Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg

Department Werkstoffwissenschaften

Lehrstuhl für Glas und Keramik

Prof. Dr. Kyle G. Webber

# Einsatz von Open Source Software zur Charaktierisierung poröser Keramiken

Thassilo Horn

Betreuer:

PD Dr.-Ing. habil. Tobias Fey

Oktober 2024 – März 2025

A close up of a logo

Description automatically generated

A logo with pink and grey circles

Description automatically generated

# Erklärung

Ich versichere, dass ich die Arbeit ohne fremde Hilfe und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Quellen angefertig habe und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegen hat und von dieser als Teil einer Prüfungsleistung angenommen wurde. Alle Ausführungen, die wörtlich oder sinngemäß übernommen wurden, sind als solche gekennzeichnet.

Erlangen, den 20.3.2025 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Unterschrift des Kandidaten

# Inhaltsverzeichnis

# Abbildungsverzeichnis

# Tabellenverzeichnis

# Einleitung

Poröse Keramiken sind unverzichtbar für den technologischen Fortschritt, da sie aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften in vielfältigen Anwendungen Einsatz finden. Ob in der Medizintechnik, der Schwerindustrie oder der Batterietechnologie – die einzigartigen Eigenschaften poröser Keramiken eröffnen zahlreiche Einsatzmöglichkeiten. Ihre hohe Porosität, Temperaturbeständigkeit, chemische Stabilität und geringe Dichte machen sie ideal für anspruchsvolle Anwendungen wie Knochenimplantate [1], Metallfiltration [2] und Batterie-Separatoren [3]. Um das Potenzial poröser Keramiken jedoch voll auszuschöpfen und ihre Funktionalität gezielt zu verbessern, ist eine präzise Charakterisierung ihrer Mikrostruktur notwendig. Eine solche Strukturanalyse der Keramiken erfolgt häufig rechnergestützt, wobei der Werkstoff mittels Computerprogrammen mit hoher Genauigkeit untersucht werden kann.

Mit wachsenden Produktionskapazitäten in der keramischen Industrie steigen auch die Anforderungen an die Analysemethoden. Hierbei gilt es, eine immer größere Stückzahl in kurzer Zeit kostengünstig, aber dennoch mit hoher Genauigkeit zu analysieren **[?]**. Geeignete kommerzielle Software ist jedoch meist mit hohen Lizenzkosten verbunden. Open-Source-Software, also frei zugängliche Software, bietet hier eine mögliche Alternative zur Analyse dieser Strukturen, da sie in der Regel kostengünstig, anpassbar und breit zugänglich ist. Zudem fördert die offene Verfügbarkeit solcher Programme die Zusammenarbeit innerhalb der wissenschaftlichen Gemeinschaft und beschleunigt den Innovationsprozess [4]. Jedoch stellt sich die Frage, inwiefern Open-Source-Software bezüglich Rechengenauigkeit und Präzision bei der Auswertung im Fall poröser Keramiken mit kommerzieller Software mithalten kann.

Diese Arbeit untersucht die Fragestellung, ob frei zugängliche Open-Source-Computerprogramme für die strukturelle Analyse poröser Keramiken eine kostengünstige Alternative zu kostenpflichtigen Programmen darstellen. Wenn sich zeigt, dass Open-Source-Programme eine vergleichbare Genauigkeit und Funktionalität wie proprietäre Software erreichen, könnte dies die Anwendung und Weiterentwicklung dieser Technologien deutlich fördern und zu einer größeren Zugänglichkeit wissenschaftlicher Methoden beitragen.

Anhand von Micro-CT-Datensätzen poröser Keramiken wird die Porensturktur mithilfe von Open-Source- sowie proprietärer Software ermittelt. Durch die Berechnung bestimmter Parameter wie Porosität, Porengröße und Stegbreite können die Programme sowohl mittels der bestimmten Werte als auch über ihre Recheneffizienz untereinander verglichen werden.

# Theoretische Grundlagen

In diesem Teil wird auf die unterschiedlichen Strukturparameter, Porosität, Porengröße und Stegbreite einer porösen Keramik eingegangen. Zusätzlich werden gänige Analysemethoden dieser Parameter vorgestellt.

