

---

Technische Universität Dresden

**Beiträge zur röntgenradioskopischen Visualisierung  
und Charakterisierung von Erstarrungsvorgängen  
und zweiphasigen Strömungsphänomenen  
in metallischen Schmelzen**

**Stephan Boden**

von der Fakultät Elektrotechnik und Informationstechnik der Technischen Universität  
Dresden

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieur**

(Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

Vorsitzender: Herr Prof. Dr.-Ing. habil. J. Czarske

Gutachter: Herr Prof. Dr.-Ing. habil. U. Hampel

Herr Prof. Dr.-Ing. habil. M. Schlüter

Tag der Einreichung: 08.10.2015

Tag der Verteidigung: 21.06.2016

---

---

## Kurzfassung

Röntgenradioskopische Bildgebungsverfahren ermöglichen es, ein besseres Verständnis der zweiphasigen Strömungsphänomene und der Prozesse der Mikrostrukturentstehung während der Erstarrung in Metallschmelzen intuitiv zu gewinnen, da diese Verfahren die innere Gestalt der sonst undurchsichtigen Flüssigkeiten abbilden. In der vorliegenden Arbeit wurden dazu Untersuchungen zu zwei unterschiedlichen Teilaufgaben durchgeführt. Zum einen wurde die Dichteverteilung in dünnen Erstarrungsproben in Echtzeit und in-situ mit räumlichen Auflösungen von wenigen Mikrometern untersucht, um den Einfluss natürlicher und erzwungener Schmelzenströmungen auf die Erstarrung einer binären Gallium-Indium-Metalllegierung experimentell nachzuweisen. Zum anderen wurden Gasblasenströmungen in nichttransparenten Metallschmelzen nicht-invasiv und in-situ visualisiert und charakterisiert, um Kenntnis der Eigenschaften und der Bewegung von Argon-Einzelblasen und Blasenketten in flüssigem Gallium-Indium-Zinn ohne und unter dem Einfluss eines externen magnetischen Feldes zu erlangen. Diese experimentellen Untersuchungen wurden mit einem Mikrofokus-Röntgenbildgebungssystem durchgeführt. Die Implementation angepasster Bildverarbeitungsalgorithmen ermöglichte die präzise quantitative Vermessung der dendritischen Strukturparameter und der Wachstumsgeschwindigkeiten. Die Strömungsgeschwindigkeiten in der Schmelze vor der Erstarrungsfront wurden durch Berechnung des optischen Flusses in den Röntgenbildsequenzen vermessen. Thermosolutale Konvektionsbewegungen und der Einfluss magnetisch angetriebener erzwungener Schmelzenströmung auf die Gefügeentstehung konnten durch die Röntgenvisualisierung nachgewiesen werden. Die lokale Akkumulation angereicherter Schmelze, das Aufschmelzen von Dendritenarmen und das Entstehen von Entmischungskanälen im Zweiphasengebiet hinter der Erstarrungsfront wurden unmittelbar beobachtet. Für die Untersuchung des Verhaltens von Gasblasen in einer schmalen Flüssigmetall-Blasensäule wurde das Röntgenbildgebungssystem modifiziert. Das ermöglichte die Vermessung der Gasblasengrößen, der Trajektorien und der Geschwindigkeiten zur Charakterisierung der Blasenströmungen. Die Abhängigkeit der Gasblasengrößen von der Benetzung der Mündungsöffnung wurde gezeigt. Vergleichsexperimente im Gas-Wasser-System verdeutlichten die signifikanten Unterschiede der zweiphasigen Gas-Flüssigmetall-Strömungen.

---

---

## Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit in der Abteilung Magneto- hydrodynamik und der Abteilung Experimentelle Thermofluidodynamik am Institut für Fluid- dynamik des Helmholtz-Zentrums Dresden – Rossendorf (HZDR). Teile dieser Arbeit wurden finanziell unterstützt durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) im Rahmen des Sonderforschungsbereichs SFB 609 „Elektromagnetische Strömungsbeeinflussung in Metallurgie, Kristallzüchtung und Elektrochemie“.

Mein besonderer Dank gilt all denen, die in besonderer Weise durch ihre fachliche Unterstützung zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben:

- Herrn Dr. Sven Eckert für die Betreuung der Arbeit in der Abteilung Magnetohydrodynamik,
- Herrn Dr. Gunter Gerbeth in seiner Funktion als Leiter der Abteilung Magnetohydrodynamik und als Direktor des Instituts für Fluidodynamik und
- Herrn Prof. Dr. Uwe Hampel für die Betreuung der Arbeit in der Abteilung Experimentelle Thermofluidodynamik und in seiner Funktion als Leiter der Abteilung Experimentelle Thermofluidodynamik und als betreuender Hochschullehrer.

Darüber hinaus gilt mein Dank allen Kollegen in meinem Arbeitsumfeld am Helmholtz- Zentrum Dresden – Rossendorf, insbesondere Herrn Dipl.-Ing. Bernd Willers für die Unterstützung bei der Vorbereitung der Arbeiten zur Erstarrung der binären Legierung.

Ganz besonderer Dank gilt meiner Familie und meiner lieben Frau Doreen, ohne deren Unterstützung diese Arbeit nicht entstanden wäre.

Stephan Boden

Ottendorf-Okrilla, im Oktober 2015

---

---

## Inhaltsverzeichnis

Kapitel 1 Einleitung .....	1
1.1. Motivation .....	1
1.2. Zielstellung .....	3
1.2.1. Untersuchung der Erstarrung binärer Metallegierungen .....	3
1.2.2. Untersuchung von Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen .....	3
Kapitel 2 Erstarrung binärer Metalllegierungen und Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen .....	5
2.1. Erstarrung binärer Metallegierungen .....	5
2.1.1. Unterkühlte und übersättigte Schmelzen .....	5
2.1.2. Keimbildung .....	6
2.1.3. Kristallwachstum .....	7
2.1.4. Entmischung .....	8
2.1.5. Mikrostruktur .....	9
2.1.6. Zweiphasen-Gebiet (Mushy-Zone) .....	10
2.1.7. Strömungseinfluss .....	11
2.1.8. Experimentelle Untersuchungen .....	12
2.1.9. Magnetfeldkontrolle des Erstarrungsprozesses .....	17
2.2. Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen in der Metallurgie .....	18
2.2.1. Gasblasenentstehung .....	19
2.2.2. Gasblasenregime .....	19
2.2.3. Gasblasenbewegung .....	20
2.2.4. Strömungsregime .....	20
2.2.5. Visualisierungsexperimente .....	21
2.2.6. Magnetfeldkontrolle von Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen .....	24
Kapitel 3 Hochauflösenden Mikrofokus-Röntgenbildgebung .....	27
3.1. Strahlungsquelle .....	27
3.2. Bildgebungsprinzip .....	30
3.2.1. Bildentstehung .....	30
3.2.2. Projektionsgeometrie .....	36
3.3. Röntgenbilddetektion .....	37
3.3.1. Leuchtschirm .....	37
3.3.2. Röntgenbildverstärker .....	38

---

3.3.3. Kamerasystem .....	39
3.4. Systemcharakterisierung .....	41
3.4.1. Räumliches Übertragungsverhalten .....	41
3.4.2. Zeitliches Übertragungsverhalten .....	43
3.4.3. Rauschen .....	43
3.4.4. Rauschleistungsspektrum .....	45
Kapitel 4 Digitale Bildverarbeitung .....	47
4.1. Bilddatenrepräsentation .....	47
4.1.1. Digitales Röntgenbild .....	47
4.1.2. Fouriertransformation .....	48
4.2. Bildentzerrung .....	49
4.2.1. Dunkelstrom- und Verstärkungskorrektur .....	49
4.2.2. Geometrische Verzerrungskorrektur .....	50
4.3. Rauschunterdrückung .....	51
4.3.1. Mittelung .....	52
4.3.2. Tiefpassfilterung .....	53
4.3.3. Wiener Filter .....	54
4.3.4. Nichtlokale Mittelung (Non-local means) .....	54
4.4. Bildsegmentierung .....	55
4.4.1. Schwellwert-Segmentierung .....	56
4.4.2. Wasserscheiden-Segmentierung .....	57
4.5. Optischer Fluss .....	57
4.5.1. Gradienten-basierte Methode zur Berechnung des Optischen Flusses .....	59
4.5.2. Gradientenberechnung .....	61
4.5.3. Gitterverfeinerung .....	62
Kapitel 5 Experimentelle Untersuchung der Erstarrungsvorgänge in binären Metalllegierungen .....	63
5.1. Auswahl der Modelllegierung .....	63
5.2. Versuchsaufbau .....	69
5.2.1. Die Legierung Gallium-Indium .....	69
5.2.2. Erstarrungszelle .....	71
5.2.3. Versuchsdurchführung .....	74
5.3. Charakterisierung des radiographischen Bildgebungssystems .....	75
5.3.1. Radiographisches Bildgebungssystem .....	75

5.3.2.	Bildentzerrung .....	77
5.3.3.	Räumliches Auflösungsvermögen .....	79
5.3.4.	Konzentrationsauflösungsvermögen .....	83
5.3.5.	Lineare Filterung .....	84
5.3.6.	Nicht-lineare Filterung .....	87
5.3.7.	Filter für die Differenzbildgebung .....	89
5.4.	Analysetechniken .....	91
5.4.1.	Gefügevisualisierung .....	91
5.4.2.	Konzentrationsbestimmung .....	92
5.4.3.	Wachstumsgeschwindigkeit .....	94
5.4.4.	Dendritenarmabstände .....	99
5.4.5.	Strömungsgeschwindigkeiten .....	100
5.5.	Erstarrung unter dem Einfluss auftriebsgetriebener Strömung .....	105
5.6.	Erstarrung unter dem Einfluss erzwungener Konvektion .....	116
5.7.	Zusammenfassung .....	119
Kapitel 6 Experimentelle Untersuchungen zu Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen .....		121
6.1.	Röntgenbildgebungssystem .....	121
6.1.1.	Röntgenstrahler .....	121
6.1.2.	Röntgendetektor .....	121
6.2.	Versuchsdurchführung .....	125
6.2.1.	Das Flüssigmetallsystem GaInSn .....	125
6.2.2.	Versuchsaufbau .....	126
6.3.	Analyseverfahren .....	129
6.3.1.	Gasblasenidentifikation .....	129
6.3.2.	Gasblasengrößen .....	132
6.3.3.	Gasblasenposition .....	133
6.3.4.	Gasblasenverfolgung .....	133
6.4.	Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen .....	137
6.4.1.	Benetzungsverhalten .....	138
6.4.2.	Einzelgasblasenverhalten .....	140
6.4.3.	Gasblasenkette bei niedrigen Gasdurchflussraten .....	143
6.4.4.	Gasblasenketten bei hohen Gasdurchflussraten .....	144
6.4.5.	Einfluss eines externen Magnetfeldes .....	147

6.4.6. Vergleich mit Gas-Wasser-Zweiphasenströmungen .....	149
6.5. Zusammenfassung .....	154
Kapitel 7 Zusammenfassung und Ausblick .....	155
7.1. Zusammenfassung .....	155
7.2. Schlussfolgerungen.....	156
7.3. Ausblick.....	157
Kapitel 8 Literaturverzeichnis.....	159
8.1. Referenzen .....	159
8.2. Eigene Publikationen .....	172
8.2.1. Journalpublikationen .....	172
8.2.2. Tagungsberichte .....	172
Kapitel 9 Danksagung.....	175

## Kapitel 1

# Einleitung

### 1.1. Motivation

Der konvektive Transport von Stoff und Wärme in „fließenden“ Medien ist ein grundlegender physikalischer Vorgang, dessen Verständnis für viele natürliche und industrielle Prozesse von herausragender Bedeutung ist. Das gilt auch für Transportvorgänge in schmelzflüssigen Metallen, wie sie in den Arbeitsprozessen der Metallurgie und der Kristallzüchtung zu finden sind.

Im Metallgussverfahren werden metallische Rohstoffe bis zur Bildung einer flüssigen Schmelze erhitzt. Im Anschluss daran wird die Schmelze wieder abgekühlt und zur Erstarrung gebracht, so dass ein festes Rohmaterial zur weiteren Bearbeitung oder ein fertiges (Guss-) Werkstück entsteht. So lange die Ausgangsstoffe in schmelzflüssiger Form vorliegen, können konvektive Transportvorgänge Einfluss auf die spätere Qualität des erstarrten Werkstoffs nehmen. So führt zum Beispiel die durch Transportvorgänge verursachte lokale Anreicherungen einzelner Legierungskomponenten in der Schmelze zur Entstehung von so genannten Seigerungen im erstarrten Werkstück. Diese Seigerungen sind nicht erwünscht, da die Materialeigenschaften dort in der Regel deutlich von den Eigenschaften des übrigen Werkstoffs abweichen. Ausgehend von solchen Fehlstellen ist ein Versagen des Werkstoffs möglich.

Durch die Anwendung magnetischer Felder lassen sich die konvektiven Transportvorgänge in leitfähigen Fluiden gezielt antreiben oder dämpfen und damit unerwünschte Konzentrationsanreicherungen vermeiden. Die Auslegung einer magnetfeldbasierten Strömungsbeeinflussung setzt ein Verständnis der grundlegenden Zusammenhänge zwischen den konvektiven Transportvorgängen und deren Wirkmechanismen auf den Erstarrungsvorgang voraus. Experimentelle Beobachtungen stellen ein wichtiges Werkzeug der grundlegenden Untersuchung und Modellierung dieser Vorgänge während der Erstarrung von metallischen Schmelzen dar. Diese sind jedoch aufwendig, da in den industriell relevanten Schmelzen unter anderem sehr hohe Temperaturen vorliegen und die Schmelzen chemisch aggressiv sein können. Deshalb werden häufig Ergebnisse nur durch die Interpretation *post*-experimenteller Beobachtungen an bereits erstarrten Gussstücken gewonnen. Solche Beobachtungen sind

jedoch nicht immer eindeutig interpretierbar. Deshalb ist *die Entwicklung von Methoden zur Untersuchung der konvektiven Transportvorgänge während der Erstarrung in-situ für die Weiterentwicklung des Verständnisses der Erstarrungsprozesse, für die konkrete Modellierung dieser Prozesse und für die Entwicklung gezielter Strömungsbeeinflussungsmethoden unverzichtbar*. Insbesondere sollen die gewonnenen experimentellen Daten der Validierung numerischer Strömungsberechnungsverfahren (CFD) dienen.

In einem zweiten Punkt wendet sich diese Arbeit der Dynamik zweiphasiger Gas-Flüssigmetall-Strömungen zu. In der metallurgischen Industrie sind Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen häufig zu finden. Zum Antreiben von Konvektionsbewegungen in flüssigen Metallschmelzen, in der Regel zum Zweck des Durchmischens und des Homogenisierens, werden häufig Gase in das Schmelzenvolumen eingeperlt. Die Optimierung der in diesen Prozessen vorliegenden Strömungsregime erfordert eine detaillierte, präzise und zuverlässige Kenntnis der vorliegenden Strömungsfelder sowie der Parameter der Zweiphasen-Strömung wie Gasgehalt, Phasenverteilung, Gasblasengrößen und der Bewegungsprofile der dispersen Phase. Experimentelle Untersuchungen in den heißen und chemisch aggressiven Schmelzen sind jedoch nur sehr begrenzt realisierbar. Laborexperimente mit physikalischen Luft-Wasser-Modellen liefern zwar ein erstes Verständnis über das Verhalten der gasförmigen und flüssigen Phase, können aber einige wesentliche Merkmale realer Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen nicht abbilden, da Eigenschaften wie Dichteverhältnis und Oberflächenspannung gänzlich verschieden sind. Auch der Prozess der Gasblasenbildung an einer Einströmöffnung unterscheidet sich im Luft-Wasser-System von der realen Situation in metallurgischen Anwendungen aufgrund des unterschiedlichen Benetzungsverhaltens. Experimente in realen Flüssigmetallsystemen stehen zur Validierung der verschiedenen Modellvorstellungen nahezu nicht zur Verfügung. *Die Anwendung röntgenbildgebender Messverfahren kann die Lücke der fehlenden Modellvorstellungen zur zweiphasigen Strömungsdynamik in Metallschmelzen schließen und eine Möglichkeit der quantitativen Aufklärung der Strömungsphänomene liefern*. Die experimentell gewonnenen Daten sollen der Validierung numerischer Strömungsberechnungsverfahren dienen.

## **1.2. Zielstellung**

### **1.2.1. Untersuchung der Erstarrung binärer Metallegierungen**

Aufgrund der inhärenten Eigenschaften von Metallegierungen sind bisher Kenntnisse über den Zusammenhang von Schmelzenströmung und Erstarrungsprozess nur aus experimentellen Untersuchungen in transparenten organischen Legierungen oder aus der post-experimentellen Analyse abgeschlossener Erstarrungsprozesse abgeleitet worden. Erste experimentelle Untersuchungen in-situ mit Hilfe röntgenbildgebender Verfahren konzentrierten sich auf Visualisierung der entstehenden Mikrostruktur, wobei Strömungsphänomene zunächst nicht in Betrachtet worden (Flemings, 2000; Boettinger et al., 2000; Beckermann, 2002; Asta et al., 2009; Abschnitt 2.1.8 dieser Arbeit). Zielstellung dieser Arbeit ist es deshalb, zunächst die Strömungsphänomene in der freien Schmelze und im zweiphasigen Gebiet und den Transport von bereits erstarrtem, fragmentiertem Material in der Schmelzenströmung zu visualisieren. Mit Hilfe der Röntgenbildgebung sollen auch die Prozesse der Nukleation und der Fragmentation unter dem Einfluss der Schmelzenströmung beobachtet werden. Davon ausgehend kann der Einfluss der Schmelzenströmung auf den Erstarrungsprozess untersucht werden.

Das Verständnis des Einflusses erzwungener Konvektionsvorgänge auf den Erstarrungsprozess ist ebenfalls unvollständig und bedarf der weiteren Aufklärung. Deshalb sollen neben der Visualisierung und Quantifizierung der natürlichen Strömungsvorgänge auch der Einfluss erzwungener Konvektionsvorgänge in einem modellhaften Erstarrungsprozess untersucht werden.

Als Modellsystem soll eine binäre Metallegierung ausgewählt und verwendet werden. Damit bleibt die Komplexität des zu untersuchenden Systems zunächst gering, und Wechselwirkungsbeziehungen treten deutlicher hervor.

### **1.2.2. Untersuchung von Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen**

Zweiphasige Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen sind für viele Anwendungen der Metallurgie relevant. Es zeigt sich jedoch, dass solche Strömungen bisher kaum in echten Flüssigmetall-Systemen aufgrund der wenigen verfügbaren Messmethoden untersucht worden. In einem ersten Schritt soll deshalb ein Messverfahren auf der Grundlage der Röntgenbildgebung für die in-situ Untersuchung solcher Strömungen entwickelt und realisiert werden. In-situ Untersuchungen zu Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen haben eine besondere Bedeutung insbesondere im Rahmen der Entwicklung magnetfeldbasierter

Verfahren zur Beeinflussung der Schmelzenströmung. Die Messtechnik soll deshalb dahingehend ausgelegt werden. Für eine qualitative Interpretation der Messergebnisse sind angepasste Analysetechniken zu entwickeln. Insbesondere soll durch einen Vergleich zwischen Flüssigmetall- und Wasserexperimenten der besondere Wert von Laborexperimenten in realen Metallschmelzen herausgearbeitet werden.

## Kapitel 2

# Erstarrung binärer Metalllegierungen und Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen

## 2.1. Erstarrung binärer Metalllegierungen

Eine Vielzahl der industriell eingesetzten Werkstoffe liegt während ihrer Herstellungsprozesse im flüssigen Aggregatzustand vor und wird erst nach dem Übergang in den festen Zustand als Material technisch nutzbar. Unter der Erstarrung soll hier der Übergang vom flüssigen in den kristallinen Aggregatzustand verstanden werden. Im Folgenden soll nur die Erstarrung binärer Metalllegierungen betrachtet werden. Für solche Legierungen existieren sehr differenzierte Vorstellungen über die komplexen Vorgänge während der Erstarrung. Ausführliche Aufsätze dazu sind unter anderem bei Kurz und Fisher (1998), Sahn et al. (1999), und Schatt und Worch (1996) zu finden. Nichtsdestotrotz wird in den dort präsentierten Modellvorstellungen der Einfluss der Schmelzenströmung auf die Entwicklung des Gefüges nahezu vernachlässigt. Ein guter Überblick über den derzeitigen Kenntnisstand zur Bedeutung der Schmelzenströmung ist bei Asta et al. (2009) zu finden.

### 2.1.1. Unterkühlte und übersättigte Schmelzen

Zum Verständnis von Erstarrungsvorgängen ist zunächst eine Betrachtung der thermodynamischen Potentiale sinnvoll. Der prinzipielle Verlauf der freien Enthalpie  $G$  eines flüssigen und festen reinen Metalls in Abhängigkeit von der Temperatur ist in Abbildung 2.1 skizziert. Im Schnittpunkt beider Kurven ist die Übergangstemperatur  $T_u$  definiert, bei der die Existenz der flüssigen und festen Phase gleichzeitig möglich ist. Das System ist bestrebt, stets seine freie Enthalpie zu minimieren und Abweichungen vom Gleichgewichtszustand nicht zuzulassen ( $\Delta G \rightarrow 0$ ). Unterkühlte Schmelzen befinden sich nicht mehr im thermodynamischen Gleichgewicht, ihre Temperatur  $T$  liegt unterhalb des Übergangspunktes. Ein System, das sich nicht im Gleichgewicht befindet ( $\Delta G > 0$ ), kann seine freie Enthalpie durch einen Phasenübergang minimieren, um wieder einen Gleichgewichtszustand zu erlangen. Die treibende Kraft des Phasenübergangs des Systems ist der Energiebetrag  $\Delta G$ . Im Fall der

Erstarrung ist der Phasenübergang mit einer sprunghaften, negativen Änderung der Entropie verknüpft.

Gleiches gilt für die Betrachtung der freien Enthalpie in Abhängigkeit von der Konzentration  $c$  einer Materialkomponente einer Metalllegierung. Führt eine Konzentrationsänderung  $\Delta c = c - c_u$  über einen Übergangspunkt  $c_u$  hinaus zu einem positiven Enthalpiegradienten  $\Delta G$  gegenüber dem Gleichgewichtszustand, dann ist das System bestrebt, diesen Gleichgewichtszustand durch einen Phasenübergang wieder einzunehmen.

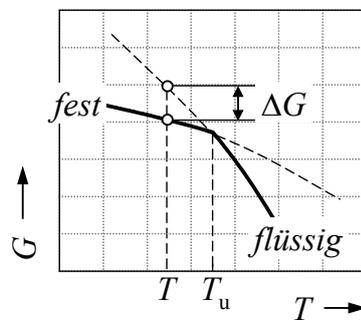


Abbildung 2.1 Verlauf der freien Enthalpie  $G$  eines Materials in Abhängigkeit von der Temperatur  $T$  in der Nähe der Übergangstemperatur  $T_u$ . Das System ist bestrebt, stets seine Enthalpie zu minimieren. Der Energiebetrag  $\Delta G$  ist die treibende Kraft eines Phasenübergangs.

### 2.1.2. Keimbildung

Dem Kristallwachstum nach dem Phasenübergang muss zunächst die Bildung einzelner fester Keime in der Schmelze vorausgehen, welche den eigentlichen Startpunkt des Erstarrungsprozesses bilden. Sehr kleine Keime können die Energie, die für die stetige Erzeugung freier Oberfläche des wachsenden Keims notwendig ist, nicht durch die im Volumen des Keims freiwerdende Umwandlungsenergie aufbringen. Solche Keime sind instabil und zerfallen wieder. Nur Keime oberhalb einer kritischen Größe können stabil weiterwachsen. Derartige Keime können nur in unterkühlten oder übersättigten Schmelzen, die sich nicht mehr im Gleichgewicht befinden, entstehen. Denn mit wachsender Unterkühlung bzw. Übersättigung verringert sich die erforderliche Keimbildungsarbeit und der damit verbundene kritische Keimradius, so dass die Keimbildungshäufigkeit proportional zur Unterkühlung  $\Delta T$  bzw. der Übersättigung  $\Delta c$  zunimmt.

Diesem homogenen Keimbildungsmechanismus steht die heterogene Keimbildung an Fremdpartikeln und an der Behälterwand entgegen. Eine solche Keimbildung zeichnet sich

durch ihre wesentlich kleineren Aktivierungsenthalpien aus. Dadurch kann es bereits bei geringeren  $\Delta T$  oder  $\Delta c$  an solchen Fremdpartikeln zum Start des Erstarrungsprozesses kommen.

### 2.1.3. Kristallwachstum

Stabile Keime wachsen durch Adsorption von aus der Schmelze heran diffundierender Teilchen (Atome, Ionen oder Moleküle) weiter. Dies geschieht solange, bis sich die einzelnen aus den Keimen hervorgegangenen Kristalle berühren und Korngrenzen bilden. Die Wachstumsform der Kristalle und der Kristallite (Körner) wird dabei wieder durch die thermodynamischen Eigenschaften an der Phasengrenzfläche beeinflusst. So muss die an dieser Grenzfläche zwischen flüssigem und festem Material frei werdende Umwandlungswärme durch die Schmelze oder durch das bereits erstarrte Material abtransportiert werden. Ist der Wärmefluss isotrop, dann erstarren die Kristallite globulitisch. Fließt dagegen die freiwerdende Wärme anisotrop in bestimmte Richtungen ab, dann tritt eine gerichtete Erstarrung auf.

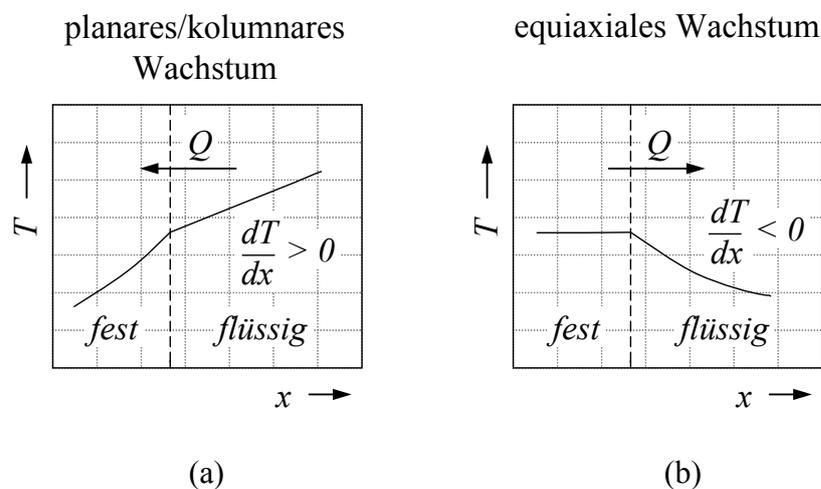


Abbildung 2.2 Positiver (a) und negativer (b) Temperaturgradient in der Schmelze vor der Phasengrenzfläche aufgrund unterschiedlicher Richtung des Wärmetransports  $Q$ . Die unterschiedlichen Temperaturgradienten führen zur Ausbildung unterschiedlicher Erstarrungsgefüge während der Erstarrung. Nach Kurz und Fisher (1998).

In einem einkomponentigen System bestimmt die Richtung des Wärmeflusses bzw. der Temperaturgradient an der Grenzfläche, ob die Phasengrenzfläche zwischen Fluid und Festkörper stabil bleibt. Die sich bildenden Kristallite entwickeln sich ausschließlich unter dem Einfluss des Temperaturfeldes. Erfolgt die Wärmeabfuhr durch den Kristall, dann ist die Schmelze stets wärmer als der Festkörper und es liegt ein positiver Temperaturgradient vor (Abbildung 2.2a). Kleine, an der Phasengrenzfläche auftretende Störungen, die in die

Schmelze hineinragen, schmelzen daher wieder ab. Eine planare Erstarrungsfront wird so stabilisiert. Eine andere Situation liegt beim Wachstum in eine unterkühlte Metallschmelze vor. Die entstehende Umwandlungswärme wird in die Schmelze abgeführt, und es liegt ein negativer Temperaturgradient an der Phasengrenzfläche vor (Abbildung 2.2b). In die Schmelze hineinragende kleine Störungen finden nun begünstigende Wachstumsbedingungen vor, die Phasengrenzfläche wird instabil. Lediglich die durch den Wärmetransport abnehmende Unterkühlung der Schmelze und der durch die Krümmung der Phasengrenzfläche sinkende Schmelzpunkt wirken diesem Wachstum stabilisierend entgegen. Solche negativen Temperaturgradienten liegen auch beim Wachstum equiaxialer Kristallite vor.

#### 2.1.4. Entmischung

Bei der Erstarrung der Schmelze mehrkomponentiger metallischer Systeme können Entmischungen der im System vorhandenen Elemente auftreten. Bleiben die durch die Entmischung verursachten Konzentrationsunterschiede lokal auch nach dem Abschluss der Erstarrung bestehen, spricht man von Seigerung. Seigerungen haben großen Einfluss auf die Eigenschaften des erstarrten Materials.

Aufgrund der Entmischung liegen während der Erstarrung die Zusammensetzungen  $c_L$  und  $c_S$  des flüssigen und des erstarrten Materials vor, die sich von der Ausgangszusammensetzung der Schmelze  $c_0$  unterscheiden. Ursache für die Entmischung sind die im Phasendiagramm dargestellten unterschiedlichen Löslichkeiten in der flüssigen und festen Phase der Legierung. Ist die Löslichkeit einer Komponente einer binären Legierung im Festkörper niedriger als im Fluid, kommt es im Verlauf der Erstarrung zur Anreicherung dieser Komponente vor der Phasengrenzfläche. In Abbildung 2.3 ist dies nach Kurz und Fischer (1998) vereinfacht dargestellt. Aufgrund von Diffusionsvorgängen bildet sich vor der Phasengrenzfläche eine Konzentrationsgrenzschicht aus. Mit wachsendem räumlichem Abstand zur Erstarrungsfront nimmt die Anreicherung exponentiell bis zur Ausgangskonzentration hin ab. Die der sich so einstellenden Schmelzenzusammensetzung entsprechenden Liquidustemperaturen  $T_L$  sind ebenfalls dargestellt. Im Bereich der Konzentrationsgrenzschicht vor der Erstarrungsfront unterschreiten nun die Temperaturen in der Schmelze selbst bei einem moderaten positiven Gradienten des Temperaturprofils  $T_q$  die Liquidustemperatur. Man spricht von einer konstitutionellen Unterkühlung. Diese hat destabilisierende Wirkung auf die wachsende Phasengrenzfläche. Kleine in die Schmelze hineinragende Störungen finden begünstigende

Wachstumsbedingungen vor. Mit dem Zusammenbruch einer solch instabilen planaren Phasengrenzfläche kommt es zur Ausbildung dendritischer Mikrostrukturen. Unter einem Dendriten versteht man eine baumartig verzweigte Struktur, bestehend jeweils aus einem primären Stamm und wenigstens sekundären Seitenarmen. Dendritisches Wachstum wird hier durch konstitutionelle Unterkühlung angetrieben. Bei hohen Temperaturgradienten und/oder niedrigen Konzentrationsunterschieden kann ein dendritisches Wachstum nicht auftreten. Der dann wirksame positive Temperaturgradient sorgt für eine Stabilisierung der Phasengrenzfläche und führt wieder zu planarem Wachstum.

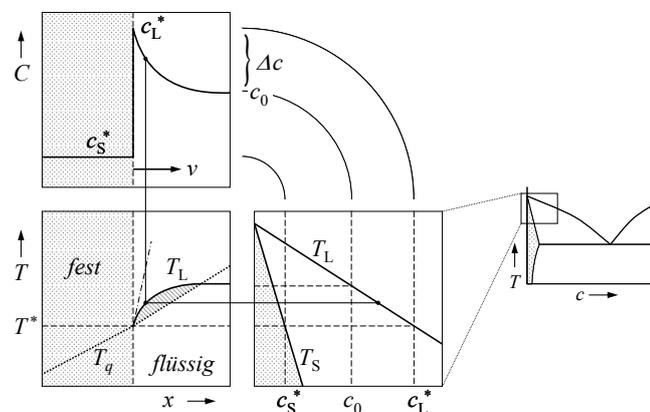


Abbildung 2.3 Aufgrund einer sich vor der Erstarrungsfront ausbildenden Diffusionsgrenzschicht kommt es zu einer konstitutionellen Unterkühlung der binären nichteutektischen Metalllegierung. Die Schmelztemperatur liegt dort unter der Liquidustemperatur und begünstigt so das Wachstum von in die Schmelze hineinragenden Instabilitäten, weshalb sich zellulare oder dendritische Gefüge entwickeln können. Nach Kurz, Fisher (1998).

### 2.1.5. Mikrostruktur

Die sich letztlich ausbildende Mikrostruktur wird im Wesentlichen durch das sich einstellende Temperaturfeld, die lokalen Temperaturgradienten  $\Delta T$ , und die Erstarrungsgeschwindigkeit  $v$  bestimmt. Steigert man die Erstarrungsgeschwindigkeit, dann wird die planare Phasengrenzfläche instabil, und es bilden sich zunächst zellulare Strukturen, und schließlich Dendriten (Abbildung 2.4 und Abbildung 2.5). Oberhalb eines kritischen Temperaturgradienten und oberhalb einer kritischen Erstarrungsgeschwindigkeit kann nur planares Wachstum beobachtet werden.

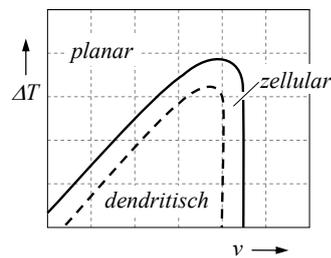


Abbildung 2.4 Erstarrungsmorphologie als Funktion des Temperaturgradienten und der Erstarrungsgeschwindigkeit bei gerichteter Erstarrung. Nach Kurz, Fisher (1998).

Tritt eine zellulare Erstarrungsmorphologie bei relativ niedrigen Erstarrungsgeschwindigkeiten auf, dann wachsen die Zellen entlang einer durch den Wärmetransport vorgegebenen Richtung, also im rechten Winkel zur Erstarrungsfront. Wenn die Erstarrungsgeschwindigkeit erhöht wird (Gleichgewichtsbedingungen können nun nicht mehr aufrechterhalten werden), kommt es zu dendritischem Wachstum. Dabei ändert sich die Wachstumsrichtung der einzelnen Kristalle hin zu bevorzugten kristallographischen Richtungen, und die runde Geometrie des Querschnitts der Zellen ändert sich in eine ebenfalls durch die kristallographischen Vorzugsrichtungen vorgegebene baumartig verzweigte Struktur. Das freie dendritische Wachstum eines Kristalliten in einer unterkühlten Schmelze ohne äußerlich aufgeprägten Temperaturgradienten bezeichnet man auch als equiaxiales Wachstum.

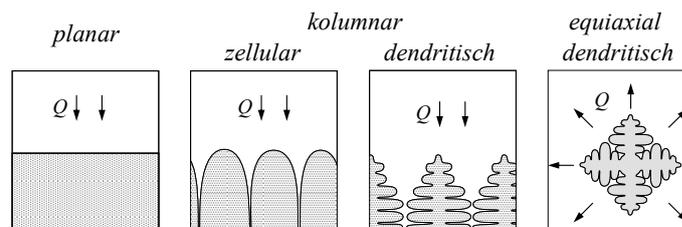


Abbildung 2.5 Erstarrungsmorphologien nach Kurz, Fisher (1998).

### 2.1.6. Zweiphasen-Gebiet (Mushy-Zone)

Instabile Wachstumsbedingungen aufgrund thermischer oder solutaler Unterkühlung führen zu einem Auflösen der planaren Erstarrungsfront. Die Phasengrenzfläche wölbt sich stängelig oder dendritisch mit vielen Seitenarmen in die flüssige Schmelze hinein. Es entsteht ein Gebiet, in dem festes und flüssiges Material gleichzeitig vorliegen. Dieses Gebiet nennt man Zweiphasengebiet (englisch: mushy-zone). In binären Legierungen ist dieses Gebiet durch starke laterale Konzentrationsunterschiede aufgrund der Entmischungphänomene charakterisiert. Folgt man dem für Gleichgewichtsbedingungen geltenden Phasendiagramm

einer binären Legierung, dann erreicht die Schmelze im Zwischenraum der bereits erstarrten Dendriten im weiteren Verlauf der Erstarrung durch Anreicherung der im Festen nicht gelösten Legierungsanteile schließlich die eutektische Zusammensetzung. Dieses Eutektikum erstarrt am Ende des Erstarrungsprozesses, wenn die eutektische Temperatur unterschritten wird.

### 2.1.7. Strömungseinfluss

Obwohl die Modellvorstellungen von der Erstarrung binärer Metalllegierungen sehr differenziert sind und hier nur sehr gekürzt wiedergegeben werden konnten, so repräsentieren sie doch nur selten die tatsächlichen Bedingungen eines realen Erstarrungsprozesses. Insbesondere der Einfluss der Schmelzenströmung, welche in natürlicher und erzwungener Weise auftritt und auftreten kann, ist in den bisher beschriebenen Modellvorstellungen nicht enthalten.

Es ist wohl bekannt, dass eine Strömung in einer erstarrenden Schmelze in signifikanter Weise die Entwicklung der Mikro- und Gefügestruktur und damit die mechanischen Eigenschaften einer metallischen Legierung beeinflussen kann. Zunächst einmal entstehen Schmelzenströmungen beim Speisen von während des Erstarrungsprozesses an der Phasengrenzfläche auftretenden Dichte- bzw. Volumenänderungen. Daneben sind auftriebsgetriebene Strömungen, die durch Dichteunterschiede in der Schmelze aufgrund von Temperatur- und/oder Konzentrationsgradienten auftreten, sogenannte thermische, solutale oder thermosolutale Strömungen, im Gravitationsfeld der Erde unvermeidbar. Diese Strömungen wirken vor allem auf das zweiphasige Gebiet, in dem festes und flüssiges Material gleichzeitig vorliegt. Die Strömungen sind dann zum Beispiel verantwortlich für die Ausbildung von großskaligen Entmischungsgebieten. Schmelzenströmungen treten aber auch in gewollter Art und Weise beim gezielten Einsatz mechanischer oder elektromagnetischer Antriebe zur Beeinflussung des Stoff- und Temperaturtransports in der Schmelze auf.

Zur Untersuchung des Strömungseinflusses auf die Gefügeentwicklung können die Strömungsphänomene in dem vollständig flüssigen Schmelzengebiet vor der Erstarrungsfront und in dem Gebiet der flüssigen Phase des Zweiphasengebiets hinter der Erstarrungsfront getrennt oder miteinander gekoppelt betrachtet werden. Beckermann und Viskanta (1989) haben experimentell die Strömungsphänomene während der Erstarrung in einer transparenten organischen Legierung bei verschiedenen Anfangs- und Randbedingungen untersucht. Für nicht-eutektische Legierungszusammensetzungen sind doppeldiffusive Lagen, Konvektionsfäden und stagnante Schichtungen beobachtet worden. Das lokale Wachstum

des zweiphasigen dendritischen Gebiets reagiert sehr sensitiv auf die Zusammensetzung und Temperatur der umgebenden Schmelze. Das Verständnis des Einflusses der Strömungsphänomene auf die Erstarrung ist dennoch nicht vollständig und bedarf der weiteren Aufklärung.

### 2.1.8. Experimentelle Untersuchungen

Die Untersuchung des Einflusses der strömenden Schmelze auf die Gefügeentwicklung erfordert spezielle Messtechniken. Diese lassen sich in *post-experimentelle* und *in-situ* Verfahren einteilen. Die *post-experimentelle* Analyse der sich gebildeten Gefügestruktur liefert eine Beschreibung und Beurteilung des Gefüges nach Abschluss der Erstarrung. Unter Kenntnis der während der Erstarrung verliegenden Bedingungen auch hinsichtlich der Strömungssituation ist dann eine vage Modellierung des Erstarrungsprozesses möglich. Solche Analysen erfordern eine Vermessung der Geschwindigkeits- und Temperaturfeldern in der strömenden Schmelze vor der sich ausbildenden Erstarrungsfront während der Erstarrung. Geschwindigkeitsfelder können in der flüssigen Schmelze mit einer im Vergleich zu den Längenskalen der entstehenden Strukturen eher niedrigen räumlichen Auflösung von wenigen Millimetern mit Ultraschall-Doppler-Geschwindigkeitsmessverfahren während des Erstarrungsvorganges gemessen werden. Für die Vermessung der Entwicklung des Temperaturfeldes verwendet man üblicherweise punktuell messende Temperatursensoren, welche man in die Schmelze eintaucht und dort bis zum Abschluss der Erstarrung belässt. In der unmittelbaren Umgebung der fein strukturierten und oft nicht planaren Erstarrungsfront sind jedoch Strömungsphänomene zu erwarten, welche mit solchen Techniken weder erfasst noch aufgelöst werden können.

Konvektiven Transportvorgänge und die damit verbundenen Effekte während der Erstarrung schmelzflüssiger Metalle lassen sich *in-situ* nur schwer beobachten. Metallschmelzen in der Metallurgie und der Kristallzüchtung sind heiße, chemisch aggressive und vor allem opake, das heißt nicht transparente Flüssigkeiten mit hohen Dichten und hohen elektrischen Leitfähigkeiten. Viele der für die Untersuchung klassischer strömungsmechanischer Fragestellungen entwickelter Mess- und Untersuchungsverfahren sind für die Anwendung in oder an Metallschmelzen nicht geeignet oder versagen unter den rauen Umgebungsbedingungen. Die wenigen verfügbaren direkten und indirekten Beobachtungs- und Messverfahren liefern oft nur schlecht aufgelöste Ergebnisse. Insbesondere eignen sich

bildgebende optische Messverfahren nicht für die Untersuchung an realen Metallsystemen, lediglich transparente Modelllegierungen lassen sich damit abbilden.

Bildgebende Verfahren basierend auf Röntgen-, Gamma- und Neutronenstrahlung haben sich als wertvolle Werkzeuge zur Untersuchung fester und flüssiger Metalle erwiesen (Eckert et al., 2007; Stieglitz, 2007). Solchen Verfahren erlauben die kontaktlose Untersuchung der makroskopischen und mikroskopischen Morphologie in nicht-transparenten Materialien. Die Röntgenradiographie (Einzel-Bildgebung), die Radioskopie (dynamische Echtzeitbildgebung) und die Röntgentomographie (dreidimensionale Durchleuchtung) basieren auf der Absorption von Röntgenstrahlung in dem zu untersuchenden Objekt, und sind heute Standardverfahren in der Medizin, in der industriellen zerstörungsfreien Werkstoffprüfung und in der Sicherheitstechnik. Diese Messverfahren sind nicht-invasiv. Unter bestimmten Umständen können ausreichend hohe Bildwiederholraten erzielt werden. Deshalb sind diese Messverfahren auch für die Untersuchung der konvektiven dynamischen Transportprozesse in Metallschmelzen geeignet. Insbesondere die geometrisch richtige, zweidimensionale Abbildung mit Röntgenmessverfahren erleichtert die Interpretation der Ergebnisse.

Dennoch haben sich bildgebende Röntgenmessverfahren nicht als Standardverfahren für der Strömungsbeobachtung etabliert, auch nicht auf dem Gebiet der Flüssigmetalle. Letzteres ist damit zu begründen, dass trotz ihrer guten Durchdringungsfähigkeit für leichte Materialien Röntgenstrahlung von vielen Metallen so stark absorbiert wird, dass es bei dicken zu durchstrahlenden Flüssigkeitsschichten schnell zu einem beträchtlichen Intensitäts- und damit Informationsverlust kommt. Es können nur begrenzt dicke Flüssigmetallvolumina untersucht werden. Weiterhin liegen Schmelzen entweder als reines Einstoffsystem oder als Mischstoffsystem vor. Setzt man eine vollständige Vermischung voraus, dann finden sich keine kontrastreichen makroskopischen Strukturen, die zu beobachten wären. Lediglich im Fall der einsetzenden Entmischung, wie sie zum Beispiel bei der Erstarrung binärer Legierungen auftritt, oder aufgrund von temperaturbedingten Dichteunterschieden finden sich ausreichend große Unterschiede der Absorption in den einzelnen Regionen des zu untersuchenden Volumens, die sich als beobachtbare Kontrastunterschiede im Röntgenbild ausbilden.

Der Einsatz radiographischer Methoden zur mikroskopischen Visualisierung der Erstarrungsvorgänge von Metalllegierungen ist seit längerem bekannt. Einen ersten Hinweis dazu findet man bei Brümmer (1957), welcher einen Röntgenmikroanalysator mit der Möglichkeit der Röntgenshattenbildung zur Untersuchung einer bereits erstarrten Al-Cu-Legierung entwickelte. Von der Entwicklung eines Verfahrens zur Beobachtung der

Konzentrationsverteilung während der Erstarrung von Aluminium-Gold-Legierungen wird bei Forsten und Miekko-oja (1967) berichtet. Miller et al. beschreiben die Visualisierung der sich entwickelnden Morphologie eines entstehenden Metallgefüges (Miller, Beech, 1972; Miller et al., 1975; Stephenson, Beech, 1979).

In den vergangenen Jahren haben sich vor allem radiographische Bildgebungsmethoden basierend auf Synchrotron-Röntgenstrahlung zur Untersuchung von Erstarrungsvorgängen etabliert. Hochauflösende Bilddetektoren erreichen räumliche Auflösung im Bereich der sich entwickelnden Mikrostrukturen, hohen Strahlungsintensitäten ermöglichen dazu hohe zeitliche Auflösungen. Mathiesen et al. (1999) haben die dendritische Erstarrung binärer Blei-Zinn-Legierungen am Synchrotron mit einer Echtzeit-Bildgebungsmethode untersucht. Mit einer speziellen Anordnung zum Heizen und Kühlen wurde ein vertikaler Temperaturgradient über einer Hele-Shaw-Zelle mit einer Spaltweite von 100 bzw. 150  $\mu\text{m}$  erzeugt. Ein Gebiet von etwa 1,0  $\text{mm}^2$  über der sich in vertikaler Richtung durch das Temperaturfeld bewegenden Zelle wurde mit einer Abtastrate von 1 bzw. 2 Bildern pro Sekunde mittels Durchstrahlung mit nahezu monoenergetischen Röntgenstrahlung von etwa 25 keV abgebildet. Dabei wurde unter verschiedenen experimentellen Bedingungen dendritisches und zelluläres Wachstum beobachtet. Entmischungsphänomene und die Konzentrationsgrenzschichten vor den erstarrenden Strukturen wurden in den Visualisierungen erkannt. Das Auftreten von sich entwickelnden equiaxialen Erstarrungskeimen in dem Gebiet vor der Erstarrungsfront wurde beobachtet, aber durch die effektive räumliche Auflösung von 5  $\mu\text{m}$  konnte keine Erkenntnis über den Ursprung der Nuklei gewonnen werden.

Mit einer ähnlichen Versuchsanordnung beobachteten Mathiesen et al. (2002; Amberg, Mathiesen, 2007) die Erstarrung von Aluminium-Kupfer-Legierungen mit einer räumlichen und zeitlichen Auflösung von 2,5  $\mu\text{m}$  und 0,25 bzw. 0,15 Sekunden. Diese Legierungen sind sehr gut für die Röntgenvisualisierung am Synchrotron geeignet, da die Absorptionskoeffizienten niedrig sind. Neben dem Absorptionskontrast ist auch Phasenkontrast in den Röntgenbildern zu beobachten. Dies ist bedeutsam, denn zwischen der festen und flüssigen Phase einer eutektischen Schmelze besteht kein Absorptionskontrast. Die Phasenkontrastabbildungen ermöglichen aber dennoch die Visualisierung der Phasengrenzfläche zwischen den beiden Phasen der eutektischen Schmelze, welche im interdendritischen Raum erstarrt. Verschiedene Erstarrungsphänomene wie gerichtetes und equiaxiales dendritisches Wachstum, planare und kolumnare eutektische Erstarrung und die Entstehung von Porositäten wurden beobachtet. Mit Hilfe von Bildverarbeitungstechniken wurden die

Schmelzenzusammensetzung in der Konzentrationsgrenzschicht und die Kontur der Flüssig-Fest-Phasengrenzfläche und deren zeitlichen Entwicklungen ermittelt. Ebenso wurden die Wachstumsgeschwindigkeiten einzelner Dendritenspitzen und deren Abstände bestimmt (Mathiesen, Arnberg, 2005b). Die Fragmentation sekundärer bzw. tertiärer Dendritenarme unter dem Einfluss der Auftriebskraft wurde beobachtet (Mathiesen, Arnberg, 2005a). Als Ursache dieser Fragmentation wird ein Aufschmelzen der Wurzel eines Dendritenarms aufgrund einer solutalen Überhitzung durch die Akkumulation solutal angereicherter Schmelze angesehen (Ruvalcaba et al., 2007). Über das Auftreten des Ablösens sekundärer oder tertiärer Dendritenarme aufgrund von Vergrößerungs- und Rekaleszenzphänomenen wird berichtet (Mathiesen et al., 2006).

Die Nutzung der Synchrotron-Radiographie und der Synchrotron-Topographie zur Untersuchung gerichteter erstarrender Aluminium-Legierungen wird von Nguyen Thi et al. (2003) und von Billia et al. (2004) und Reinhart et al. (2008) demonstriert. Das Potenzial der Synchrotronradiographie zur Untersuchung dynamischer Erstarrungsvorgänge, wie die Untersuchung des Einflusses von Kornfeinungsmitteln auf die sich bildende Gefügestruktur einer Aluminium-Nickel-Legierung beim Übergang vom kolumnaren zum equiaxialen Wachstum, wurde gezeigt (Schenk et al., 2005; Mangelinck-Noel et al., 2005; Reinhart et al., 2005; Nguyen Thi et al., 2007).

Yasuda et al. (2004; Ohnaka et al., 2005; Yasuda et al., 2008) untersuchen die gerichtete Erstarrung von Zinn-Wismut-Legierungen in einer Erstarrungszelle, welche sich durch eine plötzliche laterale Querschnittsänderung auszeichnet. Unter der Wirkung von Auftriebskräften wurde das Ablösen und Aufsteigen gerade neu entstehender primärer Dendritenstämme mit schwachem Wurzelquerschnitt beobachtet.

Li et al. (2004; Li et al. 2006a) haben die Nutzung von Synchrotronstrahlung zur Visualisierung von Vergrößerungsphänomenen während der Erstarrung einer Zinn-Wismut-Legierung und einer Aluminium-Kupfer-Legierung gezeigt. Dazu wurde ein sich bildendes Erstarrungsgefüge geringfügig unterhalb der Liquidustemperatur isotherm gehalten. Die radiographischen Abbildungen zeigen das Auftreten von verschiedener Vergrößerungs-Mechanismen wie das Aufschmelzen dendritischer Arme, deren Koaleszenz und Fragmentation (Li et al., 2007). Solche Mechanismen wurden auch für gerichtete Erstarrungsvorgänge, wie sie innerhalb des Temperaturgradienten-Zonenschmelzverfahren auftreten, beobachtet (Li et al., 2006b).

Ein Verfahren zur Analyse von Bewegungen in Bildsequenzen ist das Prinzip des Optischen Flusses. Die Bedeutung des Optischen Flusses auch auf dem Gebiet der Strömungs-

visualisierung ist in den letzten Jahren deutlich gestiegen. Corpetti et al. (2006) gibt einen Vergleich der Optischen-Fluss-Methoden zu klassischen Verfahren zur Bestimmung von Strömungsgeschwindigkeitsfeldern mittels der Particle-Image-Velocimetry. Der Optische Fluss liefert gegenüber klassischen Messmethoden hohe Genauigkeiten und dichte Geschwindigkeitsfelder mit Geschwindigkeitsvektoren in jedem Bildpunkt. Da die Methode des Optischen Flusses ursprünglich zur Beobachtung der Bewegung starrer Körper entwickelt wurde, sind bei der Untersuchung von Strömungsfeldern Anpassungen des Verfahrens notwendig, um komplexe Strömungsmuster wie Wirbelstrukturen und Geschwindigkeits- und Helligkeitsdiskontinuitäten, wie sie zum Beispiel in geowissenschaftlichen ozeanographischen oder atmosphärischen Satellitenbildsequenzen auftreten, korrekt erfassen zu können (Corpetti et al., 2006). Eine Übersicht über Methoden des Optischen Flusses zur Strömungsmessung ist auch bei Liu und Shen (2008) zu finden.

Während mit der Methode des Optischen Flusses nur die scheinbare Bewegung eines Helligkeitsmusters in zweidimensionalen Bildern bestimmt wird, ist es für die Strömungsuntersuchung notwendig, diese Geschwindigkeiten den tatsächlichen Konvektionsbewegungen des beobachteten Mediums zuzuordnen. Ein Nachweis des Zusammenhangs zwischen der Bewegung eines dreidimensionalen Mediums und der daraus resultierenden Bewegungen der Helligkeitsmuster in einer korrespondierenden Sequenz zweidimensionaler radiographischer Bilder wurde durch Fitzpatrick (1988) geliefert. Er zeigt, dass unter solchen gegebenen Randbedingungen stets eine eindeutige geometrische Transformation existiert, welche eine Änderung in einem radiographischen Projektionsbild erzeugt, die gleich der Bildänderung, die durch eine Bewegung des abgebildeten Objekts erzeugt worden wäre, ist. Weiterhin rechtfertigt Fitzpatrick die Nutzung der Massenerhaltungsgleichung im Bildbereich auch im Fall diskontinuierlicher Medien in den Fällen, in denen die Projektionsbilder durch eine Faltung mit einem ableitbaren Faltungskern verschmiert bzw. geglättet werden. Gerade das Glätten ist eine der inhärenten Eigenschaften typischer Röntgenbildgebungssysteme, welche nur eine begrenzte räumliche Auflösung erreichen.

Zur Analyse der Blutflussgeschwindigkeiten mittels Röntgenprojektionsbildern formulieren Amini et al. (1994) einen Optischen-Fluss-Ansatz unter Nutzung der Massenerhaltungsgleichung für inkompressible Medien. Sie zeigen, dass sich im Fall eines zweidimensionalen inkompressiblen Blutflusses die Massenerhaltungsgleichung zur Erhaltungsgleichung der Optischen-Fluss-Methode im Bildbereich reduziert. Wildes et al. (2000) nutzen die Kontinuitätsgleichung ohne die restriktive Randbedingung eines divergenzfreien

Strömungsfeldes zur radiographischen Messung mittlerer radialer Geschwindigkeitsprofile einer Flüssigkeitsströmung in einem Rohr. Obwohl Wildes et al. inkompressible Fluide betrachten, war es notwendig, das Kriterium der Divergenzfreiheit im Bildbereich aufzuheben. Die zweidimensionale Projektion des Geschwindigkeitsfeldes eines dreidimensional strömenden inkompressiblen Mediums muss nicht zwingender Weise auch inkompressibel, also divergenzfrei, sein. Dies war bereits bei Fitzpatrick (1988) angemerkt worden.

### 2.1.9. Magnetfeldkontrolle des Erstarrungsprozesses

Strömungen in der flüssigen Schmelze beeinflussen die Mikrostruktur des erstarrenden Gefüges. Durch die Anwendung wechselnder Magnetfelder in elektromagnetischen Rührern lassen sich solche Flüssigmetallströmungen antreiben, während durch die Anwendung statischer Magnetfelder eine Dämpfung der Flüssigmetallströmung erreicht werden soll (Gerbeth et al., 2013). Die Flüssigmetallströmungen werden dabei durch die im Flüssigmetallvolumen wirkende Lorentzkraft  $\vec{F}_L = \vec{j} \times \vec{B}$  angetrieben, welche sich aus der Interaktion der magnetischen Induktion  $\vec{B}$  und der elektrischen Stromdichte  $\vec{j}$  ergibt. Die elektrische Stromdichte  $\vec{j} = \sigma(\vec{E} + \vec{u} \times \vec{B})$  ist das Ergebnis induzierter elektrischer Felder  $\vec{E}$  im Fall wechselnder Magnetfelder und der Bewegung  $\vec{u}$  der leitfähigen Flüssigkeit im (statischen) Magnetfeld (Shercliff, 1965; Moffatt, 1991). Dabei ist  $\sigma$  die elektrische Leitfähigkeit des Flüssigmetalls. Ergebnis der strömungsinduzierten Veränderungen der erstarrenden Mikrostruktur können die bloße Änderung der Ausrichtung der Gefügekörner, das frühzeitige Auftreten des Übergangs von kolumnarer zu equiaxialer Erstarrung (columnar to equiaxed transition, CET) und eine ausgeprägte Kornfeinung und Fragmentation einzelner Dendriten sein (Eckert et al, 2013). Allerdings ist ebenfalls zu beobachten, dass das bloße axiale Rühren der Schmelze zu einer unerwünschten Seigerung angereicherter Schmelze im Zentrum des Erstarrungsstücks führen kann. Das kann jedoch durch eine geeignete Strömungsführung durch Kopplung rotierender und transverser Magnetfelder und deren Pulsung unterdrückt werden (Eckert et al., 2013).

## 2.2. Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen in der Metallurgie

In der Metallurgie sind Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen häufig zu finden. Gase werden in das Schmelzenvolumen eingepert, um Konvektionsbewegungen in der flüssigen Metallschmelze anzutreiben mit dem Zweck des Durchmischens und des Homogenisierens von Konzentrations- und Temperaturfeldern. Das ist beispielhaft in Abbildung 2.6 dargestellt. Eine durch aufsteigende Argon-Gasblasen angetriebene Strömung kann der Reduktion von Temperatur- und/oder Konzentrationsunterschieden in der Schmelze im Schmelzenteigel dienen sowie den effektiven Transport von Oxidationsprodukten und anderen Verunreinigungen an die Oberfläche der Schmelze unterstützen, wo diese sich in der Schlacke sammeln. Ebenso zielt im sogenannten Ruhrstahl-Heraeus-Schmelzenentgasungsverfahren die Einperlung von Argongas in ein Steigrohr des Prozessbehälters auf den Antrieb einer aufwärtsgerichteten Strömung zur Gewährleistung eines kontinuierlichen Schmelzenumlaufs im Vakuumgefäß ab. Im Argon-Sauerstoff-Entkohlungsverfahren (Argon-Oxygen-Decarburization, AOD-Prozess) dient die Einperlung eines Argon-Sauerstoff-Gemischs neben der eigentlichen Zufuhr als reaktives Prozessgas auch der besseren Durchmischung der Schmelze.

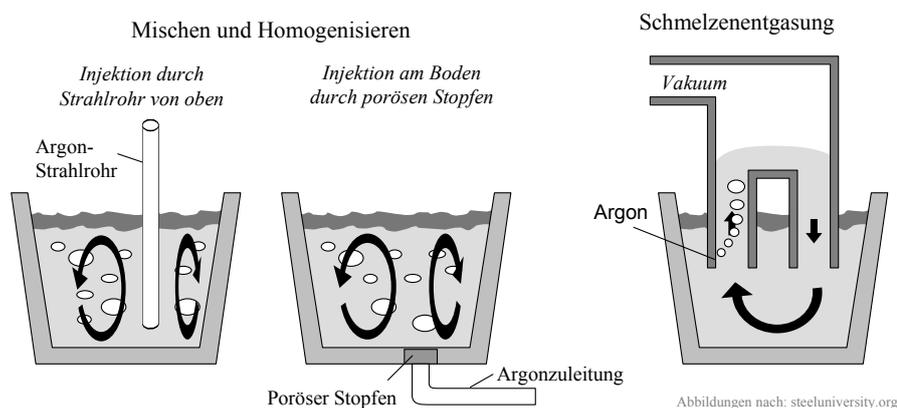


Abbildung 2.6 Anwendung von gasblasengetriebenen Strömungen in der Stahlherstellung.

Die allgemeinen Grundlagen der Entstehung von Gasblasen und deren Bewegung in einer Flüssigkeit sind in der Vergangenheit schon ausführlich untersucht worden. Übersichtsartikel bzw. Grundlagenartikel dazu findet man bei Kulkarni und Joshi (2005), Clift et al. (1975), Kumar und Kuloor (1970) oder Saffmann (1956).

### 2.2.1. Gasblasenentstehung

In metallurgischen Anwendungen wird das Gas, wie bereits beschrieben, vertikal oder horizontal durch in die Schmelze hineinragende Lanzen, Mündungsöffnungen oder poröse Materialien am Boden oder in der Wand eines Behälters eingeperlt. Betrachtet man die Entstehung von Gasblasen an einer einzelnen von einer mit Flüssigkeit abgedeckten Mündungsöffnung, dann unterscheidet man zunächst verschiedene Arten der Gasblasenentstehung, nämlich Einzelblasen, Blasenketten oder das Strahlgasen. Es existiert eine Vielzahl von Faktoren, welche die Form und die Anzahl der resultierenden Gasblasen beeinflussen. Einige dieser Einflussfaktoren sind die geometrische und fertigungsbedingte Ausführung der Mündungsöffnung, insbesondere der Innen- und gegebenenfalls der Außendurchmesser, das Verhältnis der Dicke der Mündungsöffnungsplatte zum Öffnungsdurchmesser; die Gasgeschwindigkeit, die Eigenschaften des Gas-Flüssigkeitssystems wie die Viskosität und Oberflächenspannung, die Dichten; aber auch die Materialeigenschaften der Düse, insbesondere deren Benetzbarkeit; das Volumen und die Form des Gasreservoirs hinter der Mündungsöffnung; und andere. Durch einen Vergleich verschiedener experimenteller Arbeiten zur Gasblasenentstehung an eingetauchten Mündungsöffnungen stellten Ponter und Surati (Ponter, Surati, 1997) fest, dass das Nichtberücksichtigen einiger dieser Parameter (das ist häufig der Fall) während der experimentellen Versuchsdurchführung zu signifikanten Unterschieden in den erzielten Ergebnissen führen kann.

### 2.2.2. Gasblasenregime

Für sehr niedrige Gasflussraten bilden sich einzelne Gasblasen an der Mündungsöffnung. Bereits eine kleine Steigerung des Gasdurchsatzes führt zur Erzeugung von Gasblasenketten. Unter der Bedingung eines konstanten Gasvolumenstroms bei niedrigen Durchflussraten und kleinem Gasreservoirvolumen sind gleichbleibende Größen der Einzelblasen in der Gasblasenkette beobachtet worden. Die Größe der Gasblase ergibt sich aus dem Kräftegleichgewicht zwischen Auftriebskraft der Gasblase und der zu überwindenden Oberflächenspannung der Flüssigkeit (Benzing, Myers, 1955). Oberhalb einer kritischen Gasdurchflussrate ist in der Umgebung der Mündungsöffnung mit einer kontinuierlichen Gasphase zu rechnen, welche jedoch rasch in Einzelblasen zerfällt. Die Größe dieser Gasblasen nimmt mit steigendem Gasvolumenstrom zu. Bei sehr hohem Gasvolumenstrom bildet sich schließlich ein Gasstrahl aus, der aufgrund seiner Instabilität in einiger Entfernung von der Mündungsöffnung in kleine Gasblasen aufbricht.

### 2.2.3. Gasblasenbewegung

Nach dem Ablösen von der Mündungsöffnung bewegt sich die Gasblase unter dem Einfluss äußerer Kräfte in der Schmelze aufwärts. Diese Kräfte sind von der Größe und der Form, aber auch von dem Strömungsfeld der umgebenden Flüssigkeit abhängig. Direkt nach dem Ablösen von der Mündungsöffnung erfährt die Gasblase eine initiale Änderung ihrer Form, welche sich in diesem Anfangsstadium in einer langsamen Oszillation der Ausdehnung der Blasenachsen äußert. Diese Oszillation der Gestalt der Gasblase wird durch Strömungsinstabilitäten im Nachlauf der Blase hervorgerufen. Die aufsteigende Gasblase erfährt zunächst, während sie sich noch geradlinig bewegt, eine Beschleunigung, bis die Auftriebskraft und die durch den Strömungswiderstand hervorgerufene Bremskraft im Gleichgewicht sind. Die Gasblasengeschwindigkeit durchläuft aufgrund ihrer sich ändernden Gestalt ein Maximum (Belov, Prokolov 1968). Aufgrund der Oszillation der Gasblasenform erfolgt dann für Gasblasen oberhalb eines kritischen Volumens ein Übergang von der geradlinigen zu einer oszillierenden, häufig zick-zack-artigen Bewegung. Dieses äußert sich in Schwankungen der totalen Gasblasengeschwindigkeit um einen mittleren Endwert.

Die aufsteigenden Gasblasen erzeugen in ihrem Nachlauf einen Sog, der die Strömungsstruktur hinter der Gasblase verändert. Darin können nachlaufende Gasblasen beschleunigt werden. Das kann dazu führen, dass sich einzelne Gasblasen einander annähern. In einer Blasenkette wird jedoch eine solche Annäherung nur selten beobachtet, da jede Gasblase als nachlaufend betrachtet werden kann. Bricht der dünne Flüssigkeitsfilm zwischen zwei sich annähernden Gasblasen auf, dann vereinigen sich die beiden Blasen volumens und bilden eine neue, größere Gasblase. Man spricht dann von Koaleszenz. Gasblasen können aber auch aufbrechen und in einzelne kleinere Gasblasen zerfallen, wenn die Scherspannungen in der umgebenden Flüssigkeit ausreichend groß sind.

### 2.2.4. Strömungsregime

Die sich ausbildenden Strömungsmuster sind von der Richtung der Gaseinspeisung abhängig. Bei vertikaler Gaseinspeisung teilt man das Gas-Flüssigkeits-Zweiphasengebiet in vertikaler Richtung in vier voneinander getrennte Bereiche ein, nämlich die Bereiche der primären Gasblase, der freien Gasblase, des Gasblasenschwarms und der fontänenartig aufgewühlten Region unterhalb der freien Flüssigkeitsoberfläche (Mazumdar, Guthrie, 1995). Die Eigenschaften der Gasblasen im Blasenschwarm werden unabhängig vom Verhalten der Gasblasen in der Nähe des Injektionspunktes betrachtet. In der voll entwickelten

zweiphasigen Strömung liegt eine durch ständigen Blasenzerfall und –koaleszenz geprägte Gasblasengrößenverteilung vor, die im Wesentlichen durch die thermophysikalischen Eigenschaften des Systems und nicht der Eigenschaften der Mündungsöffnung bestimmt wird. Sowohl der Gasgehalt als auch die Gasblasenhäufigkeit im Blasenschwarm werden bezüglich des horizontalen Abstands zum Schwarmzentrum als normalverteilt angesehen. Ebenso ist die Gasblasenaufstiegs geschwindigkeit im Schwarm nahezu unabhängig von der Position über der Düse und den hydrodynamischen Eigenschaften an der Düse selbst. Die horizontale Gaseinspeisung ist zusätzlich geprägt durch einen Bereich, in dem sich durch die Trägheit des Gases ein horizontaler Gasstrahl vor der Düse ausbildet. Aufgrund des Mitreißens von umgebender Flüssigkeit wird der Gasstrahl aufgeweitet und abgebremst. Die Gasphase zerfällt schließlich in einzelne aufsteigende Gasblasen (Zhu et al. 1998; Iguchi et al., 2000).

### 2.2.5. Visualisierungsexperimente

Davis et al. (1978) nutzten einen Röntgenstrahler bei 180 kV Beschleunigungsspannung, um die Injektion von Stickstoff-Gas durch eine horizontal angeordnete Kanüle aus Glas in einen 13 mm dicken Behälter gefüllt mit einer flüssigen eutektischen Ga-In-Metallegierung zu beobachten. Eine quantitative Untersuchung der Gasblasengrößen wurde nicht durchgeführt. Es wurde beobachtet, dass sich die Gasblasen am äußeren Kanüledurchmesser bilden und sich zunächst an der Kanülenoberseite halten. Schließlich bewegten sich sogar Gasblasen an der Kanülenoberseite hin zur Behälterwand und lösten erst dort ab. Diese Phänomene wurden mit ungenügender Benetzung zwischen dem Flüssigmetall und der Glaskanüle begründet.

