

A. Lemiasheuski, E. Bajer, G. Oder, A. Göbel, R. Hesse, A. Pfennig, D. Bettge

Development of an automated 3D metallography system and some first application examples in microstructural analysis

Entwicklung eines automatisierten 3D-Metallographie-Systems und erste Beispiele für die Anwendung in der Gefüge-Analyse

Received: 24.06.2023

Accepted: 11.07.2023

Translation: V. Müller

Eingegangen: 24.06.2023

Angenommen: 11.07.2023

Abstract

Traditional metallography relies on the imaging of individual section planes. However, conclusions as to spatial shapes and microstructural arrangements can only be drawn to a limited extent. The idea to reconstruct three-dimensional microstructures from metallographic serial sections is therefore obvious and not at all new. However, the manual process of preparing a great number of individual sections and assembling them into image stacks is time-consuming and laborious and therefore constitutes an obstacle to frequent use. This is why the Federal Institute for Mate-

Kurzfassung

Die klassische Metallographie basiert auf Abbildungen einzelner Schliffebene und kann auf räumliche Formen und Anordnungen des Gefüges nur bedingt schließen. Die Idee, aus metallographischen Serienschliffen dreidimensionale Gefügestrukturen zu rekonstruieren, ist daher naheliegend und nicht neu. Allerdings ist der Aufwand, in Handarbeit viele Einzel-Schliffe zu präparieren und zu Bildstapeln zusammensetzen, sehr hoch und steht einer häufigen Anwendung entgegen. Deshalb wird an der BAM ein Roboter-gestütztes 3D-Metallographie-System entwi-

Authors:

Anton Lemiasheuski, Evgenia Bajer, Gabriele Oder, Artur Göbel, René Hesse, Anja Pfennig BAM Bundesanstalt für Materialforschung und prüfung, Berlin;
E-Mail: anton.lemiasheuski@bam.de
A. Pfennig HTW Berlin, Hochschule für Technik und Wirtschaft

rials Research and Testing, or BAM for short (*Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung*), is developing a robot-assisted 3D metallography system performing the tasks of preparation and image acquisition on a metallographic section fully automatically and repeatedly. Preparation includes grinding, polishing and optional etching of the section surface. Image acquisition is performed using a light optical microscope with autofocus at several magnification levels. The obtained image stack is then pre-processed, segmented and converted to a 3D model resembling a microtomographic image, but with a higher lateral resolution at large volumes. As opposed to tomographic techniques, it is possible to perform traditional chemical etching for contrasting. The integration of a scanning electron microscope is in the planning stages. Studies conducted so far have demonstrated the possibility of visualizing hot gas corrosion layers, gray cast irons and ceramic-based microelectronic structures (vias).

Keywords: *three-dimensional metallography, three-dimensional microstructure analysis, automated serial sectioning, automated grinding, automated polishing, microstructure reconstruction*

1 Introduction

In traditional metallography, section planes passing through components or samples are prepared, contrasted and imaged using microscopic techniques for the subsequent microstructural characterization of materials based on these images. Higher magnifications are achieved by electron scanning microscopy techniques (SEM, EPMA) equipped with additional analysis systems (EDS, EBSD). Phases volume fractions and the associated statistical distribution of properties can be determined from these two-dimensional images. However, geometric parameters associated with spatial arrangements and shapes, e.g., grain size, graphite shapes, dendrite stem or

ckelt, das an einer Schliiffprobe die Schritte Präparation und Bildeinzug vollautomatisch mit vielen Wiederholungen ausführt. Die Präparation umfasst Schleifen, Polieren und optional Ätzen der Schliifffläche, der Bildeinzug autofokussierte lichtmikroskopische Aufnahmen bei mehreren Vergrößerungsstufen. Der erhaltene Bildstapel wird anschließend vorverarbeitet, segmentiert und in ein 3D-Modell umgesetzt, das einer mikrotomographischen Aufnahme ähnelt, allerdings mit besserer lateraler Auflösung bei großem Volumen. Im Gegensatz zu tomographischen Verfahren besteht die Möglichkeit der Kontrastierung durch klassische chemische Ätzung. Die Integration eines REMs ist geplant. Bislang durchgeführte Arbeiten verdeutlichen die Möglichkeiten der Darstellung von Heißgas-Korrosionsschichten, Grauguss-Werkstoffen und Keramik-basierten mikroelektronischen Strukturen (Vias).

Schlagwörter: *dreidimensionale Metallographie, dreidimensionale Gefügeanalyse, automatisierte Serienschritte, automatisiertes Schleifen, automatisiertes Polieren, Gefügerekonstruktion*

1 Einleitung

Die klassische Metallografie präpariert Schliiffebenen durch Bauteile oder Proben, kontrastiert diese, bildet sie mit lichtmikroskopischen Verfahren ab und beschreibt anhand der Aufnahmen das Gefüge von Werkstoffen. Für höhere Vergrößerungen kommen elektronenmikroskopische Verfahren (REM, ESMA) zum Einsatz, die Analysetechniken (EDX, EBSD) ermöglichen. Die Volumenanteile von Phasen und damit die statistische Verteilung von Eigenschaften können aus diesen zweidimensionalen Aufnahmen ermittelt werden. Geometrische Parameter hingegen, die sich auf Formen und räumliche Anordnungen beziehen, sind nur über Schätzverfahren zugäng-

dendrite arm spacing, are only accessible via estimation methods. Metallographic sections often miss the planes containing the largest diameter of features such as crystallites or spheroidal graphite, for example, which means that these objects would be underestimated without correction (ASTM E112, ISO 945). In case of lamellar configurations, on the other hand, sectioning is rarely performed perpendicular to the structure so that lamellar spacing will be overestimated without correction (ASTM E562). These estimation methods will become more and more inaccurate, the less isotropic and the more complex the structures to be analyzed will get. Artificial structures such as spatially arranged conductive lines cannot be readily visualized from individual sections. In these cases, a three-dimensional representation of the structure to be analyzed is beneficial or necessary [1–3].

