M. Lau, F. Morgenstern, R. Hübscher, A. Knospe, M. Herrmann, M. Döring, W. Lippmann

Image Segmentation Variants for Semi-Automated Quantitative Microstructural Analysis with ImageJ

Bildsegmentierungsvarianten für eine halbautomatische quantitative Gefügeanalyse mit ImageJ

Received: August 27, 2019

Accepted: August 26, 2020

Translation: E. Engert

Eingegangen: 27. August 2019

Angenommen: 26. August 2020

Abstract

Porosity, pore distribution, mean grain size, and grain size distribution determine the mechanical and physical properties of ceramics. The quantitative structural analysis is therefore essential for the characterization of sintered materials. A semi-automated structural analysis requires a preceding image segmentation step in which all pixels are divided into respective objects to be examined so that they can be clearly assigned to a microstructural constituent. The present work analyzes the watershed transformation, IsoData, and WEKA algorithm image segmentation methods with regard to a grain size and pore characterization using light micro-

Kurzfassung

Porosität, Porenverteilung, mittlere Korngröße und Korngrößenverteilung bestimmen die mechanischen und physikalischen Eigenschaften von Keramiken, folglich ist die quantitative Gefügeanalyse für die Charakterisierung von gesinterten Materialien essentiell. Um eine halbautomatische Gefügeanalyse durchzuführen, bedarf es einer vorhergehenden Bildsegmentierung, die alle Bildpunkte in die zu untersuchenden Objekte einteilt, so dass sie eindeutig einem Gefügebestandteil zugeordnet werden können. Im vorliegenden Beitrag werden anhand von lichtmikroskopischen Gefügeaufnahmen von festphasengesintertem Siliziumkarbid (SSiC) die Bildsegmentierungsverfahren Wasserscheidentransformation, IsoData- und

Authors:

Marius Lau, Fabian Morgenstern, Rico Hübscher, Alexander Knospe, Marion Herrmann, Wolfgang Lippmann Technische Universität Dresden, Institut für Energietechnik, Professur für Wasserstoff- und Kernenergietechnik, 01069 Dresden;
e-mail: marius.lau@tu-dresden.de
Michael Döring FCT Ingenieurkeramik GmbH, Gewerbepark 11, 96528 Frankenblick

scope micrographs of solid-state sintered silicon carbide (SSiC). The open source software ImageJ is used for image segmentation and detection. It does not just provide a quick quantification of the microstructural constituents but can also be extended with a considerable number of plugins, thus providing great flexibility when working on image analysis tasks.

1. Introduction

Technical ceramics, such as sintered silicon carbide, are preferentially used in applications where they are subjected to increased thermal or corrosive stresses [1, 2]. The ceramic's strength is, amongst others, a function of the porosity, the pore distribution, the grain size, as well as the grain size distribution. According to Duckworth, the strength decreases exponentially with the increase of the porosity [2–4]. Furthermore, shape and size of the pores also have an influence on the mechanical characteristics. As opposed to metals, the single crystal in ceramics is considered a local stress raiser geometrically increasing mechanical stresses [2, 5]. Accordingly, the lower the porosity and the smaller the grains, the higher the flexural strength of a ceramic [2].

In the manufacturing process of a ceramic component, sintering inevitably leads to pores and foreign inclusions such as B_4C . Their proportion, distribution, and size are a function of the type and purity of the material as well as of the conditions in which the various technological steps (such as mixing, shaping, sintering) take place. The microstructure is qualitatively and quantitatively characterized to conduct a check or to assess the condition or the quality of the sintered ceramic. Thus, conclusions with regard to the microstructure and eventually to the manufacturing conditions and/or raw materials can be drawn from the resulting material properties such as the strength.

WEKA-Algorithmus für die Korngrößen- bzw. Porencharakterisierung analysiert. Für die Bildsegmentierung und Detektion wird die Open-Source-Software ImageJ genutzt, da diese auf der einen Seite eine schnelle Quantifizierung der Gefügebestandteile ermöglicht und auf der anderen Seite mit einer beträchtlichen Anzahl von Plugins erweiterbar ist, wodurch sie eine große Flexibilität bei der Lösung von bildanalytischen Aufgaben ermöglicht.

1. Einleitung

Technische Keramiken wie gesintertes Siliziumkarbid werden bevorzugt in Bereichen mit erhöhter thermischer oder korrosiver Belastung angewendet [1, 2]. Die Festigkeit der eingesetzten Keramik hängt dabei u. a. stark von der Porosität, der Porenverteilung, der Korngröße sowie der Korngrößenverteilung ab. Gemäß Duckworth nimmt die Festigkeit durch die Zunahme der Porosität exponentiell ab [2–4]. Einfluss auf die mechanischen Kennwerte haben zudem die Porenform und -größe. Im Gegensatz zu Metallen wird der einzelne Kristall in Keramiken als eine Kerbstelle angesehen, wodurch auftretende mechanische Spannungen geometrisch verstärkt werden [2, 5]. Folglich gilt: Je geringer die Porosität und je kleiner die Körner, desto höher ist die Biegebruchfestigkeit einer Keramik [2].

Während der Herstellung eines keramischen Bauteils entstehen durch den Sinterprozess zwangsläufig Poren und Fremdeinschlüsse (z. B. B_4C), deren Anteil, Verteilung und Größe sowohl von der Art und Reinheit des Ausgangsmaterials, als auch von den Bedingungen der diversen technologischen Schritte (z. B. Mischvorgang, Formgebung, Sinterung) abhängen. Zur Bewertung des Zustandes oder der Qualität der gesinterten Keramik wird das Gefüge zur Kontrolle qualitativ und quantitativ charakterisiert, um Rückschlüsse von den resultierenden Materialeigenschaften, wie der Festigkeit, auf das Gefüge und schlussendlich auf die Herstellungsbedingungen bzw. Ausgangsmaterialien treffen zu können.

The microstructural characterization of the ceramics for the porosity measurement is performed according to DIN EN ISO 13383–2 and the grain size analysis is performed according to DIN EN ISO 13383–1. The porosity is determined by means of a point analysis, whereas two methods can be applied to determine the grain size: The line intercept method determines the mean linear intercept length g_{mli} , while the measuring method determines a mean circle equivalent diameter g_{ecd} corresponding to the respective grain boundary radius. A digital structural analysis requires that images are segmented. In the course of such a segmentation, an image is (where possible, automatically) subdivided into different regions with the aid of an algorithm. Grains are segmented by grouping all pixels located between the grain boundaries into one region/grain. The watershed transformation is a method which reveals grain boundaries in an image [6]. During this process, the gray scales are interpreted as height information of a topological map while it is assumed that the image is “filled” top down. “Dams” mark spots where “floodings” from different zones meet and thus provide a segmentation of the image. The watershed transformation tends to a strong over-segmentation and appropriate pre-processing must take place in order to avoid this phenomenon.

Grains can also be segmented by so-called “clustering”. This method subdivides the micrographs with the aid of a mathematical pattern recognition machine. Such a model either learns in an *unsupervised* manner (comparable to the k-means algorithm) or based on pre-selected classes or by means of training and a validation dataset (*supervised*, corresponding to the trainable WEKA algorithm) [7].

Both methods presented in this work allow a characterization of the entire image area

Die aktuelle mikrostrukturelle Charakterisierung von Keramiken erfolgt für die Porositätsmessung nach DIN EN ISO 13383–2 und für die Korngrößenanalyse nach DIN EN ISO 13383–1. Die Porosität wird dabei über eine Punktanalyse bestimmt. Die Korngröße hingegen ist über zwei Verfahren ermittelbar: Während beim Linienschnittverfahren die mittlere Schnittlinienlänge g_{mli} bestimmt wird, wird beim Vermessungsverfahren ein mittlerer Kreisäquivalentdurchmesser g_{ecd} , welcher dem dazugehörigen Radius der Grenze des Kornes entspricht, ermittelt. Für eine digitale Gefügeanalyse werden segmentierte Bilder benötigt, wobei (möglichst automatisch) ein Bild in unterschiedliche Regionen unter zu Hilfenahme eines Algorithmus unterteilt wird. Die Segmentierung von Körnern erfolgt, indem alle Pixel die zwischen den Korngrenzen verlaufen zu einer Region/Korn zusammengefasst werden. Ein Verfahren zur Sichtbarmachung einer Korngrenze in einem Bild ist die Wasserscheidentransformation [6]. Dieses Verfahren interpretiert die Graustufen als Höheninformationen einer topologischen Karte und nimmt an, dass das Bild von unten nach oben „aufgefüllt“ wird. Das Zusammentreffen von „Überschwemmungen“ aus verschiedenen Zonen wird mit „Dämmen“ markiert und segmentiert somit das Bild. Auf Grund der Tatsache, dass die Wasserscheidentransformation zu einer starken Übersegmentierung neigt, muss zur Verhinderung ebendieser ein geeignetes Pre-processing stattfinden.

