

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/313663187>

A Comparison of Porosity Analysis Using 2D Stereology Estimates and 3D Serial Sectioning for Additively Manufactured Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo Alloy

Article in *Praktische Metallographie* · February 2017

DOI: 10.3139/147.110432

CITATIONS

2

READS

104

6 authors, including:



Satya Ganti

UES, Inc.

13 PUBLICATIONS 10 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



Brian Geier

Air Force Research Laboratory

18 PUBLICATIONS 125 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



Brian Hayes

UES, Inc.

7 PUBLICATIONS 42 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)

Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



UES, Inc [View project](#)



Masters Work [View project](#)

S. Ganti, M. Velez, B. Geier, B. Hayes, B. Turner, E. Jenkins

A Comparison of Porosity Analysis Using 2D Stereology Estimates and 3D Serial Sectioning for Additively Manufactured Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo Alloy

Vergleich der Porositätsanalyse einer Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo-Legierung aus additiver Fertigung mittels stereologischer Schätzungen (2D) und mit Serienschnitten (3D)

Received: September 22, 2016
Accepted: November 17, 2016

Eingegangen: 22. September 2016
Angenommen: 17. November 2016
Übersetzung: E. Engert

Abstract

Porosity is a typical defect in additively manufactured (AM) parts. Such defects limit the properties and performance of AM parts, and therefore need to be characterized accurately. Current methods for characterization of defects and microstructure rely on classical stereological methods that extrapolate information from two dimensional images. The automation of serial sectioning provides an opportunity to precisely and accurately quantify porosity in three dimensions in materials. In this work, we analyzed the porosity of an additively manufactured Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo sample

Kurzfassung

Porosität ist ein typischer Fehler in Bauteilen aus additiver Fertigung (AF). Solche Fehler beeinträchtigen Eigenschaften und Leistung von AF-Teilen. Sie müssen daher genau charakterisiert werden. In aktuellen Verfahren zur Charakterisierung von Fehlern und Gefüge werden klassische stereologische Verfahren angewendet, die Informationen aus zweidimensionalen Bildern ableiten. Die Automatisierung bei Serienschnittverfahren bietet die Möglichkeit, die Porosität in Werkstoffen präzise dreidimensional zu quantifizieren. In dieser Arbeit haben wir die Porosität einer Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo-Probe aus additiver Fertigung mit Robo-Met.3D[®], einem

Authors:

Satya R. Ganti, Michael A. Velez, Brian A. Geier, Brian J. Hayes, Bryan J. Turner, Elizabeth J. Jenkins UES Inc., 4401 Dayton Xenia Rd., Dayton, OH 45432, www.ues.com; e-mail: sganti@ues.com

using Robo-Met.3D[®], an automated serial sectioning system. Image processing for three dimensional reconstruction of the serial-sectioned two dimensional images was performed using open source image analysis software (Fiji/ImageJ, Dream.3D, Paraview). The results from this 3D serial sectioning analysis were then compared to classical 2D stereological methods (Saltykov stereological theory). We found that for this dataset, the classical 2D methods underestimated the porosity size and distributions of the larger pores; a critical attribute to fatigue behavior of the AM part. The results suggest that acquiring experimental data with equipment such as Robo-Met.3D[®] to measure the number and size of particles such as pores in a volume irrespective of knowing their shape is a better choice.

1. Introduction

Three-dimensional characterization of microstructural features such as size, shape and distribution of porosity provides us with geometrical measurements of features directly, and provides critical input into Integrated Computational Materials Science and Engineering (ICMSE) models. Porosity plays a critical role in determining the mechanical behavior of a material and makes the material appropriate for specific biomedical applications requiring low stiffness and high surface area, or acts as a limitation for certain aerospace applications affecting fatigue life. It is important to understand the size, distribution and morphology of porosity in order to accurately predict the mechanical performance of a material.

Until the advent of serial sectioning, classical stereological methods, which extrapolate information from two dimensional imag-

automatisierten System zur Ausführung von Serienschnitten, untersucht. Die Serienschnitte der zweidimensionalen Bilder wurden für die dreidimensionale Rekonstruktion unter Einsatz einer Open Source-Bildanalysesoftware (Fiji/Image J, Dream.3D, Paraview) verarbeitet. Die Ergebnisse dieser 3D-Serienschnittanalyse wurden anschließend mit Ergebnissen klassischer stereologischer Verfahren (2D, stereologische Theorie von Saltykov) verglichen. Wir haben für diesen Datensatz festgestellt, dass die klassischen 2D-Verfahren die Porengröße und die Verteilung der größeren Poren, ein entscheidendes Merkmal für das Ermüdungsverhalten des AF-Teils, unterbewerteten. Die Ergebnisse legen nahe, dass die Erfassung von Versuchsdaten mit Geräten wie beispielsweise Robo-Met.3D[®], mit denen Anzahl und Größe von Partikeln in einem Volumen unabhängig davon, ob ihre Form bekannt ist oder nicht, die bessere Alternative ist.

1. Einleitung

Die dreidimensionale Charakterisierung von Gefügemerkmalen wie Größe, Form und Porositätsverteilung liefert uns direkt geometrische Messgrößen der Merkmale und entscheidenden Input für Modelle der integrierten rechnergestützten Materialwissenschaft und -technik (Integrated Computational Materials Science and Engineering, ICMSE). Die Porosität spielt bei der Bestimmung des mechanischen Verhaltens eines Werkstoffes eine entscheidende Rolle. Von ihr hängt ab, ob sich der Werkstoff für bestimmte biomedizinische Anwendungen, die geringe Steifigkeit und eine große Oberfläche erfordern, eignet, oder ob sein Einsatz für bestimmte Anwendungen im Bereich Luft- und Raumfahrt aufgrund ihres Einflusses auf die Ermüdungslebensdauer, eingeschränkt ist. Um die mechanische Leistung eines Werkstoffes genau vorherzusagen, ist es wichtig, Größe, Verteilung und Morphologie der Porosität zu verstehen.

Bis zum Aufkommen von Serienschnitten wurden diese Informationen durch Gefügeanalysen mit klassischen stereologischen

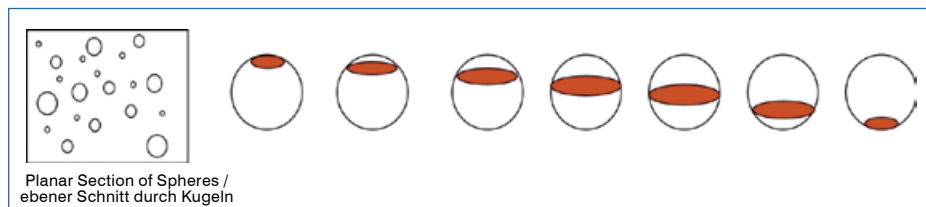


Fig. 1: 2D Section through a 3D distribution of Pores

Bild 1: 2D-Schnitt durch eine 3D-Verteilung von Poren

es, were used to derive this information from microstructural analyses. There is always a level of uncertainty associated with classical approaches in overestimating or underestimating the true feature size and shape. The underestimation of pore sizes that results when only a 2D section through a porous body is measured is apparent from the sketch in Fig. 1. For any given pore that is intersected by a plane, the plane intersects the pore at a true diameter only rarely. In most cases, the plane will intersect at a section through the pore where the diameter of the exposed circle of intersection is smaller than the true diameter of the pore.

Serial sectioning involves removing material from a sample layer by layer. It is a practical and direct method of obtaining three dimensional data of the microstructure, especially when automated [1]. Multiple destructive (atom probe tomography, laser/plasma FIB-SEM and Robo-Met.3D[®]) as well as nondestructive (micro x-ray computed tomography (microCT), ultrasonic imaging) methods are available and appropriate for characterizing features of varying length scales, depending on the feature of interest. Selection of the appropriate technique is predicated on the required spatial resolution, time, destructive vs. nondestructive, and analysis area / volume for 3-D microstructural characterization. Tab. 1 summarizes several techniques and their associated range of length scales [2–6].

