

Metallschaumcharakterisierung mittels Synchrotron–Tomographie

A. Haibel, J. Banhart
Hahn–Meitner–Institut Berlin

Zusammenfassung

Ein Verfahren zur zerstörungsfreien Erfassung physikalischer Daten metallischer Schäume im Mikrometerbereich ist die Synchrotron–Tomographie. Aufgrund der dabei verwendeten monochromatischen Strahlung können nicht nur Porengrößenverteilungen in einer metallischen Matrix erfasst werden, auch einzelne Materialbestandteile des Schaums werden getrennt aufgelöst. Dadurch wird es z.B. möglich, die dreidimensionale Umordnung schaumstabilisierender Partikel in verschiedenen Schäumstadien zu verfolgen. Diese Partikel ordnen sich während des Aufschäumvorgangs an den Porenoberflächen an. Dieser Umordnungsprozess wurde im festen Ausgangsmaterial, im flüssigen Metallschaum sowie im anschließend erstarrten Zustand tomographiert und mittels 3D–Bildanalyse quantitativ untersucht.

Um die makroskopischen Eigenschaften metallischer Schäume, wie Härte, Energieabsorption oder Festigkeit, reproduzierbar einstellen zu können, bedarf es der genauen Kenntnis ihrer Mikrostruktur. Ein zerstörungsfreies, dreidimensionales Messverfahren zur Untersuchung dieser Mikrostruktur ist die Synchrotron–Tomographie. Die hohe Intensität der monochromatischen Strahlung liefert hierbei innerhalb kurzer Zeit sehr rauscharme Bilder in denen auch die Elementzusammensetzung der Proben räumlich aufgelöst bestimmbar ist. So lassen sich durch tomographische Untersuchungen und 3D–Bildanalyse z.B. Porengrößenverteilungen und die Isotropie der Porenform in Abhängigkeit vom Ausgangsmaterial und den Press- bzw. Schäumparametern sowie die dreidimensionale Lamellendickenverteilung metallischer Schäume quantitativ erfassen. Weiterhin kann auch die Größe und Lage von Treibmittel- oder schaumstabilisierenden Partikeln untersucht werden. Die Beobachtung der dreidimensionalen Verteilung solcher schaumstabilisierender Partikel mittels Synchrotron–Tomographie im festen Ausgangsmaterial, im flüssigen Metallschaum sowie im anschließend erstarrten Zustand ist Gegenstand dieses Artikels. Ziel war es, den Mechanismus der Partikelumordnung während des Schäumprozesses am Beispiel einer Aluminiumlegierung mit beigemengten Siliziumkarbidteilchen zu klären.

Zur Herstellung des untersuchten Metallschaums AlSi10Mg werden handelsübliche Metallpulver mit einem Treibmittelpulver (TiH_2) vermischt und aufgeschmolzen. Dabei werden der Schmelze zusätzlich mikrometergroße, unlösliche und teilbenetzende SiC–Partikel beigemischt. Um ein vorzeitiges Aufschäumen zu verhindern, wird das so erzeugte Vormaterial rasch abgekühlt [1, 2]. Der Schäumvorgang erfolgt anschließend durch Erhitzen des Vormaterials über die Schmelztemperatur der Legierung und über die Zersetzungstemperatur des Treibmittels TiH_2 . Das Titanhydrid setzt dabei Wasserstoff frei, wodurch sich im flüssigen Metall eine Porenstruktur bildet. Die nötige Stabilität der flüssigen Metallblasen wird durch die beigemengten festen SiC–Partikel erreicht. Diese erhöhen zum einen die Viskosität der

Schmelze, zum anderen ordnen sie sich während des Schäumvorgangs auf den Porenoberflächen an. Dadurch nimmt die Drainage ab und die Oberflächenspannung im Schaum wird reduziert, was zu einer Verringerung des Porenplatzens führt [3-7]. In Abbildung 1 ist eine lichtmikroskopische Aufnahme des Metallschaumvormaterials AlSi10Mg mit ca. $70\ \mu\text{m}$ großen, eingebetteten SiC-Partikeln dargestellt.

