

DIN ISO 13067

ICS 71.040.50

Einsprüche bis 2015-08-05

Entwurf

**Mikrobereichsanalyse –
Elektronenrückstreubeugung –
Messung der mittleren Korngröße (ISO 13067:2011);
Text Deutsch und Englisch**

Microbeam analysis –
Electron backscatter diffraction –
Measurement of average grain size (ISO 13067:2011);
Text in German and English

Analyse par microfaisceaux –
Diffraction d'électrons rétrodiffusés –
Mesurage de la taille moyenne des grains (ISO 13067:2011);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-06-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 48 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
3.1 Terminologie der Korngrößenmessung mit EBSD Terminologie im Zusammenhang mit der Messung der Korngröße mittels EBSD	6
3.2 Terminologie im Zusammenhang mit mittels EBSD bestimmten Körnern und Korngrenzen	8
3.3 Terminologie im Zusammenhang mit der Korngrößenmessung	9
3.4 Terminologie im Zusammenhang mit Datenkorrektur und Unsicherheit von EBSD-Maps	10
4 Erfassen eines EBSD-Mappings für die Korngrößenmessung	11
4.1 Anforderungen an die Hardware	11
4.2 Anforderungen an die Software	11
5 Erfassen der Map für Korngrößenbestimmung mittels EBSD	11
5.1 Probenpräparation	11
5.2 Festlegen der Probenachsen	11
5.3 Positionieren und Kalibrieren des Probentisches	12
5.4 Lineare Kalibrierung	12
5.5 Voruntersuchung	12
5.6 Wahl der Schrittweite	12
5.7 Bestimmung der erforderlichen Winkelgenauigkeit [7, 8]	13
5.8 Auswahl der abzubildenden Flächen und Bildgröße	15
5.9 Betrachtungen zur Untersuchung plastisch deformierter Werkstoffe	15
6 Analysenverfahren	16
6.1 Definition von Grenzen	16
6.1.1 Korngrenzenwinkel	16
6.1.2 Behandlung unvollständiger Grenzen	16
6.1.3 Behandlung besonderer Grenzen	16
6.2 Nachbearbeitung der erfassten Rohdaten	17
6.3 Datenbereinigungsschritte	17
6.4 Korngrößenmessung	21
6.5 Darstellung der Daten	21
7 Messunsicherheit	22
8 Angabe von Analyseergebnissen	22
Anhang A (informativ) Korngrößenmessung	23
Literaturhinweise	25

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (ISO 13067:2011) wurde vom Internationalen Technischen Komitee ISO/TC 202 „Microbeam analysis“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SAC (China) gehalten wird. Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-18 AA „Elektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der ISO 13067:2011 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Orientierungsverteilungskarten werden in dieser Norm einheitlich „Mapping“ genannt.

Diese Norm verwendet das Wort „Probe“ im Sinne von „Präparat“ (das Objekt, das mittels EBSD analysiert wird) und nicht im Sinne von „Muster“.

Zu Begriff 3.1.7 (Beugungsbildqualität) wird angemerkt, dass das „Pattern“ das von der CCD-Kamera vom Leuchtschirm des EBSD-Systems aufgezeichnete Beugungsbild ist.

Für die im nachfolgenden Text zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden nationalen Normen hingewiesen.

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

ISO 21748 siehe DIN ISO 21748

ISO 24173 siehe DIN ISO 24173

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN ISO 21748, *Leitfaden zur Verwendung der Schätzwerte der Wiederholpräzision, der Vergleichpräzision und der Richtigkeit beim Schätzen der Messunsicherheit*

DIN ISO 24173, *Mikrobereichsanalyse — Leitfaden zur Messung der Orientierung mit Elektronenrückstreudiffraktometrie*

Mikrobereichsanalyse — Elektronenrückstreubeugung — Messung der mittleren Korngröße

Einleitung

Die mechanischen und elektromagnetischen Eigenschaften von technischen Werkstoffen werden stark durch die Größe und die Größenverteilung der kristallinen Körner beeinflusst. Festigkeit, Zähigkeit und Härte sind beispielsweise wichtige technische Eigenschaften, die durch diese Parameter stark beeinflusst werden. Die Korngröße beeinflusst sowohl Festkörper als auch schmale zweidimensionale Strukturen in Form dünner Filme. Aus diesem Grund ist es wichtig, zur Messung der Korngröße über genormte Verfahren mit allgemein verwendeter und festgelegter Terminologie zu verfügen. Diese Internationale Norm beschreibt Verfahren zur Messung der mittleren Korngröße anhand von Orientierungsverteilungskarten (Mapping), die mittels Elektronenrückstreubeugung gemessen werden.

WICHTIG — Die elektronische Version dieses Dokuments enthält Farben, die als nützlich für das Verständnis dieser Norm betrachtet werden. Beim Ausdrucken dieses Dokuments sollte daher ein Farbdrucker verwendet werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Verfahren zur Messung der mittleren Korngröße anhand eines zweidimensionalen polierten Querschliffs mittels Elektronenrückstreubeugung (en: Electron backscatter diffraction, EBSD) fest. Dazu ist die Messung der Orientierung, der Fehlorientierung und eines Faktors für die Qualität der Beugungsmuster als eine Funktion der Position in der kristallinen Probe erforderlich [1].

