

**Anwendungen der
Orientierungsabbildenden Mikroskopie
zur Gefügecharakterisierung
kristalliner Werkstoffe**

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades des
Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät III
Chemie, Pharmazie und Werkstoffwissenschaften
der Universität des Saarlandes

Danka Katrakova

Saarbrücken

2002

Tag des Kolloquiums: 03.09.2002
Berichterstatter: Prof. Dr. F. Mücklich
Prof. Dr. J. Breme

На баца ми Георги Катраков

und

für meinen „zweiten Vater“ Horst Bayerthal

1	Einleitung und Zielsetzung.....	1
2	Orientierungsabbildende Mikroskopie – Stand der Technik.....	5
2.1	Physikalische Grundlagen	5
2.1.1	Historischer Überblick	5
2.1.2	Entstehung der Kikuchi-Pattern	7
2.1.3	Darstellung von Orientierungen und Desorientierungen; Coincidence Site Lattice (CSL) Modell	11
2.1.4	Grenzen für die Anwendung der EBSD-Methode	18
2.2	Automatisches EBSD System	21
2.2.1	Hardware	21
2.2.2	Software	24
2.2.3	Verbesserungspotential	30
2.2.4	Genauigkeit, Reproduzierbarkeit, statistische Relevanz	32
2.3.2	Eigene Studien.....	33
3	Präzisierte Aufgabenstellung.....	37
4	Methodische Arbeiten	38
4.1	Studien zur Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und statistischer Relevanz.....	38
4.1.1	Genauigkeit und Reproduzierbarkeit: Shainin-Methode.....	38
4.1.2	Statistische Relevanz: Vergleich EBSD vs. röntgenographische Textur- und Korngrenztexturanalyse.....	48
4.2	Allgemeine Strategie zur Oberflächenpräparation für EBSD Anwendung	54
4.3	Präparationsvorschriften für metallische Werkstoffe und intermetallische Verbindungen (für Keramiken s. 5.5.3)	60
5	Überwindung methodischer Schwierigkeiten und Untersuchung EBSD relevanter Gefügeaspekte ein- und polykristalliner Werkstoffe - Anwendungsbeispiele.....	67
5.1	Einkristalle	68
	<i>Beispiel:</i> Charakterisierung periodischer Strukturen, erzeugt mittels Laserinterferenz an Silicium-Einkristall	68
5.1.1	Einleitung	68
5.1.2	Experimentelles, methodische Herausforderung.....	69
5.1.3	Ergebnisse und Diskussion.....	71
5.1.4	Zusammenfassung und Ausblick	81
5.2	Hochorientierte Vielkristalle	83
	<i>Beispiel:</i> Charakterisierung von HOPG	83

5.2.1	Einleitung	83
5.2.2	Experimentelles, methodische Herausforderung.....	85
5.2.3	Ergebnisse und Diskussion.....	86
5.2.4	Zusammenfassung und Ausblick	95
5.3	Polykristalline metallische Werkstoffe: einphasig	96
5.3.1	<i>Beispiel 1:</i> Mikrotextur und Korngrößenverteilung (Beryllium-Folien)	96
5.3.2	<i>Beispiel 2:</i> Korn- und Subkornstruktur bzw. Groß- und Kleinwinkel- korn Grenzen (Molybdän-Folie)	100
5.3.3	<i>Beispiel 3:</i> Spezielle Korngrenzen (Kupfer-Bleche).....	104
5.3.4	<i>Beispiel 4:</i> Zusammenhang Orientierung – Materialabtrag (Stahl, Eisen)	111
5.4	Polykristalline Werkstoffe: mehrphasig	128
5.4.1	<i>Beispiel 1:</i> EBSD an Materialien mit Sekundärphasen – Ausscheidungen unterhalb der Auflösungsgrenze (Aluminium-Lithium-Legierungen).....	128
5.4.2	<i>Beispiel 2:</i> Berücksichtigung von zwei Phasen bei automatischen EBSD- Messungen (Ruthenium-Aluminium)	141
5.5	EBSD an Keramiken	149
5.5.1	Einleitung, methodische Herausforderung	149
5.5.2	Probenpräparation	151
5.5.3	Leitfähige Beschichtung.....	154
5.5.4	Beispiele zur Anwendung von OIM an Keramiken (Si_3N_4 , BaTiO_3 , ZrO_2 , Al_2O_3)	156
5.5.5	Zusammenfassung und Ausblick	170
4	Zusammenfassung und Ausblick	171
	Literaturverzeichnis.....	176
	Anhang	