Für die Segmentierung von Körnern eignet sich zudem das sogenannte „Clustering“. Dieses Verfahren unterteilt die Gefügebilder mittels einer mathematischen Mustererkennungsmaschine. Das Lernen eines solchen Modells erfolgt dabei entweder unüberwacht (*unsupervised*, vergleichbar dem k-means-Algorithmus) oder aufgrund von vorausgewählten Klassen bzw. mittels eines Trainings- und eines Validierungsdatensatzes (*supervised*, entsprechend dem trainierbaren WEKA-Algorithmus) [7].

Beide im Beitrag vorgestellten Verfahren ermöglichen eine Charakterisierung des ge-

based on which a statistically validated number of examined objects can be quickly determined.

An automatic threshold value setter according to the ISOData method is used for the detection of the pores. It separates pores in the image lying above a threshold value from the remaining material. This algorithm generates a binarized image in several iteration steps. In this context, the internal change function assigning the pixels of the image to the background/the object must remain constant, so that a likewise constant threshold value can be set [8]. An advantage over manually setting the threshold value during point analysis is the fact, that the respective value is less dependent on the exposure level of the image. Thus, changes of the ambient radiation can be better compensated and subjective influences on the threshold value setting process can be avoided.

In order to filter the pores/grain surface areas and boundaries in the micrograph, the image must be prepared and contrasted such that differences between the microstructural constituents can be identified by the presented segmentation methods. Here, the preparation/revelation of the microstructure is particularly dependent on the skills of the metallographer and the applied contrasting method [9].

Fee-based solutions providing a semi- or fully automated measurement of microstructural constituents already exist. The commonly available software ImageJ provides access to image analysis algorithms [10]. However, it is left to the user to work out a solution and perform respective verifications which requires additional time and effort. Aiming at presenting an image segmentation that can be performed in the context of a quantitative microstructural characterization, a semi-automated pore and grain size analysis using ImageJ is therefore addressed in this work and discussed with regard to its use in the field of materialog-

samen Bildbereichs, womit schnell eine statistisch abgesicherte Anzahl an untersuchten Objekten ermittelt werden kann.

Für die Detektion der Poren wird ein automatischer Schwellwertsetzer nach der IsoData-Methode genutzt, welcher die im Bild enthaltenen Poren über einen Schwellwert vom restlichen Material trennt. Dieser Algorithmus erzeugt über mehrere Iterationsschritte ein binarisiertes Bild, wobei die interne Änderungsfunktion, die die Pixel des Bildes zum Hintergrund bzw. Objekt zuordnet, konstant bleiben muss, damit ein ebenfalls konstanter Schwellwert gesetzt werden kann [8]. Ein Vorteil gegenüber der manuellen Festlegung des Schwellwerts bei der Punktanalyse besteht darin, dass der Schwellwert von der Belichtungsstärke des Bildes unabhängiger ist, wodurch Änderungen der Umgebungsstrahlung besser kompensiert bzw. subjektive Einflüsse auf die Schwellwertsetzung verhindert werden können.

Für das Filtern der Poren bzw. Kornflächen und -grenzen in der Gefügebildaufnahme muss die Abbildung so vorbereitet und kontrastiert werden, dass die vorgestellten Segmentierungsverfahren Unterschiede zwischen den Gefügebestandteilen erkennen. Die Herausarbeitung des Gefüges hängt dabei besonders stark von den Fertigkeiten des Präparators und von dem eingesetzten Verfahren der Kontrastierung ab [9].

Zur semi- bzw. vollautomatischen Messung von Gefügebestandteilen gibt es bereits kostenpflichtige Lösungen. Einen allgemein verfügbaren Zugang zu Bildanalysealgorithmen bietet die Software ImageJ [10]. Die Nutzer müssen jedoch für ihre jeweiligen Anwendungen selbstständig eine Lösung herausarbeiten und verifizieren, woraus ein gewisser zeitlicher und personeller Aufwand resultiert. Um eine anwendbare Bildsegmentierung für eine quantitative Gefügecharakterisierung aufzuzeigen, wird daher eine halbautomatische Poren- und Korngrößenanalyse mit ImageJ in diesem Bericht thematisiert und hinsichtlich des Einsatzes für die Materialographie diskutiert. Das Ziel

raphy. Thus, the objective of this work is to perform an image analysis using a free and openly available software. In this context, the use of a threshold-based, edge-based, and pixel-based image segmentation variant already used for cell analyses in the field of biotechnology and medical technology is presented [11, 12].

2. Main Section of the Work

2.1 Experimental Procedure

The chosen methods are performed by way of example to analyze a sintered silicon carbide ceramic (grade SC-S, FCT-Ingenieurkeramik GmbH, Rauenstein, Germany). The grain size (maximum Feret diameter) and the total porosity specified by the manufacturer are 1–10 μm and < 3%, respectively.

The analyzed sample with dimensions of $8.5 \times 11 \text{ mm}^2$ in the section's surface was ceramographically prepared depending on of the microstructural constituents to be examined. In order to examine the pores, the sample was semi-automatically plane-ground (Phoenix 4000, John Wirtz GmbH, Germany) using a diamond grinding wheel (15 μm , nickel-bound, Gerd Sommer Präzisionstechnik, Usingen, Germany). It was subsequently polished on three medium hard MD Dac cloths using a 6 μm (4 min), 3 μm (3 min), and 1 μm (6 min) diamond suspension applying a contact pressure of 15 N (type: MetaDi, ITW Test&Measurement GmbH [Bühler], Esslingen, Germany).

Before etching the ceramic, the sample was additionally finally polished for 20 minutes using 0.04 μm SiO_2 (OP-S NonDry, Struers GmbH, Willich, Germany) on a napped polishing cloth (MD Chem, Struers GmbH, Willich, Germany).

The grain size analysis was performed on the finally polished sample, which was previously subjected to thermal etching for 3 h in a tube

der Untersuchung besteht dementsprechend darin, eine Bildanalyse mittels einer freizugänglichen und kostenfreien Software durchzuführen. Dabei wird der Einsatz einer schwellwert-, kantenorientierten und pixelbasierten Bildsegmentierungsvariante vorgestellt, die bereits Anwendung in der Medizin- und Biotechnologie zur Zellanalyse finden [11, 12].

2. Hauptteil der Arbeit

2.1 Experimentelles

Die ausgewählten Analysemethoden werden beispielhaft an einer gesinterten Siliziumkarbidkeramik (Qualität SC-S, FCT-Ingenieurkeramik GmbH, Rauenstein, Deutschland) durchgeführt. Vom Hersteller wird die Korngröße (maximaler Feretdurchmesser) in einem Bereich zwischen 1–10 μm und die Gesamtporosität mit < 3% angegeben.

Die analysierte Probe mit einer Größe von $8,5 \times 11 \text{ mm}^2$ in der Schlißfläche wurde in Abhängigkeit von den zu untersuchenden Gefügekomponenten keramographisch präpariert. Für die Untersuchung der Poren wurde die Probe halbautomatisch (Phoenix 4000, John Wirtz GmbH, Deutschland) mit einer Diamantschleifscheibe (Nickelgebunden, Gerd Sommer Präzisionstechnik, Usingen, Deutschland) mit 15 μm plangeschliffen und im Anschluss auf drei mittelharten MD Dac-Tüchern mit einer 6 μm (4 min), 3 μm (3 min) und 1 μm (6 min) Diamantsuspension mit 15 N Anpressdruck poliert (Qualität MetaDi, ITW Test&Measurement GmbH [Bühler], Esslingen, Deutschland).

Vor der Ätzung der Keramik wurde die Probe zusätzlich mit einer 0,04 μm (20 min) SiO_2 Endpolitur (OP-S NonDry, Struers GmbH, Willich, Deutschland) auf einem florigen Poliertuch bearbeitet (MD Chem, Struers GmbH, Willich, Deutschland).

Die Korngrößenanalyse erfolgte an der endpolierten Probe, welche bei 1500 °C für 3 h in einer 1 bar Ar-Atmosphäre in einem Rohrofen

furnace (CTF 18/–/300, Carbolite GmbH, Germany) at 1500 °C in a 1 bar Ar atmosphere. The flow of gas was controlled using a flow controller (El-Flow® F201AC, Bronkhorst Deutschland Nord GmbH, Kamen, Germany).

