

Materialwissenschaftliches Praktikum

Quantitative Gefügeanalyse

Versuch MP 03, 04

09-2023

Quantitative Gefügeanalyse

1. Versuchsziel und Aufgabenstellung

Ziel des Versuches ist es, Gefügeparameter mittels der Bildanalyse zu bestimmen. Hierzu soll die Funktion von Bildbearbeitungssystemen erlernt werden, die Grundzüge der Bildverarbeitung kennen gelernt und die Wechselwirkung zwischen Präparation, Bildentstehung, Bildverarbeitung, Bildreinigung erfahren werden. Weiterhin soll der Umgang mit einem hochwertigen Mikroskop geschult werden.

2. Versuchsdauer

10*45min

3. Grundlagen

Der Aufbau, das heißt das Gefüge eines Verbundwerkstoffes bestimmt maßgeblich dessen Eigenschaften. Somit kommt der Charakterisierung und quantitativen Beschreibung des Gefüges eine wesentliche Bedeutung zu. Dabei müssen jene Parameter, die zur Beschreibung der Gefügebestandteile (Phasen, Körner, falls kristallin) herangezogen werden, in einen Bezug zu den Eigenschaften gebracht werden, die sie beeinflussen. Darüber hinaus ist auch die Größe und Orientierung von Körnern in einphasigen Materialien für das Verformungsverhalten von großer Bedeutung. Damit ergibt sich der Zwang zur Quantifizierung, da qualitative Beschreibungen wie etwa groß-klein, lang-rund nicht ausreichend sind.

Grundproblem ist, das Gefüge im Innern eines Werkstoffs sichtbar zu machen und dieses dreidimensional zu beschreiben. Die klassische Methode ist es den Werkstoff zu trennen, einen Anschliff zu fertigen und diesen mikroskopisch zu untersuchen. Bei dieser Methode müssen zunächst zweidimensionale Betrachtungen ausgewertet und sodann – mathematisch - in die dritte Dimension (Stereologie) überführt werden. In jüngerer Zeit ist es auch möglich tomographische Aufnahmen zu erstellen, indem etwa viele hinter einander liegende Schnitte aufgenommen und zu einem dreidimensionalen Bild zusammen gesetzt werden. Diese Methode wird durch die Kombination von Rasterelektronenmikroskop und Focused Ion Beam ermöglicht und erlaubt so tomographische Aufnahmen im Mikrometer und Submikrometer Bereich. Durch Kombination mit EBSD sind sogar tomographische Aufnahmen mit der räumlichen Darstellung der unterschiedlichen Kornorientierung möglich. Ein weiteres dreidimensionales bildgebendes Verfahren beruht auf der Absorption von Röntgenstrahlen wie sie auch im medizinischen Bereich für Computertomographische Aufnahmen genutzt wird. Für Werkstoffuntersuchungen liegt die Auflösung im Mikrometerbereich.

Bildverarbeitung

Grundsätzlich besteht zunächst die Aufgabe darin aus dem vorhandenen Bild jene Gefügestrukturen, die einer Vermessung zugeführt werden sollen, eindeutig von den anderen zu trennen, also beispielsweise eine eingelagerte Faser von der sie umgebenen Matrix. Da die Bilderfassung und Verarbeitung digital erfolgt, sind die kleinsten Bildpunkt in einer ebenen Darstellung Pixel und bei tomographischen Bildern Volumenelemente, Voxel.

Jedem Bildpunkt können nun noch Zusatzinformationen zugeordnet werden wie Grauwerte oder Farbinformation. Unterschiedliche Elemente streuen beispielsweise Elektronen unterschiedlich stark zurück, so dass etwa zwischen Aluminiumoxid und Zirkonoxid im

Rückstreudetektor ein deutlicher Hell – Dunkel Unterschied entsteht, siehe Abbildung 1. Über das gesamte Bild ergibt sich eine Grauwertverteilung, siehe Abbildung 2, die zur Differenzierung der Gefügebestandteile genutzt werden kann. Hier wird einem Gefügebestandteil einheitlich ein Wert „1“ und dem Rest „0“ zugeordnet, sozusagen Schwarz oder weiss, siehe Abbildung 3. Dieser Schritt wird binarisieren genannt. Nach diesem Schritt können die Bildpunkte quantitativ ausgewertet werden. So entspricht die Anzahl der „Einsen“ im Verhältnis zu allen Pixeln dem Flächenanteil und für isotrope Werkstoffe auch gleich dem Volumenanteil.