ANMERKUNG 1 Während konventionelle Verfahren zur Korngrößenbestimmung mittels Lichtmikroskopie etabliert sind, bieten EBSD-Verfahren eine Reihe von Vorteilen gegenüber diesen Techniken, einschließlich erhöhte räumliche Auflösung und quantitative Beschreibung der Orientierung der Körner.

ANMERKUNG 2 Das Verfahren eignet sich auch zur Messung der Korngröße komplexer Werkstoffe, z. B. Werkstoffe mit Duplexgefüge.

ANMERKUNG 3 Bei der Interpretation der Ergebnisse ist bei stark deformierte Proben besondere Sorgfalt notwendig.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 16700, *Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Guidelines for calibrating image magnification*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ISO 21748, *Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation*

ISO 23833, *Microbeam analysis — Electron probe microanalysis (EPMA) — Vocabulary*

ISO 24173:2009, *Microbeam analysis — Guidelines for orientation measurement using electron backscatter diffraction*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe. Weitere Begriffe sind außerdem ISO 24173 und ISO 23833 zu entnehmen.

3.1 Terminologie der Korngrößenmessung mit EBSD Terminologie im Zusammenhang mit der Messung der Korngröße mittels EBSD

3.1.1

Schrittweite

Abstand zwischen benachbarten Punkten, aus denen während der Datenerfassung für eine EBSD-Map einzelne EBSD-Pattern erfasst werden

3.1.2

Pixel

Bildelement

kleinster Bereich eines EBSD-Mapping, in der Abmessung der Schrittweite, dem das Ergebnis einer einzelnen Orientierungsmessung durch Stoppen des Strahls an einem Punkt in der Mitte dieses Bereichs zugeordnet wird

3.1.3

Orientierung

mathematische Beschreibung des Winkelverhältnisses zwischen den Kristallachsen des Analysenpunktes und einem Bezugssystem, normalerweise den Probenachsen

3.1.4

indiziert

ein Pixel gilt als indiziert, wenn die aus dem für dieses Pixel erfassten EBSD-Pattern berechnete Orientierung einen vorgegebenen Schwellenwert für die Zuverlässigkeit erfüllt

3.1.5

Indizierungszuverlässigkeit

Zahlenwert, der die Konfidenz/Zuverlässigkeit angibt, die der Indizierungs-Software bei einer automatischen Analyse eingeräumt wird

ANMERKUNG Dieser Parameter variiert bei einzelnen EBSD-Herstellern, kann jedoch enthalten:

- a) die mittlere Differenz zwischen den experimentell bestimmten Winkeln zwischen Beugungsebenen und den berechneten Winkeln, die mittels EBSD-Software für die Orientierung bestimmt wurden;
- b) die Differenz zwischen der Anzahl an Triplets (Schnittpunkte von drei Kikuchibändern) im EBSD-Pattern, die mit der gewählten Orientierung und der nächstbesten möglichen Lösung übereinstimmt, durch die Gesamtzahl an Triplets dividiert.

3.1.6

Mapping

Orientierungsverteilungskarte

Kristallorientierungskarte

kartenähnliche Darstellung der Pixel, abgeleitet aus der sequentiellen Messung der Kristallorientierung an jedem Punkt in einem Raster [siehe Bilder 1 b) bis 1 f)], die den kristallografischen Zusammenhang zwischen den Pixeln und dem Bezugssystem abbildet

3.1.7

Beugungsbildqualität

Maß für die Schärfe der Beugungsbänder oder des Kontrastbereiches in einem Beugungsmuster

ANMERKUNG In unterschiedlichen handelsüblichen Softwarepaketen werden unterschiedliche Begriffe verwendet, einschließlich beispielsweise Bandkontrast, Bandkantensteilheit und Bildqualität.

3.1.8

Beugungsbildqualitätskarte

kartenähnliche Darstellung der Pixel, die die Patternqualität der einzelnen Pixel abbildet, abgeleitet aus der sequentiellen Erfassung von EBSD-Pattern an jedem Punkt in einem Raster [siehe Bild 1 a)]

ANMERKUNG 1 Da sich die Messungen der Beugungsbildqualität an Gefügebestandteilen, wie z. B. Korngrenze und Orientierung, ändern können, kann die Beugungsbildqualitätskarte Hinweise zur Kornform und Korngröße liefern.

ANMERKUNG 2 Beugungsbildqualitätskarten können außerdem auf stark deformierte Bereiche und mangelhafte Präparation, z. B. Kratzer, hinweisen.

ANMERKUNG 3 Kleine Partikel und Merkmale tragen auch zur Beugungsbildqualitätskarte bei.

3.1.9

Pseudosymmetrie

Möglichkeit, einem EBSD-Pattern aufgrund interner Ähnlichkeiten innerhalb des EBSD-Patterns auf unterschiedliche Weise verschiedene Orientierungen zuzuordnen

ANMERKUNG 1 Bei einigen Kristallorientierungen stellt Pseudosymmetrie normalerweise ein Problem dar, wenn sich in der Mitte des Patterns eine Hauptzonenachse befindet. Typisch sind ein {0001}-Pol bei einer hexagonalen Struktur und ein <111>-Pol bei einer kubischen Struktur.