Verfahren aus zweidimensionalen Bildern extrapoliert. Klassische Methoden bringen stets einen gewissen Unsicherheitsfaktor mit sich, da die tatsächliche Größe bzw. Form überschätzt bzw. unterschätzt wird. Die Porengröße wird unterschätzt, wenn nur ein 2D-Schnitt durch einen porösen Körper erfasst wird. Dies geht aus dem Schaubild in Bild 1 hervor. Wird eine Pore von einer Ebene geschnitten, trifft dieser Schnitt nur selten auf den tatsächlichen Durchmesser der Pore. In den meisten Fällen durchschneidet die Ebene die Pore in einem Abschnitt, in dem der Durchmesser des freigelegten Schnittkreises kleiner ist als der tatsächliche Durchmesser der Pore.

Bei Serienschnitten wird Schicht für Schicht Material von einer Probe abgetragen. Es ist ein praktisches und direktes Verfahren, das dreidimensionale Daten zum Gefüge liefert, insbesondere bei einem automatisierten Verfahren [1]. Mehrere zerstörende Verfahren (Atomsondentomographie, FIB-REM (Laser/Plasma) und Robo-Met.3D[®]) sowie zerstörungsfreie Verfahren (rechnergestützte Mikroröntgentomographie (Mikro-CT), Ultraschallbildgebung) stehen hier zur Verfügung. In Abhängigkeit des entsprechend zu analysierenden Merkmals eignen sich diese für die Charakterisierung von Merkmalen unterschiedlicher Längenskalen. Die Wahl des geeigneten Verfahrens richtet sich nach folgenden Aspekten: Erforderliche räumliche Auflösung, Zeit, zerstörend oder zerstörungsfrei und Analysefläche/-volumen für die 3D-Gefügecharakterisierung. Tab. 1 führt zusammenfassend einige Techniken und den zugehörigen Längenskalenbereich auf [2–6].

Technique / Technik	Length Scales (m) / Längenskalen (m)	Destructive/Non-Destructive / Zerstörend/zerstörungsfrei
3D Atom probe tomography / 3D-Atomsondentomographie	10^{-10} – 10^{-8}	Destructive / zerstörend
FIB/SEM / FIB/REM	10^{-8} – 10^{-5}	Destructive / zerstörend
Robo-Met.3D®	10^{-7} – 10^{-3}	Destructive / zerstörend
A & V Micromiller / A & V Mikrofräser	10^{-6} – 10^{-3}	Destructive / zerstörend
Micro X-ray CT / Mikroröntgen-CT	10^{-6} – 10^{-3}	Non-Destructive / zerstörungsfrei

Tab. 1: 3D Microstructural Characterization Techniques. References: Kral, M. V. 2004, Lieberman, S. I. 2006, Spowart, J. E. 2006, Zankel, A. 2014, Sosa, J.M. 2014.

Tab. 1: Gefügecharakterisierungstechniken in 3D. Referenzen: Kral, M V. 2004, Lieberman, S. I. 2006, Spowart, J. E. 2006, Zankel, A. 2014, Sosa, J. M. 2014.

In cases where features of interest are larger, a light microscopy-based approach is an appropriate method. An early implementation of such a method using a customized sliding microtome equipped with a micro-milling attachment to prepare the samples, followed by etching and imaging using a light microscope, was demonstrated by Alkemper and Voorhees [7].

Porosity is a significant feature of interest for characterization using microCT scans, however limited in resolution to identify pores in the order of voxel size. Bright field microscopy aids in easy identification of pores due to large difference in reflection of light between metal and pores present in the sample and resolution is an order of magnitude higher compared to microCT which is useful in identification of small pores [8–9]. Hence a serial sectioning technique combined with bright field microscopy helps to identify and quantify more number of pores compared to microCT scans which is a critical attribute for additive manufactured parts. Robo-Met.3D® is a more recent commercial product for serial sectioning. It uses a combination of mechanical metallographic polishing and etching followed by light microscopy imaging of each layer to examine

In Fällen, in denen die zu analysierenden Merkmale einen größeren Maßstab aufweisen, eignen sich lichtmikroskopische Verfahren. Früh wurde ein solches Verfahren unter Verwendung eines entsprechend eingerichteten Schlittenmikrotoms, das zur Probenpräparation mit einer Mikrofräsvorrichtung ausgerüstet war (gefolgt von einem Ätzschrift und der Bildgebung mit einem Lichtmikroskop), von Alkemper und Voorhees angewendet [7].

Die Porosität ist ein wesentliches Merkmal bei einer Charakterisierung mittels Mikroröntgentomographie-Scans. Allerdings ist die Auflösung für die Erkennung von Poren auf die Größenordnung der Voxelgröße begrenzt. Die Hellfeldmikroskopie ist bei der einfachen Identifizierung von Poren aufgrund eines großen Unterschieds bei der Lichtreflexion zwischen Metall und den in der Probe vorhandenen Poren nützlich. Die Auflösung ist, im Vergleich zur Mikro-CT, zudem eine Größenordnung höher, was bei der Erkennung von kleinen Poren hilfreich ist [8–9]. Durch eine mit Hellfeldmikroskopie kombinierte Serienschnitttechnik können somit im Vergleich zu Mikro-CT-Scans mehr Poren erkannt und quantifiziert werden, was für Teile aus additiver Fertigung wesentlich ist. Robo-Met.3D® ist ein neueres kommerzielles Produkt zur Herstellung von Serienschnitten. Für die Analyse vieler Strukturwerkstoffe werden hier mechanisches

many structural materials. Arrays of image tiles from each layer can be stitched into a montage image. Stacks of such images are then aligned and analyzed using open source or commercially available image analysis software to create a 3D dataset [10–11]. The process allows for the analysis of a wide variety of materials, while avoiding some of the surface contamination challenges inherent in micro-milling methods [12–14].

2. Robo-Met.3D® Equipment Specifications and Capabilities:

Robo-Met.3D® as shown in Fig. 2 is a self-contained automated optical tomography system that generates two-dimensional data sets from multiple sequenced layers for three-dimensional microstructural investigations. The system is fully enclosed, consisting of an automatic polishing system with a cassette of eight platens allowing for polishing with multiple cloths, diamond and colloidal alumina/silica suspensions, two ultrasonic cleaning stations, 3 washing/ dip well stations for etching, one drying station, and a fully automated inverted microscope. It has an external operator station for process parameter inputs. Once set-up, the operation is fully automated.

The output is a set of images that are readily transferred to available analysis software packages, as appropriate for the analysis required. This system dramatically reduces the amount of time required for sectioning and imaging the sample which includes sample preparation, and image capturing. It can be a validation tool for examining the quality of materials, identifying solidification defects in coatings and for characterizing freckle defects in single

metallographisches Polieren und Ätzen kombiniert. Anschließend wird jede einzelne Schicht lichtmikroskopisch abgebildet. Arrays aus Bildkacheln jeder Schicht können in ein Montagebild eingearbeitet werden. Um einen 3D-Datensatz zu erstellen, werden Stapel solcher Bilder anschließend ausgerichtet und unter Verwendung einer Open Source- oder einer im Handel erhältlichen Bildanalysesoftware analysiert [10–11]. Dieses Verfahren erlaubt die Analyse einer Vielzahl an Werkstoffen, wobei zudem einige der bei Mikrofräsverfahren auftretenden Herausforderungen durch Oberflächenverunreinigung vermieden werden [12–14].