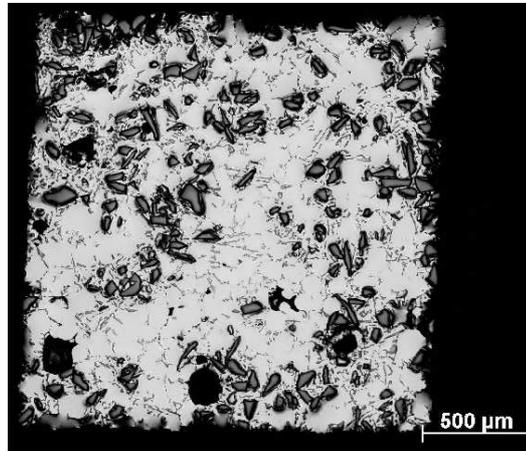


Abbildung 1: Lichtmikroskopische Aufnahme des Metallschaumvormaterials AlSi10Mg mit eingebetteten $70\ \mu\text{m}$ großen SiC-Partikeln.

Um den Umordnungsprozess der SiC-Partikel zu verfolgen, wurde das Probenmaterial sowohl vor dem eigentlichen Schäumvorgang, als auch im flüssigen, geschäumten Zustand und im anschließend erstarrten Zustand tomographiert [8]. Die Messungen hierzu wurden am Instrument der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung am Berliner Synchrotron BESSY II durchgeführt [9]. Abbildung 2 zeigt den verwendeten Tomographiemessaufbau. Der Synchrotronstrahl durchdringt nach Austritt aus dem Strahlrohr (rechts) die auf einem Drehtisch gelagerte Probe (Mitte). Der durch Absorption geschwächte Strahl fällt anschließend auf einen Szintillatorschirm, der das Röntgenlicht in sichtbares Licht umwandelt. Über einen 45° -Spiegel und eine entsprechende Optik wird das Röntgenbild auf eine CCD-Kamera (links) gelenkt und ausgelesen. Die räumliche Auflösung der Messungen lag bei $3.5\ \mu\text{m}$. Zur

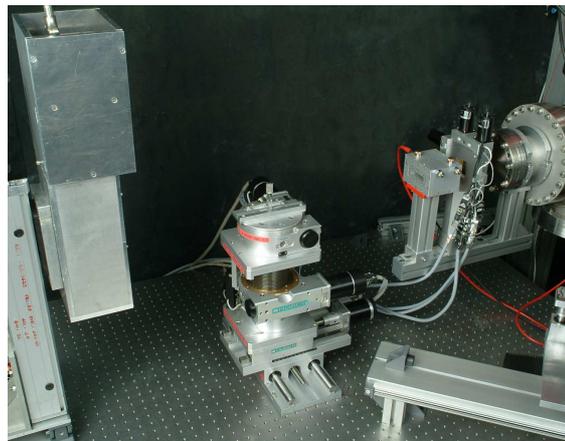


Abbildung 2: Foto des Tomographie-Messaufbaus.

Rekonstruktion wurden 900 Einzelbilder in einem Winkelbereich von 180° aufgenommen. Die Strahlenergie betrug $25\ \text{keV}$. Abbildung 3 zeigt eine Skizze des Setups, in dem die Proben

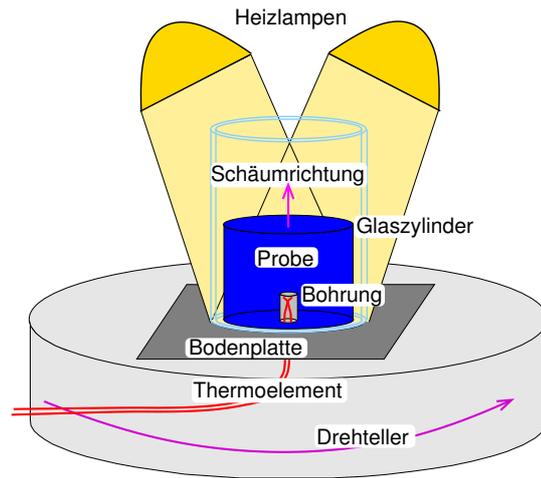


Abbildung 3: Skizze der Probenumgebung.

