

## Methodenvergleich zur quantitativen Fraktographie

E. Materna-Morris<sup>1)</sup>, N. Lakota<sup>2)</sup>, T. Merkel<sup>3)</sup>, U. Mücke<sup>4)</sup> und St. Scherer<sup>5)</sup>

1) Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung I, Deutschland

2) Ruhruniversität Bochum, Institut für Werkstoff – WP, Deutschland

3) DVGW - Technologiezentrum Wasser Karlsruhe, Deutschland

4) BAM Bundesanstalt für Materialforschung u. –prüfung, Berlin, Deutschland

5) Alicona Imaging GmbH, Grambach, Österreich

### Kurzfassung

Zur Quantifizierung von Oberflächen wurden in den letzten Jahren eine Reihe von Messverfahren neu- oder weiterentwickelt. Im Arbeitskreis Quantitative Bruchanalyse, der Deutschen Gesellschaft für Materialkunde, hat man es sich zur Aufgabe gemacht, verschiedene 3D-Messverfahren für mikroskopische Proben miteinander zu vergleichen und auf ihre Eignung als Messverfahren zur Quantifizierung von Bruchflächen zu prüfen. Für diese Messungen stand eine Bruchmechanikprobe zur Verfügung, die in verschiedenen Labors begutachtet und vermessen wurde. Es standen die Methoden der Laser- und Weißlichtprofilometrie, der Lichtmikroskopie, konfokalen Laserrastermikroskopie, Weißlichtinterferenzmikroskopie und 3D-Stereobildauswertung mit dem Rasterelektronenmikroskop zur Verfügung. Inwieweit eine der angeführten Methoden geeignet scheint, hängt von der erforderlichen Auflösung, der Verarbeitungssoftware und -geschwindigkeit ab. Grundsätzlich sind alle hier vorgestellten Verfahren einsetzbar um sehr rauhe Oberflächen, wie sie bei Brüchen auftreten, abzubilden und über vorgegebene Parameter zu vermessen.

### 1. Einleitung

Bei der Betrachtung von Bruchoberflächen ist einmal die Beleuchtungsquelle des verwendeten Beobachtungsgerätes für die Auflösung maßgebend. Ein weiterer Faktor zur optimalen Darstellung liegt in der Schärfentiefe. Bei der Begutachtung mit dem Auge können die Oberflächen von Objekten direkt räumlich betrachtet werden. Die Lichtquelle ist Tageslicht in Wellenlängenbereichen von 375 bis 765 nm. Das menschliche Auge hat ein laterales Auflösungsvermögen von ca. 0,1 mm und mit Hilfe einer Lupe bis 10 µm. Somit ist eine erste Analyse und Quantifizierung von Bruchflächen verschiedener Materialien möglich. Es können z.B. spröde Spaltflächen, die metallisch hell glänzen, von matten zähen Wabenbruchbereichen unterschieden werden. Auf diese Weise wird auch der kristalline Fleck von Kerbschlagbiegeproben bestimmt. Wenn höhere Auflösungen gewünscht sind, werden besondere Anforderungen an das bildgebende Verfahren und dessen Lichtquelle gestellt. Ein handelsübliches Auflichtmikroskop ist mit einer Halogenlampe und einer entsprechenden Vergrößerungsoptik, mit unterschiedlichen Linsen und Blenden sowie einer Betrachtungsoptik mit Okular ausgestattet. Hier ist die Planarität des Objekts eine wesentliche Vorausset

zung. Die Schärfentiefe ist auf wenige  $\mu\text{m}$  begrenzt. Die Betrachtung von rauhen Bruchoberflächen ist nur beschränkt möglich. Erst wenn die Okulare in einem leichten Winkel zueinander stehen, kann das betrachtete Objekt räumlich gesehen werden. Dies ist bei Stereomikroskopen möglich. Allerdings kann diese Abbildung auch nur mit einem Stereobildpaar, im Winkel aus Richtung der Okulare, gespeichert werden. Auf einem normalen zweidimensionalen Bild geht der räumliche Eindruck verloren.

Ein sehr altes 3D-Abbildungsverfahren ist die Betrachtung mit Stereobildpaaren, auch Anaglyphenverfahren genannt. Bei anderen Verfahren werden Oberflächen mechanisch abgetastet, und mit den einzelnen Höhenprofilen können die Oberflächenstrukturen reproduziert werden. Für sehr rauhe Flächen, wie sie meist bei Bruchoberflächen vorliegen, werden berührungslose Verfahren bevorzugt, da Tastschnittgeräte mit ihrem Taster oft in der rauhen Oberfläche hängen bleiben oder steile Kanten nur ungenügend darstellen.

