

# Quantitative Auswertung stereoskopischer REM-Bilder\*)

## Quantitative Analysis of Stereoscopic SEM Micrographs\*)

EDUARD ARZT, HELLMUT FISCHMEISTER

(Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben)

### Einleitung

Das Pressen von Metallpulvern ist in der Fachliteratur schon ausführlich behandelt worden<sup>1)</sup>. Bisher gibt es jedoch kein Modell, das auf einer realistischen physikalischen Basis eine quantitative Beschreibung des Preßvorgangs zuließe.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, die geometrischen Veränderungen, denen ein kugeliges Pulver mit einheitlicher Teilchengröße (270 µm) während des Pressens unterworfen wird, möglichst quantitativ als Funktion des Preßdrucks zu verfolgen, um so eine Grundlage für die Bildung eines physikalischen Modells zu schaffen.

Es gibt im wesentlichen zwei Mechanismen, die eine Verdichtung bewirken (Fig. 1): einerseits die plastische Verformung der Pulverteilchen an ihren Kontaktpunkten, andererseits die Abgleitung oder Umordnung einzelner Teilchen, die sich als Verschiebung der ursprünglichen Berührungspunkte bemerkbar macht. Die erforderlichen Messungen sind somit folgende:

- Messung der Fläche der Abplattungen zwischen den Pulverteilchen („Kontaktfläche“)
- Messung des Abstandes des Abplattungszentrums vom ursprünglichen Kontaktpunkt („Exzentrizität“).

### Messung der Kontaktflächen

Dazu bieten sich prinzipiell zwei Möglichkeiten an:

- a) Linearanalyse an einem Schliff (erlaubt die Bestimmung der gesamten Kontaktfläche)
- b) Messung der Durchmesser der einzelnen projizierten Kontaktflächen an einer REM-Aufnahme der Bruchfläche eines Preßlings.

\*) Vortrag anlässlich der 5. Internationalen Metallographie-tagung Leoben, 11. bis 13. Oktober 1978

### Introduction

The compaction of metal powders has received considerable attention in scientific publications<sup>1)</sup>. But so far no model is available which would allow a quantitative description of the compaction process on a rational physical basis.

It was the aim of this study to measure the geometric changes occurring during compression of a spherical, monosize powder (mean particle diameter 270 µm) as a function of compacting pressure.

There are essentially two mechanisms that contribute to the densification of a powder (fig. 1): 1) plastic deformation in the contact zones between individual particles; 2) sliding or "rearrangement" ("restacking") of particles, which takes the form of a migration of the contact points across the particle surfaces. Consequently, the following measurements are desired:

- area of contact flats between particles ("contact area")
- real distance between original contact point and center of the contact flat developed under a certain pressure ("eccentricity")

### Measuring the Contact Areas

In principle, two methods are available:

- a) lineal analysis performed on a polished plane section allowing the total contact area to be measured
- b) measuring the diameters of the projected contact areas on a SEM micrograph of a fracture surface of the compact.

\*) Paper presented at the Fifth International Metallography Meeting Leoben, October 11–13, 1978