während der Messungen aufgeschäumt wurden. Die Proben befanden sich in einem Glaszylinder, der der Stabilisierung des flüssigen Schaums diente. Das Aufschäumen erfolgte durch zwei über den Proben angeordnete Heizlampen. Zur Temperaturkontrolle wurde ein drehbar gelagertes Thermoelement im Inneren der Proben positioniert. Untersucht wurden zwei Probensysteme (Aluminiumlegierung AlSi10Mg + 0.5 vol.% TiH₂), die sich nur in der mittleren Größe der schaumstabilisierenden SiC-Partikel (13 μm bzw. 70 μm Durchmesser, je 10 vol.%) unterschieden. Die Messzeit betrug pro Tomogramm ca. 20 Minuten.

Trotz der sehr ähnlichen Absorptionskoeffizienten von AlSi10Mg ($\mu = 5.0 \text{ cm}^{-1}$) und SiC ($\mu = 5.7 \text{ cm}^{-1}$), konnten durch die Verwendung monochromatischer Strahlung beide Materialien gut getrennt aufgelöst werden (siehe Abbildung 4 und 5).

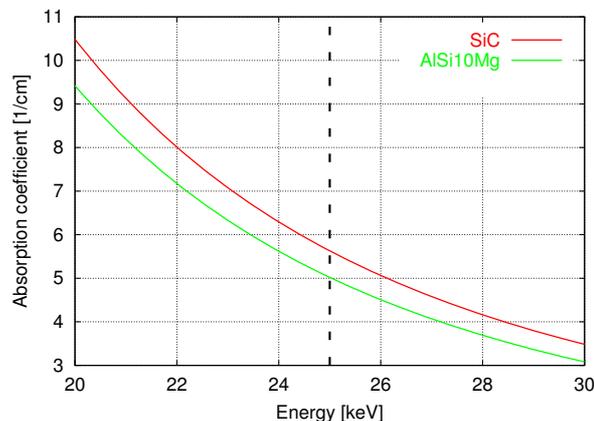


Abbildung 4: Absorptionskoeffizienten der Aluminiumlegierung und der schaumstabilisierenden SiC-Partikel im verwendeten Energiebereich von $E=25 \text{ keV}$.

Die grünen SiC-Partikel sind in der blauen Aluminiummatrix deutlich zu erkennen. In Abbildung 5 rot dargestellt sind die Treibmittelpartikel TiH₂ sowie das im unteren Bereich der Probe befindliche Thermoelement. Die Probe ist von einem Glaszylinder (hellblau) umgeben. Abbildung 6 zeigt die Ergebnisse der Tomographie-Messungen in Form von 2D-Schnitten durch die 3D-Datensätze an beiden Probensystemen für den Ausgangszustand (links), die geschäumte, noch flüssige Phase (Mitte) und die erstarrte geschäumte Phase des Materials (rechts). In beiden Ausgangsmaterialien sind, bedingt durch das Herstellungsverfahren,

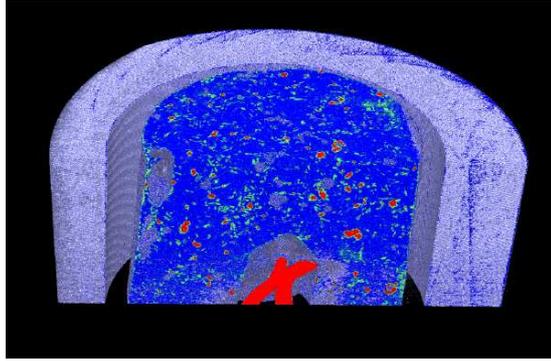


Abbildung 5: Tomogramm des Metallschaumvormaterials AlSi10Mg (blau) + 0.5 vol.% TiH₂ (rot) + 10 vol.% SiC (grün, 70 μm Partikelgröße). Der Probenquerschnitt beträgt inklusive des umgebenden Glaszylinders ca. 6 mm. Im unteren Bereich des Metallschaumvormaterials ist das Thermoelement (rot) erkennbar.

