



TIB, Hannover

Ostwaldreifung bei hohen und ultra-hohen Volumenfraktionen

**Eine 3-dimensionale Untersuchung mittels zeitaufgelöster,
röntgenbasierender Computertomographie**

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs

(Dr.-Ing.)

der Fakultät für Ingenieurwissenschaften, Informatik
und Psychologie der Universität Ulm

von

Thomas Werz

aus Berlin

Gutachter: Prof. Carl E. Krill III, Ph.D.
Dr. Lukas Helfen

Amtierende Dekanin: Prof. Dr. Tina Seufert

4. Februar 2016

Inhaltsverzeichnis

Abstract	i
Inhaltsverzeichnis	ii
Publikationsübersicht	vii
1 Einleitung	1
1.1 Ein kurzer Überblick	2
1.2 Offene Fragen	9
1.3 Aufbau der Arbeit	10
2 Wissenschaftliche Grundlagen der Ostwaldreifung	11
2.1 Analytische Theorien	12
2.1.1 Die LSW-Theorie	13
2.1.2 Erweiterte theoretische Ansätze	15
2.1.3 Zusammenfassung der analytischen Theorien	18
2.2 Computersimulationen	19
2.3 Experimentelle Untersuchungen	22
2.3.1 Mögliche Aggregatzustände	22
2.3.2 Charakterisierung halbfester Mikrostrukturen	23
2.3.3 Ostwaldreifung bei hohen Volumenfraktionen	25
2.4 Vergrößerung durch Koaleszenz	27
3 Technische Grundlagen, experimentelles Vorgehen und Bilddatenverarbeitung	33
3.1 Verwendetes Materialsystem und Volumenfraktionen	33
3.2 Metallographie und serielle Schnitte	37
3.3 Röntgenbasierende Computertomographie	38
3.3.1 Mögliche Strahlungsquellen	39
3.3.2 <i>Ex-situ</i> -Untersuchung mittels Laborstrahlung	40
3.3.3 <i>In-situ</i> -Untersuchung mittels Synchrotronstrahlung	43
3.4 Segmentierung mittels digitaler Bildverarbeitung	45
3.4.1 Bilddatenverbesserung	46
3.4.2 Handhabung von Abbildungsartefakten	47
3.4.3 Kontrastverbesserung und Binarisierung	49
3.4.4 Die Wasserscheidentransformation	49

4	Labortomographische Messungen	53
4.1	Methodische Besonderheiten	53
4.2	Auswertung globaler Parameter	54
4.3	Bewertung der globalen Auswertung	56
4.4	Algorithmus zur Partikelverfolgung	58
4.5	Lokale Auswertung der labortomographischen Messungen	60
4.6	Bewertung der lokalen Auswertung	61
4.7	Bewertung der Segmentierung	62
4.8	Fazit	64
5	Synchrotronmessungen und Methodvalidierung	67
5.1	Methodische Besonderheiten	67
5.2	Algorithmus zur Partikelverfolgung und Segmentierungskorrektur	68
5.3	Messartefakte	69
5.4	Änderung der Mikrostruktur aufgrund der Abkühlung	71
	5.4.1 Volumenfraktionsvergleich und Temperaturabweichung	72
	5.4.2 Partikelmorphologie	73
5.5	Fazit	74
6	Hohe bis ultra-hohe Volumenfraktionen	77
6.1	Methodische Besonderheiten	77
	6.1.1 Verlässlichkeit der Temperaturbestimmung	78
	6.1.2 Festlegen der Auswerteziträume und Volumenfraktionen	79
	6.1.3 Effizienz der Partikelverfolgung und Partikelanzahl	80
6.2	Mittlerer Radius und Partikelgrößenverteilung	81
6.3	Volumetrische Wachstumsraten	85
6.4	Nachbarschaftsanalyse	86
	6.4.1 Bestimmung der direkten Nachbarn und Koordinationszahl	87
	6.4.2 Bestimmung der indirekten Nachbarn	88
	6.4.3 Maximale Interaktionsdistanz zweier Partikel	91
	6.4.4 Volumetrische Wachstumsraten	92
6.5	Fazit	94
7	Direkter Vergleich von Experiment und Simulation	97
7.1	Methodische Besonderheiten und Probencharakterisierung	97
7.2	Simulationen auf Basis experimenteller Daten	99
	7.2.1 Simulationsdetails	100
	7.2.2 Anpassung der Zeitskala und erste Gegenüberstellung	101
7.3	Vergleich der Wachstumsraten	103
7.4	Vergleich einzelner Partikel	104
	7.4.1 Hohe Übereinstimmung	104
	7.4.2 Scheinbare Diskrepanz	106
	7.4.3 Tatsächliche Diskrepanz	108
	7.4.4 Ursachensuche für die tatsächlichen Diskrepanzen	110
	7.4.5 Abgleich mit kristallographischen Orientierungsinformationen	111
7.5	Fazit	113

8 Diskussion	115
8.1 <i>Ex-situ</i> -Messungen	115
8.2 <i>In-situ</i> -Messungen	118
8.2.1 Kontrolle der Proben temperatur	119
8.2.2 Mikrostruktureller Aufwärtsdrift	121
8.2.3 Einfluss des mikrostrukturellen Aufwärtsdrifts	122
8.2.4 Prämissen und Empfehlungen zur Versuchsplanung	124
8.3 Phänomenologische Beobachtungen	125
8.3.1 Vergrößerung durch Ostwaldreifung	127
8.3.2 Erscheinungsbilder von Koaleszenz	129
8.3.3 Einfluss von Koaleszenz auf die Mikrostrukturevolution	134
9 Zusammenfassung	137
9.1 Rückblick	137
9.2 Besprechung der offenen Fragen	139
9.3 Ausblick	143
Abbildungsverzeichnis	144
Literaturverzeichnis	172
Danksagung	173
Lebenslauf	175