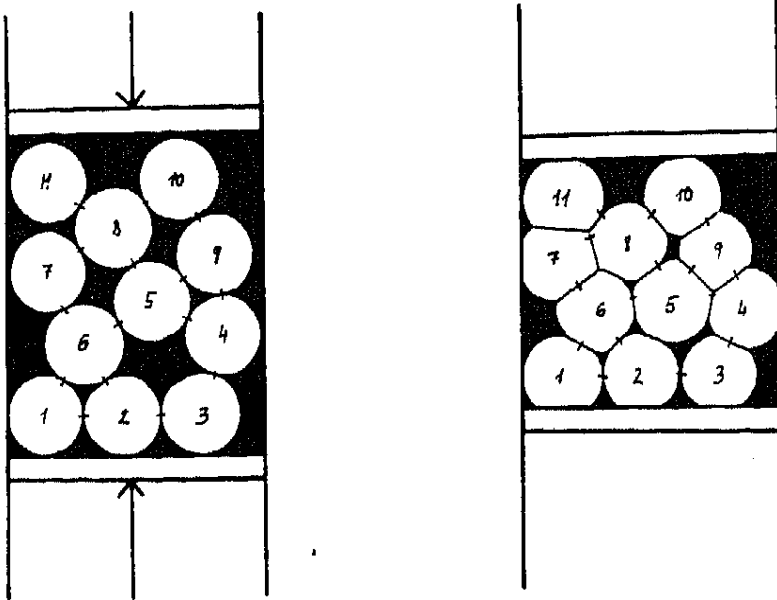


Fig. 1. Schematisches Modell der Pulververdichtung

Fig. 1. Simplified model for the compaction of powders

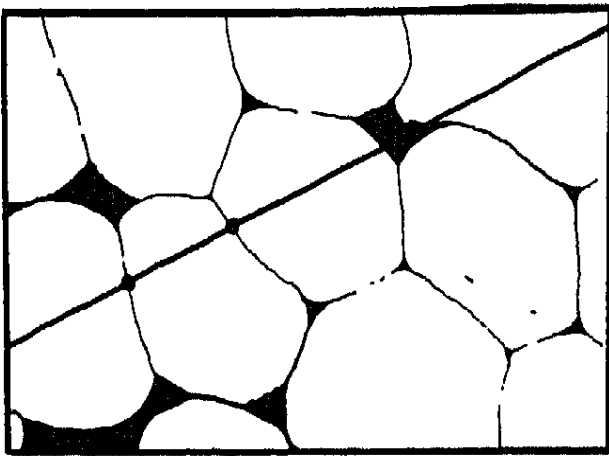


Fig. 2. Prinzip der Linearanalyse an einem Schliff zur Bestimmung der spezifischen Kontaktfläche

Fig. 2. Principle of lineal analysis on a polished plane section for measuring the specific contact area

$$S_v = 2 P_L$$

Bei der ersten Methode wird dem Schlibfbild, etwa mit einem Integrationsokular, eine gerade Linie mit zufälliger Richtung überlagert (Fig. 2). Eine Gerade der Länge  $L$  schneide nun die Kontaktflächen in  $P$  Punkten. Der Quotient  $P/L$  stimmt bei genügend guter Statistik mit der Hälfte der Gesamtkontaktfläche Metall-Metall im Einheitsvolumen  $S_v$  überein (vgl. z.B. <sup>2)</sup>)

In lineal analysis, a line of random orientation is superimposed on the cross section (e.g. by means of an integration eye piece) (fig. 2). Let us assume that such a straight line of length  $L$  intersects the contact areas in  $P$  points. Then the ratio  $P/L$  is numerically equal to half the total contact area per unit volume  $S_v$  (cf. e.g. <sup>2)</sup>)

$$P_L = \frac{P}{L} = \frac{1}{2} S_v.$$

Eine REM-Aufnahme einer Bruchfläche zeigt die Projektionen der verschieden orientierten Kontaktflächen (Fig. 3). Bestimmt man die Länge der längsten Sehne auf diesen Flächen, so kann man daraus eine durchschnittliche Kontaktfläche ermitteln; die Rechtfertigung

A SEM fractograph shows the projections of the randomly oriented contact areas (fig. 3). Measuring the length of the undistorted horizontal (i.e., the longest) chord on such a contact area, one can determine the size of the contact facet; the justification of this proce-

