

Digitale Bildverarbeitung in der Materialforschung: Bildaufnahme und – auswertung

Schwerpunkt: Elektronenmikroskopie

Dr. Jens Krieger, Olympus Soft Imaging Solutions GmbH, Münster/ DE

Elektronenmikroskopie in der Materialforschung

• Elektronenmikroskopie findet Anwendung in...

- Qualitätssicherung
- Charakterisierung neuer Materialien
- Nanotechnologie
- Katalysatorforschung (Pt, Au, ...)
- Kristallstrukturanalysen
- Stahl- und Eisenforschung



Elektronenmikroskopie in der Materialforschung

• Motivation

- Leistungsfähigere, neue Materialien mit neuen Eigenschaften
- Bessere (billigere) Herstellungsverfahren
- Miniaturisierung bei elektronischen Bauelementen (Mikro-/ Nanostruktur)
- Gefüge von Materialien
- Atomare Struktur von Kristallen inkl. Kristallfehler
- Elektronische Struktur eines Festkörpers
- Supraleiter, Ferroelektrika, thermoelektrische Materialien
- Ultradünne magnetische Schichten
-

Elektronenmikroskopie in der Materialforschung

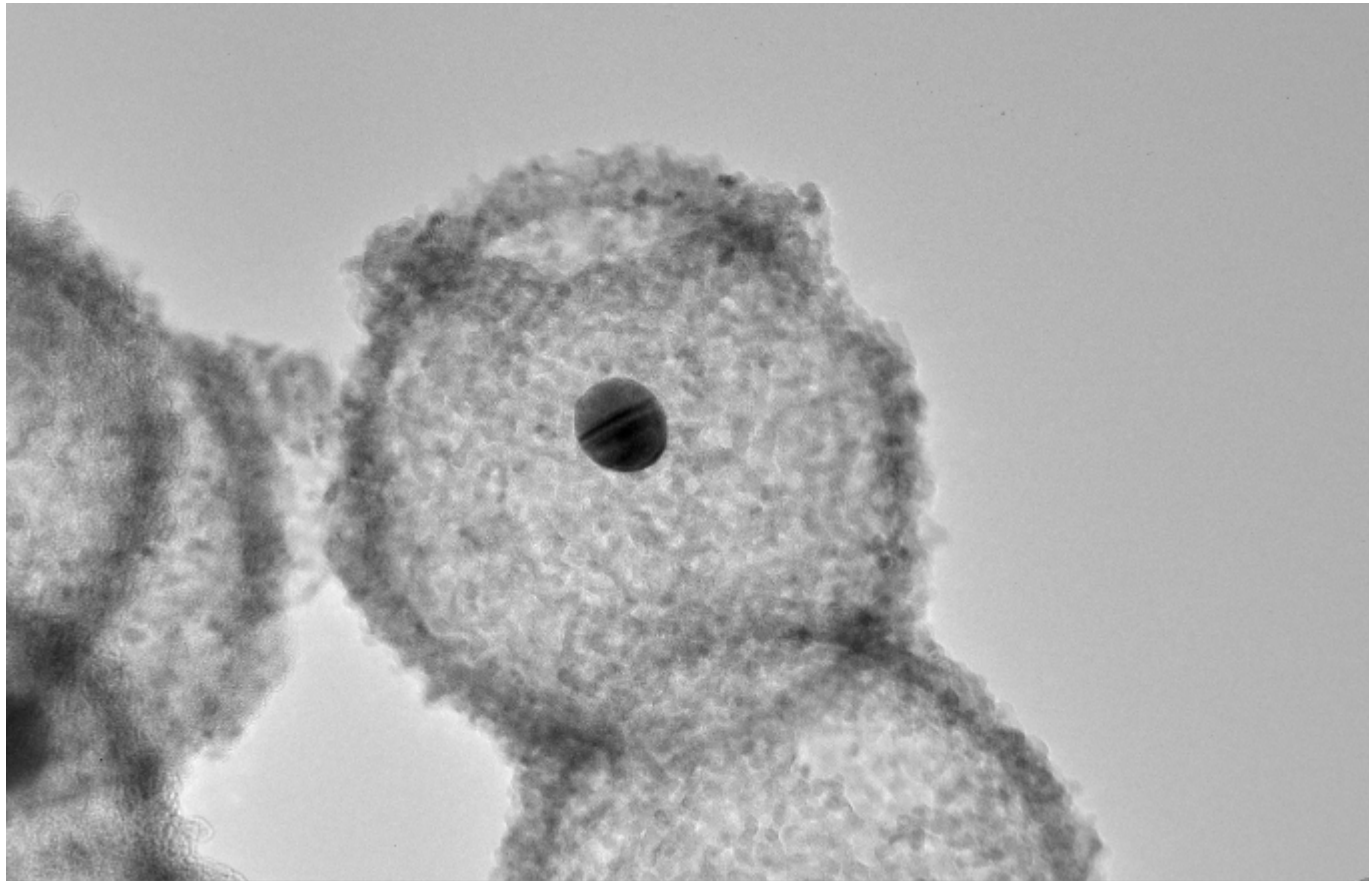
- **Methoden**

- Rasterelektronenmikroskopie (SEM)
 - Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)
 - STEM
 - HR-TEM
 - Holografie
 - ...
-
- Jeweils verbunden mit weiterführenden Analysen, z.B. Elementanalysen (EDX, EFTEM, ...), Tomografie, ...

Elektronenmikroskopie in der Materialforschung

• **Vorgaben bzw Bedingungen**

- Hohe Dichte der Materialien (Stahl...)
 - Verlust der Transmission (“schwierige Lichtverhältnisse”)
 - Aufwändige Präparationsmethoden (“ausdünnen”)
 - Materialinstabilität
 - Veränderung der Materialien unter dem Elektronenstrahl (un-/beabsichtigt)
 -
- → extreme Herausforderung an die bildgebenden Verfahren

