# Zerstörungsfreie Charakterisierung thermisch gespritzter Zylinderlaufflächen

**Dissertation** zur Erlangung des akademischen Grades

## Doktoringenieur (Dr.-Ing.)

von M. Sc. Sören Richard Lindemann geb. am 07.08.1989 in Lingen (Ems) genehmigt durch die Fakultät für Maschinenbau der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

### Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. habil. Gerhard Mook Prof. Dr. rer. nat. habil. Marc Kreutzbruck Dr.-Ing. Rolf Schaller

Promotionskolloquium am 29.03.2019

### Ehrenerklärung

Ich versichere hiermit, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die Hilfe eines kommerziellen Promotionsberaters habe ich nicht in Anspruch genommen. Dritte haben von mir weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen. Verwendete fremde und eigene Quellen sind als solche kenntlich gemacht.

Ich habe insbesondere nicht wissentlich:

- Ergebnisse erfunden oder widersprüchliche Ergebnisse verschwiegen,
- statistische Verfahren absichtlich missbraucht, um Daten in ungerechtfertigter Weise zu interpretieren,
- fremde Ergebnisse oder Veröffentlichungen plagiiert oder
- fremde Forschungsergebnisse verzerrt wiedergegeben.

Mir ist bekannt, dass Verstöße gegen das Urheberrecht Unterlassungs- und Schadensersatzansprüche des Urhebers sowie eine strafrechtliche Ahndung durch die Strafverfolgungsbehörden begründen kann.

Ich erkläre mich damit einverstanden, dass die Dissertation ggf. mit Mitteln der elektronischen Datenverarbeitung auf Plagiate überprüft werden kann.

Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form als Dissertation eingereicht und ist als Ganzes auch noch nicht veröffentlicht.

Stuttgart, den 30. März 2019

Messen ist besser als glauben - und glauben Sie nicht, dass Sie messen können. Prof. Dr. rer. nat. habil. em. Gerhard Busse

### Kurzfassung

Funktionale Beschichtungen kommen in zahlreichen Anwendungen zum Einsatz, um gewisse chemische oder physikalische Oberflächeneigenschaften zu erreichen. Da die Beschichtungen diese Anforderungen erfüllen müssen, besitzt die Sicherstellung ihrer Integrität eine hohe Priorität. Zwei ebenso wichtige wie breit gefächerte Aufgabengebiete von zerstörungsfreien Mess- und Prüfverfahren sind daher die Bestimmung von Beschichtungsporosität und -dicke. Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Methodenentwicklung zur Charakterisierung thermisch gespritzter Zylinderlaufflächen. Um deren prozentualen Hohlraumanteil sowie die Form und Größe von Hohlräumen zu quantifizieren, wird die Bildverarbeitung von hochauflösenden Bilddaten aus der Röntgen-Computertomografie untersucht. Durch Parametervariationen wird zunächst deren Kontrast-Rausch-Verhältnis optimiert. Außerdem werden die Resultate mit anderen bildgebenden Verfahren verglichen, wie etwa Synchrotron-Computertomografie und Metallografie. Der Plausibilitätsabgleich führt zu dem Resultat, dass die hochauflösende Röntgen-Computertomografie aufgrund der erreichbaren Strukturauflösung, Präzision und Stabilität sehr gut zur Erfassung und Auswertung von Hohlräumen in Materialproben aus thermisch gespritzten Beschichtungen geeignet ist.

Zur Schichtdickenmessung der thermisch gespritzten Zylinderlaufflächen werden magnetische und fotothermische Sensorik untersucht. Dazu werden bei beiden Verfahren Verbesserungen vorgenommen, beispielsweise eine mechanische Vorrichtung zum reproduzierbaren Aufsetzen von magnetischen Sonden sowie eine Optimierung von zentralen Thermografie-Parametern. Anhand einer großen Bandbreite von Teilen mit unterschiedlicher Beschichtungsdicke werden die Wiederhol- und Vergleichspräzision der zwei Methoden miteinander verglichen, begleitet von Kalibriermessungen mit der Röntgen-Computertomografie. Auch in diesem Kontext stellt letztere ein zuverlässiges und präzises Referenzverfahren dar, wie durch einen Vergleich mit der Metallografie ersichtlich wird. Mit der ausgewählten magnetischen Sonde gelangt man zu einer Messunsicherheit von  $\pm 7,0 \,\mu$ m und die optisch angeregte Lock-in-Thermografie erreicht auf identischer Datenbasis eine Unsicherheit von  $\pm 5,4 \,\mu$ m.

### Abstract

Functional coatings are employed in many industries to achieve certain chemical or physical surface properties. Since the coatings have to satisfy these demands, ensuring their integrity has a high priority. Thus, the porosity and thickness measurements are important tasks of non-destructive testing. This contribution focuses on the investigation of non-destructive testing methods for thermally sprayed cylinder bore coatings. Image processing of high-resolution x-ray computed tomography data is examined in order to quantify internal pores and voids with respect to their volume percentage as well as typical shape parameters. In order to optimize the contrast-to-noise ratio of computed tomography data, parameter variations are performed along with that. Quantitative results are compared to other 2D and 3D imaging techniques, such as synchrotron x-ray computed tomography and metallography. The comparison yields the result that high-resolution x-ray computed tomography is reliable, precise and stable to quantify pores and voids in thermally sprayed coatings.

Besides that, magnetic and photothermal thickness measurements are investigated. For both techniques several optimizations are realized, such as developing a mechanical apparatus for reproducible placement of magnetic probes and optimization of thermography parameters. Hereafter, both methods are compared in terms of their repeatability and reproducibility. The measurements are performed on a wide spectrum of parts whose coating thickness is also determined for comparison by x-ray computed tomography. Again, the latter turns out to be a reliable and precise reference technique as can be seen from a comparative study with metallography. The selected magnetic probe reaches an uncertainty of  $\pm 7.0 \,\mu\text{m}$ , while optically excited lock-in thermography leads to  $\pm 5.4 \,\mu\text{m}$  with the very same samples.

## Inhaltsverzeichnis

El	hrene	erkläru	ing	
K	urzfa	ssung		
A	bstra	ict		
In	halts	sverzei	chnis	I
A	bkür	zungsv	/erzeichnis	III
Fo	orme	lzeiche	enverzeichnis	V
A	kron	ymver	zeichnis	VII
A	bbild	lungsv	erzeichnis	IX
Ta	abell	enverz	eichnis	XI
1	Ein	leitun	S	1
	1.1	Entwi	cklung von Verbrennungsmotoren	. 1
	1.2	Thern	nisch gespritzte Zylinderlaufflächen	. 1
	1.3	Chara	kterisierung relevanter Merkmale	. 3
<b>2</b>	Gru	indlag	en der eingesetzten Messtechnik	5
	2.1	Metal	lografie	. 5
	2.2	Röntg	en-Computertomografie	. 6
		2.2.1	Grundprinzip und Variantenvielfalt	. 6
		2.2.2	Einsatzbeispiele in der Industrie	. 10
		2.2.3	Bewertung der Abbildungsqualität	. 11
		2.2.4	Einflüsse auf die Abbildungsqualität	. 14
		2.2.5	Besonderheiten des verwendeten Aufbaus	. 16
	2.3	Magn	etische Schichtdickenmessverfahren	. 18
		2.3.1	Magnetischer Kreis	. 18
		2.3.2	Transformator	. 19
		2.3.3	Besonderheiten der verwendeten Sensorik	. 20
	2.4	Fototl	nermische Radiometrie	. 21
		2.4.1	Variantenvielfalt und Stand der Technik	. 22
		2.4.2	Optisch angeregte Lock-in-Thermografie	. 23
		2.4.3	Physik der thermischen Wellen	. 25
	2.5	Grund	llagen der Messsystemanalyse	. 27

Cha	arakter	risierung von Hohlräumen	31	
3.1	Kapite	elspezifische Grundlagen	. 31	
	3.1.1	Bildverarbeitung von CT-Daten	. 31	
	3.1.2	Vorverarbeitung	. 32	
	3.1.3	Segmentierung	. 33	
3.2	Auswe	ertung von Hohlräumen mit CT	. 36	
	3.2.1	Parameterstudien	. 37	
	3.2.2	Entwicklung einer Bildverarbeitungskette	. 41	
	3.2.3	Plausibilitätsabgleich	. 47	
	3.2.4	Stabilität bei optimierten Parametern	. 53	
	3.2.5	Anwendungsbeispiele der Hohlraumauswertung	. 54	
3.3	Interp	retation und Diskussion	. 60	
$\mathbf{Bes}$	timmu	ng der Beschichtungsdicke	65	
4.1	Kapite	elspezifische Grundlagen	. 65	
	4.1.1	Definition von Material- und Schichtdicke	. 65	
	4.1.2	Messung von Material- und Schichtdicke	. 66	
4.2	Bestin	nmung der Materialdicke mit CT	. 67	
	4.2.1	Experimentelles Vorgehen	. 67	
	4.2.2	Plausibilitätsabgleich	. 71	
	4.2.3	Stabilität bei optimierten Parametern	. 73	
4.3	Magne	etische Messverfahren	. 75	
	4.3.1	Absolutes und normiertes Sensorsignal	. 75	
	4.3.2	Wiederholpräzision	. 79	
	4.3.3	Vergleichspräzision	. 82	
4.4	Optise	ch angeregte Lock-in-Thermografie	. 83	
	4.4.1	Parameterstudien	. 83	
	4.4.2	Plausibilitätsabgleich mit CT	. 87	
	4.4.3	Variation der Modulationsfrequenz	. 89	
	4.4.4	Wiederhol- und Vergleichspräzision bei optimierten Parametern	. 92	
	4.4.5	Analyse benutzer- und umweltbedingter Einflüsse	. 94	
4.5	Interp	retation und Diskussion	. 98	
Zusammenfassung und Ausblick				
5.1	Chara	kterisierung von Hohlräumen	. 101	
5.2	Bestin	nmung der Beschichtungsdicke	. 103	
terat	urverz	zeichnis	105	
ıblik	atione	n	117	
Alg	orithm	nus zur Bildgüteprüfung gemäß ASTM E1695-95	119	
Alg	orithm	us zur Charakterisierung von Hohlräumen	129	
	Cha 3.1 3.2 3.2 3.3 Bes 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 Zus 5.1 5.2 terat iblik Alg Alg	Charakter         3.1       Kapite         3.1.1       3.1.1         3.1.2       3.1.3         3.2       Auswer         3.2.1       3.2.1         3.2.2       3.2.3         3.2.3       3.2.4         3.2.5       3.3         3.3       Interp         Bestimmu       4.1         4.1       Kapite         4.1       Kapite         4.1       Kapite         4.1       Kapite         4.1       Kapite         4.2       Hestimmu         4.1       Kapite         4.1       Kapite         4.2       Bestimmu         4.3       Magne         4.3       Magne         4.3       Magne         4.3       Magne         4.3       Magne         4.4       Optiso         4.5       Interp         Zusamme       5.1         5.2       Bestim         5.1       Chara         5.2       Bestim         5.1       Chara         5.2       Bestim         blikatione       Algorithm     <	Charakterisierung von Hohlräumen         3.1.1 Bildverarbeitung von CT-Daten         3.1.2 Vorverarbeitung         3.1.3 Segmentierung         3.1.4 Bildverarbeitung von CT-Daten         3.1.5 Segmentierung         3.1.6 Segmentierung         3.1.7 Parameterstudien         3.2.1 Parameterstudien         3.2.2 Entwicklung einer Bildverarbeitungskette         3.2.3 Plausibilitätsabgleich         3.2.4 Stabilität bei optimierten Parametern         3.2.5 Anwendungsbeispiele der Hohlraumauswertung         3.3 Interpretation und Diskussion         Bestimmung der Beschichtungsdicke         4.1 Kapitelspezifische Grundlagen         4.1.1 Definition von Material- und Schichtdicke         4.1.2 Messung von Material- und Schichtdicke         4.1.2 Messung von Material- und Schichtdicke         4.2.1 Experimentelles Vorgehen         4.2.2 Plausibilitätsabgleich         4.3.3 Stabilität bei optimierten Parametern         4.3.4 Magnetische Messverfahren         4.3.2 Wiederholpräzision         4.3.3 Vergleichspräzision         4.3.4 Negleichspräzision         4.3.5 Vergleichspräzision         4.4.1 Parameterstudien         4.4.2 Plausibilitätsabgleich mit CT         4.4.3 Variation der Modulationsfrequenz         4.4.4 Wiederhol-	

## Abkürzungsverzeichnis

bzw.	beziehungsweise
ggf.	gegebenenfalls
ggü.	gegenüber
i. A.	im Allgemeinen
i. d. F.	in diesem Fall
i. d. R.	in der Regel
o. Ä.	oder Ähnliches
sog.	sogenannt/-e/-er/-en
u. a.	unter anderem
u. U.	unter Umständen
v. a.	vor allem
vgl.	vergleiche
z. B.	zum Beispiel

### Formelzeichenverzeichnis

- A Fläche  $[m^2]$
- B magnetische Flussdichte [T]
- C spezifische Wärmekapazität  $\left[{\rm J}/({\rm kg}~{\rm K})\right]$
- d Dicke [m]
- f Frequenz [Hz]
- H magnetische Feldstärke [A/m]
- I Stromstärke [A]
- N Windungszahl
- R Reflexionskoeffizient
- t Zeit [s]
- T Temperatur [K]
- U Spannung [V]
- $\alpha$  thermische Diffusivität [m<sup>2</sup>/s]
- $\lambda ~~ W \ddot{a} rmeleitf \ddot{a} higkeit~ [W/(m~K)]$
- $\mu ~~{\rm magnetische~Permeabilit \ddot{a}t~[H/m]}$
- $\mu_r \quad {\rm relative \ Permeabilit \ddot{a}t}$
- $\nu ~~ {\rm thermische \ Eindringtiefe \ [m]}$
- $\sigma ~~ {\rm Standardabweichung}$
- $\varphi$  Phasenverschiebung [°]
- $\varphi ~~ {\rm magnetischer~Fluss~[V~s]}$
- $\rho ~~ {\rm Dichte} ~ [{\rm kg}/{\rm m}^3]$
- $\omega$  Kreisfrequenz [Hz]

## Akronymverzeichnis

ANOVA	Varianzanalyse
APS	Atmosphärisches Plasmaspritzen
$\mathbf{CCL}$	Connected-Component-Labeling
$\mathbf{CT}$	Röntgen-Computertomografie
CNR	Kontrast-Rausch-Verhältnis
DESY	Deutsches Elektronen-Synchrotron
ERF	Kantenunschärfefunktion
FDD	Fokus-Detektor-Distanz
FOD	Fokus-Objekt-Distanz
FWHM	Halbwertsbreite
GLCM	Grauwertematrix
HDWS	Hochdruckwasserstrahlen
HVOF	Hochgeschwindigkeits flammspritzen
JIMA	JAPAN INSPECTION INSTRUMENTS MANUFACTURERS' ASSOCIATION
LDS	Lichtbogendrahtspritzen
Linac	Linearbeschleuniger
MSA	Messsystemanalyse
MTF	Modulationstransferfunktion
NIR	Nah-Infrarot
NMRP	NISSAN mechanical roughening process
OLT	optisch angeregte Lock-in-Thermografie
PSF	Punktspreizfunktion
ROI	Detailregion
$\mathbf{SNR}$	Signal-Rausch-Verhältnis
ZKG	Zylinderkurbelgehäuse

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Aufbau von LDS-Brenner und LDS-Schicht	2
2.1	Querschliff einer LDS-Schicht	5
2.2	Unterschiede zwischen medizinischer und industrieller CT	7
2.3	Fächerstrahl-, Kegelstrahl- und Helix-CT	7
2.4	Röntgenstrahlungsquellen für industrielle CT; nach [52]	8
2.5	Einsatzmöglichkeiten der industriellen CT	10
2.6	Ishikawa-Diagramm für industrielle CT; nach [42]	11
2.7	Exemplarisches Grauwerthistogramm von CT-Daten	12
2.8	Bestimmung der MTF in CT-Daten	13
2.9	Foto und Grundriss von GE NANOTOM M	17
2.10	Magnetischer Kreis mit einer Spule; nach [95]	18
2.11	Magnetisches Joch und Transformator	20
2.12	Schemata drei magnetischer Sonden	21
2.13	Foto und Skizze des Versuchsaufbaus zur OLT	23
2.14	Thermografisches Amplituden- und Phasenbild einer LDS-Schicht	24
2.15	Ausbreitung, Reflexion und Interferenz thermischer Wellen	26
2.16	Unterschied zwischen Genauigkeit und Präzision	28
2.17	Normalverteilung mit $\pm1\sigma\text{-},\pm2\sigma\text{-}$ und $\pm3\sigma\text{-Intervall}$	29
3.1	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]	31
$3.1 \\ 3.2$	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144]	$\frac{31}{32}$
3.1 3.2 3.3	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]	31 32 34
3.1 3.2 3.3 3.4	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144] Beispiele für grauwertbasierte Segmentierung	31 32 34 38
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144] Beispiele für grauwertbasierte Segmentierung	31 32 34 38 39
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144] Beispiele für grauwertbasierte Segmentierung	31 32 34 38 39 41
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144] Beispiele für grauwertbasierte Segmentierung Spektren, Histogramme und CNR bei variierender Beschleunigungsspannung CNR von CT-Daten bei Variation mehrerer, experimenteller Parameter Einfluss softwareseitiger Optimierungen auf das CNR von CT-Daten	31 32 34 38 39 41 42
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144] Beispiele für grauwertbasierte Segmentierung Spektren, Histogramme und CNR bei variierender Beschleunigungsspannung CNR von CT-Daten bei Variation mehrerer, experimenteller Parameter Einfluss softwareseitiger Optimierungen auf das CNR von CT-Daten	<ul> <li>31</li> <li>32</li> <li>34</li> <li>38</li> <li>39</li> <li>41</li> <li>42</li> <li>43</li> </ul>
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8 3.9	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144] Beispiele für grauwertbasierte Segmentierung Spektren, Histogramme und CNR bei variierender Beschleunigungsspannung CNR von CT-Daten bei Variation mehrerer, experimenteller Parameter Einfluss softwareseitiger Optimierungen auf das CNR von CT-Daten	31 32 34 38 39 41 42 43 43
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8 3.9 3.10	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144] Beispiele für grauwertbasierte Segmentierung	31 32 34 38 39 41 42 43 43 44
$\begin{array}{c} 3.1 \\ 3.2 \\ 3.3 \\ 3.4 \\ 3.5 \\ 3.6 \\ 3.7 \\ 3.8 \\ 3.9 \\ 3.10 \\ 3.11 \end{array}$	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142] Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144] Beispiele für grauwertbasierte Segmentierung Spektren, Histogramme und CNR bei variierender Beschleunigungsspannung CNR von CT-Daten bei Variation mehrerer, experimenteller Parameter Einfluss softwareseitiger Optimierungen auf das CNR von CT-Daten	31 32 34 38 39 41 42 43 43 43 44
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8 3.9 3.10 3.11 3.12	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]	31 32 34 38 39 41 42 43 43 44 45 46
$\begin{array}{c} 3.1 \\ 3.2 \\ 3.3 \\ 3.4 \\ 3.5 \\ 3.6 \\ 3.7 \\ 3.8 \\ 3.9 \\ 3.10 \\ 3.11 \\ 3.12 \\ 3.13 \end{array}$	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]	31 32 34 38 39 41 42 43 43 43 44 45 46 47
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8 3.9 3.10 3.11 3.12 3.13 3.14	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]	$\begin{array}{c} 31\\ 32\\ 34\\ 38\\ 39\\ 41\\ 42\\ 43\\ 43\\ 44\\ 45\\ 46\\ 47\\ 48\end{array}$
$\begin{array}{c} 3.1\\ 3.2\\ 3.3\\ 3.4\\ 3.5\\ 3.6\\ 3.7\\ 3.8\\ 3.9\\ 3.10\\ 3.11\\ 3.12\\ 3.13\\ 3.14\\ 3.15 \end{array}$	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144]Beispiele für grauwertbasierte SegmentierungSpektren, Histogramme und CNR bei variierender BeschleunigungsspannungCNR von CT-Daten bei Variation mehrerer, experimenteller ParameterEinfluss softwareseitiger Optimierungen auf das CNR von CT-DatenHochpassfilterung zur Strahlaufhärtungskorrektur von CT-DatenÜbersicht erprobter SegmentierungsverfahrenTiefenverlauf von Material- und HohlraumanteilLogik der entwickelten BildverarbeitungsketteBinärbild unter Einfluss von Unschärfe und RauschenNanofokus- und Synchrotron-CT im VergleichHohlraumanteil aus Nanofokus- und Synchrotron-CT im Vergleich	31 32 34 38 39 41 42 43 43 44 45 46 47 48 49
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8 3.9 3.10 3.11 3.12 3.13 3.14 3.15 3.16	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]	$\begin{array}{c} 31\\ 32\\ 34\\ 38\\ 39\\ 41\\ 42\\ 43\\ 43\\ 44\\ 45\\ 46\\ 47\\ 48\\ 49\\ 50\\ \end{array}$
$\begin{array}{c} 3.1\\ 3.2\\ 3.3\\ 3.4\\ 3.5\\ 3.6\\ 3.7\\ 3.8\\ 3.9\\ 3.10\\ 3.11\\ 3.12\\ 3.13\\ 3.14\\ 3.15\\ 3.16\\ 3.17 \end{array}$	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144]Beispiele für grauwertbasierte SegmentierungSpektren, Histogramme und CNR bei variierender BeschleunigungsspannungCNR von CT-Daten bei Variation mehrerer, experimenteller ParameterEinfluss softwareseitiger Optimierungen auf das CNR von CT-DatenHochpassfilterung zur Strahlaufhärtungskorrektur von CT-DatenÜbersicht erprobter SegmentierungsverfahrenEinfluss von Material- und HohlraumanteilLogik der entwickelten BildverarbeitungsketteMerkmale von Hohlräumen unter Einfluss von Unschärfe und RauschenNanofokus- und Synchrotron-CT im VergleichNanofokus- und Größe von Hohlräumen bei unterschiedlichen Voxelgrößen	$\begin{array}{c} 31\\ 32\\ 34\\ 38\\ 39\\ 41\\ 42\\ 43\\ 44\\ 45\\ 46\\ 47\\ 48\\ 49\\ 50\\ 52\end{array}$
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8 3.9 3.10 3.11 3.12 3.12 3.13 3.14 3.15 3.16 3.17 3.18	Kategorisierung der Bildverarbeitungskette; nach [142]Elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144]Beispiele für grauwertbasierte SegmentierungSpektren, Histogramme und CNR bei variierender BeschleunigungsspannungCNR von CT-Daten bei Variation mehrerer, experimenteller ParameterEinfluss softwareseitiger Optimierungen auf das CNR von CT-DatenHochpassfilterung zur Strahlaufhärtungskorrektur von CT-DatenÜbersicht erprobter SegmentierungsverfahrenBeispiele für Über- und UntersegmentierungLogik der entwickelten BildverarbeitungsketteBinärbild unter Einfluss von Unschärfe und RauschenNanofokus- und Synchrotron-CT im VergleichNanofokus- und Synchrotron-CT im VergleichDetailerkennbarkeit bei unterschiedlichen VoxelgrößenPlausibilitätsabgleich von Nanofokus-CT und Querschliff	$\begin{array}{c} 31\\ 32\\ 34\\ 38\\ 39\\ 41\\ 42\\ 43\\ 43\\ 43\\ 44\\ 45\\ 46\\ 47\\ 48\\ 49\\ 50\\ 52\\ 53\end{array}$

3.20	Hohlraumanteil von LDS-Schichten bei variierender Beschichtungsrichtung	55
3.21	Hohlraumanteil verschiedener Positionen im Vergleich	56
3.22	Hohlraumanteil bei verschiedenen Zündspannungen und Primärgasströmen .	58
3.23	Zerklüftetheit der Hohlräume bei Variation von Beschichtungsparameter n $\ .$ .	60
4.1	Material- und Schichtdicke anhand von Schema und Querschliff	65
4.2	CT-Volumen und Grauwert-Histogramm einer Kalibrierprobe	68
4.3	Probenausrichtung zur Messung der LDS-Materialdicke mit CT	69
4.4	Histogramme zu Abbildung 4.3	69
4.5	Auswirkung der Oberflächenbestimmung in VG STUDIO MAX	70
4.6	Gegenüberstellung von Nanofokus-CT und Querschliff (LDS-Materialdicke) $% \mathcal{A}_{\mathrm{e}}$ .	72
4.7	Stabilität der Nanofokus-CT (LDS-Materialdicke)	74
4.8	Messpositionen bei magnetischer Schichtdickenmessung $\ldots \ldots \ldots \ldots$	75
4.9	Vergleich drei magnetischer Sonden zur Bestimmung der LDS-Materialdicke $% \mathcal{A}$ .	76
4.10	Vergleich von absolutem und normiertem Sensorsignal der EKB4-NI	79
4.11	Aufsetzvorrichtung zur LDS-Schichtdickenmessung mit EKB4-NI	80
4.12	Wiederholpräzision bei händischer und geführter Messung (magnetinduktiv) .	81
4.13	Vergleichspräzision von drei Benutzern an zwei Tagen (magnetinduktiv) $\ . \ .$	82
4.14	Phasenbilder bei variierender Anregungsintensität	83
4.15	Wiederholpräzision bei variierender Anregungsintensität	84
4.16	Phasenbilder bei verschiedenen Abbildungsmaßstäben	85
4.17	Wiederholpräzision bei verschiedenen Abbildungsmaßstäben	85
4.18	Oberflächentemperatur nach unterschiedlich langer Konditionierung	87
4.19	Phasenwinkel bei variierender Lock-in-Frequenz	88
4.20	Pearson- und Spearman-Korrelation bei variierender Lock-in-Frequenz	89
4.21	$\sigma_{\rm o},\sigma_{\rm po},\sigma_{\rm e}$ und $\sigma_{\rm gauge}$ bei variierender Lock-in-Frequenz (fotothermisch)	90
4.22	Dynamikumfang und CNR bei variierender Lock-in-Frequenz	91
4.23	Wiederholpräzision drei unterschiedlich dicker LDS-Schichten (fotothermisch)	92
4.24	Vergleichspräzision von drei Benutzern an zwei Tagen (fotothermisch)	93
4.25	Phasenbild und Materialdicke bei Defokussierung (fotothermisch)	94
4.26	Materialdicke einer LDS-Schicht bei Verkippen (fotothermisch)	95
4.27	Phasenwinkel mit und ohne Oberflächenverschmutzung (fotothermisch)	96
4.28	Autokorrelation mit und ohne Oberflächenverschmutzung (fotothermisch)	97
4.29	Phasenkontrast mit und ohne Oberflächenverschmutzung (fotothermisch)	97

## Tabellenverzeichnis

3.1	Hohlräume einer Probe bei unterschiedlichen Vergrößerungen	51
3.2	Hohlräume von Proben aus verschiedenen Höhen in einer Zylinderbohrung . $.$	57
3.3	Signifikanzwerte bei verschiedenen Zündspannungen und Primärgasströmen $% \mathcal{S}_{\mathrm{S}}$ .	59
4.1	Auswirkung unterschiedlicher Probenausrichtung auf die CT-Datenqualität $% \mathcal{A}$ .	69
4.2	CT-Parameter bei Plausibilitätsabgleich	71
4.3	CT-Parameter bei Stabilitätsprüfung	74
4.4	Dynamikumfang und Tagesstreuung der magnetischen Sonden	78

### 1 Einleitung

#### 1.1 Entwicklung von Verbrennungsmotoren

Verbrennungsmotoren sind die momentan dominierende Antriebsart von Kraftfahrzeugen. Maßnahmen zu deren Effizienzsteigerung tragen zur Minderung des Kraftstoffverbrauchs und somit zur Reduktion von Verbrennungsprodukten aus fossilen Energieträgern bei. Effektive Optimierungen sind z. B. die Reduktion von Gewicht oder Reibungsverlusten. Das zentrale Bauteil eines Verbrennungsmotors ist das Zylinderkurbelgehäuse (ZKG). Es wurde aufgrund mechanischer und tribologischer Anforderungen lange Zeit aus Grauguss gefertigt. Motiviert durch mögliche Gewichtsersparnis wurden daraus monolithische und heterogene Konzepte aus Leichtmetall entwickelt [1]. Die Realisierung eines heterogenen Konzeptes sind z. B. ZKG aus Aluminiumlegierungen mit eingegossenen Zylinderlaufbuchsen aus Grauguss. Seit einigen Jahren werden außerdem quasimonolithische ZKG gefertigt, die Leichtbau mit tribologischen Funktionsschichten vereinen [1–6]. Letztere werden häufig durch thermisch gespritzte Beschichtungen realisiert [7].

#### 1.2 Thermisch gespritzte Zylinderlaufflächen

Bei den thermischen Beschichtungsverfahren quasimonolithischer ZKG wird u. a. zwischen dem Hochgeschwindigkeitsflammspritzen (high velocity oxy-fuel spraying, HVOF), atmosphärischen Plasmaspritzen (APS) und Lichtbogendrahtspritzen (LDS) unterschieden. Von diesen zeichnet sich LDS durch die höchste Auftragsleistung und Wirtschaftlichkeit aus. Es kommt bei der DAIMLER AG zur Beschichtung von Zylinderbohrungen zum Einsatz. Die LDS-beschichteten Zylinderlaufflächen werden auch als NANOSLIDE<sup>®</sup> bezeichnet [8–10]. Der schematische Aufbau eines LDS-Brenners ist in Abbildung 1.1 (a) dargestellt. Dabei wird der Beschichtungswerkstoff in Form von zwei elektrisch leitfähigen Drähten zugeführt. Deren Fördereinheiten dienen gleichzeitig zur Kontaktierung der Drähte. Diese treffen in einer Düse aufeinander, wodurch es zur Zündung eines Lichtbogens kommt, der Temperaturen von bis zu 6500 °C erreichen kann [5]. Dadurch aufgeschmolzenes Material wird mithilfe von Trägergas zerstäubt und aus der Düse beschleunigt, wozu z. B. Stickstoff oder Edelgase zum Einsatz kommen. An dieser Stelle wird zwischen dem Primär- und Sekundärgasstrom unterschieden; während ersterer hauptsächlich zur Zerstäubung und Beschleunigung dient, wird der Sekundärgasstrom umlaufend zugeführt und daher zur Fokussierung des Spritzstrahls eingesetzt. Die Beschichtungspartikel variieren u. a. in ihrer Temperatur, Geschwindigkeit und Größe. Dies ist in Abbildung 1.1 (b) skizziert. Die Charakteristik des Spritzstrahls hängt maßgeblich von Gasführung und Düsendesign ab, wird aber auch von zahlreichen Prozessparametern beeinflusst [4–6]. Bei dem verwendeten LDS-Brenner beobachtet man mehrere Gradienten innerhalb des Spritzstrahls: Während die durchschnittliche Größe der Partikel von unten nach oben zunimmt, sinken ihre Temperatur und Geschwindigkeit [4–6]. Dies



Abb. 1.1 (a) Schematischer Aufbau eines LDS-Brenners zum Beschichten von Zylinderlaufflächen.
(b) Die Charakteristik des Spritzstrahls hängt von zahlreichen Parametern ab. (c) Typische Struktur einer LDS-Schicht; nach [12]. (d) Foto einer fertig bearbeiteten Zylinderlauffläche.

führt zu einem lamellaren Schichtaufbau, der sich aus schmelzflüssigen, teigigen oder bereits im Flug erstarrten Spritzpartikeln zusammensetzt und für Spritzschichten typisch ist [11]. Die resultierende Struktur beinhaltet inhärente Hohlräume, siehe Abbildung 1.1 (c).

Zur Haftung von thermisch gespritzten Schichten können verschiedene Haftmechanismen beitragen [13–16]. Die Haftung von mittels LDS hergestellten Zylinderlaufflächen basiert vorrangig auf der mechanischen Verklammerung und Verankerung der erkaltenden und schrumpfenden Spritzpartikel [11]. Dieser Mechanismus setzt eine aufgeraute und saubere Oberfläche des Grundwerkstoffs voraus. Um zu dieser zu gelangen, eignen sich unterschiedliche Verfahren, wie z. B. Hochdruckwasserstrahlen (HDWS) oder mechanisches Aufrauen (*Nissan mechanical roughening process*, NMRP). Ersteres trägt den Grundwerkstoff mithilfe einer abrasiven Emulsion ab, letzteres mithilfe eines Schneidwerkzeugs.

Direkt nach der Beschichtung weisen LDS-Schichten eine spritzraue Oberfläche auf. Damit sie sich als Zylinderlauffläche eignen, müssen sie mechanisch bearbeitet werden [17]. In dem Kontext kommen u. a. Schrupphonen oder Feindrehen als Zwischenschritte zum Einsatz. Zum Abschluss ist eine sehr glatte Honung möglich. Das Herauslösen von Spritzpartikeln und das Offenlegen von Hohlräumen stellen ein ausreichend großes Ölrückhaltevolumen an der Oberfläche bereit, das bei heterogenen Zylinderlaufflächentechnologien i. d. R. durch Honriefen sichergestellt wird [5, 18, 19]. Dies ist ein Grund dafür, dass ZKG mit thermisch gespritzten Zylinderlaufflächen geringere Reibverluste aufweisen als solche mit Graugussbuchsen. Abbildung 1.1 (d) zeigt das Foto einer LDS-beschichteten Zylinderlauffläche mit glättgehonter Oberfläche. Diese bestehen aus niedriglegiertem Stahl, weisen eine Dicke von etwa 100  $\mu$ m und eine Rautiefe von etwa 0,3  $\mu$ m auf.

#### 1.3 Charakterisierung relevanter Merkmale

Die mittels LDS hergestellten Zylinderlaufflächen unterscheiden sich grundlegend von den bisher zum Einsatz kommenden Technologien [6]. Hierbei differenziert man u. a. zwischen äußeren und inneren Merkmalen [11]. Zu ersteren gehört die Topografie, die sich z. B. durch Risse, Noppen, Ausbrüche oder Abplatzungen charakterisiert. Um diese bewerten zu können, steht optische und taktile Oberflächenmesstechnik zur Verfügung. Zu den inneren Merkmalen wird der Schichtaufbau gezählt, der sich z. B. durch Hohlräume, Oxidhäute, Einschlüsse oder Risse kennzeichnet. Ebenfalls Teil der inneren Merkmale ist die Volumenstruktur der Grenzfläche zwischen Schicht- und Grundwerkstoff, die z. B. durch Profiltiefe und Füllgrad mit Schichtwerkstoff beschrieben werden kann. Die inneren Merkmale können bisher nur zerstörend mithilfe metallografischer Untersuchungen analysiert werden. Außerdem weichen einige physikalische Eigenschaften von LDS-Schichten vom bisherigen Stand der Technik ab, z. B. Härte oder Haftkraft. Aus der Entwicklung der Zylinderlaufflächentechnologie ergeben sich somit neue Anforderungen an die Mess- und Prüftechnik, aber auch vollkommen neue Prüfszenarien. Die Prüfung neuer Charakteristika ist daher Inhalt dieser Arbeit. Erst wenn alle relevanten Merkmale bekannt sind, können (systematische) Prozessfehler erkannt und Technologieverbesserungen auf den Weg gebracht werden.

Bei früheren ZKG mit eingegossenen Graugussbuchsen ist die Anbindung an den Umguss ein relevantes Prüfszenario für Ultraschallsensorik, weil diese zu einer lokal unzureichenden Wärmeableitung und erhöhtem Ölverbrauch führen kann [4]. Bei LDS-Zylinderlaufflächen ist die Anbindung an den Grundwerkstoff ebenfalls von großer Bedeutung. Ultraschallsensorik eignet sich dazu aufgrund der Vielzahl innerer Grenzflächen und inhärenter Hohlräume nicht. Eine zerstörungsfreie Bestimmung der Schichthaftung ist grundsätzlich schwierig und wurde speziell für thermisch gespritzte Zylinderlaufflächen noch nicht gelöst. Die Haftfestigkeit kann z. B. durch einen zerstörenden Abzugtest überprüft werden [14, 20].

Die bei der LDS-Beschichtung von Zylinderlaufflächen entstehenden Hohlräume werden bei der mechanische Bearbeitung z. T. offengelegt und dienen später als Ölrückhaltevolumen. Die Lage- und Größenverteilung der Hohlräume sind ein Resultat aus Prozessparametern, Partikeleigenschaften und atmosphärischen Randbedingungen [6]. Ein großer Vorteil der thermischen Spritzverfahren ist ihre Flexibilität, sowohl im Hinblick auf Prozessparameter wie auch Beschichtungswerkstoffe. Beides bringt Variabilität in die inneren Merkmale einer Spritzschicht, die es im Sinne einer reproduzierbaren Ergebnisqualität zu kontrollieren und zu optimieren gilt [21]. Eine derartige Reproduzierbarkeit ist ohne geeignete Diagnostik nicht zu erreichen. Ein Verfahren, das sich zur Charakterisierung von Hohlräumen in LDS-Schichten eignet, ist die hochauflösende Röntgen-Computertomografie (CT). In Ergänzung zu den Informationen, die aus einer mikroskopischen Bestimmung am Querschliff gewonnen werden können, erlaubt dieses Verfahren Einblicke in die Volumenstruktur. Kapitel 3 wird EINLEITUNG

sich mit der Entwicklung und Validierung einer Bilddatenverarbeitungskette beschäftigen. Diese ermöglicht eine weitgehend benutzerunabhängige Identifikation und Quantifizierung von Hohlräumen in dreidimensionalen CT-Daten. Um eine entsprechend hohe Strukturauflösung zu erreichen, ist eine Präparation vergleichsweise kleiner Materialproben notwendig. Von einem zerstörungsfreien Vorgehen kann daher nicht die Rede sein, die CT kann jedoch als Referenzverfahren zur Entwicklung zerstörungsfreier Verfahren dienen [22].

Die Schichtdicke von LDS-Zylinderlaufflächen ist aus funktionalen Gründen ein relevantes Merkmal, insbesondere im Hinblick auf die kleinste Schichtdicke sowie die Schichtdickenschwankung innerhalb einer Zylinderbohrung. Wird beispielsweise bei der mechanischen Bearbeitung zu viel Material abgetragen, so dass der Grundwerkstoff freigelegt wird, kann es zu lokal erhöhtem Verschleiß, erhöhter Reibung und einem Kolbenfresser kommen. Um die Bauteilfunktion zu gewährleisten, wird i. d. R. eine Mindestschichtdicke gefordert und durch eine fertigungsbegleitende Schichtdickenmessung abgesichert. Dies geschieht häufig durch das mikroskopische Verfahren am Querschliff, das auch kleine Strukturen auflösen kann und etabliert ist [23]. Es erfordert jedoch eine aufwändige Präparation, so dass keine unverzügliche Bewertung der Bauteilqualität möglich ist. Außerdem liefert es nur lokal sehr eingeschränkte, zweidimensionale Informationen und ist einem Benutzereinfluss unterworfen. Zudem zählt es zu den zerstörenden Prüfverfahren; das befundete Bauteil ist anschließend unbrauchbar. Die Schichtdickenmessung ist ebenfalls ein Aufgabengebiet zerstörungsfreier Verfahren, die auf einem physikalischen Messeffekt beruhen. Hierzu zählen z. B. magnetische, wirbelstrombasierte oder fotothermische Sensorik [24–27]. Diese erhöhen im Gegensatz zur zerstörenden Prüfung nicht zwangsläufig den Arbeitsausschuss der Fertigung, weil Bauteile, die die Spezifikation erfüllen, der Wertschöpfungskette wieder zugeführt werden können. Die zerstörungsfreien Verfahren erlauben außerdem eine schnellere Prüfung und ggf. Korrektur der Fertigung als das mikroskopische Verfahren am Querschliff. Eine zerstörungsfreie und zuverlässige Bestimmung der Schichtdicke LDS-beschichteter Zylinderlaufflächen ist daher erstrebenswert. Die Entwicklung einer solchen Diagnostik ist Gegenstand von Kapitel 4.

### 2 Grundlagen der eingesetzten Messtechnik

Der Schwerpunkt dieser Dissertation liegt auf der Qualifikation zerstörungsfreier Mess- und Prüfverfahren. Zu den eingesetzten Diagnostiken existiert eine Vielzahl von Lehrbüchern und Fachliteratur, auf die im Folgenden umfassend verwiesen wird. Dieses Kapitel gibt einen allgemeinen Überblick über die eingesetzte Messtechnik, um eine spätere Einordnung und Interpretation zu ermöglichen.

#### 2.1 Metallografie

Die Metallografie ist der Teil der Werkstoffwissenschaften, der sich der Analyse von metallischen Proben mittels Mikroskopie widmet. Neben der konventionellen Auflichtmikroskopie kommen u. a. auch Raster- und Transmissions-Elektronenmikroskopie mit verschiedenen Kontrastmechanismen zum Einsatz. Der Metallkunde widmen sich zahlreiche Fachbücher, die sich bei Bedarf für eine weiterführende Lektüre empfehlen [28–30]. Dank der verwendeten Mikroskopie-Verfahren können die zu analysierenden Proben mit hoher Strukturauflösung visualisiert werden, so dass in LDS-Schichten z. B. selbst kleinste Poren und Bindefehler sichtbar werden. Letzere bilden sich beim Erkalten zwischen den einzelnen Beschichtungspartikeln und treten im Schliff als spaltförmige Defekte auf [4]. Diese zwei inneren Merkmale lassen sich anhand der Mikroskopieaufnahme in Abbildung 2.1 nachvollziehen.



**Abb. 2.1** Querschliff einer LDS-Schicht im Auflichtmikroskop; selbst kleinste Poren und Bindefehler werden mit hoher Strukturauflösung visualisiert.

Für derartige Aufnahmen wird zunächst eine Materialprobe aus einem Bauteil entnommen. Nachdem diese entfettet und getrocknet wurde, wird sie, je nach Material und Temperaturempfindlichkeit, kalt oder warm eingebettet. Sobald die Einbettmasse ausgehärtet ist, kann eine mechanische Bearbeitung erfolgen. Hierfür ist das Einbetten zwingend notwendig, damit die entstehenden Kräfte über eine ebene Auflagefläche so gleichmäßig wie möglich auf die Materialprobe wirken. Die Bearbeitung umfasst mehrere Schleif- und Polierprozesse mit unterschiedlichen Unterlagen, Körnungen und Suspensionen, die abhängig vom eingebetteten Material ausgewählt werden. Soll das metallische Gefüge analysiert werden, schließt sich häufig ein Ätzvorgang an. Diese chemische Präparation nutzt aus, dass verschiedene Gefügebestandteile und Kristallorientierungen unterschiedlich schnell abgetragen werden. Dadurch ändert sich ihr Reflexionskoeffizient im Auflichtmikroskop und es werden weitere Details, wie z. B. einzelne Gefügephasen, kontrastiert. So sind Aussagen über den Produktionsprozess oder die Materialgüte eines befundeten Bauteils möglich.

Die mitunter komplexe Probenpräparation ist ein Nachteil der Metallografie und ein Grund dafür, dass besonders quantitative Analysen einer vergleichsweise großen Benutzerstreuung unterliegen. Des Weiteren erlaubt Mikroskopie nur eine zweidimensionale Charakterisierung und ist lokal eingeschränkt. Sollen mehrere Ebenen einer Probe analysiert werden, zieht dies aufgrund mehrfacher Präparation enormen Aufwand nach sich. Trotz einer sorgfältigen Arbeitsweise ist nicht gewährleistet, dass die unterschiedlichen Schliffebenen parallel zueinander liegen. Mit fortschreitendem Materialabtrag kann es somit zu einer systematischen Abweichung bei der Charakterisierung eines Merkmals in verschiedenen Tiefen kommen. Die Metallografie zählt zum Gebiet der zerstörenden Prüfung, so dass Proben im Nachgang nur noch eingeschränkt für weitere Analysen zugänglich sind.

#### 2.2 Röntgen-Computertomografie

Im Gegensatz dazu wird die CT zu den zerstörungsfreien Verfahren gezählt. Allerdings kann ein Zielkonflikt aus Durchstrahlbarkeit und Strukturauflösung u. U. eine zerstörende Probenpräparation notwendig machen, siehe auch Abschnitt 2.2.1. Die Grundlagen der CT werden ausführlich in Fachbüchern erläutert [31–36]. Terminologie und Definitionen sind außerdem Gegenstand zahlreicher Normen oder Richtlinien [37–46].

#### 2.2.1 Grundprinzip und Variantenvielfalt

Die industrielle CT ist ein bildgebendes Verfahren der digitalen Radioskopie. Sie basiert auf der Durchstrahlung von Materie mit Röntgenstrahlung bei gleichzeitiger Rotation des zu tomografierenden Objekts. Aufbauten für industrielle CT bestehen aus drei Komponentengruppen: Röntgenquelle, Manipulator mit Drehtisch und Röntgendetektor. Letzterer erlaubt die Aufnahme von Durchstrahlungsbildern. Diese bilden den Schwächungskoeffizienten ab, der u. a. von der Energie der verwendeten Röntgenstrahlung und der Kernladungszahl des durchstrahlten Materials abhängt. Eine Rekonstruktion der Projektionen liefert einen dreidimensionalen Datensatz, der am Computer aus allen Raumrichtungen und in beliebigen Schnittebenen betrachtet werden kann. Die Qualität der Bilddaten hängt von zahlreichen Einflussfaktoren entlang der Prozesskette ab, siehe Abschnitt 2.2.4. Obgleich die industrielle CT aus der Medizintechnik hervorging, wurde sie für andere Anwendungen optimiert [47]. Es gibt fünf große Unterschiede in den Anforderungen an medizinische und industrielle CT, siehe hierzu Abbildung 2.2. Medizinische CT-Anlagen arbeiten typischerweise nach dem Prinzip der Spiral-CT, bei dem eine Röntgenstrahlenquelle mit Fächerstrahl winkelsynchron mit einem gegenüberliegenden Zeilendetektor um einen Patienten kreist. Dagegen kann man bei der industriellen CT zwischen drei Aufbauprinzipien differenzieren, die in Abbildung 2.3 dargestellt sind und deren Unterschiede im Folgenden erläutert werden.

#### **RÖNTGEN-COMPUTERTOMOGRAFIE**

medizinische CT	industrielle CT
<ul> <li>niedrige Varianz in den zu tomografierenden</li> </ul>	<ul> <li>große Variantenvielfalt in den zu tomografierenden</li> </ul>
Materialien (typischerweise Lebendgewebe)	Bauteilen und Werkstoffen
$\diamond$ weitestgehend gleichbleibende Dimensionen der zu	<ul> <li>ø große Bandbreite von Abmessungen der zu tomo-</li> </ul>
tomografierenden Patienten	grafierenden Objekte
$\diamond$ minimal mögliche Dosis und Dosis leistung bei der	<ul> <li>höchstmögliche Dosisleistung für eine gute Durch-</li> </ul>
Strahlenexposition von Patienten	strahlbarkeit von Bauteilen
$\diamond$ Röntgenquelle und -detektor rotieren um einen	<ul> <li>Röntgenquelle und -detektor stehen fest, während</li> </ul>
ortsfesten Patienten	das zu tomografierende Objekt rotiert
<ul> <li>untergeordnete Anforderungen an Vergrößerung</li> </ul>	♦ maximal mögliche Vergrößerung und Strukturauf-
und Strukturauflösung	lösung

**Abb. 2.2** Es gibt fünf große Unterschiede in den Anforderungen an medizinische und industrielle CT, v. a. im Bezug auf die zu tomografierenden Objekte, die verwendeten Aufnahmegeometrien und die Priorisierung von Strahlenexposition und Vergrößerung.



Abb. 2.3 Schematische Darstellungen der drei in industrieller Anwendung zum Einsatz kommenden Varianten (a) Fächerstrahl-CT, (b) Kegelstrahl-CT und (c) Helix-CT.

Bei der **Fächerstrahl-CT** kollimieren Blenden die Röntgenstrahlung, so dass diese fächerförmig emittiert wird. Deren Detektion erfolgt mithilfe von Zeilendetektoren. Auf diese Weise ist die Erzeugung einzelner Schnittbilder möglich. Da Zeilendetektoren in Modulbauweise hergestellt werden, gibt es detektorseitig keine für die Praxis relevante Einschränkung hinsichtlich der tomografierbaren Objektgröße [48]. Wird das durchstrahlte Objekt nach einer vollständigen Rotation entlang der Drehachse verschoben und erneut tomografiert, kann auch mit dieser zweidimensionalen CT ein Volumendatensatz erzeugt werden. Dieser weist kaum Artefakte durch Streustrahlung auf (vgl. Abschnitt 2.2.4), weil nur Photonen mit einem annähernd senkrechten Eintrittswinkel zur Rekonstruktion verwendet werden. Die hohe Bildqualität geht allerdings zu Lasten der Messzeit [49]. Typische Volumendatensätze bestehen aus einigen tausend Schnittebenen; um diesen Faktor verlängert sich die Messzeit verglichen mit einer Kegelstrahl-CT gleicher Größe.

Bei einer **Kegelstrahl-CT** wird die Röntgenstrahlung kegelförmig emittiert und von einem Flächendetektor aufgenommen. Daher wird bei einer Rotation des durchstrahlten Objekts ein Volumendatensatz erzeugt, dessen Höhe der Höhe des Detektors und dessen Breite und Tiefe der Breite des Detektors entsprechen. Auf diese Weise erreicht man kürzere Messzeiten und höhere Effizienz als bei der Fächerstrahl-CT, z. T. jedoch auf Kosten der Bildqualität. Da auch Streustrahlung den Detektor erreichen kann und die Röntgenstrahlung außer einem Öffnungswinkel in der Schnittebene auch einen Raumwinkel aufweist, kann es zu Artefakten bei der Volumenrekonstruktion kommen (vgl. Abschnitt 2.2.4). Dennoch ist Kegelstrahl-CT die meistgenutzte Variante in der industriellen Anwendung, weil sie in vielen Fällen einen akzeptablen Kompromiss zwischen Zeit, Kosten und Qualität bietet.

Helix-CT ist eine Erweiterung der Kegelstrahl-CT, die nur wenige technische Unterschiede aufweist und allenfalls höhere Ansprüche an die Rekonstruktionssoftware sowie die Präzision der Mechanik stellt [50]. Das zu tomografierende Objekt wird dabei entlang seiner Drehachse verschoben, während es rotiert und Durchstrahlungsbilder von ihm aufgenommen werden. Diese Variante weist im Vergleich zur Kegelstrahl-CT weniger Artefakte auf, wobei sich die Messzeit leicht erhöht. Sie stellt eine Alternative zur Fächerstrahl-CT dar, weil sie für eine ähnlich gute Bildqualität nur etwa doppelt so lang wie eine Kegelstrahl-CT benötigt. Des Weiteren empfiehlt sie sich als Alternative für eine Kegelstrahl-CT mit vertikaler Messkreiserweiterung. Die Helix-CT benötigt nur wenig länger als eine solche, liefert im Gegenzug aber deutlich artefaktärmere Volumina.