ANMERKUNG 2 Pseudosymmetrie ist in EBSD-Beugungsbildern auch bei Strukturen mit einem Achsenverhältnis cla von etwa gleich 1, z. B. hochsymmetrische tetragonale Kristalle, möglich.

3.1.10

Fehlorientierung

bei zwei gegebenen Kristallorientierungen ist die Fehlorientierung diejenige Rotation, meist als ein Winkel-Achse-Paar angegeben, die erforderlich ist, um die Achsen der beiden Kristallsysteme durch Rotation eines Kristallachsensatzes zur Deckung zu bringen

3.1.11

Disorientierung

aufgrund der Kristallsymmetrie kann es mehrere Winkel-Achsen-Paare geben, die die gleiche Fehlorientierung repräsentieren, wobei das Paar mit dem kleinsten Winkel als Disorientierung bezeichnet wird

ANMERKUNG 1 Bei den meisten Kristallsymmetrien gibt es mehrere symmetrisch äquivalente Achsen für die Disorientierung mit dem kleinsten Fehlorientierungswinkel.

ANMERKUNG 2 Fehlorientierung und Disorientierung sind Begriffe, die häufig synonym verwendet werden. Disorientierung ist der strengere Begriff, der Begriff Fehlorientierung wird allerdings häufiger verwendet.

3.1.12

Foresscatter-Kontrastabbildung

Orientierungskontrastabbildung

Orientierungskontrast, der von Elektronen erzeugt wird, die aus der Probe gestreut werden

3.1.13

Electron-Channeling-Kontrastabbildung

ECCI (en: electron channeling contrast imaging)

Orientierungskontrast, der von Elektronen erzeugt wird, die in der Probe Channeling-Effekten unterliegen

3.1.14

Tonnenverzeichnung

Konvexverzeichnung

unterschiedlicher Abbildungsmaßstab in der Mitte und am Rand der Bildmatrix, wobei der Abbildungsmaßstab am Rand geringer ist

ANMERKUNG Ein quadratisches Objekt in der Mitte der Messfläche erscheint tonnenförmig (d. h. mit konvexen Seiten).

3.1.15

kissenförmige Verzeichnung

Konkavverzeichnung

unterschiedlicher Abbildungsmaßstab in der Mitte und am Rand der Bildmatrix, wobei der Abbildungsmaßstab am Rand höher ist

ANMERKUNG Ein quadratisches Objekt in der Mitte der Messfläche erscheint kissenförmig (d. h. mit konkaven Seiten).

3.2 Terminologie im Zusammenhang mit mittels EBSD bestimmten Körnern und Korngrenzen

3.2.1

Korngrenze

Linie, die benachbarte Regionen von Punkten in einer EBSD-Mapping trennt, wobei die Disorientierung zwischen beiden Seiten der Linie einen festgelegten Winkelschwellwert überschreiten muss, der zur Festlegung der Korngrenze gewählt wurde

3.2.2

Korn

Bereich von Punkten mit gleicher Orientierung (innerhalb einer Toleranz), der vollständig von Korngrenzen umschlossen ist und der größer als eine festgelegte Mindestgröße ist, um isolierte (häufig schlecht indizierte) Punkte als kleine Körner auszuschließen

3.2.3

Subkorngrenze

Linie, die benachbarte Regionen von Punkten in einem Korn trennt, wobei die Desorientierung zwischen beiden Seiten der Linie kleiner ist, als für ein Korn festgelegt wurde, jedoch größer ist, als für ein Subkorn festgelegt wurde

ANMERKUNG Subkorngrenzen sind gewissermaßen Korngrenzen mit einer kleineren Fehlorientierungsgrenze als die, die für die Korngrenze festgelegt wurde. Diese Grenzen können ein typisches lineares Aussehen haben und eine charakteristische Fehlorientierung aufweisen.

3.2.4

Subkorn

Bereich von Punkten mit ähnlicher Orientierung, die vollständig von Grenzen umschlossen sind, die größer als der Mindestsubkorngrenzwinkel sind

3.2.5

besondere Grenze

Grenze zwischen zwei Körnern, die innerhalb einer Toleranz eine besondere Orientierungsbeziehung aufweisen, die mit ihrer Identifizierung in Orientierungs-Maps verbunden ist

3.2.6

Zwillingsgrenze

Sonderfall einer besonderen Grenze zwischen Kristallen, die zueinander nach Symmetrieregeln ausgerichtet sind, bei denen die Grenze selbst eben ist und eine charakteristische Kristallebene darstellt (für beide Kristalle), häufig bildet ein Kristall das Spiegelbild des anderen Kristalls

ANMERKUNG In kubisch flächenzentrierten Kristallstrukturen kann die charakteristische Fehlorientierung, die einen gewöhnlichen Zwilling definiert, beispielsweise als eine 60°-Rotation um die <111>-Achse mit der Grenzebene senkrecht zur Rotationsachse beschrieben werden.

3.2.7

rekristallisierte Körner

neuer Satz nichtdeformierter Körner, die durch Keimbildung und Wachstumsprozesse aus deformierten Körnern gebildet werden

ANMERKUNG Messungen der Fehlorientierung innerhalb von Körnern mittels EBSD können verwendet werden, um zwischen deformierten und nichtdeformierten Körnern zu unterscheiden.

