

DIN ISO 13067



ICS 71.040.50

Einsprüche bis 2021-02-04
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 13067:2015-12

Entwurf

**Mikrobereichsanalyse –
Elektronenrückstreubeugung –
Messung der mittleren Korngröße (ISO 13067:2020);
Text Deutsch und Englisch**

Microbeam analysis –
Electron backscatter diffraction –
Measurement of average grain size (ISO 13067:2020);
Text in German and English

Analyse par microfaisceaux –
Diffraction d'électrons rétrodiffusés –
Mesurage de la taille moyenne des grains (ISO 13067:2020);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-12-04 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe 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 oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 64 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	5
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
3.1 Terminologie im Zusammenhang mit der Messung der Korngröße mittels EBSD	8
3.2 Terminologie im Zusammenhang mit mittels EBSD bestimmten Körnern und Korngrenzen	11
3.3 Terminologie im Zusammenhang mit der Korngrößenmessung	12
3.4 Terminologie im Zusammenhang mit Datenkorrektur und Unsicherheit von EBSD-Mappings	13
4 Ausrüstung für Korngrößenbestimmung mittels EBSD	14
4.1 Anforderungen an die Hardware	14
4.2 Anforderungen an die Software	14
5 Erfassen der Karte für Korngrößenbestimmung mittels EBSD	14
5.1 Probenpräparation	14
5.2 Festlegen der Probenachsen	15
5.3 Positionieren und Kalibrieren des Probenstückes	15
5.4 Lineare Kalibrierung	15
5.5 Voruntersuchung	15
5.6 Wahl der Schrittweite	15
5.7 Bestimmung der erforderlichen Winkelgenauigkeit [7] [8]	17
5.8 Auswahl der abzubildenden Flächen und Kartengröße	18
5.9 Betrachtungen zur Untersuchung plastisch deformierter Werkstoffe	18
6 Analysenverfahren	19
6.1 Definition von Grenzen	19
6.1.1 Korngrenzenwinkel	19
6.1.2 Behandlung unvollständiger Grenzen	19
6.1.3 Behandlung besonderer Grenzen	19
6.2 Nachbearbeitung der erfassten Rohdaten	20
6.3 Datenbereinigungsschritte	20
6.4 Messung der sektionalen Korngröße	24
6.5 Berechnung der mittleren Korngröße	24
6.6 Darstellung der Daten	25
7 Messunsicherheit	25
8 Angabe von Analyseergebnissen	26
Anhang A (informativ) Korngrößenmessung	28
Anhang B (informativ) Vergleichpräzision	30
Literaturhinweise	33

Bilder

Bild 1 — Eine Fläche einer Ni-Superlegierung mittels EBSD-Mapping unter verschiedenen Bedingungen	16
Bild 2 — Kumulierte sektionale Korngrößenverteilungen, die sich bei unterschiedlichen Datenbereinigungsverfahren ergeben	22

Bild 3 — Kumulierte sektionale Korngrößenverteilungen, die sich bei unterschiedlichen Schrittweiten des Mappings und Entfernen einzelner Pixel bei der Datenbereinigung ergeben	23
Bild 4 — Kumulierte sektionale Korngrößenverteilungen, die sich bei unterschiedlichen Schrittweiten des Mappings und Entfernen von Körnern mit zwei oder weniger Nachbarn bei der Datenbereinigung ergeben	24
Bild B.1 — Mittelwerte von $D_{\text{circle}(n)}$ für jede Probe, wie ursprünglich von den Teilnehmern angegeben (vor eventuellen Korrekturen nach allen Datenauswertungen)	31
Bild B.2 — Beispiel-Mappings (nur ein Viertel der gesamten Fläche dargestellt) vor der Datenbereinigung mit nicht indizierten Pixeln in schwarz	31
Bild B.3 — Diagramm zur Darstellung der Auswirkung der Änderung der kleinsten Korngröße, die bei der Berechnung des mittleren Durchmessers $D_{\text{circle}(n)}$ berücksichtigt wird . . .	32

Tabellen

Tabelle 1 — Auswirkung der Pixelentfernung auf die mittlere Korngröße	22
Tabelle 2 — Präzision der Messung der mittleren sektionalen Korngröße einer Titanlegierung für Kreis-Äquivalentdurchmesser $\left(\overline{D_{\text{circle}(n)}} = \frac{\sum D_{\text{circle}}}{n}\right)$ und Linienschnittmessung $\left(\bar{l} = \frac{\sum l}{n}\right)$	25
Tabelle A.1 — Weitere für die Korngrößenbestimmung relevante Normen	29
Tabelle B.1 — Wiederholpräzision und Vergleichpräzision der Korngrößenbestimmung einer handelsüblichen Reintitanlegierung	30

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 13067:2020, die vom Technischen Komitee ISO/TC 202 „Microbeam analysis“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von SAC (China) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium 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 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 13383-1	siehe	DIN EN ISO 13383-1
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025
ISO 21748	siehe	DIN ISO 21748
ISO 24173	siehe	DIN ISO 24173