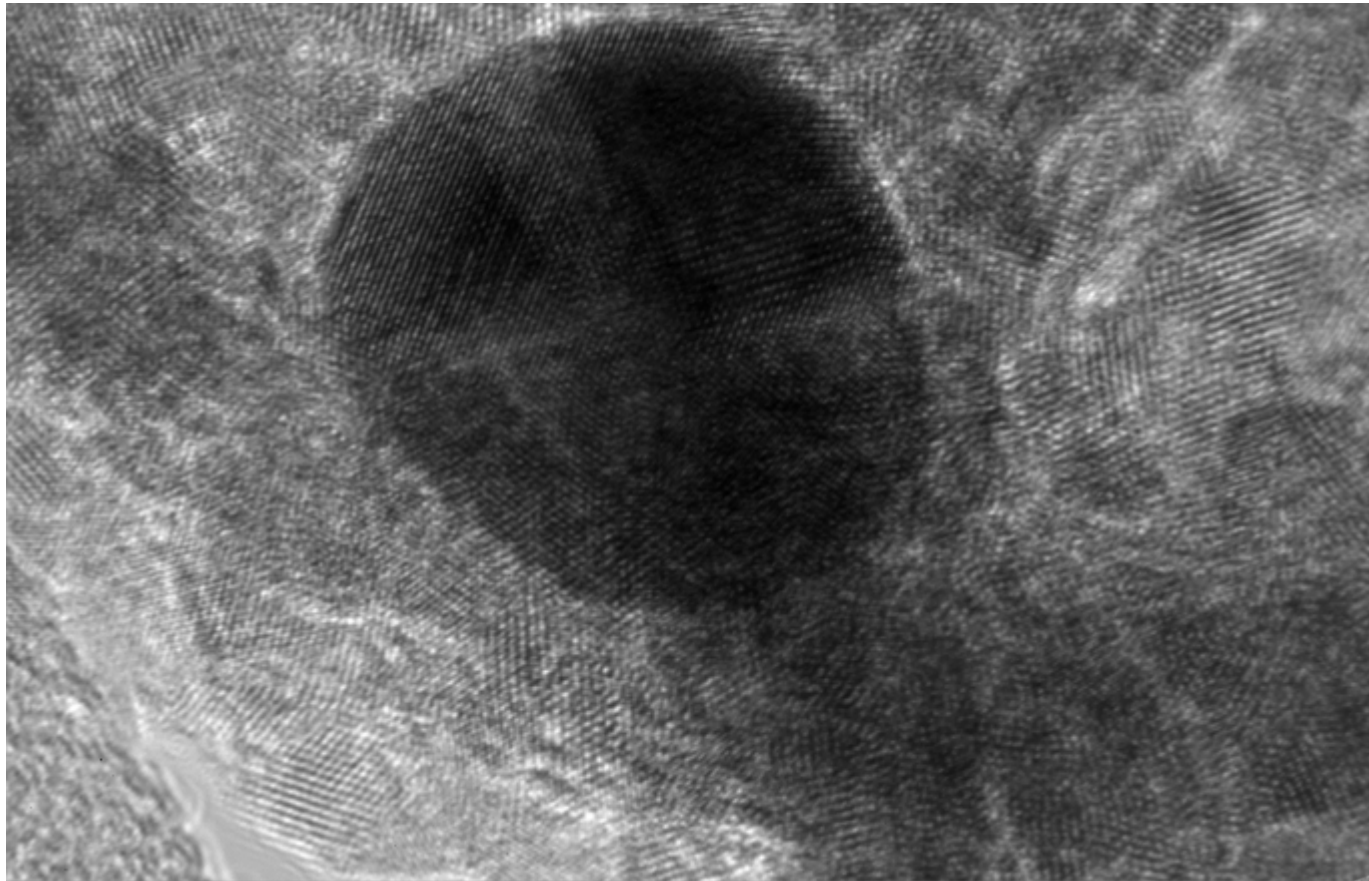


Beschleunigungsspannung	Vergrößerung
200 kV	200000 x

200 nm

AuZrO_{11} – TEM: Hitachi HF-2000, Camera: OSIS Quemesa 11 MegaPixel





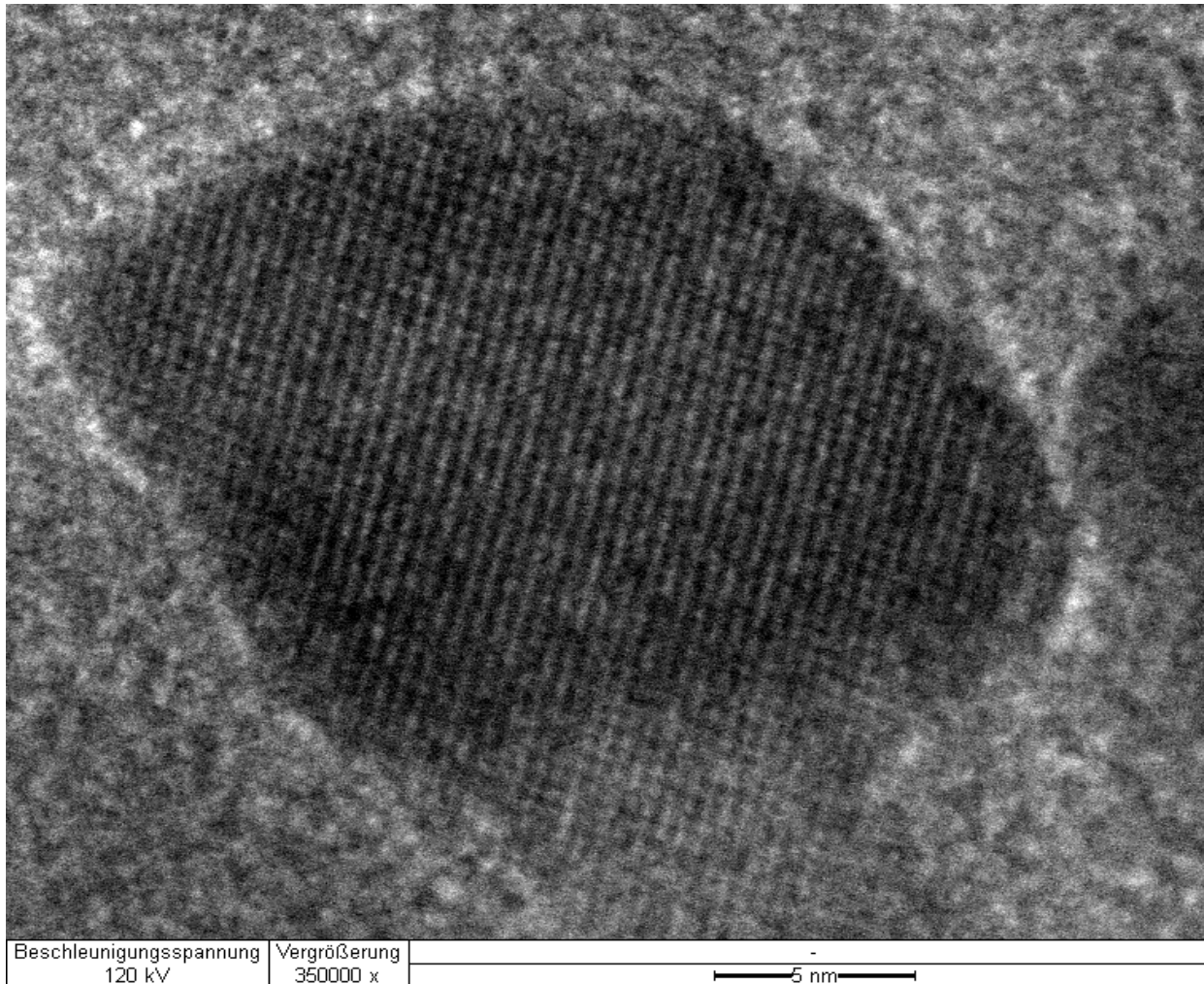
Beschleunigungsspannung	Vergrößerung
200 kV	1200000 x

-
— 20 nm —

AuZrO_{11} – TEM: Hitachi HF-2000, Camera: OSIS Quemesa 11 MegaPixel

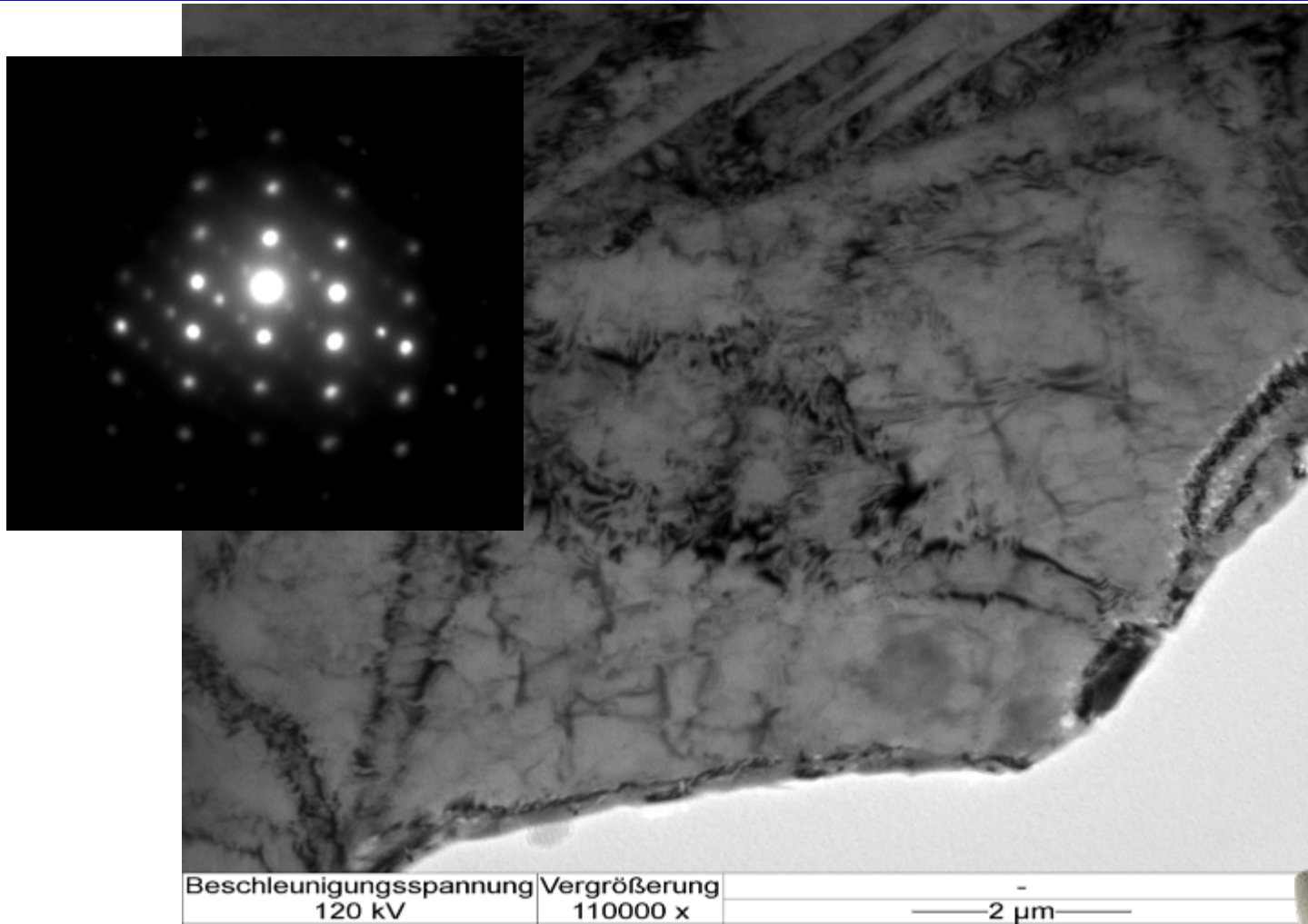
Vergrößerung: 1.200.000 → extrem geringe Dynamik





$(\text{Vo})_2 \text{P}_{207} \text{S}_{217}$ (Zeolite) – TEM: Hitachi H-7650, Camera: OSIS KeenView

Zeolite sind extern instabil unter dem Elektronenstrahl



Dislocations in steel – TEM: FEI Tecnai 12, Camera: OSIS Veleta 4 MegaPixel

Elektronenmikroskopie in der Materialforschung

- Ein kurzer Blick zurück....

Frühe Mikroskopie

1590: Zaccharias Janssen und sein Sohn Hans benutzten als Erste geschliffene Linsen aus Glas und beobachteten Vergrößerungs-„Eigenschaften“

Anthony van Leeuwenhoek (1632-1723) wird als der Begründer der Mikroskopie angesehen

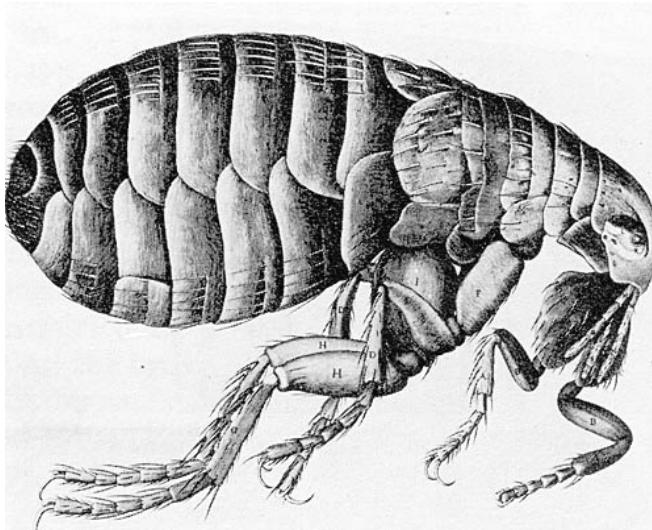


Dokumentation ohne Fotografie

Wissenschaftler mussten das was sie sahen zeichnen

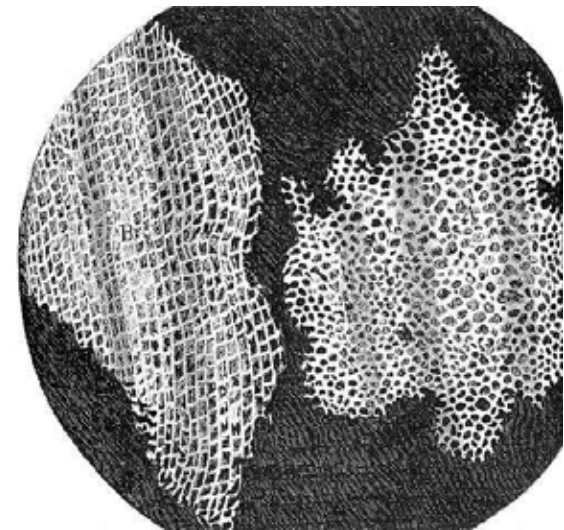
Langsam und aufwändig

Kunst oder Wissenschaft?