Generally, there are non-destructive and destructive methods for spatial imaging. Non-destructive imaging is only possible if radiation can pass through the object, which is the case for X rays, electrons or neutrons, for example. Depending on the radiation penetration depth in the material, objects of different size can be measured. Macroscopic samples and components are accessible via X-ray computer tomography (CT). Very small samples with thicknesses of several hundred nanometres, on the other hand, require reconstructive transmission electron microscopy (TEM). The achievable resolution of the techniques is inversely proportional to object size, i. e., it is usually not possible to image large objects spatially with high resolution and high resolution is only obtained on small samples. Current state-of-the-art tomographic techniques are incapable of imaging macroscopic objects of several centimetres in size with a resolution in the order of magnitude of the wavelength of light. This is not due to the wavelength of the radiation used, but the limited resolution of the detectors for transmitted radiation [2–4].

lich, z. B. für Korngrößen, Graphitformen oder Dendritenstamm- und armabstände. So werden beispielsweise bei Objekten wie Kristalliten oder Kugelgraphit im Schliff nur selten die Ebenen größten Durchmessers getroffen, so dass diese Objekte ohne Korrekturverfahren unterschätzt würden (ASTM E112, ISO 945), bei lamellenartigen Anordnungen wird hingegen nur selten senkrecht zur Struktur geschnitten und damit der Abstand ohne Korrektur überschätzt (ASTM E562). Diese Schätzverfahren werden umso ungenauer, je weniger isotrop und je komplexer die untersuchten Strukturen sind. Künstliche Strukturen, wie z. B. räumlich angeordnete Leiterbahnen, lassen sich mit einzelnen Schliffen nicht voraussetzungsfrei erfassen. In diesen Fällen ist eine dreidimensionale Erfassung der zu untersuchenden Struktur vorteilhaft oder notwendig [1–3].

Grundsätzlich existieren zerstörungsfreie und zerstörende Methoden der räumlichen Abbildung. Zerstörungsfreie Abbildung ist nur möglich, wenn das Objekt durchstrahlt werden kann. Dies geschieht z. B. mit Röntgenstrahlung, Elektronen oder Neutronen. Je nach Reichweite der Strahlung im Werkstoff können unterschiedlich große Objekte vermessen werden. Mittels Röntgen-Computertomographie (CT) sind makroskopische Proben und Bauteile zugänglich, mittels rekonstruktiver Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) nur winzige Proben mit Dicken von einigen hundert Nanometern. Allerdings korrespondiert die erreichbare Auflösung der Verfahren umgekehrt proportional mit der Objektgröße, d. h. große Objekte können für gewöhnlich nicht mit hoher Auflösung räumlich erfasst werden und hohe Auflösung erhält man nur an kleinen Proben. Ein makroskopisches Objekt von mehreren Zentimetern Größe lässt sich nach derzeitigem Stand der Technik mit tomographischen Verfahren nicht mit einer Auflösung in der Größenordnung der Licht-Wellenlänge abbilden. Dies liegt nicht an der Wellenlänge der verwendeten Strahlung, sondern an der begrenzten Auflösung der durchgelaufenen Strahlung mittels Detektoren [2–4].

For contrasting, non-destructive techniques essentially rely on the absorption or diffraction of the radiation used or a combination of both effects. Destructive techniques, on the other hand, can basically use any technique incorporated into the system to image the prepared surface of each layer [4, 5]. Contrasting achieved by suitable etching techniques, for example, or a succession of several techniques will offer a great degree of flexibility in the selective visualization of microstructural constituents.

For destructive techniques relying on serial sectioning, the achievable lateral resolution is independent of object size. Depth resolution, however, is identical to the distance between the individual sections. In order to achieve the same light optical resolution of approx. 1 μm in all directions, for example, the sections must be spaced at precisely this distance, which means that for a depth of 1 mm, 1000 sections need to be prepared. For an object of several millimetres in size, the amount of metallographic effort required is hardly manageable given the current state of the art. Regarding the number of section planes, compromises need to be made, for example by adjusting the section distance to the actually required image resolution. In many cases, however, either stacks of flat images or a low depth resolution will have to make do depending on the type of research problem [2, 3, 5].

A sufficiently high number of layers can only be obtained with an acceptable amount of effort if automated techniques are employed. Manual techniques are no longer state of the art due to their time-consuming nature and susceptibility to error in the parallelism between sections and are thus only performed in particular cases [5, 6]. Table 1 lists different non-destructive and destructive techniques as well as object sizes, minimum layer thicknesses and lateral resolutions.

Zerstörungsfreies Verfahren steht zur Kontrastierung im Wesentlichen die Schwächung oder Beugung der verwendeten Strahlung oder eine Kombination beider Effekte zur Verfügung. Zerstörende Verfahren können hingegen die präparierte Oberfläche jeder Schicht prinzipiell mit jedem beliebigen Verfahren abbilden, das in die Anlage integriert ist [4, 5]. Eine Kontrastierung, beispielsweise mit passenden Ätzungen, auch mehreren sukzessiven Verfahren, gibt eine große Flexibilität in der selektiven Darstellung von Gefügebestandteilen.

Bei zerstörenden Verfahren, die mit Serienschnitten arbeiten, ist hingegen die erreichbare laterale Auflösung von der Objektgröße entkoppelt. Dafür ist die Tiefen-Auflösung identisch mit dem Abstand der Schnittebenen (Schliffebenenabstand). Um beispielsweise eine in allen Richtungen gleich hohe lichteoptische Auflösung von ca. 1 μm zu erreichen, müssen die Schnittebenen genau diesen Abstand besitzen, so dass für eine Tiefe von 1 mm dann 1.000 Schnittebenen präpariert werden müssen. Für ein Objekt von mehreren Millimetern Größe bedeutet dies einen Präparationsaufwand, der nach derzeitigem Stand der Technik kaum realistisch ist. Bezüglich der Anzahl der Schnittebenen müssen daher Kompromisse eingegangen werden, indem z. B. der Ebenenabstand an die tatsächlich benötigte Bildauflösung angepasst wird. In vielen Fällen muss allerdings je nach Fragestellung entweder mit flachen Bildstapeln oder mit einer geringen Tiefen-Auflösung gearbeitet werden [2, 3, 5].

Eine hinreichend große Anzahl von Schichten lässt sich nur mit einem automatisierten Verfahren mit vertretbarem Aufwand erreichen. Manuelle Verfahren sind durch den hohen Zeitaufwand und der Fehleranfälligkeit in der Parallelität der Schichten nicht mehr Stand der Technik und werden nur in Einzelfällen durchgeführt [5, 6]. In Tabelle 1 sind unterschiedliche zerstörungsfreie und zerstörende Verfahren aufgeführt, mit Angaben zu Objektgrößen, minimalen Schichtdicken und lateralen Auflösungen.

