

JAN 1975
Sonderdruck aus der Zeitschrift „Praktische Metallographie“
Reprint from Practical Metallography
Band XII (1975), Heft Nr. 1, 18–24
Vol. XII (1975), Issue No. 1, 18–24
DR. RIEDERER-VERLAG GMBH, STUTTGART

KFK 2136
KFK 2136

**Systematische Fehler bei der Flächenanalyse mit der Kombination
Epidiaskop – Bildanalysator**

**Systematic Errors in Areal Analysis Using a Combination of
Epidiascope and Image Analyser**

BRIGITTE SCHULZ, JÜRGEN BIEL
(Institut für Material- und Festkörperforschung, Kernforschungszentrum Karlsruhe)

Systematische Fehler bei der Flächenanalyse mit der Kombination Epidiaskop – Bildanalysator

Systematic Errors in Areal Analysis Using a Combination of Epidiascope and Image Analyser

BRIGITTE SCHULZ, JÜRGEN BIEL

(Institut für Material- und Festkörperforschung, Kernforschungszentrum Karlsruhe)

Die Flächenanalyse als Teil der Gefügeanalyse wird normalerweise am Gefüge direkt, d. h. in der Kombination Bildanalysator-Mikroskop durchgeführt. Zu den Fällen, wo diese direkte Erfassung vom Gefüge bisher nicht möglich ist, gehört die Messung der radialen Porenverteilung an bestrahlten oxidischen Brennstäben. Der Werkstoff, ein Uran-Plutonium-Mischoxid, wird mit einem etwa konstant über die Probe verteilten Porenanteil von ca. 10 bis 16 % in Form zylindrischer Tabletten eingesetzt. Die Porosität erfährt während der Bestrahlung eine radiale Umverteilung, von der sowohl ihr Verlauf als auch ihr absoluter Betrag für ein Auslegungskriterium von Schnellbrüterbrennelementen, die Zentraltemperatur, von Wichtigkeit ist.

Das Schliffbild eines bestrahlten oxidischen Brennstoffs (Fig. 1) zeichnet sich, abgesehen von den Abkühlungsrissen, dadurch aus, daß die Porengrößen in einem sehr ausgedehnten Bereich (1 bis 20 μm) variieren können. Die Problematik der Messung*) der echten Porosität als Flächenanteil in einem Schliffbild ist daher wie folgt charakterisiert:

1. Das zu Ausbrüchen neigende Material muß optimal präpariert werden.
2. Welchen Einfluß hat die Mikroskopvergrößerung?
3. Welchen Einfluß hat die verwendete Papiergradation?
4. Wie ist die Epidiaskopvergrößerung = Vergrößerung am Bildschirm zu wählen?

*) Alle Messungen wurden mit dem Classimat (Fa. Leitz) durchgeführt.

Areal analysis, constituting one stage in microstructural analysis, is usually carried out directly using a combination of image analyser and microscope. One case in which a direct determination on the microstructure itself is not possible is the measurement of the radial pore distribution in irradiated oxidic fuel rods. In its initial state, the material, a mixed oxide of uranium and plutonium in the form of cylindrical tablets, possesses a pore content of ca. 10 to 16 % distributed approximately uniformly throughout the specimen. During irradiation the pores are redistributed radially and both the course and the absolute value of this redistribution are of importance for the central temperature, a rejection criterion for rapid breeder fuel rods.

Apart from the cooling cracks the microstructure of an irradiated oxidic fuel (Fig. 1) is characterised by the wide range of pore sizes (1 to 20 μm). Thus the problem of measuring*) the true porosity as an areal fraction on a micrograph can be classified as follows:

1. Material tending to disintegrate must be prepared by the most suitable method.
2. What is the influence of the microscope magnification?
3. What is the influence of the grade of paper used?
4. How should the epidiascope magnification = magnification on the screen be chosen?

*) All measurements were made with a Leitz Classimat.