2. Robo-Met.3D® Gerätespezifikationen und Systemfähigkeiten:

Robo-Met.3D® (wie in Bild 2 abgebildet) ist ein geschlossenes automatisiertes optisches Tomographiesystem, das anhand mehrerer aufeinanderfolgender Schichten zweidimensionale Datensätze für dreidimensionale Gefügeuntersuchungen erstellt. Es handelt sich um ein vollständig geschlossenes System, das sich aus den folgenden Elementen zusammensetzt: automatisches Poliersystem mit einer Kassette mit acht Trägerplatten, die ein Polieren mit mehreren Tüchern ermöglicht, Diamant- und kolloidale Aluminiumoxid-/Silicasuspensionen, zwei Ultraschallreinigungsstationen, drei Wasch-/Tauchbadstationen zum Ätzen, eine Trocknungsstation und ein vollautomatisiertes inverses Mikroskop. Die Prozessparameter können über eine externe Bedienstation eingegeben werden. Einmal eingerichtet, arbeitet das System vollautomatisch.

Das System erzeugt eine Bildreihe, die sogleich an verfügbare und für die entsprechende Analyse geeignete Analysesoftwarepakete übertragen wird. Dabei wird die für die Serienschnitte und die Abbildung der Probe erforderliche Zeit erheblich reduziert. Dies umfasst insbesondere die Probenpräparation und die Bildaufnahme. Es kann als Validierungsinstrument in der Qualitätsüberprüfung von Werkstoffen, zur Identifizierung von Erstarrungsfehlern in Beschichtungen und zur Charakterisierung von Freckles-Defekten

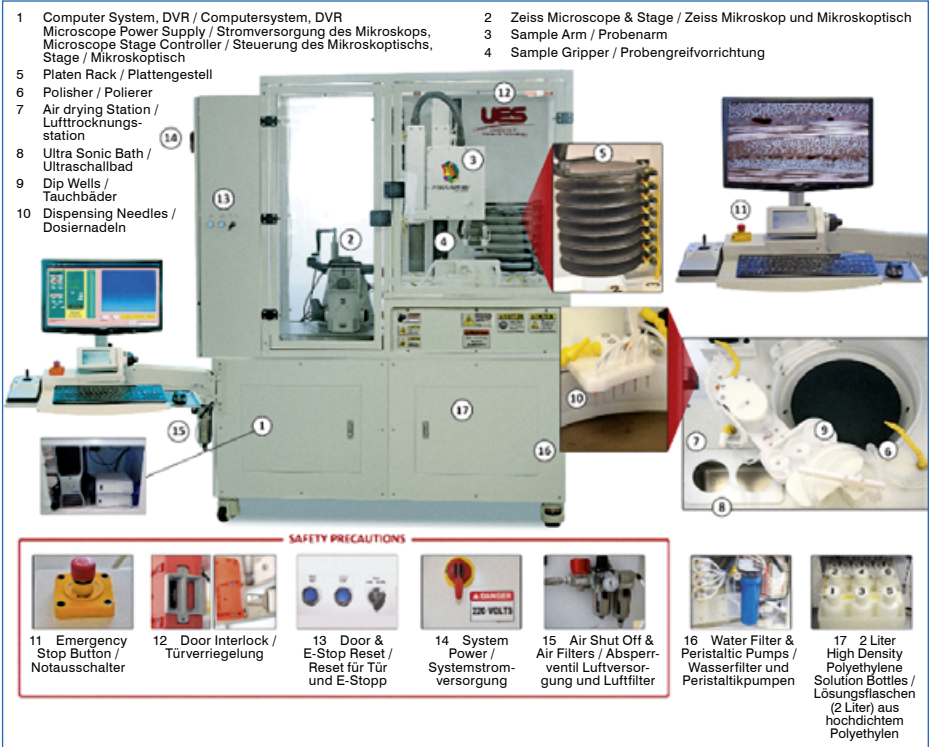


Fig. 2: Robo-Met.3D® System

Bild 2: Robo-Met.3D® System

crystal nickel super alloys. The system has been used to characterize grains, grain boundaries, precipitates, voids, and dendritic structure formations [15–18]. In this work, the Robo-Met.3D® system is used to measure three dimensional pore size distributions.

3. Sample Preparation and Experimental Procedure

- *Material Composition and State*

An additively manufactured Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo (Ti6242) sample, produced by electron beam powder bed fusion, was excised

in einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen eingesetzt werden. Bei der Charakterisierung von Körnern, Korngrenzen, Ausscheidungen, Hohlräumen und Anordnungen dendritischer Strukturen wurde mit diesem System gearbeitet [15–18]. In dieser Arbeit wird das System Robo-Met.3D® für die Erfassung dreidimensionaler Porengrößenverteilungen eingesetzt.

3. Probenpräparation und Versuchsablauf

- *Werkstoffzusammensetzung und -beschaffenheit*

Eine Probe aus Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo (Ti6242) aus additiver Fertigung (hier mittels pulververbetteter Elektronenstrahlschmelzen) wurde

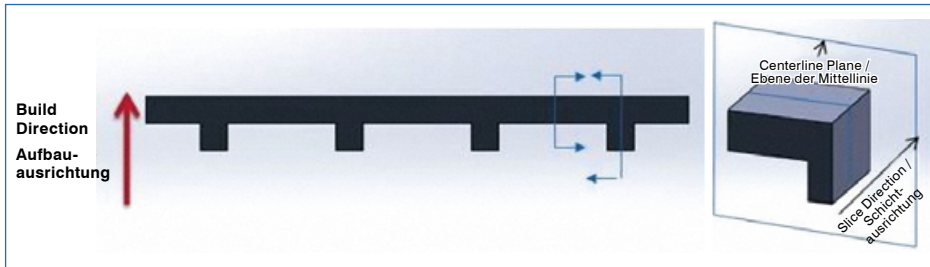


Fig. 3: Ti6242 Bridge Sample Illustration

Bild 3: Darstellung der Ti6242-Brückenprobe

from a larger part as shown in Fig. 3. The excised sample had the dimensions of 20 mm × 20 mm × 18 mm in length, width and depth respectively.

- *Sample Preparation and Mounting*

These sample dimensions fit well in a 1.5 inch metallographic mount, 25 mm deep, which is appropriate for the Robo-Met.3D® system. The mounting material was a powdered thermoset compound. The mount was adhered to the sample puck using an adhesive.

- *Section Thickness Determination*

The experiment set up was predicated on capturing all porosity with a feature size greater than 5 µm. Robo-Met.3D® uses z-focus or z-height of the optical microscope for accurate thickness measurements between sections. Calculations are based on the average slice thickness for the complete data consisting of 70 slices. We have customized an auto-focus algorithm that utilizes both coarse and fine z-steps to find the best focus position in order to measure section thickness. In addition, the process is automated and controlled, dispensing speed and time, and applied forces are constant for each slice and the complete run was well within the lifetime of the polishing pads which yields consistent material removal. Fig. 4 shows the average focus height (material removal) per slice and the

aus einem größeren Teil wie in Bild 3 gezeigt herausgeschnitten. Die entnommene Probe hatte die Abmessungen 20 mm × 20 mm × 18 mm (Länge, Breite, Tiefe).

- *Probenpräparation und -einbettung*

Für diese Probenabmessungen passend ist ein für das Robo-Met.3D®-System geeigneter Metallographiehalter mit 1,5 Zoll und einer Tiefe von 25 mm. Die Probe wurde in eine pulverisierte Duroplastmasse eingebettet. Die eingebettete Probe wurde mit einem Klebstoff an den Probenträger angeklebt.