Die erwähnten Voraussetzungen sind die Grundlage für heute übliche 3D-Messverfahren, die in die Profilometrie, Licht- oder Elektronenmikroskopie umgesetzt wurden. Durch den Einsatz der Digitaltechnik in der Mikroskopie, der Automatisierung und Computertechnik gab es in den letzten zwei Jahrzehnten einen enormen Aufschwung bezüglich der Ergonomie für den Anwender, Verarbeitungszeit und Auflösung.

Der Arbeitskreis Quantitative Bruchanalyse der Deutschen Gesellschaft für Materialkunde e.V. erarbeitet gemeinsam verschiedene Aufgabenstellungen und Methoden zur Quantifizierung von Bruchoberflächen. So hat sich dieser Kreis die Aufgabe gestellt, verschiedene 3D-Mikroskopier- bzw. Messverfahren für mikroskopische Proben zu vergleichen und auf ihre Eignung für die Topometrie von Bruchflächen zu erproben.

## 2. Experimentelles

### 2.1. Probenmaterial

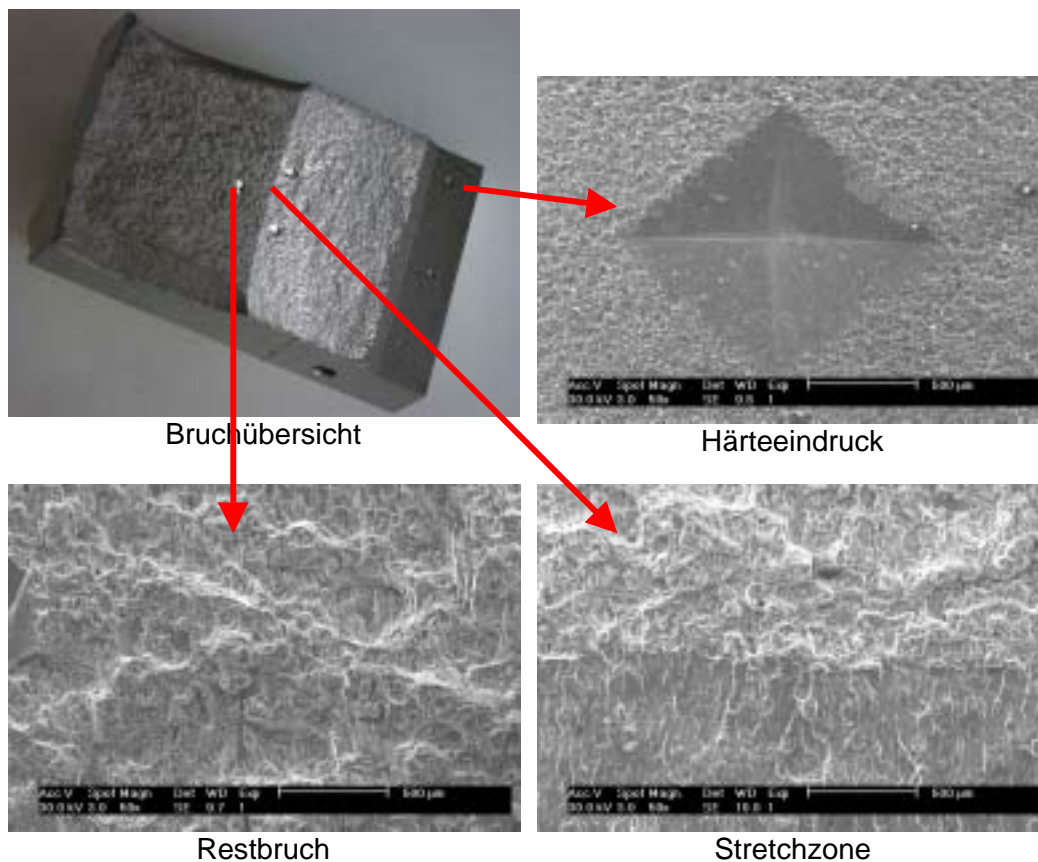


Bild 1: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen einer Bruchmechanikprobe aus Al-Mg-Legierung.