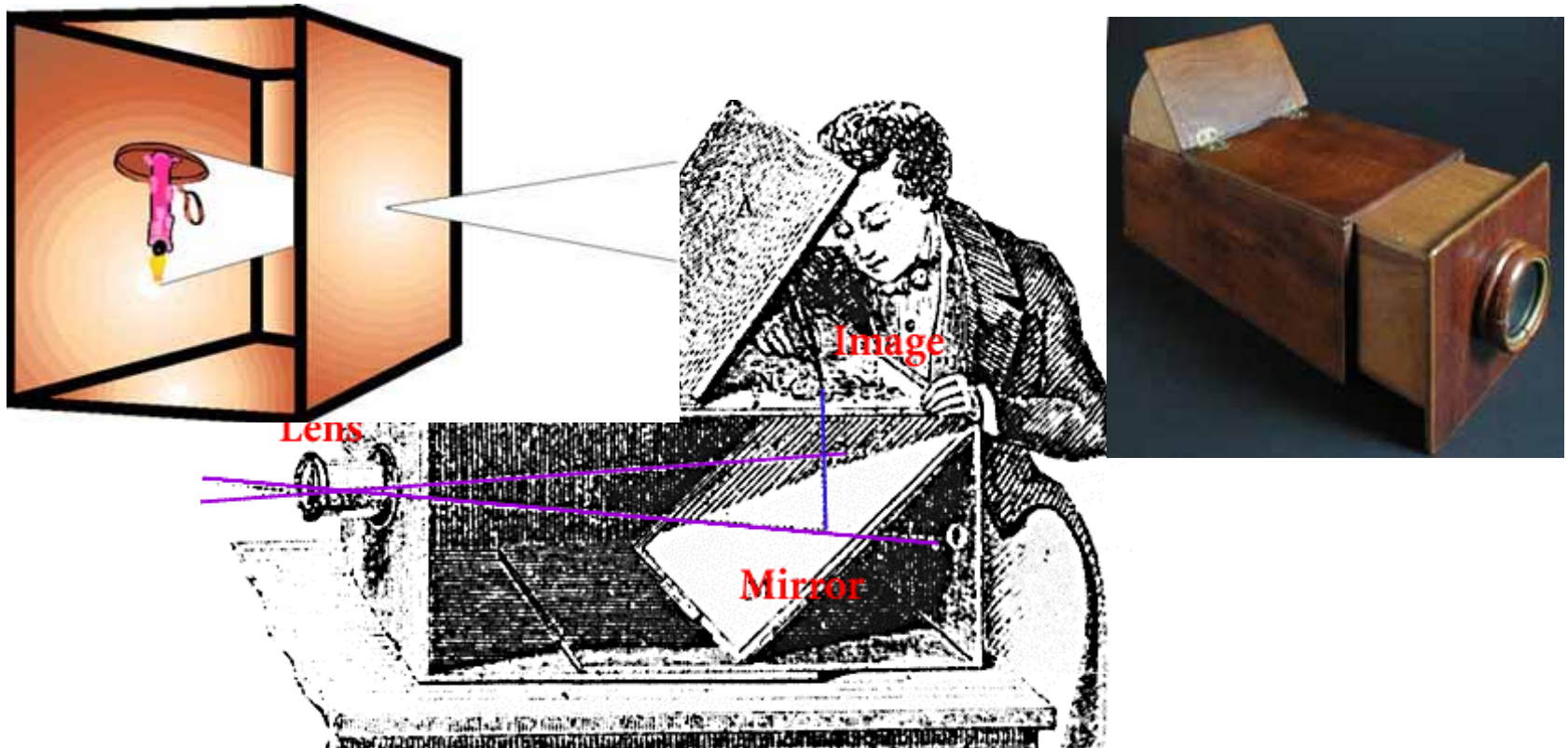
Floh

(*Micrographia*: R. Hooke, 1665)



Kork

Die *camera obscura*



Erste Möglichkeit, das Gesehene direkt abzubilden

Konvergenz von Fotografie und Mikroskopie



Kontinuierliche Weiterentwicklung ergibt immer bessere Kameras

Kameras sind angepasst, um an jedes Mikroskop zu passen

Konvergenz erlaubte einfache und schnelle Verbreitung wissenschaftlicher Resultate

Objektive Dokumentation der Ergebnisse

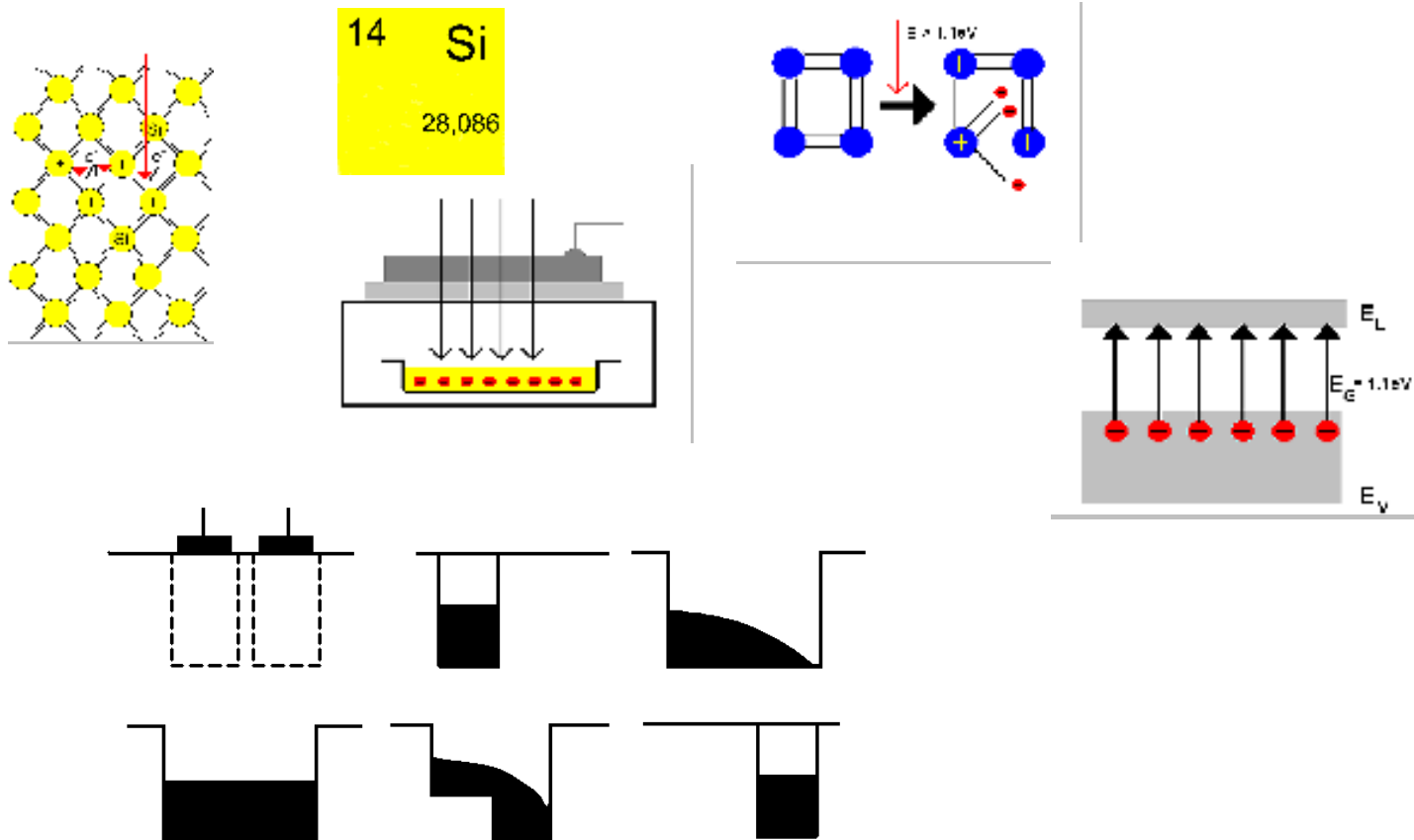
Historische Mikroskope: TEM



Moderne Mikroskope: TEM



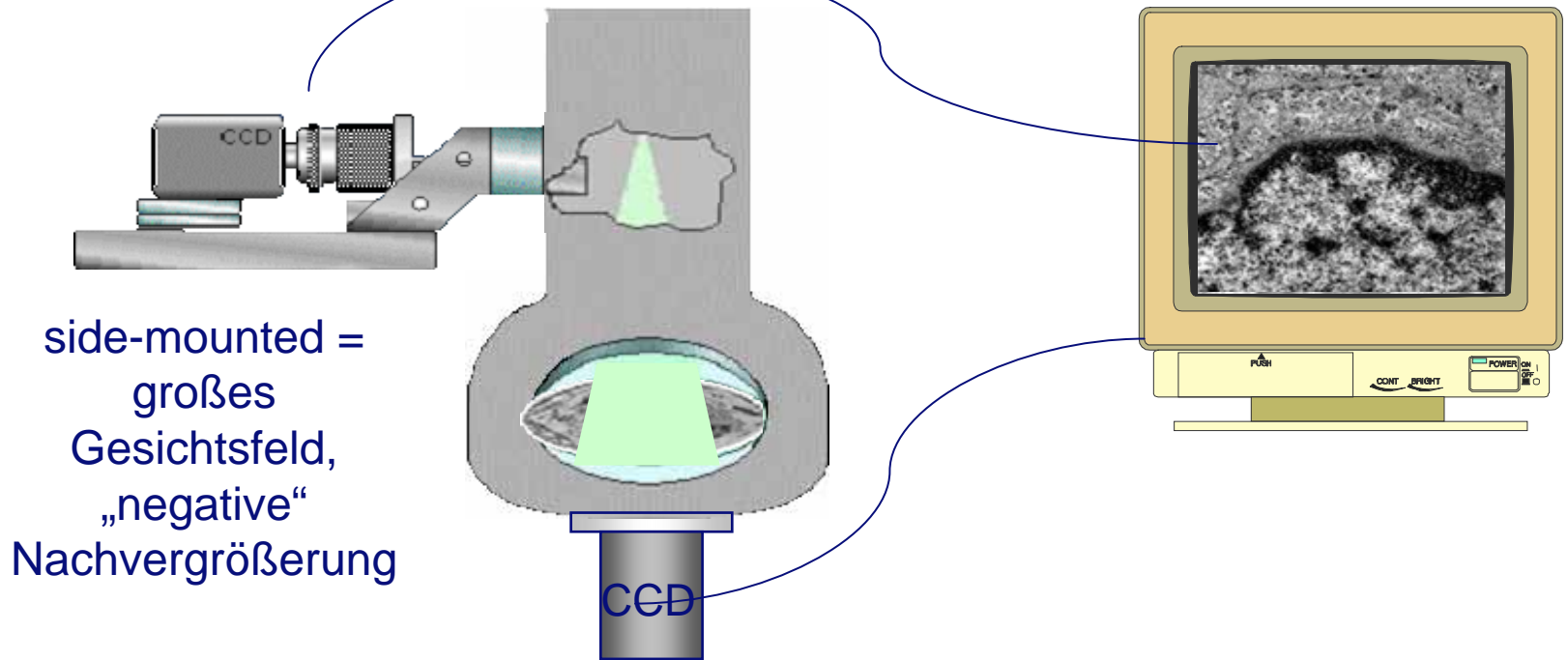
Keine modernen Mikroskope ohne digitale Bildaufnahme



Vergleich Analog - Digital

	Analoger Film	Digitale Kamera
Effektiver Bereich [mm]	80 x 90	Min. 60 x 60
Pixel	bis 50.000 x 50.000	bis 8192 x 8192 (und mehr)
Dynamik	~10 bit	12 bit – 16 bit
Verlauf	Nicht – linear (< 5%)	Linear (< 0,5%)
Automatische Mess- und Korrekturfunktionen	-	Standard - Software
Quantifizierung	Kompliziert – Einscannen/ Kalibrierung	Direkt – Software
Anzahl der Bilder	30 – 40 pro Lad.	Unbegrenzt - theoretisch
Benutzung	Kompliziert	Einfach- theoretisch
Sensitivität	10 Silberkörner/ e ⁻	~ 10 – 0.1 „counts“ / e ⁻
Stabilität des Bildes (unentwickelt)	Einige Wochen	Unbegrenzt - theoretisch