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 13067:2015-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Begriffe „3D-Korngröße“, „mittlere Korngröße“ und „sektionale Korngröße“ eingeführt;
- b) Verfahren der Auswahl der abzubildenden Flächen und Kartengrößen abgeändert;
- c) Datenbereinigung abgeändert;
- d) Verfahren zur Berechnung der mittleren Korngröße hinzugefügt;
- e) Darstellung der Daten abgeändert;
- f) Verfahren zur Bestimmung der Messunsicherheit abgeändert;
- g) Anhang A zur Korngrößenmessung abgeändert;
- h) Anhang B zur Vergleichpräzision hinzugefügt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 13383-1, *Hochleistungskeramik — Mikrostrukturelle Charakterisierung — Teil 1: Bestimmung der Korngröße und der Korngrößenverteilung*

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 Elektronenrückstreuendiffraktometrie*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 202, *Microbeam analysis* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13067:2011), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Daten aus einem Ringversuch (Anhang B) wurden verwendet, um:
 - Informationen über die erwartete Präzision (Abschnitt 7 und Anhang B) einzubeziehen;
 - detailliertere Angaben zu Fehlerquellen (Abschnitt 7) aufzunehmen;
 - Aussagen über die Mindestanzahl der gemessenen Körner (5.8) und zulässige Bereinigungsverfahren (6.3 bis 6.3) zu präzisieren;
 - die Unterscheidung zwischen der an einem 2D-Querschliff gemessenen sektionalen Korngröße und der aus einigen 2D-Messungen von Kornschnitten bestimmten mittleren Korngröße, die stereologisch mit der 3D-Korngröße in Beziehung gesetzt werden können, zu verdeutlichen;
 - zusätzlich wurden die Berechnung von Mittelwerten (6.5) und die Darstellung der Daten (6.6) besser beschrieben.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

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 das Vollmaterial und Dünnschichten, auch in Form von schmalen zweidimensionalen Strukturen. Aus diesem Grund ist es wichtig, für ihre Messung über genormte Verfahren mit allgemein verwendeter und festgelegter Terminologie zu verfügen. Dieses Dokument beschreibt Verfahren zur Messung der mittleren Korngröße anhand von Orientierungsverteilungskarten (Mapping) mittels Elektronenrückstreubeugung.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt Verfahren zur Messung der mittleren Korngröße anhand eines zweidimensionalen polierten Querschliffs mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD, en: electron backscatter diffraction). 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]. Die Messungen in diesem Dokument erfolgen anhand zweidimensionaler Querschliffe. Der Leser sollte die verwendeten Definitionen (3.3) sorgfältig beachten, die zwischen den gemessenen sektionalen Korngrößen und der daraus ableitbaren mittleren Korngröße, die sich auf die dreidimensionale Korngröße bezieht, unterscheiden.

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 beträchtlichem Duplexgefüge.

ANMERKUNG 3 Bei der Interpretation der Ergebnisse ist bei stark deformierten Proben der Leser zu besonderer Sorgfalt angehalten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 23833, *Microbeam analysis — Electron probe microanalysis (EPMA) — Vocabulary*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 24173 und ISO 23833 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1 Terminologie im Zusammenhang mit der Messung der Korngröße mittels EBSD

3.1.1

Schrittweite

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

3.1.2

Pixel

Bildelement

kleinster Bereich eines EBSD-Mapping, in den Abmessungen der *Schrittweite* (3.1.1), dem das Ergebnis einer einzelnen *Orientierungsmessung* (3.1.3) durch Stoppen des Strahls an einem Punkt in der Mitte dieses Bereiches zugeordnet wird

3.1.3

Orientierung

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

[QUELLE: ISO 24173:2009, 3.16, modifiziert, um verschiedene Bezugssysteme einzubeziehen.]

3.1.4

indiziert

erfüllt den vorgegebenen Schwellenwert für die Zuverlässigkeit der *Orientierung* (3.1.3) eines *Pixels* (3.1.2), der aus dem für dieses Pixel erfassten EBSD-Pattern berechnet wird

3.1.5

Indizierungszuverlässigkeit

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieser Parameter variiert zwischen 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, dividiert durch die Gesamtzahl an Triplets.

3.1.6

Mapping

Orientierungsverteilungskarte

Kristallorientierungskarte

kartenähnliche Darstellung der *Pixel* (3.1.2), die aus sequentiellen Messungen der *Kristallorientierung* (3.1.3) an allen Gitterpunkten abgeleitet ist [siehe Bild 1 b) bis Bild 1 f)], die den kristallographischen Zusammenhang zwischen den Pixeln und dem Bezugssystem abbildet

[QUELLE: ISO 24173:2009, 3.17, modifiziert, um Verweisungen auf Beispiele aufzunehmen.]

3.1.7

Beugungsbildqualität

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

Anmerkung 1 zum Begriff: In unterschiedlichen handelsüblichen Softwarepaketen werden unterschiedliche Begriffe verwendet, einschließlich beispielsweise Bandkontrast, Bandsteilheit und Bildqualität.

3.1.8

Beugungsbildqualitätkarte

kartenähnliche Darstellung der *Pixel* (3.1.2), die aus sequentiellen Messungen von EBSD-Pattern an allen Gitterpunkten abgeleitet ist [siehe Bild 1 a)], die die *Beugungsbildqualität* (3.1.7) der einzelnen Pixel abbildet

Anmerkung 1 zum Begriff: Da sich die Messungen der Beugungsbildqualität an Merkmalen, wie z. B. Korngrenze und Orientierung, ändern können, kann die Beugungsbildqualitätkarte Hinweise zur Kornform und Korngröße liefern.