Die Messungen wurden an einer Al-Mg- Bruchmechanikprobe durchgeführt. Bei der bruchmechanischen Prüfung wurde die Probe zunächst zyklisch beansprucht, bis ca. zur Probenmitte, dann wurde das Material auf Zug belastet. Auf der Bruchoberfläche kann deutlich der metallischglänzende Ermüdungsanriß vom mattgrauen Restbruch unterschieden werden. Es wurden fünf Härteeindrücke aufgebracht, und zwar drei im Kerbgrund, zwei knapp vor der Stretchzone im Bereich des Ermüdungsbruches und ein Härteeindruck im Restbruch. Diese einfachen geometrischen Formen sollten zum einen vermessen werden und zum anderen als Orientierungshilfe dienen.

## 2.2. Messmethoden

Für die Prüfung der Messverfahren standen über die Mitglieder des Arbeitskreises folgende Methoden zur Verfügung:

- Profilometrie: Laserstrahl- und Weißlichtprofilometer
- Lichtoptische Fokusserien: Infinite und Extended Focus
- Konfokale Laserrastermikroskopie
- Weißlichtinterferenzmikroskopie
- Stereobildpaar-Analyse mit dem Rasterelektronenmikroskop

Bei dem **Laserstrahlprofilometer** (UBM) wird die Bruchfläche mit einem roten Laserstrahl abgerastert. Das reflektierte Licht wird wieder in der Optik aufgenommen und über einen halbdurchlässigen Spiegel auf ein Sensorsystem aus zwei Diodenpaaren gelenkt. Durch den Abgleich der verfahrbaren Optik wird das Laserlicht für jeden Messpunkt auf der Oberfläche fokussiert. Hieraus ergeben sich die Höhendaten, die im PC gespeichert werden [1].

Ein anderes Detektorverfahren wird beim **Weißlichtprofilometer** (FRT) eingesetzt. Hier wird die Oberfläche mit weißem Licht beleuchtet und abgerastert. Eine Optik mit großer chromatischer Aberration fächert das reflektierte Licht vertikal in Fokuspunkte der einzelnen Farben auf. Ein Minispektrometer detektiert die Farbe des Lichts und ermittelt die Lage der Fokuspunkte woraus die Position der Oberfläche ermittelt wird [1].

Die **lichtoptischen Fokusserien** werden als Bildstapel über ein konventionelles Auflichtmikroskop mit einer Kamera aufgenommen, im Computer digital gespeichert und mit einer Software zu einer 3D-Abbildung zusammengesetzt. Der besondere Vorteil bei dieser Methode ist, dass die Originalfarben aufgenommen und wiedergegeben werden. Derartige Programme sind z.B. unter den Namen Infinite Focus (alicon) oder Extended Focus (Leica) auf dem Markt verfügbar [2-4]. Der wesentliche Unterschied liegt in der weiteren Verarbeitung der Bilddaten.

Das Prinzip von aufgenommenen Bildstapeln wird auch bei der **konfokalen Laserrastermikroskopie** (Leica) angewandt. Hier werden ebenfalls die mit einem Laser scharf abgebildeten Höhenlinien gespeichert und zum Oberflächenmodell verarbeitet [5, 6].

Dagegen wird bei der **Weißlichtinterferenzmikroskopie** (zygoLOT) weißes Licht auf die Probenoberfläche gebracht. Das reflektierte Licht interferiert mit dem Licht einer Referenzfläche. Während der Messung wird das Objektiv in der Höhe um eine definierte Weglänge verfahren bzw. über die Höhe gescannt. Hierbei wandert der Interferenzfokus vertikal über die Oberfläche. Die Phasen

verschiebung zwischen Referenz- und Probenstrahl ergeben eine Höheninformation, die die Basis für das Oberflächenmodell bilden [7, 8].

Bei der Vermessung mit **Stereobildpaaren mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM)** (XL30 ESEM, Philips) werden zwei REM-Bilder um einen Winkel von ca.  $3^\circ - 5^\circ$  verkippt aufgenommen. Von den einzelnen Bildpunkten wird die Paralaxe bestimmt, dadurch erhält man die Höheninformation, mit der das digitale Oberflächenmodell errechnet wird (Software: Alicona). Wenn nun ein Bild rot und das zweite grün dargestellt wird, ist mit einer Rot-Grün-Brille das Objekt räumlich erkennbar.

