hierbei um ca. 400 (a), 900 (b) und 1100 (c) identifizierte Poren. Abbildung III.19 zeigt den Verlauf der Porendichte, bestimmt durch das einfache Zählen aller Poren im Betrachtungsvolumen zu jedem Zeitpunkt, die aufsummierte Anzahl neu erscheinender Poren ermittelt über die Porenverfolgung und selbige für verschwundene Poren. Zu Beginn des Experiments werden schon etwa 20 Poren pro mm^3 gezählt, die in ihrer Anzahl erst langsam, später schneller zunehmen, einen Wendepunkt bei etwa 7 s durchlaufen und ein Maximum von 280 mm^{-3} nach 9 s erreichen. Dieses Experiment ist, wie in Abbildung III.17(a) bereits für die Porosität zu sehen mit dem Anfangsbereich des Experiments aus Abbildung III.9(i) zu vergleichen. Die Anzahl neu entstandener Poren pro Volumeneinheit (grün) zeigt einen stärker ansteigenden Verlauf, der am Ende nicht so stark abflacht. Der Verlauf für die verschwundenen Poren (rot) steigt anfänglich sehr flach, später ab etwa 6 s dann stärker und nimmt bis zum Ende hin immer stärker zu.

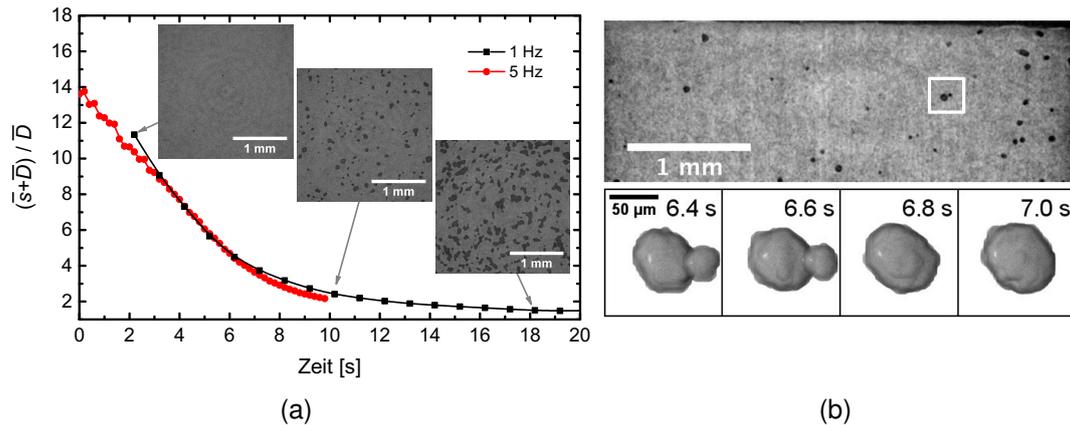


Abbildung III.17: Untersuchung der Koaleszenz in AlMg17,5: (a) Durchmesser-normalisierter mittlerer Porenabstand über der Schäumzeit für zwei Experimente unterschiedlicher zeitlicher Auflösung mit horizontalen Schnitten der Tomogramme zu den eingezeichneten Zeitpunkten und (b) vertikaler tomographischer Schnitt und 3D-Rendering eines beobachteten Koaleszenzereignisses [KGMN⁺16].

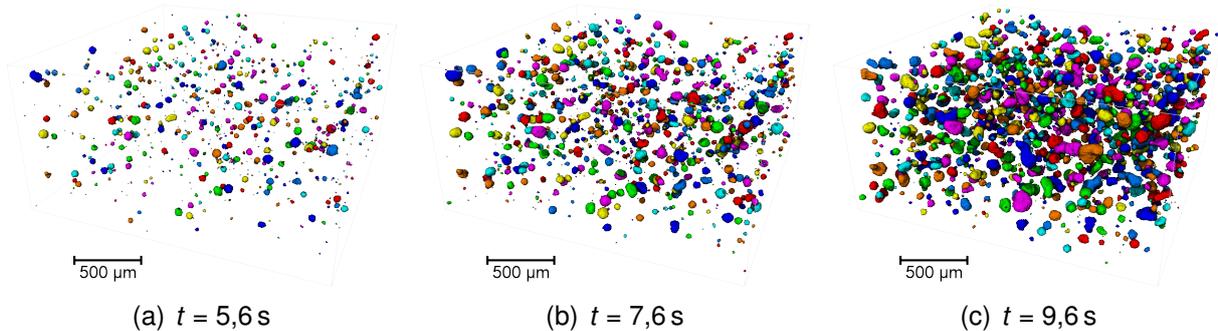


Abbildung III.18: Porenverfolgung anhand einer AlMg17,5-Probe ohne Treibmittel für (a) 5,6 s, (b) 7,6 s und (c) 9,6 s Experimentierzeit. Zeitlich zueinander zugeordnete Poren besitzen die gleiche Farbe.

III.3.3. Vergrößerung

Nicht nur die reine Anzahl, sondern beispielsweise auch die Entwicklung der Porenvolumina kann für jede erfolgreich verfolgte Pore ermittelt werden. Abbildung III.20(a) zeigt zehn der zum Ende hin größten Poren und ihre Volumenentwicklung über der Zeit. Die Volumina steigen erst langsam innerhalb der ersten 5 s auf im Schnitt $5 \cdot 10^4 \mu\text{m}^3$, um im weiteren Verlauf bis 10 s auf bis zu $7 \cdot 10^5 \mu\text{m}^3$ zu wachsen. Zur besseren Nachvollziehbarkeit ist der äquivalente Porendurchmesser auf der rechten y-Achse angegeben.

Abbildung III.20(b) zeigt zehn der größten, über einen Zeitraum von mehr als einer Sekunde (fünf Tomogrammen) schrumpfenden Poren. Ihr Volumen verläuft anfänglich ähnlich zu den Poren aus Abbildung III.20(a), die Verläufe flachen jedoch stärker ab

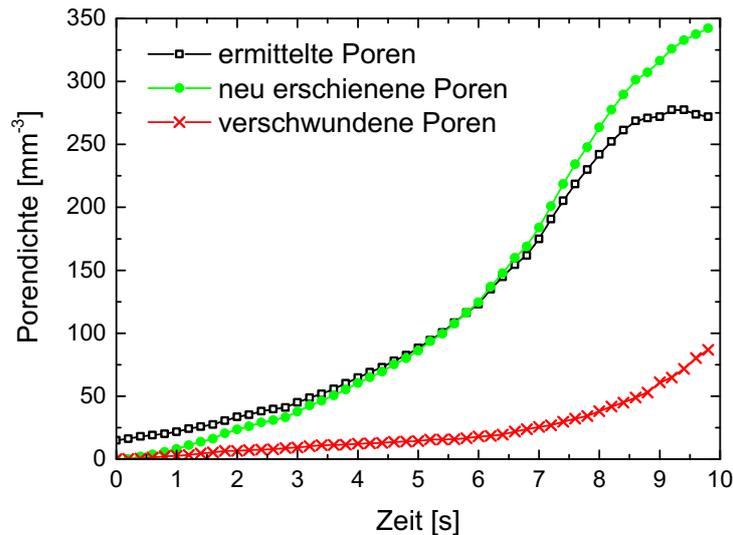


Abbildung III.19: Porendichteverlauf (schwarz), Verlauf der aufsummierten, neu erschienenen Poren (grün) und verschwundenen Poren (rot) über der Experimentierzeit einer AlMg17,5-Probe ohne Treibmittel.

und erreichen ihre Maxima zwischen 7 und 9 s. Insgesamt wurde bei etwa 7% aller Poren ein Schrumpfen am Ende des Porenbestehens bzw. Betrachtungszeitraums festgestellt.

III.3.4. Gefügeeinfluss

In den vorherigen Kapiteln wurde für die AlSi8Mg4-Legierung eine Mehrstufigkeit in der Entstehung bzw. Entwicklung der Poren festgestellt. Im Folgenden wird die erste Stufe der Porenentwicklung untersucht.

Da sich die Porenformen und -dichten der Mg-haltigen Legierungen in einem ähnlichen Verlauf entwickeln, bietet sich ein Vergleich an. Abbildung III.21 zeigt die bereits in den Abbildungen III.12(c) und (d) gezeigten, jedoch zum direkten Vergleich für jede Zeit mit einer Normalverteilung beschriebenen mittleren äquivalenten Porendurchmesser, ihre Standardabweichungen und das die Güte des Fits beschreibende Bestimmtheitsmaß R_{adj}^2 für die beiden Legierungen AlMg17,5 und AlSi8Mg4. Die Temperaturen können für die dargestellten Zeiten als gleich angenommen werden. Im betrachteten Bereich (mit Ausnahme der jeweiligen Anfangs- und Endwerte) ist die Beschreibung einer GAUSS-Verteilung mit einem R_{adj}^2 zwischen 0,9 und 1 durchaus gerechtfertigt. Der mittlere Porendurchmesser der Legierung AlMg17,5 steigt innerhalb der ersten 16 s von 30 steil auf 170 μm an, bei gleichzeitiger Verbreiterung der Verteilung mit einer Standardabweichung von 10 auf 50 μm . Bei der Legierung AlSi8Mg4 fällt beides geringer aus mit einem Anstieg von $20 \pm 6 \mu\text{m}$ auf $40 \pm 12 \mu\text{m}$ bis 40 s.

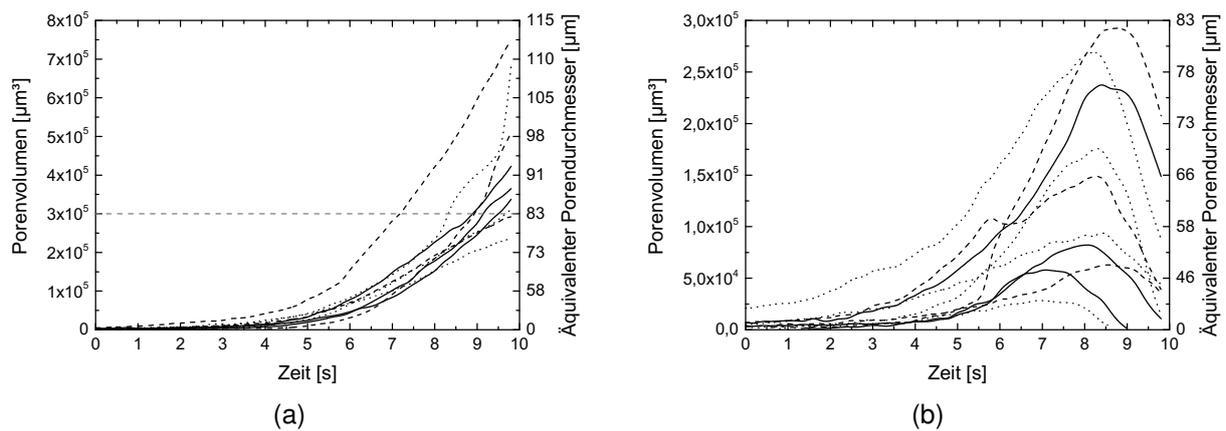


Abbildung III.20: Volumenentwicklung verfolgter Poren der Legierung AlMg17,5 für (a) überdurchschnittlich große Poren und (b) Poren, die zum Ende ihres Verlaufs schrumpfen (zu beachten ist die Skalierung von (b) auf Höhe der gestrichelten Linie in (a)).

Untersuchung der Phasen in AlMg50 Die bisher betrachteten magnesiumhaltigen Legierungen haben das AlMg50-Pulver als Magnesiumquelle gemeinsam. Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme in Abbildung III.22(a) zeigt das Gefüge der Legierung AlMg17,5 ohne Treibmittelzugabe und den Linienvorlauf der EDX-Messung. Die dunkleren Bereiche sind den ehemaligen AlMg50-Partikeln und die helleren, den Al-Pulverpartikeln zugeordnet. Der Linienscan in Richtung des Pfeils ist in Abbildung III.22(b) zu sehen und zeigt, dass es sich dabei um eine stark gesättigte Mischkristallphase (Al) (Intensitätsverhältnis 5:1) und eine β - Al_3Mg_2 -Phase (in der Literatur auch oftmals mit dem Verhältnis Al_8Mg_5 angegeben) handelt. Die vormalig eingemischte γ - $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ -Phase ist nach dem Heißpressen vollständig in β umgewandelt. Ein Intensitätseinbruch bei $31 \mu\text{m}$ fällt zusammen mit dem Überschreiten eines in der REM-Aufnahme schwarz dargestellten Bereichs an der Korngrenze der zwei Phasen. Es wurden keine anderen Elemente detektiert.

In Abbildung III.23(a) sieht man das rasterelektronenmikroskopisch aufgenommene Bild eines ehemaligen AlMg50-Pulverpartikels in der Legierung AlSi8Mg4 mit $0,25 \text{ Gew.-% TiH}_2$ mit der eingebrannten EDX-Linienmessung, welche in Richtung des Pfeils in Abbildung III.23(b) wiedergegeben wird. Das Partikel ist, wie bereits in Abbildung III.5(d) zu sehen, in zwei Bereiche unterteilt. In der Mitte besteht es aus der γ - $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ -Phase, der etwa $25 \mu\text{m}$ breite Randbereich besteht aus β - Al_3Mg_2 . An der Grenzfläche zum Si-Partikel (rechts) hat sich die Mg_2Si -Phase gebildet. Das angrenzende Al-Partikel (links) weist mit zunehmendem Abstand einen abnehmenden Mg-Gehalt auf. Auf der anderen Seite, getrennt durch das Si-Partikel, besitzt es wenig bis kein Mg. Eine Verminderung der Gesamtintensität zwischen 20 und $23 \mu\text{m}$ und er-

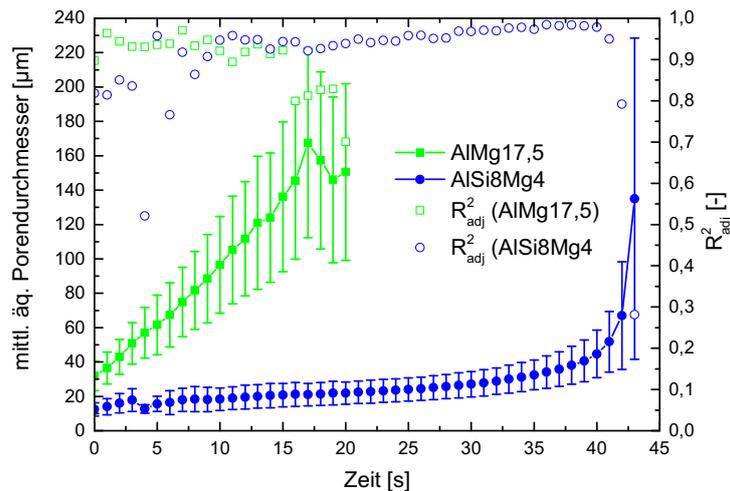


Abbildung III.21: Entwicklung des mittleren äquivalenten Porendurchmessers für die Legierungen AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) (grün) und AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) (blau) und Bestimmtheitsmaß der zugrundeliegenden GAUSS-Verteilung R^2_{adj} (offene Symbole).

neut bei 25 μm ist einem dort vorhandenen Partikel zuzuschreiben, welches durch die Beschleunigungsspannung von 5 keV nicht angeregt wurde. Ein weiterer Einbruch bei 95 μm und eine stark herabgesetzte Gesamtintensität in der Mg₂Si-Phase bei 156 bis 160 μm Distanz sind des Weiteren zu sehen.

Diffractionsmessung Abbildung III.24(a) zeigt die Intensitätsentwicklung (logarithmische Darstellung) der gebeugten Energien über den Verlauf der Experimentierzeit für eine AlSi8Mg4-Probe mit 0,5 Gew.-% TiH₂, aufgenommen an der EDDI Beamlinie. Das betrachtete Volumen betrug bei diesem Experiment $2 \times 2 \times 1,5 \text{ mm}^3$ bei einer zeitlichen Auflösung von 0,4 Hz (sowohl für die Tomoskopie als auch für die Diffraction). Man erkennt den Phasen Si, Al, TiH₂, Mg₂Si und Al₃Mg₂ (in zu niedrigeren Energien hin verlaufender Reihenfolge) zugeordnete Beugungsreflexe. Die jeweiligen Netzebenen sind durch Klammern indiziert. Die stärksten durch Al hervorgerufenen Beugungsmuster bei 49 und 57 keV bleiben während des Aufheizens bis etwa 580 °C zu sehen und erscheinen bei der Abkühlung erneut bei nahezu der gleichen Temperatur. Sie verlaufen anfänglich konstant bis etwa 20 s, verschieben sich dann bis 35 s um im Mittel ca. 250 eV hin zu niedrigeren Energien, um sich danach etwas langsamer innerhalb von 80 s um weitere 300 eV zu verschieben. Darauf folgt eine weitere, etwas schneller verlaufende Verschiebung um 200 eV, die im Verschwinden der Reflexe durch das Aufschmelzen endet. Nach dem Wiederauftreten der Reflexe während der Erstarrung kommt es zu einer anfänglich stärkeren und im Verlauf weiter abflachenden Verschiebung hin zu höheren Energien von in der Summe ca. 600 eV. Die Si-Reflexe bei 37 und

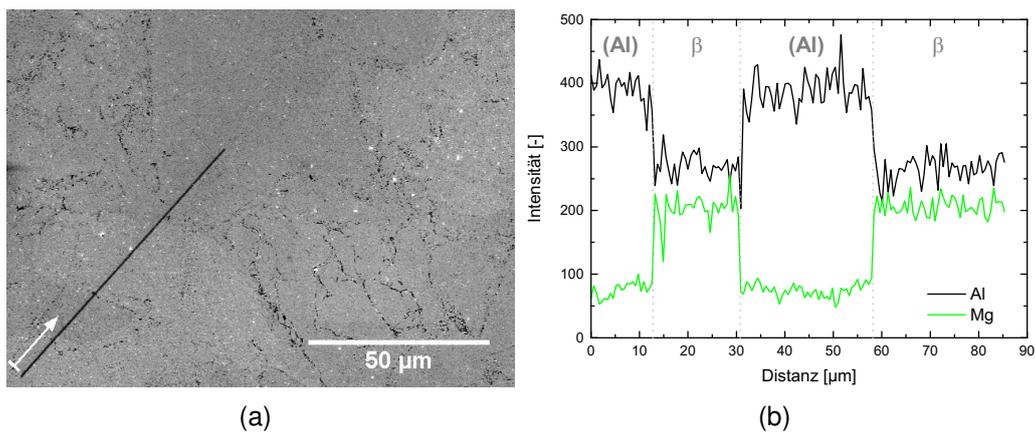


Abbildung III.22: EDX-Analyse der AlMg50 Partikel in AlMg17,5 (a) REM-Aufnahme des InLens-Detektors (5 kV Beschleunigungsspannung) mit eingebrenntem Linienscanverlauf und (b) Intensitäten der detektierten Energien für Aluminium und Magnesium.

60 keV verlaufen bis zu ihrem Verschwinden bei 570 °C bei konstanten Energien und kommen erneut bei etwa 540 °C während der Abkühlung zum Vorschein. Mg_2Si zeigt zu Beginn bereits schwache Reflexe bei 31 und 51 keV, die mit zunehmender Temperatur stärker herausstechen, bei 570 °C mit dem Aufschmelzen der Probe verschwinden und während des Abkühlens bei 545 °C wieder erscheinen. Ihre Energie während des Aufheizens verhält sich konstant, während sie sich beim Abkühlen um etwa 200 eV zu höheren Werten hin verschiebt. Ein dritter (200)-Peak erscheint in der Abkühlphase. Die Fluktuation in der Intensität bei Mg_2Si während des Abkühlens lässt sich auf das FoV zurückführen. Sie korreliert mit der Drehgeschwindigkeit des Rotationstisches was auf ein randnahes Streuzentrum hindeutet, das sich periodisch aus dem einfallenden Strahl und wieder in diesen hinein bewegt. Der TiH_2 -(111)-Reflex bei 45 keV und der schwächere (200)-Reflex bei etwa 52 keV verschiebt sich bis zum Verschwinden der restlichen Beugungsmuster um ca. 200 eV zu niedrigeren Energien. Ein schwaches Maximum lässt sich für den (111)-Reflex über den gesamten Zeitraum erahnen. Von einer vollständigen Lösung in der Schmelze ist demnach nicht auszugehen. Während des Abkühlens erfolgt eine erneute Verschiebung hin zu höheren Energiewerten. Ab etwa 100 s / 380 °C verschwinden die Al_3Mg_2 zugeordneten Reflexe bei 46 bis 47 keV und der Untergrund wird höher bei gleichzeitiger Verbreiterung der Verteilung. Sie erscheinen nach der Erstarrung der Probe nicht mehr. Der dritte Reflex dieser Phase (1133) scheint beim Aufheizen in den Al-(111)-Reflex überzugehen. Auch unterhalb des Al-(200)-Reflexes ist nach Verschwinden der Al_3Mg_2 eine lokale Intensitätszunahme zu erkennen, die sich mit steigender Temperatur dem Reflex nähert.

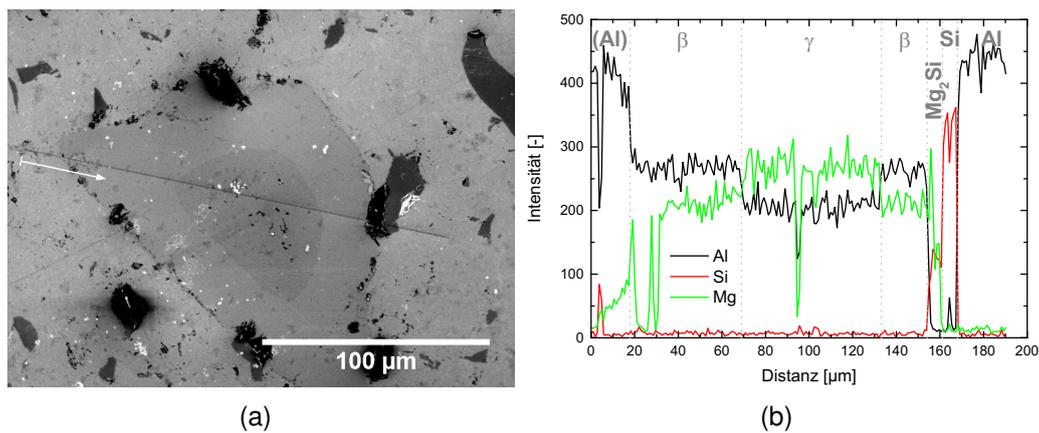


Abbildung III.23: EDX-Analyse der AIMg50 Partikel in AISi8Mg4 (a) REM-Aufnahme des InLens-Detektors (5 kV Beschleunigungsspannung) mit eingebrenntem Linienscanverlauf und (b) Intensitäten der detektierten Energien für Aluminium, Magnesium und Silizium.

Der bei ca. 39 keV auftretende Reflex ist ein Escape-Peak, der dem Al-(111)-Reflex zuzuordnen ist. Escape-Peaks sind vom Detektormaterial abhängig und entstehen in diesem Fall, wenn die einfallende Photonenenergie oberhalb der Elektronenbindungsenergie der Germanium-K-Schale von $E_K = 11,1$ keV liegt [BB67]. Es kommt zur Anregung eines K-Elektrons und Emission von Ge- K_α - (9,9 keV) und Ge- K_β -Fluoreszenzstrahlung (11,0 keV) [Bea67]. Diese wird entweder reabsorbiert oder verlässt den Detektor (*escape*) und führt somit zu einer Erniedrigung der eigentlichen Photonenenergie um genau diese Werte [FTH73].