## Porosität

Poröse Keramiken zeichnen sich dadurch aus, dass bei ihrer Herstellung gezielt Poren, also Hohlräume eingebaut werden. Hierbei wird zwischen offenen und geschlossenen Poren unterschieden. Offene Poren sind mit der Oberfläche des Materials verbunden und können daher von Gasen und Flüssigkeiten durchdrungen werden. Geschlossene Poren hingegen sind vollständig von festem Material umschlossen und bleiben für Gase und Flüssigkeiten unzugänglich. Die Porosität beschreibt dabei den Anteil des Hohlraumvolumens im Verhältnis zum Gesamtvolumen (Gleichung 2.1).

|  |  |
| --- | --- |
|  | (2.1) |

mit : Porosität, : Hohlraumvolumen, : Gesamtvolumen

## Porengröße

Die Porengröße beschreibt den Breite von Poren innerhalb eines Materials und wird oft in Mikrometern angegeben.

Eine ausschlaggebende Maßeinheit für die allgemeine Berschreibung poröser Materialien ist Pores per inch agekürzt ppi. Dieses Größe gibt an wie viele Poren sich auf einer linearen Strecke von einem Zoll befinden. Hierbei gilt je höher der ppi-Wert, desto kleiner die Porengröße. Somit kann der ppi-Wert zusammen mit einer Verteilungsfunktion des Porendurchmessers genutzt werden, um die Porengröße poröser Materialien zu beschreiben [5]. **(Bild von Proben mit 2 verschiedenen ppi?)**

## Stegbreite

Die Stegbreite bezeichnet die Breite der festen Materialbereiche, die zwischen den Poren eines porösen Materials liegen. Sie hängt von der Porosität und der Porengröße ab und kann als Verteilungsfunktion des Stegdurchmessers angegeben werden.

Zusammen mit der Porosität und Porengröße bestimmt die Stegbreite die Eigenschaften einer porösen Keramik. Über diese Strukturparameter lassen sich Attribute wie mechanische Eigenschaft, Permeabilität und thermische Isolationsfähigkeit beeinflussen [6].

## Methoden zur Strukturanalyse

Die Strukturen poröser Materialien können mittels unterschiedlicher Methoden analysiert werden.

Es werden sowohl experimentelle Ansätze, wie Gaspyknometrie oder Quecksilber Porosimetrie als auch bildgebende Verfahren in Kombination mit rechnergestüzter Analyse genutzt **[?]**.

### Gaspyknometrie

Die Gaspyknometrie basiert auf dem Boyle-Mariotte-Gesetz, das die Beziehung zwischen Druck und Volumen in einem geschlossenem Gassystem beschreibt (Gleichung 2.2).

|  |  |
| --- | --- |
|  | (2.2) |

mit : Gasdruck, : Gasvolumen

Dieses Prinzip wird genutzt um das Volumen fester Stoffe abzüglich des Volumens der offenen Poren zu bestimmen. Hierbei wird die Verdrängung eines Gases durch die Probe gemessen. Der Feststoff der Probe verdrängt das verwendete Gas während es in die offenen Poren an der Probenoberfläche eindringen kann. Ein typisches Gaspyknometer besteht aus einer Probenkammer, einer Referenzkammer und einem Drucksensor. Die Messung erfolgt in mehreren Schritten. Zuerst wird ein definiertes Gasvolumen in die Probenkammer geleitet. Daraufhin wird der Gasdruck in der Probenkammer und der Referenzkammer gemessen. Schließlich kann aus dem Druckunterschied das verdrängte Feststoffvolumen der Probe berechnet werden [7]. Zusammen mit dem Gesamtvolumen, bestimmt über die äußeren Dimensionen der Probe, kann nun die Porosität bestimmt werden (Gleichung 2.3).

|  |  |
| --- | --- |
|  | (2.3) |

mit : Porosität, : Hohlraumvolumen, : Feststoffvolumen, : Gesamtvolumen

Die Gaspyknometrie bietet mehrere Vorteile. Sie zeichnet sich durch eine hohe Genauigkeit und Reproduzierbarkeit aus [8], arbeitet nicht-destruktiv [9] und ermöglichkt eine schnelle sowie unkomplizierte Handhabung [8]. Dennoch hat die Methode auch einige Einschränkungen. Sie ist ungeeignet für die direkte Messung geschlossener Poren [10], reagiert empfindlich auf Verunreinigungen wie Feuchtigkeit [11] und liefert keine Information über die Porengeröße oder -Verteilung [12].