AFM	A tomic F orce M icroscopy
BKD	B ackscatter(ing) K ikuchi D iffraction
CCD	C harge C oupled D evice
CI	C onfidence I ndex
CSL	C oincidence S ite L attice
CVD	C hemical V apour D eposition
DSC	D ifferential S canning C alorimetry
DVF	D esorientierungs V erteilungs F unktion
EBSD	E lectron B ack- S catter(ing) D iffraction
EBSP	E lectron B ack- S catter(ing) P attern
ECC	E lectron C hannelling C ontrast
ECP	E lectron C hannelling P attern
EDX	E nergy D ispersive X - R ay Analysis
EK	E in K ristall
FE-REM	F eld E missions- R aster E lektronen M ikroskop
FSD	F orward (F ront) S catter D etector
FWHM	F ull W idth H alf M aximum
GP	G uinier- P reston Zonen
GPB	G uinier- P reston- B agaryatski Zonen
HOPG	H ighly O riented P yrolytic G raphite
HR-RSM	H igh R esolution R eciprocal S pace M ap
HT	H ough T ransformation
ICDD	I nternational C entre for D iffraction D ata
IPF	I nverse P ol F igur
IQ	I mage Q uality
JCPDS	J oint C omitee of P owder D iffraction S tandards, U SA
kfz	k ubisch f lächen z entriert
krz	k ubisch r aum z entriert
LEED	L ow E nergy E lectron D iffraction
MDF	M isorientation D istribution F unction
MK	M isch K ristall
ND	N ormal D irection (Normalrichtung)
ODF	O rientation D istribution F unction

OVF	O rientierungs V erteilungs F unktion
OIM TM	O rientation I maging M icroscopy
PE	P rimär E lektronen
PFZ	P article F ree Z ones
PQ	P attern Q ualität
PQI	P attern Q ualitäts I ndex
RSM	R eciprocal S pace M aps
RD	R olling D irection (Walzrichtung)
RE	R ückstreu E lektronen
REKB	R ückstreu E lektronen- K ikichi- B eugung
REM	R aster E lektronen M ikroskop(ie)
RT	R aum T emperatur
SE	S ekundär E lektronen
SIT	S ilicon I ntensified T arget
TD	T ransverse D irection (Richtung senkrecht zu Normal- und Walzrichtung)
TEM	T ransmissions E lektronen M ikroskop
TSL	T ex S EM L aboratories Inc., Provo, Utah, USA
ÜMK	Ü bersättigter M isch K ristall
US	U ltra S chall
WLI	W eiß L icht I nterferometrie

Abbildung 2-1-1: Streuung der PE im Probeninneren	7
Abbildung 2-1-2: Entstehung der Kikuchi-Linien	8
Abbildung 2-1-3: EBSP, Eisen.....	9
Abbildung 2-1-4: Blochwellenmodell.....	10
Abbildung 2-1-5: Definition der Koordinatensysteme bei der Orientierungsbestimmung aus Kikuchi-Pattern.....	12
Abbildung 2-1-6: Zusammenhang zwischen der Geometrie der Kikuchi-Pattern und der Orientierung.....	14
Abbildung 2-1-7: Definition der Euler-Winkel.....	15
Abbildung 2-1-8: Definition der Desorientierung.....	16
Abbildung 2-1-9: Schematische Darstellung des CSL-Modells	17
Abbildung 2-2-1: OIM TM -Systemaufbau	21
Abbildung 2-2-2: Hough-Parameter.....	26
Abbildung 2-2-3: Detektion der Kikuchi-Bänder mit Hilfe der Hough-Transformation.....	27
Abbildung 4-1-1: ISOPLOT-Schämin-Methode.....	39
Abbildung 4-1-2: Beispiele Isoplots	44
Abbildung 4-1-3: Lage der Elementarzelle, stereographische Projektion und simuliertes Pattern für die verschiedenen Lösungen nach Indizieren von Al ₂ O ₃ 1	45
Abbildung 4-1-4: Lage der Elementarzelle und simuliertes Pattern für die zwei konkurrierenden Lösungen und deren Mittelwert nach Indizieren von HOPG.....	46
Abbildung 4-1-5: Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse, scharfe Textur ARMFE80	49
Abbildung 4-1-6: Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse, Textur mittlerer Schärfe ARMFE60.....	50/51
Abbildung 4-1-7: Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse, Aluminium Blech, rekristallisiert	51
Abbildung 4-1-8: Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse, Zink, kreuz gewalzt	52
Abbildung 4-1-9: Korngrenztextur - Kupferblech, rekristallisiert	53
Abbildung 4-2-1: Tiefe der Oberflächenrauigkeit und der Verformung als Funktion von der Partikelgröße des Abrasionsmittels.....	54
Abbildung 4-2-2: Querschnitt der Oberflächenregion nach mechanischem Schleifen und Polieren	54