Im oberen Teil der Abbildung III.24(a) sind neben dem Temperaturverlauf auch die Porendichteentwicklung und die aus dem Peakflächenvergleich ermittelten Phasenanteile zu sehen. Die Porendichte folgt qualitativ dem für die Legierung bereits aus Abbildung III.2 und III.10(i) bekannten Verlauf, jedoch bei höheren Werten von anfänglich 1000 mm^{-3} (bei 370°C) über 2500 mm^{-3} (bei 550°C) am Ende des ersten Porenbildungsbereichs bis hin zu 6500 mm^{-3} (bei 570°C) im Maximum des zweiten Bereichs. Dies liegt zum einen an der nominell höheren örtlichen Auflösung als am PSI ($2,5 \mu\text{m}$ zu $3 \mu\text{m}$ Pixelbreite), die es erlaubt, kleinere Poren zu detektieren, andererseits aber auch an der niedrigeren zeitlichen Auflösung von 0,4 Hz, die durch Bewegungsartefakte (vgl. Abb. III.24(b)) eine höhere Quote an Falschzuordnung zulässt. Die Porendichte im weitgehend festen, aufgeschäumten Zustand ist somit ebenfalls mit der der anderen Experimente vergleichbar.

Die Phasenanteilsermittlung wurde an den im Beugungsmuster stark ausgeprägten Phasen Al, Si und Mg_2Si im Zeitraum von 128 bis 220 s durchgeführt. Es ist eine leichte anfängliche (von etwa 10 % bis 150 s) und dann starke Abnahme an Festphase

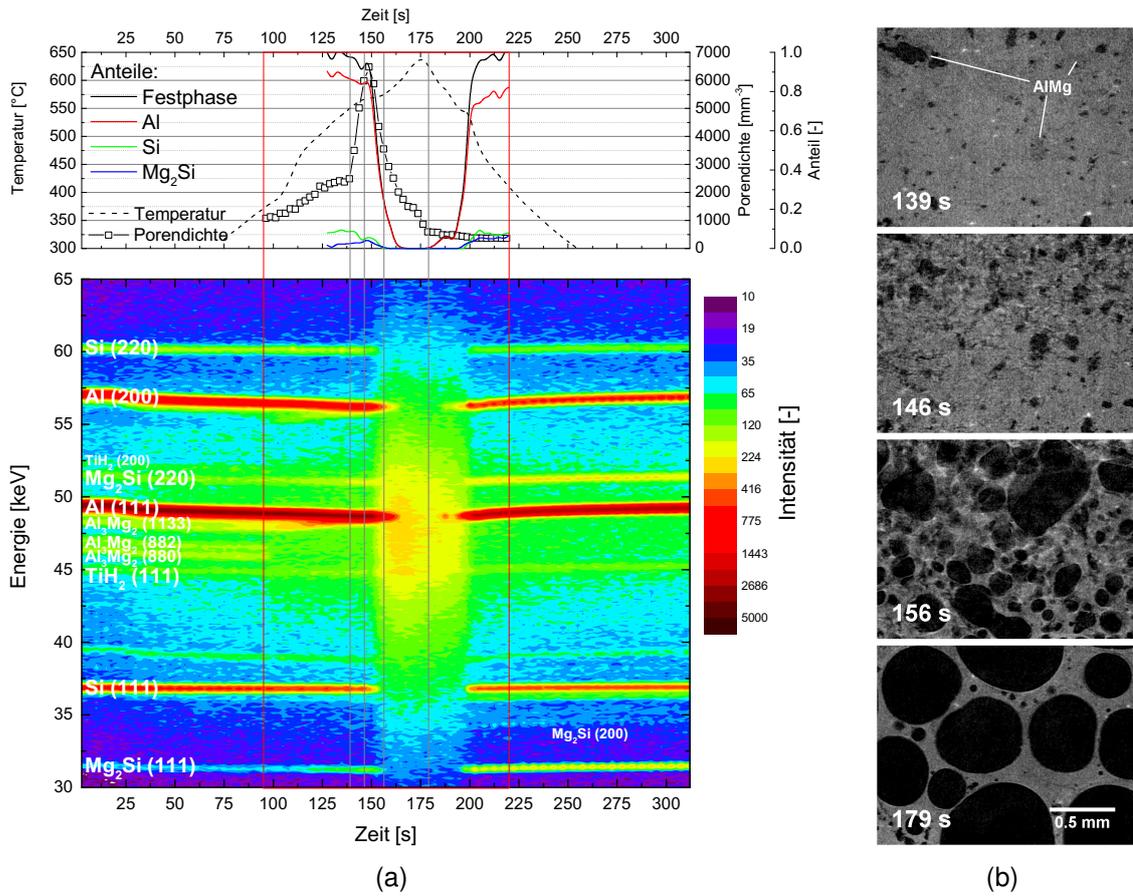


Abbildung III.24: (a) Intensitätsspektren der Energien des an einer AlSi8Mg4-Probe mit 0,5 Gew.-% TiH_2 (UA) während des Aufschäumens und Abkühlens gebeugten Strahls und darüber das auf die Probenmitte korrigierte Temperaturprofil, die ermittelte Porendichte und die aus den Peakintensitäten berechneten Phasenanteile. (b) Tomographische Schnitte zu verschiedenen Zeitpunkten.

ab etwa 150 s/570 °C zu erkennen, die bei 165 s bereits vollständig verschwunden ist. Im ersten noch großteilig festen Bereich sieht man eine Zunahme der Phase Mg_2Si . Kurz nach Abschalten der Heizlampe bei 175 s und Eintritt in die Abkühlungsphase kommt es zu einer zweistufigen Erstarrung bei etwa 580 und 550 °C nach deren Ende der Anteil an Al und Si etwas ab- und an Mg_2Si zugenommen hat.

Während des, in Abbildung III.24(a) rot markierten, Zeitfensters wurden 50 aufeinander folgende Tomogramme aufgenommen, wovon vier vertikale Schnitte in Abbildung III.24(b) dargestellt und im Graphen als graue Linien markiert sind. Zum Zeitpunkt $t = 139$ s, kurz vor Beginn der zweiten Porenentwicklungsphase, sind erneut ehemalige AlMg50-Partikel erkennbar. Da der Diffraktionspeak der Phase zu diesem Zeitpunkt bereits verschwunden ist, sollte es sich um aufgeschmolzene Bereiche mit im Vergleich zur Umgebung hohem Mg-Anteil handeln. Die meisten von ihnen beinhalten kleine Poren, einige aber sind, wie am oberen Rand zu sehen, bereits vollständig gasgefüllt. Bei

$t = 146$ s sieht man das von oben beginnende, durch Bewegungsartefakte hervortretende Aufschäumen, während die Matrix sich im unteren Teil über die 2,5 s Aufnahme-dauer noch stabil verhält. Der vormals in der Mitte befindliche, dunkle Bereich ist nun vollständig von Gas gefüllt. 10 s später, während nur noch ein in der Intensität bereits verminderter Al-Reflex vorhanden und der Festphasenanteil bis auf 30 % gesunken ist, hat sich die Schäumfront bereits durch die ganze Probe gezogen und induziert auch im unteren Bereich Bewegungsartefakte. Bei $t = 179$ s, im flüssigen Bereich, hat der Schaum sich bereits stabilisiert und die Porendichte bis auf 600 mm^{-3} abgenommen.

Ortskorrelation Wie in den Abbildungen III.10(a-c) bereits spekuliert wurde, scheint es einen Zusammenhang zwischen dem Aufschmelzen der AlMg50-Phase (Verschwinden der Peaks in Abbildung III.24(a)) und dem Auftreten der ersten Poren zu geben. Um dies genauer zu untersuchen, wurde eine Ortskorrelationsanalyse bezüglich der Poren, der vormaligen AlMg50- und der TiH_2 -Partikel (siehe Kap. III.4) am Experiment der Probe AlSi8Mg4 mit 0,25 Gew.-% TiH_2 (UA) durchgeführt.

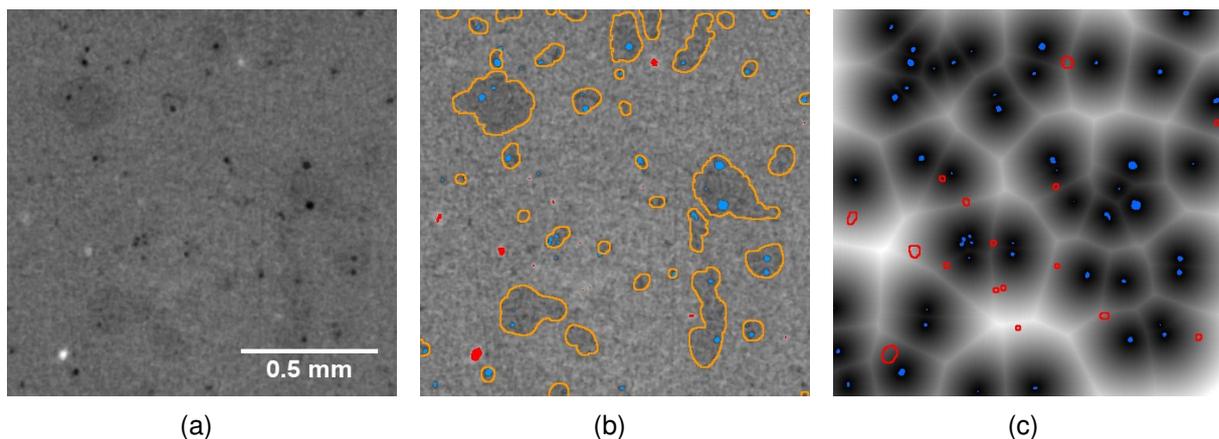


Abbildung III.25: Ortskorrelationsanalyse: (a) tomographischer Schnitt der Probe AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH_2 (UA), (b) mit in diesem markierten Poren (blau), TiH_2 -Partikeln (rot) und eingerahmten AlMg50-Partikeln (orange) und (c) von Poren (blau) ausgehende euklidische Distanztransformation und umrahmte TiH_2 -Partikel (rot).

Die Ortskorrelation zwischen den AlMg50-Partikeln und Poren wurde realisiert, indem aus dem ersten Tomogramm der Serie aus Abbildung III.10 mithilfe eines bilateralen Filters die Bereiche mit den geringeren Grauwerten (AlMg50-Partikel) extrahiert wurden. Das binarisierte Volumen wurde unter ständiger Überprüfung weiter gefiltert (z. B. morphologische Operationen, Konvolution), um ein mit dem Graustufenbild manuell verglichenes Abbild der Partikel vor Beginn der Porenentstehung zu erhalten (vgl. Abb. III.26(a)).

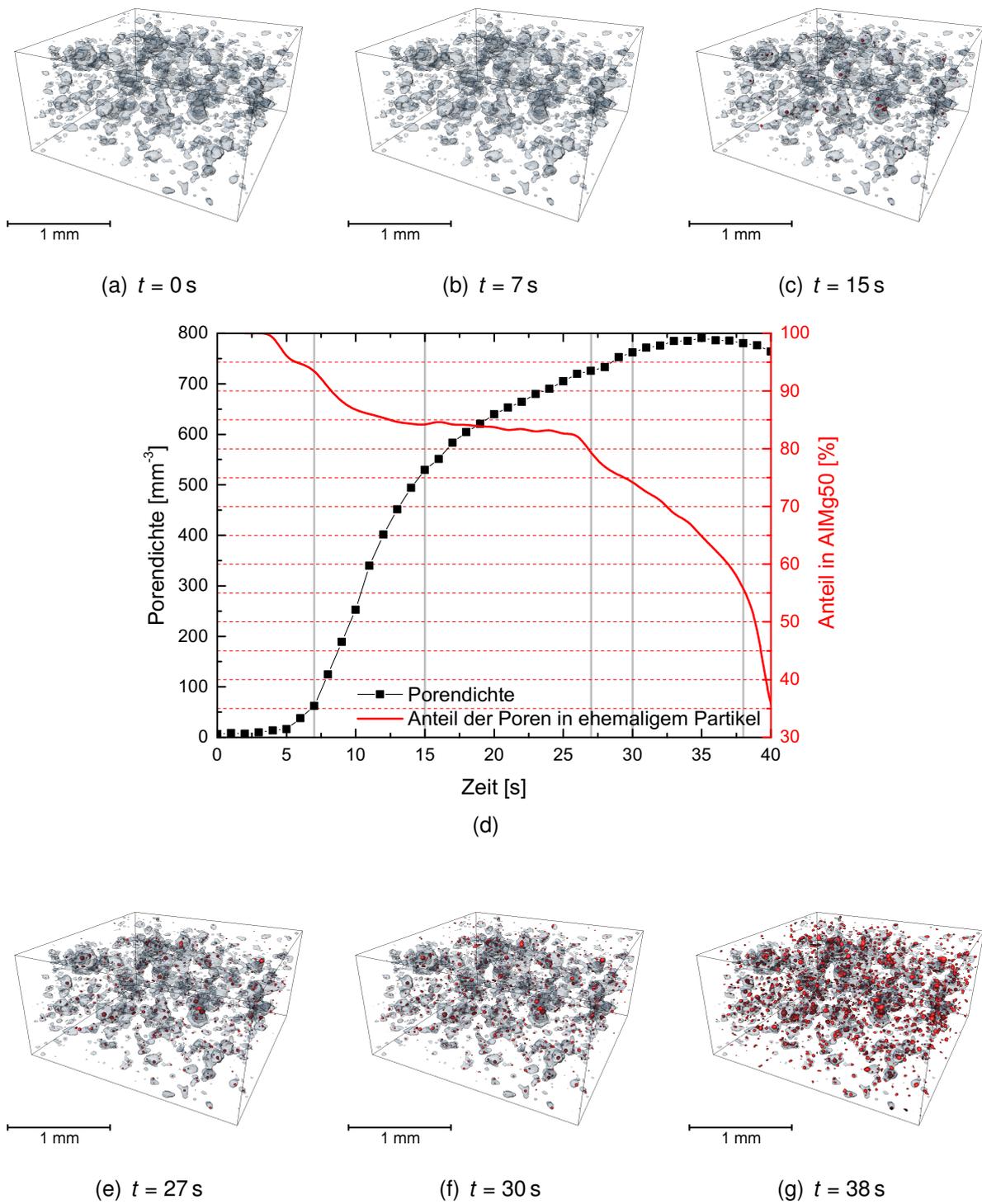


Abbildung III.26: (d) Anteil der in der AlSi8Mg4-Probe mit 0,25 Gew.-% TiH_2 (UA) (vgl. Abb. III.10) nukleierten Poren in den AlMg50-Partikeln (rot), Porendichteverlauf (schwarz) und 3D-Darstellung der Partikel (grau) und Poren (rot) zu den Zeitpunkten (a) 0 s, (b) 7 s, (c) 15 s, (e) 27 s, (f) 30 s und (g) 38 s.

Im Anschluss wurde die euklidische Distanztransformation (EDT) auf den Bereich um die separierten Partikel durchgeführt und mit den für die Zeiten von 0 bis 40 s (erster Porenbildungsbereich) separierten Porenvoxeln für jeden Zeitpunkt maskiert. Sofern nun eine Pore in der EDT einen Voxel mit dem Wert 0 aufweist, überschneidet sie sich mit einem Partikel und wird als eine Pore innerhalb des Partikels gezählt. Um Bewegungen der Probe auszugleichen, wurde der Grenzwert auf 3 Pixelbreite Abstand ausgeweitet. Abbildung III.26(d) zeigt zum einen den aus Abbildung III.10(i) bekannten Porendichteverlauf der ersten Porenbildungsphase (schwarz) und in rot den ermittelten Anteil an in den ehemaligen AlMg50-Partikeln entstandenen Poren. Zu Beginn befinden sich alle Poren in besagten Bereichen, nach etwa 7 s sind es noch 94 % der bis dahin etwa 60 Poren pro mm^3 , nach 15 s (530 mm^{-3}) sind es noch 84 %, was sich bis 26 s kaum verändert und anschließend abfällt.

III.4. Treibmitteleinfluss

Die Untersuchung des Treibmitteleinflusses erfolgt an Aluminium und der Legierung AlSi8Mg4. Es wird der Frage nachgegangen, inwieweit die Rissbildung in Al bzw. die beobachteten zwei Stufen der Porenentstehung bei der Legierung AlSi8Mg4 vom Treibmittel beeinflusst werden.

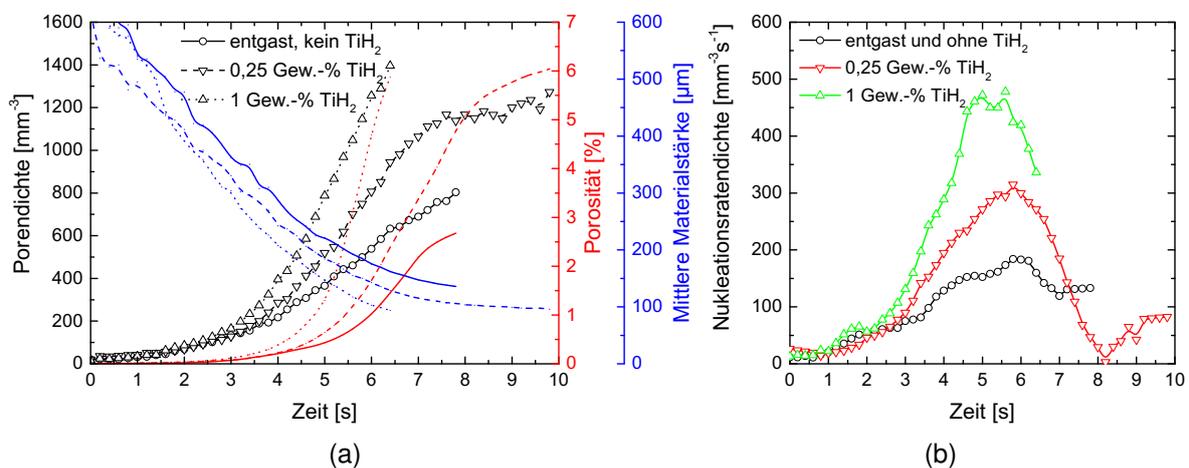


Abbildung III.27: Einfluss des Treibmittelgehalts auf Al: (a) Porendichte- (schwarz), Porositäts- (rot) und mittlere Materialstärkenentwicklung (blau) über der Schäumzeit und (b) korrespondierende Nukleationsraten für die Al-Halbzeuge ohne Treibmittel (schwarz), mit 0,25 Gew.-% (rot) und 1 Gew.-% TiH₂ (grün).

AI In Abbildung III.27 ist der Einfluss des TiH₂-Gehalts auf (a) die Porendichte, Porosität und mittlere Materialstärke und (b) die Nukleationsratendichte stranggepresster

Al-Halbzeuge während der ersten Poren- bzw. Rissentstehung zu sehen. Das zur Herstellung des treibmittelfreien Halbzeugs genutzte Pulver wurde zuvor für 3 h bei 400 °C und 1 h bei 500 °C unter Vakuum entgast. Das Pressen erfolgte jedoch, wie bei den anderen Halbzeugen unter normaler Atmosphäre. Die Porendichte verläuft für alle drei Proben bis etwa 3 s gleich und spaltet sich dann auf, wobei mehr beinhaltendes Treibmittel eine größere Zunahme bedeutet. Mit steigendem (von 0 über 0,25 bis 1 Gew.-%) Treibmittelgehalt verläuft die mittlere Materialstärke zu niedrigeren Werten verschoben, jedoch parallel. Die Porosität wächst mit zunehmendem Treibmittelgehalt früher und steiler an. Die Nukleationsratendichte steigt für alle drei Proben bis zu einem Maximum zwischen 5 und 6 s, welches für die Probe ohne Treibmittel etwa $200 \text{ mm}^{-3} \text{ s}^{-1}$, mit 0,25 Gew.-% $300 \text{ mm}^{-3} \text{ s}^{-1}$ und mit 1 Gew.-% $500 \text{ mm}^{-3} \text{ s}^{-1}$ beträgt.

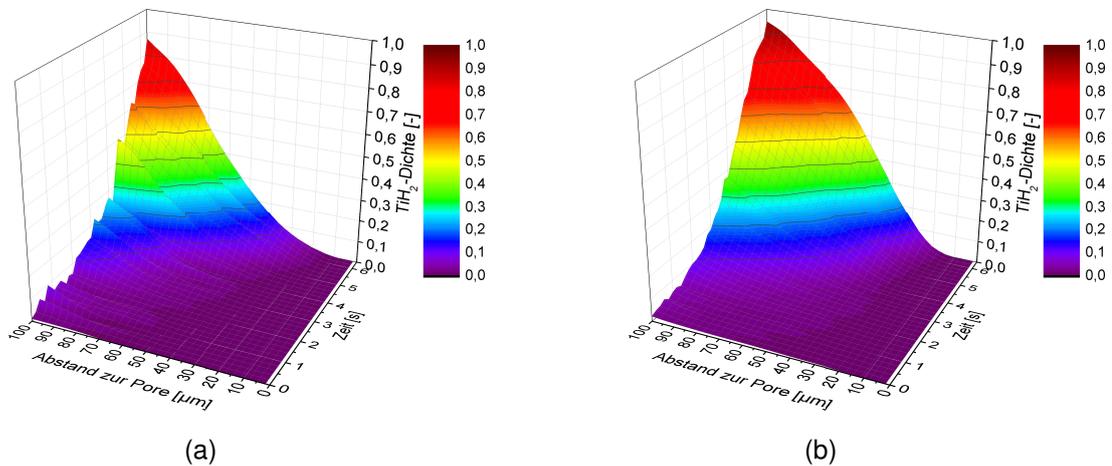


Abbildung III.28: Treibmittelabstandsichte von Al (SP) für (a) 0,25 Gew.-% und (b) 1 Gew.-% Treibmittelgehalt.

Die mit dem Aufsummieren der maskierten Distanzwerte nach Abbildung III.25(c) bestimmte kumulative TiH_2 -Dichte in Abhängigkeit des Abstands zur nächsten Pore über der Zeit ist in Abbildung III.28 für einen Treibmittelgehalt von (a) 0,25 Gew.-% und (b) 1 Gew.-% dargestellt. Die Konturen verlaufen gleichartig mit zu etwas niedrigeren Abständen verschobenem Dichteverlauf bei der mehr Treibmittel beinhaltenden Probe. Abbildung III.29(a) zeigt (analog zu Abb. III.28) die kumulative TiH_2 -Dichte in Abhängigkeit des Abstands zur nächsten Pore für drei verschiedene Porositäten (unterschiedliche Linienstile) zweier Al-Proben mit 0,25 Gew.-% TiH_2 , die entweder strang- (schwarz) oder uniaxial (rot) gepresst wurden. Die vertikalen tomographischen Schnitte (Farbe entsprechend der Kompaktierungsart) gehören zu den durch die durchgängigen Linien beschriebenen Zeitpunkten, bei denen beide Proben eine Porosität von 4,4 % aufweisen. TiH_2 -Partikel sind orange markiert. Die Kurven steigen mit zunehmender Porosität, wobei die Form sich zwischen den Kompaktierungsarten unterscheidet. Die

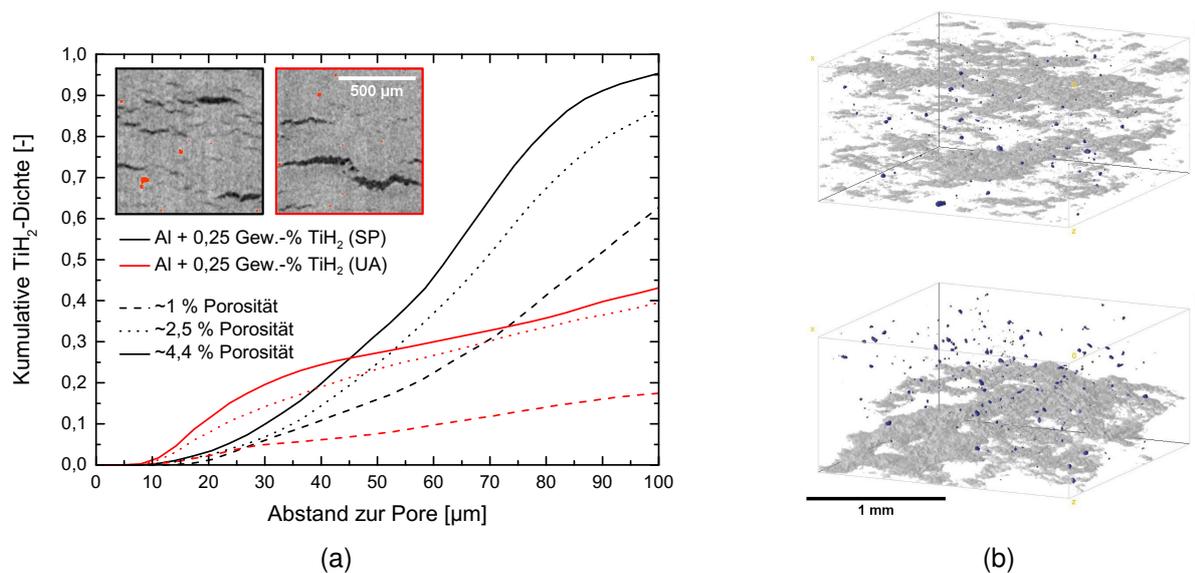


Abbildung III.29: TiH_2 -Korrelation für unterschiedliche Pressmethoden an Al + 0,25 Gew.-% TiH_2 : (a) kumulative TiH_2 -Dichte für drei zunehmende Porositäten (Linienstil) für SP (schwarz) und UA (rot) und (b) 3D-Darstellung der Porosität (grau) und TiH_2 -Partikel (blau) für eine Porosität von 4 % von SP (oben) und UA (unten).