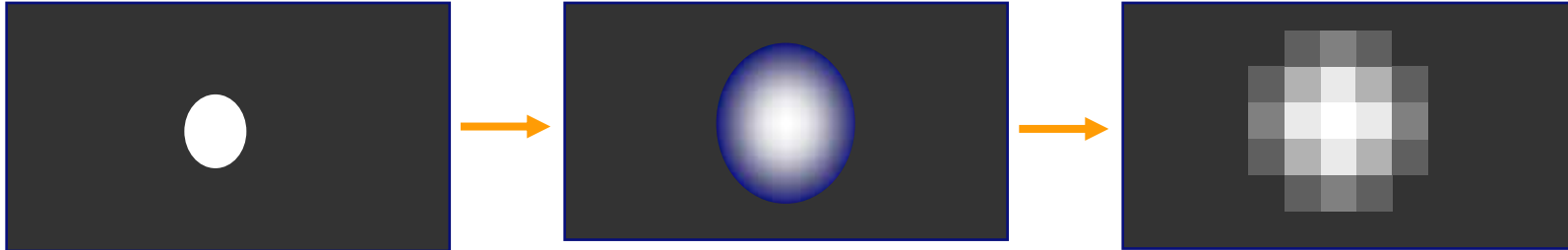
Kamerakonzepte



side-mounted =
großes
Gesichtsfeld,
„negative“
Nachvergrößerung

bottom-mounted –
kleines
Gesichtsfeld, hohe
Nachvergrößerung

Funktionsdiagramm einer digitalen EM Kamera



Eingangssignal

Elektronenverteilung
wird als Bild
detektiert

Konversion & Übertragung

Elektronen werden
zu Photonen
konvertiert;
Übertragung
geschieht durch
Optik

Detektion

Auflösung der
Verteilung des
übertragenen
Lichtsignals durch
die Bildelemente
(Pixel) des
CCD/CMOS

Signal zu Rausch Verhältnis (SNR)

- Verringerung der Elektronendosis → geringerer Kontrast durch Anstieg des Elektronenrauschens

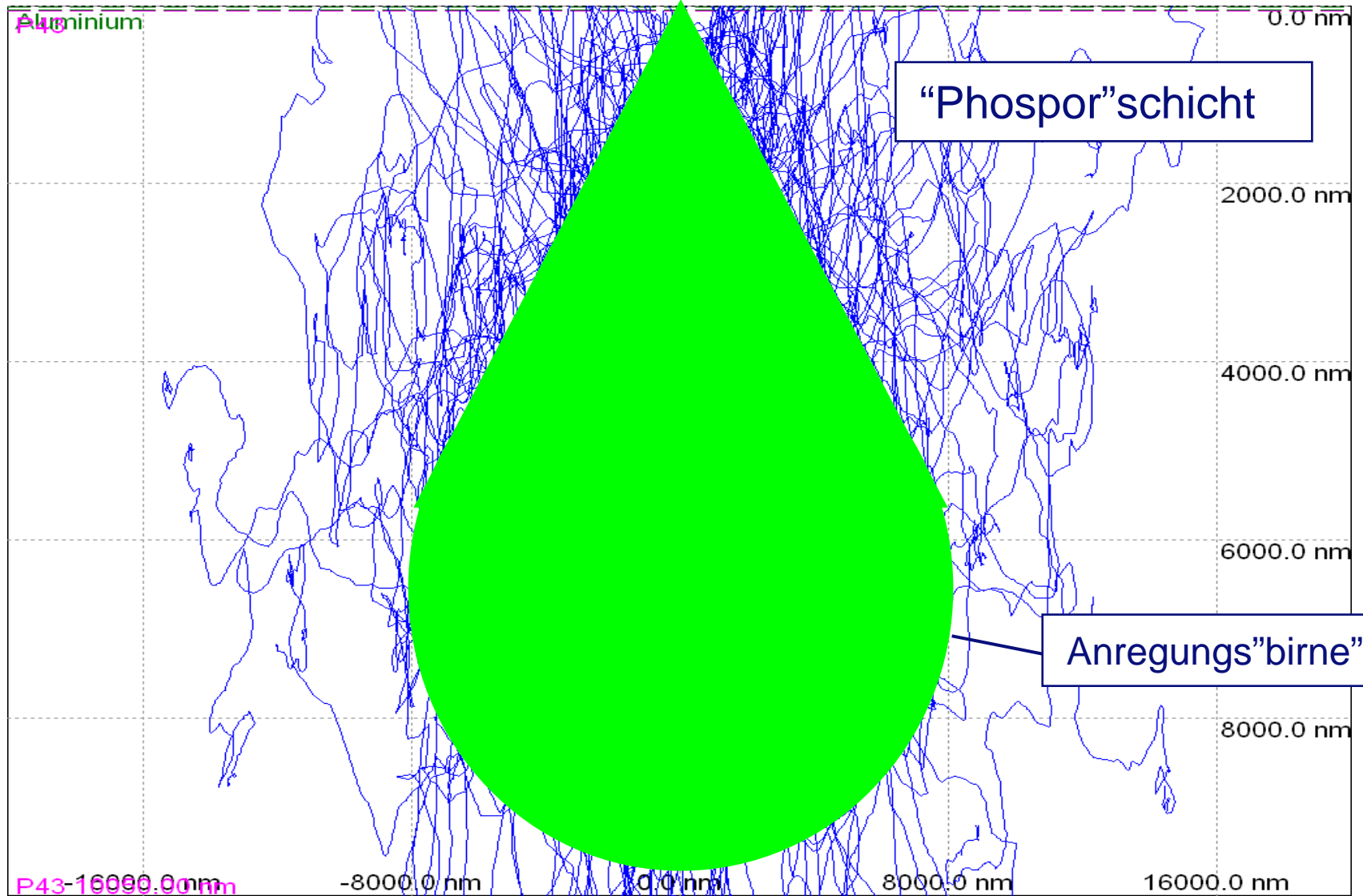


Abnehmende Belichtungszeit bzw abnehmende Intensität, z.B. bei Höchstauflösung



Konversion

Primärelektron



Moderne Kameras für die Materialwissenschaften sollten daher...

- ...die maximale Anzahl von Photonen detektieren, ohne gleichzeitigen Auflösungsverlust
- ...die eine effektive Pixelgröße besitzen, die dem Anregungsvolumen angepasst ist
- ...eine hohe Auflösung („bottom“) und (!) ein großes Gesichtsfeld bieten



Digitale Bildverarbeitung in der Materialforschung

• Bildaufnahme – Fazit

- Anwendungen und Motivation im positiven Sinne divers
- Methoden sind immer noch konserativ, werden aber weiter ausgebaut
- Vorgaben und Bedingungen teilweise sehr schwierig
- Anforderung an die Bildaufnahme daher sehr herausfordernd
- Fragestellungen werden diverser, Labore aber zusammengelegt (Kosten)
- Moderne Kameras können in der Lage sein, diese “Eierlegende-Wollmilchsau“-Aufgabe zu bewältigen:
 - Großes Gesichtsfeld
 - Hohe Sensitivität bei gleichzeitig gutem SNR
 - Hohe Auflösung
 - Geschwindigkeit
 - Integration in das Mikroskopsystem, mindestens aber lückenlose Anbindung



Digitale Bildverarbeitung in der Materialforschung

- **Bildauswertung – Übergang/ Zusammenspiel**

- Anwendungen und Motivation im positiven Sinne divers
- Methoden sind immer noch konserverativ, werden aber weiter ausgebaut
- Vorgaben und Bedingungen teilweise sehr schwierig

- Anforderung an die Bildaufnahme daher sehr herausfordernd
- Fragestellungen werden diverser, Labore aber zusammengelegt (Kosten)
- Moderne Kameras können in der Lage sein, diese “Eierlegende-Wollmilchsau“-Aufgabe zu bewältigen:
 - Großes Gesichtsfeld
 - Hohe Sensitivität bei gleichzeitig gutem SNR
 - Hohe Auflösung
 - Geschwindigkeit
 - Integration in das Mikroskopsystem, mindestens aber lückenlose Anbindung



Digitale Bildverarbeitung in der Materialforschung

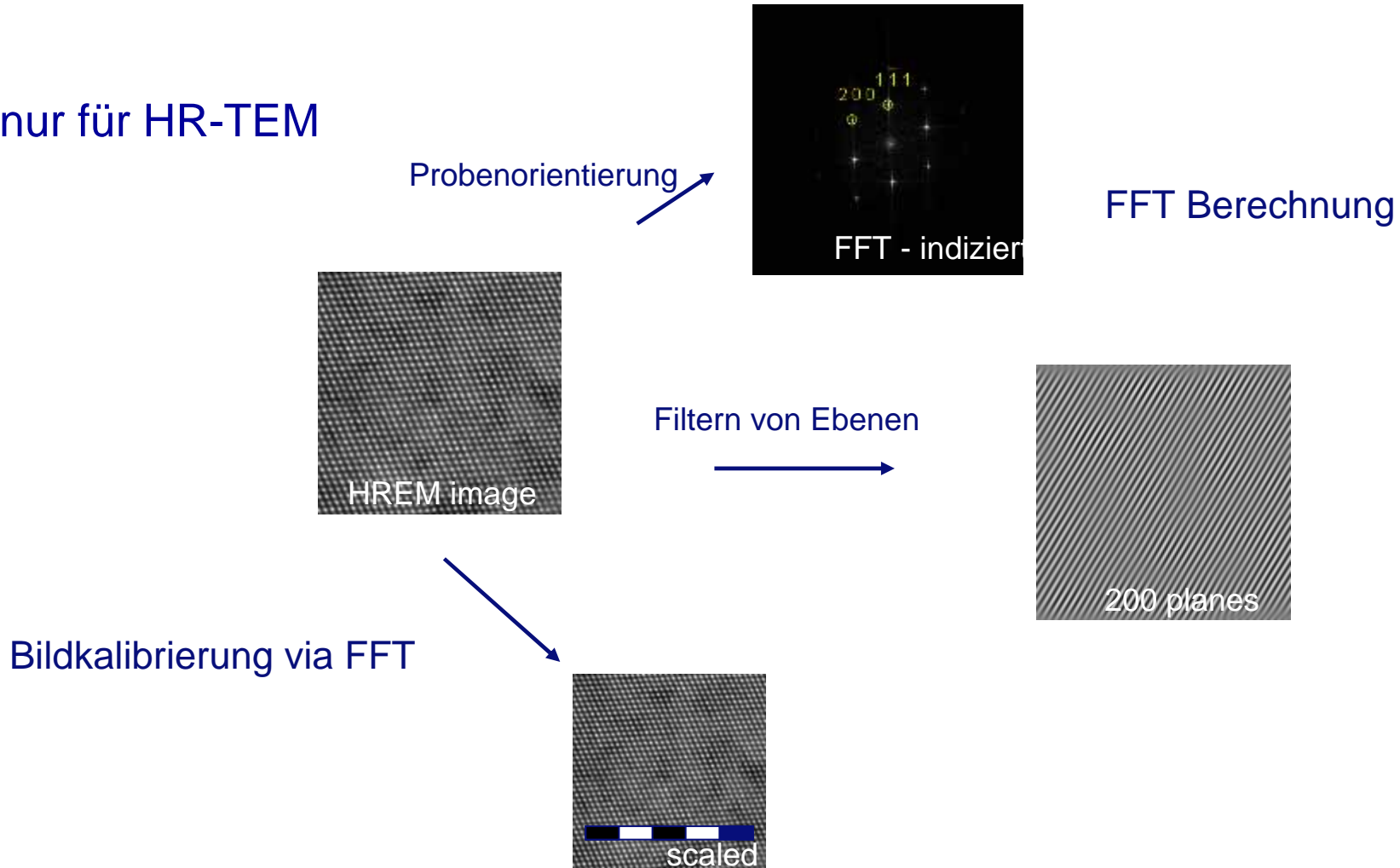
- **Bildauswertung**

- Integration in das Mikroskopsystem, mindestens aber lückenlose Anbindung
- → erfordert dedizierte Software
 - “real time” Tools
 - Bildaufnahme
 - Bildauswertung
 - Dokumentation und Archivierung