The microstructural image with a resolution of 1024×768 was acquired using a 3D color and laser scanning microscope (VK-9700K, Keyence, Japan) and 50× and 150× objectives. Applying two magnification steps the goal is pursued to exclude an erroneous interpretation of features in the boundary region between pores and their surroundings or grain boundaries due to an excessive magnification. Owing to such an excessive magnification, such misinterpretations can occur when boundary regions extend over several pixels. They can thus not be unambiguously assigned to a class (pore pixels, grain area pixels, grain boundary pixels) anymore. During image acquisition, the brightness was automatically set. The ratio pixel/length of the 50× and 150× objectives was determined as 279 ± 0.7 nm/pixel and 92 ± 0.2 nm/pixel, respectively, using a stage micrometer.

2.2 Grain Size Analysis

For the grains size analysis, the software ImageJ (Fiji Distribution) was used in its "Analyze Particles" mode [11]. The grain size was determined based on the Feret diameter $d_{ci, max}$. The grain surface areas were segmented applying the edge-based segmentation method "watershed transformation" in the "MorphoLibJ" package [13]. Furthermore, a pixel-based segmentation of the micrographs was carried out using the "Trainable WEKA Segmentation" plugin [14]. Once the segmentation completed, the grain boundaries and surface areas in the images are clearly separated from one another, so that the "Analyze Particles" command autonomously determines a threshold value. In order to convert the pixel values into units of length, the ratio pixel/length was defined using the "Set Scale" command. The

(CTF 18/–/300, Fa. Carbolite GmbH, Deutschland) thermisch geätzt wurde. Der Gasstrom wurde mit einem Durchflussregler gesteuert (El-Flow® F201AC, Bronkhorst Deutschland Nord GmbH, Kamen) geregelt.

Die 1024×768 aufgelösten Gefügeabbildungen entstanden an einem 3D Farb- und Laserscanningmikroskop (VK-9700K, Keyence, Japan) unter Verwendung der 50× und 150× Objektive. Durch den Einsatz dieser zwei Vergrößerungsstufen soll ausgeschlossen werden, dass Merkmale in dem Grenzbereich zwischen Poren und Umgebung oder Korngrenzen aufgrund einer zu großen Vergrößerung fehlerhaft interpretiert werden. Diese Fehlinterpretation kann auftreten, wenn die Grenzbereiche durch eine zu starke Vergrößerung über mehrere Pixel gestreckt werden und damit nicht mehr eindeutig einer Klasse zugeordnet werden können (Porenpixel, Kornflächenpixel, Korngrenzenpixel). Die Helligkeit während der Aufnahmen wurde automatisch festgelegt. Das Pixel/Längen-Verhältnis des 50× und 150× Objektivs wurde auf 279 ± 0.7 nm/Pixel bzw. 92 ± 0.2 nm/Pixel mit Hilfe eines Objektmikrometers bestimmt.

2.2 Korngrößenanalyse

Für die Korngrößenbestimmung wurde die Software ImageJ (Fiji Distribution) mit dem Modus „Analyze Particles“ genutzt [11]. Zur Korngrößenbeschreibung dient der Feretdurchmesser $d_{ci, max}$. Die Segmentierung der Kornflächen erfolgte über das kantenorientierte Verfahren der „Wasserscheidentransformation“ in dem Paket „MorphoLibJ“ [13]. Weiterhin wurde über das Plugin „Trainable WEKA Segmentation“ eine pixelbasierte Segmentierung der Gefügebilder vorgenommen [14]. Nach der Segmentierung liegen die Korngrenzen und -flächen in den Abbildungen deutlich voneinander getrennt vor, so dass der „Analyze Particles“-Befehl selbständig einen Schwellwert findet. Zur Umrechnung der Pixelwerte in Längeneinheiten wurde das Pixel/Längenverhältnis über „Set Scale“ festgelegt. Mit dem Linienschnittverfahren nach DIN EN

obtained results were checked for accuracy using the line intercept method according to DIN EN ISO 13383–1 : 2016, method A1.

For the watershed transformation, the micrographs were first converted into 8-bit grayscale images and loaded into the "Morphological Segmentation" plugin. Due to the images being taken in the bright field, the object boundaries' (grain boundaries') intensity is lower than that of the grain surface areas. Therefore, the images needed to be analyzed as "Object Image". Best results were obtained for the "Morphological" gradient type and a gradient radius of one pixel. Subsequent to the segmentation, the results were read out in the form of "watershed lines" and the binarization was carried out by applying an image analysis erosion operation to the pixels.

First, the WEKA algorithm for the pixel-based segmentation needs to be trained for the different microstructure areas. Therefore, at least two microstructural areas must be marked differently in an image and the desired filtering techniques must be chosen. For the SiC samples, the images were filtered using the following settings: "Gaussian blur", "Sobel filter", "Hessian", "Difference of gaussians", and "Membrane projections". The primary aim pursued by this choice of filters is to detect the grain boundary edges by derivative filters and their variations, i. e. an edge detection using the simple and double derivation based on the image values with the aid of the respective normalized kernel. The "Gaussian blur" filter, however, rather filters coarse image structures, as the image noise and fine image information of the pixels within a kernel are suppressed by convoluting the image using a Gaussian distribution. Thus, over-segmentations are caught by the edge detection filters and the algorithm is less sensitive to fine variations in intensity. The last filter used is the "Membrane projections" filter. This modified edge detector identifies textures in images in up to 30 dif-

ISO 13383–1 : 2016 Verfahren A1 wurden die erhaltenen Ergebnisse auf ihre Richtigkeit hin überprüft.

Für die Wasserscheidentransformation wurden die Gefügeaufnahmen zunächst in 8-Bit Graustufen Bilder umgewandelt und in das Plugin „Morphological Segmentation“ geladen. Aufgrund der Aufnahmen im Hellfeld weisen die Objektgrenzen (Korngrenzen) eine niedrigere Intensität als die Kornflächen auf. Aus diesem Grund mussten die Bilder als „Object Image“ analysiert werden. Die besten Ergebnisse wurden mit der Einstellung des Gradiententyps „Morphological“ und dem Gradientenradius von einem Pixel erzielt. Im Anschluss an die Segmentierung erfolgte die Auslesung der Ergebnisse als „Watershed lines“ sowie die Binarisierung mittels eines bildanalytischen Erodierprozesses über einen Pixel.

Aufgrund der Tatsache, dass der WEKA-Algorithmus für die pixelbasierte Segmentierung zu Beginn auf die unterschiedlichen Gefügebereiche trainiert werden muss, ist es erforderlich, dass zum einen in einer Abbildung mindestens zwei Gefügebereiche unterschiedlich markiert werden und zum anderen, dass eine Auswahl der gewünschten Filtermethoden erfolgt. Für den Fall der SiC Gefügeaufnahmen wurden die Abbildungen über die Einstellungen „Gaussian blur“, „Sobel filter“, „Hessian“, „Difference of gaussians“ und „Membrane projections“ gefiltert. Diese Filterauswahl ist vorrangig auf die Kantendetektion der Korngrenzen durch Ableitungsfilter sowie deren Abwandlungen ausgerichtet, d.h. eine Kantendetektion anhand der einfachen und zweifachen Ableitung über die Bildwerte mittels des jeweiligen normalisierten Kernels. Der Filter „Gaussian blur“ hingegen legt den Fokus auf Grobstrukturen des Bildes, da das Bildrauschen und feine Bildinformationen der Pixel innerhalb eines Kernels durch die Konvolution mit einer Gaussverteilung unterdrückt werden. Damit werden Übersegmentierungen durch die Filter der Kantendetektion abgefangen und der Algorithmus weniger stark auf feine Intensitätsschwankungen sensibilisiert. Als letzter Filter kommt „Membrane projections“

ferent directions and thus filters elongated structures such as grain surfaces.

The values of the labeled pixels impacted by the filter and the previously manually labeled pixels together train the self-learning algorithm. It can subsequently accurately classify the pixels in the remaining image with a certain degree of probability. Micrographs can thus be segmented very quickly. Given an unvarying image analysis/source image, it thus takes just a little investment in time to analyze several images simultaneously once the algorithm is trained.

The segmented image can subsequently be evaluated in a surface analysis process and the trained classifier can be saved for upcoming images.

According to DIN EN ISO 13383-1:2016, a lognormal distribution is assumed for the calculation of the confidence interval of the grain size distribution.

