# Theoretische Grundlagen

## Porosiät

Poröse Keramiken zeichnen sich dadurch aus, dass bei ihrer Herstellung gezielt Poren, also Hohräume eingebaut werden. Hierbei unterscheidet man zwischen offenen Poren und gescholssenen Poren. 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 Durchmesser oder die Breite von Poren innerhalb eines Materials.

## Stegbreite

Die Stegbreite bezeichnet die breite der festen Materialbereiche, die zwischen den Poren eines porösen Materials liegen.

## Methoden zur Analyse eines porösen Stoffes

Die Strukturen eines porösen Materials können auf unterschiedliche Methoden bestimmt werden.

### Gaspyknometrie

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

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

mit : Gasdruck, : Gasvolumen

Dieses Prinzip wird genutzt, um das Volumen fester Stoffe präzise zu bestimmen, indem die Verdrängung eines Gases durch die Probe gemessen wird. Ein typisches Gaspyknometer besteht aus einer Probenkammer, einer Referenzkammer und einem Drucksensor. Die Messung erfolgt in mehreren Schritten. Zuerst wird ein definiertes Gasvolumen wird in die Probenkammer geleitet. Daraufhin wird der Gasdruck in der Probenkammer und Referenzkammer gemessen. Schließlich kann aus dem Druckunterschied das Verdrängungsvolumen der Probe berechnet werden **[6]**. Hierbei entspricht das verdrängte Volumen dem des Feststoffes. Zusammen mit dem Gesamtvolumen, bestimmt über die äußeren Dimensionen der Probe, kann nun die Porosität bestimmt werden (Gleichung 2.3)

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

mit : Porosität, : Feststoffvolumen, : Gesamtvolumen

Bei der Gaspyknometrie dringt das Gas nur in die offenen Poren ein. Die geschlossenen Poren werden somit bei der Berechnung der Porosität nicht miteinbezogen **[7]**.

### Quecksilber Porosimetrie

Porosimetrie beschreibt Methoden zur Untersuchung der Porenstruktur eines Materials **[?]**. Besonders häufig genutzt wird die sogenannte 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 **[8]**. 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 **[8]**. Der Druck steht in Abhängigkeit zum Porendurchmesser (Gleichung 2.4) **[9]**.

|  |  |
| --- | --- |
|  | (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 **[8]**.

## 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 **[11]** **[12]** **[13]**.

Mikro-CT ist besonders gut geeignet für die Untersuchung poröser Keramiken geeignet. Das innere einer porösen Keramik 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 **[11]** **[12]** **[13]**.

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 **[12]** **[13]**.

# Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel wird zuerst auf die Definitionen und experimentellen Methoden zur Bestimmung von den Strukturparametern Porosität, Porengröße und Stegbreite eingegangen. Daraufhin wird die Methode der Computertomographie zur Analyse poröser Keramiken beschrieben.

## Porosität

Poröse Keramiken zeichnen sich dadurch aus, dass bei ihrer Herstellung gezielt Poren, also Hohräume eingebaut werden. Hierbei unterscheidet man zwischen offenen Poren und gescholssenen Poren. 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

### Experimentelle Bestimmung der Porosität

Die Porosität kann auf verschiedene Arten experimentell bestimmt werden.

#### Gaspyknometrie

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

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

mit : Gasdruck, : Gasvolumen

Dieses Prinzip wird genutzt, um das Volumen fester Stoffe präzise zu bestimmen, indem die Verdrängung eines Gases durch die Probe gemessen wird. Ein typisches Gaspyknometer besteht aus einer Probenkammer, einer Referenzkammer und einem Drucksensor. Die Messung erfolgt in mehreren Schritten. Zuerst wird ein definiertes Gasvolumen wird in die Probenkammer geleitet. Daraufhin wird der Gasdruck in der Probenkammer und Referenzkammer gemessen. Schließlich kann aus dem Druckunterschied das Verdrängungsvolumen der Probe berechnet werden **[6]**. Hierbei entspricht das verdrängte Volumen dem des Feststoffes. Zusammen mit dem Gesamtvolumen, bestimmt über die äußeren Dimensionen der Probe, kann nun die Porosität bestimmt werden (Gleichung 2.3)

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

mit : Porosität, : Feststoffvolumen, : Gesamtvolumen

Bei der Gaspyknometrie dringt das Gas nur in die offenen Poren ein. Die geschlossenen Poren werden somit bei der Berechnung der Porosität nicht miteinbezogen **[7]**.

#### Quecksilber Porosimetrie

Porosimetrie beschreibt Methoden zur Untersuchung der Porenstruktur eines Materials **[?]**. Besonders häufig genutzt wird die sogenannte 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 **[8]**.

## Porengröße

Die Porengröße beschreibt den Durchmesser oder die Breite von Poren innerhalb eines Materials.

### Experimentelle Bestimmung der Porengröße

Die Porengröße kann teilweise experimentell bestimmt werden **[8]**.

#### Quecksilber Porosimetrie

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 **[8]**. Der Druck steht in Abhängigkeit zum Porendurchmesser (Gleichung 2.4) **[9]**.

|  |  |
| --- | --- |
|  | (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 **[8]**.

## Stegbreite

Die Stegbreite bezeichnet die Breite der festen Materialbereiche, die zwischen den Poren eines porösen Materials liegen.

### Experimentelle Bestimmung der Stegbreite

Zur direkten Bestimmung der Stegbreite werden meist bildgebende Verfahren verwendet **[9]**. Wie bei der Porengröße kann eine Verteilung der Stegbreitengröße ermittelt werden.

## 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 **[11]** **[12]** **[13]**.

Mikro-CT ist besonders gut geeignet für die Untersuchung poröser Keramiken geeignet. Das innere einer porösen Keramik 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 **[11]** **[12]** **[13]**.

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 **[12]** **[13]**.

## Visualisierung eines Porennetzwerks