### 3. Ergebnisse

Die vorgestellte Bruchmechanikprobe wurde in mehreren Labors mit sieben verschiedenen Messverfahren abgebildet und vermessen. Man konzentrierte sich zunächst auf den größten Härteeindruck im Kerbgrund der Probe, eine markierte Stelle im Restbruch und den Übergang vom Lastwechsel- zum Restbruch, der sogenannten Stretchzone, zwischen zwei Härteeindrücken. Besonders wichtig für die Bilddarstellungen bei allen Verfahren ist die Beleuchtungsquelle und deren Auflösungsvermögen. Für die einzelnen Geräte sind die Lichtquelle, die x-y- (laterale) und die z-Auflösung sowie die maximal mögliche Höhenmessung in Tabelle 1 zusammengestellt.

Tabelle 1: Zusammenstellung der Gerätedaten (Herstellerangaben).

Messmethode	Lichtquelle	X-Y-Auflösung [µm]	Z-Auflösung [µm]	Max. Höhe [mm]
Laserprofilometrie	Laserlicht 780 nm	0,5	0,05	1 (max. 50 <sup>1)</sup> )
Weißlichtprofilometrie	Halogenlampe	1,0	0,05	0,3 (max. 4 <sup>1)</sup> )
Extended Fokus (LM)	Halogenlampe	1,0	4 <sup>3)</sup>	60 <sup>2)</sup>
Infinite Fokus (LM)	Koaxiale Lichtquelle	1,0	4 <sup>3)</sup>	2
Konfokale Laser- rastermikroskopie	Rotes Laserlicht 635 nm	0,3	0,5 <sup>3)</sup>	2
Weißlichtinterferenz- mikroskopie	Halogenlampe	0,5	0,0001 <sup>4)</sup>	0,15 (max. 5 <sup>1)</sup> )
Stereobilder REM	Elektronen	0,005 <sup>5)</sup>	0,005 <sup>5)</sup>	5 - 10

<sup>1)</sup> mehrere Durchgänge bis die max. Höhe erreicht ist;

<sup>2)</sup> max. 60 Bildebenen;

<sup>3)</sup> die z-Auflösung kann durch Wahl des Objektivs und durch engeres Scannen erhöht werden;

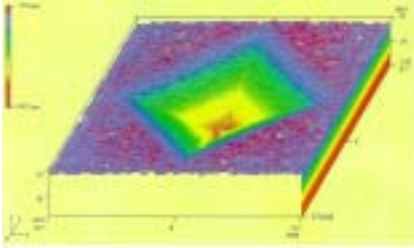
<sup>4)</sup> mit einem besonderen Sensorsystem;

<sup>5)</sup> abhängig von der REM-Auflösung.

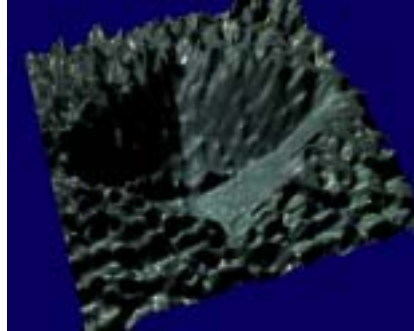
Schon bei einem relativ einfachen Detail wie dem Härteeindruck zeigten sich neben der spezifischen Gerätetechnik auch kleine Schwierigkeiten, z.B. bei der Datenaufnahme oder dem deutlichen Unterschied im Zeitaufwand. Die längste Messzeit muß für das Stereoverfahren im REM angewendet werden. Erst werden die Stereobildpaare aufgenommen, dann wird mit der entsprechenden Software, nach Eingabe von Pixelgröße, Arbeitsabstand und Kippwinkel, das Oberflächenmodell errechnet und erstellt. Über das digitale Oberflächenmodell erhält man die gewünschten Abstands-, Profil- und weitere Oberflächendaten bis zu Volumenangaben ausgewählter Bereiche. Der erhöhte Zeitaufwand wird allerdings durch die hohe Detailgenauigkeit des Rastermikroskops belohnt. Das Verfahren kann fast bis zur Auflösungsgrenze des REM angewendet werden.