4,4%-Kurve der SP-Probe zeigt eine zunehmend wachsende TiH_2 -Dichte bis etwa 65 % bei 70 μm Porenabstand, die bei größeren Entfernungen abflacht. Die 4,4%-Kurve für die UA-Probe weist eine bei geringeren Abständen bereits stärker ansteigende TiH_2 -Dichte mit einem Knie bei ca. 30 μm / 20 % auf, die in weiterer Entfernung zur Pore nur langsam ansteigt.

Daneben, in Abbildung III.29(b), sind 3D-Darstellungen der Risse (grau) und TiH_2 -Partikel (blau) für die beiden Kompaktierungsarten (oben: SP, unten: UA) für eine Porosität von 4,4 % zu sehen. Auffällig ist, dass die SP-Probe im gesamten Volumen Risse aufweist, während die UA-Probe nur in der unteren Hälfte des Volumens aufreißt. Dadurch ist die geringe kumulierte TiH_2 -Dichte von unter 45 % bei einem Porenabstand von 100 μm zu erklären. Gemessen am Volumen, welches Risse aufweist, würde die Kurve bei der UA-Probe also entsprechend höher verlaufen und der Unterschied sich noch weiter herausstellen.

AlSi8Mg4 Eine wesentlich genauere Temperaturkontrolle durch Nutzung eines verbesserten Lasersystems und Tiegels konnte in einer weiteren Messkampagne an der TOMCAT Beamline realisiert werden, weshalb im Folgenden die Auftragung der ermittelten Werte über der gemessenen Temperatur geschieht. Die Porenbildung in der Legierung AlSi8Mg4 setzt bei der Probe mit 0,25 Gew.-% TiH_2 , wie in Abbildung III.30 zu sehen, etwa 10 K unterhalb der Temperatur der ersten Porenbildung in der treib-

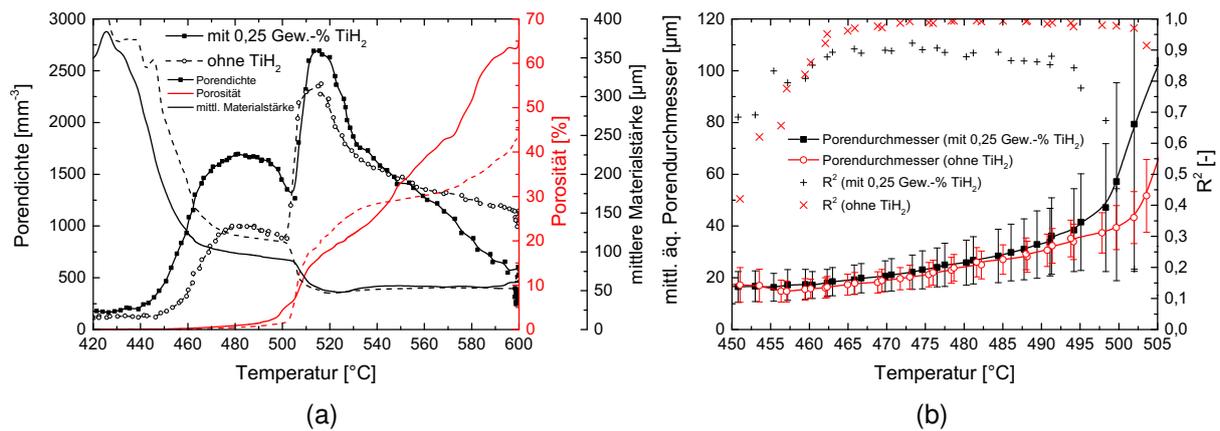


Abbildung III.30: Einfluss des Treibmittelgehalts auf AISi8Mg4: (a) Porendichte- (schwarze Symbole), Porositäts- (rot) und mittlere Materialstärkenentwicklung (schwarze Linien) über der Schäumtemperatur für zwei AISi8Mg4-Halbzeuge mit 0,25 Gew.-% (durchgängig) und ohne (gestrichelt) TiH₂ (UA) und (b) Entwicklung des äquivalenten Porendurchmessers (und seiner Standardabweichung) für den ersten Porenbildungsbereich.

mittelfreien Probe von 450 °C ein und verläuft bei höheren Porendichtewerten. Nach gleichzeitigem Erreichen des ersten Maximums bei 480 °C ist bei der treibmittelhaltigen Probe eine stärkere Abnahme festzustellen. Der Anstieg der zweiten Porenbildungsphase verläuft bei beiden Kurven parallel, jedoch erreicht auch hier die Probe mit TiH₂ eine höhere Porenanzahl, welche daraufhin erneut stärker abnimmt und sich ab ca. 550 °C mit der Kurve der treibmittellosen Probe schneidet. Die Porosität weist bei der treibmittelhaltigen Probe bei 500 °C einen etwas früheren Anstieg auf, der kurz darauf abflacht um mit Eintritt in die zweite Porenbildungsphase erneut stärker anzusteigen. Bei Erreichen von etwa 550 °C übersteigt die Porosität der treibmittelhaltigen Probe die der treibmittellosen und landet am Ende der Betrachtung bei etwa 65 % (im Vergleich zu 45 % bei der Probe ohne TiH₂). Die mittleren Materialstärken verlaufen zuerst (für die erste Porenentstehung) parallel, für die treibmittelhaltige Probe zu niedrigeren Werten verschoben, bis es zu einem Abfall bei Erreichen der zweiten Porenbildungsphase zu gleichen Werten von etwa 50 µm kommt, woraufhin der weitere Verlauf bei ähnlichen Werten stattfindet.

Die mittleren äquivalenten Porendurchmesser der beiden Proben verlaufen nah beieinander mit für die Probe ohne Treibmittel zu etwa 2 µm niedrigeren Werten verschobenen Durchmesser, unterscheiden sich jedoch stärker in ihrer Standardabweichung (Fehlerbalken) (vgl. Abb. III.30(b)). Hierbei weist die treibmittelfreie Probe eine enge Verteilung auf, die sich erst später zu höheren Werten verschiebt. Das Bestimmtheitsmaß R^2 der GAUSS-Verteilung ist größer und bleibt dies auch noch bei höheren Temperaturen.

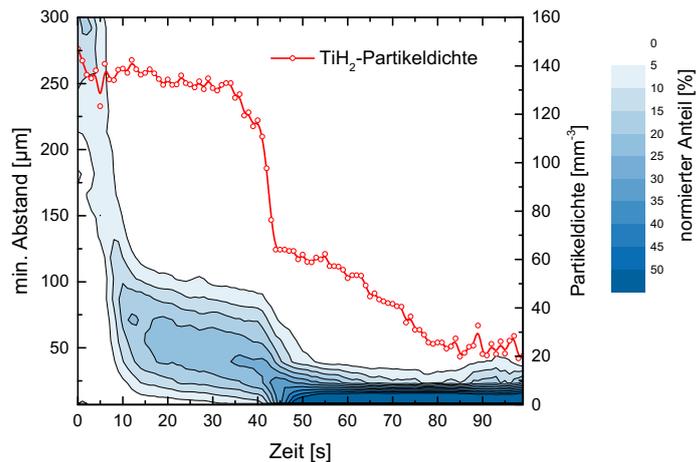


Abbildung III.31: Verteilung (anzahlgewichtet) der minimalen Abstände der TiH₂-Partikel zur nächsten Pore für eine AlSi8Mg4-Probe mit 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) und TiH₂-Partikeldichteverlauf (rot).

Abbildung III.31 zeigt die auf die zu jedem Zeitpunkt ermittelte TiH₂-Partikelanzahl normierte Verteilung der jeweiligen kürzesten Abstände dieser Partikel zur nächstgelegenen Pore für eine AlSi8Mg4-Probe mit 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA, 1 tps) und damit den kürzesten Weg, den der Wasserstoff zum Füllen der Poren zurücklegen muss. Für die erste Porenbildungsphase bis 41 s verläuft das Verteilungsmaximum leicht abnehmend bei etwa 50 μm, um mit Erreichen der zweiten Porenbildungsphase stark zu fallen (auf einen Wert nahe 0). Die Partikeldichte fällt anfänglich etwas (von 150 auf 135 mm⁻³) und ab 35 s zunehmend stärker ab auf 65 mm⁻³ bei 44 s. Danach erfolgt die Abnahme der Partikelanzahl langsamer und endet ab 78 s bei 25 mm⁻³.

III.5. Variation der Heizrate

Eine weitere Versuchsreihe beinhaltet die Untersuchung der Heizratenabhängigkeit. Hierfür wurden tomoskopische Experimente mit einer Geschwindigkeit von 10 tps mit variiertter Heizrate

$$\phi = \frac{dT}{dt} \quad (\text{III.4})$$

durchgeführt.

Die Porendichte und Porositätsentwicklung in der Legierung AlSi8Mg4 mit 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) sind in Abbildung III.32 mit einer, zur Einsparung von Rechenzeit, reduzierten zeitlichen Auflösung von 1 tps über der Schäumtemperatur dargestellt. Im Unterschied zu den vorhergehenden Proben wurde reines Magnesium zur Legierungsherstellung genutzt. Für die höchste Heizrate von 5 K s⁻¹ setzt die Porenbildung sowohl für den ersten als auch für den zweiten Bereich um etwa 20 K zu höheren Tempe-

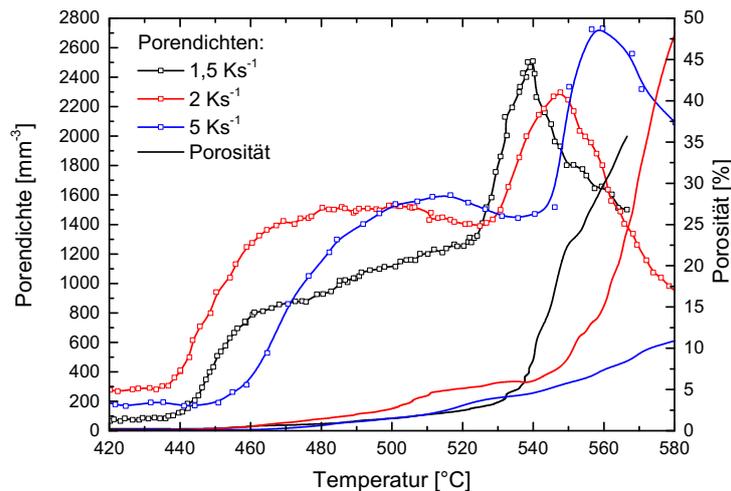


Abbildung III.32: Porendichte- (Symbol-Linien) und Porositätsentwicklung (Linien) der Legierung AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) mit reinem Mg für die Heizraten 1,5 Ks⁻¹ (schwarz), 2 Ks⁻¹ (rot) und 5 Ks⁻¹ (blau) dargestellt für jede zehnte Tomographie der Experimentreihe.

raturen, im Vergleich zu den anderen Experimenten mit den niedrigeren Heizraten, verschoben ein. Ein Maximum der Porendichte im ersten Bereich ist mit zunehmender Heizrate ausgeprägter, bei 1,5 Ks⁻¹ gar nicht vorhanden. Die Höhe des zweiten Porendichtemaximums ist bei der hohen Heizrate am höchsten mit 2800 mm⁻³, bei der mittleren am niedrigsten mit 2400 mm⁻³. Die zugehörige Temperatur verschiebt sich mit zunehmender Heizrate zu höheren Werten.

Die Porosität steigt mit Erreichen des zweiten Porendichtemaximums für die zwei geringeren Heizraten abrupt an, für die hohe Heizrate nicht bis zum Ende des Betrachtungszeitraums.

Eine Messung mit einer vierten Heizrate (3 Ks⁻¹) wurde durchgeführt, jedoch durch die frühe Entstehung eines großen Risses im FoV nicht zur Auswertung herangezogen.

IV. Diskussion

Die Quantifizierbarkeit der einzelnen Stadien des Schäumprozesses wird im Folgenden beleuchtet und die Gasnukleation für verschiedene Legierungen verglichen und diskutiert. Letzteres ist der Hauptschwerpunkt dieser Arbeit.

IV.1. Der Schäumprozess

Der Schäumprozess gliedert sich in Anlehnung an Kapitel III.1 in die folgenden Stadien.

Gasnukleation

Am Anfang steht die Gasnukleation, die in Form der Entstehung und Entwicklung erster Poren im Detail in Kapitel IV.2 behandelt wird. Ihr folgt unmittelbar das Porenwachstum.

Porenwachstum

Nachdem sich die stabilen Nuklei gebildet haben, wachsen diese durch den zunehmenden Druck aus den an den vormaligen Pulverpartikeloberflächen anhaftenden Adsorbaten bzw. vom an den Treibmittelpartikeln abgeschiedenen Wasserstoff. Dies gilt insbesondere für die bereits vorhandenen Kavitäten, die einen Sammelpunkt für den Wasserstoff bilden.

Das Wachstum und die Form der einzelnen Volumina können ab einer bestimmten Größe mit der vorgestellten Technik verfolgt werden. Dies bietet einige Vorteile gegenüber der oft genutzten *ex-situ*-Methode, bei denen keine Aussage über die Dynamik des Porenwachstums getroffen werden kann [RHB⁺09]. Über den Porenradius ist es möglich, mit Gleichung I.4, bei Annahme einer Kugel, auf den Innendruck zu schließen. Abbildung IV.1 zeigt die Durchmesserwachstumsraten für jeweils ca. 1000 getrackte Poren der Legierung AlSi8Mg4 (a) ohne Treibmittel und (b) mit 0,25 Gew.-% TiH₂ (vgl. Abb. III.30(b)). Während die Wachstumsraten der Poren in der treibmittelfreien Probe ähnlich (zwischen 0 und 4 $\mu\text{m s}^{-1}$) verlaufen, scheint es in der Probe mit TiH₂ eine zweite Gruppe an Poren zu geben, die eine größere Wachstumsrate (bis 14 $\mu\text{m s}^{-1}$) aufweisen. Dies könnte daran liegen, dass diese bereits lokal vom TiH₂ mit Wasserstoff gespeist werden, während die Zersetzung der Adsorbate eine homogenere Wasserstoffquelle liefert.

Mit der neuen Methode können viele *in-situ*-2D- und *ex-situ*-3D-Studien in einem Experiment realisiert werden (z. B. die Untersuchung der Anisotropie früher Schäumstadien [LSSRP13]).

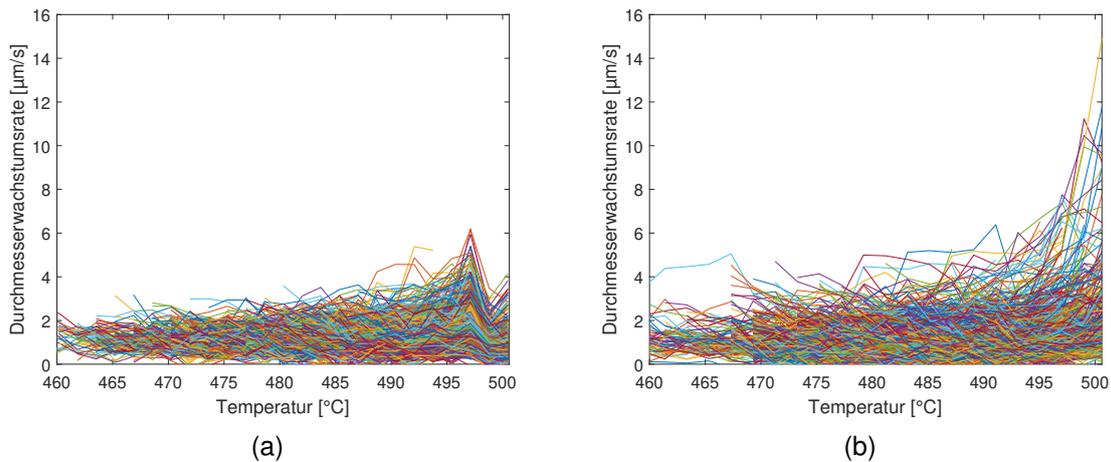


Abbildung IV.1: Getrackte Porendurchmesserwachstumsraten der Legierung AlSi8Mg4 (a) ohne und (b) mit $0,25 \text{ Gew.-% TiH}_2$ (UA).

Koaleszenz

Ein Phänomen, das in dieser Arbeit beobachtet wurde, ist die Koaleszenz in frühen Schäumstadien. Diese ist trotz der wenigen kleinen Poren durch die lokale Eingrenzung der gebildeten Schmelze erklärbar. Diese ist jetzt direkt quantifizierbar und muss nicht mehr, wie üblich, über Zellwandbrüche in Radioskopien ermittelt werden [MHB09, GMSB11].

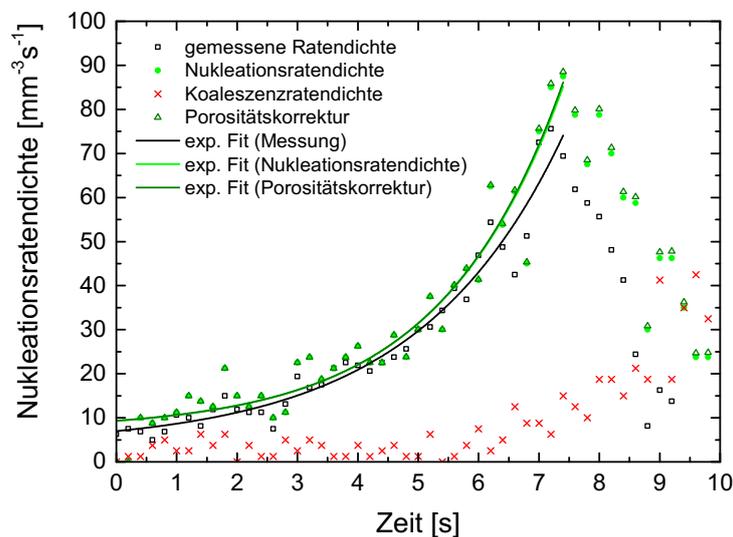


Abbildung IV.2: Korrektur (hellgrün) der gemessenen Nukleationsratendichte (schwarz) mit der ermittelten Koaleszenzratendichte (rot) und zusätzliche Korrektur bezüglich der fortschreitenden Porositätserrhöhung (dunkelgrün).

Die aus der Koaleszenzanalyse (Abb. III.19) gewonnene Koaleszenzratendichte kann zur Korrektur der ermittelten Nukleationsratendichte genutzt werden (vgl. Abb. IV.2).

Hierbei werden letztendlich nur die neu entstandenen Poren in die ermittelte Nukleationsrate einbezogen, die verschwundenen Poren, also nicht berücksichtigt. Eine zusätzliche Porositätskorrektur kann auf das sich mit zunehmender Porosität verringern- de Volumen, auf das sich die Nukleationratendichte bezieht, angewandt werden. Bei den sehr geringen Porositäten zu Schäumbeginn ist der Einfluss, wie in der Abbildung IV.2 für die dunklegrüne Kurve zu sehen, jedoch gering.

Zu beachten ist, dass es bei dieser Art der *region of interest* (ROI)-Tomographie mit fortschreitendem Schäumstadium zu Randeffekten kommt, weil die Poren anfangen, ihre Position zu verändern und sich aus dem Betrachtungsvolumen heraus oder andere Poren in dieses hinein bewegen, weshalb in Abbildung III.19 bereits Poren zu Beginn scheinbar verschwinden. Dies wäre beispielsweise durch zeitliches Anpassen (nach vorherigem Tracking) des zur Auswertung herangezogenen Subvolumens oder durch eine Vergrößerung des FoV zur Beobachtung des gesamten Schaumes zu vermeiden. Da die ermittelte mittlere Schwerpunktverschiebung der Poren dieser Probe auch ab etwa 6 s beginnt anzusteigen (vgl. Anhang, Abb. .5), handelt es sich hierbei um einen Mischeffekt.

Vergrößerung

Der große Vorteil des hier gezeigten Experiments ist die direkte Messung der für die Berechnung von Gasdiffusion zwischen den Poren benötigten Porengrößen und Zellwanddicken, und das im flüssigen Zustand für aufeinanderfolgende Zeitpunkte [Ste10]. Damit kann die für drei Dimensionen hergeleitete, für metallische Schäume bisher nur über *ex-situ*-Messungen durchgeführte VON NEUMANN-Theorie überprüft werden [MS07, LXL09].

Um dies auch in Hinblick auf die Diffusion des Wasserstoffs in die Umgebung für das ganze System zu analysieren, ist es allerdings notwendig, den gesamten Schaum zu beobachten. Hierfür wurden bereits Experimente durchgeführt, die es künftig auszuwerten gilt. Eine direkte Messung verschiedener Effekte wäre damit möglich [MGMB10a, MGMJ⁺17].

Das angeführte Ergebnis der einerseits wachsenden und andererseits schrumpfenden Poren (vgl. Abb. III.20) ist nicht eindeutig zu erklären. Die zum Ende hin schrumpfenden (vgl. Abb. III.20(b)) Poren durchlaufen bis zu einem bestimmten Zeitpunkt eine ähnliche Volumenentwicklung wie die bis zum Ende hin wachsenden (vgl. Abb. III.20(a)). Es handelt sich bei den schrumpfenden jedoch um vornehmlich kleinere Poren. Dies kann durch das Phänomen der OSTWALD-Reifung erklärt werden. Es kann sich jedoch auch um die Gasdiffusion in die Probenumgebung handeln. Weitere Auswertungen sind für eine genauere Beschreibung anzustellen.

Erstarrung

Der Erstarrungsschritt ist komplex, da es bei abnehmender Temperatur zu z. T. starken Änderungen der Schmelzeigenschaften, der Druckdifferenz zwischen dem Schauminneren und der Umgebung sowie der Gasabgabekinetik des Treibmittels kommt. In der Literatur wurde festgestellt, dass es zu einer Schaumexpansion während des Abkühlens (*solidification expansion* (SE)) kommen kann. Indirekt wurde gezeigt, dass dieser Effekt für die Degradation des Schaumes verantwortlich ist [MGMB10b]. Mit der in dieser Arbeit genutzten Methode ist es nun auch möglich, dies in drei Dimensionen zu quantifizieren. Über den globalen Messwert der Porosität konnte keine Expansion während der Abkühlung festgestellt werden. Weitere Untersuchungen anhand eines größeren FoV zur Beobachtung der gesamten Probe sind geplant. Gleichzeitig erlaubt die *in-situ* energiedispersive Diffraktion die Messung des Festphasenanteils und nicht nur eine Abschätzung über simulierte Werte.