Anmerkung 2 zum Begriff: Beugungsbildqualitätskarten können außerdem auf stark deformierte Bereiche und mangelhafte Präparation, z. B. Kratzer, hinweisen.

Anmerkung 3 zum Begriff: Kleine Partikel und Merkmale tragen auch zur Beugungsbildqualitätskarte bei.

3.1.9

Pseudosymmetrie

Möglichkeit, ein EBSD-Pattern aufgrund interner Ähnlichkeiten innerhalb des EBSD-Patterns auf unterschiedliche Weise zu indizieren

Anmerkung 1 zum Begriff: Pseudosymmetrie stellt bei einigen Kristallorientierungen ein Problem dar, gewöhnlich wenn sich in der Mitte des Patterns eine Hauptzonenachse befindet. Typische Fälle sind ein {0001}-Pol bei einer hexagonalen Struktur und ein $\langle 111 \rangle$ -Pol bei einer kubischen Struktur.

Anmerkung 2 zum Begriff: Pseudosymmetrie ist in EBSD-Beugungsbildern auch bei Strukturen mit einem Achsenverhältnis c/a von etwa gleich 1, z. B. hochsymmetrische tetragonale Kristalle, möglich.

[QUELLE: ISO 24173:2009, 3.22]

3.1.10

Fehlorientierung

bei zwei gegebenen Kristallorientierungen (3.1.3) ist die Fehlorientierung diejenige Rotation, meist als ein Winkel-Achse-Paar angegeben, die erforderlich ist, um einen Kristallachsensatz durch Rotation mit dem anderen Kristallachsensatz zur Deckung zu bringen

3.1.11

Desorientierung

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei den meisten Kristallsymmetrien gibt es mehrere symmetrisch äquivalente Achsen für die Desorientierung mit dem kleinsten Fehlorientierungswinkel.

Anmerkung 2 zum Begriff: Fehlorientierung und Desorientierung sind Begriffe, die häufig synonym verwendet werden. Desorientierung ist der strengere Begriff, der Begriff Fehlorientierung wird allerdings häufiger verwendet.

3.1.12

Forescatter-Kontrastabbildung

Orientierungskontrastabbildung

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Andere Kontrastmechanismen wie die Komposition können sich ebenfalls auf den erzielten Kontrast auswirken.

3.1.13

Elektron-Channeling-Kontrastabbildung

ECCI, en: electron-channeling contrast imaging

Orientierungskontrast, der von Elektronen erzeugt wird, die in die Probe geleitet werden

3.1.14

Tonnenverzeichnung

Konvexverzeichnung

unterschiedlicher Abbildungsmaßstab zwischen der Mitte und den Rändern der Bildmatrix, sodass der Abbildungsmaßstab am Rand geringer ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein quadratisches Objekt in der Mitte der Messfläche erscheint tonnenförmig (d. h. mit konvexen Seiten).

[QUELLE: ISO 10934-1:2002, 2.4.5.1]

3.1.15

kissenförmige Verzeichnung

Konkavverzeichnung

unterschiedlicher Abbildungsmaßstab zwischen der Mitte und den Rändern der Bildmatrix, sodass der Abbildungsmaßstab am Rand höher ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein quadratisches Objekt in der Mitte der Messfläche erscheint kissenförmig (d. h. mit konkaven Seiten).

[QUELLE: ISO 10934-1:2002, 2.4.5.2]

3.2 Terminologie im Zusammenhang mit mittels EBSD bestimmten Körnern und Korngrenzen

3.2.1

Korngrenze

Linie, die benachbarte Regionen von Punkten in einem EBSD-Mapping trennt, wobei die *Desorientierung* (3.1.11) zwischen beiden Seiten der Linie einen festgelegten Mindestwinkel überschreitet, der zur Festlegung der Korngrenzen gewählt wurde

3.2.2

Korn

Bereich von Punkten mit ähnlicher *Orientierung* (3.1.3) (innerhalb einer Toleranz), der vollständig von *Korngrenzen* (3.2.1) umschlossen ist und der größer als eine festgelegte Mindestgröße ist, um isolierte (häufig schlecht *indizierte* (3.1.4)) Punkte als kleine Körner auszuschließen

3.2.3

Subkorngrenze

Linie, die benachbarte Regionen von Punkten in einem *Korn* (3.2.2) trennt, wobei die *Desorientierung* (3.1.2) zwischen beiden Seiten der Linie kleiner ist, als für ein *Korn* (3.2.2) festgelegt wurde, jedoch größer ist, als für ein *Subkorn* (3.2.4) festgelegt wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: 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 (3.2.3) sind

3.2.5

besondere Grenze

Grenze zwischen zwei *Körnern* (3.2.2), die innerhalb einer Toleranz eine besondere *Orientierungsbeziehung* (3.1.3) aufweisen, die mit ihrer Identifizierung in *Orientierungskarten* (3.1.6) verbunden ist

3.2.6

Zwillingsgrenze

Sonderfall einer *besonderen Grenze* (3.2.5) 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 1 zum Begriff: Beispielsweise kann in kubisch flächenzentrierten Kristallstrukturen die charakteristische Fehlorientierung, die einen gewöhnlichen Zwilling definiert, als eine 60°-Rotation um die $\langle 111 \rangle$ -Achse mit der Grenzebene senkrecht zur Rotationsachse beschrieben werden.