### Quecksilber Porosimetrie

Porosimetrie beschreibt Methoden zur Untersuchung der Porenstruktur eines Materials. Besonders häufig genutzt wird die sogennanten Quecksilber Porosimetrie. Diese Methode basiert darauf, dass Quecksilber in die offenen Poren eingeleitet wird. Anhand des von den Poren aufgenommen Volumens an Quecksilber kann die Porosität bestimmt werden. Bei dieser Methode werden die geschlossenen Poren nicht berücksichtigt. Die Quecksilber Porosimetrie kann ebenfalls dazu genutzt werden, die Porengrößen eines Feststoffs zu messen. Eine grundlegende Voraussetzung dafür ist, dass sie mittels einer nichtbenetzenden Flüssigkeit wie Quecksilber durchgeführt wird. Hierdurch wird garantiert, dass das Quecksilber nur bei einer Erhöhung des Drucks in die Poren eindringt [13]. Der Druck steht in Abhängigkeit zum Porendurchmesser (Gleichung 2.4) [14].

|  |  |
| --- | --- |
|  | (2.4) |

mit P: Druck, : Oberflächenspannung der Flüssigkeit, : Kontaktwinkel der Flüssigkeit, : Porendurchmesser

Über den aufgebrachten Druck kann der jeweilige Porendurchmesser bestimmt werden. Zusätzlich kann das von den Poren aufgenommene Volumen bei jeder Druckänderung gemessen werden. Hiermit kann eine Verteilung der Porengröße ermittelt werden.

Für bestimmte Porengeometrien ist diese Methode jedoch ungeeignet. Bei großen Poren mit dünnen Öffnungen wird die Porengröße als der Durchmesser ihrer Öffnungen intepretiert [13]. Hierbei wird stets der größte Eingang zu der Pore aber nicht die eigentliche innere Porengröße gemessen. Besonders bei Materialien mit komplexen stark vernetzten Porenstrukturen, wie es bei keramischen Schäumen der Fall sein kann, stößt diese Methode bei der Analyse der Porengröße an ihre Grenzen [15].

Die Methode der Quecksilberporosimetrie bietet die Vorteile, dass sie direkt die Messung von Porenvolumen und -verteilung offener Poren in einem breiten Messbereich abdecken kann [13]. Ihre Nachteile hingegen bestehen darin, dass die Proben durch den hohen Druck oder das Quecksilber zerstört beziehungsweise unbrauchbar gemacht werden können und die Handhabung des Quecksilbers sowohl Gesundheits- als auch Umweltrisiken birgt [16]. Zusätzlich macht die bereits beschriebene hohe Fehleranfälligkeit bei Proben mit komplexen Porenstrukturen die Methode für bestimmte poröse Keramiken unbrauchbar [15].

### Computertomographie

Die Computertomographie (CT) ist eine zerstörungsfreihe Prüfmethode, die durch den Einsatz von Röntgenstrahlen eine dreidimensionale Darstellung der inneren und äußeren Strukturen eines Objekts ermöglicht. Dabei werden die Dichteunterschiede innerhalb des Materials ausgewertet, um Defekte wie Poren, Risse oder Einschlüsse zu identifizieren. Diese Methode bietet eine hohe räumliche Auflösung bis hin zu Mikrometergrößen, wo sie auch als Mikro- oder μ-CT bezeichnet wird. Um die Probe dreidimensional darzustellen, werden in regelmäßigen Abstand zweidimensionale Querschnitte erzuegt. Diese Querschnitte können dann anneinander gereiht zu einem virtuellen dreidimensionalem Objekt zusammengefügt werden [17] [18] [19].

Mikro-CT ist besonders gut für die Untersuchung poröser Keramiken geeignet. Das innere einer des Materials kann zerstörungsfrei sichtbar gemacht werden, wobei sowohl offene als auch geschlossene Poren visualisiert werden können. Ein weiterer Vorteil der Mikro-CT ist, dass aufgrund ihrer hohen Auflösung selbst kleine Poren erkannt werden können [17] [18] [19].

Trotz dieser Vorteile hat Mikro-CT auch Grenzen. Die Anschaffung und der Betrieb der Geräte ist ein erhöhter finanzieller und sicherheitstechnischer Aufwand. Hierbei erfordert besonders der Umgang mit Röntgenstrahlung notwendige Schutzmaßnahmen. Des weiteren benötigt die Analyse der erzeugten Datenmengen einen hohen Zeit- und Rechenaufwand. Zusätzlich können die durch die Strahlung oder untersuchten Materialien auftretenden Artefakte meist nur durch aussreichende Kenntnisse des Gerätes minimiert werden [18] [19].