deutliche Anfangsporositäten zu erkennen. Bis auf einige SiC-Partikel, die sich schon im Ausgangszustand des Materials um diese Anfangsporen anlagern, sind die SiC-Partikel im Metallschaumvormaterial in beiden Proben systemen homogen verteilt. In der flüssigen Phase ist eine Umordnung der Partikel erkennbar, die bei den 13 μm großen Partikeln etwas stärker ausgeprägt auftritt als bei den 70 μm großen Partikeln. In der erstarrten Phase ist eine weitere Akkumulation der SiC-Partikel auf den Porenoberflächen erkennbar.

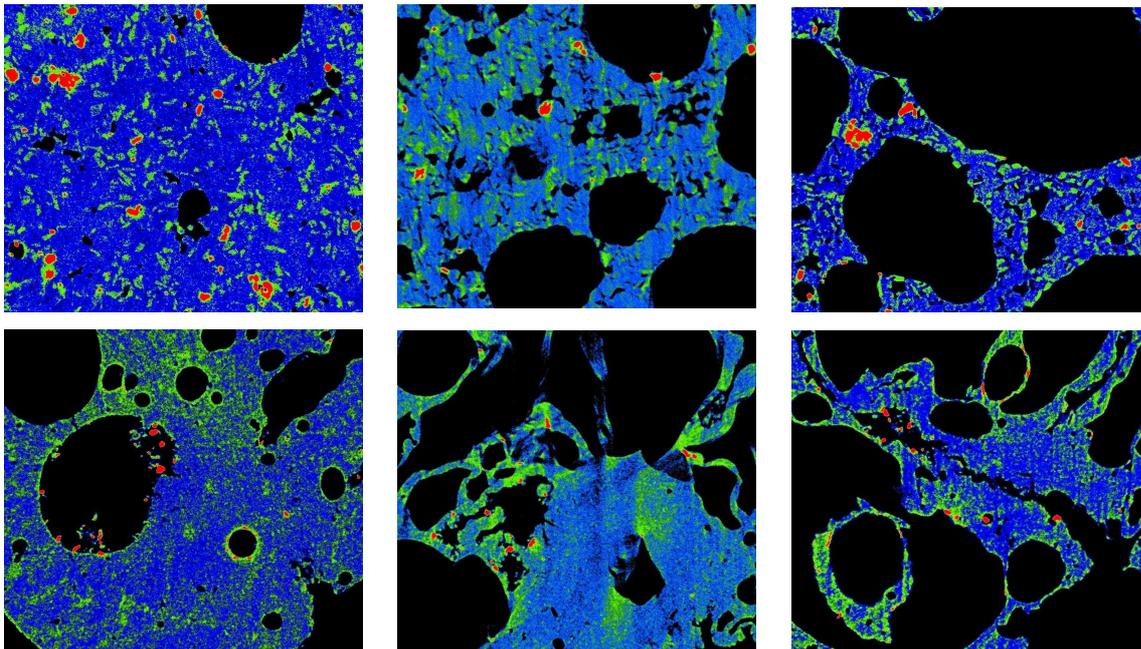


Abbildung 6: 2D-Schnitte durch die Tomographie-Messdaten. Oben: AlSi10Mg (blau) + 70 μm SiC-Partikel (grün), Unten: AlSi10Mg + 13 μm SiC-Partikel, jeweils links: im festen Ausgangsmaterial, mitte: in der flüssigen Phase, rechts: im erstarrten Zustand. Die Titanhydridpartikel sind rot dargestellt.