3.2.8

Phase

physikalisch homogenes Volumen in einem Material, das die gleiche Kristallstruktur und die gleiche chemische Zusammensetzung aufweist

3.3 Terminologie im Zusammenhang mit der Korngrößenmessung

Die mittlere Korngröße kann auf verschiedene Weise dargestellt werden. Dieser Unterabschnitt gibt einen Überblick über einige häufiger verwendete Begriffe, ferner wird auf Anhang A verwiesen, der weitere Einzelheiten zu anderen Begriffen, über verfügbare Normen und zur Anwendbarkeit von Verfahren für bestimmte Kornformen und Kornverteilungen enthält.

3.3.1

Linienabschnitt

Abstand zwischen den Punkten, an denen eine Gerade, die ein Korn überquert, die Korngrenze auf beiden Seiten des Korns schneidet

ANMERKUNG Weitere Hinweise siehe ASTM E112.

3.3.2**Kreis-Äquivalentdurchmesser** D_{circle}

Durchmesser des Kreises mit einer Fläche, die der Fläche des Kornes entspricht, gegeben nach:

$$D_{\text{circle}} = (4A/\pi)^{1/2}$$

Dabei ist A die Fläche des Kornes.

ANMERKUNG Die ASTM-Korngrößenzahl G ist gegeben nach:

$$G = -6,64 \log_{10} D_{\text{circle}} - 2,95$$

Dabei wird D_{circle} in Millimeter gemessen.

3.3.3**Feret-Durchmesser**

senkrechter Abstand zweier paralleler Linien, die in einer festgelegten Messrichtung tangential an die Kornkontur den gegenüberliegenden Seiten des Kornes eingezeichnet werden

ANMERKUNG 1 Sinngemäß ist der Feret-Durchmesser das Messergebnis eines Messschiebers.

ANMERKUNG 2 Es werden verschiedene Varianten des Feret-Durchmessers verwendet. Beispielsweise kann der Feret-Durchmesser in vertikaler und horizontaler senkrechter und waagerechter Richtung oder in beliebigen zwei zueinander rechtwinkligen Richtungen gemessen werden.

3.3.4**Kornform**

Eigenschaft, deren Wert durch Anpassen einer Ellipse an das Korn und Messen des Seitenverhältnisses bestimmt wird, d. h. Verhältnis der Länge der Nebenachse zur Länge der Hauptachse

ANMERKUNG 1 Sie wird manchmal als Kornstreckung bezeichnet.

ANMERKUNG 2 Der Wert liegt im Bereich von 0 bis 1.

ANMERKUNG 3 Die Ellipse kann auf verschiedene Weise an das Korn angepasst werden; die unterschiedlichen Verfahren können zu kleinen Unterschieden beim gemessenen Seitenverhältnis führen.

3.3.5**Kornformorientierung**

Winkel zwischen der Hauptachse einer an das Korn angepassten Ellipse und der horizontalen Richtung, normalerweise entgegen dem Uhrzeigersinn gemessen

3.4 Terminologie im Zusammenhang mit Datenkorrektur und Unsicherheit von EBSD-Maps**3.4.1****Fehlindizierung**

zuordnen einer unkorrekten Orientierung oder Phase zu einem gemessenen EBSD-Pattern

ANMERKUNG Dafür kann es viele Ursachen geben, z. B. Pseudosymmetrieffekte, Versuch, ein schwaches Pattern zu indizieren oder ein Pattern von einer unerwarteten Phase, für die die Indizierungssoftware nicht konfiguriert wurde.

3.4.2**Nichtindizierung**

Nichtzuordnung einer Orientierung aufgrund unzureichender Qualität des EBSD-Pattern

ANMERKUNG Dafür kann es viele Ursachen geben, z. B. Rauigkeit der Probe, Staub auf der Probe, Überlappen von Pattern an der Korngrenze, ein Pattern geringer Qualität aufgrund von Spannungseffekten, oder wenn das Pattern von einer unerwarteten Phase stammt.

3.4.3

Datenbereinigung

gewählter Prozess, um nichtindizierte und fehlindizierte Daten im Mapping zu korrigieren, unter Verwendung einer Reihe von Parametern, üblicherweise auf Basis der Merkmale (Orientierung, Phase) einer bestimmten Anzahl nächster Nachbarn [siehe Bilder 1 b) und 1 f)]

ANMERKUNG In den verschiedenen handelsüblichen Softwarepaketen werden bei unterschiedlichen Datenbereinigungsprozessen viele Begriffe (nicht unbedingt mathematisch präzise) verwendet, einschließlich Rauschminderung, Extrapolation, Dilation und Erosion.

4 Erfassen eines EBSD-Mappings für die Korngrößenmessung

4.1 Anforderungen an die Hardware

Für die nötige Ausrüstung zur Erfassung von Elektronenrückstreupattern, zur Indizierung der Pattern (Bestimmen der Orientierung) und entweder zum Scannen des Elektronenstrahls über die Probenoberfläche oder, weniger üblich, zum Scannen des Probentisches, wobei der Strahl zum Erfassen einer Map unbewegt gehalten wird, wird auf ISO 24173 verwiesen.