# Durchführung

In diesem Kapitel werden die Schritte zum Vergleich der unterschiedlichen Software in Bezug auf die Strukturanalyse mittels Micro-CT Aufnahmen verschiedener Keramischer Proben beschrieben. Die jeweiligen Datensätze werden mithilfe unterschiedlicher Programme auf Porosität, Porengröße und Stegbreite untersucht als auch dreidimensional dargestellt.

# Ergebnisse

# Diskussion

# Zusammenfassung

# Literaturverzeichnis

**[1]** Jodati H, Yılmaz B, Evis Z. A review of bioceramic porous scaffolds for hard tissue applications: Effects of structural features. Ceramics International [Internet]. 19. März 2020;46(10):15725–39. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.03.192>

**[2]** Porous ceramics in filtration and related applications - Fraunhofer IKTS [Internet]. Fraunhofer Institute For Ceramic Technologies And Systems IKTS. Verfügbar unter: <https://www.ikts.fraunhofer.de/en/departments/structural_ceramics/nonoxide_ceramics/porous_filter_ceramics/porous_ceramics_infiltration.html>

**[3]** Yang K, Zhang Z, Xu K, Li Y, Li F, Xue B, u. a. A porous Li4SiO4 ceramic separator for lithium-ion batteries. Ionics [Internet]. 7. März 2023;29(5):1789–801. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.1007/s11581-023-04940-0>

**[4]** Stallman RM. Free Software, Free Society: Selected Essays of Richard M. Stallman [Internet]. 2009. Verfügbar unter: <https://www.gnu.org/philosophy/fsfs/rms-essays.pdf>

**[5?]**

**[6]** Tamari S, Aguilar-Chávez A. Optimum design of the variable-volume gas pycnometer for determining the volume of solid particles. Measurement Science And Technology [Internet]. 14. Mai 2004;15(6):1146–52. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.1088/0957-0233/15/6/015>

**[7]** Density: Helium Pycnometry | Materials Research Institute [Internet]. Verfügbar unter: <https://www.mri.psu.edu/materials-characterization-lab/characterization-techniques/density-helium-pycnometry>

**[8]** A. B. Abell, K. L. Willis, D. A. Lange. Mercury Intrusion Porosimetry and Image Analysis of Cement-Based Materials. Journal of Colloid and Interface Science [Internet]. 19. Dezember 1997. Verfügbar unter: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021979798959860?via%3Dihub>

**[9]** Washburn EW. Note on a Method of Determining the Distribution of Pore Sizes in a Porous Material. Proceedings Of The National Academy Of Sciences [Internet]. 1. April 1921;7(4):115–6. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.1073/pnas.7.4.115>

**[10]** Xiao P, Schilling C, Wang X. Characterization of Trabecular Bone Microarchitecture and Mechanical Properties Using Bone Surface Curvature Distributions. Journal Of Functional Biomaterials [Internet]. 22. August 2024;15(8):239. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.3390/jfb15080239>

**[11]** BDG-Richtlinie 203 Porositätsanalyse und -beurteilung mittels industrieller Röntgen-Computertomographie (CT) | GUSS [Internet]. Verfügbar unter: <https://www.guss.de/fileadmin/user_upload/richtlinien/bdg-richtlinie_p_203.pdf>

**[12]** Industrielle Mikro-Computertomographie (Mikro-CT) - Fraunhofer IKTS [Internet]. Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS. Verfügbar unter: <https://www.ikts.fraunhofer.de/de/abteilungen/elektronik_mikrosystem_biomedizintechnik/zustandsueberwachung_pruefdienstleistungen/zfp-zentrum/3D-roentgenpruefung_industrielle_bauteilpruefung/mikro-computertomographie_mikro-ct.html>

**[13]** Computertomografie (CT) für die zerstörungsfreie Materialprüfung [Internet]. Verfügbar unter: <https://vc-xray.com/de/technologien/computertomografie>

References

[1] Jodati H, Yılmaz B, Evis Z. A review of bioceramic porous scaffolds for hard tissue applications: Effects of structural features: 15725–39.