IV.2. Die Gasnukleation

Die zuletzt genannten schaumdegradierenden Prozesse spielen sich über einen Zeitraum von mehreren Sekunden ab und betreffen einen größeren Volumenbereich. Für die Beobachtung der frühen Porenentstehungsphase bedarf es jedoch der in dieser Arbeit genutzten hohen zeitlichen und örtlichen Auflösung.

IV.2.1. Thermische Expansion

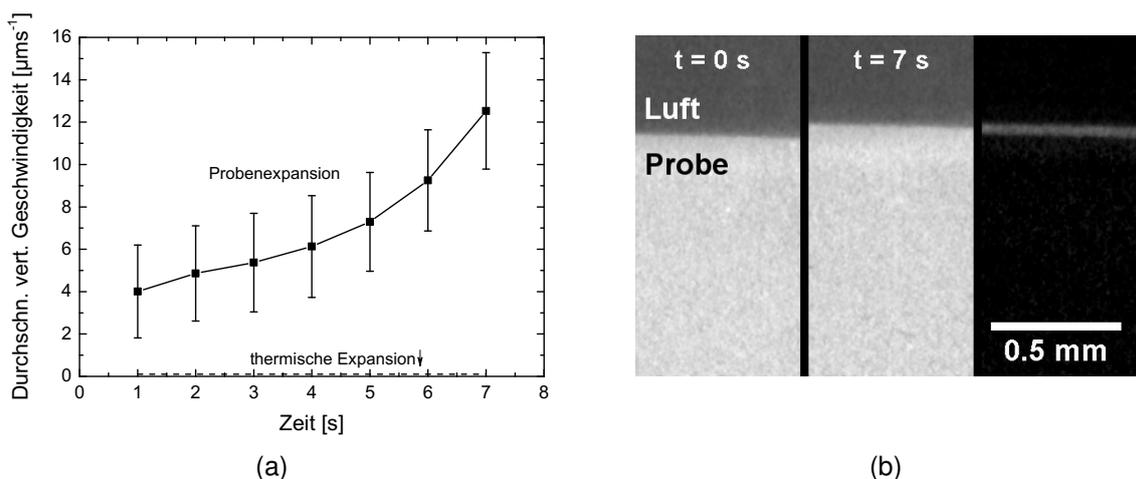


Abbildung IV.3: Probenwachstum eines Aluminiumhalbzeugs (a) lineare Wachstumsgeschwindigkeit eines Aluminiumhalbzeugs zu Beginn des Schäumvorgangs und (b) vertikaler Schnitt zweier Tomogramme zu unterschiedlichen Zeiten und dazugehöriges Differenzbild.

An der bereits betrachteten Al-Probe mit 0,25 Gew.-% TiH_2 (SP), die zu Experimentbeginn kleiner als das FoV war, ist in Abbildung IV.3(b) das Probenwachstum vor Beginn der Porenbildung zu beobachten. Unter der Annahme isotroper Expansion der Probe und dass die Probenumgebung sich während des Versuchs nicht verändert, kann die Wärmeausdehnung eines Halbzeugs in jede Richtung mit

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \Delta T \quad (\text{IV.1})$$

abgeschätzt werden. Mit der Anfangshöhe der Probe $L_0 = 2 \text{ mm}$, des Wärmeausdehnungskoeffizienten $\alpha_{\text{Al}} = 23 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und einer Temperaturdifferenz von $\Delta T = 2 \text{ K}$ pro Schritt ist eine Höhenzunahme von ca. $0,1 \mu\text{m s}^{-1}$ zu erwarten, was mehr als eine Größenordnung unter der beobachteten vertikalen Geschwindigkeit von $4 \mu\text{m s}^{-1}$ bei $t = 1 \text{ s}$ liegt (vgl. Abb. IV.3(a)). Zusätzlich ist sogar eine Beschleunigung bis auf über $12 \mu\text{m s}^{-1}$ bei $t = 7 \text{ s}$ zu beobachten. Selbst bei Annahme der Ausdehnung des sich unterhalb des Tiegels befindlichen Stahlhalters würde diese $1 \mu\text{m s}^{-1}$ nicht übersteigen. Da die Zunahme der, basierend auf den separierten Poren, gemessenen Porosität im betrachteten Intervall (bei $t = 7 \text{ s}$ ca. 0,002 %) in der Probenhöhe zu einer maximalen Zunahme von weit weniger als $1 \mu\text{m}$ führen würde, gilt es somit zu beachten, dass in der Probe bereits Porosität vorhanden sein muss, die vom tomoskopischen Untersuchungsverfahren nicht aufgelöst werden kann. Eine größere Dichteabnahme durch z. B. Phasentransformationen kann ausgeschlossen werden, da es sich bei der Probe um Reinaluminium handelt und die Temperatur der Probe in den ersten 7 s $660 \text{ }^\circ\text{C}$ nicht überschreitet. Eine Dichtezunahme und damit Volumenabnahme wäre sogar durch die pulvermetallurgische Herstellungsart und durch die damit verbundene Restporosität, die bei höheren Temperaturen verringert würde, denkbar gewesen. Die eigentliche Nukleation des Gases erfolgt also, wie bereits eingangs vermutet, bevor sie mit den in dieser Arbeit genutzten Methoden beobachtet werden kann. Eine Abschätzung des bei einer Höhenzunahme von $4 \mu\text{m}$ zu erwartenden Porenvolumens und die Aufteilung dieses Volumens auf Risse mit einer Normalenausdehnung von einem Voxel ($3 \mu\text{m}$) und einem Flächendurchmesser (bei Annahme einer Kreisform) von $100 \mu\text{m}$, ergäbe eine Anzahl von etwa 25 Rissen dieser Größe.

IV.2.2. Lokalisierung der Nukleation

Es zeigte sich bereits in früheren Studien, dass es in pulvermetallurgisch hergestellten Halbzeugen bevorzugte Orte für die Entstehung von Poren gibt [BBC01]. Diese unterscheiden sich zwischen den untersuchten Legierungen deutlich. Es wird, wie bereits

erwähnt, davon ausgegangen, dass ein stabiler Nukleus so weit wächst, dass er mit den genutzten Methoden erkennbar ist.

AI Wie bereits vorher bekannt, konnte auch in dieser Arbeit gezeigt werden, dass die Porenentstehung im Aluminium rissartig erfolgt [DB00]. Die Risse verlaufen mit ihrer Ebenennormalen in Richtung der Pressachse bzw. der bei der Extrusion eingebrachten Textur (Richtung der größten Umformung) [RPSDSGM08, LSSRP13]. Dies ist zu erklären durch die geringere Scherbeanspruchung der orthogonal zur Pressrichtung liegenden Partikeloberflächen während des Pressens, die ein Aufreißen der Oxidhäute und damit eine metallische Verbindung in dieser Richtung einschränkt [DGMWB08, Hel09]. Das Halbzeug hat demnach anisotrope mechanische Eigenschaften und reißt in Pressrichtung aufgrund des ansteigenden Gasdrucks während des Aufheizens. Dies tritt vor allem bei den uniaxial gepressten Proben auf, bei denen die Rissflächen größer sind und schneller auseinandertreiben, da es zu weniger metallischen Brücken während des Pressens kommt (vgl. Abb. III.6).

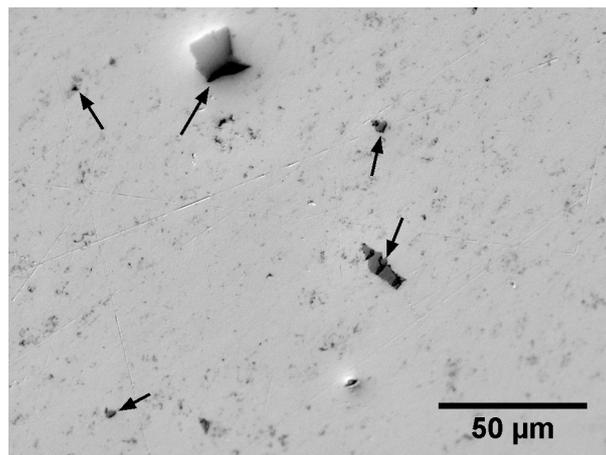


Abbildung IV.4: Lichtmikroskopische Aufnahme des Al-Halbzeugs mit 0,25 Gew.-% TiH_2 (SP) mit durch Pfeile markierten Hohlräumen.

Abbildung IV.4 zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme des Al-Halbzeugs. Es sind dunkle Bereiche an den Übergängen der größeren dunkelgrauen TiH_2 -Partikel zur Al-Matrix sowie in gebrochenen Partikeln zu sehen (durch Pfeile markiert). Diese Hohlräume könnten auch durch die Probenpräparation entstanden sein. Die Annahme, diese Bereiche dienen als Startpunkte der Porenentstehung, erscheint berechtigt.

Abbildung III.27 zeigt, dass die in Abbildung III.7(i) beobachtete erste Porenvolumenzunahme (Rissbildung) auch bei entgasten, treibmittelfreien Proben entsteht. Durch Reaktionen des Pulvers mit der Luftfeuchtigkeit beim Pressen beinhaltet die Probe Gas, das bei niedrigen Temperaturen unterhalb des Schmelzpunkts abgegeben wird

und die Probe auseinander reißt [JGMBZ08]. Die Zersetzung der am Pulver haftenden Adsorbate, z. B. des Aluminiumhydroxids, erfolgt über die Freisetzung von Wasser



welches in Form von Dampf mit dem Al zu Wasserstoff reagiert



Es wurde gezeigt, dass sich die Zugabe von TiH_2 in Form einer Erhöhung der Porendichte auf die anfängliche Rissbildung auswirkt. Dies kann zum einen an der eingebrachten Anzahl an Partikeln liegen, die eine Schwachstelle in der Al-Matrix darstellen. Zum anderen kann aber auch der zusätzliche Wasserstoffdruck durch die Zersetzung der TiH_2 -Partikel eine Rolle spielen, der auch an anderen Stellen Poren entstehen lassen bzw. aufblasen kann, weshalb die Porosität mit zunehmendem Treibmittelgehalt stärker ansteigt. Hierfür spricht, dass für die erste Rissentstehungsphase keine Korrelation mit den TiH_2 -Partikeln festgestellt werden konnte (vgl. Abb. III.28).

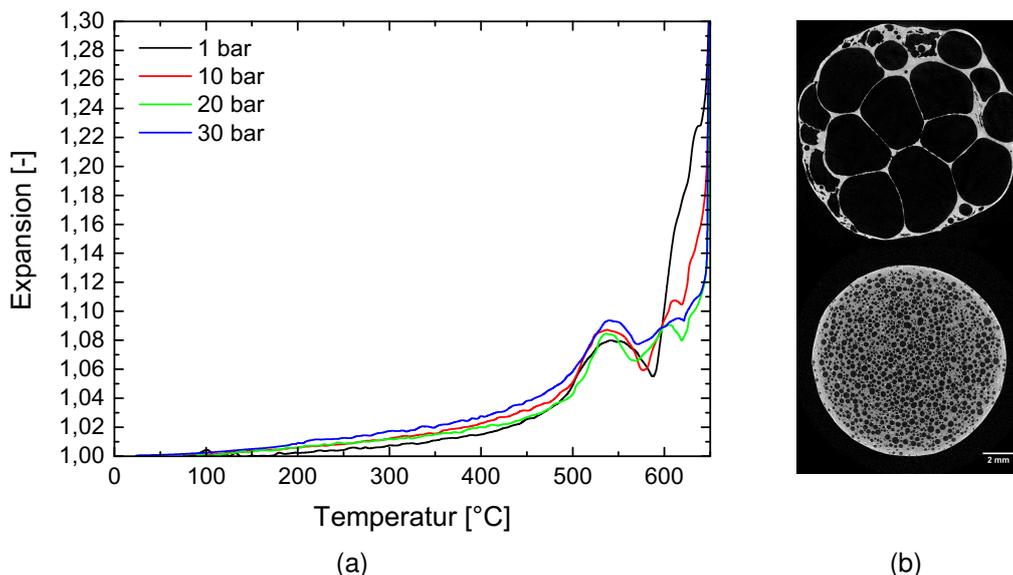


Abbildung IV.5: (a) Radioskopisch ermittelte Flächenexpansion von stranggepressten Al-Halbzeugen mit 1 Gew.-% TiH_2 unter verschiedenen Drücken und (b) horizontale tomographische Schnitte durch den unter 1 bar (oben) und 20 bar (unten) entstandenen Schaum.

Es wurde festgestellt, dass es beim Aufschäumen von stranggepressten Al-Proben mit 1 Gew.-% TiH_2 unter verschiedenen Drücken zwischen 1 bar und 30 bar zu einer Porositätszunahme im festen Bereich bis zu etwa 550 °C mit einer darauffolgenden Abnahme kommt, bevor die Probe schließlich erneut anfängt, stärker zu expandieren (vgl.

Abb. IV.5(a)). Mit zunehmendem Druck ist diese Abnahme schwächer. Eine Erklärung dafür ist, dass der Druck aus den Pulveradsorbaten und des vom TiH_2 abgegebenen Wasserstoffs die Bruchfestigkeit des Materials übersteigt und es zu Rissen kommt, die sich bis zur Probenoberfläche ziehen und den inneren Druck entweichen lassen. Die Probe kontrahiert dadurch. Die entstehenden Drücke können mehrere hundert Atmosphärendrücke betragen, weshalb die gemessene Flächenexpansion keine Druckabhängigkeit im Bereich bis 30 bar aufweist [GMMSB10]. Ist der äußere Druck erhöht und erreicht das Probeninnere, kann er der Kontraktion entgegenwirken, weshalb es bei höheren Drücken zu einer geringeren Volumenabnahme kommt. Weiterhin bestimmt der Druck während des Aufschmelzens und Schäumens (zweiter Porenbildungsbereich) der Probe die spätere Porengröße (vgl. Abb. IV.5(b)) [KBA⁺00, SBB01, GMBB05].

Für das Rissbildungsstadium in stranggepresstem Al wurde, anders als in der Literatur, keine örtliche Korrelation der Poren zu den TiH_2 -Partikeln gefunden (vgl. Abb. III.28) [HSO⁺03, HBP⁺05]. Dies kann daran liegen, dass die Kompaktierung der Halbzeuge sich weiterentwickelt hat (in der Literatur wurde nur mit einem Pressdruck von 100 MPa kompaktiert). Für uniaxial gepresste Proben wurde eine stärkere (als bei SP), wenn auch nicht bis zur Porenoberfläche reichende Korrelation festgestellt (vgl. Abb. III.29(a)). Der Mindestabstand von 10 μm kann auch auf einen Auflösungseffekt zurückzuführen sein. Durch die unebene Rissform kann auch die morphologische Filterung zu derartigen Ergebnissen führen. Trotzdem ist der Trend der von der Rissoberfläche her stärker (als bei der SP-Probe) zunehmenden TiH_2 -Dichte klar zu erkennen. Dieser wird noch verstärkt durch die inhomogene Rissbildung in der UA-Probe (vgl. Abb. III.29(b)). Durch die (kompaktierungsbedingte) schlechtere Wärmeleitfähigkeit, fängt die Probe von unten an zu schäumen, was dazu führt, dass zum Zeitpunkt des Erreichens der Vergleichs porosität von 4 % nur etwa die Hälfte des betrachteten Volumens von Rissen durchzogen ist. Demnach wird in der kumulativen Dichteverteilung bis 100 μm Porenabstand auch nur die Hälfte (UA: 0,95, SP: 0,45) des TiH_2 -Anteils erreicht. Die Kurve verlief bei Berücksichtigung des Gesamtvolumens demnach noch höher. In der zweiten Stufe der Porenentwicklung, wenn die rissförmigen in kugelförmige Poren übergehen, wurde auch für die SP-Proben eine Korrelation zwischen TiH_2 -Partikeln und Porenoberflächen festgestellt.

Es gilt bei der Ortskorrelation allerdings erneut die begrenzte örtliche Auflösung des Experiments zu bedenken. Abbildung IV.6 zeigt die, aus Abbildung II.1 bekannte, mittels Laserbeugung ermittelte Partikelgrößenverteilung des TiH_2 -Pulvers (schwarze, gefüllte Quadrate) einerseits, und die dazugehörige Aufsummierung der Volumenanteile über der Partikelgröße (rote, gefüllte Kreise) andererseits. Die schraffierten Balken geben die aus einer Tomographie ermittelte Partikelgrößenverteilung

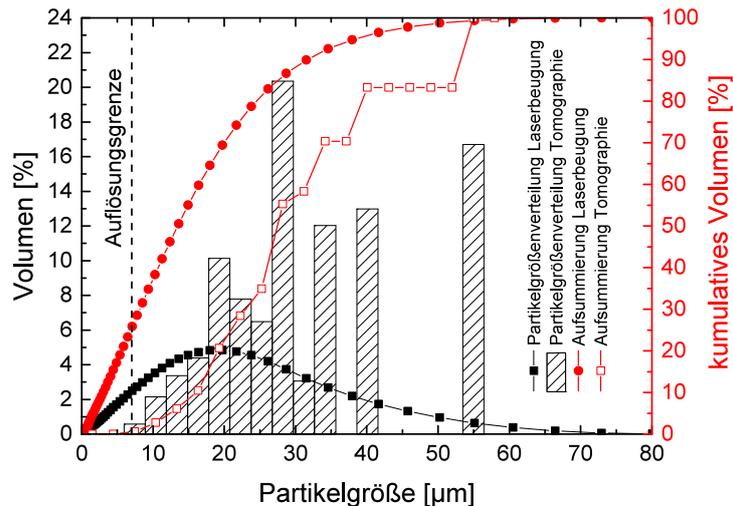


Abbildung IV.6: Mittels Laserbeugung und Volumenseparierung in einer Tomographie einer Al-Probe mit 1 Gew.-% TiH_2 (SP) ermittelte Partikelgrößenverteilung des genutzten TiH_2 -Pulvers

der äquivalenten Durchmesser für ca. 300 ermittelte Partikel in einer Al-Probe mit 0,25 Gew.-% TiH_2 (SP) wieder. Die dazugehörige Aufsummierung (rote, offene Quadrate) verläuft unterhalb der mittels Laserbeugung gemessenen Kurve. Beim kleinsten genutzten morphologischen Filterkernel beträgt der äquivalente Durchmesser $7,5 \mu\text{m}$. Dies ist die Auflösungsgrenze für die Detektierung der Poren bzw. Partikel. Im Fall von TiH_2 besitzen etwa 25 Vol.-% der Partikel einen geringeren Durchmesser als diesen. Das heißt aber, ein noch weitaus größerer Prozentsatz der Partikelanzahl (bei den Aluminiumhalbzeugen immer nur etwa ein Viertel der eingewogenen Partikel) bleibt der Ermittlung durch die genutzten tomographischen Methoden verborgen. Die Korrelationen beziehen sich also immer nur auf die größeren Partikel.

AlSi7 Die Legierung AlSi7 zeigt zwei Stufen der Porositätsentwicklung. Ähnlich der des Al kommt es zu Beginn zu einem Aufreißen, wenn der Gasdruck bereits hoch, die Legierung jedoch noch fest ist. Dies war jedoch nicht so stark ausgeprägt, wie in der Literatur beschrieben, was allerdings auf die verbesserte Kompaktierung zurückgeführt werden könnte [BSHB01, HBS⁺02]. Kurz nach der Risserscheinung, wenn die Solidustemperatur erreicht wird (vgl. Abb. III.8(i)), bildet sich vermutlich erste Schmelze an den Si-Partikeln, was eine weitere Porenbildungsphase mit weniger anisotropen Poren zur Folge hat (vgl. Abb. III.8(j) und III.14(a)).

Der aus der Literatur bekannte Porenbildungstyp II, also Poren, die nicht am Treibmittelpartikel entstehen, konnte für die Legierung AlSi7 indirekt bestätigt werden [BBC01, HBP⁺05, RHB⁺09]. Abbildung IV.7 zeigt (a) einen tomographischen Schnitt mit nur schwach zu erkennenden, von Poren umrandeten Si-Partikeln und (b) 3D-Darstellungen

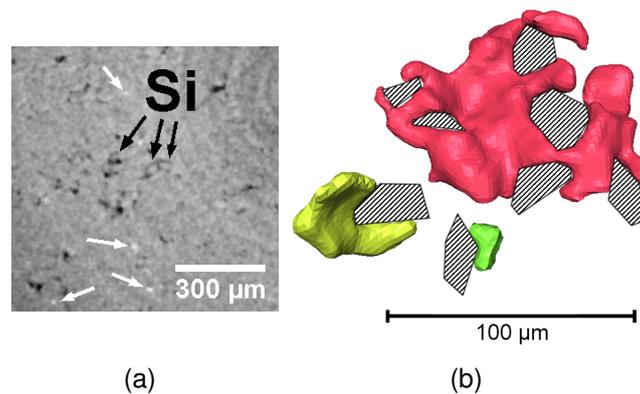


Abbildung IV.7: (a) Tomographischer Schnitt, der die nur anhand der Form erkennbaren Si-Partikel in der Al-Matrix (grau) und die um sie herum entstehenden Poren (schwarz) zeigt (zusätzlich durch weiße Pfeile markiert sind TiH₂-Partikel), und (b) 3D-Darstellung typischer Porenformen in der Legierung AlSi7 kurz nach Beginn der zweiten Porenentwicklungsstufe (vgl. Abb. III.8(b)) aus unterschiedlichen Bereichen eines Tomogramms. Schraffierte Bereiche sind Orte, an denen Si-Partikel vermutet werden.

typischer Poren der zweiten Porenbildungsstufe, die an ihren Rändern scharfkantig sind und teilweise Löcher mit ebenso kantiger Form in der Größe der Si-Partikel ($D_{50}^{\text{Si}} = 26,5 \mu\text{m}$ - vgl. Tab. II.1) aufweisen. Dies lässt vermuten, dass es sich bei diesen Bereichen um Orte handelt, an denen sich ein durch den geringen Kontrast nicht sichtbares Si-Partikel befindet (schraffiert dargestellt).

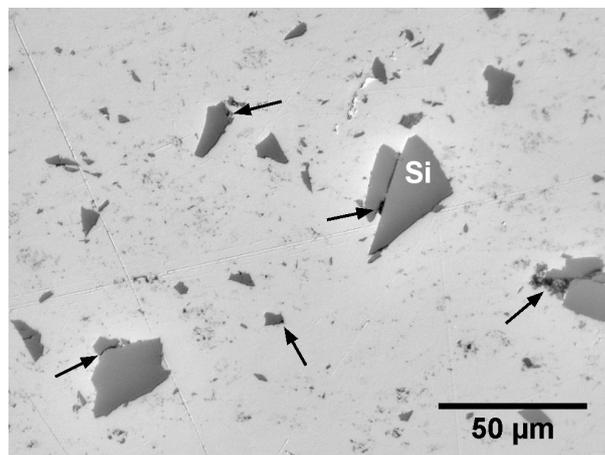


Abbildung IV.8: Lichtmikroskopische Aufnahme der AlSi7-Probe mit 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) mit durch schwarze Pfeile markierten Hohlräumen zwischen/an Si-Partikeln (dunkelgrau).

Erneut sind auch bei der AlSi7-Legierung Hohlräume an den Partikeln (Si und TiH₂) im Gefügebild zu erkennen (vgl. Abb. IV.8).

AlMg17,5 Die treibmittelfreie Legierung AlMg17,5 weist durch ihren hohen Anteil an vorlegiertem AlMg50-Pulver eine im Vergleich zum Al-Pulver große Menge an Wasserstoff auf [MGMJB10]. Dieser ist weitestgehend (abhängig von der Partikelgrößenverteilung) homogen über das Halbzeug verteilt.