- *Bestimmung der Schnittdicke*

Der Versuchsaufbau zielte auf die Erfassung der Porosität mit einer Merkmalsgröße von mehr als 5 µm. Um zwischen den Schnitten genaue Dickenmesswerte zu erhalten, arbeitet Robo-Met.3D® mit dem z-Focus oder der z-Höhe des Lichtmikroskops. Die Berechnungen basieren auf dem Durchschnittswert für die Schichtdicke, der aus den Gesamtdaten (70 Schichten) hervorgeht. Wir haben den Autofokus-Algorithmus, der sowohl mit groben als auch feinen z-Schritten arbeitet, individuell eingerichtet, um so die beste Fokusposition zur Messung der Schnittdicke zu finden. Dieser Prozess ist zudem automatisiert und läuft kontrolliert ab. Ausgabegeschwindigkeit und -zeit sowie die aufgebrachten Kräfte sind für jede Schicht konstant. Ein kompletter Durchlauf passte zeitlich gut zur Lebensdauer der Polierpads, wodurch ein gleichmäßiger Materialabtrag gewährleistet werden konnte. Bild 4

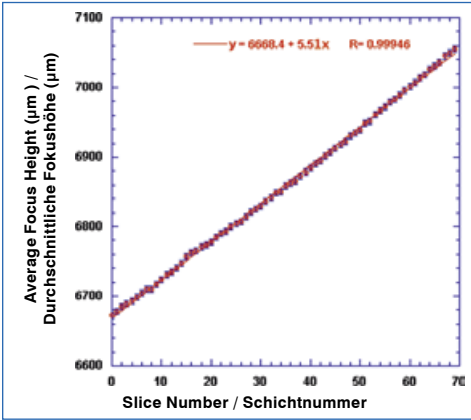


Fig. 4: Robo-Met.3D® Material Removal Profile
Bild 4: Robo-Met.3D® Materialabtrag im Profil

average thickness for this study is $5.51 \mu\text{m}$ with an error bar of $\pm 4.26 \mu\text{m}$ corresponding to depth of field (DOF). Visual inspection of this data was performed to understand the section-to-section variability and the pores appeared to grow/shrink per section indicating the uniformity of the sectioning process. Precise thickness measurements can be obtained using hardness indenters / fiducial marks etc. which were not employed for this work [19]. The accuracy and repeatability of serial section thickness/depth is maintained by careful control of the process, such as polishing parameters, as currently the process is open loop.

Section thickness is based on the microstructural feature of interest and number of sections that can be obtained within a reasonable amount of time. A minimum of 10 sections per feature is a reasonable estimate as suggested by Uchic [20]. With current capabilities in PC speed and memory, quantitative representations and reconstructions of microstructural features in three dimensions can be created with reasonable speed and effort.

zeigt die durchschnittliche Fokushöhe (Materialabtrag) pro Schicht. Die durchschnittliche Dicke liegt für diese Untersuchung bei $5.51 \mu\text{m}$ bei einem der Schärfentiefe entsprechenden Fehlerbalken von $\pm 4,26 \mu\text{m}$. Zum Verständnis der Datenvariabilität von Schnitt zu Schnitt wurde eine Sichtprüfung durchgeführt. Dabei schienen die Poren von Schnitt zu Schnitt zu wachsen bzw. zu schrumpfen – ein Hinweis auf die Gleichmäßigkeit des Serienschneidvorgangs. Durch den Einsatz von Eindringkörpern (Härteprüfung) bzw. Bezugsmarken etc., die für diese Arbeit nicht verwendet wurden, können präzise Dickenmesswerte erzielt werden [19]. Genauigkeit und Wiederholbarkeit der Serienschneiddicke bzw. -tiefe wird durch sorgfältige Kontrolle des Vorgangs, beispielsweise der Polierparameter, gewährleistet, da es sich bei dem Prozess derzeit um einen Open-Loop-Prozess handelt.

Die Schnittdicke wird ausgehend vom entsprechenden Gefügemerkmal und der Anzahl an Schnitten gewählt, die innerhalb eines angemessenen Zeitraums angefertigt werden können. Eine Mindestanzahl von 10 Schnitten pro Merkmal wie sie von Uchic [20] vorgeschlagen wird, ist Grundlage einer angemessenen Schätzung. Bei derzeitigen PC-Geschwindigkeiten und -Speichern können Gefügemerkmale in drei Dimensionen mit angemessener Geschwindigkeit und Aufwand quantitativ dargestellt und rekonstruiert werden.

- *Robo-Met.3D® Recipe*

As-polished sections were used for this porosity study, without etching, as the features of interest were pores. Polishing steps involved Gold Label polishing pad for diamond suspensions of varying sizes - 9 μm and 6 μm , Kempad for 1 μm diamond suspension and Final A polishing pad for 0.05 μm colloidal alumina. Intermittent and final cleaning steps with water and ethanol were performed to keep cross contamination to a minimum. These consumables were all sourced from Allied High Tech (www.alliedhightech.com).

- *Image Acquisition*

Optical images were automatically acquired with the Zeiss Axio Observer microscope built into the Robo-Met.3D® system. A 10 $\times$ objective with 1 $\times$ optivar was used, with bright field illumination. Seventy (70) slices of 16 image tiles each were used for 3D reconstruction.

- *Post Processing Parameters*

The 2D image tiles from each layer were stitched into 4 $\times$ 4 montages, then registered with the images from the next layer using Fiji and Image J software. Fig. 5 shows one of the 70 slices after post processing. For the purpose of this analysis we set a threshold of 5 pixels in one direction to define an object, any object below that

- *Robo-Met.3D® Rezeptur*

Für diese Untersuchung wurden polierte Schnitte ohne Ätzschritt gewählt, da es sich bei den zu untersuchenden Merkmalen um Poren handelte. Poliert wurde mit Gold Label Polierpad für Diamantsuspensionen unterschiedlicher Größen – 9 μm und 6 μm , Kempad für 1 μm Diamantsuspension und Final A Polierpad für 0,05 μm kolloidales Aluminiumoxid. Um eine wechselseitige Kontamination auf ein Minimum zu reduzieren, wurde mit Wasser und Ethanol zwischen- und endgereinigt. Diese Verbrauchsmaterialien stammen alle von Allied High Tech (www.alliedhightech.com).

- *Bilderfassung*

Optische Bilder wurden automatisch mit dem im Robo-Met.3D® System eingebauten Mikroskop Zeiss Axio Observer aufgenommen. Hier wurde mit einem 10 $\times$ -Objektiv mit 1 $\times$ -Optivar und Hellfeldbeleuchtung gearbeitet. Die 3D-Rekonstruktion basierte auf siebzig (70) Schichten mit jeweils 16 Bildkacheln.

- *Nachbearbeitungsparameter*

Die 2D-Bildkacheln jeder einzelnen Schicht wurden in 4 $\times$ 4-Montagen eingearbeitet und anschließend zusammen mit den Bildern der nächsten Schicht mit der Software Fiji und Image J erfasst. Bild 5 zeigt eine der 70 Schichten nach der Nachbearbeitung. Für die Analyse haben wir zur Objektdefinition einen Schwellenwert von 5 Pixel in einer Richtung eingestellt.

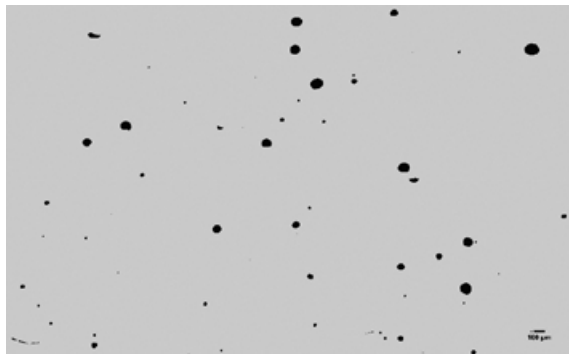


Fig. 5: 2D Post-processed (thresholded) Image of the Ti6242 Sample using Robo-Met.3D®

Bild 5: Mit Robo-Met.3D® nachbearbeitetes 2D-Bild (Schwellenwertbild) der Ti6242-Probe

threshold was removed. The pixel resolution in these images, using a 10× objective and 1× optivar with our current microscope and camera settings is approximately 1.08 µm in both x and y. In 3D, a single voxel of the reconstructed data set has dimensions of 1.08 µm × 1.08 µm × 5.51 µm at 100× magnification. The smallest pore that can be detected is one voxel in volume.