Technique / Verfahren	Object size / Objektgröße	Lateral resolution / laterale Auflösung	Min. layer thickness / min. Schichtdicke	Principle / Prinzip
Atom probe tomography / Atomsondentomographie		0.1 – 10 nm	2.5 nm	Destructive / zerstörend
TEM tomography / TEM Tomographie		≈ 1 nm	–	Non-destructive / zerstörungsfrei
FIB/SEM / FIB/REM		0.01 – 10 μm	10 nm	Destructive / zerstörend
Micro-CT / Mikro-CT	≈ 1 mm	1.0 – 1000 μm	–	Non-destructive / zerstörungsfrei
A & V micro-millers / A & V Mikrofräser		1.0 – 1000 μm	1 μm	Destructive / zerstörend
3D metallography / 3D Metallographie	≈ 20 mm	≈ 1 μm	0.1 μm	Destructive / zerstörend

Table 1: Overview of different 3D imaging techniques [6, 7, 10–12].

Tabelle 1: Übersicht einiger 3D-Abbildungsverfahren [6, 7, 10–12].

In the past, 3D metallography was used to compare the resolution of pores in an additively manufactured Ti64 achieved by CT and serial sectioning techniques. [7] Pores and grain growth in an additively manufactured 316L as well as dendrites, segregation and pores in a cast nickel-base super alloy (CMSX-4®) could be reconstructed by means of 3D metallography [8, 9].

3D metallography systems relying on serial sectioning and light optical or scanning electron microscopic imaging have been developed by several groups and are in part commercially available, for example the systems *Genus_3D* (Nakayamadenki Co., Ltd., Tokyo, Japan), *Robo-Met.3D*® (UES, Inc., Dayton, USA) and *ELAVO 3D* (Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf, Germany) [2, 6, 13–15] which will be compared briefly in the following paragraphs in terms of design, working principle, advantages and disadvantages.

The *Genus_3D* is a compact unit, with the preparation device operating in a bolted full enclosure. The specimen holder is attached to a slide and travels between the preparation stations in a vertical linear movement. The slide either moves to the etching or the polish-

In der Vergangenheit wurde mittels 3D-Metallographie ein Vergleich durchgeführt, der die Auflösung der Poren eines additiv gefertigten Ti64 mittels CT und Serienschchnittverfahren gegenüberstellt [7]. Poren und Kornwachstum eines additiv gefertigten 316L und Dendriten, Segregation und Poren einer gegossenen Nickelbasis-Superlegierung (CMSX-4®) konnten mittels 3D-Metallographie rekonstruiert werden [8, 9].

3D-Metallographie-Systeme, die mit Serienschritten und licht- oder elektronenoptischer Abbildung arbeiten, werden von mehreren Gruppen entwickelt und sind teils kommerziell verfügbar. Dies sind z. B. *Genus_3D* (Nakayamadenki Co., Ltd., Tokyo, Japan) und *Robo-Met.3D*® (UES, Inc., Dayton, USA) sowie *ELAVO 3D* (Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf, Deutschland) [2, 6, 13–15], die im Folgenden hinsichtlich prinzipieller Bauweise, Funktionsweise, Vor- und Nachteilen kurz verglichen werden.

Genus_3D ist kompakt gebaut und umschließt den Präparationsapparat des Systems mit einer verschraubten Vollummantelung. Der Probenhalter ist mit dem Verfahrsschlitten fixiert und verfährt zwischen den Präparationsstationen linear vertikal. Wahlweise kann die Ätz- oder Po-

ing station. For polishing, the polishing station travels horizontally over the sample. The etchants and cleaning agents are applied to the sample through nozzles. Since travel is short and purely linear, a high repeatability accuracy in the location of imaging is achieved. As a result, a higher number of light microscopic images can be generated in the same time than with comparable systems which also require a larger installation space and involve longer and radial travel. Due to minimal degrees of freedom, integration of additional equipment is limited. To date, no further analysis options for system extension have been presented to the public [13, 14].

The preparation unit *Robo-Met.3D*[®] is protected by a windowed enclosure and also features doors for easy operator intervention from outside for specimen change or to provide access to a further robotic arm, for example. The specimen holder can move freely and is transferred between stations by a 3-axis robot. Preparation steps such as etching, grinding and polishing are comparable to conventional methods. For grinding and polishing, the sample is held against the respective discs and for etching and cleaning, is immersed into fluid containers by the robotic arm. Free movement of the specimen holder enables easy integration of other analysis systems. The *Genus_3D* and *Robo-Met.3D*[®] are both commercially available [6, 15].

In systems such as *LEROY* (Air Force Research Laboratory, Materials & Manufacturing Directorate, USA) and *RS^{3D}* (Naval Research Laboratory, USA), the basic operating principle of the *Robo-Met.3D*[®] has been extended to incorporate a scanning electron microscope [16, 17]. At Carnegie Mellon University, USA, an X-ray diffraction-based crystal structure analysis system for the structural characterization of individual grains has been implemented [18].

The system *ELAVO 3D* is not commercially available and most resembles the system pre-

lierstation angefahren werden. Zum Polieren fährt die Polierstation horizontal über die Probe. Das Ätz- und Reinigungsmittel wird mittels Düsen auf die Probe aufgetragen. Da die Fahrwege kurz und rein linear sind, entsteht eine hohe Wiederholgenauigkeit der Bildposition. Darüber hinaus können dadurch mehr lichtmikroskopische Bilder in der gleichen Arbeitszeit als bei vergleichbaren Systemen generiert werden, die einen größeren Bauraum und längere und radiale Fahrwege implizieren. Wegen der minimalen Freiheitsgrade ist das Einbinden von Erweiterungsmöglichkeiten eingeschränkt. Zurzeit existieren keine öffentlich vorgestellten Analyseerweiterungen für diese Anlage [13, 14].

Der Präparationsapparat des *Robo-Met.3D*[®] ist mit einer Maschineneinhausung geschützt. Die Umhausung ist vollverglast und mit Türen versehen. Das erleichtert das Eingreifen von außen, z. B. für einen Probenwechsel oder den Zugang eines weiteren Roboterarms. Der Probenhalter ist frei im Raum beweglich und wird von einem 3-Achs-Roboter zwischen den Stationen transportiert. Die Präparationsschritte Ätzen, Schleifen und Polieren sind hier mit konventionellen Methoden vergleichbar. Der Roboterarm drückt die Probe beim Schleifen und Polieren auf die Scheibe und taucht sie zum Ätzen und Reinigen in Flüssigkeitsbehälter. Der freie Transport des Probenhalters ermöglicht eine unkomplizierte Einbindung von anderen Analysesystemen. *Genus_3D* und *Robo-Met.3D*[®] werden kommerziell vertrieben [6, 15].