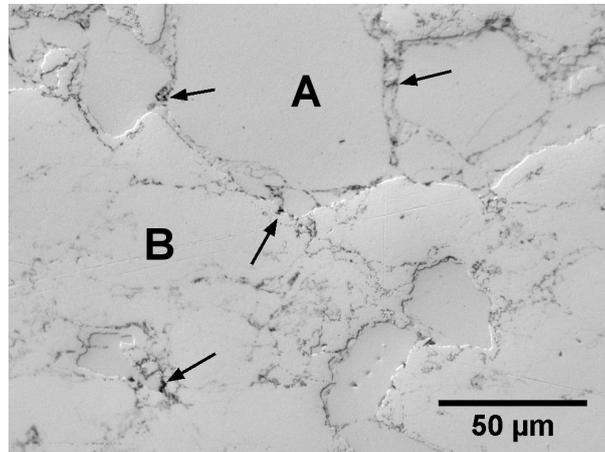


Abbildung IV.9: Lichtmikroskopische Aufnahme der AlMg17,5-Probe ohne Treibmittel (UA) mit durch schwarze Pfeile markierten Hohlräumen und eingezeichneten Gefügebestandteilen (A) AlMg50 und (B) Al.

Abbildung IV.9 zeigt das Gefüge bestehend aus größeren (eingelassen wirkenden) ehemaligen AlMg50-Pulverpartikeln (A) und Al-Matrix (B). Mit Pfeilen markiert sind erneut poröse Bereiche. Der EDX-Scan zeigt eine Phasenaufteilung in gesättigten Al-Mischkristall und β -Al₃Mg₂ (vgl. Abb. III.22). Bei der Umwandlung der γ -Al₁₂Mg₁₇-Phase in β während des Pressens kann es durch die Abnahme des Mg-Anteils und die damit einhergehende abnehmende Wasserstofflöslichkeit und in Form von MgH₂ gebundene, theoretische Wasserstoffkapazität (von 4,4 Gew.-% auf 3 Gew.-%) zur Porositätsentwicklung im Halbzeug kommen [And08].

Eine Abnahme der Oberflächenspannung von Al-Legierungen mit zunehmendem Mg-Gehalt w wurde durch

$$\sigma_{\text{Al-Mg}} = [869 - 72 \ln(1 + 0.3w)] \text{ mJ m}^{-2} \quad (\text{IV.4})$$

beschrieben, was im in der Literatur betrachteten Bereich bis 8 Gew.-% Mg einer Erniedrigung um etwa 10 % entspricht [GGCLP92]. Nach Gleichung I.3 wird dadurch die Energiebarriere verringert, was zu einer einfacheren Nukleation der Blasen führen sollte. Inwiefern dies auch für die eutektische Zusammensetzung gilt, ist jedoch nicht bekannt.

Die β -Al₃Mg₂-Phase hat je nachdem, welche Quelle man heranzieht, eine eutektikumsnahe Zusammensetzung (vgl. Abb. IV.10). Daher schmilzt der größte Teil dieser

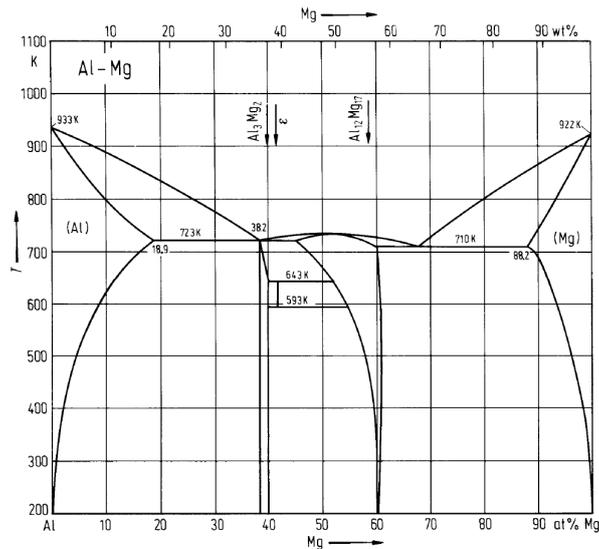


Abbildung IV.10: Phasendiagramm des Systems Aluminium-Magnesium [Pre].

Phase bei Erreichen von $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ auf. Dies ist auch in etwa die Temperatur, bei der die ersten Poren in dieser Legierung entstehen (vgl. Abb. III.9(a)). Anhand der Porenform und -größe erkennt man das Wachstum bis zum Ausfüllen der vormaligen AlMg50-Bereiche (vgl. Abb. III.9(f-g)), während der Al-Mischkristall noch bei Temperaturen um $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ und darüber begrenzend wirkt. Durch den großen Schmelzeanteil bzw. die hohe Temperaturdifferenz zur Liquidustemperatur ist es den Poren möglich, schnell zu wachsen (vgl. Abb. III.21), jedoch erniedrigt sich dadurch auch die Viskosität der Schmelze, was zu einer verringerten Zellwandstabilität und zu Koaleszenz in diesen frühen Stadien führt (vgl. Abb. III.17) [GMSB11].

AlSi8Mg4 Für die Legierung AlSi8Mg4 konnte eine eindeutige Korrelation der ersten entstandenen Poren mit der Phase der ehemaligen AlMg50-Partikel festgestellt werden (vgl. Abb. III.26(d)). Die Begründung erfolgt analog zur Legierung AlMg17,5, da die β -Phase früher aufschmilzt, als das TiH_2 in seiner Wasserstoffabgaberate ansteigt. Das Experiment an der EDDI-Beamline untermauert dies mit dem gleichzeitigen Verschwinden der Al_3Mg_2 -Reflexe und dem damit verbundenen Aufschmelzen dieser Phase und der Porenentstehung (vgl. Abb. III.24(a)).

Außerdem wurde anhand der tomographischen Schnitte eine Häufung der Porenbildung im Randbereich der AlMg50-Partikel festgestellt (vgl. Abb. III.10(b)). Abbildung IV.11 zeigt die Quantifizierung dieser qualitativen Vermutung in der dritten Dimension. Aus der EDX-Linienmessung an Halbzeugen der Legierung AlSi8Mg4 wissen wir, dass die AlMg50-Pulverpartikel nach dem uniaxialen Heißpressen in zwei Phasen vorliegen – einem inneren Kern aus $\gamma\text{-(Al}_{12}\text{Mg}_{17})$ und einem äußeren Rand aus $\beta\text{-(Al}_3\text{Mg}_2)$ -

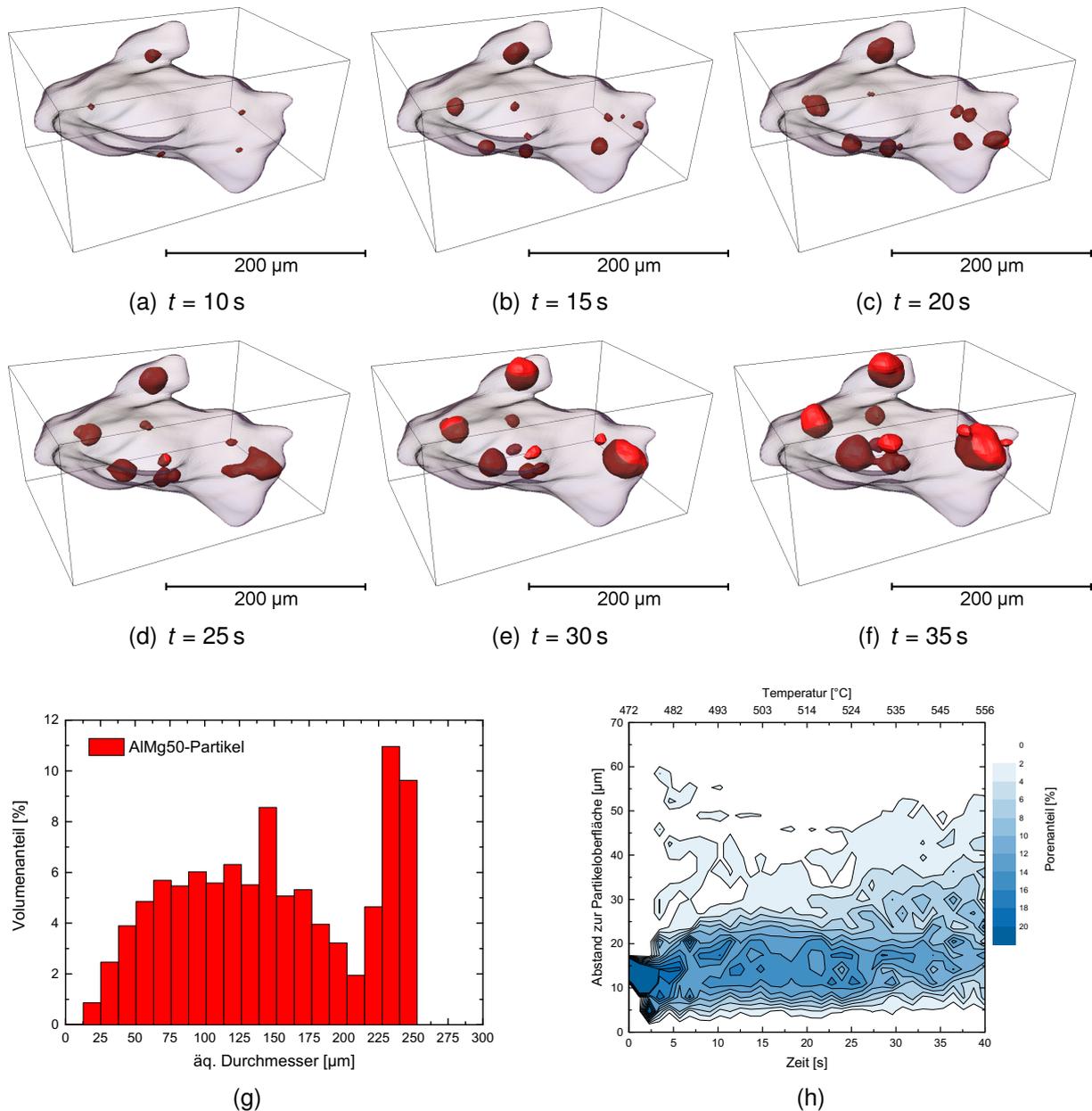


Abbildung IV.11: Ortskorrelation der Porenentstehung innerhalb der AlMg50-Partikel: (a-f) Porenentwicklung (rot) in einem ausgesuchten AlMg50-Partikel (grau-transparent) zu verschiedenen Zeitpunkten zwischen 10 und 35 s, (g) Äquivalente, aus der Tomographie bestimmte, Partikeldurchmesser-Verteilung der AlMg50-Partikel aus dem AlSi8Mg4-Halbzeug und (h) Verteilung der Mittelpunktsabstände von in großen Partikeln ($D_{\text{äq}} > 150 \mu\text{m}$) eingebetteten Poren zur Partikeloberfläche.

Phase (vgl. Abb. III.23). Die Ausdehnung des Randbereichs beträgt etwa 25 μm . Die Partikelgrößenverteilung des Gesamtpartikels ($\gamma + \beta$) ist in Abbildung IV.11(g) zu sehen. Um die Vermutung der Nukleation am Rand zu bestätigen, wurden aus den separierten Partikeln diejenigen ausgewählt, die einen äquivalenten Durchmesser von mehr als 150 μm besitzen. Dieser Wert wurde so hoch gewählt, da die Partikel eine eher flache Form besitzen und sichergestellt werden sollte, dass es einen γ -Anteil in der Mitte gibt. Über eine EDT der separierten Partikel und der Maskierung mit den Schwerpunkten der innerhalb der Partikel entstehenden Poren ergibt sich die anzahlgewichtete Verteilung der Porenschwerpunktsabstände zur Partikeloberfläche, die eine eindeutige Häufung im Abstand zwischen 10 und 20 μm aufweist (vgl. Abb. IV.11(h)), was etwa der Dicke der β -Schicht entspricht.

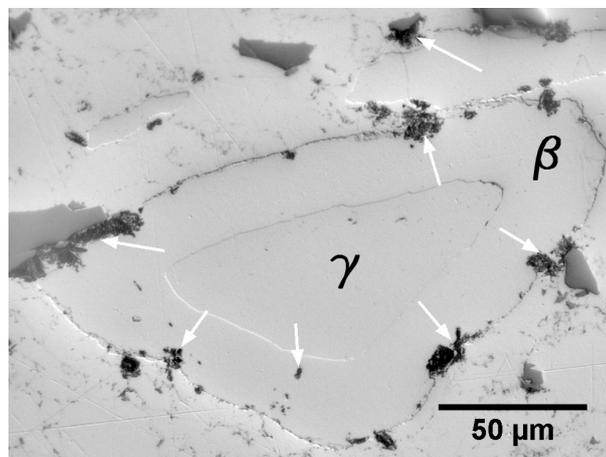


Abbildung IV.12: Lichtmikroskopische Aufnahme des ungeschäumten AlSi8Mg4-Halbzeugs mit 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) mit markierter Mg₂Si-Phase (weiße Pfeile).

Dies ist zum einen durch den niedrigeren Schmelzpunkt der naheutektischen β - gegenüber der γ -Phase zu erklären (vgl. Abb. IV.10). Zum anderen ist in den mikroskopischen Aufnahmen (z. B. Abb. IV.12) auch die Bildung der Mg₂Si-Phase an den Grenzflächen zwischen Si- und AlMg50-Partikel zu erkennen (weiße Pfeile). Diese ist hochschmelzend (Schmelztemperatur 1076 °C [KCL+05]) und könnte als Nukleationszentrum wirken. Messungen an zusätzlich zur Heißpressung für eine Stunde bei 400 °C gesinterten Halbzeugen dieser Legierungen haben sowohl einen größeren Mg₂Si-Anteil als auch eine hohe Porosität des Halbzeugs ergeben.

Es drängt sich die Frage auf, warum im Beugungsspektrum in der Abbildung III.24(a) keine γ -Reflexe detektiert wurden. Eine kurze Abschätzung des zu erwartenden Volumens ergibt mit

$$\frac{V_{\gamma}}{V_{\beta}} = \frac{V_{\gamma}}{V_{\text{Partikel}} - V_{\gamma}} = \frac{D_{\gamma}^3}{D_{\text{Partikel}}^3 - D_{\gamma}^3} \quad (\text{IV.5})$$

unter der Annahme kugelförmiger Partikel, einer Randschichtdicke von $25\ \mu\text{m}$ (vgl. Abb. IV.12) und der Partikelgrößenverteilung aus Abbildung IV.11(g) einen Gesamtanteil des inneren Phasenvolumens von etwa 44 % des Randschichtvolumens. Betrachtet man nun die schon sehr geringe Peakhöhe der β -Phase, ist es nicht verwunderlich, dass die γ -Phase nicht zu ermitteln ist. Des Weiteren hat sie einen sehr breiten Konzentrationsbereich und tritt in verschiedenen Unterstrukturen auf, was die Beugungsreflexe verbreitern und in ihrer Intensität verringern könnte.

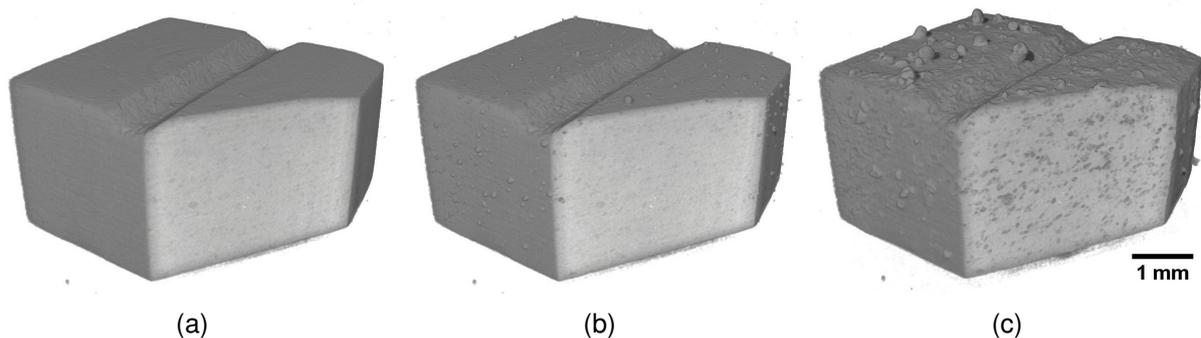


Abbildung IV.13: Frühzeitiges Austreten niedrigschmelzender Gefügebestandteile an der Halbzeugoberfläche: Tomographie (1 tps) einer mit größerem FoV aufgenommenen Probe der Legierung $\text{AlSi8Mg4} + 0,25\ \text{Gew.-% TiH}_2$ (UA) (a) 1 s vor, (b) bei Eintritt in die erste Porenbildungsphase und (c) am Ende dieser (kurz vor Übergang in die zweite Porenbildungsphase).

Ein für mehrere Legierungen (z. B. die früher oft genutzte AlSi6Cu4) bekanntes Phänomen ist das Austreten niedrigschmelzender Anteile in Form von Schmelztropfen aus dem noch festen Halbzeug während des Aufheizens. Dieses Phänomen tritt auch für die Legierung AlSi8Mg4 auf und ist in Abbildung IV.13 dargestellt. Es ist auch für die großen Hohlräume vor Beginn der eigentlichen Porenentstehung in Abbildung III.10(e-f) und III.24(b)(oben) verantwortlich. Es wird davon ausgegangen, dass das Austreten eine Art „Puffer“ darstellt und zu hohe Gasdrücke aufnehmen kann, die sonst zu einem Aufreißen der Probe führen würden. Ein ähnlicher Effekt wurde bei Zink-Pulverzugabe gefunden [IKS04].

In der zweiten Phase der Porenentstehung kommt es zur Korrelation der Poren mit den TiH_2 -Partikeln bei dem sich die Abstände im unteren Bereich um die Auflösungsgränze von einem Voxel Abstand häufen und kein Partikel in einem Abstand von mehr als $40\ \mu\text{m}$ von der Pore vorkommt (vgl. Abb. III.31). Diese Gränze ergibt sich aus der mittleren Materialstärke, abgebildet in Abbildung IV.15. In der zweiten Porenbildungsphase fällt diese auf unter $50\ \mu\text{m}$ ab, was keinen Widerspruch bedeutet, da dieser Wert auch die PLATEAU-Kanten und Knoten berücksichtigt. Es können auch Typ I Poren beobachtet werden, die direkt an einem TiH_2 Partikel entstehen und von diesem gespeist wer-

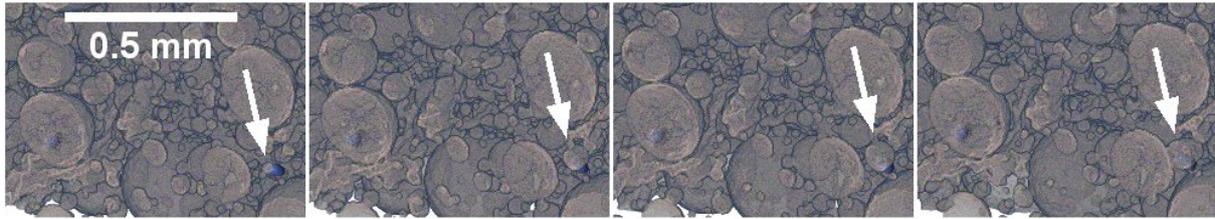


Abbildung IV.14: Entstehung und Koaleszenz einer Blase an einem TiH_2 -Partikel in der Legierung $\text{AlSi8Mg4} + 0,25 \text{ Gew.-% TiH}_2$ (UA) mit einer Lebensdauer von weniger als 4 s.

den. Zu sehen ist eine solche Pore in Abbildung IV.14. Sie entsteht, wächst sehr schnell und vereinigt sich im vierten Bild mit der nächsten Pore. Diese Wachstumsdynamik ist auch verantwortlich für die erhöhte Koaleszenz am Ende des ersten Porenbildungsbereichs im Vergleich zu einer Probe der selben Legierung ohne Treibmittelzusatz (vgl. Abb. III.30 und IV.1).

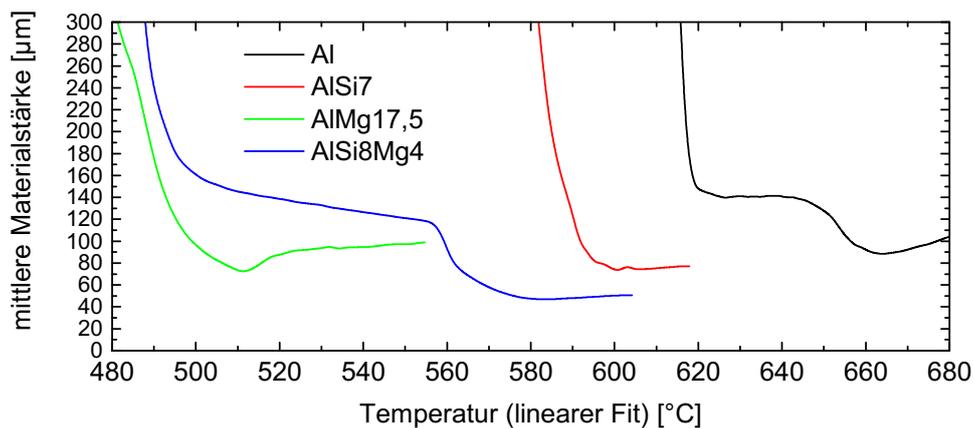


Abbildung IV.15: Entwicklung der flächengewichteten mittleren Materialstärke über der steigenden Schäumtemperatur (linear approximiert) für die vier betrachteten Legierungen (schwarz: $\text{Al} + 0,25 \text{ Gew.-% TiH}_2$ (SP), rot: $\text{AlSi7} + 0,25 \text{ Gew.-% TiH}_2$ (UA), grün: AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) und blau: $\text{AlSi8Mg4} + 0,25 \text{ Gew.-% TiH}_2$ (UA))

Abbildung IV.15 zeigt die Entwicklung der mittleren Materialstärke, welche gegenüber der üblicherweise ermittelten mittleren oder minimalen Zellwandstärke auch die PLATEAU-Kanten und Knoten miteinbezieht. Sie ist ein Indikator für die Stabilität des flüssigen Schaums. Es ist zu erkennen, dass Aluminium mit $88 \mu\text{m}$ das höchste Minimum zeigt, gefolgt von AlSi7 mit $73 \mu\text{m}$, AlMg17,5 mit $72 \mu\text{m}$ und dem niedrigsten Wert von $47 \mu\text{m}$ für die Legierung AlSi8Mg4 . Dies kann am Mechanismus der Zellwandstabilisierung der verschiedenen Legierungen liegen. Es wurde aber auch gezeigt, dass die Herstellungsparameter sowohl bei der Kompaktierung, als auch beim Aufschäumen einen großen, wenn nicht sogar größeren Einfluss auf die mittlere Zellwandstärke hat als die bloßen Materialparameter [KAS05]. Weitere Untersuchungen sind deshalb an-

zustellen. Es ist zudem zu bedenken, dass es sich bei den gezeigten Stadien noch nicht um voll ausgeschäumte Proben handelt.

IV.3. Abschätzung der Energiebarriere

Für die Abschätzung einer zur Nukleation der Poren zu überschreitenden Energiebarriere (vgl. Kap. I.2.1) wurde der KISSINGER-Ansatz genutzt [Kis56]. Er beschreibt ein ursprünglich für die Differenz-Thermoanalyse (im Original angewandt für die Dehydratisierung von Ton) entwickeltes Verfahren, das auf Grundlage der Messung der Peaktemperatur, bei der die Reaktionsrate einer Umwandlung ihr Maximum erreicht, für verschiedene Heizraten und der mit diesen einhergehenden Verschiebung der Temperaturen, eine direkte Ableitung der dem Umwandlungsprozess zugrunde liegenden Aktivierungsenergie erlaubt.