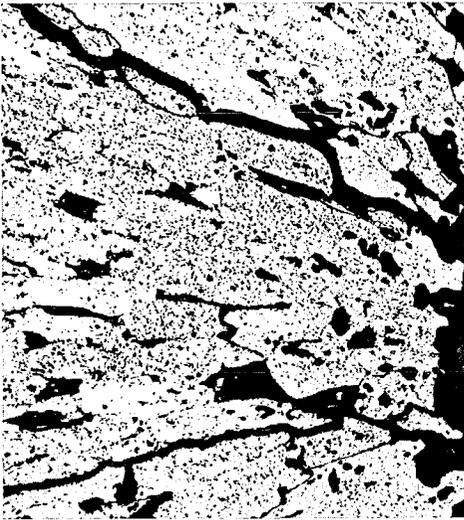


Fig. 1. Beispiel für die Mikrostruktur eines bestrahlten oxidischen Brennstoffes

Fig. 1. Example of the microstructure of an irradiated oxidic fuel

1. Präparation

Experimentell hat sich herausgestellt^{1) 2)}, daß das Naßschleifen und Polieren mit Tonerde und Chromoxid (30 min) als optimal für die Präparation bestrahlter oxidischer Brennstoffe betrachtet werden darf. Für die Untersuchung der durch das Meßsystem bedingten systematischen Verfälschung ist die Kenntnis der Reproduzierbarkeit der Einzelmessung notwendig. Hierfür wird der vorliegende Ausschnitt des Querschliffs des zylindrischen Brennstabes in 10 gleiche Zonen geteilt und das Leervolumen bzw. die Porosität gemessen. Die einzelnen Zonen werden durch normierte Radien r' charakterisiert. Nach Fig. 2 muß als mittlere Unsicherheit der Einzelmessung eines Segments des kreisförmigen Querschnitts $\pm 1,5\%$ Porosität angegeben werden.

2. Einfluß der Mikroskopvergrößerung

Das Ergebnis der Untersuchung des Einflusses der Mikroskopvergrößerung zeigt Fig. 3 bei Konstanthaltung aller anderen Parameter des Meßverfahrens. Im Rahmen des oben angegebenen Fehlers ist ein Einfluß nicht vorhanden, wenn die beiden Ver-

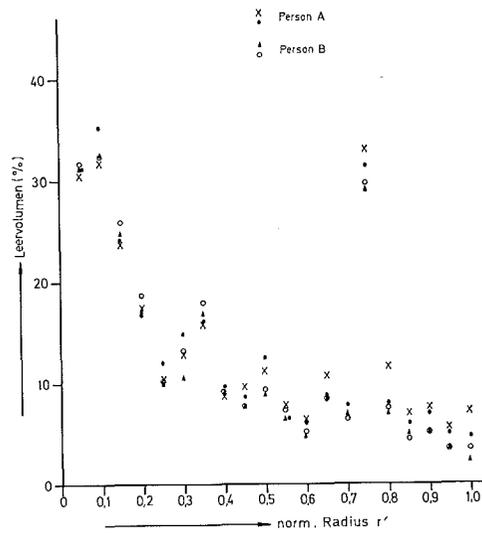


Fig. 2. Reproduzierbarkeit der Einzelmessung der Porosität

Fig. 2. Reproducibility of an individual measurement of the porosity
ordinate = vacant volume (%)

1. Preparation

It has been shown experimentally^{1) 2)} that the optimum method of preparing irradiated oxidic fuels is wet grinding and polishing with alumina and chromium oxide (30 min). In order to investigate the systematic error dependent upon the measuring system it is necessary to know the reproducibility of the individual measurement. To this end, the area under consideration of the cross section of a cylindrical fuel rod is divided into 10 equal zones and the volume vacant or the porosity is measured. The individual zones are characterised by normalised radii r' . According to Fig. 2 the mean uncertainty of the individual measurement of a segment of the circular cross section must be $\pm 1.5\%$ porosity.