Abbildung 4-2-3: Versuchswerkstoffe unterschiedlich in der Härte und in der EBSD- Informationstiefe	55
Abbildung 4-2-4: Präparationsstrategien für EBSD.....	58
Abbildung 4-2-5: EBSP unterschiedlicher Qualität nach unterschiedlicher Präparation	59
Abbildung 5-1-1: Apparativer Aufbau zur Laserinterferenz.....	69
Abbildung 5-1-2: Schematische Darstellung des photothermschen Ablationsprozesses.....	71
Abbildung 5-1-3: Schematische Darstellung der Strukturentstehung.....	72
Abbildung 5-1-4: Weißlichtinterferenzmikroskopische Aufnahme des strukturierten Bereichs (Si).....	73
Abbildung 5-1-5: Temperaturverteilung in verschiedenen Tiefen (Simulation, 1dim)	73
Abbildung 5-1-6: Temperaturverteilung (Simulation, 2dim).....	73
Abbildung 5-1-7: HR-RSM vom unbehandelten Bereich, Kreuzschlitzöffnung 1x1 mm ² (Si)	75
Abbildung 5-1-8: HR-RSM vom laserstrukturierten Bereich, Kreuzschlitzöffnung 1x1 mm ² (Si).....	75
Abbildung 5-1-9: HR-RSM vom unbehandelten Bereich, Kreuzschlitzöffnung 5x5 mm ² (Si)	76
Abbildung 5-1-10: HR-RSM vom laserstrukturierten Bereich, Kreuzschlitzöffnung 5x5 mm ² (Si).....	76
Abbildung 5-1-11: Gefügekarte der laserstrukturierten Region (Si, PQ).....	77
Abbildung 5-1-12: Gefügekarte der unbehandelten Region (Si, PQ)	77
Abbildung 5-1-13: Patternqualitätsindexverteilung im laserstrukturierten Bereich	78
Abbildung 5-1-14: Polfiguren des Si-Wafers, unbehandelt und laserstrukturiert.....	78
Abbildung 5-1-15: Pseudo-Rockingkurven und Polplots der 001-Richtung (Si)	79
Abbildung 5-1-16: Orientierungskarte der laserstrukturierten Region (Si, IPF)	80
Abbildung 5-1-17: Gefügekarte der laserbehandelten Region (Si, CI).....	80
Abbildung 5-1-18: Desorientierungswinkelverteilung und CSL Statistik im laserstrukturierten Bereich	81
Abbildung 5-2-1: HR-RSM (HOPG)	88
Abbildung 5-2-2: Gefügekarten aus den OIM-Messungen (HOPG)	89
Abbildung 5-2-3: Zellgrößenverteilung aus den OIM-Messungen.....	90
Abbildung 5-2-4: Polfiguren (HOPG).....	91
Abbildung 5-2-5: Desorientierungswinkelverteilung.....	92
Abbildung 5-2-6: Weißlichtinterferometrisch ermittelte Oberflächentopographie (HOPG)..	93