Insbesondere im Hinblick auf die hohe Variantenvielfalt der zu tomografierenden Bauteile und Werkstoffe kommen in Kombination mit diesen Aufnahmegeometrien auch verschiedene Röngenstrahlungsquellen zur Anwendung. Eine Abstufung nach der mit ihnen möglichen Durchstrahlbarkeit und Strukturauflösung ist in Abbildung 2.4 gegeben. Wenn bei einer CT die Röntgenröhre die auflösungsbegrenzende Komponente ist, wird die Strukturauflösung des Tomogramms maßgeblich durch deren Brennfleckgröße bestimmt, d. h. die Größe des Volumens, aus dem die Röntgenstrahlung emittiert wird. Die Strukturauflösung ist bei der nativen Brennfleckgröße üblicherweise am höchsten und die ggf. in den Bilddaten auftretende Unschärfe wird als innere Unschärfe bezeichnet. Einige Röntgenröhren defokussieren den Elektronenstrahl, der die Röntgenstrahlung hervorruft, u. a. mit zunehmender Leistung, um keinen Einbrand im Targetmaterial zu verursachen. Ist der Brennfleck dadurch nicht mehr klein gegenüber den geometrischen Dimensionen, erzeugt dieser eine zusätzliche Unschärfe in den Projektionen, die als äußere Unschärfe bezeichnet wird [51].



**Abb. 2.4** Kategorisierung von Röntgenstrahlungsquellen für die industrielle CT nach der mit ihnen möglichen Durchstrahlbarkeit und Strukturauflösung; nach [52].

Linearbeschleuniger (*linear accelerator*, Linac) erzeugen typischerweise Röntgenstrahlung mit einer Photonenenergie zwischen 3 MeV und 9 MeV, die auch große Objekte oder dichte Materialien durchdringen kann [53, 54]. Die Brennfleckgröße eines Linacs liegt im einstelligen Millimeterbereich. Dagegen arbeiten Minifokus-Röntgenröhren mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV bis 600 kV, weshalb die Durchstrahlbarkeit nicht so hoch wie die eines Linacs ist. Sie eignen sich zur CT von großen Leichtmetall-Bauteilen, wie z. B. ZKG aus Aluminiumlegierungen. Ihre Brennfleckgröße liegt, je nach Bauart, im mittleren dreistelligen Mikrometer- bis niedrigen einstelligen Millimeterbereich. Mikrofokus-Röntgenröhren werden bei Beschleunigungsspannungen zwischen 160 kV und 450 kV betrieben und erreichen dabei Brennfleckgrößen im zweistelligen Mikrometerbereich. Da ihre Röntgenstrahlung eine große Bandbreite relevanter Bauteile und Werkstoffe durchdringt, sind sie bei der industriellen CT weit verbreitet. So beträgt die maximal durchstrahlbare Strecke bei Aluminium einige Zentimeter und bei Stahl einige Millimeter. Nanofokus-Röntgenröhren sind derzeit noch auf Beschleunigungsspannungen unterhalb von 200 kV limitiert. Ihre Fokusgröße liegt jedoch üblicherweise im einstelligen Mikrometerbereich oder sogar darunter, ist also prädestiniert zur hochauflösenden CT kleiner Objekte. Da ihre Röntgenstrahlung eine relativ niedrige Energie und damit Durchstrahlbarkeit von Materie aufweist bzw. ihre Brennfleckgröße oft proportional zur Targetleistung zunimmt, sind sie kaum für metallische Bauteile geeignet. Derartige Röntgenröhren finden häufig Verwendung bei der CT von Kunststoffbauteilen, Elektronikkomponenten oder metallischen Materialproben.

Die genannten Röntgenquellen können kommerziell erworben werden. Deshalb ist die CT mittels Synchrotronstrahlung eine nennenswerte Sonderform [33]. Da die Röntgenstrahlung dabei mithilfe von sog. Undulatoren entsteht, weist diese eine schmale Energieverteilung, hohe Dosisleistung und niedrige Divergenz auf. Prinzipbedingt wird i. d. R. in Parallelstrahl-Geometrie gearbeitet, so dass bei der Durchstrahlung keine Vergrößerung geschieht wie bei den in Abbildung 2.3 dargestellten Varianten. Die Projektionen werden stattdessen auf einen Szintillator abgebildet, dessen Lumineszenz mithilfe einer nachgeschalteten Optik vergrößert wird. Ein Nachteil der Synchrotron-CT ist die limitierte Verfügbarkeit, weil der Betrieb auch aufgrund der immensen Kosten an Großforschungseinrichtungen erfolgt. Daher ist die Feebackschleife langsamer als die laborbasierter CT-Anlagen. Die Synchrotron-CT bietet jedoch in vielen Fällen einzigartige Möglichkeiten, die z. B. als Referenzverfahren bei der Materialcharakterisierung dienen können.

Bei Betrachtung von Abbildung 2.4 erkennt man, dass Objektgröße und Strukturauflösung keine unabhängigen Variablen sind, denn Objekte können nicht beliebig stark vergrößert werden. Die Vergrößerung eines CT-Systems ist durch den Quotienten aus Fokus-Detektor-Distanz (FDD) und Fokus-Objekt-Distanz (FOD) gegeben. Bei der industriellen CT ist die maximal mögliche Vergrößerung in den meisten Fällen durch das zu tomografierende Objekt limitiert, weil dieses unter jedem Drehwinkel in seiner gesamten Breite auf den Detektor abgebildet werden muss. In so einem Fall beschränkt die Vergrößerung die im Tomogramm erreichbare Strukturauflösung. Je näher ein Objekt bei konstanter FDD der Strahlenquelle kommt, desto höher ist dessen Vergrößerung und desto kleiner ist das mit der CT erfassbare Volumen. Letzteres kann mithilfe einer horizontalen Messkreiserweiterung virtuell vergrößert werden. Hierzu wird die Manipulatorachse parallel zum Röntgendetektor gerade so weit verfahren, dass etwas mehr als die halbe Breite des zu tomografierenden Objekts auf den Detektor projiziert wird. Werden beide Hälften des Objekts tomografier und die Projektionen unter Beachtung der Koordinatenverschiebung zusammengesetzt, kann daraus ein digitaler Volumendatensatz rekonstruiert werden, dessen Pixelauflösung deutlich über der des verwendeten Röntgendetektors liegt. Dies ermöglicht die Tomografie von großen Objekten, die zu breit für den Detektor sind, oder von kleinen Proben, die auf diese Weise höher vergrößert werden können. Eine Messkreiserweiterung setzt ein stabiles Verhalten von Röntgenröhre und -detektor sowie eine präzise Verfahrmechanik voraus. Einen weiteren Ansatz zur lokalen Steigerung der Strukturauflösung ist die CT einer Detailregion (*region of interest*, ROI) [55, 56]. Diese wird zunächst mit hoher Vergrößerung tomografiert. Zusätzlich wird ein Tomogramm mit niedriger Vergrößerung erzeugt, bei dem das Objekt in seiner gesamten Breite auf den Detektor projiziert wird. Die Kombination beider Datensätze liefert ein CT-Volumen, in dem die Detailregion eine höhere Strukturauflösung als die übrigen Objektbereiche aufweist.

#### 2.2.2 Einsatzbeispiele in der Industrie

In der Industrie wird die CT bereits seit einigen Jahrzehnten als Qualitätsprüftechnik verwendet [47]. Eine Übersicht gängiger Einsatzmöglichkeiten ist in Abbildung 2.5 gegeben. Für einige Anwendungen ist sie heutzutage die einzige zerstörungsfreie Herangehensweise, wie z. B. zum dimensionellen Messen innenliegender Oberflächen oder zur Lagebewertung bereits montierter Komponenten [57, 58]. Daneben kann man einen generellen Trend zur Erzeugung quantitativer Daten mittels CT beobachten [59]. Während sie vor einigen Jahren aufgrund mangelnder Maschinenpräzision hauptsächlich zur qualitativen Bewertung diente, ersetzt CT heute in vielen Bereichen taktile oder optische Koordinatenmesstechnik [43, 60]. Ein Grund dafür ist, dass nun Ausführungen erhältlich sind, die mit einer ausreichenden Auflösung und Anlagenstabilität derartige Auswertungen zulassen [61–63].



Abb. 2.5 Kategorisierung der industriellen CT nach Analytik, Messtechnik und Prüftechnik sowie die sich daraus ergebenden Einsatzmöglichkeiten.

Gegenwärtig arbeitet außerdem eine zunehmende Zahl von Instituten und Firmen an der robotergestützten CT. Diese verwendet häufig nicht-triviale Trajektorien oder tomografiert Objekte mangels Zugänglichkeit nur mit einer begrenzten Winkelzahl. Das nicht mehr an Linearachsen gebundene Tomografieren bietet eine höhere Flexibilität, die z. B. die CT von großen und komplex geformten Flugzeugkomponenten ermöglicht [64]. Hier ist neben der Verwendung von sehr präzisen Roboterarmen auch eine Anpassung der bisher verwendeten Rekonstruktionsalgorithmen notwendig [48, 65].

#### 2.2.3 Bewertung der Abbildungsqualität

Alle CT-Daten besitzen eine Gemeinsamkeit, unabhängig davon, mit welcher Anlage oder Aufnahmegeometrie sie aufgezeichnet werden: Jedes Voxel beinhaltet einen Grauwert, der im Idealfall den lokalen Schwächungskoeffizienten repräsentiert. Dieser wird von der Energieverteilung der Röntgenstrahlung sowie der Dichte und Kernladungszahl der durchstrahlten Materie bestimmt [45]. Die Grauwerte können allerdings durch verschiedene Glieder entlang der Prozesskette einer CT beeinflusst werden, die als Ishikawa-Diagramm in Abbildung 2.6 dargestellt ist. Im Hinblick darauf wird u. a. zwischen Einflüssen durch Gerät, Anwendung, Auswertung, Umgebungsbedingungen oder Bediener unterschieden [42]. Insbesondere vor dem Hintergrund, dass zunehmend quantitative Daten mittels CT gewonnen werden, widmen sich mehr und mehr Studien ihrer Messunsicherheit und deren Variablen [57, 60, 62].



Abb. 2.6 Ishikawa-Diagramm mit möglichen Einflussfaktoren auf die Bildqualität einer digitalen, industriellen CT gemäß Referenz [42].

Im Bezug auf Abbildung 2.6 hängen die Grauwerte in einem Tomogramm z. B. auch mit Empfindlichkeit und Dynamikumfang des verwendeten Röntgendetektors (sowie dessen Peripherie) zusammen. Ebenso werden die Bildinformationen durch die Volumenrekonstruktion beeinflusst, bei der die Bilddaten nicht selten gefiltert oder in einen anderen Farbraum abgebildet werden. Es ist praktisch unmöglich, alle Einflüsse entlang dieser Prozesskette zu analysieren, zumal sie sich z. T. gegenseitig beeinflussen oder gar nicht vom Benutzer steuern lassen [42]. Darüber hinaus kann es in den CT-Daten zu sog. Artefakten kommen, die keine realen Strukturen des Objekts wiedergeben [32]. Diese können sich auf vielfältige Weise auswirken und werden in Abschnitt 2.2.4 erläutert. Zur objektiven Bewertung der Abbildungsqualität existieren einige Kriterien, die im Folgenden vorgestellt werden.

Der Kontrast bezeichnet die Differenz zweier Schwächungskoeffizienten bzw. Grauwerte in einem Tomogramm und die Kontrastauflösung die kleinste noch unterscheidbare Differenz. Aufgrund der zuvor genannten Einflussfaktoren haben weder die durchstrahlte Materie noch die Umgebungsluft an jeder Stelle denselben Grauwert; diese unterliegen einer charakteristischen Verbreiterung. Ein exemplarisches Grauwerthistogramm, aus dem diese hervorgeht, ist in Abbildung 2.7 dargestellt. Eine weitere Größe zur Bewertung der Abbildungsqualität auf Basis des Histogramms ist das Signal-Rausch-Verhältnis (*signal-to-noise ratio*, SNR). Historisch bedingt ist dieses der Quotient aus dem durchschnittlichen Signalwert und der Standardabweichung des Hintergrundrauschens. Aufgrund der zuvor genannten Einflüsse auf die Grauwertverteilung in CT-Daten erscheint die folgende Definition zweckmäßiger:

$$SNR = \frac{GW_{Signal}}{FWHM_{Signal}}$$
(2.1)

Hierbei ist  $\overline{\text{GW}}_{\text{Signal}}$  der durchschnittliche Grauwert innerhalb eines tomografierten Objekts und FWHM<sub>Signal</sub> die Halbwertsbreite (*full width at half maximum*, FWHM) des Grauwertmaximums. Diese Definition hat sich zur Bewertung bildgebender Verfahren bewährt [66]. Des Weiteren kann auch das Kontrast-Rausch-Verhältnis (*contrast-to-noise ratio*, CNR) zur Bewertung von Bilddaten, insbesondere von CT-Daten mit mehreren Materialien, dienen:

$$CNR = \frac{\overline{GW}_{Signal} - \overline{GW}_{Hintergrund}}{FWHM_{Signal}}$$
(2.2)

In dem Zusammenhang bezeichnet  $\overline{\rm GW}_{\rm Hintergrund}$  den durchschnittlichen Hintergrundwert, d. h. den mittleren Grauwert der Umgebungsluft. Zur Charakterisierung LDS-beschichteter Zylinderlaufflächen mittels CT ist eine Segmentierung der Volumendaten unumgänglich. Da das CNR den Materialkontrast in Relation zum Rauschen setzt, trifft es eine Aussage über die Trennbarkeit der zu segmentierenden Materialien. Je höher der Wert des CNR ist, desto besser sind die Materialien in den Bilddaten trennbar. Dies wird sich besonders bei der Charakterisierung des Hohlraumanteils in Kapitel 3 als nützlich erweisen. Das CNR kann aber auch zur Bewertung anderer bildgebender Verfahren zum Einsatz kommen.



**Abb. 2.7** Materialien haben in CT-Daten nicht an jeder Stelle denselben Grauwert. Diese unterliegen einer Verbreiterung, wobei  $\overline{\text{GW}}_{\text{Signal}}$  den mittleren Grauwert und FWHM<sub>Signal</sub> die Halbwertsbreite des Grauwertmaximums eines tomografierten Objekts bezeichnet.

Weiterhin können Tomogramme hinsichtlich ihrer Strukturauflösung bewertet werden, die eine Aussage über die kleinsten noch erkennbaren Objektdetails erlaubt. Diese wird häufig fälschlicherweise mit der Ortsauflösung gleichgesetzt [41]. Insbesondere für hochauflösende CT-Anlagen gibt es nicht viele Probekörper, die ein direktes Ablesen der Strukturauflösung ermöglichen. Von der JAPAN INSPECTION INSTRUMENTS MANUFACTURERS' ASSOCIATION (JIMA) sind Testkörper aus Silizium erhältlich, auf die mittels Fotolithografie regelmäßige Strukturen aus Wolfram oder ähnlich stark absorbierenden Metallen aufgebracht sind. Diese können allerdings nur durchstrahlt und nicht tomografiert werden. Die Strukturauflösung in Volumendaten korreliert jedoch nicht immer mit der der Durchstrahlungsbilder. Die Firma QRM GMBH bietet mittels Trockenätzen hergestellte Probekörper aus Silizium an, die Linien- und Punktanordnungen verschiedener Größen und Abstände aufweisen und auch tomografiert werden können [67]. Da Silizium eine geringere Dichte und Kernladungszahl und damit einen niedrigeren Schwächungskoeffizienten als der Stahl der LDS-beschichteten Zylinderlaufflächen aufweist, kann die an diesen Probekörpern gemessene Strukturauflösung zwar z. B. als Anhaltswert zur Anlagenüberwachung herangezogen werden, aber nicht ohne Weiteres zur Charakterisierung von Materialien mit signifikant abweichenden Eigenschaften verwendet werden, wie z. B. zur Bezifferung der noch erkennbaren Porengröße in Stahl. Die Strukturauflösung, die anhand eines Testkörpers aus einem definierten Material und mit definierten Strukturen bestimmt wurde, ist nur für diese gegebenen Umstände gültig.



Abb. 2.8 (a) Foto eines Passstiftes mit 2 mm Durchmesser. (b) Schnittbild durch tomografierten Passstift, anhand dessen die ERF ermittelt wird (Profil entlang der roten Linie). (c) Beispiel für eine daraus kalkulierte MTF [45, 46, 68].

Ein zylindrisches Testobjekt bietet eine genauso simple wie aussagekräfte Methode zur Bestimmung der Strukturauflösung. Dazu kommt bei der in Abschnitt 2.2.5 vorgestellten Nanofokus-CT ein Passstift mit 2 mm Durchmesser zum Einsatz, siehe Abbildung 2.8 (a). Dieser ist aufrecht stehend in eine Kunststoffhalterung eingepasst und wird tomografiert. Ein daraus resultierendes Schnittbild ist in Abbildung 2.8 (b) dargestellt und ermöglicht die Bestimmung der Kantenunschärfefunktion (edge response function, ERF). Wenn man diese differenziert, so erhält man die Punktspreizfunktion (PSF), die beschreibt, wie ein Objekt durch ein abbildendes Verfahren verzeichnet wird. Eine Abbildung ist eine Faltung aus realem Objekt und PSF und die Amplitude der Fourier-Transformierten der PSF ist die Modulationstransferfunktion (MTF) [45, 46, 68]. Diese stellt einen Zusammenhang zu den Frequenzen her, die in den Bilddaten auftreten. Sie erlaubt somit eine Aussage über die Strukturauflösung, wobei man als Grenzauflösung die Bildfrequenz bezeichnet, bei der die MTF unter 10% sinkt [41]. Abbildung 2.8 (c) zeigt exemplarisch eine MTF, die mit der Nanofokus-CT gemessen wurde. Die Grenzauflösung ist durch eine gestrichelte Linie gekennzeichnet und beläuft sich auf  $113 \,\mathrm{mm}^{-1}$ . Dies entspricht bei 4,0  $\mu\mathrm{m}$  Voxelgröße einem Wert von 2,2 Voxel/Linienpaar, was dem gemäß Abtasttheorem theoretisch möglichen Wert von 2,0 Voxel/Linienpaar fast gleichkommt [69]. Ein großer Vorteil dieses Vorgehens ist, dass Passstifte mit hoher Genauigkeit, Rundheit und Oberflächengüte weltweit verfügbar sind. Es bedarf daher keiner Fertigung eines hochkomplexen Prüfkörpers, um die Strukturauflösung von CT-Geräten zu messen und ggf. zu optimieren. Da sie aus einem ähnlichen Werkstoff wie LDS-beschichtete Zylinderlaufflächen bestehen, eignen sie sich im Kontext dieser Arbeit ganz besonders zur Bewertung der Strukturauflösung in CT-Daten.

Die Grenzauflösung ist nur eine Kenngröße, die aus den Volumendaten eines Passstiftes gewonnen und zur Anlagenüberwachung oder zum Vergleich verschiedener Parametrierungen herangezogen werden kann. Außerdem können anhand dieser Daten auch SNR und CNR bestimmt werden. Die Bewertung der Bildqualität einer Fächerstrahl-CT ist Gegenstand von Referenz [46]. Es ist nicht standardisiert, in welchen Schnittbildern dies analog bei einer Kegelstrahl-CT zu geschehen hat. Da deren Röntgenstrahlung auch einen vertikalen Öffnungswinkel aufweist, ist eine von der Schnittebene sowie von der FDD abhängende Bildqualität zu erwarten. In Anhang A ist der Quellcode für einen Algorithmus zu finden, der eine wie oben geschilderte Bildgüteprüfung eines Schnittbildes ermöglicht.

#### 2.2.4 Einflüsse auf die Abbildungsqualität

Einige der Einflussgrößen in Abbildung 2.6 rufen Abbildungsartefakte hervor, die nicht mit realen Strukturen eines tomografierten Objekts korrelieren [32]. Diese können die Detailerkennbarkeit verschlechtern, zu Fehlinterpretationen verleiten oder sich auf die Unsicherheit quantitativer Messungen auswirken [70]. Im folgenden Abschnitt wird daher beschrieben, welche Artefakte bei einer Kegelstrahl-CT auftreten können, wodurch sie i. d. R. verursacht werden und wie sie sich reduzieren bzw. vermeiden lassen.

Fehlende Bildinformation zeigt sich z. B. durch kegelförmige, kontrastarme Bereiche am oberen und unteren Ende des Volumendatensatzes. Dies sind Stellen, an denen das Objekt nicht während der gesamten Rotation auf den Detektor abgebildet wurde. In der Kegelstrahl-Geometrie lässt sich dieser Effekt nicht vollständig beheben, die Bereiche werden jedoch mit zunehmender FDD kleiner. Ein ähnliches Phänomen tritt an Objektkanten auf, die parallel zum Mittelschnitt verlaufen. Hier resultieren sie aus einer unvollständigen Rückprojektion während der Kegelstrahl-Rekonstruktion [71]. Dies lässt sich durch Schrägstellen der Probe reduzieren [72]. Ein dritter Fall von fehlender Bildinformation ist Unterabtastung (*undersampling*), die sich als Aliasing in den Schnittbildern eines Volumens bemerkbar macht und durch eine größere Anzahl Winkelschritte verhindern lässt [73]. Ab einem Winkelschritt pro Detektorpixel entlang der horizontalen Kante tritt typischerweise keine Unterabtastung mehr auf (Faustregel).

**Drehmittelpunktsfehler** verursachen u. a. unscharfe Ränder in den Schnittbildern von CT-Volumina. Sie resultieren häufig aus einer unpräzisen Verfahrmechanik und wirken sich negativ auf Detailerkennbarkeit und Maßhaltigkeit aus. Sie können durch eine Mittelpunktskorrektur bei der Rekonstruktion weitestgehend verhindert werden. **Bewegungsartefakte** wirken sich ähnlich auf die Bildqualität aus; auch hier kann es zur Mehrfachabbildung von Objektkanten kommen. Die wahrscheinlichste Ursache ist, dass sich das Objekt während der Tomografie bewegt hat. Es kann auch zu translatorischen Ungenauigkeiten oder Vibrationen des Manipulators gekommen sein, die einen numerischen Ausgleich erfordern [33]. Wenn sich die Größe oder Position des Brennflecks der Röntgenröhre während einer CT ändert,
kann auch dies derartige Artefakte verursachen. Abhilfe schaffen i. d. F. nur möglichst gleichmäßige Umgebungsbedingungen mit einer ausreichenden Kühlung der Röntgenröhre. Thermisch bedingte Abstandsänderungen innerhalb der Röntgenröhre können z. T. dadurch kompensiert werden, dass diese nur im warmen Zustand betrieben wird [42]. Treten in einem Volumendatensatz konzentrische Kreise um den Drehmittelpunkt auf, spricht man von sog. **Ringartefakten**. Sie werden z. B. durch defekte Detektorpixel oder Verunreinigungen im Szintillator hervorgerufen. Diese überlagern jede Projektion eines durchstrahlten Objekts an derselben Stelle, wodurch sich nach der Rückprojektion Ringe bilden. Auf diese Weise wird die Segmentierung und quantitative Analyse des Datensatzes erschwert. Sie lassen sich u. a. über eine randomisierte, seitliche Verschiebung des Röntgendetektors nach jeder Projektion oder einen Hell-/Dunkelbild-Abgleich (*flat field correction*) reduzieren [74].

Strahlaufhärtung tritt als systematische Grauwertänderung zutage. Beispielsweise zeigt das Tomogramm eines Metallzylinders in dessen Zentrum niedrigere Grauwerte als am Rand, obwohl dies nicht mit der Dichte des durchstrahlten Materials korreliert [75–77]. Dies wird auch als cupping-Effekt bezeichnet. Je niedriger die Energie eines Röntgenquanten ist, desto wahrscheinlicher wird es bei der Durchstrahlung von Materie absorbiert. Es erreicht den Detektor daher nicht und trägt nicht zur Bildgebung bei. Die verbleibenden Röntgenquanten weisen eine im Mittel höhere Energie und damit geringere Absorptionswahrscheinlichkeit auf. Sie erreichen den Detektor folglich häufiger, als die Dicke und Dichte des durchstrahlten Materials es vermuten ließe [75]. Indem man die mittlere Energie der verwendeten Röntgenstrahlung anhebt, kann dieses Artefakt verringert werden, z. B. durch eine höhere Beschleunigungsspannung oder eine Vorfilterung mit Metallblechen [78]. Das Phänomen der Streustrahlung ist eng damit verwandt und äußert sich z. B. durch sehr dunkle Bereiche im Tomogramm, die negativen Schwächungskoeffizienten entsprächen. In diesen Bereichen wird eine höhere Intensität als die Eingangsintensität der Röntgenstrahlung gemessen. Elektromagnetische Wellen wechselwirken mit Materie nicht nur durch Absorption (was u. a. zur Strahlaufhärtung führt), sondern auch durch Streuung. Je niedriger die Energie eines Röntgenquanten ist, desto wahrscheinlicher wird es in eine andere als die ursprüngliche Raumrichtung abgelenkt. Bei Röntgenstrahlung mit einer Photonenenergie zwischen etwa 100 keV und 10 MeV ist inelastische Compton-Streuung der am häufigsten vorkommende Streuprozess [79]; diese wird bei der Rückprojektion jedoch nicht berücksichtigt. Wie auch bei der Verminderung von Strahlaufhärtung, lassen sich die Auswirkungen von Streustrahlung durch höherenergetische Röntgenstrahlung verringern. Des Weiteren existieren Ansätze, die Nichtlinearität der Schwächungskurve aufgrund von Strahlaufhärtung oder Streustrahlung numerisch zu korrigieren [70, 72, 80–83]. Letzteres wird umso komplizierter, aus je mehr Materialien das durchstrahlte Objekt besteht.

Kantenartefakte zeigen sich als leichte Erhöhung der Grauwerte entlang einer Grenzfläche von zwei Materialien mit unterschiedlichen Brechungsindizes [33]. Bei der Brechung an dieser Grenzfläche kommt es zur Phasenverschiebung der Röntgenstrahlung. Je unterschiedlicher die Brechungsindizes sind, desto stärker ausgeprägt sind die Kantenartefakte. Sie beeinträchtigen die Segmentierung von Volumendaten, können jedoch minimiert werden, indem die Entfernung zwischen Objekt und Röntgendetektor so klein wie möglich gewählt wird. Unter praktischen Gesichtspunkten ist dies nicht immer möglich. Insbesondere in hochaufgelösten

Tomogrammen sind Kantenartefakte daher nie ganz auszuschließen. Ebenfalls in der Nähe von Grenzflächen machen sich **Partialvolumeneffekte** bemerkbar; diese sind aufgrund der inhärenten Auflösungsgrenze einer CT stets zu einem gewissen Grad verschwommen [79]. Wenn innerhalb eines Voxels eine Dichteänderung des durchstrahlten Materials stattfindet, so z. B. auch bei Poren unterhalb der Strukturauflösung, hat dieser einen Grauwert, der dem Mittelwert der Schwächungskoeffizienten der aneinander grenzenden Materialien entspricht. Ähnlich den Kantenartefakten können sich auch Partialvolumeneffekte auf die Richtigkeit einer Segmentierung auswirken. Bei der industriellen CT gibt es keine Möglichkeit, diese systematisch und ohne Verlust von Strukturauflösung zu korrigieren.

Metallartefakte treten häufig in der Umgebung dichter Materialien auf, wie z. B. Stahl oder Kupfer. Sie werden als helle und dunkle Streifen sichtbar, die tangential entlang der Kanten durchstrahlter Objekte verlaufen und keine realen Charakteristika wiedergeben. Häufig überlagern sich an diesen Stellen Strahlaufhärtung, Streustrahlung, Kantenartefakte und Bildrauschen [84]. Entlang dichter Materialien kommt es zudem aufgrund mangelnder Durchstrahlbarkeit zu fehlender Bildinformation, die durch die gefilterte Rückprojektion verstärkt wird [85]. Das zuletztgenannte Phänomen kann z. T. durch lineare Interpolation, adaptive Filterung oder algebraische Rekonstruktion reduziert werden [86–89]. Vollständig beseitigen lassen sich Metallartefakte jedoch meist nicht. Als Bildrauschen bezeichnet man dabei die pixelweise, zufällige Variation der Grauwerte, die in keinem Zusammenhang mit dem realen Schwächungskoeffizienten des tomografierten Objekts steht. Es ist eine Form von Elektronikrauschen, das z. B. durch den Dunkelstrom der Detektorpixel verursacht werden kann. Bildrauschen verschlechtert die Qualität von Bilddaten, die deshalb u. a. durch SNR und CNR beurteilt wird (vgl. Abschnitt 2.2.3). Je geringer der Abstand und die Größe von Detektorpixeln ist, desto höher ist typischerweise dessen Bildrauschen. Vermeidbares Bildrauschen kann durch eine höhere Ausleuchtung des Detektors eliminiert werden, wie z. B. durch einen höheren Röhrenstrom oder eine längere Integrationszeit. In Bereichen mit mangelnder Durchstrahlbarkeit führen diese Maßnahmen aber u. U. nicht zum Erfolg. Ein ungleichmäßiger Szintillator kann ebenfalls Ursache von Bildrauschen sein, das sich durch flächige Bereiche äußert, deren Grauwert sich von ihrer Umgebung unterscheidet. Dieses kann durch einen Hell-/Dunkelbild-Abgleich vor der CT reduziert werden.

Darüber hinaus kann es zu noch weiteren, anwendungsspezifischen Artefakten in CT-Daten kommen, die den Rahmen dieser Arbeit sprengen würden. Für weiterführende Informationen und Beispielbilder sei auf die Referenzen [32], [33], [70], [77] und [85] verwiesen. Außerdem ist zu erwarten, dass in den kommenden Jahren weitere Lösungsansätze zur Reduktion von Strahlaufhärtung und Streustrahlung in kommerziell erhältlichen CT-Anlagen implementiert werden. Mit Optimierung der Quanteneffizienz von Flachdetektoren wird auch der Einfluss durch Bildrauschen tendenziell kleiner werden; diesem Trend steht jedoch die Entwicklung von Detektoren mit höherer Pixelauflösung entgegen, die mit einer sinkenden Pixelgröße und steigendem Bildrauschen einhergeht.

## 2.2.5 Besonderheiten des verwendeten Aufbaus

Im Zuge dieser Arbeit wurde eine Nanofokus-CT der Baureihe NANOTOM M der Firma GE SENSING & INSPECTION TECHNOLOGIES GMBH verwendet [52, 90–92]. Ein Foto eines

solchen Geräts befindet sich in Abbildung 2.9 (a). Die CT arbeitet nach dem Kegelstrahl-Prinzip und verfügt über eine Röntgenröhre mit 180 kV maximaler Beschleunigungsspannung und 15 W maximaler Leistung. Ihr Brennpunkt hat im gröbsten der vier Betriebsmodi einen Durchmesser von etwa 2,5  $\mu$ m. Dieser wird ab einer Targetleistung von 2,4 W (zum Schutz des Röntgentargets vor Überhitzung) zunehmend aufgeweitet und nimmt ungefähr linear mit der Emissionsleistung zu. In den feineren Fokusmodi erfolgt eine stärkere Bündelung und Filterung der freien Elektronen innerhalb der Röntgenröhre durch die Fokussierspulen und -blenden. Dadurch sinkt die Größe des Brennpunkts auf dem Transmissionstarget, jedoch auf Kosten der Emissionsleistung. Weil im Rahmen dieser Arbeit ohnehin vergleichsweise stark absorbierende Materialproben tomografiert werden, finden die feineren Betriebsmodi zunächst keine Verwendung. Sie eignen sich z. B. zur Durchstrahlung von Kunststoffen oder generell kleinen Bauteilen mit geringem Absorptionskoeffizienten [93]. Als Target kommt i. d. F. ein Wolfram-beschichteter Diamant zum Einsatz (Transmissionstarget).



Abb. 2.9 (a) Foto einer Nanofokus-CT vom Typ GE NANOTOM M, die nach dem Kegelstrahl-Prinzip funktioniert. (b) Schematische Draufsicht mit den wichtigsten Daten.

Der Röntgendetektor im GE NANOTOM M ist ein Flächendetektor vom Typ GE DXR500L. Dieser besteht aus amorphem Silizium mit einer Szintillationsschicht aus Cäsiumiodid. Die Pixelauflösung beträgt  $3072 \text{ px} \times 2400 \text{ px}$  bei einem Pixelabstand von 100 µm. Der Detektor liefert einen nativen Dynamikumfang von 14 bit und erlaubt mit einer zusätzlichen Lineareinheit eine horizontale Messkreiserweiterung (mit einer virtuellen Bildbreite von 4600 px). Bei dem Manipulator handelt es sich um eine 5-achsige, auf Granit gelagerte und schwingungsentkoppelte Präzisionsdreheinheit. Darauf können Objekte mit einem Durchmesser von bis zu 240 mm und einem Gewicht von bis zu 3 kg platziert werden. Die maximale FOD beträgt 400 mm, die minimale FDD 220 mm und die maximale FDD 600 mm. Der Aufbau eines GE NANOTOM M, in dem die wichtigsten Maße vermerkt sind, ist in Abbildung 2.9 (b) skizziert. Eine Besonderheit der Akquisitionssoftware ist der sog. detector shift; damit wird der Detektor nach jeder Projektion zufällig und senkrecht zur Durchstrahlungsrichtung um bis zu  $\pm 10\,\mathrm{px}$  verfahren. Dies dient der Reduktion von Nachleuchten und Ringartefakten (vgl. Abschnitt 2.2.4). Des Weiteren verfügt die Software über einen sog. auto scan optimiser. Hierbei handelt es sich um ein Modul, das durch Vorher-Nachher-Bildvergleiche die Drift der Anlage kompensiert und zur Verbesserung der Bildqualität beiträgt.

# 2.3 Magnetische Schichtdickenmessverfahren

Zur Charakterisierung thermisch gespritzter Zylinderlaufflächen kommt außer der CT auch magnetische Sensorik in Frage. Da es hierbei i. d. R. keiner zerstörenden Probenpräparation bedarf, ermöglicht diese ein im wahren Sinne des Wortes zerstörungsfreies Vorgehen. Zudem gelangen derartige Verfahren in vielen Fällen schneller zu einem Ergebnis als CT oder Schliff. Sie haben sich daher z. B. bei der Lackdickenmessung etabliert, wobei der Messeffekt sich die unterschiedlichen magnetischen Eigenschaften von Schicht- und Grundwerkstoff zu Nutze macht [94]. Allerdings muss die Sensorik anhand eines Referenzverfahrens oder -normals kalibriert werden, zählt also zu den indirekten Messverfahren. Die zum besseren Verständnis dieser Sensorik notwendigen Grundlagen werden im Folgenden kurz erläutert.

### 2.3.1 Magnetischer Kreis

Wird eine Spule von Gleichstrom durchflossen, bildet sich in ihrem Inneren ein annähernd homogenes Magnetfeld aus. Dieses wird verstärkt, wenn das Volumen anstatt Luft ein ferromagnetisches Material beinhaltet. Weist der Spulenkern eine geschlossene Form auf, spricht man von einem magnetischen Kreis. In diesem bleibt die gleichgerichtete Magnetisierung selbst dann erhalten, wenn nur ein Teil des Ferromagneten von der stromdurchflossenen Spule umschlossen wird. Dabei variiert der magnetische Fluss  $\phi$ , wenn sich in Teilen des Spulenkerns die Querschnittsfläche A<sub>n</sub> oder die magnetische Permeabilität  $\mu_n$  ändern [95]. In Abbildung 2.10 ist ein solcher magnetischer Kreis mit mehreren Bereichen unterschiedlicher Querschnittsfläche und Permeabilität skizziert.



Abb. 2.10 Schematische Skizze eines magnetischen Kreises mit Bereichen unterschiedlicher Querschnittsfläche  $A_n$ , Permeabilität  $\mu_n$  und Länge  $l_n$ ; nach [95].

Hierbei gilt für den Betrag der magnetischen Feldstärke  $H_n$  sowie der Kraftflussdichte  $B_n$  jedes Abschnitts:

$$H_n = \frac{B_n}{\mu_n} = \frac{\phi}{A_n \cdot \mu_n} = \frac{I_s \cdot n_s}{l_s} \quad \text{und} \quad B_n = \frac{\phi}{A_n} = \mu_n \cdot H_n \tag{2.3}$$

In diesem Zusammenhang bezeichnet  $I_s$  den durch die Spule fließenden Gleichstrom,  $n_s$  die Anzahl der Windungen und  $l_s$  die Länge der Spule. In Analogie zur Elektrostatik kann man auch den magnetischen Widerstand  $R_m$  ausdrücken. Dieser verhält sich proportional zur Weglänge  $l_n$  und umgekehrt proportional zu  $A_n$  und  $\mu_n$ . Der gesamte Widerstand eines

magnetischen Kreises ist die Summe aus den Einzelkomponenten unterschiedlicher Bereiche, ähnlich einer elektrischen Reihenschaltung [95]:

$$R_m = \sum_n R_m^{(n)} = \sum_n \frac{l_n}{\mu_n A_n}$$
(2.4)

Da die magnetische Permeablität des Spulenkerns deutlich größer als die der umgebenden Luft ist, treten bei einem magnetischen Kreis kaum Feldlinien aus dem Spulenkern aus, denn der magnetische Fluss folgt dem Weg des geringsten Widerstands.

Wird anstelle von Gleich- nun Wechselstrom verwendet, ändern sich Spannung U und Strom I mit der Frequenz  $\omega = 2\pi f$ :

$$U = U_0 e^{i\omega t} \quad \text{und} \quad I = I_0 e^{i(\omega t - \gamma)} \tag{2.5}$$

Dadurch wird ein (ebenfalls) zeitlich veränderliches Magnetfeld verursacht, das in der Spule eine Spannung induziert, die der angelegten Spannung entgegenwirkt. Diese Selbstinduktion stellt einen Wechselstromwiderstand dar und ist der Grund dafür, dass der Strom immer eine Phasenverschiebung  $\gamma$  gegenüber der angelegten Spannung aufweist. In so einem Fall ändern sich auch die magnetischen Größen periodisch:

$$\widetilde{H} = He^{i\omega t}$$
 und  $\widetilde{B} = Be^{i(\omega t - \delta)}$  und  $\widetilde{\mu} = \frac{B}{\widetilde{H}} = \mu e^{-i\delta}$  (2.6)

Bei zeitlich veränderlichen Magnetfeldern können im ferromagnetischen Spulenkern elektrische Wirbelströme entstehen. Diese induzieren ein Magnetfeld, das dem durch die Spule verursachten Magnetfeld entgegenwirkt und die Magnetisierung des Spulenkerns hemmt. Deshalb kann es eine Phasenverschiebung  $\delta$  zwischen Kraftflussdichte  $\tilde{B}$  und Feldstärke  $\tilde{H}$ geben. Diese ist der Grund dafür, dass die Permeabilität  $\tilde{\mu}$  bei Wechselfeldern kleiner als bei Gleichfeldern ist. Die Entstehung von Wirbelströmen ist frequenzabhängig und bei den im Rahmen dieser Arbeit eingesetzten Arbeitsfrequenzen vernachlässigbar.

### 2.3.2 Transformator

Transformatoren sind elementare Bauteile in der Elektrotechnik und ein gutes Beispiel für einen magnetischen Kreis. Im einfachsten Fall bestehen diese aus zwei Spulen auf einem ferromagnetischen Spulenkern, siehe Abbildung 2.11 (a). Wird eine Wechselspannung U<sub>1</sub> an die Primärspule angelegt, induziert diese im Spulenkern ein magnetisches Wechselfeld und dieses eine Induktionsspannung U<sub>2</sub> in der Sekundärspule. Das Verhältnis der Spannungen wird maßgeblich vom Verhältnis der Windungszahlen N<sub>1</sub> und N<sub>2</sub> bestimmt:

$$\frac{U_2}{U_1} = \frac{N_2}{N_1} \tag{2.7}$$

Es gibt magnetische Sonden, die nach dem Transformatorprinzip funktionieren. Bei diesen wird grundsätzlich ein Messeffekt im Sinne einer Sekundärspannung induziert. Man spricht daher auch von magnetinduktiven Sonden. Diese stellen i. d. R. keinen magnetischen Kreis dar, sondern ein magnetisches Joch. Sie werden erst durch einen ferromagnetischen Prüfling



Abb. 2.11 (a) Transformatoren bestehen aus zwei Spulen auf einem Kern, wobei das Verhältnis der Windungszahlen  $N_1$  und  $N_2$  das Verhältnis der Spannungen bestimmt. (b) Nach dem Transformator-Prinzip arbeitende Sonden stellen ein magnetisches Joch dar, das durch den Prüfling geschlossen wird. Ist dessen Permeabilität  $\mu$  bekannt, kann man solche Sonden zur Messung der Dicke d kalibrieren.

magnetisch geschlossen, siehe Abbildung 2.11 (b). Setzt man eine solche Sonde auf eine ferromagnetische Schicht auf, wird die Sekundärspannung auch von deren Materialdicke und magnetischer Permeabilität beeinflusst. Ist die Permeabilität bekannt (oder zumindest konstant), kann die magnetinduktive Sonde zur Bestimmung der Materialdicke kalibriert werden. Hierbei wirken sich Luftspalte an den Kontaktstellen von Joch und Prüfling stark auf den magnetischen Widerstand und die Homogenität der magnetischen Feldlinien aus. Ein ungleichmäßiges Aufsetzen oder Verkippen des Jochs sollte daher vermieden werden. Ebenso können Krümmung oder Rauheit der zu messenden Oberfläche sowie Schwankungen in der Permeabilität Ursache möglicher Messunsicherheiten sein. Darüber hinaus kann es zu Leistungsverlusten kommen, z. B. aufgrund magnetischer Streufelder und ohmscher sowie kapazitiver Verluste der Spulendrähte. Diese reduzieren die induzierte Sekundärspannung.

### 2.3.3 Besonderheiten der verwendeten Sensorik

Es kommen drei magnetische Sonden der Firma HELMUT FISCHER GMBH zum Einsatz. Bei der ENW3 handelt es sich um eine Gleichfeldsonde, die schematisch in Abbildung 2.12 (a) dargestellt ist. Sie besteht aus einem Permanentmagneten und einem Hall-Sensor. Letzterer nimmt Veränderungen der magnetischen Kraftflussdichte in Anwesenheit ferromagnetischer Materialien wahr. Üblicherweise verlaufen die Feldlinien eines Permanentmagneten auf halber Höhe parallel zu diesem, so dass eine konstante Hall-Spannung gemessen werden kann. Wird die Sonde auf ein ferromagnetisches Material aufgesetzt, kommt es zu einer Verzerrung der Feldlinien, die vom Hall-Sensor detektiert wird. Die Sonde wurde für Nickelschichten auf Leiterplatten entwickelt und kann auch zur Messung nicht-ferromagnetischer Schichten auf ferromagnetischem Grundwerkstoff verwendet werden.

Die EGABW1.3 ist eine Wechselfeldsonde, die nach dem Transformatorprinzip funktioniert (vgl. Kapitel 2.3.2). Sie besteht aus einem ferromagnetischen Spulenkern sowie einer Primärund einer Sekundärspule. Die Sonde wurde zur Bestimmung nicht-ferromagnetischer oder nicht-metallischer Schichten auf ferromagnetischen Substraten entwickelt. Ist die magneti-



Abb. 2.12 Schematische Skizze der drei magnetischen Sonden (a) ENW3, (b) EGABW1.3 und (c) EKB4-NI der Firma HELMUT FISCHER GMBH.

sche Permeabilität des Grundwerkstoffs konstant, hängt die Sekundärspannung maßgeblich vom Abstand von Oberfläche und Substrat ab (Abhebeeffekt). Da mit Blick auf Abbildung 2.12 (b) beide Spulen mittig übereinander angeordnet sind, handelt es sich um eine koaxiale Sonde. Die Hülle, die die zwei Spulen umschließt, dient einerseits der Abschirmung gegenüber elektromagnetischen Störfeldern. Gleichzeitig ist sie ein Teil des magnetischen Kreises. Deshalb weisen Sonden mit einem solchen Schalenkern im Vergleich mit ungeschirmten Sonden eine höhere magnetische Kraftflussdichte unterhalb des Spulenkerns auf.

Bei der Sonde EKB4-NI handelt es sich ebenfalls um eine transformatorische Wechselfeldsonde. Sie beinhaltet ein magnetisches Joch sowie eine Primär- und eine Sekundärspule. Sie wurde entwickelt, um die Dicke nicht-ferromagnetischer Schichten auf ferromagnetischem Grundwerkstoff zu messen. Da die Spulen räumlich getrennt sind, handelt es sich um eine koplanare Sonde. Diese Bauart reagiert üblicherweise nicht so empfindlich auf Oberflächenrauheit wie koaxiale Sonden. Abgesehen davon sind sich die EKB4-NI und EGABW1.3 sehr ähnlich. Die Arbeitsfrequenz beider Sonden beträgt 165 Hz, so dass Verluste aufgrund von Wirbelströmen in den LDS-Schichten vernachlässigbar sind.

Keine dieser Sonden wurde explizit für die Messung ferromagnetischer Schichten auf einem nicht-ferromagnetischen Substrat entwickelt. Daher wird deren Eignung im Rahmen dieser Arbeit untersucht, siehe Abschnitt 4.3. Es ist von grundlegendem Interesse, ob mit den drei unterschiedlichen Sondentypen ein Messeffekt nachgewiesen werden kann und ob dieser einen eindeutigen, funktionalen Zusammenhang mit der Dicke von LDS-Schichten aufweist.

# 2.4 Fotothermische Radiometrie

Neben den magnetischen können auch die thermischen Eigenschaften zur Charakterisierung von Werkstoffen verwendet werden. In diesem Zusammenhang hat sich die fotothermische Radiometrie mittels Infrarot-Sensoren etabliert [96]. Genau wie die magnetischen Sonden erlaubt auch diese ein zerstörungsfreies und darüber hinaus sogar berührungsloses Vorgehen. Auch fotothermische Sensorik muss anhand eines Referenzverfahrens oder -normals kalibriert werden und wird deshalb zu den indirekten Messverfahren gezählt. Gegenstand dieses Kapitels sind die zum besseren Verständnis der Sensorik notwendigen Grundlagen.

## 2.4.1 Variantenvielfalt und Stand der Technik

Hierbei wird zwischen der passiven und der aktiven Thermografie unterschieden [97–101]. Bei der passiven Thermografie bedarf es keiner Erwärmnung des Prüflings. Diese nutzt ohnehin vorhandene Ab- oder Eigenwärme und findet z. B. Verwendung bei der Qualitätskontrolle in der verarbeitenden Industrie [102, 103]. Bei der aktiven Thermografie wird das betrachtete Objekte angeregt, so dass ein zusätzlicher Wärmestrom die an die Umgebung angepasste Temperatur überlagert. Hierdurch ist sie weniger anfällig für Umwelteinflüsse als passive Thermografie und bietet im Gegensatz zu dieser auch die Möglichkeit, Laufzeitinformationen des Wärmetransports aufzuzeichnen. Diese Phaseninformationen werden kaum von äußeren Einflüssen, wie z. B. ungleichmäßiger Anregung, beeinträchtigt. Des Weiteren birgt aktive Thermografie großes Potenzial zur Automatisierung, wodurch die Gefahr von Bedienfehlern verringert werden kann. Da sie sich zudem zur Multi-Signal-Auswertung und damit zur gleichzeitigen Bewertung mehrerer Kenngrößen eignet, handelt es sich um ein vielfältiges und mächtiges Verfahren. Dem gegenüber stehen die im Vergleich zu z. B. Wirbelstromsensorik hohen Kosten, die für einen Thermografie-Aufbau mit Wärmebildkamera anfallen. Jedoch ist nicht jede Anwendung auf flächige Infrarot-Sensoren angewiesen; vielfach können auch günstigere fotothermische Einpunktsensoren zum Einsatz kommen. Innerhalb der aktiven Thermografie unterscheidet man zwischen Impuls-, Flying-Spot- und Lock-in-Thermografie. Darüber hinaus findet man weitere Sonderformen, wie z. B. Step-Heating-, Induktions- und Vibro-Thermografie. Letztere unterscheiden sich hauptsächlich in der Art der Anregung und sonst kaum von den drei zuvor genannten Varianten.

Impuls-Thermografie basiert auf der kurzzeitigen Erwärmung eines Objekts, häufig durch Bestrahlung mit Blitzlampen [104–106]. Mit Infrarot-Detektoren wird der zeitliche Verlauf der Oberflächentemperatur nach Abschalten der Anregung aufgezeichnet. Die während des Abkühlvorgangs sichtbaren Temperaturvariationen lassen v. a. qualitative Schlüsse zu, z. B. über Stellen mit variierenden Materialeigenschaften oder Defekten. Seit einigen Jahren wird die Impuls-Thermografie auch quantitativ genutzt, z. B. mittels Fourier-Transformation der Abkühlkurve [107–109]. Man spricht i. d. F. von phasensensitiver Impuls-Thermografie. Die Step-Heating-Thermografie verwendet indes die Informationen, die ein Objekt während der Aufwärmphase preisgibt. Mitunter findet man diese daher auch unter den Schlagworten *long step thermography* und *time-resolved infrared radiometry* [110, 111].

Bei der Flying-Spot-Thermografie erfolgt auch eine kurze Erwärmung der Objektoberfläche, aber nicht mithilfe einer gepulsten, sondern einer örtlich veränderlichen Anregung. Dies kann z. B. ein geführter Dauerstrichlaser sein, der mit verkippbaren Spiegeln über die Probe gelenkt wird. Das thermische Antwortverhalten der angeregten Fläche wird koaxial mithilfe eines Infrarot-Sensors erfasst. Diese Variante der fotothermischen Radiometrie eignet sich u. a. zur Charakterisierung klaffender Risse oder oberflächennaher Defekte, weil diese den Wärmefluss signifikant beeinflussen [112–116]. Das Scannen der angeregten Fläche kann sowohl durch Translation des Prüflings als auch der Anregungsquelle geschehen.

Die Lock-in-Thermografie verwendet vielfach eine sinusförmig amplituden-modulierte Anregungsquelle, die im Prüfling einen Wärmefluss derselben Frequenz erzeugt [117–119]. Selbst wenn die periodische Temperaturänderung an der Oberfläche nur wenige Zehntel Grad Celsius beträgt, ist das SNR typischerweise höher als bei anderen Thermografie-Arten. Ein Grund dafür ist, dass lediglich Signale mit ganzzahligen Anteilen der Modulationsfrequenz berücksichtigt werden. Dies setzt voraus, dass Anregung und Detektion synchronisiert sind und sich das thermische Wellenfeld im stationären Zustand befindet. Dann erlaubt die Lockin-Technik die Berechnung von Amplituden- und Phaseninformation. Erstere ist äquivalent zur Leistung der emittierten infraroten Strahlung; letztere repräsentiert die Laufzeit des Wärmetransports und wird näher in Abschnitt 2.4.3 erläutert. Lock-in-Thermografie ist üblicherweise zeit- und kostenintensiver als die anderen Varianten.

Seitens des Versuchsaufbaus kann zwischen Thermografie in Reflexion oder Transmission unterschieden werden, wobei dies material- und anwendungsspezifisch ist. Viele Fragestellungen lassen nur einen Aufbau zu. Wenn die Temperatur eines zu prüfenden Objekts höher als die Umgebungstemperatur ist, kommt außerdem die Anregung mit kalten Anregungsquellen in Frage. Auf die Ausbreitung von thermischen Wellen hat dies keinen Einfluss, wichtig ist nur die Temperaturdifferenz [102]. Außer den oben genannten Varianten der Thermografie sind in speziellen Anwendungsfällen auch Kombinationen dieser sinnvoll [120].