3.2.7

rekristallisierte Körner

neuer Satz nichtdeformierter *Körner* (3.2.2), die durch Keimbildung und Wachstumsprozesse aus deformierten Körnern gebildet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: 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

Es gibt verschiedene Arten um die mittlere Korngröße darzustellen. 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

3D-Korngröße

dreidimensionale Größe eines *Korns* (3.2.2) oder Kristalls innerhalb eines polykristallinen Werkstoffs, gemessen als Volumen

Anmerkung 1 zum Begriff: Streng stereologisch definiert reicht allein der Begriff Korngröße aus, um diesen Wert zu bezeichnen, es wird jedoch empfohlen, die vollständige Beschreibung 3D-Korngröße zu verwenden, um Verwechslungen mit der *sektionalen Korngröße* (3.3.8) zu vermeiden, die oft auch auf Korngröße verkürzt wird.

3.3.2

mittlere Korngröße

durch eine zweidimensionale Messung bestimmter Wert, der durch stereologische Beziehungen mit der mittleren dreidimensionalen Größe einer Ansammlung von Körnern oder Kristallen, die ein polykristallines Material bilden, verbunden ist [2]. Er kann als ein oder mehrere der folgenden Messwerte angegeben werden:

- a) gemittelte Fläche
- b) aus der gemittelten Fläche bestimmter mittlerer Durchmesser
- c) mittlere Linienabschnittslänge

3.3.3

Linienabschnitt

Abstand zwischen den Punkten, an denen eine Gerade, die ein Korn überquert, die *Korngrenze* (3.2.1) auf beiden Seiten schneidet

Anmerkung 1 zum Begriff: Für weitere Hinweise siehe ASTM E112 [15].

3.3.4

Kreis-Äquivalentdurchmesser

D_{circle}

Durchmesser des Kreises mit einer Fläche, die der Fläche des Korns entspricht, gegeben durch:

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die ASTM-Korngrößenzahl G ist gegeben durch [15]:

Dabei ist A die Fläche des Kornes (3.2.2).

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

Dabei wird D_{circle} in mm gemessen.

3.3.5

Feret-Durchmesser

senkrechter Abstand zwischen zwei parallelen Linien, die in einer festgelegten Messrichtung tangential an die Objektkontur an gegenüberliegenden Seiten des Objekts eingezeichnet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Er ist auch als Messschieber-Durchmesser (en: calliper diameter) bekannt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Es werden verschiedene Varianten des Feret-Durchmessers verwendet. Beispielsweise kann der Feret-Durchmesser in vertikaler und horizontaler Richtung oder in beliebigen zwei zueinander rechtwinkligen Richtungen gemessen werden.

3.3.6

Kornform

Eigenschaft, deren Wert durch Anpassen einer Ellipse an das *Korn* (3.2.2) und Messen des Seitenverhältnisses bestimmt wird, d. h. Verhältnis der Länge der Nebenachse zur Länge der Hauptachse

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie wird manchmal als Kornstreckung bezeichnet.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Wert liegt im Bereich von 0 bis 1.

Anmerkung 3 zum Begriff: Es gibt verschiedene Arten, die Ellipse an das Korn anzupassen; die unterschiedlichen Verfahren können zu kleinen Unterschieden beim gemessenen Seitenverhältnis führen.

3.3.7

Kornformorientierung

Winkel zwischen der Hauptachse einer an das *Korn* (3.2.2) angepassten Ellipse und der horizontalen Richtung, normalerweise entgegen dem Uhrzeigersinn gemessen

3.3.8

sektionale Korngröße

zweidimensionale Größe eines ebenen Querschnitts durch ein *Korn* (3.2.2), angegeben als

- a) die Fläche des Querschnitts
- b) ein Durchmesser (siehe *Kreis-Äquivalentdurchmesser* (3.3.4) oder *Feret-Durchmesser* (3.3.5))

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese wird im allgemeinen Sprachgebrauch oft auf Korngröße verkürzt, kann aber zu Verwechslungen mit der *3D-Korngröße* (3.3.1) führen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Diese entspricht dem Begriff projizierte Korngröße.

3.4 Terminologie im Zusammenhang mit Datenkorrektur und Unsicherheit von EBSD-Mappings

3.4.1

Fehlindizierung

Zuordnen einer unkorrekten *Orientierung* (3.1.3) oder *Phase* (3.2.8) zu einem gemessenen EBSD-Pattern

Anmerkung 1 zum Begriff: Dafür kann es viele Ursachen geben, z. B. Pseudosymmetrieffekte, Versuch, ein schwaches Pattern oder ein Pattern von einer unerwarteten Phase zu indizieren, für die die Indizierungssoftware nicht konfiguriert wurde.

3.4.2

Nichtindizierung

Nichtzuordnung einer *Orientierung* (3.1.3) aufgrund unzureichender Qualität des EBSD-Pattern

Anmerkung 1 zum Begriff: 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* (3.4.2) und *fehlindizierte* (3.4.1) Daten im Mapping zu korrigieren, unter Verwendung einer gegebenen Reihe von Parametern, üblicherweise auf Basis der Merkmale (*Orientierung* (3.1.3), *Phase* (3.2.8)) einer bestimmten Anzahl nächster Nachbarn

Anmerkung 1 zum Begriff: In den verschiedenen handelsüblichen Softwarepaketen werden bei unterschiedlichen Datenbereinigungsverfahren viele Begriffe (nicht unbedingt mathematisch präzise) verwendet, einschließlich Rauschminderung, Extrapolation, Dilation und Erosion.