Iguchi et al. (1995) nutzten einen Röntgenstrahler, um die Entwicklung von Argon-Gasblasen in flüssigem Roheisen zu untersuchen. Die Röntgenbilder wurden mit einer Hochgeschwindigkeitskamera bei einer Abtastrate von 200 Bildern pro Sekunde aufgezeichnet. Die Temperatur des Gases befand sich auf dem Niveau der Temperatur der Schmelze, welche sich in einem Behälter mit rechteckigem Querschnitt bei einer maximalen Durchstrahlungstiefe des Flüssigkeitsvolumens von 30 mm befand. Bei moderaten und hohen Gasdurchflussraten wurden die Gasblasenablösefrequenz und ein mittlerer Gasblasendurchmesser bei Ablösung und eine mittlere Gasblasenaufstiegs geschwindigkeit bestimmt. Gasblasenkoaleszenz und Gasblasenzerfall wurden beobachtet. Der Einfluss verschiedener Versuchsbedingungen auf die Gasblasenablöserate wurde quantifiziert. In einer späteren Arbeit analysiert Chakraborti et al. (1997) die gewonnenen Daten weiter. In dem untersuchten Parameterbereich wurden zunächst Kugelblasen bei niedrigen Gasflussraten gefunden, und

bei größeren Gasflussraten deformierten sich die Gasblasen stark, bildeten jedoch keine sphärischen Kappenblasen. Die gefundenen Gasblasendurchmesser wurden mit dimensionslosen Kennzahlen korreliert.

Baker und Bonazza (1998) nutzten eine 9 MeV- Röntgenquelle zur Visualisierung und Messung des Gasgehalts in dem Modell einer Kühlmittel-Verdampfungsexplosion. Untersucht wurde eine flüssige Zinn-Schmelze, die sich in einem Behälter mit rechteckigem Querschnitt mit einer Ausdehnung von 180 mm x 100 mm befand, in die vom Boden her Stickstoff-Gas oder Wasser eingedüst wird. Die Bildaufnahme erfolgte mit 30 oder 220 Bildern pro Sekunde. Unter der Annahme, dass in einem Röntgenbild der logarithmierte Grauwert proportional zur Dicke der durchleuchteten Flüssigmetallsäule ist, und mittels einer empirischen Kalibrierfunktion zur Korrektur der durch die Streustrahlung entstehenden Artefakte wurde der Gasgehalt entlang einzelner Messstrahlen bestimmt. In einer ausführlichen Analyse wurde die Größe der kleinsten noch erkennbaren Gasblase auf 12 mm bestimmt. Die in dem Bildmaterial beobachteten Gasblasengeschwindigkeiten schwankten in Abhängigkeit vom Systemdruck zwischen 300 und 900 mm/s. Der integrale Gasgehalt in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit der Gasphase wurde untersucht.

Stechemesser et al. (1998) untersuchten die Erzeugung von Helium-Gasblasen mit einem speziellen Injektionsystem in flüssigem Quecksilber. Dazu visualisierten sie das Gas-Flüssigmetall-Gemisch in einem 6 mm dicken Behälter mit Hilfe einer 450 kV-Röntgenquelle in Echtzeit. Es wurde beobachtet, dass sich an einer porösen gesinterten Oberfläche mit Öffnungen von 40  $\mu\text{m}$  und 4  $\mu\text{m}$  aufgrund der hohen Oberflächenspannung des Quecksilbers keine Einzelblasen, sondern eine zusammenhängende Gasschicht bildet, welche von Zeit zu Zeit als große Gasblase ablöst und aufsteigt.

Als Teil ihrer Arbeit zur Untersuchung des Einflusses der Benetzung auf das Verhalten von Argon-Gasblasen und der Schmelzenströmung nutzten Wang et al. (1999) eine Röntgenstrahlungsquelle zur Visualisierung der Einperlung von Argon-Gas durch ein poröses Material in eine Eisenschmelze. Die Oberfläche des porösen Materials war teilweise mit einem anorganischen Klebstoff versiegelt. Der rechteckige Querschnitt des Schmelzenbehälters hatte eine Ausdehnung von etwa 8 mm x 29 mm. Es wurde beobachtet, dass sich keine kleinen, sondern einzelne große Gasblasen an der freien Oberseite des porösen Materials bildeten, da die flüssige Schmelze das poröse Material nicht benetzte.

Chevrier und Cramb (2000) nutzten die Röntgenbildgebungsmethode, um die Gasblasenbildung und Gasblasenseparation an der Metall-Schlacken-Grenzfläche in einem

zylindrischen Behälter mit einem Durchmesser von 40 mm zu untersuchen. Die Bildrate betrug etwa 33 Bilder pro Sekunde. Die Bedeutung der Benetzung bei der Gasblasenbildung wurde bestätigt. Eine direkte Bestimmung von Gasblasengrößen oder –geschwindigkeiten wurde nicht durchgeführt.

Die von Baker und Bonazza vorgestellte Technik zur Bestimmung des Gasgehalt eines zweiphasigen Gas-Flüssigmetall-Gemischs wurde später von Anderson et al. (2002) genutzt, um den Gasgehalt in einer Natrium-Kalium-Schmelze in einem Behälter mit einem rechteckigen Querschnitt von 76 mm x 25 mm während der Einspeisung von Helium-Gas zu untersuchen. Bei einer Röntgenspannung von 70 kV konnte das zweiphasige Gemisch mit 200 Bildern pro Sekunde beobachtet werden. Der mittlere Gasgehalt entlang einer Messlinie wurde in Abhängigkeit des Abstands der Messlinie vom Behälterboden gemessen.

Die Beobachtung zweiphasiger Strömungsparameter im Flüssigmetall mittels Röntgenradiographie ist oft auf schmale Behälterquerschnitte beschränkt. Jedoch beschreiben Bertherat et al. (2002) die Nutzung der radioskopischen Technik zur Beobachtung von Gasblasen im flüssigen Aluminium in einem Behälter mit einem Querschnitt von 100 mm x 120 mm mit einer Bildrate von 50 Bildern pro Sekunde. Konische, kapillare und flache Mündungsöffnung wurden zum Einperlen von Argongas genutzt und kugelförmige, ellipsoidale und sphärische Kappenblasen wurden beobachtet. Bildverarbeitungstechniken wurden genutzt, um die Geschwindigkeit der aufsteigenden Gasblasen zu bestimmen. Der minimale beobachtbare Gasblasendurchmesser war 8 mm. Gasblasenkoaleszenz in den Gasblasenketten wurde nicht beobachtet. Aus den Messungen schlussfolgern Bertherat et al. (2002), dass die Gasblasenaufstiegsgeschwindigkeit unabhängig von der Gasblasengröße und der Form der Düse ist.

Gnyloskurenko und Nakamura (2003; Gnyloskurenko et al., 2005) nutzten die Röntgenradiographie zur Untersuchung der Entstehung von Gasblasen an einer vertikalen Düse in einer Aluminiumschmelze bei unterschiedlichem Benetzungsverhalten. Argon-Gas wurde durch aufwärts gerichtete Düsen mit verschiedenen Durchmessern in die Schmelze, welche sich in einem Behälter mit rechteckigem Querschnitt mit einer Ausdehnung von 15 mm x 36 mm befand, eingeperlt.

Abdulla et al. (2005) nutzten ein 9 MeV-Röntgenbildgebungssystem ähnlich dem von Baker et al. (1998) vorgestellten System zur Visualisierung und Untersuchung des Strömungsverhaltens und des Wärmeübergangs bei der Injektion von Wasser in ein heißes Flüssigmetall, wobei das Wasser teilweise oder vollständig verdampft. Flüssiges Blei befand sich in einem Behälter mit einem rechteckigen Querschnitt mit den Abmessungen von

457 mm x 102 mm. Bildverarbeitungstechniken wurden genutzt, um die Gasblasenaufstiegsgeschwindigkeiten, Gasblasenvolumen und den Gasvolumenanteil zu ermitteln. Die Messfehler in Abhängigkeit der Gasblasengrößen wurden abgeschätzt. Der kleinste detektierbare Gasblasendurchmesser betrug etwa 7 mm.

Zur Untersuchung der Erzeugung von Mikrogasblasen in flüssigem Quecksilber nutzten Kogawa et al. (2008) eine Synchrotronstrahlungsquelle. Die Gasblasen wurden an einer 200 µm-Kanüle erzeugt, die in das Quecksilber hineinragt. Das Quecksilber befindet sich in einem 2 mm bzw. 4 mm dicken Behälter.

Uchimura et al. (1998) nutzen eine Neutronenstrahlungsquelle, um eine Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmung in einem zylindrischen Rohr mit 10 mm Innendurchmesser zu untersuchen. Das Rohr ist Teil eines Kreislaufs, in welchem ein Zweiphasen-Gemisch aus flüssigem Blei-Wismut und Stickstoffgas strömt. Obwohl die dargestellten Bilder ein schlechtes Signal-Rausch-Verhältnis vermuten lassen, wurden neben der Bestimmung des Strömungsregimes Messungen zum lokalen Gasgehalt und deren Entwicklung und zu Gasblasengeschwindigkeiten mit Hilfe von Bildverarbeitungstechniken durchgeführt.

Mishima et al. (1999) nutzen ebenfalls eine Neutronenstrahlungsquelle zur Untersuchung von Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen in einem Behälter mit rechteckigem Querschnitt von 100 mm x 20 mm. Der lokale Gasgehalt in einer Blei-Wismut-Schmelze wurde gemessen. Mittels Tracerteilchen und Partikelverfolgungstechniken wurde das Geschwindigkeitsfeld in der Schmelze gemessen (Saito et al., 2004). Die Form von Einzelgasblasen wird mittels Bildverarbeitungstechniken bestimmt (Saito et al., 2009).

### **2.2.6. Magnetfeldkontrolle von Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen**

Magnetfelder stellen eine attraktive Möglichkeit der kontaktlosen Kontrolle der Gasblasenbewegung in zweiphasigen Flüssigmetallströmungen dar. Die in Abschnitt 2.1.9 eingeführte im Flüssigmetallvolumen wirkende Lorentzkraft  $\vec{F}_L$  kann Flüssigmetallströmungen antreiben oder dämpfen (Fröhlich et al, 2013). Insbesondere durch den schwierigen experimentellen Zugang zu zweiphasigen Flüssigmetallströmungen sind diese bisher kaum untersucht. In einer ersten Arbeit untersuchten Mori et al. (1977) den Einfluss eines transversalen Magnetfeldes auf die Aufstiegsgeschwindigkeit von Stickstoff-Gasblasen in flüssigem Quecksilber. In Abhängigkeit von Gasblasengröße und Magnetfeldstärke wurde sowohl ein Beschleunigen, als auch ein Abbremsen der Gasblasen beobachtet. Aus weiterführenden Experimenten zum Einfluss eines longitudinalen Magnetfeldes auf einzelne aufsteigende Gasblasen in flüssigem

GaInSn folgern Zhang et al. (2005), dass das Magnetfeld auf die nicht-leitenden Gasblasen durch die Veränderung des Nachlaufs der Gasblasen wirkt. Weiterhin wurde durch Zhang et al. (2007) experimentell gezeigt, dass die Anwendung eines horizontalen statischen Magnetfeldes auf eine Gasblasenkette im Flüssigmetall unerwartet zur Ausbildung neuer Strömungsstrukturen mit ausgeprägten vertikalen Strukturen führt, während ein vertikales statisches Magnetfeld die Blasenströmung erwartungsgemäß dämpft.



## Kapitel 3

# Hochauflösenden Mikrofokus- Röntgenbildgebung

Röntgenradiographische und röntgenradioskopische Abbildungsverfahren sind in der Medizin, der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung in der Industrie und in der Wissenschaft, aber auch in der Sicherheitstechnik weit verbreitet. Die physikalischen und technischen Grundlagen dieser Verfahren sind in einschlägigen Lehrbüchern und wissenschaftlichen Aufsätzen ausführlich beschrieben. Im folgenden Kapitel werden hier die für die in dieser Arbeit notwendigen Grundlagen dieser Verfahren zusammengetragen und dargelegt. Zunächst wird auf die Erzeugung und die Eigenschaften der für die Bildgebung genutzten Röntgenstrahlung eingegangen. Die Prinzipien der Strahlungsschwächung insbesondere im Hinblick auf die Charakterisierung der lokalen Zusammensetzung des durchstrahlten Flüssigmetalls werden beschrieben. Die Prinzipien der flächenhaften Strahlungsdetektion zur Bilderzeugung werden erklärt. Darüber hinaus werden die grundlegenden Konzepte zur Charakterisierung der Eigenschaften röntgenbildgebender Systeme erläutert. Am Ende dieses Kapitels sind die Verfahren der digitalen Bildverarbeitung dargestellt, welche in dieser Arbeit zur quantitativen Auswertung des gewonnenen Bildmaterials angewandt werden.

### 3.1. Strahlungsquelle

Röntgenstrahlung ist eine hochenergetische elektromagnetische Strahlung, die unter verschiedenen experimentellen Bedingungen entweder Welleneigenschaften oder Teilcheneigenschaften zeigt. Diese Eigenschaften sind zueinander komplementär zu betrachten (Healy, 2002). Mit dem Bezug auf ihre Teilchennatur spricht man auch von Photonenstrahlung. Die Röntgenphotonen breiten sich zumindest im Vakuum mit der Lichtgeschwindigkeit  $c$  geradlinig aus. Der indirekt proportionale Zusammenhang zwischen der diskreten Energie eines Photons  $E_\gamma$  und seiner Wellenlänge  $\lambda$  ist gegeben mit

$$E_\gamma = \frac{h \cdot c}{\lambda}. \quad [3.1]$$

Dabei bezeichnet  $h$  das Planck'sche Wirkungsquantum.

Röntgenstrahlung entsteht, wenn geladene Teilchen mit hoher Geschwindigkeit auf Materie treffen. In konventionellen Röntgenquellen wird charakteristische Röntgenstrahlung und Röntgenbremsstrahlung erzeugt, indem beschleunigte Elektronen auf ein Targetmaterial mit hoher Dichte und hoher Kernladungszahl geschossen werden. Dagegen wird in einer Synchrotron-Strahlungsquelle Röntgenstrahlung erzeugt, indem beschleunigte Elektronen im Magnetfeld eines Ablenkmagneten auf eine Kreisbahn gezwungen werden.

Ein Mikrofokus-Röntgenstrahler ist ein konventioneller Röntgenstrahler, bei dem durch geeignete technische Vorkehrungen Röntgenstrahlung in einem räumlich nur auf wenige Mikrometer begrenzten Brennfleck erzeugt wird. Dies ist, wie später noch gezeigt werden wird, notwendig, um ein Röntgenmikroskop mit räumlichen Auflösungen ebenfalls im Mikrometerbereich betreiben zu können. Solch kleine Brennfleckausdehnungen erhält man, indem man einen Elektronenstrahl mittels einer Elektronenlinse auf eine dünne Metallfolie fokussiert. Die im Brennfleck des Elektronenstrahls in der Folie entstehende Röntgenstrahlung wird in einem weiten Winkel vorwärtgerichtet abgestrahlt. Solche Transmissions-Mikrofokus-Röntgenstrahler sind kommerziell für verschiedene Anwendungen, z. B. in der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung, verfügbar. Nur wenige Prozent der Leistung des Elektronenstrahls werden in Röntgenstrahlung umgewandelt, während der Hauptanteil der Elektronenstrahlleistung beim Auftreffen auf die Metallfolie in Wärme umgewandelt wird. Aufgrund von Raumladungseffekten weitet sich ein Elektronenstrahl bei steigenden Stromdichten zunehmend auf und eine optimale Fokussierung kann nicht mehr erreicht werden. Ist die eingetragene Leistung in das Targetmaterial zu groß, dann kann die entstehende Wärme nicht mehr abtransportiert werden und die Metallfolie wird zerstört. Anstelle des Transmissionstargets nutzt man deshalb heute auch kompakte Reflektionstargets. Dabei werden die durch einen Heizstrom  $I_h$  an einer Glühkathode erzeugten und im elektrischen Feld einer zwischen der Kathode und einer Lochanode angelegten Hochspannung beschleunigten freien Elektronen  $e^-$  auf die geneigte Oberfläche eines dicken Targetmaterials geschossen (Abbildung 3.1). Die Fokussierung des Elektronenstrahls nach Durchtritt durch die Lochanodenplatte auf das Reflektionstarget wird durch eine Elektronenlinse erreicht. Durch die Steuerung des elektrischen Potentials der Gitterkappe wird die Intensität des Elektronenstrahls eingestellt. Das Reflektionstarget lässt sich rückseitig kühlen und ermöglicht somit den Eintrag höherer Leistungen, ohne das Target zu zerstören. Neben der inhärenten Defokussierung des Elektronenstrahls bei hohen Leistungsdichten führt hier zusätzlich die Streuung der Elektronen im Targetmaterial zu einer Aufweitung des Brennflecks. Neben der natürlichen Defokussierung tragen auch Spannungsschwankungen bei der Hochspannungserzeugung zur Beschleunigung der

Elektronen und im Steuerteil der elektromagnetischen Linse, aber auch mechanische Ungenauigkeiten, thermische Verformungen und äußere Störeinflüsse, wie externe magnetische Felder, zur Aufweitung des Elektronenstrahls und damit des Brennflecks bei. Mikrofokus-Röntgenstrahler mit einem Reflektionstarget erreichen deshalb nicht die Auflösungen, die mit einem Mikrofokus-Röntgenstrahler mit Transmissionstarget erreicht werden können.

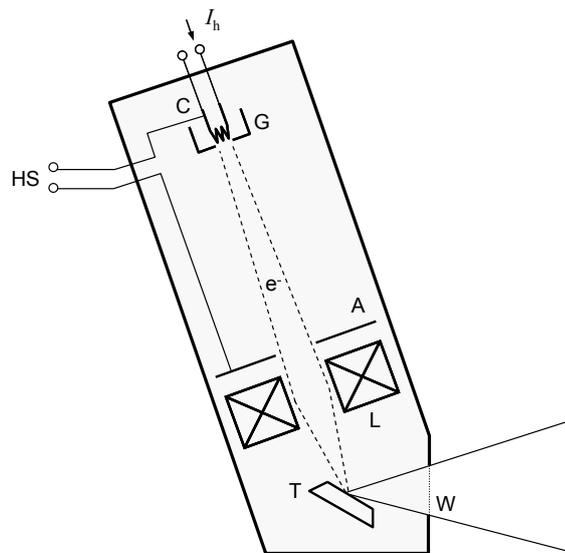


Abbildung 3.1 Prinzipdarstellung eines Mikrofokus-Röntgenstrahlers mit Reflektionstarget T: Anschlüsse für Hochspannung HS und Heizstrom  $I_h$ , Glühkathode C, Gitterkappe G, Lochanodenplatte A, Elektronenlinse L, Fenster W.

Die Energie der abgestrahlten Photonen eines Mikrofokus-Röntgenstrahlers ist bestimmt durch die Art, mit der die Elektronen des Elektronenstrahls mit dem Targetmaterial in Wechselwirkung treten. Charakteristische Röntgenstrahlung entsteht, wenn die auf das Target treffenden energiereichen Elektronen durch Stoß die Bindung von inneren Schalelektronen der Targetmaterialatome überwinden und diese herausgeschlagen. Dabei muss die kinetische Energie des einfallenden Teilchens größer als die Bindungsenergie der Hüllenelektronen sein. Die in den so ionisierten Atomen entstandenen Leerstellen werden umgehend durch Elektronen aus den äußeren Schalen der Atome aufgefüllt. Bei einer jeden solchen Änderung der Elektronenanordnung wird ein Photon mit einer der Differenz der Bindungsenergie des Hüllenelektrons entsprechenden charakteristischen Wellenlänge abgestrahlt. Die Energieverteilung dieser abgestrahlten charakteristischen Photonen stellt sich somit als ein Linienspektrum dar, das aufgrund der diskreten Energieniveaus der Hüllenelektronen für jedes Material charakteristisch ist. Wird dagegen statt durch eine Kollision mit einem Hüllenelektron ein geladenes Teilchen im elektrischen (Coulomb-)Feld des Atomkerns aus

seiner Bahn gelenkt bzw. abgebremst, dann gibt es seine kinetische Energie durch die Emission eines Photons ab. Man nennt diese Strahlung Bremsstrahlung. Die Energie eines Bremsstrahlungs-Photons entspricht der Differenz der kinetischen Energie des einfallenden Elektrons vor und nach dem Bremsvorgang. Beide Strahlungsarten, charakteristische Röntgenstrahlung und Röntgenbremsstrahlung, werden in einem Mikrofokus-Röntgenstrahler erzeugt. Bei Verwendung eines Wolframtargets liegt die Spitze des charakteristischen Strahlenanteils bei 58 keV.

Die räumliche Verteilung der Intensität eines entstehenden Röntgenstrahlenbündels kann eine ausgeprägte Anisotropie aufzeigen. Entsteht Röntgenbremsstrahlung in einer dünnen Targetfolie, dann ist diese Intensitäts-Anisotropie abhängig von der Energie der erzeugten Photonen. Dagegen kommt es in einem massiven Targetmaterial zu einer Überlagerung verschiedener Ausbreitungsrichtungen, so dass die Intensitätsverteilung dann als unabhängig von der Strahlungsenergie betrachtet wird.

## **3.2. Bildgebungsprinzip**

### **3.2.1. Bildentstehung**

Wenn Röntgenstrahlung sich in Materie ausbreitet, dann kommt es zu Wechselwirkungen zwischen Röntgenphotonen und den Materieatomen. Im Energiebereich der konventionellen Röntgendiagnostik mit Energien kleiner 1 MeV treten (a) der photoelektrische Effekt, (b) die kohärente Streuung und (c) die inkohärente Compton-Streuung auf. Der Paarbildungseffekt und der Kernphotoeffekt sind bei diesen Energien nicht wirksam.

Beim Photoeffekt wird ein Photon vollständig im Atom absorbiert, seine Energie wird auf ein Hüllenelektron übertragen. Das Elektron verlässt die Hülle mit der um die Bindungsenergie des Elektrons reduzierten Energie des Photons. Sekundäre charakteristische Röntgenstrahlung (Fluoreszenzstrahlung) entsteht als Folge des Auffüllens des Elektronenlochs durch ein höherenergetisches Hüllenelektron. Fluoreszenzstrahlung führt zum Herauslösen weiterer sogenannter Augerelektronen.

Beim kohärenten Streuprozess wird ein Photon vollständig absorbiert, jedoch als ein kohärentes Photon in fester Phasenbeziehung mit gleicher Energie, aber in veränderter Richtung, wieder abgestrahlt. Der Anteil kohärent gestreuter Photonen ist in der Regel gering und zu vernachlässigen. Beim inkohärenten Streuprozess kommt es dagegen zur teilweisen Energieübertragung (Beschleunigung) auf freie bzw. quasifreie Elektronen. Das Photon mit

einer dadurch reduzierten Energie ändert dabei seine Richtung. Die Photonen können auch in rückwärtiger Richtung inkohärent gestreut werden.

Die durch diese Wechselwirkungsmechanismen in einem zu untersuchenden Objekt verursachte Absorption oder Streuung von Röntgenphotonen aus dem von der Quelle ausgehenden primären Röntgenstrahl ist Grundlage der Röntgenbildung. Unter einem Röntgenbild versteht man die visuelle Abbildung der Intensitätsverteilung eines Röntgenstrahls in der Detektorebene. Die beobachtbare Schwächung eines Röntgenstrahls in einem Objekt ergibt sich aus der integralen Betrachtung der Schwächungseigenschaften im Objekt entlang der Strahlrichtung. Unter der Intensität  $I$  eines Röntgenstrahls versteht man die von den Röntgenphotonen im Primärstrahl pro Zeiteinheit  $dt$  durch eine Fläche  $dA$  transportierte Gesamtenergie,

$$I = \frac{d^2 E_\gamma}{dA \cdot dt}. \quad [3.2]$$

Die Gesamtenergie  $d^2 E_\gamma$  entspricht der Summe aller mit ihrer jeweiligen Energie multiplizierten Röntgenphotonen.

Betrachtet man nur einen schmalbündeligen primären monoenergetischen Röntgenstrahl, der eine dünne Schicht eines homogenen Materials, wie in Abbildung 3.2 dargestellt, durchdringt, dann ergibt sich die Intensität des austretenden Strahls nach dem Schwächungsgesetz (z. B. Jackson, Hawkes, 1981) zu

$$I = I_0 \exp[-\mu(\rho, Z, E_\gamma) \cdot d]. \quad [3.3]$$

Dabei sei  $d$  die Dicke der Schicht und  $I_0$  die Intensität des einfallenden Strahls. Die Intensität  $I$  nimmt exponentiell in Abhängigkeit vom Schwächungskoeffizienten  $\mu$  und der Schichtdicke  $d$  ab. Der totale lineare Schwächungskoeffizient  $\mu$  ist von der Dichte  $\rho$ , der effektiven Kernladungszahl  $Z$  des Materials und der Energie  $E_\gamma$  der Röntgenphotonen abhängig. Mit zunehmendem Schwächungskoeffizienten und zunehmender Dicke der Schicht nimmt die Intensität des Röntgenstrahls ab.

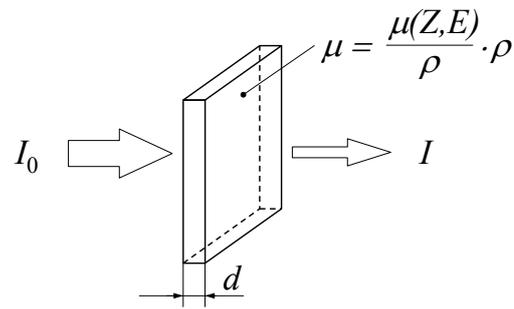


Abbildung 3.2 Schematische Veranschaulichung des exponentiellen Schwächungsgesetzes. Die Intensität des austretenden Röntgenstrahls ist exponentiell abhängig von der Schichtdicke  $d$  und von dem totalen linearen Schwächungskoeffizienten  $\mu$  des Schichtmaterials.

Aus der Messung der Intensitäten des ungeschwächten und geschwächten Röntgenstrahls lässt sich nach Gleichung 3.3 durch Bildung des negativen logarithmierten Quotienten das Produkt des Schwächungskoeffizienten mit der Schichtdicke bestimmen,

$$-\log \frac{I}{I_0} = \mu \cdot d . \quad [3.4]$$

Dieses Produkt wird auch als Extinktion bezeichnet. Ist dazu noch die Dicke der Schicht bekannt, dann lässt sich aus der Extinktion der Schwächungskoeffizient des Materials  $\mu$  bestimmen, und umgekehrt lässt sich bei bekanntem Schwächungskoeffizienten eines homogenen Materials die Dicke einer untersuchten Probe genau messen.

Dagegen liegen bei der Untersuchung von erstarrten Metalllegierungen nicht mehr homogene Materialien, sondern Schmelzen mit räumlich und zeitlich veränderlichen Zusammensetzungen vor. Unter der Annahme einer direkten Proportionalität zwischen  $\mu$  und der physikalischen Dichte  $\rho$  verwendet man

$$\mu(\rho, Z, E_\gamma) = \frac{\mu(Z, E_\gamma)}{\rho} \cdot \rho \quad [3.5]$$

mit dem stoffbezogenen Massenschwächungskoeffizienten  $\mu/\rho$ . Eine Abhängigkeit des Schwächungskoeffizienten vom molekularen Bindungszustand der Materie kann ausgeschlossen werden, wenn die Energie  $E_\gamma$  der Röntgenphotonen viel größer als die molekulare thermische Bindungsenergie ist (Basin, Stankus, 1986; McCullough, 1975). Die Massenschwächungskoeffizienten elementarer chemischer Stoffe sind in der Literatur dokumentiert und tabellarisch verfügbar (Hubbell, 2006; Berger et al., 2005). Für ein homogenes Gemisch ergeben sie sich näherungsweise aus der gewichteten Summe der Koeffizienten der einzelnen Elemente des Gemischs (Mischungs-Regel, z. B. Jackson, 1982),

$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_i c_i \left( \frac{\mu}{\rho} \right)_i, \quad [3.6]$$

wobei  $c_i$  der Massenanteil des Elements im Gemisch mit  $\sum_i c_i = 1$  ist. Da unter der Annahme eines konstanten Messvolumens, das durch die Querschnittsfläche des Messstrahls und der konstanten Dicke der Flüssigkeitsschicht  $d$  gegeben ist, die gesamte Dichte des Gemischs

$$\rho = \frac{1}{\sum_i \frac{c_i}{\rho_i}} \quad [3.7]$$

beträgt, ergibt sich für die integrale Schwächung schließlich der folgende Zusammenhang,

$$I = I_0 \exp \left[ - \sum_i c_i \left( \frac{\mu}{\rho} \right)_i \cdot \frac{1}{\sum_i \frac{c_i}{\rho_i}} \cdot d \right]. \quad [3.8]$$

Der monoenergetische totale lineare Schwächungskoeffizient kann somit auch als eine Funktion der Massenschwächungskoeffizienten der Elemente, der lokalen Dichten und der Zusammensetzung des Gemischs innerhalb des betrachteten Messvolumens im Röntgenstrahl verstanden werden. Die Dichten wiederum sind von weiteren Parametern abhängig, nämlich von dem Druck und der Temperatur. Flüssigmetalle können hier als inkompressibel angesehen werden. Damit ist eine Druckabhängigkeit der Dichte nicht gegeben. Die Abhängigkeit der Dichten von der Temperatur kann aber gerade bei der Untersuchung von Erstarrungsvorgängen mit einer hohen Temperaturdynamik signifikanten Einfluss auf die Strahlungsschwächung haben. Diese Betrachtungen gelten nur für monoenergetische Röntgenstrahlung.

Tatsächlich aber ist die Strahlung eines konventionellen Röntgenstrahlers polyenergetisch, das heißt, sie besteht aus Photonen verschiedener Energien. Das Schwächungsgesetz gilt dann nur durch Aufintegration über den gesamten Energiebereich

$$I = \int_0^{E_{\max}} I_0(E) \exp[-\mu(E)d] dE. \quad [3.9]$$

Praktisch findet diese Integration in vielen realen Mess- bzw. Detektorsystemen statt, welche in der Regel nur ein integrales Intensitätssignal  $I$  ohne Informationen über die spektrale Energieverteilung des Röntgenstrahls liefern. Dieser in Gleichung 3.9 ausgedrückte Verlust an spektraler Information im Messsignal führt zu signifikanten Problemen im Zusammenhang

mit der Nutzung polyenergetischer Röntgenstrahlung. Die Energieabhängigkeit der Schwächungskoeffizienten ist für alle Materialien stark ausgeprägt und für die Materialien voneinander verschieden. Durchdringt ein polyenergetischer Röntgenstrahl ein Material, so werden die Strahlanteile entsprechend der vorliegenden energieabhängigen Schwächungseigenschaften unterschiedlich stark geschwächt. Dadurch verändert sich die spektrale Zusammensetzung des Röntgenstrahls. Man nennt diesen Effekt „Strahlaufhärtung“, da in der Regel die Anteile mit einer niedrigeren Energie stärker absorbiert werden und der Anteil höherenergetischer Photonen im Strahl zunimmt. Ohne Kenntnis der spektralen Zusammensetzung des Röntgenstrahls ist eine genaue quantitative Aussage über die vorliegenden Schwächungskoeffizienten allein aus integralen Intensitätsmesswerten nicht möglich. Der lineare Zusammenhang zwischen dem Absorptionskoeffizient bzw. der Probendicke und der beobachteten Extinktion geht verloren.

Neben der reinen Absorption ist im Bereich der Röntgenbildgebung auch gestreute Röntgenstrahlung zu berücksichtigen. Diese gehört zwar nicht mehr zum primären Röntgenstrahl, ist aber Teil des die Probe verlassenden Röntgenstrahlenbündels. Sie besitzt eine gegenüber dem Primärstrahl geänderte Ausbreitungsrichtung, erreicht aber dennoch häufig die Detektorfläche und kann so erheblich zum Bildsignal beitragen. Im Gegensatz zu einem separaten Punktdetektor lassen sich die einzelnen Messpunkte eines Flächendetektors nicht oder nur schwer gegen schräg einfallende Röntgenphotonen abschirmen. Ebenso lässt sich die Tatsache, dass gestreute Photonen gegenüber den ursprünglichen Photonen des Primärstrahls eine niedrigere Energie besitzen, in der Regel nicht zur Bereinigung des Signals nutzen, da diese spektrale Information am Detektor nicht verfügbar ist. Der Anteil der absorbierten und der gestreuten Photonen an der Gesamtheit der aus dem Primärstrahl entfernten Röntgenquanten, ausgedrückt durch die Anteile der Photoabsorption und der inkohärenten Streuung am totalen Wechselwirkungsquerschnitt,  $\tau/\mu$  und  $\sigma_c/\mu$ , ist in Abbildung 2.1 exemplarisch für verschiedene Elemente dargestellt. Für Elemente mit niedriger Kernladungszahl, wie für organische Materie oder für Leichtmetalle ist bereits für niedrige Energien der Anteil der gestreuten Photonen an allen wechselwirkenden Photonen groß. Bei schweren Metallen wird auch noch für effektive Energien  $E_\gamma$  um 100 keV die Strahlschwächung von der Photoabsorption dominiert.

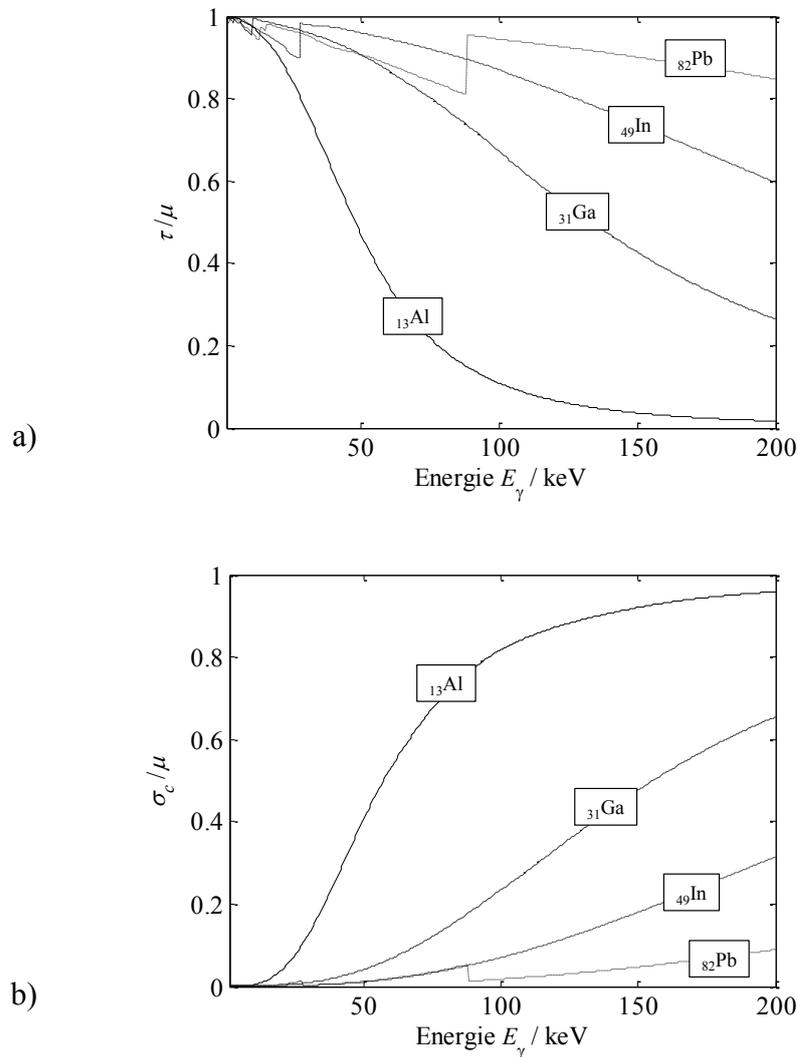


Abbildung 3.3 Anteil der Photoabsorption  $\tau$  (a) und der inkohärenten Streuung  $\sigma_c$  (b) am totalen Schwächungskoeffizienten  $\mu$  eines Materials bei verschiedenen Photonen-Energien  $E_\gamma$  (Daten nach Berger et al. (2005)).

Die röntgenbildgebende Untersuchung von Metallen erfordert in der Regel die Anwendung höherer Strahlungsenergien, um der insgesamt stärkeren Strahlungsschwächung zu begegnen. Streustrahlung kann aber auch in den Wänden des Versuchsaufbaus, z. B. der Erstarrungsgefäße entstehen. Deshalb ist Streustrahlung trotz der niedrigeren Streustrahlanteile bei hohen Energien auch bei Untersuchungen von metallischen Systemen nicht vernachlässigbar.

### 3.2.2. Projektionsgeometrie

Neben der direkten Abbildung eines zu untersuchenden Objekts auf einen hochauflösenden Röntgendetektor, zum Beispiel im parallelen Strahlengang einer Synchrotronstrahlungsquelle, lassen sich räumlich hochauflösende Röntgenabbildungen auch durch vergrößernde Projektion eines Röntgenshattenbildes auf einen entfernten Röntgenflächendetektor erreichen. Dieses Prinzip liegt der Mikrofokus-Röntgenbildgebung zugrunde. Bringt man ein Objekt nahe dem Brennfleck in einen divergenten Röntgenstrahl, dann wird sein Röntgenshatten auf einer weit entfernten Projektionsfläche geometrisch vergrößert abgebildet. Der Röntgenshatten kann dort mit niedrig auflösenden Bilddetektoren beobachtet werden. Dieses Prinzip wird auch mit dem Begriff der Röntgenstrahlen-Schattenmikroskopie (von Ardenne, 1939; Cosslett, Nixon, 1951; Cosslett, 1965) bezeichnet. Sind  $f_o$  und  $f_d$  die Abstände der Objektebene und der Projektionsfläche vom Brennfleck, dann ergibt sich die Vergrößerung  $M$  zu

$$M = f_d / f_o . \quad [3.10]$$

Dafür ist eine ideal punktförmige Röntgenquelle notwendig. Tatsächlich stehen aber nur Röntgenstrahler mit einer endlichen Brennfleckausdehnung  $F$  zur Verfügung. Bei sehr hohen Vergrößerungen führt dies zu einer unscharfen Abbildung, wie in Abbildung 3.4 vereinfacht dargestellt. Die sich in der Projektionsebene P ergebende Helligkeitsverteilung entsteht durch die Faltung des Röntgenshattenbildes mit der um  $(M-1)$  mal vergrößerten Helligkeitsverteilung des Brennflecks. Die Ausdehnung der entstehenden Halbschatten an scharfen Kanten des Objekts O in der Projektionsebene wird auch als geometrische Unschärfe bezeichnet (Metz et al., 1979). Die Ausdehnung  $U'$  des Halbschattens, rückprojiziert in die Objektebene,  $U' = U/M$ , also relativ zur Objektgröße betrachtet, ergibt sich zu

$$U' = F \cdot (f_d - f_o) / f_d . \quad [3.11]$$

Da  $f_o$  hier viel kleiner als  $f_d$  sein soll, wird das räumliche Auflösungsvermögen abgesehen von hier zu vernachlässigenden Beugungserscheinungen (Cosslett, 1965) in erster Linie durch die Größe des Brennflecks der Strahlungsquelle bestimmt,  $U' \approx F$ .

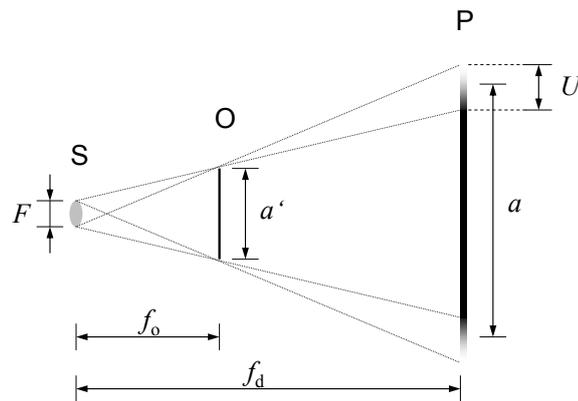


Abbildung 3.4 Prinzip der Entstehung der geometrischen Unschärfe  $U$  aufgrund der endlichen Brennflackenausdehnung  $F$  bei der zentralen Projektion eines Objektdetails  $O$  auf eine Projektionsfläche  $P$ .

### 3.3. Röntgenbilddetektion

Ein Röntgenbilddetektor misst die Intensitätsverteilung eines Röntgenstrahls in der Detektorebene und erzeugt eine entsprechende, für das menschliche Auge erfassbare Bildinformation. Der Röntgenstrahl kann dazu mit einem mobilen punktförmigen Detektorelement oder eindimensionalen Detektorzeile oder direkt mit einer feststehenden zweidimensionalen Detektormatrix abgetastet werden (Holy et al., 1999).

Ein übliches Verfahren ist dabei die indirekte Detektion des Röntgenstrahls. Während bei der direkten Detektion im Detektorelement durch Ionisation eine zur Intensität des Röntgenstrahls proportionale Menge elektrischer Ladungsträger erzeugt wird, werden bei einem indirekten Detektionsverfahren zunächst die Röntgenstrahlen in sichtbares Licht gewandelt. Die Intensität des erzeugten sichtbaren Lichts kann dann mit üblichen lichtoptischen Messprinzipien, wie zum Beispiel einem Fotodioden-Feld oder einem optoelektronischen Kamerasystemen, erfasst werden.

#### 3.3.1. Leuchtschirm

Ein lumineszierendes Material, das hochenergetische Photonen- und Teilchenstrahlung direkt in sichtbares Licht wandelt, nennt man lumineszierender Phosphor oder auch Szintillator. Im Szintillatormaterial wird hochenergetische Strahlung absorbiert. Dabei wird sichtbares Licht abgestrahlt. Deshalb besitzen Szintillatormaterialien häufig eine hohe Dichte bzw. bestehen aus Elementen mit hohen Ordnungszahlen (Srivastava, 2002). Weiterhin zeichnen sich Szintillatormaterialien durch eine hohe Energieeffizienz, kurze Abklingzeiten und angepasste Emissionswellenlängen aus. Sie sind als Kristalle oder in Pulverform verfügbar.

Bei den überwiegend im medizinischen Umfeld zur indirekten Belichtung von Röntgenfilmen eingesetzten Leuchtschirmen ist das szintillierende Material in pulverisierter Form als eine mit einem optisch transparenten Binder stabilisierte Schicht auf ein Trägermaterial aufgetragen. Weit verbreitet wird Terbium-dotiertes Gadolinium-Oxysulfat ( $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S:Tb}$ ) genutzt. Gadolinium-Oxysulfat emittiert bei 540 nm im grünen Wellenlängenbereich und ist damit gut auf siliziumbasierte optoelektronische Bildwandler, wie die von amorph-Si-, CCD- oder CMOS-Detektormatrizen, abgestimmt (Cha et al., 2008). Daneben zeichnet sich dieser Phosphor durch seine guten Absorptionseigenschaften für Röntgenphotonen im Energiebereich von 15 keV bis 100 keV und durch ein geringes Nachleuchten mit einer Abklingzeit von 3 ms aus (Srivastava, 2002). Da in Leuchtschirmen die Phosphore pulverisiert als Partikel vorliegen, werden die Absorptionseigenschaften durch Packungsdichte und Partikelgröße bestimmt. Niedrigen Packungsdichten erlauben hohe Ortsauflösungen, während hohe Packungsdichten zwar eine bessere Wandlungseffizienz, jedoch nur eine schlechte räumliche Auflösung erreichen (Tyrrell, 2005). Leuchtschirme auf der Basis von Gadolinium-Oxysulfat haben ihre Anwendung auch in digitalen Röntgenbildgebungssystemen gefunden.

Ein weiteres wichtiges Szintillatormaterial für Bildgebungsanwendungen ist Cäsiumiodid ( $\text{CsI}$ ). Cäsiumiodid kann in nadelförmigen Strukturen auf einem Detektor aufgetragen werden. Diese Nadeln besitzen dann lichtleitende Eigenschaften und reduzieren dadurch die laterale Diffusion der erzeugten Lumineszenzphotonen. Deshalb sind solche Leuchtschirme wegen der verbesserten räumlichen Auflösung anderen Szintillatormaterialien überlegen (de Groot, 1991).

### **3.3.2. Röntgenbildverstärker**

Die erzeugten Intensitäten des Szintillationslichts eines Leuchtschirms sind im Vergleich zu anderen optischen Lichtquellen trotz hocheffizienter Szintillationsmaterialien, welche hunderte bis tausende Lichtphotonen je einfallendem Röntgenphoton erzeugen, sehr gering. Ein Röntgenbildverstärker verstärkt die Intensität des erzeugten sichtbaren Lichts weiter und erreicht damit ein besseres Signal-Rausch-Verhältnis am Ende der Bildgebungskette. Die Funktionsweise und die Eigenschaften solcher Röntgenbildverstärker sind bei de Groot (1991) beschrieben. In einer evakuierten Röhre ist auf einer lichtdurchlässigen Fotokathode ein szintillierendes Material in einer dünnen Schicht aufgebracht. Die auf diese Schicht einfallenden Röntgenphotonen erzeugen im Szintillator Lichtphotonen, welche sich bis zur Fotokathode ausbreiten. Dort erzeugen sie dann freie Elektronen, die in einem elektrischen Feld in der Röhre beschleunigt werden. Durch die spezielle Anordnung der Elektroden sind

die elektrischen Feldlinien im Röntgenbildverstärker so eingestellt, dass diese gegenüber den Elektronen wie eine elektrische Linse wirken. Die beschleunigten Elektronen erzeugen am Ausgangsfenster des Röntgenbildverstärkers ein Sekundärbild, welches die eingangsseitige Intensitätsverteilung proportional, jedoch mit einer höheren Intensität abbildet. Dieses Sekundärbild ist aufgrund der Eigenschaften der elektrischen Linse gegenüber dem Eingangsbild verzerrt. Man unterscheidet zwischen zylindrisch symmetrisch ‚geometrischen‘ und asymmetrischen Verzerrungen. Eine detaillierte Beschreibung dieser Abbildungsfehler ist ebenfalls bei de Groot (1991) zu finden. Die Ursache der geometrischen Bildverzerrungen ist die gewölbte Oberfläche des Eingangsschirms. Aufgrund der Wölbung werden Objekte zu den Rändern des Bildfeldes hin gestreckt dargestellt. Das Ausgangsbild ist dadurch in der Regel kissenförmig verzerrt (‚pin cushioning distortion‘). Daneben wird aufgrund der hohen Anfälligkeit der Elektronenoptik für Störungen aufgrund von Streu-Magnetfeldern wie dem Erdmagnetfeld das Ausgangsbild in sigmoidaler Weise s-förmig verzerrt. Neben diesen globalen Verzerrungen ist das Ausgangsbild eines Bildverstärkers auch lokal verzerrt. Die Ursachen dafür liegen in Herstellungstoleranzen der Konstruktion des Bildverstärkers. Die geometrischen Verzerrungen der mit einem Röntgenbildverstärker erzeugten Bilder müssen bei deren qualitativen und quantitativen Analyse berücksichtigt werden. Prinzipiell lassen sich die Verzerrungsmechanismen theoretisch modellieren und diese Modelle dann zur inversen Entzerrung nutzen.

### 3.3.3. Kamerasystem

Die von einem Leuchtschirm oder Röntgenbildverstärker im visuellen Wellenlängenbereich erzeugte Intensitätsverteilung muss mit einem digitalen Kamerasystem erfasst und aufgezeichnet werden. Ein digitales Kamerasystem ist ein opto-elektronisches System, das ein digitales Bild der einfallenden Helligkeitsverteilung erzeugt. Diese Helligkeitsverteilung wird dazu auf eine zweidimensionale Detektormatrix abgebildet. Wie in jedem optischen System hängt die Beziehung zwischen dem abzubildenden Objekt und dem Digitalbild von den optischen Komponenten des Kamera-Objektives, der numerischen Apertur und der Belichtungszeit ab. Die elektronische Beschaltung zur Ansteuerung und zum Auslesen der Detektormatrix zählt man ebenfalls zu den Bestandteilen eines Kamerasystems (Campos, 2000).

Kamerasysteme auf der Basis ladungsgekoppelter Detektorelemente, sogenannter ‚charge-coupled devices‘ (engl., kurz CCD), haben in der wissenschaftlichen Bildgebung eine weite Verbreitung gefunden. Deren hohe Leistungsfähigkeit liegt in niedrigem Dunkelstrom, hoher

Sensitivität, hoher Ladungssammlungseffektivität, weitem dynamischen Umfang, ausgezeichneter Linearität und sehr gutem Signal-Rausch-Abstand des Ausgangssignals begründet. Kamerasysteme auf der Basis von komplementären Metalloxid-Halbleitern (‘complementary metal-oxid semiconductors’, CMOS) erreichen aufgrund der Ansteuerbarkeit einzelner Detektorelemente und der hohen Systemintegration im Detektorschaltkreis jedoch deutlich höhere Bildwiederholraten (Janesick, Putnam, 2003).

Das elektrische Signal eines individuellen Detektorelements ergibt sich aus der dem einfallenden Licht proportionalen Ladungsmenge, die durch die Absorption der Lichtquanten erzeugt wurde, sowie dem Dunkelstromsignal und dem zufälligen Rauschsignal. Systematische, als feststehende Muster erscheinende Abbildungsfehler (engl.: ‘fixed pattern noise’, FPN) einer Detektormatrix haben ihre Ursache in fertigungsbedingten Variationen der Effizienz der einzelnen Detektorelemente und der Übertragungseigenschaften der Ausleseelektronik und lokal unterschiedlichen Dunkelströmen (Campos, 2000).

Unter einem Dunkelstrom versteht man den relativ kleinen elektrischen Strom, der in photosensitiven Halbleiter-Bauelementen, wie einer CCD-Detektormatrix, sogar dann fließt, wenn kein Licht auf das Bauteil trifft. Ursachen des Dunkelstroms sind die thermische Generation von Ladungsträgern an Halbleiter-Halbleiteroxid-Schnittstellen und im Halbleiter selbst. Die generierten Ladungsträger werden zwischenzeitlich in den Halbleiter-Ladungsspeichern der Detektorelemente gesammelt und addieren sich zum eigentlichen Photosignal. Die Amplitude des somit als Offset erscheinenden Dunkelstroms ist von der elektrischen Beschaltung, der Länge des Integrationsintervalls  $T$  und von lokalen Substrateigenschaften abhängig. Die Erzeugung thermischer Ladungsträger selbst ist ein statistischer Prozess, welcher der Poisson-Verteilung folgt (Ong, Pierret, 1975; Baba, Sasaki, 1977). Das Dunkelstromsignal muss üblicherweise korrigiert werden.

Der Zusammenhang zwischen der einfallenden Lichtmenge und dem Ausgangssignal ist in der Regel linear. Unterschiede in der Effizienz der einzelnen Detektorelemente führen jedoch zu lokalen Unterschieden im Proportionalitätsfaktor der einzelnen Elemente einer Detektormatrix (Healey, Kondepudy, 1994).

### 3.4. Systemcharakterisierung

Zur Charakterisierung eines röntgenbildgebenden Systems ist eine Beschreibung und Quantifizierung seiner Eigenschaften und seines Übertragungsverhaltens sinnvoll. Die grundlegenden Konzepte zur Charakterisierung röntgenbildgebender Systeme sind durch andere Autoren bereits ausführlich dargelegt worden, siehe z. B. Metz und Doi (1979) oder Cunningham (2000). Durch eine Systemcharakterisierung wird die Auswahl und Auslegung geeigneter Korrektur- und Analysemethoden zur Rekonstruktion und Bewertung der tatsächlich vorliegenden Objektstruktur bzw. des tatsächlichen Objektverhaltens möglich.

#### 3.4.1. Räumliches Übertragungsverhalten

Das räumliche Übertragungsverhalten eines bildgebenden Systems wird durch den funktionalen Zusammenhang zwischen der tatsächlichen Struktur eines abzubildenden Objekts bzw. seinem idealen Abbild und dem Bild, das am Ausgang des Abbildungssystems ausgegeben wird, beschrieben. Es soll ein in zeitlicher Hinsicht ideales System angenommen werden, welches näherungsweise praktisch immer dann vorliegt, wenn Messungen mit sehr langen Integrationszeiten zur Beobachtung statischer, unveränderlicher Objekte durchgeführt werden. Die Übertragungsfunktion eines bildgebenden Systems beschreibt die Leistungsfähigkeit eines bildgebenden Systems, wie räumlich sinusförmig modulierte Eingangssignale in Abhängigkeit von ihrer Frequenz übertragen werden. Entsprechende Beurteilungskonzepte speziell für röntgenbildgebende Systeme sind bereits in den 60iger Jahren des vergangenen Jahrhunderts entwickelt worden (Metz, Doi, 1979). Eine wesentliche Voraussetzung für die Nutzung von Übertragungsfunktionen ist die Linearität und Verschiebungsinvarianz des bildgebenden Systems. Diese Invarianzen sind in der Praxis in einem realen System nicht immer gegeben. Durch die Anwendung von Linearisierungsfunktionen und die Beschränkung auf enge Bildbereiche wie auf das Bildzentrum wird aber dennoch eine ausreichend genaue Beschreibung der Systemeigenschaften mittels der Übertragungsfunktionen möglich.

Das Übertragungsverhalten eines linearen und verschiebungsinvarianten Systems wird komplett durch seine Antwort auf ein punktförmiges Eingangssignal  $PSF(x,y)$  beschrieben. Ein am Systemausgang erzeugtes Bild  $g(x,y)$  entsteht durch die Faltung des Eingangsbilds  $f(x,y)$  mit der Punktantwort des Systems im Ortsbereich,

$$g(x,y) = \iint_{-\infty}^{\infty} f(x-\xi, y-\eta) PSF(\xi, \eta) d\xi d\eta. \quad [3.12]$$

Die komplexe Fourier-Zerlegung der Punktantwort, also seine Transformierte im Ortsfrequenzbereich, wird deshalb auch als optische Übertragungsfunktion  $O\ddot{U}F(v_x, v_y)$  bezeichnet,

$$O\ddot{U}F(v_x, v_y) = \iint_{-\infty}^{\infty} PSF(x, y) \exp[-j2\pi(v_x x + v_y y)] dx dy. \quad [3.13]$$

Ebenso lässt sich auch das Eingangsbild durch die Fouriertransformation in seine sinusförmigen Signalanteile unterschiedlicher Frequenz zerlegen. Das Ausgangsbild im Ortsfrequenzbereich eines linearen verschiebungsinvarianten Systems ergibt sich durch die Multiplikation der Fouriertransformierten des Eingangssignals mit der optischen Übertragungsfunktion. Die Modulationsübertragungsfunktion  $M\ddot{U}F(v_x, v_y)$  ist der Betrag der komplexwertigen OÜF.

Ein reales Detektorsystem besteht nicht aus einer einzelnen Übertragungstrecke, sondern aus vielen Teilsystemen, welche sich jeweils mit einer Teilsystem-OÜF charakterisieren lassen. Bei einer seriellen Anordnung dieser Teilsysteme ergibt sich die optische Übertragungsfunktion des Gesamtsystems durch die multiplikative Verknüpfung der Teilsystem-OÜF,

$$O\ddot{U}F(v_x, v_y) = \prod_i O\ddot{U}F_i(v_x, v_y). \quad [3.14]$$

Obwohl man ein Detektorsystem für die Röntgenbildgebung in der Regel als ein seriell aufgebautes Übertragungssystem verstehen kann, verwendet man die Eigenschaften der einzelnen Elemente der Bildgebungskaskade nur im Bereich der Detektorentwicklung. Im Anwendungsfall schätzt man häufig nur die Gesamt-MÜF des bildgebenden Systems mithilfe eines geeigneten Experiments ab. In niedrigauflösenden Systemen kann die Antwort des Systems auf ein punkt- oder linienförmiges Eingangssignal direkt in den Abbildungen entsprechend kleiner Loch- oder schmaler Schlitzmasken gemessen werden. Die richtungsabhängige eindimensionale MÜF lässt sich durch die Fouriertransformation der Systemantwort auf ein linienförmiges Eingangssignal, das ist die Linienspreizfunktion  $LSF$ , senkrecht zur Linienrichtung bestimmen,

$$M\ddot{U}F(v) = \left| \int_{-\infty}^{\infty} LSF(x) \exp(-j2\pi vx) dx \right|. \quad [3.15]$$

Die Linienspreizfunktion kann alternativ anstatt mit einer Schlitzmaske auch durch die Ableitung der Systemantwort auf ein kantenförmiges Testobjekt, der Kantenspreizfunktion  $KSF$ , bestimmt werden. Aus technologischer Sicht ist die Herstellung einer gut absorbierenden Kante an einem Testobjekt vorteilhafter als die Herstellung einer röntgentauglichen Schlitzmaske. Die Untersuchung des Übertragungsverhaltens mit

derartigen Testobjekten ist in niedrigauflösenden Röntgenbildgebungssystemen bei sorgfältiger Vorbereitung einfach durchzuführen. Die Bestimmung der MÜF bzw. der Grenzfrequenz, also der Ortsfrequenz, welche das System gerade noch übertragen kann, eines Mikrofokus-Röntgenbildgebungssystems ist dagegen schwierig. Das ist mit den hohen Anforderungen an geeignete Testobjekte zu erklären. Derzeit existieren dafür noch keine normativen Richtlinien.

### 3.4.2. Zeitliches Übertragungsverhalten

Das zeitliche Übertragungsverhalten wird im Wesentlichen durch Lumineszenz- und Ladungsspeichereffekte bestimmt, welche zu einem „Nachleuchten“ des Röntgenbilds und damit zu einer Reduktion zeitlicher Auflösung führen können. Diese Effekte werden in den hier diskutierten Anwendungen aber als vernachlässigbar erachtet und werden deshalb nicht weiter betrachtet.

### 3.4.3. Rauschen

Röntgenradiographische Abbildungen sind in der Regel durch Bildrauschen gestört. Unter dem Rauschen versteht man alle zufälligen Abweichungen des gemessenen Signals von einer idealen Abbildung ohne Störungen. Die sichere und genaue Erkennbarkeit und Quantifizierbarkeit von Bildmerkmalen in der Abbildung durch einen idealen oder realen Beobachter wird durch Bildrauschen stark beeinträchtigt oder verhindert. Der Bildverarbeitung obliegt die Aufgabe, die Qualität der aufgenommenen Bilder zu analysieren und nach Möglichkeit die tatsächliche Bildinformation vom Rauschuntergrund zu trennen oder zu rekonstruieren.

Die Genauigkeit eines röntgenbildgebenden Systems ist in natürlicher Weise durch die diskontinuierliche Eigenschaft der Röntgenstrahlung, die auch als Teilchenstrahlung verstanden wird, begrenzt. Die zufällige Natur der Entstehung, Ausbreitung und Wechselwirkung von Röntgenstrahlung verursacht natürliche Fluktuationen der Anzahl der in einem bestimmten Zeitintervall auf eine endlich große Detektorfläche auftreffenden Röntgenquanten. Diese fluktuierende Anzahl an Quanten, welche die primäre Messgröße darstellt, entspricht einer Zufallsvariable, deren Realisierung aufgrund geringer Wahrscheinlichkeiten der Poisson-Verteilung entspricht. Die mittlere quadratische Abweichung (Varianz) der Anzahl  $X$  auf einen Detektor treffender Photonen bei einem Erwartungswert bzw. einer mittleren Zählrate  $E(X)$  mit  $E(X) = K$  beträgt  $\sigma_X^2 = K$  (Rimkus, Baily, 1983). Man nennt die natürlichen Abweichungen vom idealen Mittelwert auch Quanten-Rauschen. Ein

Messsystem, dessen Messunsicherheit im Wesentlichen durch das Quanten-Rauschen bestimmt wird, nennt man auch ‚Quanten-Rauschen-begrenzt‘. Es ist zu bemerken, dass schon für moderate  $K$  die Poissonverteilung hin zur Normalverteilung konvergiert.

In einem Detektorsystem wird in der ersten Detektorstufe nur ein Bruchteil der auftreffenden Quanten erfasst. Die tatsächliche Zählrate und deren Varianz reduzieren sich um die Effizienz der ersten Detektorstufe. Das eigentliche Messsignal wird dann durch Vervielfachungsprozesse proportional zur Anzahl der direkt registrierten Quanten erzeugt. Diese Vervielfachungs- bzw. Übertragungsprozesse wie zum Beispiel die Erzeugung optischer Photonen im Szintillationsschirm oder die Generation von Photoelektronen an der Photokathode eines Bildverstärkers oder das Sammeln der optischen Photonen mit einem Linsensystem sind wieder Poisson- oder Binominal-Prozesse. Die Kaskade von Zufallsprozessen erhöht den Rauschuntergrund weiter, wobei gilt, (a) dass die Varianz des Ausgangsignals maßgeblich durch die Effizienz der ersten Detektorstufe geprägt wird und (b) dass diejenigen nachfolgenden Detektorstufen, welche einen hohen Verstärkungsgrad aufweisen, die Effizienz des Systems nur geringfügig beeinflussen (Breitenberger, 1955; Arndt, Gilmore, 1979; Koch et al., 1995; Noll, 2006).

In der letzten Stufe eines digitalen Bildgebungssystems wird schließlich eine der primären Messgröße äquivalente Anzahl elektrischer Ladungsträger erzeugt. Das daraus resultierende elektrische Signal wird abschließend digitalisiert. Schrotrauschen und thermisches Rauschen in den elektronischen Bauteilen und das Quantisierungsrauschen der Digitalisierungsstufe sind weitere Ursachen für zufällige (und systematische) Messfehler im resultierenden digitalen Röntgenbild.

Eine Kenngröße zur Beschreibung der Qualität eines Messsignals am Ausgang eines Detektorsystems ist das Signal-Rausch-Verhältnis (signal to noise ratio, SNR). Betrachtet man das Signal eines einzelnen Bildpunkts, dann kann das SNR als das Verhältnis des Betrags der mittleren Signalamplitude zur Standardabweichung des Messsignals definiert werden und es ergibt sich für ein Messsignal  $X$  mit

$$SNR_{pix} = \frac{E(X)}{\sigma_X}. \quad [3.16]$$

Ein wichtiges Kriterium bei der Berechnung des SNR ist, dass das ungestörte Originalsignal  $E(X)$  und die entsprechende Standardabweichung bekannt sein müssen. Deshalb kann in einem verrauschten Einzelbild das SNR nur durch die Betrachtung eines Ensembles von Bildpunkten abgeschätzt werden. Weiterhin liegt in einem Röntgenbild das Rauschen in der

Regel nie räumlich und zeitlich unkorreliert vor, so dass die Bedeutung des SNR in einem einzelnen Bildpunkt oft falsch interpretiert wird. Es ist deshalb günstiger, das Rauschleistungsspektrum zu betrachten.

#### 3.4.4. Rauschleistungsspektrum

Das eingangsseitige Bildpunktsignal wird in einem realen Detektorsystem entsprechend seiner Übertragungscharakteristik räumlich aufgespreizt. Dies betrifft in gleicher Weise auch das Signalrauschen (Cunningham et al., 1994). Das Signalrauschen ist dann nicht mehr unabhängig vom Signal benachbarter Bildpunkte, sondern es ist räumlich und zeitlich korreliert. Die Fourier-Transformation kann genutzt werden, um diese Eigenschaft zu beschreiben. Die spektrale Zerlegung des Rauschsignals wird Wiener Spektrum oder Rauschleistungsspektrum *NPS* genannt

$$NPS = S_n(u, v) = |N(u, v)|^2 = |FT_{2d}\{n(x, y)\}|^2. \quad [3.17]$$

Darin soll  $n(\dots)$  den zweidimensionalen additiven Rauschanteil eines zweidimensionalen Bildsignals und  $N(\dots)$  dessen Fouriertransformation bezeichnen. Zur praktischen Bestimmung des Rauschleistungsspektrums benutzt man üblicherweise den Gruppen-Mittelwert der quadrierten Beträge der diskreten Fouriertransformation eines mittelwertfreien Rauschsignals,

$$NPS(u, v) = \Delta x \Delta y \left\langle \left| DFT_{2d}\{n(x, y)\} \right|^2 \right\rangle, \quad [3.18]$$

für die durch die zweidimensionale Fourier-Transformation gegebenen Ortsfrequenzen  $u$  und  $v$ , wobei  $\Delta x$  und  $\Delta y$  die diskreten Detektorabstände in horizontaler und vertikaler Richtung sind. Der Gruppen-Mittelwert kann durch Mittelung über mehrere Messfenster innerhalb eines Einzelbildes oder durch Mittelung über mehrere zeitlich aufeinander folgende Bilder gebildet werden. Fenstertechniken, zum Beispiel die Anwendung eines Hamming-Filters, können genutzt werden, um die Genauigkeit des berechneten Rauschleistungsspektrums zu verbessern. Generell muss beachtet werden, dass das Rauschleistungsspektrum eines Röntgenschatenbildes vor seiner Abtastung nicht bestimmt werden kann. Das Rauschleistungsspektrum eines abgetasteten Röntgenbildes ist in der Regel durch Aliasing-Effekte fehlerbehaftet (Cunningham, 2000), welche aber nicht korrigiert werden können.

Zur Abschätzung des SNR in einem einzelnen Bildpunkt ist die Kenntnis der lokalen Signal-Varianz notwendig (Gleichung 3.16). Dieses ergibt sich bei bekanntem NPS aus

$$\sigma^2 = \int NPS(u, v) du dv. \quad [3.19]$$



## Kapitel 4

# Digitale Bildverarbeitung

Auch wenn die Rohbilder eines digitalen Röntgenbildgebungssystems eine subjektiv hohe Bildqualität aufweisen können, ist es notwendig, die Bilddaten vor der weiteren quantitativen Analyse und Bewertung von inhärenten Bildartefakten zu befreien. Dies betrifft zum einen die Kalibrierung der gemessenen Strahlungsintensitäten und zum anderen die Korrektur geometrischer Abbildungsfehler. Mit Hilfe digitaler Bildverarbeitungsverfahren soll eine Verbesserung der visuellen Wahrnehmbarkeit der Bildinformation sowie eine qualitative und quantitative Extraktion von Merkmalen des untersuchten Objekts erreicht werden.

## 4.1. Bilddatenrepräsentation

### 4.1.1. Digitales Röntgenbild

Ein Leuchtschirm am Ausgang eines Röntgenbildverstärkers liefert eine analoge Helligkeitsverteilung, welche der Intensitätsverteilung des auftreffenden Röntgenstrahlenbündels entspricht. Die diskretisierte Repräsentation dieser auf eine Detektorebene projizierten und dort abgetasteten zweidimensionalen analogen Helligkeitsverteilung nennt man digitales Röntgenbild.

Unter dem Analogbild versteht man die kontinuierliche zweidimensionale Funktion  $f: \Omega \rightarrow \mathbb{R}$ , die jedem Punkt  $\mathbf{x} \in \Omega$ ,  $\mathbf{x} = (x, y)^T$  des zusammenhängenden Bildraums  $\Omega \subset \mathbb{R}^2$  einen reellen Funktionswert, den sogenannten Grauwert oder die sogenannte Bildpunktintensität, zuordnet.

Ist die Bildinformation nur noch auf den diskreten Knotenpunkten  $\mathbf{x}_d$ ,  $\mathbf{x}_d = (x_d, y_d)^T$ ,  $x_d = 1, 2, \dots, N$ ,  $y_d = 1, 2, \dots, M$ , eines digitalen Gitters  $\Omega_d$  definiert und kann diese nur diskrete Werte annehmen, dann spricht man von einem digitalen Bild  $f: \Omega_d \rightarrow \mathbb{N}$ . Dabei handelt es sich üblicherweise um quadratische Gitter  $\Omega_d \subset \mathbb{Z}^2$  mit konstanten Bildpunktabständen. Die Definition des Digitalbildes mit ganzzahligen Grauwerten soll hier auf Grauwerte mit digitaler Fließpunktgenauigkeit ausgeweitet werden, welche das Ergebnis mathematischer Bildoperationen sein können. Unter einem Binärbild versteht man ein

Digitalbild, dessen Bildpunkte nur die Funktionswerte ,0' oder ,1' annehmen können. Die Grauwerte eines Digitalbildes können im Ergebnis mathematischer Operationen in Abhängigkeit von einem Referenzbild auch negative Werte annehmen.