Wenn man aber Oberflächenstrukturen von sehr rauen Oberflächen aufnehmen und quantifizieren will, ist oft eine solch hohe Auflösung nicht erforderlich. Hierzu bieten sich die anderen Verfahren an. In Bild 2, am Beispiel des Härteeindrucks, sind die verschiedenen Möglichkeiten zur Darstellung eines Oberflächenmodells zusammengestellt. Je nach z-Einstellung kann der Härteeindruck als eine flache Mulde oder größere Vertiefung dargestellt werden, wenn die x- und y-Skalierung von z abweicht. Wichtig ist aber, dass bei den Tiefenmessungen, über ein Profil durch die tiefste Stelle, sich fast gleiche Werte ergeben (Tab.2). Die errechnete Eindrucktiefe ist 175 - 190 µm mit lichtmikroskopisch vermessenen Diagonalen. Die hier aufgelisteten Tiefen des Härteeindrucks sind eine Mittelung zwischen gegenüberliegenden Flanken, da der Härteeindruck leicht schräg im Kerbgrund liegt. Wie aus Tabelle 2 erkennbar, variieren die Werte zwischen 164 und 175 µm. Bei den meisten reflektierenden Verfahren wurde im Kantenbereich der Härteeindruck

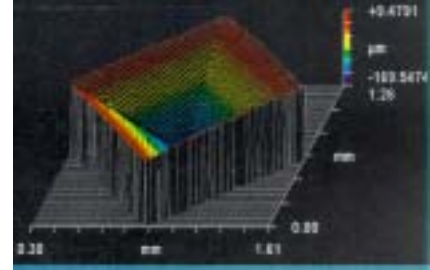
diagonalen die spiegelnde Fläche als Erhebung registriert. Dies ist ein genereller Nachteil bei diesen Methoden, dass durch spiegelnde Flächen Fehlmessungen verursacht werden können. Hier könnte präparativ, entweder mit einer Beschichtung oder leichten Ätzung, Abhilfe geschaffen werden.



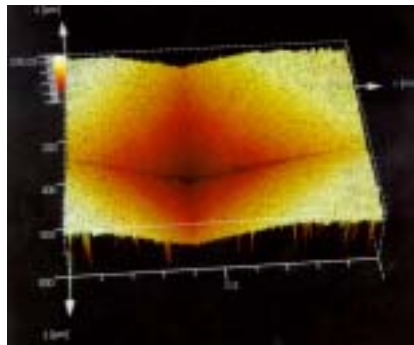
Laserprofilometrie



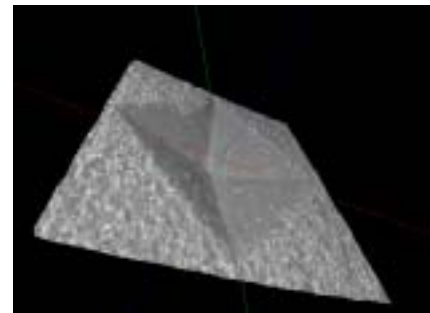
Extended Fokus



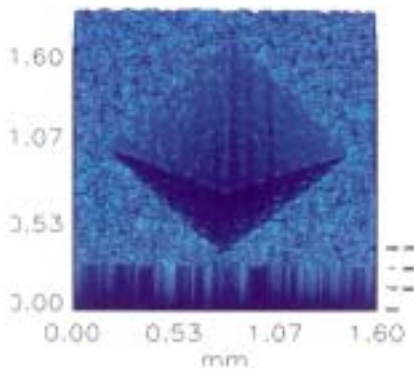
Weißlichtinterferenzmikroskopie



Konfokale Laserrastermikroskopie



Stereobildpaar-Auswertung im REM



Weißlichtprofilometrie

Bild 2: Oberflächenmodelle des Härteeindrucks; Vergrößerung 50 x.

Tab. 2: Zusammenstellung der gemessenen Eindrucktiefen.

Messmethode	Laserprofilometrie	Weißlichtprofilometrie	Extended Fokus	Infinite Fokus	Konfokale Laserrastermikroskopie	Weißlichtinterferenzmikroskopie	Stereobilder REM
Tiefe des Härteeindrucks	175	170	165	168	164	170	165

<b>drucks [<math>\mu\text{m}</math>]</b>					175 <sup>1)</sup>		
--	--	--	--	--	-------------------	--	--

<sup>1)</sup> Daten aus zwei unterschiedlichen Labors.