Um den Umordnungsprozess der SiC-Partikel während des Schäumvorgangs quantitativ zu erfassen, wurden die Tomographiemessdaten mit Hilfe eines speziellen Binarisierungsalgorithmus in einzelne Boolesche Datensätze zerlegt [10]. Dabei wird den einer bestimmten Ma-

terialkomponente zugehörigen Voxeln im 3D-Datensatz der Wert *Eins* zugeordnet, alle anderen Voxel erhalten den Wert *Null*. Zur Separation dieser verschiedenen Materialkomponenten wurden zunächst Histogramme der Voxelanzahl, aufgetragen über ihren entsprechenden Graustufenwerten im Tomogramm, erzeugt (Beispiel siehe Abbildung 7). Anhand dieser Histogramme wurden Schwellwertgrenzen zur Trennung der einzelnen Materialkomponenten festgelegt. Aus den Originaldaten werden so Datensätze erzeugt, die nur noch die Informati-

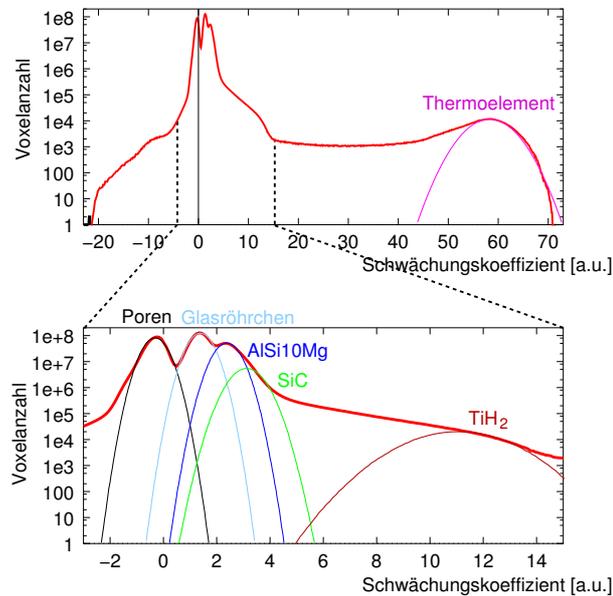


Abbildung 7: Histogramm einer Tomographie-Messung von AlSi10Mg + 10 vol.% SiC + 0.5 vol.% TiH₂. Die einzelnen Maxima in der Verteilung der Schwächungskoeffizienten sind den verschiedenen Materialkomponenten zuordenbar.

on der Poren, der SiC-Partikel oder der TiH₂-Partikel enthalten. Abbildung 8 demonstriert diesen Zerlegungsprozess.

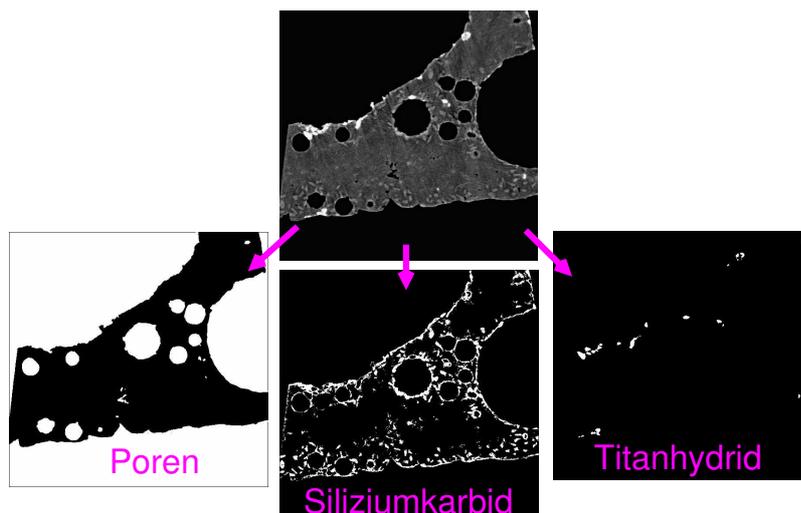


Abbildung 8: Separation der einzelnen Materialkomponenten durch Binarisierung der Tomographiedatensätze.