Als Beispiel für „real time“ Tools: FFT (Fast Fourier Transformation)

Nicht nur für HR-TEM

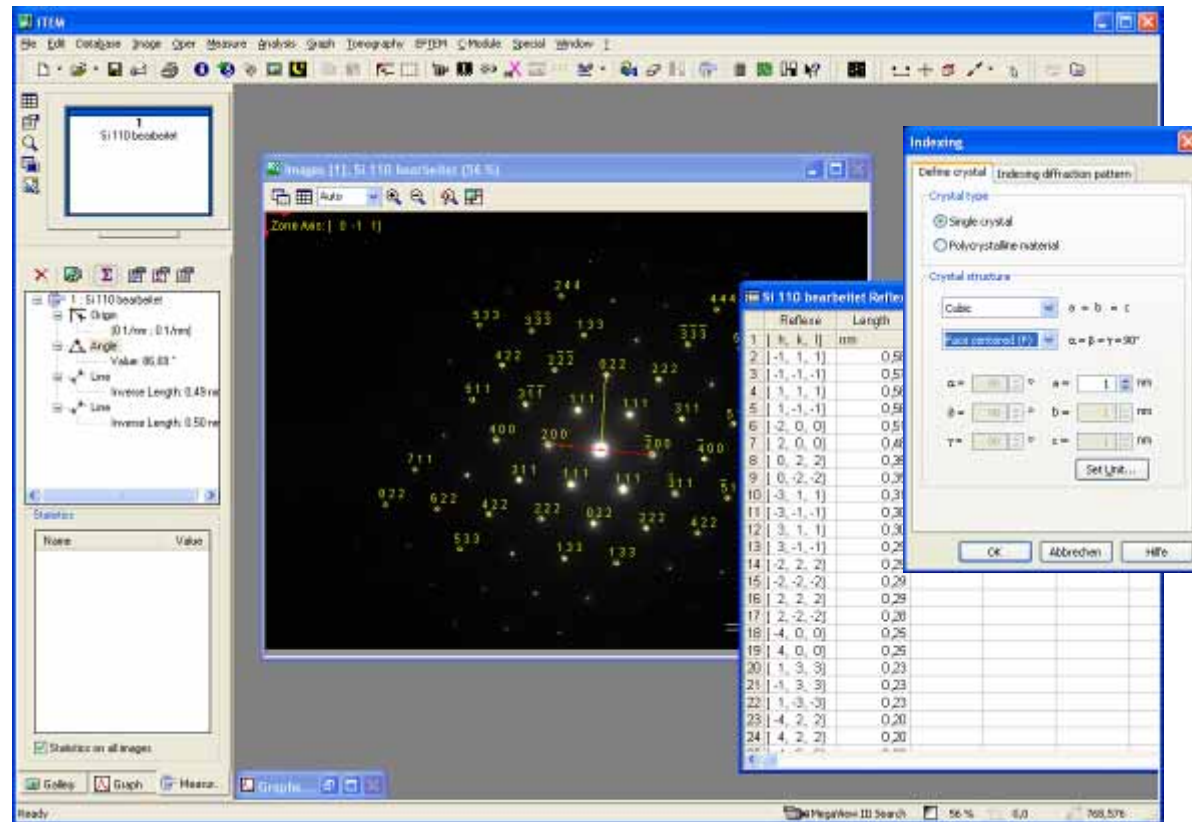


Beispiele für automatische EM Bildauswertung/-analyse

- Beugungsbildanalyse
- Tomografie – 3D Bildrekonstruktion
- Aufnahme großer Bildserien und deren Analyse

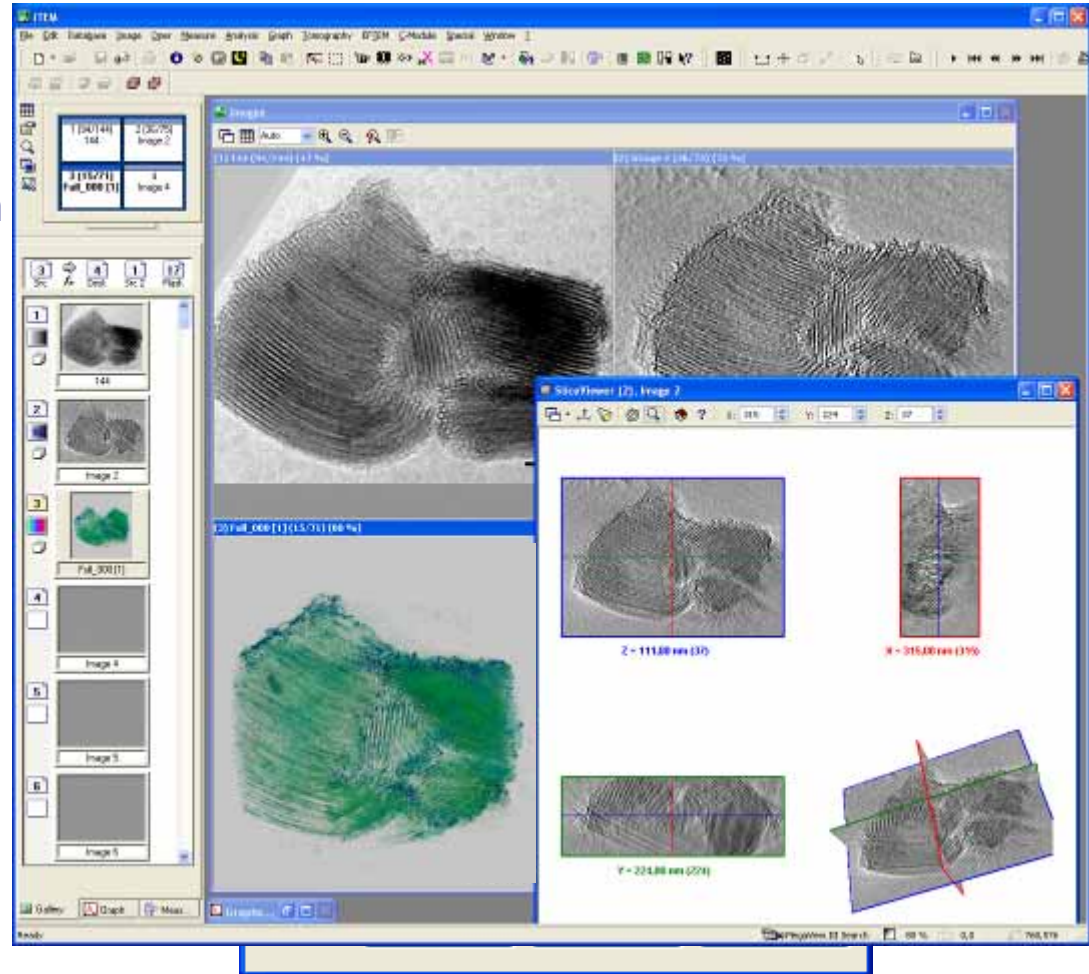
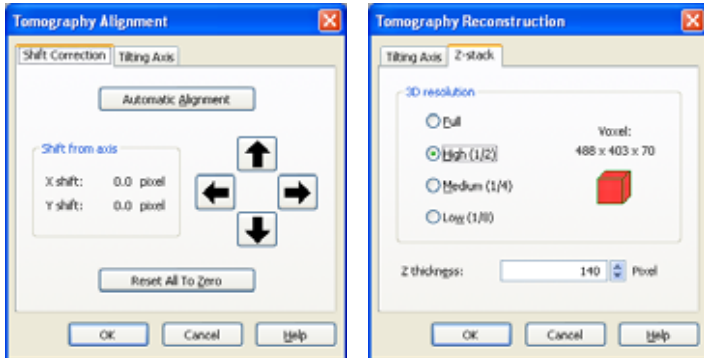
Beugungsbildanalyse

- Wenn Verbindung mit TEM besteht ist eine automatische Aufnahme und Analyse auch komplexer Beugungsbilder möglich
- Messung der Beugungsbilder per interaktiver Messung der Distanzen und Winkel
- Automatische Indizierung (single or poly crystalline)
- Annäherung an Kristallstrukturen



Tomografie

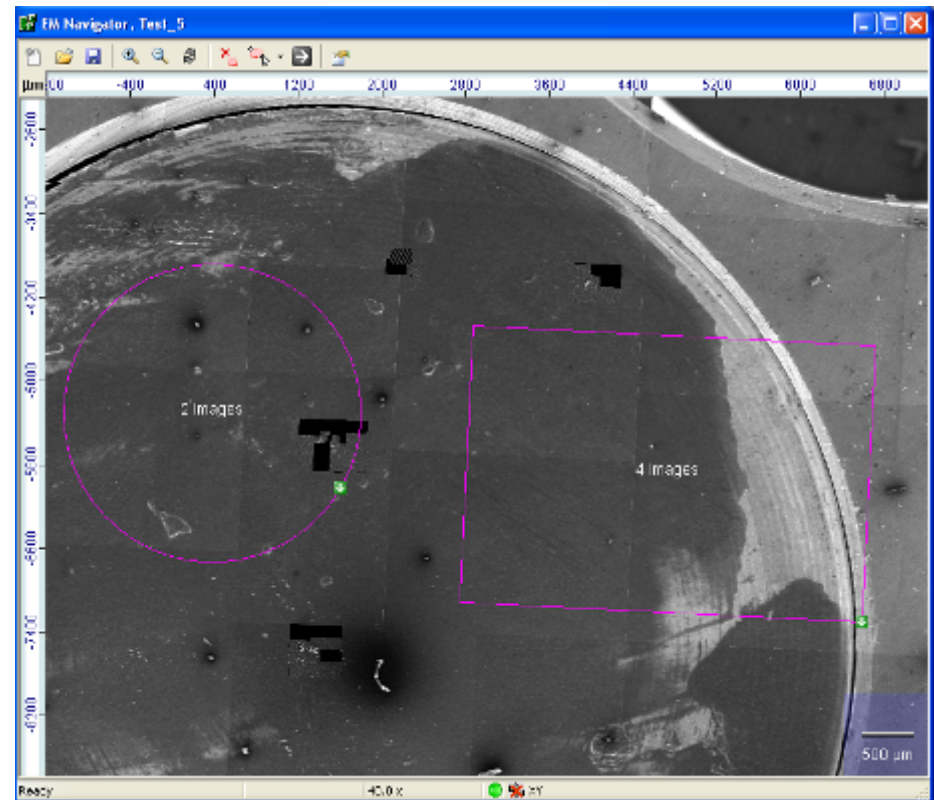
- Aussage über dritte Dimension
- Automatisierte Kippserien-Aufnahme
- 3D Rekonstruktion
- Visualisierung