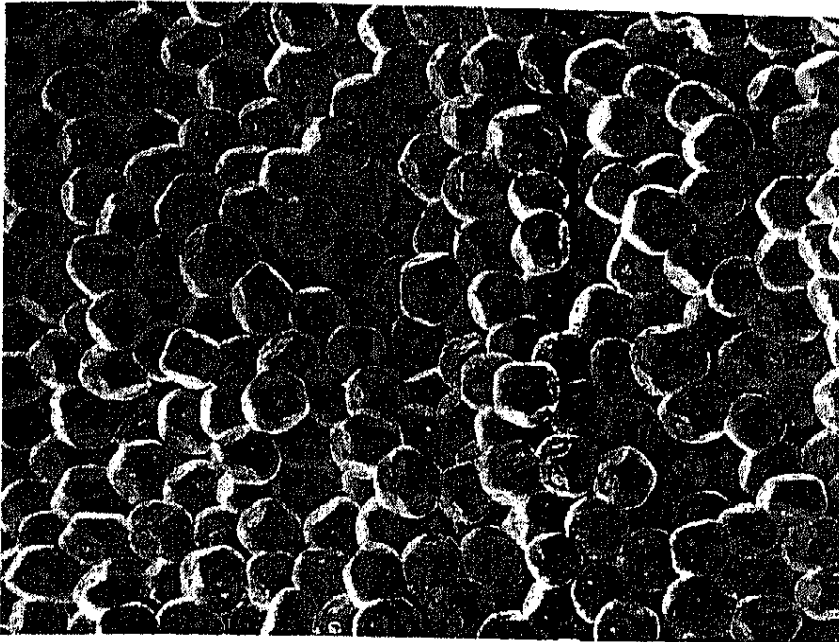


Fig. 3. REM-Aufnahme der Bruchfläche eines Bronzepreßlings (Preßdruck 0,8 GPa, 1 Stunde vorgesintert). Ursprüngliche Kontaktpunkte durch Sinterhälse markiert

Fig. 3. SEM-micrograph of a fracture surface of a bronze compact (compacted at 0.8 GPa, presintered for 1 hour). Initial contact points marked by sintered necks

dieser Methode beruht jedoch auf der Annahme, daß die Abplattungen kreisförmig sind, was zumindest bei niedrigen Preßdrücken gut erfüllt ist.

Um diese Ergebnisse mit denen aus der Linearanalyse vergleichen zu können, ist die Kenntnis der Anzahl der Kontakte auf einem Teilchen erforderlich. Unter einem Lichtmikroskop läßt sich diese „Koordinationszahl“ an den verformten Kugeln abzählen. Auf die Kontaktfläche im Einheitsvolumen rechnet man nun folgendermaßen um:

$$S_v = \frac{A \cdot Z}{2 \cdot V} (1 - u)$$

- A =  $D^2 \pi / 4$
- D = Länge der längsten Sehne
- Z = Koordinationszahl
- V = Volumen eines Teilchens
- u = Porosität

Der Faktor 2 trägt dem Umstand Rechnung, daß im Preßling jeweils zwei Teilchen einen Kontakt ergeben, der bei der Schlißanalyse einfach gezählt wird, beim Aufbrechen aber zwei Bruchflächen ergibt.

### Messung der Exzentrizitäten

Vor dem Pressen wurden die Kontaktpunkte zwischen den Kugeln durch einstündiges Sintern markiert. Dabei bildet sich ein kleiner Sinterhals zwischen je zwei einander berührenden

partikeln, jedoch, ist auf der Annahme der Kreisförmigkeit der Kontakte. Bei niedrigen Drücken ist dies eine gültige Annahme.

In order to compare the results with those of lineal analysis, we have to know the number of contacts per particle. This "coordination number" can be counted when inspecting the deformed spheres under a low power microscope. The total contact area per unit volume is then calculated as:

- A =  $D^2 \pi / 4$
- D = average length of horizontal chord
- Z = average coordination number
- V = volume of one particle
- u = porosity

The factor 2 appears because in the compact, each contact is shared by two particles. In lineal analysis, such contacts are counted once, after breaking for fractography, it has to be remembered that each facet belongs also to a particle on the other fracture surface.