Zur quantitativen Auswertung der Korrelation zwischen der Lage der schaumstabilisierenden Partikel und der Anordnung der Poren im Metallschaum wurde ein spezieller 3D-

Korrelationsalgorithmus eingesetzt (siehe Abbildung 9) [11, 12]. Dabei wird durch Anwendung der *Euklidischen Distanztransformation* im Poren-Binärdatensatz zu jedem Vordergrundsvoxel (Poren) der minimale Abstand zum Hintergrund (Metallmatrix), und zu jedem Hintergrundsvoxel der minimale Abstand zum Vordergrund bestimmt. Auf diese Weise werden die dem Porenrand nächstgelegenen Nachbarvoxel ermittelt. Diese werden anschließend dem eigentlichen Porenvolumen hinzugefügt (*Dilatation*). Der Algorithmus wird so oft durchlaufen, bis das Porenvolumen sukzessive auf ca. 99% des gesamten Probenvolumens aufgeweitet worden ist. Die SiC-Partikel, vorliegend in einem zweiten Binärdatensatz (grün über das Porenbild in Abbildung 9 (links) geplottet), die dabei vom wachsenden Porenvolumen erfasst werden, werden gezählt (rot geplottet). In Abbildung 9 sind exemplarisch für diesen Algorithmus der 0., der 10., der 20. und der letzte Dilatationsschritt gezeigt.

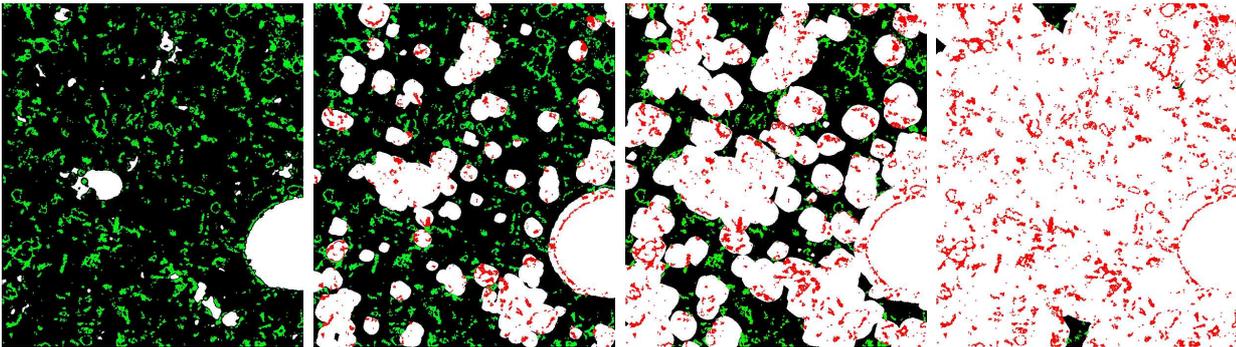


Abbildung 9: Algorithmus zur Berechnung der Korrelation zwischen der Lage der SiC-Partikel und der Anordnung der Poren im Metallschaum. Die linke Abbildung zeigt den nullten, die rechte Abbildung den letzten Dilatationsschritt. Dazwischen sind exemplarisch der 10. und der 20. Schritt dargestellt.

Nimmt mit wachsendem Porenabstand die Anzahl der erfassten SiC-Partikel ab, befinden sich diese überwiegend in nächster Porenumgebung. Dann existiert eine Korrelation zwischen der Lage der Partikel und der Lage der Poren (Abbildung 10, blaue Linie). Sind die SiC-Partikel im Material homogen verteilt, ist die Anzahl der erfassten Partikel pro Dilatationsschritt weitestgehend konstant (Abbildung 10, grüne Linie). Würden sich die Partikel überwiegend weit entfernt von den Porenoberflächen anordnen, bestünde zwischen ihnen und den Poren eine Antikorrelation (Abbildung 10, rote Linie).