Nach KISSINGER kann die Aktivierungsenergie ΔG^* über die jeweiligen Peaktemperaturen T_P mit

$$\frac{d\left(\ln\frac{\phi}{T_P^2}\right)}{d\left(\frac{1}{T_P}\right)} = -\frac{\Delta G^*}{k_B} \quad (\text{IV.6})$$

und durch Auftragen von $\ln\left(\frac{\phi}{T_P^2}\right)$ über $\frac{1}{T_P}$ in einem ARRHENIUS-Diagramm über den Anstieg der erhaltenen Gerade ermittelt werden.

Der vereinfachte Ansatz ist hier, im Gegensatz zur traditionellen Dynamischen Differenzkalorimetrie (bei der der KISSINGER-Ansatz auch Verwendung findet), das Einsetzen der Nukleationsratendichte anstelle des Wärmestroms. Die Annahme ist demnach, dass die Nukleation einer Pore einen einheitlichen Energiebetrag verbraucht.

Abbildung IV.16(a) zeigt die für die Experimente mit verschiedenen Heizraten (vgl. Abb. III.32) bestimmten Nukleationsratendichten (Ableitungen nach der Zeit) und die in die Anstiege der jeweiligen Porenbildungsphasen gefitteten GAUSSfunktionen. Aus den Erwartungswerten ergibt sich die jeweilige Peaktemperatur T_P , welche zusammen mit den Heizratenvorgaben im ARRHENIUS-Plot IV.16(b) dargestellt ist.

Es ergeben sich für die Peakverschiebungen der zwei Porenbildungsphasen die in Tabelle IV.1 eingetragenen Aktivierungsenergien von $4,0 \cdot 10^{-19}$ J für die (mit ansteigender Temperatur) erste und $5,5 \cdot 10^{-19}$ J für die zweite Porenbildungsphase. Dieser Wert setzt sich aus drei verschiedenen, nah aneinanderliegenden Heizraten zusammen, die auf jeweils nur einem Experiment beruhen. Die Temperaturmessung an der Oberfläche des Tiegels stellt hierbei die größte Fehlerquelle dar. Mit zunehmender Heizrate kommt es zu einem wachsenden Versatz zwischen gemessener und Proben temperatur (wie auch schon bei der Abkühlung in Abbildung III.2 zu sehen). Bei Annahme

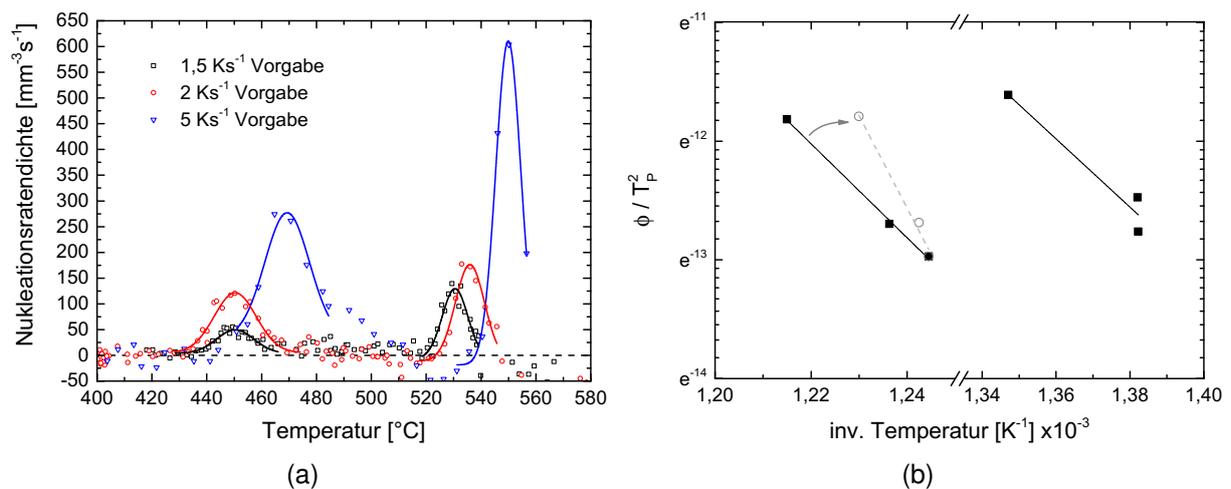


Abbildung IV.16: Nicht-isotherme Analyse nach KISSINGER: (a) Bestimmung der Temperatur zum Zeitpunkt der maximalen Nukleationsratendichte T_P für die verschiedenen Heizraten der Legierung AlSi8Mg4 mit 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) mit rein-Mg und (b) der Aktivierungsenergie nach KISSINGER.

eines Versatzes von 10 K für $\phi = 5 \text{ Ks}^{-1}$ und 4 K für $\phi = 2 \text{ Ks}^{-1}$ ergibt sich eine Erhöhung des Anstiegs (vgl. grau gestrichelte Gerade in Abb. IV.16(b)). Die ermittelte Aktivierungsenergie verdoppelt sich dadurch annähernd auf $1,1 \cdot 10^{-18} \text{ J}$.

Tabelle IV.1: Mit Abb. IV.16(b) gewonnene Ergebnisse der KISSINGER-Analyse für die Legierung AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) mit rein-Mg.

Methode	ΔG_1^* [J]	ΔG_2^* [J]
Kissinger	$4,0 \cdot 10^{-19}$	$5,5 \cdot 10^{-19}$
eigene Methode	$1,3 \cdot 10^{-18}$	$7,7 \cdot 10^{-18}$

Viele thermisch aktivierte Prozesse folgen dem ARRHENIUSgesetz. Ein Versuch, über einen einfachen ARRHENIUSansatz (vgl. Gl. I.5) einen Wert zur Beschreibung der zu überwindenden Energiebarriere zu finden, wird im Folgenden dargestellt. Es handelt sich bei dem in dieser Arbeit durchgeführten Schäumen um einen nicht-isothermen Prozess. Zudem ist das Metallschaumsystem sehr komplex. Es gibt während der Porenentwicklung mehrere Umwandlungsprozesse, die bei verschiedenen Temperaturen in unterschiedlichen Geschwindigkeiten ablaufen. Zu nennen sind das Aufschmelzen, die Zersetzung der Adsorbate (welche homogen verteilt sind), der Treibmittelpartikel (welche den Wasserstoff sehr lokal abgeben) und die Diffusion des Wasserstoffs zu den gebildeten Poren. Der vorgestellte Ansatz bietet nur einen Vergleichswert, dessen physikalische Hintergründe hier nicht begründet werden können.

Unter der Annahme einer homogenen Probe und eines unendlichen Vorrats an zur Nukleation nutzbaren Gases, der Nichtbeeinflussung neuer Keime durch bereits ent-

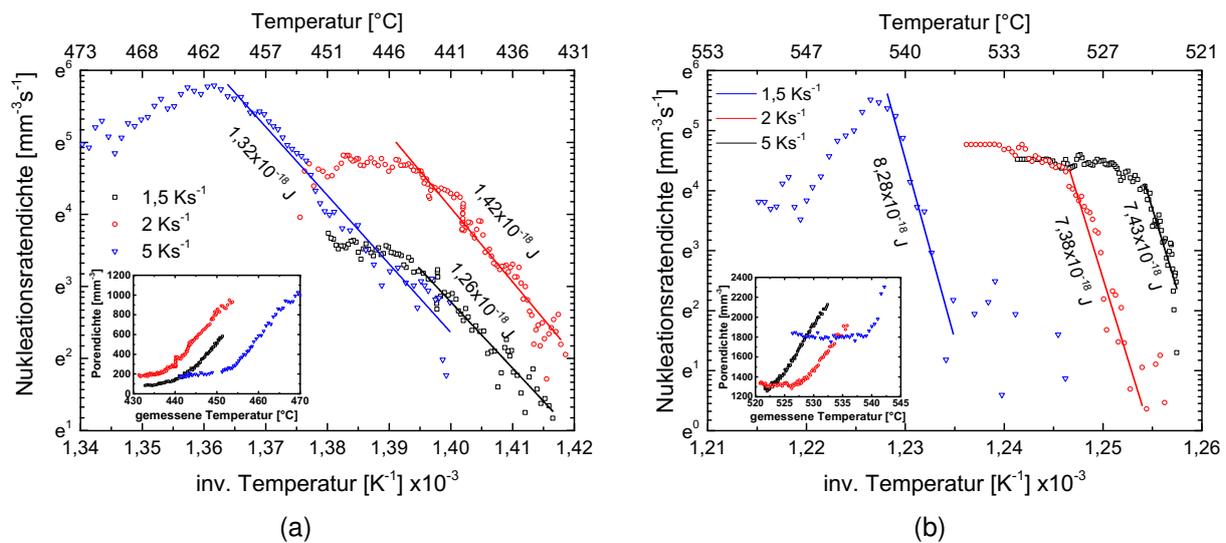


Abbildung IV.17: ARRHENIUSplots für die verschiedenen Heizraten der AISi8Mg4-Legierung mit 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) mit rein-Mg (10 tps) für (a) die erste und (b) die zweite Phase der Porenentstehung mit $\phi = 1,5 \text{ Ks}^{-1}$ (schwarz), 2 Ks^{-1} (rot) und 5 Ks^{-1} (blau).

standene ältere Keime und eines vernachlässigbaren kinetischen Vorfaktors erfolgt die Ermittlung der Energiebarrierenabschätzung aus der einfachen Auftragung der Nukleationsraten über die inverse Temperatur in einem ARRHENIUS-Plot (vgl. Abb. IV.17). Hierzu wurden für den Anfangsbereich der ersten (vgl. Abb. IV.17(a)) und zweiten Porenbildungsphase (vgl. Abb. IV.17(b)) alle Tomogramme der 10 tps-Messungen zur Auswertung herangezogen. Die aus den Anstiegen ermittelten Werte erscheinen heizratenunabhängig und sind über die Heizraten gemittelt ebenfalls in Tabelle IV.1 eingetragen. Sie übersteigen die über die KISSINGER-Methode ermittelten Werte um das 3- bis 14-fache, was angesichts der gemachten Näherungen annehmbar erscheint. Weitere Analysen an den unterschiedlichen Legierungen sind in Abbildung IV.18 zu sehen und ihre Energiebarrierenabschätzungen in Tabelle IV.2 eingetragen.

Tabelle IV.2: Aus Abb. IV.18 bestimmte Energiebarrieren für Al + 0,25 Gew.-% TiH₂ (SP) und die betrachteten Legierungen AISi7 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA), AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) und AISi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA).

Legierung	ΔG_1^* [J]	ΔG_2^* [J]
Al	$7,3 \cdot 10^{-18}$	$1,8 \cdot 10^{-18}$
AISI7	$4,5 \cdot 10^{-18}$	$2,0 \cdot 10^{-18}$
AlMg17,5	$1,6 \cdot 10^{-18}$	-
AISI8Mg4	$2,5 \cdot 10^{-18}$	$5,0 \cdot 10^{-18}$

Die Temperaturmessung spielt auch hier eine wichtige Rolle. Bei den Experimenten aus Kapitel III.2 (bzw. Tab. IV.2) wurde das weniger homogene Laserheizsystem in

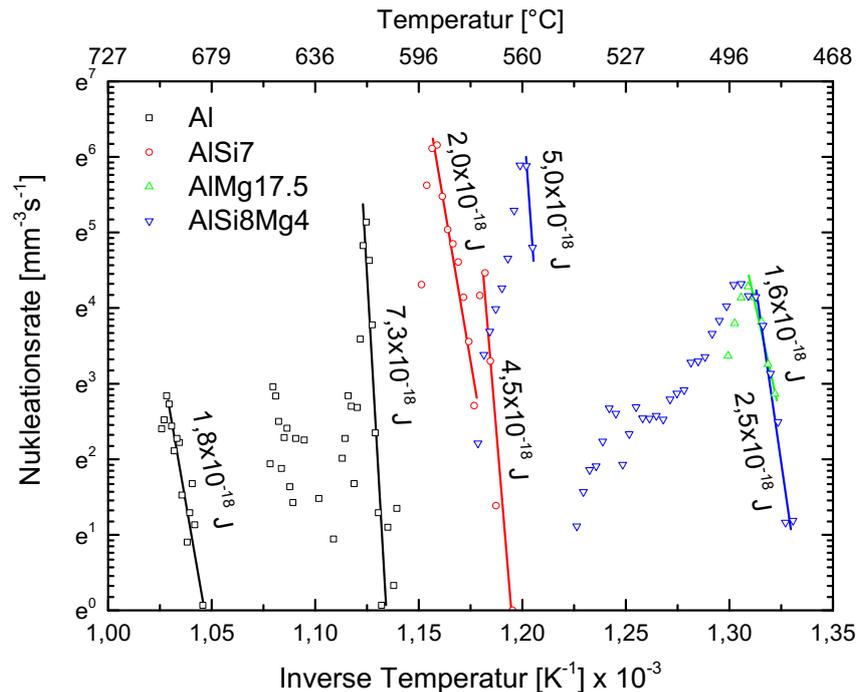


Abbildung IV.18: ARRHENIUSplots der logarithmierten Nukleationsratendichten über der inversen Temperatur für Al + 0,25 Gew.-% TiH₂ (SP) (schwarz) und die betrachteten Legierungen AlSi7 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) (rot), AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) (grün) und AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ (UA) (blau), aufgenommen mit 1 tps, geschäumt mit einer Heizrate von 2 K s⁻¹ (vgl. Abb. III.11).

Kombination mit einem Tiegel mit größerer Wandstärke (0,5 mm) eingesetzt, was eines größeren Ausmaßes an indirekter Kalibrierung (vgl. Kap. II.2.2) im Nachhinein bedurfte. Diese wurde zwar für die verschiedenen Legierungen durchgeführt, am Ende wurde jedoch ein für alle Legierungen optimaler Wert genutzt. Dies erklärt den Unterschied in den Temperaturen zwischen den verschiedenen Experimenten der Legierung AlSi8Mg4, die mit unterschiedlichen Heizsystemen vollzogen wurden. Weiterhin ist eine homogene Temperaturverteilung trotz der geringen Größe und der guten thermischen Leitfähigkeit der Probe nicht immer gegeben. Die in den Abbildungen III.10(e) oder III.24(b) bereits zu sehenden Randbereiche stehen im direkten Zusammenhang mit der zu Beginn austretenden niedrighschmelzenden Phase (vgl. Abb. IV.13). Vor allem in Abbildung III.24(b) ist gut zu sehen, wie die Probe bedingt durch die Heizart von oben zuerst aufschmilzt und anfängt zu schäumen. Eine Angabe der Temperatur ist deshalb immer kritisch zu betrachten und meist nicht für das gesamte Probenvolumen annehmbar. Ungenauigkeiten in der Temperaturmessung verändern die ermittelte Energiebarriere am Beispiel der AlSi8Mg4-Probe aus Abbildung IV.18 für $\Delta T = 30 \text{ K}$ um ca. 6%. Der Unterschied in den ermittelten Energiebarrierewerten zwischen den

mit verschiedenen Aufnahmegeschwindigkeiten gemachten Experimente kann möglicherweise auch auf einen Zeitauflösungseffekt zurückzuführen sein.

Es zeigt sich, dass für die jeweils ersten Porenentwicklungsstufen die Energiebarrieren von der Legierung AlMg17,5 über AlSi8Mg4, AlSi7 bis zu Al größere Werte besitzen, es also mehr Arbeit benötigt einen Nukleus zu erzeugen.

Die ermittelten Tendenzen sind im Vergleich zwischen den Legierungen erklärbar, aber zur Ermittlung eines zuverlässigen Wertes ist die Beschreibung durch die beiden vorgestellten Verfahren wegen der komplexen Systemkinetik und der vorherrschenden Mikrostruktur nicht geeignet.

Eine Möglichkeit dies genauer zu erkunden wäre die KISSINGER-Analyse mit weiteren Heizraten und die mehrmalige Wiederholung der Experimente. Dies ist jedoch in Anbetracht der aufzunehmenden Datenmengen mit einem sehr großen Aufwand verbunden. Eine genauere Temperaturbestimmung ist bereits für nächste Experimente in Vorbereitung.

V. Zusammenfassung

Das in dieser Arbeit genutzte Verfahren der Tomoskopie mit einer zeitlichen Auflösung von bis zu 20 tps eröffnet neue Möglichkeiten der quantitativen *in-situ*-Untersuchung des Schäumprozesses von Aluminiumlegierungen.

Auswertungsmethoden wurden weiterentwickelt und auf die unterschiedlichen Fragestellungen angepasst. Insbesondere wurde die Auswertung automatisiert und ihre Geschwindigkeit um eine Größenordnung erhöht, um die enormen Datenmengen von bis zu 0,48 TB pro Minute Aufnahmezeit handhabbar zu machen.

Verschiedene Schäumstadien, wie die Gasnukleation, das Blasenwachstum, die Blasenkoaleszenz, die Vergrößerung und Erstarrung wurden identifiziert und analysiert. Besondere Aufmerksamkeit wurde dabei auf die Gasnukleation gelegt. Dabei konnten verschiedene Mechanismen der Porenentstehung wie das Aufreißen des Halbzeugs vor dem vollen Aufschmelzen oder das lokale Aufschmelzen einzelner Gefügebestandteile beobachtet und mit aus der Literatur bekannten Ergebnissen verglichen werden. Es wurden bei den genutzten Heizraten in Aluminium und den Legierungen AlSi7 und AlSi8Mg4 mehrere Stufen der Porenentstehung entdeckt und die Dynamik des darauffolgenden Wachstums quantifiziert.

Mithilfe eines energiedispersiven Diffraktions- und Tomographieaufbaus konnten Phasenanteile während des Schäumens verfolgt werden bei gleichzeitiger Beobachtung der Makrostruktur, was Rückschlüsse auf den Nukleationsprozess erlaubt, wie beispielsweise das Aufschmelzen der magnesiumreichen Phase bei gleichzeitiger Bildung der ersten Poren in der kommerziell eingesetzten AlSi8Mg4-Legierung.

Die Nukleationsratendichten wurden für verschiedene Legierungen, Heizraten und Aufnahmegeschwindigkeiten bestimmt. Die Entwicklung der Schaumstruktur konnte während des Aufschäumens in drei Dimensionen beobachtet und Rückschlüsse auf die Orte der Porenentstehung konnten gezogen werden. Durch die zusätzliche Dimension der Zeit konnte beispielsweise ein Wechsel im Porenbildungstyp in der Legierung AlSi8Mg4 von einem Porenbildungsmechanismus zu einem anderen festgestellt werden. Die Energiebarriere wurde qualitativ abgeschätzt und die Legierungen wurden untereinander verglichen.

Die entwickelte Methodologie erlaubt eine viel zielgerichtete Optimierung von Metallschäumen als die bislang eingesetzten Methoden, die meist auf der *ex-situ*-Untersuchung von Metallschäumen in verschiedenen Stadien oder der einfachen *in-situ*-Radioskopie während des Schäumens beruhen. Als erstes Ergebnis liegt eine Neubestimmung des optimalen Titanhydridgehaltes in kommerziellen AlSi8Mg4 Schäumlegierungen vor.

Literaturverzeichnis

- [AAM92] AREFMANESH, Ali ; ADVANI, Suresh G. ; MICHAELIDES, Efstathios E.: An accurate numerical solution for mass diffusion-induced bubble growth in viscous liquids containing limited dissolved gas. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer* 35 (1992), Nr. 7, S. 1711–1722
- [AD84] AMON, Moris ; DENSON, Costel D.: A study of the dynamics of foam growth: analysis of the growth of closely spaced spherical bubbles. In: *Polymer Engineering & Science* 24 (1984), Nr. 13, S. 1026–1034
- [And08] ANDREASEN, Anders: Hydrogenation properties of Mg–Al alloys. In: *International Journal of Hydrogen Energy* 33 (2008), Nr. 24, S. 7489–7497
- [APDB⁺15] AARLE, Wim van ; PALENSTIJN, Willem J. ; DE BEENHOUWER, Jan ; ALTANTZIS, Thomas ; BALS, Sara ; BATENBURG, K J. ; SIJBERS, Jan: The ASTRA Toolbox: A platform for advanced algorithm development in electron tomography. In: *Ultramicroscopy* 157 (2015), S. 35–47
- [Ban06] BANHART, John: Metal foams: production and stability. In: *Advanced Engineering Materials* 8 (2006), Nr. 9, S. 781–794
- [Ban13] BANHART, John: Light-Metal Foams—History of Innovation and Technological Challenges. In: *Advanced Engineering Materials* 15 (2013), Nr. 3, S. 82–111
- [BB67] BEARDEN, Jo A. ; BURR, AF: Reevaluation of X-ray atomic energy levels. In: *Reviews of Modern Physics* 39 (1967), Nr. 1, S. 125
- [BBC01] BANHART, John ; BELLMANN, Dieter ; CLEMENS, Helmut: Investigation of metal foam formation by microscopy and ultra small-angle neutron scattering. In: *Acta Materialia* 49 (2001), Nr. 17, S. 3409–3420
- [Bea67] BEARDEN, Joyce A.: X-ray wavelengths. In: *Reviews of Modern Physics* 39 (1967), Nr. 1, S. 78
- [BH06] BOIN, Mirko ; HAIBEL, Astrid: Compensation of ring artefacts in synchrotron tomographic images. In: *Optics Express* 14 (2006), Nr. 25, S. 12071–12075

- [BK75] BLANDER, Milton ; KATZ, Joseph L.: Bubble nucleation in liquids. In: *AIChE Journal* 21 (1975), Nr. 5, S. 833–848
- [BL62] BARLOW, Ec J. ; LANGLOIS, WE: Diffusion of gas from a liquid into an expanding bubble. In: *IBM Journal of Research and Development* 6 (1962), Nr. 3, S. 329–337
- [BSH⁺01] BANHART, J ; STANZICK, H ; HELFEN, L ; BAUMBACH, T ; NIJHOF, K: Real-time X-ray investigation of aluminum foam sandwich production. In: *Advanced Engineering Materials* 3 (2001), Nr. 6, S. 407–411
- [BSHB01] BANHART, John ; STANZICK, Heiko ; HELFEN, Lukas ; BAUMBACH, Tilo: Metal foam evolution studied by synchrotron radioscopy. In: *Applied Physics Letters* 78 (2001), Nr. 8, S. 1152–1154
- [CS87] COLTON, JS ; SUH, NP_: The nucleation of microcellular thermoplastic foam with additives: Part I: Theoretical considerations. In: *Polymer Engineering & Science* 27 (1987), Nr. 7, S. 485–492
- [CSU11] CHAUDHURY, Kunal N. ; SAGE, Daniel ; UNSER, Michael: Fast $O(1)$ bilateral filtering using trigonometric range kernels. In: *IEEE Transactions on Image Processing* 20 (2011), Nr. 12, S. 3376–3382
- [DB00] DUARTE, I ; BANHART, J: A study of aluminium foam formation—kinetics and microstructure. In: *Acta materialia* 48 (2000), Nr. 9, S. 2349–2362
- [DGMWB08] DUDKA, A ; GARCIA-MORENO, F ; WANDERKA, N ; BANHART, J: Structure and distribution of oxides in aluminium foam. In: *Acta Materialia* 56 (2008), Nr. 15, S. 3990–4001
- [DM25] DE MELLER, MA: Produit métallique pour l'obtention d'objets laminés, moulés ou autres, et procédés pour sa fabrication. In: *French Patent* 615 (1925), S. 1926
- [EDK91] ESTRADA, JL ; DUSZCZYK, J ; KOREVAAR, BM: Gas entrapment and evolution in prealloyed aluminium powders. In: *Journal of Materials Science* 26 (1991), Nr. 6, S. 1431–1442
- [Fol55] FOLK, Robert L.: Student operator error in determination of roundness, sphericity, and grain size. In: *Journal of Sedimentary Research* 25 (1955), Nr. 4