Neue Möglichkeiten: automatische Aufnahme großer Bildbereiche



- Kompensation
 - der Bildrotation bei verschiedenen Vergrößerungen oder Fokushöhen
 - von mechanischen Ungenauigkeiten
- Interaktive Bereichsauswahl
- Anzahl der Bilder unbegrenzt
- Automatische morphologische und chemische Partikelanalyse
- Automatisches Alignment und Export von selektierten Bildbereichen



Automatisierung 1. Schritt

Bildaufnahme

Bilder werden direkt importiert und mit allen verfügbaren Metadaten gespeichert

The screenshot displays the Scandium software interface. At the top, a blue header bar contains the text 'Scandium' and a close button. Below this is a toolbar with icons for home, camera, a dropdown menu, and other functions. A 'Snapshot' window shows the name 'QUANTAX'. The main area features a window titled 'Images (1), Scan_1 (50 %)' containing a grayscale SEM image of a material surface. Below the image is a metadata table and a scale bar.

Microscope	Accelerating Voltage	Working Distance	Horizontal Field Width	Magnification
Bruker AXS Offline SEM	15 kV	20 mm	28,8 μm	5766 x

5 μm

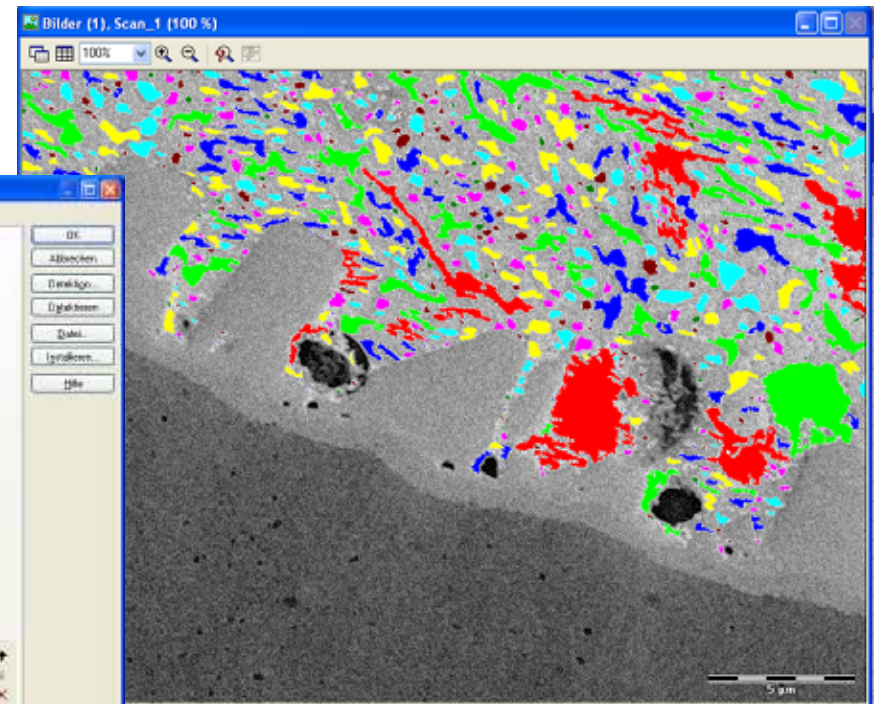
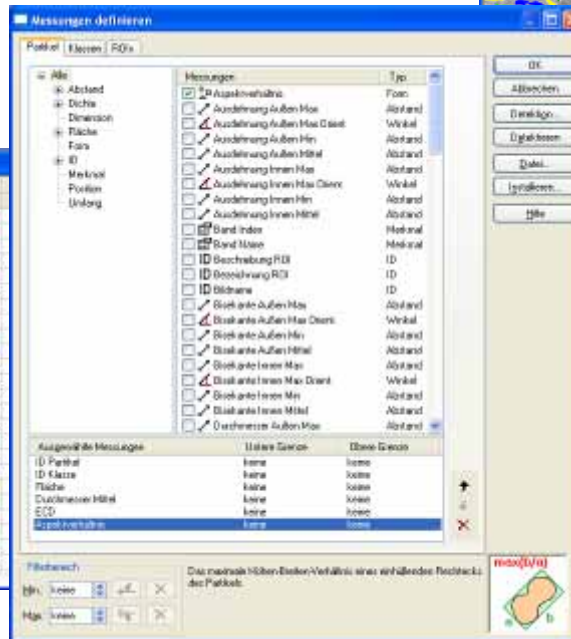
Automatisierung 2. Schritt

Partikelanalyse

- Auswahl aus ca. hundert verschiedenen Partikelparametern
- Gleichzeitige Detektion mehrerer Phasen

Tab1 - Partikel_B[1] - Scan_1

ID	Partikel	ID Klasse	Fläche	Durchmesser Mittel
			µm ²	µm
1	1	6	0,04	0,32
2	2	6	0,09	0,36
3	3	3	0,13	0,44
4	4		1,30E-03	0,05
5	5	6	0,13	0,44
6	6		1,30E-03	0,05
7	7	7	0,01	0,14
8	8	7	0,01	0,12
9	9	5	0,12	0,31
10	10	3	0,19	0,40
11	11		1,30E-03	0,05
12	12		1,30E-03	0,05
13	13		1,30E-03	0,05
14	14	7	0,01	0,17
15	15		1,30E-03	0,05
16	16	6	0,04	0,25
17	17		0,01	0,08
18	18	3	0,15	0,47
19	19	6	0,11	0,41
20	20	6	0,43	0,61
21	21	7	0,03	0,24
22	22	2	0,06	0,20
23	23	6	0,01	0,10
24	24		1,30E-03	0,05