3. Pore Size Analysis from Microstructural Examination

An analysis was undertaken to compare Robo-Met.3D® direct measurements of the pore size distribution in a volume of material with the 2D to 3D extrapolation calculation using classical stereology methods.

- *Robo-Met.3D® Serial Sectioning Data*

Binary images for 2D analysis were made by selecting a pixel intensity threshold using Fiji/Image J open source software. These images were stacked and aligned using Image J. No fiducial marks/indents were used to align the images [21]. Alignment was performed using Fiji (Linear stack alignment with SIFT algorithm) which we observed to be effective in registration of the image stack and produced good quality aligned images. Next, 3D datasets were reconstructed and visualized in 3D using Dream.3D and Paraview open source software. Fig. 6. is the 3D reconstruction of the 70 slices made using Paraview (color variation based on sphere size). Equivalent sphere diameter (ESD) is outputted from the Dream.3D software. This dataset is represented as 3D RoboMet in Fig. 7.

- *Classical Stereological Methods*

A representative 2D image is shown (Fig. 5). Slices 1, 44 and 65 were selected

Jedes Objekt unterhalb dieses Schwellenwerts wurde entfernt. Beim Einsatz eines 10×-Objektivs und 1×-Optivar mit unseren aktuellen Mikroskop- und Kameraeinstellungen lag die Pixelauflösung in diesen Bildern bei ca. 1,08 µm für sowohl x als auch y. In 3D hat ein einzelnes Voxel des rekonstruierten Datensatzes bei einer 100-fachen Vergrößerung eine Größe von 1,08 µm × 1,08 µm × 5,51 µm. Die kleinste Pore, die wahrgenommen werden kann, hat ein Volumen von einem Voxel.

3. Porengrößenanalyse anhand der Gefügeuntersuchung

Zum Vergleich der direkten Messungen der Porengrößenverteilung mit Robo-Met.3D® in einem Materialvolumen mit der Extrapolationsberechnung von 2D nach 3D unter Anwendung klassischer stereologischer Verfahren wurde eine Analyse durchgeführt.

- *Robo-Met.3D® Serienschnittdaten*

Anhand der OpenSource-Software Fiji/Image J wurden Binärbilder für die 2D-Analyse erstellt. Dabei wurde eine Pixelintensitätsschwelle ausgewählt. Die Bilder wurden mit Image J gestapelt und ausgerichtet. Für die Ausrichtung der Bilder wurde nicht mit Bezugsmarken gearbeitet [21]. Die Bilder wurden mittels Fiji (lineare Stapelausrichtung mit SIFT-Algorithmus) ausgerichtet. Wir konnten dabei eine effiziente Erfassung des Bildstapels und ausgerichtete Bilder guter Qualität feststellen. Anschließend wurden 3D-Datensätze rekonstruiert und mit Dream.3D und der Open Source-Software Paraview in 3D dargestellt. Bild 6 zeigt die 3D-Rekonstruktion der 70 Schichten, die mit Paraview (Farbvariation basierend auf der Kugelgröße) angefertigt wurde. Der äquivalente Kugeldurchmesser (Equivalent sphere diameter, ESD) wird von der Software Dream.3D ausgegeben. Dieser Datensatz wird in Bild 7 für 3D RoboMet dargestellt.

- *Klassische stereologische Verfahren*

Bild 5 zeigt ein repräsentatives 2D-Bild. Die Schichten 1, 44 und 65 wurden aus dem

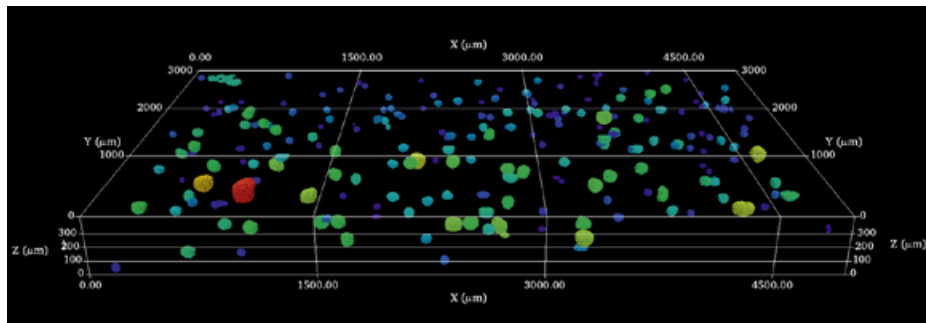


Fig. 6: 3D Reconstruction of the Ti6242 Sample collected using Robo-Met.3D®

Bild 6: 3D-Rekonstruktion der mittels Robo-Met.3D® erfassten Ti6242-Probe

from the stack of 70 images acquired, to perform classical stereological analysis. Binary images were made by selecting a pixel intensity threshold using Fiji/Image J open source software. Image J software was used to calculate the ESD of the pores visible in this two-dimensional image, and a distribution of pore size versus relative fraction was created (2D measured, single image).

Subsequently, Saltykov's area analysis (detailed below) was used to extrapolate a three dimensional ESD distribution from a set of 2D measurements of pore intersections with a plane [22–23]. In the Saltykov analysis, pore/surface intersection circles in the 2D experimental sections are divided into n size intervals/bins (based on a logarithmic scale). In this case $n=14$ was selected. The underlying assumptions in this extrapolation are that (a) pores are considered to be spherical and normally distributed in size (b) a single 2D section with 14 class intervals is used, where the calculated values for the 14 bins are provided in the literature. While here we are only addressing a spherical pore distribution, the Saltykov analysis can be extended to project distributions for non-spherical pores [24].

erfassten Stapel mit 70 Bildern zur Durchführung einer klassischen stereologischen Analyse ausgewählt. Binärbilder wurden durch Auswahl eines Pixelintensitätsschwellenwerts unter Verwendung der Open Source-Software Fiji/Image J angefertigt. Die Software Image J wurde eingesetzt, um den ESD der in diesem zweidimensionalen Bild sichtbaren Poren zu berechnen. Zudem wurde eine Verteilung der Porengröße über dem relativen Mengenanteil aufgetragen (2D gemessen, Einzelbild).

Anschließend wurde mit der Saltykov Flächenanalyse (nachstehend detailliert ausgeführt) gearbeitet, um eine dreidimensionale ESD-Verteilung aus einer 2D-Messreihe von Porenschnittpunkten mit einer Ebene [22–23] zu extrapolieren. In der Saltykov-Analyse werden Poren-/Oberflächen-Schnittkreise in den 2D-Versuchsschnitten (basierend auf einer logarithmischen Skala) in n Größenintervalle/-klassen geteilt. In diesem Fall wurde $n=14$ gewählt. Die dieser Extrapolation zugrunde liegenden Annahmen sind, dass (a) Poren als kugelförmig angesehen werden, in ihrer Größe normalverteilt sind und (b) ein einzelner 2D-Schnitt mit 14 Klassenweiten verwendet wird. Die berechneten Werte für die 14 Klassen sind in der Literatur zu finden. Während wir uns hier lediglich mit einer Verteilung kugelförmiger Poren befassen, kann die Saltykov-Analyse um die Hochrechnung von Verteilungen nicht-kugelförmiger Poren erweitert werden [24].