2.3 Pore Analysis

The Fiji Distribution ImageJ „Analyze Particles“ tool was also used to measure the porosity and the pore distribution [11]. In this context, the images were first converted to a binary image using the „Make Binary“ option based on automatic threshold value setting applying the IsoData method [8]. Furthermore, the pixel/length ratio was specified via the command „Set Scale“. Based on the threshold value setting, the „Include holes“ option fills any „holes“ that occurred in the pores, i. e. insufficiently segmented pore areas are „repaired“. ImageJ thus automatically establishes a gray value limit between the pixels of the ceramic and the remaining foreign inclusions, such as B_4C , and the pores in the microstructure and generates a segmented binarized image (cf. Fig. 1).

Once the segmentation completed, the pores are measured and counted. Based

zum Einsatz, ein modifizierter Kantendetektor, der Texturen in bis zu 30 verschiedenen Richtungen erkennt und somit elongierte Strukturen, wie Kornflächen, in einem Bild filtert.

Die Werte der gelabelten Pixel unter Filtereinfluss trainieren zusammen mit den zuvor manuell gelabelten Pixeln den selbstlernenden Algorithmus, der im Anschluss in der Lage ist, die Pixel im restlichen Bild ebenfalls mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit zutreffend zu klassifizieren. Somit können Gefügeaufnahmen sehr schnell segmentiert werden. Demgemäß sind nach dem Training und bei gleichbleibender Bildanalyse bzw. Bildquelle gleichzeitig mehrere Bilder ohne großen zeitlichen Aufwand analysierbar.

Das segmentierte Bild kann im Anschluss über eine Flächenanalyse ausgewertet und der trainierte Classifier für weitere Bilder abgespeichert werden.

Zur Berechnung des Vertrauensintervalls der Korngrößenverteilung wird nach Angabe von DIN EN ISO 13383-1:2016 eine Lognormal-Verteilung angenommen.

2.3 Porenanalyse

Die Messung der Porosität und der Porenverteilung wurde ebenfalls über das Tool „Analyze Particles“ von ImageJ (Fiji Distribution) durchgeführt [11]. Hierfür erfolgte zunächst eine Umwandlung der Bilder mit der Option „Make Binary“ in ein binäres Bild über eine automatische Schwellwertsetzung mittels IsoData-Methode [8]. Überdies wurde das Pixel/Längen-Verhältnis über den Befehl „Set Scale“ festgelegt. Die Option „Include holes“ füllt eventuell entstandene „Löcher“ durch die Schwellwertsetzung in den Poren auf, d. h. unzureichend segmentierte Porenbereiche werden „repariert“. Dadurch setzt ImageJ automatisch eine Grauwertgrenze zwischen den Pixeln der Keramik und den restlichen Fremdeinschlüssen, wie B_4C zu den Poren im Gefüge und erzeugt ein segmentiertes binarisiertes Bild (vgl. Bild 1).

Die Poren werden nach der Segmentierung vermessen und ausgezählt. Anschließend ist

Figs. 1 a to d: Basic structure of SSiC in polished condition using a 50× objective (a), a 150× objective (b), binarized image of the shot using a 50× objective (c) and using a 150× objective (d).

Bilder 1 a bis d: Grundgefüge des SSiC im polierten Zustand mit 50× Objektiv (a), mit 150× Objektiv (b), binarisierte Abbildung der Aufnahme mit 50× Objektiv (c) und mit 150× Objektiv (d).

on the determined pore surface areas, the volume fraction of the entire ceramic can then be measured. Moreover, ImageJ can be used to determine the number distribution of the pores Q_0 and, where necessary, the shape parameters.

The porosity present in the ceramic samples was measured according to DIN EN 1389:2003, method B, by the manufacturer for comparison with the image analysis method.

The grain analysis as well as the pore analysis are performed using images acquired with 50× and 150× objectives, respectively, in order to detect variations of the segmentation method.

es möglich, über die ermittelten Porenflächen den Volumenanteil zur gesamten Keramik auszumessen. Ferner kann mittels ImageJ die Anzahlverteilung der Poren Q_0 und ggf. der Formparameter bestimmt werden.

Die vorliegende Porosität der Keramikproben wurde nach DIN EN 1389:2003 Verfahren B durch den Hersteller zum Vergleich mit dem bildanalytischen Verfahren gemessen.

Sowohl die Korn- als auch die Porenanalyse wird an 50× und 150× Objektivaufnahmen durchgeführt, um Schwankungen der Segmentierungsmethode zu detektieren.

3. Results and Discussion

3.1 Pore Analysis

The area analysis method yields a porosity of 3.38 % (50× objective) and 4.34 % (150× objective, respectively; cf. Tab. 1). The porosity determined by the manufacturer according to DIN EN 1389 was 3.17 %. A porosity determined based on image analysis of sections can be slightly higher than the porosity determined according to the Archimedes' principle. Thus, Telle et al. found, that despite the verification of the ceramographic findings, break-offs and smeared-up pores increase the porosity determined by image analysis as opposed to the porosity determined by density measurements [15].

The higher resolution of the 150× objectives which allows to reveal even smaller pores and the inhomogeneous distribution of the pores in the microstructure are responsible for the different porosity values measured by image analysis. These effects can also be observed when taking a look at the distribution curve in Fig. 2: While, for the images acquired using the 150× objective, the number of detected pores with a mean diameter below 1.25 µm increases, it decreases for those acquired using the 50× objective. Moreover, 50× objectives magnify the pores, as pixels in the interface region between ceramic and pores are partially rather considered as pores than as a grain area. This results in a lower relative frequency of pores with a diameter below 1 µm (cf. Fig. 3a, arrows mark pixels which extend beyond the edge of the pore but are nevertheless segmented as pore pixels)

3. Ergebnisse und Diskussion

3.1 Porenanalyse

Bei Verwendung des Flächenanalyseverfahrens ergibt sich eine Porosität von 3,38 % (50× Objektiv) bzw. von 4,34 % (150× Objektiv; vgl. Tab. 1). Die Porosität nach DIN EN 1389 wurde beim Hersteller mit 3,17 % bestimmt. Die bildanalytisch ermittelte Porosität an Schlifflen kann geringfügig größer sein, als die archimedisch bestimmte. Demnach stellten Telle et al. fest, dass trotz Überprüfung des keramographischen Befundes Ausbrüche und zugeschmierte Poren die bildanalytisch ermittelte Porosität gegenüber der, mit der Dichte bestimmten Porosität, erhöhen [15].

Entscheidend für die unterschiedlich bildanalytisch gemessene Porosität ist einerseits die höhere Auflösung des 150× Objekts, welches in der Lage ist, auch kleinere Poren sichtbar zu machen und andererseits die inhomogene Verteilung der Poren im Gefüge. Diese Effekte sind auch am Verlauf der Porenverteilung in Bild 2 zu erkennen: Während bei den 150× Aufnahmen die Anzahl der detektierten Poren unter 1,25 µm mittleren Porendurchmessers steigt, sinkt sie bei den 50× Aufnahmen. Weiterhin werden Poren bei den 50× Aufnahmen vergrößert, da die Pixel im Grenzbereich zwischen Keramik und Poren teilweise als Poren, denn als Kornfläche betrachtet werden, was sich aufgrund des größeren Pixel/Längen-Verhältnis in der Abbildung in einer geringeren relativen Häufigkeit der Poren von unter 1 µm äußert (vgl. Bild 3a, Pfeile markieren Pixel, die

	50×	150×
Pore surface area / Porenfläche [µm²]	10324.5 ± 47.8	1444.5 ± 9.3
Image surface area / Bildfläche [µm²]	306084.7	33284.4
Porosity / Porosität [%]	3.38 ± 0.1	4.34 ± 0.1

Tab. 1: Porosity calculation from the measured individual surface areas of all pores in the images.

Tab. 1: Berechnung der Porosität aus den gemessenen Einzellflächen aller Poren in den Bildern.

Figs. 2a and b: Relative frequency of the pores (a) and corresponding number distribution sums (b).

Bilder 2a und b: Relative Häufigkeit der Poren (a) und die dazugehörigen Anzahlverteilungssummen (b).

Figs. 3a and b: Pore image of the 50 $\times$ (a) and 150 $\times$ (b) images with superimposed pore image, segmented by the IsoData algorithm.

Bilder 3a und b: Porenbild der 50 $\times$ (a) und 150 $\times$ (b) Aufnahmen mit überlagertem, mittels des IsoData-Algorithmus, segmentierten Porenbildes.

Objective / Objektiv	50×	150×
d_{10} [μm]	0.395	0.26
d_{50} [μm]	1.248	1.138
d_{90} [μm]	2.966	3.145

Tab. 2: Percentiles of the number distribution sum of the pores.