Anmerkung 2 zum Begriff: Siehe Bild 1 b) bis Bild 1 f).

4 Ausrüstung für Korngrößenbestimmung mittels EBSD

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 Probenstisches, wobei der Strahl zum Erfassen eines Mapping 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 Beugungsbildqualität) als ein Mapping 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 Grenzflächen ermitteln.

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

5 Erfassen der Karte für Korngrößenbestimmung mittels EBSD

5.1 Probenpräparation

Um eine hohe Indizierung einzelner Pixel (eine hohe Indizierungserfolgsrate) zu erreichen, ist es erforderlich, eine Oberfläche zu präparieren, die EBSD-Pattern ausreichender Qualität erzeugt, um zuverlässig indiziert zu werden. Die für die Indizierungszuverlässigkeit 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. Der Leser sollte Standardtexte zum Polieren und Ätzen sowie ISO 24173:2009, Anhang B, zu Rate ziehen. 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 einem dünnen leitfähigen Film beschichtet werden (z. B. Kohlenstoff), um Aufladung und Elektronenstrahldrift zu verhindern und somit eine Verzerrung des Bildes zu vermeiden.

5.2 Festlegen der Probenachsen

Wenn bekannt ist, dass die Probe stark texturiert ist, z. B. aufgrund thermomechanischer Behandlung, müssen die Achsen der Probe vor der Präparation für EBSD so gekennzeichnet werden, dass die EBSD-Messungen auf diese Achsen bezogen werden können. Diese Achsen richten sich üblicherweise nach der Walzrichtung (bei Metallen), einer Wachstumsrichtung (z. B. in Dünnschichten) oder einer hauptsächlich aufgetragenen Spannung.

5.3 Positionieren und Kalibrieren des Probenstisches

Die in ISO 24173 beschriebenen Verfahren müssen befolgt werden. Die Probe muss in der gewünschten Orientierung mit den entsprechend dem Probenstisch ausgerichteten Probenachsen auf dem Probenstisch des Rasterelektronenmikroskops (REM) befestigt werden und in einem Arbeitsabstand abgebildet werden, 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 [4] 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 ~5 % der verwendeten Schrittweite in Richtung der Probenoberfläche senkrecht zur Neigungsachse.

5.4 Lineare Kalibrierung

Die Empfehlungen von ISO 16700 befolgen.

5.5 Voruntersuchung

Eine Voruntersuchung der Probe muss durchgeführt werden, um eine vorläufige Reihe von Betriebsparametern festzulegen, die für ein Orientierungs-Mapping der Probe mit einer akzeptablen Genauigkeit und innerhalb einer akzeptablen Zeitspanne über eine Fläche erforderlich sind, die ausreicht, um Daten für eine statistisch signifikante Anzahl von Körnern anzugeben.

Für erforderliche Informationen zur Messung der Orientierung wird der Leser auf ISO 24173 verwiesen.

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- [5] oder Elektron-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 mittleren Korngröße gewählt werden, außer es werden Informationen zu einer bestimmten Mindestgröße gefordert. In beiden Fällen muss berücksichtigt werden, 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 sowie Bild 1 d), Bild 1 e) und Bild 1 f) zu Auswirkungen der gewählten Schrittweite.