# 2.4.2 Optisch angeregte Lock-in-Thermografie

Das Prinzip der Lock-in-Thermografie funktioniert mit zahlreichen Anregungsquellen, wie z. B. Ultraschall, Induktion, Widerstandsheizung oder erzwungener Konvektion [121]. Die Wahl der Energiequelle hängt von vielen Faktoren und maßgeblich von der Geometrie, dem Werkstoff und der zu prüfenden Charakteristik ab. Weit verbreitet ist die optische Anregung mithilfe von Halogenlampen oder Lasern. Sie ist berührungslos, schnell, vielseitig und relativ einfach zu industrialisieren. Die Oberfläche eines Prüflings erwärmt sich dabei durch Absorption elektromagnetischer Strahlung im zumeist sichtbaren oder infraroten Spektralbereich. Die LDS-beschichteten Zylinderlaufflächen erlauben nur einseitigen Zugang, bestehen aus einem opaken Material und weisen einen vergleichsweise niedrigen Absorptionskoeffizienten auf. Daher wurde im Rahmen dieser Arbeit optisch angeregte Lock-in-Thermografie (OLT) mittels Laseranregung im Nah-Infrarot (NIR) verwendet. Dieser Abschnitt geht näher auf das Messprinzip und den verwendeten Versuchsaufbau (siehe Abbildung 2.13) ein.



Abb. 2.13 (a) Foto und (b) schematische Skizze des Versuchsaufbaus zur Erprobung von OLT als Verfahren zur Bestimmung der Materialdicke von LDS-Schichten.

Als Anregungsquelle diente ein Diodenlaser, der kohärente Strahlung mit einer Wellenlänge von 938 nm und einer maximalen Leistung von 250 W emittiert. Diese wurde mit einem Lichtwellenleiter und einem dichroitischen Spiegel auf die Probe gelenkt. Der Ausgang der optischen Faser wurde auf die Oberfläche der Prüflinge abgebildet, so dass die angeregte Fläche annähernd kreisförmig war. Als Infrarot-Kamera diente eine FLIR X6580sC, für die drei Objektivlinsen (25 mm f/2.0, 50 mm f/2.0 und 150 mm f/3.0) sowie zwei Zwischenringe (12 mm und 18 mm) zur Verfügung standen. Laser wie auch Kamera wurden in die Software DISPLAYIMG VI eingebunden und über einen Signalgenerator der Firma EDEVIS GMBH synchronisiert, wobei die Wärmebildkamera taktgebend für die Synchronisation war. Die Verwendung eines dichroitischen Spiegels erlaubte die koaxiale Anordnung von Anregungsquelle und Infrarot-Detektor (vgl. Abbildung 2.13). Kameras vom Typ FLIR X6580sC sind für Wellenlängen zwischen 3,4  $\mu$ m und 5  $\mu$ m empfindlich, für die der dichroitische Spiegel weitestgehend transparent war.

Während der Versuche wurde die Kamera auf  $320 \text{ px} \times 256 \text{ px}$  konfiguriert. Dies entspricht nur einem Viertel der maximal möglichen Sensorfläche, erlaubte aber eine Bildwiederholrate von bis zu 600 Hz und Lock-in-Frequenzen von bis zu 150 Hz. Als Belichtungszeit wurden 1,5 ms pro Einzelbild ausgewählt, da dies die bei dieser Bildwiederholrate maximal mögliche Integrationszeit darstellt. Im Rahmen der Parameterstudien in Abschnitt 4.4 kamen Lockin-Frequenzen zwischen 5 Hz und 150 Hz (nur ganzzahlige Teiler der Bildwiederholrate) zum Einsatz. Darüber hinaus wurden die Prüflinge leicht verkippt in das Setup eingebaut, um zu verhindern, dass reflektierte Laserstrahlung wieder in den Laser zurückfällt.



Abb. 2.14 (a) Amplituden- und (b) Phasenbild einer LDS-Schicht mit feingedrehter Oberfläche. Es gibt Merkmale im Phasenbild, die mit keiner Anzeige im Amplitudenbild korrelieren (roter Kreis), sowie Merkmale, die mit beiden Mechanismen erkennbar sind (grüner Kreis). Die physikalischen Grundlagen hierzu sind Gegenstand von Abschnitt 2.4.3.

In Abbildung 2.14 sind anhand einer LDS-Zylinderlauffläche mit feingedrehter Oberfläche zwei bildgebende Mechanismen der OLT dargestellt, das Amplituden- und das Phasenbild. Die physikalischen Grundlagen hierzu finden sich in Abschnitt 2.4.3 wieder. Die optisch angeregte Fläche hebt sich in beiden Fällen kreisförmig ab und misst etwa 10 mm im Durchmesser. Bei einer rein qualitativen Betrachtung der Bilder fällt auf, dass das Amplitudenbild auch die Topografie abbildet. Die vertikal verlaufenden Streifen im Amplitudenbild werden durch die feingedrehte Oberfläche hervorgerufen und sind im Phasenbild nicht zu erkennen.

Hellere Bereiche korrespondieren im Amplitudenbild mit einer höheren Temperatur und im Phasenbild mit einem höheren Phasenwinkel. Dass der Phasenwinkel lokal schwankt, kann ein Indiz für variierende Temperaturleitfähigkeit sein. Da sich der Grauwert solcher Stellen mit der Modulationsfrequenz ändert, werden diese vermutlich durch Hohlräume und/oder Variationen in der chemischen Zusammensetzung verursacht. Beides sind Phänomene, die mit Blick auf Abbildung 1.1 (c) für thermisch gespritzte Beschichtungen nicht unüblich sind. Grundsätzlich können solche Beobachtungen auch durch Oberflächenrauheit erklärbar sein, insbesondere da Amplituden- und Phasenbild vereinzelt an denselben Stellen helle Flecken aufweisen. Darüber hinaus gibt es aber auch Merkmale im Amplitudenbild, an deren Stelle das Phasenbild keine aufweist. Dies gilt umgekehrt genauso, wie z. B. bei dem dunklen Bereich im Phasenbild unten rechts, der mit keiner Anzeige im Amplitudenbild korreliert. Der dunkle Ring, der den optisch angeregten Bereich in Abbildung 2.14 (b) umschließt, ist auf laterale Wärmeflüsse zurückzuführen. Noch weiter außen dominiert zufälliges Rauschen das Phasenbild und auch im Amplitudenbild ist keinerlei Bildinformation mehr vorhanden.

## 2.4.3 Physik der thermischen Wellen

OLT beruht auf Ausbreitung, Reflexion und Interferenz thermischer Wellen [27, 122–125]. Dabei verhält sich der Wärmetransport in homogenen, isotropen Medien näherungsweise gemäß der eindimensionalen Fourierschen Wärmeleitungsgleichung:

$$\frac{\partial T\left(z,t\right)}{\partial t} - \alpha \frac{\partial^2 T\left(z,t\right)}{\partial z^2} = g\left(z,t\right), \text{ wobei } \alpha = \frac{\lambda}{\rho C}$$
(2.8)

Dementsprechend wird das zeitliche Verhalten von Temperaturfeldern maßgeblich durch die thermische Diffusivität (auch Temperaturleitfähigkeit)  $\alpha$  bestimmt. Diese setzt sich aus Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$ , Dichte  $\rho$  und spezifischer Wärmekapazität C zusammen. Bei der OLT wird die Temperatur an der Oberfläche einer Probe (z = 0) sinusförmig mit der Frequenz  $\omega = 2\pi f$  moduliert. Aufgrund des Temperaturgradienten entsteht im Material ein Wärmestrom  $\dot{Q} = \dot{Q}_0 e^{i\omega t}$  mit derselben Frequenz [125–127]. Die Wärmeleitungsgleichung (siehe Gleichung 2.8) kann mit einem Exponentialansatz gelöst werden [128]:

$$T(z,t) = T_0 e^{-\frac{z}{\nu}} e^{i\left(\omega t - \frac{z}{\nu}\right)}, \text{ wobei } \nu = \sqrt{\frac{2\alpha}{\omega}}$$
(2.9)

$$= \frac{\dot{Q}_0}{\epsilon\sqrt{\omega}} e^{-\frac{z}{\nu}} e^{i\left(\omega t - \frac{z}{\nu} - \frac{\pi}{4}\right)}, \text{ wobei } \epsilon = \sqrt{\lambda\rho C}$$
(2.10)

Thermische Wellen breiten sich folglich stark gedämpft und phasenverschoben in Materie aus. Hierbei wird die Tiefe, bei der ihre Amplitude auf  $e^{-1}$  der ursprünglichen Intensität  $T_0$ abgeklungen ist, als thermische Eindringtiefe  $\nu$  bezeichnet. Je niedriger die Modulationsfrequenz, desto höher die Eindringtiefe thermischer Wellen in Materie [122]. Daher können bei OLT allein durch Variation der Frequenz Informationen aus verschiedenen Tiefen gewonnen werden, wobei Phaseninformationen grundsätzlich aus einer bis zu doppelt so großen Tiefe wie Amplitudeninformationen stammen können [27]. Dies hat bei der Charakterisierung von Beschichtungen u. a. den Vorteil, dass die thermische Eindringtiefe so gewählt werden kann, dass das Substrat noch keine signifikante Temperaturänderung erfährt. An der Oberfläche



Abb. 2.15 (a) In einer Schicht der Dicke d kann es zu Reflexion und Interferenz von thermischen Wellen kommen. Wärmeleitfähigkeiten werden mit  $\lambda$ , Dichten mit  $\rho$ , spezifische Wärmekapazitäten mit C und Reflexionskoeffizienten mit  $R_{ij}$  bezeichnet. (b) Plot von Gleichung 2.11 für mehrere  $R_{23}$ .

(z = 0) kommt es zu einer initialen Phasenverschiebung von  $-\pi/4$  zwischen der Temperatur und dem modulierten Wärmestrom, siehe Gleichung 2.10.

Kommt es zur Reflexion von thermischen Wellen an einer Grenzfläche, müssen außerdem Interferenzeffekte berücksichtigt werden. Ein Modell, das dieses Verhalten veranschaulichen soll, ist in Abbildung 2.15 (a) dargestellt. Oberhalb der Schicht befindet sich Luft und die Grenzfläche zwischen Luft und Schicht wird als Oberfläche bezeichnet. Hier haben die thermischen Wellen ihren Ursprung, weil die Infrarotemission von Luft vernachlässigbar klein ist. Von dort breiten diese sich senkrecht zur Oberfläche und gemäß des Lambert-Beer-Gesetzes in der Schicht aus. Unterhalb der Schicht befindet sich ein Substrat, dessen Dicke viel größer als die thermische Eindringtiefe anzunehmen ist. Ein Ansatz zur Beschreibung eines solchen Modells wurde in Referenz [129] entwickelt. Da fotothermische Sensorik nur die Temperaturen an der Oberfläche einer Schicht erfasst, reicht es bei der Infrarot-Thermografie aus, die Terme bei z = 0 zu betrachten. Mehrfachreflexionen werden ebenfalls vernachlässigt, da i. d. F. ausschließlich thermische Eindringtiefen berücksichtigt werden, die einer ein- bis dreifachen Schichtlicke entsprechen. Dadurch vereinfacht sich die Phasenbeziehung zwischen der Oberflächentemperatur und dem modulierten Wärmestrom zu:

$$\varphi = \tan^{-1} \left\{ \frac{-2 R_{23} e^{-\eta} \sin(\eta)}{1 - (R_{23} e^{-\eta})^2} \right\} - \frac{\pi}{4}, \text{ wobei } \eta = 2 \frac{d}{\nu} = 2 d \sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}}$$
(2.11)

In diesem Kontext wird der Reflexionskoeffizient an der Grenzfläche zwischen Schicht und Substrat mit  $R_{23}$  und der Quotient aus Schichtdicke d und thermischer Eindringtiefe  $\nu$ als thermische Dicke bezeichnet. Die Phasenverschiebung  $\varphi$  repräsentiert die Laufzeit der thermischen Wellen und ist daher ein Maß für die mittlere Entfernung von der Oberfläche zur Grenzfläche (und zurück). Dementsprechend erzeugen unterschiedlich dicke Schichten verschiedene Phasenwinkel. Sofern sich die Diffusivität  $\alpha$  und der Reflexionskoeffizient R<sub>23</sub> nicht ändern, kann der Zusammenhang in Gleichung 2.11 abschnittsweise als Kalibrierkurve zur Schichtdickenbestimmung dienen. Dieses Phasenverhalten von thermischen Wellen ist in Abbildung 2.15 (b) für mehrere Reflexionskoeffizienten skizziert. Die Temperaturleitfähigkeit von LDS-beschichteten Zylinderlaufflächen liegt bei etwa  $\alpha = 0,1 \text{ cm}^2/\text{s}$ . Da das Substrat eine Aluminiumlegierung mit höherer Diffusivität ist, kann man an der Grenzfläche einen negativen Reflexionskoeffizienten erwarten. Die Differenz zweier Phasenwinkel bezeichnet man dabei als Phasenkontrast. Rufen zwei unterschiedlich dicke Beschichtungen bekannter Dicke einen Phasenkontrast hervor, kann dieser zur Bewertung des Dynamikumfangs und zur Optimierung der experimentellen Parameter genutzt werden.

## 2.5 Grundlagen der Messsystemanalyse

Die Terminologie und Richtlinien zur Messsystemanalyse (MSA) werden umfassend in den Referenzen [130–136] und daher im Rahmen dieser Arbeit nur kurz behandelt. Messungen werden nicht nur in Forschung und Vorausentwicklung durchgeführt, sondern dienen auch zur Optimierung von Produktionsprozessen. Dabei wird die Güte des Resultats maßgeblich von der Güte der Messwerte beeinflusst. Das Ziel einer Messung ist es, den Wert eines Merkmals zu bestimmen, z. B. einer Länge. Der wahre Wert des Merkmals kann jedoch nie mit Sicherheit beziffert werden. Eine MSA wird durchgeführt, um die zu erwartende Messunsicherheit angeben zu können. Dazu wird ein Merkmal wiederholt gemessen, wobei u. a. zwischen Genauigkeit und Präzision unterschieden wird, siehe Abbildung 2.16. Obwohl der wahre Wert eines Merkmals unbekannt ist und bleibt, soll ein Messwert diesem so nahe wie möglich kommen. Daher bezieht man sich häufig auf einen sog. Referenzwert. Dieser stellt einen definierten und akzeptierten Ersatz für den wahren Wert dar und ist auf ein Normal rückführbar. Ein Normal wiederum ermöglicht die Vergleichbarkeit verschiedener Messungen desselben Merkmals, z. B. im Hinblick auf Längenmessungen das Urmeter. Ein Normal ist auf nationale oder internationale Standards zurückzuführen und repräsentiert eine physikalischen Einheit mit der nach dem aktuellen Stand der Technik minimal möglichen Messunsicherheit.

Mit Blick auf Abbildung 2.16 ist Genauigkeit ein Maß dafür, wie nah die Messwerte dem Referenzwert kommen. Deren Differenz wird auch als Bias bezeichnet. Die Veränderung des Bias über den gesamten Einsatzbereich des Messsystems wird Linearität und die zeitliche Drift Stabilität genannt. Dagegen ist Präzision ein Maß dafür, wie stark die Messwerte um ihren Mittelwert streuen, ohne die Richtigkeit des Mittelwerts in Frage zu stellen. In diesem Kontext wird die Präzision, die mit einem Messverfahren, einem Benutzer, unter identischen Versuchsbedingungen und innerhalb kurzer Zeit erreicht werden kann, als Wiederholbarkeit (auch Wiederholpräzision) bezeichnet. Diese stellt also ein Mindestmaß an zu erwartender Streuung der Messwerte dar. Deren Veränderung über den gesamten Einsatzbereich des Messsystems nennt man Uniformität und ihre zeitliche Drift Konsistenz. Dagegen versteht man unter der Reproduzierbarkeit (auch Vergleichspräzision) die Streuung, die von mehreren Benutzern an verschiedenen Tagen oder mit unterschiedlichen Messsystemen desselben Typs erreicht wird. Diese ist größer als die Streuung aufgrund von Wiederholpräzision.



Abb. 2.16 Bei einer MSA werden Mittelwert und Streuung mehrerer Wiederholmessungen bestimmt. Bei deren Auswertung wird zwischen Genauigkeit (Entfernung zwischen Mess- und Referenzwert) und Präzision (Streuung der Messwerte um ihren Mittelwert) unterschieden.

Die sog. MSA nach Verfahren 1 (häufig auch Methode 1 oder type-1 study) ist eine bei der Prozessfähigkeitsuntersuchung gängige Möglichkeit, die Genauigkeit und Wiederholbarkeit eines Prüfprozesses zu beziffern [135, 136]. Dabei werden mehrere Wiederholmessungen eines Normals mit bekanntem Merkmalswert aufgezeichnet, ohne dass der Benutzer störend in den Messprozess eingreift. Deren Mittelwert und Standardabweichung können zur Bewertung der Wiederholpräzision herangezogen werden, wenn das Messsystem stabil und konsistent ist [132]. Diese ermöglichen die Berechnung der Prozessfähigkeitsindizes  $C_g$  und  $C_{gk}$  bei bekannter Merkmalstoleranz. Bei der LDS-Schichtdicke handelt es sich um ein einseitig begrenztes Merkmal, da nur eine Mindestschichtdicke funktionsrelevant ist. In so einem Fall ist die Annahme einer technisch möglichen zweiten Grenze gängige Praxis. Diese ist mitunter Ansichtssache des Benutzers und schwächt daher die Aussagekraft einer MSA. Zudem ist eine klassische MSA nach Verfahren 1 bei der Bestimmung der LDS-Schichtdicke nicht durchführbar, weil ein rückführbares Normal zur Angabe des  $C_{gk}$  fehlt. Stattdessen wird mit Referenzproben gearbeitet, deren Merkmalswert mit der CT festgelegt wird. Aus diesen Gründen werden die unterschiedlichen Messverfahren sowie ggf. die unterschiedlichen Parametrierungen desselben Messverfahrens im Rahmen dieser Arbeit ausschließlich auf Basis der Standardabweichungen verglichen. Wenn wie bei einer MSA nach Verfahren 1 der Benutzereinfluss vernachlässigbar ist, resultierten diese aus zufälligem Messrauschen und sind daher umgekehrt proportional zum SNR [137].

Die sog. MSA nach Verfahren 2 (auch Methode 2 oder *type-2 study*) ist ein ebenso etabliertes Vorgehen zur Bestimmung von Wiederhol- und Reproduzierbarkeit. Eine Herangehensweise hierzu ist die Zerlegung der auftretenden Streuung in mehrere Varianzkomponenten gemäß Varianzanalyse (*analysis of variances*, ANOVA). Eine Bewertung der Vergleichspräzision ist dabei nur möglich, wenn alle Proben von allen Benutzern an unterschiedlichen Tagen gleich oft gemessen werden. Die ANOVA setzt voraus, dass sich die Varianz des Messsystems,  $\sigma_{gauge}^2$ , aus mehreren, voneinander unabhängigen Varianzkomponenten zusammensetzt:

$$\sigma_{gauge}^2 = \sigma_o^2 + \sigma_{po}^2 + \sigma_e^2 = \sigma_{Reproduzierbarkeit}^2 + \sigma_{Wiederholbarkeit}^2$$
(2.12)

In diesem Zusammenhang werden Varianzkomponenten mit  $\sigma^2$  und Standardabweichungen mit  $\sigma$  bezeichnet. Diese können vom Benutzer (*operator*,  $\sigma_o^2$ ), aber auch von der Interaktion

zwischen dem Benutzer und den Prüflingen (*parts and operator*,  $\sigma_{po}^2$ ) hervorgerufen werden. Die Summe der zwei Varianzkomponenten ist ein Maß für die Reproduzierbarkeit. Darüber hinaus trägt eine zufällige Messabweichung (*error*,  $\sigma_e^2$ ) zur Streuung bei; diese ist ein Maß für die Wiederholbarkeit. Die Quadratsumme der Standardabweichungen aus Wiederhol- und Vergleichspräzision ist eine Abschätzung aller Messabweichungen, die durch den Benutzer und das Messverfahren verursacht werden können. Außerdem können weitere systematische Messabweichungen auftreten, z. B. aufgrund einer ungenauen Kalibrierung. Diese sind einer ANOVA nicht zugänglich und tragen daher auch nicht zu  $\sigma_{gauge}^2$  bei. Sie können z. B. durch einen Abgleich mit vergleichbaren Referenzverfahren abgeschätzt werden. In den folgenden Kapiteln wird nicht die Varianz sondern die Standardabweichung betrachtet, weil diese die Breite einer Normalverteilung (vgl. Abbildung 2.17) beschreibt. Unter der Prämisse, dass ein Messwert eine Normalverteilung um den realen Merkmalswert beschreibt, erlaubt die Standardabweichung die Berücksichtigung von Konfidenzintervallen. So beinhaltet das ± 1 σ-Intervall 68,27 %, das ± 2 σ-Intervall 95,45 % und das ± 3 σ-Intervall 99,73 % aller Messwerte. Dabei hat sich das ± 3 σ-Intervall zur Beschreibung einer Messunsicherheit bewährt.



Abb. 2.17 Normalverteilung um einen beliebigen Erwartungswert, von der mehrere Abschnitte mithilfe von ganzzahligen Vielfachen der Standardabweichung  $\sigma$  gekennzeichnet sind. Im  $\pm 1 \sigma$ -Intervall sind 68,27 %, im  $\pm 2 \sigma$ -Intervall 95,45 % und im  $\pm 3 \sigma$ -Intervall 99,73 % aller Messwerte enthalten.

Wird die Spannweite betrachteter Merkmalswerte in Relation zur Gesamtstreuung des Messsystems gesetzt, erlaubt dies die quantitative Bewertung der Messgerätefähigkeit [137]. Denn der Quotient aus Dynamikumfang und  $\sigma_{gauge}$  ist ein Maß für das CNR. Es erlaubt den Vergleich verschiedener Messverfahren sowie unterschiedlicher Parametrierungen desselben Messverfahrens. Im Sinne des CNR ist bei der Messung verschiedener Merkmalswerte nicht nur ein ausreichender Dynamikumfang nötig, die Messung muss auch mit einer geringen Messunsicherheit aufgrund von Wiederhol- und Vergleichspräzision möglich sein.

# 3 Charakterisierung von Hohlräumen

# 3.1 Kapitelspezifische Grundlagen

# 3.1.1 Bildverarbeitung von CT-Daten

Häufig erscheinen Grenzflächen zwischen mehreren Materialien in CT-Daten nicht so detailund kontrastreich wie z. B. in den Aufnahmen eines Auflichtmikroskops (vgl. Abbildung 2.1). Um diese bestimmen und einen Volumendatensatz quantitativ auswerten zu können, ist Bildverarbeitung notwendig. Dazu gehören u. a. Vorverarbeitung, Segmentierung, Merkmalsextraktion und Klassifizierung, siehe Abbildung 3.1. Die Bildverarbeitung dreidimensionaler Datensätze unterscheidet sich dabei kaum von der Auswertung zweidimensionaler Bilddaten. Eine ausführliche Übersicht hierüber bieten z. B. die Referenzen [138–143]. Im Folgenden wird kurz auf die für CT-Daten relevanten Schritte eingegangen.



**Abb. 3.1** Bilddatenverarbeitung kann in Vorverarbeitung, Segmentierung, Merkmalsextraktion und Klassifizierung unterteilt werden und unterscheidet sich dabei kaum zwischen dreidimensionalen und zweidimensionalen Bilddaten; nach [142].

Häufig stellt die Segmentierung den herausforderndsten Schritt entlang der Prozesskette dar, der für die Qualität der Bildverarbeitung von entscheidender Bedeutung ist [144]. Ihr Ziel ist es, einzelne Voxel zusammenhängenden Regionen zuzuordnen, d. h. die Bildinformationen in Segmente zu unterteilen. Eine einfache Form der Segmentierung ist die Binarisierung. Deren Resultat sind Binärdaten, in denen als Material identifizierte Voxel Einsen und alle anderen Voxel Nullen enthalten [145]. Dazu sind mehrere Herangehensweisen denkbar, die in Abschnitt 3.1.3 vorgestellt werden. An die Binarisierung können sich weitere Schritte zur Identifikation und Kennzeichnung (labeling) individueller Objekte anschließen. Ein Beispiel hierfür ist Connected-Component-Labeling (CCL), bei dem zusammenhängende Bereiche segmentierter Voxel erkannt werden [146, 147]. Anschließend können Charakteristika aus den CT-Daten abgeleitet werden, wie z. B. im Hinblick auf Hohlräume (vgl. Abschnitt 3.2.2). Die Segmentierung hängt dabei maßgeblich von der Qualität der vorliegenden Daten ab, wobei die Art der Segmentierung u. U. auch darüber entscheidet, wie Qualität definiert ist. Manche Segmentierungsverfahren sind fehleranfällig bei vorhandenem Bildrauschen, andere dagegen empfindlich auf lokale Grauwertschwankungen. Daher ist die Vorverarbeitung ein wichtiger Bestandteil der Bildverarbeitung, der häufig parallel zur Segmentierung entwickelt wird. Einige Techniken zur Verbesserung von CT-Daten werden in Abschnitt 3.1.2 vorgestellt.

### 3.1.2 Vorverarbeitung

Ziel der Bilddatenoptimierung ist es, gewisse Charakteristika ergebnisorientiert zu unterstreichen [144]. Dies kann u. a. dazu dienen, eine automatische Auswertung von Merkmalen zu ermöglichen, für die in den Rohdaten zwar das menschliche, nicht aber das maschinelle Sehen sensibel ist. Die Vorverarbeitung kann sowohl im Orts- als auch im Ortsfrequenzraum geschehen. Dabei nimmt man im Ortsraum direkt Einfluss auf die Farbwerte der Bilddaten, wohingegen Manipulationen im Frequenzraum erst mittels Fourier-Transformation möglich werden (vgl. Abschnitt 2.2.3). In jedem Fall wirkt die Bildverbesserung wie ein Operator T, der die Rohdaten f(x,y,z) in einen gefilterten Datensatz g(x,y,z) transformiert:

$$g(x, y, z) = T[f(x, y, z)]$$

$$(3.1)$$

Dies können lokale Punktoperatoren, regionale Maskierungen oder globale Filter sein [144]. Allerdings existiert keine allgemeine Theorie zur Bilddatenoptimierung, wodurch ein standardisiertes Vorgehen erschwert wird. Einige Beispiele für grundlegende Transformationen im Ortsraum sind in Abbildung 3.2 dargestellt.



Abb. 3.2 Einige Beispiele für elementare Transformationen von Grauwerten im Ortsraum; nach [144].

Die Häufigkeitsverteilung der Farbwerte in Bilddaten wird auch als Histogramm bezeichnet. Da die (berechneten) lokalen Schwächungskoeffizienten in CT-Daten üblicherweise mithilfe von Grauwerten visualisiert werden, spricht man i. d. F. von einem Grauwerthistogramm (vgl. Abbildung 2.7). Hierbei wird ein niedriger Grauwert mit einer dunklen Farbe und einem geringen Schwächungskoeffizienten (und umgekehrt) assoziiert. Das Grauwerthistogramm eignet sich als Ausgangspunkt für eine globale Optimierung der Bilddaten im Ortsraum und ermöglicht z. B. eine Aussage über die Ausleuchtung des verwendeten Detektors. Je weiter die Grauwerte zweier Materialien im Histogramm eines CT-Datensatzes voneinander entfernt sind, desto größer ist ihr Kontrast (vgl. Abschnitt 2.2.3). Bilddaten, die den gesamten zur Verfügung stehenden Farbraum ausnutzen, weisen den größtmöglichen Dynamikumfang und Kontrast auf [144]. Bei der Durchführung einer CT hat es sich als vorteilhaft herausgestellt, die experimentellen Parameter nicht nur nach einem möglichst großen Kontrast einzustellen. Außerdem sollten Form und Verteilung der Grauwertmaxima im Histogramm berücksichtigt werden, z. B. über die Halbwertsbreite. Unter der Annahme, dass diese v. a. durch Artefakte, wie z. B. Bildrauschen, beeinflusst wird, ist der Quotient aus Abstand und Halbwertsbreite der Maxima ein Maß für das CNR.

Die bisher erläuterten Mechanismen ermöglichen Manipulationen zur Kontrasterhöhung oder -reduktion. Weitere Optimierungsmaßnahmen im Ortsraum sind Glättungsfilter, die sich zur Verringerung oder Beseitigung von kleinen Details oder Rauschen eignen. Diese können einerseits durch lineare Filterfunktionen realisiert werden, z. B. durch Mittelwertbildung benachbarter Voxelinformationen. Andererseits kann dies auch durch nicht-lineare Filter geschehen, z. B. einen Medianfilter, der den Grauwert eines Voxels mit dem Median seiner Umgebung substituiert. Häufig führen letztere zu einer guten Beseitigung von Bildrauschen, ohne die Ränder realer Bildinformationen zu verwischen wie ein Mittelwertfilter. Allerdings können Details nicht nur durch integrierende Filter beseitigt, sondern durch differenzierende Filter auch verstärkt werden [144]. Diese reagieren sensibel auf lokale Grauwertänderungen und können z. B. zur Kantenfindung oder -verstärkung benutzt werden. Man verwendet hierzu typischerweise einen Gradienten- oder Laplace-Operator.

Fragestellungen zur Bilddatenoptimierung erfordern häufig den Einsatz mehr als nur eines Filters. Die bisher genannten Funktionen können auch kombiniert werden, um gemeinsame Vorteile zu verstärken oder nachteilige Effekte einzelner Operatoren auszugleichen. Darüber hinaus kann Signalverarbeitung und damit Bilddatenoptimierung auch im Frequenzraum passieren; die aus einer Fourier-Transformation resultierenden Ortsfrequenzen können mit einer Änderungsrate lokaler Bildinformationen assoziiert werden. Der Gleichanteil entspricht dabei dem mittleren Grauwert der transformierten Bilddaten und niedrige Bildfrequenzen repräsentieren großflächige Grauwertänderungen, wie sie z. B. von tomografierten Objekten verursacht werden können. Hohe Bildfrequenzen stehen dagegen für abrupte, wiederkehrende Grauwertänderungen. Letztere können z. B. durch Bildrauschen verursacht und mit einem Tiefpass gefiltert werden, der die betreffenden Frequenzen abschwächt oder löscht.

### 3.1.3 Segmentierung

Nach der Vorverarbeitung kann eine Segmentierung der Bilddaten erfolgen. Dabei stellt die voxel- oder grauwertbasierte Binarisierung eine etablierte Herangehensweise dar, bei der für jedes Voxel entschieden wird, ob dessen Grauwert über oder unter einem Schwellenwert liegt. Dieser wiederum kann auf globaler oder lokaler Datenbasis festgelegt werden. Zieht man bei der Segmentierung von CT-Daten Informationen des gesamten Bildstapels heran, spricht man von einer globalen Schwellenwertfindung. Dagegen handelt es sich um eine lokale Binarisierung, wenn nur ein Teil der Bilddaten ausgewertet wird, z. B. ein Schnittbild. Der größte Vorteil einer globalen Segmentierung ist dessen typischerweise einfache und schnelle Umsetzbarkeit. Allerdings kann ein globaler Schwellenwert insbesondere in CT-Daten zu einer fehlerhaften Segmentierung führen, da die Grauwerte der zu segmentierenden Materialien häufig lokal schwanken. Ein Grund hierfür sind die in Abschnitt 2.2.4 erläuterten Abbildungsartefakte; Strahlaufhärtung und Streustrahlung führen z. B. zur Verbreiterung oder Verzerrung der Maxima im Grauwerthistogramm und wirken sich auf ein globales, grauwertbasiertes Schwellenwertverfahren daher nachteilig aus.

Dies gilt in besonderem Maße für Objekte aus mehreren Materialien, deren Histogramm nicht nur zwei Maxima (bimodale Verteilung), sondern mehrere Maxima (multimodale Verteilung) aufweist. Daher kann ein globaler Schwellenwert, obwohl er auf den Informationen des vollständigen, dreidimensionalen Datensatzes beruht, zu einer vereinzelt fehlerhaften Segmentierung führen. Unter der Voraussetzung, dass kleine Bereiche eine gleichmäßigere Grauwertverteilung aufweisen als größere, kann auch eine lokale Binarisierung erfolgen. Um den gesamten Volumendatensatz zu binarisieren, muss diese mehrfach durchgeführt werden. Jedoch vereinfacht sich das Grauwerthistogramm bei jeder Binarisierung i. d. R. auf eine Verteilung niedrigerer Ordnung, z. B. von einer trimodalen auf eine bimodale Verteilung. Die Berücksichtigung lokaler Grauwertschwankungen erhöht die Qualität der Segmentierung an den Stellen, an denen es bei globaler Binarisierung zur Über- oder Untersegmentierung kommt. Hierbei wird zwischen lokaler Segmentierung mit konstanter oder variabler Fenstergröße unterschieden [148]. Im Rahmen dieser Arbeit wird die lokale Schwellenwertfindung mit konstanter Fenstergröße untersucht, weil sie vielfach robuster und weniger rechenintensiv als die lokal-adaptive Methode mit dynamischer Fenstergröße ist.



Abb. 3.3 (a) In einem Histogramm mit zwei identischen Grauwertmaxima fallen Iso50- und Otsu-Schwellenwert aufeinander. (b) Sind diese nicht gleich hoch oder weisen unterschiedliche Verteilungen auf, ist die Binarisierung mittels vorgegebenem Prozentsatz fehleranfällig.

Unabhängig davon, ob die grauwertbasierte Segmentierung global oder lokal erfolgt, kann der Schwellenwert manuell oder automatisch festgelegt werden. Dabei sind manuell gewählte Schwellenwerte stets subjektiv geprägt und können in der Praxis zu Abweichungen führen. Zur Berechnung eines Schwellenwerts gibt es mehrere Möglichkeiten, z. B. ein vorgegebener Prozentsatz (üblich ist die 50%-Isofläche, auch Iso50) oder das Verfahren nach Otsu [149]. Beide setzen einen ausreichend hohen Kontrast der zu segmentierenden Bereiche voraus; das Grauwerthistogramm sollte zwei deutlich unterscheidbare Maxima aufweisen. Der Iso50-Schwellenwert stellt die Mitte zwischen diesen dar und ist fehleranfällig, wenn sie nicht gleich hoch sind oder keine identischen Verteilungen aufweisen (vgl. Abbildung 3.3). In manchen Fällen können derartige Unregelmäßigkeiten durch einen individuell berechneten (und ggf. von 50% abweichenden) Prozentsatz ausgeglichen werden. Einer derartigen Segmentierung haftet dennoch ein subjektiver Charakter an, da der gefundene Schwellenwert i. d. R. nicht von den tomografierten Materialien oder der gewählten Anlagenparametrierung abstrahiert werden kann [150]. Die Segmentierung nach Otsu berücksichtigt die Verteilung der Grauwertmaxima, da hierbei iterativ ein Schwellenwert gesucht wird, bei dem die Varianz innerhalb zwei separierter Klassen minimal wird. Dieses Vorgehen ist mathematische äquivalent mit einer Maximierung der Varianz zwischen den Klassen, d. h. deren größtmöglicher Trennung. Das Otsu-Verfahren gilt als effektiv und robust, selbst wenn das Grauwerthistogramm nicht über eine ausgeprägte Bimodalität verfügt [148]. Treten mehr als zwei Grauwertmaxima auf, nimmt die Richtigkeit der Segmentierung mit diesem Algorithmus ab. Dann empfiehlt sich die Unterteilung der zu segmentierenden Bilddaten in jeweils bimodale Bereiche.

Grundsätzlich können sich Bildrauschen und lokale Grauwertschwankungen negativ auf das Resultat einer grauwertbasierten Segmentierung auswirken [151]. Erfahrungsgemäß tritt dies vermehrt in Materialien mit einem hohen Schwächungskoeffizienten auf. In so einem Fall kann die Ergebnisqualität u. U. durch eine zusätzliche Filterung oder Maskierung verbessert werden [144]. Zahlreiche grauwertbasierte Schwellenwertverfahren bieten den Vorteil, dass ihr Vorgehen meist logisch nachvollziehbar, wenig rechenintensiv und schnell ist, u. a. weil auf Matrixoperationen basierende Algorithmen verwendet werden können. Eine Ausnahme bildet hier die Segmentierung mittels Energie- oder Entropiefilterung der Grauwerte. Deren Vorgehen ist i. d. R. wenig intuitiv, sehr rechenintensiv und kann bei CT-Artefakten sowie lokalen Grauwertschwankungen fehleranfällig sein [151].

Die Binarisierung kann außerdem textur- oder kantenbasiert erfolgen, z. B. über die in Abschnitt 3.1.2 vorgestellten Filter zur Kantendetektion. Eine Kante zeichnet sich u. a. dadurch aus, dass ihr Gradient einen lokalen Extremwert aufweist. Hierdurch ist die Schwellenwertfindung zunächst einmal unabhängig von den Grauwerten links und rechts der Kante. Auf diese Weise können häufig auch kleine Merkmale identifiziert werden, deren Kontrast sich nur geringfügig von ihrer Umgebung unterscheidet und die mit einer grauwertbasierten Segmentierung nicht erkannt worden wären. Auch ist das Vorgehen weitgehend resistent gegenüber regionalen Grauwertschwankungen, da nur lokale Umgebungsinformationen berücksichtigt werden [145]. Jedoch ist diese Methode umso fehleranfälliger, je weicher und ungleichmäßiger der Kantenübergang ist. Auch Bildrauschen führt zu Schwierigkeiten bei der Kantenfindung, da dieses in der ersten und insbesondere der zweiten Ableitung einen größeren Einfluss hat als im Ausgangsbild [144]. Diese Tatsache macht in der Praxis den Einsatz einer Tiefpassfilterung häufig unabdingbar. Außerdem reicht es zur Identifikation von Merkmalen, z. B. zur Berechnung eines prozentualen Hohlraumanteils, nicht aus, nur die Kanten zu kennen. Zur Identifikation lokaler Zusammenhänge müssen häufig auch noch morphologische Operationen durchgeführt werden, z. B. kann zum Füllen umschlossener Bereiche das Wasserscheide-Verfahren zum Einsatz kommen.

Die regionenbasierte Binarisierung identifiziert zusammenhängende Bereiche direkt und ohne den Umweg über Kanten oder einzelne Grauwerte [145]. Hierzu bedarf es eines Ausgangspunktes (*seed point*) sowie eines Kriteriums zur Bewertung der Umgebungsähnlichkeit. Das sog. *region growing* ist ein iterativer Prozess, bei dem die Ähnlichkeit benachbarter Voxel bewertet wird. Das Bewertungskriterium kann z. B. der Unterschied zwischen dem Grauwert des Voxels und dem mittleren Grauwert seiner Umgebung sein. Ausgehend vom zuvor festgelegten Startpunkt vergrößert sich die segmentierte Region entlang der Voxel, die ihrer Umgebung am ähnlichsten sind, bis alle einander ähnlichen Voxel identifiziert wurden. Herausforderung hierbei ist, passende Startwerte sowie eine geeignete Abbruchbedingung zu finden, die zu einer vollständigen Segmentierung führen. Ein weiterer Ansatz zur regionenbasierten Segmentierung ist das sog. *split and merge*, das ohne einen Startpunkt auskommt. Hierbei werden die Eingangsdaten in zufällige Regionen separiert und dann ebenfalls im Hinblick auf ein Ähnlichkeitskriterium iterativ zusammengefügt und/oder getrennt.

Während die zuvor genannten Ansätze sich ausschließlich vorliegenden Bildinformationen widmen, lehnen sich modellbasierte Segmentierungsverfahren an die menschliche Fähigkeit an, bekannte Strukturen auch in solchen Daten wiederzuerkennen, die verrauscht, verzerrt oder unvollständig sind [145]. Diese Herangehensweise ähnelt dem Abgleich mit einem bereits vorhandenen Merkmalskatalog, wie z. B. bei der Defekterkennung durch Radiografie [152]. Bei ausreichend präzisen Trainingsdaten erreichen derartige Ansätze üblicherweise ein hohes Maß an Richtigkeit und Robustheit. Gleichzeitig sind sie der am wenigsten intuitive und am schwierigsten nachzuvollziehende Weg von allen bisher genannten. Außerdem erfordert die Erstellung eines Merkmalskatalogs i. d. R. einen großen Aufwand. Darüber hinaus müssen sich Modelle stets der Diskussion stellen, ob sie für das zu beurteilende Problem relevant sind. Ein Beispiel für modellbasierte Segmentierung ist die Hough-Transformation, bei der zu einem binarisierten Gradientenbild ein Parameterraum angelegt wird [153]. In diesen werden alle Parameter eines gesuchten Objekts für jeden der im Gradientenbild auf einer Kante liegenden Bildpunkte eingetragen. Treten im Parameterraum Häufungen auf, sind sie Anzeichen für erkannte Strukturen, die dem gesuchten Objekt ähneln. Die Herangehensweise ähnelt einem brute force-Ansatz und ist sehr rechenintensiv [151]. Ein weiteres Beispiel für modellbasierte Segmentierung sind aktive Konturen [154]. Diese beruhen darauf, dass die Objektkontur durch eine parametrische Kurve beschrieben werden kann. Diese wird manuell initialisiert und anschließend durch Energieminimierung angepasst. Je näher die Initialkurve dem Resultat ist, desto schneller gelangt der Minimierungsalgorithmus zu einem Ergebnis; entsprechendes Vorwissen beschleunigt also diese Form der Segmentierung. Die konkrete Ausgestaltung des Minimierungsalgorithmus kann auf unterschiedliche Arten geschehen, von denen manche anfällig für lokale Energieminima sind und das globale Minimum daher in einigen Fällen nicht finden [151]. Des Weiteren kann sich die Vorgabe einer Initialkontur nachteilig auswirken, da diese u. U. keine freie Verformbarkeit der parametrischen Kurve mehr zulässt; dieses Problem wird u. a. durch topologisch adaptive Konturen gelöst [155].

### 3.2 Auswertung von Hohlräumen mit CT

Thermisch gespritzte Schichten bestehen nicht nur aus erstarrtem Beschichtungswerkstoff, sondern können auch inhärente Hohlräume beinhalten (vgl. Kapitel 1). Hierbei handelt es sich i. d. R. um Poren oder Bindefehler zwischen einzelnen Beschichtungspartikeln, die mit Umgebungsluft oder Inertgas gefüllt sind [4, 6]. Ziel dieses Kapitels ist es, einen Ansatz zur Bildverarbeitung von CT-Daten zu finden, um diese Hohlräume in den dreidimensionalen Datensätzen identifizieren und beschreiben zu können. Dazu sollen mehrere Eigenschaften der Hohlräume aus den CT-Daten extrahiert und untersucht werden.

#### 3.2.1 Parameterstudien

Zur Charakterisierung der inneren Merkmale von LDS-Schichten mittels CT war zunächst die Festlegung einiger Randbedingungen notwendig. Da die erreichbare Strukturauflösung in CT-Daten mit der Vergrößerung tomografierter Objekte auf dem Detektor zusammenhängt, wurde die Probengröße zur Untersuchung des Hohlraumanteils auf  $8 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$  festgelegt. Mit Materialproben dieser Größe ist mit einer Nanofokus-CT vom Typ NANOTOM M eine Voxelgröße von 4,0 µm möglich. Da die Messzeit nicht wesentlich länger als zwei Stunden dauern sollte, wurde von einer horizontalen Messkreiserweiterung abgesehen.

Die Struktursauflösung der CT-Daten erreichte deshalb nicht das Niveau von Schliffbildern, gewährte aber Einblicke in die dreidimensionale Volumenstruktur der LDS-Schicht, die auf andere Weise nicht zugänglich ist. Der Ausgangspunkt der folgenden Versuche war ein auf Erfahrungswerten beruhender Parametersatz. Davon ausgehend wurden die veränderlichen experimentellen Parameter stichprobenartig variiert, um das CNR der CT-Daten zu maximieren und der Bildverarbeitungskette die besten technisch möglichen Eingangsdaten zur Verfügung zu stellen. Bei den Versuchen kam eine willkürliche, repräsentative Materialprobe zum Einsatz. Um die Bilddaten (und Histogramme) nicht anderweitig zu beeinflussen, war es wichtig, stets dieselbe Materialprobe in derselben Orientierung zu tomografieren.

Die Beschleunigungsspannung der Röntgenröhre ist ein experimenteller Parameter, der im Rahmen von Vorversuchen variiert wurde. Diese bestimmt über die maximale Energie der Röntgenstrahlung die Durchstrahlbarkeit von Objekten (vgl. Abschnitt 2.2.1). Unter ansonsten identischen Bedingungen wurden sechs CT-Scans mit Spannungen zwischen 130 kV und 180 kV durchgeführt. In Abbildung 3.4 (a) sind Spektren dargestellt, die exemplarisch für ein Wolfram-Target berechnet wurden. Dabei verhalten sich die maximale Energie sowie die Intensität der charakteristischen Röntgenstrahlung proportional zur Beschleunigungsspannung. Der Anteil der Bremsstrahlung geht hingegen bei höheren Spannungen zurück, wobei diese Abnahme nicht linear erfolgt. Abbildung 3.4 (b) zeigt die Histogramme dieser Untersuchung. Sichtbare CT-Artefakte aufgrund von Strahlaufhärtung oder Streustrahlung sind der Grund für die schiefe Verteilung der Grauwertmaxima (insbesondere bei den hohen Grauwerten). Die Erhöhung der Beschleunigungsspannung von 130 kV auf 180 kV wirkte sich nicht signifikant darauf aus. Wie man anhand des Ausschnitts in Abbildung 3.4 (b) ablesen kann, tendiert das charakteristische Grauwertmaximum der LDS-Schicht allerdings mit zunehmender Photonenenergie zu höheren Grauwerten. Da sich der mittlere Grauwert von Aluminium nicht in gleichem Maße verschiebt, wächst mit steigender Beschleunigungsspannung der Kontrast der beiden Materialien. Wertet man die Daten im Hinblick auf das CNR aus, ergibt sich der Verlauf in Abbildung 3.4 (c). Anhand dieses Kriteriums bestätigt sich der qualitative Eindruck, dass das Histogramm bei höherer Beschleunigungsspannung eine etwas größere Spreizung aufweist. Das CNR nimmt von 130 kV bis 180 kV, u. a. bedingt durch den Rückgang niederenergetischer Röntgenquanten, monoton aber nicht linear zu. Obwohl das höchste CNR bei der maximal möglichen Beschleunigungsspannung von 180 kV beobachtet wurde, kann diese die Stabilität der Röntgenröhre beeinträchtigen. Aus diesem Grund wird empfohlen, die Nanofokus-CT nur in Ausnahmefällen bei mehr als 90% der maximalen Beschleunigungsspannung zu betreiben. Daher wurden die folgenden Messungen



Abb. 3.4 (a) Für ein Wolfram-Target berechnete Röntgenspektren bei Beschleunigungsspannungen zwischen 130 kV und 180 kV. (b) Histogramme der CT-Daten einer LDS-beschichteten Probe bei diesen Spannungen. (c) Das CNR steigt von 130 kV bis 180 kV monoton aber nicht linear an.

zugunsten der Stabilität bei einer Beschleunigungsspannung von  $160 \,\mathrm{kV}$  durchgeführt, auch weil das CNR innerhalb der obersten 10% ohnehin nicht mehr so stark steigt.

Auch der Röhrenstrom wurde bei ansonsten konstanter Parametrierung untersucht. Dazu wurden bei 160 kV vier CT-Scans mit 60  $\mu$ A bis 120  $\mu$ A durchgeführt. Der Röhrenstrom hat keine Auswirkung auf die Energieverteilung des Röntgenspektrums, auf die Flussdichte emittierter Photonen hingegen schon. Folglich nimmt die absolute Intensität im Histogramm der CT-Daten proportional zum Röhrenstrom zu. Die Lage der charakteristischen Maxima ist hiervon nicht beeinflusst. Das daraus resultierende CNR ist in Abbildung 3.5 (a) dargestellt und weist ein Maximum bei 100  $\mu$ A auf. Obwohl sich der Kontrast in den CT-Daten

unter Einfluss des Röhrenstroms nicht ändert, weist dieses Verhalten möglicherweise darauf hin, dass sich bei einer Beschleunigungsspannung von 160 kV ab einem Röhrenstrom von 100  $\mu$ A eine beginnende Defokussierung der Röntgenröhre bemerkbar macht. Daher wurden die folgenden CT-Scans bei dieser Spannung und Stromstärke durchgeführt.

Die Vorfilterung von Röntgenstrahlung mit Metallblechen ist gängige Praxis. Hierdurch verändert sich deren Energieverteilung mitunter drastisch. Diese Maßnahme ermöglicht die Verminderung von Streustrahlung oder Strahlaufhärtung, da Photonen, die ohnehin nicht zur Bildgebung beigetragen hätten, bereits vor dem zu tomografierenden Objekt herausgefiltert werden. Deshalb wurde die Vorfilterung mittels unterschiedlich dicker Kupferbleche untersucht. Bei 160 kV und 100  $\mu$ A ergibt sich ein optimales CNR bei einem 1 mm dicken Kupferblech, siehe Abbildung 3.5 (b). Da auch Filter Streustrahlung verursachen können, empfiehlt sich häufig die Kombination mehrerer Filtermaterialien. Diese werden mit absteigender Dichte vor der Röntgenröhre montiert. Zusätzlich zu 1 mm Kupfer wurden daher unterschiedlich dicke Aluminiumbleche vor dem Austrittsfenster befestigt. Dies führte zu dem grünen Verlauf in Abbildung 3.5 (b). Dabei stellte sich keine Verbesserung des CNR ein. Bis 1 mm Aluminium ist es konstant, ab diesem Wert nimmt es ab. Da sich ein dünnes Aluminiumblech aber auch nicht negativ auf das CNR auswirkte, wurden von nun an 1 mm Kupfer mit 0,1 mm Aluminium zur Vorfilterung der Röntgenstrahlung verwendet.



Abb. 3.5 CNR der CT-Daten in Abhängigkeit von (a) Röhrenstrom, (b) Vorfilterung mit Kupfer oder Kupfer und Aluminium, (c) Integrationszeit je Projektion, (d) Anzahl der gemittelten und übersprungenen Projektionen, (e) Sensitivität des Detektors sowie (f) Anzahl der Winkelschritte.

Im weiteren Verlauf dieser Untersuchung wurden die Parameter der Röntgenröhre nicht mehr verändert. Im Anschluss wurde die Parametrierung des Detektors untersucht. Dazu wurde u. a. die Integrationszeit je Projektion variiert, siehe Abbildung 3.5 (c). Bei ansonsten konstanten Einstellungen stellte sich 1250 ms als optimale Integrationszeit mit Blick auf das CNR dar. Eine noch längere Integrationszeit erhöhte lediglich die Messzeit, führte jedoch zu keiner weiteren Steigerung des CNR. Darüber hinaus wurde die Anzahl der gemittelten Durchstrahlungsbilder pro Winkelschritt auf ihren Einfluss hin untersucht. Der sich daraus ergebende Verlauf ist in Abbildung 3.5 (d) rot dargestellt und zeigt, dass sich das CNR ab drei Projektionen nicht mehr signifikant ändert. Im Bezug auf die Zahl der übersprungenen Durchstrahlungsbilder je Winkelschritt stellte sich heraus, dass sich das Auslassen einer Projektion positiv auf das CNR auswirkt. Grund hierfür ist, dass die Rotationsbewegung des Manipulators und die ggf. dadurch entstehende Bewegungsunschärfe ausgeblendet wird. Das sich daraus ergebende CNR ist in Abbildung 3.5 (d) grün gekennzeichnet.