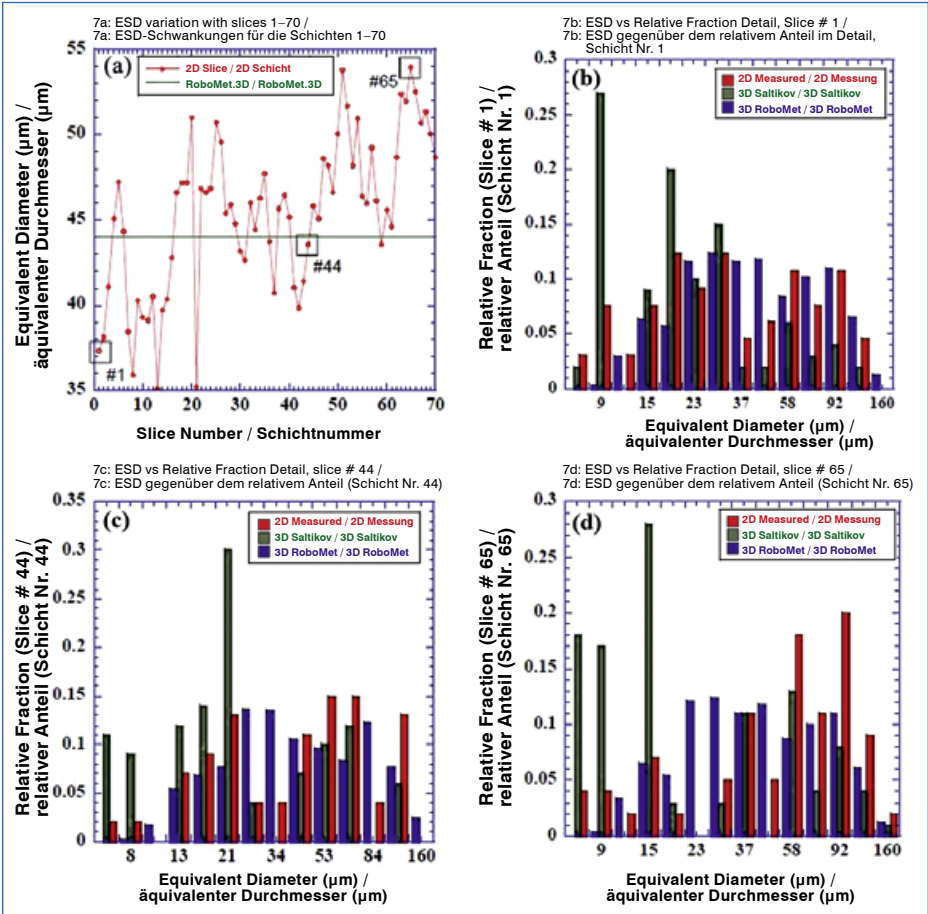


Fig. 7: Plot of Equivalent Sphere Diameter (ESD) vs Relative Fraction for 2D Measured (Single Image), 3D Saltykov (Saltykov Extrapolation) and 3D RoboMet (70 Slices Robo-Met.3D®)

Bild 7: Grafische Darstellung des äquivalenten Kugeldurchmessers (Equivalent Sphere Diameter, ESD) aufgetragen über dem relativen Mengenanteil für die 2D-Messung (Einzelbild), 3D-Saltykov (Saltykov-Extrapolation) und 3D-RoboMet (70 Schichten Robo-Met.3D®)

The number of pores in each size interval (bin size) is represented by $N_A(i)$. Bin size is calculated using $[D_{\max} \times 10^{-0.1(i-2)} - D_{\max} \times 10^{-0.1(i-1)}]$ where $D_{\max}$ is the largest 2D pore diameter observed in that section/slice (93.3 μm). The corresponding $N_v(i)$, the number of pores in each volume interval, is calculated by multiplying $N_A(i)$ with α

Die Porenanzahl in jedem einzelnen Größenintervall (Klassengröße) wird durch $N_A(i)$ dargestellt. Die Klassengröße wird berechnet durch $[D_{\max} \times 10^{-0.1(i-2)} - D_{\max} \times 10^{-0.1(i-1)}]$. $D_{\max}$ ist hier der größte beobachtete 2D-Porendurchmesser in diesem Schnitt/dieser Schicht (93,3 μm). Der entsprechende Wert $N_v(i)$, die Anzahl der Poren in jeden einzelnen

matrix coefficients and reciprocal bin size¹. It should be noted here that $N_A(i)$ is directly measured, and $N_V(j)$ values are calculated from respective $N_A(i)$ values where $i, j = 1, 2, 3 \dots 14$. Since $N_A(i)$ and $N_V(j)$ values obtained were on different scales, they were first converted to relative scale by dividing each value of $N_A(i)$ and $N_V(j)$ with their respective total number of values. Size distribution of pores for 2D Measured, 3D Saltykov and 3D RoboMet for slices 1, 44, and 65 are represented in Fig. 7.

4. Results and Discussion

Fig. 7a is represented as a scatter plot to depict the variability in the mean 2D ESD per slice compared to the 3D mean ESD, and frequency plots for 2D Measured (single image for slices 1, 44 and 65), 3D Saltykov (Saltykov Extrapolation) and 3D RoboMet (70 Slices Robo-Met.3D®). We conducted pore distribution analysis to compare 3D experimental data captured using RoboMet.3D® (mean ESD 43.9 μm) with the results obtained via stereological Saltykov area analysis (Saltykov projection of the 3D distribution from a 2D section) and with the data obtained from a single image slice (Figs. 7b, 7c and 7d).

In the case of slice # 1, whose mean ESD was 37.4 μm , using this dataset from the single 2D slice alone underestimated the number of large pores and overestimated the number of small pores, although this could also be due to the large number of small pores present in slice #1. In the case of slice # 44, whose mean ESD was 43.6 μm (close

Volumenintervall, wird berechnet durch Multiplikation von $N_A(i)$ mit α -Matrixkoeffizienten und der reziproken Klassengröße¹. Es sollte hier angemerkt werden, dass $N_A(i)$ direkt gemessen und die $N_V(j)$ -Werte anhand der entsprechenden $N_A(i)$ -Werte berechnet werden, wobei $i, j = 1, 2, 3 \dots 14$. Da die $N_A(i)$ - und $N_V(j)$ -Werte aus unterschiedlichen Skalen stammten, wurden sie zunächst durch Division jedes einzelnen Werts $N_A(i)$ und $N_V(j)$ durch die entsprechende Gesamtzahl an Werten für eine relative Skala umgerechnet. Bild 7 zeigt die Größenverteilung von Poren für 2D-Messungen, 3D-Saltykov und 3D-Robo-Met für die Schichten 1, 44 und 65.

4. Ergebnisse und Diskussion

Bild 7a wird als Streudiagramm/Punktwolke dargestellt, um die Schwankungsbreite beim 2D-ESD-Mittelwert pro Schicht im Vergleich mit dem 3D-ESD-Mittelwert und Häufigkeitsverteilungen für 2D-Messungen (Einzelbild für Schichten 1, 44 und 65), 3D-Saltykov (Saltykov-Extrapolation) und 3D-RoboMet (70 Schichten Robo-Met.3D®) abzubilden. Wir haben die Porenverteilung analysiert, um Robo-Met.3D®-Versuchsdaten (ESD-Mittelwert 43,9 μm) mit den Ergebnissen der stereologischen Flächenanalyse nach Saltykov (Saltykov-Hochrechnung der 3D-Verteilung von einem 2D-Schnitt) und mit den Daten eines Einzelbilds zu vergleichen (Bilder 7b, 7c und 7d).