### Measuring Eccentricity

Prior to compaction, the contact points between the spheres were marked by sintering for one hour, which leads to the formation of a small neck at the junction of every particle

Teilchen, der das Preßverhalten jedoch nicht wesentlich beeinflusst<sup>3</sup>). Wenn die Probe nach dem Pressen zerbrochen wird, reißen die Sinterhalse ab und bilden auf der Bruchfläche gut sichtbare Markierungspunkte für die Lage der ursprünglichen Kontaktpunkte. Liegt solch ein Punkt nun exzentrisch auf der Kontaktfläche — ist also die plastische Deformation nicht symmetrisch um den ursprünglichen Berührungspunkt erfolgt — so läßt dies auf einen Abgleichvorgang schließen, dessen Ausmaß man durch Messung des Abstands des Halses vom Mittelpunkt der Kontaktfläche abschätzen kann.

Da die Kontaktflächen jedoch zur Bildebene geneigt sind, läßt sich diese Abstandsbestimmung mit einer einzigen Projektion nicht durchführen, wir müssen uns der Stereotechnik bedienen<sup>4</sup>).

Man fertigt im Rastermikroskop zwei Bilder unter verschiedenen Betrachtungswinkeln an, indem man die Probe zwischen beiden Aufnahmen um einen bestimmten Winkel  $\phi$  (etwa  $10^\circ$ ) kippt (Fig. 4a und b). Die Kippachse legt man zweckmäßigerweise parallel zur einen Bildkante. Nachdem man die Bilder in einem Präzisionsstereobetrachtungsapparat zur „Deckung“ (d.h. stereoskopischen Ergänzung) gebracht hat, lassen sich korrespondierende Bildpunkte im linken und im rechten Teilbild mühelos markieren.

Die Koordinaten zweier Bildpunkte A, B im linken Teilbild seien  $x_1^A, y_1^A$  und  $x_1^B, y_1^B$ , die Koordinaten im rechten Teilbild  $x_2^A, y_2^A$  und  $x_2^B, y_2^B$  (Fig. 5). Der wahre Abstand (unter Berücksichtigung des Höhenunterschiedes im Präparat) ergibt sich folgendermaßen:

$$AB = \sqrt{\Delta x^2 + \Delta y^2 + \Delta z^2}$$

mit

with

$$\Delta x = \frac{x_1^A - x_1^B + x_2^A - x_2^B}{2 \cdot \cos(\phi/2)}$$

$$\Delta y = y_1^A - y_1^B = y_2^A - y_2^B$$

$$\Delta z = \frac{x_1^A - x_1^B - (x_2^A - x_2^B)}{2 \cdot \sin(\phi/2)}$$

pair. These necks hardly influence subsequent compaction<sup>3</sup>). After compaction the specimens were fractured; the ruptured necks then serve as marks of the initial contact points. Where plastic deformation during compaction was not symmetric with respect to the initial contact point — i.e., where sliding has occurred — the sintered neck as seen on the fracture surface will be eccentric with respect to the contour of the contact facet. The extent of sliding can be characterized by the distance between the neck and the geometrical center of gravity of the contact area.

Since the contact areas are randomly oriented, a single projection will not allow correct determination of eccentricity. A stereoscopic technique has thus to be utilized<sup>4</sup>).

Two pictures are taken in the SEM under slightly different angles. This can easily be realized by tilting the specimen by a certain angle  $\phi$  (about  $10^\circ$ ) (figs. 4a and b). For reasons of simplicity, the axis of tilt should be oriented parallel to an edge of the image. With the aid of a precision stereoscopic viewing device, corresponding points can easily be identified in the two images.

Now let the coordinates of two points A, B in the left image be  $x_1^A, y_1^A$  and  $x_1^B, y_1^B$ , in the right image  $x_2^A, y_2^A$  and  $x_2^B, y_2^B$  (fig. 5). The true three-dimensional distance is then:

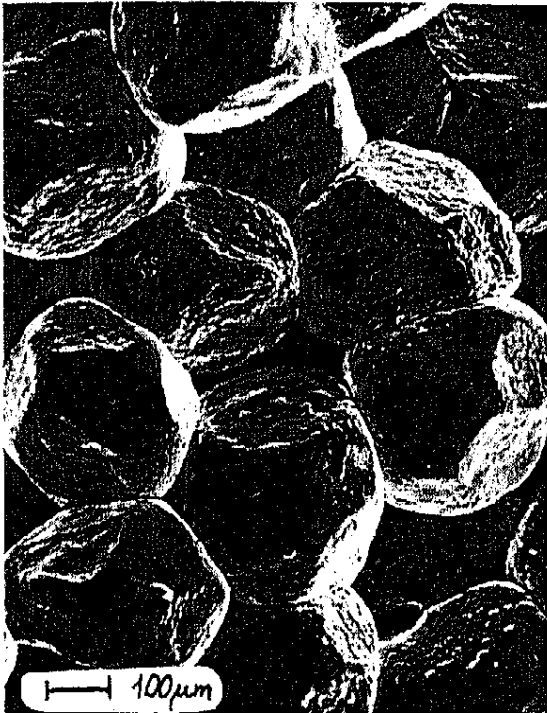


Fig. 4a und b. REM-Stereobildpaar eines Bronzeprässlings (Preßdruck 1 GPa, 1 Stunde vorgesintert), Kippwinkel 10°. Ursprüngliche Kontaktpunkte durch Sinterhalse markiert

Figs. 4a and b. Stereo pair of SEM fractographs of a bronze compact (compacted at 1 GPa, presintered for 1 hour), angle of tilt 10°. Initial contact points marked by sintered necks

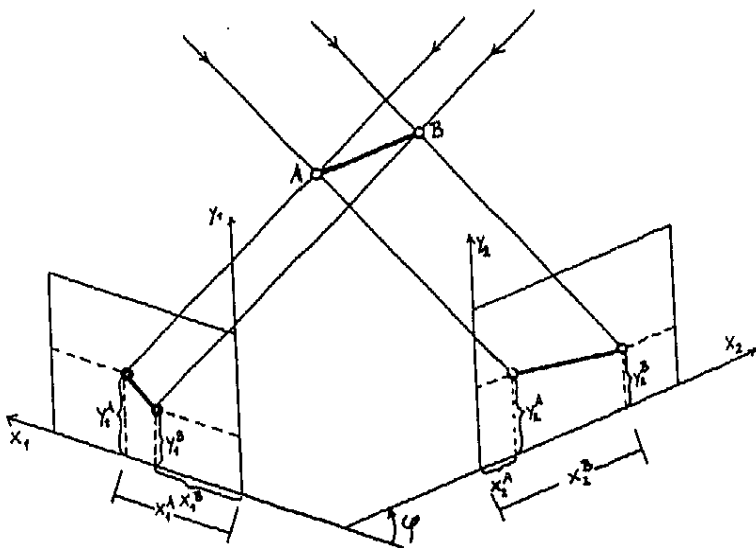


Fig. 5. Prinzip der Längenmessung mit Hilfe der Stereotechnik

Fig. 5. Principle of measuring the length with the aid of a stereo technique

### Halbautomatische Auswertung der Stereobildpaare

Die Ergebnisse einzelner Messungen sind wenig aussagekräftig, so daß erst das statistische Mittel über einen größeren Bereich im Präßling einerseits eine verlässliche Schätzung der Kontaktfläche und andererseits einen Indikator dafür liefert, ob Abgleitung stattgefunden hat oder nicht. Es ergibt sich also die Notwendigkeit von Reihenmessungen.

Mit einem elektronischen Digitalisierungsgerät, wie z.B. dem halbautomatischen Bildana-

### Semi-Automatic Evaluation of Stereo Pairs

Since the results of measurements on single particles show considerable variance, only statistical determination can give a reliable indication of any particle sliding that may have occurred.

Such numerous repetitive operations can be performed conveniently using a digitizing

lysegerät MOP<sup>5)</sup> bis 7), kann der Arbeitsaufwand beträchtlich reduziert werden. Man legt die Teilbilder richtig orientiert auf die Auswertplatte und braucht nur mit einem Taststift die einzelnen Punkte zu berühren. Im angeschlossenen Prozeßrechner werden die Koordinaten der berührten Punkte automatisch mit einer Auflösung von 0,1 mm festgehalten.