Der Detektor der Nanofokus-CT verfügt über einen Bildverstärker, dessen Empfindlichkeit über die Sensitivität in vier Stufen eingestellt werden kann. Obgleich Abbildung 3.5 (e) geringfügige Schwankungen aufweist, wirkt sich die Sensitivität kaum auf das CNR von CT-Daten aus. Um den Dynamikumfang des Detektors so gut wie möglich auszunutzen, wurde die höchste Empfindlichkeitsstufe von 4,0 zur Charakterisierung der LDS-Schichten festgelegt. Bei der bisher ausgearbeiteten Parametrierung wurde der Detektor damit zu etwa 70% ausgeleuchtet. Abschließend wurde die Anzahl der Winkelschritte je Rotation von 180 bis 10800 und damit die Winkelauflösung von 2° bis 1/30° variiert. Dabei ergab sich ein Verlauf des CNR, wie er in Abbildung 3.5 (f) dargestellt ist. Je mehr Winkelschritte verwendet werden, desto höher ist das CNR der daraus resultierenden CT-Daten. Jedoch wird bereits bei einer Winkelauflösung von 0,2° (1800 Schritte) eine vergleichsweise hohe Qualität erreicht. Dies ist bei den bereits festgelegten Parametern die größtmögliche Anzahl, bei der der CT-Scan eine Dauer von zwei Stunden nicht wesentlich überschreitet.

Nachdem die experimentelle Parametrierung durch Stichversuche im Hinblick auf das CNR optimiert wurde, bietet auch die Rekonstruktionssoftware der Nanofokus-CT einige Stellgrößen zur Bilddatenoptimierung. Hierzu zählen z. B. Ausreißerkontrolle (voxel outlier part) und Strahlaufhärtungskorrektur (beam hardening correction). Ihr Einfluss auf das CNR ist in den Abbildungen 3.6 (a) und (b) dargestellt. Dabei ergab sich für die Ausreißerkontrolle ein Idealwert von  $5 \times 10^{-8}$  %. Zählt die Intensität eines Voxels zu den insgesamt niedrigsten oder höchsten  $5 \times 10^{-8}$  %, wird dieser bei der Rekonstruktion durch den Mittelwert seiner direkten Umgebung ersetzt. Die softwareseitige Manipulation von CT-Daten ist allerdings stets kritisch zu betrachten, insbesondere wenn es sich um unbekannte Algorithmen handelt. Die Grauwerte korrelieren nach deren Anwendung nicht mehr zwangsläufig mit dem lokalen Schwächungskoeffizienten. Die Strahlaufhärtungskorrektur ist ein derartiger Algorithmus, dessen Eingangsparameter die Durchstrahlungsbilder sowie ein Korrekturwert zwischen 0 und 10 sind, der in 100 Nuancen eingestellt werden kann. Da dies eine weitere Möglichkeit darstellt, die Eingangsdaten der sich anschließenden Bildverarbeitungskette zu verbessern, wurde die Eignung der Strahlaufhärtungskorrektur untersucht. Bei Korrekturwerten bis 8,0 beeinflusst diese die CT-Daten nicht; bei noch höheren zeigt das CNR einen sehr steilen Anstieg und ein Maximum bei einem Wert von 9,6. Verglichen mit den bereits experimentell



Abb. 3.6 (a) CNR der CT-Daten in Abhängigkeit der Ausreißerkontrolle mit einem Maximum bei  $5 \times 10^{-8}$ %. (b) Die softwareseitige Strahlaufhärtungskorrektur stellt eine weitere Möglichkeit zur Verbesserung der Bilddaten dar; das optimale CNR tritt bei einem Korrekturwert von 9,6 auf.

optimierten Parametern konnte das CNR um weitere 40 % gesteigert werden. Dabei wurde festgestellt, dass der Korrekturwert nicht pauschal für alle Materialien und Probengrößen gilt, sondern je nach Geometrie, Orientierung und Durchstrahlbarkeit zu tomografierender Objekte festgelegt werden muss. Bei den  $8 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$  großen Proben zur Untersuchung des Hohlraumanteils schwankte der optimale Korrekturwert zwischen 9,4 und 9,6 und wurde individuell je Probe bestimmt.

### 3.2.2 Entwicklung einer Bildverarbeitungskette

Trotz Optimierung experimenteller Parameter weisen die CT-Volumina von LDS-Schichten weiterhin Artefakte auf. Auch die in Abschnitt 2.2.4 erläuterte Strahlaufhärtung, die einen Anstieg des mittleren Grauwerts zu den Rändern verursacht, wird durch die softwareseitige Strahlaufhärtungskorrektur nicht vollständig beseitigt. Dies verhindert die Binarisierung von Schnittbildern mit einem globalen Schwellenwert. Zur weiteren Bilddatenoptimierung wurde ein Hochpassfilter implementiert, weshalb die Tomogramme per Fourier-Transformation in den Ortsfrequenzraum transformiert wurden. Es stellte sich als zielführend heraus, alle vier Moden der niedrigsten drei Bildfrequenzen zu löschen, gefolgt von der Rücktransformation in den Ortsraum. Dieses Vorgehen ist in den Abbildungen 3.7 (a) bis (c) dokumentiert. Nach der Hochpassfilterung im Ortsfrequenzraum weist der Beschichtungswerkstoff eine gleichmäßigere Grauwertverteilung auf. Da die Halbwertsbreite des dazugehörigen Maximums im Histogramm sinkt, steigt das CNR. Diese Maßnahme wirkt sich daher grundsätzlich positiv auf jede Art von grauwertbasierter Segmentierung aus und beeinflusst gleichzeitig nicht die Ausprägung oder Größe der Hohlräume, weil sich deren Bildinformationen bei viel höheren Bildfrequenzen befinden. Ein Tiefpassfilter bewährte sich dagegen weder im Orts- noch im Frequenzraum. Die Bilddaten weisen kaum hochfrequentes Rauschen auf und es existieren



Abb. 3.7 (a) Schnittbild aus dem CT-Volumen einer LDS-Schicht mit sichtbarer Strahlaufhärung.
(b) Zur Hochpassfilterung werden die Bilddaten in den Ortsfrequenzraum transformiert. (c) Nach dortiger Filterung weist der Beschichtungswerkstoff eine gleichmäßigere Grauwertverteilung auf.

zahlreiche Hohlräume, deren Größe nur knapp oberhalb der Auflösungsgrenze liegt. Diese würden durch eine Tiefpassfilterung ebenfalls beeinträchtigt werden. Weitere Filter kamen an dieser Stelle deshalb nicht zum Einsatz.

Bei der Binarisierung wurden mehrere Ansätze verfolgt und eine Übersicht hierüber ist in Abbildung 3.8 gegeben. Als Bewertungskriterium diente die subjektive Übereinstimmung binarisierter Hohlräume mit denen, die auch erfahrene Benutzer erkannt hätten. Die als Bildstapel importierten CT-Volumina können von unterschiedlicher Größe sein. Um Startund Endpunkt der LDS-Schicht festzulegen, wurde daher eine globale Otsu-Binarisierung des gesamten Bildstapels implementiert. Sobald der Materialanteil 2% übersteigt, wird das betreffende Schnittbild ausgewertet. Bei der Identifikation von Hohlräumen innerhalb der LDS-Schicht erwies sich dieses Segmentierungsverfahren jedoch nicht als die beste Option. Anhand von Abbildung 3.9 (a) wird deutlich, dass es zur Untersegmentierung neigt, so dass tatsächlich vorhandene Hohlräume fälschlicherweise nicht als solche erkannt werden. Die lokale Otsu-Binarisierung anhand eines Schnittbildes führt dagegen tendenziell zur Übersegmentierung, siehe Abbildung 3.9 (b). Außerdem kommt es bei dieser Binarisierung zu Unstetigkeiten in der Nähe von Grenzflächen, da der Kantenkontrast in CT-Daten langsam nachlässt und keine scharfe Grenze bildet. Wasserscheide-Verfahren zeigen ein sehr ähnliches Verhalten und wurden deshalb ebenfalls verworfen. Die globale Binarisierung anhand eines festen Prozentsatzes wurde mit dem Iso50-Schwellenwert erprobt (vgl. Abschnitt 3.1.3). Da der durchschnittliche Grauwert eines Schnittbildes aus verschiedenen Gründen nicht mit dem des gesamten Bildstapels übereinstimmen muss, führt dieses Vorgehen in einigen Bereichen zur Über-, in anderen zur Untersegmentierung der Hohlräume. Die lokale Binarisierung mit einem Iso50-Schwellenwert ist nicht möglich, weil das Histogramm eines Schnittbildes über keine ausgeprägte Bimodalität verfügt; die Hohlräume machen nur einen kleinen Teil der LDS-Schicht aus und ihr Grauwert ist häufig dem des Beschichtungswerkstoffs näher als dem der Umgebungsluft.

Bei den lokal-adaptiven Segmentierungsverfahren (mit konstanter Fenstergröße) besteht u. a. die Möglichkeit, den Schwellenwert auf Basis von Mittelwert, gewichtetem Mittelwert oder Median zu berechnen. Die Verwendung eines gewichteten Mittelwerts führt tendenziell zur



**Abb. 3.8** Übersicht von Segmentierungsverfahren, die auf Basis eines Bildstapels (global) oder eines Schnittbildes (lokal) zur Charakterisierung der Hohlräume in LDS-Schichten erprobt wurden.



Abb. 3.9 Ausschnitt aus einem Schnittbild, in dem der Schichtwerkstoff mit roter Farbe überlagert ist. (a) Eine globale Otsu-Binarisierung neigt zur Untersegmentierung darin enthaltener Hohlräume.
(b) Lokale Otsu-Binarisierung führt zu Übersegmentierung. (c) Ein lokal-adaptives Schwellenwertverfahren auf Mittelwertbasis mit konstanter Fenstergröße liefert qualitativ gute Resultate.

Ubersegmentierung großer und zur Untersegmentierung kleiner Hohlräume. Das Resultat der anderen zwei Schwellenwertverfahren ist weitgehend deckungsgleich, allerdings mit einem deutlichen Geschwindigkeitsvorteil zugunsten des Mittelwerts. Diese Herangehensweise führt zu subjektiv guten Resultaten bei der Segmentierung von Hohlräumen in LDS-Schichten und ist exemplarisch in Abbildung 3.9 (c) dargestellt. Dabei wird jedes Pixel anhand des Mittelwerts seiner 51 px  $\times$  51 px umfassenden Nachbarschaft binarisiert. Diese Fenstergröße hat sich empirisch über eine Vielzahl von CT-Volumina bewährt und führt zur sicheren Identifikation kleiner und großer Hohlräume. Lokal-adaptive Schwellenwertverfahren mit variabler Fenstergröße sowie solche auf Basis der Grauwertematrix (*gray level co-occurrence matrix*, GLCM) weisen diesem Ansatz gegenüber keine erkennbaren Vorteile auf und sind häufig zeitintensiver [148, 156, 157]. Sie werden deshalb im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter verfolgt. Dasselbe gilt für die kantenorientierte Segmentierung und zusammengesetzte morphologische Operatoren.

Das Resultat des lokal-adaptiven Schwellenwertverfahrens sind Binärdaten, deren Größe der des ursprünglichen CT-Volumens gleicht. Allerdings beinhalten diese keine Grauwerte mehr. Stattdessen nehmen die Voxel, deren Grauwert kleiner als der Mittelwert ihrer Umgebung ist, den Wert Eins an. Alle übrigen Voxel nehmen den Wert Null an. Eine weitergehende Segmentierung dieser Binärdaten in zusammenhängende Bereiche erfolgt mithilfe eines CCL-Algorithmus (vgl. Abschnitt 3.1.1). Anschließend können Charakteristika aus den CT-Daten extrahiert werden. Dabei kann der Volumendatensatz einer LDS-Schicht in vier Abschnitte unterteilt werden, wenn dieser aus parallel zur Oberfläche liegenden Schnittbildern besteht. Deren Segmentierung führt zu einem Tiefenverlauf wie in Abbildung 3.10 (a). Weist die LDS-Schicht eine glättgehonte Oberfläche auf, kommt es hier zu einem abrupten Anstieg des Schichtwerkstoffs. Ist die Oberfläche nur grob oder gar nicht bearbeitet, äußert sich die Oberflächenrauheit in einem weniger abrupten Anstieg. An der Grenzfläche zum Substrat kommt es aufgrund der Aktivierung mittels HDWS oder NMRP zu keinem glatten Übergang. Daher erfolgt hier ein kontinuierlicher Abfall des Schichtwerkstoffs, je nach Aufrauprofil unterschiedlich steil. Aus diesem Abfall kann z. B. der Füllgrad des Aufrauprofils berechnet werden. Ab einem gewissen Abstand zur Oberfläche beinhaltet der Volumendatensatz dann nur noch Grundwerkstoff des ZKG, so dass der segmentierte Materialanteil auf 0% sinkt.



Abb. 3.10 (a) Das CT-Volumen einer LDS-Schicht besteht aus vier Abschnitten: Luft (1), LDS-Schicht (2), Aufrauprofil (3) und Grundwerkstoff (4). (b) Abschnitt 2 besteht ausschließlich aus Schichtwerkstoff und Hohlräumen und dient daher zur Bestimmung des Hohlraumanteils.

Zwischen der Oberfläche und der Grenzfläche zum Grundwerkstoff existiert ein Abschnitt, der ausschließlich aus Beschichtungswerkstoff und Hohlräumen besteht. Dieser dient daher zur Bestimmung des prozentualen Hohlraumanteils, dessen Verlauf in Abbildung 3.10 (b) dargestellt ist. Aufgrund der mit einer Nanofokus-CT erreichbaren Strukturauflösung kann nicht nur der mittlere Hohlraumanteil beziffert werden, sondern auch das Fehlvolumen an bestimmten Positionen innerhalb der LDS-Schicht. In diesem Tiefenverlauf befindet sich z. B. der niedrigste Hohlraumanteil 20  $\mu$ m unterhalb der Oberfläche. Außerdem ermöglicht die Segmentierung Zugriff auf weitere Eigenschaften der Hohlräume. Hierbei kann es sich um Mittelwert, Median, Standardabweichung oder Schiefe der Hohlraumgrößenverteilung handeln und auch Anzahl und Anteil der Hohlräume können quantifiziert werden. Darüber hinaus ist die Extraktion von Formparametern, wie z. B. Größe oder Umfang, denkbar [158]. Ein weiteres Merkmal ist die sog. Exzentrizität, die bei elliptischen Elementen durch den Quotienten aus Brennweite und großer Halbachse gegeben ist. Diese kann deshalb Werte zwischen 0 und 1 annehmen. Je kleiner die Exzentrizität ist, desto mehr ähnelt die Form einem Kreis. Auch der Quotient aus Umfang und Größe kann als Formparameter dienen, da er ein Maß für die Zerklüftetheit eines Hohlraums ist. Alle bisher genannten Kenngrößen werden aufgrund der Segmentierung mittels CCL individuell je Hohlraum berechnet. Aufgrund der Vielzahl der Hohlräume sind diese Informationen aber nur sinnvoll bewertbar, wenn sie über ein Schnittbild oder sogar den gesamten Volumendatensatz gemittelt werden. Abschnitt 3.2.5 widmet sich beispielsweise der Frage, durch welche Prozessparameter die Hohlräume in LDS-Schichten beeinflusst werden. Dabei ist die Bewertung einzelner Poren nicht sinnvoll und die Mittelwertbildung unabdingbar.



**Abb. 3.11** Logische Abfolge des zur Bildverarbeitung von CT-Daten verwendeten Algorithmus, der der Charakterisierung von Hohlräumen in LDS-Schichten dient.

Der zum Einsatz kommende Algorithmus ist in Anhang B dargelegt und in Abbildung 3.11 zusammengefasst. Abschließend wurde die Robustheit der Bildverarbeitungskette anhand eines Schnittbildes mit bekannten Eigenschaften überprüft. Dazu wurde ein repräsentatives Binärbild aus einem willkürlichen Bildstapel verwendet. Unabhängig von der Tatsache, ob dessen ursprüngliche Binarisierung korrekt war, können die schwarzen und weißen Pixel in diesem Bild gezählt und als Referenz für Form und Größe typischer Hohlräume genutzt werden. Diese wurden zunehmend durch generische Unschärfe und generisches Bildrauschen verfälscht, was exemplarisch in den Abbildungen 3.12 (a) bis (c) dargestellt ist. Dabei betrug der Hohlraumanteil des Schnittbildes ursprünglich 4,42 %. In Abbildung 3.12 (d) ist zu sehen, wie zunehmende Unschärfe mittels Gauss-Filter diesen Wert verändert. Auf der Abzisse ist die Standardabweichung der Gauss-Verteilung als Maß für Unschärfe aufgetragen, die sich bis 0,5 nicht auswirkt. Ab dort und bis zu einer Standardabweichung von etwa 5 steigt der segmentierte Hohlraumanteil an und erreicht ein Maximum von 5,48%, was einer Zunahme um 24 % entspricht. Bei einer noch größeren Unschärfe fällt der Wert auf 0 % ab, wobei der Kurvenverlauf geringfügige Schwankungen oder Stufen erkennen lässt. Diese sind von Anzahl, Form und Größe der Hohlräume abhängig. Je kleiner ein Hohlraum beispielsweise ist, desto weniger Unschärfe ist notwendig, damit dieser nicht mehr segmentiert wird. Des Weiteren zeigt Abbildung 3.12 (e) die Auswirkung von zunehmendem Bildrauschen. Dieses besitzt einen deutlich größeren Einfluss auf die Bildverarbeitungskette als Unschärfe. Der segmentierte Hohlraumanteil steigt bereits früh stark an und nähert sich asymptotisch einem Grenzwert von 50% (ideales Rauschen) an.

In den Abbildungen 3.13 (a) und (c) ist zudem die Anzahl der segmentierten Hohlräume in Abhängigkeit von Bildunschärfe und -rauschen dargestellt. Die Anzahl aller Hohlräume ist rot, die der überdurchschnittlich großen grün und die der unterdurchschnittlich großen blau gekennzeichnet. Man erkennt, dass die Anzahl der kleinen Hohlräume mit zunehmender



Abb. 3.12 (a) Repräsentatives Binärbild aus dem Bildstapel einer LDS-Schicht. Dessen Bildinhalt wird durch (b) Unschärfe und (c) Bildrauschen zunehmend verfälscht. (d) Der auf diese Weise ermittelte Hohlraumanteil steigt bei Unschärfe zunächst an und fällt dann auf 0 % ab. (e) Generisches Bildrauschen wirkt sich deutlich stärker auf das Segmentierungsergebnis aus und der segmentierte Hohlraumanteil nähert sich asymptotisch einem Grenzwert von 50 % (ideales Rauschen) an.

Unschärfe zunächst schneller sinkt als die der großen. Dadurch fällt auch deren Beitrag zum Hohlraumanteil geringer als ohnehin schon aus. Die Anzahl der größeren Hohlräume steigt kurzzeitig sogar leicht an, ist aber bis zu einer Standardabweichung von etwa 5 auf annähernd konstantem Niveau. An dieser Stelle tritt in Abbildung 3.12 (d) das Maximum des Hohlraumanteils auf. Da die Anzahl der überdurchschnittlich großen Hohlräume sich bis hierher nicht signifikant verändert hat, müssen sie aufgrund ihrer verwaschenen Ränder bei der Binarisierung größer wahrgenommen worden sein. Dies spiegelt sich auch im Verlauf der durchschnittlichen Hohlraumgröße in Abbildung 3.13 (b) wider. Ein derartiger Effekt ist bei zunehmendem Bildrauschen nicht festzustellen. Die Anzahl aller Hohlräume steigt mit dem Rauschen an, wobei sie sich asymptotisch einem Grenzwert annähert. Da Rauschen überwiegend aus einzelnen Pixeln besteht, steigt die Anzahl der kleinen Hohlräume deutlich schneller als die der großen. Dies wirkt sich auf die mittlere Hohlraumgröße aus, die in



Abb. 3.13 (a) Mit steigender Unschärfe sinkt die Anzahl kleiner (blau), großer (grün) und somit aller Hohlräume (rot) (b) Da kleine Hohlräume früher nicht mehr segmentiert werden, steigt die mittlere Hohlraumgröße zunächst an. (c) Bei höherem Rauschen wächst insbesondere die Anzahl kleiner Hohlräume stark an. (d) Dadurch fällt die mittlere Hohlraumgröße schnell ab.

Abbildung 3.13 (d) zu sehen ist. Die durchschnittliche Hohlraumgröße des ursprünglichen Binärbildes beträgt  $3264 \,\mu\text{m}^2$ . Während sich diese bedingt durch Unschärfe zunächst fast verdoppelt, sinkt sie mit steigendem Rauschen schnell auf ein Niveau von  $80 \,\mu\text{m}^2$ .

## 3.2.3 Plausibilitätsabgleich

Der tatsächliche Hohlraumanteil einer LDS-Schicht ist unbekannt. Diese Tatsache erschwert es, die Genauigkeit von Verfahren zu überprüfen, die sich grundsätzlich zu dessen Nachweis



Abb. 3.14 (a) Daten der Synchrotron-CT weisen sichtbares Rauschen auf und (b) das Histogramm liefert ein CNR von 2,53. (c) Daten der Nanofokus-CT weisen eine ähnliche Strukturauflösung bei geringerem Rauschen auf und (d) das Histogramm liefert ein CNR von 4,69.

eignen. Diagnostiken, die zur Charakterisierung von Hohlräumen in Frage kommen, können aber untereinander verglichen werden. In diesem Abschnitt soll die Hohlraumauswertung mittels Nanofokus-CT daher auf Plausibilität mit anderen Verfahren geprüft werden. Dazu wurde eine  $8 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$  große Probe aus einem ZKG präpariert, deren LDS-Schicht über ein HDWS-Aufrauprofil und eine glättgehonte Zylinderlauffläche verfügte. Diese wurde mit der laborbasierten Nanofokus-CT und den in Abschnitt 3.2.1 ausgearbeiteten Einstellungen tomografiert. Anschließend wurde an derselben Probe eine Synchrotron-CT durchgeführt. Dies geschah am Deutschen Elektronen-Synchrotron (DESY) mit dem Aufbau an PETRA III, Beamline P07. Dabei wurden 85 keV Photonenenergie und 2400 Projektionen verwendet;

allerdings belief sich die Messzeit durch eine längere Integrationszeit des Detektors auf etwa zehn Stunden. Im Gegensatz zur Labor-CT wurden die Durchstrahlungsbilder dabei über einen Lumineszenz-Schirm mit nachgeschalteter Vergrößerungsoptik auf einen CCD-Chip abgebildet (vgl. Abschnitt 2.2.1). In den Abbildungen 3.14 (a) und (c) ist je ein Ausschnitt aus einem Tomogramm der zwei Volumendatensätze dargestellt. Da beide bei einer ähnlichen Vergrößerung aufgenommen wurden, beträgt die Voxelgröße in diesen 4,0  $\mu$ m. Die maximal erreichbare Strukturauflösung ist damit vergleichbar.

Jedoch ist auffällig, dass die Bilddaten der Synchrotron-CT trotz deutlich längerer Messzeit im Vergleich zur Labor-CT ein höheres Rauschen und diagonale, linienartige Artefakte aufweisen. Dadurch sinkt die subjektive Detailerkennbarkeit. Einige Hohlräume, die in den Daten der Labor-CT mühelos erkennbar sind, werden im Tomogramm der Synchrotron-CT von Bildrauschen überlagert. Da das menschliche Auge diese kaum wahrnimmt, erscheint es fraglich, wie eine automatisierte Bilddatenauswertung auf sie reagiert. Unschärfe ist in beiden Volumendatensätzen nicht zu erkennen. Die Ränder der großen Hohlräume wirken mit der Synchrotron-CT mindestens genauso scharf wie in den Bilddaten der Labor-CT. Das Bildrauschen schlägt sich jedoch im CNR nieder, das bei der Synchrotron-CT mit 2,53 niedriger ausfällt als bei der Labor-CT mit 4,69. Die dazugehörigen Grauwerthistogramme sind in den Abbildungen 3.14 (b) und (d) dargestellt.



Abb. 3.15 Tiefenverläufe des Hohlraumanteils einer sowohl am Synchrotron als auch mit laborbasierter Nanofokus-CT tomografierten, LDS-beschichteten Probe. Der durchschnittliche Unterschied beträgt 1,0% und ist v. a. auf Bildrauschen der Synchrotron-CT zurückzuführen.

Trotz der deutlich sichtbaren Qualitätsunterschiede wurden beide Volumendatensätze in je einen Bildstapel aus parallel zur Oberfläche liegenden Schnittbildern überführt und mit der in Abschnitt 3.2.2 entwickelten Bildverarbeitungskette ausgewertet. Die daraus erlangten Tiefenverläufe des Hohlraumanteils sind in Abbildung 3.15 dargestellt und weisen eine große Ähnlichkeit auf. In beiden Verläufen tritt ein Minimum etwa 20  $\mu$ m unter der Oberfläche auf, von wo aus der Hohlraumanteil nahezu linear in Richtung des Grundwerkstoffs ansteigt. Jedoch wird in den Bilddaten der Synchrotron-CT ein höherer Hohlraumanteil erkannt als in denen der laborbasierten Nanofokus-CT. Die Differenz beträgt im Mittel 1,0 %, ist aber nicht über den gesamten Tiefenverlauf konstant, sondern nimmt zur Oberfläche hin auf bis zu 1,4 % leicht zu. Dieser Unterschied resultiert aus einer sichtbaren Übersegmentierung der CT-Daten vom Synchrotron, bedingt durch das höhere Rauschen. Anhand eines Binärbildes wurde bereits in Abschnitt 3.2.2 gezeigt, dass die Bildverarbeitungskette für Bildrauschen anfällig ist und der segmentierte Hohlraumanteil hierdurch verfälscht wird. Diese Schlussfolgerung deckt sich mit der Tatsache, dass in den Synchrotron-Daten zwar mehr Hohlräume erkannt werden, diese aber im Schnitt ein kleineres Volumen aufweisen. Das Bildrauschen könnte unter Zuhilfenahme verschiedener Filter reduziert werden (vgl. Abschnitt 3.1.2). Die Bildverarbeitung verzichtet aber ausdrücklich auf eine Tiefpassfilterung, weil die Daten der Nanofokus-CT nach der Optimierung zahlreicher Parameter sehr rauscharm sind und man somit auch echte Bildinformation filtern würde.

Eine Randbedingung der Hohlraumauswertung mit Nanofokus-CT lautete, dass Messungen nicht wesentlich länger als zwei Stunden dauern sollten. Häufig ermöglicht eine längere Messzeit es allerdings, Parameter auszuwählen, die die Datenqualität erhöhen. Man hat dies z. B. anhand der Winkelschritte in Abbildung 3.5 (f) gesehen, wohingegen die längere Messzeit einer Synchrotron-CT sich als nicht vorteilhaft herausgestellt hat. Wird die Beschränkung der Messzeit fallen gelassen, kann auch ein Plausibilitätsabgleich der Nanofokus-CT mit sich selbst bei höherer Vergrößerung durchgeführt werden, in der Erwartung, dass sich dies positiv auf die erreichbare Strukturauflösung auswirkt. Hierzu wurde eine  $4 \times 4 \times 4 \text{ mm}^3$ große Probe aus einem ZKG mit HDWS-Aufrauprofil und glättgehonter Zylinderlauffläche präpariert. Um eine niedrigere Voxelgröße realisieren zu können, musste diese kleiner sein als beim Plausibilitätsabgleich mit der Synchrotron-CT. In den Abbildungen 3.16 (a) bis (c) sind Ausschnitte aus jeweils einem Tomogramm bei 4,0 µm, 3,0 µm und 1,8 µm Voxelgröße dargestellt. Die Detailerkennbarkeit steigt mit sinkender Voxelgröße merklich an. Da die Vergrößerung über die FDD eingestellt wurde, erreichten bei den niedrigeren Voxelgrößen bei gleicher Messzeit weniger Röntgenquanten den Detektor. Um dies zu kompensieren und ein annähernd konstantes CNR der CT-Daten zu erreichen, wurde eine entsprechend längere Integrationszeit berücksichtigt. Während ein CT-Scan bei  $4,0\,\mu\mathrm{m}$  Voxelgröße etwa zwei Stunden Zeit in Anspruch nimmt, dauert dieser bei 1,8 µm Voxelgröße zwölf Stunden.



Abb. 3.16 Ausschnitt aus einem Schnnittbild bei (a)  $4,0 \,\mu\text{m}$ , (b)  $3,0 \,\mu\text{m}$  und (c)  $1,8 \,\mu\text{m}$  Voxelgröße. Die Detailerkennbarkeit nimmt mit sinkender Voxelgröße zu, jedoch steigt bei vergleichbarem CNR die Messzeit deutlich an (von zwei auf zwölf Stunden).
Auch diese Bilddaten wurden zur Hohlraumauswertung herangezogen. Dabei wurde überprüft, ob mit abnehmender Voxelgröße mehr Hohlräume segmentiert werden oder ob sich die variierende Detailerkennbarkeit auf die Hohlraumgrößenverteilung oder die Form von Hohlräumen auswirkt. Dazu wurden einige der Merkmale aus Abschnitt 3.2.2 ausgewertet, siehe Tabelle 3.1. Die in Klammern angegebenen Prozentzahlen repräsentieren die jeweilige Veränderung ggü. den CT-Daten bei  $4,0 \,\mu$ m Voxelgröße.

Voxelgröße	$4,0\mu\mathrm{m}$	$3,0\mu\mathrm{m}$		1,8 µ	ım
Hohlraumanteil	$3{,}51\%$	$4,\!35\%$	(+24%)	$6,\!38\%$	(+82%)
Anzahl Hohlräume	15075	25296	(+68%)	95095	(+531%)
Größe (alle)	$6672\mu\mathrm{m}^2$	$4208\mu\mathrm{m}^2$	(-37%)	$1184\mu\mathrm{m}^2$	(-82%)
Größe (große)	$129504\mu\mathrm{m}^2$	$136928\mu\mathrm{m}^2$	(+6%)	$148320\mu\mathrm{m}^2$	(+15%)
Umfang (alle)	$220\mu\mathrm{m}$	$172\mu{ m m}$	(-22%)	$88\mu{ m m}$	(-61%)
Umfang (große)	$2588\mu\mathrm{m}$	$2952\mu{ m m}$	(+14%)	$3244\mu\mathrm{m}$	(+25%)
Exzentrizität (alle)	0,816	0,783	(-4%)	0,770	(-6%)
Exzentrizität (große)	0,717	0,731	(+2%)	0,763	(+6%)

**Tab. 3.1** Einige Merkmale von Hohlräumen verändern ihren Wert in Abhängigkeit der Voxelgröße. In Klammern stehende Prozentzahlen geben die relative Änderung ggü.  $4,0 \,\mu m$  Voxelgröße an.

Die größte Veränderung zeigt die Anzahl der segmentierten Hohlräume, die mit sinkender Voxelgröße drastisch steigt. Eine erhebliche Menge der Hohlräume, die in LDS-Schichten enthalten sind, wird bei der in Abschnitt 3.2.1 festgelegten Vergrößerung demnach gar nicht erfasst. Der durchschnittliche Hohlraumanteil variiert in Abhängigkeit der Vergrößerung nicht so stark wie die Anzahl der segmentierten Hohlräume. Dieser nimmt mit Blick auf Tabelle 3.1 von 4,0  $\mu$ m bis 1,8  $\mu$ m Voxelgröße aber immerhin um 82 % zu. Dabei handelt es sich im Gegensatz zur Synchrotron-CT nicht um fälschlicherweise segmentiertes Rauschen. Außerdem fällt auf, dass die mittlere Größe aller segmentierten Hohlräume mit sinkender Voxelgröße um 82%, ihr Umfang um 61% und ihre Exzentrizität um 6% zurückgeht. Durch die höhere Vergrößerung werden demnach zunehmend kleine, runde Hohlräume erkannt, die zuvor nicht aufgelöst werden konnten. Wird dagegen die Größe der größten Hohlräume betrachtet, die in allen drei Datensätzen segmentiert wurden, verhält sich diese Entwicklung umgekehrt. Deren Größe nimmt mit sinkender Voxelgröße zu, siehe auch Abbildung 3.17 (a). Da zudem Umfang und Exzentrizität der überdurchschnittlich großen Hohlräume steigen, wirken diese aufgrund der besseren Detailerkennbarkeit also zerklüfteter, was anhand von Abbildung 3.16 bereits qualitativ zu beobachten war.

In Abbildung 3.17 (b) ist dargestellt, wie sich der Tiefenverlauf des Hohlraumanteils in Abhängigkeit der Vergrößerung verändert. Die drei Verläufe sind sich grundsätzlich ähnlich; sie weisen ein Minimum etwa 20  $\mu$ m und einen Knick etwa 50  $\mu$ m unterhalb der Oberfläche auf. Jedoch zeigen sie in großer Tiefe, d. h. näher am Grundwerkstoff, deutliche Unterschiede. Hier wird bei 1,8  $\mu$ m Voxelgröße ein um etwa 75 % größerer Hohlraumanteil segmentiert. Dass die drei Tiefenverläufe in der Nähe der Oberfläche eine bessere Übereinstimmung zeigen, lässt vermuten, dass dort der überwiegende Teil der Hohlräume in allen drei Volumendatensätzen erkannt wurde. Mit Blick auf den Fertigungsprozess kann dies u. a. ein Indiz dafür sein, dass die mechanische Bearbeitung die kleinen Hohlräume in diesem Bereich der LDS-Schicht



Abb. 3.17 (a) Die mittlere Größe aller Hohlräume (rot) sinkt mit abnehmender Voxelgröße, wohingegen die der größten Hohlräume (grün) steigt. (b) Tiefenverläufe des Hohlraumanteils in einer LDS-Schicht bei  $4,0 \,\mu$ m (rot),  $3,0 \,\mu$ m (grün) und  $1,8 \,\mu$ m Voxelgröße (blau).

verdichtet hat. Erst mit zunehmender Tiefe heben sich die Kurven voneinander ab, weil bei  $1,8 \,\mu\text{m}$  Voxelgröße auch kleine Hohlräume segmentiert werden, die die Auswertung bei  $4,0 \,\mu\text{m}$  Voxelgröße nicht berücksichtigt.

Abschließend wurde die Hohlraumauswertung mit dem mikroskopischen Verfahren am Querschliff verglichen. Dazu wurde dieselbe,  $4 \times 4 \times 4 \text{ mm}^3$  große Probe untersucht, die auch zum Vergleich der unterschiedlichen Voxelgrößen diente. Auf Basis der bisherigen Erkenntnisse könnte man erwarten, dass die mikroskopische Auswertung aufgrund ihrer noch höheren Strukturauflösung einen größeren Hohlraumanteil erkennt als die Nanofokus-CT bei 1,8 µm Voxelgröße. Um diese Theorie zu überprüfen, wurde die Probe nach den CT-Untersuchungen eingebettet, geschliffen und mikroskopisch ausgewertet. Eine exemplarische Aufnahme der Probe bei 200-facher Vergrößerung ist in Abbildung 3.18 (a) dargestellt, wobei die Lage der Schliffebene schematisch oben rechts skizziert ist.

Da die LDS-beschichtete Materialprobe in 500  $\mu$ m-Schritten abgetragen wurde, konnten acht Querschliffe untersucht werden. Der durchschnittliche Hohlraumanteil in diesen acht beläuft sich auf 4,05 % und kommt somit zu einem mit der Nanofokus-CT vergleichbaren Ergebnis. Entgegen der eingangs geäußerten Vermutung wird in den Schliffbildern trotz deren höherer Strukturauflösung kein größerer Hohlraumanteil als in den CT-Daten bei 1,8  $\mu$ m Voxelgröße detektiert; stattdessen fügt sich die Messung am Querschliff zwischen den CT-Daten bei 4,0  $\mu$ m und 3,0  $\mu$ m Voxelgröße ein (vgl. Tabelle 3.1). Diese Tatsache resultiert nicht nur aus der unterschiedlichen Struktur- und Kontrastauflösung der Bilddaten und mögliche Ursachen hierfür werden in Abschnitt 3.3 diskutiert. Die Standardabweichung des Hohlraumanteils in den acht Querschliffen beläuft sich auf 0,67 % und ist nicht etwa auf eine geringe Bildqualität o. Ä. zurückzuführen, sondern darauf, dass der Hohlraumanteil auch über eine Strecke von nur 4 mm derart hohen, lokalen Schwankungen unterliegt.



Abb. 3.18 (a) Schliffbild einer LDS-Schicht zum Plausibilitätsabgleich zwischen Nanofokus-CT und mikroskopischem Verfahren. Die Probe wurde in 500  $\mu$ m-Schritten senkrecht zur Oberfläche abgetragen, siehe Skizze oben rechts. (b) Hohlraumanteil in CT-Daten bei 4,0  $\mu$ m Voxelgröße (rot), ergänzt um Messwerte aus der mikroskopischen Messung (blau).

Um nicht nur den mittleren Hohlraumanteil zu vergleichen, sondern auch die Plausibilität des Tiefenverlaufs einzuordnen, wurde das Fehlvolumen in den Mikroskopiebildern in der oberen und unteren Hälfte der LDS-Schicht jeweils separat segmentiert. In Abbildung 3.18 (b) wurde der Hohlraumanteil aus den CT-Daten bei 4,0  $\mu$ m Voxelgröße (rot) um die Werte aus der mikroskopischen Messung (blau) ergänzt. Dadurch bestätigt sich, dass der Hohlraumanteil in der Nähe des Grundwerkstoffs höher als unter der Oberfläche ist. In der unteren Hälfte der LDS-Schicht beträgt dieser 5,14 % (CT) bzw. 5,84 % (Querschliff) und in der Nähe der Oberfläche 1,88 % (CT) bzw. 2,15 % (Querschliff). Die beiden Verfahren zur Bestimmung des Hohlraumanteils weisen eine Abweichung von 0,70 % in der unteren sowie von 0,27 % in der oberen Schichthälfte auf, was einem relativen Unterschied von 14 % entspricht.

## 3.2.4 Stabilität bei optimierten Parametern

Im Verlauf dieses Kapitels wurden experimentelle Parameter der Nanofokus-CT im Hinblick auf das CNR optimiert. Anschließend wurde ein Algorithmus zur Auswertung von CT-Daten entwickelt, um Hohlräume in LDS-Schichten identifizieren und beschreiben zu können. Um die Stabilität dieser Auswertung zu überprüfen, wurde eine Materialprobe wiederkehrend mit der optimierten Parametrierung tomografiert. Über einen Zeitraum von drei Jahren wurde der mittlere Hohlraumanteil aufgezeichnet, dargestellt in Abbildung 3.19.

Hierbei stellt Tag 0 das Datum der Inbetriebnahme dar. Einige Wochen danach ist in den Messdaten ein deutlicher Sprung zu erkennen. Zu dieser Zeit wurde die Fokuskennlinie der Röntgenröhre überarbeitet, da die CT-Daten sichtbar unscharf waren. Dies wirkt sich auf den segmentierten Hohlraumanteil aus, der in dieser Zeit im Mittel 1,30 % niedriger ausfällt als nach der Optimierung. Im Rahmen der Plausibilitätsanalyse in Abschnitt 3.2.3 wurde



Abb. 3.19 Durchschnittlicher Hohlraumanteil einer LDS-beschichteten Materialprobe über einen Zeitraum von drei Jahren. Nachdem die Fokuskennlinie der Röntgenröhre angepasst wurde, beträgt der Mittelwert der Messwerte 6,10% (dicke Linie) und das  $\pm 3\sigma$ -Intervall  $\pm 0,47\%$  (dünne Linien).

gezeigt, dass die Detailerkennbarkeit einen großen Einfluss auf die Hohlraumauswertung hat. Daher ist es essentiell, die geometrische Vergrößerung und die Strukturauflösung konstant zu halten und diese regelmäßig zu überprüfen und ggf. zu korrigieren. Nach Anpassung der Fokuskennlinie beträgt der Mittelwert des durchschnittlichen Hohlraumanteils 6,10% und das  $\pm 3\sigma$ -Intervall der Einzelwerte  $\pm 0,47\%$ . Diese Unsicherheit spiegelt sämtliche Einflüsse wider, die bei einer CT-Messung auftreten können (vgl. Abbildung 2.6) und nicht explizit festgehalten wurden, wie z. B. die experimentellen Parameter. In diesem Kontext werden die Genauigkeit und Stabilität der Anlagenkomponenten, die Umgebungsbedingungen sowie die Probenausrichtung bei der Messung als bestimmende Einflussgrößen eingeschätzt. Dabei ist bemerkenswert, dass der durchschnittliche Hohlraumanteil bei höherer Detailerkennbarkeit (durch die Optimierung der Fokuskennlinie) zwar einen anderen Wert annimmt, die Streuung der Einzelwerte hiervon aber unbeeinträchtigt bleibt.

#### 3.2.5 Anwendungsbeispiele der Hohlraumauswertung

Nachdem die Stabilität und Plausibilität der Hohlraumauswertung mittels Nanofokus-CT analysiert wurden, soll deren Anwendbarkeit anhand einiger Beispiele demonstriert werden. In den vorangegangenen Abschnitten wurden bereits Tiefenverläufe des Hohlraumanteils einzelner Materialproben gezeigt; allerdings wurden diese nicht in Zusammenhang mit ihren Beschichtungsparametern gebracht. Im Folgenden wird die Hohlraumauswertung auch auf Proben aus ZKG angewendet, die mit wechselnden Prozessparametern beschichtet worden sind. Dabei wurde zunächst die Beschichtungsrichtung variiert, d. h. ein ZKG wurde von unten nach oben und ein anderes (bei ansonsten identischer Parametrierung) von oben nach unten beschichtet. Um den Einfluss dieser Prozessgröße nicht durch andere Effekte zu überdecken, wurde jeweils eine Probe von derselben Position im ZKG entnommen und tomografiert. Die resultierenden Tiefenverläufe sind in Abbildung 3.20 dargestellt.



**Abb. 3.20** Hohlraumanteil in LDS-Schichten bei variierender Beschichtungsrichtung des ZKG. Die Tiefenverläufe weisen aufgrund einer Asymmetrie in der Gasführung des verwendeten LDS-Brenners (vgl. Kapitel 1) grundlegende Unterschiede auf.

Durch die Umkehr der Beschichtungsrichtung ändert sich der Tiefenverlauf grundlegend. Taucht der LDS-Brenner von oben in das ZKG ein, weist der Hohlraumanteil ein globales Minimum mit etwa 140 µm und ein weiteres, lokales Minimum mit etwa 20 µm Abstand zur Oberfläche auf. Dazwischen verläuft er auf einem Niveau um 2% mit einem Zwischenhoch etwa 60 µm unterhalb der Oberfläche. Wird die Beschichtungsrichtung umgedreht, weist der Hohlraumanteil hingegen ein Minimum mit etwa 20 µm Abstand zur Oberfläche auf und steigt von dort stetig in Richtung Grundwerkstoff an. Eine Ursache für diesen Unterschied liegt in der Asymmetrie des verwendeten LDS-Brenners, siehe Abbildung 1.1 (b). Aufgrund dessen rechtwinkliger Gasführung kommt es zu Verwirbelungen des Primärgasstroms, die eine ungleichmäßige Ablösung von Spritzpartikeln im Bereich des Lichtbogens sowie eine erhöhte Spritzstrahldivergenz verursachen [6]. Partikel im oberen Bereich des Spritzstrahls sind daher tendenziell größer und langsamer. Gelangen diese zuerst auf den Grundwerkstoff, schließen sie dort viele Hohlräume ein. Bei der Aufwärtsbewegung der Beschichtungslanze wird dieser Teil von feiner verteiltem Schichtwerkstoff überdeckt, so dass der Hohlraumanteil einen zur Oberfläche abfallenden Gradienten aufweist. Beginnt die LDS-Beschichtung am oberen Ende der Zylinderbohrung, treffen tendenziell kleinere und schnellere Spritzpartikel zuerst auf das Substrat. Diese ermöglichen einen kompakteren Schichtaufbau und schließen einen geringeren Hohlraumanteil ein. Das bei beiden Beschichtungsrichtungen auftretende Minimum etwa 20 µm unterhalb der Oberfläche resultiert aus der mechanischen Bearbeitung der Zylinderlaufflächen und der damit verbundenen Verdichtung des oberflächennahen Teils der Spritzschichten. Dieses Minimum fällt deutlich niedriger aus, wenn die LDS-Schicht von unten nach oben aufgebracht wird. Dies kann eine Prozessschwankung sein, aber auch ein Indiz für eine unterschiedliche Bearbeitbarkeit. In beiden Fällen weisen die LDS-Schichten einen individuellen Fingerabdruck auf, der mit der Nanofokus-CT darstellbar ist.

Des Weiteren wurde ein ZKG von oben nach unten beschichtet, das anschließend bis zum Glätthonen der Zylinderlaufflächen mechanisch bearbeitet wurde. Aus einer der Zylinder-



Abb. 3.21 (a) Foto eines fertig bearbeiteten ZKG. (b) Skizze entlang der in (a) rot eingefärbten Schnittebene mit sieben verschiedenen Messpositionen. (c) Tiefenverlauf des Hohlraumanteils an diesen Positionen. (d) Deren Mittelwert beträgt 2,57 % und zeigt keinen signifikanten Trend.

bohrungen wurden der Höhe nach sieben Materialproben mit einer Größe von  $8 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$ entnommen, die von oben nach unten aufsteigend mit #1 bis #7 bezeichnet wurden, siehe auch Abbildung 3.21 (b). Hierbei stammte die oberste Probe #1 von 10 mm unterhalb der Zylinderkopftrennfläche und damit etwa aus der Höhe des oberen Totpunkts. Die übrigen Proben wurden jeweils im Abstand von 15 mm herausgetrennt. Deren Hohlraumanteil in Abhängigkeit der Entfernung zur Oberfläche ist in Abbildung 3.21 (c) dargestellt.

Die Verläufe der oberen sechs Materialproben sind sich sehr ähnlich. Auch diese weisen (wie der Tiefenverlauf in Abbildung 3.20) jeweils ein Minimum etwa 140  $\mu$ m und 20  $\mu$ m unterhalb der Oberfläche auf. Die Probe #7 weicht hiervon ab. Ihr Tiefenverlauf zeigt zwar das der

mechanischen Bearbeitung zugeschriebene Minimum in der Nähe der Oberfläche, verläuft aber in größerer Tiefe auf einem höheren Niveau und weist in der Nähe des Grundwerkstoffs ein Maximum auf. Bei dieser Probenposition ist die Beschichtungslanze, die neben dem LDS-Brenner auch eine Absaugvorrichtung trägt, nahezu vollständig in die Zylinderbohrung eingetaucht. Dadurch ändern sich die Strömungsverhältnisse, die Spritzstrahldivergenz erhöht sich und es werden mehr Spritzpartikel abgesaugt [6]. Folglich ändert sich auch die Zusammensetzung der LDS-Schicht. Der mittlere Hohlraumanteil der sieben Proben ist in Abbildung 3.21 (d) aufgetragen; dieser zeigt keinen signifikanten Trend, sondern befindet sich bei im Mittel 2,57%. Das  $\pm 3\sigma$ -Intervall beträgt  $\pm 0,56\%$  und liegt damit auf einem Niveau mit der Streuung, die bei der Stabilitätsuntersuchung in Abschnitt 3.2.4 festgestellt wurde. Probe #7 weist mit 2,91% den höchsten Hohlraumanteil auf. Die übrigen Merkmale der Hohlräume wurden ebenfalls ausgewertet und in Tabelle 3.2 dokumentiert.

Probe	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)
#1	$2,\!46\%$	$752\mu\mathrm{m}^2$	$78,8\mu\mathrm{m}$	0,701	61124	41436	19688	$22{,}6\%$	77,4%
#2	$2{,}56\%$	$720\mu\mathrm{m}^2$	$77,6\mu\mathrm{m}$	0,697	62273	41999	20274	$23{,}0\%$	77,0%
#3	$2{,}61\%$	$848\mu\mathrm{m}^2$	$85,2\mu\mathrm{m}$	0,695	49902	33294	16608	23,1%	76,9%
#4	$2{,}50\%$	$864\mu\mathrm{m}^2$	$86,0\mu\mathrm{m}$	0,695	36340	24101	12239	22,9%	77,1%
#5	$2{,}64\%$	$880\mu\mathrm{m}^2$	$86,8\mu\mathrm{m}$	0,698	41680	27715	13965	22,9%	77,1%
#6	$2{,}31\%$	$816\mu\mathrm{m}^2$	$83,2\mu\mathrm{m}$	0,701	50199	33634	16565	$22{,}8\%$	77,2%
#7	2,91%	$848\mu\mathrm{m}^2$	84,4 µm	0,701	55887	37529	18358	$22,\!4\%$	$77,\!6\%$

**Tab. 3.2** Auswertung von (a) mittlerem Hohlraumanteil, Mittelwert von (b) Größe, (c) Umfang und (d) Exzentrizität, Anzahl (e) aller, (f) unterdurchschnittlich großer und (g) überdurchschnittlich großer Hohlräume sowie Anteil (h) unterdurchschnittlich großer und (i) überdurchschnittlich großer Hohlräume am gesamten Hohlraumanteil für die sieben Proben in Abbildung 3.21.

Anhand dieser Auflistung können mehrere Effekte beobachtet werden: Probe #4 beinhaltet die wenigsten Hohlräume; während am oberen und unteren Ende der Zylinderbohrung etwa 60000 Hohlräume in jeder Materialprobe detektiert werden, sind dies auf mittlerer Höhe nur etwa 36000. Dabei nimmt die Anzahl unter- und überdurchschnittlich großer Hohlräume gleichermaßen ab. An jeder Messposition gibt es etwa doppelt so viele kleine wie große Hohlräume, von denen die großen allerdings im Mittel 77% und die kleinen 23% zum Hohlraumanteil beitragen. Dieses Verhältnis ist auch für Probe #4 unverändert. Dass die niedrigere Anzahl segmentierter Hohlräume in Probe #4 sich kaum auf den Hohlraumanteil auswirkt, hängt mit deren Umfang und Größe zusammen. Beide Merkmale nehmen zur Mitte der Zylinderbohrung tendenziell zu und kompensieren so die geringere Anzahl. Die Exzentrizität weist bei Probe #3 und #4 ein Minimum auf, was darauf hindeutet, dass die Hohlräume hier im Mittel kreisförmiger sind als am oberen und unteren Ende der Zylinderbohrung. Die Nanofokus-CT erweist sich in diesem Zusammenhang als Verfahren, das sich zum Nachweis lokaler Veränderungen der Hohlraumstruktur eignet. Die Messwerte können z. B. zur Einstellung der Prozessparameter oder Strömungsverhältnisse bei der Beschichtung genutzt werden, um einen möglichst gleichmäßigen Schichtaufbau zu erzielen.

Außerdem wurden Zündspannung und Primärgasstrom des LDS-Brenners variiert und deren Einfluss auf die Hohlraumstruktur der Beschichtung untersucht. Während die Zündspannung von 32 V bis 40 V und der Primärgasstrom von 10001/min bis 15001/min variiert wurden,



Abb. 3.22 (a) und (b) Durchschnittlicher Hohlraumanteil bei verschiedenen Zündspannungen und variierendem Primärgasstrom. (c) und (d) Median der Hohlraumgrößenverteilung in Abhängigkeit von Zündspannung und Primärgasstrom. Die übrigen Beschichtungsparameter waren konstant.

waren Beschichtungsrichtung, Rotationsgeschwindigkeit, Drahtvorschub und Sekundärgasfluss konstant. Mithilfe der Hohlraumauswertung konnten einige Trends aufgezeigt werden; u. a. sinkt der durchschnittliche Hohlraumanteil deutlich mit zunehmender Zündspannung und geringfügig bei höheren Gasvolumenströmen. Dies ist in den Abbildungen 3.22 (a) und (b) dargestellt und insofern bemerkenswert, als dass ein höherer Primärgasstrom bei der LDS-Beschichtung üblicherweise zu einer stärkeren Zerstäubung und Beschleunigung der aufgeschmolzenen Partikel führt [159, 160]. Folglich sollte eine kompaktere LDS-Schicht mit einem niedrigeren Hohlraumanteil entstehen. Dagegen wurde die Zündspannung für die mittlere Partikelgröße und -geschwindigkeit bisher als nicht relevant betrachtet [6]. Hierbei erfolgte die LDS-Beschichtung stets von oben nach unten. Wird die Beschichtungsrichtung wie bei den hier untersuchten LDS-Schichten umgekehrt, wirkt sich die Zündspannung hingegen deutlich stärker als der Primärgasstrom auf den Hohlraumanteil aus.