4.2 Anforderungen an die Software

4.2.1 Die Software muss ermöglichen, dass die Orientierungsdaten (oder andere Parameter, wie z. B. von jedem Beugungspattern abgeleitete Patternqualität) als eine Map dargestellt werden.

4.2.2 Die Software muss fehlindizierte Pixel korrigieren oder nichtindizierte Pixel auffüllen (siehe 6.2 und 6.3).

4.2.3 Die Software muss aus den Orientierungsdaten anhand der gewählten Kriterien die Positionen von Korngrenzen ermitteln.

4.2.4 Die Software muss Körner als Bereiche zusammenhängender Pixel aus der Menge der ermittelten Korngrenzenpunkte identifizieren und Korngrößenparameter messen. Körner, die die Ränder der Karte schneiden, dürfen besonders behandelt, z. B. entfernt oder gewichtet, werden.

5 Erfassen der Map für Korngrößenbestimmung mittels EBSD

5.1 Probenpräparation

Um eine hohe Indizierung einzelner Pixel zu erreichen, ist es erforderlich, eine Oberfläche zu präparieren, die EBSD-Beugungsbilder ausreichender Qualität erzeugt, um zuverlässig indiziert zu werden. Die für die Indizierungs-zuverlässigkeit angewandten Kriterien müssen festgelegt und vom Anwender aufgezeichnet werden.

Das bei der Oberflächenpräparation angewandte Verfahren ist vom Werkstoff und dessen Zustand, z. B. metallurgische Wärmebehandlung, abhängig. Es wird auf Standardtexte zum Polieren und Ätzen sowie auf ISO 24173:2009, Anhang B, verwiesen. Überätzen von Korngrenzen sollte vermieden werden, da es zu einer erhöhten Anzahl von nichtindizierten und fehlindizierten Punkten und zu einer niedrigen Indizierungszuverlässigkeit an Korngrenzen führt.

Erforderlichenfalls darf die Probe mit einer dünnen leitfähigen Schicht beschichtet werden (z. B. Kohlenstoff), um eine Aufladung der Proben und eine Drift des Elektronenstrahls und somit eine Verzerrung des Bildes zu verhindern.

5.2 Festlegen der Probenachsen

Bei stark texturierten Proben, z. B. aufgrund thermomechanischer Behandlung, sind die Achsen der Probe vor der Präparation für EBSD so zu kennzeichnen, dass die EBSD-Messungen auf diese Achsen bezogen

werden können. Diese Achsen richten sich normalerweise nach der Walzrichtung, einer Wachstumsrichtung oder einer hauptsächlich aufgetragenen Spannung.

5.3 Positionieren und Kalibrieren des Probenstückes

Es sind die in ISO 24173 beschriebenen Verfahren zu befolgen. Die Probe ist in der gewünschten Orientierung mit den entsprechend dem Probenstück ausgerichteten Probenachsen auf dem Probenstück des Rasterelektronenmikroskops (REM) zu befestigen und in einem Arbeitsabstand abzubilden, bei dem die REM- und EBSD-Bildvergrößerung sowie das EBSD-System für die Indizierung von Beugungsbildern kalibriert worden sind.

Der Zweck dieser Kalibrierung besteht darin, zu überprüfen, dass es keinen verzerrenden Einfluss auf die aufgezeichneten Pattern gibt und um sicherzustellen, dass der Neigungswinkel in Bezug auf die Probe korrekt ist. Im Literaturhinweis [13] werden Verzerrungen an Rändern diskutiert.

Die Probenneigung hat einen wesentlichen Einfluss auf die Bildvergrößerung in Richtung der Probenoberfläche senkrecht zur Neigungsachse. Der Neigungswinkel der Probenoberfläche muss mit großer Sorgfalt akkurat gemessen werden.

ANMERKUNG Beim Erfassen der Daten für das Mapping verursacht eine Änderung des Neigungswinkels um 1° bei einem Neigungswinkel von 70° eine Änderung von $\sim 5\%$ der verwendeten Schrittweite in Richtung der Probenoberfläche senkrecht zur Neigungsachse.

5.4 Lineare Kalibrierung

Die Empfehlungen von ISO 16700 sind zu befolgen.

5.5 Voruntersuchung

Um eine vorläufige Reihe von Betriebsparametern festzulegen, die erforderlich sind für eine Orientierungskarte der Probe mit einer akzeptablen Genauigkeit und innerhalb einer akzeptablen Zeitspanne über eine Fläche, die ausreicht, um Daten für eine statistisch signifikante Anzahl von Körnern zu erfassen, ist eine Voruntersuchung der Probe durchzuführen.

Zur Messung der Orientierung erforderliche Informationen sind ISO 24173 zu entnehmen.

5.6 Wahl der Schrittweite

5.6.1 Wenn Korngröße und Kornform nicht bereits bekannt sind, sind die ungefähre Korngröße und Kornform mittels einer schnellen Abbildungstechnik zu schätzen. Auf einem Bereich mit nur geringem Polierrelief oder auf einem geätzten Bereich in der Nähe des mittels EBSD zu untersuchenden Bereiches könnte dies mit einem Lichtmikroskop getan werden. Bilder könnten auch relativ schnell mittels Forescatter-[10] oder Electron-Channeling-Kontrastabbildung mit auf den EBSD-Detektor montierten Dioden oder mittels Bildgebung mit dem Probenstrom erzeugt werden.