Die vorprogrammierten Funktionen des Gerätes lassen sich hierbei gut ausnützen. Einem vom Stift umfahrenen Flächenstück werden vom Rechner unmittelbar die Koordinaten des Schwerpunktes zugeordnet.

Solange die Kontaktflächen Kreise sind, stimmt der Schwerpunkt der projizierten Fläche genau mit dem projizierten Schwerpunkt der Abplattung überein. Sobald im Verlauf des Preßvorgangs jedoch einzelne Kontaktflächen sich berühren, entstehen Polygone, die meist asymmetrisch sind und daher die einwandfreie Ermittlung des Schwerpunkts aus der Projektion bei der Einzelmessung behindern. Man darf jedoch annehmen, daß das Mittel über die verschieden orientierten asymmetrischen Polygone eine verlässliche halbquantitative Aussage über die durchschnittliche Exzentrizität der Kontaktoberfläche gegenüber dem ursprünglichen Berührungspunkt und damit über den Abgleitvorgang zuläßt.

## Ergebnisse

Figur 6 zeigt die Kontaktflächen als Funktion des Preßdruckes nach der Auswertung im REM-Bild bzw. auf dem Schlibfbild. Wie erwartet machen sich die Diskrepanzen im höheren Druckbereich stärker bemerkbar. Die mittleren Exzentrizitäten sind in Fig. 7 dargestellt. Dabei fällt auf, daß bereits bei etwa 0,2 GPa Preßdruck ein Sättigungswert (im Rahmen der Meßgenauigkeit) erreicht wird, was bedeutet, daß die Umordnungsvorgänge bis dahin offensichtlich abgeschlossen sind.

Die quantitative Auswertung der Stereobilder von Bruchflächen erlaubt es somit, eine alte Hypothese über den Preßvorgang — zumindest für kugelige Pulver — zu bestätigen und (halbquantitativ) zu konkretisieren. Die Bedeutung der Meßergebnisse für die Erkenntnis der Vorgänge beim Pulverpressen wird an anderer Stelle ausgeführt<sup>3)</sup>.

board adapted for manual evaluation of micrographs, such as MOP<sup>5)</sup> to 7). The stereo images are placed on the board with correct orientation; then the points to be recorded are touched with a cursor, which transmits their coordinates to a connected microprocessor. There they are recorded with a resolution of 0.1 mm.

One of the built-in operating models allows the direct determination of the center of gravity of a contact area whose outline has been traced with the cursor.

The center of gravity of a projected area will coincide with the projection of the center only if the areas are of suitable symmetrical, e.g. circular, shape. Therefore the reliability of this method will diminish as soon as contact flats impinge on each other on the sphere surface. It can be argued, however, that the statistical mean over many non-circular contact areas will still provide a reliable semi-quantitative indicator for the occurrence of particle re-stacking.

## Results

Figure 6 shows the areas of contact as a function of compaction pressure according to stereoscopic fractograph measurements and lineal analysis, respectively. As expected, the discrepancies are more pronounced in the higher pressure range. The mean eccentricities are depicted in fig. 7. This curve reaches a saturation value at about 0.2 GPa, indicating that the rearrangement process is completed at this stage of compaction.

The quantitative analysis of stereo micrographs has permitted us to confirm an old hypothesis about densification mechanisms — at least for spherical powders. The implication of these results for the understanding of the compaction process has been discussed elsewhere<sup>3)</sup>.