Ein weiteres Merkmal, das auf diese Parametervariationen reagiert, ist der Median der Hohlraumgrößenverteilung. Dieser ist in den Abbildungen 3.22 (c) und (d) dargestellt und sinkt mit zunehmender Zündspannung und steigendem Primärgasstrom. Ein solches Verhalten kann für den Mittelwert der Hohlraumgrößenverteilung, d. h. die durchschnittliche Größe, nicht beobachtet werden. Die übrigen Kenngrößen der Hohlraumstruktur wurden ebenfalls bestimmt, der Übersichtlichkeit halber aber durch jeweils eine ANOVA ausgewertet. Die daraus resultierenden Signifikanzwerte repräsentieren die Wahrscheinlichkeit, mit der die Nullhypothese verworfen werden kann, d. h. niedrige Werte können auf einen systematischen Zusammenhang zwischen Prozessparameter und Merkmal hinweisen. Diese sind in Tabelle 3.3 aufgeführt und zur besseren Sichtbarkeit wurden alle Werte unter 1 % grün, von 1 % bis 5 % gelb, zwischen 5 % und 90 % hellrot und über 90 % dunkelrot eingefärbt.

Prozessparameter	Zündspannung	Primärgasstrom
Hohlraumanteil	0,00	0,01
Mittelwert Hohlraumgröße	$0,\!12$	0,03
Median Hohlraumgröße	$0,\!01$	0,00
Standardabweichung Hohlraumgröße	$0,\!47$	0,30
Schiefe Hohlraumgrößenverteilung	$0,\!37$	$0,\!94$
Anzahl großer Hohlräume	$0,\!23$	$0,\!29$
Anzahl kleiner Hohlräume	$0,\!22$	$0,\!28$
Anzahl aller Hohlräume	$0,\!23$	$0,\!28$
Anteil großer Hohlräume	$0,\!93$	$1,\!00$
Anteil kleiner Hohlräume	$0,\!93$	$1,\!00$
Exzentrizität	$0,\!89$	$0,\!99$
Umfang	$0,\!86$	$0,\!61$
Umfang/Größe	$0,\!00$	0,00

**Tab. 3.3** Signifikanzwerte für verschiedene Merkmale der Hohlräume in LDS-Schichten in Relation zu Zündspannung und Primärgasstrom. Ein niedriger Wert zeigt einen signifikanten Zusammenhang zwischen Prozessparameter und Merkmal an.

Die Signifikanzwerte bestätigen die bereits beobachtete Abhängigkeit zwischen mittlerem Hohlraumanteil sowie Median der Hohlraumgrößenverteilung und den Prozessparametern Zündspannung und Primärgasstrom. Außerdem weisen einige Merkmale keinen signifikanten Zusammenhang mit Zündspannung oder Primärgasstrom des LDS-Brenners auf. Hierbei handelt es sich z. B. um die Schiefe der Hohlraumgrößenverteilung sowie den Beitrag unterund überdurchschnittlich großer Hohlräume zum Hohlraumanteil. Letzterer erwies sich auch bei der Hohlraumauswertung von sieben LDS-Schichten aus unterschiedlicher Tiefe im ZKG als sehr robust (vgl. Tabelle 3.2). Auch Anzahl, Umfang und Exzentrizität der Hohlräume sind weitgehend resistent gegenüber den Parametervariationen. Allerdings weist Tabelle 3.3 auf einen möglichen Zusammenhang zwischen der durchschnittlichen Hohlraumgröße und dem Primärgasstrom hin. Auch der Quotient aus Umfang und Größe der Hohlräume ist ein Merkmal, das statistisch signifikant von den Beschichtungsparametern abhängt. Dieser kann



Abb. 3.23 Quotient aus Umfang und Größe der Hohlräume bei (a) sich ändernder Zündspannung und (b) variierendem Primärgasstrom. Die übrigen Prozessparameter waren konstant.

als ein Maß für die Zerklüftetheit aufgefasst werden und ist in den Abbildungen 3.23 (a) und (b) dargestellt. Dieses Merkmal weist die höchsten Werte bei einer Zündspannung von 36 V auf und sinkt sowohl bei niedrigeren wie auch höheren Werten. Hingegen nimmt der Quotient mit steigendem Primärgasstrom monoton zu; ein niedriger Primärgasstrom führt somit tendenziell zu weniger zerklüfteten Hohlräumen. Es bedarf jedoch weitergehender Untersuchungen, um diese Beobachtungen mit funktionalen Eigenschaften der LDS-Schicht in Verbindung zu bringen.

## 3.3 Interpretation und Diskussion

Im Rahmen der Charakterisierung innerer Merkmale von LDS-Schichten mittels CT wurden einige experimentelle Parameterstudien durchgeführt, um das CNR der CT-Daten zu maximieren. Mit Blick auf Abbildung 3.4 (c) nimmt dieses streng monoton mit steigender Beschleunigungsspannung zu. Hierfür ist maßgeblich der wachsende Abstand der Maxima im Grauwerthistogramm verantwortlich, d. h. der Kontrast unterschiedlicher Materialien steigt mit zunehmender Energie der Röntgenstrahlung an. Die FWHM der Maxima und das SNR sind hingegen bei allen Spannungswerten annähernd identisch. Diese Beobachtung steht im Widerspruch zu Referenz [161], laut der eine höhere Spannung den Kontrast einer digitalen Radiografie verringere, weshalb diese im Sinne der Kontrastempfindlichkeit so niedrig wie möglich einzustellen sei. Diese Empfehlung gilt demnach nicht für eine digitale CT. Auch in den Versuchen zur Vorfilterung der Röntgenstrahlung wurde beobachtet, dass Kontrast und CNR bei höherer Energie der Röntgenstrahlung tendenziell steigen, siehe Abbildung 3.5 (b). Erst wenn die Intensität der Röntgenstrahlung aufgrund starker Abschwächung so gering wird, dass sich das Elektronikrauschen des Detektors signifikant bemerkbar macht, fällt das CNR wieder ab. Im Kontext der experimentellen Parameter ist es bemerkenswert, dass die Filterung mit dichten Metallen, wie z. B. Kupfer, die spektrale Energieverteilung von Röntgenstrahlung und folglich das CNR von CT-Daten deutlich stärker beeinflussen als die Beschleunigungsspannung der Röntgenröhre.

Bei gegebener Beschleunigungsspannung und Vorfilterung existiert ein optimaler Röhrenstrom von i. d. F. 100  $\mu$ A. Sowohl bei höheren als auch niedrigeren Werten weist das CNR der Volumendaten einen geringeren Wert auf. Mit zunehmendem Röhrenstrom sinkt das Bildrauschen zunächst aufgrund der steigenden Zahl von Röntgenquanten, die zur Bildgebung beitragen. An einem gewissen Punkt erreicht das CNR jedoch ein Maximum und fällt bei noch höheren Stromstärken wieder ab, weil es zu einer Defokussierung der Röntgenröhre kommt (vgl. Abschnitt 2.2.5). Auch die Anzahl der Winkelschritte wirkt sich u. a. auf die Zählstatistik und damit das CNR von CT-Daten aus. Bei sehr wenigen Winkelschritten ist (außer dem Bildrauschen) auch fehlende Bildinformation in Form von Unterabtastung ein signifikanter Einfluss auf die Qualität der Bilddaten. Der Anstieg des CNR mit zunehmender Zahl von Winkelschritten wird im Verhältnis zur notwendigen Messzeit immer unattraktiver und ist von 1800 bis 10800 Winkelschritten in derselben Größenordnung wie der von 130 kV bis 180 kV Beschleunigungsspannung. Beide Parameter beeinflussen das CNR der Volumendaten deutlich weniger als die Vorfilterung der Röntgenstrahlung mit Kupferblechen.

Die übrigen Parameterstudien führten zu dem Resultat, dass ein gewisses Mindestmaß an Integrationszeit und Mittelung der Projektionen für eine CT mit optimalem CNR nötig ist. Mit diesen Variablen ist jedoch keine beliebige Verbesserung der Datenqualität möglich. Eine darüber hinausgehende Steigerung des CNR ist durch die Verwendung bilddatenverarbeitender Algorithmen möglich, wie man z. B. anhand der Strahlaufhärtungskorrektur in Abbildung 3.6 (b) sieht. Auch eine Hochpassfilterung der CT-Daten im Frequenzraum führt zur Beseitigung von Artefakten durch Strahlaufhärtung. Aufgrund dieser Maßnahmen nimmt die subjektive Qualität der CT-Daten deutlich zu. Da die tomografierten Materialien eine gleichmäßigere Grauwertverteilung und weniger Artefakte aufweisen, sinkt die FWHM der Maxima im Histogramm und steigt das CNR. Derartige Software wirft immer die Frage auf, ob durch deren Verwendung zusätzliche Bildartefakte hervorgerufen bzw. reale Merkmale unkenntlich gemacht werden. Sie ist stets kritisch zu hinterfragen, weil die Grauwerte der CT-Daten nach erfolgter Anwendung nicht mehr zwangsläufig den lokalen Schwächungskoeffizienten repräsentieren. Da dies in den seltensten Fällen von praktischer Bedeutung ist, aber einer sich anschließenden Bildverarbeitung im Rahmen der technischen Möglichkeiten die besten Eingangsdaten zur Verfügung gestellt werden sollen, darf die softwareseitige Bilddatenoptimierung nicht grundsätzlich außer Acht gelassen werden.

Ausgehend von den Parameterstudien wurde eine Bildverarbeitungskette zur Beschreibung der inneren Merkmale von LDS-beschichteten Zylinderlaufflächen in CT-Daten entwickelt. Hierzu gehören z. B. der Tiefenverlauf des Hohlraumanteils sowie der mittlere oder minimale Hohlraumanteil einer LDS-Schicht. Eine Segmentierung der Bilddaten mittels CCL bietet Zugang zur Hohlraumgrößenverteilung und ermöglicht daher u. a. eine Aussage über deren Mittelwert, Median, Standardabweichung oder Schiefe. Auch Anzahl, Größe, Umfang oder Exzentrizität aller oder nur bestimmter Hohlräume können ausgewertet werden. Derartige Informationen sind mit keiner anderen Diagnostik zugänglich. Sie eröffnen zum ersten Mal eine Möglichkeit zur dreidimensionalen und benutzerunabhängigen Charakterisierung der inneren Merkmale einer thermisch gespritzten Beschichtung. Dies erschwert allerdings die Korrektheitsprüfung der Informationen mangels vergleichbarer Messverfahren.

Um die Qualität der Auswertung einschätzen zu können, wurde ein generisches Binärbild durch synthetische Unschärfe und synthetisches Bildrauschen verschlechtert. Daraus ging hervor, dass sich Rauschen signifikant und deutlich stärker als Unschärfe auf die Richtigkeit dieser Segmentierung auswirkt. Um auch die Datenqualität der Nanofokus-CT einzuordnen, wurden Messungen am Synchrotron durchgeführt. Obwohl die Voxelgröße in den Daten der Synchrotron-CT mit der der Nanofokus-CT vergleichbar war und die Datenaufnahme etwa vier Mal so lange gedauert hat, weisen diese ein deutlich höheres Rauschen auf, das sich auch im CNR bemerkbar macht. Dadurch kommt es zur sichtbaren Übersegmentierung der Hohlräume, die somit die Beobachtung anhand des generischen Binärbildes bestätigt. Da bei der Bildverarbeitung auf eine Tiefpassfilterung zur Rauschreduktion verzichtet wird, um keine realen Merkmale unkenntlich zu machen, ist die Hohlraumauswertung ohne Anpassung an die experimentellen Gegebenheiten nicht pauschal für alle CT-Systeme geeignet. Die Datenqualität der laborbasierten Nanofokus-CT ist der der Synchrotron-CT im Hinblick auf Kontrast, CNR und SNR der Bilddaten überlegen.

Wird die Beschränkung der Messzeit außer Acht gelassen, können mit der Nanofokus-CT Bilddaten mit einer höheren Vergrößerung bzw. kleineren Voxelgröße erzeugt werden. Die Detailerkennbarkeit in den CT-Daten kann dadurch gesteigert werden (vgl. Abbildung 3.16). Dennoch weist der Hohlraumanteil in den CT-Daten einer LDS-Schicht bei verschiedenen Voxelgrößen ähnliche Tiefenverläufe auf, die insbesondere an der Oberfläche eine hohe Übereinstimmung aufweisen. Mit zunehmender Tiefe treten dann deutliche Unterschiede auf, die zumindest z. T. darauf zurückzuführen sind, dass mit sinkender Voxelgröße auch kleinere Hohlräume (zusätzlich) erkannt werden. Die Anzahl segmentierter Hohlräume nimmt von  $4,0\,\mu\mathrm{m}$  bis  $1,8\,\mu\mathrm{m}$  Voxelgröße um  $531\,\%$  zu und der Hohlraumanteil steigt um  $82\,\%$ . Die überwiegende Anzahl und ein nicht zu vernachlässigender Anteil der in LDS-Schichten tatsächlich enthaltenen Hohlräume wird unter den in Abschnitt 3.2.1 und 3.2.2 festgelegten Rahmenbedingungen daher nicht erkannt. Diese Merkmale können mit der Nanofokus-CT sichtbar gemacht werden, wenn kleinere Proben präpariert werden und eine deutlich längere Messzeit aufgewendet wird. Eine geringere Probengröße geht jedoch mit der Gefahr einher, dass die daran beobachteten Merkmale singulärer Natur sein können und nicht mehr repräsentativ für einen größeren Zusammenhang sein müssen. Darüber hinaus ist eine Messzeit von zwölf Stunden (zuzüglich Vor- und Nachbereitung) in der industriellen Anwendung selten zu rechtfertigen, zumal die Stabilität der CT-Anlage über den gesamten Zeitraum gewährleistet sein muss.

Davon ausgehend wurde die Hohlraumauswertung mittels Nanofokus-CT mit dem mikroskopischen Verfahren am Querschliff verglichen. Die beiden Vorgehensweisen liefern plausible Ergebnisse mit einer geringfügigen Diskrepanz. Ein Ursache für diese Diskrepanz kann im unterschiedlichen Informationsgehalt von zwei- und dreidimensionalen Bilddaten liegen. Ein Querschliff beinhaltet keine Tiefeninformation und kann daher bei der Bestimmung örtlich schwankender Merkmale zwar zu korrekten, aber nicht zwingend repräsentativen Resultaten führen. Zudem werden in der mikroskopische Auswertung im Gegensatz zur Nanofokus-CT keine Hohlräume berücksichtigt, die zur Oberfläche geöffnet sind. Ein derartiges Merkmal ist in der rechten Bildhälfte von Abbildung 3.18 (a) zu sehen. Ebenso kann der Bildkontrast für eine Differenz zwischen den Messwerten verantwortlich sein. Während im Schliffbild ein deutlicher Kontrast zwischen Aluminium, LDS-Schicht und Luft herrscht, lässt die Grauwertverteilung der CT-Daten nicht immer eine sichere Unterscheidung von Grundwerkstoff und Hohlräumen zu. Es kann aufgrund mangelnder Kontrastauflösung dazu kommen, dass Aluminium fälschlicherweise als Hohlraum identifiziert wird und somit zum Hohlraumanteil beiträgt. Andererseits kann sich auch die mechanische Präparation von Querschliffen auf die quantitative Bestimmung von Merkmalen mit dem Mikroskop auswirken, denn z. T. werden Hohlräume dabei deformiert oder mit Abrieb zugesetzt.

Nachdem die Grenzen der Hohlraumauswertung mittels Nanofokus-CT analysiert wurden, konnten ihre Fähigkeiten anhand einiger Praxisbeispiele demonstriert werden. In diesem Kontext wurde mithilfe der Nanofokus-CT nachgewiesen, dass die Hohlraumstruktur von LDS-Schichten einen prozessindividuellen Fingerabdruck aufweist. So wurde gezeigt, dass sich z. B. die Beschichtungsrichtung eines ZKG auf den Hohlraumanteil der LDS-Schicht auswirkt. Einige Merkmale der Hohlraumstruktur weisen außerdem einen Zusammenhang mit der Zündspannung oder dem Primärgasstrom des verwendeten LDS-Brenners auf. Des Weiteren wurde in allen LDS-Schichten etwa 20 µm unterhalb der Oberfläche ein örtliches Minimum des Hohlraumanteils detektiert. Da dieses bei verschiedenen Beschichtungsdicken und -parametern auftritt, wird es mit der Einflusszone der mechanischen Bearbeitung und der damit verbundenen Verdichtung der thermisch gespritzten Zylinderlaufflächen assoziiert. Die Bilddaten einer Nanofokus-CT beinhalten demzufolge nicht nur Informationen über die verwendeten Beschichtungs- sondern auch Bearbeitungsparameter. Die Auswertung der darin enthaltenen Hohlräume stellt eine Möglichkeit dar, um den Einfluss unterschiedlicher Einstellungen auf die inneren Merkmale thermisch gespritzter Schichten zu charakterisieren und ggf. zu optimieren.

# 4 Bestimmung der Beschichtungsdicke

# 4.1 Kapitelspezifische Grundlagen

## 4.1.1 Definition von Material- und Schichtdicke

Wie einleitend erwähnt, ist die Dicke von LDS-beschichteten Zylinderlaufflächen eine ihrer funktionsrelevanten Eigenschaften (vgl. Abschnitt 1.3). Üblicherweise wird die Schichtdicke als senkrechter Abstand von Oberfläche und Grundwerkstoff interpretiert. In der Praxis stößt diese Vorstellung an ihre Grenzen, sobald eine der Grenzflächen nicht glatt ist oder sie nicht planparallel zueinander liegen [162]. Auch bei LDS-Schichten lässt sich diese Definition nicht ohne Weiteres anwenden. Aufgrund der in Abschnitt 1.2 erläuterten Substrataktivierung weist die Grenzfläche zwischen Schicht- und Grundwerkstoff eine nicht zu vernachlässigende Rauheit auf, siehe Abbildung 4.1 (a). Wird der Grundwerkstoff mit HDWS aufgeraut, beträgt die Profiltiefe bis zu 50 µm, während bei NMRP bis zu 175 µm erreicht werden. Auch die Oberfläche der Beschichtung kann unterschiedliche Rauheiten aufweisen. Bei LDS-Schichten im spritzrauen Zustand liegt diese in derselben Größenordnung wie ihre Dicke und nimmt im Laufe der mechanischen Bearbeitung kontinuierlich ab. Im fertig bearbeiteten Zustand muss zwischen den höchsten Spitzen des Aufrauprofils und der Oberfläche ausreichend LDS-Schicht vorhanden sein, um die Motorfunktion nicht zu gefährden. Jedoch unterscheidet keines der eingangs genannten zerstörungsfreien Verfahren zwischen Material, das das Aufrauprofil ausfüllt, und solchem, das zum benetzenden Teil der Beschichtung gehört.



Abb. 4.1 (a) Schema eines Aufrauprofils zur Substrataktivierung, das sich durch Profiltiefe und Füllgrad charakterisiert. (b) Material- und Schichtdicke anhand eines Querschliffs durch eine LDS-Schicht mit HDWS-aufgerautem Grundwerkstoff.

Um ein messtechnisch zugängliches Maß zu finden, wird die mittlere, auf die Grundfläche einer Messposition normierte Materialdicke  $d_{Material}$  eingeführt:

$$d_{Material} = \frac{Materialvolumen}{Grundfläche}$$
(4.1)

Diese berechnet sich aus dem Materialvolumen auf der Grundfläche einer Messposition und entspricht somit der Höhe, die die Schicht einnimmt, wenn sie auf derselben Fläche ideal komprimiert würde. Unter Vernachlässigung des Hohlraumanteils ist sie deshalb äquivalent zum senkrechten Abstand zweier Ausgleichsflächen durch Aufrauprofil und Oberfläche, die als rot gestrichelte Linien in Abbildung 4.1 (b) eingezeichnet sind. Zur Absicherung einer Mindestschichtdicke oberhalb des Aufrauprofils ist dieses Maß jedoch nur bedingt geeignet. Die Schichtdicke d<sub>Schicht</sub> ist der geringstmögliche senkrechte Abstand zwischen Oberfläche und Grundwerkstoff, der mithilfe grün gestrichelter Linien in Abbildung 4.1 (b) kenntlich gemacht wird. Gängige Praxis ist, Messgeräte auf die Materialdicke zu justieren und den rauen Haftgrund mit einem Korrekturfaktor zu berücksichtigen:

$$d_{Schicht} = \frac{Materialvolumen}{Grundfläche} - Profiltiefe \cdot Füllgrad$$
(4.2)

Um eine Aussage über die Schichtdicke treffen zu können, müssen Profiltiefe und Füllgrad prozessindividuell ermittelt werden. Von diesen liegen i. d. R. nur Mittelwerte vor, die ein durchschnittliches Aufrauprofil widerspiegeln. Daher handelt es sich genau genommen nicht um eine minimale, sondern eine mittlere Schichtdicke oberhalb eines durchschnittlichen Aufrauprofils. Da die Substrataktivierung lokalen Schwankungen unterworfen sein kann, steigt durch die Annahme von repräsentativen Werten für Profiltiefe und Füllgrad die Unsicherheit bei der Schichtdickenmessung.

#### 4.1.2 Messung von Material- und Schichtdicke

Eine Beschichtungsdicke kann auf mechanische, gravimetrische, röntgenografische, optische, magnetische, fotothermische oder akustische Weise ermittelt werden [162–165]. Die Ansätze unterscheiden sich u. a. darin, ob ein Prüfling aufgrund der Messung zerstört wird oder nicht. Für fertigungsbegleitende Prüfungen sind zerstörungsfreie Verfahren erstrebenswert, da Bauteile, die die Spezifikation erfüllen, der Wertschöpfungskette nach der Prüfung wieder zugeführt werden können. Allerdings kann die Kalibrierung den Einsatz eines zerstörenden Referenzverfahrens erfordern. Zur Messung von Lack auf Metallen oder Kunststoffen sind zerstörungsfreie Messverfahren bekannt, die die unterschiedlichen elektrischen, thermischen oder magnetischen Eigenschaften von Substrat und Beschichtung ausnutzen [94, 126, 164]. Es gibt aber nur wenige Ansätze zur Bestimmung einer elektrisch leitenden, ferromagnetischen Beschichtung auf einem elektrisch leitenden, paramagnetischen Substrat.

Die Maßhaltigkeit eines ZKG wird stichprobenartig mithilfe taktiler Koordinatenmessgeräte überprüft. Hiermit ist auch eine Dickenbestimmung der LDS-Schicht möglich, indem vor und nach dem Beschichten (bzw. nach der mechanischen Bearbeitung) die Durchmesser der Zylinderbohrungen verglichen werden. Allerdings ist dieses Vorgehen sehr zeitaufwendig und dennoch wenig hilfreich. Es liefert nur einen mittleren Messwert pro Zylinderbohrung bzw. pro Messebene. In der Praxis hat sich gezeigt, dass dieser den lokalen Schwankungen der LDS-Schicht nicht gerecht wird. Daher ist die Messung mit Koordinatenmessgeräten zu ungenau, als dass daraus Maßnahmen zur Optimierung abgeleitet werden könnten.

Bei den ZKG mit eingegossener Zylinderlaufbuchse wird die rückseitige Anbindung mittels Ultraschall-Rückwandecho bewertet [166]. Der Einsatz dieser Methode zur Bestimmung der Materialdicke von LDS-Schichten ist erwägenswert. Kommt es zu einer Reflexion der Schallwellen an der Grenzfläche zwischen Schicht- und Grundwerkstoff, kann die mittlere Beschichtungsstärke aus der Laufzeit des Rückwandechos abgeschätzt werden. Allerdings wird die Ausbreitung von Schallwellen in LDS-Schichten durch die inneren Grenzflächen gestört (vgl. Abschnitt 1.3). Das nötige Ankoppelmedium würde die Ultraschallsensorik für einen fertigungsbegleitenden Einsatz außerdem weitgehend disqualifizieren.

Auf Seiten der zerstörenden Verfahren hat sich die lichtmikroskopische Messung an Quer-, Kalotten- oder Schrägschliffen etabliert [23]. Diese ist sehr vielfältig einsetzbar und führt zu Resultaten mit relativ hoher Strukturauflösung (vgl. Kapitel 2.1). Allerdings liefert sie auch nur örtlich sehr eingeschränkte Informationen und setzt eine aufwendige Präparation voraus, die einer hohen Benutzerstreuung unterworfen sein kann. Insbesondere im Hinblick auf das auswertbare Volumen stellen Mikrofokus- und Nanofokus-CT eine ernsthafte Alternative zur Metallografie dar (vgl. Kapitel 2.2). Es wird Gegenstand von Kapitel 4.2 sein, die Bestimmung der Materialdicke von LDS-Schichten mittels CT zu analysieren und deren Plausibilität mit der lichtmikroskopischen Messung am Querschliff zu überprüfen.

## 4.2 Bestimmung der Materialdicke mit CT

## 4.2.1 Experimentelles Vorgehen

Die Materialdicke (vgl. Gleichung 4.1) kann in CT-Daten auf Basis der Voxel berechnet werden, die aufgrund ihres Grauwerts zur Beschichtung gehören, siehe auch Abschnitt 3.1.3. Hierbei wird eine höhere Genauigkeit erzielt, wenn keine willkürliche Geometrie, sondern z. B. eine quadratische ROI mit bekannter Kantenlänge ausgewertet wird. Dividiert man das segmentierte Volumen innerhalb dieser ROI durch deren Grundfläche, so erhält man die mittlere Materialdicke. Ohne Kenntnis anderer Eigenschaften der Beschichtung ist dieses Maß magnetischer oder fotothermischer Sensorik nicht direkt zugänglich. Solche Verfahren werden deshalb auch als indirekte Messverfahren bezeichnet. Eine Möglichkeit, diese zu kalibrieren, ist der Abgleich mit einer röntgenografischen Messung. Dazu werden unterschiedlich dicke Schichten benötigt, die als Stützstellen einer Kalibrierkurve dienen und den gesamten, zu erwartenden Streubereich abdecken. Die Kalibrierproben müssen für den Beschichtungsprozess repräsentativ sein; sie müssen nur einmalig angefertigt werden und sowohl mit den indirekten Verfahren als auch mit der CT messbar sein. Es ist vom Prinzip her möglich, ein vollständiges ZKG zu tomografieren. Jedoch limitiert dessen Größe die Strukturauflösung (vgl. Abschnitt 2.2.1) und kann CT-Artefakte hervorrufen (vgl. Abschnitt 2.2.4). Deshalb werden Proben mit einer Grundfläche von  $20 \,\mathrm{mm} \times 20 \,\mathrm{mm}$  aus den ZKG herausgetrennt. Diese können sowohl mit Mikrofokus- wie auch Nanofokus-CT sinnvoll durchstrahlt werden und eignen sich zur Kalibrierung von magnetischer und fotothermischer Sensorik. In den CT-Daten werden die mittleren  $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$  ausgewertet (vgl. Referenz [163]).

Der rekonstruierte Volumendatensatz einer Kalibrierprobe besteht nur zu wenigen Prozent aus dem Stahl der LDS-Beschichtung und zum Großteil aus der Aluminiumlegierung des ZKG. In Abbildung 4.2 (a) ist exemplarisch ein CT-Volumen dargestellt, bei dem LDS-Schicht und Aluminiumlegierung ihren Absorptionskoeffizienten entsprechend eingefärbt sind. Der Volumendatensatz beinhaltet auch Luft, die die Röntgenstrahlung jedoch kaum



Abb. 4.2 (a) Räumliche Darstellung eines CT-Volumens einer Kalibrierprobe. Die LDS-Schicht erscheint hell, die Aluminiumlegierung dunkel und die Luft im Außenraum transparent. (b) Das Histogramm dieser CT-Daten weist drei Maxima für Luft, Aluminium und LDS-Schicht auf.

absorbiert und nicht sichtbar ist. Das Grauwert-Histogramm dieses Tomogramms befindet sich in Abbildung 4.2 (b) und weist drei charakteristische Maxima auf, jeweils eines bei etwa 300 für Luft, 13000 für Aluminium sowie 43000 für Stahl.

Diese charakteristischen Grauwerte können je nach Anlagenparametrierung und Ausrichtung der Probe variieren. Analog zu Abschnitt 3.2.1 wurden die experimentellen Parameter durch empirische Vorversuche optimiert und festgelegt. In Abbildung 4.3 sind drei exemplarische Probenorientierungen dargestellt. Zunächst wurden die Kalibrierproben schräg liegend tomografiert, wobei die LDS-Beschichtung nach oben zeigte, siehe Abbildung 4.3 (a). Dadurch ist die längste zu durchstrahlende Strecke für jede Projektion annähernd gleich lang. Diese Strecke ist unter den meisten Winkelpositionen außerdem kürzer als bei gerade liegender, gerade stehender oder schräg stehender Probenausrichtung. Des Weiteren liegen keine Ecken der Probe parallel zu den Detektorkanten, so dass einige der in Abschnitt 2.2.4 geschilderten CT-Artefakte vermieden werden. Im Gegensatz dazu variiert die längste zu durchstrahlende Strecke bei schräg stehender Probenausrichtung stärker; senkrecht zur LDS-beschichteten Oberfläche beträgt diese nur wenige Millimeter, asymptotisch dazu bis zu einige Zentimeter. Ein Verkippen des Prüflings sollte sich insofern positiv auf die CT-Daten auswirken, als dass Bereiche mit fehlender Bildinformation vermieden werden. Allerdings sinkt die maximal mögliche Vergrößerung im Vergleich zu z. B. gerade stehenden Proben. Bei gerade liegenden Kalibrierproben werden aufgrund der zuvor genannten Aspekte ausgeprägte CT-Artefakte erwartet. Die drei dazugehörigen Histogramme sind in Abbildung 4.4 dargestellt.

Die Volumendatensätze lassen sich nicht nur qualitativ, sondern anhand der Histogramme auch quantitativ bewerten. Dazu wurden in Abschnitt 2.2.3 Kontrast, Bildrauschen, SNR und CNR eingeführt. Diese sind für die drei Histogramme in Tabelle 4.1 zusammengefasst, wobei Kontrast und Bildrauschen (im Sinne von Halbwertsbreite des Grauwertmaximums)



Abb. 4.3 Drei exemplarische Ausrichtungen von Proben zur Messung der LDS-Materialdicke mittels Mikrofokus- oder Nanofokus-CT: (a) schräg liegend, (b) schräg stehend sowie (c) gerade liegend.



Ausrichtung	schräg	schräg	gerade
	stehend	liegend	liegend
Kontrast	30275	23109	22260
FWHM Alu	4410	4896	5119
FWHM	15628	14353	17616
SNR	2,77	2,49	$1,\!99$
CNR	1,94	1,61	1,26

**Tab. 4.1** Bewertung der Grauwertverteilungen in Abbildung 4.4 anhand von Kontrast, Rauschen, SNR und CNR.

**Abb. 4.4** Histogramme von CT-Daten der in Abbildung 4.3 gezeigten Probenorientierungen.

direkt aus den 16 bit-Daten abgelesen wurden. Dabei fällt auf, dass die Halbwertsbreite, die außer durch Bildrauschen auch von anderen CT-Artefakten beeinflusst wird, bei wechselnder Probenausrichtung weniger variiert als der Kontrast. Der Kontrast zwischen Schicht- und Grundwerkstoff wird bei den schräg stehenden Materialproben maximal; gleichzeitig ist die Halbwertsbreite des Grauwertmaximums von Stahl bei dieser Orientierung nicht wesentlich größer als in schräg liegender Ausrichtung. Die schräg stehenden Proben bieten somit die beste Durchstrahlbarkeit und nutzen den zur Verfügung stehenden Farbraum am besten aus. Im Vergleich mit den CT-Daten in Kapitel 3 fallen sowohl SNR als auch CNR auffallend niedrig aus; dies ist auf die größeren und stärker abschwächenden Proben zurückzuführen. Dass das CNR bei schräg stehenden Proben am größten ist, deckt sich mit dem qualitativen Eindruck, dass diese Ausrichtung nur geringe CT-Artefakte verursacht. In den CT-Daten der übrigen Orientierungen kommt es hingegen u. a. zur Strahlaufhärtung, die zu einer Verbreiterung und Verzerrung der Grauwertmaxima führt, siehe Abbildung 4.4. Hierdurch wird das bei einer Oberflächenbestimmung segmentierte Volumen verfälscht. Bei den schräg liegenden Kalibrierproben kommt es zur Untersegmentierung, so dass die Materialdicke der LDS-Schicht überschätzt wird. Die CT-Daten gerade liegender Proben neigen dagegen zur Übersegmentierung; die LDS-Materialdicke wird unterschätzt. Die folgenden CT-Messungen werden deshalb mit schräg stehenden Kalibrierproben durchgeführt.

Unabhängig davon wirken sich auch die Verarbeitung und Segmentierung der Daten auf metrologische Resultate aus. Um deren Einfluss auf die Bestimmung der LDS-Materialdicke abzuschätzen, wurde der Volumendatensatz einer schräg stehenden Kalibrierprobe in VG STUDIO MAX importiert. Die Oberflächenbestimmung erfolgte sowohl rein schwellenwertbasiert, dargestellt in Abbildung 4.5 (a), als auch lokal-adaptiv mit erweitertem Modus, siehe Abbildung 4.5 (b). Der Schwellenwert wurde jeweils in 5%-Schritten zwischen den charakteristischen Grauwertmaxima von Aluminium und Stahl verschoben, wobei 0% dem Grauwertmaximum von Aluminium und 100% dem von Stahl entspricht. Die jeweiligen LDS-Materialdicken sind in den Abbildungen 4.5 (a) und (b) als rote Rauten dargestellt.



Abb. 4.5 Die in CT-Daten einer schräg stehenden Kalibrierprobe bestimmte LDS-Materialdicke bei (a) schwellenwertbasierter Oberflächenbestimmung und (b) erweitertem Modus.

Sowohl mit als auch ohne erweiterten Modus wird das segmentierte Volumen und damit die bestimmte LDS-Materialdicke umso kleiner, je höher die Grauwertschwelle. Der sich daraus ergebende Kurvenverlauf ähnelt in beiden Fällen einem Polynom dritten Grades, dessen Wendepunkt bei einem Schwellenwert von etwa 50% liegt. Hier beträgt die Materialdicke 167,8 µm mit und 169,8 µm ohne erweiterten Modus. Zwischen 30% und 70% existiert in beiden Verläufen ein annähernd linearer Bereich, der bei adaptiver Schwellenwertfindung eine niedrigere Steigung aufweist. Aufgrunddessen besitzt der erweiterte Modus eine niedrigere Empfindlichkeit auf falsche Schwellenwerte. Eine Variation der Grauwertschwelle um  $\pm 10\%$  führt zu einer Schwankung der Materialdicke um  $\pm 1,3$  µm im erweiterten und  $\pm 7,8$  µm im normalen Modus. Das nicht-lineare Verhalten bei Schwellenwerten unter 30% bzw. über 70% ist auf die zunehmende Unter- bzw. Übersegmentierung zurückzuführen.

Zur Abschätzung der Wiederholpräzision wurde dieses Vorgehen mit fünf unterschiedlichen CT-Volumina derselben Materialprobe repliziert. Diese wurde mit der identischen Anlagenparametrierung fünf Mal tomografiert. In den Abbildungen 4.5 (a) und (b) ist die daraus resultierende Standardabweichung der LDS-Materialdicke durch grüne Quadrate markiert. Sowohl bei rein schwellenwertbasierter als auch bei lokal-adaptiver Oberflächenbestimmung weist diese ein Minimum um 50% auf; in beiden Fällen beträgt sie hier  $0,1 \,\mu$ m. Dabei fällt auf, dass die Standardabweichung bei Verwendung des erweiterten Modus zwischen 35% und 65% auf einem niedrigen Niveau verläuft. Eine geringe Streuung steht dabei synonym für eine robuste Trennung von Schicht- und Grundwerkstoff. Dies ist in beiden Fällen am besten bei einem Schwellenwert von 50% möglich, d. h. mittig zwischen den charakteristischen Grauwertmaxima von Aluminium und Stahl, siehe Abbildung 4.2 (b). Da die lokal-adaptive Oberflächenbestimmung insgesamt robuster erscheint, wird im Folgenden von einer rein schwellenwertbasierten Segmentierung abgesehen.

## 4.2.2 Plausibilitätsabgleich

Um verschiedene Vorgehensweisen bei der Messung der LDS-Materialdicke zu vergleichen, wurden 25 Materialproben mit unterschiedlichen Diagnostiken untersucht. Diese stammten aus einem ZKG mit HDWS-Aufrauprofil und glättgehonter Oberfläche. Um einen möglichst großen Bereich unterschiedlich dicker LDS-Schichten untersuchen zu können, wurden die Werkzeugmaschinen bei der mechanischen Bearbeitung mit jeder Zylinderbohrung um 25 µm mehr entlang des ZKG verschoben. Aufgrund des ungleichmäßigen Abtrags entstanden auf der einen Seite dicke und auf der anderen dünne LDS-Zylinderlaufflächen. Daraus wurden 25 verschiedene Messpositionen ausgewählt und aus dem ZKG herausgetrennt. Deren LDS-Materialdicke wurde mit Mikrofokus- und Nanofokus-CT gemäß Abschnitt 4.2.1 bestimmt; die Anlagenparameter befinden sich in Tabelle 4.2.

	Mikrofokus-CT	Nanofokus-CT
Spannung	$225  \mathrm{kV}$	$160\mathrm{kV}$
Röhrenstrom	$110\mu\mathrm{A}$	120 µA
Vorfilterung	1,5 mm Cu + 1,0 mm Al	$1,0 \mathrm{mm} \mathrm{Cu} + 0,1 \mathrm{mm} \mathrm{Al}$
Integrationszeit	$1000\mathrm{ms}$	$750\mathrm{ms}$
Mittelung	1 Projektion	3 Projektionen
Auslassung	0 Projektionen	1 Projektion
Winkelschritte	2070	1250
FOD	$102,8\mathrm{mm}$	$40,0\mathrm{mm}$
FDD	$1250,0\mathrm{mm}$	$400,0\mathrm{mm}$
Voxelgröße	$16\mu{ m m}$	$10\mu{ m m}$
Fokus	$10\mu{ m m}$	$< 3\mu{ m m}$
Gesamtzeit	00:34:35 Stunden	01:02:30 Stunden

**Tab. 4.2** Anlagenparameter von Mikrofokus- und Nanofokus-CT bei der Bestimmung der LDS-Materialdicke von 25 Materialproben zur Plausibilitätprüfung verschiedener Verfahren.

Im Anschluss daran wurden die Proben mit einer Diamantscheibe in der Mitte getrennt, mit der jeweiligen Schnittfläche nach oben eingebettet und poliert. Auf diese Weise konnte die



Abb. 4.6 (a) Mikrofokus- und Nanofokus-CT weisen bei der Bestimmung der LDS-Materialdicke einen linearen Zusammenhang mit einer Streuung von  $\pm 1,7\mu$ m auf. (b) Die mikroskopische Messung von zwei Hälften derselben Proben führt zu einer Streuung von  $\pm 17,6\mu$ m. (c) Nanofokus-CT und Querschliff sind proportional zueinander und weisen eine ähnlich hohe Streuung auf.

LDS-Materialdicke dieser Proben auch mit dem mikroskopischen Verfahren am Querschliff bestimmt werden [23]. Dabei kam ein LEICA DM6 M mit 10-fach Objektiv (entspricht 100facher Okularvergrößerung) zum Einsatz, mit dem von der gesamten Schnittfläche Bilder aufgezeichnet wurden. Deren Strukturauflösung wurde durch die numerische Apertur des Objektivs auf etwa 1,9  $\mu$ m/px begrenzt. Aufnahme und Auswertung der Bilddaten erfolgten mit IMAGIC IMAGE MANAGEMENT SYSTEM v17. Im Hinblick auf deren Reproduzierbarkeit wurden im Rahmen dieser Untersuchung einige Einflussgrößen berücksichtigt, z. B. wurde die metallografische Präparation von einer Person während eines Tages durchgeführt. Da zudem alle Messungen mit demselben Mikroskop erfolgten, wurden auch Einflüsse aufgrund unterschiedlicher Messsysteme vermieden. Die Belichtungsparameter oder die Bildqualität wurden zwar nicht ausdrücklich spezifiziert, in diesem Kontext allerdings auch nicht als relevant eingeschätzt, weil sowohl die Kontrastauflösung als auch die Abbildungsqualität den CT-Daten subjektiv überlegen waren.

Die mit der CT gemessenen LDS-Materialdicken sind in Abbildung 4.6 (a) dargestellt. Die Werte beider Anlagen weisen einen linearen Zusammenhang und eine mittlere Differenz von 4,0 µm auf, wobei die Nanofokus-CT die niedrigeren Materialdicken festgestellt hat. Aus der Verteilung der Differenzen kann die Wiederholpräzision abgeschätzt werden; der  $\pm 3\sigma$ -Streubereich umfasst  $\pm 1.7\mu$ m. Auch die LDS-Materialdicken aus den mikroskopischen Messungen liegen mit Blick auf Abbildung 4.6 (b) entlang einer Geraden. Die Differenz beider Messungen beträgt im Mittel 0,9 µm. Jedoch weisen die mikroskopischen Messungen mit einem  $\pm 3\sigma$ -Intervall von  $\pm 17,6\mu$ m eine höhere Streuung als die CT auf, die deutlich über den üblichen Erfahrungswerten liegt [163]. Ein mögliche Ursache hierfür ist, dass die örtlich veränderliche Beschaffenheit von LDS-Schicht und Aufrauprofil durch ein Mikroskop wesentlich stärker hervorgehoben wird als durch eine CT. Daher eignet sich das Verfahren u. a. sehr gut zum Nachweis filigraner Merkmalsschwankungen, ist aber auch sensibler für kleinere Änderungen der LDS-Materialdicke als die Nanofokus-CT. Dabei dürfte sich die digitale Messwertaufnahme auf Basis hochaufgelöster Mikroskopaufnahmen grundsätzlich positiv auf die Präzision und Genauigkeit von Messdaten auswirken. Andererseits sinkt mit zunehmender Vergrößerung die statistische Signifikanz, d. h. je höher die Vergrößerung wird, desto lokaler eingeschränkt ist die Aussagekraft. In diesem Fall ist die Streuung deshalb nur zu einem kleinen Teil auf die Wiederhol- und Vergleichspräzision des Messsystems und hauptsächlich auf die lokale Varianz des Merkmals zurückzuführen. Ein Messsystem kann sich demnach trotz akzeptabler Wiederhol- und Vergleichspräzision für eine Prüfaufgabe disqualifizieren. Mit Blick auf Abbildung 4.6 (c) weisen das mikroskopische Verfahren und die Nanofokus-CT dennoch einen linearen Zusammenhang mit einer mittleren Differenz von  $1,8\,\mu\mathrm{m}$  auf, wobei die Streuung der Einzelwerte durch die der mikroskopischen Messung dominiert wird. Eine Prozessüberwachung oder -optimierung auf Basis des mikroskopischen Verfahrens wäre deshalb nicht nur aufwändig, sondern aufgrund der lokal schwankenden LDS-Materialdicke auch sehr fehleranfällig. Außerdem verfügen zerstörungsfreie Verfahren i. d. R. nicht über ein vergleichbares Auflösungsvermögen, sondern integrieren das Messsignal über ein gewisses Volumen. Dieses ist im besten Fall so klein, dass das Messsignal einen sicheren Rückschluss auf funktions- oder prozessrelevante Veränderungen eines Merkmals zulässt, aber auch nicht kleiner. Daher wird erwartet, dass sich die CT trotz geringerer Strukturauflösung besser zur Kalibrierung von magnetischer oder fotothermischer Sensorik eignet als das mikroskopische Verfahren am Querschliff [167].

#### 4.2.3 Stabilität bei optimierten Parametern

Die Stabilität bei der Bestimmung der Materialdicke mittels Nanofokus-CT wurde anhand einer LDS-beschichteten Materialprobe überprüft. Diese wies ein HDWS-Aufrauprofil und eine glättgehonte Oberfläche auf und war  $8 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$  groß. Diese Probengröße ermöglichte eine 25-fache Vergrößerung (vgl. Abschnitt 3.2.1). Die Probe wurde schräg stehend unter



Parameter	Wert
Spannung	$160\mathrm{kV}$
Röhrenstrom	100 µA
Vorfilterung	$1,0\mathrm{mm}\mathrm{Cu}$
	+ 0,1 mm Al
Integrationszeit	$1250\mathrm{ms}$
Mittelung	3 Projektionen
Auslassung	1 Projektion
Sensitivität	4,0
Winkel	1800
FOD	$12,0\mathrm{mm}$
FDD	$300,0\mathrm{mm}$
Voxelgröße	$4,0\mu\mathrm{m}$
Gesamtzeit	02:34:59 Stunden

Abb. 4.7 LDS-Materialdicke derselben Probe Tab. 4.3 Anlagenparameter bei der Prüfung der Intervall beträgt  $\pm 2,2\mu m$ .

über einen Zeitraum von drei Jahren; das  $\pm 3\sigma$ - Stabilität der Nanofokus-CT, vgl. Abbildung 4.7.

einem Winkel von 10° zur Rotationsachse tomografiert, um CT-Artefakte aufgrund fehlender Bildinformation zu reduzieren (vgl. Abschnitt 2.2.4). Dieses Vorgehen wurde mit derselben Anlagenparametrierung über einen Zeitraum von 3 Jahren mehrfach wiederholt.

Die Messwerte sind in Abbildung 4.7 über der Zeit aufgetragen, wobei Tag 0 auf den Tag der Inbetriebnahme datiert. Zu Beginn wurde die Probe aufgrund von Parameterstudien relativ häufig tomografiert. Es handelt sich um dieselbe Probe, die in Abschnitt 3.2.1 verwendet wurde, um die Anlagenparameter zu optimieren, siehe Tabelle 4.3. Die Bandbreite aller Messwerte aus dem ersten Jahr beträgt 1.1 µm. Seitdem erfolgten regelmäßige Messungen zur Messgeräteüberwachung, wobei die Varianz der Einzelwerte nach dem ersten Jahr mit Blick auf Abbildung 4.7 zuzunehmen scheint. Jedoch ist die Stichprobengröße zu klein, als dass dies sicher von einem zufälligen Ergebnis unterschieden werden könnte. Die Messwerte weisen keinen signifikanten Trend auf, sondern streuen um einen Mittelwert von 138,0 µm. Der  $\pm 3\sigma$ -Streubereich aller Einzelwerte beläuft sich auf  $\pm 2,2\,\mu m$  und spiegelt u. a. den Einfluss alternder Komponenten wider, weil alle Parameter bei Aufnahme, Rekonstruktion und Auswertung konstant gehalten wurden. Im beobachteten Zeitraum wurden außerdem mehrere Filamente in der Röntgenröhre verwendet. Seit Beginn des zweiten Jahres nach Inbetriebnahme wurde zudem eine halbjährliche Wartung durchgeführt, bei der u. a. die Röntgenröhre gereinigt, der Brennfleck justiert und die Defektpixel aktualisiert wurden. Auch Schwankungen in der Raumtemperatur und -feuchte sowie alle in Abbildung 2.6 genannten Faktoren können die Langzeit-Stabilität beeinflussen.

Im Verlauf dieses Kapitels konnte gezeigt werden, dass sich sowohl Mikrofokus- als auch Nanofokus-CT dazu eignen, die Materialdicke von LDS-Zylinderlaufflächen zu bestimmen. Dabei ist eine eindeutige Definition der Begriffe Material- und Schichtdicke unabdingbar (vgl. Abschnitt 4.1.1). Die CT bietet zahlreiche Variablen, die sich auf die Ergebnisqualität auswirken können. Nach einer Optimierung der relevanten Parameter handelt es sich bei der CT um ein plausibles, präzises und stabiles Messverfahren. Die Messungen sind i. d. F. mit

bis zu zweieinhalb Stunden Messzeit vergleichsweise aufwändig. Daher sollte ein schnelleres, zerstörungsfreies Messverfahren qualifiziert werden, das mithilfe von CT-Daten abgeglichen werden kann. Abschnitt 4.3 dokumentiert die Ergebnisse mit magnetischer und Abschnitt 4.4 die Ergebnisse mit fotothermischer Sensorik.

# 4.3 Magnetische Messverfahren

#### 4.3.1 Absolutes und normiertes Sensorsignal

Ein Ziel dieses Kapitels ist es, die Eignung der in Abschnitt 2.3.3 eingeführten magnetischen Sondentypen zur Messung der Materialdicke mittels LDS hergestellter Zylinderlaufflächen zu untersuchen. Im Hinblick auf deren Produktionsprozess stellen spritzraue, feingedrehte und glättgehonte LDS-Schichten drei Oberflächenzustände dar, für die die Schichtdickenmessung von Relevanz ist. In jedem dieser Zustände wurde ein vierzylindriges ZKG gefertigt, dessen Zylinderlaufflächen den zu erwartenden Streubereich abdecken (vgl. Abschnitt 4.2.1). Um unterschiedlich dicke spritzraue LDS-Schichten zu erzeugen, wurden vier Zylinderbohrungen mit unterschiedlicher Vorschubgeschwindigkeit beschichtet. Sind alle übrigen Prozessgrößen konstant, korreliert die Schnelligkeit der Beschichtungslanze mit der Menge an deponiertem Beschichtungswerkstoff. Daher sollte die Materialdicke i. d. F. vier Niveaus aufweisen. Zur Herstellung von unterschiedlich dicken LDS-Zylinderlaufflächen im feingedrehten und glättgehonten Zustand wurde die mechanische Bearbeitung mit jeder Zylinderbohrung um  $25 \,\mu m$ mehr entlang des ZKG verschoben (vgl. Abschnitt 4.2.2). Da dann das Rotationszentrum der Bearbeitungswerkzeuge nicht mehr mit der Mittelachse der Zylinderbohrung identisch ist, wird dieses Vorgehen als Deaxialisierung bezeichnet. Der ungleichmäßige Abtrag bewirkt, dass auf der einen Seite dicke und auf der anderen Seite dünne LDS-Zylinderlaufflächen entstehen. Anschließend wurde jede Zylinderbohrung an je acht Winkelpositionen (alle  $45^{\circ}$ ) gemessen, die in Abbildung 4.8 anhand eines glättgeohnten ZKG skizziert sind.



Abb. 4.8 Foto eines fertig bearbeiteten ZKG, in dem acht verschiedene Winkelpositionen in einer Zylinderbohrung rot markiert sind. Die magnetische Sensorik wurde an vierzylindrigen ZKG an insgesamt 32 Messpositionen erprobt (vier Zylinderbohrungen à acht Winkelpositionen).



Abb. 4.9 Vergleich der magnetischen Sonden ENW3 (links), EGABW1.3 (mittig) und EKB4-NI (rechts) auf spritzrauen (oben), feingedrehten (mittig) und glättgehonten (unten) LDS-Schichten. Für einen Eindruck von der Reproduzierbarkeit wurde das absolute Sensorsignal derselben Messpositionen an drei unterschiedlichen Tagen (rot, grün und blau) aufgezeichnet.