Alternativ zum Mapping bieten einige EBSD-Softwarepakete ein Linienschnittverfahren als Mappingverfahren an. Dieses kann verwendet werden, um eine ungefähre Korngrößenmessung schnell durchzuführen.

5.6.2 Die Schrittweite sollte entsprechend der Korngröße gewählt werden, außer es werden Informationen zu einer bestimmten Mindestgröße gefordert. In beiden Fällen ist zu berücksichtigen, dass eine Beurteilung zur Mindestanzahl der Pixel erfolgt, die zur Definition eines Kornes verwendet werden, entweder durch ein Linear- oder Flächenverfahren. Siehe auch 6.3 und Bilder 1 d), e) und f) zu Auswirkungen der gewählten Schrittweite.

Eine einfache Regel, die bei einem vorläufigen Scan angewandt werden kann lautet, dass die Schrittweite weniger als 10% der ungefähren mittleren Korngröße betragen sollte [2]. Um die Gültigkeit der gewählten Schrittweite zu bestätigen, ist das Mapping einer einzelnen Fläche bei verschiedenen Schrittweiten zu wiederholen und die größte Weite zu bestimmen, bei der kein signifikanter Unterschied in der mittleren

Korngröße bestimmt wird. Diese Wahl hat einen direkten Einfluss auf die Genauigkeit der Korngrößenmessung.

5.6.3 Bei der Wahl der Schrittweite muss die laterale Auflösung des Systems berücksichtigt werden. Die Schrittweite ist vorzugsweise größer als das interaktive Volumen, das sowohl durch den untersuchten Werkstoff als auch durch die Betriebsparameter der REM bestimmt wird, z. B. Kathodentyp, Beschleunigungsspannung und Blendengröße.

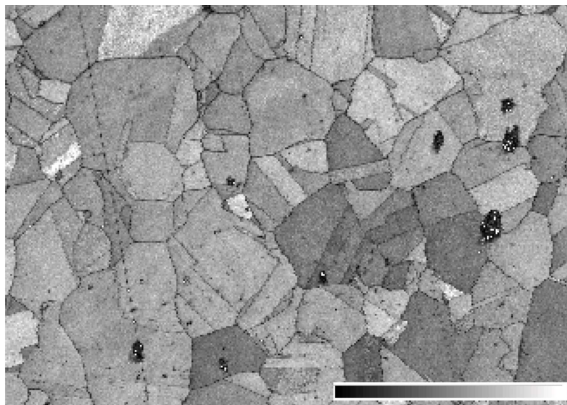
5.7 Bestimmung der erforderlichen Winkelgenauigkeit [7, 8]

Die Geschwindigkeit, mit der EBSD-Pattern aufgenommen werden (einschließlich Mittelwertbildung der Pattern), beeinflusst die Präzision, mit der Bandkanten detektiert werden können und somit die Winkelgenauigkeit der berechneten Orientierung. Die Berechnungsdauer und Winkelgenauigkeit werden außerdem durch andere Faktoren beeinflusst, wie z. B. Hough-Auflösung und Anzahl der gewählten Bänder zur Anpassung der berechneten Orientierung.

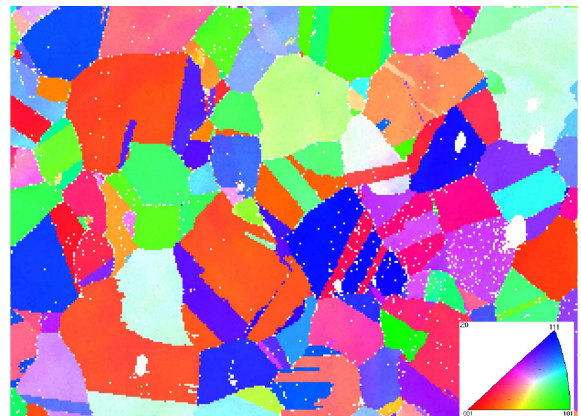
Wenn die Erfassung und Berechnung zu lange dauern, können Probleme durch Probendrift signifikant zunehmen und in einer vorgegebenen Zeit werden weniger Punkte erfasst, was die statistische Signifikanz der erfassten Daten verringert. Um Drift zu minimieren, wird empfohlen, dass die Probe gut geerdet und fest auf dem Probentisch befestigt ist. Kohlenstoffabs sind zu vermeiden. Bei nichtleitenden Proben könnte außerdem eine dünne Kohlenstoffschicht erforderlich sein.

Ist die Erfassungszeit zu kurz, wird sich die Indizierungszuverlässigkeit verschlechtern. Die als Kompromiss zwischen den beiden zuvor genannten gegensätzlichen Faktoren gewählten Einstellungen sind zu protokollieren.