Eine Digitalbildsequenz ist eine Folge digitaler Bilder gleicher räumlicher Ausdehnung. Die zu einem diskreten Zeitpunkt  $t_k$  in dem Bildpunkt  $\mathbf{x}$  erfasste Bildinformation wird mit  $f(\mathbf{x}_d, t_k)$  bezeichnet. Unter der Annahme eines konstanten Abtastintervalls  $\Delta t$  ergibt sich der Beginn der Abtastungen zu  $t_k = k\Delta t + t_0$  mit  $k = 0, 1, 2, \dots, K$ , wobei davon ausgegangen werden soll, dass die Messintervalle für alle Bildpunkte gleichzeitig beginnen. Tatsächliche technische Realisierungen können davon abweichen, wenn zum Beispiel die Bildpunkte sequentiell abgetastet werden. Eine Digitalbildsequenz  $f(\mathbf{x}_d, t_k)$  ist dreidimensional.

#### 4.1.2. Fouriertransformation

Die Fouriertransformation ist ein Hilfsmittel zur Analyse und zur Bearbeitung von digitalen Bildinformationen. Die Fouriertransformation basiert auf der Tatsache, dass ein (auch nicht-periodisches) Signal, dessen Flächenintegral jedoch endlich ist, als eine integrale Summe von mit Wichtungsfaktoren (Fourierkoeffizienten) multiplizierten Sinus- und Cosinusfunktionen verschiedener Frequenzen dargestellt werden kann. Ein Signal, das nur durch seine Fourierkoeffizienten repräsentiert wird, kann vollständig ohne Informationsverlust wieder rekonstruiert werden. Das ermöglicht das Bearbeiten eines Bildsignals im Fourier- bzw. Frequenzbereich und die anschließende verlustfreie Rücktransformation in den Definitionsbereich des Signals.

Die Fouriertransformierte  $FT$ ,  $F(u)$ , einer kontinuierlichen eindimensionalen Funktion  $f(x)$  ist definiert durch die Gleichung

$$F(u) = FT(f) = \int_{-\infty}^{\infty} f(x) e^{-j2\pi ux} dx. \quad [4.1]$$

Umgekehrt erhält man  $f(x)$  aus  $F(u)$  durch die inverse Fouriertransformation  $FT^{-1}$ ,

$$f(x) = FT^{-1}(F) = \int_{-\infty}^{\infty} F(u) e^{j2\pi ux} du. \quad [4.2]$$

Die Fouriertransformation einer diskreten eindimensionalen Funktion ist gegeben durch

$$F(u) = DFT(f) = \frac{1}{M} \sum_{m=0}^{M-1} f(x_d) e^{-j2\pi mx_d/M} \quad \text{für } u = 0, 1, 2, \dots, M-1 \quad [4.3]$$

Das rekonstruierte Signal erhält man durch die Anwendung der inversen DFT:

$$f(x_d) = DFT^{-1} = \sum_{u=0}^{M-1} F(u) e^{j2\pi ux_d/M} \quad \text{für } x_d = 0, 1, 2, \dots, M-1. \quad [4.4]$$

Die benötigte Rechenzeit zur Ermittlung der Fourierkoeffizienten kann durch schnelle Fouriertransformations-Algorithmen (fast fourier transformation, FFT) vermindert werden.

Den Definitionsbereich zweidimensionaler Bildsignale nennt man Ortsbereich. Den Definitionsbereich der Fouriertransformation des Bildsignals nennt man entsprechend Ortsfrequenzbereich. Die Betrachtung von Bildinformation im Ortsfrequenzbereich statt im Ortsbereich ermöglicht oft eine intuitive Trennung von Bild- und Rauschsignal. Eine Beurteilung der Güte bildgebender Systeme kann ebenfalls im Ortsfrequenzbereich erfolgen. Die diskrete Fouriertransformation einer zweidimensionalen Funktion (Bild) der Größe  $M \times N$  ist gegeben durch die Gleichung

$$F(u, v) = \frac{1}{MN} \sum_{m=0}^{M-1} \sum_{n=0}^{N-1} f(m, n) e^{-j2\pi(um/M + vn/N)} \quad [4.5]$$

für  $u = 0, 1, 2, \dots, M-1$  und  $v = 0, 1, 2, \dots, N-1$ .

Entsprechend ergibt sich die inverse zweidimensionale DFT zu

$$f(x_d, y_d) = \sum_{u=0}^{M-1} \sum_{v=0}^{N-1} F(u, v) e^{j2\pi(ux_d/M + vy_d/N)} \quad [4.6]$$

für  $x_d = 0, 1, 2, \dots, M-1$  und  $y_d = 0, 1, 2, \dots, N-1$ .

Die zweidimensionale Fouriertransformation kann durch eine für beide Dimensionen aufeinanderfolgende Anwendung eindimensionaler Fouriertransformationen berechnet werden kann.

## 4.2. Bildentzerrung

### 4.2.1. Dunkelstrom- und Verstärkungskorrektur

Ein digitales Röntgenbildsignal ist in der Regel additiv mit dem Dunkelstromsignal überlagert und durch fertigungstechnische Toleranzen variiert der multiplikative Verstärkungsfaktor der einzelnen Detektorelemente. Beides prägt dem eigentlichen Röntgenbild ein zusätzliches, künstliches unerwünschtes Helligkeitsmuster auf (fixed pattern noise). Dieses kann mit Hilfe geeigneter Referenzaufnahmen zu korrigiert werden (z. B. Jähne, 2005). Nicht-mittelwertfreies Dunkelstrom- und Verstärkerrauschen wird durch Subtraktion eines sogenannten Dunkelbildes  $f_{\text{dkl}}$  korrigiert. Helligkeitsunterschiede aufgrund nichthomogener

Belichtung und lokaler Unterschiede der Detektorempfindlichkeit lassen sich üblicherweise mit einem Referenzbild  $f_{\text{ref}}$  ohne Objekt im Strahlengang korrigieren (Healey, Kondepudy, 1994),

$$f'(\mathbf{x}) = \frac{f(\mathbf{x}) - f_{\text{dkl}}(\mathbf{x})}{f_{\text{ref}}(\mathbf{x}) - f_{\text{dkl}}(\mathbf{x})}. \quad [4.7]$$

Die in den Referenzbildern in Gleichung 4.7 enthaltenen Fehler pflanzen sich in allen weiteren Bildverarbeitungsschritten fort. Es ist deshalb notwendig, diese Referenzbilder mit einem ausreichend hohen Signal-Rausch-Abstand zu erzeugen, z. B. durch Wahl einer ausreichend langen Integrationszeit.

#### 4.2.2. Geometrische Verzerrungskorrektur

Bilder eines Röntgenbildverstärkers sind gegenüber der tatsächlich am Eingangsleuchtschirm anliegenden Intensitätsverteilung geometrisch verzerrt. Auch Koppellemente einer optischen Übertragungsstrecke, wie z. B. Linsen und Spiegel, können die Abbildung verzerren. Röntgenflachbilddetektoren weisen dagegen nahezu keine geometrische Verzerrung auf. Zur Korrektur der geometrischen Verzerrungen in radiographischen Abbildungen, insbesondere bei Nutzung eines Röntgenbildverstärkers, sind verschiedene Verfahren bekannt, nämlich (a) die direkte Anwendung inverser Modelle des geometrischen Bildentstehungsprozesses, insbesondere unter Betrachtung des sphärischen gewölbten Eingangsleuchtschirms (bei Vernachlässigung der sigmoidalen Verzerrung), oder (b) die Anwendung lokaler und/oder globaler Entzerrungsalgorithmen anhand von Abbildungen geometrisch bekannter Referenzobjekte ohne Betrachtung des Bildentstehungsprozesses. Diese Korrekturalgorithmen verwenden eine Abbildungsfunktion, welche die Beziehung zwischen der wahren Objektgeometrie und den Koordinaten der verzerrten Abbildung herstellt. Zur Bestimmung der geometrischen Abbildungsfunktion lassen sich regelmäßige, zweidimensional ausgedehnte Referenzobjekte wie punkt- oder linienförmiger Elemente oder Gitter verwenden. Zur Identifikation der Merkmale des Referenzobjekts im verzerrten Bild eignet sich die (zumindest stückweise) parametrische Bestimmung von Geraden oder Schnitt- und Schwerpunkten im Bild. Eine ggf. vorhandene inhärente Krümmung von Referenzlinien im verzerrten Bild ist zu berücksichtigen.

Die Abbildungsfunktion, welche den Zusammenhang zwischen der gemessenen und tatsächlichen Lage der Referenzpunkte,  $(x, y)^T$  und  $(x', y')^T$ , herstellt, lässt sich durch die Polynomialfunktionen

$$\begin{aligned} x &= \sum_{i=0}^m x'^i \sum_{j=0}^m p_{ij} y'^j \\ y &= \sum_{i=0}^m x'^i \sum_{j=0}^m q_{ij} y'^j \end{aligned} \quad [4.8]$$

approximieren. Die Koeffizienten  $p_{ij}$  und  $q_{ij}$  lassen sich mittels der Methode der kleinsten Fehlerquadrate (z. B. Strang, 2007) in einer zweistufigen Iteration ermitteln. In einer ersten Iteration werden die Koeffizienten zunächst nur grob bestimmt. Aus den ermittelten Koeffizienten der Terme erster Ordnung wird dann der Winkel geschätzt, unter dem ein nicht exakt ausgerichtetes Referenzobjekt relativ zu den Bildachsen verdreht ist. Nach Korrektur dieser Rotation werden dann in einer zweiten Iteration die Koeffizienten entgültig bestimmt. Zur Rekonstruktion eines unverzerrten Bildes aus den ermittelten Koeffizienten wird für jede unverzerrte Bildpunktcoordinate mittels der Abbildungsfunktion deren Position in der verzerrten Abbildung berechnet und der entsprechende Helligkeitswert durch bilineare Interpolation aus dem aufgenommenen Bild ermittelt.

### 4.3. Rauschunterdrückung

Durch Unterdrückung bzw. Trennung des Bildrauschens während der Bild-Nachverarbeitung soll das ungestörte Bildsignal rekonstruiert werden. Dazu sind Kenntnisse über die physikalische Bild- und Rauschentstehung notwendig. In vielen klassischen Verfahren der Rauschunterdrückung wird angenommen, dass ein weißes und normalverteiltes Rauschsignal dem ungestörten Signal additiv überlagert ist. Verfahren der Rauschunterdrückung sind effektiver, wenn das gesuchte ungestörte Signal parametrisierbar ist und nur die entsprechenden Parameter rekonstruiert werden sollen.

Lineare Filter glätten die Bildinformation, indem hochfrequente Anteile im Ortsfrequenzbereich gedämpft werden. Die lineare Filterung funktioniert in der Weise, dass die Fouriertransformierte des Bildes mit der Fouriertransformierten des Filterkerns multipliziert wird. Wie einige Autoren (Burgess, 1999; Jähne et al., 2007) richtig bemerken, wird dadurch zwar die spektrale Dichte von Signal und Rauschen geändert, ihr Verhältnis zueinander bleibt jedoch für jede Ortsfrequenz betrachtet konstant. Obwohl das ortsfrequenzspezifische Signal-Rausch-Verhältnis also unverändert bleibt, ändert sich in der Regel aber doch das Verhältnis der integralen Leistungsdichten von Signal und Rauschen, da die Bildinformation typischerweise höhere Leistungsdichten im niederen Ortsfrequenzspektrum besitzt, während das Rauschen meist breit über das gesamte Spektrum verteilt ist. Deshalb werden die mit linearen Filtern geglätteten Bilder als subjektiv rauschärmer empfunden.

Lineare Tiefpassfilter werden eingesetzt, um das Rauschen in einem Bild zu vermindern. Diese Methoden funktionieren gut in flachen Bildbereichen mit niedrigem oder fehlendem hochfrequenten Anteil im Leistungsspektrum der Bildinformation. Diese Methoden sind jedoch nicht in der Lage, Kanten und andere Details mit hochfrequenten Leistungsanteilen ungestört zu erhalten. Nichtlineare Methoden können dagegen das Verschmieren von Kanten verhindern, indem der Glättungsprozess anhand der spezifischen Bilddetails gesteuert wird. Dabei wird unter Nutzung der vorliegenden Bildinformation nur dort geglättet, wo keine oder wenig Bildinformation verloren geht, so zum Beispiel in flachen Bildregionen ohne merkbare Grauwertfluktuationen, während über Kanten oder andere Grauwertunstetigkeiten hinweg nicht geglättet wird. Überblicke über solche klassischen (z. B. Gonzalez, Woods, 2002; Jähne et al., 2007) und modernen (Buades et al., 2005, Verweise in Chatterjee, Milanfar, 2010) nichtlinearen Methoden der Verminderung des Bildrauschanteils sind in der Literatur zu finden. Im Folgenden wird nur auf ausgewählte Methoden der Rauschunterdrückung eingegangen. Auf weitere Methoden im Ortfrequenzbereich und auf diffusionsbasierte- und statistische Methoden wird hier nur hingewiesen.

Betrachtet werden soll im Folgenden ein verrauschtes Bildsignal

$$g(x, y) = f(x, y) + n(x, y) \quad (x, y) \in \Omega, \quad [4.9]$$

wobei  $f$  das zu rekonstruierende gesuchte originale Bildsignal darstellt und  $n$  den additiven Rauschanteil des gemessenen Bildsignals  $g$ . Die Fouriertransformierten dieser Signale sind  $G$ ,  $F$  und  $N$  mit

$$F = DFT_{2d}\{f\} \quad G = DFT_{2d}\{g\} \quad N = DFT_{2d}\{n\}. \quad [4.10]$$

### 4.3.1. Mittelung

Das Signal-Rausch-Verhältnis eines nur durch Quanten-Rauschen beeinträchtigten Messsignals in einem Messpunkt ergibt sich zu  $SNR_{pix} = \frac{E(X)}{\sigma_x} = \frac{K}{\sqrt{K}} = \sqrt{K}$ . Das bedeutet, dass das SNR proportional mit der Quadratwurzel der Anzahl registrierter Quanten ansteigt. Durch räumliche oder zeitliche Integration kann das SNR durch die so erreichte Erhöhung der Anzahl der erfassten Quanten deutlich verbessert werden. Dabei wird aber die räumliche oder zeitliche Auflösung verringert.

Ein solches Erhöhen der Anzahl der im Mittel erfassten Röntgenquanten kann durch das Erhöhen der Messzeit erreicht werden. Die ist äquivalent einem Aufaddieren mehrerer Einzelbilder, das auch ‚off-line‘ nach erfolgter Messung geschehen kann. Ein Verlängern der

Messzeit oder ein Aufaddieren aufeinanderfolgender Bilder ist aber nur dann sinnvoll, wenn das abgebildete Objekt über die gesamte Messdauer unverändert bleibt und sich an gleicher Position befindet. Andernfalls erscheinen Objektkanten ausgewaschen und unscharf (sogenannte Bewegungsunschärfe). Deshalb entfällt im Falle von dynamischen Röntgenbildgebungsaufgaben oft diese Art der Rauschunterdrückung, denn ein tatsächliches ‚on-line‘ oder künstliches ‚off-line‘ Verlängern der Messzeit ist dann aufgrund des sich ständig ändernden Bildinhaltes nicht möglich.

Daneben besteht die Möglichkeit, durch die Anwendung räumlicher Signalfilter Bildinformation zu mitteln und so eine Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses im Einzelbild zu bewirken.

### 4.3.2. Tiefpassfilterung

Tiefpassfilter wirken, indem hochfrequente Signalanteile des Messsignals gedämpft werden. Liegen in diesem Frequenzbereich keine oder nur wenige ursprüngliche Bildinformation vor, lässt sich unter der Annahme des Vorliegens weißen Rauschens (die Leistung des Rauschsignals sei über alle Ortsfrequenzen gleich und größer Null) eine deutliche Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses erreichen. In der Regel nimmt tatsächlich die Leistungsdichte des Bildsignals für steigende Ortsfrequenzen ab. Jedoch werden Linien und Kanten, die hohe Ortsfrequenzanteile aufweisen, durch Tiefpassfilterung verschmiert. Ideale Tiefpassfilter, die ein Signal oberhalb einer Grenzfrequenz komplett dämpfen und es unterhalb der Grenzfrequenz komplett erhalten, erzeugen ein starkes Überschwingen. Gaußsche Tiefpassfilter erzeugen dagegen kein Überschwingen, weisen dabei aber keine stark selektive Filtercharakteristik auf.

Die isotrope lineare Tiefpassfilterung ist die Faltung eines Bildes mit einem linearen radialen Faltungskern. Das entspricht der Multiplikation der Fouriertransformierten im Ortsfrequenzbereich,

$$u(\mathbf{x}) = h(\mathbf{x}) * g(\mathbf{x}) \bullet\circ U(\mathbf{w}) = H(\mathbf{w}) \cdot G(\mathbf{w}). \quad [4.11]$$

Der Operator  $\bullet\circ$  beschreibt die eindeutig umkehrbare Transformation des Signals vom Orts- in den Frequenzbereich mit den entsprechenden Fouriertransformierten  $G$ ,  $H$ , und  $U$ . Um eine Glättung zu erreichen, muss der Faltungskern positiv sein. Im Falle der Gaußschen Tiefpassfilterung ist der zweidimensionale Faltungskern gegeben durch

$$h_{\text{Gauss2D}}(\mathbf{x}) = \frac{1}{(4\pi\sigma^2)} e^{-\frac{|\mathbf{x}|^2}{4\sigma^2}} \quad [4.12]$$

mit der Standardabweichung  $s$ . Die Varianz eines konstanten weißen Rauschsignals vermindert sich um den Faktor  $(\Delta x)^2/4\pi s^2$  mit dem Bildpunktabstand  $\Delta x$ . (Buades et al., 2005)

### 4.3.3. Wiener Filter

Der Wiener Filter ist ein optimaler, linearer, räumlich invarianter Filter, welcher den integralen quadratischen Fehler zwischen dem rekonstruierten und dem wahren Signal,  $\hat{f}$  und  $f$ , minimiert. Dabei wird das Messsignal im Ortsfrequenzbereich nur dort gedämpft, wo der Bildsignalanteil gegenüber dem Rauschanteil gering ist. Wenn  $S_f(u, v) = |F(u, v)|^2$  und  $S_n(u, v) = |N(u, v)|^2$  die Leistungsspektren des ungestörten Bildsignals  $f(x, y)$  und des Rauschens  $n(x, y)$  sind, dann ist der Wiener Filter gegeben durch

$$\hat{F}(u, v) = \frac{S_f(u, v)}{S_f(u, v) + S_n(u, v)} G(u, v). \quad [4.13]$$

Üblicherweise ist aber das Leistungsspektrum des ungestörten Bildsignals unbekannt und kann nur aus dem Leistungsspektrum des beobachteten Messsignals  $g(x, y) = f(x, y) + n(x, y)$ ,  $S_g(u, v) = |G(u, v)|^2$  abgeschätzt werden:

$$\hat{F}(u, v) = \frac{S_g(u, v) - S_n(u, v)}{S_g(u, v)} G(u, v). \quad [4.14]$$

### 4.3.4. Nichtlokale Mittelung (Non-local means)

Der von Buades et al. (2005) entwickelte Rauchunterdrückungsalgorithmus nutzt nicht nur die Bildinformation lokal in einer Nachbarschaft, sondern die nicht-lokal im gesamten Bild enthaltene Information zur Mittelung von Bildinformation. Zur Rekonstruktion eines Bildpunktgrauwertes innerhalb eines Bildausschnittes werden Messwerte an den entsprechenden Positionen in Ausschnitten des Bildes mit ähnlicher lokaler Textur gemittelt. Dazu wird zunächst die Bildregion in der lokalen Nachbarschaft des zu verändernden Bildpunkts mit allen anderen Regionen im Bild verglichen, und die ermittelte Ähnlichkeit wird dann zur Wichtung während der Grauwertmittelung genutzt.

In der bei Buades et al. (2005) beschriebenen Methode der Nichtlokalen Mittelung ergibt sich ein Schätzwert  $\hat{f}(x_i, y_i)$  des originalen Bildpunktsignals  $f(x_i, y_i)$  in einem Bildpunkt  $(x_i, y_i)$  aus dem gewichteten Mittelwert der Grauwerte aller Punkte des Bildes

$$\hat{f}(x_i, y_i) = \sum_{(x_j, y_j) \in \Omega} w(i, j) g(x_j, y_j) \text{ mit } \sum_j w(i, j) = 1, \quad [4.15]$$

wobei das Gewicht  $w(i, j)$  von der Ähnlichkeit der Nachbarschaften um die Bildpunkte in  $(x_i, y_i)$  und  $(x_j, y_j)$  abhängt:

$$w(i, j) = \frac{1}{Z(i)} e^{-\frac{D(i, j)}{s^2}}. \quad [4.16]$$

Dabei ist  $Z(i)$  eine Normierungskonstante  $Z(i) = \sum_j e^{-\frac{D(i, j)}{s^2}}$ , und  $s^2$  ist eine Konstante proportional zur Varianz  $\sigma^2$  des Rauschsignals. Die Distanz  $D(i, j)$  ist der gewichtete euklidische Abstand der Nachbarschaften  $Nb_i$  und  $Nb_j$  der beiden Pixel mit

$$D(i, j) = \left\| Nb_i - Nb_j \right\|_a^2, \quad [4.17]$$

wobei  $a$  die Standardabweichung eines Gaußschen Wichtungskerns ist.

Die Komplexität bzw. der rechentechnische Aufwand des Algorithmus ist aufgrund der hohen Anzahl durchzuführender Distanzberechnungen sehr hoch, weshalb der Algorithmus noch keine weite Verbreitung gefunden hat. Wang et al. (2006) haben festgestellt, dass man den rechentechnischen Aufwand senken kann, wenn man statt des gewichteten euklidischen Abstands den ungewichteten euklidischen Abstand nutzt. Die Berechnung der Distanz  $D(i, j)$  entspricht dann einer Faltungsoperation, welche mittels der schnellen Fouriertransformation effizient implementiert werden kann. Die veränderte Berechnungsvorschrift zur Ermittlung der Distanz führt zu einer geringfügigen Verschlechterung der rekonstruierten Bildpunktsignale gegenüber dem originalen Algorithmus.

## 4.4. Bildsegmentierung

Unter Segmentierung versteht man den Prozess der Isolierung von Bildobjekten vom Bildhintergrund mit dem Ziel der automatisierten Erkennung zusammenhängender Bildstrukturen. Das können zum Beispiel charakteristische Elemente eines geometrischen Referenzobjekts, bereits erstarrte Anteile einer Flüssigmetallschmelze oder die Gasblasen eines Gas-

Flüssigkeits-Gemischs sein. Jedem herausgestelltem Bildsegment bzw. allen zugehörigen Bildpunkten wird eine eindeutige Identifikationsnummer zugewiesen.

#### 4.4.1. Schwellwert-Segmentierung

Eine der einfachsten und intuitivsten Mechanismen zur Segmentierung der Helligkeitswerte eines Grauwertbildes ist die Schwellwert-Segmentierung. Die Verteilung der Helligkeitswerte eines Bildes, welches einige helle Objekte auf einem dunklen Hintergrund enthält, ist beispielhaft in Abbildung 4.1a dargestellt. Intuitiv wird klar, dass alle diejenigen Bildpunkte, deren Helligkeiten oberhalb des Schwellwertes  $T$  liegen, der Menge der Bildpunkte zugeordnet werden können, welche dem helleren Objekt angehören. Das Ergebnis der Operation

$$g(x, y) = \begin{cases} 1 & \text{wenn } f(x, y) > T \\ 0 & \text{wenn } f(x, y) \leq T \end{cases} \quad [4.18]$$

ergibt also ein Binärbild, welches die Zugehörigkeit zur Klasse der Bildpunkte mit den festgelegten Helligkeitseigenschaften darstellt.

Eine besondere Schwierigkeit liegt vor, wenn zum Beispiel auf Grund starken Rauschens oder stetiger Helligkeitsübergänge kein Schwellwert existiert, der die vorliegenden Helligkeitsklassen eindeutig voneinander separiert (Abbildung 4.1b). Die beiden Klassen einer solchen bimodalen Helligkeitsverteilung überlappen sich. Wenn eine bimodale Verteilung vorliegt, und wenn für beide Klassen jeweils eine Gauß'sche Wahrscheinlichkeitsdichteverteilung vorliegt und sich die Parameter der Gaußverteilungen (Mittelwert, Streuung, Normierungskoeffizient) numerisch ermitteln lassen, dann ergibt sich der optimale Schwellwert aus dem Schnittpunkt der beiden Gaußverteilungen (Otsu, 1979; Gonzalez, Woods, 2002). Ein so gewählter optimaler Schwellwert minimiert dann die Anzahl der falsch klassifizierten Bildpunkte.

Das Ergebnis der Schellwert-Segmentation ist ein reines Binärbild. Die Zuordnung eines Pixels zu einer zusammenhängenden Struktur erfolgt dann in einem zusätzlichen Segmentierungsschritt. Dazu wurde der effiziente Algorithmus nach Hoshen und Koppelman (1976) implementiert und verwendet.

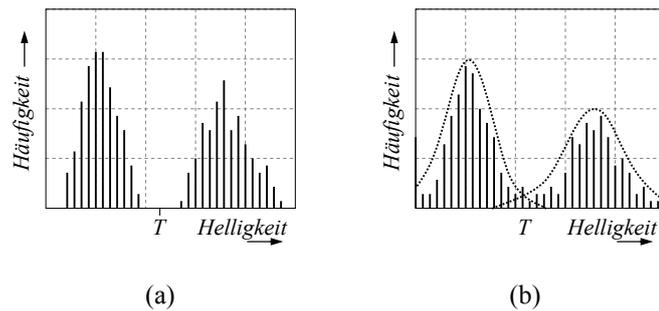


Abbildung 4.1 Identifikation des Helligkeitsschwellwertes  $T$  zur Binarisierung eines Röntgenbildes in dessen Histogramm für bimodale Helligkeitsverteilungen mit nicht überlappenden (a) und überlappenden (b) Verteilungen.

#### 4.4.2. Wasserscheiden-Segmentierung

Eine anderes Segmentierungsverfahren ist die Wasserscheiden-Segmentierung. Man betrachtet nicht nur die Helligkeit einzelner Bildpunkte selbst, sondern auch die Eigenschaften ganzer lokaler Bildregionen. Die Wasserscheiden-Segmentierung lässt sich intuitiv begreifen, wenn man Grauwertbilder als topographische Höhenkarten versteht. Betrachtet man nun das gleichmäßige Fluten des Reliefs mit Wasser, dann sind Wasserscheiden diejenigen Linien, welche die Regionen, in denen sich das Wasser sammelt, voneinander abgrenzen. Ein anderer Verständnisansatz ist die Betrachtung des Eintauchens des Reliefs in ein Wasserbad, wobei die lokalen Minima (Beckensole) des Reliefs mit kleinen Löchern versehen sind. Beim Absenken des Reliefs füllen sich die Sammelbecken mit Wasser; und an all denjenigen Punkten, an denen Wasser aus verschiedenen Becken aufeinander trifft, sollen Dämme gebaut werden. Das Ergebnis des vollständigen Eintauchens sind dann durch die Dämme erzeugte Wasserscheiden-Linien, welche den Kammlinien entsprechen, die die einzelnen Regionen auf der Höhenkarte voneinander abgrenzen.

Zur Berechnung der Wasserscheiden-Segmentation in diskreten Bildern sind verschiedene Algorithmen bekannt. Hier soll dem algorithmischen Ansatz nach Vincent und Soille (Vincent, Soille, 1991) gefolgt werden. Dieser wurde vom Autor entsprechend in MATLAB implementiert. Im Unterschied zur Schwellwert-Segmentierung sind im Ergebnisbild bereits die voneinander separierten Strukturen eindeutig mit voneinander verschiedenen Identifikationsnummern versehen.

### 4.5. Optischer Fluss

Das Konzept des Optischen Flusses ist im Bereich des maschinellen Sehens weit verbreitet, hat aber in der Strömungsmesstechnik bisher nur wenig Anwendung gefunden. Die

Berechnung des Optischen Flusses zur Strömungsmessung in Röntgenbildsequenzen ist bekannt, das Verfahren ist erstmals hier zur Untersuchung von Schmelzenströmungen eingesetzt worden.

Unter dem Optischen Fluss versteht man die Verteilung offener Geschwindigkeiten der Bewegung von Helligkeitsmustern in einer Bildsequenz. Der Optische Fluss resultiert aus einer relativen Bewegung des Abbildungssystems und des abzubildenden Objekts zueinander (Horn, Schunck, 1981). Optischer Fluss kann auch scheinbar entstehen, wenn eine Bildänderung die Illusion einer Bewegung erzeugt (Schunck, 1986). In dieser Arbeit wird der Optische Fluss genutzt, um die Bewegung der projizierten, sichtbaren Objektpunkte im Abbildungsraum beschreiben. Während die Bewegung der Objektpunkte in der Regel im dreidimensionalen Raum verläuft, wird durch den Optischen Fluss nur ein zweidimensionales Geschwindigkeitsfeld in der Detektorebene beschrieben. Methoden zur Berechnung des Optischen Flusses zielen auf eine näherungsweise Bestimmung dieses Geschwindigkeitsfeldes im Abbildungsraum ab. Hier soll der Optische Fluss ein direktes Maß der Strömungsgeschwindigkeiten der strömenden Flüssigmetalle sein.

Bei der Berechnung des Optischen Flusses und der Bestimmung tatsächlicher Geschwindigkeitsfelder aus dem Optischen Fluss treten eine Reihe von Besonderheiten und Schwierigkeiten auf, die beachtet werden müssen (Jähne et al., 2007):

- In einigen Bereichen der Abbildung kann die Bewegung nicht oder nur ihre Normalkomponente bestimmt werden. So ist zum Beispiel im Zentrum einer sich bewegenden homogenen, unstrukturierten Fläche keine Geschwindigkeitsschätzung möglich. Für eine gerade Kante einer solchen Fläche kann nur der Normalanteil des Verschiebevektors während der Bewegung bestimmt werden. Um dennoch ein dichtes Geschwindigkeitsfeld abschätzen zu können, sind Interpolations- und Regularisierungstechniken unter Einbeziehung zusätzlicher Randbedingungen notwendig.
- Helligkeitsänderungen in der Bildsequenz müssen nicht ausschließlich durch Objektbewegungen verursacht werden, ein dort berechneter Optischer Fluss ist nicht mit einer Objektbewegung korreliert. Dies ist insbesondere bei den nicht-starren Verformungen der Abbildung von sich zeitlich ändernden Konzentrationsfeldern zu berücksichtigen.

- Bei großen Bewegungsschritten kann das zeitliche Abtasttheorem verletzt werden. Um dieses Problem zu umgehen, setzt man Verfeinerungsstrategien unter Nutzung von Bandpass-gefilterten Bildvarianten ein.

Bewegungsdiskontinuitäten oder Bildartefakte führen zu falschen Ergebnissen der Berechnung des Optischen Flusses. Der Einsatz robuster Algorithmen ist in solchen Fällen notwendig. Gut fundierte Übersichten zur Berechnung des Optischen Flusses sind bei Fleet und Weiss (2006), Beauchemin und Barron (1995), und Mitiche und Bouthemy (1996) zu finden. Dazu liefern Barron et al. (1994), Galvin et al. (1998) oder Liu et al. (1998) quantitative Vergleiche verschiedener Methoden.

#### 4.5.1. Gradienten-basierte Methode zur Berechnung des Optischen Flusses

Der Ausgangspunkt zur Berechnung des Optischen Flusses soll die hypothetische Annahme sein, dass die Helligkeitsstruktur sich bewegender Bildbereiche zumindest während einer kurzen Zeitdauer näherungsweise konstant sei (Horn, Schunck, 1981). Wenn  $P(\mathbf{x}, t)$  die Bildhelligkeit am Ort  $\mathbf{x} = (x_1, x_2)^T$  zum Zeitpunkt  $t$  sei, dann soll gelten:

$$P(\mathbf{x}, t) = P(\mathbf{x} + \delta\mathbf{x}, t + \delta t) = konst., \quad [4.19]$$

wobei  $\delta\mathbf{x}$  die Verschiebung der sich bewegenden Bildregion nach einem Zeitintervall  $\delta t$  ist. Nach Taylor-Reihenentwicklung des mittleren Terms in Gleichung 4.19 (Horn, Schunck, 1981) oder mehr generell durch Annahme der Erhaltung der Bildhelligkeit  $dP/dt = 0$  ergibt sich die Helligkeits-Konstanz- bzw. Bewegungs-Bedingungsgleichung

$$\nabla P(\mathbf{x}, t) \cdot \mathbf{v}(\mathbf{x}, t) + \frac{\delta P(\mathbf{x}, t)}{\delta t} = 0 \quad [4.20]$$

mit  $\mathbf{v} = (\delta x_1 / \delta t, \delta x_2 / \delta t)^T = (v_1, v_2)^T$  und  $\nabla P(\mathbf{x}, t) = (\delta P(\mathbf{x}, t) / \delta x_1, \delta P(\mathbf{x}, t) / \delta x_2)^T$ . Aus Gleichung 4.20 ergibt sich die Komponente des Optischen Flusses normal zu Konturen konstanter Helligkeit, also in Richtung des Helligkeitsgradienten (z. B. Barron et al., 1994). Die Komponente tangential zum Helligkeitsgradienten kann nicht berechnet werden, da die beiden Unbekannten  $x_1$  und  $x_2$  in Gleichung 4.20 nur durch eine einzelne Gleichung beschrieben werden. Zur Lösung beider Komponenten ist die Anwendung weiterer Randbedingungen notwendig. Neben der Bedingungsgleichung erster Ordnung kann auch die Erhaltung des Helligkeitsgradienten gefordert werden. Die sich ergebende Gleichung zweiter Ordnung  $d\nabla P(\mathbf{x}, t) / dt = 0$  ergibt in sich allein oder in Kombination mit Gl. 4.20 bereits eine Lösung des Geschwindigkeitsfeldes. Allerdings ist die dann notwendige Messung von

Gradienten zweiter Ordnung oft nicht genau genug und führt so zu weniger akkuraten Ergebnissen (Barron et al., 1994).

Zur notwendigen Regularisierung von Gleichung 4.20 können globale und lokale Methoden genutzt werden. Lokale Methoden betrachten nur eine kleine Umgebung um den Punkt  $\mathbf{x}$ . In dieser kleinen Umgebung wird das Optische Fluss-Feld als konstant angenommen. Mittels der Methode der kleinsten Fehlerquadrate wird dann derjenige Geschwindigkeitsvektor gesucht, der die gewichtete Summe der Gleichungen 4.20 in der lokalen Umgebung minimiert (Lucas, Kanade, 1981). Es ist allerdings notwendig, dass im betrachteten Bildfenster die Helligkeitsgradienten weder Null sind, noch in die gleiche Richtung zeigen, was im Ergebnis praktisch nur zu dünn besetzten Geschwindigkeitsfeldern führt.

Globale Methoden nutzen neben Gleichung 4.20 eine globale Randbedingung, meist eine Glattheitsbedingung, um ein dichtes Geschwindigkeitsfeld über große Bildregionen zu bestimmen. Ein Regularisierungsterm  $\|\mathbf{e}_s^2\|$  wird dann zu einem über dem gesamten Bildbereich  $\Omega$  zu minimierenden Funktional mit der Helligkeitskonstanz-Bedingungsgleichung kombiniert,

$$\hat{\mathbf{v}} = \arg \min_{\mathbf{v}} \int_{\Omega} \left[ \nabla P(\mathbf{x}, t) \cdot \mathbf{v}(\mathbf{x}, t) + \frac{\delta P(\mathbf{x}, t)}{\delta t} \right]^2 d\Omega + \lambda^2 \|\mathbf{e}_s^2\|. \quad [4.21]$$

Der Parameter  $\lambda$  bestimmt den Einfluss des Regularisierungsterms, welcher bei Horn und Schunck (Dobbins, III, et al., 2006) als eine Forderung eines glatten, sich nur langsam ändernden Geschwindigkeitsfeldes eingeführt wurde,

$$\|\mathbf{e}_s^2\| = \int_{\Omega} \|\nabla v_1\|^2 + \|\nabla v_2\|^2 d\Omega. \quad [4.22]$$

Das wird unter der Annahme gerechtfertigt, dass benachbarte Geschwindigkeitsvektoren, die zu einem einzelnen sich bewegenden Objekt gehören, nahezu identisch sind. Zur Lösung des Minimierungs-Problems 4.21 kann ein Variationsansatz genutzt werden. Dazu wird nach Horn und Schunck (1981) ein iterativer Gauß-Seidel-Gleichungslöser formuliert, um das Geschwindigkeitsfeld zu berechnen,

$$\begin{aligned} v_1^{k+1}(\mathbf{x}, t) &= \bar{v}_1^k(\mathbf{x}, t) - \frac{\delta P(\mathbf{x}, t)/\partial x_1 (\nabla P(\mathbf{x}, t) \cdot \bar{\mathbf{v}}^k(\mathbf{x}, t) + \delta P(\mathbf{x}, t)/\partial t)}{\lambda^2 + \|\nabla P(\mathbf{x}, t)\|^2} \\ v_2^{k+1}(\mathbf{x}, t) &= \bar{v}_2^k(\mathbf{x}, t) - \frac{\delta P(\mathbf{x}, t)/\partial x_2 (\nabla P(\mathbf{x}, t) \cdot \bar{\mathbf{v}}^k(\mathbf{x}, t) + \delta P(\mathbf{x}, t)/\partial t)}{\lambda^2 + \|\nabla P(\mathbf{x}, t)\|^2} \end{aligned} \quad [4.23]$$

wobei  $k$  den Schrittzähler und  $\mathbf{v}^0(\mathbf{x}, t)$  die initiale Geschwindigkeitsschätzung, die typischerweise zu Null gesetzt wird, bezeichnen. Die mittlere Geschwindigkeit in der lokalen Nachbarschaft sei  $\bar{\mathbf{v}}(\mathbf{x}, t)$ .

#### 4.5.2. Gradientenberechnung

Für die gradienten-basierte Berechnung des Optischen Flusses ist es notwendig, die räumlichen und zeitlichen Helligkeitsgradienten in den gemessenen Bildsequenzen zu berechnen. Es ist üblich, die Messdaten zunächst mit einem räumlichen und zeitlichen Filter zu glätten, und anschließend den Gradienten diskret zu berechnen. Die Wahl der numerischen Methode hat dabei entscheidenden Einfluss auf die erreichbare Genauigkeit des resultierenden Geschwindigkeitsfeldes (Barron et al., 1994).

In traditioneller Weise können die Gradienten aus den Differenzen benachbarter Messwerte berechnet werden. In ihrem originalen Artikel verwenden Horn und Schunck einen solchen Ableitungskern ohne zusätzlichen Glättungs-Operator. Die Gradienten werden durch Mittelwertbildung der benachbarten vier ersten Differenzen in einem  $2 \times 2 \times 2$  Datenfeld berechnet. Dadurch wird erreicht, dass die drei Gradienten auf den jeweils gleichen Punkt, nämlich das Zentrum dieses Datenfelds, verweisen (Horn, Schunck, 1981).

Barron et al. (1994) modifizieren den Algorithmus durch die zusätzliche Nutzung eines  $5 \times 5 \times 5$  Tiefpass-Vorfilters mit einer Standardabweichung von 1,5 Bildpunkten in räumlicher und 1,5 Zeitschritten in zeitlicher Richtung. Zur Berechnung der lokalen Ableitungen wird dann ein separierbarer eindimensionaler Zentraler-Differenzen-Faltungskern eingesetzt. Die Gründe für das Anwenden von Glättungsfiltern werden bei Elad et al. (2005) zusammengefasst. Diese sind zum ersten die Schwächung von Signalrauschen, das durch die Anwendung von Gradientenoperatoren nur verstärkt wird. Darüber hinaus vermindert eine Glättung die Effekte einer Unterabtastung. Weiterhin sind endliche Differenzenoperatoren im Bereich niedriger Frequenzen genauer. Hohe Frequenzen werden durch die Glättung herausgefiltert.

Um die Ungenauigkeiten herkömmlicher separierbarer Differenzenoperatoren bei der Berechnung mehrdimensionaler Gradienten zu vermindern, wird bei Simoncelli (1994) die Entwicklung alternativer geeigneter Filterkerne beschrieben. Die dort entworfenen komplementär zu verwendenden Glättungs- und Ableitungs-Filter haben die Eigenschaft, dass die Frequenzeigenschaften von Glättungs- und Ableitungsfiltern noch besser aufeinander abgestimmt sind.

### 4.5.3. Gitterverfeinerung

Aufgrund der differentiellen Natur von Gleichung 4.20 gilt die Helligkeits-Erhaltungsgleichung nicht mehr, wenn große Bewegungen innerhalb eines Zeitschritts auftreten. Aus diesem Grund wird ein linearisierter Differenzen-Ansatz mit einer Grob-zu-Fein-Strategie bzw. einer hierarchischen Bewegungsschätzung verwendet. Die Realisierung eines solchen mehrskaligen hierarchischen Ansatzes wird von Bergen et al. (1992) beschrieben. Unter der Annahme, dass die Gradientengleichung auch in der niedrigsten Auflösung gilt, werden große Bewegungen bei niedrigeren Bildauflösungen ermittelt. Die groben Bewegungsschätzungen werden dann schrittweise bei zunehmender Bildauflösung verfeinert. Dazu ist es zunächst notwendig, vom Originalbildmaterial eine mehrskalige Repräsentation der Abbildungen mit schrittweise sinkender Auflösung zu erzeugen. Ausgehend von der Schätzung des Geschwindigkeitsfeldes bei einer gröberen Auflösung ist es dann notwendig, die Bilder des vorliegenden Bildstapels in der aktuellen Auflösungsebene um das ermittelte Verschiebungsfeld zu korrigieren. Eine auf den so modifizierten Bildstapel angewandte Bewegungsschätzung liefert nun eine Verschiebungsfeldifferenz  $\Delta\delta\mathbf{x}$  in den Bildern der nun feineren Auflösung. Diese Differenz ist mit der groben Schätzung zu kombinieren.

$$\delta\mathbf{x}^l = 2\delta\mathbf{x}^{l+1} + \Delta\delta\mathbf{x}^l \text{ mit} \quad [4.24]$$

$$\nabla I(x + 2\delta\mathbf{x}^{l+1}, t + \delta t) \Delta\delta\mathbf{x}^{l+1} + I(x + 2\delta\mathbf{x}^{l+1}, t + \delta t) - I(x, t). \quad [4.25]$$

Im letzten Schritt der Grob-zu-fein-Verbesserung werden die aktuellen Bewegungsschätzungen den jeweils nächstfeineren Auflösungsebenen durch Skalierung in geeigneter Weise bereitgestellt und dienen dort als Ausgangspunkt der weiteren Bewegungsschätzung (Mitiche, Bouthemy, 1996).

## Kapitel 5

# Experimentelle Untersuchung der Erstarrungsvorgänge in binären Metalllegierungen

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der experimentellen Untersuchung der Erstarrungsvorgänge in binären Metalllegierungen beschrieben. Zunächst ist ein geeignetes Legierungssystem ausgewählt worden. Die für die experimentellen Untersuchungen notwendigen Methoden und Verfahren wurden implementiert und validiert. Effiziente und angepasste Strategien der Messdatenauswertung wurden erarbeitet, um Kenntniss über das Strömungsfeld, die Schmelzenzusammensetzung und die Gestalt der Erstarrungsfront während der Erstarrung zu gewinnen. Experimente zur Untersuchung des Einflusses der Schmelzenströmung im Fall natürlicher und erzwungener Konvektion wurden durchgeführt.

### 5.1. Auswahl der Modelllegierung

Die Röntgenbildgebung beruht auf der Schwächung eines Röntgenstrahlenbündels durch Wechselwirkung der Röntgenphotonen mit den Atomen des zu untersuchenden durchstrahlten Objekts. Im Röntgenbild wird dann die Verteilung der die Röntgenstrahlen absorbierenden Materie im Objekt sichtbar. Ohne signifikante lokale Unterschiede des Absorptionsverhaltens im Objekt liefert das Röntgenbild keine Informationen über den inneren Aufbau des Objekts. Im Hinblick auf die Untersuchung von Erstarrungsvorgängen eignen sich daher nur solche Legierungssysteme für die Röntgenbildgebung, deren lokale Zusammensetzung sich im Röntgenbild durch gute Kontraste widerspiegelt. Bildkontrast entsteht zum Beispiel durch lokale Unterschiede der Dichte oder der Zusammensetzung. Bei der Erstarrung von nicht-eutektischen Metalllegierungen mit unterschiedlichen Löslichkeiten im festen und flüssigen Zustand kommt es während der Erstarrung zur lokalen Entmischung der Legierungskomponenten und damit zur lokalen Änderung der Schmelzenzusammensetzung (siehe Abschnitt 2.1). Besitzen die Legierungskomponenten unterschiedliche Schwächungs-

eigenschaften, dann kann der Entmischungsvorgang radiographisch in-situ beobachtet werden.

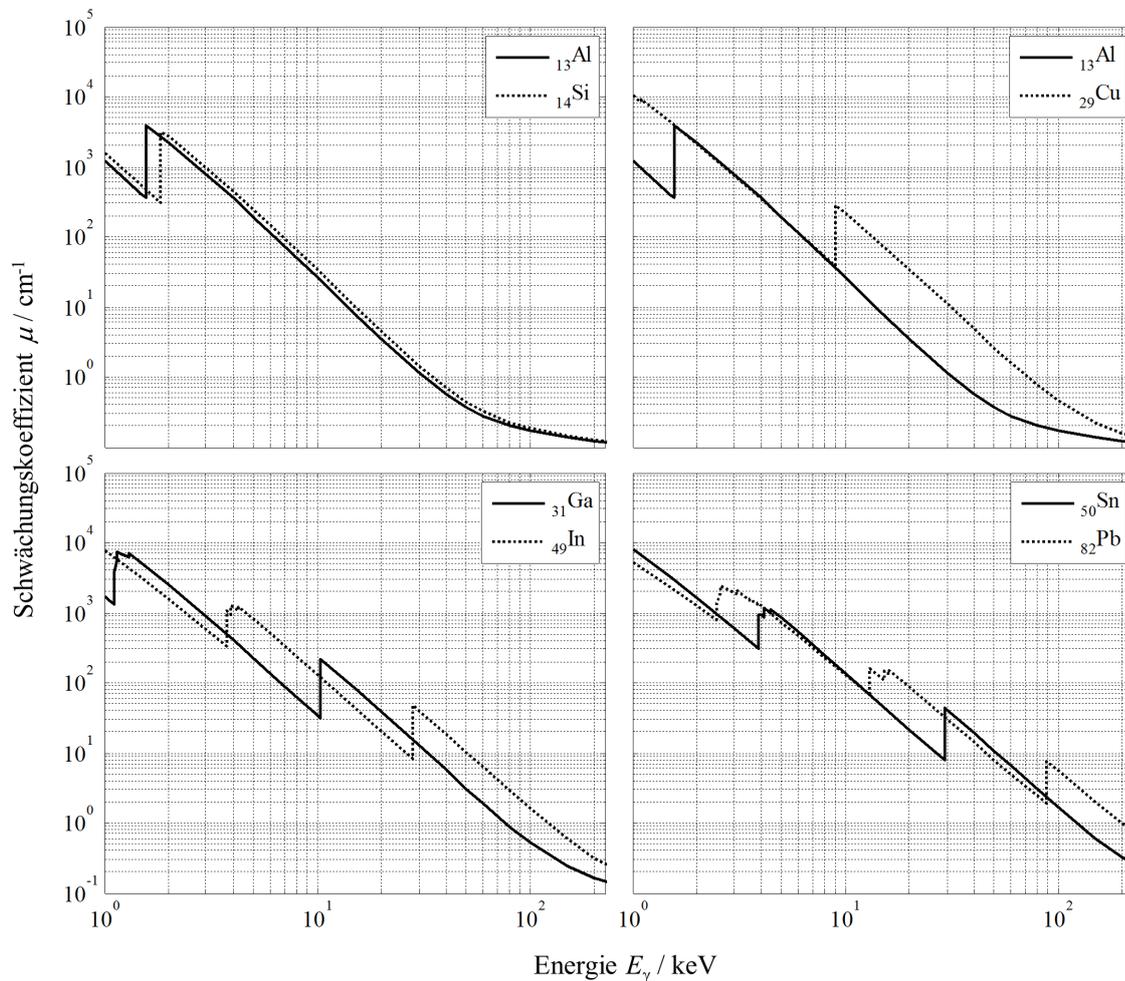


Abbildung 5.1 Lineare totale Schwächungskoeffizienten ausgewählter Metalle bei Raumtemperatur nach Berger et al. (2005).

Die Schwächungskoeffizienten der Elemente von vier ausgewählten binären Metalllegierungen sind in Abbildung 5.1 dargestellt. Diese Legierungen besitzen unterschiedliche Löslichkeiten im festen und flüssigen Zustand, so dass sich deren Komponenten während der Erstarrung voneinander trennen. Die hier dargestellten Schwächungskoeffizienten basieren auf den tabellierten spezifischen Massenschwächungskoeffizienten von Berger et al. (2005) und den Materialdichten bei Raumtemperatur. Für das Legierungssystem Aluminium-Silizium (Al-Si) sind die Schwächungskoeffizienten der Legierungskomponenten im röntgendiagnostisch relevanten Energiebereich von 20 keV bis

etwa 200 keV nahezu identisch. Es ist kein Bildkontrast zwischen den beiden Legierungselementen zu erwarten. Dieses Legierungssystem eignet sich deshalb nicht für die in-situ Röntgenbild-Untersuchung. Die Schwächungskoeffizienten der Elemente der Aluminium-Kupfer-Legierung (Al-Cu) zeigen dagegen über dem gesamten relevanten Energiebereich deutliche Unterschiede. Die voneinander separierten Legierungsanteile werden sich in einem Röntgenbild stark voneinander abheben. Für das System Gallium-Indium (Ga-In) sind deutliche Unterschiede der Schwächungskoeffizienten der Legierungselemente nur im Energiebereich von  $E = 4$  bis 10 keV und oberhalb von  $E = 28$  keV zu finden. Der Schwächungskoeffizient von Indium ist dort größer als der von Gallium. Dagegen liegen im Energiebereich von  $E = 10$  bis 28 keV umgekehrte Schwächungsverhältnisse vor. Indium ist für Röntgenphotonen in diesem Energiebereich transparenter als Gallium, der Abstand zwischen beiden Koeffizienten ist aber gering. Für das Legierungssystem Blei und Zinn (Pb-Sn) findet man eine deutliche Differenz in den Schwächungskoeffizienten der Legierungskomponenten für Röntgenenergien zwischen 15 keV und 29 keV und oberhalb von 88 keV, nicht aber im Bereich von 29 keV und 88 keV.

Für eine röntgenradiographische Visualisierung mit einem ideal monochromatischen Röntgenstrahl kann anhand Abbildung 5.1 eine geeignete Energie gewählt werden, bei der ein maximaler Bildkontrast zu erwarten wäre. Tatsächlich liefert aber ein Mikrofokus-Röntgenstrahler einen polyenergetischen Röntgenstrahl mit einer breiten spektralen Energieverteilung. Deshalb muss der tatsächlich zu erwartende Bildkontrast in den zu erzeugenden Röntgenbildern anhand des gesamten Energiesspektrums des Röntgenstrahls geprüft werden. Die Energieverteilung im Röntgenstrahl in Abhängigkeit von der gewählten Röhrenspannung ist aus der Literatur bekannt (z. B. Hammersberg et al., 1998). Zur Abschätzung des zu erwartenden Bildkontrastes zwischen beiden Legierungskomponenten kann unter Berücksichtigung der energieabhängigen Detektoreffizienz die zu erwartende Änderung des Messsignals am Ausgang eines Röntgendetektors für eine gewählte Änderung der lokalen Zusammensetzung der Legierung bei verschiedenen Röntgenröhrenspannungen berechnet werden. Vereinfachend wird angenommen, dass sich das Messsignal aus der integralen Summe über das gesamte Spektrum des Röntgenstrahls der energieabhängigen Intensitäten der die Legierung durchdringenden und im Detektor absorbierten Röntgenphotonen ergibt,

$$I \sim \int_0^{E_{\max}} I_0(E) \cdot \left( \exp\{-\mu_{Leg}(c, \rho, E)d_{Leg}\} \right) \cdot \left( 1 - \exp\{-\mu_{Det}(E)d_{Det}\} \right) \cdot dE. \quad [5.1]$$

Dabei ist  $I_0$  die energieabhängige Intensität des von der Quelle erzeugten Röntgenstrahls, und  $\mu \cdot d$  bezeichnet das Produkt des Schwächungskoeffizienten mit der Dicke der durchstrahlten Legierung („Leg“) bzw. des Detektors („Det“), ebenfalls mit ihrer Abhängigkeit von der Energie der Photonen. Die Schwächungseigenschaften der Legierung sind neben der Energieabhängigkeit eine Funktion der Legierungszusammensetzung, welche durch die Konzentration  $c$  einer Legierungskomponente beschrieben wird, und ihrer Dichte  $\rho$ . Die angenommene konstante Gesamtverstärkung des Detektorsystems wird hier vernachlässigt, so dass Gleichung 5.1 lediglich ein proportionales Verhalten der Intensität vom rechten Teil der Gleichung darstellt. Im Folgenden werden nur relative Messsignaländerungen  $P$  betrachtet,

$$P = \frac{I - I_{ref}}{I_{ref}} = \frac{\Delta I}{I_{ref}} = \frac{I}{I_{ref}} - 1. \quad [5.2]$$

Darin bezeichnet  $I_{ref}$  das Messsignal proportional zur Intensität eines Röntgenstrahls bei der Durchstrahlung einer Metalllegierung mit einer bekannten initialen Referenz-Zusammensetzung mit der Konzentration  $c_{ref}$ . Ändert sich die Zusammensetzung der Schmelze, dann wird das Signal  $I$  gemessen.

Die relative Signal- bzw. Helligkeitsänderung  $P$  repräsentiert nur Änderungen gegenüber einem Anfangszustand. Damit werden systematische Bildfehler, die aus lokalen Schwankungen der Verstärkungsfaktoren bzw. Effizienzen der einzelnen Bildpunkt-detektorelemente, aber auch aus geringfügigen Unzulänglichkeiten des experimentellen Aufbaus, wie zum Beispiel kleiner Schwankungen der Dicke der Wand der Erstarrungszellen oder lokalen Schwankungen der Strahlhelligkeit resultieren, im Bild unterdrückt. Es wird angenommen, dass sich das Messsignal  $I$  eines Röntgendetektors wie in Gleichung 5.1 zumindest im Bereich kleiner Änderungen des Messsignals linear zur Intensität des Röntgenstrahls  $I_0$  verhält.

Für die Auswahl einer geeigneten Metalllegierung wurden die Empfindlichkeit des Messsystems bei kleinen Änderungen der Zusammensetzung der oben genannten binären Metalllegierungen betrachtet. Dazu wurde die zu erwartenden Signal- bzw. Helligkeitsänderung  $P$  am Detektorausgang theoretisch berechnet. Die initiale Zusammensetzung der Legierungen soll zu gleichen Teilen aus beiden Legierungselementen bestehen. Das qualitative Ergebnis der Betrachtung bleibt bei anderen Zusammensetzungen gleich. Es wurde eine kleine Änderung der Zusammensetzung um  $\Delta c = c - c_{ref} = 1,0$  Gew.-% betrachtet. Zusätzlich wurde angenommen, dass sich die Metalllegierungen im 200  $\mu\text{m}$  breiten Spalt

eines Quarzglasgefäßes ( $\text{SiO}_2$ ) mit jeweils 2 mm Wandstärke (4 mm Gesamtglasstärke) befinden. Verschiedene Filtermaterialien im Strahlengang zur Aufhärtung des Röntgenstrahls wurden betrachtet. Als primärer Detektor wurde ein 500  $\mu\text{m}$  dicker CsI-Leuchtschirm angenommen. Die theoretische Strahlerleistung wurde so gewählt, dass die mittlere Helligkeit am Detektorausgang für alle Legierungen bei  $c_{\text{ref}}$  gleich sei. Das Ergebnis der sich ergebenden relativen Änderung des Messsignals in Abhängigkeit von der verwendeten Beschleunigungsspannung des Röntgenstrahlers, also der Empfindlichkeit, ist in Abbildung 5.2 dargestellt. Für die Aluminium-Kupfer- und die Blei-Zinn-Legierung ergeben sich hohe Empfindlichkeiten, also sehr gute Detektierbarkeiten der veränderten Schmelzenzusammensetzung, bei niedrigen Röhrensparnungen. Filtert man den weichen Strahlenanteil durch die Platzierung eines 20 mm starken Kupferfilters im Strahlengang aus dem Strahl heraus, dann verbessert sich die Empfindlichkeit für Konzentrationsänderungen in der Blei-Zinn-Legierung bei hohen Röhrensparnungen. Die Unterschiede im Schwächungskoeffizient oberhalb der K-Kante im Schwächungsspektrum von Blei bei 88 keV werden dann wirksam. Die Gallium-Indium-Legierung zeigt ein deutliches Maximum der Änderung der detektierten relativen Strahlenintensität bei Änderung der Legierungszusammensetzung bei einer Röhrensparnung von etwa 50 kV. Dieses Maximum stellt hier ein optimales Ergebnis dar. Zwar erreichen die anderen genannten Legierungen ebenso hohe und höhere relative Signaländerungen, aber bei Röhrensparnungen von zum Teil deutlich unter 50 kV. In diesem Bereich ist die Detektoreffizienz gering. Weiterhin wird der Röntgenstrahl in der Blei-Zinn-Legierung erheblich geschwächt. Damit muss von dem Strahler eine höhere Strahlenintensität abgegeben werden, um ein der Durchstrahlung der Gallium-Indium-Legierung vergleichbares mittleres Messsignal am Detektor zu erhalten. Das ist bei gleicher Röhrensparnung nur mit erhöhter Strahlerleistung erreichbar. Das führt praktisch zu größeren Brennfleckgrößen im Strahler und zur deutlichen Reduktion der Ortsauflösung des röntgenbildgebenden Systems. Ein Mikrofokusbetrieb ist dann nicht mehr gegeben. Das gilt auch, wenn zusätzliche Filter in den Strahlengang gebracht werden, welche wesentliche Teile der Nutzstrahlintensität absorbieren. Ergebnis dieser Abschätzung ist, dass für die Gallium-Indium-Legierung ein gutes Auflösungsvermögen für Änderungen der Schmelzenzusammensetzung ohne zusätzliche Filter für solche Röhrensparnungen erreicht wird, bei denen der Röntgenstrahl effizient abgetastet werden kann und bei denen der Strahler bei niedriger Strahlerleistung im Mikrofokusbetrieb betrieben werden kann. Für andere initiale Legierungszusammensetzungen ändert sich die Empfindlichkeit der Auflösung von Konzentrationsänderungen in Abhängigkeit von der Röhrensparnung nur geringfügig.

Die Abhängigkeit des Konzentrationsauflösungsvermögens von der Röhrenspannung ist in Abbildung 5.3 dargestellt. Betrachtet wurde das Legierungssystem Gallium-Indium. Ausgehend von einer initialen Zusammensetzung von  $c_{\text{ref}} = 30$  Gew.-% Indium ist hier die zu erwartende relative Änderung des Messsignals nach Gleichung 5.1 für verschiedene Zusammensetzungen der Gallium-Indium-Legierung im Bereich bis zum Eutektikum von  $c = 21,4$  Gew.-% Indium und bis zum reinen Indium gezeigt. Dargestellt wird der Funktionsverlauf für ausgewählte Röhrenspannungen. Je größer der Anstieg der Kurve, desto besser ist dort das Auflösungsvermögen des Messsystems für Änderungen der Schmelzenzusammensetzung. Ein maximaler Anstieg der Kurven in der Nähe der initialen Zusammensetzung ist für  $U = 50$  kV zu finden. Dies bestätigt die bereits zuvor gefundene optimale Röhrenspannung für diese Legierung. Für niedrigere Röhrenspannungen kommt es zunächst zu einem Abfall des Kurvenanstiegs und schließlich zu einer Vorzeichenumkehr bei  $U = 40$  kV und  $U = 30$  kV. Auch für höhere Röhrenspannungen nehmen die Anstiege der Kurven und damit das Kontrastaufklärungsvermögen ab ( $U = 70$  kV,  $U = 120$  kV).

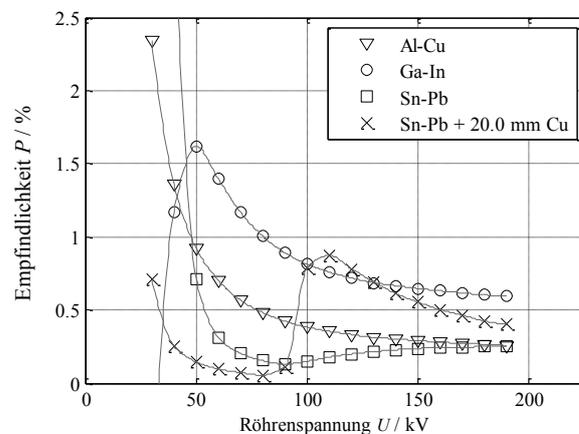


Abbildung 5.2 Abschätzung der zu erwartenden Änderung des Signals am Detektorausgang (Empfindlichkeit) bei Änderung der Zusammensetzung um 1 Gew.-% für das Durchleuchteten einer binären Metalllegierung mit einer initialen Zusammensetzung der Legierungskomponenten von 50:50. Es wird angenommen, dass sich die Legierung im 200  $\mu\text{m}$  breiten Spalt zwischen zwei je 2 mm dicken Quarzglas-( $\text{SiO}_2$ )-Scheiben befindet. Als primäre Detektorstufe wurde ein 500  $\mu\text{m}$  dicker CsI-Leuchtschirm angenommen. Die Strahlerleistung wurde so gewählt, dass die mittlere Helligkeit am Detektorausgang für alle Legierungen bei  $c_{\text{ref}}$  und Röhrenspannungen gleich sei. Die Gallium-Indium-Legierung zeigt ein ausgeprägtes Maximum der beobachtbaren relativen Signaländerung in einem Energiebereich, welcher noch einen Mikrofokusbetrieb ermöglicht.

Das Ergebnis zeigt auch, dass kein linearer Zusammenhang zwischen der Zusammensetzung der Legierung und der zu erwartenden Messsignaländerung besteht. Dies ist mit dem Effekt der Strahlaufhärtung zu erklären. Mit zunehmendem Indium-Anteil der Legierung kommt es

zu einer verstärkten Absorption von niedrigenergetischen Röntgenphotonen und die Strahlung wird insgesamt härter. Da mit zunehmender Strahlungsenergie die Schwächungskoeffizienten sinken, reduziert sich dort auch die Sensitivität von Intensitätsmessungen gegenüber von Konzentrationsänderungen, die Kurven flachen ab.

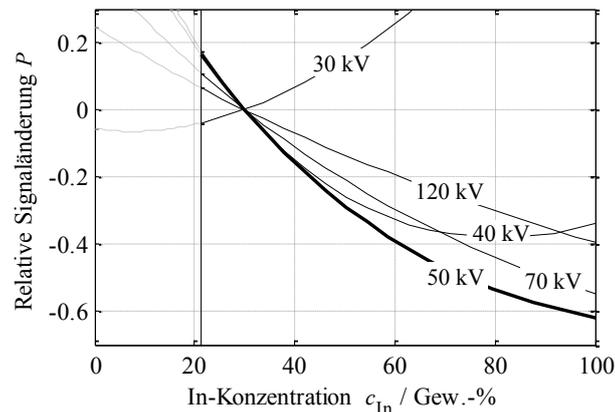


Abbildung 5.3 Abschätzung der zu erwartenden relativen Signaländerung  $P$  bei Änderung der Legierungszusammensetzung von  $c_{\text{ref}}$  nach  $c_{\text{In}}$  am Ausgang eines Röntgendetektors bei Durchleuchtung einer Gallium-Indium-Metallegierung im 200  $\mu\text{m}$  breiten Spalt einer aus zwei je 2 mm dicken Quarzglasplatten bestehenden Erstarrungszelle mittels eines Mikrofokus-Röntgenstrahlers. Die initiale Zusammensetzung soll  $c_{\text{ref}} = 30$  Gew.-% Indium betragen. Alle Dichten werden als konstant angenommen. Es ergibt sich eine maximale Sensitivität für Röhrenspannungen von 50 kV. Für niedrige Strahlerenergien, hier bei 30 kV, kommt es zu einer Umkehr des Bildkontrasts (negativer Anstieg der Kurve).

## 5.2. Versuchsaufbau

### 5.2.1. Die Legierung Gallium-Indium

Für die Untersuchungen zum Erstarrungsverhalten binärer Metallegierungen wurde die Legierung Gallium-Indium gewählt. Diese Legierung eignet sich, wie gezeigt, aufgrund des zu erwartenden guten Konzentrationsauflösungsvermögens bei der Visualisierung für in-situ Untersuchungen mit Mikrofokus-Röntgenbildgebung. Abbildung 5.4 zeigt das Zustandsdiagramm für diese Legierungen. Dieses Zustandsdiagramm ist vom Typ eines Systems mit vollständiger Mischbarkeit der Komponenten im flüssigen Zustand und teilweiser Mischbarkeit im festen Zustand. Die Legierungszusammensetzung im eutektischen Punkt der Legierung beträgt 78,6 Gew.-% Gallium und 21,4 Gew.-% Indium, die eutektische Temperatur  $T_E$  beträgt 15,3°C.

Tabelle 5.1 stellt die aus dem Zustandsdiagramm entnommenen Liquidus- und Solidustemperaturen für verschiedene nicht-eutektische Legierungszusammensetzungen dar.

Für die betrachteten Legierungszusammensetzungen entspricht die Solidustemperatur der eutektischen Temperatur.

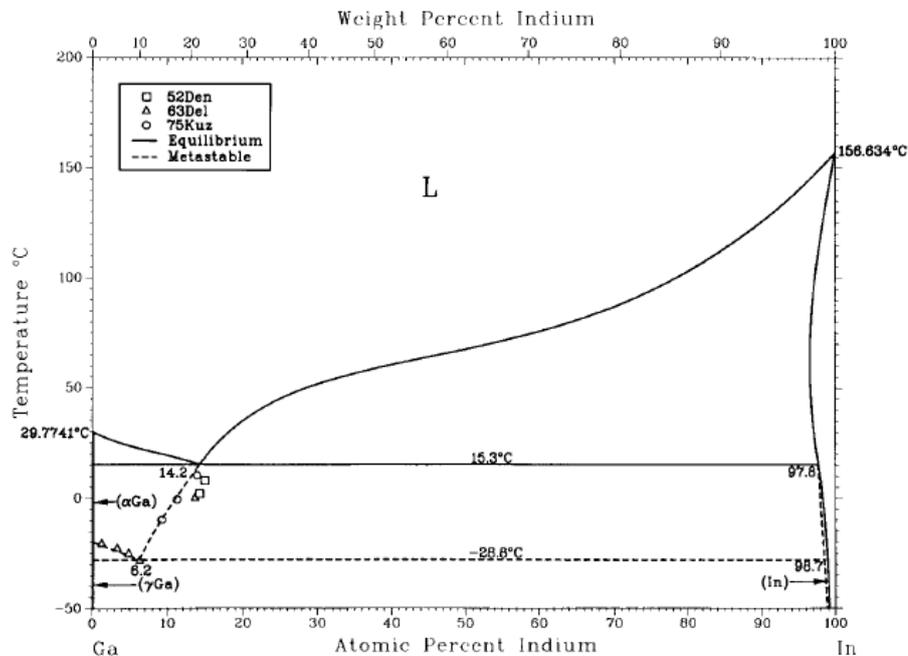


Abbildung 5.4 Das Phasendiagramm des Zweistoffsystems Gallium-Indium (Anderson, Ansara 1991).