Die mit der magnetischen Sensorik gewonnenen Messwerte sind in Abbildung 4.9 zu finden, wobei in jeder Spalte eine andere Sonde und in jeder Zeile ein anderer Oberflächenzustand dargestellt ist. Die 32 Messpositionen (vier Zylinderbohrungen à acht Winkelpositionen) sind für die drei Sonden identisch und auf der Abzisse aufgetragen. Dabei entsprechen die ersten acht Messpositionen der ersten Zylinderbohrung, die zweiten acht der zweiten und so weiter. Die Messungen wurden an drei unterschiedlichen Tagen wiederholt, um einen Eindruck über die Reproduzierbarkeit zu erhalten. Daher sind je ein roter, grüner und blauer Kurvenverlauf dargestellt. Auf der Ordinate ist das absolute Sensorsignal aufgetragen, das bei permanentmagnetischen Sonden die Hall-Spannung und bei magnetinduktiven Sonden die Sekundärspannung widerspiegelt. Diese Ergebnisse entstanden z. T. im Rahmen einer betreuten Abschlussarbeit [167].

Die LDS-Materialdicke der 32 Messpositionen ist zunächst unbekannt, weil es sich bei der magnetischen Sensorik um ein indirektes Messverfahren handelt, das der Kalibrierung bedarf

(vgl. Abschnitt 4.2.1). Man erkennt jedoch anhand der absoluten Sensorsignale bereits auf qualitativer Basis, dass sich keine der drei Sonden für eine Messung im spritzrauen Zustand eignet. Obgleich die vier Zylinderbohrungen mit unterschiedlicher Vorschubgeschwindigkeit beschichtet wurden und eine dementsprechende Variation der LDS-Materialdicke aufweisen sollten, lässt das Sensorsignal keiner Sonde vier Niveaus erkennen. Einzig die EKB4-NI weist eine relativ große Bandbreite von Messsignalen auf, aus der man erahnt, dass sich z. B. in Zylinderbohrung 1 mehr Beschichtungswerkstoff befindet als in Zylinderbohrung 2. Jedoch ist die Tagesstreuung sowohl dieser als auch der übrigen zwei Sonden für eine eindeutige Unterscheidbarkeit zu groß. Diese Streuung über verschiedene Tage stützt die Vermutung, dass die Sensorsignale im spritzrauen Zustand u. a. von der Oberflächenrauheit signifikant verfälscht werden und somit keine Messung der LDS-Materialdicke zulassen.

Im feingedrehten Zustand weisen die Messwerte der EKB4-NI reproduzierbare Schwankungen auf, die im Mittel über die vier Zylinderbohrungen ansteigen. Zudem zeigt sich anhand der unkalibrierten Zahlenwerte, dass es auch innerhalb der Zylinderbohrungen örtliche Minima und Maxima der LDS-Materialdicke gibt. Diese sind das Resultat der anfangs erwähnten Deaxialisierung der Bearbeitungswerkzeuge. Bei Messpositionen mit einem hohen Messsignal beobachtet man eine größere Streuung als bei solchen mit niedrigem Absolutwert. Dies tritt auch bei der Sonde EGABW1.3 auf. Die Sensorsignale der EGABW1.3 sind bei den ersten 20 Positionen auch an verschiedenen Tagen ungefähr gleich groß; bei größeren Absolutwerten ist dagegen kein reproduzierbares Messsignal mehr feststellbar. Im direkten Vergleich mit der Sonde EKB4-NI verfügt die EGABW1.3 über einen niedrigeren Dynamikumfang. Dazu wurden die Ordinaten mit derselben Skalierung versehen. Die Sonde ENW3 weist bei allen Messpositionen eine hohe Streuung mit z. T. deutlichen Ausreißern auf. Selbst die Positionen, die die magnetinduktiven Sonden reproduzierbar unterschiedlich gemessen haben, wurden von der ENW3 nicht als unterschiedlich wahrgenommen.

Bei der Messung glättgehonter LDS-Schichten zeigen alle Sonden in ihrer jeweiligen Spalte den größten Dynamikumfang und die höchste Reproduzierbarkeit. Das absolute Sensorsignal der Sonde EKB4-NI weist reproduzierbar die Minima und Maxima in jeder Zylinderbohrung sowie den mittleren Anstieg über alle Zylinderbohrungen aus. Beim direkten Vergleich der Minima und Maxima fällt erneut auf, dass hohe Absolutwerte eine größere Tagesstreuung haben. Das Resultat der Sonde EGABW1.3 ist, abgesehen vom reduzierten Dynamikumfang, fast deckungsgleich mit dem der EKB4-NI. Bei den beiden magnetinduktiven Sonden tritt das niedrigste Sensorsignal bei Messposition 3 und das höchste bei Messposition 30 auf. Im glättgehonten Zustand korreliert auch das Sensorsignal der Sonde ENW3 mit der sinusartigen Schwankung der LDS-Materialdicke. Jedoch ist der Dynamikumfang der Messwerte geringer als bei den magnetinduktiven Sonden und weist außerdem eine höhere Tagesstreuung als diese auf. Der mittlere Anstieg der LDS-Materialdicke über alle Zylinderbohrungen ist aus den Messdaten der ENW3 nicht ersichtlich.

Zusätzlich zur Beurteilung auf rein qualitativer Basis können der Dynamikumfang und die Tagesstreuung auch quantitativ in Bezug zueinander gesetzt werden. Als Dynamikumfang  $\Delta$  wurde in diesem Zusammenhang die maximale Spreizung der Messwerte aufgefasst, wobei man anhand der bisherigen Beobachtungen schließen kann, dass diese nicht in jedem Fall mit realen Merkmalsunterschieden korreliert. Die mittlere Streuung einzelner Messpositionen

über verschiedene Tage wird mit  $\sigma_d$  bezeichnet. Deren Quotient ist ein Maß für das CNR. Alle drei Größen sind in Tabelle 4.4 zusammengefasst. Grundlage dieser Werte ist nach wie vor das unkalibrierte und dimensionslose Sensorsignal. Die Zahlenwerte bestätigen die zuvor geäußerten Beobachtungen. Im feingedrehten Zustand zeigt nur die EKB4-NI ein deutlich zweistelliges CNR, bei glättgehonten LDS-Schichten erreicht auch die EGABW1.3 ähnlich hohe Werte. Dagegen bleibt das CNR der ENW3 in jedem Oberflächenzustand einstellig. Auf Basis dieser Erkenntnisse wird für die folgenden Messungen der LDS-Materialdicke sowohl im feingedrehten wie auch glättgehonten Zustand die Sonde EKB4-NI verwendet. Zur Messung im spritzrauen Zustand eignet sich keine der hier untersuchten Sonden.

	ENW3		EGABW1.3			ekb4-ni			
	$\Delta$	$\sigma_{\mathrm{d}}$	CNR	$\Delta$	$\sigma_{ m d}$	CNR	$\Delta$	$\sigma_{ m d}$	CNR
spritzrau	1132,0	159,5	7	2129,1	400,7	5	3274,1	460,6	7
feingedreht	1081,2	$175,\!5$	6	1588,0	$125,\!4$	12	$2592,\!9$	59,4	44
glättgehont	$375,\! 6$	$45,\!5$	8	1510,3	48,4	31	$2722,\!6$	73,2	37

**Tab. 4.4** Dynamikumfang  $\Delta$ , Tagesstreuung  $\sigma_d$  und CNR der Sonden ENW3, EGABW1.3 und EKB4-NI bei der Messung spritzrauer, feingedrehter und glättgehonter LDS-Schichten.

Da es sich bei dem bisher betrachteten, absoluten Sensorsignal um das Ausgangssignal des Analog-Digital-Wandlers handelt, ist eine quantitative Bewertung grundsätzlich schwierig. Daher ist es für das weitere Vorgehen sinnvoll, das Sensorsignal zu normieren. Dies dient u. a. dazu, Tageseinflüsse z. B. aufgrund von Temperaturschwankungen zu reduzieren. Außer dem absoluten Sensorsignal X, das bisher betrachtet wurde, benötigt man hierzu das Signal des Grundwerkstoffs  $X_0$  sowie das einer Sättigungsprobe  $X_s$ . Daraus berechnet sich das normierte Sensorsignal  $X_n$  wie folgt:

$$X_n = \frac{X - X_0}{X_s - X_0}$$
(4.3)

Der Grundwerkstoff LDS-beschichteter Zylinderlaufflächen ist eine Aluminiumlegierung (vgl. Kapitel 1). Diese ist paramagnetisch und leistet bei Einsatz magnetischer Messtechnik daher keinen messbaren Beitrag zum Sensorsignal. Als Sättigungsprobe kommt eine LDS-Schicht mit 5 mm Dicke zum Einsatz, die das magnetische Joch der EKB4-NI vollständig schließt.  $X_0$  und  $X_s$  begrenzen demnach den maximal möglichen Dynamikumfang der Sonde und ein Sensorsignal nahe  $X_0$  führt daher zu einem normierten Sensorsignal nahe 0, wohingegen ein Sensorsignal nahe  $X_s$  ein normiertes Sensorsignal nahe 1 hervorruft. In Abbildung 4.10 (a) sind die absoluten, in Abbildung 4.10 (b) die normierten Sensorsignale der EKB4-NI bei Messung glättgehonter LDS-Schichten dargestellt. Erneut wurde die Messung an drei Tagen wiederholt, verdeutlicht durch drei unterschiedlich gefärbte Kurvenverläufe.

Die Normierung des Messsignals hat nur einen geringen Einfluss auf die Unterscheidbarkeit verschiedener Messpositionen. Die Kurvenverläufe bleiben trotz Normierung weitestgehend erhalten. An Messpositionen mit einem hohen Absolutwert, wie z. B. Messposition 30, führt die Normierung jedoch dazu, dass die Werte von unterschiedlichen Tagen eine niedrigere Streuung aufweisen. Der Grund hierfür ist, dass auch  $X_0$  und  $X_s$  tagesindividuell gemessen wurden und so die Tagesstreuung z. B. aufgrund von Temperaturschwankungen ausgleichen



Abb. 4.10 Vergleich des (a) absoluten und (b) normierten Sensorsignals der Sonde EKB4-NI bei der LDS-Schichtdickenmessung auf einer glättgehonten Oberfläche.

konnten. Hierbei wurde beobachtet, dass die Streuung von  $X_0$  bedeutend niedriger ausfällt als die von  $X_s$ . Deshalb wirkt sich die Normierung am oberen Ende des Dynamikumfangs stärker auf die Messwerte aus. Bei der Messung glättgehonter LDS-Schichten erreichten die absoluten Sensorsignale der EKB4-NI ein CNR von 37, siehe Tabelle 4.4. Dieselben Werte weisen aufgrund der in Gleichung 4.3 gezeigten Normierung ein CNR von 46 auf. Daher werden im Folgenden ausschließlich normierte Sensorsignale betrachtet.

# 4.3.2 Wiederholpräzision

Alle bisherigen Messungen mittels magnetischer Sonden wurden von einem sorgfältigen und geschulten Bediener von Hand durchgeführt. Insbesondere die EKB4-NI birgt bauartbedingt die Gefahr, dass beide Enden des magnetischen Jochs ungleichmäßig oder verkippt auf die zu messende Oberfläche aufgesetzt werden. Darüber hinaus kann die LDS-Schichtdicke nicht nur in Kalibrierteilen, sondern auch in zu überwachenden Serienteilen lokal streuen. Dies macht ein geführtes und reproduzierbares Aufsetzen der Sonde unabdingbar. Aus diesem Grund wurde ebenfalls im Rahmen einer betreuten Abschlussarbeit eine mechanische Aufsetzvorrichtung konstruiert und gefertigt, die in Abbildung 4.11 dargestellt ist [167]. Diese wird auf ein LDS-beschichtetes ZKG aufgesetzt und zentriert sich anhand der Bohrungen für die Zylinderkopfverschraubung. Um im Sinne der Bauteilgeometrie flexibel auf die Abstände dieser Bohrungen reagieren zu können, wurden wechselbare Adapterplatten entworfen, die in Abbildung 4.11 ockerfarben dargestellt sind. Außerdem ermöglicht die Aufsetzvorrichtung die Bestimmung der Beschichtungsdicke in sechs Ebenen im Abstand von 25 mm, von denen die oberste 10 mm unterhalb der Zylinderkopftrennfläche liegt. Wird die Sonde noch näher am oberen Ende der Zylinderlauffläche aufgesetzt, können Randeffekte auftreten. Darüber hinaus kann die Aufsetzvorrichtung in 16 Winkelpositionen (alle  $22,5^{\circ}$ ) arretiert werden und



Abb. 4.11 (a) Räumliche Darstellung der Aufsetzmechanik für ein geführtes Aufsetzen der EKB4-NI. Diese Vorrichtung ermöglicht die Messung in sechs Ebenen und 16 Winkelpositionen. (b) Querschnitt durch die Mechanik, an derem unteren Ende der federnd gelagerte Sensor zu sehen ist.

erlaubt deshalb eine Aussage darüber, wie die LDS-Materialdicke über den Umfang streut. Durch Betätigung des Hebels wird ein Schlitten in Richtung der Zylinderlauffläche bewegt. Dieser trägt den Sondenhalter, in dem die magnetinduktive Sonde EKB4-NI federnd gelagert ist. Die Sonde wird seitlich von zwei Passstiften gehalten, so dass sie sich bei Kontakt mit der Zylinderlauffläche entlang dieser Achse ausrichtet. Dadurch ist der gleichmäßige Kontakt zwischen den zwei Sondenpolen und der Beschichtung sichergestellt. Nachdem die Messung erfolgt ist, werden Hebel und Sonde mithilfe einer Rückstellfeder wieder in die Ruheposition zurückversetzt. Da in der Umgebung der magnetinduktiven Sensorik kein ferromagnetisches Material zum Einsatz kommen sollte, wurde die Vorrichtung größtenteils aus Aluminium und Kunststoff gefertigt.

Um die Wiederholpräzision mit der Aufsetzvorrichtung zu beurteilen, wurden Messungen damit durchgeführt, deren Umfang einer MSA nach Verfahren 1 entspricht. Diese dienen im Nachgang auch dazu, die magnetischen und fotothermischen Schichtdickenmessungen miteinander zu vergleichen. Um beide Verfahren mit der CT zu kalibrieren, wurden acht Proben gemäß Abschnitt 4.2.1 aus LDS-beschichteten Zylinderbohrungen präpariert. Hierbei ist insbesondere die Prüfbarkeit von LDS-Schichten mit feingedrehter Oberfläche von großem Interesse. Wie man bereits in Abschnitt 4.3.1 gesehen hat, sind nach dem Feindrehen (u. a. aufgrund von Maschinenversatz bzw. Deaxialisierung) Schichtdickenschwankungen möglich. Um diese möglichst früh in der Wertschöpfungskette erkennen zu können, ist eine Messung nach diesem Bearbeitungsschritt erstrebenswert. Die Materialdicke der acht feindgedrehten Kalibrierproben wurde mit der CT bestimmt und reichte von 156 µm bis 265 µm. Zunächst



Abb. 4.12 Wiederholpräzision aus 30 Messungen einer LDS-Schicht mit 156  $\mu$ m Materialdicke bei (a) händischer und (b) geführter Messung. Das  $\pm 3\sigma$ -Intervall sinkt durch die Aufsetzvorrichtung von  $\pm 8.7 \,\mu$ m auf  $\pm 0.9 \,\mu$ m. Der  $\pm 3\sigma$ -Streubereich steigt bei Messung von LDS-Schichten mit (c) 207  $\mu$ m auf  $\pm 1.1 \,\mu$ m und (d) 265  $\mu$ m auf  $\pm 2.2 \,\mu$ m.

wurde die Kalibrierprobe mit 156 µm Materialdicke gemessen, um die Wiederholpräzision mit und ohne Aufsetzvorrichtung zu vergleichen. Dazu sind in den Abbildungen 4.12 (a) und (b) jeweils 30 Wiederholmessungen bei händischem Aufsetzen sowie bei Verwendung der Aufsetzvorrichtung dargestellt. Die Einzelwerte sind als rote Rauten und ihr Mittelwert und  $\pm 3\sigma$ -Intervall als rote Linien eingezeichnet. Dabei wurde das normierte Sensorsignal mithilfe einer Kennlinie in die aus der CT bekannte Materialdicke umgerechnet.

Während der  $\pm 3\sigma$ -Streubereich der händischen Messung  $\pm 8,7 \,\mu\text{m}$  umfasst, beträgt er bei der geführten Messung lediglich  $\pm 0,9 \,\mu\text{m}$ . Insbesondere in kleinen Zylinderbohrungen oder

tieferliegenden Messebenen ist die Unsicherheit der händischen Messung noch höher, weil diese schwieriger manuell zu erreichen sind. Außerdem sinkt durch die Vorrichtung nicht nur die Streuung; gleichzeitig wird die Messwertaufnahme erleichtert und die Prüfzeit verkürzt. Alle folgenden Messungen werden daher mit der Aufsetzvorrichtung durchgeführt. In den Abbildungen 4.12 (b) bis (d) sind jeweils 30 Wiederholmessungen drei unterschiedlich dicker LDS-Schichten dargestellt. Bei diesen steigt das  $\pm 3\sigma$ -Intervall von  $\pm 0.9 \,\mu\text{m}$  über  $\pm 1.1 \,\mu\text{m}$  auf bis zu  $\pm 2.2 \,\mu\text{m}$ . Dies ist ein Indiz dafür, dass die Varianz der Messwerte möglicherweise nicht unabhängig vom Merkmal selbst ist (was physikalisch nicht unplausibel wäre). Auf eine weitergehende Untersuchung der Heteroskedastizität wird an dieser Stelle jedoch verzichtet.

#### 4.3.3 Vergleichspräzision

Bei magnetischen Messverfahren kann es außerdem zu Messabweichungen durch Umweltoder Benutzereinflüsse kommen. Deshalb wurden weitere Messungen durchgeführt, die einer MSA nach Verfahren 2 entsprechen. Dazu haben drei Prüfer an zwei Tagen jeweils zehn Mal die LDS-Materialdicke derselben acht Kalibrierproben bestimmt. Die Messungen erfolgten in willkürlicher Reihenfolge und zwischen den Benutzern wurden Aufsetzvorrichtung sowie Kalibrierprobenhalterung z. T. demontiert und rejustiert [167]. Die resultierenden Messdaten sind in Abbildung 4.13 dargestellt. Diese erlauben eine Abschätzung der Vergleichspräzision, die von mehreren Personen an verschiedenen Tagen erlangt wird. Jeder Datenpunkt in dieser Grafik ist das arithmetische Mittel von zehn Wiederholungen. Benutzer 1 wird durch rote, Benutzer 2 durch grüne und Benutzer 3 durch blaue Verläufe angezeigt; dabei ist Tag 1 als durchgezogene und Tag 2 als gestrichelte Linie dargestellt.



**Abb. 4.13** Die Materialdicke acht feingedrehter LDS-Schichten wurde von drei Prüfern (rot, grün und blau) an zwei Tagen (durchgezogen und gestrichelt) zehn Mal gemessen. Die resultierende Streuung ist ein Maß für die Vergleichspräzision und i. d. F. bei Probe #6 mit  $225.4 \pm 3.1 \mu m$  am größten.

Es fällt auf, dass die Messwerte sich z. T. benutzerweise gruppieren. Die Messwerte eines Prüfers liegen nah beieinander, während die Prüfer untereinander Abweichungen aufweisen, wie z. B. bei Probe 6. Dies ist ein Anzeichen dafür, dass das Messverfahren trotz Verwendung der mechanischen Aufsetzvorrichtung einem Benutzereinfluss unterworfen ist. Die Streuung, die mehrere Prüfer an unterschiedlichen Tagen verursachen, ist größer als die aufgrund der Wiederholpräzision (vgl. Abschnitt 4.3.2). Um diese beziffern zu können, wurde auf Basis der obigen Daten eine ANOVA durchgeführt [167]. Demzufolge beträgt das  $\pm 3\sigma$ -Intervall für die Vergleichspräzision unter den gegebenen Bedingungen  $\pm 6,6\mu$ m und die Wurzel aus der Quadratsumme von Wiederhol- und Vergleichspräzision ist somit  $\pm 7,0\mu$ m. Dies ist die Unsicherheit, die bei der Messung der Materialdicke feingedrehter LDS-Schichten auftreten kann, wenn eine magnetinduktive Sonde des Typs EKB4-NI mit der Aufsetzvorrichtung aus Abbildung 4.11 zum Einsatz kommt.

Hierbei wurden die zur Kalibrierung verwendeten Werte aus der CT als exakt angenommen, was in der Realität nur eingeschränkt gilt. Zusätzliche Messabweichungen können aus der Justage sowie der Messunsicherheit des Referenzverfahrens herrühren. Eine Untersuchung auf identischer Datenbasis wurde ebenfalls mit fotothermischer Sensorik durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abschnitt 4.4.4 dokumentiert; beide Verfahren werden in Kapitel 4.5 miteinander verglichen und diskutiert.

## 4.4 Optisch angeregte Lock-in-Thermografie

#### 4.4.1 Parameterstudien

Im Gegensatz zur magnetinduktiven Sensorik der Firma HELMUT FISCHER GMBH, die u. a. mit einer voreingestellten Primärspannung und Arbeitsfrequenz betrieben wurde, kam bei der OLT ein Laboraufbau mit zahlreichen Einstellmöglichkeiten zum Einsatz. Hierbei werden in einem optisch angeregten Material durch die Absorption elektromagnetischer Strahlung thermische Wellen ausgelöst, siehe auch Abschnitt 2.4.2. Um die thermischen Wellenfelder mithilfe fotothermischer Sensorik detektieren zu können, müssen das thermische Rauschen in der Umgebung sowie das elektronische Rauschen des Detektors überwunden werden. Daher hängt die Qualität thermografischer Amplituden- und Phaseninformation von der Intensität einer thermischer Welle ab, die wiederum z. B. über die Intensität der optischen Anregung gesteuert werden kann. In Abbildung 4.14 sind Phasenbilder derselben angeregten Fläche bei variierender Laserleistung dargestellt.



Abb. 4.14 Phasenbilder derselben angeregten Fläche bei unterschiedlichen Laserleistungen und f = 40 Hz. Eine höhere Anregungsintensität führt zu einem steigenden SNR.

Anhand dieser Gegenüberstellung erkennt man, dass die Phaseninformationen bei niedrigen Anregungsintensitäten von Rauschen überlagert werden. Mit steigender Leistungsdichte hebt sich die angeregte Fläche zunehmend von ihrer Umgebung ab. Hierdurch sinkt das Rauschen

#### Bestimmung der Beschichtungsdicke

innerhalb der angeregten Fläche, so dass eine Detailstruktur aus hellen und dunklen Flecken, die mit den inneren Merkmalen der LDS-Schicht assoziiert wird, deutlicher hervortritt. Diese erzeugt eine inhärente Streuung des Phasenwinkels, die eine direkte Berechnung des SNR aus den Bilddaten verhindert. Daher wurde die Wiederholpräzision als Maß für Signalqualität bei variierender Anregungsintensität ermittelt, i. d. F. durch je 10 Messungen bei 10 Intensitäten (zwischen  $0,12 \text{ W/mm}^2$  und  $4,12 \text{ W/mm}^2$ ) sowie 14 Lock-in-Frequenzen (zwischen 5 Hz und 150 Hz). Der optische Aufbau wurde währenddessen nicht verändert und zwischen einzelnen Wiederholungen wurden zwei Minuten Abkühlzeit berücksichtigt. Um Temperatureinflüsse zu reduzieren, wurde bei niedrigen Laserleistungen und hohen Lock-in-Frequenzen begonnen. Da die Phasenbilder in Abbildung 4.14 exemplarisch bei 40 Hz Lock-in-Frequenz entstanden sind, ist die Wiederholpräzision bei dieser Frequenz in Abbildung 4.15 (a) veranschaulicht.



Abb. 4.15 (a) Standardabweichung aus je 10 Messungen bei variierender Anregungsintensität und f = 40 Hz. Die ersten fünf Datenpunkte sind umgekehrt proportional zum SNR in Abbildung 4.14.
(b) Wiederholpräzision in Abhängigkeit von Anregungsintensität und Lock-in-Frequenz.

Die ersten fünf Datenpunkte in Abbildung 4.15 (a) sind umgekehrt proportional zum SNR der in Abbildung 4.14 dargestellten Phasenbilder, wobei die Standardabweichung in diesem Bereich mit zunehmender Leistungsdichte deutlich sinkt und damit die zuvor auf qualitativer Basis geäußerten Beobachtungen bestätigt. Ab  $1 \text{ W/mm}^2$  bleibt diese auf einem konstant niedrigen Niveau um 0,015°. Eine höhere Leistungsdichte führt zu keiner noch höheren Wiederholpräzision. Mit Blick auf Abbildung 4.15 (b) wird ein ähnliches Verhalten bei jeder der hier untersuchten Modulationsfrequenzen beobachtet. Die Standardabweichung wird mit z. T. über 1° bei 0,12 W/mm<sup>2</sup> bei allen Frequenzen maximal. Zudem steigt die Streuung bei einer Anregungsintensität etwa linear mit der Lock-in-Frequenz an. Dies ist allerdings bei den niedrigen Leistungsdichten nur schwer zu erkennen, da die Wiederholpräzision hier von Frequenz zu Frequenz stark streut.

Werden insbesondere Arbeitsabstand (300 mm) und angeregte Fläche, aber auch Anregungsintensität  $(1,77 \text{ W/mm}^2)$  und sonstige Parameter (vgl. Abschnitt 2.4.2) konstant gehalten,



**Abb. 4.16** Phasenbilder derselben angeregten Fläche bei einer identischen Pixelauflösung aber einem unterschiedlichen Abbildungsmaßstab von (a) 0.09 x, (b) 0.44 x und (c) 1.00 x.



Abb. 4.17 Standardabweichung aus je 10 Messungen derselben angeregten Fläche bei variierendem Abbildungsmaßstab (vgl. Abbildung 4.16) und in Abhängigkeit der Lock-in-Frequenz.

kann der Einfluss der optischen Vergrößerung bewertet werden. Dazu wurden Objektive mit den Brennweiten 25 mm (Abbildungsmaßstab 0,09 x), 50 mm (0,44 x) und 150 mm (1,00 x) miteinander verglichen. Um die Vergrößerung zu erhöhen und einen vergleichsweise geringen Arbeitsabstand zu ermöglichen, wurde das 50 mm-Objektiv mit einem 12 mm-Zwischenring verwendet. Dies war bei den anderen beiden Objektiven nicht nötig, sie wurden direkt an der Infrarot-Kamera montiert. In Abbildung 4.16 sind Phasenbilder derselben angeregten Fläche bei identischer Pixelauflösung aber verschiedenen Abbildungsmaßstäben dargestellt. Analog zur Anregungsintensität wurde die Wiederholpräzision als Maß für Signalqualität herangezogen, i. d. F. durch je 10 Messungen mit jedem der drei Objektive bei denselben 14 Modulationsfrequenzen zwischen 5 Hz und 150 Hz. Die Standardabweichung aus diesen Wiederholungsmessungen ist in Abbildung 4.17 dargestellt. Dabei wurde erneut bei hohen Lock-in-Frequenzen begonnen und zwischen den einzelnen Wiederholungen eine Abkühlzeit von zwei Minuten berücksichtigt, um Temperatureinflüsse zu minimieren. Die Phasenwinkel der angeregten Fläche werden bei einem höheren Abbildungsmaßstab auf eine größere Anzahl Detektorpixel abgebildet. Dies sollte sich einerseits bei einer integralen Messung positiv bemerkbar machen, da das elektronische Rauschen einzelner Detektorpixel nicht mehr so stark ins Gewicht fällt. Darüber hinaus steigt die Detailerkennbarkeit in den Bilddaten, bezogen auf die inhärente, lokale Streuung der Phasenwinkel. Allerdings weisen weder die Phasenwinkel noch deren Wiederholpräzision auf relevante Unterschiede zwischen den drei Objektiven hin. Wie auch anhand von Abbildung 4.15 (b) beobachtet wurde, steigt die Wiederholpräzision annähernd linear mit der Lock-in-Frequenz an, unabhängig vom Abbildungsmaßstab. Die drei Objektive zeigen insbesondere bei den hohen Frequenzen eine zunehmende Streuung, die jedoch keine Systematik erkennen lässt. Integrale, fotothermische Schichtdickenmessungen profitieren also nicht zwangsläufig von einer höheren Vergrößerung. Die folgenden Untersuchungen werden mit dem 50 mm-Objektiv durchgeführt, da es einen guten Kompromiss aus Abbildungsmaßstab und Praktikabilität darstellt.

Ähnlich wie bei der Auswertung von Hohlräumen mit CT (vgl. Kapitel 3.2) resultiert eine längere Integrationszeit häufig auch bei anderen bildgebenden Verfahren in einer höheren Bildqualität. Daher kommt es in der Serienfertigung nicht selten zu einem Zielkonflikt aus Datenqualität bzw. Prüfschärfe und Taktzeit. Um OLT als seriennahes Prüfverfahren zu erproben, wurde die Integrationszeit auf fünf Sekunden limitiert. Vorab wurde zusätzliche Konditionierzeit berücksichtigt, um das transiente Temperaturverhalten kurz nach Einsetzen der Anregung zu kompensieren. Denn die in Abschnitt 2.4.3 zusammengefassten Grundlagen sowie die daraus gezogenen Schlüsse sind zunächst nur für den stationären Zustand gültig. Befindet sich ein Objekt im thermodynamischen Gleichgewicht mit der Umgebung, zeigt die plötzliche Anregung von thermischen Wellen ein Einschwingverhalten [117]. Dieses wird u. a. dadurch verursacht, dass die eingestrahlte Energie größer ist als die Energieabgabe des angeregten Objekts infolge von Strahlung, Konvektion oder Wärmeleitung. Deshalb können Amplitude und Phase ihre Werte während dieses instationären Zustands von Schwingung zu Schwingung ändern. Aus diesem Grund wird vor der Messzeit noch einige Konditionierzeit berücksichtigt, um einen (näherungsweise) stationären Modulationszustand zu erreichen. In vielen Fällen macht dies jedoch einen der größten Vorteile der Thermografie zunichte, die im Vergleich mit anderen Techniken kurze Messzeit. Daher wäre es von großem Wert, auch Informationen aus den thermografischen Daten eines instationären Zustands zu gewinnen. Einige Studien gelangen diesbezüglich sogar zu dem Resultat, dass eine transiente Messung einem eingeschwungenen Zustand im Hinblick auf thermische Eindringtiefe, Kontrast und SNR überlegen sein kann [168]. Durch eine mögliche Reduktion der Einschwingzeit birgt die OLT großes Potenzial als Prüftechnik im Umfeld einer Serienfertigung, weil entweder der Aufwand und die Kosten einer Prüfung verringert oder die Prüfschärfe gesteigert werden können. Daher wurden im Rahmen dieser Arbeit ebenfalls Grundsatzuntersuchungen bei verschiedenen Einschwingzeiten durchgeführt. Die Abbildungen 4.18 (a) bis (e) zeigen, wie sich die Oberflächentemperatur einer optisch angeregten LDS-Beschichtung während einer fünf Sekunden dauernden Messung ändert, wenn zuvor unterschiedlich lange konditioniert wurde. Die Anregungsintensität betrug hierbei 1,77 W/mm<sup>2</sup>.

Das transiente Temperaturverhalten macht sich zunächst durch nicht-lineares Einschwingen bemerkbar, das nach etwa einer Sekunde in einen annähernd linearen Anstieg übergeht. Das


Abb. 4.18 Oberflächentemperatur der angeregten Fläche (a) ohne, (b) nach 1s, (c) nach 10s, (d) nach 100s und (e) nach 1000s vorheriger Konditionierung. (f) Verhältnis von linearem Temperaturanstieg zu modulierter Temperaturvariation.

Verhältnis von linearem Temperaturanstieg zu modulierter Temperaturvariation beträgt bei kurzen Konditionierzeiten bis zu 66%. Dass dieses Aufwärmen die der äußeren Anregung folgende Amplitude überlagert, ist selbst nach 100s Konditionierung noch feststellbar. Hier beträgt der lineare Anteil immerhin noch 8%. Erst nach 1000s erfolgt die fotothermische Messung von LDS-Schichten in einem Gleichgewichtszustand. Da eine so lange Vorlaufzeit die OLT für eine Anwendung im fertigungsnahen Umfeld uninteressant machen würde und um die Prinziptauglichkeit im thermodynamischen Ungleichgewicht zu untersuchen, wurde die Konditionierzeit auf eine Sekunde festgesetzt (zuzüglich fünf Sekunden Messzeit). Somit wird der nicht-lineare Temperaturanstieg vermieden, der zu Beginn in Abbildung 4.18 (a) zu sehen ist. Gleichsam werden die fotothermischen Messungen von einem (geringfügigen) linearen Temperaturanstieg überlagert, dessen Auswirkung im Folgenden analysiert wird.

#### 4.4.2 Plausibilitätsabgleich mit CT

Um die OLT mithilfe der LDS-Materialdicke aus CT-Daten zu kalibrieren, kamen dieselben acht Kalibrierproben wie in Abschnitt 4.3.2 zum Einsatz, die gemäß Abschnitt 4.2.1 aus vier unterschiedlich dick beschichteten, feingedrehten Zylinderbohrungen präpariert wurden. Die Materialdicke dieser acht LDS-Schichten nimmt dabei von Probe #1 (d<sub>Material</sub> = 156 µm) bis

 $\#8 (d_{\text{Material}} = 265 \,\mu\text{m}) \,\text{zu}$ . In Abbildung 4.19 (a) ist dargestellt, welche Phasenwinkel diese in Abhängigkeit der Lock-in-Frequenz verursachen. Es fällt auf, dass die unterschiedlichen LDS-Schichten zwischen 10 Hz und 60 Hz einen deutlichen Phasenkontrast aufweisen, wobei dünne LDS-Schichten in diesem Bereich einen weniger negativen Phasenwinkel hervorrufen als dicke. Bei höheren Modulationsfrequenzen nähern sich alle Proben einem Phasenwinkel von  $-45^{\circ}$  (in Übereinstimmung mit Gleichung 2.10), weil die thermische Eindringtiefe sinkt. Da die Materialdicke der acht LDS-Schichten mittels CT bestimmt wurde, können durch die thermografischen Phaseninformationen die Temperaturleitfähigkeit ( $\alpha = 0.0689 \,\mathrm{cm}^2/\mathrm{s}$ ) und der Reflexionskoeffizient ( $R_{23} = -0.673$ ) gemäß Gleichung 2.11 berechnet werden. Dieser Fit ist als rot gestrichelte Linie in Abbildung 4.19 (b) dargestellt. Werden umgekehrt diese beiden Parameter als repräsentativ und konstant angenommen, ermöglichen sie wiederum die Kalkulation der thermischen Dicke  $d/\mu$  für unterschiedlich dicke LDS-Schichten bei jeder Lock-in-Frequenz. Obwohl Gleichung 2.11 diesbezüglich nur einen eindimensionalen Fall beschreibt und Mehrfachreflexionen vernachlässigt, passt das zugrundeliegende Modell gut zu den experimentellen Daten. Das Bestimmtheitsmaß beläuft sich auf 0,997 und der mittlere quadratische Fehler beträgt 0,006°.



Abb. 4.19 (a) Phasenwinkel von LDS-Schichten, deren Materialdicke von Probe #1 (156 µm) bis Probe #8 (265 µm) zunimmt, bei variierender Lock-in-Frequenz. (b) Die Kalibrierung mittels CT ermöglicht die Berechnung von Temperaturleitfähigkeit ( $\alpha = 0.0689 \text{ cm}^2/\text{s}$ ) und Reflexionskoeffizient ( $R_{23} = -0.673$ ) gemäß Gleichung 2.11 und folglich der thermischen Dicke.

Der Zusammenhang zwischen Phasenwinkel und LDS-Materialdicke kann außerdem durch Korrelationskoeffizienten beschrieben werden. Dabei ist die Pearson-Korrelation  $r_{xy}$  ein Maß für die Linearität der Datensätze und die Spearman-Korrelation  $r_s$  eine Metrik für deren Monotonie [169–171]. In Abbildung 4.20 ist dargestellt, wie die Korrelationen sich mit der Lock-in-Frequenz ändern. Die Koeffizienten nehmen, einer Korrelation mit negativer bzw. positiver Steigung entsprechend, Werte zwischen -1 und +1 an. Weist ein Koeffiziente einen Wert in der Nähe von 0 auf, ist dies ein Indiz für eine fehlende Korrelation der Datensätze



**Abb. 4.20** Die Pearson-Korrelation  $r_{xy}$  (rot) impliziert lineares Verhalten von 15 Hz bis 30 Hz, die Spearman-Korrelation  $r_s$  (grün) einen monotonen Zusammenhang zwischen 10 Hz und 60 Hz.

aufgrund großer Streuung der Datenpunkte. Unter diesem Gesichtspunkt bestätigen beide Korrelationskoeffizienten, dass die Modulationsfrequenz eine maßgebliche Einflussgröße auf den Zusammenhang zwischen Phasenwinkel und LDS-Materialdicke ist. Annähernd lineare Korrelationen werden zwischen 15 Hz ( $r_{xy} = -0,997$ ) und 30 Hz ( $r_{xy} = -0,992$ ) beobachtet. Diese Frequenzen sind bei den acht Materialproben gleichbedeutend mit thermischen Dicken zwischen 0,4 und 1, was dem fast linearen Teil des Verlaufs in Abbildung 4.19 (b) entspricht. Oberhalb von 30 Hz impliziert die beinahe quadratisch steigende Pearson-Korrelation eine weniger lineare Kennlinie, ebenfalls in Übereinstimmung mit Abbildung 4.19 (b). Gemäß Spearman-Korrelation beobachtet man monotones Verhalten über eine größere Bandbreite von Frequenzen, nämlich von 10 Hz ( $r_s = -0,982$ ) bis 60 Hz ( $r_s = -1$ ). Außerhalb dieses Bereichs lässt der Grad der Monotonie tendenziell nach, d. h. der Zusammenhang zwischen Phasenwinkel und LDS-Materialdicke ist nicht eindeutig definiert, da es keine eindeutige Umkehrfunktion gibt.

#### 4.4.3 Variation der Modulationsfrequenz

Anschließend wurde bei den im Laufe dieses Kapitels entwickelten Parametern eine ANOVA für jede der 14 Lock-in-Frequenzen zwischen 5 Hz und 150 Hz ausgewertet. Dazu wurden die Phasenwinkel der acht unterschiedlich dicken LDS-Schichten von Probe #1 bis #8 an zwei verschiedenen Tagen jeweils fünf Mal gemessen. Daraus ergeben sich 80 Datenpunkte je Frequenz, die eine Berechnung der in Abschnitt 2.5 eingeführten Varianzkomponenten erlaubt. Das Ergebnis für  $\sigma_0$  und  $\sigma_{po}$  ist in Abbildung 4.21 (a) dargestellt, wobei die Wurzel aus deren Quadratsumme ein Maß für die Vergleichspräzision ist und als blau gestrichelte Linie eingefügt wurde. In Abbildung 4.21 (b) wird zudem gezeigt, wie sich  $\sigma_e$  bei Variation der Lock-in-Frequenz verhält. Diese drei Standardabweichungen erlauben eine Abschätzung der Wiederhol- und Vergleichspräzision (vgl. Abschnitt 2.5) bei verschiedenen Modulationsfrequenzen.



**Abb. 4.21 (a)** Die Wurzel aus der Quadratsumme von  $\sigma_o$  (rot) und  $\sigma_{po}$  (grün) weist ein Minimum zwischen 30 Hz und 40 Hz auf. (b) Die zufällige Streuung  $\sigma_e$  steigt mit zunehmender Lock-in-Frequenz annähernd linear an. (c) Die Wurzel aus der Quadratsumme dieser drei ist ein Maß für durch Benutzer und Messsystem verursachte Abweichungen,  $\sigma_{gauge}$ .

Die Standardabweichung  $\sigma_{o}$  ist bei 5 Hz am höchsten und nimmt von dort mit zunehmender Lock-in-Frequenz ab. Diese befindet sich ab 40 Hz auf einem konstant niedrigenen Niveau unterhalb von 0,1°, wobei geringfügige Ausreißer bei 30 Hz und 100 Hz auftreten. Dagegen ist die Standardabweichung  $\sigma_{po}$  bei den niedrigen Frequenzen klein und schwankt bis 30 Hz um 0,1°. Zu den höheren Modulationsfrequenzen steigt sie an und bleibt ab 85 Hz auf einem Niveau bei 0,2°. Daher wird die Wurzel der Quadratsumme beider Standardabweichungen bis etwa 30 Hz von  $\sigma_{o}$  und bei höheren Frequenzen von  $\sigma_{po}$  dominiert. Der Verlauf weist ein Minimum zwischen 30 Hz und 40 Hz auf. Hier ist die Reproduzierbarkeit am höchsten,



Abb. 4.22 (a) Der Phasenkontrast der acht LDS-Schichten weist ein Maximum bei 40 Hz auf. (b) Wird der Wert bei jeder Frequenz durch  $\sigma_{gauge}$  dividiert, ist dies ein Maß für das CNR.

weil die resultierende Standardabweichung am niedrigsten ist. Auf der Grundlage desselben statistischen Tests wurde auch die Standardabweichung  $\sigma_{e}$  berechnet, die von zufälligen und benutzerunabhängigen Messabweichungen herrührt. Diese steigt mit zunehmender Frequenz annähernd linear an. Dieser generelle Trend wird überlagert von geringfügigen Ausreißern mit leicht höherer Varianz bei 30 Hz sowie ganzzahligen Vielfachen von 50 Hz. Ersteres wird mit hoher Wahrscheinlichkeit durch den Stirling-Kühler des CMOS-Sensors verursacht, der mit dieser Frequenz vibriert. Letzteres ist typischerweise auf Netzrauschen zurückzuführen, das aus elektromagnetischen Störfeldern oder der unzureichenden Erdung von elektrischen Komponenten stammen kann. Die Wurzel aus der Quadratsumme der bisher betrachteten Standardabweichungen ist ein Maß für die durch Benutzer und Messsystem hervorgerufene Messwertstreuung. Im Allgemeinen können Messungen einer zusätzlichen systematischen Abweichung unterworfen sein, z. B. bei der Kalibrierung anhand eines Referenzverfahrens. Diese ist jedoch nicht per ANOVA feststellbar und deshalb auch nicht in  $\sigma_{gauge}$  enthalten. Der Verlauf von  $\sigma_{gauge}$  in Abhängigkeit der Modulationsfrequenz ist in Abbildung 4.21 (c) aufgetragen. Ahnlich wie die Reproduzierbarkeit hat auch diese ein Minimum bei etwa 40 Hz. Das Verhalten bei den höheren Frequenzen wird maßgeblich durch den linearen Anstieg des zufälligen Messfehlers bestimmt.

Der Dynamikumfang kann bei der phasensensitiven, fotothermischen Radiometrie durch den Phasenkontrast beurteilt werden (vgl. Kapitel 2.4.3). In Abbildung 4.22 (a) ist dargestellt, wie die Lock-in-Frequenz den Phasenkontrast der Proben #1 (d<sub>Material</sub> = 156 µm) und #8 (d<sub>Material</sub> = 265 µm) beeinflusst. Dieser weist einen Anstieg zwischen 5 Hz und 40 Hz auf und sinkt bei höheren Frequenzen wieder ab. Die Proben decken bei 40 Hz einen maximalen Phasenkontrast von 7,27° ab. Wird der Phasenkontrast bei jeder Frequenz durch die zuvor berechnete Standardabweichung  $\sigma_{gauge}$  dividiert, ist dies ein Maß für das CNR. Hierüber ist eine Bewertung der Messgerätefähigkeit bei unterschiedlichen Parametrierungen möglich und

i. d. F. für die unterschiedlichen Modulationsfrequenzen in Abbildung 4.22 (b) dargestellt. Da  $\sigma_{\rm o}$  und  $\sigma_{\rm e}$  bei 30 Hz im Vergleich zu den benachbarten Frequenzen leicht erhöht sind, weist  $\sigma_{\rm gauge}$  hier einen größeren Wert als bei 25 Hz und 40 Hz auf. Dementsprechend ist auch das CNR und damit die Messgerätefähigkeit bei 25 Hz und 40 Hz höher als bei 30 Hz. Dieses Ergebnis ist insofern bemerkenswert, als dass der Dynamikumfang bei 25 Hz geringer als bei 30 Hz ist. Das CNR wird bei 40 Hz maximal; diese Lock-in-Frequenz ist zur fotothermischen Bestimmung der Materialdicke von LDS-Schichten im relevanten Streubereich somit am besten geeignet.

#### 4.4.4 Wiederhol- und Vergleichspräzision bei optimierten Parametern

Im Verlauf der vorangegangenen Abschnitte wurden einige Parameter der OLT optimiert, während andere zwar analysiert, aber aus praktischen Gründen konstant gehalten wurden. Anhand von Messungen bei 1,77 W/mm<sup>2</sup> Anregungsintensität, 40 Hz Lock-in-Frequenz, 1 s Konditionierzeit sowie 5 s Integrationszeit wurde die unter diesen Bedingungen mögliche Wiederhol- und Vergleichspräzision bestimmt. Diese dienen u. a. zum Vergleich mit der magnetinduktiven Sonde EKB4-NI, die ebenfalls zur Bestimmung der LDS-Materialdicke in Betracht gezogen wurde (vgl. Kapitel 4.3). Hierzu wurden Messungen durchgeführt, deren Systematik einer MSA nach Verfahren 1 entspricht. In den Abbildungen 4.23 (a) bis (c) sind jeweils 30 Wiederholmessungen drei unterschiedlich dicker LDS-Schichten dargestellt, wobei die Einzelwerte, zwischen denen jeweils zwei Minuten pausiert wurde, durch rote Rauten gekennzeichnet sind. Deren Mittelwert ist als dicke, rote Linie und deren  $\pm 3\sigma$ -Streubereich als zwei dünne, rote Linien kenntlich gemacht. Die Phasenwinkel aus der OLT wurden mit der in Abschnitt 4.4.2 beschriebenen Kalibrierung in die LDS-Materialdicke umgerechnet.



Abb. 4.23 Wiederholpräzision aus je 30 Messungen für LDS-Schichten mit einer Materialdicke von (a) 156  $\mu$ m, (b) 207  $\mu$ m und (c) 265  $\mu$ m. Der  $\pm 3\sigma$ -Streubereich umfasst bei diesen  $\pm 0.9 \,\mu$ m.

Wie man anhand dieser Gegenüberstellung erkennt, ist der  $\pm 3\sigma$ -Streubereich aufgrund von Wiederholpräzision für die untersuchten LDS-Schichten unabhängig von deren Materialdicke und liegt bei  $\pm 0.9 \,\mu$ m. Häufig beobachtet man eine Zunahme der Standardabweichung zu hohen oder niedrigen Merkmalswerten; dies ist hier nicht der Fall. Des Weiteren weisen die Wiederholmessungen keinerlei Anzeichen dafür auf, dass sich das Messsignal zeitlich ändert. Demnach handelt es sich hierbei um die minimale Messunsicherheit, die bei fotothermischer

LDS-Schichtdickenmessung mit den eingangs genannten Parametern berücksichtigt werden muss. Um ggf. weitere Abweichungen durch Umwelt- oder Benutzereinflüsse herauszufinden, wurden auch Messungen durchgeführt, deren Umfang sich an einer MSA nach Verfahren 2 orientiert. Dazu haben drei Prüfer an zwei Tagen jeweils zehn Mal den Phasenwinkel der acht, bereits zuvor verwendeten Kalibrierproben bestimmt. Die Messungen erfolgten in zufälliger Reihenfolge, wobei die zehn Wiederholungen von je zwei Minuten Abkühlzeit unterbrochen wurden. Tagesübergreifend wurde der Versuchsaufbau z. T. demontiert und neu justiert. Daher handelt es sich bei der Vergleichspräzision nicht um ein Mindestmaß an Streuung, sondern um die Präzision, die von mehreren Benutzern an verschiedenen Tagen erreicht werden kann. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist in Abbildung 4.24 dargestellt. Jeder Datenpunkt in dieser Grafik ist das arithmetische Mittel der zehn Wiederholmessungen und Benutzer 1 wird durch rote, Benutzer 2 durch grüne und Benutzer 3 durch blaue Verläufe angezeigt. Dabei ist Tag 1 als durchgezogene und Tag 2 als gestrichelte Linie dargestellt.



**Abb. 4.24** Die Materialdicke acht feingedrehter LDS-Schichten wurde von drei Prüfern (rot, grün und blau) an zwei Tagen (durchgezogen und gestrichelt) zehn Mal gemessen. Die resultierende Streuung ist ein Maß für die Vergleichspräzision und i. d. F. bei Probe #7 mit  $230,5 \pm 3,0 \,\mu\text{m}$  am größten.

Im Hinblick auf den Benutzereinfluss lassen die Messdaten keine Systematik erkennen, wie z. B. das benutzerweise Gruppieren von Messwerten. Zur Auswertung der Vergleichspräzision wurde analog dem Vorgehen in Abschnitt 4.3.3 eine ANOVA durchgeführt. Diese gelangte zu dem Resultat, dass das  $\pm 3\sigma$ -Intervall aufgrund von Vergleichspräzision  $\pm 5,3 \,\mu\text{m}$  beträgt. Die Wurzel aus der Quadratsumme von Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit beläuft sich damit auf  $\pm 5,4 \,\mu\text{m}$ . Diese Messunsicherheit muss bei der fotothermischen Bestimmung der Materialdicke feingedrehter LDS-Schichten berücksichtigt werden (aufgrund zufälliger sowie benutzer- und umweltbedingter Einflüsse). Es kann zu weiteren Messabweichungen kommen, z. B. bei der Kalibrierung anhand eines u. U. fehlerbehafteten Referenzverfahrens. Mit der magnetinduktiven Sensorik wurde eine Untersuchung auf identischer Datenbasis durchgeführt (vgl. Abschnitt 4.3.3); beide Verfahren werden in Abschnitt 4.5 miteinander verglichen und diskutiert. Zuvor wird sich der folgende Abschnitt noch der Frage widmen, welche benutzer- oder umweltbedingten Einflüsse bei der OLT kontrolliert werden sollten.

#### 4.4.5 Analyse benutzer- und umweltbedingter Einflüsse

Im Kontext benutzer- oder umweltbedingter Messabweichungen wurde u. a. der Einfluss von Defokussierung bzw. Bildunschärfe analysiert. Hierzu wurde die Infrarot-Kamera bei einem Arbeitsabstsand von 300 mm manuell fokussiert und daraufhin in 5 mm-Schritten auf einer Linearachse vor- und zurückbewegt. In Abbildung 4.25 (a) ist dargestellt, wie sich eine Defokussierung des Versuchsaufbaus um 5 mm auf die Detailerkennbarkeit innerhalb der angeregten Fläche auswirkt. Das fokussierte Phasenbild zeigt die aus Abschnitt 2.4.2 bekannte Detailstruktur. Die hellen und dunklen Stellen mit den entsprechend höheren oder niedrigeren Phasenwinkeln verschwimmen bei der Defokussierung, so dass sowohl Strukturals auch Kontrastauflösung im Phasenbild abnehmen. Je stärker defokussiert wird, desto homogener ist die Grauwertverteilung der angeregten Fläche.



Abb. 4.25 (a) Phasenbild einer LDS-Schicht im fokussierten Zustand (links) und bei Defokussierung um 5 mm (rechts). (b) Werden die mittels OLT gemessenen Phasenwinkel im fokussierten Zustand kalibriert, führt die Messung im defokussierten Zustand zu einer Messabweichung.