2. Influence of the microscope magnification

The result of the investigation into the influence of the microscope magnifications, all other experimental parameters being constant, is shown in Fig. 3. Within the limits of the error given above, no effect exists for magnifications of 100x and

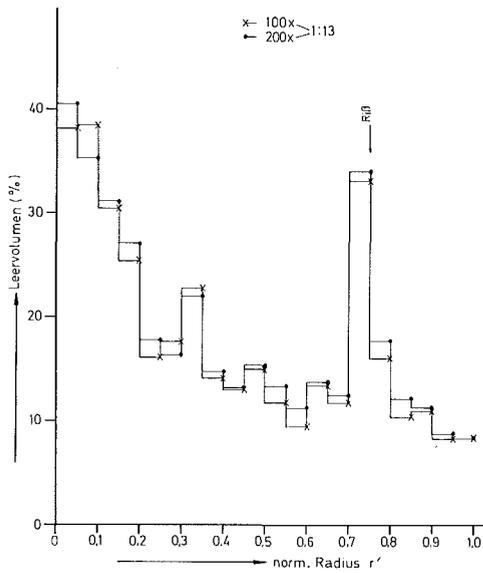


Fig. 3. Einfluß der Mikroskopvergrößerung auf die Porositätsmessung bei bestrahlten oxidischen Brennstoffen, 1:13 = Epidiaskopvergrößerung

Fig. 3. Influence of the microscope magnification on measurements of the porosity of irradiated oxidic fuels. Epidiascope magnification = 13 x
ordinate = vacant volume (%)

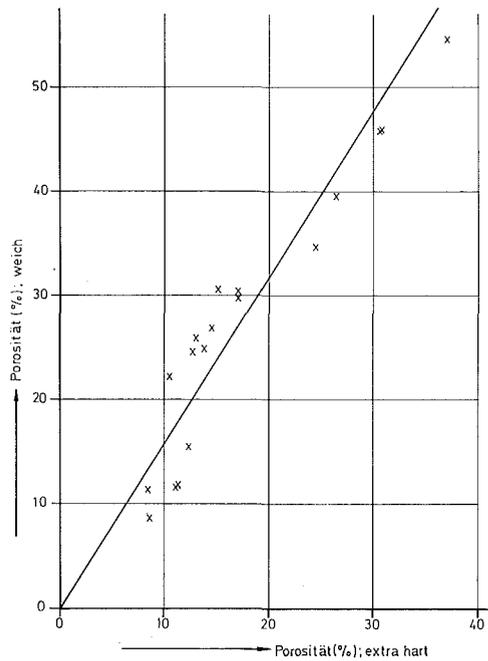


Fig. 4. Einfluß der Papiergradation auf die Porositätsmessung bestrahlter oxidischer Kernbrennstoffe
Fig. 4. Influence of the paper grade on measurements of the porosity of irradiated oxidic nuclear fuels
abscissa = porosity (%); extra hard
ordinate = porosity (%); soft

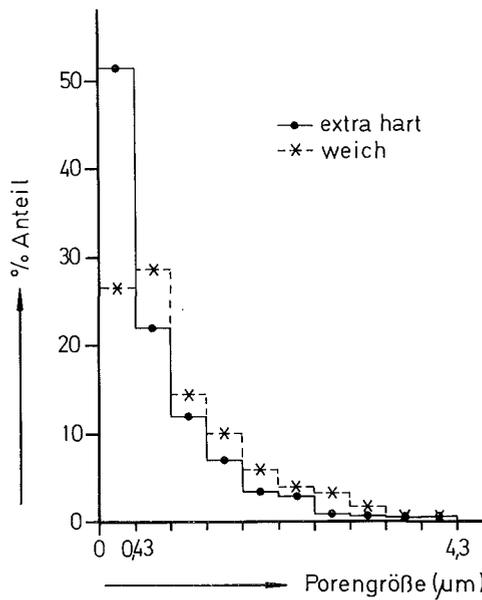


Fig. 5. Verschiebung des Porengrößenspektrums durch Verwendung der Gradation extrahart
Fig. 5. Shift in the pore size spectrum due to use of extra hard grade paper
abscissa = pore size (μm)
ordinate = fraction
extra hard ●
soft X

größerungen 100fach und 200fach betrachtet werden *).

Es sei an dieser Stelle erwähnt, daß die Verwendung eines Mikroskopobjektivs mit nur 15facher Gesamtvergrößerung keine systematische Verschiebung zu kleineren oder größeren Porositäten erkennen läßt³⁾.