In Systemen wie *LEROY* (Air Force Research Laboratory, Materials & Manufacturing Directorate, USA) und *RS^{3D}* (Naval Research Laboratory, USA) wurde die grundsätzliche Funktionsweise des *Robo-Met.3D*[®] um ein Rasterelektronenmikroskop erweitert [16, 17]. An der Carnegie Mellon University, USA ist ein auf Röntgenbeugung basierendes Kristallstrukturanalysesystem zur Strukturbestimmung einzelner Körner implementiert [18].

Das System *ELAVO 3D* ist nicht kommerziell verfügbar und ähnelt dem hier vorgestellten

sented in this paper. Commercially available components, including a grinding and polishing machine and a scanning electron microscope were combined to create this system. Transfer of the freely movable specimen holder is achieved using a 6-axis robot [2].

2 The 3D system RASI – Robot-Assisted Automated Serial-Sectioning and Imaging

The 3D metallography system *RASI – Robot-Assisted Automated Serial-Sectioning and Imaging* (Figure 1) is a fully automated system for serial sectioning and imaging and was brought into operation by BAM (Berlin, Germany) in 2021. It prepares serial sections destructively by automatic grinding and polishing, followed by etching and light

System am meisten. Dafür wurden kommerziell vertriebene Komponenten zu einem System verbunden. Die Hauptkomponenten des Systems bestehen aus einer Schleif- und Poliermaschine und einem Rasterelektronenmikroskop. Die Überführung des frei beweglichen Probenhalters wird mit einem 6-Achs-Roboter realisiert [2].

2 3D-System RASI – Robot-Assisted Automated Serial-Sectioning and Imaging

Das 3D-Metallographie-System *RASI – Robot-Assisted Automated Serial-Sectioning and Imaging* (Bild 1) ist ein vollautomatisiertes System zur Serienschnittherstellung und Bildaufnahme, das von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) (Berlin, Deutschland) 2021 in Betrieb genommen wurde. Es erstellt Serienschritte zerstörend



Figure 1: The RASI system and its main components: 1 – QATM, QPOL 250 Bot, 2 – preparation robot, 3 – Universal Robots, UR5e, 4 – robotic gripper, 5 – robot terminal, 6 – etching unit, 7 – acid container, 8 – water and ethanol containers, 9 – Zeiss, Axio Observer 7, 10 – microscope power supply.

Bild 1: RASI-System mit Hauptkomponenten: 1 – QATM, QPOL 250 Bot, 2 – Präparationsroboter, 3 – Universal Robots, UR5e, 4 – Robotergreifer, 5 – Roboterterminal, 6 – Ätzmaschine, 7 – Säurebehälter, 8 – Wasser- und Ethanolbehälter, 9 – Zeiss, Axio Observer 7, 10 – Mikroskopnetzteil.

microscopic imaging at different magnifications. The setup of the *RASI* systems is comparable to that of the *ELAVO 3D*. Both systems consist of commercially acquired components connected with a 6-axis robot. Instead of a scanning electron microscope, the *RASI* system uses a light optical microscope. It also features an etching station comparable to the working principle of the *Genus_3D*.

The system comprises an automated grinding and polishing machine – *QATM, QPOL 250 Bot*, an etching and cleaning station developed at BAM as well as a light optical microscope – *Zeiss, Axio Observer 7* using the integrated software *ZEN core v3.2*. A 6-axis robot – *Universal Robots, UR5e* transfers the freely movable specimen holder between the stations.

The range of the robotic arm is 850 mm. Within this radius, it moves to the connected stations with an accuracy of position of ± 0.03 mm. This term refers to the level of accuracy in the robot's repetitive movement to a defined position. The specimen holder is moved using a 2-finger robotic gripper. Due to the freely programmable robotic arm, the existing stations can be arranged freely and additional stations can be implemented enabling the individual configuration of the entire system, if required, as well as adjusting task execution or sequence immediately. The robot program is connected to all stations by a Python interface and moves the robotic arm towards them if necessary.

The specimen holder is designed for cold and hot mounted samples with a diameter of $\varnothing 30$ mm (Figure 2). Once released by the robotic gripper, the specimen holder will automatically orient its three side grooves to the mating part in the preparation robot, the

durch automatisiertes Schleifen und Polieren, ätzt diese und erstellt lichtmikroskopische Aufnahmen bei unterschiedlichen Vergrößerungen. Der Aufbau des *RASI*-Systems ist vergleichbar mit dem des *ELAVO 3D*. Beide Systeme bestehen aus kommerziell erworbenen Komponenten, die mit einem 6-Achs-Roboter gekoppelt sind. Anstelle eines Rasterelektronenmikroskops wird im *RASI* ein Lichtmikroskop eingesetzt. Zusätzlich ist im *RASI*-System eine Ätzstation implementiert, vergleichbar mit der Funktionsweise des *Genus_3D*.

Das Gesamtsystem umfasst eine automatisierte Schleif- und Poliermaschine – *QATM, QPOL 250 Bot*, eine an der BAM entwickelte Ätz- und Reinigungsstation und ein Lichtmikroskop – *Zeiss, Axio Observer 7* mit *ZEN core v3.2* Software. Ein 6-Achs-Roboter – *Universal Robots, UR5e* überträgt den frei beweglichen Probenhalter zwischen den Stationen.

Die Reichweite des Roboterarms beträgt 850 mm und steuert in diesem Radius die gekoppelten Stationen mit einer Positions-Wiederholgenauigkeit von $\pm 0,03$ mm an. Diese beschreibt die Genauigkeit, die beim wiederholten Anfahren eines Punktes realisiert wird. Transportiert wird der Probenhalter durch einen 2-Finger-Greifer. Die freie Programmierung des Roboterarms ermöglicht es, die vorhandenen Stationen frei anzuordnen und bietet darüber hinaus die Möglichkeit weitere Stationen zu implementieren. So kann das Gesamtsystem individuell nach Bedarf konfiguriert und es können Anpassungen in der Durchführung oder Reihenfolge sofort vorgenommen werden. Via einer Python-Schnittstelle ist das Roboterprogramm mit allen Stationen verbunden und steuert diese bei Bedarf an.