Im Fall von Schicht Nr. 1, deren ESD-Mittelwert bei 37,4 μm lag, wurde bei Verwendung dieses Datensatzes von lediglich dieser einzelnen 2D-Schicht die Anzahl großer Poren unterschätzt und die Anzahl kleiner Poren überschätzt, wobei dies jedoch auch auf die große Anzahl kleiner Poren in Schicht Nr. 1 zurückzuführen sein könnte. Für Schicht Nr. 44,

¹ α matrix coefficients used in the Matlab program are taken from Shen et al.

¹ Die im Matlab-Programm verwendeten α -Matrixkoeffizienten stammen von Shen et al.

to the 3D mean ESD of 43.9 μm), the number of large pores in the single 2D slice was overestimated, though by a smaller margin compared to the case of slice # 65, whose mean ESD was 54 μm .

The Saltykov extrapolation is limited in that it compensates neither for the underestimation of large pores in slice #1 nor for the overestimations in slices 44 and 65. A possible reason for this lack of compensation is that the total number of pores present in the slice used for extrapolation is significantly low; slice #1, slice #44, and slice #65 used in this analysis comprised 65, 46, and 55 pores, respectively. Statistically, a larger number of data points results in a better distribution fit. It is to be noted that the underlying assumption in this analysis is that all pores are spherical and follow normal distribution which might not be the real case. The data shown supports the notion that a finite mixture of normal distributions may be more appropriate.

In addition, there is a risk of underestimating small spheres when they are unevenly distributed with regard to other large spheres and this inaccuracy in measuring small spheres that result from large spheres are magnified in inverse (α) matrix calculations (that incorporates size and shape of the sphere) used in $N_v(j)$. We did notice that there is significant variability in the mean 2D ESD per slice compared to the 3D mean ESD as shown in (Fig. 7a). Therefore it is completely dependent upon selection of the 2D slice for extrapolation that results in the overestimation or underestimation of the true ESD – a potential weakness of the conventional metallographic technique.

deren ESD-Mittelwert bei 43,6 μm lag (nahe dem 3D-ESD-Mittelwert von 43,9 μm) wurde die Anzahl großer Poren in der einzelnen 2D-Schicht überschätzt, allerdings, verglichen mit dem Fall von Schicht Nr. 65, dessen ESD 54 μm betrug, in geringerem Umfang.

Die Saltykov-Extrapolation ist dahingehend beschränkt, dass sie weder die Unterschätzung großer Poren in Schicht Nr. 1 noch die Überschätzungen in den Schichten 44 und 65 kompensiert. Ein möglicher Grund für diese fehlende Kompensation ist die Tatsache, dass die Gesamtzahl an Poren in der für die Extrapolation verwendeten Schicht äußerst gering ist; die bei dieser Analyse herangezogenen Schichten Nr. 1, Nr. 44 und Nr. 65 enthielten jeweils 65, 46 und 55 Poren. Statistisch gesehen ergibt eine größere Anzahl an Datenpunkten einen besseren Verteilungsfit. Es sollte hier beachtet werden, dass dieser Analyse die Annahme zugrunde liegt, dass alle Poren kugelförmig sind und einer Normalverteilung folgen, was möglicherweise tatsächlich nicht der Fall ist. Die gezeigten Daten unterstützen die Auffassung, dass eine finite Mischung normaler Verteilungen möglicherweise angebracht wäre.

Zusätzlich besteht das Risiko der Unterschätzung kleiner Kugeln, wenn diese im Hinblick auf andere große Kugeln ungleichmäßig verteilt sind. Diese auf die großen Kugeln zurückgehende Messungenauigkeit bei kleinen Kugeln wird in inversen (α) Matrixberechnungen (mit Einbeziehung von Größe und Form der Kugel), die in $N_v(j)$ angewendet werden, vergrößert. Wir haben festgestellt, dass beim 2D-ESD-Mittelwert pro Schicht im Vergleich zum 3D-ESD-Mittelwert erhebliche Schwankungen auftreten sind, wie es aus Bild 7a hervorgeht. Dieser ist daher vollständig abhängig von der Auswahl der 2D-Schicht für die Extrapolation, die die Überschätzung oder Unterschätzung des tatsächlichen ESD zur Folge hat – ein potentieller Nachteil des herkömmlichen metallographischen Verfahrens.

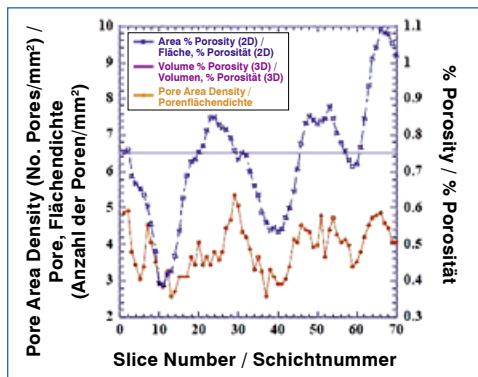


Fig. 8: Plot of slice-to-slice variation in the pore density, area percent porosity and volume percent porosity

Bild 8: Grafische Darstellung der Variation von Schicht zu Schicht für Porendichte, Flächenprozent Porosität und Volumenprozent Porosität

Fig. 8 shows slice-to-slice variation in the pore density (number of pores per unit area) and area percent porosity (area of pores divided by the total area and multiplied by 100). In addition, the volume percent porosity (volume of pores divided by the total volume and multiplied by 100) measured from the Robo-Met.3D[®] reconstruction is plotted. The equivalent diameter, pore area density, and area percent porosity show a similar periodicity when plotted against slice number. However, while the equivalent diameter and area percent porosity show an overall increasing trend, the pore area density does not. At present, the periodicity and increasing trends cannot be linked to differences in the AM process, although further studies are underway to relate these differences to the use of thermal support structures.

Direct three dimensional measurement provides an accurate representation of features of interest when measurement of porosity is a design optimization parameter, and provides more reliable data to predict mechanical properties such as the fatigue life of additively manufactured parts. We will continue our work considering a few

Bild 8 zeigt die Schicht-für-Schicht-Schwankungen bei der Porendichte (Anzahl der Poren pro Flächeneinheit) und den Flächenprozent der Porosität (Porenfläche geteilt durch die Gesamtfläche und multipliziert mit 100). Darin werden die durch die Robo-Met.3D[®]-Rekonstruktion gemessenen Volumenprozent der Porosität (Porenvolumen geteilt durch das Gesamtvolumen und multipliziert mit 100) zudem grafisch dargestellt. Der äquivalente Durchmesser, Porenflächendichte und Flächenprozent der Porosität zeigen eine ähnliche Periodizität, wenn sie über die Schicht-Nummer aufgetragen werden. Während der äquivalente Durchmesser und die Flächenprozent der Porosität eine steigende Tendenz aufweisen, gilt dies nicht für die Porenflächendichte. Gegenwärtig können die Periodizität und steigende Tendenzen nicht mit den Unterschieden beim AF-Prozess in Verbindung gebracht werden. Allerdings laufen weitere Untersuchungen, um diese Unterschiede mit der Verwendung von thermischen Tragstrukturen in Beziehung zu bringen.

Ist die Messung der Porosität ein Parameter für die Designoptimierung, liefert eine direkte dreidimensionale Messung eine genaue Darstellung der zu analysierenden Merkmale und bringt verlässlichere Daten zur Vorhersage mechanischer Eigenschaften wie der Ermüdungslebensdauer von Teilen aus additiver Fertigung hervor. Wir führen unsere Arbeit

random 2D sections and more bins to compare the accuracy of fit between extrapolated data and direct measurements using Robo-Met.3D[®]. Microstructural evaluation using Robo-Met.3D[®] to better understand the relationship between microstructure, processing conditions and properties of the AM parts, is also planned to be conducted.