Tab. 2: Perzentile der Anzahlverteilungssumme der Poren.

due to the higher ratio pixel/length in the image. The interface regions in the images acquired using the 150× objective offer a higher resolution and the IsoData segmentation provides more shape accuracy. For this reason, the pores are over-estimated due to the preparation-induced break-offs which results in a larger difference between the porosity value of the 150× images and the value measured according to the Archimedes principle (cf. Fig. 3b).

The increased fraction of pores with a Feret diameter smaller than 1.25 μm revealed by the 150× objective results in a decrease of the d_{10} and d_{50} percentiles (see Tab. 2). However, in percentage terms, more pores with larger diameters are determined. Accordingly, the d_{90} percentiles (3.145 μm) exceed the value obtained in images acquired with the 50× objective.

3.2 Grain Size Analysis

The analysis of the 50× images after the segmentation by watershed transformation yields a mean grain size of the ceramic of $1.578 \pm 0.016 \mu\text{m}$, while the WEKA analysis provides a value of $3.181 \pm 0.057 \mu\text{m}$. The standardized line intercept method yields a value of $3.504 \pm 0.1 \mu\text{m}$ (cf. Tabs. 3 and 4). The d_{50} value provided by the watershed transformation thus deviates by approx. 55% from the result of the line intercept method, while the deviation of the value obtained using the WEKA algorithm amounts to approx. 10%. One reason for the strong deviations observed with the watershed transformation is the over-segmentation of

über den Rand der Pore hinausgehen, aber dennoch als Porenpixel segmentiert werden). 150× Aufnahmen bilden die Grenzbereiche mit einer höheren Auflösung ab, so dass sie formgetreuer durch die IsoData-Methode segmentiert werden. Dieser Aspekt bedingt, dass die Poren aufgrund der durch die Präparation entstehenden Ausbrüche überschätzt werden und damit die Porosität der 150× Aufnahmen stärker von der archimedischen Porositätsmessung abweicht (vgl. Bild 3b).

Der vergrößerte Anteil an Poren mit Feretdurchmessern kleiner als 1,25 μm vom 150× Objektiv führt, wie in Tab. 2 zusammengestellt, zu einer Abnahme der d_{10} und d_{50} Perzentile. Allerdings werden prozentual mehr Poren mit größeren Durchmessern ermittelt. Folglich liegen die d_{90} Perzentile mit 3,145 μm oberhalb des Wertes der Aufnahmen mit dem 50× Objektiv.

3.2 Korngrößenanalyse

Die Analysen der 50× Aufnahmen ergeben eine mittlere Korngröße der Keramik von $1,578 \pm 0,016 \mu\text{m}$ nach der Segmentierung mit der Wasserscheidentransformation und von $3,181 \pm 0,057 \mu\text{m}$ nach der WEKA-Analyse. Das standardisierte Linienschnittverfahren kommt zu einem Ergebnis von $3,504 \pm 0,1 \mu\text{m}$ (vgl. Tab. 3 und 4). Damit weicht der d_{50} Wert der Wasserscheidentransformation um ca. 55% und der des WEKA-Algorithmus um ca. 10% von dem Ergebnis des Linienschnittverfahrens ab. Ein Grund für die hohen Abweichungen der Wasserscheidentransformation, ist die Übersegmentierung der Poren entlang der Korn Grenzen und innerhalb der Körner

Analysis method / Analyseverfahren	Watershed transformation / Wasserscheidentransformation		WEKA	
Objective / Objektiv	50×	150×	50×	150×
$d_{ci, max, 10}$ [μm]	0.395 ± 0.001	0.411 ± 0.000	0.789 ± 0.001	0.52 ± 0.002
$d_{ci, max, 50}$ [μm]	1.578 ± 0.016	1.029 ± 0.016	3.181 ± 0.057	2.181 ± 0.0782
$d_{ci, max, 90}$ [μm]	5.359 ± 0.102	3.142 ± 0.082	9.705 ± 0.371	6.44 ± 0.4871

Tab. 3: Percentiles of the number distribution sum of the grains based on the Feret diameters as a function of the magnification and the segmentation method.

Tab. 3: Perzentile der Anzahlverteilungssumme der Körner nach den Feretdurchmessern in Abhängigkeit der Vergrößerung und des Segmentierungsverfahrens.

the pores along the grain boundaries and within the grains (cf. Figs. 4 and 5). To date, no existing preprocessing variant filters pores or gray value minima in a way that the watershed transformation detects the present grain boundaries but disregards the pores, so that the mapped grain size remains unchanged. Due to the over-segmentation of the images, nonexistent smaller objects are detected during the area analysis (cf. Figs. 6a, b).

The WEKA algorithm is capable of filtering out grain boundaries and pores during the analysis of the grain surface areas. Thus, the result hardly differs from the result obtained using the line intercept method. Any differences between the d_{10} and d_{90} percentiles can be attributed to the high number of detected grains. The line intercept method

(vgl. Bild 4 und 5). Bis dato steht noch keine Preprocessingvariante zur Verfügung, die die Poren bzw. Grauwertminima derart herausfiltert, dass die Wasserscheidentransformation die vorhandenen Korngrenzen zwar detektiert, die Poren aber nicht beachtet, so dass die abgebildete Korngröße nicht verändert wird. Die Übersegmentierung der Aufnahmen hat zur Folge, dass nicht vorhandene kleinere Objekte durch die Flächenanalyse erfasst werden (vgl. Bild 6a, b).

Der WEKA-Algorithmus ist in der Lage sowohl die Korngrenzen, als auch die Poren aus der Betrachtung der Kornflächen herauszufiltern, dadurch weicht das Ergebnis kaum von dem des Linienschnittverfahrens ab. Etwaige Unterschiede der d_{10} und d_{90} Perzentile lassen sich anhand der hohen Anzahl der detektierten Körner herleiten. Beim Linienschnitt-

Objective / Objektiv	Line intercept method / Linienschnittverfahren	
	50×	150×
$g_{mli, 10}$ [μm]	1.752 ± 0.005	1.253 ± 0.007
$g_{mli, 50}$ [μm]	3.504 ± 0.1	3.074 ± 0.160
$g_{mli, 90}$ [μm]	7.299 ± 0.393	6.355 ± 0.684

Tab. 4: Percentiles of the number distribution sum of the grains based on the intercept lengths as a function of the magnification.

Tab. 4: Perzentile der Anzahlverteilungssumme der Körner nach den Schnittlinienlängen in Abhängigkeit der Vergrößerung.

Figs. 4a to f: Microstructure of the etched SiC sample. Image acquired using the 50× objective (a) and the 150× objective (b), image segmented by watershed transformation (c, d) and applying the WEKA algorithm (e, f).

Bilder 4a bis f: Gefüge der geätzten SiC-Probe, Aufnahme mit 50× Objektiv (a) und 150× Objektiv (b), die über die Wasserscheidentransformation segmentierte Abbildung (c, d) und die mit dem WEKA-Algorithmus segmentierte Abbildung (e, f).

only measures the chord lengths of those grains that actually intersect the lines. The 150× images with their lower d_{50} values of

verfahren werden folglich ausschließlich die Sehnenlängen von Körnern erfasst, die auch die Linien schneiden. Die 150× Aufnahmen

Fig. 5: 150× micrograph and the corresponding image segmented by watershed transformation: 1 – over-segmented pores, 2 – over-segmented grain boundary, 3 – over-segmented pore within the grain.

Bild 5: 150× Gefügeaufnahme und die dazugehörige, mittels Wasserscheidentransformation, segmentierten Abbildung: 1 – übersegmentierte Poren, 2 – übersegmentierte Korngrenze, 3 – übersegmentierte Pore im Korninneren.

$1.029 \pm 0.016 \mu\text{m}$ for the watershed transformation, $2.181 \pm 0.0782 \mu\text{m}$ for the WEKA algorithm, and $3.074 \pm 0.160 \mu\text{m}$ for the line intercept method suggest that smaller grains can be detected owing to the higher resolution and are incorporated into the quantitative grain size analysis. The deviation of the result obtained by the watershed transformation from the result yielded by the line intercept method increases to 67 %, that of the WEKA algorithm to just under 30 %. A closer examination of the segmented 150× images reveals the double segmentation of the grain boundaries (cf. Fig. 4d) which brings about a shift towards smaller values for the percentiles, too.