Der Probenhalter nimmt kalt- und warmeingebettete Proben mit einem Durchmesser von $\varnothing 30$ mm auf (Bild 2). Beim Lösen des Robotergriffers richtet sich der Probenhalter mit den drei seitlichen Nuten am Gegenstück, das jeweils in den Präparationsroboter, dem Mik-

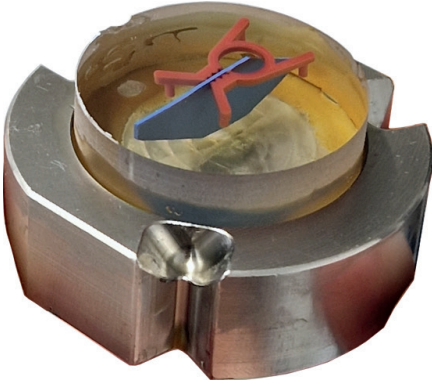


Figure 2: Specimen holder with a sample.

Bild 2: Probenhalter mit Probe.

microscope (Figure 3) and the etching station, respectively.

The preparation robot used for serial sectioning is freely programmable in terms of the sequence of layers, duration of preparation and cleaning. The disc changer accommodates 16 grinding and polishing discs with diameters of \varnothing 250 mm. For grinding and polishing, polishing agents or lubricant from 6 fluid containers can be applied through a nozzle head. The specimen holder is rigidly clamped in the three-jaw chuck of the preparation robot's mounting fixture and will be held against the disc with central pressure. Rigid clamping of the specimen holder enables a level of flatness which cannot be achieved by machines with degrees of freedom. Cleaning between individual polishing steps can be performed with water, ethanol, hot air and in an ultrasonic bath for any length of time.

The etching and cleaning stations enable etching with an etchant lasting for 1-2 days. Etching is performed by spraying the etchant



Figure 3: Robotic gripper with specimen holder above x-y microscope stage.

Bild 3: Greifer mit Probenhalter an X-Y-Mikroskopschiene.

roskop (Bild 3) und der Ätzstation eingebracht ist, automatisch aus.

Der Präparationsroboter zur Serienschneiderstellung ist frei programmierbar bezüglich Reihenfolge der Scheiben, Präparationsdauer und -reinigung. Das Magazin bietet Platz für 16 Schleif- und Polierscheiben mit Durchmessern von \varnothing 250 mm. Im Schleif- und Polierprozess werden über einen Düsenkopf Poliermittel oder Lubrikant aus 6 Füllbehältern in den Prozess eingebracht. Der Probenhalter ist durch ein Dreibeckenfutter starr in der Aufnahmevorrichtung des Präparationsroboters eingespannt und wird durch Zentraldruck an die Scheibe gedrückt. Die starre Aufnahme des Probenhalters ermöglicht eine Planheit, die durch Maschinen mit Freiheitsgrad nicht erreicht werden kann. Reinigungsschritte zwischen den Poliervorgängen können mit Wasser, Ethanol, Heißluft und einem Ultraschallbad in beliebiger Dauer durchgeführt werden.

Die Ätz- und Reinigungsstation ermöglicht das Ätzen mit einem haltbaren Ätzmittel (1-2 Tage). Das Ätzen erfolgt durch Hochdruckdüsen, die

onto the sample via high-pressure nozzles. The sample is cleaned with water and/or ethanol and subsequently dried with compressed air. In addition, a hot air fan offers the possibility of warming the material prior to etching and performing etchings at elevated temperatures of up to 100 °C. Higher temperatures can be realized. Etching and cleaning times are either adjusted via the robot control software or manually.

With the integrated *Zeiss – ZEN* software of the microscope, the region of interest (ROI) is freely selectable at objective magnifications of 2.5×, 5×, 10×, 20×, 50× and 100×. The color camera has a resolution of 5.07 megapixels.

Data processing is performed using the image processing software programs *ORS – Dragonfly* and *Reactiv IP – IPSDK*. Both programs produce quantitative output for datasets obtained during common serial sectioning. Grayscale analyses of groups of pixels are performed and processed using machine learning techniques (MLT) [19, 20]. Combined, these programs enable a precise alignment of the image stack. Alignment will correct mechanical drift which occurs during imaging. Additionally, a suitable interpolation technique for optimum reconstruction is selected which simulates material removal and generates a three-dimensional image at this position. Phase segmentation in the material via MLT can also be achieved with high accuracy reducing the time expended on evaluation. MLTs are a branch of artificial intelligence using a number of different algorithms to identify correlations and patterns [19].

3 Case studies on CFRP and conductive lines/ceramic

Two examples from microstructural analysis and semiconductor technology are provid-

das das Ätzmittel auf die Probe bestäuben. Danach erfolgt die Reinigung mit Wasser und/oder Ethanol mit anschließender Drucklufttrocknung. Zusätzlich bietet das Heißluftgebläse die Möglichkeit den Werkstoff vor dem Ätzvorgang zu erwärmen und Ätzungen bei erhöhter Temperatur bis zu 100°C durchzuführen. Höhere Temperaturen sind realisierbar. Die Ätz- und Reinigungsdauer sind sowohl über das Roboterprogramm als auch manuell einstellbar.

Die *Zeiss – ZEN* Software des Mikroskops bietet eine frei wählbare Region of Interest (ROI), die bei 2,5-, 5-, 10-, 20-, 50- und 100-facher Objektiv-Vergrößerung gewählt werden kann. Die Auflösung der Farbkamera beträgt 5,07 Megapixel.

Die Datenverarbeitung erfolgt mittels der Bildverarbeitungsprogramme *ORS – Dragonfly* und *Reactiv IP – IPSDK*. Beide Programme liefern quantitative Antworten auf Datensätze, die mittels gängiger Serienschneiderzeugung geliefert werden. Dafür werden Grauwertanalysen von Pixelgruppen durchgeführt und anhand Machine-Learning-Verfahren (MLV) verarbeitet [19, 20]. In Kombination ermöglichen die Programme ein präzises Alignment des Bildstapels. Das Alignment gleicht die mechanische Abweichung aus, die bei der Bilderzeugung entsteht. Zudem wird eine passende Interpolationsmethode für eine optimale Rekonstruktion gewählt. Diese simuliert den Materialabtrag und erzeugt an diesem Punkt ein dreidimensionales Bild. Ebenfalls lässt sich die Segmentierung von Phasen im Material mittels MLV mit hoher Trefferquote erzielen und verkürzt ebenfalls die beanspruchte Zeit für die Auswertung. Die MLV sind Teilbereiche der künstlichen Intelligenz, die verschiedene Algorithmen nutzen, um Zusammenhänge und Muster zu identifizieren [19].