Während Indium ein normales Verhalten bei der Erstarrung aufweist, zeigt Gallium beim Übergang von der flüssigen zur festen Phase eine Anomalie, sein Volumen vergrößert sich. Die Dichten der reinen Komponenten in beiden Zuständen an ihrem Schmelzpunkt sind in Tabelle 5.2 dargestellt. Die Dichten bei einer Temperatur  $T$  oberhalb der Schmelztemperatur können abgeschätzt werden,

$$\rho(T) = \rho_m + \frac{\partial \rho}{\partial T} (T - T_m), \quad [5.3]$$

wobei  $\rho_m$  die Dichte am Schmelzpunkt  $T_m$  ist. Der Koeffizient der Dichteänderung  $\partial \rho / \partial T$  ist ebenfalls in Tabelle 5.2 dargestellt.

Die Dichten von Ga-In Legierungen verschiedener Zusammensetzungen sind von Predel und Emam (1969) untersucht worden. Das System Ga-In zeigt eine Entmischungstendenz mit positiven Überschussvolumina.

Tabelle 5.1 Liquidus- und Solidustemperaturen für verschiedene Zusammensetzungen einer Gallium-Indium (Ga-In) Legierung nach Abbildung 5.4.

Zusammensetzung	$T_{\text{Solidus}}$	$T_{\text{Liquidus}}$
Ga – 10 Gew.-% In	15,3°C	22,4°C
Ga – 25 Gew.-% In		24,8°C
Ga – 30 Gew.-% In		35,8°C

Tabelle 5.2 Dichte von flüssigem und festem Gallium (Ga) und Indium (In)  $\rho_m$  und  $\rho_s$  am Schmelzpunkt  $T_m$  (Richards, Boyer, 1921; Williams, Miller, 1950) und die daraus resultierende Volumenänderung  $\Delta V_s$  während der Erstarrung, und der Dichteänderungskoeffizient der Schmelzen (Brandes, Brook, 1998).

	$T_m / ^\circ\text{C}$	$\rho_s / \text{g/cm}^3$	$\rho_m / \text{g/cm}^3$	$\Delta V_s / \%$	$-\partial\rho/\partial T / 10^{-4} \text{ g}/(\text{cm}^3\text{K})$
Ga	29,7	5,90	6,09	3,2	5,6
In	156,5	7,21	7,03	-2,5	6,8

### 5.2.2. Erstarrungszelle

Die Versuche zu den Erstarrungsvorgängen in Gallium-Indium-Legierungen wurden in dafür anzufertigenden Erstarrungszellen durchgeführt. Diese Erstarrungszellen haben die Aufgabe, die schmelzflüssige Legierung aufzunehmen und durch Kontakt mit geeigneten Heiz- und Kühlelementen die thermischen Randbedingungen des Erstarrungsprozesses einzustellen. Bereits früher sind Erstarrungszellen für ähnliche Untersuchungen in transparenten organischen und intransparenten metallischen Legierungen verwendet worden (Hunt et al., 1966; Lee, Hunt, 1997; Utter et al., 2005).

Die hier verwendete Erstarrungszelle (Küvette) ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Die Küvette besteht im Wesentlichen aus zwei 2 mm dicken Quarzglasscheiben, welche an ihren Rändern miteinander verschmolzen sind. An den zwei sich gegenüberliegenden schmalen Seiten der Küvetten befinden sich Einfüllstutzen aus Quarzglasrohr. Der Abstand zwischen den Quarzglasscheiben beträgt zwischen 100  $\mu\text{m}$  und 250  $\mu\text{m}$  und bildet so das Innenvolumen der Küvetten. Die sich zu den Einfüllstutzen hin verjüngende Form des Frontalschnitts dieser Quarzglasgefäße unterstützt den Einfüllvorgang des flüssigen Metalls. Die Breite des Innenvolumens beträgt etwa 28 mm, die maximale Länge zwischen den Einfüllstutzen beträgt etwa 35 mm.

Zum Befüllen der Küvette werden die Ga-In-Legierungen durch Erhitzen auf Temperaturen deutlich oberhalb der Liquidustemperatur vollständig zum Schmelzen gebracht. Mittels eines durch einen Kolbenhub erzeugten Unterdrucks am oberen Einfüllstutzen wird dann die flüssige Schmelze durch den unteren Stutzen in das Innenvolumen der Küvette gesogen. Der Einschluss von Luftblasen in die Küvette kann so gut verhindert werden (Abbildung 5.6). Nach dem Befüllen der Küvette werden die Einfüllstutzen endgültig verschlossen. Aufgrund der wirkenden Kapillarkräfte ist das Entleeren und erneute Befüllen der Küvetten nicht praktikabel.

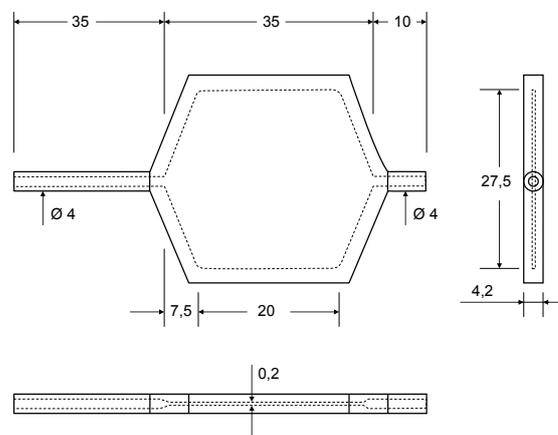


Abbildung 5.5 Schematische Zeichnung einer hier verwendeten Erstarrungszelle (Küvette) mit einer Spaltweite von 200  $\mu\text{m}$ .

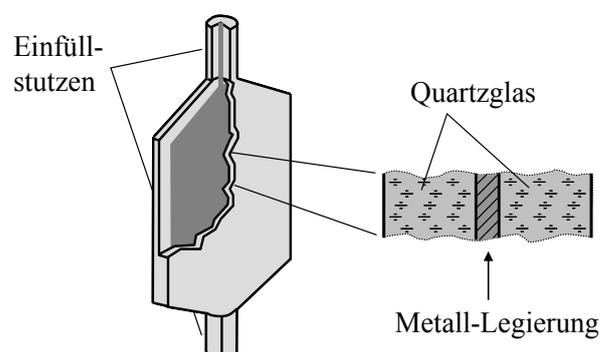


Abbildung 5.6 Schematische Darstellung einer aufgebrochenen gefüllten Quarzglasküvette. Die Metalllegierung wird durch die Einfüllstutzen in den 100 bis 250  $\mu\text{m}$  breiten Spalt zwischen den zwei miteinander verschmolzenen Quarzglasplatten eingefüllt, bevor die Stutzen der Küvette endgültig verschlossen werden.

Für die Untersuchung gerichteter Erstarrungsvorgänge ist es notwendig, der erkaltenden Schmelze einen Temperaturgradienten aufzuprägen. Dazu werden zwei verschiedene Kombinationen von Heiz- und Kühlelementen an der metallgefüllten Quarzglas-Küvette eingesetzt. Abbildung 5.7a zeigt schematisch eine solche Kombination. Die Schmelze in der oberen Hälfte der Küvette wird durch einen gebündelten Infrarotstrahl einer Wolfram-Halogen-Lampe (64635 HLX, Osram) erhitzt und aufgeschmolzen. Der untere Teil der Küvette ist in Kontakt mit einem Kühlkörper aus Kupfer. Die Temperatur eines den Kühlkörper durchströmenden Kühlmediums kann durch einen Thermostaten geregelt werden. Damit wird sowohl das Heizen als auch das Kühlen des Küvettenbodens ermöglicht.

Präziser lassen sich die thermischen Randbedingungen jedoch durch den Einsatz von Peltier-Elementen einstellen. Eine solche Kombination ist in Abbildung 5.7b schematisch dargestellt. Der obere und untere Bereich der mit der Metalllegierung gefüllten Küvette ist in direktem Kontakt mit linearen Anordnungen aus je einem Peltier-Element und einem Kühlkörper aus Kupfer. Die Temperatur der die Kühlkörper durchströmenden Flüssigkeit wird mittels eines Thermostaten geregelt. Damit kann die Temperatur der Kühlkörper näherungsweise isotherm konstant gehalten werden. Ein elektrischer Stromfluss durch die Peltier-Elemente transportiert Wärme von der Quarzglas-Küvette weg oder zu ihr hin. Die Transportrichtung der Wärme kann durch Invertieren der Stromflussrichtung umgekehrt werden. Durch geeignete Ansteuerung der Peltier-Elemente ist die Wärmebilanz in der Küvette steuer- und regelbar. Dazu ist eine geeignete Instrumentierung der Temperaturen in bzw. auf den Glasküvetten notwendig.

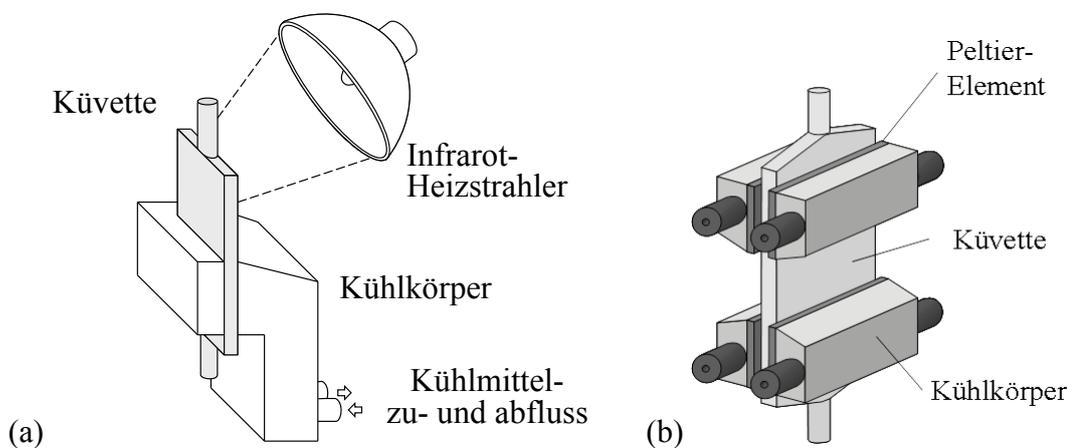


Abbildung 5.7 Schematische Darstellung zweier verwendeter Versuchsanordnungen.

Weiterhin ist die Möglichkeit gegeben, in der sich in der Küvette befindlichen Metallschmelze eine Strömungen anzufachen oder zu unterdrücken. Damit sollen

Strömungsphänomene, insbesondere der Einfluss einer Schmelzenströmung auf das sich entwickelnde Gefüge, untersucht werden. Dazu wird hier eine mechanische elektromagnetische Induktionspumpe (Buceniaks, 2003) bestehend aus einem rotierenden Doppelrad aus zwei Stahlscheiben, die an den sich zugewandten Flächen mit einer Anordnung von Neodym-Eisen-Bor- (NdFeB) Permanentmagneten mit alternierender Polarität bestückt sind, verwendet. Das obere Ende der Küvette befindet sich im Luftspalt (Breite 7 mm) zwischen den rotierenden Scheiben (Abbildung 5.8). Ausschließlich im Bereich zwischen den beiden Rädern wird die Küvette dem Magnetfeld ausgesetzt. Außerhalb des Luftspalts, wie zum Beispiel im Bereich der zu beobachtenden Erstarrungsfront, ist der magnetische Fluss vernachlässigbar gering. Eine Rotation dieses „Magnetrads“ induziert Lorentzkräfte in der leitfähigen metallischen Schmelze und treibt so eine Strömung in der flüssigen Schmelze an.

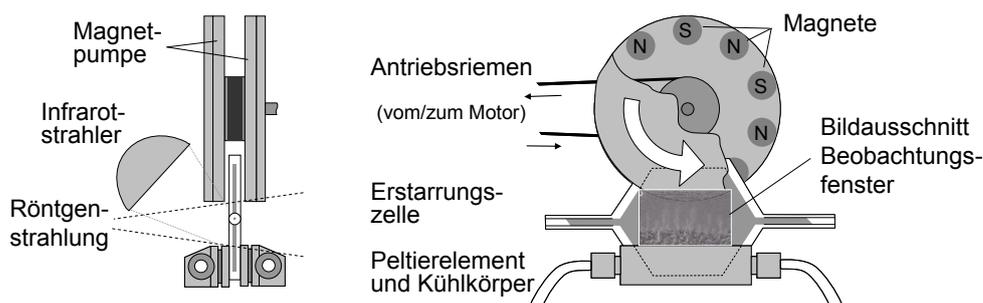


Abbildung 5.8 Schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus mit Magnetpumpe zur Beeinflussung der Strömung der flüssigen Metalllegierung in der Erstarrungszelle (Küvette).

### 5.2.3. Versuchsdurchführung

Die Erstarrungsexperimente werden wie folgt durchgeführt. Zunächst wird die Metalllegierung in der abgeschlossenen Küvette aufgeschmolzen und über ihre Liquidustemperatur erhitzt. Dazu werden je nach experimenteller Anordnung der Infrarotstrahler und/oder die Peltierelemente genutzt. Der Heizvorgang wird dabei mittels der Echtzeit-Röntgenbildgebung beobachtet, um am Ende des Heizvorgangs ein komplettes Aufschmelzen und eine homogene Materialverteilung in der Küvette zu garantieren. Dazu wird angenommen, dass eine homogene Schmelze erreicht ist, wenn die transienten Änderungen der lokalen Bildhelligkeit aufgrund von Konzentrationsschwankungen in der Schmelze verschwunden sind. Von diesem homogenen Zustand der Schmelze wird ein radiographisches Referenzbild angefertigt. Es wird dabei darauf geachtet, dass durch die Wahl einer ausreichend langen Integrationszeit der Rauschanteil am Referenzsignal vernachlässigbar niedrig gehalten wird.

Nachdem die Legierung vollständig aufgeschmolzen ist und sich die Legierungselemente homogen vermischt haben, wird die Erstarrung der Schmelze eingeleitet. Die Heizleistung des Infrarotstrahlers bzw. der Peltierelemente wird kontinuierlich verringert und schließlich wird mit den Peltierelementen aktiv gekühlt. Dabei wird die Heiz- bzw. Kühlleistung dieser Elemente so geregelt, dass sich an vorher festgelegten Messpunkten, in der Regel an der Oberfläche der Erstarrungszellen, ein gewünschter Temperaturverlauf ergibt. Die Temperaturdifferenzen zwischen zwei Messstellen lassen sich definiert einstellen. Damit ist es möglich, die Erstarrungsprozesse gerichtet ablaufen zu lassen. Der Erstarrungsprozess wird kontinuierlich in Echtzeit beobachtet. In der Regel wird die Bildaufzeichnung gestartet, wenn die Erstarrungsfront den Bildfensterrand erreicht.

### **5.3. Charakterisierung des radiographischen Bildgebungssystems**

#### **5.3.1. Radiographisches Bildgebungssystem**

Für alle Untersuchungen kam als Strahlungsquelle ein mit einem Wolfram-Reflektionstarget ausgestatteter kommerzieller Mikrofokus-Röntgenstrahler (XS225D-OEM, phoenix x-ray, Wunstorf) zum Einsatz. Dieser erzeugt einen divergenten Röntgenstrahl mit einem Öffnungswinkel von etwa  $25^\circ$ . Die maximale Beschleunigungsspannung der Elektronen beträgt 225 kV, der maximale Strom des Elektronenstrahls ergibt sich aus der dem Target maximal zulässig aufzuprägenden Leistung von 320 W. Die Dicke des Berylliumfensters beträgt etwa 500  $\mu\text{m}$ . Der minimale Abstand zwischen dem Brennfleck und einem Objekt, welches sich dann auf der Außenseite des Strahlergehäuses befinden muss, beträgt 4,5 mm.

Weiterhin wurde für die hier beschriebenen Arbeiten eine vorkonfigurierte Röntgenbildverstärker-Einheit (TH9438HX 9“, Thales, Frankreich) mit integriertem CCD-Kamera-Modul (CF8/1 BV-3, Kappa, Deutschland) als Röntgenbilddetektor verwendet. Der Eingangsschirm des Röntgenbildverstärkers besitzt einen Durchmesser von 23 cm. Der eingangsseitige Szintillator ist aus einer gerichtet abgeschiedenen Natrium-dotierten Cäsium-Iodit (CsI:Na)-Schicht aufgebaut. Die integrierte CCD-Kamera erfasst einen rechteckigen Bereich von etwa 17,3 cm x 13,0 cm des Eingangsschirms. Das Ausgangsbild liegt schließlich als hochauflösendes Videosignal mit einer Abtastung von 768 x 576 Bildpunkten bei einer Bildwiederholrate von 25 Hz vor. Dies entspricht einem effektiven eingangsseitigen Bildpunktabstand von etwa 0,225 mm.

Das für die Untersuchung von Erstarrungsvorgängen in Metalllegierungen verwendete radiographische Messsystem ist schematisch in Abbildung 5.9 dargestellt. Ein

Untersuchungsobjekt, welches im Röntgenstrahlenkegel angeordnet ist, wird vom Strahl durchdrungen. Der geschwächte Strahl trifft dann auf den Röntgenbildverstärker, der als Röntgenbilddetektor dient. Im Bildverstärker wird eine zweidimensionale Abbildung der Intensitätsverteilung des Röntgenstrahls erzeugt, welche mittels der CCD-Kamera abgetastet wird. Die mechanische Anordnung dieser Komponenten erlaubt Quell-Detektor-Abstände im Bereich von 500 mm bis 1000 mm. Eine zusätzlich vor dem Bildverstärker angeordnete Blende aus verschiebbaren Bleiblechen verhindert ein Ausleuchten nicht abgetasteter Bereiche des Strahlungswandlers und reduziert so ein ungewolltes Übersprechen auf die resultierenden Abbildungen. Die Blende verhindert zudem Bildartefakte aufgrund von sonst im Detektorgehäuse entstehender Streustrahlung. Die vom Detektor erfasste Fläche besitzt auf der Frontseite des Bildverstärkers eine Größe von etwa 173 mm x 130 mm.

Das von der Kamera erzeugte elektrische Video-Signal wird mittels eines Framegrabbers (FALCON Framegrabber, IDS, Obersulm) digitalisiert. Die Digitalisierungstiefe beträgt 8 Bit bei einer Abtastrate von 50 Halbbildern pro Sekunde. Ein Vollbild besitzt eine Auflösung von 768 Pixel x 576 Pixel.

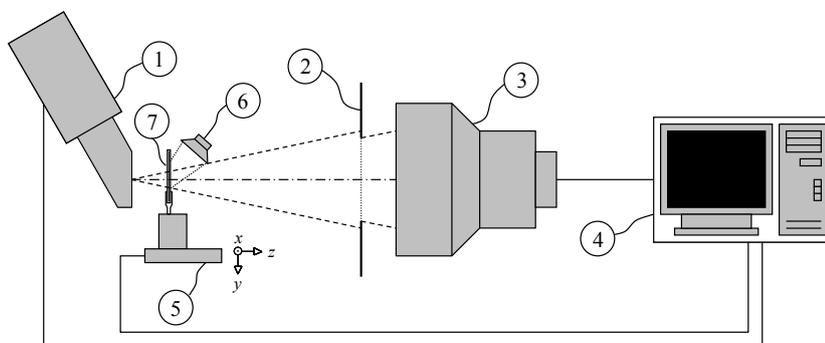


Abbildung 5.9 Schematische Darstellung des radiographischen Messsystems für die Untersuchung von Erstarrungsvorgängen: Mikrofokus-Röntgenstrahler (1), Blei-Blende (2), Röntgenbildverstärker mit integrierter CCD-Kamera (3), Steuer- und Messrechner (4), Verschiebetisch (5). Dargestellt ist weiterhin beispielhaft ein Infrarot-Strahler (6) zum Aufschmelzen einer sich in einer Küvette (7) befindlichen zu untersuchenden Metalllegierung. Der von der Röntgenquelle erzeugte divergente Röntgenstrahl durchdringt die Küvette und trifft auf den Bildverstärker.

Die Position der zu untersuchenden Probe (Erstarrungsexperiment) im Röntgenstrahl wird durch einen rechnergesteuerten motorisierten dreiachsigen Verschiebetisch eingestellt. Die Größe des abzubildenden Bereichs bzw. der Vergrößerungsmaßstab wird durch eine geeignete Auswahl der Abstände zwischen Röntgenstrahler, Probe und Bilddetektor bestimmt. Hohe Vergrößerungen erzielt man durch kleine Abstände zwischen dem Strahler und der Probe.

Für die Messdatenerfassung wurde eine Software entwickelt, die der Ansteuerung des Objektmanipulators (Verschiebetisch, ggf. Drehtisch), des Framegrabbers und der Vorverarbeitung und Abspeicherung der Bilddaten dient. Als Software-Entwicklungsumgebung diente der C++Builder6 (Borland). Der Framegrabber wird softwaremäßig so konfiguriert, dass aufeinanderfolgend digitalisierte Bilddaten ebenfalls aufeinanderfolgend in einen vorher allokierten Bereich des flüchtigen Arbeitsspeichers des Messrechners übertragen werden. Nachdem eine Hälfte des allokierten Speicherbereichs vollständig gefüllt ist, wird automatisch ein Unterprozess zur Vorverarbeitung der dort zwischengespeicherten Daten ausgeführt, während gleichzeitig mit höherer Priorität das Auffüllen des verbliebenen Speicherbereichs mit Bilddaten fortgeführt wird. So wird eine kontinuierliche Datenerfassung realisiert. Die Datenvorverarbeitung umfasst hier das Aufintegrieren von Einzelbildern, um das Signalrauschen zu reduzieren. Es können maximal 256 Echtzeit-Einzelbilder zu einem Summenbild mit 16 Bit Digitalisierungstiefe aufintegriert werden, das entspricht einer maximalen Integrationszeit von etwa 10 Sekunden. Um die anfallenden Datenmengen zu begrenzen, wird nur das Summenbild nach Abschluss des jeweiligen Vorverarbeitungszyklus für die weitere Bilddatenverarbeitung lokal oder auf einem Netzlaufwerk abgespeichert. Gleichzeitig zur Datenverarbeitung wird das Video-Signal am Bildschirm dargestellt, um den jeweils untersuchten Erstarrungsprozess in Echtzeit kontrollieren zu können.

### 5.3.2. Bildentzerrung

Die mit einem Röntgenbildverstärker erzeugten Röntgenbilder sind geometrisch verzerrt (siehe Abschnitt 3.3.2). Vor einer quantitativen Analyse der Röntgenbildsequenzen wurden daher alle Röntgenbilder entsprechend Abschnitt 4.2.2 entzerrt. Die Abbildungsfunktion des bildgebenden Systems wurde mit Hilfe eines Referenzobjektes mit bekannter Geometrie ermittelt.

Als Referenzobjekte eignen sich wohl definierte Anordnungen von präzisen Bohrungen in einem Objekt, Metallisierungen auf Leiterkarten oder Metalldrähten auf einem Rahmen. Das Referenzobjekt muss sich durch hohe Genauigkeiten auszeichnen. Metallisierungen auf Leiterkarten lassen sich kostengünstig und mit ausreichend hoher Präzision herstellen. Sie liefern jedoch gegenüber anderen Referenzobjekten wie beispielsweise Anordnungen von Vollmetallkugeln einen niedrigeren Bildkontrast.

In dieser Arbeit wird zur Ermittlung der Abbildungsfunktion als Referenzobjekt eine flächige Anordnung kreisrunder Kupfer-Metallisierungen (Durchmesser 2,0 mm) im horizontalen und

vertikalen Abstand von je 5,0 mm auf einer Leiterkarte verwendet. Die Ausrichtung der Referenzobjekte erfolgt nahezu parallel zur horizontalen und vertikalen Achse des Bilddetektors. Die radiographische Abbildung erfolgt bei minimaler Vergrößerung.

Zur Bestimmung der Abbildungsfunktion werden die Mittelpunktskordinaten der einzelnen Elemente des Referenzobjekts (kreisrunde Metallisierungen) in den Röntgenbildern ermittelt. Dazu werden die Bilder segmentiert und die lokalen Schwerpunkte der gefundenen abgebildeten kreisrunden Referenzen ermittelt. Dazu werden zunächst die Kanten der Referenzobjekte mittels einer Schwellwert-Binarisierung der absoluten Helligkeitsgradienten im Bild detektiert. Die einzelnen, zusammenhängenden Kantenpixelgruppen werden dann segmentiert. Die Schwerpunktskordinate für jedes ermittelte Segment wird durch Mittelwertbildung der horizontalen und vertikalen Koordinaten aller zum Segment gehörenden Kantenpixel berechnet. Nur teilweise im Röntgenbild abgebildete Referenzobjekte am Bildrand werden durch Vergleich der ermittelten Segmentgrößen automatisch verworfen.

Die wahre geometrische Lagebeziehung der einzelnen Elemente des Referenzobjekts ist bekannt. Zur Ermittlung der Lagebeziehung der Referenzelemente im Röntgenbild werden, ausgehend von dem zum Bildmittelpunkt nächstgelegenen Element, zunächst dessen benachbarte Referenzelemente durch Vergleich der Abstände aller ermittelter Bildsegmente identifiziert. Der wahre Abstand der Elemente im Referenzobjekt ist bekannt. Indem sichergestellt wurde, dass das Referenzobjekt bzw. seine kreisrunden Elemente nahezu achsparallel im Bild ausgerichtet sind, können sukzessive die Lagebeziehung weiterer benachbarter Elemente durch Unterscheidung horizontaler oder vertikaler Inkremente entsprechend durch Einordnung der Winkellagebeziehung in die vier Richtungen ‚Nord‘, ‚Ost‘, ‚Süd‘ und ‚West‘ ermittelt werden. Das Ergebniss der Segmentierung ist in Abbildung 5.10a dargestellt. Die ermittelten Abweichungen der Positionen der Referenzelemente im Röntgenbild von ihrer wahren Lage ist in Abbildung 5.10b dargestellt.

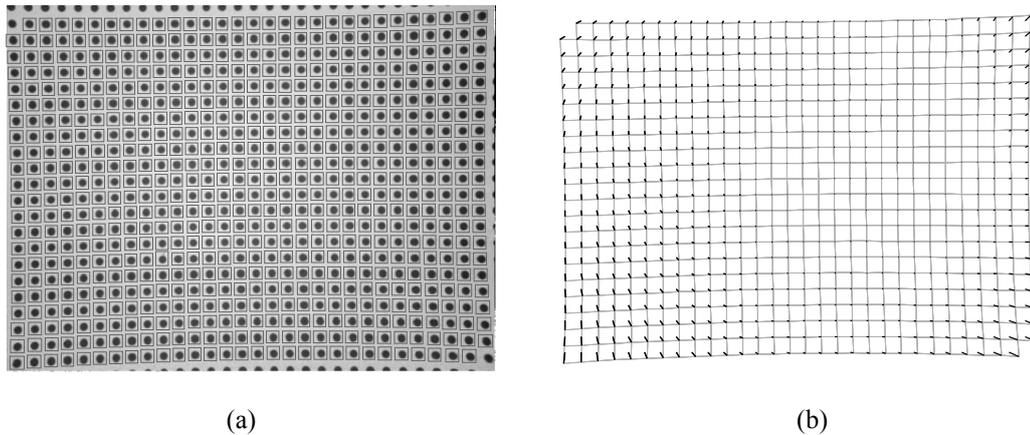


Abbildung 5.10 Sigmoidale- und Kissenverzerrung im Bild eines Röntgenbildverstärkers: (a) Durch Rechtecke sind die mittels Bildverarbeitungsmethoden segmentierten Elemente eines Referenzobjekts in dessen radiographischer Abbildung gekennzeichnet. (b) Die Abweichungen der Lage der entsprechenden Gitterpunkte von ihrer wahren Position sind durch schwarze Balken dargestellt.

Aus den Koordinaten der gemessenen und tatsächlichen Lage der Referenzpunkte  $(x, y)^T$  und  $(x', y')^T$  werden schließlich die Koeffizienten  $p_{ij}$  und  $q_{ij}$  der verzerrenden Abbildungsfunktion,

$$\begin{aligned} x &= \sum_{i=0}^m x'^i \sum_{j=0}^m p_{ij} y'^j \\ y &= \sum_{i=0}^m x'^i \sum_{j=0}^m q_{ij} y'^j \end{aligned} \quad [5.4]$$

mittels der Methode der kleinsten Fehlerquadrate (z. B. Strang, 2007) in einer zweistufigen Iteration ermittelt. Die Koeffizienten werden in der ersten Iteration zunächst nur grob bestimmt. Aus den Termen erster Ordnung wird dann der Winkel geschätzt, unter dem das nicht exakt ausgerichtete Referenzobjekt relativ zu den Bildachsen gedreht ist. Diese Rotation wird dann im zweiten Iterationsschritt berücksichtigt. Zur Rekonstruktion eines korrigierten, unverzerrten Bildes wird für jede unverzerrte Bildpunktcoordinate mittels der Abbildungsfunktion deren verzerrte Position berechnet und der entsprechende Helligkeitswert durch bilineare Interpolation aus dem gemessenen verzerrten Bild ermittelt.

### 5.3.3. Räumliches Auflösungsvermögen

Zur Bestimmung des räumlichen Auflösungsvermögens wurde die Modulationsübertragungsfunktion (MÜF) des röntgenbildgebenden Systems durch Messung der Kantensprungantworten für eine Referenzobjekt ermittelt.

Zur Bestimmung der Kantenspreizfunktion wird die Kante einer Goldfolien-Schlitzblende (MAXTAFORM, 1 mm x 0,2 mm) verwendet. Die Dicke der Folie beträgt etwa 25  $\mu\text{m}$ . Trotz der guten Schwächungseigenschaften von Gold ist aufgrund der geringen Dicke der Folie kein sehr starker Absorptionskontrast zu erwarten, jedoch gewährleisten solche Schlitzblenden einen präzisen Kantenverlauf. Die Goldfolie mit ihrem Schlitz wird auf einem Objektglasträger mit einem Abstand von etwa  $f_o = 5,5$  mm vom Brennfleck entfernt mittels des Objektmanipulators positioniert. Bei einer Vergrößerung von  $M = f_d/f_o = 85$  und einer Brennfleckgröße von etwa  $l = 5$   $\mu\text{m}$  würde die geometrische Unschärfe  $U = M \cdot l$  genau  $U = 425$   $\mu\text{m}$  betragen. Diese Unschärfe wird bei einem effektiven Detektor-Bildpunktabstand von 225  $\mu\text{m}$  im Mittel von etwa 1,9 Bildpunkten erfasst. Die verwendete Schlitzblende ist in Abbildung 5.11 dargestellt.

Abbildung 5.12 und Abbildung 5.13 zeigen röntgenradiographische Abbildungen der Kante des Schlitzes der Goldfolie in horizontaler und vertikaler Lage in Abhängigkeit von der elektrischen Leistung des Röntgenstrahlers. Offensichtlich nimmt die geometrische Unschärfe mit zunehmender Strahlerleistung zu.

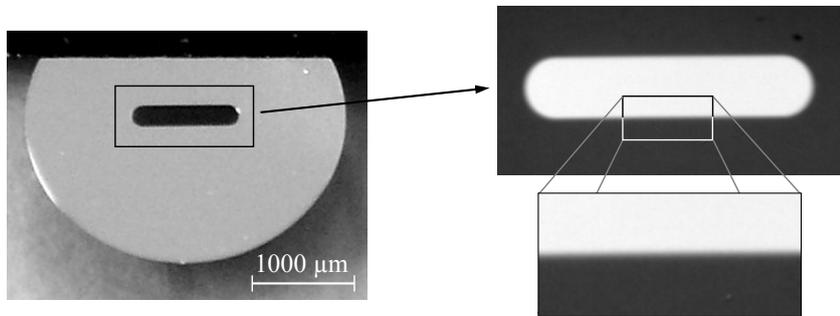


Abbildung 5.11 Fotografie (links) und radiographisches Extinktionsbild (rechts oben) einer horizontal ausgerichteten Goldfolien-Schlitzblende (MAXTAFORM, Schlitzweite 200  $\mu\text{m}$ ). Der Bildausschnitt rechts unten zeigt eine Kante des Schlitzes, welche zur Bestimmung der vertikalen Übertragungsfunktion des Röntgenbildgebungssystems genutzt wurde.

Die Lage der Kante im entzerrten Extinktionsbild lässt sich präzise bestimmen. Dazu wird im Röntgenbild zeilen- bzw. spaltenweise die Position der vertikal bzw. horizontal ausgerichteten Kante im Bildsignal bei einem Wert von 50% des Extinktionssignals der Goldfolie mit Sub-Pixel-Genauigkeit ermittelt. Sub-Pixel-Genauigkeit wird erreicht, indem die Extinktionswerte zwischen den Bildpunkten linear interpoliert werden. Mittels linearer Regression aller

gefundenen Kantenkoordinaten wird die Neigung der Kante gegenüber den Achsen des Bildpunktgitters bestimmt. Durch Rotation des Bildes mit dem so ermittelten Winkel wird die Abbildung der Kante exakt zum Bildpunktgitter ausgerichtet.

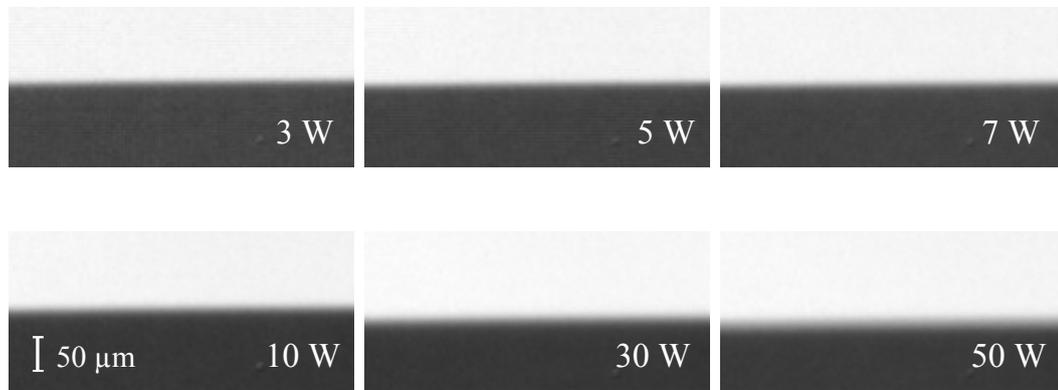


Abbildung 5.12 Radiographische Extinktionsbilder einer Kante der horizontal ausgerichteten Schlitzblende bei 85facher Vergrößerung zur Bestimmung der vertikalen Übertragungsfunktion bei verschiedenen elektrischen Leistungen des Mikrofokus-Röntgenstrahlers.

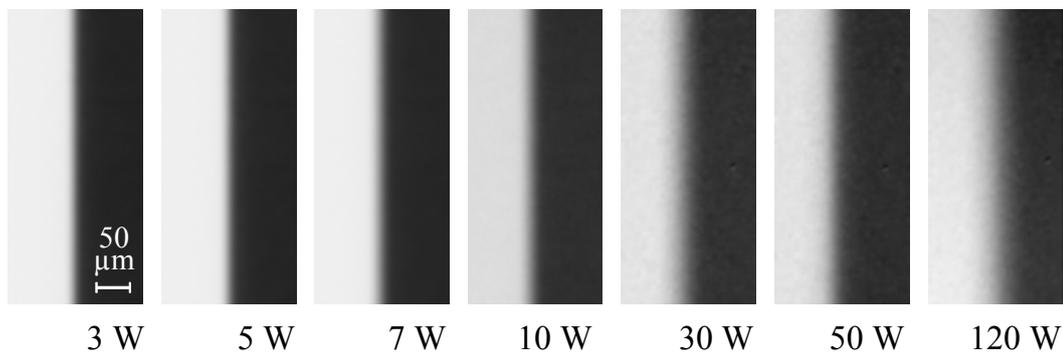


Abbildung 5.13 Radiographische Extinktionsbilder einer Kante der vertikal ausgerichteten Schlitzblende bei 85facher Vergrößerung zur Bestimmung der horizontalen Übertragungsfunktion bei verschiedenen elektrischen Leistungen des Mikrofokus-Röntgenstrahlers.

Zur Bestimmung der Kantenspreizfunktion (KSF) wird das Bild im Bereich der ausgerichteten Schlitzkante spalten- bzw. zeilenweise gemittelt. Die so ermittelte KSF wird nun zunächst diskret abgeleitet und anschließend Fourier-transformiert, um die MÜF zu erhalten. Die Frequenz-Auflösung der Fouriertransformation entspricht dabei  $\Delta\nu = 1/n\Delta s$  des effektiven Bildpunktabstands  $\Delta s$  und der Anzahl der transformierten Datenpunkte  $n$ . Der genaue Bildpunktabstand wird direkt in den Bildern des 1 mm langen Schlitzes bestimmt.

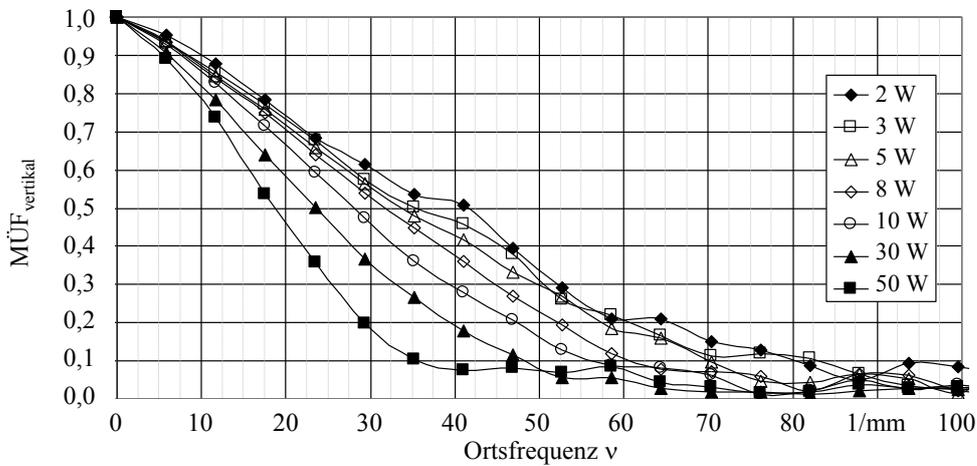


Abbildung 5.14 Vertikale Modulationsübertragungsfunktion für unterschiedliche Brennfleckleistungen.

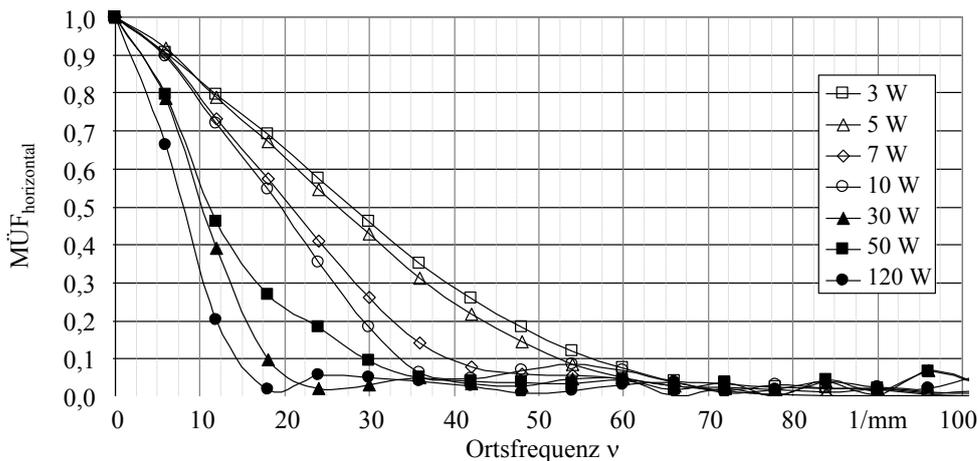


Abbildung 5.15 Horizontale Modulationsübertragungsfunktion für unterschiedliche Brennfleckleistungen.

Die resultierenden MÜF sind in Abbildung 5.14 und Abbildung 5.15 dargestellt. Bereits für niedrige Strahlerleistung kann eine drastische Reduktion des Auflösungsvermögens festgestellt werden. Dies ist auch noch einmal in Abbildung 5.16 zusammengefasst. Dort ist das Auflösungsvermögen bei gerade noch 10% der MÜF dargestellt. Es wird ersichtlich, dass das Auflösungsvermögen in vertikaler Richtung deutlich über dem in horizontaler Richtung liegt. Das ist mit dem Typ des eingesetzten Röntgenstrahlers zu erklären. Hier wurde ein Mikrofokusstrahler mit einem Reflektionstarget verwendet. Dieses Target ist gegenüber dem auftreffenden Elektronenstrahl und der zentralen Richtung des erzeugten Röntgenstrahls so geneigt, dass der Einfallswinkel des Elektronenstrahls geringer ist als der Abstrahlwinkel der

Röntgenstrahlung. Dadurch erscheint ein von einem symmetrischen Elektronenstrahl erzeugter Brennfleck einem Beobachter, der in rückwärtiger Strahlrichtung auf das Target schaut, breiter als hoch. Demzufolge muss die horizontale Auflösung schlechter sein als die vertikale Auflösung. Vertikale Auflösungen von  $6\ \mu\text{m}$  bei 10% MÜF können bei einer Strahlerleistung von maximal 3 W erreicht werden.

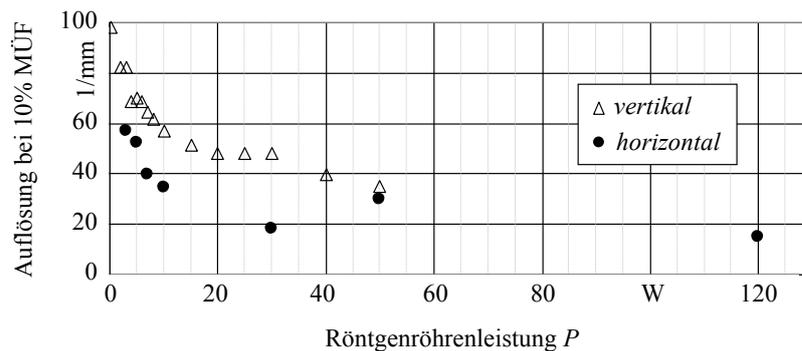


Abbildung 5.16 Erreichbare Auflösung bei 10% MÜF in Abhängigkeit von der Brennfleckleistung.

Eine mikroskopische Begutachtung der Kanten des Schlitzes in der Goldfolie zeigte, dass diese nicht ideal flach, sondern eher abgerundet sind. Daraus ergibt sich, dass das Extinktionsprofil einer derartigen Kante auch in einem idealen Bildgebungssystem nicht exakt stufenförmig, sondern inhärent abgeflacht erscheinen muss. Die hier gezeigten Ergebnisse sind deshalb als konservativ zu betrachten. Die tatsächliche Leistungsfähigkeit des hier untersuchten Systems kann tatsächlich geringfügig höher sein.

#### 5.3.4. Konzentrationsauflösungsvermögen

Zur Bestimmung des Konzentrationsauflösungsvermögens wurden eine Reihe aufeinanderfolgender Röntgenaufnahmen einer sich in einer Erstarrungszelle befindlichen binären Gallium-Indium-Legierung im aufgeschmolzenen Zustand und während der Erstarrung und unbelichtete Aufnahmen zur Dunkelstromkorrektur angefertigt. Die Belichtungszeit jedes Einzelbildes betrug 440 ms bei einer Röhrenspannung von 52 kV und einem Röhrenstrom von  $120\ \mu\text{A}$ . Der Quell-Detektor-Abstand betrug 540 mm. Die Legierung wurde damit bei einer Vergrößerung von etwa  $M = 20$  abgebildet. Die Aufnahme im aufgeschmolzenen Zustand dient als Referenzdatensatz unter der Annahme einer homogenen Konzentrations- und Temperaturverteilung in der Erstarrungszelle. Im Folgenden werden nur relative Grauwertänderungen gegenüber einem über 500 Einzelbilder des Referenzdatensatzes

gemittelten Referenzbildes betrachtet. Es wird ein Bildausschnitt von 256 x 256 Bildpunkten betrachtet. Das Rausch-Leistungsspektrum des Referenzdatensatzes wurde berechnet.

Ein typisches verrauschtes Einzelbild wird in Abbildung 5.17a gezeigt. Obwohl die Amplitude des Signalrauschens eines quantenlimitierten Prozesses mit  $\sigma^2 = K$  von der Anzahl  $K$  der einfallenden Photonen abhängig ist, wird hier angenommen, dass das Signalrauschen in den vorliegenden Röntgenbildern vom eigentlichen Bildsignal unabhängig und rein additiv überlagert ist. Diese Annahme ist gerechtfertigt, da die absoluten Erstarrungsbilder nur eine geringe Signaldynamik aufweisen, d. h. die in einer absoluten Röntgenabbildung einer erstarrenden Schmelze gefundenen Helligkeitsunterschiede sind gegenüber der mittleren Bildhelligkeit gering. Außerdem wird ein mittelwertfreies Rauschen angenommen. Alle relativen Röntgenbilder des Referenzdatensatzes werden vor der weiteren Auswertung von ihrem Gleichanteil befreit. Das Rausch-Leistungsspektrum des Referenzdatensatzes ist in Abbildung 5.17b,c abgebildet. Zur besseren Darstellung sind die Grauwerte des Leistungsspektrums logarithmisch skaliert. Das Rausch-Leistungsspektrum zeigt einen glockenförmigen Verlauf mit einer starken Betonung der Rauschleistung im niederen Ortsfrequenzbereich und einer starken Dämpfung im hochfrequenten Ortsfrequenzbereich. Aus dem integralen Rauschleistungsspektrum ergibt sich in diesem konkreten Beispiel eine Standardabweichung von etwa  $\sigma = 1,4 \cdot 10^{-2}$  des relativen Grauwertsignals. Das entspricht mit der später ermittelten Abhängigkeit des relativen Grauwertsignals von der Zusammensetzung der Schmelze etwa einer Messunsicherheit von 2 Gew.-% in einem Einzelbild bei einer Belichtungszeit von 440 ms.

### 5.3.5. Lineare Filterung

Die röntgenradiographische Visualisierung einer sich bildenden Gefügestruktur während einer gerichteten Erstarrung einer Metalllegierung in einer Erstarrungszelle ist in Abbildung 5.18a dargestellt. Die Belichtungszeit des Einzelbildes betrug 440 ms bei einer Röhrenspannung von 52 kV und einem Röhrenstrom von 120  $\mu$ A. Der Quell-Detektor-Abstand betrug 540 mm, die Legierung wurde bei einer Vergrößerung von etwa  $M = 20$  abgebildet. Es wurden nur relative Grauwertänderungen gegenüber einem gemittelten Referenzbild der homogen durchmischten Schmelze betrachtet. Die sich scharf abgrenzenden dendritischen Strukturen und die sich weit ausdehnenden Entmischungsgebiete in der Schmelze vor der Erstarrungsfront sind aufgrund ihres geringen Kontrasts deutlich vom Bildrauschen des Messsystems überlagert. Das Rauschen kann nachträglich durch die Anwendung geeigneter

Filter zumindest teilweise vom eigentlichen Bild getrennt und entfernt werden. Damit verbessert sich sowohl die visuelle Darstellung der Erstarrungsstruktur als auch die maschinelle Auswertbarkeit der Bilder. Dazu wurden hier der Gaußsche Tiefpassfilter und der Wiener Optimalfilter nach Abschnitt 4.3.2 und 4.3.3 auf die Einzelbilder angewandt. Das Ergebnis der Filterung ist in Abbildung 5.18b,c dargestellt. Die Leistungsspektren im Ortsfrequenzbereich der dargestellten Bilder wird in Abbildung 5.18d-f gezeigt. Die Leistungsspektren sind durch hohe Leistungsanteile entlang zweier Achsen im Ortsfrequenzbereich gekennzeichnet. Es erscheint eine kreuzförmige Struktur. Diese Leistungsanteile resultieren aus den kontrastreichen geradlinigen primären und sekundären Dendritenarmen, welche orthogonal zu diesen Leistungsspektrumsachsen mit hoher Leistungsdichte im Ortsbereich verlaufen. Das ungefilterte Originalbild ist mit starkem Rauschen überlagert (dessen gemittelte Leistungsdichte war schon in Abbildung 5.17b gezeigt) und ist nun dem Leistungsspektrum des Dendritenbildes additiv überlagert (Abbildung 5.18d). Der Glättungsparameter des Tiefpassfilters wurde so gewählt, dass die verbleibende integrale Rauschleistungsdichte nach der Filterung im Bildbereich der Schmelze vor der Erstarrungsfront mit beiden Filtern den gleichen Betrag ergibt. Die Anwendung des Gauß'schen Tiefpassfilters entfernt erwartungsgemäß hochfrequente Signalanteile aus dem Bild (Abbildung 5.18e). Daneben werden dabei aber auch hochfrequente Signalanteile der eigentlich zu rekonstruierenden Bildinformation gedämpft. Das Bild erscheint nun insgesamt glatter (Abbildung 5.18b), jedoch sind die dendritischen Strukturen nicht mehr scharf abgebildet. Der niederfrequente Rauschanteil bleibt im Bild enthalten. Der optimale Wiener Filter dämpft dagegen die Signalanteile, deren Leistungsdichten unterhalb der Leistungsdichten des Rauschleistungsspektrums liegen, während Signalanteile mit Leistungsdichten über denen des Rauschleistungsspektrums erhalten bleiben. Dadurch werden auch Rauschanteile im niederen Frequenzbereich gedämpft, während die dendritischen Strukturen weiterhin nahezu scharf abgebildet bleiben (Abbildung 5.18c). Allerdings treten durch diese Art der Filterung ausgeprägte Artefakte im gefilterten Bild auf. Die Bildstrukturen der primären und sekundären Dendritenarme scheinen sich mit schwachem Kontrast auch in Bildbereiche fortzusetzen, welche in der Realität frei von erstarrten Strukturen sind. Ursache dafür ist die starke Periodizität der Bildinformation in einem Dendritenbild, welche sich auch in der starken Konzentration der hohen Leistungsdichten entlang von nur zweier Achsen im Ortsfrequenzspektrum widerspiegelt.

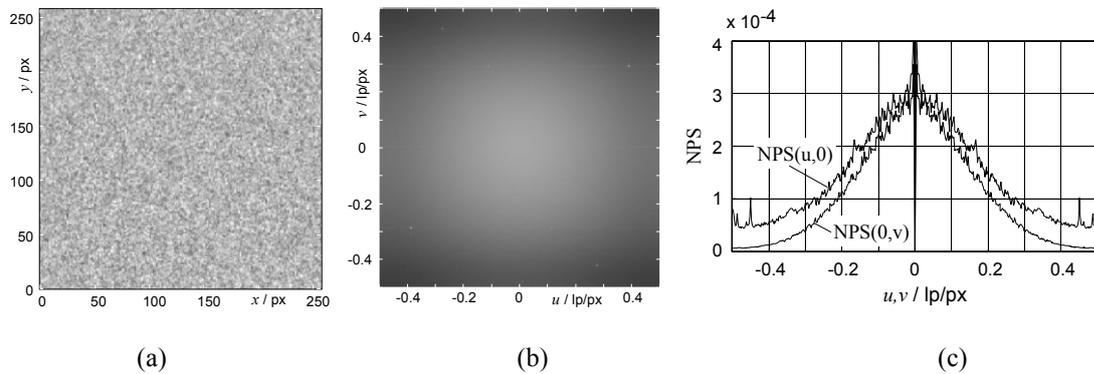


Abbildung 5.17 Verrauschtes Referenz-Einzelbild (a) und das entsprechende Rauschleistungsspektrum (b,c).

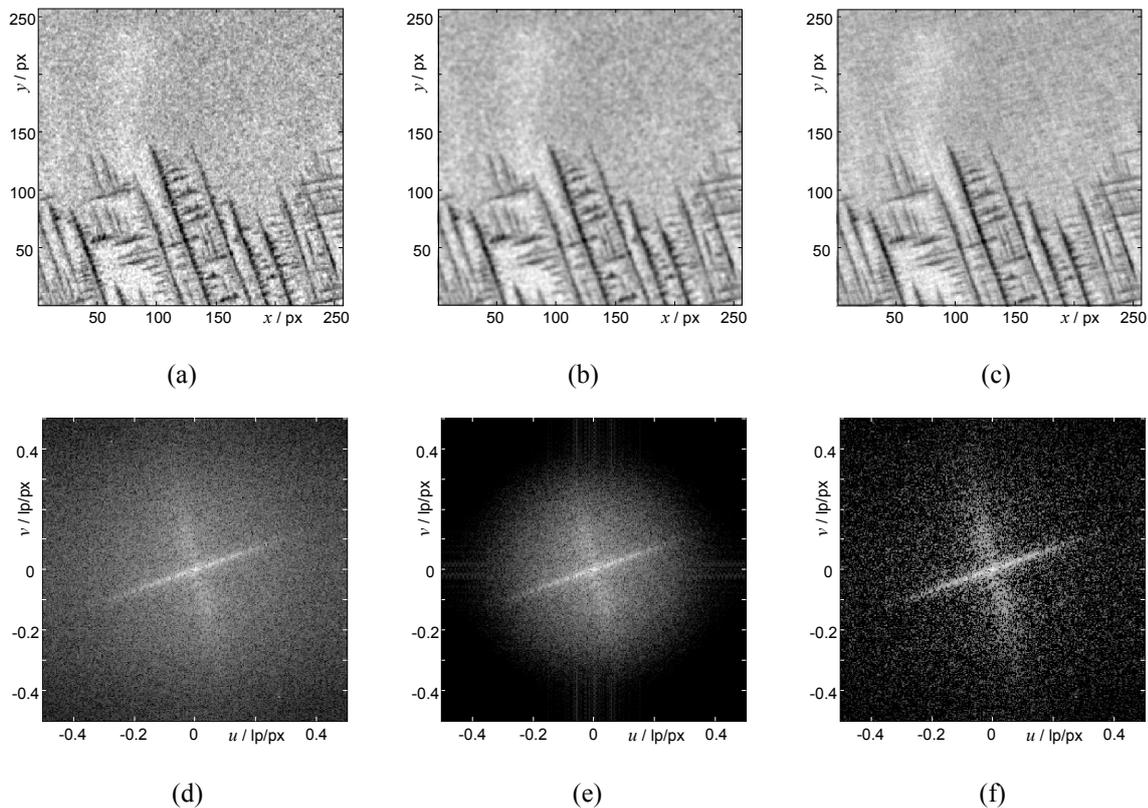


Abbildung 5.18 Radiographische Abbildung einer erstarrenden binären Metalllegierung bei einer Integrationszeit von 440 ms (a). Ergebnis der Anwendung eines Gaußschen Tiefpassfilters (b) bzw. eines Wiener Optimalfilters (c) zur Verbesserung des totalen Signal-Rausch-Verhältnisses. Die untere Bildreihe (d-f) zeigt den logarithmisch aufgetragenen Signalgehalt im Ortsfrequenzbereich der entsprechenden Bildinformationen.

### 5.3.6. Nicht-lineare Filterung

Nichtlokale Mittelwertfilter zeichnen sich durch exzellente Unterdrückung des Rauschanteils bei scheinbar guter Bewahrung des ungestörten Bildsignals aus. Die Wirkung dieses Filtertyps bei Anwendung auf Röntgenbilder erstarrender dendritischer Strukturen wurde im Folgenden untersucht.

Das Ergebnis einer nicht-lokalen Mittelwertfilterung nach Abschnitt 4.3.4 in Abhängigkeit des Rauschgehaltes des zugrunde liegenden Bildes ist in Abbildung 5.19 dargestellt. Der Rauschgehalt wurde zunächst durch verschieden lange Integrationszeiten variiert (Abbildung 5.19a-c). Weiterhin wurde zum Vergleich der initiale Rauschgehalt nachträglich durch Anwendung des Wiener Optimalfilter gedämpft. Die Ergebnisse der kombinierten Anwendung beider Filter und der Anwendung des nicht-lokalen Mittelwertfilters allein sind in Abbildung 5.19d-f dargestellt. Die bei der Anhebung der Integrationszeit auftretende natürliche Senkung der Rauschsignalleistung wurde bei der Wahl der Filterparameter berücksichtigt.

Der Glättungsparameter  $h$  des nicht-lokalen Filters wird zu  $h = 10 \cdot \frac{T_{ref}}{T} \sigma_{ref}^2$

gewählt, also zur zehnfachen integralen Varianz des Rauschsignals im Referenzbild bei einer Integrationszeit von  $T_{ref} = 440$  ms. Der Faktor zehn ist in der Literatur üblich. Durch die Kombination beider Filter werden nahezu die gesamten wahrnehmbaren hochfrequenten Störungen des Eingangsbildes entfernt. Die Form und die Grauwerte der dendritischen Strukturen bleiben dabei gut erhalten. Einzelne Details wie die Strukturierung der primären Dendritenstämme gehen aber insbesondere bei niedrigen Integrationszeiten, also bei einem niedrigen Signal-zu-Rausch-Verhältnis, verloren. Die mit der Filterkombination rekonstruierten Grauwertbilder zeigen in den Bildbereichen der Schmelze in der nahen Umgebung der Dendritenstämme zum Teil deutlich wahrnehmbare Grauwertsprünge. Diese treten besonders im Fall der reinen nicht-lokalen Filterung auf. Ursache hierfür ist die nichtlineare Natur dieses Filtertyps. Grauwertsprünge können in automatisierten Bildanalysetechniken Fehler verursachen.

Zur Beurteilung der Qualität der Bildfilters wird das „Methoden-Rauschen“ (method noise) nach Buades et al. (2005) betrachtet. Mit dem Methoden-Rauschen wird das Differenzbild zwischen dem Originalbild und dem gefilterten Bild bezeichnet. Das sind hier die Differenzen zwischen den Bildern der obersten und der mittelsten Zeile in Abbildung 5.19, diese Differenzen sind in Abbildung 5.19g-i dargestellt. Wenn ein Filteralgorithmus tatsächlich nur das Signalrauschen von dem tatsächlich unbekanntem ungestörten Bildsignal

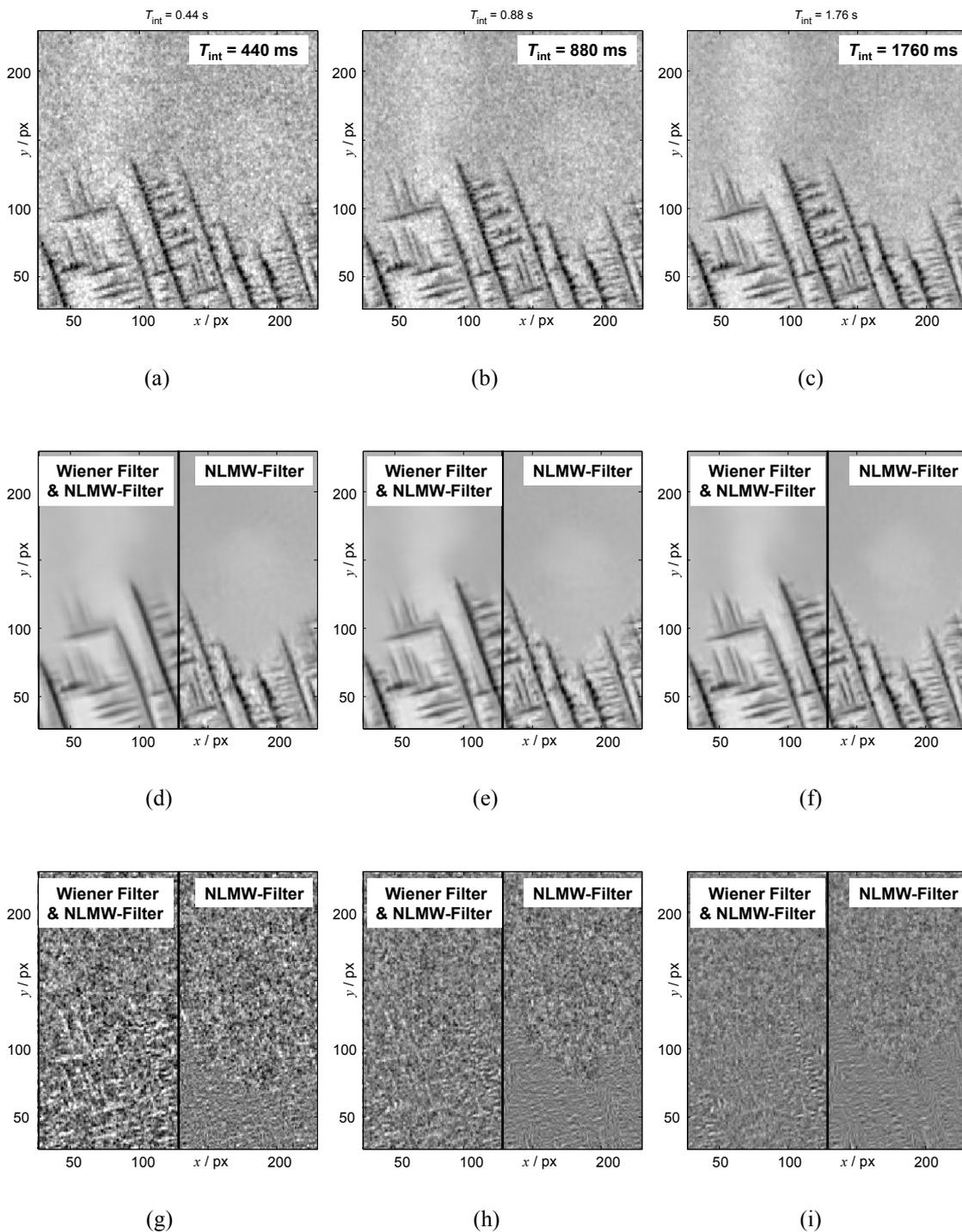


Abbildung 5.19 Radiographische Abbildung einer erstarrenden binären Metalllegierung bei einer Integrationszeit von 440 ms, 880 ms und 1760 ms (a-c). Die kombinierte Anwendung von Wiener Filter und Nichtlokaler Mittelwertfilterung (NLMW-Filter) führt zu einer hervorragenden Unterdrückung des nicht vorhersagbaren Rauschsignals (d-f, in der rechten Bildhälfte Ergebnisse der Anwendung eines reinen nicht-lokale Mittelwertfilters ohne vorgeschalteten Wienerfilter). Die Differenzbilder in der unteren Bildzeile (g-i) zeigen zur Beurteilung der Filtergüte den durch die Anwendung der Filter entfernten Signalanteil.

entfernt, dann wird das Differenzbild nur das eigentliche Rauschen enthalten. Werden im Filterprozess auch ursprüngliche Bildinformationen verändert, in dem es zum Beispiel geglättet wird, dann sind diese Änderungen ebenfalls im Bild des „Methoden-Rauschens“ zu finden. Diese Änderungen sind in der Regel bei einer manuellen visuellen Inspektion der Differenzbilder deutlich erkennbar. Tatsächlich finden sich in den Abbildung 5.19g-i im Bereich des dendritischen Netzwerks deutliche Hinweise auf Unzulänglichkeiten der Anwendung beider Filter in Kombination oder des nicht-lokalen Mittelwertfilters allein. Die Konturen der Dendritenstämme und -arme treten hervor. Die Strukturen dieser Konturen werden bei abnehmenden Integrationszeiten gröber, was darauf hin deutet, dass die Filter bei zunehmendem Rauschuntergrund an Effizienz verlieren.

### 5.3.7. Filter für die Differenzbildgebung

Wesentliche Aufgabe eines dynamischen bildgebenden Systems ist die Visualisierung der Veränderungen des abgebildeten Objekts mit fortschreitender Beobachtungszeit. Solche Änderungen im Objekt lassen sich oft einfach mit sogenannten Differenzbildern darstellen. Ein Differenzbild enthält in jedem Bildpunkt die Veränderung der gemessenen Helligkeit zwischen zwei aufeinanderfolgenden Beobachtungen. Die Wahrnehmbarkeit solcher prozessbedingten systematischen Helligkeitsänderungen wird jedoch durch das Rauschen im Messsignal stark beeinträchtigt, da das Rauschen ebenfalls starke, aber nichtvorhersagbare zufällige Helligkeitsschwankungen produziert. In einem Differenzbild verdoppelt sich die Messunsicherheit gegenüber der Messunsicherheit in einem Einzelbild. Abbildung 5.20a zeigt ein Differenzbild zweier Röntgenaufnahmen, die im Abstand von 3,84 Sekunden mit jeweils einer Belichtungszeit von 3,52 Sekunden erstellt wurden. Trotz der hohen Belichtungszeiten, also niedrigem Rauschen, sind Änderungen in der räumlichen Verteilung der Schmelzenzusammensetzung und das fortschreitende Wachstum der dendritischen Strukturen kaum zu erkennen. Die Anwendung eines Wiener Optimal-Filters oder einer sehr starken Tiefpassfilterung auf die voneinander zu subtrahierenden Bilder können das Ergebnis nur geringfügig verbessern, wobei die Charakteristik der erreichten Verbesserung sehr unterschiedlich für die beiden Filtertypen ist (Abbildung 5.20b,c). Die Anwendung nicht-lokalen Filterung auf die beiden Eingangsbilder führt dagegen zu einer sehr guten Erkennbarkeit der Legierungszusammensetzung im Differenzbild im Bereich der flüssigen Schmelze (Abbildung 5.20d). Lediglich im Bereich des dendritischen Netzwerks ist das Differenzbild stark durch das im Bild verbleibende Rauschen gestört.