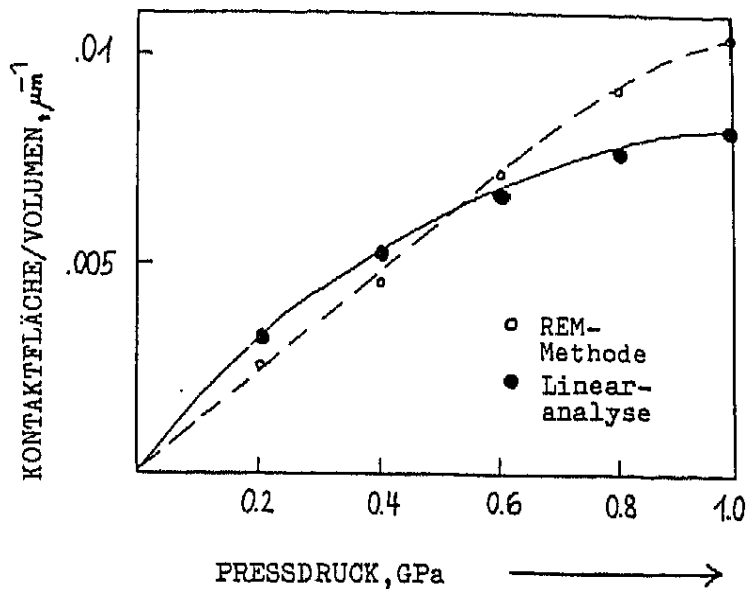


Fig. 6. Spezifische Kontaktflächen als Funktion des Preßdruckes, gemessen mit Linearanalyse bzw. REM

Fig. 6. Specific contact areas as a function of pressure, measured by lineal analysis and stereoscopic fractograph evaluation, respectively

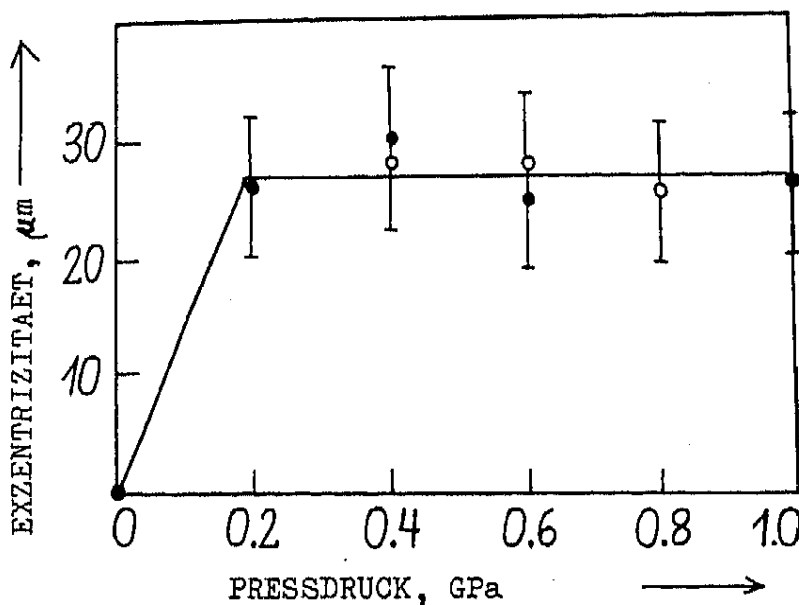


Fig. 7. Ergebnisse der Exzentrizitätsmessungen als Funktion des Preßdruckes

Fig. 7. Eccentricities as a function of compacting pressure

Die hier beschriebenen Methoden zur Flächen- und Längenmessung in drei Dimensionen sind jedoch auch auf eine Vielzahl anderer Probleme, bei denen die Charakterisierung von Strukturen eine Rolle spielt, anwendbar.

The methods of measuring areas and distances in three dimensions that are described here are applicable to a variety of other problems where structural characterizations are involved.

### Zusammenfassung

Um eine realistische physikalische Grundlage für eine quantitative Beschreibung des Preßvorganges zu schaffen, müssen die geometrischen Veränderungen, die im Pulver während des Pressens ablaufen, gemessen werden.

### Summary

In order to provide a realistic physical basis for a quantitative description of the compaction process, it is necessary to measure the geometrical changes that occur in a powder during compaction.