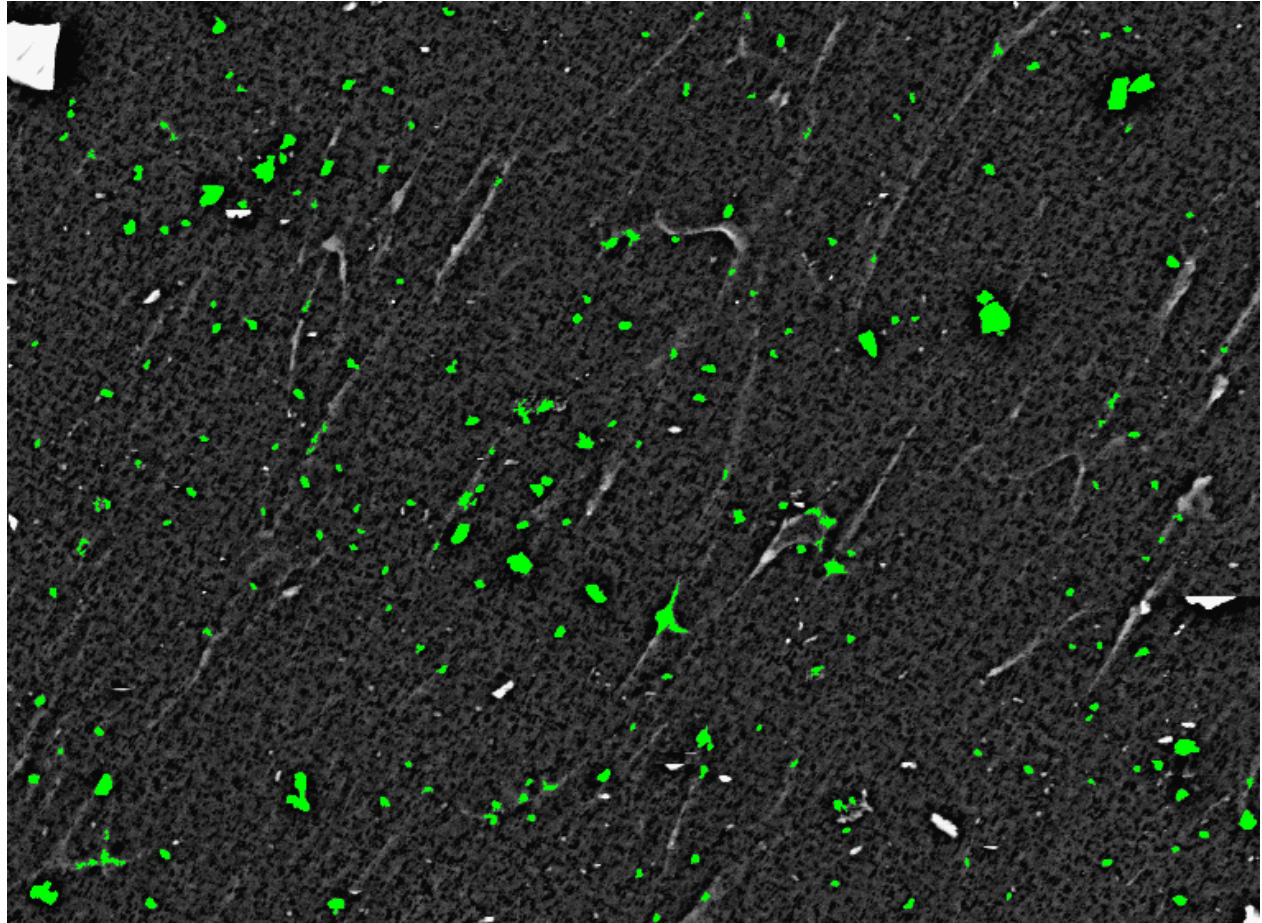


Automatisierung 2. Schritt

Partikeldetektion einschränken

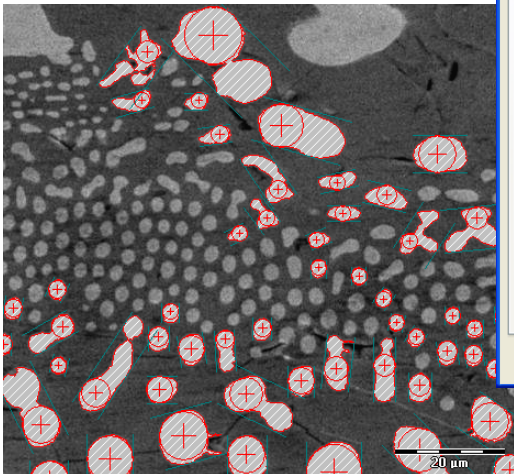
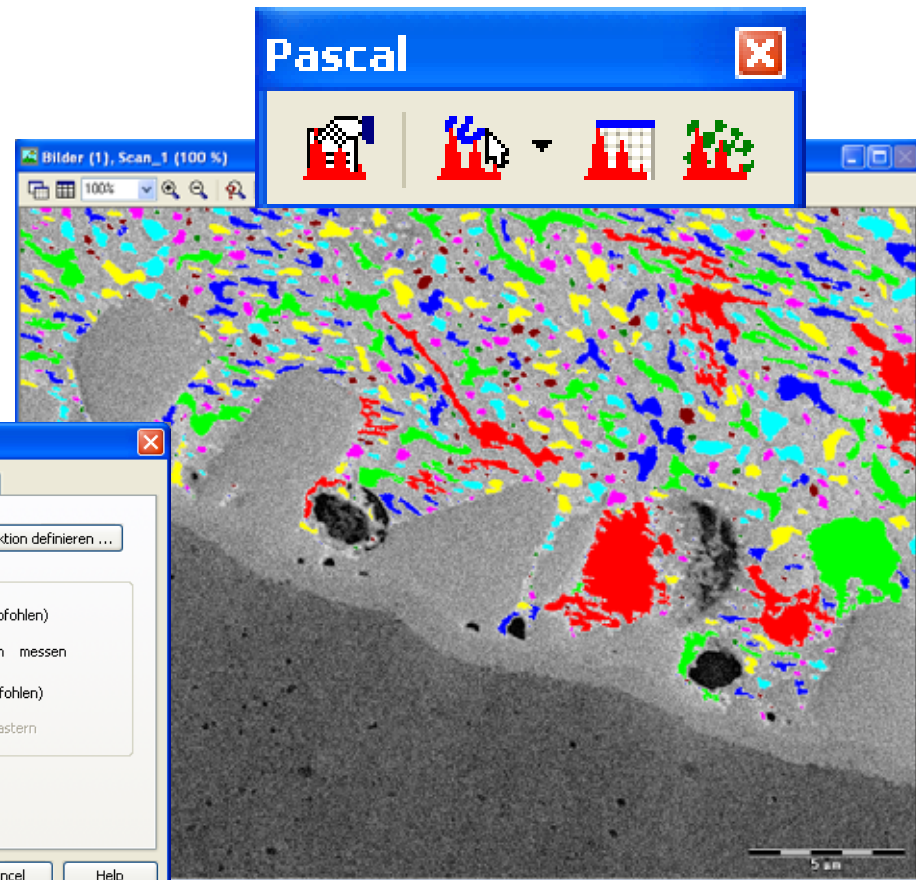
- **Detektion**
(Schwellwerte)
- **Ausschluss**
(mind. 10 Pixel)
- **Filterbereich**
(keine länglichen)
- **Randpartikel**
(keine Randpartikel)

203 Partikel



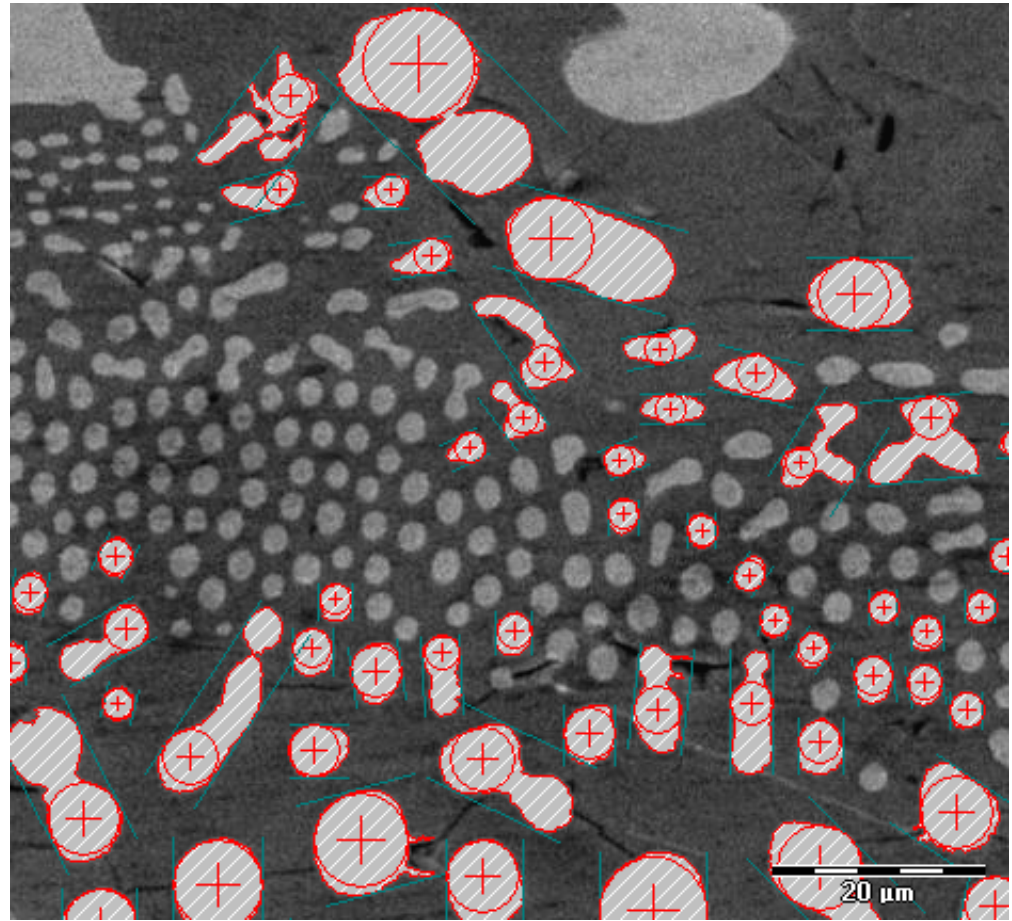
3. Schritt: chemische Partikelanalyse

- Punktanalyse oder Scan des kompletten Partikels möglich
- Automatische Randkorrektur
- Spektren werden zu jedem Partikel gespeichert
- Driftkorrektur