Um Zeit zu sparen, dürfen EBSD-Pattern ohne Indizierung beim Mapping gespeichert und anschließend offline indiziert werden, um den Einfluss einiger der zuvor genannten Parameter auf die Genauigkeit der Indizierung zu untersuchen.



a)



b)

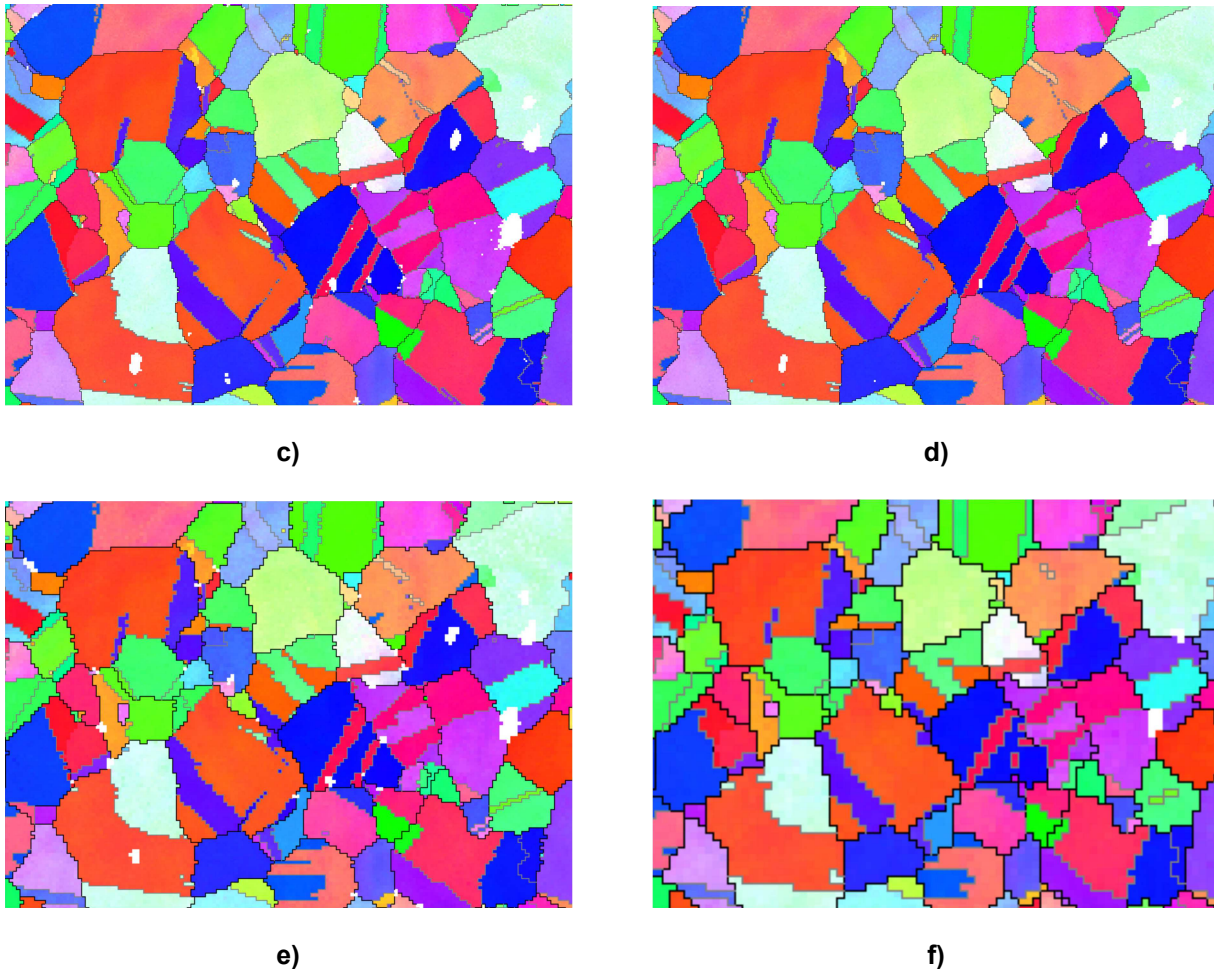


Bild 1 — Fläche einer Ni-Superlegierung mittels EBSD-Mapping unter verschiedenen Bedingungen

Bild 1 enthält:

- a) ein Beugungsbildqualität-Karte (der Grauskalenbereich umfasst 20 bis 160 der 256 Graustufen), bei einer Schrittweite von 0,5 μm erzeugt;
- b) gleicher Datensatz, Orientierungs-Mapping der Rohdaten (96,7 % indiziert), nichtindizierte Punkte sind weiß, inverse-Polfigur-Darstellung mit kolorierten Orientierungen (Richtung Probennormale, mit Erklärung rechts unten);
- c) Bild 1 b) nach dem Entfernen der Cluster mit 3 Pixel oder weniger und Ersetzen der nichtindizierten Pixel durch Orientierungen basierend auf ihren sechs nächsten Nachbarn (99,3 % indiziert);
- d) vergleichbar mit Bild 1 c), allerdings basierend auf zwei anstelle von sechs nächsten Nachbarn (99,8 % indiziert);
- e) die gleiche Fläche, bei einer Schrittweite von 1 μm abgebildet;
- f) die gleiche Fläche, bei einer Schrittweite von 2 μm abgebildet.

Die Bilder 1 c) bis 1 f) nutzen alle den in Bild 1 b) angegebenen Orientierungsschlüssel und zeigen Korngrenzen ($> 10^\circ$) in schwarz und Zwillingsgrenzen ($60^\circ \pm 1^\circ$, $[111] \pm 1^\circ$) in grau.