Berechnet man die LDS-Materialdicke für verschiedene defokussierte Zustände, ergibt sich der in Abbildung 4.25 (b) gezeigte Verlauf. Bei niedrigeren Arbeitsabständen als 295 mm konnten keine Daten aufgenommen werden, weil die Infrarot-Kamera mit dem dichroitischen Spiegel kollidiert wäre. Die LDS-Materialdicke der Probe beträgt gemäß CT 265  $\mu$ m. Wenn Fokus- und Bildebene übereinstimmen, gelangt die OLT zu demselben Resultat. Wird die Kalibrierung auf Basis fokussierter Phasenbilder verwendet, kommt es allerdings zu einer Messabweichung im defokussierten Zustand. Diese steigt mit zunehmender Defokussierung zunächst linear an und flacht bei einem Fehlfokus von 15 mm ab. Der Einfluss der Unschärfe ist also um den Fokuspunkt herum am größten. Unterscheiden sich Fokus- und Bildebene um 5 mm, entsteht eine Messunsicherheit in der Größenordnung von 5  $\mu$ m.

Mithilfe einer weiteren Probe ( $d_{Material} = 186 \,\mu m$ ) wurde analysiert, wie sich ein Verkippen der optisch angeregten LDS-Schicht bei ansonsten konstanten Bedingungen auf die Messung der Materialdicke auswirkt. Dazu wurde die Probe in eine neigbare Halterung eingebaut und



**Abb. 4.26** Verkippen der Probenoberfläche lässt bei Winkeln von bis zu  $30^{\circ}$  keinen Einfluss auf die Messung der LDS-Materialdicke mittels OLT erkennen; bei größeren Winkeln sinkt das Messsignal.

in 10°-Schritten bewegt. Eine anderweitige Verschiebung des angeregten Bereichs wurde mit größtmöglicher Sorgfalt vermieden. Abbildung 4.26 zeigt, wie ein variierender Kippwinkel sich auf die Messung der LDS-Materialdicke auswirkt. Dabei entspricht ein Winkel von 0° einer senkrecht zum Laserstrahl stehenden Probenoberfläche. Bei Winkeln bis 30° ist kein nennenswerter Einfluss erkennbar. Bei noch größeren Kippwinkeln sinkt der Messwert und erreicht ein Minimum von 182,5  $\mu$ m bei 60°. Darüber hinaus ist kein sinnvolles Messsignal mehr feststellbar. Dieses Verhalten lässt sich in beide Richtungen, sowohl bei Verkippen nach oben wie auch nach unten, reproduzieren. Dementsprechend ist die fotothermische Bestimmung der LDS-Materialdicke robust gegenüber Verkippen der angeregten Fläche und lässt eine leichte Neigung der Anregungsfläche zu, um ein Rückkoppeln des zur Anregung verwendeten Laserstrahls zu vermeiden.

Besonders vor dem Hintergrund der Prinziptauglichkeit im fertigungsnahen Umfeld ist es von Interesse, ob und ggf. welchen Einfluss Oberflächenverschmutzung auf die phasensensitive, fotothermische Radiometrie hat. Deshalb wurde untersucht, ob eine derartige Störgröße das Messsignal oder dessen Messunsicherheit beeinflusst. Dazu kamen dieselben acht Proben mit feingedrehter Oberfläche wie schon zuvor zum Einsatz. Im Anschluss an die Untersuchung in Abschnitt 4.4.4 wurden diese von Hand mit einem dünnen Film eines antikorrosiven Öls benetzt, das auch bei der mechanischen Bearbeitung zum Einsatz kommt; Lage und Größe der mittels OLT angeregten Fläche wurden hierbei nicht verändert. In Abbildung 4.27 sind die Phasenwinkel der acht unterschiedlich dicken LDS-Schichten bei 40 Hz Lock-in-Frequenz dargestellt. In dieser Grafik repräsentieren jeweils drei Datenpunkte eine Probe; diese sind durch vertikale, gestrichelte Linien separiert. Rote Rauten sowie grüne Quadrate markieren die Messwerte einer sauberen Oberfläche, wohingegen die Phasenwinkel einer verschmutzten Oberfläche durch blaue Kreise gekennzeichnet sind. Jeder dieser Datenpunkte stellt das arithmetische Mittel aus fünf Wiederholmessungen dar, deren maximaler Wertebereich durch Fehlerbalken angezeigt wird. Hierbei fällt auf, dass sich der mittlere Phasenwinkel öliger



Abb. 4.27 Im Anschluss an die Untersuchungen in Abschnitt 4.4.4 wurden die acht unterschiedlich dicken LDS-Schichten mit einem Ölfilm benetzt, ohne die angeregte Fläche zu verschieben. Wert und Streuung des Phasenwinkels ändern sich dadurch z. T. signifikant.

Proben signifikant von denen mit sauberer Oberfläche unterscheidet. Jede der untersuchten LDS-Schichten tendiert zu einem niedrigeren Phasenwinkel, sobald ein Ölfilm aufgetragen wurde. In vielen Fällen beobachtet man zudem eine größere Streuung der Messwerte, wenn man die Fehlerbalken der verschmutzten Proben mit denen sauberer vergleicht. Dass die Fehlerbalken bei den öligen LDS-Schichten nicht symmetrisch um den Mittelwert liegen, kann ein Anzeichen dafür sein, dass die gemessenen Phasenwinkel nicht normalverteilt oder nicht zeitinvariant sind. Die Phasenwinkel wurden i. d. F. zwar bei 40 Hz Lock-in-Frequenz aufgezeichnet; derartiges Verhalten konnte jedoch für jede der Modulationsfrequenzen von 5 Hz bis 150 Hz beobachtet werden. Ein weiteres Indiz dafür, dass die Messdaten sich mit der Zeit verändern, ist, dass die fünf Einzelwerte jeder Probe häufig eine abnehmende Tendenz aufweisen. Diese Vermutung kann mithilfe einer Autokorrelation überprüft werden, einer Korrelation der Daten mit sich selbst zu einem anderen Zeitpunkt. Zu diesem Zweck wurde der Mittelwert der ersten vier mit dem Mittelwert der letzten vier Einzelwerte korreliert. Das Resultat ist in Abbildung 4.28 zu sehen, wobei auf der Abzisse die Datenpunkte aufgetragen sind (8 Proben  $\times$  14 Lock-in-Frequenzen = 112 Datenpunkte).

Eine Autokorrelation der fotothermischen Messungen bei sauberer Probenoberfläche zeigt keinerlei Tendenz und weist somit auf ein zufälliges Verhalten und zeitliche Invarianz hin. Der Korrelationskoeffizient weist bei LDS-Schichten mit einer öligen Oberfläche dagegen eine Häufung bei negativen Werten auf. Dies ist ein Anzeichen dafür, dass die letzten vier Messwerte häufig einen niedrigeren Mittelwert haben als die ersten vier. Die Messwerte sind somit nicht zeitinvariant und statistischen Tests wie einer ANOVA deshalb nicht zugänglich. Auch der Koeffizient der Autokorrelation ermöglicht keinen direkten Rückschluss auf die Art und Stärke der zeitlichen Veränderlichkeit. Dieses kann jedoch visualisiert werden, wenn man den Phasenkontrast in Abhängigkeit der Modulationsfrequenz betrachtet. In Abbildung 4.29 sind drei derartige Kurven dargestellt, wobei das Verhalten bei sauberer Bauteiloberfläche



Abb. 4.28 (a) Eine Autokorrelation der fotothermischen Messungen bei sauberer Oberfläche weist auf keine zeitliche Veränderung der Messwerte hin. (b) Bei öligen LDS-Schichten tritt eine Häufung nahe -1 auf, was ein Indiz dafür sein kann, dass die Messwerte nicht zeitinvariant sind.



Abb. 4.29 Phasenkontrast in Abhängigkeit der Lock-in-Frequenz für LDS-Schichten mit sauberer Oberfläche (rote Rauten) und nach Aufbringen eines dünnen Ölfilms (grüne Quadrate und blaue Kreise). Dass der Phasenkontrast der Wiederholmessungen im verschmutzten Zustand schwankt, stützt die These, dass die Phasenwinkel sich zeitlich ändern.

durch rote Rauten veranschaulicht wird. Grüne Quadrate zeigen die erste und blaue Kreise die zweite Wiederholmessung auf verschmutzten LDS-Schichten.

Hierbei fällt auf, dass sich die erste Messreihe bei verschmutzter Oberfläche signifikant von der Wiederholmessung unterscheidet. Beide weichen darüber hinaus deutlich vom Verlauf bei sauberer Bauteiloberfläche ab. Dies bestätigt die Vermutung, dass sich das thermische Antwortverhalten der Proben zeitlich ändert, sobald Oberflächenverschmutzung in Form eines Ölfilms ins Spiel kommt. Auch bei den öligen LDS-Schichten tritt ein Phasenkontrastmaximum auf; allerdings ist dieses im Vergleich mit den sauberen LDS-Schichten zu etwas kleineren Lock-in-Frequenzen verschoben und um etwa 1° niedriger (6,08° anstelle von 7,12° bzw. 15% weniger bei 30 Hz Modulationsfrequenz). Die erste Messreihe mit verschmutzten Proben weist darüber hinaus ein zweite Phasenkontrastmaximum bei 150 Hz auf. Dieser zweite Anstieg des Phasenkontrasts ist im zweiten Messdurchgang kaum noch zu erkennen und wurde bei sauberen Proben nie beobachtet. Je mehr Messungen an den verschmutzten Proben durchgeführt wurden, desto mehr näherte sich der Phasenkontrast dem sauberer LDS-Schichten an. Die dritte, vierte und fünfte Wiederholmessung unterschieden sich kaum noch von dem Verlauf, der sich bei sauberer Oberfläche ergab. Daher wurden sie zur besseren Übersichtlichkeit auch nicht in Abbildung 4.29 gezeigt.

### 4.5 Interpretation und Diskussion

Zur Bestimmung einer Beschichtungsdicke ist deren eindeutige Definition notwendig. Bei der zerstörungsfreien Charakterisierung LDS-beschichteter Zylinderlaufflächen hat es sich als zielführend erwiesen, zwischen Material- und Schichtdicke zu unterscheiden. Mit der hochauflösenden, industriellen CT steht ein Verfahren zur Verfügung, dessen Eignung zur Bestimmung der LDS-Materialdicke in Abschnitt 4.2 untersucht und bestätigt wurde. Dabei hängt die Ergebnisqualität einer CT zwar von zahlreichen Einflussfaktoren ab, führt jedoch bei optimaler Parametrierung zu Resultaten, die im Hinblick auf die LDS-Materialdicke mit denen des metallografischen Vorgehens am Querschliff vergleichbar sind. Obwohl die Detailerkennbarkeit einer CT nicht an die einer Mikroskopie heranreicht, übertrifft die Vergleichspräzision zwischen je zwei CT-Messungen derselben 25 Proben die von je zwei Querschliffen ebendieser um etwa eine Größenordnung ( $\pm 1,7 \,\mu$ m anstatt  $\pm 17,6 \,\mu$ m). Außerdem konnte der CT mit  $\pm 2,2 \,\mu$ m über einen Zeitraum von drei Jahren eine hohe Langzeit-Stabilität attestiert werden (vgl. Abbildung 4.7). Nach der Analyse und Optimierung aller relevanten Anlagenparameter handelt es sich bei der CT demnach um ein plausibles, präzises und stabiles Verfahren, das sich zur Vermessung von Kalibrierproben eignet.

Dies eröffnete die Möglichkeit, verschiedene magnetische Sonden auf ihre Verwendbarkeit hin zu testen (vgl. Abschnitt 4.3). Zur Messung von LDS-Schichten mit spritzrauer Oberfläche eignet sich keine der drei in Betracht gezogenen Sonden, denn diese sind entweder zu dick (Sättigung des Sensors), zu rau (Dämpfung der magnetischen Feldlinien durch Luftspalte) oder zu weich (Messsignal verändert sich bei wiederholtem Aufsetzen). Bei der Messung feingedrehter sowie glättgehonter LDS-Schichten weist die zweipolige, transformatorische Wechselfeldsonde EKB4-NI den größten Dynamikumfang und das höchste CNR der drei untersuchten Sonden auf. Im Gegensatz dazu führt die Sonde ENW3, die über Permanentmagnet und Hall-Sensor verfügt, in keinem der drei untersuchten Oberflächenzustände zu einem reproduzierbaren Messsignal, das mit der Materialdicke der LDS-Schicht korreliert. Die einpolige Wechselfeldsonde EGABW1.3 fügt sich zwischen den beiden zuerstgenannten ein; mit ihr ist lediglich eine Messung glättgehonter LDS-Schichten möglich, wenn auch bei geringerem Dynamikumfang und CNR als mit der EKB4-NI. Bei der Untersuchung von Wiederhol- und Vergleichspräzision wurde sich auf die Messung feingedrehter Zylinderlaufflächen mit der EKB4-NI konzentriert. Obwohl sich von den drei ausgewählten Sonden diese am besten für die Messaufgabe eignet, weisen deren Messwerte bei manueller Messung eine große Varianz auf. Diese Streuung wird mit der Positionierung der Sondenpole auf der Oberfläche in Verbindung gebracht. Um diese Hypothese zu überprüfen, kommt daher eine eigens entwickelte Aufsetzmechanik zum Einsatz. Während sich das  $3\sigma$ -Intervall bei der manuellen Messung einer LDS-Schicht mit 156 µm Materialdicke auf  $\pm 8.7 \,\mu$ m beläuft, verbessert sich die Wiederholpräzision durch die Aufsetzmechanik auf  $\pm 0.9\,\mu$ m. Allerdings führte eine Untersuchung der Linearität zu dem Resultat, dass die Wiederholpräzision vom Merkmal selbst abhängt. Die größte Streuung einer Messung mit Aufsetzmechanik beläuft sich auf auf  $\pm 2,2 \,\mu m$  bei der mit 265  $\mu m$  Materialdicke dicksten, untersuchten LDS-Schicht. Dies ist vermutlich auf eine mit steigender LDS-Materialdicke zunehmende Sättigung des magnetischen Kreises zurückzuführen. Da die Messtechnik i. d. F. eingesetzt wird, um eine (dünnere) Mindestschichtdicke abzusichern, stellt das Verhalten kein Ausschlusskriterium dar. Eine diesbezügliche Modifikation der Sensorik kann jedoch erforderlich werden, sobald sich die Beschichtungsdicke oder die magnetische Permeabilität des eingesetzten Schichtwerkstoffs signifikant ändern. Letztere ist mit Blick auf Abschnitt 2.3 eine zur Materialdicke gleichwertige Einflussgröße auf das Messsignal magnetischer Sensorik. Deren Einfluss wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht, weil nur ein Werkstoff mit engen Toleranzgrenzen für die LDS-Beschichtungen verwendet wird.

Eine Analyse der Vergleichspräzision führte zu dem Resultat, dass sich die Messwerte z. T. benutzerweise gruppieren. Obwohl die Freiheitsgrade der magnetinduktiven Sonde durch die Aufsetzmechanik auf ein notwendiges Minimum limitiert sind, unterliegt das Verfahren einem messbaren (wenn auch geringfügigen) Benutzereinfluss. Die Vergleichspräzision mehrerer Prüfer an unterschiedlichen Tagen beläuft sich auf  $\pm$  6,6 µm. Die maximale Messunsicherheit aufgrund von Wiederhol- und Vergleichspräzision bei der magnetinduktiven Messung der Materialdicke LDS-beschichteter Zylinderlaufflächen beträgt somit  $\pm$  7,0 µm. Wie eingangs erwähnt, sind zudem die Referenzwerte aus der CT einer Streuung unterworfen. Wird die magnetinduktive Messung der Materialdicke verwendet, um die LDS-Schichtdicke oberhalb des Aufrauprofils abzuschätzen, erhöht die Annahme repräsentativer Werte für Profiltiefe und Füllgrad die zu berücksichtigende Messunsicherheit. Da die Fertigung quasimonolithischer ZKG mit thermisch gespritzten Zylinderlaufflächen zahlreiche Einflussgrößen auf die Ausprägung des Aufrauprofils bietet, können derartige Annahmen sogar der bestimmende Unsicherheitsfaktor sein. Neben der obligatorischen Messgeräteüberwachung ist in so einem Fall daher die regelmäßige Überprüfung des gesamten Messprozesses notwendig.

Auch die OLT wurde als Verfahren zur Bestimmung der LDS-Materialdicke erprobt. Hierbei ist der Zusammenhang zwischen fotothermischer Phaseninformation und LDS-Materialdicke plausibel mit der eindimensionalen Theorie der thermischen Wellen, obwohl die optisch angeregte Fläche sich nach nur 1s Konditionierzeit nicht im thermischen Gleichgewicht befindet (vgl. Abbildung 4.18). Die Resultate in Abschnitt 4.4 zeigen außerdem, dass das SNR von thermografischer Phaseninformation mithilfe der Anregungsintensität optimiert werden kann. Für die LDS-Schichten hat sich eine Leistungsdichte von mindestens  $1 \text{ W/mm}^2$  bei einer runden Anregungsfläche mit etwa 10 mm Durchmesser als optimal herausgestellt.

Da das SNR bei höheren Leistungen auf einem konstanten Niveau bleibt, profitiert die OLT nicht von einer darüber hinausgehenden Steigerung der Anregungsintensität. Die optische Vergrößerung stellt keinen relevanten Einfluss auf die Signalqualität dar; unterschiedliche Objektivlinsen führen zu annähernd identischen Resultaten. Eine Oberflächenverschmutzung der LDS-Schicht oder eine Defokussierung der Objektivlinse sind hingegen Einflussfaktoren mit praktischer Relevanz, die es beim Einsatz von OLT als Messverfahren zu kontrollieren gilt. Beide können große Messabweichungen hervorrufen.

Das CNR der OLT bzw. die Unterscheidbarkeit unterschiedlich dicker LDS-Schichten variiert mit der Lock-in-Frequenz. Zur Charakterisierung von feingedrehten Zylinderlaufflächen im relevanten Schichtdickenbereich hat sich eine Frequenz von 40 Hz als optimal herausgestellt. Bei dieser Frequenz beläuft sich die Wiederholpräzision auf  $\pm 0.9 \,\mu$ m. Sie ist somit genauso groß wie bei der magnetinduktiven Sonde EKB4-NI; im Gegensatz zu dieser verändert sich die Wiederholpräzision bei der OLT allerdings nicht mit zunehmender LDS-Materialdicke. Da die Vergleichspräzision bei der fotothermischen Messung der LDS-Materialdicke  $\pm 5.3 \,\mu$ m beträgt, summiert sich die Messunsicherheit auf  $\pm 5.4 \,\mu$ m. Im Vergleich mit der magnetinduktiven weist die fotothermische Sensorik also eine etwas höhere Zuverlässigkeit auf, die hauptsächlich auf die niedrigere Vergleichspräzision zurückzuführen ist. Zudem stellt die OLT ein berührungsloses und (im Vergleich mit der magnetinduktiven Sensorik) schnelles Verfahren dar, das sich automatisieren ließe, um die Reproduzierbarkeit weiter zu steigern.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Diese Arbeit besteht aus zwei Teilen, die sich mit der Charakterisierung thermisch gespritzter Zylinderlaufflächen beschäftigen. Derartige Beschichtungen verfügen über eine Vielzahl von Merkmalen, die bisher nicht oder nur zerstörend untersucht werden konnten. Allerdings entstand die Dissertation nicht nur aus der Motivation heraus, den LDS-Beschichtungsprozess der DAIMLER AG besser zu verstehen. Vielmehr bestand das Ziel darin, unabhängig von diesem konkreten Anwendungsfall neue Perspektiven für zerstörungsfreie Messverfahren aufzuzeigen. Insbesondere die mit der CT durchgeführten Untersuchungen eröffnen einen neuen Blickwinkel auf die bei der Anlagenparametrierung relevanten Stellgrößen und auf die mit dieser Diagnostik erreichbare Präzision und Stabilität, auch im Hinblick auf metrologische Resultate. Häufig wird die industrielle CT lediglich zur qualitativen Begutachtung genutzt, obwohl diese damit weit hinter ihren Möglichkeiten (sowie denen der Bildverarbeitung von CT-Daten) zurückbleibt. Auch die mit der phasensensitiven, fotothermischen Radiometrie angestellten Versuche erweitern deren Anwendungsgebiet in Richtung einer quantitativen Analytik, z. B. zur zerstörungsfreien und berührungslosen Randzonenanalyse.

#### 5.1 Charakterisierung von Hohlräumen

Kapitel 3 näherte sich der Frage, wie gut sich die hochauflösende CT dazu eignet, die Hohlräume in LDS-Schichten zu erfassen. Um dabei den Einfluss der experimentellen Parameter auf die Datenqualität zu analysieren, wurden einige Grundsatzuntersuchungen durchgeführt. Diese gelangten zu dem Resultat, dass die Anzahl der Winkelschritte sowie die Vorfilterung der Röntgenstrahlung das CNR von CT-Daten stärker beeinflussen als alle anderen untersuchten Anlagenparameter. Ein Versuch mit variierender Beschleunigungsspannung kam zu dem Ergebnis, dass eine höhere Energie der Röntgenstrahlung zu CT-Daten mit größerem Kontrast und CNR führt. Diese Erkenntnis kann nicht verallgemeinert werden, steht jedoch im Widerspruch zu Referenz [161], laut der die Beschleunigungsspannung für eine bessere Kontrastempfindlichkeit so niedrig wie möglich einzustellen sei. Dass diese Empfehlung keine grundsätzliche Gültigkeit für CT-Daten besitzt, wurde zudem durch eine Vorfilterung der Röntgenstrahlung mit Metallblechen belegt. Auch diese Parameterstudie kam zu dem Fazit, dass der Kontrast mit zunehmender Röntgenenergie steigt, wohingegen das CNR bei einer gewissen Vorfilterung maximal wird. Bei sehr starker Vorfilterung fällt letzteres wieder ab, weil das Grundrauschen des Detektors die Bildinformationen überlagert.

Darüber hinaus wurden der Röhrenstrom, die Integrationszeit je Projektion, die Anzahl der gemittelten und übersprungenen Projektionen sowie die Sensitivität des Detektors optimiert. Derartige Parametervariationen könnten auch durch Methoden der statistischen Versuchsplanung erfolgen; aufgrund des vieldimensionalen Parameterraums wurden diese jedoch als sehr umfangreich eingeschätzt. Stattdessen wurden stichprobenartige Parametervariationen durchgeführt, die mögliche Wechselwirkungen der Variablen untereinander vernachlässigen. Dennoch erzielte die verwendete Nanofokus-CT mit den so optimierten Parametern höhere Werte bei Kontrast, CNR und SNR als eine vergleichbare Synchrotron-CT. Es kann aufgrund der Versuchsstrategie allerdings nicht ausgeschlossen werden, dass es sich bei der gewählten Anlagenparametrierung der Nanofokus-CT um ein lokales Optimum handelt. Es bieten sich weitere Parameterstudien (auch unter Berücksichtigung von Wechselwirkungen) an, um die Zusammenhänge zwischen Anlagenparametrierung und Ergebnisqualität noch detaillierter zu verstehen und zukünftig ggf. sogar vor einer CT anhand einzelner Durchstrahlungsbilder abschätzen zu können.

Außerdem wurde die softwareseitige Optimierung von CT-Daten untersucht, die u. U. dazu führen kann, dass die Grauwerte nicht mehr mit dem Schwächungskoeffizienten korrelieren. Derartige Algorithmen sind daher kritisch zu hinterfragen. Sie bieten jedoch die Möglichkeit, einer sich anschließenden Bildverarbeitungskette die besten technisch möglichen Eingangsdaten zur Verfügung zu stellen und sollten im Rahmen einer Bilddatenoptimierung nicht außer Acht gelassen werden. Aus diesem Grund kam u. a. eine Strahlaufhärtungskorrektur zum Einsatz; diese führte zu einer Verbesserung des CNR um weitere 40 % (zusätzlich zur Optimierung der Anlagenparameter). Im Hinblick auf die Grauwertverteilung und das CNR wirkte sich eine Hochpassfilterung der CT-Daten im Ortsfrequenzraum ebenfalls positiv aus, weil hierdurch einige CT-Artefakte beseitigt werden konnten.

Im Anschluss an diese Parameterstudien wurde eine Bildverarbeitungskette entwickelt, die sich zur Beschreibung der Hohlraumstruktur von LDS-Schichten eignet. Deren Auswertung erfolgte auf Basis parallel zur Oberfläche abgerollter Bildstapel. Diesbezüglich erwies sich ein lokal-adaptiver Ansatz mit konstanter Fenstergröße als das beste Segmentierungsverfahren. Der im Laufe dieser Arbeit entwickelte Algorithmus erweitert die CT um eine Analytik, die die benutzerunabhängige und reproduzierbare Bewertung von zahlreichen Merkmalen der Hohlraumstruktur ermöglicht. Anhand mehrerer Anwendungsbeispiele wurde zudem gezeigt, dass einige der Kenngrößen von den Beschichtungsparametern abhängen. So verändert sich beispielsweise der Tiefenverlauf des prozentualen Hohlraumanteils bei einer Umkehr der Beschichtungsrichtung. Auch die Zündspannung und der Primärgasstrom des LDS-Brenners wurden als relevante Einflüsse auf die Hohlraumstruktur von LDS-Schichten identifiziert. Bei Variation dieser Beschichtungsparameter zeigten der durchschnittliche Hohlraumanteil, der Median der Hohlraumgrößenverteilung sowie der Quotient aus Umfang und Größe der Hohlräume einen statistisch signifikanten Zusammenhang. Darüber hinaus wurde in allen untersuchten LDS-Schichten ein lokales Minimum des Hohlraumanteils etwa 20  $\mu$ m unter der Oberfläche detektiert, das mit der Einflusszone der mechanischen Bearbeitung und der damit verbundenen Verdichtung der thermisch gespritzten Zylinderlaufflächen assoziiert wird. Die Bildverarbeitung hochaufgelöster CT-Daten eignet sich somit nicht nur zum Nachweis von Veränderungen der Hohlraumstruktur durch variierende Beschichtungsparameter, sondern auch zur Auswertung nachgelagerter Umformprozesse. In diesem Kontext wird ein nächster Schritt die Überführung der Bildverarbeitungskette in eine echte 3D-Auswertung sein; diese soll zudem zur Charakterisierung anderer, lamellar aufgebauter Beschichtungen verwendet werden. In ersten Versuchen hat sich ein ähnlicher Ansatz außerdem als erfolgversprechend bei der Charakterisierung von Hohlräumen in Gussbauteilen herausgestellt und kann dort mit verschiedenen Werkstoffkennwerte in Verbindung gebracht werden.

### 5.2 Bestimmung der Beschichtungsdicke

Kapitel 4 widmete sich der sog. Schichtdickenmessung von thermisch gespritzten Zylinderlaufflächen. Dabei stellte sich heraus, dass es einen messtechnisch relevanten Unterschied zwischen Material- und Schichtdicke gibt. Erstere ist der Quotient aus Materialmenge und Grundfläche einer Messposition und kann mithilfe der Grauwertinformationen in CT-Daten bestimmt werden. Letztere wird hingegen üblicherweise als der kleinstmögliche Abstand von Oberfläche und Substrat an einer Messposition interpretiert und ist mit zerstörungsfreien Verfahren nicht direkt messbar, weil dieses Maß nicht zwingend mit dem zugrundeliegenden physikalischen Messeffekt korreliert. Es wurde allerdings ein Vorgehen aufgezeigt, wie die Materialdicke LDS-beschichteter Proben in CT-Daten bestimmt und zur Kalibrierung von zerstörungsfreien Messverfahren genutzt werden kann. Die Strukturauflösung in CT-Daten ist der in metallografischen Schliffbildern häufig unterlegen, da die bei einer CT maximal mögliche Vergrößerung in vielen Fällen durch die Breite der zu tomografierenden Objekte limitiert wird. Trotzdem konnte durch vergleichende Messungen demonstriert werden, dass die Bestimmung der LDS-Materialdicke in CT-Daten eine geringere Messunsicherheit und eine bessere Vergleichspräzision aufweist als das mikroskopische Verfahren am Querschliff  $(\pm 1.7 \,\mu\text{m}$  anstelle von  $\pm 17.6 \,\mu\text{m}$ ). Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Beschaffenheit von LDS-Schichten derart hohen, lokalen Schwankungen unterliegt. Da ein Querschliff keine Tiefeninformation beinhaltet, kann dieser bei der Bestimmung lokal schwankender Merkmale somit zu korrekten, aber nicht zwingend repräsentativen Resultaten führen. Eine Prozessüberwachung auf Basis des mikroskopischen Verfahrens wäre deshalb nicht nur aufwändig, sondern aufgrund der örtlich schwankenden LDS-Materialdicke auch sehr unsicher. Obwohl die CT ein komplexes Verfahren mit zahlreichen Einflussgrößen ist, eignet diese sich besser als Referenzverfahren für die Messung der LDS-Materialdicke. Deren Stabilität wurde über einen Zeitraum von drei Jahren beobachtet und beläuft sich auf  $\pm 2.2 \,\mu m$ . Dieser  $\pm 3\sigma$ -Streubereich spiegelt u. a. den Tausch mehrerer Filamente, den Einfluss alternder Komponenten sowie Schwankungen der Raumtemperatur und -feuchte wider.

Davon ausgehend wurden Versuche mit drei magnetischen Sonden durchgeführt, von denen die zweipolige, transformatorische Wechselfeldsonde EKB4-NI den größten Dynamikumfang und das höchste CNR im relevanten Schichtdickenbereich aufwies. Eine Untersuchung der Reproduzierbarkeit führte zu der Schlussfolgerung, dass ein geführtes Aufsetzen der Sonde für eine niedrige Messwertstreuung unerlässlich ist. Deshalb wurde eine Aufsetzmechanik entwickelt, deren Einsatz die Präzision der EKB4-NI deutlich steigerte. Daneben wurde mit denselben Kalibrierproben und auf identischer Datenbasis eine Analyse von fotothermischer Sensorik durchgeführt, die die Variation einiger Parameter zuließ. Hierbei stellte sich heraus, dass eine gewisse Mindestintensität bei der Anregung thermischer Wellen notwendig ist; die angeregte Fläche hatte i. d. F. einen Durchmesser von 10 mm und das SNR blieb ab einer Leistungsdichte von 1 W/mm<sup>2</sup> konstant. Zudem wurde beobachtet, dass das SNR bei einer Anregungsintensität annähernd linear mit der Lock-in-Frequenz von 40 Hz auf. Zur Bestimmung der LDS-Materialdicke im relevanten Bereich ist diese Lock-in-Frequenz am besten geeignet. Unter diesen Umständen erzielte die magnetische Sonde mit  $\pm 7.0 \,\mu$ m eine

höhere Messunsicherheit (durch Wiederhol- und Vergleichspräzision) als die fotothermische Sensorik mit  $\pm 5.4 \,\mu$ m. Dieser Unterschied ist hauptsächlich darauf zurückzuführen, dass die Wiederholpräzision der OLT im Gegensatz zur EKB4-NI nicht mit der LDS-Materialdicke variiert und die Vergleichspräzision der OLT etwas niedriger ausfällt als bei der magnetischen Sensorik, d. h. weniger von Benutzereinflüssen beeinträchtigt wird.

Hierbei wurden thermisch gespritzte Zylinderlaufflächen mit einer feingedrehten Oberfläche untersucht, weil die Homogenität der Beschichtungsdicke nach diesem Bearbeitungsschritt weitgehend festgelegt ist und eventueller Arbeitsausschuss damit bereits früh in der Wertschöpfungskette detektiert werden kann. Sowohl die magnetische als auch die fotothermische Sensorik eignen sich für die Messung glättgehonter bzw. fertig bearbeiteter LDS-Schichten. Bei diesen kommt es aufgrund der geringeren Oberflächenrauheit sogar zu einer tendenziell niedrigeren Messunsicherheit. Allerdings kann es an sehr glatten Oberflächen zu störenden Reflexionen kommen, was sich negativ auf die Messunsicherheit der OLT auswirken kann. Sollte in der Zukunft die zerstörungsfreie Prüfung glättgehonter LDS-Zylinderlaufflächen in Betracht gezogen werden, müssen die Wiederhol- und Vergleichspräzision der zwei Verfahren neu bewertet werden.

Da die fotothermische Radiometrie ein berührungsloses und im Vergleich mit magnetischer Sensorik auch schnelleres Vorgehen ermöglicht, ist eine vollständige Automatisierung des Messverfahrens sinnvoll, wodurch sich dessen Reproduzierbarkeit womöglich weiter steigern ließe. Eine zukünftige Arbeit wird sich daher mit einem Zylinderscanner beschäftigen, um das Verfahren, dessen Prinziptauglichkeit anhand von Kalibrierproben demonstriert wurde, zum Scannen von vollständigen Zylinderbohrungen und intakten ZKG zu nutzen. Darüber hinaus weisen thermografische Phasenbilder von LDS-Schichten eine Detailstruktur auf, die im Rahmen dieser Arbeit keine weitere Berücksichtigung fand. Es ist daher noch zu klären, ob es einen Zusammenhang zwischen den Phaseninformationen von thermischen Wellen und der Hohlraumstruktur von thermisch gespritzten Schichten gibt.

## Literatur

- S. Beer. Aluminium-Motorblöcke: Konstruktion, Werkstoffe, Gießverfahren und Zylinderlaufflächentechnologien für Leichtbau-Pkw-Motoren. 2. Aufl. Verlag Moderne Industrie, 2011. URL: http://d-nb.info/1015185622.
- K. Bobzin, F. Ernst u. a. "Coating Bores of Light Metal Engine Blocks with a Nanocomposite Material using Plasma Transferred Wire Arc Thermal Spray Process". In: *J. Therm. Spray Technol.* 17 (2008), S. 344–351. DOI: 10.1007/s11666-008-9188-y.
- B. Gand. "Beschichtung von Zylinderlaufflächen in Aluminium-Kurbelgehäusen". In: MTZ - Motortechnische Zeitschrift 72.2 (2011), S. 128–133. DOI: 10.1365/s35146– 011-0031-5.
- [4] M. Hahn. "Mikrostrukturelle Veränderungen in der Zylinderlaufbahn von PKW Dieselmotoren aus Grauguss und mittels thermischer Spritzverfahren hergestellter Stahlschichten". Dissertation. Universität Duisburg-Essen, 2012. URL: http://d-nb. info/1034486454.
- [5] B. Happek. "Tribologische und elektrochemische Untersuchungen an lichtbogendrahtgespritzten Beschichtungen aus nichtrostendem Stahl für die Zylinderlaufbahnen von PKW-Dieselmotoren". Dissertation. Universität Duisburg-Essen, 2015. URL: http: //d-nb.info/107743930X.
- [6] J. König. "Auslegung eines optimierten Lichtbogendrahtspritzprozesses für Zylinderlaufbahnen von Verbrennungsmotoren". Dissertation. Technische Universität Chemnitz, 2015. URL: http://d-nb.info/1088338941.
- [7] Norm. DIN EN ISO 14917: Thermisches Spritzen Begriffe, Einteilung. 2017. DOI: 10.31030/2588876.
- [8] N. Giesen. "Reibungsverlust minimiert durch NANOSLIDE<sup>®</sup> Technologie". In: Pressemitteilung der Daimler AG (2011). URL: http://media.daimler.com/dcmedia/0-921-658793-49-1420648-1-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0.html.
- J. Boehm, M. Michel u. a. "NANOSLIDE<sup>®</sup> Die Weiterführung der konsequenten Optimierung von Zylinderlaufbahnen bei Mercedes-Benz". In: VDI Berichte 2163 (2012), S. 141–158.
- J. Schommers, H. Scheib u. a. "Reibungsminimierung bei Verbrennungsmotoren". In: MTZ - Motortechnische Zeitschrift 74.7-8 (2013), S. 566–573. DOI: 10.1007/s35146– 013-0170-y.
- [11] Norm. DIN EN ISO 14923: Thermisches Spritzen Merkmale und Pr
  üfung von thermisch gespritzten Schichten. 2003. DOI: 10.31030/9228299.
- [12] F.-W. Bach, K. Möhwald u. a. Moderne Beschichtungsverfahren. 2. Aufl. Wiley-VCH, 2006. URL: http://d-nb.info/1054996989.

- P. Fauchais, A. Vardelle und B. Dussoubs. "Quo vadis thermal spraying?" In: J. Therm. Spray Technol. 10.1 (2001), S. 44–66. DOI: 10.1361/105996301770349510.
- [14] N. Miller. "Darstellung, Untersuchung und Bewertung von Substrataufrauhverfahren für thermische Spritzschichten". Diplomarbeit. Hochschule Kempten, 2007.
- [15] M. Schütz. "Inbetriebnahme und Weiterentwicklung einer alternativen Beschichtungsanlage". Dissertation. Fachhochschule Kempten, 2007.
- [16] V. E. Drescher, G. Fischer u. a. Möglichkeiten und Methoden der Haftgrundvorbereitung und Nachbearbeitung thermisch gespritzter Schichten. 1. Aufl. Verlagshaus Main GmbH, 2009. URL: http://d-nb.info/1060121247.
- [17] Norm. DIN EN ISO 14924: Thermisches Spritzen Nachbehandeln und Nachbearbeiten von thermisch gespritzten Schichten. 2005. DOI: 10.31030/9515731.
- [18] E. Paucksch, S. Holsten u. a. Zerspantechnik Prozesse, Werkzeuge, Technologien.
   12. Aufl. Vieweg+Teubner, 2008. DOI: 10.1007/978-3-8348-9494-6.
- [19] G. Flores und A. Wiens. Grundlagen und Anwendungen des Honens. 2. Aufl. Vulkan Verlag, 2016. URL: http://d-nb.info/1054996989.
- [20] Norm. DIN EN ISO 14916: Thermisches Spritzen Ermittlung der Haftzugfestigkeit.
   2017. DOI: 10.31030/2588875.
- [21] C. Moreau und L. Leblanc. "Optimization and Process Control for High Performance Thermal Spray Coatings". In: Key Eng. Mat. 197 (2001). DOI: 10.4028/www. scientific.net/KEM.197.27.
- [22] G. Mayr, K. H. Gresslehner und G. Hendorfer. "Non-destructive testing procedure for porosity determination in carbon fibre reinforced plastics using pulsed thermography". In: *QIRT Journal* 14 (2 2017), S. 263–274. DOI: 10.1080/17686733.2017. 1326078.
- [23] Norm. DIN EN ISO 1463: Metall- und Oxidschichten Schichtdicke Mikroskopisches Verfahren. 2004. DOI: 10.31030/9565399.
- [24] Norm. DIN EN ISO 2360: Nichtleitende Überzüge auf nichtmagnetischen metallischen Grundwerkstoffen - Messen der Schichtdicke - Wirbelstromverfahren. 2017. DOI: 10.31030/2657226.
- [25] Norm. DIN EN ISO 2361: Elektrolytisch erzeugte Nickelschichten auf magnetischen und nichtmagnetischen Grundmetallen - Messen der Schichtdicke - Magnetverfahren. 1995. DOI: 10.31030/2776909.
- [26] G. Mook und F. Michel. "Detektion und Interpretation von Wirbelstromsignalen in mehrlagigen Strukturen". In: Berichtsband zur DGZfP-Jahrestagung (2014). URL: http://www.ndt.net/article/dgzfp2014/papers/p38.pdf.
- [27] G. Busse. "Optoacoustic phase angle measurement for probing a metal". In: Appl. Phys. Lett. 35 (1979), S. 759–760. DOI: 10.1063/1.90960.
- [28] G. Petzow. Metallographic etching: techniques for metallography, ceramography, plastography. ASM Int., 1999. URL: http://d-nb.info/970101996.

- [29] G. F. Vander Voort. ASM Handbook Vol. 9: Metallography and Microstructures. ASM Int., 2004. URL: http://www.asminternational.org/search/-/journal\_ content/56/10192/06044G/.
- [30] K. Geels, D. B. Fowler u.a. Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness Testing. ASTM Int., 2007. DOI: 10.1520/MNL46-EB.
- [31] T. M. Buzug. *Einführung in die Computertomographie*. Springer, 2004. URL: http: //d-nb.info/970162669.
- [32] W. A. Kalender. Computertomographie Grundlagen, Gerätetechnologie, Bildqualität, Anwendungen. 2. Aufl. Publicis MCD Verl., 2006. URL: http://d-nb.info/ 958902852.
- [33] J. Banhart. Advanced tomographic methods in materials research and engineering. Oxford University Press, 2008. DOI: 10.1093/acprof:oso/9780199213245.001. 0001.
- [34] T. M. Buzug. Computed Tomography From Photon Statistics to Modern Cone-Beam CT. Springer, 2008. URL: http://d-nb.info/980790085.
- [35] G. T. Herman. Fundamentals of Computerized Tomography Image Reconstruction from Projections. 2. Aufl. Springer, 2009. DOI: 10.1007/978-1-84628-723-7.
- [36] H. Alkadhi, S. Leschka u. a. Wie funktioniert CT? Springer, 2011.
- [37] Norm. DIN EN 16016-1: Zerstörungsfreie Prüfung, Durchstrahlungsverfahren, Computertomografie - Teil 1: Terminologie. 2011. DOI: 10.31030/1756653.
- [38] Norm. DIN EN 16016-2: Zerstörungsfreie Pr
  üfung, Durchstrahlungsverfahren, Computertomografie - Teil 2: Grundlagen, Ger
  äte und Proben. 2012. DOI: 10.31030/ 1756403.
- [39] Norm. DIN EN 16016-3: Zerstörungsfreie Prüfung, Durchstrahlungsverfahren, Computertomografie - Teil 3: Durchführung und Auswertung. 2012. DOI: 10.31030/ 1928542.
- [40] Norm. DIN EN 16016-4: Zerstörungsfreie Prüfung, Durchstrahlungsverfahren, Computertomografie - Teil 4: Qualifizierung. 2012. DOI: 10.31030/1756405.
- [41] Technisches Regelwerk. VDI/VDE 2630, Blatt 1.1, Computertomografie in der dimensionellen Messtechnik - Grundlagen und Definitionen. 2009.
- [42] Technisches Regelwerk. VDI/VDE 2630, Blatt 1.2, Computertomografie in der dimensionellen Messtechnik - Einflussgrößen auf das Messergebnis und Empfehlungen für dimensionelle Computertomografie-Messungen. 2010.
- [43] Technisches Regelwerk. VDI/VDE 2630, Blatt 1.4, Computertomografie in der dimensionellen Messtechnik - Gegenüberstellung verschiedener dimensioneller Messverfahren. 2010.
- [44] Technisches Regelwerk. VDI/VDE 2630, Blatt 2.1, Computertomografie in der dimensionellen Messtechnik - Bestimmung der Messunsicherheit und der Pr
  üfprozesseignung von Koordinatenmessger
  äten mit CT-Sensoren. 2015.

- [45] Norm. ASTM E1441-11: Standard Guide for Computed Tomography (CT) Imaging.
   2011. DOI: 10.1520/E1441-11.
- [46] Norm. ASTM E1695-95: Standard Test Method for Measurement of Computed Tomography (CT) System Percormance. 2013. DOI: 10.1520/E1695.
- [47] G. Maier und H. Jakobi. "Computer-Tomographie im Automobilbau Erfahrungen eines industriellen Anwenders". In: *Materialprüfung* 38.10 (1996), S. 412–415.
- [48] W. Holub, M. Amr u. a. "RoboCT Roboterbasierte XXL-Mikro-CT an Großbauteilen im Automobilbau". In: *Berichtsband zur DGZfP-Jahrestagung* (2017).
- [49] A. Flisch, R. Thierry u.a. "Neue Entwicklung für schnelle Computertomografie zur Prüfung von Gussprodukten". In: Fachtagung Industrielle Computertomografie (2008). URL: http://www.ndt.net/article/ctc2008/papers/109.pdf.
- [50] T. Schön, I. Bauscher u. a. "Dimensionelles Messen mit Helix-CT". In: DGZfP-Jahrestagung (2009). URL: http://www.ndt.net/article/dgzfp2009/Inhalt/p27.pdf.
- [51] K. Kolb. *Grobstrukturprüfung mit Röntgen- und Gammastrahlen*. Hrsg. von A. Schubert und W. Schröder. Verlag Friedr. Vieweg + Sohn GmbH, 1970.
- [52] E. Neuser und A. Suppes. "Von der Micro- zur nanoCT Neue Spielräume hochauflösender Computertomographie". In: DGZfP-Jahrestagung (2007). URL: http: //www.ndt.net/article/dgzfp07/Inhalt/p18.pdf.
- [53] N. Uhlmann, V. Voland u. a. "Metrology, applications and methods with high energy CT systems". In: AIP Conference Proceedings 1581.1 (2014). DOI: 10.1063/1. 4865039.
- [54] N. Reims, T. Schön u. a. "Strategies for efficient scanning and reconstruction methods on very large objects with high-energy x-ray computed tomography". In: *Developments in X-Ray Tomography* 9 (2014). DOI: 10.1117/12.2062002.
- [55] D. J. Gentle und N. M. Spyrou. "Region of interest tomography in industrial applications". In: Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment 299.1 (1990), S. 534–537.
   DOI: 10.1016/0168-9002(90)90838-W.
- [56] C. Maaß, M. Knaup u.a. "ROI-Tomografie (Lokale Tomografie)". In: Fachtagung Industrielle Computertomografie (2010). URL: http://www.ndt.net/article/ ctc2010/papers/251.pdf.
- [57] J. P. Kruth, M. Bartscher u. a. "Computed tomography for dimensional metrology". In: CIRP Annals - Manufacturing Technology 60.2 (2011), S. 821–842. DOI: 10.1016/ j.cirp.2011.05.006.
- [58] L. De Chiffre, S. Carmignato u. a. "Industrial applications of computed tomography". In: CIRP Annals - Manufacturing Technology 63.2 (2014), S. 655–677. DOI: 10.1016/ j.cirp.2014.05.011.
- [59] J. Kastner, B. Plank und C. Heinzl. "Advanced X-ray computed tomography methods: High resolution CT, quantitative CT, 4DCT and phase contrast CT". In: *Proc. of DIR* (2015), S. 120–132. URL: http://www.ndt.net/?id=18089.

- [60] J. Hiller, S. Kasperl u. a. "Comparison of probing error in dimensional measurement by means of 3D computed tomography with circular and helical sampling". In: *Proc.* of International Symposium on NDT in Aerospace (2010).
- [61] A. Staude und J. Goebbels. "Determining the spatial resolution in computed tomography - Comparison of MTF and line-pair structures". In: International Symposium on Digital Industrial Radiology and Computed Tomography (2011). URL: http: //www.dir2011.com/Portals/dir2011/BB/tu41.pdf.
- [62] S. Carmignato. "Computed tomography as a promising solution for industrial quality control and inspection of castings". In: *Metall. Sci. Techn.* 30.1 (2012), S. 5–14. URL: http://www.gruppofrattura.it/ors/index.php/MST/article/viewFile/1157/ 1109.
- [63] A. Krämer und G. Lanza. "Methodology for the evaluation of CT image quality in dimensional metrology". In: Proc. of WCNDT (2016). URL: http://www.ndt.net/ article/wcndt2016/papers/we4b5.pdf.
- [64] H. Banjak, M. Costin u. a. "X-ray Computed Tomography Reconstruction on Non-Standard Trajectories for Robotized Inspection". In: Proc. of WCNDT (2016). URL: http://www.ndt.net/article/wcndt2016/papers/molcl.pdf.
- [65] A. Kupsch, A. Lange und P. Hentschel. "Modellrekonstruktion unvollständiger computertomografischer Datensätze". In: DGZfP-Jahrestagung (2010). URL: http:// www.ndt.net/article/dgzfp2010/Inhalt/p17.pdf.
- [66] J. Mazzetta, D. Caudle und B. Wageneck. "Digital Camera Imaging Evaluation". In: (2005). URL: http://docplayer.net/21336175-Digital-camera-imagingevaluation.html.
- [67] O. Langner, M. Karolczak u. a. "Bar and Point Test Patterns Generated by Dry-Etching for Measurement of High Spatial Resolution in Micro-CT". In: World Congress on Medical Physics and Biomedical Engineering 25.2 (2009). Hrsg. von O. Dössel und W. C. Schlegel, S. 428–431. DOI: 10.1007/978-3-642-03879-2\_121.
- [68] G. H. Glover und R. L. Eisner. "Theoretical Resolution of CT Systems". In: Journal of Computer Assisted Tomography 3.1 (1979), S. 85–91. DOI: 10.1097/00004728-197902000-00014.
- [69] H. Nyquist. "Certain Topics in Telegraph Transmission Theory". In: Trans. Am. Inst. Electr. Eng. (1928). DOI: 10.1109/5.989875.
- [70] J. Hsieh. Computed Tomography: Principles, Design, Artifacts, and Recent Advances.
  3. Aufl. SPIE, 2015. DOI: 10.1117/3.2197756.
- [71] L. A. Feldkamp, L. C. Davis und J. W. Kress. "Practical cone-beam algorithm". In: Journal of the Optical Society of America A 1.6 (1984), S. 612–619. DOI: 10.1364/ JOSAA.1.000612.
- [72] M. Reiter, C. Heinzl u. a. "Simulative Parameteroptimierung für Metrologie an Multi-Materialbauteilen mit industrieller Röntgen Computertomografie". In: Proc. of ICT (2010), S. 163–173. URL: http://www.ndt.net/article/ctc2010/papers/163.pdf.

- [73] C. D. Stockham. "A Simulation Study of Aliasing in Computed Tomography". In: Radiology 132.3 (1979), S. 721–726. DOI: 10.1148/132.3.721.
- [74] V. Van Nieuwenhove, J. De Beenhouwer u. a. "Dynamic intensity normalization using eigen flat fields in X-ray imaging". In: *Optics Express* 23.21 (2015), S. 27975–27989. DOI: 10.1364/0E.23.027975.
- [75] R. A. Brooks und G. Di Chiro. "Beam Hardening in X-ray Reconstructive Tomography". In: *Physics in Medicine and Biology* 21.3 (1976), S. 390–398. DOI: 10.1088/ 0031-9155/21/3/004.
- [76] G. Di Chiro, R. A. Brooks u.a. "The Apical Artifact: Elevated Attenuation Values Toward the Apex of the Skull". In: J. Comput. Assist. Tomogr. 2.1 (1978), S. 65–70.
   DOI: 10.1097/00004728-197801000-00010.
- [77] J. F. Barrett und N. Keat. "Artifacts in CT Recognition and Avoidance". In: Radiographics 24.6 (2004), S. 1679–1691. DOI: 10.1148/rg.246045065.
- [78] R. J. Jennings. "A method for comparing beam-hardening filter materials for diagnostic radiology". In: Med. Phys. 15.4 (1988), S. 588–599. DOI: 10.1118/1.596210.
- [79] R. A. Ketcham und W. D. Carlson. "Acquisition, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic imagery - applications to the geosciences". In: Computers & Geosciences 27.4 (2001), S. 381–400. DOI: 10.1016/S0098-3004(00)00116-3.
- [80] G. T. Herman. "Correction for beam hardening in computed tomography". In: Physics in Medicine and Biology 24.1 (1979), S. 81. URL: http://stacks.iop.org/0031-9155/24/i=1/a=008.
- [81] M. C. Altunbas, C. C. Shaw u. a. "A post-reconstruction method to correct cupping artifacts in cone beam breast computed tomography". In: *Med. Phys.* 34.7 (2007), S. 3109–3118. DOI: 10.1118/1.2748106.
- [82] S. Reisinger, S. Kasperl u. a. "Simulation-Based Planning of Optimal Conditions for Industrial Computed Tomography". In: International Symposium on Digital Industrial Radiology and Computed Tomography (2011). URL: http://orbit.dtu.dk/ files/6269291/prod21321621369246.mo31%5B1%5D.pdf.
- [83] K. Schörner, M. Goldammer und J. Stephan. "Scatter Correction by Modulation of Primary Radiation in Industrial X-ray CT: Beam-hardening Effects and their Correction". In: International Symposium on Digital Industrial Radiology and Computed Tomography (2011). URL: http://www.ndt.net/article/dir2011/papers/mo32.pdf.
- [84] B. De Man, J. Nuyts u. a. "Metal streak artifacts in X-ray computed tomography a simulation study". In: *IEEE Transactions on Nuclear Science* 46.3 (1999), S. 691– 696. DOI: 10.1109/23.775600.
- [85] F. E. Boas und D. Fleischmann. "CT artifacts causes and reduction techniques". In: Imaging in Medicine 4.2 (2012), S. 229–240. DOI: 10.2217/iim.12.13.
- [86] W. A. Kalender, R. Hebel und J. Ebersberger. "Reduction of CT artifacts caused by metallic implants". In: *Radiology* 164.2 (1987), S. 576–577. DOI: 10.1148/radiology. 164.2.3602406.