3 Anwendungsbeispiele CFK und Leiterbahn/Keramik

Zwei Beispiele aus der Gefügeanalyse und der Halbleitertechnologie verdeutlichen das Poten-

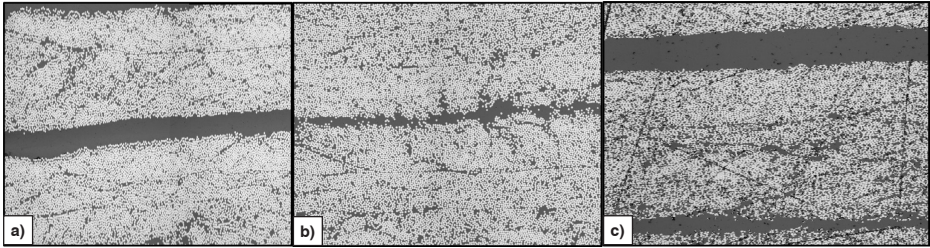


Figure 4a to c: Transverse sections of a CFRP of different qualities [21].

Bild 4a bis c: Querschliffbilder eines Carbonfaserverstärkter Kunststoff mit unterschiedlichen Qualitäten [21].

ed to highlight the potential of and the future challenges faced by the RASI system. Figure 4 shows some first light microscopic images of a carbon fibre reinforced polymer (CFRP) after fully automated preparation in the RASI system. A transverse section of a unidirectional layer system consisting of 16 layers with a total thickness of 2 mm is shown. Parameters for the preparation of the CFRPs as specified by the supplier (QATM) were used. In addition, parameters specified for non-automatic machines such as the polishing time and contact force were studied in individual polishing steps. A series of high-quality images was obtained after iterative optimization of these parameters. The aim was to specifically obtain high-quality series of images with a distance between the section planes of 1 – 3 μm (Figure 4a) and 20 – 30 μm (Figure 4b). The second case was selected since the material did not exhibit any notable changes at a small section distance (1 – 3 μm). Figure 4c is an example of a poor result obtained when modified or non-optimized parameters such as an increased contact force and/or shorter polishing times were used. Yet, poor results are not uncommon at the beginning of a process. In many cases, parameters specified by a supplier should be considered as a guideline and often require time-consuming optimization (1–2 working days). This additional amount of time needs to be taken into account in project planning [21].

tial und zeigen zukünftige Herausforderungen des RASI-Systems auf. Bild 4 zeigt erste lichtmikroskopische Aufnahmen eines Carbonfaser-verstärkten Kunststoffs (CFK) nach vollautomatischer Präparation mit dem RASI-System. Zu sehen ist der Querschliff eines unidirektionalen Schichtsystems, bestehend aus 16 Schichten mit einer Gesamtdicke von 2 mm. Dafür wurden Präparations-Parameter für das Präparieren von CFK verwendet, die der Hersteller (QATM) vorgibt. Darüber hinaus wurden Parameter untersucht, die für nicht automatisierte Maschinen vorgegeben sind. Bei den Parametern handelt es sich um die Polierdauer und den Anpressdruck der jeweiligen Polierstufe. Durch iterative Optimierung dieser Parameter sind qualitativ hochwertige Bilderreihen entstanden. Das Ziel war es, gezielt qualitative Bilderreihen mit Abständen zwischen den Schliffebene von 1 – 3 μm (Bild 4a) und 20 – 30 μm (Bild 4b) zu erzielen. Letzteres wurden gewählt, da das Material bei geringen Schliffebeneabständen (1 – 3 μm) keine merkliche Veränderung aufzeigte. Bild 4c zeigt beispielsweise ein mangelhaftes Ergebnis bei veränderten oder nicht optimierten Parametern, wie z. B. ein Erhöhen des Anpressdrucks und/oder Verkürzen der Polierzeiten. Allerdings sind mangelhafte Ergebnisse zu Beginn des Prozesses keine Seltenheit. Meist sind Hersteller-Parameter als Richtwert zu betrachten und benötigen teils zeitaufwendige Optimierungen (1 – 2 Arbeitstage). Dieser zusätzliche Zeitaufwand muss in die Projektplanung mit einbezogen werden [21].

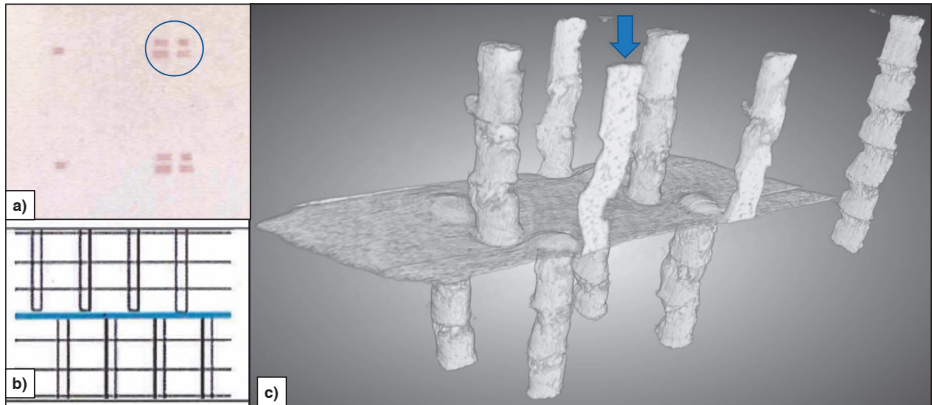


Figure 5a to c: Reconstructed vias in a low-temperature cofired ceramic (LTCC) [22].

Bild 5a bis c: Rekonstruierte Vias einer Low Temperature Cofired Ceramics (LTCC) [22].

Another example is the reconstruction of silver vias in a low-temperature cofired ceramic (LTCC). Figure 5a shows the top view with four vias and Figure 5b is a schematic side view with eight staggered vias and the connecting conductive layer in the centre. Figure 5c shows the eight conductive vias and the conductive layer in between, reconstructed and visualized using *Dragonfly* software. The blue arrow indicates the direction of the top view and one axially cut conductive via.

This case study revealed a non-conformity with the technical specifications (b) together with inhomogeneous regions in the silver columns (c, dark regions in the cut via). [22]

4 Potential of the RASI system

The *RASI* system provides exploitable data which can be used to reconstruct microstructural constituents, phases or defects. It is possible to create high-quality three-dimensional reconstructions of phases such as spheroidal graphite in cast iron, silver

Ein weiteres Beispiel bietet die Rekonstruktion von Silber-Vias in einer Low Temperature Cofired Ceramics (LTCC). Bild 5a zeigt die Aufsicht mit vier Kanälen und Bild 5a eine schematische Seitenansicht mit acht versetzten Kanälen und einer verbindenden mittleren Leiterschicht. Bild 5c zeigt die acht rekonstruierten Leiterkanäle mit dazwischen liegender Leiterschicht, die mithilfe der Software *Dragonfly* rekonstruiert und visualisiert wurden. Der blaue Pfeil zeigt die Richtung der Aufsicht und deutet auf einen axial geschnittenen Leiterkanal.