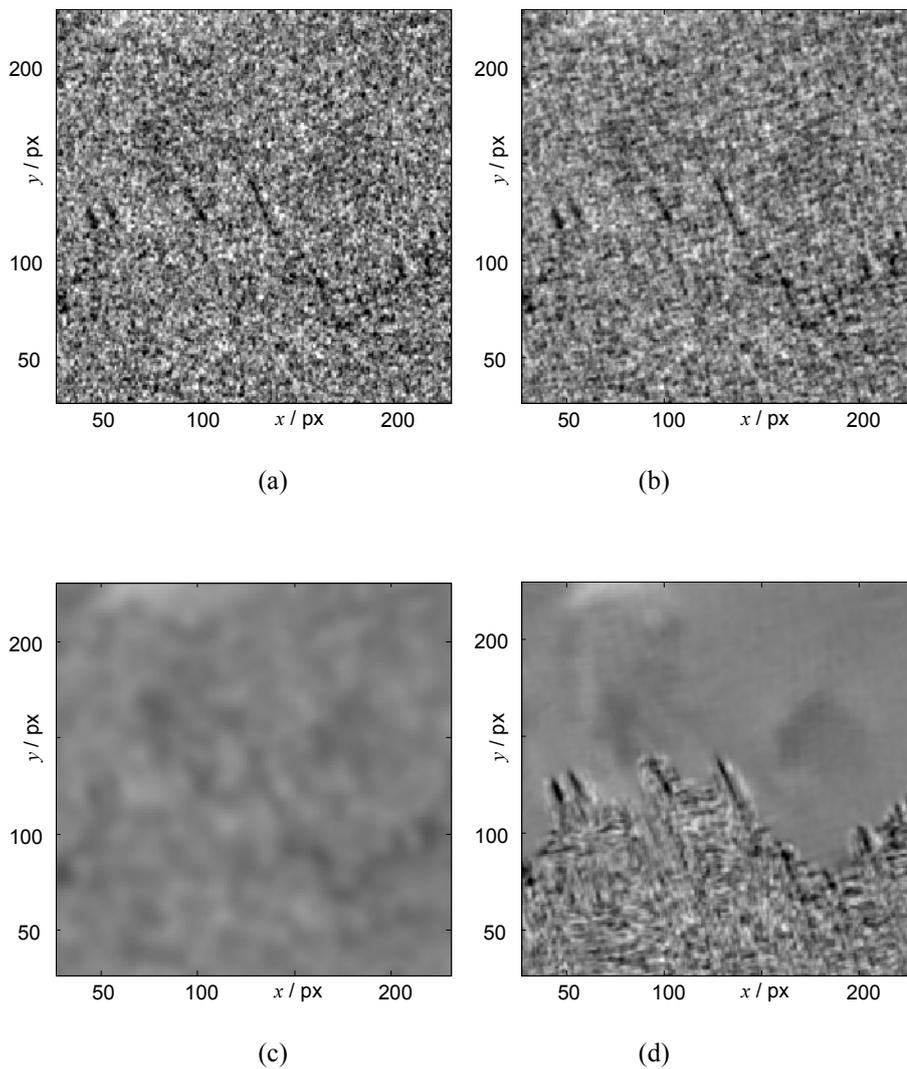


Abbildung 5.20 Differenzbild zweier im Abstand von 3,84 Sekunden erstellten Abbildungen einer erstarrenden binären Metalllegierung bei einer jeweiligen Integrationszeit von 3,52 Sekunden (a). Die Anwendung bzw. kombinierte Anwendung von Optimalwertfilter (b), Optimalwertfilter und Tiefpassfilter (c), Optimalwertfilter und Nichtlokalem Mittelwertfilter (d) zur Verarbeitung der Einzelbilder vor der Differenzbildung verbessert die Erkennbarkeit durch die Differenzbildung sichtbargemachten Änderungen der Schmelzenzusammensetzung und der Gefügestruktur.

## 5.4. Analysetechniken

### 5.4.1. Gefügevisualisierung

Abbildung 5.21a zeigt beispielhaft die radiographische Abbildung einer in einer schmalen Quarzglasküvette erstarrenden Gallium-Indium-Legierung mit einer initialen Zusammensetzung von 30 Gew.-% Indium bei einer Belichtungszeit von 440 ms. Die Röhrenspannung des Mikrofokus-Strahlers beträgt 52 kV bei einem Strahlstrom von 120  $\mu$ A. Der Bildkontrast der hier erstarrenden Indium-Dendriten, der sich aus dem Helligkeitsunterschied gegenüber dem unstrukturierten Hintergrund ergibt, beträgt nur etwa 10% des gesamten Dynamikumfangs im Bild. Systembedingte globale Helligkeitsinhomogenitäten, welche durch Intensitätsgradienten im Röntgenstrahl und durch lokal unterschiedliche Detektoreffizienzen verursacht werden, erzeugen dagegen einen doppelt bis dreifach höheren Bildkontrast. Am oberen Bildrand im Röntgenbild erscheinen der Schatten des Infrarot-Heizstrahlers und am unteren Bildrand erscheinen die Schatten des sich an der Versuchsanordnung sammelnden Kondenswassers. Außerdem wird das Bild durch die schwarzen Schatten der vor dem Bilddetektor angeordneten Bleikollimatoren eingerahmt. Diese Bleikollimatoren dienen dem Schutz des Detektors und begrenzen die Abbildung auf einen rechteckigen Bildausschnitt. Die geraden Kanten des Kollimators werden aufgrund der Detektoreigenschaften verzerrt abgebildet. Die Kühlelemente am unteren Ende der Erstarrungszelle sind für Röntgenstrahlung nicht transparent und befinden sich deshalb außerhalb (unterhalb) des abgebildeten Bereichs der Probe. Eine qualitative visuelle Auswertung der in Abbildung 5.21a dargestellten Erstarrungsmorphologie fällt aufgrund des geringen Kontrasts und der globalen Helligkeitsinhomogenität schwer.

Zur Verbesserung der Bewertbarkeit des Bildmaterials wurden deshalb die Röntgenbilder grundlegend bearbeitet. In einem ersten Schritt werden Dunkelstromkorrektur und eine Hellfeldkorrektur durchgeführt, wobei das zuvor erfasste Referenzbild als Hellfeldbild dient. Die bei der Hellfeldkorrektur erfolgte Quotientenbildung dient hier gleichzeitig der Berechnung relativer Helligkeitsänderungen nach Gleichung 5.2. Abbildung 5.21b zeigt das Ergebnis dieser Korrekturschritte und der anschließenden Entzerrungskorrektur. Zur Darstellung wurde eine zur relativen Helligkeitsänderung  $P$  proportionale Grauwert-Skalierung gewählt, wobei hier einer relativen Änderung von  $P = -0,12$  eine minimale Helligkeit (schwarz) und einer relativen Änderung von  $P = +0,08$  eine maximale Helligkeit (weiß) der Darstellung zugewiesen wird. Abbildung 5.21c zeigt einen typischen Bildausschnitt des korrigierten Bildes, wie er für die weitere Bildverarbeitung und

Auswertung verwendet wird. Durch die Anwendung solcher Korrekturen erhält man zum einen eine geometrisch korrekte Abbildung des entstehenden Gefüges, zusammen mit einem quantitativ auswertbaren Helligkeitsbild entsprechend der Änderungen der Konzentrationsverteilung in der Schmelze gegenüber der Konzentrationsverteilung zum Zeitpunkt der Referenzaufnahme. Mit der hier gewählten Grauwert-Skalierung werden Anreicherungen von Gallium in der Schmelze hell abgebildet, während die gegenüber der initialen Zusammensetzung schwereren Indium-Dendriten dunkel dargestellt werden.

Aus Abbildung 5.21 wird weiterhin deutlich, dass bei einer Belichtungszeit von 440 ms für die hier beschriebene Versuchsanordnung und –durchführung die entstehenden Bilder erheblich mit Bildrauschen überlagert sind und auch dahingehend einer weiteren Bearbeitung bedürfen.

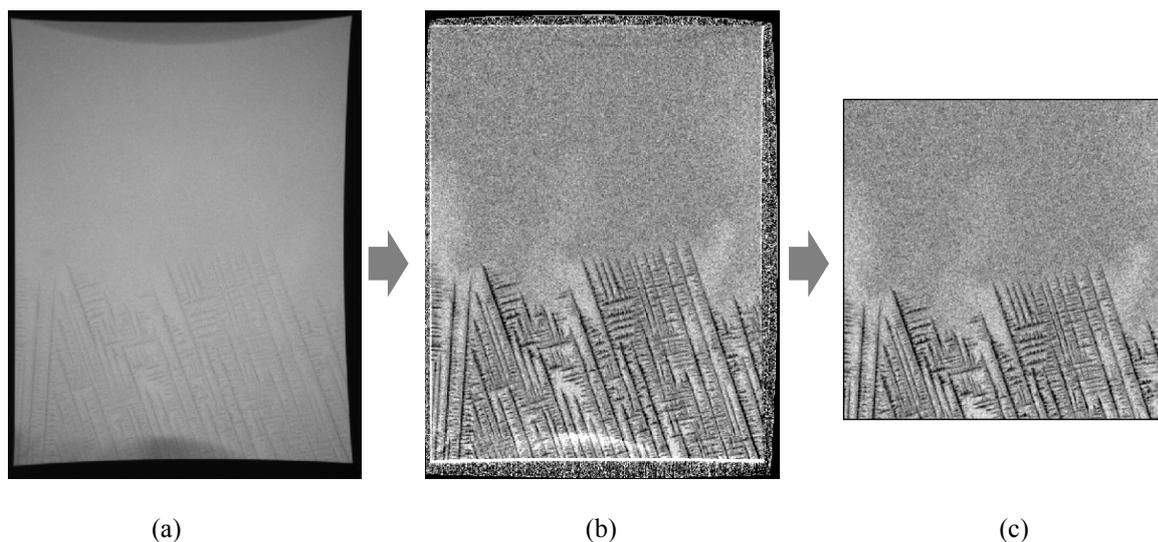


Abbildung 5.21 Radiographische Abbildung des entstehenden Gefüges einer erstarrenden Ga-30 Gew.-% In Legierung: Rohdaten (a), nach grundlegender Helligkeits- und Verzerrungs-Korrektur und Berechnung der relativen Helligkeitsänderungen gegenüber einem Referenzbild (b) und typischer Bildausschnitt (c).

#### 5.4.2. Konzentrationsbestimmung

Das an einem Röntgendetektor gemessene Intensitätssignal ist, wie in Abschnitt 5.1 beschrieben, abhängig von der lokalen Zusammensetzung der Schmelze. Durch die Berechnung der relativen Signaländerung  $P$  nach Gleichung 5.2 erhält man eine Messgröße, welche unabhängig von den lokal verschiedenen Unzulänglichkeiten des Messsystems eine quantitative Bewertung der Schmelzenzusammensetzung global im gesamten Bild ermöglicht.

Der Zusammenhang zwischen  $P$  und der lokalen Zusammensetzung ist jedoch nicht linear. Deshalb ist eine sorgfältige Kalibrierung notwendig.

Die relative Bildsignaländerung oder relative Bildhelligkeit  $P$  erlaubt eine Beurteilung der lokalen Zusammensetzung innerhalb der flüssigen Schmelze. Da die zu ihrer Berechnung genutzte Intensität  $I_{\text{ref}}$  vor dem Beginn des Erstarrungsprozesses bestimmt wird, entspricht also eine relative Bildhelligkeit von  $P_0 = 0$  der initialen Schmelzenzusammensetzung mit einer Konzentration von  $c_0 = c_{\text{ref}}$ . Weiterhin werden die zu einem späteren Zeitpunkt des Erstarrungsprozesses gemessenen relativen Bildhelligkeiten an Orten, die offensichtlich vollständig durch Indium-Dendriten oder vollständig durch zurückbleibende eutektische Schmelze belegt sind, als minimale und maximale relative Bildhelligkeitsänderung,  $P_{\text{min}}$  und  $P_{\text{max}}$ , definiert. Entsprechend des Gleichgewichts-Phasendiagramms können  $P_{\text{min}}$  und  $P_{\text{max}}$  den Indium-Konzentrationen von  $c_{\text{dend}} = 98,6$  Gew.-% in den Dendriten und von  $c_{\text{eutekt}} = 21,4$  Gew.-% der eutektischen Zusammensetzung zugewiesen werden. Dabei wird angenommen, dass die primären Indiumdendriten nach ihrer Reifung lokal die gesamte Weite des Spalts der Erstarrungszelle ausfüllen. Die drei Punkte  $(P_{\text{min}}, c_{\text{dend}})$ ,  $(P_0, c_0)$  und  $(P_{\text{max}}, c_{\text{eutekt}})$  werden verwendet, um die lokale Indium-Konzentration innerhalb der flüssigen Phase zwischen der initialen und der eutektischen Zusammensetzung durch Interpolation zu bestimmen. Bereits in Abschnitt 5.1 wird die Nichtlinearität dieses Zusammenhangs theoretisch festgestellt. Die rationale Funktion  $c = A/(P^2 + BP + C)$  bildet diese Nichtlinearität sehr gut ab und wird deshalb hier als Kalibrierfunktion genutzt. Die Parameter  $A$ ,  $B$  und  $C$  dieser Funktion werden so angepasst, dass der Abstand der Funktion von den drei Kalibrierpunkten minimal wird. Für das in Abbildung 5.21 gegebene Beispiel der Erstarrung einer Ga-30 Gew.-% In-Legierung lautet die Kalibrier- bzw. Interpolationsfunktion dann mit  $P_{\text{min}} = -0,164$  und  $P_{\text{max}} = 0,075$

$$c_{\text{In}} = \frac{0,0722}{P^2 + 1,2P + 0,242} \quad -0,164 \leq P \leq 0,075 \quad [5.5]$$

Der Verlauf dieser Interpolationsfunktion ist in Abbildung 5.22 dargestellt. Diese weist gegenüber dem Verlauf der korrespondierenden theoretischen 50 kV-Kurve in Abbildung 5.3 erhebliche Abweichungen in Bezug auf  $P_{\text{min}}$  und  $P_{\text{max}}$  auf. Der in den Röntgenmessungen beobachtete Bildkontrast ist deutlich geringer als der theoretische Vorhersagewert. Eine Ursache dafür kann die bei der Durchstrahlung der Erstarrungszelle entstandene Streustrahlung sein, welche sich additiv allen Intensitätsmessungen (auch der Referenzmessung) überlagert und so den beobachtbaren Bildkontrast verringert.

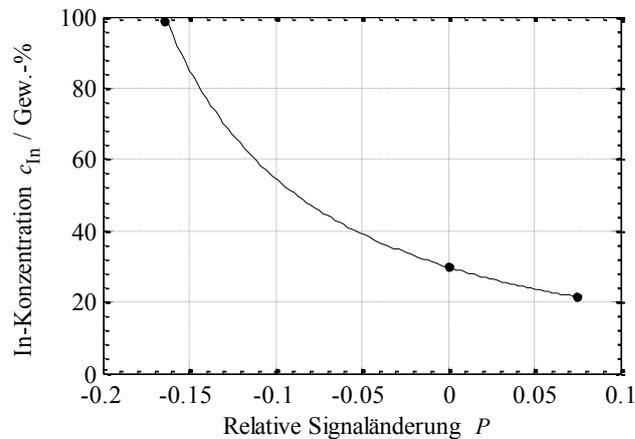


Abbildung 5.22 Verlauf der an drei Punkten kalibrierten Interpolationsfunktion zur Bestimmung der lokalen Schmelzenzusammensetzung  $c_{in}$  aus der gemessenen relativen Signaländerung  $P$ .

### 5.4.3. Wachstumsgeschwindigkeit

Die Morphologie des Gefüges einer erstarrten Metalllegierung wird neben den Eigenschaften der Legierungskomponenten durch das komplexe Zusammenwirken der thermischen und konstitutionellen Randbedingungen während der Erstarrung bestimmt. Die Röntgenradiographie bietet die Möglichkeit, die Entwicklung des Gefüges in Metalllegierungen in-situ zu beobachten. Eine quantitative Auswertung des Bildmaterials liefert Messdaten zur Erstellung und zur Validierung entsprechender Modellvorstellungen. Die Geschwindigkeit, mit der dendritische Strukturen in die noch flüssige Schmelze wachsen, ist eine Messgröße, die einen konkreten Vergleich zwischen Experiment und Theorie zulässt.

Die Wachstumsgeschwindigkeit eines primären Dendriten ist die Rate, mit der die Länge eines primären Dendriten in Richtung seiner Hauptachse zunimmt. Zur Bestimmung der momentanen mittleren Wachstumsgeschwindigkeit  $\bar{v}$  ist eine Messung des Längenzuwachses  $\Delta x$  des zu untersuchenden Dendriten innerhalb eines Zeitintervalls  $\Delta t$  notwendig,

$$\bar{v} = \frac{\Delta x}{\Delta t} . \quad [5.6]$$

Die Länge, um die ein Dendrit gewachsen ist, kann direkt durch die Bestimmungen der Positionen der Dendritenspitze in den Röntgenbildern ermittelt werden. Die Detektion der Dendritenspitze ist mit folgenden Schwierigkeiten verbunden: (1) Da der durchstrahlte Durchmesser des Dendriten in der Spitze gegen Null geht, verschwindet dort der Bildkontrast. (2) Die Dendritenspitze ist von flüssiger Schmelze mit wechselnder Zusammensetzung umgeben. Die Spitze wird deshalb mit unterschiedlichen Kontrastverhältnissen abgebildet. (3)

Typischerweise ist die Ortsauflösung eines Mikrofokus-Röntgenbildgebungssystems nicht ausreichend, um die Dendritenspitze ausreichend gut aufzulösen. Dazu kommt, (4) dass die Orts- und Kontrastauflösung durch Bildrauschen stark beeinträchtigt ist. Zur Bestimmung der Position der Dendritenspitzen an ausgewählten Dendritenstämmen wird in dieser Arbeit ein semi-automatischer Algorithmus verwendet.

Die Wachstumsrichtung bzw. die nahezu zweidimensionale Ausrichtung der Dendriten parallel zum Spalt der Erstarrungszelle wird in den hier durchgeführten experimentellen Arbeiten durch die flache Form der Erstarrungszelle von außen erzwungen. Wenn die Erstarrungszelle parallel zum Detektor des Bildgebungssystems ausgerichtet ist, dann ist die beobachtete zweidimensionale Längenänderung im Bild direkt proportional zur Längenänderung des realen Dendriten. Zur Bestimmung der Wachstumsgeschwindigkeit muss die Lage und die Neigung der Hauptachse des Dendriten in der Bildebene relativ zu den Bildachsen ermittelt werden. Für ausgewählte primäre Dendritenstämmen wird das mittels der in den Bildern bestimmten Positionen der Dendritenspitze zu einem frühen und zu einem späten Zeitpunkt des Erstarrungsprozesses berechnet. Zur Quantifizierung der realen Wachstumsrate ist eine sorgfältige geometrische Kalibrierung zur Bestimmung des Vergrößerungsmaßstabes des Bildgebungssystems notwendig.

Abbildung 5.23 zeigt das in der Erstarrungszelle entstehende Gefüge zu einem fortgeschrittenen Zeitpunkt. Aufgrund der schwer zu kontrollierenden Anfangsbedingungen des Erstarrungsvorgangs sind die primären Dendritenstämmen gegenüber dem Gravitationsvektor, der parallel zur vertikalen Bildachse ausgerichtet ist, gedreht. Einzelne primäre Dendritenstämmen sind für die weitere Untersuchung ausgewählt und nummeriert worden. Die Lage ihrer Hauptachsen wird manuell durch das Markieren zweier Punkte auf den Dendritenstämmen ermittelt. Diese Achsen sind in Abbildung 5.23 als weiße Geraden eingezeichnet.

Die Röntgenbildsequenz wird dann zu jedem Aufnahmezeitpunkt entlang der Dendritenhauptachsenlinien abgetastet. Das für jeden Dendriten entstehende Helligkeitsprofil über der Abtastzeit zeigt in der unteren Hälfte den Schnitt entlang dem wachsenden Dendriten, und in der oberen Hälfte die sich vor dem Dendriten befindliche Schmelze (Abbildung 5.24b). Eine Auswertung der Bildhelligkeiten entlang der Abtastlinie mittels einer Schwellwertbinarisierung zeigt im Übergang zwischen beiden Helligkeitsgebieten die etwaige Position der auf der Abtastlinie liegenden Dendritenspitze.

Um die weitere Bearbeitung zu vereinfachen, werden für jeden ausgewählten Dendriten die Bilder der Sequenz so ausgerichtet, dass dessen Hauptachse parallel zur vertikalen Bildachse

verläuft. Das ist beispielhaft für den Dendriten 4 in Abbildung 5.24a dargestellt. Es ist dann einfach, die Bildinformation entlang dieser Hauptachse abzutasten und in Abhängigkeit von der Messzeit aufzutragen (Abbildung 5.24b). Durch Lokalisation der Grauwertschwelle, welche den Bereich des Dendriten von dem Bereich der flüssigen Schmelze trennt, kann die Position der Dendritenspitze und die zeitliche Änderung dieser Position geschätzt werden. Daraus resultierende Wachstumsgeschwindigkeiten sind in Abbildung 5.24c dargestellt.

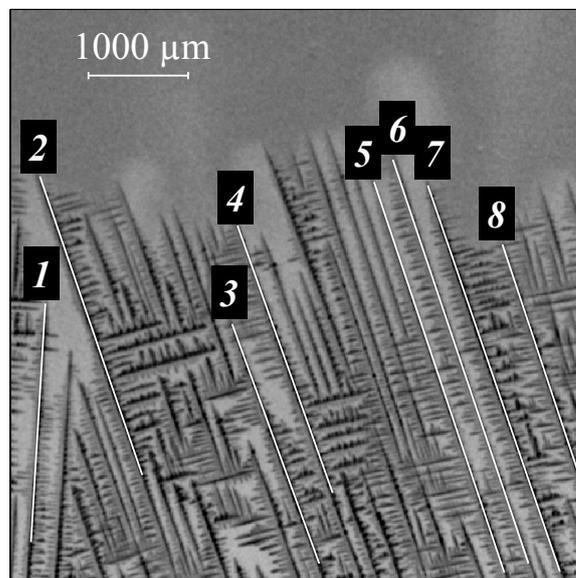


Abbildung 5.23 Ausgewählte primäre Dendritenstämme (1-8) und deren manuell bestimmte Lage im Bild (weiße Linien).

Die so ermittelte Position der Dendritenspitze ist jedoch aufgrund der wechselnden Schmelzenzusammensetzung an der Erstarrungsfront und wegen des verschwindenden Bildkontrasts an der Dendritenspitze fehlerbehaftet, da der Schwellwert oberhalb der Untergrundbildhelligkeit gewählt werden muss. Zur Verbesserung der Positionsbestimmung werden hier deshalb zusätzlich die Helligkeits-Konturlinien durch naheliegende Punkte auf der Abtastlinie vor und hinter der zunächst grob geschätzten Position der Dendritenspitze ausgewertet. Diese Konturlinien werden ermittelt, indem in kleinen Schritten, hier mit der halben Bildpunktantenlänge, tangential dem Helligkeitsgradienten gefolgt wird. Die ermittelten Konturlinien hüllen entweder die Dendritenspitze ein oder verlaufen willkürlich entlang der Linien gleicher Zusammensetzung in der Schmelze vor dem Dendriten. Um die

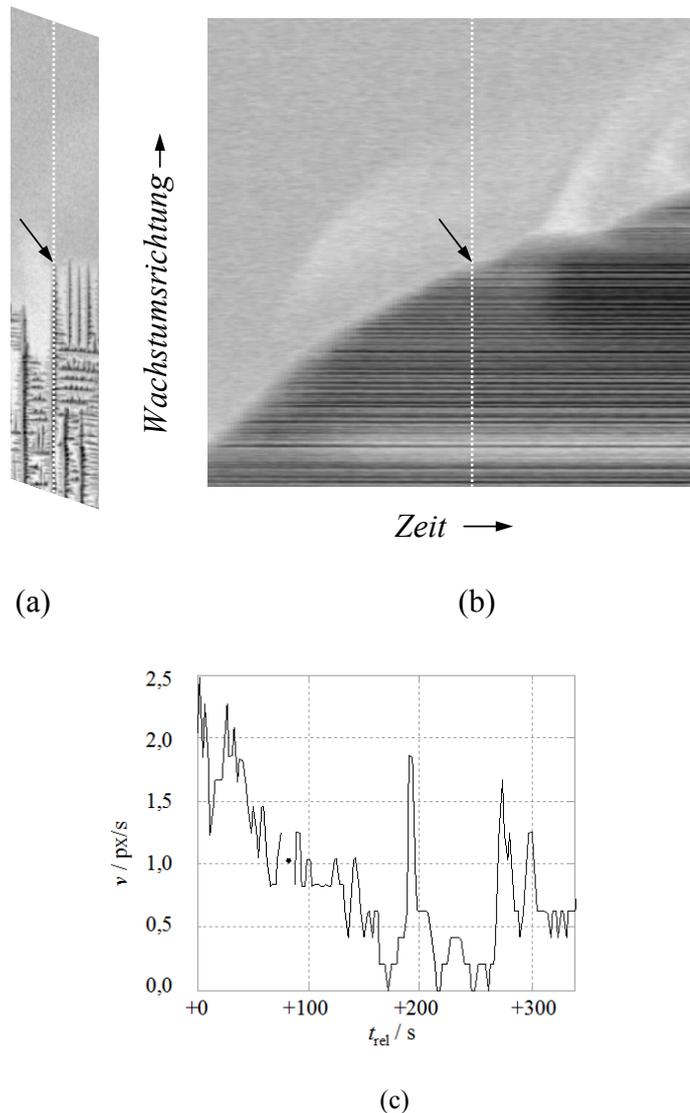


Abbildung 5.24 Momentaufnahme des Dendriten 4 (Abbildung 5.23) während der Erstarrung (a). Der Bildausschnitt ist so gedreht, dass die Hauptachse des primären Dendritenstamms (gepunktete Linie, a) parallel zur vertikalen Bildachse verläuft. Die Auswertung der Bildhelligkeiten unter dieser Abtastlinie über der Zeit (b) ermöglicht das Abschätzen der Position der Dendritenspitze zu jedem Messzeitpunkt, wie zum Beispiel zu dem in (a) dargestellten Zeitpunkt. Die korrespondierende Spitzenposition ist in beiden Abbildungen mit einem Pfeil markiert. Die momentane Wachstumsgeschwindigkeit ergibt sich aus dem jeweiligen Positions- und Zeitinkrement (c).

die Dendritenspitze einhüllenden Konturlinien von den anderen zu unterscheiden, werden zwei Eigenschaften dieser Konturlinien bestimmt, die Krümmung der Konturlinie und die Richtung der überstrichenen Helligkeitsgradienten. Als Position der Dendritenspitze wird dann der in Hauptachsenrichtung am weitesten vorn gelegene Punkt der Obersten der einhüllenden Kurven definiert. Dieses Verfahren arbeitet jedoch nur dann zuverlässig, wenn die Helligkeitskonturlinien glatt und nicht durch Bildrauschen gestört sind. Deshalb wird diese

Methode hier nur auf tiefpassgeglättete Röntgenbilder angewendet. Solche Linien sind in Abbildung 5.25 abgebildet. Nur die schwarz dargestellten Linien weisen die charakteristische Krümmung der die Dendritenspitze einhüllenden Konturlinien auf. Die darüber liegenden weißen Konturlinien in Abbildung 5.25a werden wegen der fehlenden Krümmung nicht weiter berücksichtigt. Der höchste Punkt der obersten gültigen schwarzen Konturlinie wird als Dendritenspitzenposition gesetzt (Abbildung 5.25b). Ein aus den so bestimmten Dendritenspitzenpositionen abgeleitetes und geglättetes Wachstumsgeschwindigkeitsprofil ist in Abbildung 5.25c dargestellt. Es unterscheidet sich deutlich vom Geschwindigkeitsprofil, welches auf Dendritenspitzenpositionen beruht, die nur durch Schwellwertanwendung gefunden wurden.

Mit der Kenntnis der konkreten Dendritenspitzenposition im Bild kann neben der Berechnung der mittleren Wachstumsgeschwindigkeit auch die Zusammensetzung der Schmelze durch Abtasten der Bildhelligkeiten in der nahen Umgebung der Dendritenspitze gemessen und mit der beobachteten Wachstumsgeschwindigkeit korreliert werden.

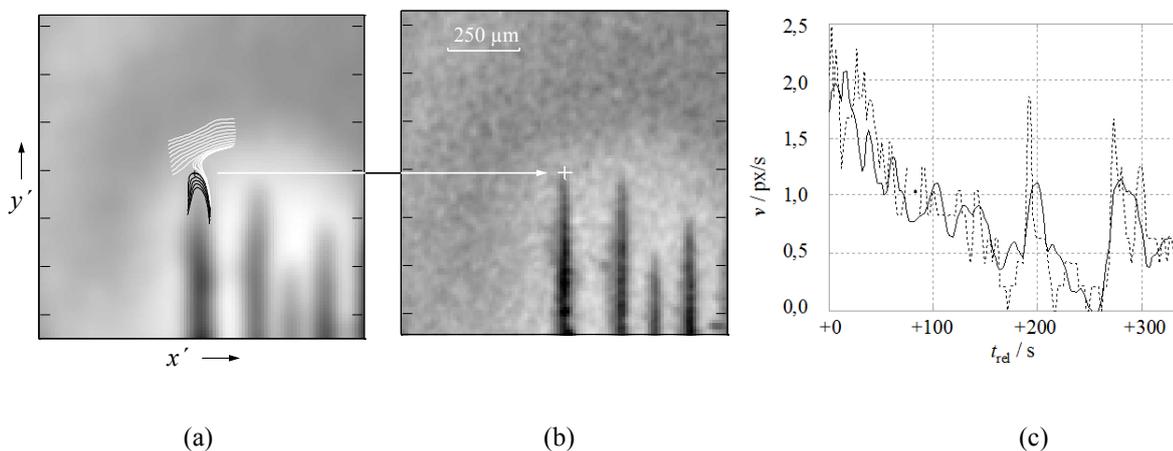


Abbildung 5.25 Auswertung von Helligkeits-Konturlinien zur Bestimmung der Dendritenspitzenposition. Konturlinien, welche nicht die charakteristische Form der Dendritenspitze aufweisen, werden automatisch zurückgewiesen (a, weiße Linien). Der Scheitelpunkt der obersten der verbleibenden Konturlinien (a, schwarze Linien) definiert die Position der Dendritenspitze (b). Aus den Änderungen der Dendritenspitzenposition berechnete Wachstumsgeschwindigkeit (c, durchgezogene Linie) im Vergleich zur Geschwindigkeit nach Abbildung 5.24.

#### 5.4.4. Dendritenarmabstände

Der Abstand der sekundären Dendritenarme gilt als Maß für die Wachstumsbedingungen des Dendriten. Diese Abstände wurden aus der Röntgen-Abbildung der dendritisch erstarrten Metalllegierung ermittelt. Dazu werden die Positionen der einzelnen Dendritenarme im Röntgenbild bestimmt. Dafür wird der Grauwertverlaufs entlang einer parallel zum primären Dendritenarm durch das Bild verlaufenden Abtastlinie ausgewertet. Das ist in Abbildung 5.26 dargestellt. Das Bild des ausgewählten Dendritenstamms ist zur Vereinfachung horizontal liegend ausgerichtet. Das Grauwertprofil entlang der manuell gewählten Abtastlinie zeigt deutliche Oszillationen, die dem Wechsel der Legierungszusammensetzung zwischen sekundären Dendritenarmen und der sich im interdendritischen Raum befindlichen Schmelze entsprechen. Durch die Detektion lokaler Minima in diesem Grauwertprofil ergeben sich die Positionen der Dendritenarme und deren Abstand zueinander.

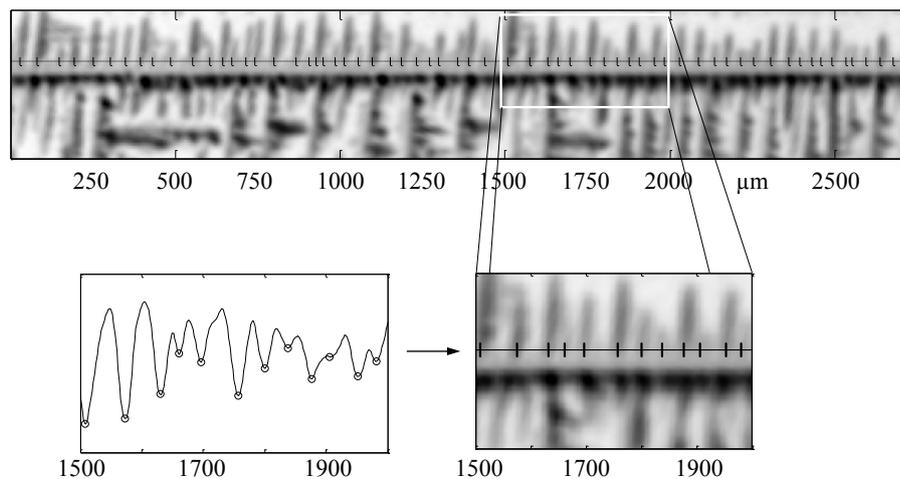


Abbildung 5.26 Die automatisch detektierten lokalen Minima (o) des Grauwertprofils entlang einer manuell gewählten Abtastlinie (unterbrochene Linie,---) parallel zum primären Dendritenstamm liefern die Positionen (schwarze senkrechte Markierungen) der sekundären Dendritenarme.

Die Detektion der Dendritenarmpositionen wird durch das Vorhandensein von Bildrauschen beeinträchtigt, da das Rauschen künstliche Minima in den auszuwertenden Grauwertprofilen erzeugen kann. Daher können für die Dendritenarmabstandsbestimmung nur Bilder mit niedrigem Rauschanteil, das heißt mit einem hohen Signal-zu-Rausch-Verhältnis, herangezogen werden. Solche Bilder erhält man zum Beispiel durch lange Belichtungszeiten. Das bedeutet, dass die Dendritenarmabstände dann nur in einem quasi-statischen Zustand des Dendriten vermessen werden können. Das stellt bei den hier betrachteten Untersuchungsobjekten jedoch keine besondere Einschränkung dar, da die

Abstände typischerweise am Ende des Erstarrungsvorgangs ermittelt werden und dann Langzeitbelichtungen des Dendriten angefertigt werden können.

#### 5.4.5. Strömungsgeschwindigkeiten

Für die Beurteilung der Schmelzenströmung und ihres Einflusses auf den Erstarrungsprozess ist es notwendig, die Strömungsgeschwindigkeiten in der Schmelze zu vermessen. Dazu wurde hier das Prinzip des Optischen Flusses genutzt.

Wird eine erstarrende Legierung von unten gekühlt und ist die Dichte der zurückgewiesenen gelösten Komponente größer als die Dichte der Legierung in ihrer ursprünglichen Zusammensetzung, dann kommt es zur Ausbildung einer stabilen Dichteschichtung und die Ausdehnung und Dynamik der Diffusionsgrenzschicht wird im wesentlichen, abgesehen von Schrumpfungskonvektion, nur durch diffusionsgetriebene Transportvorgänge geprägt. Die Analyse des Röntgenstrahlungsintensitätsprofils ermöglicht die Bestimmung der räumlichen Ausdehnung der Diffusionsgrenzschicht vor der Erstarrungsfront, wie bereits durch Forsten und Miekko-oja (1967) gezeigt.

Wird jedoch die erstarrende Legierung von oben gekühlt und/oder ist die Dichte der zurückgewiesenen gelösten Komponente kleiner als die Dichte der ursprünglichen Legierungszusammensetzung, dann ist es sehr wahrscheinlich, dass in natürlicher Weise konvektive Transportvorgänge aufgrund der entsprechenden thermischen und solutalen Randbedingungen auftreten, nämlich sogenannte thermische, solutale oder thermo-solutale Konvektionsbewegungen. Im Fall der Erstarrung einer übereutektischen Ga-30 Gew.% In-Legierung bei Kühlung von unten in einem zumindest bezüglich der thermischen Randbedingungen stabilen System kommt es bei der Erstarrung des Indiums aufgrund der stark herabgesetzten Löslichkeit für Gallium zur Anreicherung von eben diesem vor der Erstarrungsfront. Die Gallium-reiche Schmelze ist aber leichter als die sie umgebende flüssige Metalllegierung und zeigt deshalb die Tendenz, schwerkraftgetrieben aufzusteigen. Aufgrund der Massenerhaltung im Fluid muss Schmelze aus dem der Erstarrungsfront vorgelagerten Gebiet, welche sich in der initialen Zusammensetzung befindet und deshalb schwerer als die aufsteigende Schmelze ist, nach unten nachströmen. Die Diffusionsgrenzschicht wird drastisch gestört, es bilden sich in der Nähe der Erstarrungsfront schwadenförmige Konvektionsmuster aus. Diese Konvektionsmuster sind in den hier durchgeführten Erstarrungsexperimenten einfach und deutlich erkennbar.

Die durch die Konvektionsbewegungen verursachten Störungen des Konzentrations- und Temperaturfeldes beeinflussen merklich die Entwicklung des entstehenden Gefüges. Es ist daher von großem Wert, diese Konvektionsbewegungen quantitativ zu analysieren. Die direkte Beobachtung von Markierstoffpartikeln, welche klassischerweise zur Untersuchung von Strömungsphänomenen eingesetzt werden, ist hier nicht möglich. Markierstoffe würden die Metalllegierung verunreinigen und so den Erstarrungsprozess beeinflussen. Kleine Partikel wirken als Keime, an denen der Erstarrungsprozess unkontrolliert starten kann. Zudem ist nicht klar, wie sich Partikel mit einer gegebenen festen Dichte in einer Umgebung, die durch eine wechselnde Zusammensetzung und damit eine veränderliche Dichte gekennzeichnet ist, in Bezug auf die Schmelzenströmung verhalten. Dagegen sind die auftriebsgetriebenen Bewegungen der Schmelzengebiete mit veränderter Zusammensetzung in der Umgebung der Erstarrungsfront für den Beobachter direkt zugänglich. Diese Bewegungen werden deshalb mit Hilfe des Optischen Flusses analysiert.

Bei dem Untersuchungsgegenstand in dieser Arbeit handelt es sich um ein Fluid (die Schmelze), welche sich in einem sehr engen Spalt zwischen den zwei Wänden einer Erstarrungszelle befindet. Die konvektiven Transportprozesse in der Schmelze sind deshalb zweidimensional ausgeprägt. Die Strömungsgeschwindigkeitskomponente in Röntgenstrahlrichtung soll hier vernachlässigt werden. Es wird angenommen, dass entlang des Messstrahls durch das Fluidvolumen die zweidimensionalen Geschwindigkeitskomponenten parallel zur Bildebene konstant sein sollen. Die Metallschmelze selbst ist inkompressibel. Mit diesen Annahmen gilt, dass auch das beobachtete Geschwindigkeitsfeld der Projektion des Mediums divergenzfrei sein muss. Deshalb ist zur Berechnung des Geschwindigkeitsfeldes mittels des Optischen Flusses die Anwendung der Helligkeitserhaltungsgleichung nach Horn und Schunck (Horn, Schunck, 1981) ausreichend und gerechtfertigt.

Durch eine erste visuelle Begutachtung der vorliegenden Röntgenaufnahmen der natürlichen Konvektionsphänomene wird deutlich, dass hier Transportgeschwindigkeiten vorliegen, deren Betrag größer als ein Bildpunkt pro Zeitschritt ist. Da die Berechnung des Optischen Flusses durch Linearisierung der Erhaltungsgleichung nur für kleine Transport- und Zeitschritte angewendet werden kann, ist die Anwendung einer Gitterverfeinerung zur Berechnung der wahren Geschwindigkeiten notwendig. Dabei wird das Geschwindigkeitsfeld zuerst nur sehr grob in einer räumlich sehr niedrig aufgelösten Version der Röntgenbildsequenz abgeschätzt und wird schließlich mittels immer besser aufgelösten Bildversionen verfeinert. Zur Erstellung der dazu erforderlichen Repräsentation der Röntgenbilder in verschiedenen Auflösungsstufen werden die Bilder jeweils mit einem 2 x 2 Bildpunkte breiten Mittelwert-



die Beträge des zur Berechnung verwendeten räumlichen Helligkeitsgradienten  $\|\nabla P\|$  in Abbildung 5.28b, dann erkennt man, dass die Schmelze vor der Erstarrungsfront in weiten Bereichen homogen durchmischt ist und deshalb kaum Helligkeitsgradienten im Röntgenbild aufweist. Dort sind keine sich bewegenden Helligkeitsmuster vorzufinden. Das Vorhandensein sich im Bildfenster bewegender Helligkeitsstrukturen ist aber Grundlage zur Berechnung des Optischen Flusses. Die tatsächlich in diesem Bereich beobachtbaren Helligkeitsvariationen sind nicht durch den Stofftransport in der Schmelze, sondern allein durch das Bildrauschen verursacht worden. Die in diesem Bereich berechneten Geschwindigkeitsvektoren sind deshalb falsch. Diese Geschwindigkeitsvektoren in Bildpunkten mit niedrigem Helligkeitsgradient werden deshalb verworfen. Als Schwellwert  $\|\nabla P\|_{\text{thres}} = \max(\|\nabla P_{\text{ref}}\|)$  wird der maximal beobachtbare Helligkeitsgradient in einem Referenzbild gewählt. Weiterhin wird für alle verbleibenden Bildpunkte der nach erfolgter Berechnung des Geschwindigkeitsfeldes verbleibende Restwert des Fehlerintegrals aus Gleichung 4.21, welcher im Folgenden mit *err* bezeichnet wird, betrachtet. Dessen Betrag ist in Abbildung 5.28c als Grauwertbild dargestellt. Dieses Fehlerintegral ist ein weiteres Maß für die Zuverlässigkeit der berechneten Geschwindigkeitsvektoren. Vektoren an Orten mit hohen Restfehlern werden ebenfalls verworfen. Die sich ergebende binäre Maske, welche zwischen zuverlässigen und unzuverlässigen Geschwindigkeitsergebnissen unterscheidet, ist in Abbildung 5.28d dargestellt. Die unzuverlässigen Geschwindigkeitsmesswerte werden aus dem ursprünglichen Geschwindigkeitsfeld entfernt (Abbildung 5.28e).

Weiterhin wurde geprüft, wie gut schnelle Bewegungen der Helligkeitsmuster in der Röntgenbildsequenz durch die Anwendung des mehrskaligen hierarchischen Berechnungsansatzes während der Berechnung des Optischen Flusses wiedergegeben werden. Dazu wird das Geschwindigkeitsfeld nach Abbildung 5.28e mit bis zu sechs Auflösungsstufen berechnet. Die Beträge der sich ergebenden Geschwindigkeitsvektoren sind in Abbildung 5.29 dargestellt. Mit der zunehmenden Anzahl der durchgeführten Auflösungsreduktionsschritte ändern sich die rekonstruierten Details des Geschwindigkeitsfeldes in signifikanter Weise. Erst bei einer minimalen Anzahl von 5 Reduktionsschritten stabilisiert sich das erzielte Ergebnis. Dann treten nur noch geringe Unterschiede in den Ergebnissen bei einer Erhöhung der Anzahl der Auflösungsreduktionsschritte auf.

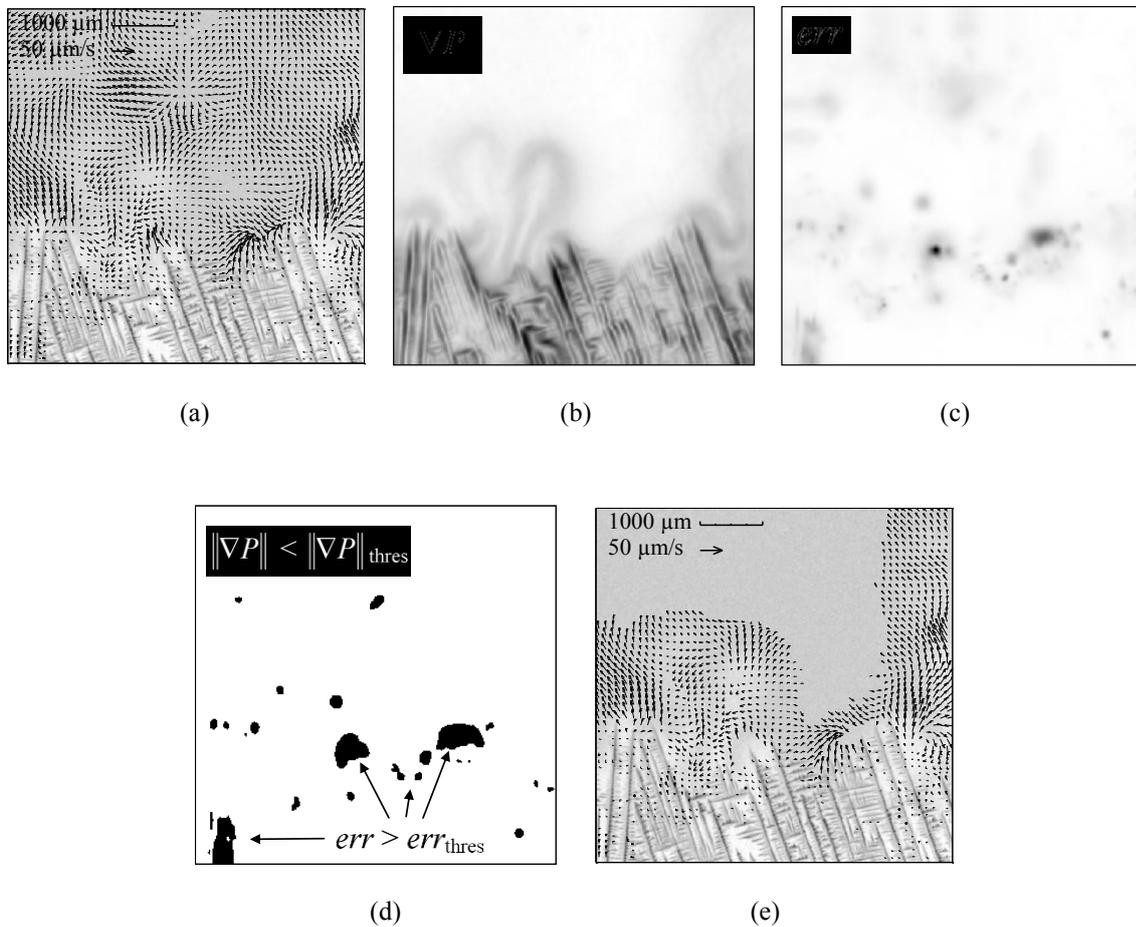


Abbildung 5.28 Mittels Optischem Fluss berechnetes Geschwindigkeitsfeld zu einem ausgewählten Zeitpunkt während der Erstarrung (a) und das korrespondierende Helligkeitsgradientenbild  $\|\nabla P\|$  (b) und der verbleibende Restwert des Fehlerintegrals aus Gleichung 4.21 (c). Die Bilder (b) und (c) liefern durch Schwellwert-Vergleich eine binäre Maske (d), welche genutzt wird, um die unzuverlässigen Geschwindigkeitsvektoren aus dem ursprünglichen Vektorfeld zu entfernen (e).

Ebenso hängt die Genauigkeit des errechneten Geschwindigkeitsfeldes von der Anzahl der Iterationsschritte des hier genutzten Gauß-Seidel-Lösungsalgorithmus ab. Während von verschiedenen Autoren nur wenige 100 Iterationsschritte zur Berechnung des Optischen Flusses genutzt werden, hat es sich hier als notwendig erwiesen, mindestens 1000 Iterationsschritte zu berechnen, um eine stabile Lösung des Geschwindigkeitsfeldes zu erreichen.

Die Wahl des Regularisierungsparameters  $\lambda$  ist ebenfalls sehr kritisch. Dieser Parameter bestimmt die Glattheit des Strömungsfeldes. Ein zu hoch gewählter Parameter  $\lambda$  führt zu einer ungewollten Glättung des Geschwindigkeitsfeldes, eine zu niedrige Wahl führt zur

Instabilität des Lösungsalgorithmus, was zu deutlichen Artefakten im Ergebnis führt (Abbildung 5.30).

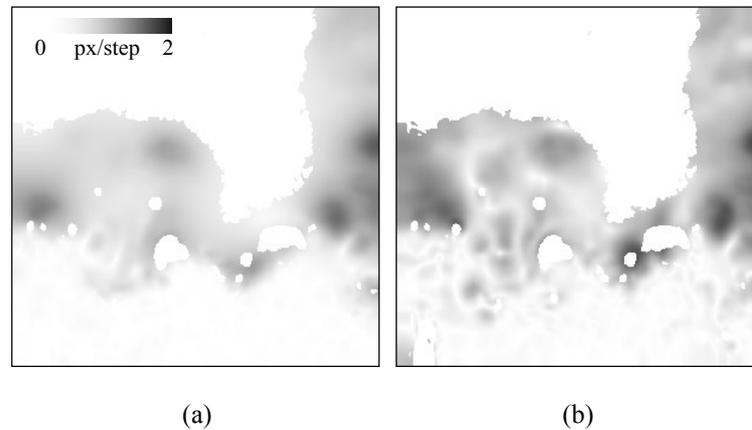


Abbildung 5.29 Beträge des Vektorfeldes aus Abbildung 5.28e nach Berechnung des Optischen Flusses mit 2 (a) und 6 (b) Auflösungsstufen des mehrskaligen hierarchischen Berechnungskonzepts zur korrekten Ermittlung von großen Bewegungsgeschwindigkeiten.

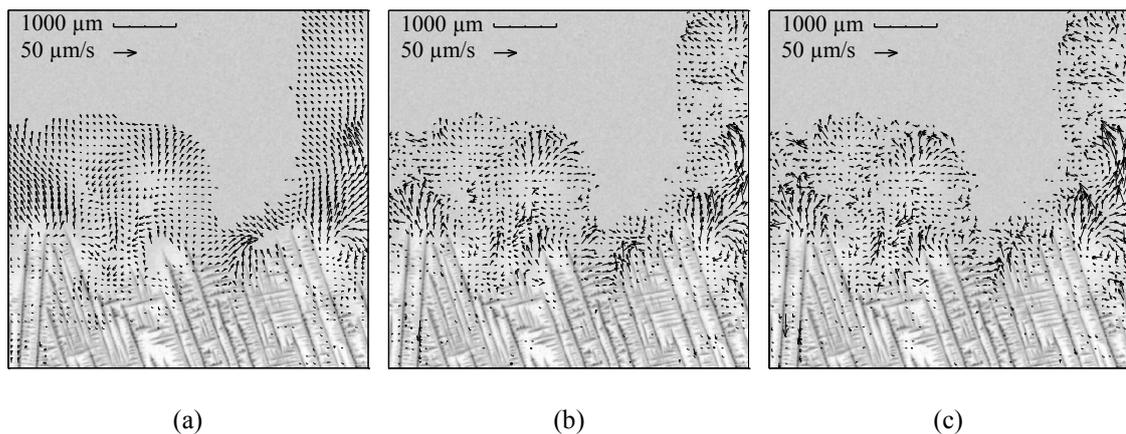


Abbildung 5.30 Berechnetes Geschwindigkeitsfeld des Optischen Flusses für unterschiedliche Beträge des Regularisierungsparameters  $\lambda$ ,  $\lambda = 0,1$  (a),  $\lambda = 0,01$  (b),  $\lambda = 0,001$  (c).

## 5.5. Erstarrung unter dem Einfluss auftriebsgetriebener Strömung

Wie bereits erläutert, können während der Erstarrung Entmischungphänomene auftreten. Diese führen zur lokalen An- bzw. Abreicherung von Legierungskomponenten in der Schmelze. In der Schmelze wirken dann bei unterschiedlichen Dichten der Komponenten Auftriebskräfte, welche zumindest lokal eine Strömung in der Schmelze antreiben können. Die Visualisierung solcher Phänomene ist von großem Interesse. Dazu wurden experimentelle Arbeiten mit einer übereutektischen Gallium-Indium-Legierung durchgeführt. Die Gallium-Indium-Legierung befindet sich in einer Erstarrungszelle, wobei der Gravitationsvektor senkrecht zur horizontalen Strahlrichtung und antiparallel zur Wachstumsrichtung gerichtet

ist. Durch das Anlegen eines positiven Temperaturgradienten wird bei sinkenden Temperaturen eine von unten beginnende gerichtete Erstarrung eingeleitet. Thermische Konvektionseffekte spielen gegenüber den Auftriebseffekten bei den hier auftretenden deutlichen Dichteunterschieden eine untergeordnete Rolle.

Abbildung 5.31 zeigt eine Reihe radiographischer Abbildungen eines typischen Erstarrungsvorgangs einer Ga-30 Gew.-% In Metalllegierung. Die Erstarrungszelle wird von unten gekühlt. Die Erstarrung verläuft gerichtet vom unteren Teil der Erstarrungszelle nach oben. Der tatsächliche Beginn des Erstarrungsprozesses, d. h. die Bildung der Keime und deren beginnendes Wachstum, kann mit der hier verwendeten Mikrofokus-Röntgenradioskopie nicht abgebildet werden, da die Größe dieser initialen Keime unterhalb der Auflösungsgrenze des röntgenbildgebenden Systems liegt. Die Erstarrung beginnt in dem Bereich der Zelle, der durch die für Röntgenstrahlung nicht-transparenten Peltier- bzw. Kühlelemente verdeckt ist. Die anfänglich wachsenden Keime sinken auf den Zellenboden oder klemmen aufgrund ihrer zunehmenden Größe bereits zwischen den beiden flachen Wänden fest. Die Lage dieser Keime ist deshalb zufällig. Die schließlich das Bildfeld erreichenden Dendriten besitzen deshalb in der Regel eine Orientierung, welche nicht parallel zum aufgeprägten Temperaturgradienten ausgerichtet ist. Die beiden Dendriten auf der linken Seite in den Bildern in Abbildung 5.31 sind etwa  $4^\circ$  nach rechts, die Dendriten des rechts davon liegenden benachbarten Kornes sind etwa  $18^\circ$  nach links geneigt. Die Spitzen der sich entwickelnden Dendriten befinden sich jedoch nicht exakt auf gleicher Höhe. Dennoch zeigt der abgebildete Verlauf des Dendritenwachstums, dass einzelne Dendritenspitzen nur geringfügig hinter eine gedachte gerade horizontale Linie einer idealen Erstarrungsfront zurückfallen. Die Isothermen des Temperaturfeldes können daher mit guter Näherung als horizontal ausgerichtet angenommen werden.

In der Nähe der durch die Dendritenspitzen definierten Erstarrungsfront kann man mit Gallium angereicherte Schmelzenbereiche beobachten. Gallium besitzt eine geringere Dichte als die der ursprünglichen Legierung. Die sich durch die Anreicherung ausbildende Dichteschichtung in der Schmelze vor der Erstarrungsfront ist instabil, es entstehen aufsteigende Schwaden (engl. plume) von mit Gallium angereicherter Schmelze. Diese auftriebsgetriebenen Strömungsmuster sind in der Röntgenbildsequenz leicht erkennbar. Die Schwaden erstrecken sich in Bereichen über viele Millimeter Länge. In diesen Schwaden wird die solutale Komponente entlang der Erstarrungsfront und aufwärts in die freie Schmelze transportiert.

Der deutliche Einfluss der Strömungsphänomene auf die sich entwickelnde Gefügestruktur wird durch die in-situ Röntgenbeobachtung klar offenbar. Die strömungsinduzierten Änderungen der lokalen Schmelzenzusammensetzung führen zu einem unstetigen Wachstum der primären Dendriten und beschleunigen oder unterdrücken die Entwicklung sekundärer und tertiärer Dendritenarme. In den Bereichen mit hoher Konzentration Galliumangereicherter Schmelze verlangsamt sich die Entwicklung der Erstarrungsfront und die Lage der Dendritenspitzen fällt dort hinter die der benachbarten Spitzen zurück. Werden dagegen Bereiche der Erstarrungsfront durch gravitationsbedingt abwärts strömende indiumreiche Schmelze in ihrer ursprünglichen Zusammensetzung gespeist, dann ist dort ein beschleunigtes Wachstum zu beobachten.

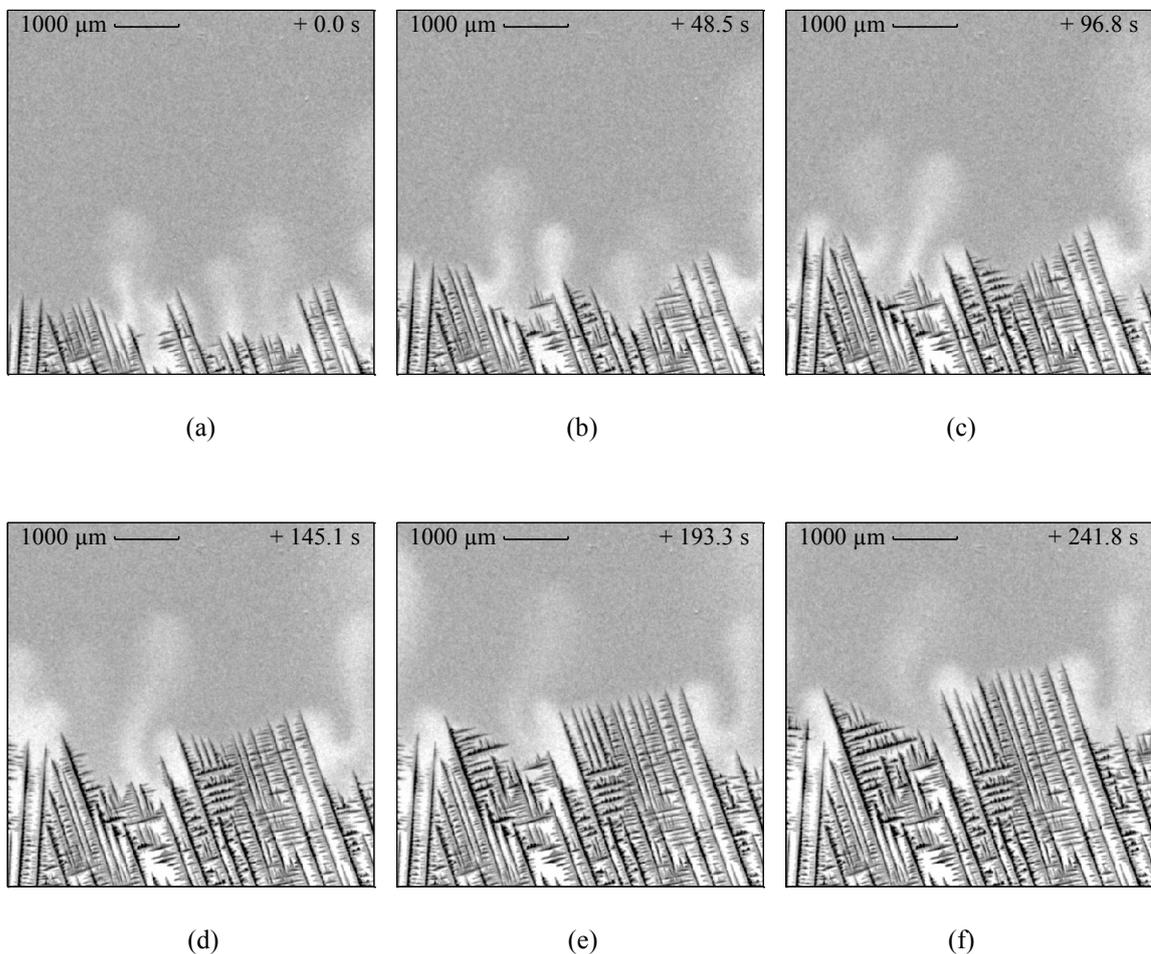


Abbildung 5.31 Dendritisches Wachstum in einer gerichtet erstarrenden Ga – 30 Gew.-% In Legierung: eine Reihe ausgewählter Bilder zu verschiedenen Zeitpunkten relativ zum Bild oben links. Die Einzelbilder sind zeitlich und räumlich geglättet.

Die Geschwindigkeiten der lokalen Bewegung von Helligkeitstexturen in einer Bildsequenz werden durch den Optischen Fluss quantitativ beschrieben. Solche sich bewegende Helligkeitstexturen sind in den hier vorliegenden Röntgenbildsequenzen klar durch die sich

bewegenden solutal angereicherten Schmelzenschwaden gegeben, wie in Abbildung 5.31 zu erkennen. Abbildung 5.32 zeigt eine Serie der berechneten instantanen Geschwindigkeitsfelder der radiographischen Aufnahmen der erstarrenden Metalllegierung. Vor der Berechnung des Optischen Flusses wird die Röntgenbildsequenz räumlich und zeitlich mittels eines Gaußschen Tiefpassfilters geglättet. Um größere Bewegungsgeschwindigkeiten korrekt zu erfassen, wird die mehrskalige Berechnungsstrategie mit 6 Auflösungsstufen angewandt. Zu Lösung des Geschwindigkeitsfeldes werden in jeder Stufe 1000 Iterationsschritte mit einem Regularisierungsparameter von  $\lambda = 0,03$  durchlaufen. In den hellen Schwaden, welche die leichtere Schmelze darstellen, sind deutlich aufwärtsgerichtete Geschwindigkeitsvektoren im Bereich von  $20 \mu\text{m/s}$  bis  $50 \mu\text{m/s}$  zu erkennen. Das Zusammenspiel aufsteigender und nach unten nachströmender Schmelze führt schließlich zur Bildung lokaler Strömungswirbel. Im interdendritischen Raum, das ist der Bereich, in dem sich noch flüssige Schmelze zwischen den Dendritenarmen befindet, sind stellenweise Geschwindigkeiten von  $5 \mu\text{m/s}$  bis  $10 \mu\text{m/s}$  zu finden.

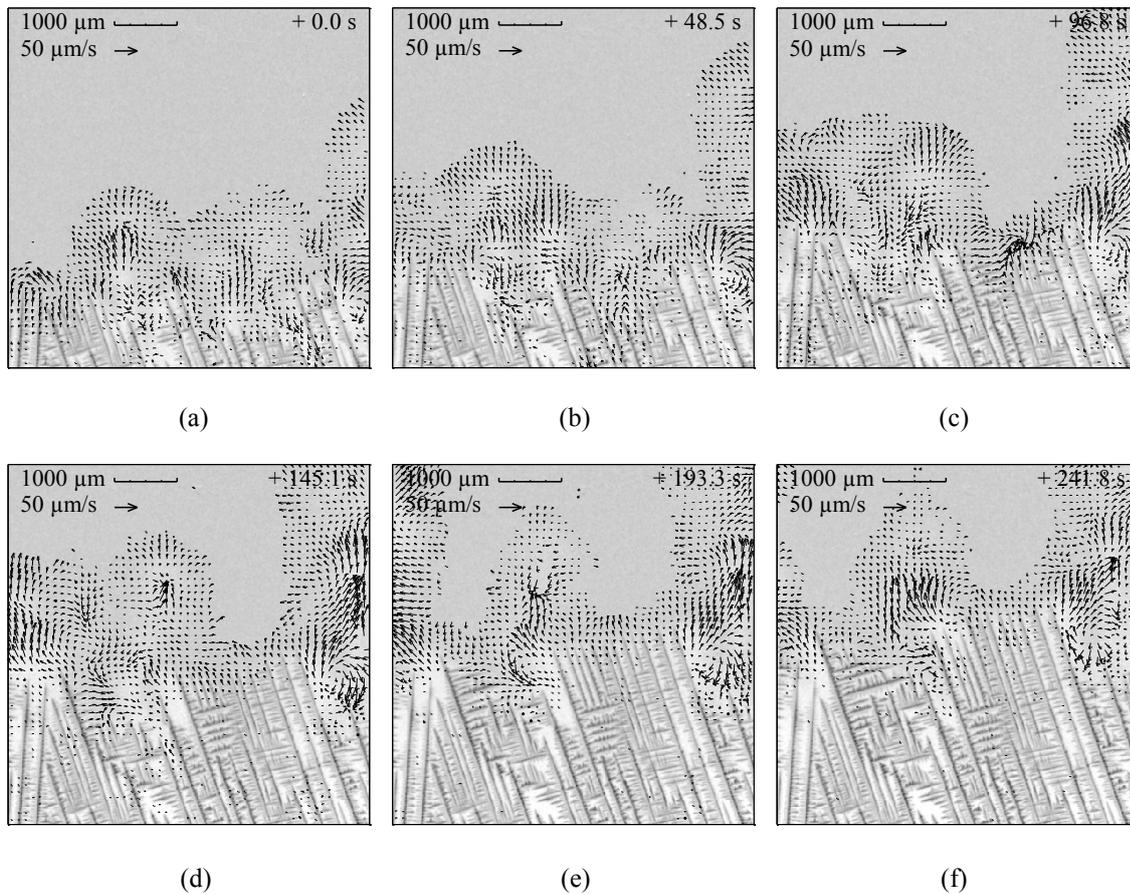


Abbildung 5.32 Berechnetes augenblickliches Strömungsfeld des Optischen Flusses zu verschiedenen Zeiten während der Erstarrung der binären Metalllegierung.

Die Abhängigkeit der Wachstumsgeschwindigkeiten einzelner individueller Dendritenspitzen von der Schmelzenzusammensetzung in der Umgebung der Dendriten wurde betrachtet. Bereits in Abbildung 5.23 sind einzelne Dendriten für eine vertiefte quantitative Auswertung ausgewählt worden. Für einige dieser Dendriten wurden deren individuelle Wachstumsgeschwindigkeit und die Konzentration der Schmelze in der direkten Umgebung der Dendritenspitze in der vorliegenden Röntgenbildsequenz gemessen. Das entsprechende Ergebnis ist in Abbildung 5.33 für die Dendriten 1 und 2 dargestellt. In den Kurven sind deutliche Schwankungen der Wachstumsgeschwindigkeiten der Dendriten und der Schmelzenzusammensetzung vor der Dendritenspitze zu erkennen. Die Geschwindigkeiten liegen in einem Bereich zwischen vollständiger Stagnation des Wachstums und maximalen Wachstumsgeschwindigkeiten von  $20 \mu\text{m/s}$ . Der Indium-Anteil der Schmelze schwankt zwischen dem ursprünglichen Anteil von 30 Gew.-% und der eutektischen Zusammensetzung von 21,4 Gew.-% Indium. Aus den Darstellungen wird ein klarer Zusammenhang zwischen Wachstumsgeschwindigkeit und der Schmelzenzusammensetzung im Bereich der Dendritenspitze ersichtlich. Eine Indium-Konzentration nahe der initialen Zusammensetzung führt zu hohen Wachstumsgeschwindigkeiten. Bei sinkendem lokalem Indium-Gehalt der Schmelze ist ein verlangsamtes Dendritenwachstum zu beobachten. Bei einer ausgeprägten Abreicherung von Indium, d. h. einer sehr starken Anreicherung von Gallium in der Schmelze, kann ein lokales Rückschmelzen der Dendritenspitze auftreten. Dies ist in Abbildung 5.33 für den Dendrit 1 während der beiden markierten Zeitpunkte anhand negativer Wachstumsgeschwindigkeiten zu erkennen.

Abbildung 5.35 zeigt eine Auswahl von Röntgenbildern, welche nur den Bereich des Wachstums der Dendriten 1 und 2 zeigen. Hier kann direkt die gegenseitige Beeinflussung des Wachstumsverhaltens im Zusammenhang mit den Strömungsphänomenen beobachtet werden. Die Indium-Konzentration an beiden Dendritenspitzen ist zu Beginn der Beobachtungsperiode relativ hoch (Abbildung 5.35a). Aus Abbildung 5.33 erkennt man ähnliche Wachstumsgeschwindigkeiten zu diesem Zeitpunkt. Die Entmischung während des Phasenübergangs bei der Bildung der festen Dendriten führt zur Anreicherung von Gallium in der Nähe der Dendriten (Abbildung 5.35b-e). Aufgrund der lokalen Struktur sammelt sich eine große Menge galliumreicher Schmelze am Dendriten 1. Dort bildet sich eine starke aufwärts gerichtete Strömung aus. Die davon ausgehende Sogwirkung hat einen deutlichen Einfluss auf das Wachstum von Dendrit 2. Abbildung 5.35e,f zeigen, wie sich eine wirbelartige Strömung vor den Dendriten ausbildet und frische indiumreiche Schmelze an die Spitze von Dendrit 2 herantransportiert, während sich mehr galliumreiche Schmelze am Dendrit 1 ansammelt. Genau zu diesem Zeitpunkt ist das Aufschmelzen der Spitze von

Dendrit 1 beobachtbar. Betrachtet man Abbildung 5.35e, dann wird klar, dass die Änderung der lokalen Schmelzenzusammensetzung als wahrscheinliche Ursache dieses Aufschmelzens angesehen werden kann. Ein thermisches Aufschmelzen kann insofern ausgeschlossen

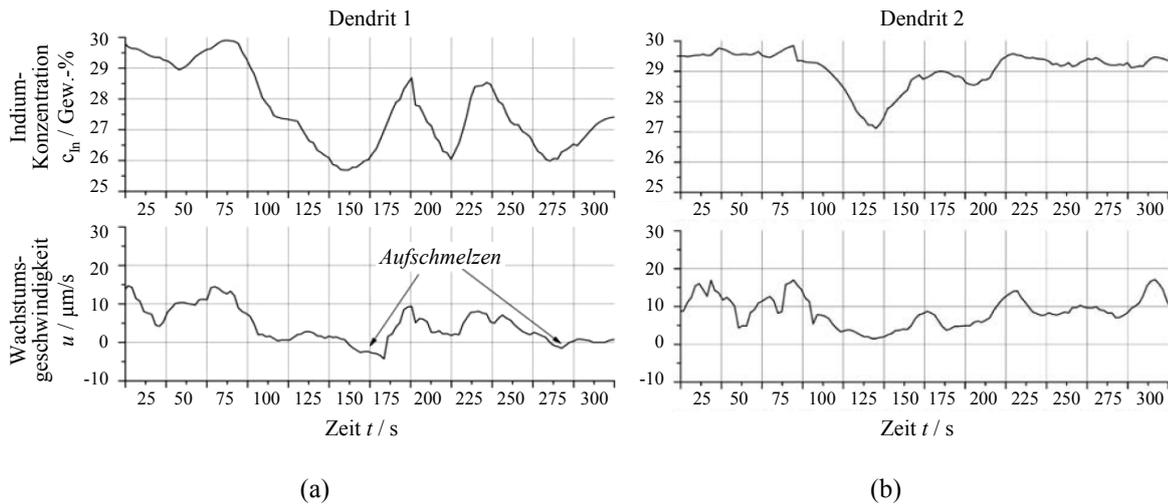


Abbildung 5.33 Zeitlicher Verlauf der Wachstumsgeschwindigkeit und der Zusammensetzung der Schmelze in der direkten Umgebung der Dendritenspitze: Dendrit 1 (a) und Dendrit 2 (b).