Abbildung 5-2-7: Rauhigkeit und Welligkeit (HOPG)	94
Abbildung 5-2-8: Profile einer Stufe in ZYA (HOPG).....	94
Abbildung 5-3-1: Gefügearten (Be)	98
Abbildung 5-3-2: Polfiguren (Be).....	99
Abbildung 5-3-3: Gefügekarte (Mo, PQ).....	101
Abbildung 5-3-4: Lichtmikroskopische Aufnahme (Mo)	101
Abbildung 5-3-5: Gefügekarte (IPF) und Polfiguren (Mo).....	101
Abbildung 5-3-6: Gefügearten und Korngrößenverteilungen bei zwei verschiedenen Korndefinitionen	102
Abbildung 5-3-7: Ergebnisse der OIM-Messungen für Probe Cu60	105
Abbildung 5-3-8: Ergebnisse der OIM-Messungen für Probe Cu80	106
Abbildung 5-3-9: Ergebnisse der OIM-Messungen für Probe Cu80rx	107
Abbildung 5-3-10: Berücksichtigung der Zwillingskorngrenzen (Cu)	109
Abbildung 5-3-11: Röntgenographische Polfiguren (Stahl, TD)	114
Abbildung 5-3-12: Schematische Darstellung der beobachteten Textur (Stahl).....	114
Abbildung 5-3-13: Korrosionsversuch in künstlichem Meerwasser (Stahl)	115
Abbildung 5-3-14: Gefügekarte (Stahl, IPF).....	116
Abbildung 5-3-15: Polfiguren gemessen mit EBSD (Stahl)	116
Abbildung 5-3-16: Oberflächentopographie (Stahl, WLI).....	116
Abbildung 5-3-17: Verschiedene mikroskopische Aufnahmen der untersuchten Eisen-Proben zur Visualisierung der Mikrostruktur und der Oberflächentopographie.....	118
Abbildung 5-3-18: Topographie- und Orientierungskarte der Probe P (Fe).....	121
Abbildung 5-3-19: Topographie- und Orientierungskarte der Probe N (Fe)	122
Abbildung 5-3-20: Topographie- und Orientierungskarte der Probe C (Fe)	123
Abbildung 5-3-21: Topographie- und Orientierungskarte der Probe S (Fe).....	124
Abbildung 5-3-22: Visualisierung relevanter kristallographischer Ebenen und Orientierungen im krz-System	125
Abbildung 5-4-1: Ergebnisse, Probe 330 (Al-Li).....	135
Abbildung 5-4-2: Ergebnisse, Probe 331 (Al-Li).....	135
Abbildung 5-4-3: Ergebnisse, Probe 333 (Al-Li).....	136
Abbildung 5-4-4: Ergebnisse, Probe 334 (Al-Li).....	136
Abbildung 5-4-5: Ergebnisse, Probe 350 (Al-Li).....	137
Abbildung 5-4-6: Probe 330, Gefügearten nach Patternqualität, nicht rekristallisierte Bereiche.....	138

Abbildung 5-4-7: Querschliff einer RuAl-Probe nach Oxidation	142
Abbildung 5-4-8: Focussed Ion Beam - Bild einer RuAl-Probe nach Oxidation	142
Abbildung 5-4-9: Ru ₅₀ Al ₅₀ Probe, lichtmikroskopische und REM-Aufnahme vom eutektischen Bereich	142
Abbildung 5-4-10: Patternqualitätskarten, Proben A, B und C (RuAl).....	145
Abbildung 5-4-11: Gefügekarten und Polfiguren, Probe A (RuAl).....	145/146
Abbildung 5-4-12: Gefügeorientierungskarten und Polfiguren, Probe B (RuAl).....	146
Abbildung 5-4-13: Gefügekarten und Polfiguren, Probe C (RuAl)	147
Abbildung 5-4-14: Desorientierungswinkelverteilung, Probe C (RuAl)	148
Abbildung 5-5-1: Schematische Darstellung der Oberflächenschädigung durch die Probenpräparation bei keramischen Werkstoffen	150
Abbildung 5-5-2: REM-Aufnahme eines superplastisch verformten Siliciumnitrids.....	157
Abbildung 5-5-3: Si ₃ N ₄ EBSPs mit zugehöriger Indizierung und Patternqualität- und Vertraulichkeitsindex	158
Abbildung 5-5-4: Ergebnisse der OIM-Messungen an BaTiO ₃	160
Abbildung 5-5-5: REM-Aufnahme der untersuchten ZrO ₂ -8mol% Y ₂ O ₃ Keramik vor dem Kriechversuch	162
Abbildung 5-5-6: Schematische Darstellung der Schnitte durch die Biegeprobe.....	162
Abbildung 5-5-7: OIM-Ergebnisse nach dem Kriechversuch (A-F, ZrO ₂)	163/164
Abbildung 5-5-8: Kornflächenverteilung in den verschiedenen Schnitten durch die Biegeprobe (ZrO ₂).....	165
Abbildung 5-5-9: Desorientierungswinkelverteilung in den verschiedenen Schnitten durch die Biegeprobe (ZrO ₂).....	165
Abbildung 5-5-10: Gefügekarten, Probe L (Al ₂ O ₃)	167
Abbildung 5-5-11: Ergebnisse der OIM-Messungen an Probe S (Al ₂ O ₃)	167
Abbildung 5-5-12: Gefügekarten von Probe D mit unterschiedlichen leitfähigen Beschichtungen	169
Abbildung: Inverse Polfiguren [001]	A I
Abbildung: Visualisierung typischer Texturkomponenten in Al-Legierungen.....	A II