5.8 Auswahl der abzubildenden Flächen und Bildgröße

Die für die Untersuchung ausgewählten Flächen müssen für die gesamte Mikrostruktur repräsentativ sein und, falls es richtungsabhängige Unterschiede in der Probe gibt, sind die untersuchten Positionen in Bezug auf die Probengeometrie zu protokollieren.

Bei konventionellen Linienschnittmessungen empfehlen Normen, z. B. ASTM E112, die Messung von mindestens 50 Körnern an mindestens 3 Messflächen. Die lokale Präzision kann durch Messung von 500 Körnern bis 1 000 Körnern signifikant verbessert werden und die Gesamtunsicherheit, angegeben als ein Vertrauensniveau, wird durch die Änderung von Messfläche zu Messfläche bestimmt und wird durch eine Erhöhung der Messflächenanzahl verringert.

Da EBSD-Mappings die Messung der Größe aller Körner in einer vorgegebenen Messfläche ermöglicht, kann die Mindestanzahl von 50 Körnern im Allgemeinen leicht überschritten werden und große Flächen können relativ schnell untersucht werden. Es kann sinnvoll sein, fortlaufende Durchschnittsplots zu verwenden, um zu demonstrieren, dass ein stabiler wiederholbarer Wert erreicht worden ist. Bei geringen Vergrößerungen können die Fehler bei der Orientierungsmessung am Rand des Bildes zunehmen. Es gibt Datenerfassungssoftware, bei der diese Effekte durch Kalibrierung korrigiert werden können. Mitunter ist es besser, eine hohe Anzahl an Messflächen geringerer Größe bei hoher Vergrößerung zu messen, um einen Mittelwert mit geringerer Unsicherheit zu erhalten.

Ein Verfahren zur Quantifizierung von Körnern am Bildrand ist erforderlich [3], oft werden Körner, die vom Bildrand geschnitten werden, nicht berücksichtigt. Wenn von einem einzelnen Mapping eine geringere Anzahl an Körnern erhalten wird, kann das zu einer verfälschten mittleren Korngröße führen, weil die Körner, die vom Bildrand geschnitten werden, für die Bewertung nicht zur Verfügung stehen. Bei einer breiten Korngrößenverteilung ist dieser Umstand von noch größerer Bedeutung. Die entstehende „Abweichung“ kann mithilfe der Miles-Lantuéjoul-Korrektur [4] korrigiert werden, indem jedem Korn ein Gewicht zugeordnet wird, das proportional der Wahrscheinlichkeit ist, dass es innerhalb der Messfläche liegt.

Mit manchen Messgeräten und Softwareprogrammen ist es möglich, EBSD-Mappings benachbarter Bereiche zusammenzufügen. Das sollte vermieden werden, da auf diese Weise zusammengefügte Mappings zu Fehlern bei der Anpassung und zur Bildung falscher Korngrenzen führen können. Da die Korngröße eine statistische Größe ist, ist es besser, Messungen an verschiedenen einzelnen Bereichen vorzunehmen.

ANMERKUNG 1 Wenn zur Verringerung von Fehlern beim Zusammenfügen von Mappings statistische Verfahren angewandt werden können, könnte dieser Prozess der Gruppierung von Mappings von Interesse sein.

ANMERKUNG 2 Schwierigkeiten bei der Anpassung von Bildern könnten durch zu niedrige Vergrößerung, die zu Abbildungsfehlern führt, verursacht werden, z. B. räumliche Verzeichnung (z. B. Konkav- und Konvexverzeichnung) und Scanrotation oder ein mangelhaft justiertes Rasterelektronenmikroskop, das schlechte Orthogonalität im Scan aufweist. Orthogonalitätsfehler können mithilfe eines rechtwinkligen Rasters erkannt und korrigiert werden.

5.9 Betrachtungen zur Untersuchung plastisch deformierter Werkstoffe

Bei einem starken Grad an Gitterdefekten, z. B. durch plastische Deformation, kann es vorkommen, dass keine guten Beugungsbilder zu erhalten sind. Das macht eine Indizierung unmöglich oder führt zu ungenauer Messung der Orientierung oder Phase. 6.2 und 6.3 betrachten die Behandlung von Mappings, bei denen dies auftritt, aber es sollte beachtet werden, dass in Fällen, bei denen eine wesentliche Anzahl (> 10 %) von Pixeln nicht zuverlässig indiziert werden können, diese Behandlung die Ergebnisse verzerren und signifikante Ungenauigkeiten hervorrufen kann.

Außerdem führt eine Deformation häufig zur Bildung neuer Körner und Subkorngrenzen. Es gibt jedoch keine allgemein akzeptierte Definition der Fehlorientierungswinkel, die diese Grenzen definiert, da die Bedeutung des Grenzwinkels je nach Werkstofftyp und untersuchten Eigenschaften variiert. Selbst wenn eine gute Indizierung erreicht wird, ist es wichtig, dass für jede Messung der Korngröße in einem deformierten Werkstoff der Fehlorientierungswinkel protokolliert wird, der zur Definition einer Korngrenze verwendet wird.

Stark deformierte Mikrostrukturen können auch signifikante Anisotropie aufweisen, und mehrere Ansätze könnten erforderlich sein, um repräsentative Beschreibungen der Korngröße zu ergeben.