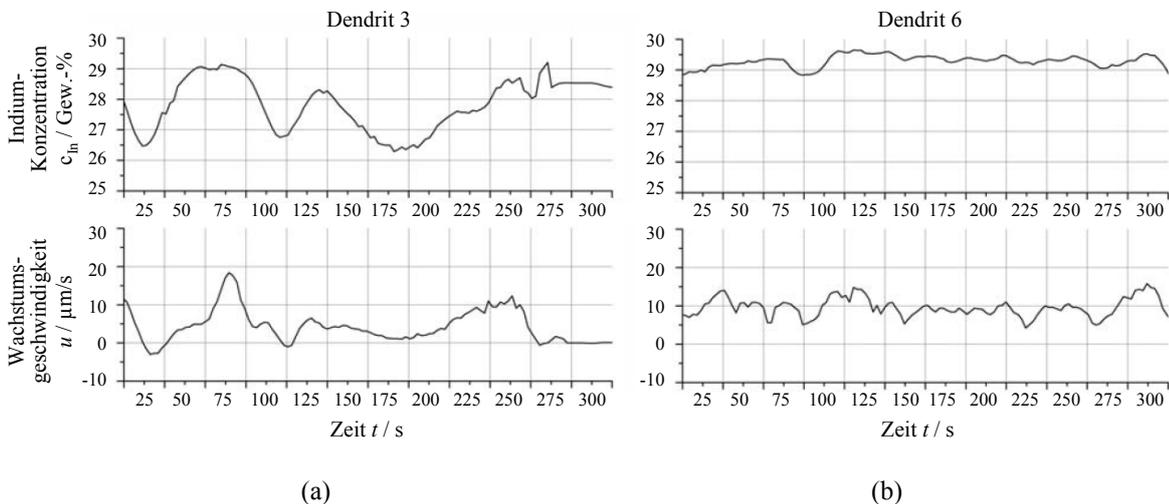


Abbildung 5.34 Zeitlicher Verlauf der Wachstumsgeschwindigkeit und der Zusammensetzung der Schmelze in der direkten Umgebung der Dendritenspitze: Dendrit 3 (a) und Dendrit 6 (b).

werden, da hier mit dem vorliegenden Strömungsfeld keine frische warme Schmelze aus dem Fluidvorrat vor der Erstarrungsfront herantransportiert wird und somit kein Indiz für einen Temperaturanstieg an der Dendritenspitze gegeben ist. Zu dem Zeitpunkt der negativen Wachstumsgeschwindigkeiten dominiert eine nahezu horizontale Strömung, die Schmelze aus

der Umgebung des Dendriten 2 herantransportiert. Anschließend gelangt indiumreiche und warme Schmelze an die Spitze des Dendriten 1 (Abbildung 5.35f). Abbildung 5.33a zeigt für diesen Zeitpunkt, dass der Anstieg der Indium-Konzentration zu einem beschleunigtem Dendritenwachstum führt. Da aber Dendrit 2 bereits einen Wachstumsvorsprung gegenüber den benachbarten Dendriten besitzt, hat dieser nun bevorzugte Wachstumsbedingungen. Der Dendrit wächst schnell in Regionen mit deutlich höherem Indiumgehalt (Abbildung 5.35g-k). Der während der Erstarrung erzeugte kontinuierliche Strom aufsteigender galliumreicher Schmelze wird aufgrund der leicht schrägen Lage des Dendriten 2 nach links in Richtung des Dendriten 1 geführt. In einer solchen Umgebung wird das Wachstum dieses Dendriten weiter gebremst, bis es schließlich vollständig zum Erliegen kommt, während Dendrit 2 seine Nachbarn auf der linken Seite deutlich überragt.

Das Wachstum des Dendriten 1 ist geprägt von den deutlichen Schwankungen der lokalen Zusammensetzung der Schmelze an der Erstarrungsfront. Ein ähnliches Verhalten kann auch bei anderen Dendriten in Gebieten mit verstärkter solutaler Konvektion beobachtet werden (siehe zum Beispiel Dendrit 3 in Abbildung 5.34a). Die lokale Anreicherung der solutalen Komponente und die daraus folgende Bildung schwadenförmiger solutaler Konvektionsmuster behindern das Wachstum an der Erstarrungsfront. Dagegen zeigen die Dendriten 4 bis 7 über einen bestimmten Zeitraum ein nahezu gleichförmiges Wachstumsverhalten. Als ein repräsentatives Beispiel ist die Wachstumsgeschwindigkeit und die Schmelzenzusammensetzung vor der Spitze von Dendrit 6 in Abbildung 5.34b dargestellt. Beide Größen zeigen nahezu konstante Werte von etwa  $10 \mu\text{m/s}$  für  $u_{\text{tip}}$  und 29 Gew.-% für  $c_{\text{In}}$ . Es ist naheliegend, den Abfluss solute-reicher Schmelze durch das dendritische Netzwerk hinter der Erstarrungsfront dafür verantwortlich zu machen. An der linken und rechten Seite dieser Anordnung von Dendriten hat sich eine ausgeprägte aufwärtsgerichtete Strömung eingestellt (Abbildung 5.31d bis f). In deren Sog wird die im dendritischen Netzwerk weiterhin gebildete galliumreiche Schmelze seitwärts aus dem Zweiphasengebiet abtransportiert. Das ermöglicht ein ungestörtes Wachstum der darüberliegenden Dendritenspitzen.

Der Abstand der primären Dendritenarme zeigt deutliche Schwankungen im Bereich von etwa  $100 \mu\text{m}$  bis  $500 \mu\text{m}$ . Die Gestalt der sekundären Dendritenarme ist ebenfalls nicht gleichförmig. Das sich entwickelnde Gefüge wird häufig durch das Auftreten ausgeprägt starker sekundärer Seitenarme gestört. Diese können sogar das Wachstum benachbarter primärer Dendriten behindern (z. B. Dendrit 4 in Abbildung 5.23). In einem solchen Fall

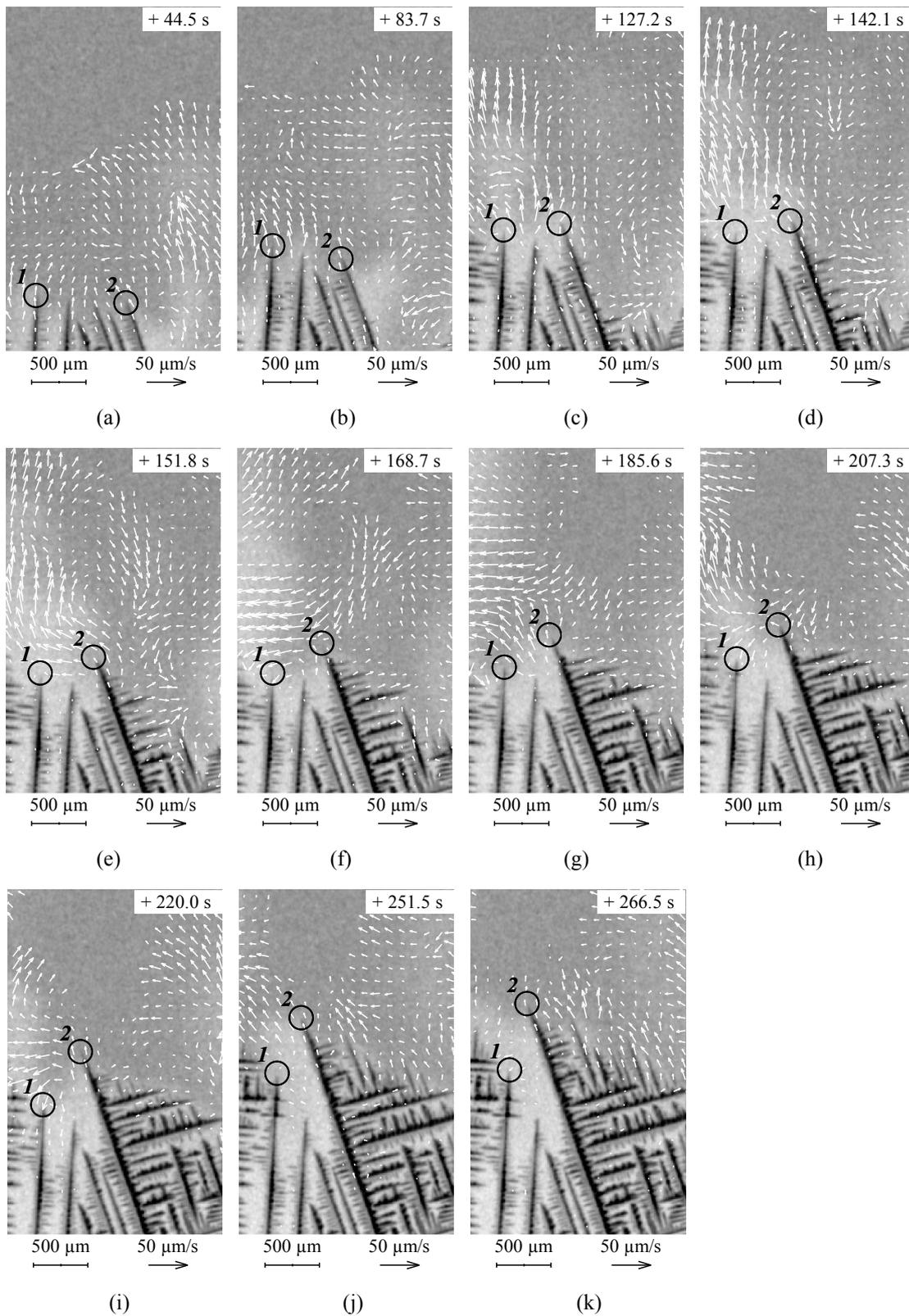


Abbildung 5.35 Bildsequenz eines ausgewählten Bereichs, welcher explizit das Wachstum der Dendriten 1 und 2 zeigt, und die entsprechenden Strömungsgeschwindigkeiten, welche mittels der Methode des Optischen Flusses berechnet worden sind.

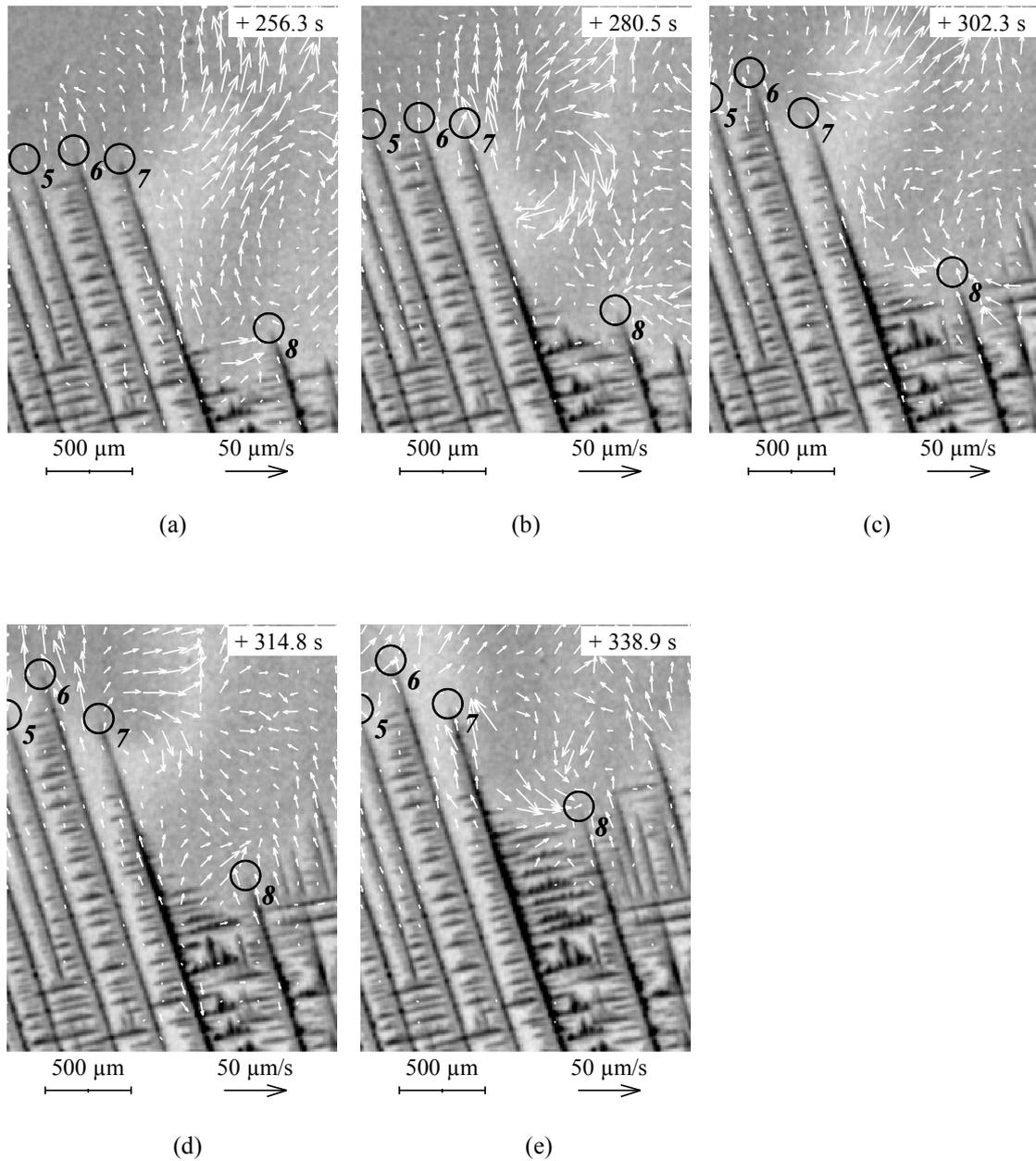


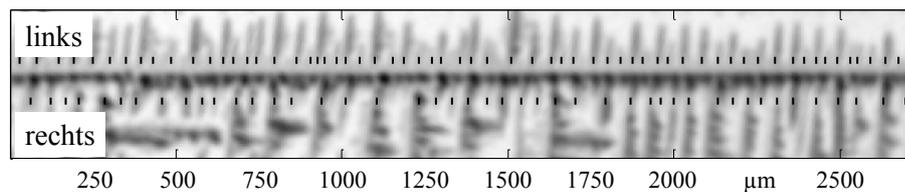
Abbildung 5.36 Bildsequenz eines ausgewählten Bereichs, welcher explizit das Wachstum der Dendriten 5 bis 8 zeigt, und die entsprechenden Strömungsgeschwindigkeiten, welche mittels der Methode des Optischen Flusses berechnet worden sind.

können tertiäre Dendritenarme auftreten, die dann weiter in der ursprünglichen Richtung der primären Arme wachsen. In vielen Fällen sind die Eigenschaften der sekundären Dendriten in Form und Abstand auf den beiden Seiten des gleichen primären Dendriten sehr unterschiedlich. Das Wachstum der Seitenarme ist sehr sensitiv von der Schmelzenzusammensetzung abhängig. Der Einfluss der Konvektion hier soll beispielhaft anhand der Dendriten 5 bis 8 erklärt werden. Wie gerade schon angemerkt, kann eine überwiegend seitwärts gerichtete Strömung nach rechts an den Dendriten 6 und 7 beobachtet werden. Deshalb wachsen die sekundären Seitenarme entsprechend der dominierenden Strömungsrichtung vorzugsweise auf der linken Seite der primären Dendritenstämme, während auf deren rechten, strömungsabgewandten Seite nur wenige sekundäre Arme zu finden sind. Dies wird auch im Folgenden deutlich.

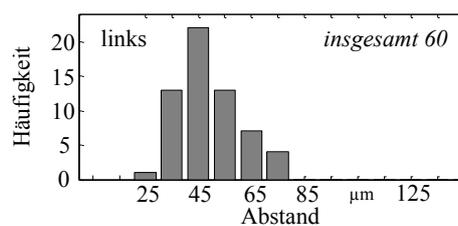
Der Einfluss einer starken natürlichen Strömung auf die Bildung sekundärer Dendritenarme soll anhand der Entwicklung des Dendriten 7 untersucht werden. Die Strömung im interdendritischen Bereich zwischen den Dendriten 6 und 7 mit einem Abstand der primären Dendritenstämme von etwa  $250\ \mu\text{m}$  ist vernachlässigbar, während die rechte Seite des Dendriten 7 einer intensiven Schmelzenströmung ausgesetzt ist. Diese entsteht, weil im Beobachtungszeitraum der benachbarte Dendrit 8 beachtlich hinter die Dendriten 6 und 7 zurückfällt. Außerdem ist der Abstand der primären Arme zwischen den Dendriten 7 und 8 mit  $500\ \mu\text{m}$  etwa doppelt so groß wie der Abstand zwischen den Dendriten 6 und 7. Abbildung 5.36 zeigt eine kurze Bildsequenz, welche verschiedene Momente des Wachstums der Dendriten 5 bis 8 zeigt. Auf der rechten Seite des Dendriten 7 kann eine markante aufwärtsgerichtete Strömung identifiziert werden. Diese enthält galliumreiche Schmelze von beiden Seiten des Dendriten. Die angereicherte Schmelze verbleibt für einen langen Zeitraum an ihrem Ort und verhindert dort die Entstehung sekundärer Dendritenarme. In periodischer Abfolge wird jedoch frische indiumreiche Schmelze an den Dendritenstamm herantransportiert (Abbildung 5.36b,c). Man kann in diesem Moment ein explosionsartiges Wachstum sekundärer und tertiärer Dendritenarme beobachten (Abbildung 5.36c,d). Dieser schnelle Erstarrungsvorgang erzeugt neue galliumreiche Schmelze, welche wieder den primären Dendritenstamm umgibt (Abbildung 5.36d). Das Wachstum der dendritischen Seitenarme kommt danach wieder nahezu zum Stillstand, bis in einem neuen Wirbel frische indiumreiche Schmelze herantransportiert wird (Abbildung 5.36e).

Abbildung 5.37a zeigt eine vergrößerte Darstellung des Querschnitts des Dendriten 7. Auf der linken Seite des primären Stammes ist eine sehr regelmäßige Abfolge kleiner sekundärer

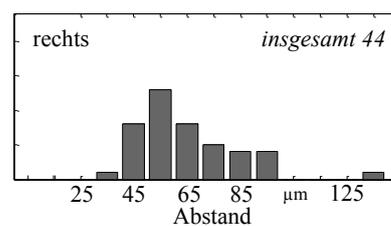
Dendritenarme zu finden, während sich auf der rechten Seite in unregelmäßigen Abständen stärkere sekundäre Dendriten mit teilweise deutlich ausgeprägten tertiären Armen gebildet haben. Der Mittelwert des Dendritenarmabstands, der sich aus dem Quotienten der Länge des betrachteten primären Dendritenarmabschnitts und der Anzahl der vorgefundenen sekundären Seitenarme ergibt, beträgt für die linke Seite  $45\ \mu\text{m}$  und für die rechte Seite  $62\ \mu\text{m}$ . Die einzelnen Dendritenarmabstände werden direkt vermessen. Der Sekundärarmabstand zeigt deutliche Unterschiede: er beträgt zwischen  $20\ \mu\text{m}$  und  $80\ \mu\text{m}$  auf der linken Seite und zwischen  $30\ \mu\text{m}$  und  $90\ \mu\text{m}$  ( $140\ \mu\text{m}$ ) auf der rechten Seite. Dabei stand die linke Seite unter dem Einfluss einer schwachen Schmelzenströmung, während die rechte Seite unter dem Einfluss starker Konvektionsbewegungen stand. Die periodisch auftretenden Wachstumsspitzen führen zu einem Auftreten größerer sekundärer Dendritenarme. Die Bildung benachbarter Arme wird behindert, was in einer größeren Streuung der messbaren Armabstände resultiert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.37b,c dargestellt.



(a)



(b)



(c)

Abbildung 5.37 Einfluss der Schmelzenkonvektion auf die Morphologie der sekundären Dendritenarme: Röntgenabbildung eines ausgewählten Bereichs von Dendrit 7 (a). Histogramme der Häufigkeit des Auftretens bestimmter Sekundärarmabstände auf der linken (b) und rechten (c) Seite des primären Dendritenstamms.

## 5.6. Erstarrung unter dem Einfluss erzwungener Konvektion

Mit der röntgenbildgebenden Visualisierung der natürlichen auftriebsgetriebenen Konvektionsphänomene in der Schmelze konnte deren deutlicher Einfluss auf das Gefügewachstum gezeigt werden. Die experimentellen Arbeiten wurden auf die Visualisierung erzwungener Konvektionsphänomene ausgedehnt. Dazu kommt die in Kapitel 5.2 beschriebene magnetische Pumpe zur Anwendung.

Abbildung 5.38 zeigt eine Bildsequenz eines Erstarrungsexperiments zur Untersuchung des Einflusses einer erzwungenen Konvektion auf das sich entwickelnde Gefüge. Zur Verbesserung der Interpretierbarkeit ist das Bildmaterial mit einem nichtlokalen Mittelwertfilter geglättet. Es handelt sich um die Erstarrung einer Gallium-25 Gew.-% Indium Legierung. Abbildung 5.38a zeigt den Zustand kurz vor dem Beginn der Rotation der magnetischen Pumpe, welche am oberen Ende der Erstarrungszelle positioniert ist. Ohne äußere Strömungsbeeinflussung zeigen sich solutale Konvektionsmuster vor der Erstarrungsfront. Zum Zeitpunkt  $t = 0$  s wird die Pumpe mit einer Geschwindigkeit von 50 Umdrehungen pro Sekunde entgegen dem Uhrzeigersinn in Bewegung versetzt. Die rotierende Anordnung der Permanentmagneten mit alternierender Polarität wirkt auf die Schmelze wie ein wanderndes Magnetfeld. In der Schmelze wird ein einzelner globaler Strömungswirbel in Uhrzeigerrichtung mit einer nahezu horizontal ausgerichteten Schmelzenströmung vor der Erstarrungsfront erzeugt (Abbildung 5.38b). Diese führt umgehend zur Auslöschung der solutalen Konvektionsmuster. Die Geschwindigkeit dieser horizontalen Strömung kann durch das Verfolgen mittransportierter Feststoffpartikel abgeschätzt werden und beträgt etwa 1 mm/s in der Umgebung vor der Erstarrungsfront. Es wird offensichtlich, dass die solutale Grenzschicht in signifikanter Weise durch die erzwungene Strömung verändert wird. Lokale Unterschiede der Konvektionsphänomene können durch die Gefügeunterschiede direkt an der Erstarrungsfront begründet werden. Grundsätzlich ist zu beobachten, dass sich an den strömungszugewandten Seiten der Dendriten indiumreiche Schmelze sammelt, während es in strömungsabgewandter Richtung zur Akkumulation von galliumreicher Schmelze kommt. Die Wachstumsgeschwindigkeit der Dendritenarme wird auch hier stark durch die Zusammensetzung der Schmelze beeinflusst. Die Asymmetrie des Konzentrationsfeldes führt deshalb zur einer stark asymmetrischen Entwicklung der Dendriten (Abbildung 5.38c). Auf der der Strömung zugewandten Seite der primären Dendritenarme kommt es zu einem verstärkten Wachstum dichter sekundärer

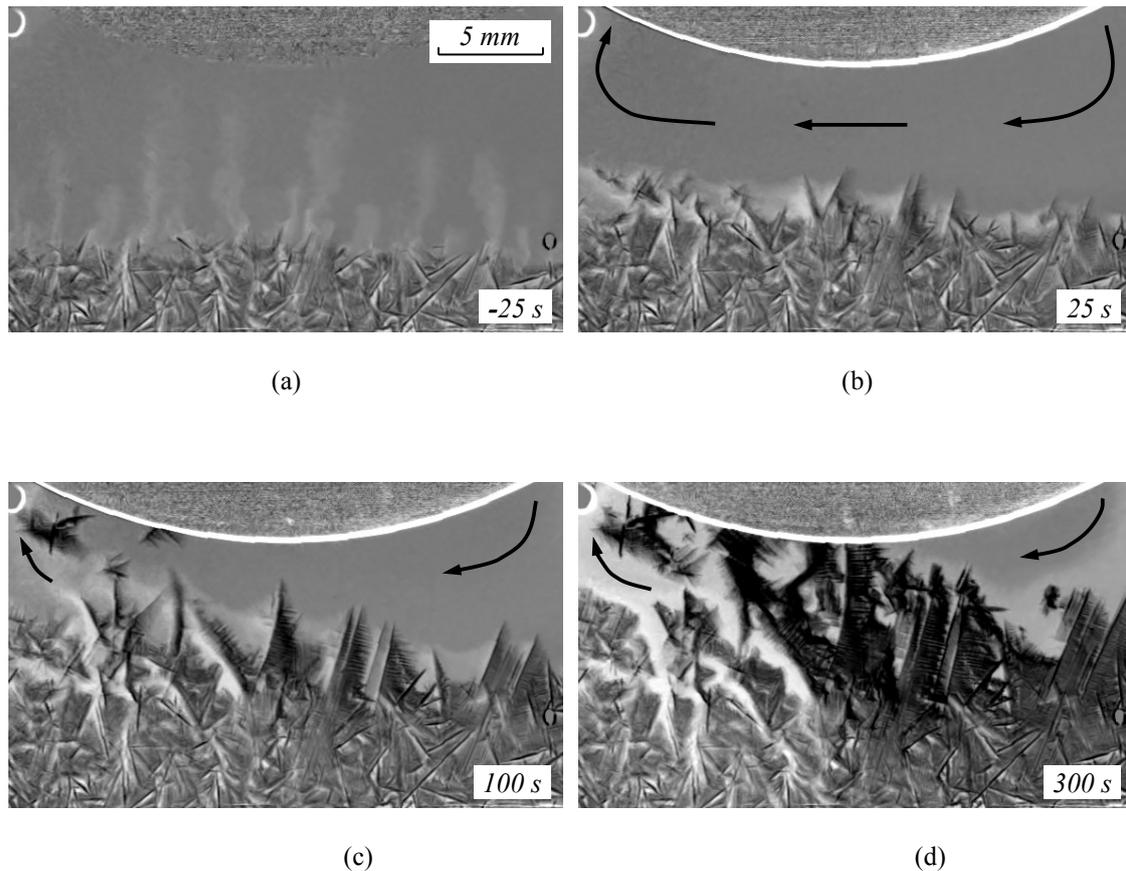


Abbildung 5.38 Unbeeinflusste Erstarrung bei  $t = -25$  s (a) und die Entwicklung des Gefüges unter dem Einfluss einer magnetisch angetriebenen Schmelzenströmung bei  $t = 25$  s (b),  $t = 100$  s (c) und  $t = 300$  s (d). Die Konvektion setzt bei  $t = 0$  s ein.

Dendritenarme, während die Anreicherung der solutalen Komponente in der Schmelze auf der der Strömung abgewandten Seite der Dendriten das Wachstum der sekundären Arme einschränkt oder komplett verhindert. Die Röntgenbildsequenz zeigt weiterhin, dass die elektromagnetisch erzwungene Konvektion die Schmelze tief in das Zweiphasengebiet eindringen lässt. Die interdendritische Strömung transportiert galliumreiche Schmelze auf die linke Seite des Erstarungsgefäßes. Dort ist die Entstehung kaminartiger Kanäle im Gefüge zu beobachten.

Aus den relativen Bildhelligkeiten wird die lokale Indium-Konzentration in der Schmelze bestimmt. Abbildung 5.39 zeigt die Ergebnisse für die Situation kurz vor dem Einschalten des magnetischen Rührers und in einem fortgeschrittenen Stadium des Erstarrungsprozesses unter dem Einfluss der erzwungenen Konvektion. Die helle Schattierung zeigt einen hohen Anteil der solutalen Komponente in der Schmelze, während das bereits erstarrte dendritische Gefüge mit seinem hohen Indium-Anteil dunkel bzw. schwarz dargestellt ist. Die magnetisch angetriebene Strömung dringt tief von rechts in den interdendritischen Raum zwischen den

bereits erstarrten Gefügestrukturen ein und reduziert dort drastisch den Anteil der gelösten Komponente. Dies führt dort zu einem verstärkten Wachstum des dendritischen Gefüges, was wiederum zur erhöhten Anreicherung von Gallium in der Schmelze führt. Diese wird in Strömungsrichtung nach links durch den interdendritischen Raum transportiert und muss dort aufgrund der geometrischen Gegebenheiten das Zweiphasengebiet nach oben verlassen. Wegen des erhöhten Strömungswiderstands verbleibt jedoch ein großer Teil dieser mit der gelösten Komponente angereicherten Schmelze im interdendritischen Raum zurück. Dies führt dort zum teilweisen solutalen Aufschmelzen dendritischer Strukturen und zur Bildung sogenannter Entmischungskanäle. Mittels der radiographischen Untersuchungen konnte hier der Bildungsmechanismus solcher Entmischungskanäle in einer metallischen Legierung in-situ visualisiert werden. Jedoch bleiben die Anzahl, die Form und die Position solcher Kanäle schwer vorhersagbar.

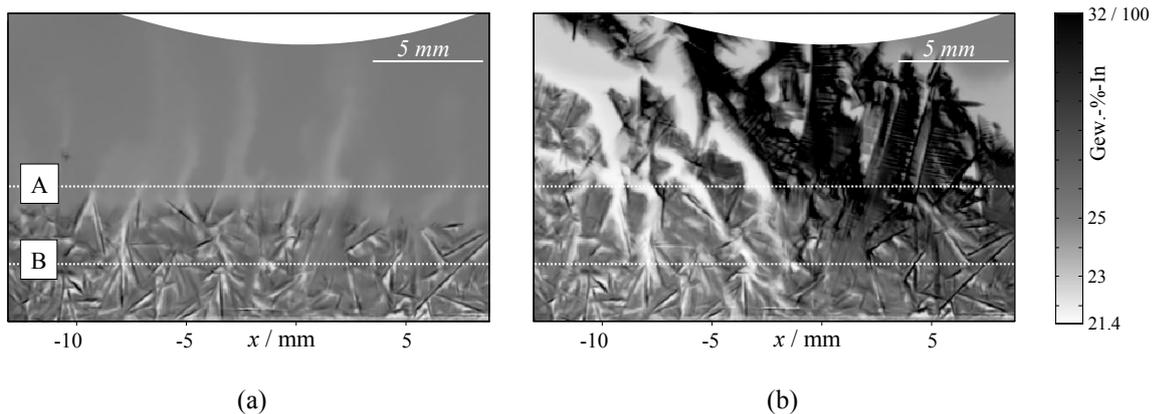


Abbildung 5.39 Zweidimensionale Verteilung der unbeeinflussten Indium-Konzentration (a) und in einem fortgeschrittenen Stadium des Erstarrungsprozesses einer Ga-25 Gew.-% In binären Metalllegierung 325 Sekunden nach dem Beginn der erzwungenen Konvektion (b).

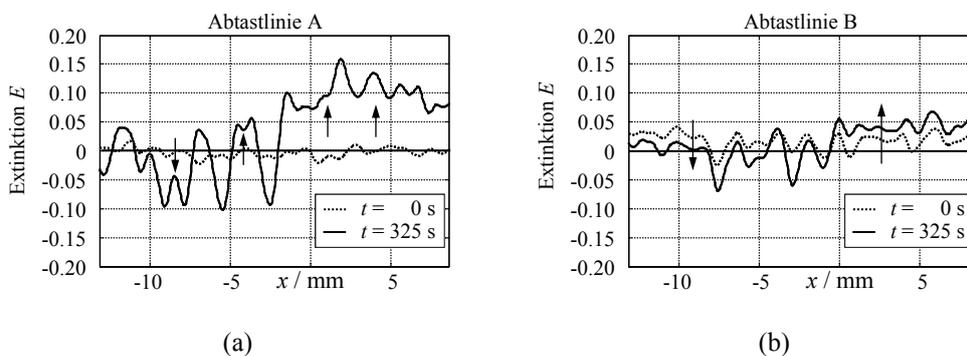


Abbildung 5.40 Lineare Extinktionsprofile als ein Maß der Indium-Konzentration entlang der beiden in Abbildung 5.39 gegebenen horizontalen Abtastlinien A und B.

Abbildung 5.40 zeigt vier lineare Helligkeitsprofile  $E = -\log(I/I_0)$  entlang zweier in Abbildung 5.39 definierten horizontalen Abtastlinien A und B, wobei  $I$  die gemessene Röntgenintensität an einem bestimmten Messpunkt während der Erstarrung und  $I_0$  die gemessene Röntgenintensität der homogenen Schmelze mit der initialen Zusammensetzung  $c_0$  bezeichnet. Zur Bestimmung der Extinktionsprofile werden die entsprechenden Röntgenbilder tiefpassgefiltert, um den Rauschanteil zu reduzieren. Die Abtastlinie A liegt in einem Gebiet, das sich vor dem Einschalten des Magnetrührers vor der Erstarrungsfront befindet, während die Abtastlinie B ein Gebiet repräsentiert, in welchem sich zu diesem Zeitpunkt bereits ein dendritisches Gefüge ausgebildet hat. Abbildung 5.40a offenbart, dass sich das Gefüge unter dem Einfluss der erzwungenen Konvektion nicht gleichmäßig ausbildet. Auf der rechten Seite kommt es im Bereich der einströmenden Schmelze zu einem stark ausgeprägten Wachstum dendritischer Strukturen, während es auf der linken Seite stromabwärts zur Akkumulation galliumreicher Schmelze zwischen den gestört wachsenden dendritischen Strukturen kommt. Die Entwicklung der Bildhelligkeit bzw. des Indium-Anteils entlang der Abtastlinie B (Abbildung 5.40b) zeigt dagegen auch signifikante Änderungen im Zweiphasengebiet. Die Schmelze wird durch die erzwungene Konvektion auch im interdendritischen Raum transportiert. Im Einströmbereich rechts kommt es zu einer Stärkung der bereits vorhandenen dendritischen Strukturen, während links im Ausströmbereich bzw. im Akkumulationsbereich eine Abnahme der Indium-Konzentration und ein Abschmelzen der dendritischen Strukturen, beobachtet werden kann.

## 5.7. Zusammenfassung

Die Entwicklung eines hochauflösenden röntgenbildgebenden Messverfahrens auf der Basis eines Mikrofokus-Röntgenstrahlers ermöglichte die in-situ Untersuchung der dynamischen Vorgänge während der Erstarrung binärer Metalllegierungen. Insbesondere konnte der Einfluss der Schmelzenströmung auf die Entwicklung des Metallgefüges untersucht und bewertet werden. Algorithmen zur Korrektur der Verzerrungen des Bildgebungssystems wurden implementiert. Das System wurde hinsichtlich seines räumlichen und seines Konzentrationsauflösungsvermögens charakterisiert. Auflösungen bis zu 6  $\mu\text{m}$  können erreicht werden. Die Zusammensetzung der gewählten Schmelze kann bei einer Belichtungszeit von nur 440 ms mit einer Genauigkeit von  $\pm 2\%$  bestimmt werden. Die Detektierbarkeit der Strukturen des Erstarrungsgefüges und der Schmelzenzusammensetzung kann durch Anwendung linearer und nicht-linearer Filter verbessert werden. Gaußscher Tiefpassfilter, Wiener Filter und Nicht-lokale Mittelwertfilter wurden dafür vergleichend untersucht.

Insbesondere eignen sich Gallium-Indium-Legierungen für die radiographische Untersuchung, da sie sich durch einen hohen Röntgenkontrast zwischen beiden Legierungselementen auszeichnen. Die Durchführung der Experimente in einer flachen Hele-Shaw-Erstarrungszelle ermöglichte die direkte Beobachtung der Bildung dendritischer Erstarrungsgefüge. Die aufgenommenen Bildsequenzen wurden hinsichtlich der Gefügevisualisierung, der Konzentrationsbestimmung, der lokalen Wachstumsgeschwindigkeiten, des Dendritenarmabstandes und der Strömungsgeschwindigkeiten in der Schmelze quantitativ untersucht. Dazu wurden entsprechende Algorithmen implementiert.

Erstarrungsvorgänge wurden unter dem Einfluss natürlicher und erzwungener Konvektion untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass die dichtegetriebenen Konvektionsprozesse in der Schmelze deutlichen Einfluss auf das Wachstum der dendritischen Strukturen während der Erstarrung der binären Metalllegierung haben. Durch die konvektive An- oder Abreicherung der Schmelze in der direkten Umgebung der Dendritenspitzen kann es zu einer Wachstumsbeschleunigung oder aber zum Abschmelzen des Dendriten kommen. Gleichermaßen werden der Abstand und die Häufigkeit sekundärer Dendritenarme durch die Strömungsprozesse und die sich damit ständig verändernde instantane lokale Zusammensetzung der Schmelze an der Erstarrungsfront beeinflusst. Entsprechend kann durch eine erzwungene Konvektion das Wachstumsverhalten während der Erstarrung gezielt beeinflusst werden. Durch den Transport frischer Schmelze aus dem Schmelzenpool an die Erstarrungsfront wird das Gefügewachstum entgegen der Strömungsrichtung massiv beschleunigt. Durch eine Akkumulation angereicherter Schmelze kann die Gefügestruktur großflächig aufschmelzen.

Die experimentell gewonnenen Daten sind besonders wertvoll für die Entwicklung theoretischer Erstarrungsmodelle und für die Validierung numerischer Strömungsberechnungsverfahren (CFD), welche unter anderem im Rahmen des Sonderforschungsbereichs SFB 609 entwickelt worden sind (Eckert et al, 2013).

## Kapitel 6

# Experimentelle Untersuchungen zu Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen

Dieses Kapitel beschreibt die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen von Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen. Die für die Untersuchungen notwendigen Methoden und Verfahren wurden implementiert und validiert. Effiziente und angepasste Strategien zur Messdatenauswertung wurden erarbeitet, um Kenntnis über Gasblasenanzahl, Gasblasengröße und Gasblasengeschwindigkeiten zu gewinnen. Experimente zum Verhalten von Gasblasenketten in Flüssigmetallen wurden durchgeführt.

### 6.1. Röntgenbildgebungssystem

#### 6.1.1. Röntgenstrahler

Als Röntgenstrahlungsquelle kam der mit einem Wolfram-Reflektionstarget ausgestattete kommerzielle Mikrofokus-Röntgenstrahler (XS225D-OEM, phoenix x-ray, Wunstdorf) zum Einsatz, welcher auch schon für die experimentellen Arbeiten zur Untersuchung der Erstarrung binärer Metalllegierungen (Kapitel 5) verwendet wurde. Für die Untersuchungen zu den Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen wird dieser jedoch bei seiner maximalen Beschleunigungsspannung von 225 kV und einem Strahlstrom von 1,2 mA nahe seiner Leistungsgrenze betrieben. Damit wird eine maximal mögliche Durchdringungsfähigkeit der Röntgenstrahlung durch das Flüssigmetallvolumen erreicht. Bei diesen Leistungsparametern ist ein Mikrofokus-Betrieb nicht mehr gegeben, die Ausdehnung des Brennflecks des Strahlers weitet sich auf mehrere 100  $\mu\text{m}$  auf. Entsprechend sinkt das räumliche Auflösungsvermögen des röntgenbildgebenden Systems. Dies ist für die Beobachtung der Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen zunächst aber ausreichend.

#### 6.1.2. Röntgendetektor

Für die Untersuchungen zu Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen ist der vorhandene Röntgenbildverstärker nicht geeignet, weshalb ein alternatives Detektorsystem eingesetzt

wurde. Die abgetastete Bildfläche des Röntgenbildverstärkers ist zu klein, um die großskaligen Strömungseffekte der Zweiphasenströmung wie die Bewegungstrajektorien der Gasblasen simultan im gesamten Flüssigmetallvolumen beobachten zu können. Weiterhin sind die Belichtungszeiten der im Röntgenbildverstärker integrierten CCD-Kamera zu lang, um die sich schnell bewegenden Gasblasen im Röntgenbild ohne Bewegungsunschärfen scharf abzubilden. Gasblasen bewegen sich im Flüssigmetall unter dem Einfluss hoher Auftriebskräfte sehr dynamisch mit Bewegungsgeschwindigkeiten im Bereich bis zu einigen 1000 mm/s. Schon bei einer mittleren Geschwindigkeit von 200 mm/s würde sich eine Gasblase innerhalb von 40 ms, das ist die minimale Belichtungszeit der Röntgenbildverstärker-CCD-Kamera bei der maximalen Bildwiederholrate von 25 Bildern pro Sekunde, um 8 mm bewegen. Das ist in Abbildung 6.1 exemplarisch dargestellt. Die aufsteigende Gasblase ist aufgrund der langen Belichtungszeit von 40 ms mit deutlichen Bewegungsartefakten verschmiert abgebildet. Die vertikale Ausdehnung der Abbildung der Gasblase übersteigt die tatsächliche Gasblasenlänge um ein Vielfaches. Der Röntgenbildverstärker erweist sich auch als ungeeignet, wenn, wie im Bereich der Magneto hydrodynamik, starke Magnetfelder zur Strömungsbeeinflussung eingesetzt werden sollen. Konstruktionsbedingt ist der Röntgenbildverstärker sehr anfällig gegenüber statischen und dynamischen Magnetfeldern, wenn sie auf den Bildverstärker wirken. Magnetfelder führen zu starken Bildverzerrungen bis hin zum Ausfall des Detektors. Alternativ verfügbare Röntgen-Flachbilddetektoren (z. B. RID1640, Perkin Elmer) kamen ebenfalls nicht zum Einsatz. Diese Detektoren weisen zwar keine Anfälligkeit gegenüber äußeren Magnetfeldern auf, liefern aber zum heutigen Zeitpunkt keine kürzeren Integrationszeiten als die des Röntgenbildverstärkers.

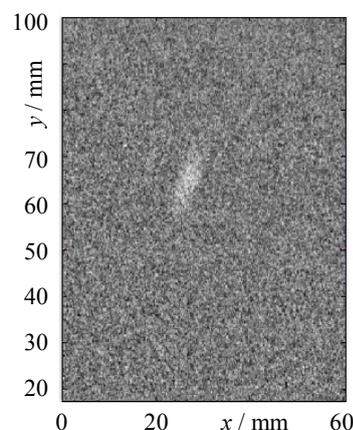


Abbildung 6.1 Radiographische Abbildung einer aufsteigenden Gasblase im Flüssigmetall. Durch die lange Belichtungszeit von 40 ms erscheint die Gasblase bei einer Geschwindigkeit von etwa 200 mm/s in Bewegungsrichtung hin verschmiert.

Als alternatives Detektorkonzept wurde deshalb hier die klassische Schirmbildbetrachtung in Kombination mit einer ausreichend schnellen Videokamera eingesetzt. Die Elemente des Röntgenbilddetektors sind in Abbildung 6.2 schematisch dargestellt. Die auf einen Leuchtschirm treffende Röntgenstrahlung wird von diesem in sichtbares Licht gewandelt. Ein hinter dem Leuchtschirm angeordneter Spiegel lenkt die optische Achse so, dass der Betrachter des Leuchtschirmbildes sich nicht im Röntgenstrahl befinden muss. Mit einer lichtstarken Optik wird das Leuchtschirmbild schließlich auf einen Sensor einer dahinter angeordneten Videokamera fokussiert. In der Videokamera wird das Bild abgetastet und als digitales Signal für die Aufzeichnung und Verarbeitung bereitgestellt. Die geometrische Verzerrung eines solchen Detektorsystems ist lediglich durch die Abbildungsfunktion des optischen Linsensystems bestimmt, und ist hier vernachlässigbar klein. Durch den prinzipbedingt niedrigen Öffnungswinkel des optischen Linsensystems (kleine numerische Apertur) ist die Effizienz eines solchen Detektorsystems der eines Röntgenbildverstärkers oder Flachbilddetektors unterlegen.

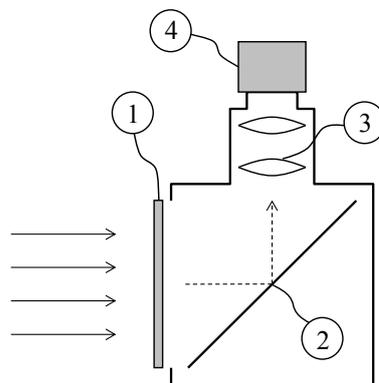


Abbildung 6.2 Schematische Darstellung des Röntgenbildbetrachters: (1) Leuchtschirm, (2) Spiegel, (3) Optik, (4) Videokamera.

Als Leuchtschirm für den Detektor wurde ein Leuchtschirm auf der Basis eines grün leuchtenden  $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S:Tb}$ -Phosphors gewählt (GR 800, rego X-ray, Augsburg). Der Leuchtschirm wandelt das auf ihn projizierte Röntgenshattenbild in ein zweidimensionales sichtbares grün-leuchtendes Bild. Die Auswahl des Leuchtschirms erfolgte nach Berücksichtigung des Wellenlängen-Spektrums (Farbe) der emittierten Photonen, des Verstärkungsgrades und der erreichbaren Ortsauflösung. Die Wellenlänge des grünen Lichts entspricht der Wellenlänge der maximalen Empfindlichkeit der im Detektorsystem verwendeten Kamera. Weiterhin wird die hohe Effizienz des Leuchtschirms durch seine hohe

Packungsdichte begründet. Diese wiederum limitiert das erreichbare Ortsauflösungsvermögen des verwendeten Leuchtschirms, das hier bei nicht mehr als 5 Linienpaaren pro Millimeter (lp/mm) liegt. Die im Leuchtschirm erzeugte Helligkeitsverteilung wird mittels einer lichtstarken Optik (Spezialanfertigung, Fa. Thalheim Optik, Pulsnitz) auf die Detektorelemente einer lichtempfindlichen CCD-Kamera (Pixelfly qe, pco, Kelheim) abgebildet und erzeugt dort ein elektrisches Signal, das nach Digitalisierung eine räumlich aufgelöste, digital verarbeitbare Bildinformation über das Helligkeitsfeld des Leuchtschirms liefert, die in einem Messrechner weiterverarbeitet und/oder abgespeichert werden kann. Das auf dem ICX285AL 2/3“ CCD-Bildwandler (Sony) basierende ausgewählte Kamerasystem (pixelfly qe, pco, Kelheim) profitiert von der hohen Wandlungseffizienz des Bildwandlers und erreicht bei Bildraten von bis zu 22,3 Bildern pro Sekunde mit einem Signal-zu-Rauschabstand von 69 dB ein sehr niedriges Bildrauschen im Vergleich zu ähnlichen Kamerasystemen.

Die Ansteuerung der Kamera und Messdatenerfassung erfolgt mit proprietärer Software des Kameraherstellers (pco.camware). Für die Untersuchung an Flüssigmetallen mit niedrigen Leuchtdichten des Leuchtschirms wurde die Kamera bei hoher elektronischer Verstärkung und im 2 x 2 Binning-Modus betrieben. Dabei wird vor der eigentlichen Messung bzw. Digitalisierung die elektrische Ladung von jeweils 4 direkt benachbarten Detektorelementen (Pixeln) der Kamera akkumuliert, um den dynamischen Umfang der Kameraelektronik besser auszunutzen. Die Belichtungszeit beträgt 5 ms pro Einzelbild. Bis zu 1024 direkt aufeinanderfolgende Bilder mit einer Auflösung von 696 Pixel mal 512 Pixel bei einer Digitalisierungstiefe von 12 Bit wurden bei Bildfolgeraten von bis zu 22.3 Bildern pro Sekunde direkt in den flüchtigen Arbeitsspeicher des Messrechners aufgezeichnet und für die weitere Verarbeitung lokal oder auf einem Netzlaufwerk abgespeichert.

Zum Erzielen optimaler Ergebnisse wurde das Detektorsystem bzw. seine optische Übertragungsstrecke sorgfältig ausgerichtet und fokussiert. Im Messbetrieb wird das Kameraobjektiv offenblendig betrieben, um eine maximale Lichtausbeute zu gewährleisten. Der Tiefenschärfebereich, das ist der Abstandsbereich, in dem ein Objekt noch scharf abgebildet wird, ist dann sehr schmal. Um die korrekte Lage der Fokusebene zu überprüfen und einzustellen, wurde ein gedrucktes Testbild in der Ebene des abzubildenden Leuchtschirms angebracht und dieses unter Auflichtbedingungen abgebildet.

## 6.2. Versuchsdurchführung

### 6.2.1. Das Flüssigmetallsystem GaInSn

Mittels der röntgenradiographischen Visualisierung sollen Gasblasenströmungen in einer flüssigen Metallschmelze untersucht werden. Die eutektische Metalllegierung GaInSn mit einer Zusammensetzung von 68 Gewichts-% Gallium, 20 Gewichts-% Indium und 12 Gewichts-% Zinn eignet sich besonders zur physikalischen Modellierung und Untersuchung von Flüssigmetall-Strömungen, da sie einen Schmelzpunkt von etwa  $T_S = 10^\circ\text{C}$  besitzt und damit bei Raumtemperatur flüssig ist.

Der totale und die spezifischen Schwächungskoeffizienten der Photoabsorption und der inkohärenten Streuung für GaInSn bei einer Dichte von  $\rho = 6,36 \text{ g/cm}^3$  und zum Vergleich von Wasser ( $\text{H}_2\text{O}$ ) bei einer Dichte von  $\rho = 1,0 \text{ g/cm}^3$  sind als Funktion der Photonenenergie im Bereich von  $E = 1 \dots 500 \text{ keV}$  in Abbildung 6.3 dargestellt (Berger et al., 2005). Zunächst wird deutlich, dass im Flüssigmetall in weiten Teilen des für die konventionelle Radiographie bedeutsamen Energiebereichs die totale Schwächung um ein bis zwei Größenordnungen stärker ist als im leicht zu durchdringenden Wasser. Mit den Schwächungskoeffizienten und dem Röntgenröhrenspektrum eines Mikrofokusstrahlers nach Hammersberg et al. (1998) lässt sich der Verlust primärer Röntgenphotonen aus dem Röntgenstrahl nach Durchstrahlung einer 12 mm dicken Flüssigmetallschicht abschätzen und ist in Abbildung 6.4a dargestellt. Bei einer Röhrenspannung von 220 kV ist zu erwarten, dass gerade noch 1% der Strahlungsintensität dem Detektor zur Verfügung steht. Diese Intensität hat sich aber als ausreichend zur Durchführung von Echtzeit-Visualisierungen erwiesen. Jedoch können dickere Versuchsgefäße hier nicht zur Anwendung kommen. Der nichtlineare Verlauf der Schwächungskurve in Abbildung 6.4b ist mit der zunehmenden Aufhärtung des Strahlenspektrums zu erklären.

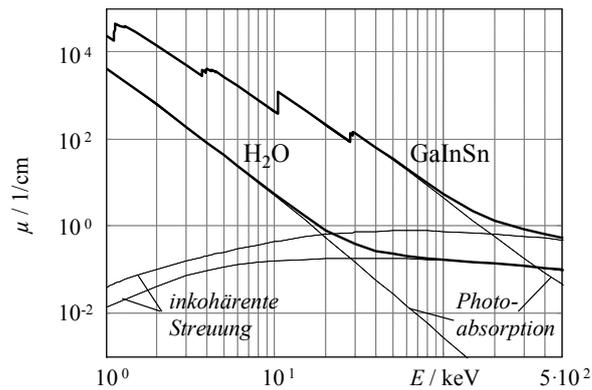


Abbildung 6.3 Totale (—) und spezifische (---) Schwächungskoeffizienten für GaInSn und H<sub>2</sub>O als Funktion der Photonenergie (Berger et al., 2005).

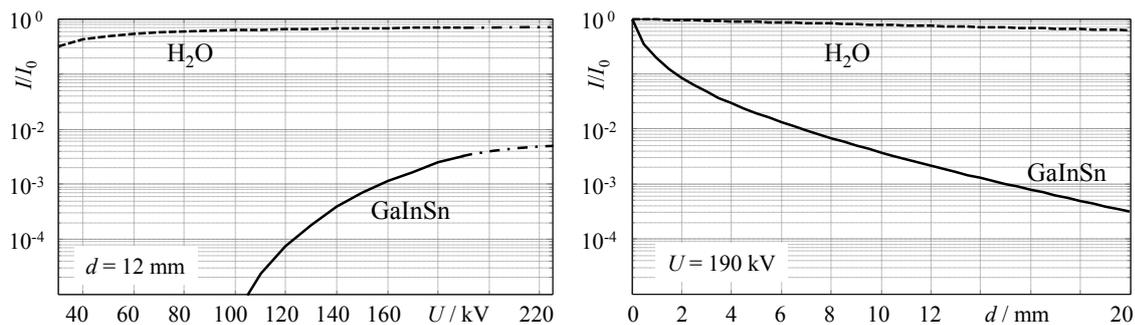


Abbildung 6.4 Berechnete relative Intensität  $I/I_0$  nach Durchstrahlung einer Materialschicht für Wasser (H<sub>2</sub>O) und GaInSn als Funktion der Röhrenspannung  $U$  und der Schichtdicke  $d$ .

### 6.2.2. Versuchsaufbau

Der experimentelle Versuchsaufbau für die Untersuchungen zu Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen ist in Abbildung 6.5 schematisch dargestellt. Die Versuche wurden in einem parallelepipedischen Behälter (alle Innenwinkel 90°) mit einem rechteckigen Querschnitt durchgeführt. Die Länge der weiten Kante des Querschnitts beträgt 200 mm. Die Tiefe des Querschnitts wird mit Bezug auf die Röntgenmessungen auf 12 mm festgelegt. Der Behälter ist aus 10 mm starken Acrylglasplatten gefertigt und erlaubt eine maximale Füllhöhe von 350 mm. Ein Deckel verhindert das Austreten bzw. Herausspritzen des Metalls und vermeidet so eine Kontamination des Arbeitsplatzes mit dem Flüssigmetall während der Gaseinperlung, Lüftungsöffnungen dienen dem Entweichen des Gases. Für eine vertikale Gaseinspeisung werden von oben in den Behälter hineinragende Lanzen mit einem doppelt abgewinkelten Endstück, welches als Düse dient, genutzt. Die horizontale Gaseinspeisung

erfolgt durch die Behälterwand hindurchragende und in die Schmelze eintauchende Düsen.

Die von oben in den Behälter hineinragenden Lanzen bestehen aus Edelstahl. Das Rohr der Lanzen wird an der schmalen Behälterwand hin zum Boden und nach dem ersten Knick von dort entlang des Behälterbodens geführt. Nach einem zweiten Knick ragt das Endstück der Lanze etwa bei 1/3 der Behältergesamtbreite 20 mm nach oben in die Schmelze. Das Ende der aus einem Hohlrohr bestehenden Lanze bildet die Düse. Dafür ist das Rohr verschlossen und nur mit einer dünnen, nach oben zeigenden Auslassbohrung versehen (Abbildung 6.6b). Der Innen- und Außendurchmesser der Düsen beträgt  $d_{\text{innen}} = 0,5 \text{ mm}$  und  $d_{\text{außen}} = 4,0 \text{ mm}$ .

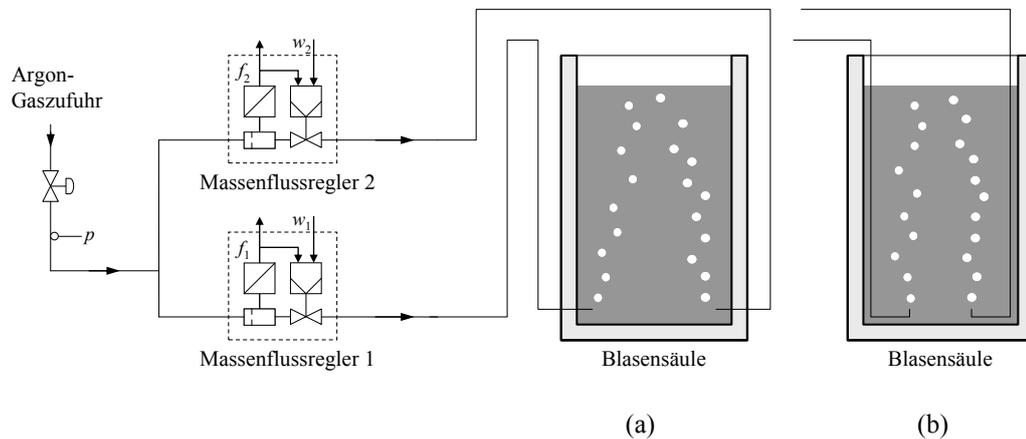


Abbildung 6.5 Schematische Darstellung der Anordnung zur Untersuchung von Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen mit Einperlung durch horizontale Düsen (a) oder durch in die Schmelze hineinragende vertikale Lanzen (b).

Das Gas kann auch seitlich durch die Behälterwand hindurch horizontal in die Schmelze durch hineinragende Rohrendstücke eingepert werden (Abbildung 6.6a bzw. Abbildung 6.5a). Die Durchmesser dieser horizontal angeordneten Düsen sind gleich den Durchmessern der vertikalen Rohrendstücke der Lanzen, also 0,5 mm bzw. 4,0 mm im Innen- und Außendurchmesser.

Durch die Rohrendstücke der Lanzen wird Argongas in die Schmelze eingepert. Die Gasdurchflussraten werden unabhängig voneinander durch vorgeschaltete Gas-Massenflussregler (MKS Instruments) eingestellt. Die Durchflussraten betragen zwischen 1 und 3500 sccm (1 sccm = 1 cm<sup>3</sup>/min unter Normalbedingungen).

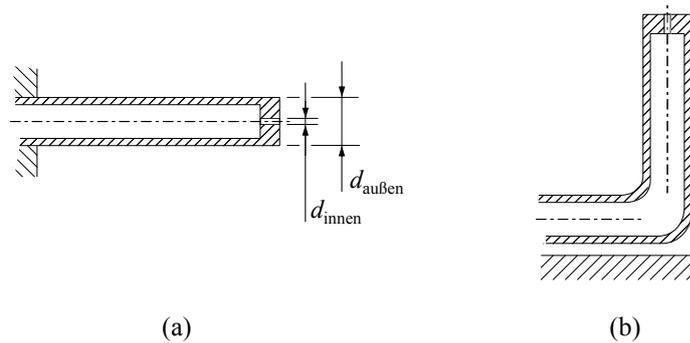


Abbildung 6.6 Horizontale Düse durch die Behälterwand (a) und vertikale Düse über dem Behälterboden (b).

In den Untersuchungen wurde gezeigt, dass das Flüssigmetall die grob gereinigte Düse aus Edelstahl nur sehr schlecht benetzt. Die Behandlung der Edelmetalloberfläche am Düsenkopf mit verdünnter Phosphorsäure verbessert das Benetzungsverhalten erheblich.

Die Anordnung des Flüssigmetallbehälters im röntgenbildgebenden Messsystem ist in Abbildung 6.7 schematisch dargestellt. Der Abstand zwischen dem Röntgenstrahler und der Blasensäule mit dem direkt dahinter angeordneten Detektormodul werden entsprechend der gewünschten Größe des zu erfassenden Bildfeldes eingestellt. Durch den begrenzten Öffnungswinkel des Röntgenstrahlers von  $25^\circ$  wird bei kurzen Abständen nur ein kleiner Bereich der Blasensäule bestrahlt. Wird der Abstand vergrößert, sinkt jedoch das Signal-Rausch-Verhältnis, da die Intensität am Detektoreingang entsprechend dem Abstands-Quadrat-Gesetz abnimmt. Für die Untersuchungen wurden Bildgrößen zwischen  $75 \times 170 \text{ mm}^2$  und  $200 \times 150 \text{ mm}^2$  realisiert.

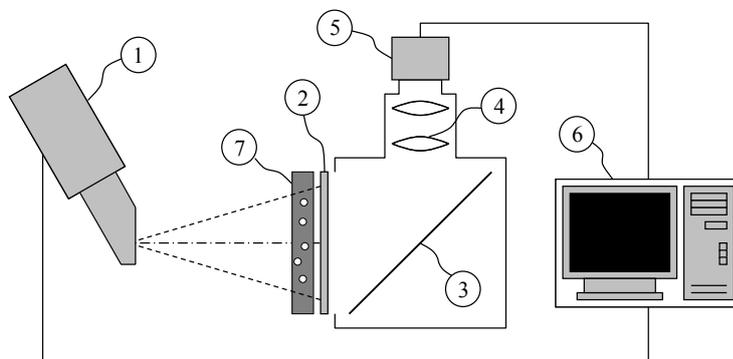


Abbildung 6.7 Schematische Darstellung des radiographischen Messsystems für die Untersuchung von Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen: Mikrofokus-Röntgenstrahler (1), Leuchtschirm (2), Spiegel (3), Optik (4), CCD-Kamera (5), Steuer- und Messrechner (6), Behälter für Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungsexperimente (7).

## 6.3. Analyseverfahren

### 6.3.1. Gasblasenidentifikation

Zur automatisierten Auswertung einer Gasblasen-Strömung ist eine Erkennung der einzelnen Gasblasen in den aufeinanderfolgenden Röntgenbildern notwendig. Dazu wurde hier ein zweistufiger Bildverarbeitungsalgorithmus implementiert. Im ersten Schritt werden die Gasblasenbereiche durch Segmentierung vom Bildhintergrund isoliert, und in einem zweiten Schritt werden die so abgetrennten Bildbereiche einzelnen Gasblasen zugeordnet.

Die Isolierung der möglichen Gasblasen vom Hintergrund erfolgt durch einen globalen Schwellwertoperator (siehe Abschnitt 4.4.1), dessen Ergebnis ein Binärbild ist. Dabei wird der Schwellwert so gewählt, dass nur diejenigen Bildpunktgrauwerte oberhalb des Schwellwertes liegen, deren Bildpunkte eindeutig einer Gasblase in der Röntgenprojektion zugeordnet werden können. Das ist in Abbildung 6.8 schematisch dargestellt. Der ideale Schwellwert *threshold* in einem rauschfreien Bild liegt bei einem Extinktionssignal von 0, da der Bildkontrast am Rand einer Gasblase verschwindet. In einem verrauschten Bild jedoch muss der Schwellwert *threshold* oberhalb der Amplitude des Rauschsignals liegen, um Gasblasen eindeutig vom Hintergrund zu trennen. Für Schwellwerte unterhalb der Amplitude des Rauschsignals werden Bildpunkte außerhalb der Gasblase falsch der Gasphase zugeordnet. Die Fläche des so binarisierte Gasblasenquerschnitts wird damit aber zu klein gegenüber der tatsächlich projizierten Querschnittsfläche sein. Sehr kleine Gasblasen, deren maximale Signalamplitude nicht über der Amplitude des Rauschsignals liegt, können nicht erkannt werden. Zur Verbesserung der Detektierbarkeit auch kleiner Gasblasen werden die Röntgenbilder tiefpassgefiltert (siehe Abschnitt 4.3.2), um den Rauschsignalanteil im Bild zu senken. Da die zeitliche Auflösung zur Beurteilung der Entwicklung der Gasblasenströmung beibehalten werden soll, erfolgt die Tiefpassfilterung nur räumlich.

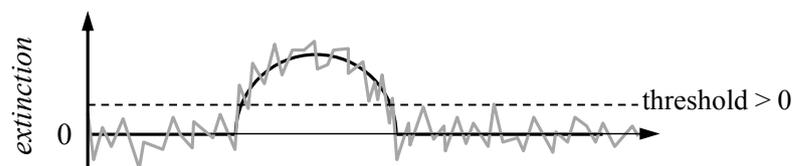


Abbildung 6.8: Der Schwellwert *threshold* für die Binarisierung des relative Extinktionssignals Signals einer Gasblase muss über der Amplitude des Rauschsignals liegen, um falsche Zuordnung von Bildpunkten zur Gasphase außerhalb der Gasblase zu vermeiden.

Die identifizierten Bildbereiche repräsentieren nicht zwangsläufig einzelne Gasblasen, da die radiographische Bildgebung nicht überlagerungsfrei ist. Sich im Röntgenbild überlappende

Einzelblasen werden durch die schwellwertbasierte Bildsegmentierung als einzelne zusammenhängende Bildregion erkannt. Eine weitergehende Separation der Einzelgasblasen ist jedoch möglich unter der Annahme, dass der Projektion jeder Einzelgasblase auch in einem zusammenhängendem Gasblasenensemble eindeutig ein Helligkeitsmaximum zugeordnet werden kann. Dazu wird jede als Gasblase oder Gasblasenensemble identifizierte Bildregion einer weiteren Analyse mit Hilfe des Wasserscheiden-Segmentation-Algorithmus unterzogen (siehe Abschnitt 4.4.2). Das Bildsignal wieder dazu zunächst tiefpassgefiltert.

Zur Validierung der Gasblasenidentifikation wurde der Algorithmus an künstlich erzeugten idealisierten Gasblasenbildern getestet. Für Gasblasen von fünf verschiedenen Gasblasendurchmessern und einer Anordnung zweier sich überlappender Gasblasen (Abbildung 6.9a) wurden radiographische Abbildungen unter der Annahme ideal sphärischer Gasblasengeometrie simuliert (Abbildung 6.9b). Zur Untersuchung des Einflusses des Signalrauschens wurde den simulierten Abbildungen Poisson-verteiltes Rauschen überlagert (Abbildung 6.9c). Die räumliche Diskretisierung (Bildpunktabstände) der simulierten Bilder entspricht der zu erwartenden Auflösung der tatsächlichen Versuchsanordnung. Die Amplitude des Rauschens wurde so gewählt, dass die maximale Signaldifferenz des Helligkeitssignals einer Gasblase mit 4 mm Durchmesser gegenüber ihrem Umgebungssignal genau der Standardabweichung des überlagerten Rauschens entspricht. Das so definierte Signal-zu-Rausch-Verhältnis (SNR) beträgt damit genau  $\text{SNR}_{4\text{mm}} = 1,0$ . Die Breite des zur Tiefpassfilterung verwendeten Gaußschen Filterkerns wurde zunächst auf etwa  $\sigma \approx 0,7$  mm festgelegt. Der Schwellwert zur Segmentierung der Gasblasen vom Hintergrund wurde als 4faches der Standardabweichung des Bildrauschens im tiefpassgefilterten Bild festgelegt. Dieser Faktor 4,0 ist dabei der kleinste Faktor, mit dem keine Binarisierungsartefakte mehr auftraten. Das Ergebnis der Schwellwert-Segmentierung und der anschließenden Wasserscheiden-Segmentation sind in Abbildung 6.9e,f dargestellt.