Diese Ergebnisse sind nicht ohne weiteres übertragbar auf die Flächenanalyse mit der Kombination Mikroskop-Bildanalysator. Bei Messungen am Gefüge direkt können solche Faktoren, wie Verringerung von Tiefenschärfe und Kontrast mit steigender Auflösung des Mikroskops durchaus ins Gewicht fallen.

3. Einfluß der Papiergradation

Verursacht durch den sehr verschiedenen Verlauf der Schwärzungskurven bei den beiden extremen vom Handel angebotenen Papiergradationen extra hart und weich ist eine systematische Verfälschung der gemessenen Porositäten durch die Gradation nicht auszuschließen. Zur Überprüfung wurde zunächst ein schwarz-weißes Punktraster mit regelmäßigem Aufbau, bei dem der Anteil der schwarzen Phase (= Poren) errechnet werden konnte, gemessen. Es folgte die Vermessung eines UO_2 -Gefüges mit Porenspektrenbereich. Der Absolutbetrag der Porosität der UO_2 -Probe wurde durch Messen der Dichte einer 2 mm dicken Scheibe, die als Meßprobe eingebettet wurde, bestimmt. Danach wurden die Abzüge der betrachteten Proben untersucht. Von einem Original wurden Abzüge in den Gradationen weich und extra hart angefertigt und bei Konstanthaltung aller anderen Parameter des Verfahrens die Porosität gemessen. An dem Punktraster wurde der Anteil der schwarzen Phase auch an den photographischen Abzügen berechnet. Die Ergebnisse zeigt Tabelle 1.

Die Tabelle weist eindeutig eine systematische Verschiebung außerhalb der Meßgenauigkeit zu höheren Porositäten von extra hart zu weich aus. Der Vergleich mit dem Original zeigt, daß die Verfälschung durch die Gradation extrahart hervorgerufen wird.

*) Der sehr hohe finanzielle Aufwand in den Heißen Zellen der GFK macht die Verwendung von Vergrößerungen höher als 200fach über einen ganzen Probenradius (2,6 mm) nicht möglich.

200 x *).

It should be mentioned at this point that the use of a microscope objective with a magnification of only 15 x does not reveal any systematic shift to lesser or greater porosity³⁾.

These results cannot be applied immediately to areal analysis using a combination of microscope and image analyser. In the case of measurements made directly on the microstructure, factors such as reduction in the depth of focus and contrast with increasing resolution of the microscope may well be of some importance.

3. Influence of the grade of paper

Due to the marked difference in the blackening curves between the two extreme grades of commercially available paper, extra hard and soft, a systematic error in the measured porosities due to the grade of paper used cannot be excluded. To test this, a regular black and white point grid for which the fraction of the black phase (= pores) could be calculated was measured out. A UO_2 -microstructure containing a wide range of pore sizes was then measured. The absolute value of the porosity of the UO_2 -specimen was determined by measuring the density of a 2 mm thick disc mounted as a specimen. Prints of the specimens were then examined. Prints were taken from an original on soft and extra hard paper and the porosity determined holding all other parameters constant. The fraction of black phase on the point grid was also calculated from the photographic prints. The results are shown in Table 1.

The table clearly shows that there is a systematic shift outside the limits of experimental accuracy to greater porosities going from extra hard to soft. Comparison with the original shows that the error is introduced by the extra hard paper. Pore size analysis

*) The high costs using the GFK (Karlsruhe Nuclear Research Centre) hot cells precludes the use of magnifications greater than 200 x across a whole specimen radius (2.6 mm).