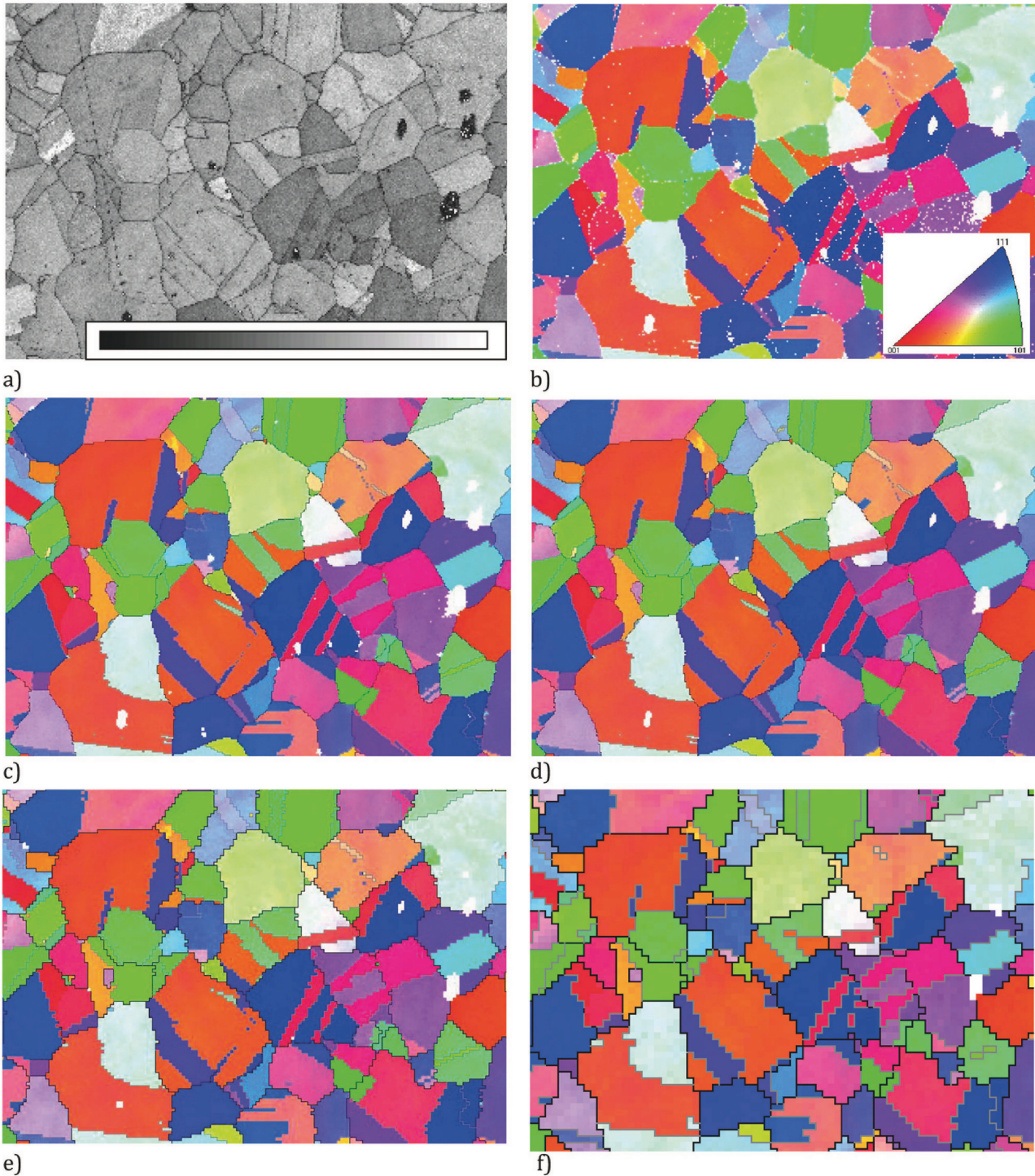


Bild 1 — Eine Fläche einer Ni-Superlegierung mittels EBSD-Mapping unter verschiedenen Bedingungen

Bild 1 zeigt anhand von Ni als Beispielmateriale zur Veranschaulichung allgemeiner Prinzipien:

- a) eine Beugungsbildqualitätskarte (der Grauskalenbereich umfasst 20 bis 160 der 256 Graustufen), bei einer Schrittweite von 0,5 µm erzeugt;
- b) vom gleichen Datensatz, Orientierungs-Mapping der Rohdaten (96,7 % indiziert), nichtindizierte Punkte sind weiß, inverse-Polfigur-Darstellung mit farbigen 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.

Bild 1 c) bis Bild 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.

Eine einfache Regel, die bei einem vorläufigen Scan angewandt werden kann, lautet, dass die Schrittweite weniger als 10 % der ungefähren mittleren Korngröße betragen sollte [3]. In Anhang B sind einige Effekte der Wahl der Schrittgröße zusammengefasst, die durch einen Ringversuch ermittelt wurde [6]. Um die Gültigkeit der gewählten Schrittweite zu bestätigen, wird das Mapping einer einzelnen Fläche bei verschiedenen Schrittweiten wiederholt und die größte Weite bestimmt, unter welcher kein signifikanter Unterschied in der mittleren Korngröße bestimmt wird. Diese Wahl hat einen direkten Einfluss auf die Genauigkeit der Korngrößensmessung.

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. Filamenttyp, 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 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 müssen protokolliert werden.

In einigen Fällen kann das Speichern von EBSD-Pattern ohne Indizierung beim Mapping die Kartenerfassung beschleunigen. Die anschließende Offline-Indizierung ermöglicht die Untersuchung des Einflusses einiger der zuvor genannten Parameter auf die Genauigkeit der Indizierung. Die Herangehensweise, Pattern für

die anschließende Analyse zu speichern, wird dringend empfohlen, nicht nur, um die Datenerfassung zu beschleunigen, sondern auch, um Flexibilität bei der Dateninterpretation zu ermöglichen.

5.8 Auswahl der abzubildenden Flächen und Kartengröße

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

Bei konventionellen Linienschnittmessungen empfehlen Normen, wie z. B. ASTM E112, die Messung von mindestens 50 Körnern in mindestens 3 Feldern. Ein EBSD-Ringversuch [6] (Anhang B) zeigte, dass die Messung von 300 Körnern im Allgemeinen einen stabilen, wiederholbaren Wert auf einem fortlaufenden Durchschnittsplot ergibt und dass die Messung von zu wenigen Körnern mit einer kleinen Schrittweite zu erheblichen Fehlern durch fehlende große Körner führen kann. Es wird daher empfohlen, mindestens 300 Körner je Feld für mindestens 3 Felder zu messen und die Körner am Rand jedes Feldes von den Berechnungen auszuschließen.