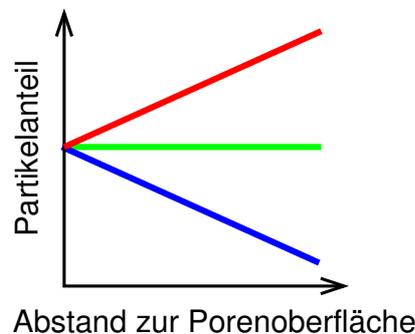


Abbildung 10: Skizze zur Korrelation (blaue Linie), Gleichverteilung (grüne Linie) oder Antikorrelation (rote Linie) der SiC-Partikel bezüglich des Abstands zur Porenoberfläche.

Abbildung 11 zeigt die Ergebnisse dieses Korrelationsalgorithmus für beide Probensysteme. Das linke Diagramm beschreibt das Umordnungsverhalten der $70\ \mu\text{m}$ großen SiC-Partikel,

das rechte Diagramm das Umordnungsverhalten für die Proben mit $13\mu\text{m}$ großen SiC-Partikeln.

Im ungeschäumten Zustand (rote Kurven) sind die SiC-Partikel, abgesehen von einer schwachen Korrelation um die anfänglichen Porositäten, nahezu gleichmäßig im Material verteilt. Diese Korrelation bei kleinen Abständen zu den Porenoberflächen ist bei der $13\mu\text{m}$ -SiC-Partikel-Probe etwas ausgeprägter, weil hier eine etwas höhere Anfangsporosität vorhanden war (siehe auch Abbildung 6). Die flüssige, geschäumte Phase wurde für beide Probensysteme zweimal tomographiert. Schon in den ersten Messungen der flüssigen Phase wird bei beiden Probensystemen eine deutliche Umordnung der SiC-Partikel deutlich (grüne Kurven), die sich in der zweiten Messung am flüssigen Schaum noch ausgeprägter zeigt (blaue Kurven). (Auf die geschäumten Proben angewandt, bricht der Korrelationsalgorithmus nach

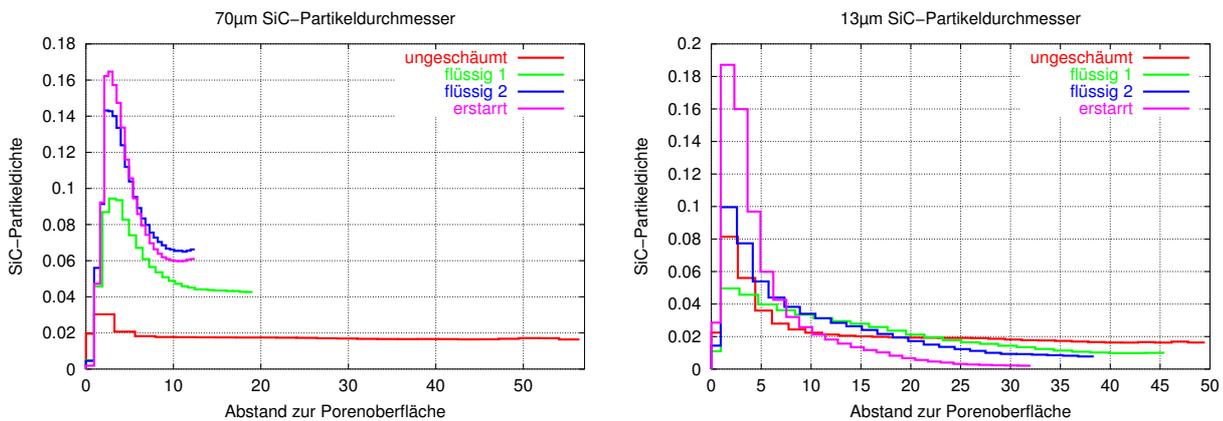


Abbildung 11: Berechnung zur Anordnung der schaumstabilisierenden SiC-Partikel bezüglich der Porenoberflächen für zwei SiC-Partikelgrößen.

weniger Dilatationsschritten ab als bei der Anwendung auf das ungeschäumte Ausgangsmaterial, da das zu erschließende Probenvolumen des Metallmatrixmaterials mit zunehmender Porengröße abnimmt.)