So konnten in Zuge der Untersuchung Abweichungen von der technischen Vorlage (b) und inhomogene Bereiche in den Silberbahnen festgestellt werden (c, dunkle Bereiche im geschnittenen Kanal). [22]

5 Potentiale des RASI-Systems

Das *RASI*-System liefert verwertbare Daten, aus denen Gefügebestandteile, Phasen oder Defekte rekonstruiert werden können. Phasen wie Kugelgraphit in Gusseisen, Silber-VIAS in LTCC und Kohlefasern in CFK können qualitativ hochwertig dreidimensional rekonstruiert

VIAS in LTCCs and carbon fibres in CFRPs and to reach section distances as small as 1–2 μm . This value may fluctuate due to inhomogeneity of the material's surface and quality. Theoretically, smaller distances are possible. In fully automated operation, the imaging rate per hour is 4–10 images with good resolution and depends on the material and the intended distance between the section planes. The effort required to set parameters before the start of automated preparation needs to be considered. The level of effort depends on the material and the phase in the material to be reconstructed.

The reconstruction of grain boundaries and phases in general, which can only be revealed by etching, is currently being developed. In this context, measures to optimize the etching station will be implemented and tested on conventionally and additively manufactured austenitic steels in the near future.

The integration of additional machines, for example an SEM (LEO 1530), is a realistic option and planned for the near future. Additional analysis options such as atomic force microscopy (AFM) for measuring the spatial resolution of the topography, electrical conductivity and electrical resistance, magnetic and electrostatic properties as well as hardness scanning or X-ray diffraction analysis (XRD) for crystal structure analysis are possible, though currently not envisaged for the *RAS/* system.

The current range of the 6-axis robot offers enough space to accommodate one or two additional (preparation/analysis) stations. By increasing the range of the robot, further stations can be implemented.

Further potential for automation is offered by the software used. Via a Python interface,

werden. Dabei werden Schichtabstände bis zu 1–2 μm zwischen den Schliffebene erreicht. Dieser Wert schwankt aufgrund der Inhomogenität der Werkstoffoberfläche und Qualität. Theoretisch sind noch kleinere Schliffebeneabstände möglich. Im vollautomatisierten Betrieb ist es möglich, 4–10 Bilder in der Stunde in guter Auflösung zu erstellen. Die Anzahl der aufgenommenen Bilder pro Stunde ist abhängig vom Werkstoff und dem angestrebten Abstand zwischen den Schliffebene. Berücksichtigt werden muss der Aufwand zur Parameterfindung vor dem Start der automatischen Präparation. Dieser Aufwand ist abhängig vom Werkstoff und von der zu rekonstruierenden Phase im Werkstoff.

Die Rekonstruktion von Korngrenzen und allgemein Phasen, die zur Sichtbarmachung geätzt werden müssen, befindet sich in der Entwicklung. Optimierungen an der Ätzstation sind hierfür erforderlich. Diese werden in naher Zukunft an konventionellen sowie additiv gefertigten austenitischen Stählen durchgeführt.

Integrationen von weiteren Maschinen sind realistisch und geplant, wie z. B. eine Erweiterung um ein REM (LEO 1530). Weitere Analysemöglichkeiten wie Rasterkraftmikroskopie (AFM) zur ortsaufgelösten Messung der Topografie, der elektrischen Leitfähigkeit bzw. des elektrischen Widerstands sowie der magnetischen und elektrostatistischen Eigenschaften sowie Härtescanner oder Röntgenbeugungsanalyse (XRD) zur Kristallstrukturanalyse sind möglich, zurzeit jedoch nicht für das *RAS/* System geplant.

Die derzeitige Reichweite des 6-Achs-Roboters bietet Platz für weitere ein bis zwei (Präparations-/Analyse-) Stationen. Wird die Reichweite des Roboters erhöht, können darüber hinaus noch weitere Stationen implementiert werden.

Weiteres Potenzial zur Automatisierung liegt in der verwendeten Software. *Dragonfly* und

both *Dragonfly* and *IPSDK* offer the possibility of being fully integrated into the preparation cycle of the robot. In doing so, a full microstructural analysis, from serial sectioning through to segmentation tasks, could be performed fully automatically once optimum parameters are selected.

The aim of the *RASI* system is to address quantitative problems using automation and to provide solutions which are otherwise unfeasible due to a lack of time or performance precision or for financial reasons. Systems using automated grinding for serial sectioning are already producing results. In this case, etching is performed rather conventionally making the calibration of the etching process somewhat difficult. Currently, the *RASI* system sprays acid onto the sample, but is expected to apply a more precise and more configurable etching once it is completed.

5 Acknowledgements

The authors would like to deeply thank Axel Kranzmann for initiating and advancing the project. Srinivasan Swaminathan is acknowledged for providing inspiration for a name.

References / Literatur

- [1] Ganti, A.; Geier, B.; Turner, B. J.; Jenkins, E. J.; Velez, M. A.; Hayes, B.: A Comparison of Porosity Analysis Using 2D Stereology Estimates and 3D Serial Sectioning for Additively Manufactured Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo Alloy, *Pract. Metallogr.* 54 (2017) 2, pp. 77–92. DOI:10.3139/147.110432
- [2] Tsai, S. P.; Konijnenberg, P. J.; Gonzalez, L.: Development of a new, fully automated system for electron backscatter diffraction (EBSD)-based large volume three-dimensional microstructure mapping using serial sectioning by mechanical polishing, and its application to the

IPSDK bieten via einer Python-Schnittstelle die Möglichkeit zur vollen Integration in den Präparationszyklus des Roboters. So wäre eine vollständige Gefügeanalyse, beginnend bei der Serienschneiderzeugung bis hin zur Segmentierung, nach der optimalen Parameterwahl, vollautomatisiert möglich.

Das Ziel des *RASI*-Systems ist quantitative Fragenstellungen automatisiert zu bearbeiten und Lösungen zu liefern, die aufgrund von Zeitmangel, Kostengründen oder mangelnder Präzision in der Ausführung nicht realisierbar wären. Systeme, die mit automatisiertem Schleifen zur Serienschneiderzeugung arbeiten, liefern bereits Ergebnisse. Hier wird auf eher konventionelle Weise geätzt, was die Kalibrierung der Ätzung schwer gestaltet. Das *RASI*-System bestäubt die Probe mit der Säure und soll, bei Fertigstellung, eine präzisere und besser konfigurierbare Ätzung aufbringen.