- [87] M. Bal und L. Spies. "Metal artifact reduction in CT using tissue-class modeling and adaptive prefiltering". In: *Medical Physics* 33.8 (2006), S. 2852–2859. DOI: 10.1118/ 1.2218062.
- [88] D. Prell, Y. Kyriakou u.a. "Reducing Metal Artifacts in Computed Tomography Caused by Hip Endoprostheses Using a Physics-Based Approach". In: *Investigative Radiology* 45.11 (2010), S. 747–754. DOI: 10.1097/RLI.0b013e3181e94384.
- [89] F. E. Boas und D. Fleischmann. "Evaluation of Two Iterative Techniques for Reducing Metal Artifacts in Computed Tomography". In: *Radiology* 259.3 (2011), S. 894–92.
   DOI: 10.1148/radiol.11101782.
- [90] E. Neuser und D. Sommerfeld. "nanotom Computertomographie mit Submikrometerauflösung". In: DGZfP-Jahrestagung (2007). URL: http://www.ndt.net/ article/dgzfp07/Inhalt/v01.pdf.
- [91] E. Neuser und A. Suppes. "nanoCT Visualizing internal 3D structures with submicrometer resolution". In: International Symposium on Digital industrial Radiology and Computed Tomography (2007). URL: http://www.ndt.net/article/dir2007/ papers/24.pdf.
- [92] GE Sensing & Inspection Technologies GmbH. "GE introduces its phoenix nanotom m: nanoCT system". In: Solder. Surf. Mt. Tech. 23.2 (2011). DOI: 10.1108/ssmt. 2011.21923bad.001.
- [93] J. Kastner, B. Plank und D. Salaberger. "High resolution X-ray computed tomography of fibre- and particle-filled polymers". In: *Proc. of WCNDT* (2012), S. 16-20. URL: http://www.ndt.net/article/wcndt2012/papers/137\_wcndtfinal00137.pdf.
- [94] K. Nitzsche. Schichtmeβtechnik. Vogel Business Media, 1996. URL: http://d-nb. info/949621072.
- [95] H. Heptner und H. Stroppe. Magnetische und magnetinduktive Werkstoffpr
  üfung.
  3. Aufl. VEB Deutscher Verlag f
  ür Grundstoffindustrie, 1972.
- [96] P.-E. Nordal und S. O. Kanstad. "Photothermal Radiometry". In: *Physica Scripta* 20.5-6 (1979), S. 659–662. DOI: 10.1088/0031-8949/20/5-6/020.
- [97] Norm. DIN 54190-1: Zerstörungsfreie Prüfung Thermografische Prüfung Teil 1: Allgemeine Grundlagen. 2004.
- [98] Norm. DIN 54190-2: Zerstörungsfreie Prüfung Thermografische Prüfung Teil 2: Geräte. 2011.
- [99] Norm. DIN 54190-3: Zerstörungsfreie Prüfung Thermografische Prüfung Teil 3: Begriffe. 2006.
- [100] U. Siemer. "Einsatz der Thermografie als zerstörungsfreies Prüfverfahren in der Automobilindustrie". Dissertation. Universität des Saarlandes, 2010. URL: http:// scidok.sulb.uni-saarland.de/volltexte/2010/3062/pdf/Dissertation\_ UlrikeSiemer\_16.03.2010.pdf.

- [101] C. Maierhofer, M. Reischel u. a. "Anwendungsbereiche und Grenzen der Blitzthermografie - Entwicklung eines anwendungsnahen Standards". In: DACH-Jahrestagung (Graz, Österreich). 2012.
- [102] X. Maldague. "Applications of Infrared Thermography in Nondestructive Evaluation". In: Trends in Optical Nondestructive Testing (invited chapter) (2000). Hrsg. von Pramod Rastogi, S. 591-609. URL: http://w3.gel.ulaval.ca/~maldagx/r\_1123. pdf.
- [103] S. Maillard, J. Cadith u.a. "Towards the use of passive and active infrared thermography to inspect metallic components in the mechanical industry". In: Proc. of QIRT (2010). URL: http://www.ndt.net/article/qirt2010/papers/qirt2010-081.pdf.
- [104] V. Vavilov. "Infrared Nondestructive Testing of Bonded Structures: Aspects of Theory and Practice". In: Brit. J. Non-Destr. Test. 23 (1980), S. 175–183.
- [105] P. Cielo. "Pulsed photothermal evaluation of layered materials". In: Journal of Applied Physics 56.1 (1984), S. 230–234. DOI: 10.1063/1.333758.
- [106] V. Vavilov. "Thermal non destructive testing: short history and state-of-art". In: Prof. of QIRT (1992). URL: http://www.qirt.org/archives/qirt1992/papers/ 028.pdf.
- [107] X. P. V. Maldague und S. Marinetti. "Pulse phase infrared thermography". In: J. Appl. Phys. 79.5 (1996), S. 2694–2698. DOI: 10.1063/1.362662.
- [108] X. P. V. Maldague, F. Galmiche und A. Ziadi. "Advances in pulsed phase thermography". In: *Infrared physics & technology* 43.3 (2002), S. 175–181. DOI: 10.1016/S1350-4495(02)00138-X.
- [109] C. Maierhofer, A. Brink u. a. "Anwendung der Impuls-Thermografie als quantitatives zerstörungsfreies Prüfverfahren im Bauwesen". In: DGZfP-Jahrestagung (2002). URL: http://www.ndt.net/article/dgzfp02/papers/v45/v45.htm.
- [110] J. W. M. Spicer, W. D. Kerns u. a. "Time-resolved infrared radiometry of multilayer organic coatings using surface and subsurface heating". In: Proc. of Thermosense Conference 1467 (1991), S. 311–321. DOI: 10.1117/12.46445.
- [111] J. W. M. Spicer, D.W. Wilson u. a. "Evaluation of high-thermal-conductivity graphite fibers for thermal management in electronics applications". In: *Proc. of Thermosense Conference* 3700 (1999), S. 40–47. DOI: 10.1117/12.342322.
- [112] E. J. Kubiak. "Infrared Detection of Fatigue Cracks and other Near-Surface defects". In: Appl. Opt. 7.9 (1968), S. 1743–1747. DOI: 10.1364/A0.7.001743.
- [113] P. V. Nithin, S. Unnikrishnakurup u. a. "In-line Laser Thermography for Crack Detection: A Numerical Approach". In: Proc. of QIRT (2015). DOI: 10.21611/qirt. 2015.0089.
- [114] C. Gruss und D. Balageas. "Theoretical and experimental applications of the flying spot camera". In: Proc. of QIRT (1992). DOI: 10.21611/qirt.1992.004.

- [115] J. Schlichting, M. Ziegler u. a. "Flying Laser Spot Thermography for the Fast Detection of Surface Breaking Cracks". In: Proc. of WCNDT (2012). URL: http://www. ndt.net/article/wcndt2012/papers/499\_wcndtfinal00499.pdf.
- [116] E. Thiel, M. Kreutzbruck und M. Ziegler. "Laser Projected Photothermal Thermography for Characterizing Hidden Defects". In: Proc. of WCNDT (2016). URL: http: //www.ndt.net/article/wcndt2016/papers/th4i2.pdf.
- [117] D. Wu. "Lockin-Thermographie für die zerstörungsfreie Werkstoffprüfung und Werkstoffcharakterisierung". Dissertation. Universität Stuttgart, 1996. URL: http://dnb.info/951454048.
- [118] O. Breitenstein, W. Warta und M. Langenkamp. "Lock-in thermography: Basics and use for evaluating electronic devices and materials". Springer Science & Business. 2010. DOI: 10.1007/978-3-642-02417-7.
- [119] Andreas Gleiter. "Mess- und Auswertemethoden für die dynamische Thermografie".
   Dissertation. Universität Stuttgart, 2011. URL: http://d-nb.info/1021343633.
- [120] U. Netzelmann. "Flying-spot lock-in thermography and its application to thickness measurement and crack detection". In: Proc. of QIRT (2014). DOI: 10.21611/qirt. 2014.064.
- [121] J. Baumann, U. Netzelmann u.a. "Untersuchungen zu aktiven thermographischen Prüfmethoden zur Absicherung von Hochleistungsfertigungsverfahren - Ergebnisse eines BMBF-Projekts". In: *Berichtsband zur DGZfP-Jahrestagung* (2005).
- [122] A. Rosencwaig und A. Gersho. "Theory of the photoacoustic effect with solids". In: Journal of Applied Physics 47 (1976), S. 64–69. DOI: 10.1063/1.322296.
- [123] D. P. Almond und P. M. Patel. Photothermal Science and Techniques. 1. Aufl. Chapman & Hall, 1996. URL: http://www.springer.com/de/book/9780412578809.
- [124] X. P. V. Maldague. "Theory and Practice of Infrared Technology for Nondestructive Testing". Wiley. 2001.
- [125] G. Busse. "Lockin-Thermography: Principles, NDE-applications and trends". In: Proc. of QIRT (2014). URL: http://www.ndt.net/article/qirt2014/papers/QIRT-2014-E.pdf.
- [126] W. Karpen. "Berührungslose und Zerstörungsfreie Prüfung von Kunststofflackierungen mit thermischen Wellen". Dissertation. Universität Stuttgart, 1993. URL: http: //d-nb.info/942979028.
- [127] D. Wu, K. Karpen W. Haupt u. a. "Applications of phase sensitive thermography for nondestructive evaluation". In: J. Phys. IV 4.C7 (1994), S. 567–570. DOI: 10.1051/ jp4:19947133.
- [128] C. Spießberger. "Merkmalsanalyse mit thermischen Wellen in der zerstörungsfreien Werkstoff- und Bauteilprüfung". Dissertation. Universität Stuttgart, 2012. URL: http: //d-nb.info/1022379313.

- [129] C. A. Bennett und R. R. Patty. "Thermal wave interferometry: a potential application of the photoacoustic effect". In: *Applied Optics* 21 (1982), S. 49–54. DOI: 10.1364/ A0.21.000049.
- [130] D. J. Wheeler und R. W. Lyday. Understanding Statistical Process Control Evaluating the Measurement Process with Control Charts. 2. Aufl. SPC Press, 1989.
- [131] D. C. Montgomery. Introduction to Statistical Quality Control. 6. Aufl. John Wiley & Sons, 2009.
- [132] Measurement Systems Analysis (MSA). 4. Aufl. Automotive Industry Action Group (AIAG), 2010.
- [133] Band 5 Pr
  üfprozesseignung. 2. Aufl. Verband der Automobilindustrie e. V. (VDA), 2011.
- [134] E. Dietrich, A. Schulze und S. Conrad. Eignungsnachweis von Messsystemen. 1. Aufl. Carl Hanser Verlag, 2014.
- [135] E. Dietrich und A. Schulze. Statistische Verfahren zur Maschinen-und Prozessqualifikation. Carl Hanser Verlag, 2014. DOI: 10.3139/9783446440241.fm.
- [136] Norm. ASTM E2782-17: Standard Guide for Measurement Systems Analysis (MSA).
   2017. DOI: 10.1520/E2782-17.
- [137] W. H. Woodall und C. M. Borror. "Some Relationships between Gage R&R Criteria". In: Qual. Reliab. Engng. Int.r 24 (2007), S. 99–106. DOI: 10.1002/qre.870.
- [138] P. Haberäcker. Praxis der digitalen Bildverarbeitung und Mustererkennung. 2. Aufl. Hanser Verlag, 1995.
- [139] R. Klette und P. Zamperoni. Handbuch der Operatoren f
  ür die Bildbearbeitung. 2. Aufl. Vieweg Verlag, 1995.
- [140] K. Castleman. Digital Image Processing. 2. Aufl. Prentice-Hall International Inc., 1996.
- [141] B. Girod, G. Greiner und H. Niemann. *Principles of 3D Image Analysis and Synthesis*.
  1. Aufl. Bd. 556. The Springer International Series in Engineering and Computer Science. Springer Verlag, 2002.
- [142] C. Heckenkamp. Grundlagen der Bildverarbeitung Kompendium der Fachbeiträge aus der Inspect. GIT Verlag, 2007.
- [143] K. Spinnler. Leitfaden zur industriellen Bildverarbeitung. Hrsg. von M. Sackewitz. Fraunhofer Verlag, 2012.
- [144] R. C. Gonzalez und R. E. Woods. Digital Image Processing. 2. Aufl. Prentice-Hall International Inc., 2002.
- [145] B. Jähne. Digitale Bildverarbeitung und Bildgewinnung. 7. Aufl. Springer Verlag, 2012.
- [146] A. Rosenfeld und J. L. Pfaltz. "Sequential Operations in Digital Picture Processing".
   In: J. ACM. 13 (1966), S. 471–494. DOI: 10.1145/321356.321357.

- [147] L. G. Shapiroa. "Connected Component Labeling and Adjacency Graph Construction". In: Machine Intelligence and Pattern Recognition 19 (1996), S. 1–30. DOI: 10.1016/S0923-0459(96)80011-5.
- [148] N. Blessing. "Segmentierung von industriellen 3D-CT-Voxelmodellen durch dynamische Schwellwertberechnung". Dissertation. Universität Stuttgart, 2008. URL: http: //d-nb.info/997230304.
- [149] N. Otsu. "A threshold selection method from gray-level histograms". In: Automatica 11.285-296 (1975), S. 23-27. URL: http://web-ext.u-aizu.ac.jp/course/ bmclass/documents/otsu1979.pdf.
- [150] B. Plank, J. Sekelja u. a. "Porositätsbestimmung in der Flugzeugindustrie mittels Röntgen-Computertomografie". In: Proc. of ICT (2010), S. 25-34. URL: http:// www.ndt.net/article/ctc2010/papers/25.pdf.
- [151] J. Kroll. "Aufgabenangepasste, kontrollierte Oberflächenextraktion aus 3D-Computertomographiedaten". Dissertation. Universität Stuttgart, 2014. URL: http://elib. uni-stuttgart.de/opus/volltexte/2014/9091.
- [152] Norm. ASTM E155-15: Standard Reference Radiographs for Inspection of Aluminum and Magnesium Castings. 2015. DOI: 10.1520/E0155-15.
- P. Hart. "How the Hough transform was invented". In: *IEEE S. Proc. Mag.* 26 (2009),
   S. 18–22. DOI: 10.1109/MSP.2009.934181.
- [154] M. Kass, A. Witkin und D. Terzopoulos. "Snakes: Active contour models". In: Int. J. Comput. Vision 1 (1988), S. 321–331. DOI: 10.1007/BF00133570.
- [155] D. McInerney T. and Terzopoulos. "Deformable models in medical image analysis: a survey". In: *Med. Image Anal.* 1 (1996), S. 91–108. DOI: 10.1016/S1361-8415(96) 80007-7.
- [156] M. M. Mokji und S. A. R. Abu Bakar. "Adaptive Thresholding Based on Co-occurrence Matrix Edge Information". In: *Journal of Computers* 2 (2007), S. 44–52. DOI: 10.1109/AMS.2007.8.
- [157] A. Dash, P. Kanungo und B. P. Mohanty. "A Modified Gray level Co-occurrence Matrix based Thresholding for Object Background Classification". In: *Procedia En*gineering 30 (2012), S. 85–91. DOI: 10.1016/j.proeng.2012.01.837.
- [158] Y.-S. Chen. Image Processing. 1. Aufl. InTech, 2009. DOI: 10.5772/56693.
- [159] N. Hussary und J. Heberlein. "Atomization and particle-jet interactions in the wirearc spraying process". In: J. Therm. Spray Technol. 10 (2001), S. 604–610. DOI: 10.1361/105996301770349123.
- [160] N. Hussary und J. Heberlein. "Effect of System Parameters on Metal Breakup and Particle Formation in the Wire Arc Spray Process". In: J. Therm. Spray Technol. 16 (2007). DOI: 10.1007/s11666-006-9006-3.
- [161] Norm. DIN EN ISO 17636-2: Zerstörungsfreie Prüfung von Schweißverbindungen -Durchstrahlungsprüfung - Teil 2: Röntgen- und Gammastrahlungstechniken mit digitalen Detektoren. 2013. DOI: 10.31030/1911628.

- [162] Norm. ISO 19840: Paints and varnishes Corrosion protection of steel structures by protective paint systems - Measurement of, and acceptance criteria for, the thickness of dry films on rough surfaces. 2012.
- [163] Norm. DIN EN ISO 2064: Metallische und andere anorganische Schichten Definitionen und Festlegungen, die die Messung der Schichtdicke betreffen. 2000. DOI: 10.31030/8907015.
- [164] Norm. DIN EN ISO 2808: Beschichtungsstoffe Bestimmung der Schichtdicke. 2007.
   DOI: 10.31030/9776597.
- [165] Norm. DIN EN ISO 3882: Metallische und andere anorganische Überzüge Übersicht über Verfahren zur Schichtdickenmessung. 2003. DOI: 10.31030/9476367.
- [166] J. Krautkrämer, H. Krautkrämer u.a. Werkstoffprüfung mit Ultraschall. 5. Aufl. Springer-Verlag, 1986.
- [167] M. Kolleth. "Qualifizierung einer zerstörungsfreien Schichtdickenmesstechnik für thermische Spritzschichten". Masterthesis. Westsächsische Hochschule Zwickau, 2016.
- [168] S. Quek, D. Almond u. a. "A novel and robust thermal wave signal reconstruction technique for defect detection in lock-in thermography". In: *Measurement Science* and Technology 16 (2005), S. 1223–1233. DOI: 10.1088/0957-0233/16/5/024.
- K. Pearson. "Mathematical Contributions to the Theory of Evolution. III. Regression, Heredity, and Panmixia". In: *Philos. Trans. R. Soc. Lond.* 187 (1896), S. 253–318.
   DOI: 10.1098/rsta.1896.0007.
- C. Spearman. "The Proof and Measurement of Association between Two Things". In: Am. J. Psychol. 15 (1904), S. 72–101. DOI: 10.2307/1412159.
- C. Spearman. "Demonstration of Formulæ for True Measurement of Correlation". In: Amer. J. Psych. 18 (1907), S. 161–169. DOI: 10.2307/1412408.

## Publikationen

S. Lindemann. "CT parameter studies for porous metal samples". In: *Proc. of GE X-ray Forum* (2015). URL: https://www.gemeasurement.com/sites/gemc.dev/files/lindemann\_ ct\_parameter\_studies\_for\_porous\_metal\_samples.pdf

S. Lindemann und R. Schaller. "CT parameter studies for porous metal samples". In: *Proc.* of WCNDT (2016).URL: ndt.net/article/wcndt2016/papers/tu4g1.pdf

S. Lindemann, R. Schaller und M. Kolleth. "Messhilfsvorrichtung für eine Messung einer Schichtdicke an einer rotationssymmetrischen Innenwandung eines hohlen Bauteils". In: *Offenlegungsschrift DE 10 2016 006 393 A1* (2016).

S. Lindemann und R. Schaller. "Verfahren zum Untersuchen einer mittels eines Beschichtungsverfahrens auf ein Substrat aufgetragenen metallischen Schicht". In: *Offenlegungsschrift DE 10 2016 006 562 A1* (2016).

S. Lindemann und R. Schaller. "Verfahren zum Kalibrieren eines zerstörungsfreien Messverfahrens zur Schichtdickenmessung". In: *Offenlegungsschrift DE 10 2016 006 645 A1* (2016).

S. Lindemann und R. Schaller. "Laser-angeregte Lockin-Thermografie zur zerstörungsfreien und berührungslosen Schichtdickenmessung von thermisch gespritzten Beschichtungen". In: *DGZfP-Jahrestagung* (2017). URL: ndt.net/article/dgzfp2017/papers/di1a2.pdf

S. Lindemann. "Verfahren und Vorrichtung zum Ermitteln einer Beschichtungs-Dicke einer Zylinderlaufbahn". In: *Offenlegungsschrift DE 10 2016 014 967 A1* (2017).

S. Lindemann. "Verfahren zur Qualitätssicherung eines Röntgen-Computertomografen". In: Offenlegungsschrift DE 10 2016 014 323 A1 (2017).

S. Lindemann und R. Lenz und L. Korff. "Kalibriervorrichtung und Verfahren zum Kalibrieren einer Schichtdickenmesseinrichtung". In: *Offenlegungsschrift DE 10 2016 014 471 A1* (2017).

P. Menner, S. Lindemann u. a. "Forakam - bildgebende fotothermische Randzonenanalyse". In: *Thermografie-Kolloquium* (2017). URL: dgzfp.de/Portals/thermo2017/BB/p4.pdf

## Betreute Abschlussarbeiten

B. Löffler. "Aufbau und Inbetriebnahme eines Systems zur Schichtdickenbestimmung einer LDS-Schicht mittels aktiver Thermographie". Bachelorthesis. RWTH Aachen, 2015.

M. Kolleth. "Qualifizierung einer zerstörungsfreien Schichtdickenmesstechnik für thermische Spritzschichten". Masterthesis. Westsächsische Hochschule Zwickau, 2016.

# A Algorithmus zur Bildgüteprüfung gemäß ASTM E1695-95

Der folgende MATLAB-Algorithmus eignet sich zur Bildgüteprüfung von CT-Daten gemäß der ASTM-Richtlinie E1695-95 [46]. Dieser wurde im Kontext dieser Arbeit dazu verwendet, die Konsistenz der verwendeten CT-Anlagen hinsichtlich Strukturauflösung, SNR und CNR sicherzustellen. Als Eingangsdaten eignen sich CT-Schnittbilder von rotationssymmetrischen Bauteilen, wie z. B. von einem Passstift (vgl. Abschnitt 2.2.3). Hierbei findet die Funktion *center of gravity* von Noam Greenboim Verwendung und einige Aufrufe setzen außerdem die *Image Processing Toolbox* voraus.

```
% Zu Beginn werden das Schnittbild importiert und globale Variablen mit
                                                                 %
% Initialwerten versehen. Ein Dialogfenster ermöglicht, das
                                                                 %
% Quellverzeichnis in file_dir zu hinterlegen. Von dort werden Tif-Bilder %
% mit 16bit Farbtiefe eingelesen, die nicht auf ' bewertet' enden. Der
                                                                 %
% Dateiname muss JAHR MONAT TAG ANLAGE.TIF sein.
                                                                 %
file_dir = uigetdir('C:\Daten\Anlagenüberwachung');
file_dir = strcat(file_dir, '\');
file_names = dir(sprintf('%s*.tif', file_dir));
num_files = size(file_names, 1);
excel = {'Jahr' 'Monat' 'Tag' 'Anlage' 'Radius [mm]' 'Signal [abs.]' ...
   'SNR' 'Kontrast [%]' 'CNR' 'MTF@10% [lp/mm]' 'MTF@10% [vx/lp]'};
for n = 1:num_files
   file_name = file_names(n).name;
   finished = strfind(file_name,'_bewertet');
   if isempty(finished)
       file_options = regexp(file_name,'_','split');
       excel{n+1,1} = str2double(char(file_options(1)));
       excel{n+1,2} = str2double(char(file_options(2)));
       excel{n+1,3} = str2double(char(file_options(3)));
      temp = char(file_options(4));
       excel{n+1,4} = temp(1:end-4);
       clear temp
```

```
im = imread(fullfile(file_dir,file_name));
info = imfinfo(fullfile(file_dir,file_name));
voxel_size = 25.4/(info.XResolution);
im_b = bwmorph(bwmorph(imbinarize(im, graythresh(im)), ...
'close'), 'clean');
[x,y] = COG(im_b);
radius = sqrt(sum(sum(im_b))/pi);
radius_in = radius - 15;
if (x + radius + 15) < info.Width
radius_out = radius + 15;
else
errordlg('Objektkante zu nah am Bildrand.','Fehler');
end
```

```
dist = zeros(size(im,1), size(im,2));
for yz = 1:size(im,2)
    for xz = 1:size(im,1)
        dist(xz, yz) = sqrt((yz-y)^{2}+(xz-x)^{2});
    end
end
clear yz xz
dist_vect = zeros(size(dist,1)*size(dist,2),2);
dist_vect(:,1) = reshape(dist,[],1);
dist_vect(:,2) = reshape(im,[],1);
dist_vect(dist_vect(:,1) > radius_out,:) = [];
dist_vect(dist_vect(:,1) < radius_in,:) = [];</pre>
dist_sort = sortrows(dist_vect,1);
bin_size = 25.6 * info.Width^-1;
bins = round((max(dist_sort(:,1)) - min(dist_sort(:,1)))/bin_size);
[dist_sort(:,3), ~] = discretize(dist_sort(:,1),bins);
dist_avg = zeros(bins,3);
for f = 1:max(dist_sort(:,3))
    dist_avg(f,1) = median(dist_sort(dist_sort(:,3) == f,1));
    dist_avg(f,2) = mean(dist_sort(dist_sort(:,3) == f,2));
    dist_avg(f,3) = f;
end
fit_points = round(0.0390625 * info.Width + 1);
if mod(fit_points,2) == 0
    fit_points = fit_points + 1;
```

```
end
erf(:,1) = dist_avg(:,1);
for f = 1+floor(fit_points/2):length(dist_avg)-floor(fit_points/2)
polynom_smooth = polyfit(dist_avg(f-floor(fit_points/2): ...
f+floor(fit_points/2),1), ...
dist_avg(f-floor(fit_points/2):f+floor(fit_points/2),2),3);
erf(f,2) = polynom_smooth(1) * erf(f,1)^3 + ...
polynom_smooth(2) * erf(f,1)^2 + ...
polynom_smooth(3) * erf(f,1) + polynom_smooth(4);
clear polynom_smooth
end
erf(end-floor(fit_points/2)+1:end,:) = [];
erf(1:floor(fit_points/2),:) = [];
```

```
temp_psf = erf(erf(:,2)>0,1);
temp_psf(1) = [];
temp_psf(:,2) = smoothdata(-diff(erf(erf(:,2)>0,2)),'loess');
[~,temp_max] = max(temp_psf(:,2));
erf(erf(:,1) > erf(temp_max+1,1)+5,:) = [];
erf(erf(:,1) < erf(temp_max+1,1)-5,:) = [];</pre>
clear temp_psf temp_max
psf(:,1) = erf(:,1);
for f = 1+floor(fit_points/2):length(erf)-floor(fit_points/2)
    polynom_psf = polyfit( ...
        erf(f-floor(fit_points/2):f+floor(fit_points/2),1), ...
        erf(f-floor(fit_points/2) : f+floor(fit_points/2),2), 3);
        psf(f,2) = -(3 * polynom_psf(1) * psf(f,1)^2 + ...
            2 * polynom_psf(2) * psf(f,1) + polynom_psf(3));
    clear polynom_psf
end
psf(end-floor(fit_points/2)+1:end,:) = [];
psf(1:floor(fit_points/2),:) = [];
erf(:,3) = (erf(:,2)-min(erf(:,2)))/(max(erf(:,2))-min(erf(:,2)));
psf(:,3) = (psf(:,2)-min(psf(:,2)))/(max(psf(:,2))-min(psf(:,2)));
```

 

```
sf = 1/(bin size * voxel size);
N = 8 * length(psf);
dF = sf/N;
mtf(:,1) = -sf/2:dF:sf/2-dF;
mtf(:,2) = abs(fftshift(fft(psf(:,2),N)))/ ...
    max(abs(fftshift(fft(psf(:,2),N))));
mtf(mtf(:,1)<0, :) = [];</pre>
[~,mtf_start] = max(mtf(mtf(:,1)>0,2));
if mtf_start > 1
    mtf(1:mtf_start-1,:)=[];
end
mtf_ende = 1/voxel_size;
mtf(mtf(:,1) > mtf_ende,:) = [];
if mtf(1,1) < 1
    mtf(1,1) = 1;
end
x1 = mtf(mtf(:,2) > 0.1,1);
x1 = x1(end);
y1 = mtf(mtf(:,2) > 0.1,2);
y1 = y1(end);
x2 = mtf(mtf(:,2) < 0.1,1);
x^2 = x^2(1);
y_2 = mtf(mtf(:,2) < 0.1,2);
y^2 = y^2(1);
mtf10proz1 = round((0.1 - (y1*x2 - y2*x1)/(x2 - x1))/ ...
    ((y2 - y1)/(x2 - x1)), 2);
clear x1 y1 x2 y2
mtf10proz2 = round(1/(mtf10proz1*voxel_size),2);
excel{n+1,11} = double(mtf10proz1);
excel{n+1,12} = double(mtf10proz2);
```
```
for posX = round(x-radius/3):tilesize:round(x+radius/3)
             for posY = round(y-radius/3):tilesize:round(y+radius/3)
                 tiles(posX,posY,tilesize) = ...
                    mean(mean(im(round(posX):round(posX+tilesize), ...
                    round(posY):round(posY+tilesize))));
             end
          end
          tiles(:,:,tilesize) = tiles(:,:,tilesize) .* filter(:,:);
          cdf(tilesize,1) = tilesize;
          cdf(tilesize,2) = 3 * std(nonzeros(tiles(:,:,tilesize)))/ ...
             mean(nonzeros(tiles(:,:,tilesize)));
      end
      clear tilesize_max tilesize_min filter tiles tilesize posX posY
% Auswertung hinsichtlich Signal, SNR, Kontrast und CNR.
                                                               %
luft = zeros(size(dist,1)*size(dist,2),1);
      luft(:,1) = reshape(dist,[],1);
      luft(:,2) = reshape(im,[],1);
      luft(luft(:,1) > (size(im,2)/2 - 10),:) = [];
      luft(luft(:,1) < (radius + 10),:) = [];</pre>
      stahl = zeros(size(dist,1)*size(dist,2),1);
      stahl(:,1) = reshape(dist,[],1);
      stahl(:,2) = reshape(im,[],1);
      stahl(stahl(:,1) > 0.99*radius,:) = [];
      excel{n+1,7} = round(mean(stahl(:,2)),0);
      excel{n+1,8} = round(mean(stahl(:,2))/(2.4 * std(stahl(:,2))),2);
      excel{n+1,9} = round(100*(mean(stahl(:,2)) - mean(luft(:,2)))/...
          (2^info.BitDepth),2);
      excel{n+1,10} = round((mean(stahl(:,2))-mean(luft(:,2)))/ ...
          (2.4*std(stahl(:,2))),2);
      excel{n+1,5} = round(radius * voxel_size,2);
```

```
imshow(im)
subplot(3,2,2)
   text(-0.29, 0.9750, sprintf('%s %s.%s.%s', 'Datum:', ...
        char(file options(3)), char(file options(2)), ...
        char(file options(1))), 'FontSize', 7);
   text(-0.29, 0.8695, sprintf('%s %s', 'Anlage:', ...
       temp(1:end-4)), 'FontSize', 7);
   text(-0.29, 0.7640, sprintf('%s %d', 'Grauwert Material:', ...
       round(mean(stahl(:,2)),0)), 'FontSize', 7);
   text(-0.29, 0.6585, sprintf('%s %d', 'Grauwert Luft:', ...
       round(mean(luft(:,2)),0)), 'FontSize', 7);
   text(-0.29, 0.5530, sprintf('%s %d %s', 'Rauschen im ...
       Material:', round(2.4 * std(stahl(:,2)),0), ...
        '(2,4-fache Standardabweichung)'), 'FontSize', 7);
   text(-0.29, 0.4475, sprintf('%s %s %s %s', 'Kontrast:', ...
        strrep(sprintf('%0.2f', 100*(mean(stahl(:,2)) - ...
       mean(luft(:,2)))/(2^info.BitDepth)), '.', ','), ...
        '%', '(des vorhandenen Farbraums)'), 'FontSize', 7);
   text(-0.29, 0.3420, sprintf('%s %s', 'SNR:', strrep( ...
        sprintf('%0.2f', 1/cdf(1,2)), '.', ',')), 'FontSize', 7);
   text(-0.29, 0.2365, sprintf('%s %s', 'CNR:', strrep( ...
        sprintf('%0.2f', (mean(stahl(:,2)) - mean(luft(:,2)))/ ...
        (2.4 * std(stahl(:,2)))), '.', ',')), 'FontSize', 7);
   text(-0.29, 0.1310, sprintf('%s %s %s', 'MTF@10%:', ...
        strrep(sprintf('%0.2f',mtf10proz1), '.', ','), ...
        'lp/mm'), 'FontSize', 7, 'Interpreter', 'none');
   text(-0.29, 0.0255, sprintf('%s %s %s', 'MTF@10%:', ...
        strrep(sprintf('%0.2f',1/(voxel_size*mtf10proz1)), ...
        '.', ','), 'vx/lp'), 'FontSize', 7, 'Interpreter', 'none');
   axis off
subplot(3,2,3)
   plot(dist_avg(:,1), dist_avg(:,2), 'LineWidth', 0.25, ...
        'Color', [1 0 0])
   hold on
   plot(erf(:,1), erf(:,2), 'LineWidth', 1, 'Color', [0 1 0])
   axis([min(dist_avg(:,1)) max(dist_avg(:,1)) ...
       min(dist_avg(:,2))-0.05*max(dist_avg(:,2)) ...
       max(dist_avg(:,2))+0.05*max(dist_avg(:,2))]);
   title('edge response function', 'FontWeight', 'Normal');
   xlabel('distance to center of mass [px]');
   ylabel('gray-scale value');
   set(gca, 'FontSize', 7, 'Box', 'on', 'TickDir', 'out', ...
        'TickLength', [.02 .02], 'XMinorTick', 'on', ...
```

```
'YMinorTick', 'on', 'LineWidth', 0.25, ...
        'YTick', [0 10000 20000 30000 40000 50000 60000], ...
        'YTickLabel', [' 0 '; '10000'; '20000'; '30000'; ...
            '40000': '50000': '60000'l):
   pbaspect([1 1 1])
subplot(3,2,4)
   plot(psf(:,1), psf(:,3), 'LineWidth', 0.25, 'Color', [1 0 0])
    [~,ymax] = max(psf(:,3));
    if psf(ymax,1)-10 > psf(1,1)
        xmin = psf(ymax,1)-10;
    else
        xmin = psf(1,1);
    end
    if psf(ymax,1)+10 > psf(length(psf),1)
        xmax = psf(length(psf),1);
    else
        xmax = psf(ymax, 1)+10;
    end
    axis([xmin xmax -0.05 1.05]);
    clear xmin xmax ymax
    title('point spread function', 'FontWeight', 'Normal');
   xlabel('distance to center of mass [px]');
   ylabel('intensity [norm.]');
    set(gca, 'FontSize', 7, 'Box', 'on', 'TickDir', 'out', ...
        'TickLength', [.02 .02], 'XMinorTick', 'on', ...
        'YMinorTick', 'on', 'LineWidth', 0.25, ...
        'YTick', [0 0.2 0.4 0.6 0.8 1], ...
        'YTickLabel', ['0.0'; '0.2'; '0.4'; '0.6'; '0.8'; '1.0']);
   pbaspect([1 1 1])
subplot(3,2,5)
   plot(mtf(:,1), 100*mtf(:,2), 'LineWidth', 0.25, ...
        'Color', [1 0 0])
   hold on
   plot([mtf10proz1 mtf10proz1],[0.05 10],'LineWidth',0.25, ...
        'Color', [0 1 0], 'LineStyle', '--')
   plot([min(mtf(mtf(:,1)>0,1)) mtf10proz1], [10 10], ...
        'LineWidth', 0.25, 'Color', [0 1 0], 'LineStyle', '--')
    axis([min(mtf(mtf(:,1)>0,1)) round(mtf_ende) 0.05 100]);
    title('modulation transfer function', 'FontWeight', 'Normal');
   xlabel('image frequency [lp/mm]');
   ylabel('contrast amplitude [%]');
    set(gca, 'FontSize', 7, 'Box', 'on', 'TickDir', 'out', ...
        'TickLength', [.02 .02], 'XMinorTick', 'on', ...
```

```
'YMinorTick', 'on', 'LineWidth', 0.25, ...
              'XTick', [1 5 10 50 100 500 1000], ...
              'XTickLabel', [' 1 '; ' 5 '; ' 10 '; ' 50 '; ...
                  , 100,: ,1000,]. ...
              'YTick', [0.1 1 10 100], ...
              'YTickLabel', ['0,1'; ' 1'; ' 10'; '100'], ...
              'YScale', 'log', 'XScale', 'log');
           pbaspect([1 1 1])
       subplot(3,2,6)
           plot(cdf(:,1), 100*cdf(:,2), 'LineWidth', 0.25, ...
              'Color', [1 0 0])
           hold on
           axis([1 round(max(cdf(:,1))/10)*10 ...
              100*min(cdf(:,2)) 100*round(max(cdf(:,2)),2)]);
           title('contrast discrimination function', ...
              'FontWeight', 'Normal');
           xlabel('tile size [vx]');
           ylabel('contrast amplitude [%]');
           set(gca, 'FontSize', 7, 'Box', 'on', 'TickDir', 'out', ...
              'TickLength', [.02 .02], 'XMinorTick', 'on', ...
              'YMinorTick', 'on', 'LineWidth', 0.25, ...
              'YTick', [0 5 10 15 20 25 30 35 40 45 50], ...
              'XTick', [1 5 10 50 100 500 1000], ...
              'YScale', 'log', 'XScale', 'log');
           pbaspect([1 1 1])
       print(gcf, sprintf('%s%s%s', file_dir, file_name(1:end-4), ...
           '_Bericht'), '-dpng', '-r300');
       close(gcf)
       clearvars -except file_dir file_names n excel
   else
       clearvars -except file_dir file_names n excel
   end
end
clearvars n file_names
% Zur kontinuierlichen Anlagenüberwachung wird eine ggf. vorhandene xls- 🕺
% Tabelle um die neuen Werte ergänzt, alternativ eine neue xls-Tabelle zu %
% diesem Zweck angelegt.
                                                                    %
try
   excel_old = xlsread(sprintf('%s%s.xls', file_dir, ...
       'Anlagenüberwachung'));
```

```
xlswrite(sprintf('%s%s.xls', file_dir, 'Anlagenüberwachung'), ...
excel(2:end,:), 'Tabelle1', sprintf('%s%d', 'A', ...
size(excel_old,1)+1));
catch
xlswrite(sprintf('%s%s.xls', file_dir, 'Anlagenüberwachung'), excel);
end
```

## B Algorithmus zur Charakterisierung von Hohlräumen

Der folgende MATLAB-Algorithmus eignet sich zur Filterung und Segmentierung von parallel zu einer Bezugsfläche liegenden CT-Schnittbildern. Das Auswerteskript wurde im Rahmen dieser Dissertation dazu verwendet, Hohlräume in Materialproben aus LDS-beschichteten Zylinderlaufflächen zu charakterisieren (vgl. Abschnitt 3.2.2), steht aber auch für andere Anwendungsfälle zur freien Verfügung. Der Algorithmus ermöglicht den Zugriff auf folgende Kenngrößen, jeweils als Mittelwert pro Schnittbild sowie als Mittelwert pro Bildstapel:

- Hohlraumanteil
- Mittelwert der Hohlraumgrößenverteilung
- Median der Hohlraumgrößenverteilung
- Standardabweichung der Hohlraumgrößenverteilung
- Schiefe der Hohlraumgrößenverteilung
- Anzahl von Hohlräumen größer als die mittlere Hohlraumgröße
- Anzahl von Hohlräumen kleiner als die mittlere Hohlraumgröße
- Anzahl aller Hohlräume
- Anteil von Hohlräumen größer als die mittlere Hohlraumgröße
- Anteil von Hohlräumen kleiner als die mittlere Hohlraumgröße
- Umfang
- Umfang geteilt durch Fläche (Maß für Zerklüftetheit)
- Exzentrizität
- Füllgrad des Aufrauhprofils

Einige Aufrufe setzen die Image Processing Toolbox voraus.

```
% enthalten ausgewählte Ordner keine *.tif, werden *.bmp importiert
   file_names = dir(sprintf('%s*.bmp',file_dir));
end
num files = size(file names,1);
Aufrauhprofil = questdlg('Welches Aufrauhprofil wurde verwendet?', ...
    'Aufrauhprofil', 'HDWS', 'NMRP', 'Sonstiges', 'HDWS');
switch Aufrauhprofil
   case 'HDWS'
       Aufrauhprofil = cellstr(Aufrauhprofil);
       Aufrauhprofil{2} = 52;
   case 'NMRP'
       Aufrauhprofil = cellstr(Aufrauhprofil);
       Aufrauhprofil{2} = 175;
   case 'Sonstiges'
       Aufrauhprofil = cellstr(Aufrauhprofil);
       Aufrauhprofil{2} = str2double(cell2mat(inputdlg({'Welche ...
           Aufrauhtiefe (in {\upmu}m) wird erwartet?'}, ...
           'Aufrauhtiefe',1)));
end
Aufrauhprofil{3} = str2double(cell2mat(inputdlg({'Welche Voxelgröße (in ...
   {\upmu}m) wurde erreicht?'},'Voxelgröße',1)));
Aufrauhprofil{4} = floor(Aufrauhprofil{2}/Aufrauhprofil{3});
first_file = file_names(1).name;
first_file_info = imfinfo(strcat(file_dir,first_file));
width = first_file_info.Width;
height = first_file_info.Height;
number = 2^(first_file_info.BitDepth);
Einzelwerte = {'Datei' 'Schnitt' 'global [%]' 'Schicht?' 'lokal [%]' ...
    'Anzahl' 'Schiefe' 'Anzahl große Poren' 'Anzahl kleine Poren' ...
    'Anteil großer Poren [%]' 'Anteil kleiner Poren [%]' ...
    'Verteilungskoeffizient' 'Exzentrizität' 'Umfang' 'Umfang/Fläche' ...
    'Mittelwert Hohlraumgröße' 'Median Hohlraumgröße' ...
    'Standardabweichung Hohlraumgröße'};
Mittelwerte = {'HRA [%]' 'Mittelwert Hohlraumgröße' ...
    'Median Hohlraumgröße' 'Standardabweichung Hohlraumgröße' ...
    'mittlere Schiefe' 'Verteilungskoeffizient' 'Anzahl große Poren' ...
    'Anzahl kleine Poren' 'Anteil großer Poren [%]' ...
    'Anteil kleiner Poren [%]' 'Exzentrizität' 'Umfang' 'Umfang/Fläche' ...
    'Füllgrad'};
% Nun erfolgt die Fourier-Transformation und Filterung der Bilddaten.
                                                                     %
if number <= 2^16 && number > 2^8
   cdata = uint16(zeros(height,width));
   Bilddaten = uint16(zeros(height,width,num_files));
elseif number <= 2^8
   cdata = uint16(zeros(height,width));
   Bilddaten = uint16
    (zeros(height,width,num_files));
```

```
else
   error('Unknown data type.')
end
fdata = double(zeros(height,width));
for f=1:num files
   file_name=file_names(f).name;
   Einzelwerte{f+1,1} = file name;
   Einzelwerte(f+1,2) = regexp(file name, ' (\d+)\.', 'tokens');
   Einzelwerte{f+1,2} = cell2mat(Einzelwerte{f+1,2});
   cdata(:,:)=imread(fullfile(file_dir,file_name));
   fdata(:,:)=fft2(double(cdata(:,:)));
   fdata(1,2)=0; fdata(1,3)=0; fdata(1,4)=0;
   fdata(2,1)=0; fdata(3,1)=0; fdata(4,1)=0;
   fdata(1,(size(fdata,2)-2))=0;
   fdata(1,(size(fdata,2)-1))=0;
   fdata(1,size(fdata,2))=0;
   fdata((size(fdata,1)-2),1)=0;
   fdata((size(fdata,1)-1),1)=0;
   fdata(size(fdata,1),1)=0;
   Bilddaten(:,:,f)=ifft2(fdata(:,:));
end
clear cdata fdata
% Globale Otsu-Binarisierung und lokale-adaptive Binarisierung durch
                                                                     %
% Abgleich mit dem Mittelwert der umgebenden 51px x 51px.
                                                                     %
grob = Bilddaten < (graythresh(Bilddaten)*number);</pre>
Binaerdaten = true(height-2,width-2,num_files);
for f = 1:num_files
   % Hohlraumanteil nach globalem Otsu-Schwellenwert
   Einzelwerte{f+1,3} = (sum(sum(grob(:,:,f)))*100)/(height*width);
   if Einzelwerte{f+1,3} < 98
       Einzelwerte{f+1,4} = 1;
       if Einzelwerte{f+1,3} < Einzelwerte{find(diff(cell2mat( ...</pre>
           Einzelwerte(2:end,3))) == min(diff(cell2mat( ...
           Einzelwerte(2:end,3))))+2,3}
           Binaerdaten(:,:,f) = ~imbinarize(Bilddaten(2:end-1,2:end-1, ...
           f),adaptthresh(Bilddaten(2:end-1,2:end-1,f),0.475, ...
           'NeighborhoodSize', [51 51], 'ForegroundPolarity', 'dark', ...
           'Statistic', 'mean'));
           Einzelwerte{f+1,5} = (sum(sum(Binaerdaten(:,:,f)))*100)/ ...
           (size(Binaerdaten,1)*size(Binaerdaten,2));
       else
           Binaerdaten(:,:,f) = grob(2:end-1,2:end-1,f);
           Einzelwerte{f+1,5} = Einzelwerte{f+1,3};
       end
   else
       Einzelwerte{f+1,4} = 0;
       Einzelwerte{f+1,5} = NaN;
```

```
end
end
temp = cell2mat(Einzelwerte(2:end,4));
temp(find(temp,1):find(temp,1)+Aufrauhprofil{1,4}-1) = 0;
for f = 1:num files
   Einzelwerte{f+1,4} = temp(f);
   if f > floor(num files/2) && Einzelwerte{f+1,3} > 20
       Einzelwerte{f+1,4} = 0;
   end
end
clear grob f temp
% Segmentierung mithilfe von Connected-Component-Labeling.
                                                                      %
for f = 1:num_files
   if Einzelwerte{f+1,4} == 1
       CC = bwconncomp(Binaerdaten(:,:,f),8);
       stats = table2array(regionprops('table',CC,'Area', ...
           'Eccentricity', 'Perimeter'));
       stats(stats(:,1) == 1,:) = [];
       stats(:,4) = stats(:,3)./stats(:,1);
       Einzelwerte{f+1,6} = size(stats,1);
       % Schiefe der Hohlraumgrößenverteilung:
       Einzelwerte{f+1,7} = (1/size(stats,1)) * sum(((stats(:,1) - ...
           mean(stats(:,1)))/std(stats(:,1))).^3);
       % Anzahl Poren größer Durchschnitt:
       Einzelwerte{f+1,8} = sum(stats(:,1) > mean(stats(:,1)));
       % Anzahl Poren kleiner/gleich Durchschnitt:
       Einzelwerte{f+1,9} = sum(stats(:,1) <= mean(stats(:,1)));</pre>
       % Anteil der großen Poren am Hohlraumanteil:
       Einzelwerte{f+1,10} = 100*sum(stats(stats(:,1) > ...
           mean(stats(:,1)),1))/sum(stats(:,1));
       % Anteil der kleinen Poren am Hohlraumanteil:
       Einzelwerte{f+1,11} = 100*sum(stats(stats(:,1) <= ...</pre>
           mean(stats(:,1)),1))/sum(stats(:,1));
       % Verteilungskoeffizient:
       Einzelwerte{f+1,12} = median(stats(:,1))/mean(stats(:,1))-1;
       % Exzentrizität gefundener Hohlräume:
       Einzelwerte{f+1,13} = mean(stats(:,2));
       % Umfang gefundener Hohlräume:
       Einzelwerte{f+1,14} = mean(stats(:,3));
       % Verhältnis von Umfang zu Fläche (Maß für Zerklüftetheit):
       Einzelwerte{f+1,15} = mean(stats(:,4));
       % Mittelwert Hohlraumgröße:
       Einzelwerte{f+1,16} = mean(stats(:,1));
       % Median Hohlraumgröße:
       Einzelwerte{f+1,17} = median(stats(:,1));
       % Standardabweichung Hohlraumgröße:
       Einzelwerte{f+1,18} = std(stats(:,1));
```

```
clear stats CC
    else
        Einzelwerte{f+1,6:18}=NaN;
    end
end
clear f g
temp = Einzelwerte(:,4:5);
temp(1,:) = [];
temp(cell2mat(temp(:,1)) == 0,:) = [];
temp(:,1) = [];
% mittlerer Hohlraumanteil:
Mittelwerte{2,1} = mean(cell2mat(temp));
temp = Einzelwerte(:,3);
temp(1,:) = [];
temp(cell2mat(temp(:,:))>98,:) = [];
temp(Aufrauhprofil{4}+1:end) = [];
% Füllgrad der Grenzfläche zum Substrat:
Mittelwerte{2,14} = mean(cell2mat(temp));
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,16), 'UniformOutput',false))),16);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Mittelwert Hohlraumgröße:
Mittelwerte{2,2} = mean(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,17), 'UniformOutput',false))),17);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Median Hohlraumgröße:
Mittelwerte{2,3} = mean(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,18),'UniformOutput',false))),18);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Standardabweichung Hohlraumgröße:
Mittelwerte{2,4} = std(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,7),'UniformOutput',false))),7);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Schiefe der Hohlraumgrößenverteilung:
Mittelwerte{2,5} = mean(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,12),'UniformOutput',false))),12);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
```

```
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Verteilungskoeffizient der Hohlraumgrößenverteilung:
Mittelwerte{2,6} = mean(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,8),'UniformOutput',false))),8);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Anzahl großer Hohlräume:
Mittelwerte{2,7} = sum(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,9),'UniformOutput',false))),9);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Anzahl kleiner Hohlräume:
Mittelwerte{2,8} = sum(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,10),'UniformOutput',false))),10);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Anteil der großen Hohlräume am Hohlraumanteil
Mittelwerte{2,9} = mean(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,11), 'UniformOutput',false))),11);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% Anteil der kleinen Hohlräume am Hohlraumanteil
Mittelwerte{2,10} = mean(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,13),'UniformOutput',false))),13);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% mittlere Exzentrizität aller Hohlräume:
Mittelwerte{2,11} = mean(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,14),'UniformOutput',false))),14);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
% mittlerer Umfang aller Hohlräume:
Mittelwerte{2,12} = mean(temp);
temp = Einzelwerte(find(cell2mat(cellfun(@(x)any(~isnan(x)), ...
    Einzelwerte(:,15),'UniformOutput',false))),15);
temp(1,:) = [];
temp = cell2mat(temp);
temp(1:Aufrauhprofil{4}) = [];
```

% Verhältnis von Umfang zu Fläche aller Hohlräume (Maß für Zerklüftetheit) Mittelwerte{2,13} = mean(temp);

xlswrite(sprintf('%s%s%s.xls',file\_dir,xls\_file{1},'\_Mittelwerte') ...
,Mittelwerte);

clear file\_dir file\_name file\_names filter first\_file first\_file\_info ...
height width num\_files number temp xls\_file