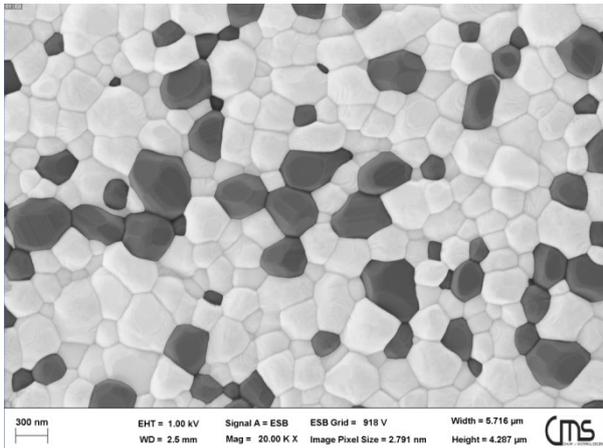


Abbildung 1: Gefügeaufnahme (REM) einer Zironoxid (hell) – Aluminiumoxid (dunkel) Dispersionskeramik

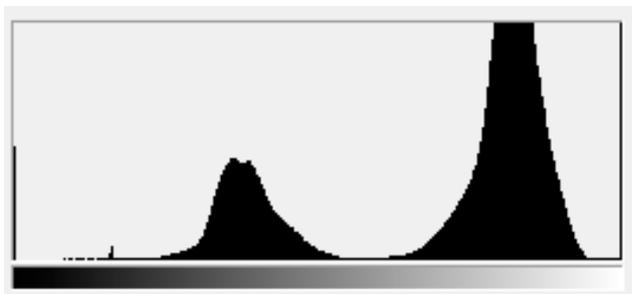


Abbildung 2: Grauwertverteilung von Abbildung 1

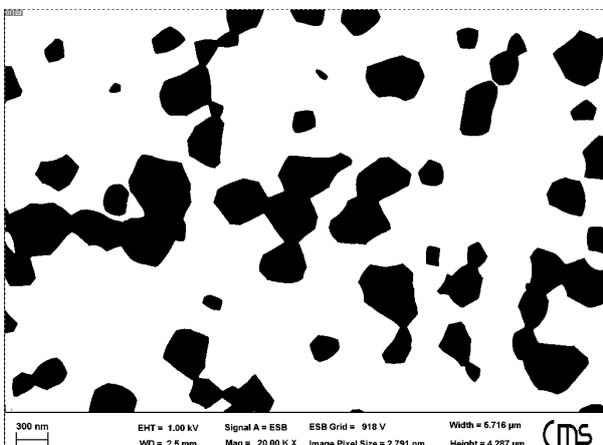


Abbildung 3: nach Binarisierung

Das Problem in der Praxis besteht allerdings darin, dass sich die Gefügebestandteile in der Regel nicht allein auf Basis eines Schwellwertkriteriums separieren lassen. Bereits in

Abbildung 2 ist zu erkennen, dass die Grauwertverteilung sich nicht abrupt ändert und einen gewissen Gradienten aufweist. Unterschiedliche Personen werden möglicherweise den Schwellwert an unterschiedliche Stellen legen. Um dem entgegenzuwirken können nun Vorschriften angewendet werden, etwa in der Mitte zwischen minimalen und maximalem Wert, oder die Bilder können durch Filteroperationen so verarbeitet werden, dass der Gradient möglichst scharf ausfällt.

Ein weiteres Problem besteht darin, dass verschiedene Gefügebestandteile denselben Grauwert aufweisen. In Abbildung 1 sind dies etwa die Korngrenzen und die Flächen der Körner. Das Auge erkennt neben Grauwerten auch noch andere Bildinformationen, wie etwa lokal unterschiedliche Grauwertgradienten oder morphologische Informationen. So ist klar, dass eine Korngrenze eine Linienstruktur hat. Der Betrachter neigt dazu auch nicht vollständig ausgebildete Korngrenzen zu vervollständigen, weil eine Linie auf eine nächste treffen muss. Der Schwerpunkt der Bildverarbeitung liegt darauf mathematische Verfahren anzuwenden, um diese Informationen zu nutzen, um auswertbare – binarisierte – Bilder auf reproduzierbare Art und Weise zu erhalten.