Der Einfluss des Filterparameters  $\sigma$  auf die Segmentierung und Gasblasenidentifikation wurde untersucht. Abbildung 6.10 zeigt zunächst die Ergebnisse der Segmentation bei schmalereem und breiterem Tiefpassfilterkernel (Abbildung 6.10a,b) und schließlich die Ergebnisse der Segmentation bei schlechterem und besserem Signal-Rausch-Verhältnis des Bildsignals (Abbildung 6.10c,d). Auch bei nicht ausreichender Tiefpass-Filterung (Abbildung 6.10a) werden die einzelnen Gasblasen automatisch erkannt. Durch den im Bild

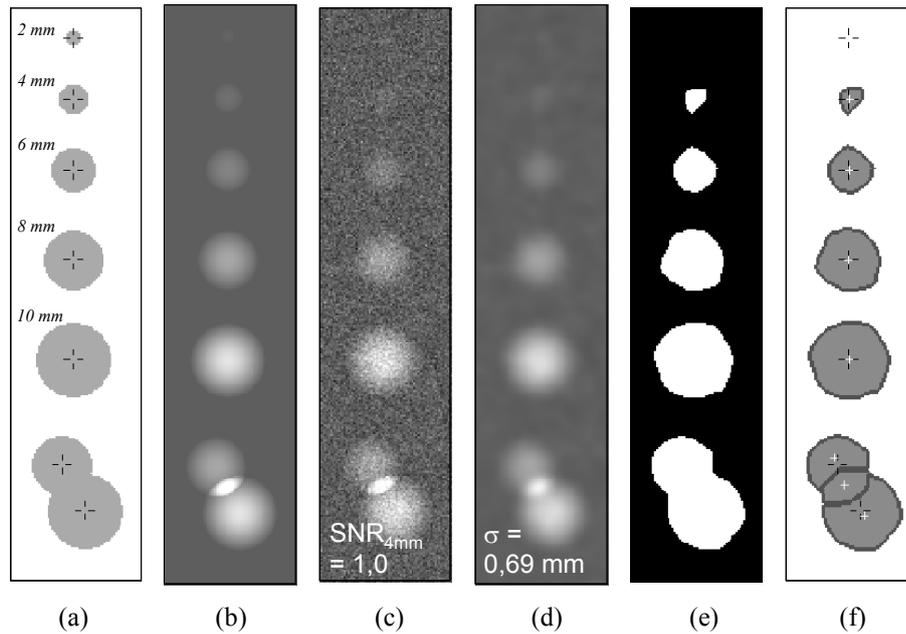


Abbildung 6.9 Modellierte Querschnitte kugelförmiger Gasblasen verschiedener Größen (a). Simulierte ideale (b) und verrauschte (c) Röntgenabbildungen dieser Gasblasen. Tiefpassfilterung (d) und anschließende Schwellwert-Binarisierung (e). Wasserscheiden-Segmentierung (f) des maskierten tiefpassgefilterten Bildes.

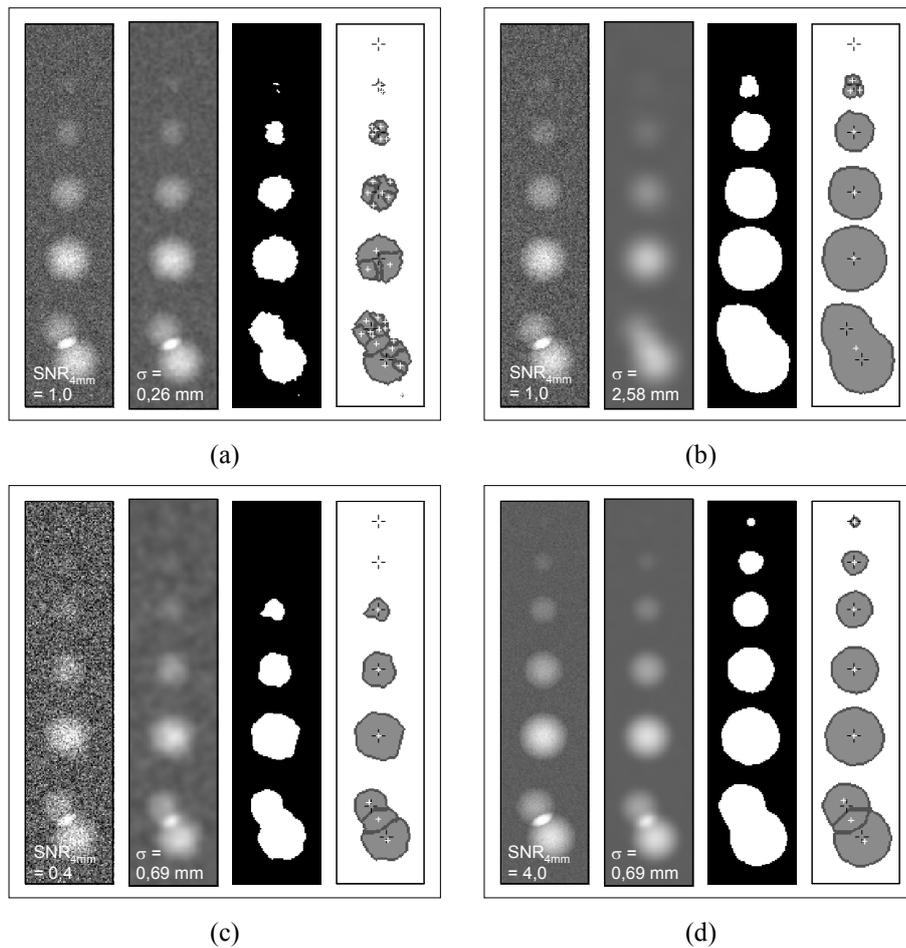


Abbildung 6.10 Ergebnisse der automatisierten Gasblasenerkennung bei unterschiedlichen Glättungsparametern  $\sigma$  der Tiefpassfilterung in simulierten Gasblasenbildern mit verschiedenen hohen Rauschanteilen.

verbleibenden hohen Rauschanteil schlägt die anschließende Wasserscheiden-Segmentierung jedoch fehl. Es kommt zu einer Übersegmentierung der zusammenhängenden Regionen. Wird dagegen der Glättungsparameter zu stark gewählt (Abbildung 6.10b), dann werden im ersten Binarisierungsschritt alle Gasblasen bis zum einem Durchmesser von 4 mm sicher erkannt. Jedoch ist dann der Wasserscheiden-Algorithmus nicht mehr in der Lage, die einzelnen Segmente der sich überlappenden Gasblasen voneinander zu trennen. Steigt der Rauschpegel im Bild an (niedriges Signal-Rausch-Verhältnis, Abbildung 6.10c), dann sinkt die Detektierbarkeit kleiner Gasblasen. Durch eine ausreichend durchgeführte Bildglättung lassen sich dennoch einzelne Gasblasen durch Wasserscheiden-Segmentation einer zusammenhängenden Region voneinander trennen, ohne dass es dabei zu einer Übersegmentation der erkannten Regionen einzelner Gasblasen kommt. Bei sehr niedrigen Rauschpegeln (hohes Signal- Rausch-Verhältnis, Abbildung 6.10d) ist sogar die Detektion kleinster Gasblasen möglich. In den simulierten verrauschten Gasblasenbildern werden Gasblasen mit einem Durchmesser von 4,0 mm bei einem SNR für diese Gasblasengröße von  $\text{SNR}_{4\text{mm}} = 1,0$  bei moderater Tiefpassfilterung ( $\sigma = 0,69$  mm) in jedem Fall sicher erkannt. Gasblasen mit einem Durchmesser von  $d_b = 2,0$  mm werden bei einem SNR für diese Gasblasengröße von ebenfalls  $\text{SNR}_{2\text{mm}} = 1,0$  bei gleicher Tiefpassfilterung in nur etwa 65% der erzeugten Bilder erkannt.

### 6.3.2. Gasblasengrößen

Die Kenntnis über die Größen der einzelnen Gasblasen im Flüssigmetall und über die Gasblasengrößenverteilung ermöglicht die Beurteilung der Zweiphasen-Strömung hinsichtlich der Effektivität der Gasblaseneinspeisung und hinsichtlich des Gasblasenverhaltens mit Blick auf Koaleszenz und Blasenzerfall. Grundsätzlich liefert die Röntgenradiographie nur eine zweidimensionale Projektion des Querschnitts der Gasblasen im Röntgenstrahl. Darüber hinaus entspricht die Intensität des detektierten Röntgenstrahls der Dicke des Materials im Strahlengang. Damit lassen sich zwei Methoden zur Abschätzung des Volumens der sich im Strahlengang befindlichen Gasblase ableiten.

Zum Ersten lässt sich unter der Annahme ideal sphärischer Kugelblasen ein äquivalenter Gasblasendurchmesser  $d_{eq}$  geometrisch aus der im Röntgenbild ermittelten Projektionsquerschnittsfläche  $A$  bestimmen. Das Volumen  $V_{b,eq}$  der entsprechenden äquivalenten Kugelblase kann berechnet werden mit

$$V_{b,eq} = \frac{1}{6}\pi d_{eq}^3 \text{ mit } d_{eq} = \sqrt{\frac{4}{\pi}A}. \quad [6.1]$$

Die Genauigkeit des bestimmten Gasblasenvolumens variiert mit der Genauigkeit, mit der die tatsächliche Projektionsfläche bestimmt werden kann, und mit der Abweichung der tatsächlichen Gasblasenform von der angenommenen Kugelform. Zum Zweiten kann man das Gasblasenvolumen direkt abschätzen, indem man die sich für jeden Bildpunkt aus der gemessenen Strahlungsintensität ergebende Dicke der durchstrahlten Gasblase über dem gesamten Gasblasenquerschnitt integriert. Das Ermitteln der bildpunktabhängigen durchstrahlten Gasblasendicken setzt ein lineares Übertragungsverhalten voraus. Dieses ist aber durch Strahlaufhärtung nicht gegeben. Eine mögliche Kalibrierung des Übertragungsverhaltens erwies sich als nicht realisierbar, da durch Streustrahlung zudem lokale Unterschiede des Übertragungsverhaltens auftreten. Zum Ermitteln der Gasblasengröße wurde deshalb nur der oben beschriebene Ansatz genutzt.

### 6.3.3. Gasblasenposition

Zur Berechnung der Gasblasentrajektorien sowie der Gasblasengeschwindigkeiten muss die Position der Gasblasen bestimmt werden. Die Position der im dem Originalbild isolierten Gasblasen wurde aus dem Schwerpunkt der Positionen  $x_i$  und  $z_i$  aller einer Gasblase zugeordneten  $N$  Bildpunkte berechnet,

$$\bar{x} = \frac{\sum_N x_i}{N}, \bar{z} = \frac{\sum_N z_i}{N}, \quad [6.2]$$

wobei  $x$  die horizontale Koordinate und  $z$  die vertikale Koordinate eines Bildpunktes bezeichnet. Alle berücksichtigten Bildpunkte sind dabei gleich gewichtet. Eine Wichtung der Bildpunkte mit ihrer relativen Helligkeit, also hohe Wichtung für die Bildpunkte im Gasblasenzentrum und niedrige Wichtung der Bildpunkte am Gasblasenrand, hat sich als nicht praktikabel erwiesen. Die relativen Helligkeiten im Bild schwanken aufgrund des Bildrauschens stark, was teilweise zu nichtplausiblen Ergebnissen der Positionsberechnung der Gasblasenmittelpunkte führt.

### 6.3.4. Gasblasenverfolgung

Die Geschwindigkeiten aufsteigender Gasblasen lassen sich ermitteln, indem man die Gasblasen entlang ihrer Bewegungsrichtung in aufeinanderfolgenden Bildern verfolgt. Die Geschwindigkeit  $u_B$  ergibt sich dann aus dem Quotienten der zurückgelegten Wegstrecke  $\Delta s$  und der dafür benötigten Zeit  $\Delta t$ ,

$$u_B = \frac{\Delta s}{\Delta t}. \quad [6.3]$$

Die Verfolgung einer einzelnen Gasblase in einem Gasblasenschwarm oder einer Gasblasenkette ist aber hier beeinträchtigt, da die Positionsänderungen im hier vorgegebenen Abtastintervall des Bilddetektors von etwa 44 ms sehr groß sind. Die Gasblasen bewegen sich zwischen zwei aufeinanderfolgenden Einzelbildern um Distanzen, die den Abständen der einzelnen Gasblasen entsprechen oder sogar größer sind als diese.

Ein automatisierter Gasblasenverfolgungsalgorithmus wurde implementiert, der die Position der einzelnen Gasblasen verfolgt, sofern die Gasblasen als Gasblasenkette aufsteigen. Vorausgesetzt wird dabei, dass die Reihenfolge der aufsteigenden Gasblasen im Bildfenster erhalten bleibt. Ein Verlust der Reihenfolge der Gasblasen in einer Gasblasenkette tritt in der Regel nur beim Übergang in turbulente Strömungsregime auf. Vorausgesetzt wird auch, dass die Bildabtastrate nicht unter der Gasblasenablöserate liegt. In Abbildung 6.11 sind fünf aufeinanderfolgende Röntgenbilder dargestellt, die eine an einer in die Schmelze hineinragende Mündungsöffnung erzeugte Gasblasenkette zeigen. Zur Verbesserung der Darstellung sind die Grauwerte negiert. Die Zuordnung derselben Gasblasen in den verschiedenen Bildern ist durch die Pfeile angedeutet. Um diese Zuordnung automatisch durch Abzählen der Gasblasen von der Mündungsöffnung beginnend durchzuführen, wird die Anzahl der innerhalb eines Abtastintervalls zwischen zwei Bildern neu erzeugten Gasblasen ermittelt. Die erste Gasblase oberhalb der neu generierten Gasblasen entspricht der untersten Blase im vorangegangenen Bild, usw.

Weiterhin wurde die Ablöserate der Gasblasen in den Bildern gepüft. Die Anzahl der neu erzeugten Gasblasen im Abtastintervall zwischen zwei Bildaufnahmen wird durch den Vergleich der Positionen der untersten, also der Mündungsöffnung nächst gelegenen Gasblase ermittelt. Für unterschiedliche Ablöseraten sind verschiedene charakteristische Abhängigkeiten dieser Gasblasenposition erkennbar (Abbildung 6.11). Durch Vergleich der Gasblasenpositionen wird die Anzahl neu injizierter Gasblasen pro Zeitsprung ermittelt.

Um festzustellen, ob einzelne Gasblasen während ihres Aufstiegs zerfallen oder zusammengewachsen sind, werden die Abstände und Größen der Gasblasen in der Gasblasenkette in den aufeinanderfolgenden Röntgenbildern der Sequenz miteinander verglichen. Blasenkoaleszenz wird erkannt, wenn die Größe der neuen Gasblase etwa der Summe der Größen von wenigstens zwei aufeinanderfolgenden Gasblasen im Vorgängerbild entspricht.

Darüber hinaus wurden Gasblasen manuell verfolgt. Einem Beobachter werden zwei aufeinanderfolgend angefertigte radiographische Aufnahmen einer unregelmäßigen Gasblasenkette vorgelegt. Ein menschlicher Beobachter kann in vielen Fällen ohne weitere Hilfsmittel korrespondierende Abbildungen ein und derselben Gasblase zuzuordnen. Für

diesen Prozess wurde eine Benutzeroberfläche geschaffen. In dieser werden nebeneinander binarisierte Versionen aufeinanderfolgender Abbildungen des zweiphasigen Gemischs dargestellt. In der linken Bildhälfte wird das Bild des aktuellen Zeitschritts gezeigt, in der rechten Bildhälfte wird das Bild des darauffolgenden Zeitschritts gezeigt. Von unten beginnend an wird im Ursprungsbild dem Beobachter zunächst eine einzelne Gasblase farblich markiert dargestellt. Dem Beobachter obliegt nun die Aufgabe, die entsprechend aufgestiegene Gasblase im zweiten Bild zu erkennen und zu markieren. Die so identifizierten Gasblasen werden verknüpft und in beiden Bildern farblich markiert. Nachfolgend wird im Ursprungsbild die nächstfolgende Gasblase eingefärbt und dem Beobachter obliegt wieder die Aufgabe der Gasblasenzuordnung. Ist keine eindeutige Identifikation durch den Beobachter möglich, so teilt er dies der Software entsprechend mit. Die Gasblase wird dann ausgelassen. Es wurde gezeigt, dass trotz der einfachen Handhabung die manuelle Auswertung eines Datensatzes mit mehreren hundert aufeinanderfolgenden Röntgenaufnahmen sehr zeitaufwendig ist. Deshalb wurde die manuelle Gasblasenverfolgung nur für ausgewählte Datensätze angewendet.

Mit Hilfe der ermittelten Gasblasenspuren wurden die Gasblasenablöseraten bestimmt. Dazu werden alle Gasblasen, die innerhalb eines definierten Zeitintervalls eine gedachte Ebene oberhalb der Mündungsöffnung durchstoßen, gezählt. Die Lage dieser Ebene wird so gewählt, dass sie oberhalb der Position liegt, an der Gasblasen erstmals detektiert werden, aber unterhalb des Bereichs, in dem frühestens Blasenkoaleszenz beobachtet wurde. Hier wurde diese gedachte Ebene in einer Höhe von 25 mm oberhalb der Mündungsöffnung gewählt (Abbildung 6.12).

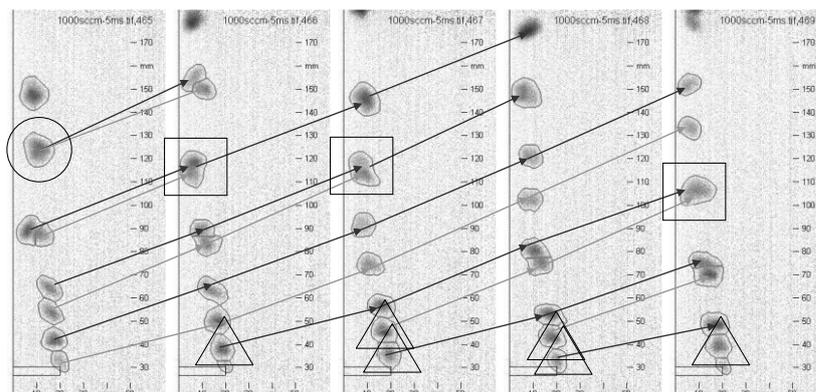


Abbildung 6.11 Grundsätzliche Idee der Gasblasenverfolgung: Mit Annahme gleichbleibender vertikaler Reihenfolge der Gasblasen und der Möglichkeit, neue Gasblasen zu erkennen ( $\Delta$ ), erfolgt die Zuordnung der Gasblasen in den fünf aufeinanderfolgenden Bildern durch von unten beginnendes Abzählen. Lediglich das Aufbrechen ( $\circ$ ) und Zusammenwachsen ( $\square$ ) von Gasblasen stören die Abzählreihenfolge und müssen gegebenenfalls erkannt werden.

Das Ergebnis einer automatisierten Auswertung zweier Datensätze von Experimenten mit austiegenden Gasblasenkettens ist in Abbildung 6.12 dargestellt. Abgebildet ist der Verlauf der ermittelten vertikalen Positionen  $\bar{z}$  der Mittelpunkte der detektierten Gasblasen je Einzelbild als Funktion der Zeit. Die Größe der Symbole repräsentiert die ermittelte Gasblasengröße. Der Verlauf der Gasblasenposition einer einzelnen Gasblase über mehrere Einzelbilder ist durch verbindende Linien angedeutet. Im ersten Fall ist die Gasblasenkette sehr regelmäßig. Die Ablösefrequenz beträgt 26,4 Gasblasen pro Sekunde bei einem mittleren Gasdurchsatz von 1000 cm<sup>3</sup>/min. Die Zuordnung der Gasblasen erfolgt fehlerfrei. Nur wenige Blasenkoaleszenzereignisse sind erkennbar, welche alle zuverlässig detektiert werden. Im zweiten Fall ist die Gasblasenkette bei gleichem Gasdurchsatz durch eine höhere Gasblasenablöserate von 40,0 Gasblasen pro Sekunde deutlich unregelmäßiger. Blasenkoaleszenzereignisse treten häufig auf. Diese Ereignisse werden durch den verwendeten Algorithmus gut erkannt. Nur wenige Zuordnungsfehler sind erkennbar. Die Ursache für das unterschiedliche Ablöseverhalten ist mit der unterschiedlichen Benetzung der Gasdüse zu begründen.

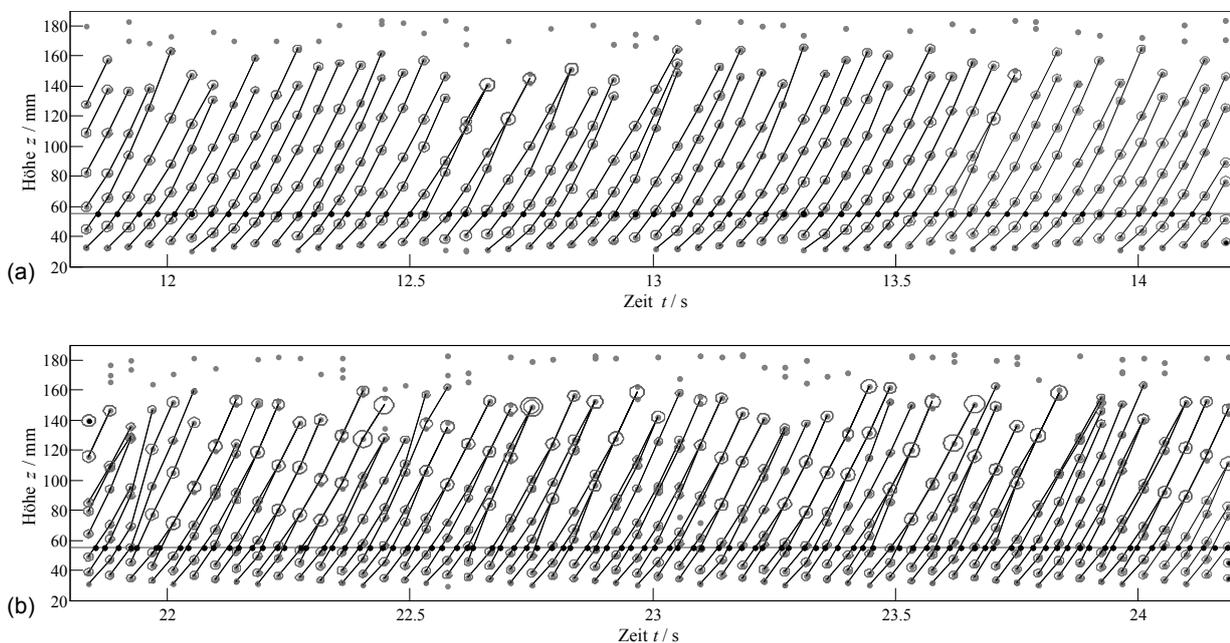


Abbildung 6.12 Ergebnis einer automatisierten Gasblasenverfolgung. Die Gaseinspeisung erfolgte in einer Höhe von  $z = 30$  mm und die Gasblasenablöserate beträgt (a) 26,3 Gasblasen/s bzw. (b) 39,9 Gasblasen/s. Abgebildet sind die vertikalen Gasblasenpositionen als Funktion der Zeit. Durch die aufsteigenden Linien wird die Zuordnung der Positionen zu der selben Gasblase zu verschiedenen Zeitschritten verdeutlicht. Die unterschiedlichen Gasblasengrößen sind symbolisch durch variierende Durchmesser der an den Gasblasenpositionen gezeichneten Kreise dargestellt. Zur Berechnung der Gasblaseablöserate werden die Gasblasen, die die virtuelle Ebene bei  $z = 55$  mm durchstoßen, innerhalb eines Zeitintervalls gezählt.

## 6.4. Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen

Zur Aufklärung der Strömungsphänomene in opaquen Flüssigmetallen wurden Experimente zur Visualisierung des Gasblasenverhaltens bei horizontaler und vertikaler Gaseinspeisung in eine GaInSn-Schmelze durchgeführt. Die Realisierung des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 6.13 dargestellt. Die Füllhöhe des Flüssigmetalls im Behälter beträgt 300 mm. Die horizontale Düse bzw. die Mündungsöffnung befindet sich in einer Höhe von  $z = 30$  mm über dem Behälterboden und ragt 20 mm in die Schmelze hinein. Eine in die Schmelze hineinragende Düse ist notwendig, da eine direkte Einperlung des Gases durch eine einfache zylindrische Bohrung in der Plexiglaswand nicht erfolgreich war. In einem solchen Fall strömt das Gas aufgrund der schlechten Benetzung zwischen dem Flüssigmetall und dem Plexiglas direkt an der Wand nach oben, ohne in das Flüssigkeitsvolumen eingetragen worden zu sein. Das kann auch nicht durch eine sorgfältige Reinigung der Wandoberfläche und einem kräftigen Einreiben der Wandoberfläche mit dem Flüssigmetall verhindert werden. Weiterhin wurden in die Metallschmelze hineinragende Lanzen, deren Mündungsöffnung nach oben zeigt, verwendet.

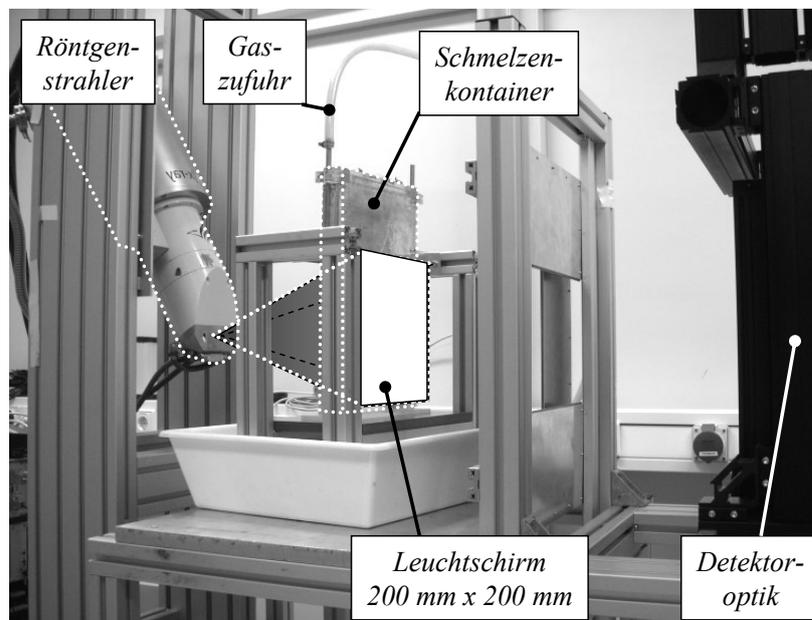


Abbildung 6.13 Experimenteller Aufbau zur radioskopischen Visualisierung zweiphasiger Strömungsregime im Flüssigmetall.

### 6.4.1. Benetzungsverhalten

Die Benetzungsfähigkeit des Flüssigmetalls hat einen deutlichen Einfluss auf das Ablöseverhalten der Einzelblasen von der in die Schmelze hineinragenden Düse. Das wird durch einen Vergleich der Gasblasenbildung an der horizontalen Düse bei unterschiedlichen Benetzungsbedingungen und Gasdurchflussraten deutlich. Abbildung 6.14 zeigt eine Langzeitbelichtung der Einperlung von Argongas mit einer Durchflussrate von  $500 \text{ cm}^3/\text{min}$  in die GaInSn-Schmelze durch eine einzelne horizontale Düse. Der Fall der nicht oder nur schlecht von der Schmelze benetzten Düse ist im linken Bild dargestellt (Abbildung 6.14a). Das durch die Düse strömende Gas bildet eine wachsende Gasschicht um die Außenfläche des Metallrohrs der Düse, bis die Auftriebskraft des sich angesammelten Gasvolumens groß genug ist, um die Oberflächenspannung der umgebenden Schmelze zu überwinden und das Ablösen einer einzelnen Gasblase zu erlauben. Die Größen der so entstehenden Gasblasen werden daher nicht durch den Innendurchmesser der Düse bestimmt und sind deshalb erheblich größer als die Gasblasen, die an einer benetzten Düse wie in Abbildung 6.14b entstehen. Im Fall der benetzten Düse lösen sich die Gasblasen direkt an der Mündungsöffnung ab. Die Beträge der beobachteten äquivalenten Gasblasendurchmesser  $d_e$  bzw. der Gasblasenablösefrequenz  $f_b$  sind für beide Fälle in Tabelle 6.1 dargestellt. Diese Daten stellen den Mittelwert der beobachteten Größen über einen einzelnen experimentellen Lauf mit einer Länge von 50 s dar. Eine gute Benetzung verursacht höhere Ablösefrequenzen bzw. kleinere Gasblasendurchmesser.

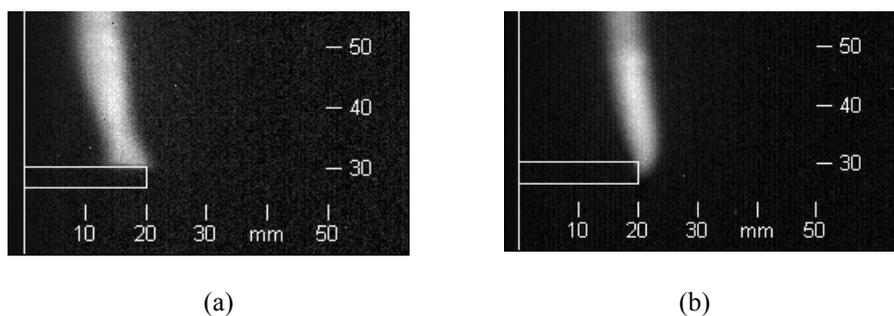


Abbildung 6.14 Mittlere Gasverteilung im Fall der nicht-benetzten (a) und benetzten (b) einzelnen Gasdüse

Der Einfluss der Benetzung ist auch noch einmal in Abbildung 6.15 gezeigt. Dort sind die qualitativen Gasblasengrößenverteilungen bei den verschiedenen Gasdurchflussraten dargestellt. Die Verteilungen verlaufen nahezu glockenförmig um einen Mittelwert, welcher etwa dem mittleren äquivalenten Kugelblasendurchmesser aus Tabelle 6.1 entspricht. Mit besserer Benetzung nehmen die Gasblasendurchmesser ab.

Bei der Inspektion der Düse nach erfolgter Gaseinperlung wurde auch im Fall der guten Benetzung ein Bereich um die Mündungsöffnung gefunden worden, welcher trotz sorgfältigster Präparation der Düse nicht mit dem Flüssigmetall benetzt ist (Abbildung 6.16).

Tabelle 6.1 Mittlere Gasblasenablösefrequenz  $f_b$  und mittlerer äquivalenter Gasblasendurchmesser  $d_e$  für verschiedene Gasdurchflussraten  $Q_G$  in den Fällen nicht-benetzter und benetzter Gasdüse bei Gaseindüsung durch eine einzelne horizontale Düse.

$Q_G$	$f_b / \text{mm}$		$d_e / \text{mm}$	
	Nicht-Benetzt	Benetzt	Nicht-Benetzt	Benetzt
100 cm <sup>3</sup> /min	4,9	10,7	8,7	6,7
500 cm <sup>3</sup> /min	17,9	31,2	9,6	8,0
1000 cm <sup>3</sup> /min	26,4	40,0	10,6	9,3

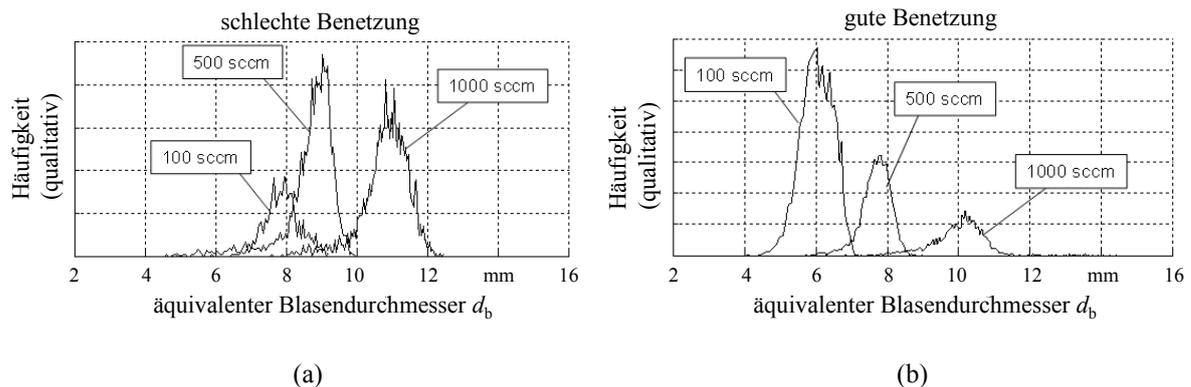


Abbildung 6.15 Gasblasengrößenverteilungen im Fall schlechter (a) und guter (b) Benetzung für verschiedene Gasdurchflussraten.

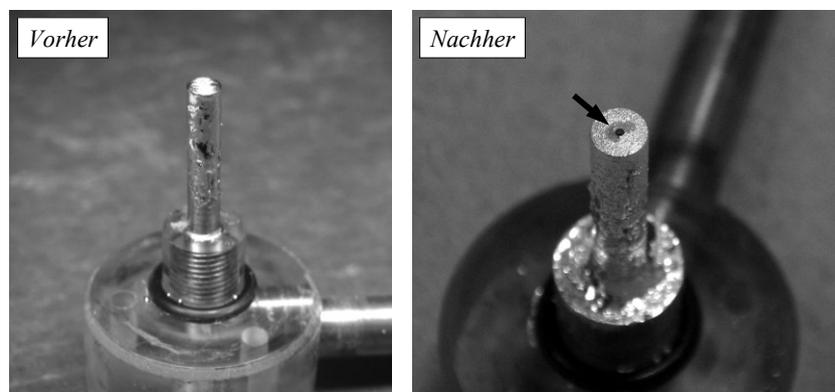


Abbildung 6.16 Mit Flüssigmetall benetzte Düse vor (a) und nach (b) der Einperlung von Argongas in die GaInSn-Schmelze. Der Pfeil markiert einen Bereich um die Mündungsöffnung, der trotz sorgfältiger Präparation der Düse nicht benetzt ist.

### 6.4.2. Einzelgasblasenverhalten

Die Dynamik einzelner aufsteigender Gasblasen in der Flüssigmetall-Blasensäule wurde untersucht. Die Gasblasen werden durch eine einzelne Lanze, die auf den Boden der Blasensäule reicht und deren Endstück nach oben zeigt, in das Flüssigmetall eingepert. Das Endstück der Lanze befindet sich im Zentrum des Blasensäulenquerschnitts. Die Durchflussrate des Argongases beträgt nur  $4 \text{ cm}^3/\text{min}$ . Die Gasblasenablöserate beträgt etwa 1,55 Gasblasen pro Sekunde. Das entspricht einem äquivalenten Gasblasendurchmesser von  $4,3 \text{ mm}$ . Es befindet sich jeweils nur eine Gasblase im Flüssigmetallvolumen.

Die Positionen der Schwerpunkte aller Gasblasen für alle Zeitschritte und die ermittelten Bewegungsgeschwindigkeiten sind in Abbildung 6.17 dargestellt. Die Gasblasen steigen nahezu senkrecht auf. Durch die geringe Anzahl der Gasblasen und ihr geringes Volumen wird keine großflächige Strömung in der Gasblasensäule angeregt, welche auf den Aufstiegspfad einwirken könnte. Das Geschwindigkeitsprofil ist charakteristisch für alle Gasblasen. Nach einer initialen Beschleunigungsphase wird die Aufstiegs geschwindigkeit deutlich gedämpft, nach einer weiteren Beschleunigung oszilliert die Geschwindigkeit um einen Mittelwert.

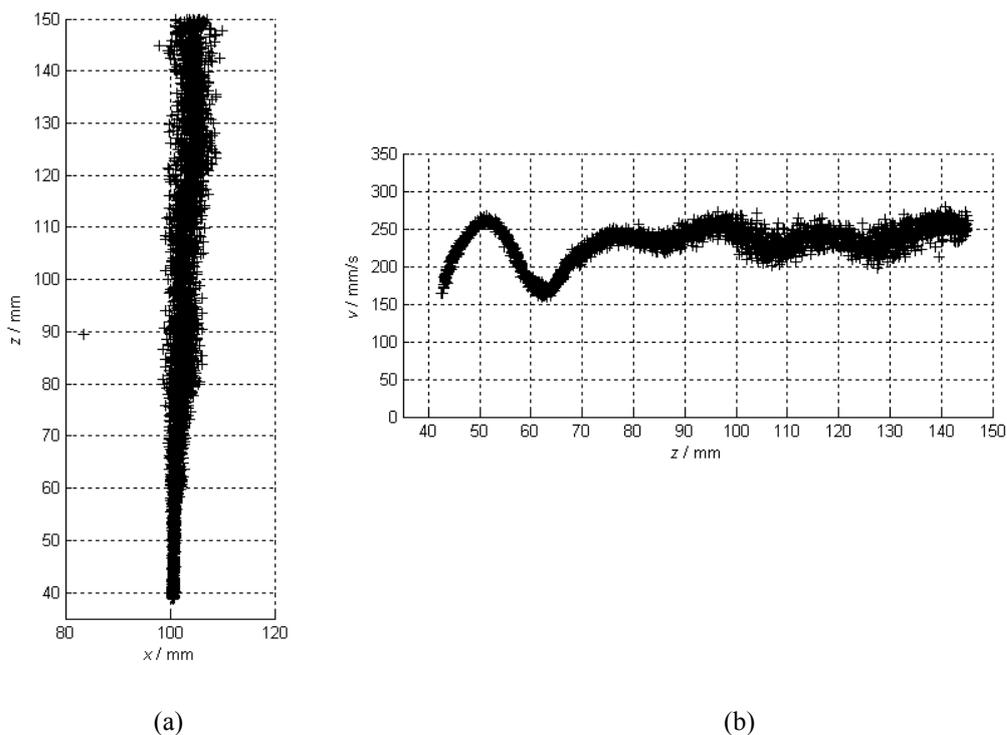


Abbildung 6.17 Die Positionen (a) und Geschwindigkeiten (b) aufsteigender Einzelgasblasen in einer Flüssigmetall-Blasensäule.

Dieses Verhalten der Aufstiegsgeschwindigkeit lässt sich erklären, wenn man die Form der Gasblase betrachtet. Das verwendete Messverfahren der röntgenradioskopischen Bildgebung erlaubt es jedoch nicht, die Gasblasenform im Flüssigmetall präzise zu bestimmen, da die Gasblasen durch die notwendige Integrationszeit leicht bewegungsverschmiert abgebildet werden und die Bilder durch starkes Rauschen degradiert sind. Deshalb wurden Vergleichsexperimente zur Einzelblaseneinperlung in Wasser durchgeführt. Abbildung 6.18 zeigt die zeitliche Entwicklung der Gasblasenform in Abhängigkeit von der Höhe über der Mündungsöffnung der Gaseinspeisung. Über dem Injektionspunkt ist die Gasblase noch kugelförmig. Die Form der Gasblase flacht jedoch direkt anschließend oblatenförmig ab und es beginnt eine Oszillationsbewegung der Gasblasenform, welche die Oszillation der Aufstiegsgeschwindigkeit begründet. Beachtet werden muss, dass aufgrund der begrenzten Breite der Blasensäule von nur 12 mm die Gasblasen während des Aufstiegs an den Seitenwänden abprallen und sich dabei sowohl Gasblasenform als auch Gasblasengeschwindigkeit ändern. Das ist exemplarisch in Abbildung 6.19 für eine in Wasser aufsteigende Gasblase gezeigt. Weiterhin wurde beobachtet, dass der Pfad der aufsteigenden Gasblase abhängig von der initialen Gasblasenform ist, welche maßgeblich durch die Ablösebedingungen (Benetzung an der Düse) bestimmt wird. Gerader als auch zickzackförmiger Verlauf wurden sowohl im Flüssigmetall als auch im Wasser beobachtet.

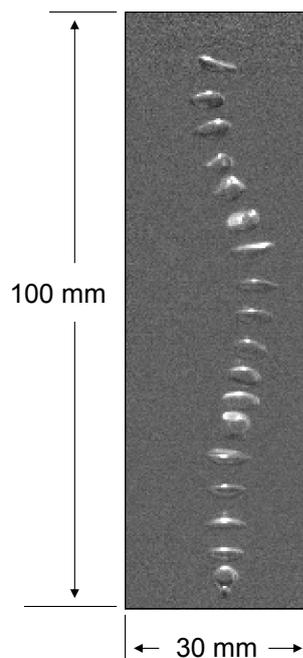


Abbildung 6.18 Überlagerung der Photographien einzelner aufsteigender Gasblasen in Wasser in Abhängigkeit von der Höhe über der Gaseinspeisung.

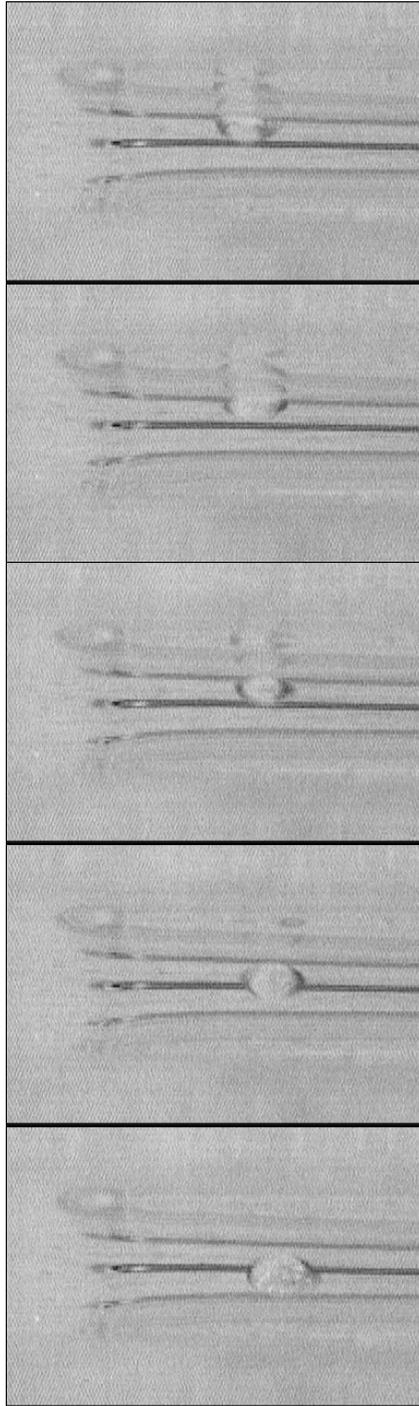


Abbildung 6.19 Blick von oben in die mit Wasser gefüllte nur 12 mm schmale Blasensäule. Die Abfolge der Bilder zeigt von oben nach unten die zeitliche Entwicklung der Form einer aufsteigenden Gasblase, welche an der Seitenwand der Blasensäule abprallt. In der Mitte querliegend ist die am Boden der Blasensäule liegende Injektionslanze zu sehen.

### 6.4.3. Gasblasenkette bei niedrigen Gasdurchflussraten

Die Dynamik einer Kette aufsteigender Gasblasen in einer Flüssigmetall-Blasensäule wurde untersucht. Die Gasblasen werden durch eine einzelne Lanze, die sich auf dem Boden der Blasensäule befindet und deren Endstück im Zentrum des Blasensäulenquerschnitts nach oben zeigt, in das Flüssigmetall eingepertlt. Die Durchflussrate des Argongases beträgt  $75 \text{ cm}^3/\text{min}$ .

Die Positionen der Schwerpunkte aller Gasblasen für alle Zeitschritte und die ermittelten Bewegungsgeschwindigkeiten der Gasblasen sind in Abbildung 6.20 dargestellt. Die Gasblasen steigen nahezu senkrecht auf. Eine durch die Oszillation der Gasblasenform induzierte Neigung der flachen Gasblasen führt hier zu stärkeren horizontalen Bewegungen während des Aufstiegs, der integrale Gasblasenpfad erscheint aufgeweitet. Inwiefern der Sog vorauslaufender Gasblasen Einfluss auf den Pfad der nachlaufenden Gasblasen hat, wurde nicht untersucht. Insgesamt sind die beobachteten Gasblasengeschwindigkeiten höher als die der Einzelgasblase.

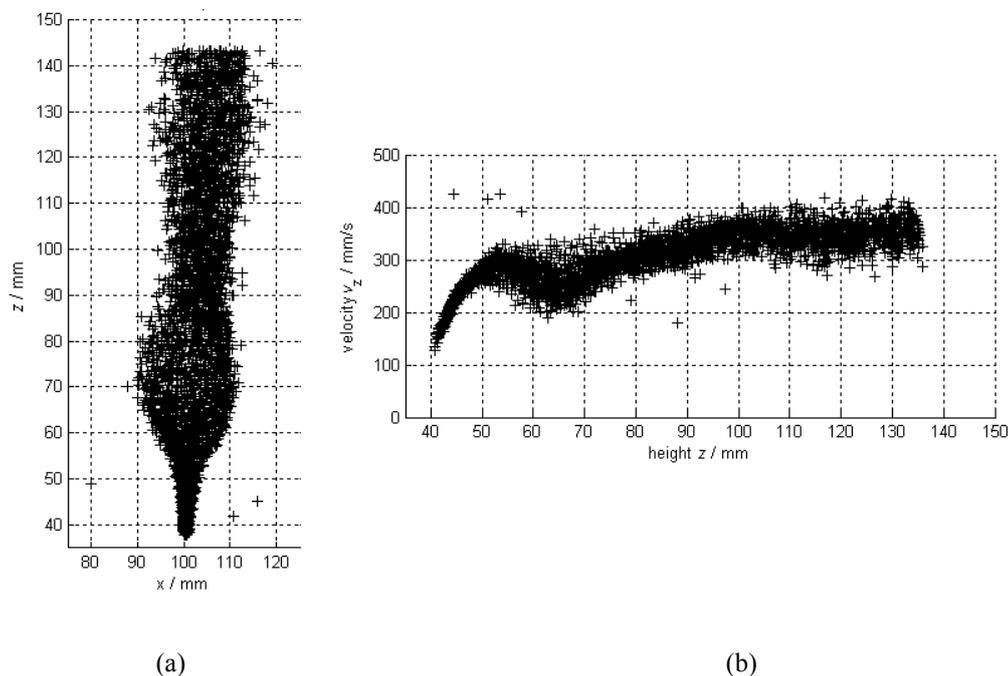


Abbildung 6.20 Die Positionen (a) und Geschwindigkeiten (b) aufsteigender Gasblasen einer Gasblasenkette in einer Flüssigmetall-Blasensäule.

#### 6.4.4. Gasblasenkettten bei hohen Gasdurchflussraten

Die Dynamik aufsteigender Gasblasen in der Flüssigmetall-Gasblasensäule wurde untersucht. Die Gasblasen werden aus einer seitlich in die Schmelze hineinragenden Düse eingepert. Abbildung 6.21 zeigen die instantanen Visualisierungen der sich ausbildenden Gasblasensequenzen bei einer Gaseinperlung durch eine einzelne horizontale Düse für verschiedene Gasdurchflussraten. Erwartungsgemäß erzeugen höhere Gasdurchflussraten größere Gasblasen mit entsprechend größeren äquivalenten Gasblasendurchmessern bei gleichzeitig höheren Gasblasenablösefrequenzen, wie schon in Tabelle 6.1 bzw. Abbildung 6.15 gezeigt.

Aus den aufgenommenen Bildfolgen der aufsteigenden Gasblasensequenzen werden die Positionen, die Geschwindigkeiten und die Größen der dargestellten, projizierten Gasblasen berechnet. Die Ergebnisse für eine Gasdurchflussrate von  $Q_G = 500 \text{ cm}^3/\text{min}$  sind in Abbildung 6.22 dargestellt. Nach dem Ablösen von der Düse werden die Gasblasen in den Bereich an der Wand an der schmalen Behälterseite gedrückt (Abbildung 6.22a). Bei höheren Gasdurchflussraten ist dieser Effekt noch ausgeprägter. Die aufsteigenden Gasblasen treiben eine einzelne Konvektionsrolle im Flüssigkeitsvolumen an. Diese Konvektionsrolle verursacht an der Düse am Boden des Behälters eine dem Gasaustritt entgegen gesetzte horizontale Flüssigkeitsströmung (Abbildung 6.23a). Diese Strömung ist für den Transport der Gasblasen an die Seitenwände verantwortlich. Weiterhin zeigt Abbildung 6.22b, dass die vertikale Blasengeschwindigkeit  $v_z$  kontinuierlich mit zunehmender Höhe über dem Behälterboden  $z$  ansteigt. Die Gasblasen erreichen in dem hier beobachteten Bereich der Blasensäule keine konstante Endgeschwindigkeit.

Weiterhin wurden Experimente zu Untersuchung des Effekts der gleichzeitigen Eindüsung von Gasblasen in die flüssige Schmelze durch zwei Düsen mit entgegengesetzter Gasflussrichtung durchgeführt. Abbildung 6.24 zeigt diesen Fall bei einer Gasdurchflussrate von jeweils  $Q_G = 500 \text{ cm}^3/\text{min}$ . Die beiderseitige Eindüsung führt zur Ausbildung zweier Konvektionsrollen in der Blasensäule mit einer aufwärts gerichteten Strömung an den Seitenwänden und einer abwärts gerichteten Strömung im Zentrum des Gefäßes (Abbildung 6.23b). Die Gasblasen bewegen sich nach der Ablösung von den Mündungsöffnungen der Düsen zu den Seitenwänden hin. Ein solches Strömungsregime ist jedoch weniger stabil als die rezirkulierende Strömung einer einzelnen Konvektionsrolle. Deshalb treten von Zeit zu Zeit nicht-symmetrische Strömungsmuster auf. In Abbildung 6.24a,b ist die stark oszillierende Bewegung der Gasblasen in der linken Gasblasenkette dargestellt. Zeitweise werden die Gasblasen in Richtung des Zentrums der Blasensäule gezogen.

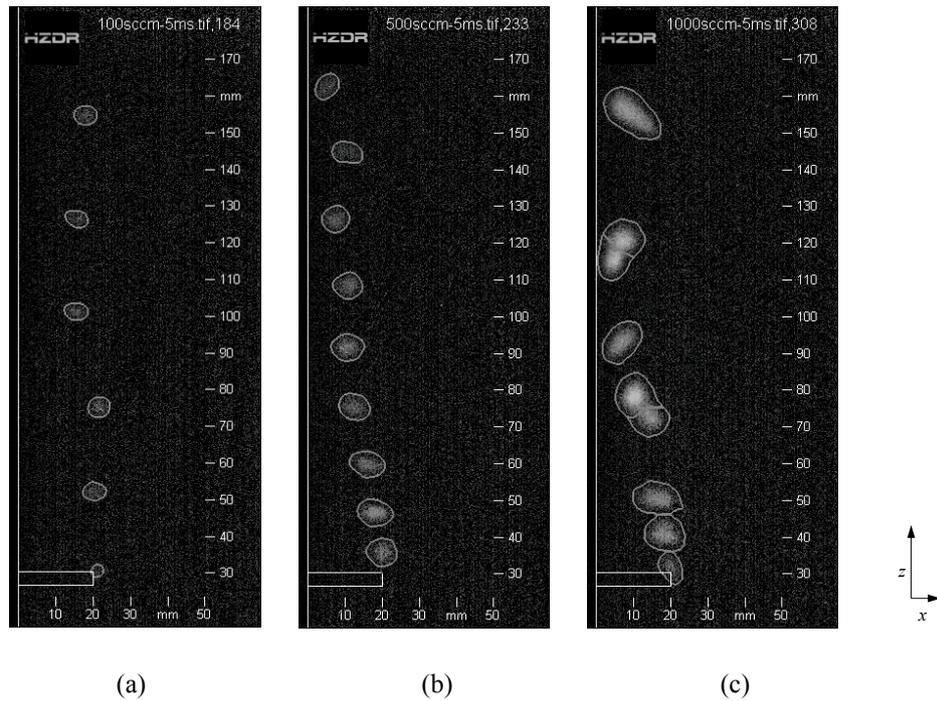


Abbildung 6.21 Visualisierte Blasensequenzen bei Gasdurchflussraten von  $Q_G = 100 \text{ cm}^3/\text{min}$  (a),  $500 \text{ cm}^3/\text{min}$  (b),  $1000 \text{ cm}^3/\text{min}$  (c).

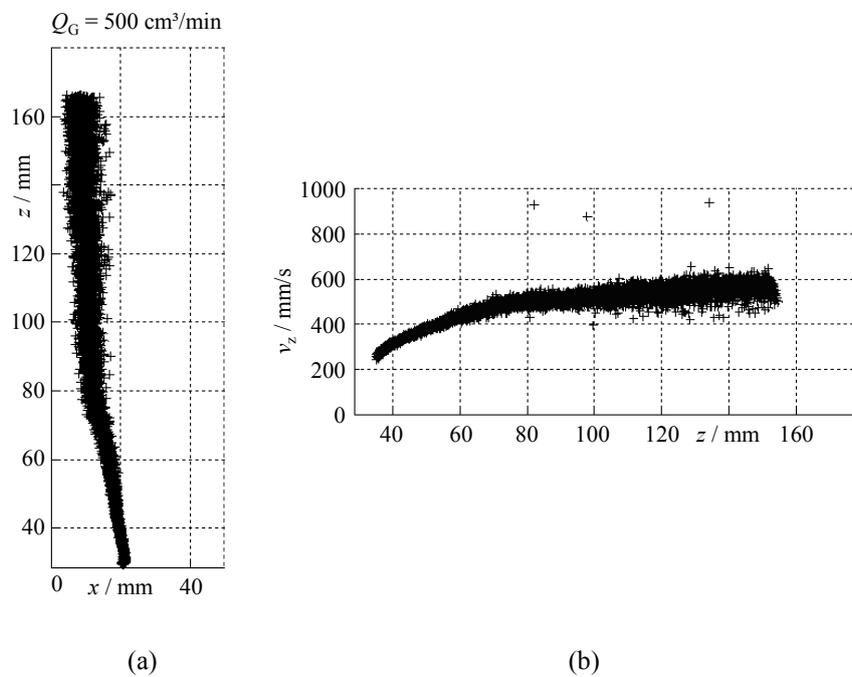


Abbildung 6.22 Die Positionen (a) und vertikalen Aufstiegsgeschwindigkeiten (b) aller Einzelblasen während einer 50 Sekunden langen Eindüsung bei  $Q_G = 500 \text{ cm}^3/\text{min}$ .

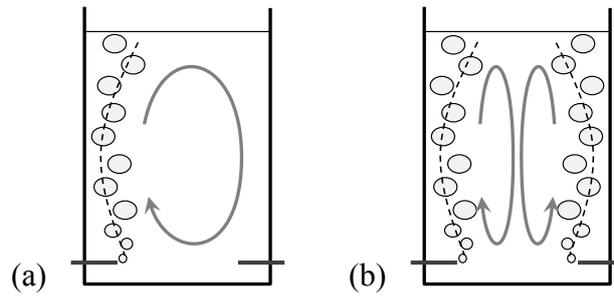


Abbildung 6.23 Idealierte Darstellung der Flüssigkeitsströmung in der schmalen Blasensäule bei einseitiger (a) und beidseitiger (b) Gaseinspeisung.

Die originär nahezu geradlinigen Gasblasenbahnen werden instabil. Es bilden sich neue, kleine Strömungswirbel zwischen der Gasblasenkette und der Seitenwand. Diese instabilen Modifikationen der Strömungsstruktur werden häufiger bei hohen Gasdurchflussraten beobachtet. Die Änderungen der Strömung erfolgen nicht abrupt, sondern stetig, und die Gasblasen zeigen stets klar die Tendenz, ihrem Vorgänger zu folgen. Zufällige, vom Pfad der vorausgehenden Gasblase unabhängige Blasenpfade können nicht beobachtet werden.

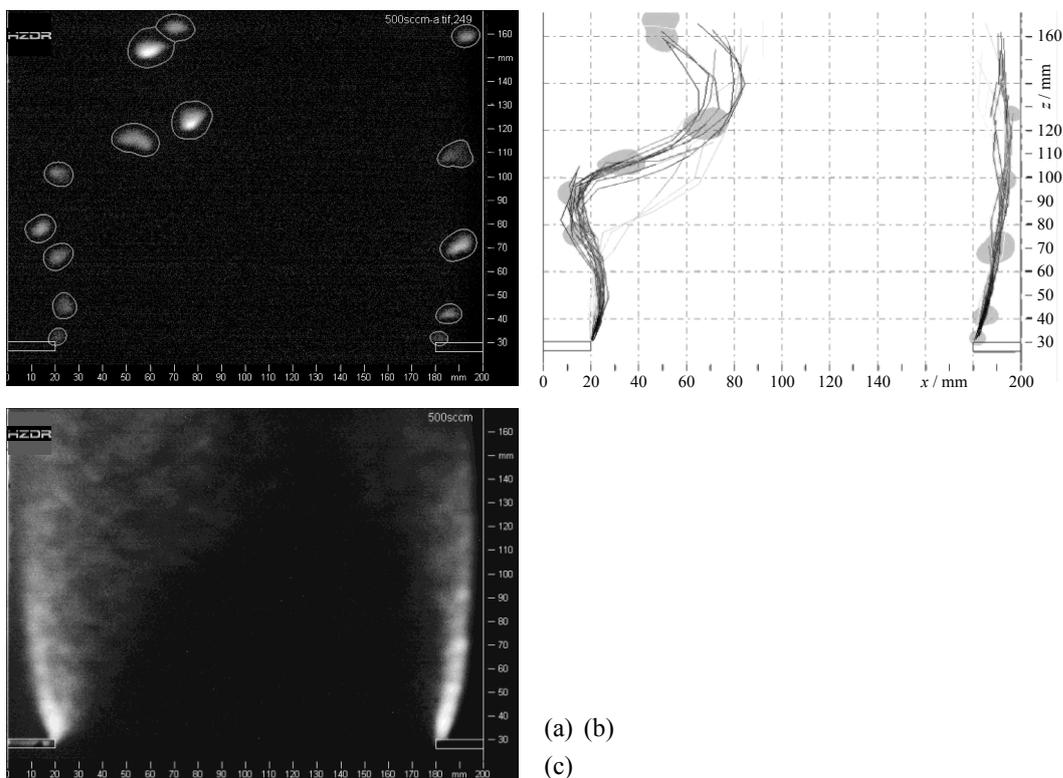


Abbildung 6.24 Momentaufnahme (a) aufsteigender Gasblasen bei Einperlung durch sich gegenüberliegende horizontale Düsen für  $Q_G = 500 \text{ cm}^3/\text{min}$  / Düse und die innerhalb der zurückliegenden 1,2 Sekunden gezeichneten Spuren der aufsteigenden Gasblasen (b). Mittlere Gasverteilung im Flüssigkeitsvolumen (c).

### 6.4.5. Einfluss eines externen Magnetfeldes

Es wurde untersucht, ob ein äußeres stationäres Magnetfeld Einfluss auf die Bewegung einzelner Gasblasen im Flüssigmetall hat. Dazu wurden je eine Ringspule vor und hinter der schmalen Blasensäule wie in Abbildung 6.25 gezeigt angeordnet. Jede Spule besitzt 32 Windungen. Die Spulen wurden mit einem Strom von  $I = 100$  Ampere beaufschlagt. Dies war der maximal mögliche Stromfluss, bei dem der Mikrofokus-Röntgenstrahler unter dem Einfluss des externen Magnetfeldes betreiben konnte. Untersucht wurden Einzelgasblasen bei einer Gaseinspeisung mit einer Gasdurchflussrate von  $4 \text{ cm}^3/\text{min}$  (vgl. Abschnitt 6.4.2).

Abbildung 6.26 zeigt die integrale Verteilung der Positionen der aufsteigenden Einzelgasblasen im Flüssigmetall ohne externes Magnetfeld ( $I = 0 \text{ A}$ ) und unter dem Einfluss des statischen externen Magnetfeldes ( $I = 100 \text{ A}$ ). Es ist kein Einfluss des Magnetfeldes auf die Gasblasentrajektorien zu erkennen. Weiterhin zeigt Abbildung 6.27 das Geschwindigkeitsprofil der aufsteigenden Einzelgasblasen. Unter dem Einfluss des externen statischen Magnetfeldes ist keine Veränderung der Gasblasenbewegung gegenüber dem abgeschalteten Magnetfeld festzustellen. Stärkere Magnetfelder konnten aufgrund der Limitation durch das Messsystem nicht angewendet werden.

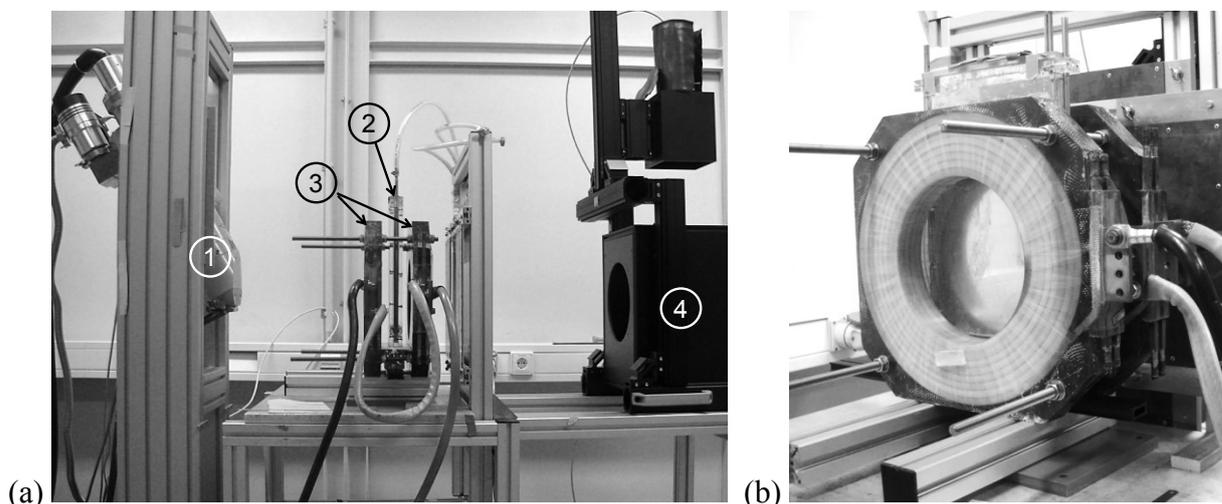


Abbildung 6.25 Versuchsaufbau (a) mit Röntgenstrahler (1) und Röntgenbilddetektor(4). Die Flüssigmetall-Blasensäule (2) befindet sich zwischen zwei Ringspulen (3). Vergrößerte Ansicht der vorderen Spule (b).

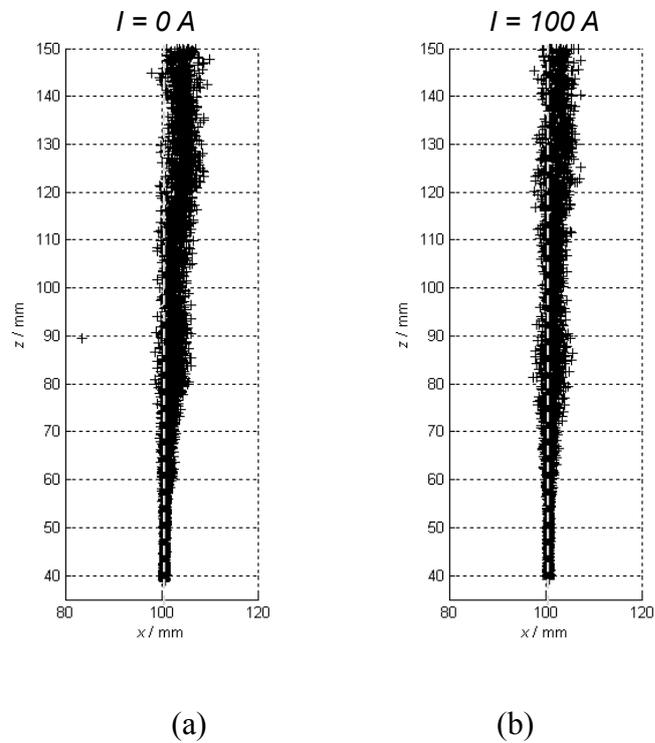


Abbildung 6.26 Integrale Gasblasenverteilung bei Einspeisung einzelner Gasblasen ohne Einfluss des (a) und unter dem Einfluss (b) eines externen statischen Magnetfeldes.

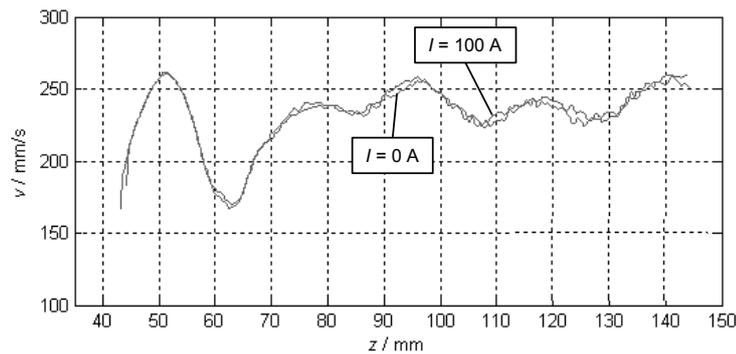


Abbildung 6.27 Mittleres Geschwindigkeitsprofil der aufsteigenden Einzelgasblasen ohne Einfluss ( $I = 0 \text{ A}$ ) des und unter dem Einfluss ( $I = 100 \text{ A}$ ) eines externen statischen Magnetfeldes.

#### 6.4.6. Vergleich mit Gas-Wasser-Zweiphasenströmungen

Für einen qualitativen Vergleich der Strömungsphänomene im Flüssigmetall mit denen in Wasser, welches weitverbreitet als Modellflüssigkeit für Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen verwendet wird, wurden Experimente in beiden zweiphasigen Systemen durchgeführt. Die Experimente wurden in gleichen Behältern durchgeführt. Die Gaseinspeisung erfolgt für beide Flüssigkeiten durch gleiche Lanzen. Die Röhrenspannung und der Strahlstrom des Röntgenstrahlers müssen wegen des wesentlich niedrigeren Schwächungskoeffizienten des Wassers angepasst (reduziert) werden.

Abbildung 6.28 zeigt die momentane Gasblasenverteilung in der jeweiligen Flüssigkeit direkt oberhalb der nach oben zeigenden Mündungsöffnung der Lanze bei verschiedenen Gasdurchflussraten. Bei niedrigen Gasdurchflussraten (Abbildung 6.28a,b) ist zu erkennen, dass die Einzelgasblasen innerhalb der Gasblasenkette im Flüssigmetallsystem geringfügig größer sind als im Wassersystem, was auch durch den größeren Gasblasenabstand im Flüssigmetall bei gleicher Durchflussrate bestätigt wird. Auf die Problematik der Gasblasenablösung im Zusammenhang mit der Benetzung der Düse wurde bereits eingegangen. Darüber hinaus besteht im System Argon-Wasser die Tendenz, dass die Gasblasenkette bereits wenige Millimeter über der Mündungsöffnung aufbricht und einzelne Gasblasen deutlich in Interaktion treten. Es kommt zu Verwirblungen, die Reihenfolge der Gasblasen in der Kette geht verloren. Das ist im Fall des Flüssigmetalls erst für höhere Gasblasenpositionen zu erkennen (Abbildung 6.28b).

Die ebenfalls dargestellten langzeitgemittelten radiographischen Aufnahmen des zweiphasigen Systems zeigen die mittlere Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Gasblasen. Diese sind für beide Fluid-Systeme zunächst ähnlich. Mit zunehmender Gasdurchflussrate ist jedoch der gezeichnete integrale Gasstrahl im Flüssigmetall breiter als im Wasser. Es ist zu beobachten, dass es mit zunehmender Gasdurchflussrate zur Bildung kappenartiger Gasblasen kommt, welche in der Flüssigkeit und aufgrund der Interaktion mit den Behälterwänden (die Behälterbreite beträgt nur 12 mm) stark verformt werden. Solche Kappenblasen treten im System Gas-Wasser bereits bei deutlich niedrigeren Gasdurchflussraten auf (Abbildung 6.28c-h). Abbildung 6.29 zeigt die freie Oberfläche für Experimente unter gleichen Versuchsbedingungen. Die großen Kappenblasen brechen unterhalb der freien Oberfläche der Flüssigkeit aufgrund starker Strömungsturbulenzen auf und zerfallen in kleinere Gasblasen. Dabei wird die freie Oberfläche stark aufgewühlt. Dadurch entstehen dort weitere kleine Gasblasen, die zusammen mit Resten der zerfallenen Kappenblasen mit der Zirkulation in das tiefergelegene Flüssigkeitsvolumen transportiert werden. Die Verweildauer der kleinen

Gasblasen in den Rezirkulationsgebieten beträgt mehrere Sekunden. Die so erzeugte disperse Gasphase ist im Gas-Wasser-System gegenüber dem Gas-Flüssigmetall-System stärker fragmentiert und ihr Anteil ist deutlich höher (Abbildung 6.28e,f und Abbildung 6.29e,f). Dies wird insbesondere in den langzeitgemittelten Bildern des Gas-Wasser-Systems für hohe Gasdurchflussraten deutlich.