Der Messaufwand für den Härteeindruck lag beim Weißlichtprofilometer bei ca. 20 min und beim Laserprofilometer bei 50 min. Mit letzterem Verfahren wurden keine weitere Messungen durchgeführt, da für eine ausreichende Auflösung die Messzeit zu lange gewesen wäre. Die Zeiten für die Aufnahme und Verarbeitung der Fokusserien hängt von der Dichte der Bildstapel ab und liegt in der Größenordnung von 10 – 20 min; ähnlichen Zeitaufwand hat man mit der konfokalen Laserrastermikroskopie. Allerdings kann ein sehr schneller Rechner die Zeiten wesentlich verkürzen. Mit dem Weißlichtinterferenzmikroskop erfolgte die Messung bereits je in 1-2 min.

Als weiteres Beispiel der Untersuchungsserie werden Abbildungen aus der Stretchzone vorgestellt (Bild 3). In allen Verfahren konnte der Übergang von dem relativ glatten Ermüdungsbruch zum sehr rauhen Restbruch verdeutlicht werden. Zusätzlich wurden von den Stretchzonen Profile hergestellt. Die höhere Rauigkeit des Restbruchs war deutlich gegenüber dem glatteren Ermüdungsbruch erkennbar. Ein Höhenunterschied zwischen den Bruchformen war nicht feststellbar.

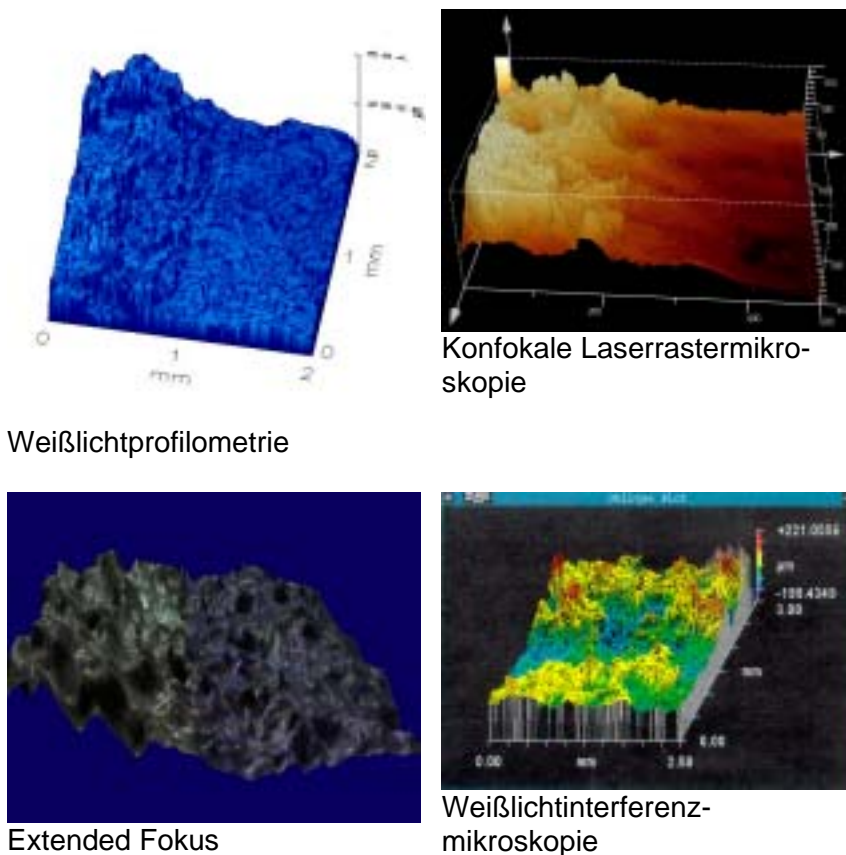
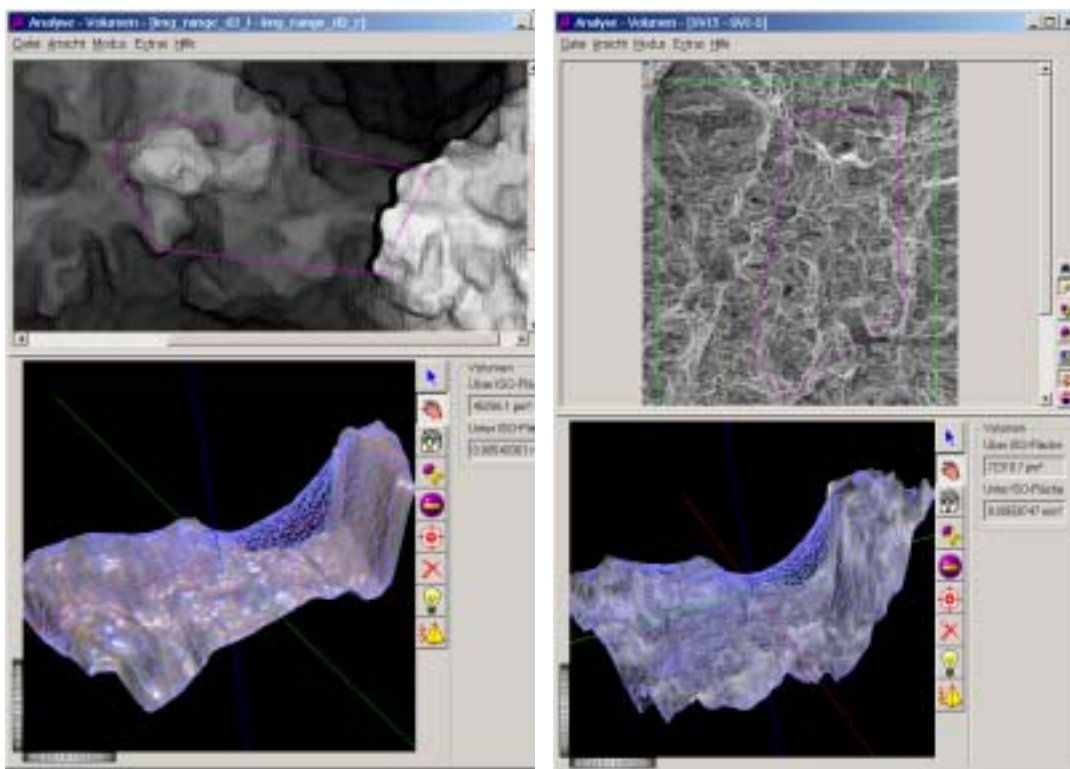