5 Danksagung

Hiermit wird Axel Kranzmann ein großer Dank für das Starten und Voranbringen des Projekts ausgesprochen, Srinivasan Swaminathan danken wir für die Inspiration zur Namensfindung.

- analysis of special boundaries in 316L stainless steel, *Rev. Sci. Instrum.* 93, 093707 (2022). DOI:10.1063/5.0087945
- [3] Bargmann, S.; Klusemann, B.; Markmann, J.; Schnabel, J. E.; Schneider, K.; Soyarslan, C.; Wilmers, J.: Generation of 3D representative volume elements for heterogeneous materials: A review, *Progress in Materials Science* (2018), pp. 322–384. DOI:10.1016/j.pmatsci.2018.02.003
- [4] Uchic, M. D.; Holzer, L.; Inkson, B. J.; Principe, E. L.; Munroe, P.: Three Dimensional Microstructural Characterization Using Focused Ion Beam To-

- mography, *MRS Bulletin Volumen 32* (2007), pp. 408–416.
DOI:10.1557/mrs2007.64
- [5] Spowart, J. E.: Automated serial sectioning for 3-D analysis of microstructures, *Scripta Materialia* 55 (2006), pp. 5–10.
DOI:10.1016/j.scriptamat.2006.01.019
- [6] Alkemper, J.; Voorhees, P. W.: Quantitative serial sectioning analysis, *Journal of Microscopy*, Vol. 201, Pt 3 (2001), pp. 388–394.
DOI:10.1046/j.1365-2818.2001.00832.x
- [7] Jolley, B. R.; Uchic, M. D.; Sparkman, D.; Chapman, M.; Schwalbach, E. J.: Application of Serial Sectioning to Evaluate the Performance of x-ray Computed Tomography for Quantitative Porosity Measurements in Additively Manufactured Metals, *Advances in Multimodal Characterization of Structural Materials*, Vol. 73, No. 11 (2021), pp. 3230–3239.
DOI:10.1007/s11837-021-04863-z
- [8] Fonda, R. W.; Rowenhorst, D. J.: Crystallographic Variability in Additive Manufacturing, *42ND RisØ International Symposium on Materials Science* (2022).
DOI:10.1088/1757-899X/1249/1/012007
- [9] Lu, Y.; Wang, M.; Wu, Z.; Jones, I. P.; Wickins, M.; Green, N. R.; Basoalto, H. C.: Three-dimensional analysis of dendrites via automated serial sectioning using a Robo-Met.3D, *MRS Communications* (2020), pp. 461–466.
DOI:10.1557/mrc.2020.45
- [10] Qiu, R.; Aboulfadl, H.; Bäcke, O.; Stiens, D.; Andren, H. O.; Halvarsson, M.: Atom probe tomography investigation of 3D nanoscale compositional variations in CVD TiAlN nanolamella coatings, *Microscopy and Microanalysis* 10 (Suppl 2), (2021), pp. 150–151.
DOI:10.1016/j.surfcoat.2021.127741
- [11] Jones, H. G.; Mingard, K. P.; Cox, D. C.: Investigation of slice thickness and shape milled by a focused ion beam for three-dimensional reconstruction of microstructures, *Ultramicroscopy* 139 (2014), pp. 20–28.
DOI:10.1016/j.ultramic.2014.01.003
- [12] Shkurmanov, A.; Krekeler, T.; Ritter, M.: Slice Thickness Optimization for the Focused Ion Beam Scanning Electron Microscopy 3D Tomography of Hierarchical Nanoporous Gold, *Nanomanufacturing and Metrology* 5 (2022), pp. 112–118.
DOI:10.1007/s41871-022-00134-w
- [13] Genus_3D Fully automated serial sectioning 3D microscope, Nakayamadenki Co., Ltd. (2017).
- [14] Adachi, Y.; Sato, N.; Ojima, M.; Nakayama, M.; Wang, Y. T.: Development of Fully Automated Serial-Sectioning 3D Microscope and Topological Approach to Pearlite and Dual-Phase Microstructure in Steels (2012).
DOI:10.1007/978-3-319-48762-5_6
- [15] RoboMetBrochure_12012023, UES, Inc. (2023).
- [16] Uchic, M.; Groeber, M.; Shah, M.; Callahan, P.; Shiveley, A.; Scott, M.; Chapman, M.; Spowart, J.: An Automated Multi-Modal Serial Sectioning System for Characterization of Grain-Scale Microstructures in Engineering Materials, *The Minerals, Metals & Materials Society* (2012), pp. 195–202.
DOI:10.1007/978-3-319-48762-5_30
- [17] Rowenhorst, D. J.; Nguyen, L.; Murphy-Leonard, A. D.; Fonda, R. W.: Characterization of Microstructure in Additively Manufactured 316L using Automated Serial Sectioning (2020).
DOI:10.1016/j.cossms.2020.100819
- [18] <https://www.ues.com/news/rmintegrations/>, accessed Juni 21, (2023).
- [19] <https://www.theobjects.com/dragonfly/index.html>, accessed Juni 21, (2023).
- [20] <https://www.reactivip.com/image-processing/>, accessed Juni 21, (2023).
- [21] Bajer, E.: Präparationsversuche mit CFK 3D-Anlage, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (2023).
- [22] Mieller, B.; Eddah, M.; Bajer E.; Markötter, H.; Kranzmann, A.: Destructive and non-destructive 3D-characterization of inner metal structures in ceramic packages, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (2023).

Bibliography

DOI 10.1515/pm-2023-0057

Pract. Metallogr. 60 (2023) 10; page 676–691

© 2023 Walter de Gruyter GmbH,

Berlin/Boston, Germany

ISSN 0032–678X · e-ISSN 2195–8599

Anton Lemiasheuski



(born in 1992) graduated in mechanical engineering at HTW (Hochschule für Technik und Wirtschaft) Berlin in 2023 and start his PhD in the same year. Since 2023 he is an employee at HTW Berlin and do his research at BAM (Bundesanstalt für

materialforschung und -prüfung) in 3D-metallography.

Dirk Bettge



(born in 1967) graduated in Material Science at TU Berlin in 1991 and received his PhD in 1997. Since 2001 he is an employee at BAM (Bundesanstalt für materialforschung und -prüfung) and has specialised in metallography, fractography, and failure analysis.