Nachfolgend werden einige grundlegende Methoden erläutert.

Filteralgorithmen

Vereinfacht gesagt beruhen die Verfahren auf Matrizen, deren Einzelelemente einem Pixel entsprechen. Diese werden nun über die Pixel des Originalbildes gelegt, wobei der Wert des Pixels, das unter dem zentralen Element der Matrix liegt, durch die Werte seiner Nachbarn, - gewichtet mit den Werten der Matrix - modifiziert wird.

Beispiel:

Die Matrix M ist eine m x m Matrix, z. B. 3x3, welche Gewichtungswerte enthält. Die Matrix K die darunter liegende m x m Pixelmatrix des Originalbildes, wobei die Pixel K_{ij} jeweils einen Grauwert enthalten. G sei die m x m Matrix des neuen Bildes. Das zentrale Element ist für unser Beispiel K_{22} , bzw. G_{22} Lautet die Rechenvorschrift

$$G_{22} = \frac{1}{\sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 |K_{ij}|} \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 K_{ij} * M_{ij}$$

und alle M_{ij} enthalten den Wert 1, so wird aus dem alten Grauwert K_{22} der Mittelwert aus allen diesen Pixel umgebenden Grauwerten. Der Effekt ist, dass scharfe Grauwertübergänge verwaschen werden, oder Störungen/Rauschen vermindert werden.

Enthält beispielsweise das Originalbild die Grauwerte auf der linken Seite, so entsteht das Bild auf der rechten Seite:

0	0	0	100	100	100
0	0	0	100	100	100
0	0	0	100	100	100
0	0	0	100	100	100
0	0	0	100	100	100

➔

0	33	67	100
0	33	67	100
0	33	67	100

Oder

100	100	100	100	100	100
100	100	100	0	100	100
100	0	100	100	100	100
100	100	100	0	100	100
100	100	100	100	100	100

89	89	89	89
89	78	78	78
89	78	89	89

Über die Größe der Matrix kann nun der Wirkungsbereich groß oder klein gehalten werden,
Über die Gewichtung kann der Einfluss der Umgebung gewertet werden.

So hebt nachstehende Matrix etwa horizontale scharfe Grauwertunterschiede hervor:

$$K = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Enthält das Originalbild etwa die Grauwerte auf der linken Seite, so entsteht das Bild auf der Rechten Seite:

0	0	0	100	100	100
0	0	0	100	100	100
0	0	0	100	100	100
0	0	0	100	100	100
0	0	0	100	100	100

0	50	50	0
0	50	50	0
0	50	50	0

Es können aber auch logische Operationen angewendet werden, indem etwa dem Zentralelement der minimale oder der Maximale Wert der durch die Matrix definierten Nachbarelemente zugewiesen wird.

Auch Binärbilder können mit diesem Verfahren verändert werden. Die gebräuchlichsten Verfahren sind die Erosion und die Dilatation.

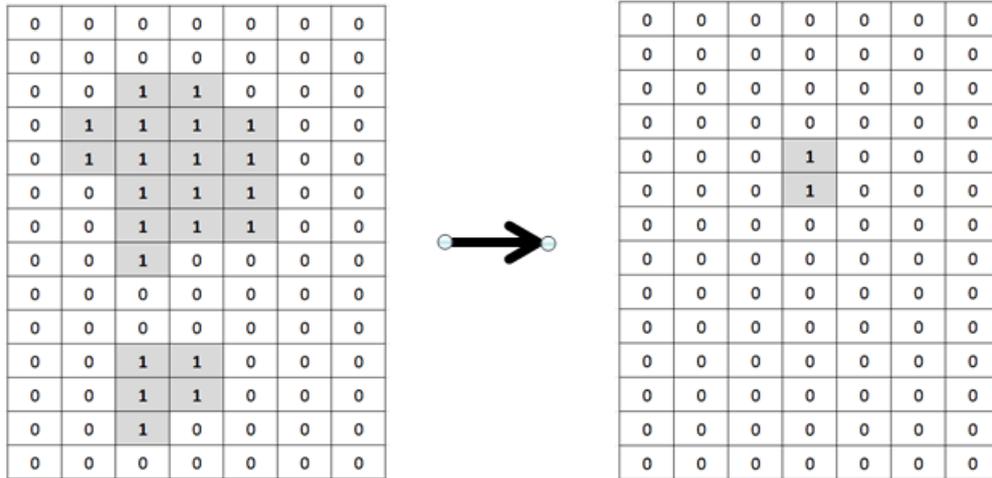
Die Matrix K sei wieder eine 3x3 Matrix, deren Element K_{ij} den Wert 1 enthalten. Nun lautet die Vorschrift:

wenn $M_{22} \neq K_{22}$, dann $G_{22} = 0$
 falls $M_{22} = K_{22} \wedge M_{ij} = K_{ij} \forall i, j$, dann $G_{22} = 1$
 sonst $G_{22} = 0$

Also

$$K = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \end{bmatrix}$$

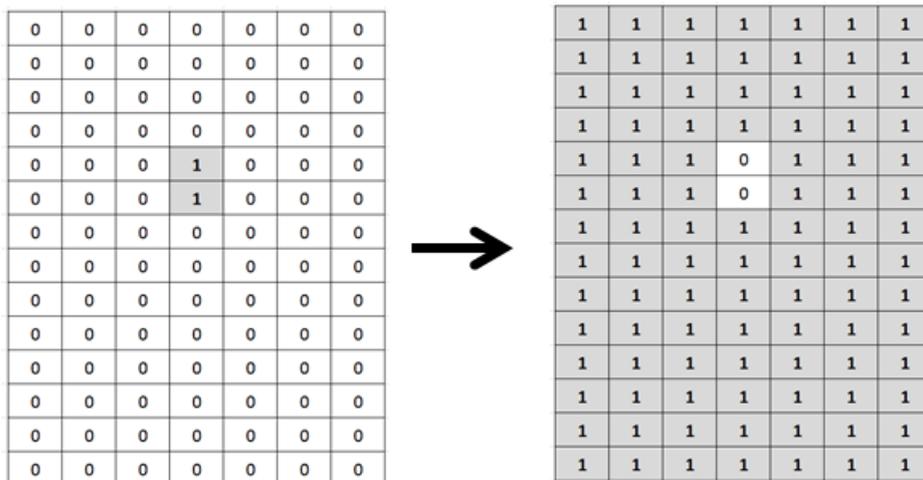
Aus dem linken Bild wird nach Dilation das rechte Bild



Durch die Erosion wird quasi die äußerste Schicht der Struktur „abgeschält“. Dieser Prozess kann mehrfach wie bei einer Zwiebel wiederholt werden, die Struktur wird dadurch immer kleiner. Ist die Struktur zu klein, verschwindet sie gänzlich, siehe das untere Element.

Der umgekehrte Vorgang wird Dilation genannt. Dieser kann z. B. erfolgen, indem zunächst das Originalbild invertiert, dann obige Vorschrift darauf angewendet und dann wieder invertiert wird. Wenn wir also das oben erodierte Bild nun dilatieren ergäbe sich folgendes:

1. Inversion:



2. Erosion

1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	0	1	1	1
1	1	1	0	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1



1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	0	0	0	1	1
1	1	0	0	0	1	1
1	1	0	0	0	1	1
1	1	0	0	0	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1

3. Inversion

1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	0	0	0	1	1
1	1	0	0	0	1	1
1	1	0	0	0	1	1
1	1	0	0	0	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1



0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	1	1	1	0	0
0	0	1	1	1	0	0
0	0	1	1	1	0	0
0	0	1	1	1	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0

Vergleicht man nun das ursprüngliche Bild mit dem zuerst erodierten und dann dilatierten Bild, so ist zu erkennen, dass die Originalstruktur weitgehend erhalten geblieben ist. Entfernt wurden kleine Strukturen sowie „Ausbuchtungen“ oder „Störungen“ am Rand.

Man kann das Filterelement K auch anders gestalten, beispielsweise als $m \times n$ Matrix. Wird etwa $m=7$ und $n=3$ gewählt, so werden horizontale Strukturen anders erodiert als vertikale oder sphärische Strukturen. Man kann also durch Gestaltung der Matrix, deren Elemente und vergleichende Vorschriften das Bild nach morphologischen Gesichtspunkten verändern, beispielsweise sphärisch Strukturen bevorzugt erodieren und so eliminieren.