Bild 3: Abbildungen der Stretchzone

Die dritte Untersuchungsstelle im Restbruch wird hier am Beispiel des Vergleichs zwischen Infinite Focus mit dem Auflichtmikroskop und dem Stereoverfahren mit dem REM gezeigt. Mit einem gewissen Aufwand können die gleichen Flächen mit dem Lichtmikroskop und dem REM auf der Probe gefunden, abgebildet, ein digitales Oberflächenmodell erstellt und die ermittelten Daten verglichen werden. Zusätzlich wurde die ausgewählte Bruchfläche mit einem Netz überspannt, um in diesem Bereich das Volumen über dem Bruchbereich zu bestimmen (Bild 4). Wenn man davon ausgeht, dass das lichtoptische Verfahren nicht so detailgetreu wie das REM und die Auflösung um Größenordnungen schlechter ist, sind die ähnlichen Ergebnisse der Profilmessung, der Flächenrauigkeit (wahre/projezierte Fläche) und des eingeschlossenen Volumen um so beeindruckender (Tabelle 3).



Oben: 3D-Darstellung mit dem Auflichtmikroskop  
Unten: Rekonstruierte Topographie mit Netz

Oben: Darstellung mit dem REM  
Unten: Rekonstruierte Topographie mit Netz

Bild 4: Vergleich der lichtoptischen mit rasterelektronenmikroskopischen Methoden.

Tabelle 3: Vergleich der Oberflächendaten mit Infinite Focus und 3D-REM.

	Profilmessung [ $\mu\text{m}$ ]	Wahre/projezierte Fläche	Volumen [ $\mu\text{m}^3$ ]
<b>Infinite Focus (LM)</b>	418	1,742	5404
<b>3D-REM</b>	412	1,893	5597



#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

Der Komfort der heutigen 3D-Messverfahren liegt darin, dass durch die hohe Datenkapazität der eingesetzten Rechner aus den gespeicherten x-y-z-Punktdateien 3D-Modelle der abgebildeten Oberflächen erstellt werden können. Durch diese Oberflächenrekonstruktionen können in verschiedenen Richtungen Profile für Höhenmessungen und Rauigkeitsbestimmungen gelegt werden. Die Ermittlung einer standardisierten Rauigkeitsgröße ist mit der entsprechenden Software nur mit einem Knopfdruck verbunden. Bei den meisten Geräten können Volumina auch über interaktiv eingezeichnete Flächen bestimmt werden.