Wenn sich dieses Minimum als nicht möglich erweist (z. B. wegen einer sehr großen Korngröße), dürfen die Körner, die den Rand eines Feldes schneiden, berücksichtigt werden, wenn die „Abweichung“, die durch die Einbeziehung von Teilkornbereichen entsteht, z. B. durch die Miles-Lantuéjoul-Korrektur [9] kompensiert werden kann, die jedem Korn ein Gewicht zuordnet, 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 Grenzflächen führen können. Da die Korngröße eine statistische Größe ist, ist die beste Vorgehensweise, 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 in Bildern 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 Defekten, z. B. durch plastische Deformation, ist es möglicherweise unmöglich, gute Beugungsbilder zu erhalten. 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, diese Behandlung die Ergebnisse verzerren und signifikante Ungenauigkeiten hervorrufen kann.

Außerdem führt eine Deformation häufig zur Bildung neuer Körner und Subkorn Grenzen. 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 Größenmessung 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.

Eine weitere mögliche Konsequenz der Deformation, besonders bei erhöhten Temperaturen, ist die Bildung spannungsfreier rekristallisierter Körner. In derartigen Fällen könnten diese Körner eine signifikant größere Korngröße als die ursprünglichen Körner aufweisen, was in einer bimodalen Korngrößenverteilung resultiert

und Mappings notwendig macht, die bei unterschiedlicher Schrittweite aufgenommen werden, um die Verteilung aufzulösen.

6 Analysenverfahren

6.1 Definition von Grenzen

6.1.1 Korngrenzenwinkel

Nach dem Befolgen der zuvor genannten Schritte und dem Erfassen der Daten, z. B. zum Erstellen von Orientierungskarten, können Korngrenzen in die Karten gezeichnet werden. Dazu ist es erforderlich, die Winkel zu wählen, welche die verschiedenen möglichen Arten von Grenzflächen definieren. Im Folgenden werden dazu Leitfäden zur Verfügung gestellt, aber unabhängig davon, ob diese oder andere Verfahren angewandt werden, müssen die für die Korngrößenwerte verwendeten Definitionen und angewandten Verfahren mit allen Ergebnissen protokolliert werden.

Bei relativ einfachen äquiaxialen Kornstrukturen, wie z. B. vollständig rekristallisierten Metallen oder nichtdeformierten Gussmetallen, darf die zur Definition der Korngrenze verwendete Fehlorientierung mit einem kleinen Wert von 5° angenommen werden. Bei diesen Arten von Werkstoffen wurde nachgewiesen, dass Fehlorientierungswinkel von 5° bis 15° einen geringen Unterschied bei der mittleren Korngröße ergeben [10].

Bei anderen Werkstoffen mit komplizierterer Kornstruktur, werden größere Winkel verwendet, üblicherweise 10° oder 15° , je nach verwendetem Werkstoff. Die Messung der Korngröße als eine Funktion des Fehlorientierungswinkels könnte beim Zusammenfassen von Informationen über die Struktur hilfreich sein. Es muss mit Sorgfalt sichergestellt werden, dass der vorgeschriebene Winkel nicht so groß ist, dass er zwei oder mehr deutlich bevorzugte Orientierungen im Winkelbereich einschließen kann [11] [12].

6.1.2 Behandlung unvollständiger Grenzen

Bei einigen Werkstoffen, insbesondere nach Deformation, könnte es vorkommen, dass sich die betrachteten Grenzen nicht vollständig zwischen zwei Bereichen erstrecken, um an einem Triplettspunkt mit einer anderen Grenze zu enden, weil die gemessenen Änderungen der Fehlorientierung entlang der Grenze unter dem definierten Korngrenzenwinkel liegen. In diesen Fällen kann eine Extrapolation der Grenze möglich sein, indem der Mindestwinkel, der im Allgemeinen an anderen Stellen im Mapping verwendet wird (siehe 5.6), auf einen neuen, niedrigeren Wert verringert wird. In diesem Fall muss das zusammen mit dem Endergebnis angegeben werden (vorzugsweise unter Angabe der Auswirkung auf die mittlere Größe mit und ohne Extrapolation). Es ist jedoch besser, die Größe mit verringerten Fehlorientierungswinkeln zu messen, die die Korngrenzen definieren, und die Auswirkung dieser Verringerung auf die gemessene Korn- oder Subkorngröße anzugeben.

6.1.3 Behandlung besonderer Grenzen

Mit herkömmlichen Techniken werden besondere Grenzen, wie z. B. Zwillinge in kubischen Werkstoffen, die durch ihre Morphologie identifiziert werden können, häufig bei der Korngrößenmessung ignoriert. Da die EBSD Winkel/Achse quantitativ misst, können diese Grenzen mithilfe von Softwareprogrammen leicht bestimmt und aus den EBSD-Korngrößenmessungen ausgeschlossen werden. Da es jedoch eine Schwankung um den idealisierten Wert beim gemessenen Winkel und bei der gemessenen Achse geben wird, müssen die zur Definition der Grenzen verwendeten Grenzwinkelabweichungen (z. B. $\pm 2^\circ$ bei 60° um $\langle 111 \rangle$) protokolliert werden. Außerdem sollte folgendes beachtet werden:

- a) die EBSD wird einige Grenzen als Zwillinge definieren, weil sie die festgelegten Fehlorientierungsgrenzwinkelabweichungen erfüllen, während die konventionelle Lichtmikroskopie diese nicht identifizieren würde, weil keine für Zwillinge typische Morphologie erkennbar ist. Dieser Effekt kann verringert werden, indem nur diejenigen Grenzabschnitte mit einer Spur, die auch die Anforderungen an eine Zwillingsebene erfüllt, einbezogen werden [13];
- b) das Entfernen von Korngrenzen in a) wird zu größeren Korngrößen führen, als mit Zwillingen.