Tabelle 1. Einfluß der Papiergradation auf die Messung des Flächenanteils (Negativmaterial 23-D-56 Agfa-Gevaert; Entwickler Rodinal 6,5 min/1:25, Epidiaskopvergrößerung 13fach)

Meßprobe	Flächenanteil P [%]			$\frac{P_{\text{weich}}}{P_{\text{eh}}}$
	Original	extrahart	weich	
Punktraster kein Größenspektrum	29,2 (berechnet aus Durchmesser und Abstand)	24,0 gemessen 24,4 berechnet	28,8 gemessen 29,3 berechnet	1,2
UO ₂ -Gefüge Größenspektrum 0,43–4,3 μm	6,5 aus Dichtemessungen 5,7 mit Bildanalysator gemessen	3,9	5,8	1,5
Bestrahlter Brennstoff Größenspektrum 1–20 μm	z. Z. nicht meßbar	für Porositätsanteile von 10–40 % wurde ermittelt: $P_{\text{weich}} = 1,6 P_{\text{extrahart}}$ [Fig. 4]		

Eine Porengrößenanalyse des UO₂-Gefüges beweist, daß bei den zwei Gradationen verschiedene Porengrößenverteilungen vorliegen. Für alle Porengrößen > 0,43 μm sinkt die Häufigkeit bei extrahart, um dann für die Größe ≤ 0,43 μm um 50 % zuzunehmen (Fig. 5). Tabelle 1 zeigt auch, daß die Verfälschung bei Vorliegen eines Größenspektrums deutlich höher liegt, als wenn keines vorhanden ist.

4. Einfluß der Bildschirmvergrößerung

Bei der Untersuchung dieses Parameters muß beachtet werden, daß das elektronische Meßsystem ein echtes Auflösungsvermögen besitzt. Sind die Poren in ihrer Größe mit der Zeilenbreite der Fernsehröhre vergleichbar, so ist eine Diskriminierung der Phasen nicht mehr möglich. Zur Untersuchung wurde wieder ein Punktraster mit regelmäßigem Aufbau ausgewählt (errechneter Anteil der schwarzen Phase 13 %). Die Teilchengröße (0,75 mm) war bei der kleinsten noch wählbaren Epidiaskopvergrößerung 3-fach in der Grenze des Auflösungsvermögens. Bei der Diskriminierung wurde so vorgegangen, daß die Graustufe bei der höchsten Vergrößerung 35fach ausgewählt wurde, um dann für alle anderen konstant zu bleiben. Figur 6 zeigt den Verlauf des gemessenen Phasenanteils als Funktion der Epidiaskopvergrö-

of the UO₂-microstructure shows that the pore size distributions are different for the two grades. For all pore sizes > 0.43 μm the frequency falls for extra hard to increase again by 50 % for sizes ≤ 0.43 μm (Fig. 5). Table 1 also shows that the error is distinctly greater where there is a spectrum of sizes than where there is not.

4. Influence of the screen magnification

In the investigation of this parameter it must be noted that the electronic measuring system has an actual resolving power of its own. If the size of the pores is comparable with the line width of the television tube, discrimination of the phases is no longer possible. A regular point grid was again chosen for investigation (calculated fraction of black phase 13 %). The spot size (0.75 mm) was at the limit of the resolving power at the smallest possible epidiascope magnification of 3x. The procedure for discrimination was to set the grey value for the highest magnification 35x, and keep it constant for all the others. Figure 6 shows the curve of the measured phase fraction as a function of the epidiascope magnification. According to this the measured fraction increases with the magnification until it

Table 1. Influence of the grade of paper on the measurement of areal fraction (negative 23-D-56 Agfa-Gevaert; developer Rodinal 6.5 min/1:25, epidiascope magnification 13 x)

Test Specimen	Areal fraction P (%)			$\frac{P_{\text{soft}}}{P_{\text{eh}}}$
	Original	Extra hard	soft	
Point grid points all of equal size	29.2 (calculated from diameter and distance of points)	24.0 measured 24.4 calculated	28.8 measured 29.3 calculated	1.2
UO ₂ microstructure size spectrum 0.43–4.3 μm	6.5 from density measurements 5.7 measured with image analyser	3.9	5.8	1.5
irradiated fuel size spectrum 1–20 μm	not measurable at present	$P_{\text{soft}} = 1.6 P_{\text{extra hard}}$ was determined for porosity fractions of 10–40 % (Fig. 4)		