3. Schritt: chemische Partikelanalyse

Zentrum des Mittelkreises
ist „innerster Punkt“

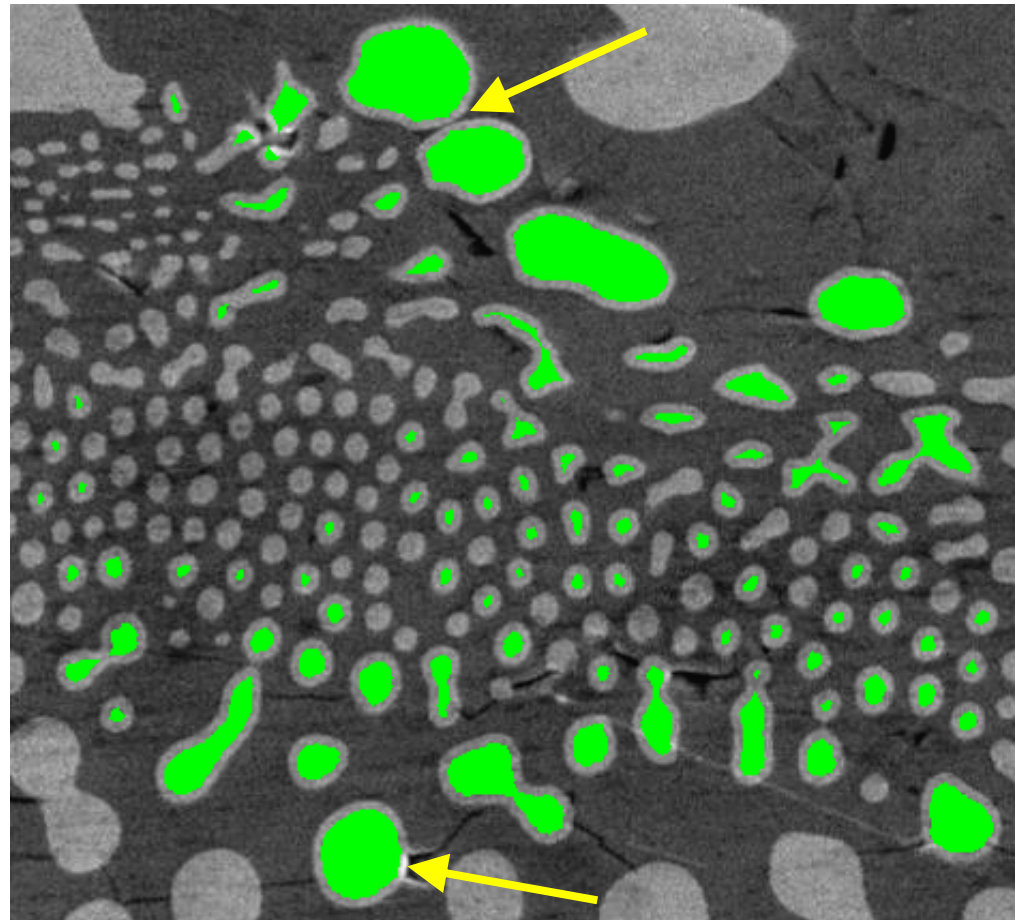


Bester Punkt für EDX
Punktanalysen

3. Schritt: chemische Partikelanalyse

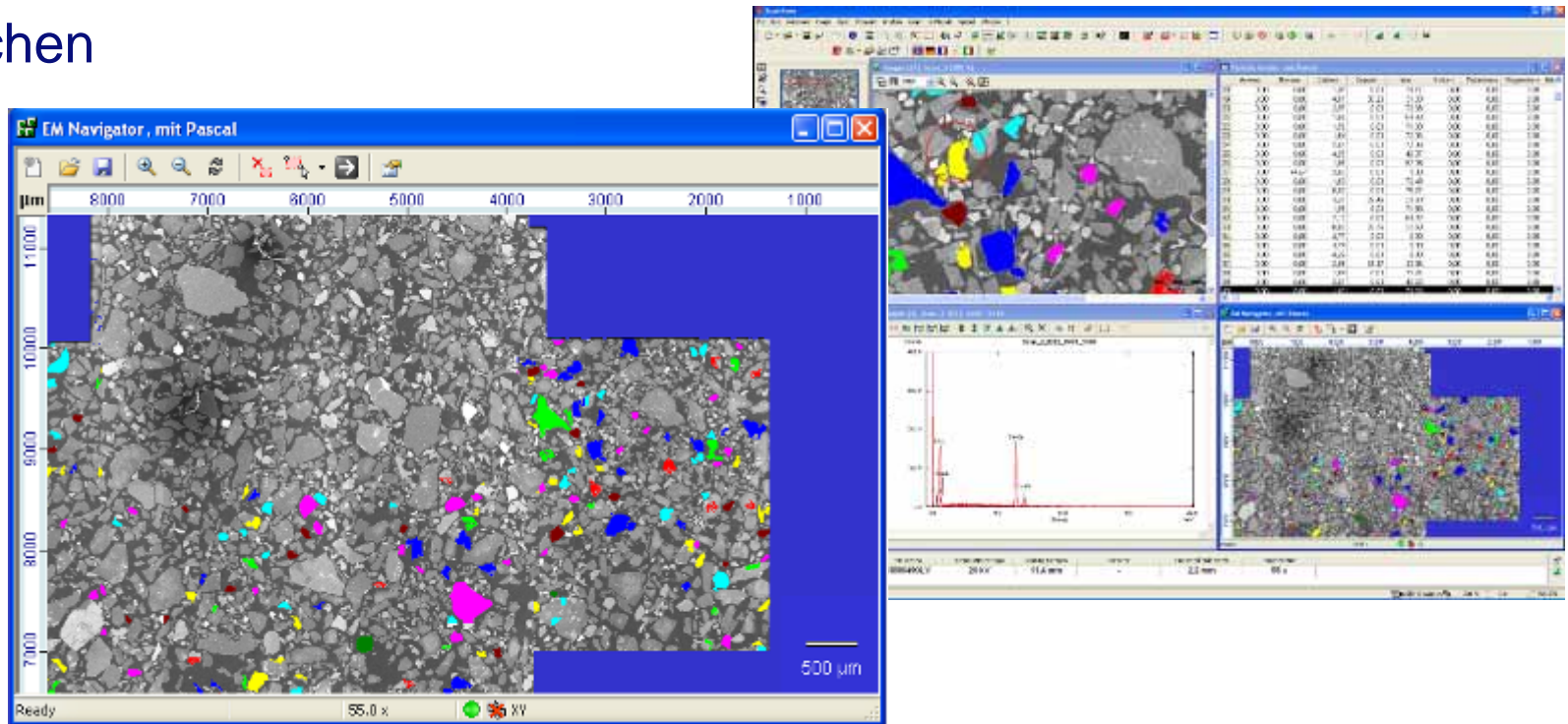
Nur Innenbereich der Partikel wird abgerastert

- a) Erosion der Partikelränder
- b) Randpunkte werden nicht gemessen



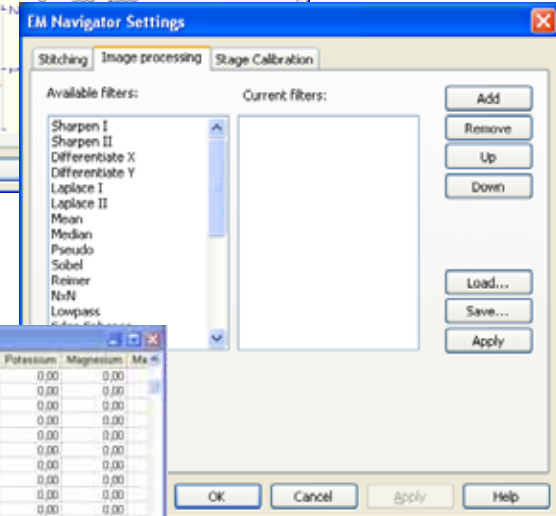
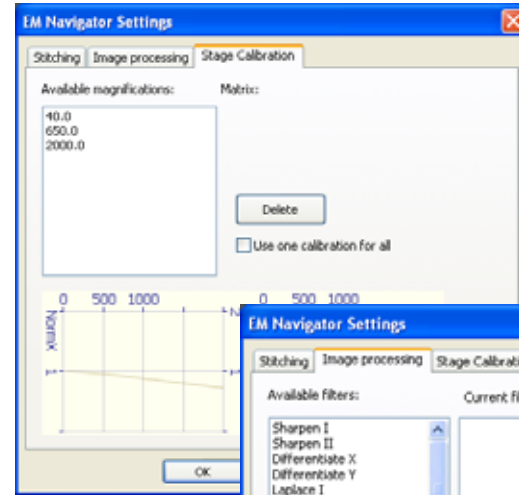
4. Schritt: automatische Navigation

Wiederholen der Schritte 1 - 3 mit dem dem EM-Navigator auf verschiedenen Probenbereichen



In Planung

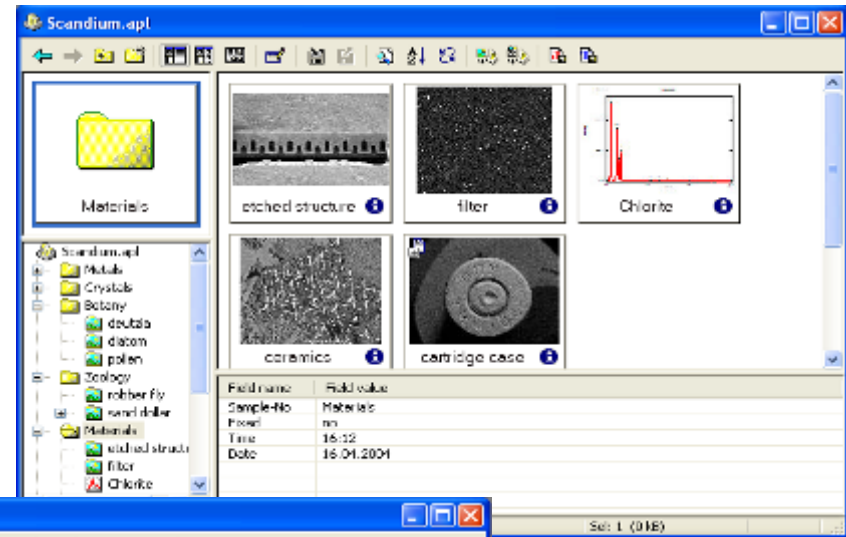
- Verknüpfung mit lichtmikroskopischen Tischkoordinaten, Stichwort “Korrelative Mikroskopie“
- Erweiterte Auswertemöglichkeiten der Ergebnisse, z. B. Phasenanalyse
- Individuelle Automatisierung mit Hilfe von Makros und Filtern
- EM-Navigator für TEM-Tische benutzbar



	Arsenic	Barium	Carbon	Copper	Iron	Strontium	Potassium	Magnesium	Ma
18	0.00	0.00	1.47	0.00	74.17	0.00	0.00	0.00	
19	0.00	0.00	4.91	30.20	31.03	0.00	0.00	0.00	
20	0.00	0.00	2.97	0.00	70.30	0.00	0.00	0.00	
21	0.00	0.00	1.68	0.00	69.68	0.00	0.00	0.00	
22	0.00	0.00	1.96	0.00	71.58	0.00	0.00	0.00	
23	0.00	0.00	1.64	0.00	72.06	0.00	0.00	0.00	
24	0.00	0.00	2.07	0.00	72.06	0.00	0.00	0.00	
25	0.00	0.00	4.56	0.00	46.07	0.00	0.00	0.00	
26	0.00	0.00	1.96	0.00	67.98	0.00	0.00	0.00	
27	0.00	44.57	3.62	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
28	0.00	0.00	1.63	0.00	72.48	0.00	0.00	0.00	
29	0.00	0.00	0.00	0.00	75.27	0.00	0.00	0.00	
30	0.00	0.00	3.57	32.46	30.63	0.00	0.00	0.00	
31	0.00	0.00	1.96	0.00	71.88	0.00	0.00	0.00	
32	0.00	0.00	2.12	0.00	69.92	0.00	0.00	0.00	
33	0.00	0.00	0.00	33.75	31.58	0.00	0.00	0.00	
34	0.00	0.00	4.77	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
35	0.00	0.00	4.74	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
36	0.00	0.00	4.22	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
37	0.00	0.00	2.50	33.37	32.36	0.00	0.00	0.00	
38	0.00	0.00	1.84	0.00	71.21	0.00	0.00	0.00	
39	0.00	0.00	2.07	0.00	48.62	0.00	0.00	0.00	
40	0.00	0.00	1.97	0.00	71.15	0.00	0.00	0.00	

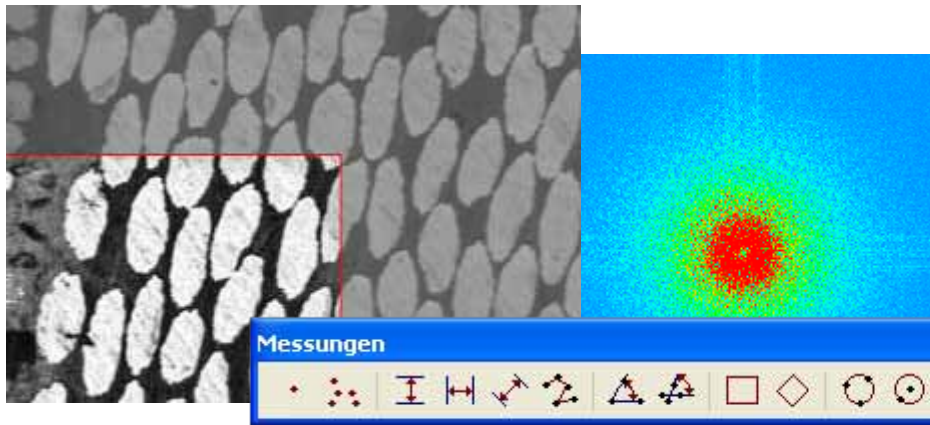
Anforderungen an Dateimanagement

- Flexibel and die eigene Arbeitsweise anpassbare Masken
- Netzwerk- und Multiuserfähig
- Einfache Datensicherung



Dokumentation - Berichtswesen

- Flexibel anpassbare Berichte, die automatisch ausgefüllt werden können
- Interaktive Messfunktionen
- Möglichkeiten der Bildoptimierung und -filterung



Scandium Report

Soft Imaging System: www.sdi-imaging.net

3500 : 1
Creation Date: 16.12.1997

Microscope

Microscope: Scandium
Accelerating Voltage: 20 kV
Detector: SE

- Sharpen I
- Sharpen II
- Differentiate X
- Differentiate Y
- Laplace I
- Laplace II
- Mean
- Median
- Pseudo
- Sobel
- Roberts
- Reimer
- User Filter
- NxN
- Lowpass
- Connectivity
- Edge Enhance
- Rank
- Sigma
- DCE
- Separator
- Remove Spikes

Digitale Bildverarbeitung in der Materialforschung

• Bildauswertung – Fazit

- Auch hier sind die Anwendungen sehr divers
- Vorbedingung für SW: gute bis sehr gute Kommunikation mit dem Mikroskop
- Leistungsfähigkeit moderner PCs eröffnet ständig neue Möglichkeiten
- Moderne Software ist in der Lage, 99% der Fragestellungen abzudecken:
 - Gute Systemintegration
 - Verlässlichkeit und Stabilität
 - Einfache Bedienung
 - Skalierbarkeit
 - Ohne gute Software verliert die beste Kamera