In einem kugeligen Bronzepulver wurden die Kontaktflächen zwischen den einzelnen Teilchen in Abhängigkeit vom Preßdruck gemessen, und zwar mit Hilfe von REM-Bruchflächenaufnahmen und durch Linearanalyse an Schliffen.

In a spherical bronze powder the areas of contact between the individual particles were measured as a function of pressure by evaluation of SEM fractographs and by standard lineal analysis on polished sections.

Außerdem wurden die Abstände zwischen

Secondly, the distances between the initial

den ursprünglichen Kontaktpunkten und den Schwerpunkten der Kontaktflächen durch eine stereographische Analyse von REM-Aufnahmepaaren von Bruchflächen ermittelt und damit der Betrag der Abgleitung bestimmt.

#### Literatur/References

- 1) G. BOCKSTIEGEL, J. HEWING, Arch. Eisenhüttenwesen 36 (1965) 751
- 2) H. FISCHMEISTER, Powder Metall. Intern. 7 (1975) 178
- 3) H. FISCHMEISTER, E. ARZT, L. OLSSON, Powder Met. 21 (1978) 179

Angenommen: 12. Juli 1979  
Autorenübersetzung

Anschrift der Verfasser/Authors' address:

Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, A-8700 Leoben

contacts and the centers of gravity of the contact flats were measured by stereographic analysis of SEM fractograph pairs to assess the amount of particle sliding.

- 4) H. KRAUSE, Freiburger Forschungsh. A 485 (1970) 49
- 5) „MOP“-Information Brochure, KONTRON Meßgeräte, München (1977)
- 6) G. HILLJE, G. REDMANN, Prakt. Metallographie 13 (1976) 629
- 7) E. EXNER, Prakt. Metallographie 15 (1978) 15

Accepted: July 12, 1979  
Translated by the authors

Lehrgang im Rahmen des Kontaktstudiums:

## Struktur von Metall- und Legierungsschmelzen sowie von metallischen Gläsern

Termin: 3. bis 7. Dezember 1979

Leitung: Prof. Dr. S. Steeb

Ein Lehrgang für wissenschaftliche Mitarbeiter auf den Gebieten Physik und Chemie und aus allen Bereichen von Industrie bzw. Forschung, die sich über dieses Gebiet informieren und weiterbilden möchten.

Der Lehrgang wird in Zusammenarbeit mit der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde e.V., Oberursel, durchgeführt.

Inhalt:

Beugungstheoretische Grundlagen im Intensitätsraum — Übergang vom Intensitätsraum in den Realraum — Totale und partielle Interferenz- und Paarkorrelationsfunktionen — Koordinationszahlen, Koordinationsradien und Nahordnungsparameter — Bestimmung des Anteils von Agglomeraten in binären Systemen — Experimentelles Vorgehen I — Röntgenbeugung — Neutronenbeugung — Partielle Strukturfaktoren und deren Ermittlung — EXAFS — eine moderne Methode zur Ermittlung struktureller Daten in amorphen Stoffen — Experimentelles Vorgehen II — Neutronen-

beugung — Zusammenhang zwischen Struktur und anderen physikalischen Eigenschaften von Schmelzen I — Zusammenhang zwischen Struktur und anderen physikalischen Eigenschaften von Schmelzen II — Ergebnisse an Elementschmelzen und monoatomaren amorphen Stoffen — Ergebnisse an Legierungsschmelzen und binären amorphen Stoffen — Magnetische Eigenschaften amorpher Substanzen, Grundlagen des Magnetismus — Ferromagnetismus in amorphen Substanzen — mögliche Anwendungen amorpher Ferromagnete — Magnetische Neutronenstreuung an Schmelzen und amorphen Substanzen — Grundlagen — exp. Durchführung — verschiedene Beispiele.

Programmanforderung und Anmeldungen erbeten an

Technische Akademie Esslingen, Fort- und Weiterbildungszentrum, Postfach 12 69, 7302 Ostfildern 2 (Nellingen), Telefon (07 11) 34 20 26, Telex 7-256 475 akes d