The thermal etching process tends to round off the grain surface areas, so that shadows are cast on areas near the grain boundaries. As a consequence, the segmentation of the distance between grain surface areas in the case of a 150× magnification brings about broadened segments, thus apparently reducing the size of the grains. A look at the number distribution sum for the 50× magnification shows that the results of the distribution measurement by the WEKA algorithm are comparable to those obtained by the

deuten mit den gesunkenen d_{50} Werten von $1,029 \pm 0,016 \mu\text{m}$ für die Wasserscheidentransformation, $2,181 \pm 0,0782 \mu\text{m}$ für den WEKA-Algorithmus und $3,074 \pm 0,160 \mu\text{m}$ für das Linienschnittverfahren darauf hin, dass kleinere Körner durch die erhöhte Auflösung detektiert werden können und in die quantitative Korngrößenanalyse einfließen. Die Abweichung des Ergebnisses der Wasserscheidentransformation von dem des Linienschnittverfahrens erhöht sich auf 67 % und die des WEKA-Algorithmus auf knapp 30 %. Bei näherer Betrachtung der segmentierten 150× Aufnahmen fällt die doppelte Segmentierung der Korngrenzen auf (vgl. Bild 4d), so dass die Perzentile ebenfalls zu kleineren Werten verschoben werden.

Die Abrundung der Kornflächen durch die thermische Ätzung bewirkt eine Schattierung der korngrenzennahen Bereiche. Demzufolge wird der Abstand zwischen den Kornflächen bei der 150× Objektivergrößerung verbreitert segmentiert, wodurch sich scheinbar die Korngröße verringert. Bei Betrachtung der Anzahlverteilungssumme kann bei der 50× Objektivergrößerung konstatiert werden, dass die gemessene Verteilung durch den WEKA-Algorithmus vergleichbare Ergebnisse wie das Linienschnittverfahren liefert (vgl.

Figs. 6a and b: Relative frequency of the grain size for the images with 50× (a) and 150× (b) objective, respectively, for the watershed transformation, the WEKA algorithm, and the line intercept method.

Bilder 6a und b: Relative Häufigkeit der Korngröße bei den Aufnahmen mit 50× (a) bzw. 150× (b) Objektiv für die Wasserscheidentransformation, dem WEKA-Algorithmus und dem Linienschnittverfahren.

line intercept method (cf. Fig. 7). This finding suggests that, given a sharp contrast of the grain boundaries such as the one obtained during the 50× magnification, the segmentation performed by the WEKA algorithm generates a qualitatively better distribution than for the wider grain boundary areas.

An alternative grain boundary etching process, such as using a Murakami solution, can be performed for a more precise watershed transformation segmentation, as the grains are not rounded off as much as

Bild 7). Dieser Fakt lässt vermuten, dass bei einer scharfen Korngrenzenkontrastierung, wie bei der 50× Objektivergrößerung, die Segmentierung durch den WEKA-Algorithmus eine qualitativ bessere Verteilung erzeugt, als bei breiteren Korngrenzenbereichen.

Für eine exaktere Segmentierung mittels der Wasserscheidentransformation kann eine alternative Korngrenzenätzung, beispielsweise mit einer Murakami-Lösung, erfolgen, da die Körner nicht so stark abrunden, wie bei einer

Fig. 7: Number distribution sum of the grain size for the images acquired with 50× (a) and 150× objective (b), respectively, shown together with curve after optimization by χ^2 fitting (see Tab. 6).

Bild 7: Anzahlverteilungssumme der Korngröße bei den Aufnahmen mit 50× (a) und 150× Objektiv (b) zusammen mit der durch die χ^2 -Anpassung optimierten Kurve (siehe Tab. 6).

during thermal etching. An alternative to chemical etching is to lower the temperatures of the thermal etching process or to reduce etching times. The watershed transformation process could be supported by appropriate preprocessing. Binder et al., for instance, segmented grain boundaries of ice after preprocessing using a Laplace filter and a morphological minimum operator. They subsequently calculated and classified the grain boundaries using a Random Forest algorithm and segmented

thermischen Ätzung. Eine weitere Alternative zur chemischen Ätzung ist die Senkung der Temperaturen bei der thermischen Ätzung bzw. die Reduzierung der Ätzzeiten. Die Wasserscheidentransformation könnte über ein geeignetes Preprocessing unterstützt werden. Binder et al. beispielsweise, segmentierten Korngrenzen von Eis nach einem Preprocessing mit einem Laplace Filter und einem morphologischen Minimum Operator. Im Anschluss wurden die Korngrenzen über einen Random-Forest-Algorithmus berech-

Figs. 8a and b: a) probability map with watersheds, 50×; b) probability map with watersheds, 150×. 1 – pores considered as grains, 2 – internal pores considered as grains, 3 – over-segmented areas, 4 – under-segmented areas.

Bilder 8a und b: a) 50×-Wahrscheinlichkeitskarte mit Wasserscheiden, b) 150×-Wahrscheinlichkeitskarte mit Wasserscheiden. 1 – als Körner gewertete Poren, 2 – als Körner gewertete innere Poren, 3 – übersegmentierte Bereiche, 4 – untersegmentierte Bereiche.

the thus created probability map applying a watershed transformation [16]. The WEKA algorithm is also capable of generating a probability map and uses a classification method similar to that of the Random Forest algorithm. However, the properties based on which the classification was performed are not represented in the WEKA algorithm and thus need to be additionally fitted. The probability maps of the WEKA algorithm can be further processed by the Morphological Segmentation process (watershed transformation). For that, a so-called h-value (Tolerance) needs to be applied (cf. Fig. 8) [13]. It defines an intensity threshold, where pixels with the same intensity or those falling below the threshold are not available for “growth seeds”. Thus, local maxima which do not provide information useful for the segmentation and a resulting over-segmentation are to be suppressed. However, if the h value is too high, the image is under-segmented. Therefore, it must be manually optimized based on the subjective assessment of the user [17–19]. Here, the standard deviation (or the increase) of the Error function (cf. equation 1) is suggested as an option. It describes the

net, klassifiziert und die daraus entstehende Wahrscheinlichkeitskarte über eine Wasserscheidentransformation segmentiert [16]. Der WEKA-Algorithmus ist ebenfalls in der Lage eine Wahrscheinlichkeitskarte zu erstellen und arbeitet nach einem ähnlichen Klassifikationsverfahren wie der Random-Forest-Algorithmus. Die Eigenschaften nach denen klassifiziert wurde, sind im WEKA-Algorithmus jedoch nicht abgebildet und müssen dementsprechend zusätzlich angepasst werden. Die Wahrscheinlichkeitskarten des WEKA-Algorithmus können mittels der Morphological Segmentation (Wasserscheidentransformation) weiterbearbeitet werden, dabei muss ein sogenannter h-Wert (Tolerance) eingesetzt werden (vgl. Bild 8) [13]. Dieser Wert beschreibt eine Intensitätsschwelle unter welcher Pixel mit einer geringeren oder gleichen Intensität nicht mehr für „Wachstumskeime“ zur Verfügung stehen. Dadurch sollen lokale Maxima, die für die Segmentierung keine nützlichen Informationen tragen und eine daraus folgende Übersegmentierung unterdrückt werden. Ist der h-Wert jedoch zu groß wird das Bild untersegmentiert, aus diesem Grund muss er manuell und nach der subjektiven Einschätzung des Nutzers optimiert werden

development of the cumulative frequency of lognormal distributions, where μ is the expected value of the distribution and σ is the standard deviation.

$$y = \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \operatorname{erf} \left[\frac{\ln x - \mu}{\sqrt{2}\sigma} \right] \quad (1)$$

It yields an inverted profile for the standard deviation as a function of the Tolerance, showing a minimum for the 50× images (90 Tolerance) as well as for the 150× images (110 Tolerance, cf. Fig. 9).

This could be an indication for a correlation of the imaged grain boundaries and the watershed transformation's h value. This correlation could be used in order to provide a more precise segmentation of the grain boundaries in the image.

As opposed to Fig. 4 a) and b), the spots marked in Fig. 8 a) and b) indicate that, despite the fact that the images were subjected to an optimization process based on the standard deviation from the Error function, wrongly segmented and interpreted areas remain. A comparison of the d_{10} , d_{50} ,

[17–19]. Als eine Möglichkeit der Optimierung wird hier die Standardabweichung (oder der Anstieg) der Error-Funktion (vgl. Gleichung 1) vorgeschlagen, welche den kumulativen Häufigkeitsverlauf von Lognormal-Verteilungen beschreibt, wobei μ der Erwartungswert der Verteilung und σ die Standardabweichung ist.

In Abhängigkeit der Tolerance ergibt sich ein invertierter Verlauf der Standardabweichung, welcher ein Minimum aufweist, sowohl in den 50× (90 Tolerance) als auch in den 150× Aufnahmen (110 Tolerance, vgl. Bild 9).

Dies könnte auf einen Zusammenhang zwischen den abgebildeten Korngrenzen und dem h-Wert der Wasserscheidentransformation hindeuten. Dieser Zusammenhang könnte dazu genutzt werden, die Korngrenzen in der Abbildung exakter zu segmentieren.