Die Bilder können logisch mit einander verknüpft werden und so beispielsweise Ränder dargestellt werden, oder ausschließlich die zuvor eliminierten sphärischen Strukturen dargestellt werden Oft ergibt sich ein gewünschter Effekt erst durch gezielte Kombination unterschiedlicher Filterungen und Kombination der Ergebnisbilder. In vielen Programmen sind derartige Schritte als Unterfunktionen hinterlegt, beispielsweise zur Korngrenzenrekonstruktion. Allerdings sind die individuellen Eingriffsmöglichkeiten begrenzt, so dass andere Anwendungen, z.B. die Separation von Fasern in Verbunden dann damit nicht möglich ist. Auch bei 3D Bildern beschränken sich die Bildverarbeitungsprogramme derzeit meist auf eher grundlegende mathematische Filteroperationen.

Bestimmung von Gefügeparametern, stereologische Betrachtungen

Eine quantitative Gefügeanalyse erfordert, dass neben einem auswertbaren Bild auch Parameter zur Verfügung stehen, die das Gefüge quantitativ und damit vergleichend beschreiben. Ein weiteres Erfordernis ist, dass diese Faktoren auch zur Korrelation zwischen dem Gefüge und den Eigenschaften des Werkstoffs herangezogen werden können. Sollte der Werkstoffaufbau anisotrop sein, so dürften dies auch die Eigenschaften sein, mit der Folge, dass aus einem zweidimensionalen Bild nicht ohne weiteres auf dreidimensionale Strukturen und Eigenschaften geschlossen werden kann.

Zunächst einmal ist die Anzahl der Phasen sowie deren Volumenanteil zu bestimmen. Als weiterer Parameter ist die Anordnung der Phasen zueinander zu sehen, d. h. ob es sich um ein Einlagerungsgefüge handelt oder ob sich die Phasen gegenseitig durchdringen, also ein Durchdringungsgefüge bilden. Zur weiteren Beschreibung müssen Größen-, Form- und Orientierungsfaktoren definiert werden. Ein zentrales Problem ist dabei, dass zur Gefügecharakterisierung aus zweidimensionalen Schliffen auf die dreidimensionale Gefügestruktur des Werkstoffs geschlossen werden muss, was durch quantitative gefügeanalytische Methoden und stereologische Rechnungen ermöglicht wird. So ergibt sich - für homogene Werkstoffe - aus der mittleren Sehnenlänge beispielsweise die mittlere Kristallit- (Korn-) Größe, weil die für den räumlichen Kristalliten geltende mittlere Sehnenlänge sich stereologisch direkt aus derjenigen ergibt, die im zweidimensionalen Schliff gemessen wird. Ebenso bestimmt sich der Volumenanteil der Phasen direkt aus der Messung ihrer Flächenanteile. Dies gilt nicht nur für isotrope, sondern auch für anisotrope Werkstoffe. Dann allerdings reicht ein einziger Schnitt, der durch den Werkstoff gelegt wird, nicht zur Bestimmung dieser Faktoren aus - es müssen aus drei senkrecht zueinander gelegenen Schnitten die Mittelwerte gebildet werden. Ist der Werkstoff darüber hinaus inhomogen, so muß die Mittelwertbildung aus einer Anzahl von statistisch durch den Werkstoff gelegten Schnitten erfolgen. Als Maß für die Isotropie in einer Ebene kann wiederum die mittlere Sehnenlänge herangezogen werden. Ist diese in verschiedenen Messrichtungen gleich, so zeigt der Werkstoff in dieser Schnittebene ein isotropes Gefüge.

Die Ermittlung der mittleren Sehnenlänge erfolgt normgemäß nach dem Sehnenchnittverfahren, bei dem äquidistante Linien über das Gefüge gelegt werden und die Längen bestimmt werden, welche die Linie als Schnittmenge mit dem Gefügeteilchen bildet. Die Summe dieser Sehnenlänge geteilt durch die Anzahl der Linien ergibt die mittlere Sehnenlänge des Teilchens, die Mittelung über alle Teilchen, die mittlere Sehnenlänge aller Teilchen.