berung. Hiernach steigt der gemessene Anteil mit der Vergrößerung, bis er bei 13fach einen Sättigungswert erreicht, der mit 1 % Abweichung zum theoretischen Wert in der Fehlergrenze (s. o.) der Messung liegt. Als Schlußfolgerung für die Flächenanalyse kann damit gelten: Der richtige Wert wird von einer Vergrößerung ab gemessen, bei der die Größe des Einzelteilchens am Bildschirm etwa das 4fache der Zeilenbreite beträgt. Bei Vorliegen eines Teilchengrößenspektrums gilt diese Forderung bei exakter Messung für die kleinste Teilchengröße. Dies bedeutet in jedem Fall einen höheren Zeitaufwand. Geht der Flächenanalyse jedoch

reaches a saturation value at 13 x which with 1 % deviation from the theoretical value lies within the limits of accuracy (see above) of the measurement. It can therefore be concluded that for areal analysis the correct value is measured at a magnification at which the size of the individual particles on the screen is about four times the line width. Where there is a whole spectrum of particle sizes this requirement applies to the smallest particle size. This means a greater time expenditure in every case. If the areal analysis is preceded by a particle size analysis it is possible to estimate the size of the error in the measured value if, for example, the

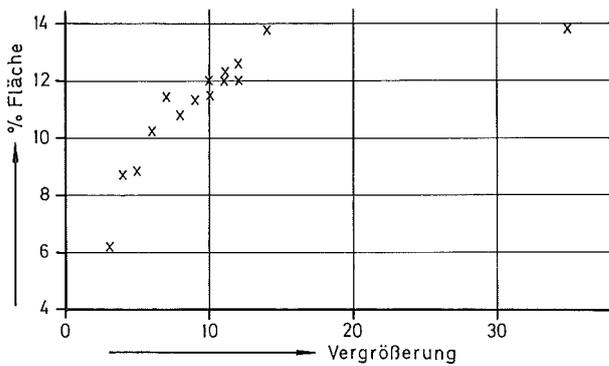


Fig. 6. Einfluß der Bildschirmvergrößerung auf die Porositätsmessung
 Fig. 6. Influence of the screen magnification on the porosity measurement
 abscissa = magnification
 ordinate = % area

eine Teilchengrößenanalyse voraus, so kann der Betrag abgeschätzt werden, um den der Meßwert verfälscht ist, wenn z. B. die kleinste Größenklasse das oben angegebene Kriterium nicht mehr erfüllt.

Für die vollautomatische Flächenanalyse folgt damit, sie ist zuverlässig nur dann möglich, wenn abgesehen vom reproduzierbaren Kontrastunterschied an dem anfallenden Probenmaterial immer die gleiche Teilchengröße oder das gleiche Größenspektrum vorliegt.

Zusammenfassung

Die Untersuchung auf systematische Fehler bei der Messung der Porosität mit der Kombination Epidiaskop-Bildanalysator hat gezeigt: Die Erfassung des wahren Porenanteils ist möglich, wenn die Papiergradation „weich“ gewählt wird, und wenn die Vergrößerung am Bildschirm so hoch ist, daß die Poren der kleinsten Größenklasse in einem Größenspektrum auf etwa das 4fache der Zeilenbreite vergrößert werden.

Literatur/References

- 1) H. HOFFMAN, W. HELLRIEGEL, K. SPIELER, Ext. Bericht der GfK, 6/71-3 (1971)
- 2) H. HOFFMANN, KFK 1863 (1973)
- 3) B. SCHULZ, KFK 1960 (1974)

Angenommen: 19. August 1974
Verlagsübersetzung

Accepted: August 20, 1974
Translated by the publishing company

Anschrift der Verfasser/Authors' address:
Kernforschungszentrum Karlsruhe, Institut für Material- und Festkörperforschung, 75 Karlsruhe, Postfach 947

smallest size class no longer satisfies the above criterion.

It follows that the fully automatic areal analysis is reliable only if, apart from the reproducible contrast difference, the particle size or the particle size spectrum is the same for all specimens.

Summary

Investigation of systematic errors in the measurement of porosity using a combination of epidiascope and image analyser has shown that it is possible to determine the true pore fraction accurately if a "soft" grade of paper is used and if the screen magnification is so high that the pores in the lowest size class in the size spectrum are magnified to about 4 x the line width.