5. Conclusion

In this analysis, single 2D slices were extrapolated to 3D using Saltykov stereological theory; these results were compared to the direct experimental measurements performed using Robo-Met.3D[®]. In these experiments, the Saltykov extrapolation was, in general, observed to overestimate the equivalent sphere diameter of the smaller pores for all three slices. In contrast, it was also observed to underestimate the equivalent sphere diameter of larger pores in slice #1 and to overestimate the number of large pores in slices 44 and 65 compared to the experimental results obtained by Dream.3D using data obtained from the slices at accurate intervals through the material collected by Robo-Met.3D[®]. Visualization of the 3D topological features using serial sectioning methods such as Robo-Met.3D[®] creates a better understanding of the actual microstructural features compared to that achieved using estimations such as surface area and volume fraction from classical stereological methods. Such direct measurements provide accurate representations, which are imperative to accurately detect pores of critical size for fatigue life predictions, particularly in the case of additively manufactured parts. These techniques are also relevant to similar microstructural evaluations in titanium, stainless steel, and nickel-based super alloys.

fort und erwägen einige zufällig gewählte 2D-Schnitte und mehr Klassen, um die Genauigkeit des Fits zwischen extrapolierten Daten und direkten Messungen mit Robo-Met.3D[®] zu vergleichen. Eine Gefügeauswertung mittels Robo-Met.3D[®] für ein besseres Verständnis der Beziehung zwischen Gefüge, Verarbeitungsbedingungen und Eigenschaften der AM-Teile ist ebenfalls vorgesehen.

5. Schlussfolgerung

In dieser Untersuchung werden einzelne 2D-Schichten unter Anwendung der stereologischen Theorie von Saltykov nach 3D extrapoliert; diese Ergebnisse wurden mit den direkten Messungen aus den mit Robo-Met.3D[®] ausgeführten Versuchen verglichen. Bei diesen Versuchen konnte beobachtet werden, dass die Saltykov-Extrapolation im Allgemeinen den äquivalenten Kugeldurchmesser der kleineren Poren für alle drei Schichten überschätzt. Im Gegensatz hierzu konnte auch beobachtet werden, dass dabei der äquivalente Kugeldurchmesser größerer Poren in Schicht Nr. 1 unterschätzt wird. Ferner wird die Anzahl großer Poren in den Schichten 44 und 65, verglichen mit den Ergebnissen der Versuche mit Dream.3D mit Daten der von Robo-Met.3D[®] in präzisen Abständen über das Material hinweg erfassten Schichten, überschätzt. Die Visualisierung der topologischen 3D-Merkmale mit dem Serienschnittverfahren wie beispielsweise mit Robo-Met.3D[®] führt im Vergleich zu Schätzungen beispielsweise der Fläche und des Volumenanteils, die aus klassischen stereologischen Verfahren hervorgehen, zu einem besseren Verständnis der tatsächlichen Gefügemerkmale. Solche Direktmessungen liefern genaue Darstellungen, die unabdingbar sind, um Poren kritischer Größe für Vorhersagen zur Ermüdungslebensdauer im Falle von Teilen aus additiver Fertigung genau zu erkennen. Solche Verfahren sind ebenfalls maßgeblich für ähnliche Gefügeauswertungen bei Titan, rostfreiem Stahl und Nickelbasissuperlegierungen.

Acknowledgements

I would like to extend my gratitude to Dr. Michael D. Uchic for his continuous support and guidance in all aspects of this research work.

Danksagung

Ich möchte Dr. Michael D. Uchic meinen Dank für seine kontinuierliche Unterstützung und Beratung in allen Bereichen dieser Forschungsarbeit aussprechen.

References / Literatur

- [1] DeHoff, R.: Journal Of Microscopy. 131 (1983) 3, 259–263.
DOI: 10.1111/j.1365-2818.1983.tb04254.x
- [2] Kral, M. V.; Miller, M. K.; Uchic, M. D.; Rosenberg, R. O.: Metallography and Microstructures (ASM International). 9 (2004), 448–467.
- [3] Lieberman, S.I. A.; Gokhale, A.M.; Tamirisakandala, S.: Scripta Materialia. 55 (2006) 1, 63–68.
DOI: 10.1016/j.scriptamat.2005.12.044
- [4] Spowart, J. E.: Scripta Materialia. 55 (2006) 1, 5–10.
- [5] Zankel, A.; Wagner, J.; Poelt, P.: Micron. 62 (2014), 66–78.
DOI: 10.1016/j.micron.2014.03.002
- [6] Sosa, J. M.; Huber, D. E.; Welk, B.; Hamish, L. F.: Integrating Materials and Manufacturing Innovation. 3 (2014) 10, 1–18.
- [7] Alkemper, J.; Voorhees, P. W.: Journal of microscopy. 201(2001)3, 388–394.
- [8] Uchic, M. D.: Computational Methods for Microstructure-Property Relationships. (2011), 31–52.
- [9] Madison, J.; Aagesen, L.; Chan, V.; Thornton, K.; Integrating Materials and Manufacturing Innovation (2014), 1–17.
- [10] Alkemper, J.; Voorhees, P. W.: Journal of Microscopy. 201 (2001) 3, 388–394.
- [11] Spowart, J. E.; Herbert, M. M.; Brian, T. P.: The Minerals, Metals & Materials Society (2003), 1–6.
- [12] Alkemper, J.; Voorhees, P. W.: Journal of microscopy, 201 (2001) 3, 388–394.
- [13] Uchic, M. D.: Computational Methods for Microstructure-Property Relationships (2011), 31–52.
- [14] Spowart, J. E.; Scripta Materialia. 55 (2006) 1, 5–10.
DOI: 10.1016/j.scriptamat.2006.03.033
- [15] Spowart, J. E.; Mullens, H. M.; Putchala, B. T.: Journal of Materials 55 (2003) 10, 35–37.
- [16] Madison, J.; Spowart, J. E.; Rowenhorst, D. J., Pollock, T. M.: Journal of Materials. 60 (2008) 7, 26–30.
- [17] Spowart, J. E.: Journal of Materials. 58 (2006) 12, 29–33.
- [18] Maruyama, B.; Spowart, J. E.; Hooper, D. J.; Mullens, H. M.; Druma, A. M.; Druma, C.; Alam, M. K.: Scripta Materialia. 54 (2006) 9, 1709–1713.
- [19] Alkemper, J.; Voorhees, P. W.: Journal of microscopy. 201 (2001) 3, 388–394
- [20] Uchic, M. D.: Computational Methods for Microstructure-Property Relationships. (2011), 31–52.
- [21] Alkemper, J.; Voorhees, P. W.: Journal of microscopy. 201 (2001) 3, 388–394
- [22] Saltykov, S. A.: Quantitative Stereology. (1970), 163–173. Springer Berlin Heidelberg.
- [23] Shen, H.; Oppenheimer, S. M.; Dunand, D. C.; Brinson, L. C.: Mechanics of Materials. 38 (2006) 8, 933–944.
- [24] Underwood, E. E.: Quantitative Stereology (1970), Springer Berlin Heidelberg.

Bibliography

DOI 10.3139/147.110432
Pract. Metallogr. 54 (2017) 2; page 77–94
© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG
ISSN 0032–678X

Satya Ganti



is research scientist at UES, Inc. responsible for materials characterization using Robo-Met.3D®. She received her B.Tech in metallurgy and materials science from Jawaharlal Nehru Technological University (JNTU, India), MS

in materials science and engineering from Missouri State University (MO, USA), and Ph.D. in materials and nanotechnology from Wright State University (OH, USA).

Brian Geier



obtained his master's degree from Case Western Reserve University and has several years' experience working with biological and or chemical data with application to biomarker discovery and validation. His current program of research focuses

on statistical interpretation of exhaled breath volatile organic compounds as measured by gas chromatography mass spectrometry.