- [FRP⁺12] FIFE, Julie L. ; RAPPAZ, Michel ; PISTONE, Mattia ; CELCER, Tine ; MIKULJAN, Gordan ; STAMPANONI, Marco: Development of a laser-based heating system for in situ synchrotron-based X-ray tomographic microscopy. In: *Journal of synchrotron radiation* 19 (2012), Nr. 3, S. 352–358
- [FTH73] FUKAMACHI, T ; TOGAWA, S ; HOSOYA, S: Escape peaks caused by a Ge (Li) detector in an energy-dispersive diffractometer. In: *Journal of Applied Crystallography* 6 (1973), Nr. 4, S. 297–298
- [GDG⁺07] GENZEL, Ch ; DENKS, IA ; GIBMEIER, J ; KLAUS, M ; WAGENER, G: The materials science synchrotron beamline EDDI for energy-dispersive diffraction analysis. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 578 (2007), Nr. 1, S. 23–33
- [GGCLP92] GOICOECHEA, J ; GARCIA-CORDOVILLA, C ; LOUIS, E ; PAMIES, A: Surface tension of binary and ternary aluminium alloys of the systems Al-Si-Mg and Al-Zn-Mg. In: *Journal of materials science* 27 (1992), Nr. 19, S. 5247–5252
- [GM16] GARCÍA-MORENO, Francisco: Commercial applications of metal foams: Their properties and production. In: *Materials* 9 (2016), Nr. 2, S. 85
- [GMBB05] GARCÍA-MORENO, Francisco ; BABCSAN, Norbert ; BANHART, John: X-ray radioscopy of liquid metalfoams: influence of heating profile, atmosphere and pressure. In: *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 263 (2005), Nr. 1, S. 290–294
- [GMFB04] GARCÍA MORENO, F ; FROMME, Michael ; BANHART, John: Real-time X-ray Radioscopy on Metallic Foams Using a Compact Micro-Focus Source. In: *Advanced Engineering Materials* 6 (2004), Nr. 6, S. 416–420
- [GMJK⁺13] GARCÍA-MORENO, F ; JIMÉNEZ, C ; KAMM, PH ; KLAUS, M ; WAGENER, G ; BANHART, J ; GENZEL, Ch: White-beam X-ray radioscopy and tomography with simultaneous diffraction at the EDDI beamline. In: *Journal of synchrotron radiation* 20 (2013), Nr. 5, S. 809–810
- [GMJM⁺09] GARCÍA-MORENO, Francisco ; JIMÉNEZ, Catalina ; MUKHERJEE, Manas ; HOLM, Per ; WEISE, Jörg ; BANHART, John: Experiments on

- metallic foams under gravity and microgravity. In: *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 344 (2009), Nr. 1, S. 101–106
- [GMMJ⁺11] GARCIA-MORENO, Francisco ; MUKHERJEE, Manas ; JIMÉNEZ, Catalina ; RACK, Alexander ; BANHART, John: Metal foaming investigated by X-ray radioscopy. In: *Metals* 2 (2011), Nr. 1, S. 10–21
- [GMMSB10] GARCIA-MORENO, Francisco ; MUKHERJEE, Manas ; SOLÓRZANO, Eusebio ; BANHART, John: Metal foams–towards microcellular materials: Dedicated to Prof. Dr. H.-P. Degischer on the occasion of his 65th birthday. In: *International Journal of Materials Research* 101 (2010), Nr. 9, S. 1134–1139
- [GMRH⁺08] GARCÍA-MORENO, F ; RACK, A ; HELFEN, L ; BAUMBACH, T ; ZABLER, S ; BABCSÁN, N ; BANHART, J ; MARTIN, T ; PONCHUT, C ; DI MICHIEL, M: Fast processes in liquid metal foams investigated by high-speed synchrotron x-ray microradioscopy. In: *Applied Physics Letters* 92 (2008), Nr. 13, S. 134104
- [GMSB11] GARCIA-MORENO, Francisco ; SOLÓRZANO, E ; BANHART, Jon: Kinetics of coalescence in liquid aluminium foams. In: *Soft Matter* 7 (2011), Nr. 19, S. 9216–9223
- [HBP⁺05] HELFEN, L ; BAUMBACH, T ; PERNOT, P ; CLOETENS, P ; STANZICK, H ; SCHLADITZ, K ; BANHART, J: Investigation of pore initiation in metal foams by synchrotron-radiation tomography. In: *Applied Physics Letters* 86 (2005), Nr. 23, S. 231907
- [HBS⁺02] HELFEN, L ; BAUMBACH, T ; STANZICK, H ; BANHART, J ; ELMOU-TAOUAKKIL, A ; CLOETENS, P: Viewing the early stage of metal foam formation by computed tomography using synchrotron radiation. In: *Advanced Engineering Materials* 4 (2002), Nr. 10, S. 808–813
- [Hel09] HELWIG, Hans-Martin: *Einfluss von Verdichtungsparametern und Legierungselementen auf das Schäumverhalten von Aluminiumpulverpresslingen*, Technische Universität Berlin, Diss., 2009
- [Hen79] HENDERSON, Donald W.: Thermal analysis of non-isothermal crystallization kinetics in glass forming liquids. In: *Journal of Non-Crystalline Solids* 30 (1979), Nr. 3, S. 301–315

- [HHGMB09] HELWIG, H-M ; HILLER, S ; GARCIA-MORENO, F ; BANHART, J: Influence of compaction conditions on the foamability of AlSi8Mg4 alloy. In: *Metallurgical and Materials Transactions B* 40 (2009), Nr. 5, S. 755–767
- [Hot33] HOTELLING, Harold: Analysis of a complex of statistical variables into principal components. In: *Journal of educational psychology* 24 (1933), Nr. 6, S. 417
- [HRB06] HAIBEL, Astrid ; RACK, Alexander ; BANHART, John: Why are metal foams stable? In: *Applied physics letters* 89 (2006), Nr. 15, S. 154102
- [HSO+03] HELFEN, Lukas ; STANZICK, Heiko ; OHSER, Joachim ; SCHLADITZ, Katja ; REJMANKOVA-PERNOT, Petra ; BANHART, John ; BAUMBACH, Tilo: Investigation of the foaming process of metals by synchrotron radiation imaging. In: *NDE for Health Monitoring and Diagnostics International Society for Optics and Photonics*, 2003, S. 254–265
- [IKS04] IBRAHIM, A ; KÖRNER, C ; SINGER, RF: Investigation of micro pore creation on the PM-foam morphology. In: *Symposium of Cellular Metals and Polymers, 12th-14th Oct, 2004*
- [Jac06] JACKSON, Kenneth A.: *Kinetic Processes: Crystal Growth, Diffusion, and Phase Transformations in Materials*. John Wiley & Sons, 2006
- [JGMBZ08] JIMÉNEZ, C ; GARCIA-MORENO, F ; BANHART, J ; ZEHL, G: Effect of relative humidity on pressure-induced foaming (PIF) of aluminium-based precursors. In: *Porous Metals and Metallic Foams: Metfoam 2007* (2008), S. 59
- [JGMM+09] JIMÉNEZ, C ; GARCIA-MORENO, F ; MUKHERJEE, M ; GOERKE, O ; BANHART, J: Improvement of aluminium foaming by powder consolidation under vacuum. In: *Scripta Materialia* 61 (2009), Nr. 5, S. 552–555
- [JGMP+11] JIMÉNEZ, C ; GARCIA-MORENO, F ; PFRETZSCHNER, B ; KLAUS, M ; WOLLGARTEN, M ; ZIZAK, I ; SCHUMACHER, G ; TOVAR, M ; BANHART, J: Decomposition of TiH₂ studied in situ by synchrotron X-ray and neutron diffraction. In: *Acta Materialia* 59 (2011), Nr. 16, S. 6318–6330
- [JGMP+13] JIMÉNEZ, Catalina ; GARCIA-MORENO, Francisco ; PFRETZSCHNER, Beate ; KAMM, Paul H. ; NEU, Tillmann R. ; KLAUS, Manuela ; GENZEL,

- Christoph ; HILGER, André ; MANKE, Ingo ; BANHART, John: Metal Foaming Studied In Situ by Energy Dispersive X-Ray Diffraction of Synchrotron Radiation, X-Ray Radioscopy, and Optical Expandometry. In: *Advanced Engineering Materials* 15 (2013), Nr. 3, S. 141–148
- [JGMR⁺12] JIMÉNEZ, C ; GARCIA-MORENO, F ; RACK, A ; TUCOULOU, R ; KLAUS, M ; PFRETZSCHNER, B ; RACK, T ; CLOETENS, P ; BANHART, J: Partial decomposition of TiH₂ studied in situ by energy-dispersive diffraction and ex situ by diffraction microtomography of hard X-ray synchrotron radiation. In: *Scripta Materialia* 66 (2012), Nr. 10, S. 757–760
- [Kam13] KAMM, P H.: *Metallschäume als Elektrodenmaterial für wiederaufladbare Li-Ionen-Batterien*, Technische Universität Berlin, Masterarbeit, 2013
- [KAS05] KÖRNER, Carolin ; ARNOLD, Michael ; SINGER, Robert F.: Metal foam stabilization by oxide network particles. In: *Materials Science and Engineering: A* 396 (2005), Nr. 1, S. 28–40
- [KBA⁺00] KÖRNER, C ; BERGER, F ; ARNOLD, M ; STADELMANN, C ; SINGER, RF: Influence of processing conditions on morphology of metal foams produced from metal powder. In: *Materials science and technology* 16 (2000), Nr. 7-8, S. 781–784
- [KCL⁺05] KUMAR, KC H. ; CHAKRABORTI, Nirupan ; LUKAS, Hans-Leo ; BODAK, Oksana ; ROKHLIN, Lazar: Aluminium–Magnesium–Silicon. In: *Materials science international team MSIT, light metal ternary systems: phase diagrams. Crystallographic and thermodynamic data* (2005)
- [Ken02] KENNEDY, AR: The effect of TiH₂ heat treatment on gas release and foaming in Al–TiH₂ preforms. In: *Scripta Materialia* 47 (2002), Nr. 11, S. 763–767
- [KGM16] KLAUS, Manuela ; GARCIA-MORENO, Francisco: The 7T-MPW-EDDI beamline at BESSY II. In: *Journal of large-scale research facilities JLSRF* 2 (2016), S. 40
- [KGMN⁺16] KAMM, Paul H. ; GARCÍA-MORENO, Francisco ; NEU, Tillmann R. ; HEIM, Korbinian ; MOKSO, Rajmund ; BANHART, John: Fast Synchrotron X-Ray Tomography of Dynamic Processes in Liquid Aluminium Alloy Foam. In: *Advanced Engineering Materials* (2016)

- [Kis56] KISSINGER, Homer E.: Variation of peak temperature with heating rate in differential thermal analysis. In: *Journal of research of the National Bureau of Standards* 57 (1956), Nr. 4, S. 217–221
- [Koe08] KOERNER, Carolin: *Integral foam molding of light metals: technology, foam physics and foam simulation*. Springer Science & Business Media, 2008
- [Kon15] KONRAD-ZUSE-ZENTRUM FÜR INFORMATIONSTECHNIK BERLIN (ZIB), GERMANY ; FEI (Hrsg.): *Avizo User's Guide*. Version 9. FEI, 2015
- [Kru41] KRUMBEIN, William C.: Measurement and geological significance of shape and roundness of sedimentary particles. In: *Journal of Sedimentary Research* 11 (1941), Nr. 2
- [Kuh55] KUHN, Harold W.: The Hungarian method for the assignment problem. In: *Naval research logistics quarterly* 2 (1955), Nr. 1-2, S. 83–97
- [Lan68] LANG, W.: Nomarski differential interference-contrast microscopy / Carl Zeiss AG. 1968. – ZEISS Information 70: 114-120
- [LB03] LEHMHUS, Dirk ; BANHART, John: Properties of heat-treated aluminium foams. In: *Materials Science and Engineering: A* 349 (2003), Nr. 1, S. 98–110
- [LKD07] LEGLAND, David ; KIÊU, Kiên ; DEVAUX, Marie-Françoise: Computation of Minkowski measures on 2D and 3D binary images. In: *Image Anal. Stereol* 26 (2007), Nr. 2, S. 83–92
- [LPX+06] LEUNG, Siu N. ; PARK, Chul B. ; XU, Donglai ; LI, Hongbo ; FENTON, Robert G.: Computer simulation of bubble-growth phenomena in foaming. In: *Industrial & engineering chemistry research* 45 (2006), Nr. 23, S. 7823–7831
- [LSSRP13] LAZARO, J ; SOLORZANO, E ; SAJA, JA de ; RODRIGUEZ-PEREZ, MA: Early anisotropic expansion of aluminium foam precursors. In: *Journal of Materials Science* 48 (2013), Nr. 14, S. 5036–5046
- [LXL09] LI, K ; XIE, MZ ; LIU, H: Numerical simulation of bubble size distribution of aluminium foams in liquid state. In: *Materials Science and Technology* 25 (2009), Nr. 6, S. 777–783

- [MB90] MEYER, Fernand ; BEUCHER, Serge: Morphological segmentation. In: *Journal of visual communication and image representation* 1 (1990), Nr. 1, S. 21–46
- [MB06] MATIJASEVIC, Biljana ; BANHART, John: Improvement of aluminium foam technology by tailoring of blowing agent. In: *Scripta Materialia* 54 (2006), Nr. 4, S. 503–508
- [MGMB10a] MUKHERJEE, M ; GARCIA-MORENO, F ; BANHART, J: Collapse of Aluminum Foam in Two Different Atmospheres. In: *Metallurgical and Materials Transactions B* 41 (2010), Nr. 3, S. 500–504
- [MGMB10b] MUKHERJEE, M ; GARCIA-MORENO, F ; BANHART, J: Defect generation during solidification of aluminium foams. In: *Scripta Materialia* 63 (2010), Nr. 2, S. 235–238
- [MGMJ+17] MUKHERJEE, M ; GARCÍA-MORENO, F ; JIMÉNEZ, C ; RACK, A ; BANHART, J: Microporosity in aluminium foams. In: *Acta Materialia* (2017)
- [MGMJ+10] MUKHERJEE, M ; GARCIA-MORENO, F ; JIMÉNEZ, C ; BANHART, J: Al and Zn foams blown by an intrinsic gas source. In: *Advanced Engineering Materials* 12 (2010), Nr. 6, S. 472–477
- [MHB09] MYAGOTIN, A ; HELFEN, L ; BAUMBACH, T: Coalescence measurements for evolving foams monitored by real-time projection imaging. In: *Measurement Science and Technology* 20 (2009), Nr. 5, S. 055703
- [MIC] MICRO-EPSILON MESSTECHNIK GMBH & Co. KG (Hrsg.): *Grundlagen der berührungslosen Temperaturmessung*. <http://www.micro-epsilon.de/download/products/dat--infrarot-grundlagen--de.pdf>, Abruf: 21. Dezember. 2016
- [MLBA+16] MAIRE, Eric ; LE BOURLLOT, Christophe ; ADRIEN, Jérôme ; MORTENSEN, Andreas ; MOKSO, Rajmund: 20 Hz X-ray tomography during an in situ tensile test. In: *International Journal of Fracture* 200 (2016), Nr. 1-2, S. 3–12
- [MMS10] MARONE, Federica ; MÜNCH, Beat ; STAMPANONI, Marco: Fast reconstruction algorithm dealing with tomography artifacts. In: *SPIE Optical Engineering+ Applications* International Society for Optics and Photonics, 2010, S. 780410–780410

- [Mok14] MOKSO, Rajmund: Advancing the spatio temporal resolution in Xray microtomography, Lorentz Center Presentation, 13.02.2014
- [MS07] MACPHERSON, Robert D. ; SROLOVITZ, David J.: The von Neumann relation generalized to coarsening of three-dimensional microstructures. In: *Nature* 446 (2007), Nr. 7139, S. 1053–1055
- [MS12] MARONE, F ; STAMPANONI, M: Regridding reconstruction algorithm for real-time tomographic imaging. In: *Journal of synchrotron radiation* 19 (2012), Nr. 6, S. 1029–1037
- [MSB⁺on] MOKSO, R ; SCHLEPUTZ, C ; BILLICH, H ; THEIDEL, G ; MARONE, F ; CELGER, T ; MIKULJAN, G ; SCHMIDT, E ; SCHLUMPF, N ; STAMPANONI, M: GigaFRoST: Gigabit Fast Readout System for Tomography. In: *Journal of synchrotron radiation* (2016 (in preparation))
- [MSW⁺15] MOKSO, R ; SCHWYN, D A. ; WALKER, S M. ; DOUBE, M ; WICKLEIN, M ; MÜLLER, T ; STAMPANONI, M ; TAYLOR, G K. ; KRAPP, H G.: Four-dimensional in vivo X-ray microscopy with projection-guided gating. In: *Scientific reports* 5 (2015), S. 8727
- [Mun57] MUNKRES, James: Algorithms for the assignment and transportation problems. In: *Journal of the society for industrial and applied mathematics* 5 (1957), Nr. 1, S. 32–38
- [Par14] PARDO ALONSO, Samuel: *X-Ray Imaging Applied to the Characterization of Polymer Foams' Cellular Structure and Its Evolution*, Universidad de Valladolid, Diss., 2014
- [PBS11] PALENSTIJN, WJ ; BATENBURG, KJ ; SIJBERS, J: Performance improvements for iterative electron tomography reconstruction using graphics processing units (GPUs). In: *Journal of structural biology* 176 (2011), Nr. 2, S. 250–253
- [Pea01] PEARSON, Karl: LIII. On lines and planes of closest fit to systems of points in space. In: *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 2 (1901), Nr. 11, S. 559–572
- [PMG⁺02] PAGANIN, D ; MAYO, SC ; GUREYEV, T E. ; MILLER, P R. ; WILKINS, S W.: Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object. In: *Journal of microscopy* 206 (2002), Nr. 1, S. 33–40

- [PP77] PLESSET, Milton S. ; PROSPERETTI, Andrea: Bubble dynamics and cavitation. In: *Annual review of fluid mechanics* 9 (1977), Nr. 1, S. 145–185
- [Pre] PREDEL, B. ; MADELUNG, O. (Hrsg.): *Al-Mg (Aluminum-Magnesium): Datasheet from Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry · Volume 5A: "Ac-Au – Au-Zr" in SpringerMaterials* (http://dx.doi.org/10.1007/10000866_118). http://dx.doi.org/10.1007/10000866_118
- [Pre92] PRETEUX, E: Watershed and skeleton by influence zones: A distance-based approach. In: *Journal of Mathematical Imaging and Vision* 1 (1992), Nr. 3, S. 239–255
- [Rac06] RACK, Alexander: *Untersuchung komplexer Materialsysteme mittels Synchrotron-Tomographie und 3D-Bildanalyse*, Technische universität Berlin, Diss., 2006
- [Rad17] RADTKE, L A.: *Optimierung einer AlSiMg-Legierung für die Metallschaumherstellung*, Technische Universität Berlin, Masterarbeit, 2017
- [RGMBB09] RACK, A ; GARCÍA-MORENO, F ; BAUMBACH, T ; BANHART, J: Synchrotron-based radioscopy employing spatio-temporal micro-resolution for studying fast phenomena in liquid metal foams. In: *Journal of synchrotron radiation* 16 (2009), Nr. 3, S. 432–434
- [RHB⁺09] RACK, A ; HELWIG, H-M ; BÜTOW, A ; RUEDA, A ; MATIJAŠEVIĆ-LUX, B ; HELFEN, L ; GOEBBELS, J ; BANHART, J: Early pore formation in aluminium foams studied by synchrotron-based microtomography and 3-D image analysis. In: *Acta Materialia* 57 (2009), Nr. 16, S. 4809–4821
- [RP68] ROSENFELD, Azriel ; PFALTZ, John L.: Distance functions on digital pictures. In: *Pattern recognition* 1 (1968), Nr. 1, S. 33–61
- [RPSDSGM08] RODRIGUEZ-PEREZ, MA ; SOLORZANO, E ; DE SAJA, JA ; GARCIA-MORENO, F: The time-uncoupled aluminium free-expansion: Intrinsic anisotropy by foaming under conventional conditions. In: *Porous Metals and Metallic Foams: Metfoam 2007* (2008), S. 75

- [SBB01] SIMANČÍK, F ; BEHULOVA, K ; BORŠ, L: Effect of ambient atmosphere on the foam expansion. In: *Cellular Metals and Metal Foaming Technology (MetFoam2001)* (2001), S. 89
- [SBHB00] STANZICK, Heiko ; BANHART, John ; HELFEN, Lukas ; BAUMBACH, Tilo: In-situ monitoring of metal foam evolution and decay. In: *3rd Euroconference on Foams, Delft 5* (2000), Nr. 8, S. 6
- [SDMS+12] SALVO, L ; DI MICHIEL, M ; SCHEEL, M ; LHUISSIER, P ; MIREUX, B ; SUÉRY, M: Ultra fast in situ x-ray micro-tomography: Application to solidification of aluminium alloys. In: *Materials science forum* Bd. 706 Trans Tech Publ, 2012, S. 1713–1718
- [SF58] SNEED, Edmund D. ; FOLK, Robert L.: Pebbles in the lower Colorado River, Texas a study in particle morphogenesis. In: *The Journal of Geology* (1958), S. 114–150
- [SLF96] SHAFI, Muhammad A. ; LEE, James G. ; FLUMERFELT, Raymond W.: Prediction of cellular structure in free expansion polymer foam processing. In: *Polymer Engineering & Science* 36 (1996), Nr. 14, S. 1950–1959
- [Ste10] STEVENSON, Paul: Inter-bubble gas diffusion in liquid foam. In: *Current Opinion in Colloid & Interface Science* 15 (2010), Nr. 5, S. 374–381
- [SWW+02] STANZICK, Heiko ; WICHMANN, Manfred ; WEISE, Jörg ; HELFEN, Lukas ; BAUMBACH, Tilo ; BANHART, John: Process control in aluminum foam production using real-time X-ray radioscopy. In: *Advanced Engineering Materials* 4 (2002), Nr. 10, S. 814–823
- [TM98] TOMASI, Carlo ; MANDUCHI, Roberto: Bilateral filtering for gray and color images. In: *Computer Vision, 1998. Sixth International Conference on IEEE*, 1998, S. 839–846
- [TMK+13] TAKANO, H ; MORIKAWA, M ; KONISHI, S ; AZUMA, H ; SHIMOMURA, S ; TSUSAKA, Y ; NAKANO, S ; KOSAKA, N ; YAMAMOTO, K ; KAGOSHIMA, Y: Development of real-time x-ray microtomography system. In: *Journal of Physics: conference series* Bd. 463 IOP Publishing, 2013, S. 012025

- [VY97] VENERUS, David C. ; YALA, Nadia: Transport analysis of diffusion-induced bubble growth and collapse in viscous liquids. In: *AIChE journal* 43 (1997), Nr. 11, S. 2948–2959
- [Wad33] WADELL, Hakon: Sphericity and roundness of rock particles. In: *The Journal of Geology* 41 (1933), Nr. 3, S. 310–331
- [Weg99] WEGNER, Susan: *Die Wasserscheidentransformation als Segmentierungsverfahren in der medizinischen Bildverarbeitung*. VDI-Verlag, 1999
- [Zin35] ZINGG, Theodor: *Beitrag zur Schotteranalyse*, Eidgenössische Technische Hochschule Zürich, Promotionsarbeit, 1935