Im erstarrten, geschäumten Zustand der Proben verstärkt sich der Abfall der Kurven beider Probensysteme gegenüber dem der geschäumten, flüssigen Phase des Materials nochmals (violette Kurven), d.h. die räumliche Korrelation zwischen den SiC-Partikeln und den Metallschaumporen nimmt während des Erstarrens weiterhin zu.

Zusätzlich ist am stärker ausgeprägten Abfall der berechneten Kurven für das Probensystem mit $13\mu\text{m}$ großen SiC-Partikeln erkennbar, dass sich diese kleineren SiC-Partikel wesentlich stärker umordnen als die größeren Partikel.

Unter Verwendung der Synchrotron-Tomographie konnten erstmals in-situ Messungen an flüssigen Metallschäumen realisiert und quantitativ ausgewertet werden. Dabei zeigte sich, dass die Anordnung von schaumstabilisierenden Partikeln auf Metallschaumporenoberflächen zum einen während der flüssigen Phase stattfindet. Die Partikel „schwimmen“ dabei aufgrund ihrer teilbenetzenden Eigenschaft bevorzugt auf den Grenzflächen zwischen Luft und Material. Zum anderen setzt sich diese Umordnung aber auch während des Erstarrens fort. Die sich bildende Erstarrungsfront schiebt hierbei die Partikel zusätzlich auf die Porenoberflächen. Aufgrund des wesentlich stärker ausgeprägten Umordnungsprozesses der kleineren $13\mu\text{m}$ -SiC-Partikel, eignen sich diese eher zur Schaumstabilisation als größere Partikel.

Literatur

- [1] Gergely, V., Degischer H.P., and Clyne T.W., *Comprehensive composite materials*, vol. 3 Amsterdam Elsevier Science, 2000
- [2] Gergely, V. and Clyne, T.W., *A Novel Melt-Based Route to Aluminium Foam Production*, Proceedings of MetFoam 99, Bremen, Germany, 1999, Eds. J. Banhart, M.F. Ashby, N.A. Fleck
- [3] Ip, S.W., Wang, Y., and Toguri, J.M., *Aluminium Foam Stabilization by Solid Particles*, Can. Met. Quarterly, vol. 38, no. 1, 1999
- [4] Prakash, O., Sang, H., Embury, J.D., *Structure and Properties of Al-SiC foams*, Materials Science and Engineering A199, 1995
- [5] Kaptay, G., *Interfacial criteria for ceramic particle stabilised metallic foams*, Proceedings of MetFoam 99, Bremen, Germany, 1999, Eds. J. Banhart, M.F. Ashby, N.A. Fleck
- [6] Jin, I., Kenny, L. D., and Sang, H., *Stabilized Metal Foam Body*, U.S. Patent 5 112 697, 1992
- [7] Wood, J.T., *Production and Applications of Continuously Cast, Foamed Aluminium*, Proceedings of the Symposium on Metal Foams, Stanton, Delaware, 1997, Eds. J. Banhart and H. Eifert
- [8] Haibel, A., and Banhart, J., *Synchrotron-Tomography on Metallic Foams*, Proceedings of the International Symposium on Computed Tomography and Image Processing for Industrial Radiology, Berlin, June 2003
- [9] Weidemann, G., Goebbels, J., Wolk, Th., Riesemeier, H., *First computed tomography experiments at BAMline*, BESSY Annual Report 2001
- [10] Kirste, S., *Entwicklung einer 64 bit-Software zur Separation morphologischer Strukturen in dreidimensionalen Bildern*, Diplomarbeit, Hahn-Meitner-Institut Berlin, 2004
- [11] Rack, A., Haibel, A., Bütow, A., Matijasevic, B., and Banhart, J., *Characterization of Metal Foams with Synchrotron-Tomography and 3D Image Analysis*, Proceedings of the 16th World Conference on Nondestructive Testing (WCNDT), Montreal, Canada, Sep. 2004, submitted
- [12] Ohser, J., and Mücklich, F., *Statistical Analysis of Microstructures in Material Science*, John Wiley & Sons, 2000