Aus einem binarisierten Bild ergeben sich im Grunde nur wenige quantitative Werte wie eben die Fläche, der Umfang, bzw. die Koordinaten der Kontur. Die Werte für eine Form oder Orientierung etc. müssen rechnerisch daraus abgeleitet werden. So wird hier etwa die Differenz aus höchster y-Koordinate und niedrigste y-Koordinate als Vertikale Projektion (Projektion auf die y-Achse) bezeichnet und entsprechend als horizontale Projektion.

Durch Drehen des Koordinatensystems ergeben sich winkelabhängige Projektionen, die minimale bzw. maximale Projektion kann als Breite und Länge verstanden werden, der entsprechende Winkel als Orientierung. Aus der Fläche kann ein Kreis berechnet werden, welcher denselben Flächeninhalt wie das Teilchen hat. Aus Fläche, Umfang, Länge können z. B. realistischere Modellgeometrien wie Ellipsen berechnet werden und aus diesen über stereologische Vorschriften dreidimensionale Rotationsellipsoide bestimmt werden.

4. Versuchsaufbau

Die Anlage besteht zum einen aus einem Forschungsmikroskop mit Durchlicht, Auflicht, Interferenzkontrasteinrichtung, Hellfeld und Dunkelfeld, zum anderen aus einem Bildverarbeitungssystem Leica Q600.

5. Versuchsdurchführung

- Zunächst erfolgt eine qualitative Beschreibung des Gefüges eines gegebenen Werkstoffes unter Zuhilfenahme des vorhandenen Mikroskops und dessen Beleuchtungseinrichtungen.
- Es wird die Reihenfolge der Bildentstehung, der Aufbau der Menus des Bildverarbeitungssystems gezeigt und erlernt. Dabei wird auf einige Besonderheiten der digitalen Bildentstehung eingegangen
- Es wird die Methode der Binarisierung durchgeführt, einfache Binärbildverarbeitungen vorgenommen und Flächenanalysen durchgeführt.
 - Es sollen die Auswirkungen verschiedener Bildreinigungsverfahren auf die Messergebnisse ermittelt und bewertet werden
 - Es sollen statistisch ausreichende Messungen bei zwei unterschiedlichen Vergrößerungen durchgeführt und die Ergebnisse vergleichend bewertet werden.
- Es werden Objektparameter definiert und gemessen
- Es werden an ausgewählten Proben Graubildverarbeitung/Bildreinigung durchgeführt, binarisiert und vermessen. Es sind Bilder der gleichen Stelle mit unterschiedlichen Kontrastverhältnissen (Aperturblende, Lichtstärke, Gain/Offset) zu erstellen, zu bearbeiten, zu binarisieren und zu vermessen.
- An ausgewählten Proben sollen Gefügeparameter Flächenanteil, mittlere Sehnenlänge, Orientierung bestimmt werden.

6. Auswertung

Die Messergebnisse sollen zusammenfassend dargestellt werden. Dabei soll auf den Zusammenhang zwischen Beleuchtung/Kontrast und dem Messergebnis eingegangen werden, sowie auf die Genauigkeit in Abhängigkeit der Vergrößerung und Anzahl der Messungen.

7. Literatur

Exner, Hougardy: Einführung in die Quantitative Gefügeanalyse, DGM Oberursel 1986

Ondracek, G: The quantitative Microstructure-Field property correlation of Multiphase and Porous Materials, Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics, Vol. 3, 1987 206-322

Bossert, J, Ondracek, G.: Betrachtungen zur Gefügesystematik, Mat.-wiss., u. Werkstofftech. 26 560-568 (1995)

8. Voraussetzungen für die Praktikumsdurchführung

Kenntnis der Bedienung und Einstellung der Beleuchtungsarten des Mikroskops

Kenntnis dieser Praktikumsanleitung

Fragen die Sie zum Kolloquium beantworten können sollten:

Was sind Gefügebestandteile?

Nennen Sie Gefügeparameter!

Was ist Isotropie?

Was bewirkt eine Dilatation?

Wie kann Kameraruschen reduziert werden?

Beweisen Sie, dass die mittlere Sehnenlänge eines Teilchens das Verhältnis Aus Fläche und Projektion ist!

Erklären Sie wie sie aus der Summe der Projektionen ein Maß für die Anisotropie erhalten können!