Die detaillierte Form der Gasblasen kann in den gezeigten Abbildungen nur schwer verstanden werden. Deshalb wurden die Experimente wiederholt, wobei die Bildauflösung durch einen verkürzten Strahler-Objekt-Abstand um den Faktor 2,0 verbessert wurde. Nur noch ein Ausschnitt von etwa 10 x 10 cm<sup>2</sup> des Versuchsaufbaus wird abgebildet. Abbildung 6.30 zeigt die vergrößerten Aufnahmen. Die Gasblasen im Gas-Flüssigmetall-System erscheinen glatter, ihre Oberfläche ist weniger zerklüftet.

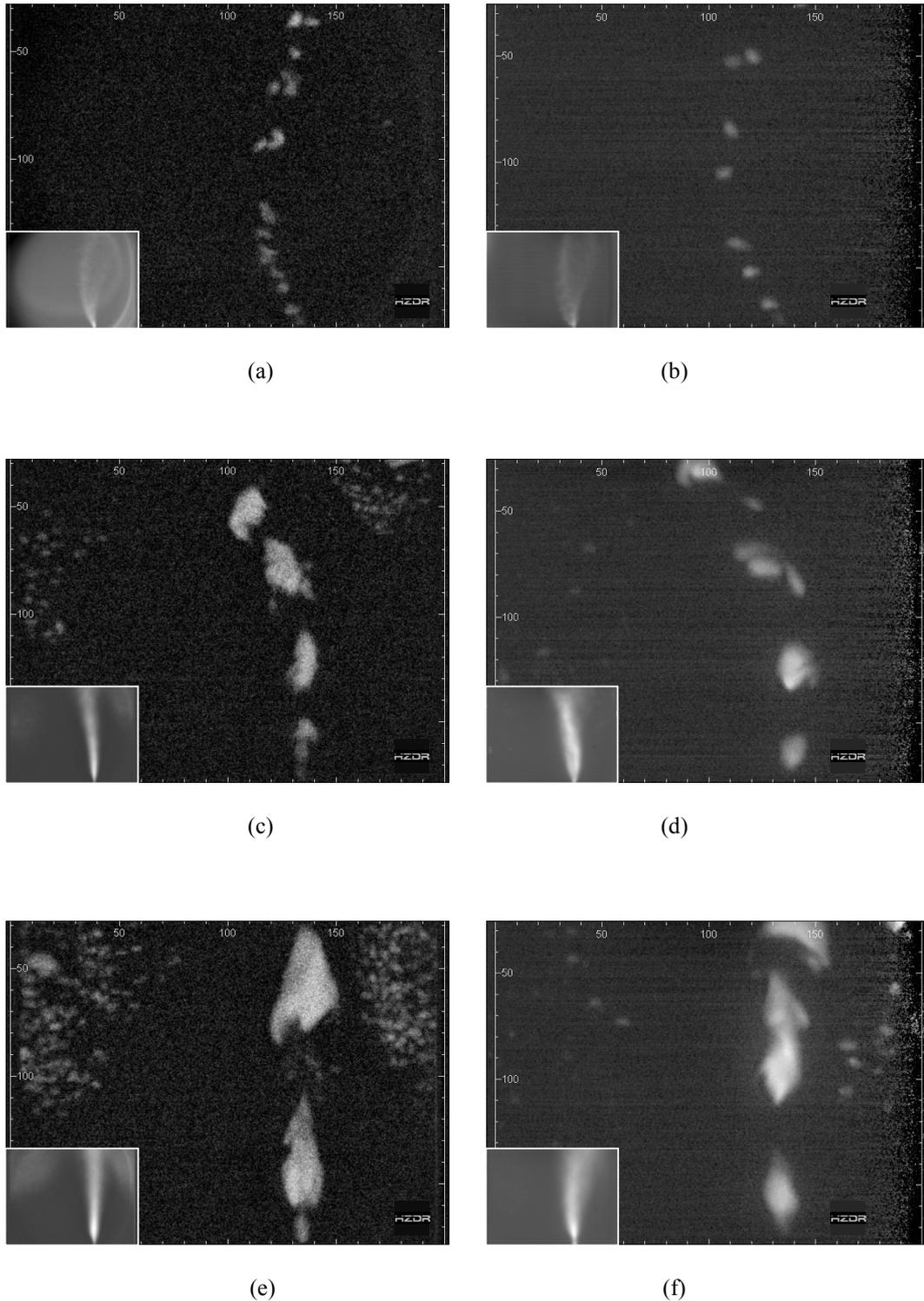
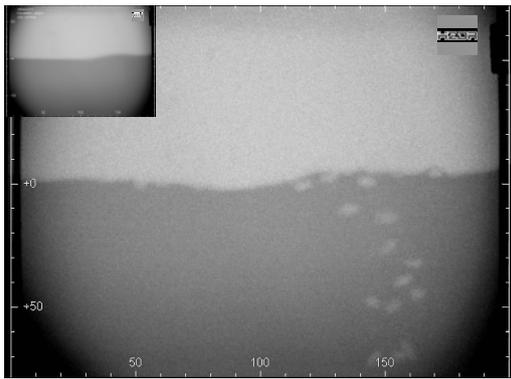
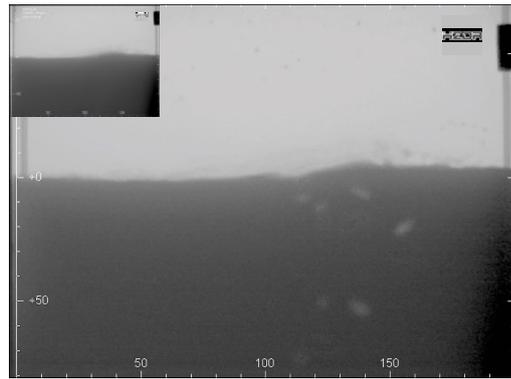


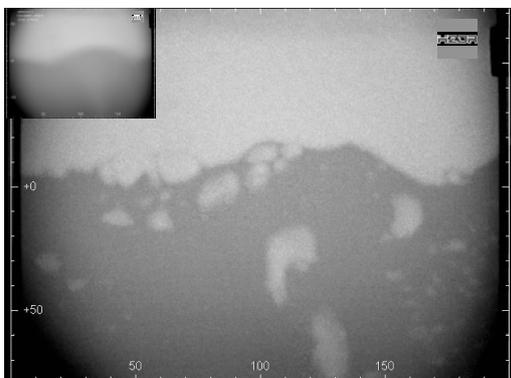
Abbildung 6.28 Momentane Abbildung des zweiphasiger Strömungsregimes oberhalb einer vertikalen Mündungsöffnung und zeitgemittelte Abbildung (jeweils links unten): Argon-Wasser (a,c,e) und Argon-GaInSn (b,d,f). Das Flüssigkeitsvolumen beträgt  $200 \times 200 \times 12 \text{ mm}^3$ . Die Gasdurchflussraten betragen  $480 \text{ cm}^3/\text{min}$  (a,b),  $3090 \text{ cm}^3/\text{min}$  (c,d) und  $7100 \text{ cm}^3/\text{min}$  (f) bzw.  $7900 \text{ cm}^3/\text{min}$  (e).



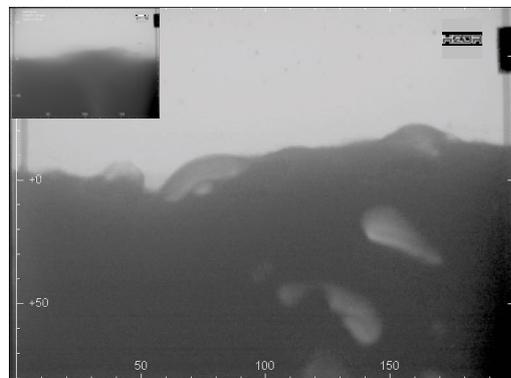
(a)



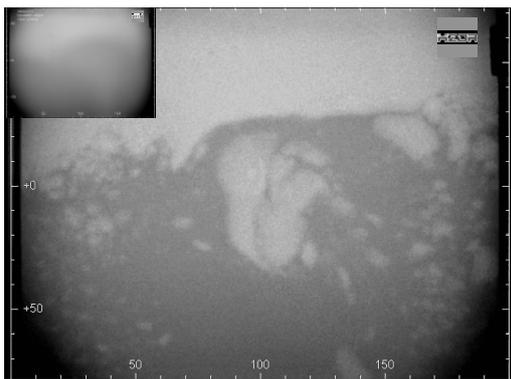
(b)



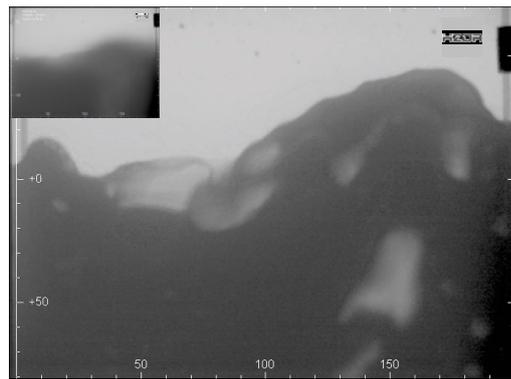
(c)



(d)



(e)



(f)

Abbildung 6.29 Momentane Abbildung der freien Oberfläche eines zweiphasigen Gas-Flüssigkeits-Gemischs und zeitgemittelte Abbildung (jeweils oben links): Argon-Wasser (a,c,e) bzw. Argon-GalSn (b,d,f). Die Gaseinspeisung erfolgt durch eine einzelne vertikale Mündungsöffnung 180 mm unterhalb der ruhenden freien Oberfläche (entspr. Abbildung 6.28). Die Gasdurchflussraten betragen  $480 \text{ cm}^3/\text{min}$  (a,b),  $3090 \text{ cm}^3/\text{min}$  (c,d) und  $7100 \text{ cm}^3/\text{min}$  (f) bzw.  $7900 \text{ cm}^3/\text{min}$  (e).

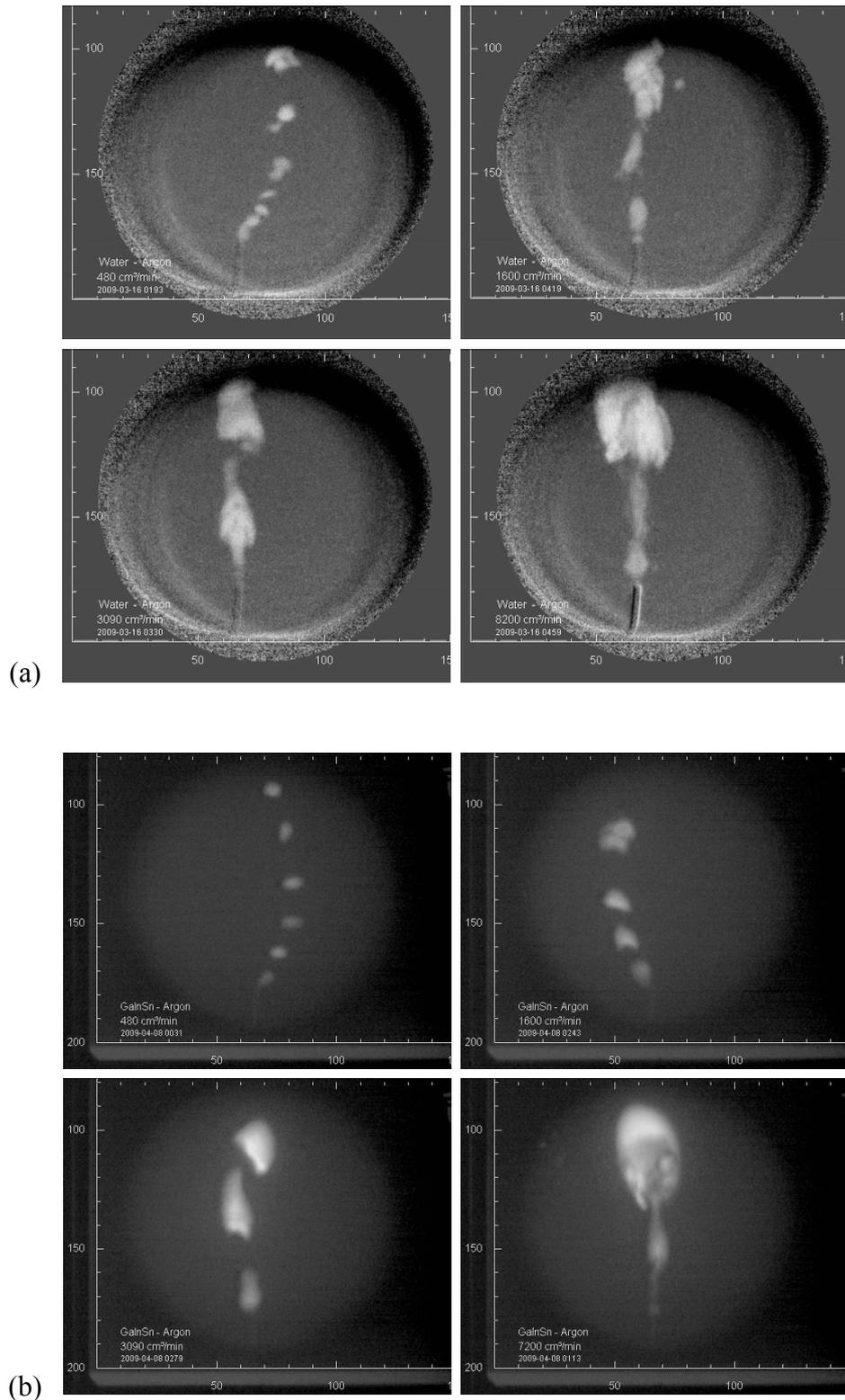


Abbildung 6.30 Momentaufnahme der zweiphasigen Gas-Flüssigkeits-Strömung im System (a) Argon-Wasser und (b) Argon-GaInSn. Durch die Wahl eines kleineren Bildfensters werden bessere Signal-zu-Rausch-Verhältnisse erreicht. Das Flüssigkeitsvolumen beträgt  $200 \times 200 \times 12 \text{ mm}^3$ , die Gasdurchflussraten betragen  $480 \text{ cm}^3/\text{min}$ ,  $1600 \text{ cm}^3/\text{min}$ ,  $3090 \text{ cm}^3/\text{min}$ ,  $7200 \text{ cm}^3/\text{min}$  (GaInSn) bzw.  $8200 \text{ cm}^3/\text{min}$  (Wasser).

## 6.5. Zusammenfassung

Die Realisierung eines röntgenbildgebenden Messsystems auf der Basis eines magnetfeldresistenten, schnellen Röntgen-Schirmbetrachters ermöglichte die nicht-invasive in-situ Aufklärung der zweiphasigen Strömungsdynamik in einem Gas-Flüssigmetall-System. Insbesondere konnte das Verhalten von Gasblasenkettentrömungen untersucht werden. Algorithmen zur Identifikation der Einzelgasblasen im Röntgenbild, zur Bestimmung der Gasblasengröße, der Gasblasenposition und zur Verfolgung der Gasblasentrajektorien wurden implementiert. Es wurde festgestellt, dass das Benetzungsverhalten des Flüssigmetalls an der Oberfläche der Düse das Verhalten der Gasblasenablösung und damit der Gasblasengrößenverteilung im Flüssigmetall entscheidend bestimmt. Die Bewegungsprofile kleiner Einzelgasblasen im ruhenden Flüssigmetall sind durch die Oszillationen der Gasblasenform gekennzeichnet. In Gasblasenketten bei niedriger Gasflussrate wurden im Vergleich zur Einzelgasblase erhöhte Aufstiegsgeschwindigkeiten beobachtet. Wird die Gasdurchflussrate erhöht, dann wachsen die Zahl der eingeperlten Gasblasen und ihr Volumen. Die Gasblasen treiben Konvektionsbewegungen im Flüssigmetall an, welche Einfluss auf die Gasblasentrajektorien nehmen. Ein Einfluss eines äußeren statischen Magnetfeldes auf die Dynamik aufsteigender kleiner Gasblasen konnte nicht beobachtet werden. Die Stärke des Magnetfeldes war durch den Einfluss auf den verwendeten Röntgenstrahler begrenzt. Abschließend wurde gezeigt, dass das Verhalten der Zweiphasenströmung im Flüssigmetall gegenüber der Zweiphasenströmung in Wasser zwar ähnlich ist, aber signifikante Unterschiede nachweisbar sind. Insbesondere unterscheiden sich Form der Gasblasen und das Blasenkoalezenz- und Blasenzerfallsverhalten in der Flüssigkeit und an seiner freien Oberfläche. Die ermittelten Daten dienen zukünftig der Verbesserung und Validierung numerischer Methoden zu Simulation von zweiphasigen Flüssigmetallströmungen, wie sie etwa im Rahmen des Sonderforschungsbereichs 609 entwickelt worden sind (Fröhlich et al., 2013).

## Kapitel 7

# Zusammenfassung und Ausblick

### 7.1. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden bildgebende Messverfahren auf der Basis von Röntgenstrahlung eingesetzt, um Erstarrungsprozesse in binären Metalllegierungen und zweiphasigen Gas-Flüssigmetall-Strömungen zu untersuchen. Zielstellung war zum einen, mittels Röntgenbildgebung die Strömungsphänomene in der freien Schmelze und im zweiphasigen Gebiet während der Erstarrung einer binären Metalllegierung zu visualisieren mit dem Zweck, den Einfluss der natürlichen und einer erzwungenen Strömung auf den Erstarrungsprozess aufzuklären. Zum anderen war Ziel dieser Arbeit, mit Hilfe der Röntgenbildgebung das Verständnis der Strömungsphänomene von Gasblasen- und Gasblasenkettentrömung in Flüssigmetallen voranzubringen. Die erhobenen Daten sollen der Entwicklung und Validierung numerischer Strömungsberechnungsverfahren (CFD) dienen.

Mit der Implementierung und der Anwendung eines Mikrofokus-Röntgenbildgebungssystems und entsprechender Bildverarbeitungsroutinen ist es gelungen, den Erstarrungsprozess, das heißt das Wachstum einer dendritischen Gefügestruktur einer Gallium-Indium-Legierung in einer schmalen Erstarrungszelle, mit Ortsauflösungen von bis zu 6  $\mu\text{m}$  nichtinvasiv in-situ mit einer Bildwiederholfrequenz von etwa 2 Hz zu beobachten. Die thermosolutalen Konvektionsbewegungen in der Schmelze konnten nachgewiesen und mittels des Prinzips des Optischen Flusses quantifiziert werden. Durch eine mittels einer magnetischen Induktionspumpe von außen aufgeprägte Schmelzenkonvektion lässt sich das Gefügewachstum gezielt beeinflussen. Sowohl ein lokal verstärktes Dendritenwachstum entgegen der Anströmrichtung der an die Erstarrungsfront transportierten frischen Schmelze, als auch die lokale Akkumulation angereicherter Schmelze und ein damit verbundenes Aufschmelzen und eine Ausbildung von Entmischungskanälen lassen sich damit gezielt induzieren.

Mit der Realisierung eines magnetfeldresistenten Röntgenschirmbetrachters und geeigneten Bildverarbeitungsroutinen wurde die Aufklärung der Strömungsphänomene zweiphasiger Gasblasen- und Gasblasenkettentrömungen in einer GaInSn-Flüssigmetallschmelze in einer Blasensäule mit einem Querschnitt von 200 mm x 12 mm möglich. Mit den sehr kurzen

Belichtungszeiten des Detektors von wenigen Millisekunden wurde die momentane Struktur der Gasphase in-situ nichtinvasiv mit räumlichen Auflösungen im Submillimeterbereich abgebildet. Es wurde beobachtet, dass das Benetzungsverhalten des Flüssigmetalls an der Injektionsdüse starken Einfluss auf das Verhalten und die Größe der sich ablösenden Gasblasen hat. Die bei hohen Durchflussraten eingeperlten Gasblasen induzieren Konvektionsbewegungen in der Schmelze, welche, durch die Behältergeometrie bestimmt, auf die Aufstiegstrajektorien der Gasblasen rückwirken. Der Vergleich mit Gasblasenströmungen in Wasser zeigt deutliche Unterschiede im Verhalten der Gasphase auf. Ein Einfluss eines äußeren moderaten statischen Magnetfeldes auf die Bewegung kleiner Einzelgasblasen im Flüssigmetall konnte aufgrund der Limitation durch das Messsystem nicht nachgewiesen werden.

## **7.2. Schlussfolgerungen**

Die röntgenradioskopische Visualisierung auf der Basis von Mikrofokus-Röntgenstrahlung ermöglicht ein generelles intuitives Verständnis des Einflusses von Transportvorgängen auf die Erstarrung von binären Gallium-Indium-Legierungen und in Gas-Flüssigmetall-Zweiphasenströmungen. Ein bedeutender Vorteil dieses Diagnoseverfahrens ist die Möglichkeit der in-situ Beobachtung der Strömung und des Konzentrationsfeldes während der Erstarrung und der Beobachtung der Gasblasengestalt und der Gasblasenbewegung in Zweiphasenströmungen.

Der Haupteffekt der Transportvorgänge während der Erstarrung ergibt sich aus der strömungsinduzierten Umverteilung der Konzentrationen der solutalen Komponenten. Diese Umverteilung führt zur Änderung der Wachstumsrichtung der Dendriten und beschleunigt oder verhindert das Wachstum sekundärer Dendritenarme. Die vorliegende Arbeit zeigt, wie ein elektromagnetisch angetriebenes Strömungsfeld den gerichteten Transport solutaler Schmelze in das Zweiphasengebiet antreibt und damit die Bildung ausgedehnter Entmischungsmuster bewirkt. Jedoch ist die Strömungskontrolle während der Erstarrung von Metalllegierungen noch in ihren Anfängen. Weitere Untersuchungen einschließlich der röntgenradioskopischen Visualisierung sind notwendig, um die komplexe Wechselwirkung zwischen der Schmelzenströmung und dem Erstarrungsprozess zu verstehen.

Die vorliegende Arbeit zeigt, dass die Eigenschaften der Gasblasen in Gasblasenströmungen in Flüssigmetallen erheblich durch die Benetzungsbedingungen an der Düsenöffnung beeinflusst werden. Weiterhin ist die Form aufsteigender Gasblasen nicht mehr kugelförmig und zeigt Fluktuationen, wenn der äquivalente Gasblasendurchmesser etwa 4 mm übersteigt. Gas-Wassermodelle bilden das Verhalten von Gasblasen im Flüssigmetall nicht identisch ab.

Zur Bewertung des Einflusses äußerer Magnetfelder auf die Konvektionsbewegungen sind in Zukunft Untersuchungen bei stärkeren Flüssigkeitgeschwindigkeiten und höheren Feldstärken durchzuführen.

### 7.3. Ausblick

Das räumliche und zeitliche Auflösungsvermögen sowie die Fähigkeit, die Schmelzenzusammensetzung zu ermitteln, sind durch die Strahler- und Detektoreigenschaften sowie das Bildrauschen eingeschränkt. Für die Durchführung der Experimente zur Strömungsvisualisierung an einer Synchrotronstrahlungsquelle der 3. Generation kann durch die größeren Röntgenflussdichten eine erhebliche Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses und damit des Auflösungsvermögens erwartet werden. Insbesondere sind zum Verständnis der grundlegenden Mechanismen des Übergangs von kolumnarer zur equiaxialer Erstarrung weiterführende Experimente notwendig. Dieser scheint durch eine entsprechend angepasste Temperaturführung während des Experiments provozierbar zu sein. Zur weiteren Erörterung der komplexen Wechselwirkung zwischen Schmelzenströmung und dem Erstarrungsprozess sind in Zukunft auch Fragestellungen der möglichen Wirkmechanismen elektromagnetischer Strömungsbremsen oder des elektrischen Impulses zu untersuchen. Die Untersuchung der Strömungsgeschwindigkeiten vor der Erstarrungsfront blieb bedingt durch das Prinzip des Optischen Flusses auf Gebiete beschränkt, in denen sich Konzentrationsgradienten in der Schmelze und entsprechend Helligkeitsgradienten in den Röntgenbildern mit der Konvektionsbewegung mitbewegt haben. Um auch die Geschwindigkeitsfelder in der homogenen Schmelze weit vor der Erstarrungsfront messen zu können, sind in Zukunft geeignete Tracermaterialien zu untersuchen, welche in die Schmelze gegeben und röntgenradioskopisch beobachtet werden können.

Für die Untersuchung zweiphasiger Gas-Flüssigmetall-Strömungen ergibt sich folgender Ausblick. Die bestimmten äquivalenten Durchmesser für größere Gasblasen sind aufgrund der Abweichung der Gasblasengestalt von der Kugelform nur eine grobe Abschätzung der tatsächlichen Gasblasengröße. Eine Gasblasengrößenbestimmung basierend auf kalibrierten integralen Extinktionsmessungen kann dieses Problem in Zukunft lösen. Die starke Absorption in den Flüssigmetallen verursacht ein niedriges Signal-Rausch-Verhältnis, welches die Identifikation kleiner Gasblasen ( $d_{eq} \leq 2$  mm) erschwert. Die Wahl eines leistungsstärkeren Röntgenstrahlers kann die Fähigkeiten der Erkennung kleiner Gasblasen verbessern. Die Möglichkeit, den Magnetfeldeinfluss auf das Strömungsverhalten zu untersuchen, war durch die Sensitivität des Mikrofokus-Strahler auf externe Magnetfelder

stark eingeschränkt. Hier kann ebenfalls in Zukunft durch die Wahl eines leistungsstärkeren magnetfeldunempfindlicheren Festanoden-Röntgenstrahlers der Bereich der zu untersuchenden Magnetfeldstärken vergrößert werden.

Abschließend kann geschlussfolgert werden, dass röntgenradioskopische Bildgebungsverfahren auch in Zukunft für die Visualisierung und Quantifizierung von Transportprozessen in opaken Flüssigkeiten von Bedeutung sein werden, da diese dem Experimentator ähnliche Möglichkeiten wie die optischen Bildgebungsverfahren für die Untersuchungen in transparenten Flüssigkeiten zur Verfügung stellen.

## Kapitel 8

# Literaturverzeichnis

### 8.1. Referenzen

Abdulla, S. H.; Liu, X.; Anderson, M. H.; Bonazza, R.; Corradini, M. L.; Cho, D.; Page, R. (2005): Liquid-metal/water direct contact heat exchange: flow visualisation, flow stability, and heat transfer using real-time X-ray imaging. In: Nuclear Science and Engineering, Jg. 150, H. 2, S. 182–220.

Amini, A. A. (1994): A scalar function formulation for optical flow: applications to X-ray imaging. In: Proceedings of the IEEE Workshop on Biomedical Image Analysis, June 24-25, 1994, Seattle, Washington. Los Alamitos, Calif.: IEEE Computer Society Press, S. 117–123.

Anderson, M. H.; Corradini, M. L.; Bonazza, R. (2002): Measurement of vapor flow regimes in liquid metal pools. In: Fusion Engineering and Design, Jg. 63-64, S. 383–389.

Anderson, T. J.; Ansara, I. (1991): The Ga-In (Gallium-Indium) System. In: Journal of Phase Equilibria, Jg. 12, H. 1, S. 64–72. Online verfügbar unter doi:10.1007/BF02663677.

Ardenne, M. von (1939): Zur Leistungsfähigkeit des Elektronen-Schattenmikroskopes und über ein Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop. In: Naturwissenschaften, Jg. 27, H. 28, S. 485–486. Online verfügbar unter doi:10.1007/BF01489234.

Arnberg, L.; Mathiesen, R. H. (2007): The real-time, high-resolution X-ray video microscopy of solidification in aluminum alloys. In: JOM: The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society, Jg. 59, H. 8, S. 20–26. Online verfügbar unter doi:10.1007/s11837-007-0099-z.

Arndt, U. W.; Gilmore, D. J. (1979): X-ray television area detectors for macromolecular structural studies with synchrotron radiation sources. In: Journal of Applied Crystallography, Jg. 12, H. 1, S. 1–9.

Asta, M.; Beckermann, C.; Karma, A.; Kurz, W.; Napolitano, R.; Plapp, M. et al. (2009): Solidification microstructures and solid-state parallels: Recent developments, future directions. In: Acta Materialia, Jg. 57, H. 4, S. 941–971. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.actamat.2008.10.020.

Baba, T.; Sasaki, R. (1977): Observation of thermally generated carrier in charge coupled devices. In: Japanese Journal of Applied Physics (JJAP), Jg. 16, S. 1369–1378. Online verfügbar unter doi:10.1143/JJAP.16.1369.

- Baker, M. C.; Bonazza, R. (1998): Visualization and measurement of void fraction in a gas-molten tin multiphase system by X-ray absorption. In: *Experiments in Fluids*, Jg. 25, H. 1, S. 61–68. Online verfügbar unter doi:10.1007/s003480050208.
- Barron, J. L.; Fleet, D. J.; Beauchemin, S. S. (1994): Performance of optical flow techniques. In: *International Journal of Computer Vision*, Jg. 12, H. 1, S. 43–77. Online verfügbar unter doi:10.1007/BF01420984.
- Basin, A. S.; Stankus, S. V. (1986): Physical and metrological principles of gamma-ray dilatometry. In: *Measurement Techniques*, Jg. 29, H. 9, S. 856–859. Online verfügbar unter doi:10.1007/BF00863298.
- Beauchemin, S. S.; Barron, J. L. (1995): The computation of optical flow. In: *ACM Computing Surveys (CSUR)*, Jg. 27, H. 3, S. 433–467. Online verfügbar unter doi:10.1145/212094.212141.
- Beckermann, C. (2002): Modelling of macrosegregation: applications and future needs. In: *International Materials Reviews*, Jg. 47, H. 5, S. 243–261. Online verfügbar unter doi:10.1179/095066002225006557.
- Beckermann, C.; Viskanta, R. (1989): An experimental study of solidification of binary-mixtures with double-diffusive convection in the liquid. In: *Chemical Engineering Communications*, Jg. 85, H. 1, S. 135–156. Online verfügbar unter doi:10.1080/00986448908940352.
- Belov, I. V.; Prokolov, E. V. (1968): Speed and shape of air bubbles in water. In: *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics*, Jg. 9, H. 3, S. 299–302. Online verfügbar unter doi:10.1007/BF00916794.
- Benzing, R. J.; Myers, J. E. (1955): Low frequency bubble formation at horizontal circular orifices. In: *Industrial and Engineering Chemistry*, Jg. 47, H. 10, S. 2087–2090. Online verfügbar unter doi:10.1021/ie50550a022.
- Bergen, J. R.; Anandan, P.; Hanna, K. J.; Hingorani, R. (1992): Hierarchical model-based motion estimation. In: *Lecture Notes in Computer Science*, Jg. 588, S. 237–252. Online verfügbar unter doi:10.1007/3-540-55426-2.
- Berger, M. J.; Hubbell, J. H.; Seltzer, S. M.; Chang, J.; Coursey, J. S.; Sukumar, R.; Zucker, D. S. (2005): XCOM: Photon cross section database (version 1.3). National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, USA. Online verfügbar unter <http://physics.nist.gov/xcom>, zuletzt aktualisiert am 22.01.2009.
- Bertherat, M.; Odievre, T.; Allibert, M.; Le Brun, P. (2002): A radiosopic technique to observe bubbles in liquid aluminum. In: Schneider, Wolfgang A. (Hg.): *Light metals 2002*. Proceedings of the technical sessions presented by the TMS Aluminum Committee at the 131st TMS annual meeting, Seattle, Washington, February 17 - 21, 2002. Warrendale, Pa.: TMS the Minerals Metals & Materials Society, S. 861–867.

- Billia, B.; Bergeon, N.; Nguyen Thi, H.; Jamgotchian, H. (2004): Cumulative mechanical moments and microstructure deformation induced by growth shape in columnar solidification. In: *Physical Review Letters*, Jg. 93, H. 12, S. 126105. Online verfügbar unter doi:10.1103/PhysRevLett.93.126105.
- Boettinger, W. J.; Coriell, S. R.; Greer, A. L.; Karma, A.; Kurz, W.; Rappaz, M.; Trivedi, R. (2000): Solidification microstructures: recent developments, future directions. In: *Acta Materialia*, Jg. 48, H. 1, S. 43–70. Online verfügbar unter doi:10.1016/S1359-6454(99)00287-6.
- Brandes, Eric Adolph; Brook, G. B. (1998): *Smithells metals reference book*. 7th ed., paperback ed. with corrections. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Breitenberger, E. (1955): Scintillation spectrometer statistics. In: *Progress in Nuclear Physics*, Jg. 4, S. 56–94.
- Brümmer, O. (1957): Röntgen-mikroanalytische Untersuchungen an Al-Cu-Kristallen. In: *Wissenschaftliche Grundlagen der Modernen Technik A*, Jg. 8, S. 157ff.
- Buades, A.; Coll, B.; Morel, J. M. (2005): A review of image denoising algorithms, with a new one. In: *Multiscale Modeling and Simulation: A SIAM Interdisciplinary Journal*, Jg. 4, H. 2, S. 490–530. Online verfügbar unter doi:10.1137/040616024.
- Bucenieks, I. E. (2003): High pressure and high flowrate induction pumps with permanent magnets. In: *Magnetohydrodynamics*, Jg. 39, H. 4, S. 411–417.
- Burgess, A. E. (1999): The Rose model, revisited. In: *Journal of the Optical Society of America A: Optics, Image Science, and Vision*, Jg. 16, H. 3, S. 633–646. Online verfügbar unter doi:10.1364/JOSAA.16.000633.
- Campos, J. (2000): Radiometric calibration of charge-coupled-device video camers. In: *Metrologia*, Jg. 37, S. 459–464. Online verfügbar unter doi:10.1088/0026-1394/37/5/25.
- Cha, B. K.; Shin, J. H.; Kim, J. Y.; Jeon, H.; Bae, J. H.; Lee, C. H. et al. (2008): Fabrication and comparison Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S(Tb) and CsI(Tl) films for X-ray imaging detector applicaiton. In: *IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*, S. 1232–1235. Online verfügbar unter doi:10.1109/NSSMIC.2008.4774627.
- Chakraborti, N.; Tokumitsu, N.; Ogawa, Y. (1997): In situ observation of bubbles in molten pig iron. In: *Scandinavian Journal of Metallurgy*, Jg. 26, H. 5, S. 184–189.
- Chatterjee, P.; Milanfar, P. (2010): Is denoising dead? In: *IEEE Transactions on Image Processing*, Jg. 19, H. 4, S. 895–911. Online verfügbar unter doi:10.1109/TIP.2009.2037087.
- Chevrier, V. F.; Cramb, A. W. (2000): X-ray fluoroscopy observations of bubble formation and separation at a metal-slag interface. In: *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Meterials Processing Science*, Jg. 31B, H. 3, S. 537–570. Online verfügbar unter doi:10.1007/s11663-000-0159-z.

Clift, R.; Grace, J. R.; Weber, M. E. (1975): Bubbles, drops, and particles. New York, NY: Acad. Press.

Corpetti, T.; Heitz, D.; Arroyo, G.; Memin, E.; Santa-Cruz, A. (2006): Fluid experimental flow estimation based on an optical-flow scheme. In: *Experiments in Fluids*, Jg. 40, H. 1, S. 80–97. Online verfügbar unter doi:10.1007/s00348-005-0048-y.

Cosslett, V. E. (1965): X-ray microscopy. In: *Reports on Progress in Physics*, Jg. 28, H. 1, S. 381–409. Online verfügbar unter doi:10.1088/0034-4885/28/1/311.

Cosslett, V. E.; Nixon, W. C. (1951): X-ray shadow microscope. In: *Nature*, Jg. 169, S. 24–25.

Cunningham, I. A. (2000): Applied linear-systems theory. In: Beutel, J.; Kundel, H. L.; Van Metter, R. L. (Hg.): *Handbook of medical imaging. Volume 1. Physics and psychophysics*. Bellingham, Wash.: SPIE Press, S. 79–160.

Cunningham, I. A.; Westmore, M. S.; Fenster, A. (1994): A spatial-frequency dependent quantum accounting diagram and detective quantum efficiency model of signal and noise-propagation in cascaded imaging-systems. In: *Medical Physics*, Jg. 21, H. 3, S. 417–427. Online verfügbar unter doi:10.1118/1.597401.

Davis, K. G.; Irons, G. A.; Guthrie, R. I. L. (1978): X-ray cinematographic observations of gas injection into liquid metals (Communications). In: *Metallurgical Transactions B: Process Metallurgy*, Jg. 9B, H. 4, S. 721–722.

de Groot, P. M. (1991): Image intensifier design and specifications. Thales Electron Devices. Moirans, France.

Dobbins, J. T., III; Samei, E.; Ranger, N. T.; Chen, Y. (2006): Intercomparison of methods for image quality characterization. II. Noise power spectrum. In: *Medical Physics*, Jg. 33, H. 5, S. 1466–1475. Online verfügbar unter doi:10.1118/1.2188819.

Eckert, S.; Cramer, A.; Gerbeth, G. (2007): Velocity measurement techniques for liquid metals flows. In: Molokov, S.; Moffatt, K.; Moreau, R. (Hg.): *Magnetohydrodynamics. Historical Evolution and Trends*. Dordrecht: Springer (Springer-11647 /Dig. Serial], 80), S. 275–294.

Eckert, S.; Nikrityuk, P. A.; Willers, B.; Rübiger, D.; Shevchenko, N.; Neumann-Heyme, H.; Travnikov, V.; Odenbach, S.; Voigt, A.; Eckert, K. (2013): Electromagnetic melt flow control during solidification of metallic alloys. In: *European Physical Journal Special Topics*, Jg. 220, S. 123–137. Online verfügbar unter doi:10.1140/epjst/e2013-01802-7.

Elad, M.; Teo, P.; Hel-Or, Y. (2005): On the design of filters for gradient-based motion estimation. In: *Journal of Mathematical Imaging and Vision*, Jg. 23, H. 3, S. 345–365. Online verfügbar unter doi:10.1007/s10851-005-2027-6.

- Fitzpatrick, J. M. (1988): The existence of geometrical density - image transformations corresponding to object motion. In: *Computer Vision, Graphics, and Image Processing*, Jg. 44, H. 2, S. 155–174. Online verfügbar unter doi:10.1016/S0734-189X(88)80003-3.
- Fleet, D. J.; Weiss, Y. (2006): Optical flow estimation. In: Paragios, Nikos; Chen, Yunmei; Faugeras, Olivier (Hg.): *Handbook of Mathematical Models in Computer Vision*. Boston, MA: Springer Science+Business Media Inc (Springer-11645 /Dig. Serial]), S. 237–257.
- Flemings, M. C. (2000): Our understanding of macrosegregation: Past and present. In: *ISIJ International*, Jg. 40, H. 9, S. 833–841. Online verfügbar unter doi:10.2355/isijinternational.40.833.
- Forsten, J.; Miekko-oja, H. M. (1967): Radiographic observations of solidification of metals. In: *Journal of the Institute of Metals*, Jg. 95, S. 143–145.
- Fröhlich, J.; Schwarz, S.; Heitkam, S.; Santarelli, C.; Zhang, C.; Vogt, T.; Boden, S.; Andruszkiewicz, A.; Eckert, K.; Odenbach, S.; Eckert, S. (2013): Influence of magnetic fields on the behaviour of bubbles in liquid metals. In: *European Physical Journal Special Topics*, Jg. 220, S. 167-183. Online verfügbar unter doi:10.1140/epjst/e2013-01805-4.
- Galvin, B.; McCane, B.; Novins, K.; Mason, D.; Mills, S. (1998): Recovering motion fields: An evaluation of eight optical flow algorithms. In: Lewis, Paul H.; Nixon, M. S. (Hg.): *Proceedings of the Ninth British Machine Vision Conference*. University of Southampton, UK, September 14 - 17, 1998. Southampton, S. 195–204.
- Gerbeth, G.; Eckert, K.; Odenbach, S. (2013): Electromagnetic flow control in metallurgy, crystal growth and electrochemistry. In: *European Physical Journal Special Topics*, Jg. 220, S. 1-8. Online verfügbar unter doi:10.1140/epjst/e2013-01792-4.
- Gnyloskurenko, S.; Byakova, A.; Nakamura, T.; Raychenko, O. (2005): Influence of wettability on bubble formation in liquid. In: *Journal of Materials Science*, Jg. 40, S. 2437–2441.
- Gnyloskurenko, S.; Nakamura, T. (2003): Wettability effect on bubble formation at nozzles in liquid aluminum. In: *Materials Transactions*, Jg. 44, H. 11, S. 2298–2302.
- Gonzalez, R. C.; Woods, R. E. (2002): *Digital image processing*. 2. ed., internat. ed. Upper Saddle River, NJ: Prentice-Hall.
- Hammersberg, P.; Stenström, M.; Hedtjärn, H.; Mangard, M. (1998): Absolute energy spectra for an industrial micro focal X-ray source under working conditions measured with a Compton scattering spectrometer - full spectra data. In: *Linköping Electronic Articles in Mechanical Engineering*, Jg. 1, H. 1. Online verfügbar unter <http://www.ep.liu.se/ea/me/1998/001/>.
- Healey, G.; Kondepudy, R. (1994): Radiometric CCD camera calibration and noise estimation. In: *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, Jg. 16, H. 3, S. 267–276. Online verfügbar unter doi:10.1109/34.276126.

- Healy, W. P. (2002): Electrodynamics, Quantum. In: Meyers, R. A. (Hg.): Encyclopedia of physical science and technology. 3. ed. San Diego: Academic Press, S. 199–217.
- Holy, V.; Pietsch, U.; Baumbach, T. (1999): High-resolution X-ray scattering. From thin films and multilayers. Berlin: Springer (Springer tracts in modern physics, 149).
- Horn, B. K. P.; Schunck, B. G. (1981): Determining optical flow. In: Artificial Intelligence, Jg. 17, H. 1-3, S. 185–203. Online verfügbar unter doi:10.1016/0004-3702(81)90024-2.
- Hoshen, J.; Kopelman, R. (1976): Percolation and cluster distribution. I. Cluster multiple labeling technique and critical concentration algorithm. In: Physical Review B, Jg. 14, H. 8, S. 3438–3445. Online verfügbar unter doi:10.1103/PhysRevB.14.3438.
- Hubbell, J. H. (2006): Review and history of photon cross section calculations. In: Physics in Medicine and Biology, Jg. 51, S. R245-R262. Online verfügbar unter doi:10.1088/0031-9155/51/13/R15.
- Hunt, J. D.; Jackson, K. A.; Brown, H. (1966): Temperature gradient microscope stage suitable for freezing materials with melting points between -100 and +200°C. In: Review of Scientific Instruments, Jg. 37, S. 805. Online verfügbar unter doi:10.1063/1.1720336.
- Iguchi, M.; Chihara, T.; Takanashi, N.; Ogawa, Y.; Tokumitsu, N.; Morita, Z. (1995): X-ray fluoroscopic observation of bubble characteristics in a molten iron bath. In: ISIJ International, Jg. 35, H. 11, S. 1354–1361.
- Iguchi, M.; Kodani, S.; Tokunaga, H. (2000): Bubble and liquid flow characteristics during horizontal cold gas injection into a water bath. In: Steel Research, Jg. 71, H. 11, S. 435–441.
- Jackson, D. F. (1982): Chemical effects in X-ray transmission measurements. In: Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Jg. 193, H. 1-2, S. 387–389. Online verfügbar unter doi:10.1016/0029-554X(82)90729-7.
- Jackson, D. F.; Hawkes, D. J. (1981): X-ray attenuation coefficients of elements and mixtures. In: Physics Reports, Jg. 70, H. 3, S. 169–233. Online verfügbar unter doi:10.1016/0370-1573(81)90014-4.
- Jähne, B. (2005): Digitale Bildverarbeitung. 6., überarbeitete und erweiterte Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Jähne, B.; Klar, M.; Jehle, M. (2007): 25. Data Analysis. In: Tropea, C.; Foss, J. F.; Yarin, A. L. (Hg.): Springer Handbook of Experimental fluid mechanics. [Online-Ausg.]. Berlin: Springer Science+Business Media (Springer-11647 /Dig. Serial]), S. 1437–1492.
- Janesick, J. R.; Putnam, G. (2003): Developments and applications of high-performance CCD and CMOS imaging arrays. In: Annual Review of Nuclear and Particle Science, Jg. 53, S. 263–300. Online verfügbar unter 10.1146/annurev.nucl.53.041002.110431.

- Koch, a.; Hagelstein, M.; Miguel, A. S.; Fontaine, A.; Ressler, Th. (1995): Scintillating screen CCD camera using fast analog on-chip storage for time-resolved x-ray absorption spectroscopy. In: Proceedings of SPIE, Jg. 2416, S. 85-93. Online verfügbar unter doi:10.1117/12.204820.
- Kogawa, H.; Shobu, T.; Futakawa, M.; Bucheeri, A.; Haga, K.; Naoe, T. (2008): Effect of wettability on bubble formation at gas nozzle under stagnant condition. In: Journal of Nuclear Materials, Jg. 377, H. 1, S. 189–194. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.jnucmat.2008.02.077.
- Kulkarni, A. A.; Joshi, J. B. (2005): Bubble formation and bubble rise velocity in gas-liquid systems: A review. In: Industrial and Engineering Chemistry Research (I&EC research), Jg. 44, H. 16, S. 5873–5931. Online verfügbar unter DOI:10.1021/ie049131p.
- Kumar, R.; Kuloor, N. K. (1970): The formation of bubbles and drops. In: Advances in Chemical Engineering, Jg. 8, S. 255–368. Online verfügbar unter doi:10.1016/S0065-2377(08)60186-6.
- Kurz, W.; Fisher, D. J. (1998): Fundamentals of solidification. 4. rev. ed., repr. Uetikon-Zürich: Trans Tech Publications.
- Lee, P. D.; Hunt, J. D. (1997): Hydrogen porosity in directional solidified aluminum-copper alloys: in situ observation. In: Acta Materialia, Jg. 45, H. 10, S. 4155–4169. Online verfügbar unter doi:10.1016/S1359-6454(97)00081-5.
- Li, B.; Brody, H. D.; Black, D. R.; Burdette, H. E.; Rau, C. (2006a): Real time observation of dendritic solidification in alloys by synchrotron microradiography. In: Journal of Physics D: Applied Physics, Jg. 39, S. 4450–4456. Online verfügbar unter doi:10.1088/0022-3727/39/20/023.
- Li, B.; Brody, H. D.; Kazimirov, A. (2004): Real-time observation of dendrite coarsening in Sn-13%Bi alloy by synchrotron microradiography. In: Physical Review E, Jg. 70, S. 62602. Online verfügbar unter doi:10.1103/PhysRevE.70.062602.
- Li, B.; Brody, H. D.; Kazimirov, A. (2006b): Synchrotron microradiography of temperature gradient zone melting in directional solidification. In: Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science, Jg. 37A, H. 3, S. 1039–1044. Online verfügbar unter doi:10.1007/s11661-006-0076-0.
- Li, B.; Brody, H. D.; Kazimirov, A. (2007): Real time synchrotron microradiography of dendrite coarsening in Sn-13 wt pct Bi alloy. In: Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science, Jg. 38A, H. 3, S. 599–605. Online verfügbar unter doi:10.1007/s11661-006-9058-5.
- Liu, H. C.; Hong, T. H.; Herman, M.; Camus, T.; Chellappa, R. (1998): Accuracy vs efficiency trade-offs in optical flow algorithms. In: Computer Vision and Image Understanding, Jg. 72, H. 3, S. 271–286. Online verfügbar unter doi:10.1006/cviu.1998.0675.

- Liu, T. S.; Shen, L. X. (2008): Fluid flow and optical flow. In: *Journal of Fluid Mechanics*, Jg. 614, S. 253–291. Online verfügbar unter doi:10.1017/S0022112008003273.
- Lucas, B. D.; Kanade, T. (1981): An iterative image registration technique with an application to stereo vision. In: *Proc. Seventh International Joint Conference on Artificial Intelligence*. August 24–28, 1981, Vancouver, Canada, S. 674–679.
- Mangelinck-Noel, N.; Nguyen Thi, H.; Reinhart, G.; Schenk, T.; Cristiglio, V.; Dupouy, M. D. et al. (2005): In situ analysis of equiaxed growth of aluminium-nickel alloys by x-ray radiography at ESRF. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, Jg. 38, S. A28-A32. Online verfügbar unter doi:10.1088/0022-3727/38/10A/006.
- Mathiesen, R. H.; Arnberg, L. (2005a): Stray crystal formation in Al-20 wt.% Cu studied by synchrotron X-ray video microscopy. In: *Materials Science and Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, Jg. 413-414, S. 283–287. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.msea.2005.08.160.
- Mathiesen, R. H.; Arnberg, L. (2005b): X-ray radiography observations of columnar dendritic growth and constitutional unersooling in an Al-30wt%Cu alloy. In: *Acta Materialia*, Jg. 53, H. 4, S. 947–956. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.actamat.2004.10.050.
- Mathiesen, R. H.; Arnberg, L.; Bleuët, P.; Somogyi, A. (2006): Crystal fragmentation and columnar-to-equiaxed transitions in Al-Cu studied by synchrotron X-ray video microscopy. In: *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*, Jg. 37A, H. 8, S. 2515–2524. Online verfügbar unter doi:10.1007/BF02586224.
- Mathiesen, R. H.; Arnberg, L.; Mo, F.; Weitkamp, T.; Snigirev, A. (1999): Time resolved X-ray imaging of dendritic growth in binary alloys. In: *Physical Review Letters*, Jg. 83, H. 24, S. 5062–5065. Online verfügbar unter doi:10.1103/PhysRevLett.83.5062.
- Mathiesen, R. H.; Arnberg, L.; Ramsoskar, K.; Weitkamp, T.; Rau, C.; Snigirev, A. (2002): Time-resolved X-ray imaging of aluminum alloy solidification processes. In: *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*, Jg. 33B, H. 4, S. 613–623. Online verfügbar unter doi:10.1007/s11663-002-0041-2.
- Mazumdar, D.; Guthrie, R. I. L. (1995): The physical and mathematical modelling of gas stirred ladle systems. In: *ISIJ International*, Jg. 35, H. 1, S. 1–20. Online verfügbar unter doi:10.2355/isijinternational.35.1.
- McCullough, E. C. (1975): Photon attenuation in computed tomography. In: *Medical Physics*, Jg. 2, H. 6, S. 307–320. Online verfügbar unter doi:10.1118/1.594199.
- Metz, C. E.; Doi, K. (1979): Transfer function analysis of radiographic imaging systems. In: *Physics in Medicine and Biology*, Jg. 24, H. 6, S. 1079–1106. Online verfügbar unter doi:10.1088/0031-9155/24/6/001.

- Miller, E. W. J.; Beech, J. (1972): In-situ radiographic observations of alloy solidification. In: *Metallography*, Jg. 5, H. 3, S. 298–300. Online verfügbar unter doi:10.1016/0026-0800(72)90009-2.
- Miller, E. W. J.; Stephenson, M. P.; Beech, J. (1975): A technique for the direct observation of alloy solidification. In: *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, Jg. 8, H. 1, S. 33–37. Online verfügbar unter doi:10.1088/0022-3735/8/1/014.
- Mishima, K.; Hibiki, T.; Saito, Y.; Nishihara, H.; Tobita, Y.; Konishi, K.; Matsubayashi, M. (1999): Visualisation and measurement of gas-liquid metal two-phase flow with large density difference using thermal neutrons as microscopic probes. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, Jg. 424, H. 1, S. 229–234. Online verfügbar unter doi:10.1016/S0168-9002(98)01300-X.
- Mitiche, A.; Bouthemy, P. (1996): Computation and analysis of image motion: A synopsis of current problems and methods. In: *International Journal of Computer Vision*, Jg. 19, H. 1, S. 29–55.
- Moffatt, H. K. (1991): Electromagnetic stirring. In: *Physics of Fluids A*, Jg. 3, S. 1336-1343. Online verfügbar unter doi:10.1063/1.858062.
- Mori, Y.; Hijikata, K.; Kuriyama, K. (1977): Experimental study of bubble motion in mercury with and without a magnetic field. In: *Journal of Heat Transfer (Transactions of ASME)*, Jg. 99, S. 404-410. Online verfügbar unter doi:10.1115/1.3450710.
- Nguyen Thi, H.; Jamgotchian, H.; Gastaldi, J.; Härtwig, J.; Schenk, T.; Klein, H. et al. (2003): Preliminary in situ and real-time study of directional solidification of metallic alloys by X-ray imaging techniques. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*, Jg. 36, S. A83-A86. Online verfügbar unter doi:10.1088/0022-3727/36/10A/317.
- Nguyen Thi, H.; Reinhart, G.; Mangelinck-Noel, N.; Jung, H.; Billia, B.; Schenk, T. et al. (2007): In-situ and real-time investigation of columnar-to-equiaxed transition in metallic alloy. In: *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*, Jg. 38A, H. 7, S. 1458–1464. Online verfügbar unter doi:10.1007/s11661-007-9170-1.
- Noll, D. C. (2006): BME/EECS 516 Medical Imaging Systems - Lecture notes. Online verfügbar unter <http://www.eecs.umich.edu/~dnoll/BME516/>, zuletzt aktualisiert am 06.05.2010.
- Ohnaka, I.; Yasuda, H.; Sugiyama, A.; Ohmichi, T. (2005): Direct observation of casting and solidification. In: *Transactions of the Indian Institute of Metals*, Jg. 58, H. 4, S. 603–610.
- Ong, D. G.; Pierret, R. F. (1975): Thermal carrier generation in charge-coupled devices. In: *IEEE Transactions on Electron Devices*, Jg. 22, H. 8, S. 593–602.
- Otsu, N. (1979): A threshold selection method from gray-level histograms. In: *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*, Jg. 9, H. 1, S. 62–66. Online verfügbar unter doi:10.1109/TSMC.1979.4310076.

Ponter, A. B.; Surati, A. I. (1997): Bubble emissions from submerged orifices. In: *Chemical Engineering and Technology*, Jg. 20, H. 2, S. 85–89. Online verfügbar unter doi:10.1002/ceat.270200204.

Predel, B.; Emam, A. (1969): Die Volumenänderung bei der Bildung flüssiger Legierungen der Systeme Ga-In, Ga-Sn, In-Bi, In-Pb, In-Sn und In-Tl. In: *Journal of the Less-Common Metals*, Jg. 18, H. 4, S. 385–397. Online verfügbar unter doi:10.1016/0022-5088(69)90008-3.

Reinhart, G.; Buffet, A.; Nguyen Thi, H.; Billia, B.; Jung, H.; Mangelinck-Noel, N. et al. (2008): In-situ and real-time analysis of the formation of strains and microstructure defects during solidification of Al-3.5 wt pct Ni alloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*, Jg. 39A, H. 4, S. 864–874. Online verfügbar unter doi:10.1007/s11661-007-9449-2.

Reinhart, G.; Mangelinck-Noel, N.; Nguyen Thi, H.; Schenk, T.; Gastaldi, J.; Billia, B. et al. (2005): Investigation of columnar-equiaxed transition and equiaxed growth of aluminum based alloys by X-ray radiography. In: *Materials Science and Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, Jg. 413-414, S. 384–388. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.msea.2005.08.197.

Richards, T. W.; Boyer, S. (1921): Further studies concerning gallium. Its electrolytic behavior, purification, melting point, density, coefficient of expansion, compressibility, surface tension, and latent heat of fusion. In: *Journal of the American Chemical Society*, Jg. 43, H. 2, S. 274–294. Online verfügbar unter doi:10.1021/ja01435a005.

Rimkus, D.; Baily, N. A. (1983): Quantum noise in detectors. In: *Medical Physics*, Jg. 10, H. 4, S. 470–471. Online verfügbar unter doi:10.1118/1.595393.

Ruvalcaba, D.; Mathiesen, R. H.; Eskin, D. G.; Arnberg, L.; Katgerman, L. (2007): In situ observations of dendritic fragmentation due to local solute-enrichment during directional solidification on an aluminum alloy. In: *Acta Materialia*, Jg. 55, H. 13, S. 4287–4292. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.actamat.2007.03.030.

Saffman, P. G. (1956): On the rise of small air bubbles in water. In: *Journal of Fluid Mechanics*, Jg. 1, H. 3, S. 249–275. Online verfügbar unter doi:10.1017/S0022112056000159.

Sahm, P. R.; Egry, I.; Volkman, Th (1999): *Schmelze, Erstarrung, Grenzflächen. Eine Einführung in die Physik und Technologie flüssiger und fester Metalle*. Braunschweig: Vieweg.

Saito, Y.; Mishima, K.; Tobita, Y.; Suzuki, T.; Matsubayashi, M. (2004): Velocity field measurement in gas-liquid metal two-phase flow with use of PIV and neutron radiography techniques. In: *Applied Radiation and Isotopes*, Jg. 61, S. 683–691. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.apradiso.2004.03.110.

Saito, Y.; Shen, X.; Mishima, K.; Matsubayashi, M. (2009): Shape measurement of bubble in a liquid metal. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators,*

- Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, Jg. 605, H. 1-2, S. 192–196. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.nima.2009.01.168.
- Schatt, W.; Worch, H. (1996): Werkstoffwissenschaft. 42 Tabellen. 8., neu bearb. Aufl. Stuttgart: Dt. Verl. für Grundstoffindustrie.
- Schenk, T.; Nguyen Thi, H.; Gastaldi, J.; Reinhart, G.; Cristiglio, V.; Mangelinck-Noel, N. et al. (2005): Application of synchrotron X-ray imaging to the study of directional solidification of aluminum-based alloys. In: Journal of Crystal Growth, Jg. 275, H. 1-2, S. 201–208. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.jcrysgro.2004.10.081.
- Schunck, B. G. (1986): Image flow continuity equation for motion and density. In: Workshop on Motion--Representation and Analysis, May 7-9, 1986, Kiawah Island Resort, Charleston, South Carolina. Proceedings. Washington, D.C, Los Angeles, CA: IEEE Computer Society Press; Order from IEEE Computer Society., S. 89–94.
- Shercliff, J. A. (1965): A Textbook of Magnetohydrodynamics. New York: Pergamon Press.
- Simoncelli, E. P. (1994): Design of multi-dimensional derivative filters. In: Image Processing, IEEE International Conference on, H. 1, S. 790–794. Online verfügbar unter doi:10.1109/ICIP.1994.413423.
- Srivastava, A. M. (2002): Phosphors. In: Meyers, R. A. (Hg.): Encyclopedia of physical science and technology. 3. ed. San Diego: Academic Press, S. 855–872.
- Stechemesser, H.; Schröder, G.; Sauerwein, Ch; Nuding, W. (1998): Gas injection experiments in static Hg: Real-time observations with X-rays. (ESS report, 98-68-T).
- Stegemann, D. (1995): Zerstörungsfreie Prüfverfahren. Radiografie und Radioskopie ; mit 20 Tabellen. Stuttgart: Teubner.
- Stephenson, M. P.; Beech, J. (1979): In-situ radiographic observations of solute redistribution during solidification. In: Solidification and casting of metals. Proceedings of an internat. conference, 18.-21.7.1977, Sheffield, UK. London: Metals Society, S. 34–38.
- Stieglitz, R. (2007): Instrumentation. In: Handbook on Lead-bismuth Eutectic Alloy and Lead Properties, Materials Compatibility, Thermal-hydraulics and Technologies. 2007 Edition. Issy-les-Moulineaux: OECD Nuclear Energy Agency, S. 479–596.
- Strang, G. (2007): Computational science and engineering. Wellesley, Mass.: Wellesley-Cambridge Press.
- Tyrrell, G. C. (2005): Phosphors and scintillators in radiation imaging detectors. In: Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, Jg. 546, H. 1-2, S. 180–187. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.nima.2005.03.103.

Uchimura, K.; Harvel, G. D.; Matsumoto, T.; Kanzaki, M.; Chang, J.-S. (1998): An image processing approach for two-phase interfaces visualized by a real-time neutron radiography technique. In: *Flow Measurement and Instrumentation*, Jg. 9, S. 203–210.

Utter, B.; Ragnarsson, R.; Bodenschatz, E. (2005): Experimental apparatus and sample preparation techniques for directional solidification. In: *Review of Scientific Instruments*, Jg. 76, S. 13906. Online verfügbar unter doi:10.1063/1.1807592.

Vincent, L.; Soille, P. (1991): Watersheds in digital spaces: An efficient algorithm based on immersion simulations. In: *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, Jg. 13, H. 6, S. 583–598. Online verfügbar unter doi:10.1109/34.87344.

Wang, J.; Guo, Y. W.; Ying, Y. T.; Liu, Y. L.; Peng, Q. S. (2006): Fast non-local algorithm for image denoising. In: *Image Processing, IEEE International Conference on*, Jg. 2006, S. 1429–1432. Online verfügbar unter doi:10.1109/ICIP.2006.312698.

Wang, Z.; Mukai, K.; Izu, D. (1999): Influence of wettability on the behavior of argon bubbles and fluid flow inside the nozzle and mold. In: *ISIJ International*, Jg. 39, H. 2, S. 154–163.

Wildes, R. P.; Amabile, M. J.; Lanzillotto, A. M.; Leu, T. S. (2000): Recovering estimates of fluid flow from image sequence data. In: *Computer Vision and Image Understanding*, Jg. 80, S. 246–266. Online verfügbar unter doi:10.1006/cviu.2000.0874.

Williams, D. D.; Miller, R. R. (1950): Densities of Liquid and Solid Indium. In: *Journal of the American Chemical Society*, Jg. 72, H. 8, S. 3821. Online verfügbar unter doi:10.1021/ja01164a527.

Yasuda, H.; Ohnaka, I.; Kawasaki, K.; Sugiyama, A.; Ohmichi, T.; Iwane, J.; Umetani, K. (2004): Direct observation of stray crystal formation in unidirectional solidification of Sn-Bi alloy by X-ray imaging. In: *Journal of Crystal Growth*, Jg. 262, H. 1-4, S. 645–652. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.jcrysgro.2003.09.052.

Yasuda, H.; Yamamoto, Y.; Nakatsuka, N.; Nagira, T.; Yoshiya, M.; Sugiyama, A. et al. (2008): In situ observation of nucleation, fragmentation and microstructure evolution in Sn-Bi and Al-Cu alloys. In: *International Journal of Cast Metals Research*, Jg. 21, H. 1-4, S. 125–128. Online verfügbar unter doi:10.1179/136404608X361800.

Zhang, C.; Eckert, S.; Gerbeth, G. (2005): Experimental study of single bubble motion in a liquid metal column exposed to a DC magnetic field. In: *International Journal of Multiphase Flow*, Jg. 31, S. 824-842. Online verfügbar unter doi:10.1016/j.ijmultiphaseflow.2005.05.001.

Zhang, C.; Eckert, S.; Gerbeth, G. (2007): Modification of Bubble-driven Liquid Metal Flows under the Influence of a DC Magnetic Field. In: *ISIJ International*, Jg. 47, S. 795-801. Online verfügbar unter: doi:10.2355/isijinternational.47.795.

Zhu, M. Y.; Sawada, I.; Iguchi, M. (1998): Physical characteristics of a horizontally injected gas jet and turbulent flow in metallurgical vessels. In: *ISIJ International*, Jg. 38, H. 5, S. 411–420. Online verfügbar unter [doi:10.2355/isijinternational.38.411](https://doi.org/10.2355/isijinternational.38.411).

## 8.2. Eigene Publikationen

### 8.2.1. Journalpublikationen

Boden, S.; Eckert, S.; Willers, B.; Gerbeth, G. (2008): X-ray radioscopic visualization of the solutal convection during solidification of a Ga-30 wt pct In alloy. In: Metallurgical and Materials Transactions A, Jg. 39A, H. 3, S. 613-623. Online verfügbar unter doi:10.1007/s11661-007-9462-5.

Boden, S.; Willers, B.; Eckert, S.; Gerbeth, G. (2009): Observation of dendritic growth and fragmentation in Ga-In alloys by X-ray radioscopy. In: International Journal of Cast Metals Research, Jg. 22, H. 1-4, S. 30-33. Online verfügbar unter doi:10.1179/136404609X367263.

Boden, S.; Eckert, S.; Gerbeth, G. (2010): Visualization of freckle formation induced by forced melt convection in solidifying GaIn alloys. In: Materials Letters, Jg. 64, S.1340-1343. Online verfügbar unter: doi:10.1016/j.matlet.2010.03.044.

Shevchenko, N.; Boden, S.; Eckert, S.; Gerbeth, G. (2012): Observation of segregation freckle formation under the influence of melt convection. In: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Jg. 27, S. 012085, 1-6. Online verfügbar unter: doi:10.1088/1757-899X/27/1/012085.

Fröhlich, J.; Schwarz, S.; Heitkam, S.; Santarelli, C.; Zhang, C.; Vogt, T.; Boden, S.; Andruszkiewicz, A.; Eckert, K.; Odenbach, S.; Eckert, S. (2013): Influence of magnetic fields on the behavior of bubbles in liquid metals. In: European Physical Journal Special Topics, Jg. 220, S. 167-183. Online verfügbar unter: doi:10.1140/epjst/e2013-01805-4.

Shevchenko, N.; Boden, S.; Eckert, S.; Borin, D.; Heinze, M.; Odenbach, S. (2013): Application of X-ray radioscopic methods for characterization of two-phase phenomena and solidification processes in metallic melts. In: European Physical Journal Special Topics, Jg. 220, S. 63-77. Online verfügbar unter: doi:10.1140/epjst/e2013-01797-y.

Vogt, T.; Boden, S.; Andruszkiewicz, A.; Eckert, K.; Eckert, S.; Gerbeth, G. (2015): Detection of gas entrainment into liquid metals. In: Nuclear Engineering and Design. Akzeptiertes Manuskript. Online verfügbar unter: doi:10.1016/j.nucengdes.2015.07.072.

### 8.2.2. Tagungsberichte

Boden, S.; Willers, B.; Eckert, S.; Gerbeth, G. (2007): Visualisation of the concentration distribution and the flow field in solidifying metallic melts by means of X-ray radioscopy. In: Proceedings of the 5th Decennial International Conference on Solidification Processing (SP07), July 23-25, 2007, Sheffield, UK, S. 311-315.

Boden, S.; Eckert, S.; Gerbeth, G.; Simonnet, M.; Anderhuber, M.; Gardin, P. (2009): X-ray visualisation of bubble formation and bubble motion in liquid metals. In: Proceedings on the 6th International Conference on Electromagnetic Processing of Materials (EPM 2009), October 19-23, 2009, Dresden, Germany, S. 387-390.

Boden, S.; Willers, B.; Eckert, S.; Gerbeth, G. (2009): X-ray visualization of solidifying GaIn-alloys in the presence of melt convection. In: Proceedings on the 6th International Conference on Electromagnetic Processing of Materials (EPM 2009), October 19-23, 2009, Dresden, Germany, S. 261-264.



## **Kapitel 9**

# **Danksagung**

Teile dieser Arbeit wurden finanziell unterstützt durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) im Rahmen des Sonderforschungsbereiches SFB 609 „Elektromagnetische Strömungsbeeinflussung in Metallurgie, Kristallzüchtung und Elektrochemie“.