Schwierigkeiten der einzelnen Verfahren konzentrieren sich oft auf Fehlstellen, also Orte wo keine Daten vorhanden sind. Es ist immer problematisch, Signale aus sehr tiefen, dunklen Bereichen oder Unterschneidungen zu bekommen und unmöglich, wenn nur wenige Signale oder mangelnde Reflexion in Oberflächendaten verwandelt werden sollen. Des Weiteren sind die Verfahren meist für bestimmte Anwendungen optimiert. Die Untersuchung rauher Bruchflächen ist zwar für die Profilometrie im Moment noch eine zeitaufwendige, aber keine unlösbare Aufgabe. Der Vorteil bei dem hier vorgestellten Weißlichtprofilometer liegt besonders im Abrastern großer Oberflächen.

Ebenso ist das Stereobildverfahren im REM noch sehr aufwendig. Aber sicher wird man in Kürze die erforderliche 3D-Auswertung auch in einem REM zur Verfügung haben, um direkt rauhe Oberflächenstrukturen vermessen zu können. Es gibt z.B. bereits Transmissionselektronenmikroskope mit denen tomographische Aufnahmen erstellt werden können. Nach der Bildaufnahme müssen die Bilddaten nur über die entsprechende 3D-Software verarbeitet werden, die wie die Gerätesoftware angewendet werden könnte.

Besonders interessant wird in Zukunft die Entwicklung im Bereich der Lichtmikroskopie sein, zur Darstellung von 3D-Bildern aus Fokussereien. Hier hat man zusätzlich den besonderen Vorteil, dass die Farbe des untersuchten Objekts erhalten bleibt [2 - 4]. Etliche Firmen haben verschiedene Softwareentwicklungen unternommen, um optimierte Oberflächenmodelle erstellen zu können. Diese Verfahren sind auch eine preiswerte Lösung gegenüber dem REM, wenn eine niedrigere Auflösung ausreicht.

Die hier vorgestellten Ergebnisse zeigen die ersten vergleichenden Messungen der uns verfügbaren 3D-Oberflächenmeßverfahren. Inzwischen befaßt sich der Arbeitskreis mit der Kalibrierung der Geräte. Die Untersuchungsergebnisse sowie der Vergleich mit verschiedenen Oberflächenstrukturen werden demnächst veröffentlicht.

## Danksagung

Unser besonderer Dank geht an Frau Schroth, Leica-Microsystems Heidelberg, für die Hilfe bei den Aufnahmen mit dem konfokalen Laserrastermikroskop, an Herrn Blumhofer, Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung I, für die Profilometermessungen, Herrn Kuschnir, ZygoLOT GmbH, für die Aufnahmen mit dem Weißlichtinterferenzmikroskop und Herrn Sieckmann, Leica-Microsystems Wetzlar, für die Erstellung der 3D-Modelle mit Extended Fokus.

## 5. Literatur

- [1] Blumhofer, M., Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung I, persönliche Mitteilungen.
- [2] Merkel, T.: „Anwendungen der Extended-Fokus-Technik in Korrosionsforschung und Korrosionsschadenanalytik“, DVM-Bericht 519, „Bauteilprüfung im Mikro- und Nanobereich“ Mühlheim 2000.
- [3] Sieckmann, F.: „Tiefenscharfe Bildrekonstruktion und Möglichkeit einer einfachen 3D Oberflächenrekonstruktion“, DVM-Bericht 519, „Bauteilprüfung im Mikro- und Nanobereich“ Mühlheim 2000.
- [4] Merkel, T., Sieckmann, F.: „Lichtmikroskopie zur Untersuchung korrodierter Oberflächen“, demnächst in Prakt. Metallographie.
- [5] Schroth, D.: „Konfokale Laser-Scanning-Mikroskopie“, Materialprüfung, Vol.39, Carl Hanser Verlag, München 1997, S. 264-266.
- [6] Pohl, M.: „Unschärfe nutzen“, QZ Qualität und Zuverlässigkeit, 5/2001.
- [7] Deck, L., de Groot, P.: “High-speed non-contact profiler based on scanning white light interferometry“, Applied Optics, Vol. 33, No. 31 1995, 7334-7338.
- [8] Maurer, M., Mücklich, F.: „Quantifizierung von lokalem Materialabtrag mittels Weißlichtinterferometrie“, Prakt. Met. Sonderband 30, 1999, 287-292.