6.2 Nachbearbeitung der erfassten Rohdaten

Selten wird jedes Pixel in einem EBSD-Mapping korrekt indiziert werden. Zusätzlich zu Fehlern bei der Orientierungsmessung für jedes indizierte Pixel werden einige Pixel nicht indiziert. Die relativen Anteile dieser Pixel hängen von der Probenpräparation, der Art der Proben, den REM-Betriebsbedingungen und den EBSD-Indizierungsparametern ab.

In einfachen rekristallisierten Proben ist es in der Regel möglich, ein Niveau von 95 % der Pixel mit akzeptabler hoher Indizierungszuverlässigkeit zu erreichen. Dieses Niveau von 95 % sollte das Ziel bei allen Mappings sein, aber es wurde in einem Ringversuch [6], (Anhang B) gezeigt, dass, wenn die Fehlindizierung zufällig ist, dann ein Minimum von 80 % mit annehmbar hoher Indizierungszuverlässigkeit (und nach den in 6.3 beschriebenen Datenbereinigungsschritten) immer noch akzeptable Ergebnisse für die mittlere Korngröße ergeben wird. Eine falsche oder übermäßige Manipulation der Rohdaten kann jedoch die endgültig gemessenen Größen signifikant ändern.

ANMERKUNG In mehrphasigen Werkstoffen könnte es erforderlich sein, jede Phase unterschiedlich zu behandeln, wobei für jede Phase ein eigener Datensatz verwendet wird.

6.3 Datenbereinigungsschritte

6.3.1 Daten für alle Kornbereiche mit einer Pixelzahl, die unter einem nutzerdefinierten Wert liegt (üblicherweise 3 bis 5) [6] werden entfernt. Siehe auch 6.3.4 zum Entfernen der kleinsten Kornbereiche nach der Bildbearbeitung. Der Schwellenwert und die Anzahl der entfernten Körner müssen protokolliert werden.

6.3.2 Jedes einzelne nichtindizierte Pixel, das von x oder mehr Pixeln der gleichen Orientierung umgeben ist, wird indiziert, wobei der Wert von x von dem beim Mapping verwendeten Raster abhängig ist (quadratisch oder hexagonal). Es ist mit Sorgfalt vorzugehen, wenn dieser Vorgang mehrfach wiederholt wird (bei nichtindizierten Punkten an Korngrenzen reicht im Allgemeinen ein einziger Durchlauf aus). Der prozentuale Anteil an indizierten Pixeln sollte üblicherweise um nicht mehr als 5 % erhöht werden, aber es hat sich gezeigt [6] (Anhang B), dass im Falle einer zufälligen Fehlindizierung bis zu 10 % der Pixel neu indiziert werden dürfen. Der auf diese Weise indizierte prozentuale Anteil ist im Prüfbericht anzugeben.

Die Wirkung der Datenbereinigung (bei der Artefakte erzeugt werden können) muss entsprechend der erforderlichen Information zur Korngröße untersucht werden. (Der Mittelwert könnte sich beispielsweise bei der Datenbereinigung als weniger empfindlich erweisen als das gesamte Histogramm, insbesondere bei kleineren Korngrößen.) Das aus der Analyse der Rohdaten resultierende Histogramm der sektionalen Korngröße muss protokolliert werden, damit übermäßige Artefakte, die durch die Datenbereinigung eingebracht wurden, beurteilt werden.

6.3.3 Wahlweise darf zur Reduzierung von Fehlern bei der Orientierungsmessung ein Orientierungsfilter, z. B. ein Kuwahara-Filter [14], verwendet werden. Das ist besonders bei stark deformierten Proben wichtig. Wird ein derartiger Filter verwendet, muss das zusammen mit den Ergebnissen im Prüfbericht angegeben werden.

Es sollte berücksichtigt werden, dass der Kuwahara-Filter zu diagonalen Merkmalen in Mappings führen kann und es sollte darauf geachtet werden, dass die erzeugten Merkmale in der Mikrostruktur tatsächlich vorhanden sind, z. B. durch Betrachten des Forescatter-Bildes oder der EBSD-Qualitätskarte.

6.3.4 Die bei den Berechnungen der Korngröße mit einzubeziehenden Mindestmaße werden ausgewählt. Bei konventionellen Linienschnittmessungen beträgt die empfohlene zu messende Mindestlänge 10 Pixel (so dass im ungünstigsten Fall ein Pixelfehler von +1 an einem Ende und von -1 am anderen Ende einen maximalen Fehler von 20 % ergeben würde); das entspräche einer minimalen Korngrößenfläche von 100 Pixeln. Es wurde jedoch nachgewiesen [3] [10], dass Messungen für alle Kornbereiche mit mehr als 10 Pixel Fläche zu gültigen Ergebnissen führen, da EBSD jedes Pixel in einem Korn durch Messung seiner Orientierung validiert. Digitalisierungsfehler, die bei kleinen Größen die wahre Kornfläche verändern, betragen etwa 5 % bei einer Fläche von 10 Pixeln.