Anhand der markierten Stellen in Bild 8 a) und b) ist im Vergleich zu Bild 4 a) und b) zu erkennen, dass es noch fehlerhaft segmentierte bzw. interpretierte Bereiche gibt, obwohl die Abbildungen nach der Standardabweichung der Error-Funktion optimiert wurden. Beim Vergleich der d_{10} , d_{50} und d_{90} Perzentile in

Fig. 9: a) σ curve, cumulative frequency as a function of the Tolerance for the 50× micrographs; b) σ curve, cumulative frequency as a function of the Tolerance for the 150× micrographs.

Bild 9: a) σ -Verlauf für die kumulativen Häufigkeiten in Abhängigkeit der Tolerance der 50×-Gefügebilder, b) σ -Verlauf für die kumulativen Häufigkeiten in Abhängigkeit der Tolerance der 150×-Gefügebilder.

	WEKA + watershed transformation / WEKA+Wasserscheidentransformation	
Objective / Objektiv	50×	150×
$d_{ci, max, 10}$ [μm]	1.872 ± 0.002	2.102 ± 0.005
$d_{ci, max, 50}$ [μm]	4.499 ± 0.052	3.988 ± 0.11
$d_{ci, max, 90}$ [μm]	8.867 ± 0.231	7.307 ± 0.448

Tab. 5: Percentiles of the number distribution sum of the grains based on the Feret diameters as a function of the magnification subsequent to a combined WEKA/watershed transformation segmentation.

Tab. 5: Perzentile der Anzahlverteilungssumme der Körner nach den Feretdurchmessern in Abhängigkeit der Vergrößerung nach einer kombinierten Segmentierung aus WEKA und Wasserscheidentransformation.

and d_{90} percentiles in Tab. 5 and the values from Tab. 4 reveals that the combination of WEKA segmentation and watershed transformation tends to under-segment the microstructure at the selected optimization point. A more precise statement on the correct segmentation can, however, not be made as long as further examinations have not been carried out.

Segmentation errors may distort the distribution. Thus, a review of the frequency distributions determined based on the underlying lognormal distribution of polycrystalline ceramics is to further validate the image segmentation method applying the WEKA algorithm. A χ^2 test was performed in order to provide the goodness-of-fit of the frequency distributions up to 95%. When fitting the detected grain surface areas by means of a lognormal distribution, the boundary values of the 50× and 150× distribution of the micrographs segmented by the WEKA algorithm do not provide a confidence interval of 95% either. This can be attributed to the lower number of grain surface areas with a grain size of $> 8 \mu\text{m}$, the too low resolution of the objects $< 1 \mu\text{m}$, and the pixel-size errors induced by the WEKA algorithm segmentation. Applying an optimization procedure to the distributions in the form of a χ^2 test using a Matlab® script, the distributions attain a

Tab. 5 mit den Werten aus Tab. 4 ist zu erkennen, dass das kombinierte Verfahren aus WEKA-Segmentierung und Wasserscheidentransformation am gewählten Optimierungspunkt das Gefüge tendenziell untersegmentiert. Eine genauere Aussage über die korrekte Segmentierung kann jedoch nicht getroffen werden und bedarf weiterer Untersuchungen.

Die Überprüfung der bisher ermittelten Häufigkeitsverteilungen auf die zugrundeliegende Lognormal-Verteilung von polykristallinen Keramiken dient der weiteren Validierung des Bildsegmentierungsverfahrens mit dem WEKA-Algorithmus, da Segmentierungsfehler die Verteilung verzerren können. Um die Anpassungsgüte der Häufigkeitsverteilungen bis 95% zu bestimmen, wurde ein χ^2 -Test durchgeführt. Bei der Anpassung der detektierten Kornflächen durch eine Lognormal-Verteilung liegen die Randwerte von der 50× und 150× Verteilung der, mittels WEKA-Algorithmus segmentierten Gefügebilder, ebenfalls nicht in einem 95% Konfidenzintervall der angepassten Verteilung. Gründe hierfür sind die geringe Anzahl von Kornflächen mit einer Korngröße von $> 8 \mu\text{m}$, die zu geringe Auflösung der Objekte $< 1 \mu\text{m}$ und die pixelgroßen Fehler aufgrund der Segmentierung mit dem WEKA-Algorithmus. Durch Anwendung einer Optimierung der Verteilungen mittels χ^2 -Test über ein Matlab®-Skript erreichen die Vertei-

Objective / Objektiv	WEKA	
	50×	150×
$d_{ci, max, 10}$ [μm]	1.189 ± 0.065	0.912 ± 0.075
$d_{ci, max, 50}$ [μm]	3.439 ± 0.076	2.515 ± 0.067
$d_{ci, max, 90}$ [μm]	9.951 ± 0.238	7.000 ± 0.881

Tab. 6: Percentiles of the mean number distribution sum of the grains based on the Feret diameters as a function of the magnification subsequent to a χ^2 optimization.

Tab. 6: Perzentile der mittleren Anzahlverteilungssumme der Körner nach den Feretdurchmessern in Abhängigkeit der Vergrößerung nach einer χ^2 -Optimierung

confidence interval of 95% by incorporating a variable lower limit when the grain surface areas are recorded. The limit value is a function of the image and ranges between 0.370 μm and 0.56 μm for the 50× objective and between 0.395 μm and 0.624 μm for the 150× objective. Thus, approx. 0.01% to 10% (50× image) and approx. 5% to 9% (150× image) of the measurement points can be omitted, respectively. After fitting the lognormal distribution with the optimized data, the obtained percentiles are shifted in a way that the d_{10} and d_{50} values of the distribution approach the results of the line intercept method (cf. Tab. 6 and Fig. 7). Such an optimization of the measurement results of the watershed transformation did not deliver an interpretable result because too many data had to be removed. No lognormal distribution fitting had to be performed for the combination of WEKA segmentation and watershed transformation as, after a χ^2 test, they correspond to at least 95% to a lognormal distribution. It could thus be observed that by removing image fractions that cannot be unambiguously assigned and which mainly occur in the context of the WEKA algorithm image segmentation, the calculated percentiles are approaching the reference reading and the condition of a log-normal distribution is satisfied by at least 95%.

lungen ein 95% Konfidenzintervall, indem eine variable untere Grenze bei der Aufnahme der Kornflächen eingebaut wird. Diese liegt bei den 50× Aufnahmen – je nach Abbildung – zwischen 0,370 μm und 0,56 μm und für die 150× Aufnahmen zwischen 0,395 μm und 0,624 μm. Damit können ca. 0,01% bis 10% (50× Aufnahme) bzw. ca. 5% bis 9% (150× Aufnahme) der Messpunkte entfallen. Nach der Anpassung der Lognormal-Verteilung an die optimierten Daten verschieben sich die gewonnenen Perzentile derart, dass die d_{10} und d_{50} Werte der Verteilung sich den Ergebnissen des Linienschnittverfahrens annähern (vgl. Tab. 6 und Bild 7). Eine derartige Optimierung der Messergebnisse der Wasserscheidentransformation gelangte zu keinem interpretierbaren Ergebnis, da zu viele Daten entfernt werden mussten. Eine Anpassung der Lognormal-Verteilung musste für die kombinierte WEKA-Segmentierung und Wasserscheidentransformation nicht vorgenommen werden, da sie zu mindestens 95% einer Lognormal-Verteilung nach einem χ^2 -Test entsprechen. Somit zeigt sich, dass durch die Entfernung der nicht eindeutig zuordenbaren Bildfragmente, welche vor allem aufgrund der WEKA-Algorithmus basierten Bildsegmentierung entstehen, sich die berechneten Perzentile an die Referenzmessung annähern und die Bedingung einer Lognormal-Verteilung zu mindestens 95% erfüllt ist.

4. Summary

For the first time, this work focuses on the semi-automated analysis of a SSiC microstructure with the aid of the open source software ImageJ. This work demonstrates that the threshold-based pore analysis of the material correlates remarkably well with the results of the non-destructive test method. However, it is advisable to determine the porosity of the material before the preparation by applying the Archimedes principle. Thus, reference values for the materialographic preparation are available and it is ensured that the image of individual pores to be examined is unaffected in the ground plane to the greatest possible extent.

Another finding is that, owing to the presence of a second phase in the form of pores, the grain boundary analysis by edge-based watershed transformation results in an over-segmentation of the microstructural image of the ceramic. It can be concluded from this that this segmentation variant is primarily suitable for single-phase materials.