[2] Fraunhofer Institute For Ceramic Technologies And Systems IKTS. Porous ceramics in filtration and related applications. Available from: URL: https://www.ikts.fraunhofer.de/en/departments/structural\_ceramics/nonoxide\_ceramics/porous\_filter\_ceramics/porous\_ceramics\_infiltration.html.

[3] Yang K, Zhang Z, Xu K*, et al.* A porous Li4SiO4 ceramic separator for lithium-ion batteries. Ionics 2023; 29(5): 1789–801  
[https://doi.org/10.1007/s11581-023-04940-0]

[4] Stallman RM. Free Software, Free Society: Selected Essays of Richard M. Stallman; 2009. Available from: URL: https://www.gnu.org/philosophy/fsfs/rms-essays.pdf.

[5] Zhang Y, Tao Y, Shao J. Application of porous materials for the flow field in polymer electrolyte membrane fuel cells. Journal of Power Sources 2021; 492: 229664  
[https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2021.229664]

[6] Li X, Yao D, Zuo K, Xia Y, Zeng Y-P. Effects of pore structures on the capillary and thermal performance of porous silicon nitride as novel loop heat pipe wicks. International Journal of Heat and Mass Transfer 2021; 169: 120985  
[https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2021.120985]

[7] Tamari S, Aguilar-Chávez A. Optimum design of the variable-volume gas pycnometer for determining the volume of solid particles. Meas. Sci. Technol. 2004; 15(6): 1146–52  
[https://doi.org/10.1088/0957-0233/15/6/015]

[8] Scarlett B, Lowell S, Shields JE, Thomas MA, Thommes M. Characterization of Porous Solids and Powders: Surface Area, Pore Size and Density. Dordrecht: Springer Netherlands 2004.

[9] Biomedical Foams for Tissue Engineering Applications. Elsevier; 2014.

[10] Materials Research Institute. Density: Helium Pycnometry. Available from: URL: https://www.mri.psu.edu/materials-characterization-lab/characterization-techniques/density-helium-pycnometry.

[11] Chang S-Y, Wang C, Sun CC. Relationship between hydrate stability and accuracy of true density measured by helium pycnometry. Int J Pharm 2019; 567: 118444  
[https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2019.06.035][PMID: 31212057]

[12] Anton Paar. Pore size measurement techniques. Available from: URL: https://wiki.anton-paar.com/en/pore-size-measurement/.

[13] Abell AB, Willis KL, Da Lange. Mercury Intrusion Porosimetry and Image Analysis of Cement-Based Materials. J Colloid Interface Sci 1999; 211(1): 39–44  
[https://doi.org/10.1006/jcis.1998.5986][PMID: 9929433]

[14] Washburn EW. Note on a Method of Determining the Distribution of Pore Sizes in a Porous Material. Proc Natl Acad Sci U S A 1921; 7(4): 115–6  
[https://doi.org/10.1073/pnas.7.4.115][PMID: 16576588]

[15] Giesche H. Mercury Porosimetry: A General (Practical) Overview. Part & Part Syst Charact 2006; 23(1): 9–19  
[https://doi.org/10.1002/ppsc.200601009]

[16] DIN ISO 15901-1:2019-03, Bewertung der Porengrößenverteilung und Porosität von Feststoffen mittels Quecksilberporosimetrie und Gasadsorption\_- Teil\_1: Quecksilberporosimetrie (ISO\_15901-1:2016). Berlin: DIN Media GmbH.

[17] GUSS. BDG-Richtlinie 203 Porositätsanalyse und -beurteilung mittels industrieller Röntgen-Computertomographie (CT). Available from: URL: https://www.guss.de/fileadmin/user\_upload/richtlinien/bdg-richtlinie\_p\_203.pdf.

[18] Fraunhofer IKTS. Industrielle Mikro-Computertomographie (Mikro-CT). Available from: URL: https://www.ikts.fraunhofer.de/de/abteilungen/elektronik\_mikrosystem\_biomedizintechnik/zustandsueberwachung\_pruefdienstleistungen/zfp-zentrum/3D-roentgenpruefung\_industrielle\_bauteilpruefung/mikro-computertomographie\_mikro-ct.html.

[19] VCxray. Computertomografie (CT) für die zerstörungsfreie Materialprüfung. Available from: URL: https://vc-xray.com/de/technologien/computertomografie.

# Anhang