Abbildungsverzeichnis

I.1.	Geschlossenporige Metallschaumwürfel mit unterschiedlicher Porengröße	1
I.2.	Freie Bildungsenthalpie eines kugelförmigen Keims	3
I.3.	Auswahl metallschaumrelevanter Veröffentlichungen zur Nutzung von Synchrotronstrahlung für radioskopische und tomoskopische Untersuchungen	5
I.4.	Darstellung separierter Poren für vier aluminiumbasierte Schäume unterschiedlicher Legierungen	7
II.1.	Partikelgrößenverteilung der zur Halbzeugherstellung verwendeten Pulver aus Tabelle II.1.	10
II.2.	Herstellung des Halbzeugs	11
II.3.	Tomoskopieanlagen an der EDDI Beamline	13
II.4.	Tomoskopieanlage an der TOMCAT Beamline	14
II.5.	Schritte der Materialstärkenberechnung	23
II.6.	Beispielvolumenausschnitt mit separierten Poren vor und nach der Entfernung der den Rand berührenden Bereiche	24
II.7.	3D-Rendering einer Porenoberfläche mit Eigenvektoren	25
II.8.	ZINGG-Diagramm	26
II.9.	Verteilungsverlauf der Oberflächensphärizität	27
III.1.	Tomographische Schnitte einer AlMg15Cu10-Probe	29
III.2.	Temperaturverlauf, Entwicklung der Porenanzahl und Porosität während des Aufschäumens einer AlSi8Mg4-Probe mit einer zeitlichen Auflösung von 20 tps	31
III.3.	Vereinigung von vier Poren zu einer Pore	32
III.4.	Entwicklung der Oberflächenrauigkeit einer großen Pore während der Erstarrung	33
III.5.	Lichtmikroskopische Gefügaufnahmen	34
III.6.	Vergleich der Pressmethode für Al + 0,25 Gew.-% TiH ₂	35
III.7.	Frühes Schäumstadium von Aluminium	36
III.8.	Frühes Schäumstadium von AlSi7	38
III.9.	Frühes Schäumstadium von AlMg17,5	39
III.10.	Frühes Schäumstadium von AlSi8Mg4	40
III.11.	Nukleationsratendichte der Poren verschiedener Legierungen	41
III.12.	Volumengewichtete Porengrößenverteilung der Legierungen Al, AlSi7, AlMg17,5 und AlSi8Mg4	43

III.13. Porenform in frühen Schäumstadien von Aluminium	44
III.14. Porenform in frühen Schäumstadien von AlSi7	45
III.15. Porenform in frühen Schäumstadien von AlMg17,5	46
III.16. Porenform in frühen Schäumstadien von AlSi8Mg4	47
III.17. Untersuchung der Koaleszenz in AlMg17,5	48
III.18. Porenverfolgung anhand der AlMg17,5-Legierung	48
III.19. Porendichteverlauf, Verlauf der aufsummierten, neu erschienenen Poren und verschwundenen Poren einer AlMg17,5-Probe.	49
III.20. Volumenentwicklung verfolgter Poren der Legierung AlMg17,5	50
III.21. Entwicklung des mittleren äquivalenten Porendurchmessers für AlMg17,5 und AlSi8Mg4	51
III.22. EDX-Analyse der AlMg50-Partikel in AlMg17,5	52
III.23. EDX-Analyse der AlMg50-Partikel in AlSi8Mg4	53
III.24. Intensitätsspektren der Energien	54
III.25. Ortskorrelationsanalyse	55
III.26. Anteil der Poren in AlMg50-Partikeln	56
III.27. Einfluss des Treibmittelgehalts auf Al	57
III.28. Treibmittelabstandsdichte für Aluminium	58
III.29. TiH ₂ -Korrelation für unterschiedliche Pressmethoden an Al	59
III.30. Einfluss des Treibmittelgehalts auf AlSi8Mg4	60
III.31. Verteilung der minimalen Abstände der TiH ₂ -Partikel zur nächsten Pore und TiH ₂ -Partikeldichteverlauf	61
III.32. Porendichte- und Porositätsentwicklung für unterschiedliche Heizraten für die Legierung AlSi8Mg4	62
IV.1. Getrackte Porendurchmesserwachstumsraten	64
IV.2. Korrektur der gemessenen Nukleationsratendichte	64
IV.3. Probenwachstum eines Aluminiumhalbzeugs	66
IV.4. Lichtmikroskopische Aufnahme des Al-Halbzeugs	68
IV.5. Radioskopisch ermittelte Flächenexpansion von stranggepressten Al-Halbzeugen	69
IV.6. Mittels Laserbeugung und Volumenseparierung in einer Tomographie einer Al-Probe mit 1 Gew.-% TiH ₂ (SP) ermittelte Partikelgrößenverteilung des genutzten TiH ₂ -Pulvers	71
IV.7. Typische Porenform der Legierung AlSi7 kurz nach Beginn der zweiten Porenentwicklungsstufe	72
IV.8. Lichtmikroskopische Aufnahme der AlSi7-Probe	72

IV.9.	Lichtmikroskopische Aufnahme der AlMg _{17,5} -Probe ohne Treibmittel (UA) mit durch schwarze Pfeile markierten Hohlräumen und eingezeichneten Gefügebestandteilen (A) AlMg ₅₀ und (B) Al.	73
IV.10.	Phasendiagramm des Systems Aluminium-Magnesium [Pre].	74
IV.11.	Ortskorrelation der Porenentstehung innerhalb der AlMg ₅₀ -Partikel . .	75
IV.12.	Lichtmikroskopische Aufnahme des ungeschäumten AlSi ₈ Mg ₄ -Halbzeugs	76
IV.13.	Frühzeitiges Austreten niedrigschmelzender Gefügebestandteile an der Halbzeugoberfläche	77
IV.14.	Entstehung und Koaleszenz einer Blase an einem TiH ₂ -Partikel	78
IV.15.	Entwicklung der flächengewichteten mittleren Materialstärke über der steigenden Schäumtemperatur	78
IV.16.	Nicht-isotherme Analyse nach KISSINGER	80
IV.17.	ARRHENIUSplots für verschieden Heizraten	81
IV.18.	ARRHENIUSplots der logarithmierten Nukleationsratendichten	82

Tabellenverzeichnis

II.1.	Liste verwendeter Pulver für die Legierungsherstellung	9
II.2.	Liste tomoskopischer Experimente	15
IV.1.	Ergebnisse der KISSINGER-Analyse für die Legierung AlSi ₈ Mg ₄	80
IV.2.	Energiebarrieren für die betrachteten Legierungen	81

Abkürzungsverzeichnis

BN	Bornitrid
EDDI	<i>Energy Dispersive Diffraction</i>
EDT	euklidische Distanztransformation
FBP	<i>filtered back projection</i>
FoV	<i>field of view</i>
GigaFRoST	<i>Gigabyte Fast Read-out System for Tomography</i>
PSI	Paul Scherrer Institut
ROI	<i>region of interest</i>
SE	<i>solidification expansion</i>
SLS	Synchrotron Lichtquelle Schweiz
SP	stranggepresst

TOMCAT	<i>TOmographic Microscopy and Coherent rAdiology experimenTs</i>
tps	Tomographie(n) pro Sekunde
UA	uniaxial gepresst
WST	Wasserscheidentransformation

Symbolverzeichnis

$a/b/c$	Gitterkonstanten [m]
$A_{K/O}$	Oberfläche einer Kugel / eines Objekts [m ²]
\vec{c}	kurze Porenachse
c_L	Lichtgeschwindigkeit [m s ⁻¹]
C_0	Konzentration der Gasmoleküle [m ⁻³]
d_{hkl}	Netzebenenabstand für {hkl} [m]
\bar{D}	mittlerer Porendurchmesser [m]
$D_{10/50/90}$	Partikelgrößen [m]
$D_{\text{äq}}$	äquivalenter Porendurchmesser [m]
\vec{e}	Eigenvektor
E	Einheitsmatrix
E_{hkl}	Energie des an {hkl} gebeugten Reflexes [J]
f_0	Frequenzfaktor [s ⁻¹]
$F(\theta)$	winkelabhängiger Vorfaktor [-]
ΔG	freie Bildungsenthalpie [J]
$\Delta G_{(\text{het/hom})}^*$	Energiebarriere (für die homogene/heterogene Keimbildung) [J]
h_p	PLANCKSches Wirkungsquantum [J s]
$I_{(\text{korrr/0/dunkel})}$	Pixelintensität / Bildhelligkeit [-]
k_B	BOLTZMANN-Konstante [J K ⁻¹]
K_{xy}	Kovarianz zwischen x und y
$L(0)$	(anfängliche) Probenhöhe [m]
\dot{n}	Nukleationsratendichte [m ⁻³ s ⁻¹]
p	Druck [Pa]
P	Punkt eines Datensatzes

r	Radius [m]
r^*	kritischer Keimradius [m]
$R_{(adj)}^2$	(korrigiertes) Bestimmtheitsmaß [-]
\bar{s}	mittlere Materialstärke [m]
t	Zeit [s]
$T_{(P)}$	(Peak-)Temperatur [K]
V	Volumen [m ³]
w	gewichtsspezifischer Gehalt [-]
α	Wärmeausdehnungskoeffizient [K ⁻¹]
δ	örtliche Auflösung [m]
θ	Beugungswinkel [rad]
λ	Eigenwert
ν	strukturelle Veränderung [m s ⁻¹]
σ	Oberflächenspannung [N m ⁻¹]
ψ	Heizrate [K s ⁻¹]
Ψ_A	WADELL-Sphärizität [-]
Ψ_{MP}	Sphärizität der maximalen Projektionsfläche [-]

Aufnahmegeschwindigkeit

$$D_{\text{ges}} = R_{\text{min}} t + 256 = 4 \left(\frac{256}{R_{\text{auf}} - 4} \right) + 256 \quad (.1)$$

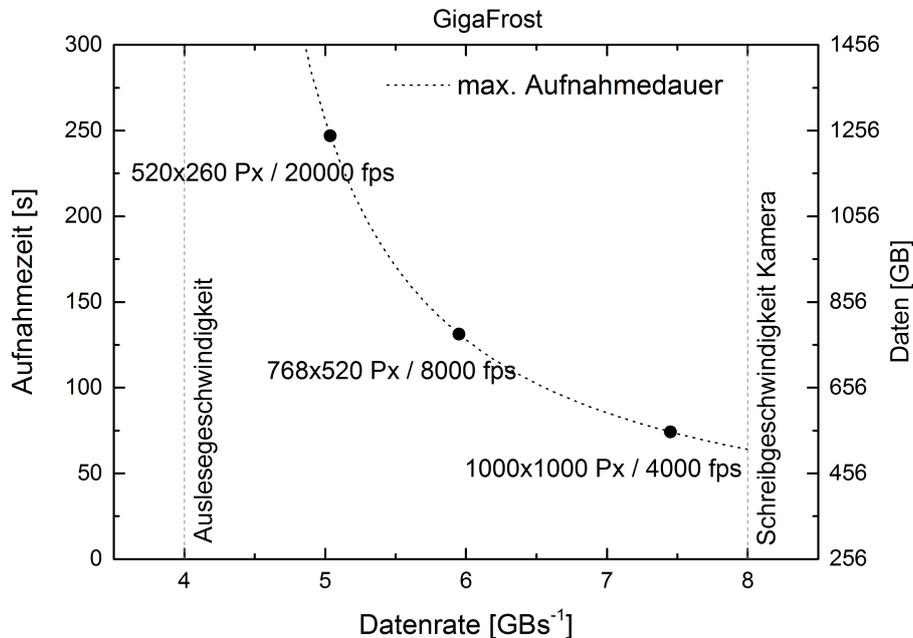


Abbildung .1: Maximale Aufnahmedauer mit dem *Gigafrost*-System

Korrekturen

Die Sinogramme enthalten Linienfehler (vgl. Abb. .2(a)), die, verursacht durch fehlerhaft ansprechende Detektorpixel oder Verunreinigungen auf dem Szintillator, zu Ringen abweichender Intensität im rekonstruierten Tomogramm führen und nicht durch die Hell- und Dunkelfeldkorrektur unterdrückt werden können (vgl. Abb. .3(c)). Zu deren Korrektur wird nach [BH06] die Summe der Grauwerte I über die Winkel ω mit

$$y(x) = \sum_{\omega} I_{\omega}(x) \quad (.2)$$

berechnet und der gleitende Mittelwert

$$y_m(x) = \frac{y(x) + y(x-1) + \dots + y(x-(N-1))}{N} \quad (.3)$$

über eine Fensterbreite N bestimmt. Die aus der Berechnung resultierende Verzögerung wird durch eine Verschiebung um die halbe Fensterbreite $\frac{N-1}{2}$ bereinigt. Dadurch kommt es zu fehlenden Werten im Randbereich (zu sehen in Abb. .2(c)), was aber

durch die im Verhältnis große Bildfelderweiterung nicht ins Gewicht fällt (vgl. Abb. .2(b) und (c)). Die Normalisierung des Sinogramms erfolgt dann mit

$$I'_{\omega}(x) = I_{\omega}(x) \frac{y_m(x)}{y(x)}. \quad (.4)$$

Das resultierende Tomogramm weist wesentlich weniger Ringartefakte als das unkorrigierte auf (vgl. Abb. .3(d)).

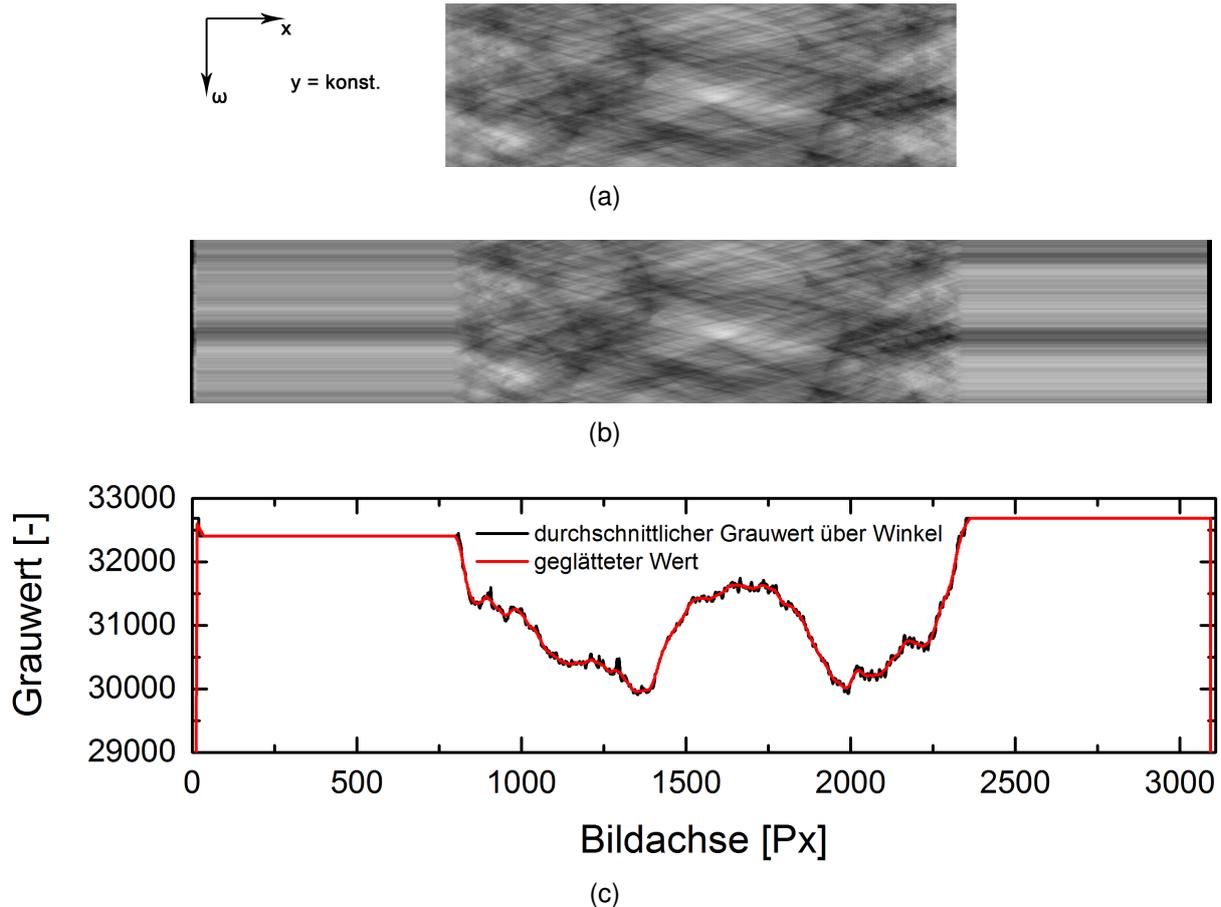


Abbildung .2: Ringkorrektur der Sinogramme: (a) Sinogramm (gestapelte Projektionslinie über Drehwinkel ω von 0 bis 180°) mit vertikalen Linien, die zu Ringartefakten (vgl. Abb. .3(a)) führen (b) mithilfe von Gl. .3 gefiltertes, an den Seiten erweitert und zum Drehzentrum verschobenes Sinogramm und (c) durchschnittliche, über ω gemittelte Grauwerte über die Detektorbreite x und das nach Gl. .3 gefilterte gleitende Mittel

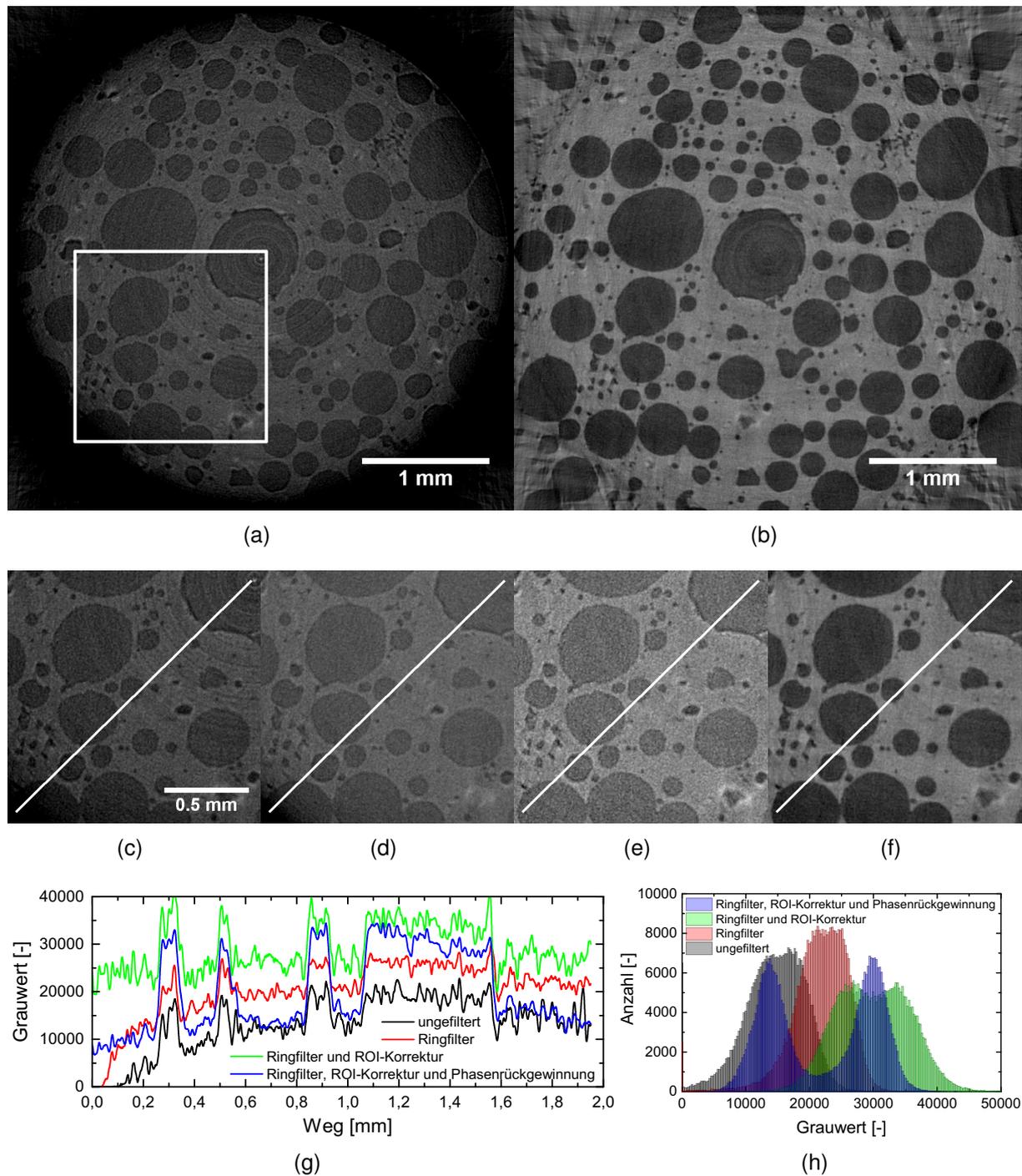


Abbildung .3: Auswirkungen der Korrekturen auf die Rekonstruktion: Rekonstruierter (a) unkorrigierter Schnitt und (b) nach allen erfolgten Korrekturen. (c-f) Ausschnitte (eingezeichnetes Quadrat in (a)) mit eingezeichneten Linien für Grauwertprofile in (g) und (h): Histogramme der Grauwerte der Ausschnitte. (c) unkorrigiert, (d) mit Ringfilter, (e) mit Ringfilter und ROI-Korrektur und (f) mit vorher genannten Filtern und Phasenrückgewinnung

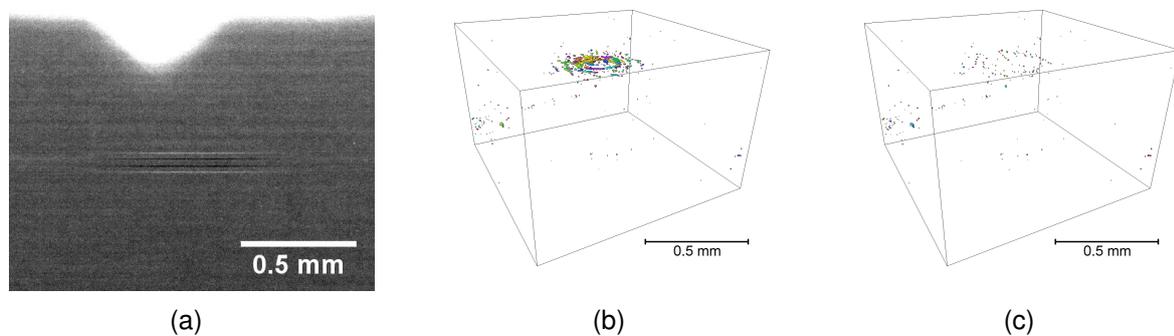


Abbildung .4: Einfluss nicht korrigierter Fehler in Projektionen auf rekonstruiertes Volumen: (a) korrigierte Projektion mit vier fehlerhaften Linien, (b) resultierende Artefakte nach der Separierung und (c) Reduktion dieser mithilfe der beschriebenen Eigenschaftsfiltermethode

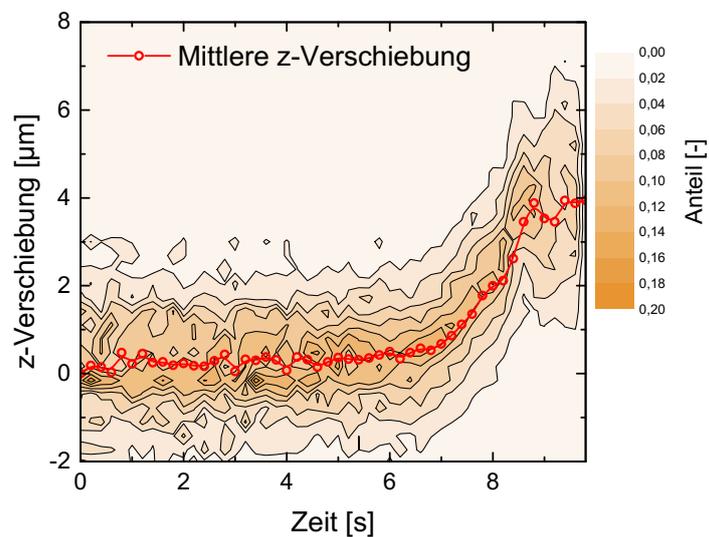


Abbildung .5: Entwicklung der z-Verschiebungsverteilung der verfolgten Porenschwerpunkte für die Legierung AlMg17,5 ohne Treibmittel (UA) (zeitl. Auflösung: 5 tps).