Based on the application of the WEKA algorithm to the examined sample, it could furthermore be observed that it is, in principle, suitable for the analysis of the microstructure of multiphase materials. However, special attention has to be paid to sharp, not widely dispersed grain and phase boundaries in order to avoid an over-segmentation of the grain boundaries. This can be achieved by a chemical etching process such as Murakami etching or by reduced etching times and/or temperatures during thermal etching. The greatest strength of this algorithm is demonstrated when it is used for the examination of micrographs of materials with different phases as it may generate, quickly train, and segment several color and gray scale areas. In order to offer a better protection of the extracted data from wrongly segmented image regions, it is recommended that a distribution check in the form of a χ^2 test

4. Zusammenfassung

Dieser Beitrag thematisiert erstmals die halb-automatische Analyse eines SSiC-Gefüges mit Hilfe der Open-Source-Software ImageJ. Diese Analyse zeigte, dass die schwellwertbasierte Porenanalyse des Werkstoffes zwar auffallend gut mit den Ergebnissen der zerstörungsfreien Prüfmethode korreliert, dennoch ist es ratsam, die Porosität des Werkstoffes vor der Präparation mittels des archimedischen Prinzips zu bestimmen, um im Anschluss über eine Orientierungsgröße für die materialographische Präparation zu verfügen und damit sicherstellen zu können, dass die zu bestimmenden einzelnen Poren möglichst unbeeinflusst abgebildet in der Schliffebene vorliegen.

Als weiteres Ergebnis stellte sich heraus, dass die Korngrenzenanalyse mittels einer kantenorientierten Wasserscheidentransformation die Gefügeabbildungen der Keramik, aufgrund des Vorhandenseins einer zweiten Phase in Form von Poren, zu stark segmentiert. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass sich diese Segmentierungsvariante vorrangig für einphasige Werkstoffe eignet.

Durch die Anwendung des WEKA-Algorithmus an der untersuchten Probe konnte darüber hinaus beobachtet werden, dass dieser sich zwar prinzipiell für die Gefügeanalyse mehrphasiger Werkstoffe eignet, beim Einsatz des WEKA-Algorithmus aber besonders auf scharfe, nicht weit gestreute Korn- bzw. Phasengrenzen geachtet werden muss, um eine Übersegmentierung der Korngrenzen zu verhindern. Dies kann durch die Anwendung eines chemischen Ätzverfahrens, wie der Murakami-Ätzung oder durch verringerte Ätzzeiten bzw. -temperaturen während der thermischen Ätzung erreicht werden. Die größte Stärke dieses Algorithmus entfaltet sich bei Gefügaufnahmen von Werkstoffen mit unterschiedlichen Phasen, die quantifiziert werden müssen, da mehrere Farb- bzw. Graustufenbereiche erstellt und schnell trainiert und segmentiert werden können. Zur Gewinnung einer größeren Sicherheit der extrahierten Daten vor fehlerhaft segmentierten

is performed to test the fit of the log-normal distribution.

Another aspect discussed was the possibility to couple the WEKA algorithm and the watershed transformation. In this case, the probability maps from the pixel-based segmentation are used for the watershed transformation. It was shown that both an over-segmentation and grain boundaries with a too wide segmentation are thus avoided.

Acknowledgement

The project this work is based on was funded by the Federal Ministry of Education and Research under the funding code 13XP5045D. The responsibility for the content of this publication lies with the authors.

References / Literatur

- [1] Schwetz, K.A.: Silicon Carbide Based Hard Materials, in: Handbook of Ceramic Hard Materials, R. Riedel (Ed.), 1. Auflage, WILEY-VCH-Verlag, Weinheim, Deutschland, 2000, S. 683–743
DOI: 10.1002/9783527618217.ch20
- [2] Salmang H.; Scholze H.; Telle R.: Keramik, 7. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, Deutschland, 2006, S. 393–403
- [3] Hattiangadi A.; Bandyopadhyay A.: Journal of the American Ceramic Society, 83 (2000) 11, 2730–2736
DOI: 10.1111/j.1151-2916.2000.tb01624.x
- [4] Rice, R.W. (1996): Journal of Materials Science, 31 (1996) 1, 102–118
DOI: 10.1007/BF00355133
- [5] Demirskiy D.; Solodkyy I.; Sakka Y.; Vasylyk O.: Journal of the American Ceramic Society, 99 (2016) 8, 2769–2777
DOI: 10.1111/jace.14308
- [6] Campbell A.; Murray P.; Yakushina E.; Marshall S.; Ion W.: Materials&Design, 141 (2018) 5, 395–406
DOI: 10.1016/j.matdes.2017.12.049
- [7] Coleman G.B.; Andrews H.C.: Proceedings of the IEEE, 67 (1979) 5, 773–785
DOI: 10.1109/PROC.1979.11327
- [8] Ridler T.W.; Calvard S.: IEEE Transactions on systems, man and cybernetics, SMC-8 (1978) 8, 630–632
DOI: 10.1109/TSMC.1978.4310039
- [9] Voort G.F.V.: Metallography, Principles and Practice, 1. Auflage, ASM International-Verlag, New York, United States of America, 1999, S. 410–503
- [10] Britz D.; Webel J.; Gola J.; Mücklich F.: Praktische Metallographie, 54 (2017) 10, 685–696
DOI: 10.3139/147.110484
- [11] Schindelin J.; Arganda-Carreras I.; Frise E.; Kaynig V.; Longair M.; Pietzsch T.; Rueden C.; Saalfeld S.; Schmid B.; Tinevez J.-Y.; White D.J.; Hartenstein V.; Eliceiri K.; Tomancak P.; Cardona A.: Nature Methods, 9 (2012) 7, 676–682
DOI: 10.1038/nmeth.2019
- [12] Shariff A.; Kangas J.D.; Coelho L.P.; Quinn S.; Murphy R.F.: Journal of Biomolecular Screening, 15 (2010) (7), 726–734
DOI: 10.1177/1087057110370894

Bildbereichen sollte eine Überprüfung der Verteilung in Form eines Chi²-Tests auf eine Log-normal-Verteilung erfolgen.

Thematisiert wurde zudem die Möglichkeit der Kopplung des WEKA-Algorithmus und der Wasserscheidentransformation. Bei der Anwendung werden die Wahrscheinlichkeitskarten aus der pixelbasierten Segmentierung für die Wasserscheidentransformation genutzt, dabei zeigte sich, dass eine Übersegmentierung verhindert und gleichzeitig zu breit segmentierte Korngrenzen vermieden werden.

Danksagung

Das dieser Veröffentlichung zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen 13XP5045D gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei den Autoren.

- [13] Legland D.; Arganda-Carreras I.; Andrey P.: *Bioinformatics*, 32 (2016) 22, 3532–3534
- [14] Arganda-Carreras I.; Kaying V.; Ruedin C.; Eliceiri K.W.; Schindelin J.; Cardona A.; Seung H.S.: *Bioinformatics*, 33 (2017) 15, 2424–2426
DOI: 10.1093/bioinformatics/btx180
- [15] Telle R.; Carle V.; Predel F.; Schäfer U.; Täffner U.; Petzow G.: *Praktische Metallographie*, 32 (1995) 9, 440–466
- [16] Binder T.; Garbe C.S.; Wagenbach D.; Freitag J.; Kipfstuhl S.: *Journal of Microscopy*, 250 (2013) 2, 130–141
DOI: 10.1111/jmi.12029
- [17] Koyuncu C.F.; Akhan E.; Ersahin T.; Cetin-Atalay R.; Gunduz-Demir C.: *Cytometry Part A: Journal of Quantitative Cell Science*, 89 (2016) 4, 338–349
DOI: 10.1002/cyto.a.22824
- [18] Jung C.; Kim C.: *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, 57 (2010) 10, 2600–2604
DOI: 10.1109/TBME.2010.2060336
- [19] Xu L.; Lu H.; Zhang M.: *Digital Signal Processing*, 34 (2014), 108–115
DOI: 10.1016/j.dsp.2014.07.007

Bibliography

DOI 10.3139/147.110626

Pract. Metallogr. 57 (2020) 11; page 752–775

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG

ISSN 0032–678X

Marius Lau

studied material science at the Institute of Materials Science at TU Dresden. Subsequent he got his degree as welding engineer. Since 2017 he is a research fellow at the Chair of Hydrogen and Nuclear Energy at TU Dresden, where

he investigates high-temperature resistant joining compounds made of technical ceramics.

Fabian Morgenstern

is a technician for material analysis at the Chair of Hydrogen and Nuclear Energy at TU Dresden since 2017. After his vocational training as a material tester he was the laboratory director at a hardening company. Since 2015 he is a member of the board of examiners for material testers.