Tabelle 2-1-1: Wellenlänge der Elektronen je nach Beschleunigungsspannung	8
Tabelle 2-1-2: CSL, Desorientierungswinkel und Achse zu Σ	17
Tabelle 2-2-1: Reflexe für Quarz	30
Tabelle 4-1-1: Shainin-Studie, Silicium.....	40
Tabelle 4-1-2: Shainin-Studie, Nickel und Eisen.....	41
Tabelle 4-1-3: Shainin-Studie, Beryllium und Zinn.....	42
Tabelle 4-1-4: Shainin-Studie, Aluminium Oxid und HOPG	43
Tabelle 4-3-1: Präparationsvorschriften Zinn	60
Tabelle 4-3-2: Präparationsvorschriften Aluminium	61
Tabelle 4-3-3: Präparationsvorschriften Zink	62
Tabelle 4-3-4: Präparationsvorschriften Magnesium.....	62
Tabelle 4-3-5: Präparationsvorschriften Kupfer	63
Tabelle 4-3-6: Präparationsvorschriften Al-Li-Legierungen	63
Tabelle 4-3-7: Präparationsvorschriften Eisen und Stahl.....	64
Tabelle 4-3-8: Präparationsvorschriften Titan	64
Tabelle 4-3-9: Präparationsvorschriften Beryllium.....	64
Tabelle 4-3-10: Präparationsvorschriften Nickel	65
Tabelle 4-3-11: Präparationsvorschriften Molybdän	65
Tabelle 4-3-12: Präparationsvorschriften TiAl	66
Tabelle 4-3-13: Präparationsvorschriften RuAl	66
Tabelle 4-3-14: Präparationsvorschriften RhAl	66
Tabelle 5-2-1: Probenbeschreibung HOPG, Angaben des Herstellers	85
Tabelle 5-2-2: Bestimmung des Netzebenenabstands d_{002} aus der Lage der 00 ℓ -Reflexe	87
Tabelle 5-2-3: Mosaizität unterschiedlich ermittelt (HOPG).....	87
Tabelle 5-2-4: Mittlere Zellgröße (HOPG)	90
Tabelle 5-2-5: Literaturübersicht Kristallit-/Mosaikblockgröße in HOPG.....	90
Tabelle 5-3-1: Untersuchte Eisenproben und deren Behandlung.....	113
Tabelle 5-3-2: Aufrauen der Probenoberfläche nach 24 Std in künstlichem Meerwasser....	117
Tabelle 5-4-1: Ausscheidungskinetik möglicher Phasen im Al-Li-Cu-Mg-Zr-System und Untersysteme.....	132
Tabelle 5-4-2: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Al-Li-Legierungen	133
Tabelle 5-5-1: Präparationsvorschriften BaTiO ₃	152
Tabelle 5-5-2: Präparationsvorschriften ZrO ₂	152

Tabelle 5-5-3: Präparationsvorschriften Al_2O_3	153
Tabelle 5-5-4: Präparationsvorschriften $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$	153
Tabelle 5-5-5: Präparationsvorschriften β -Aluminate.....	153
Tabelle 5-5-6: Präparationsvorschrift Nassbeschichtung.....	156
Tabelle 5-5-7: Untersuchte Al_2O_3 Keramiken	166

Die vorliegende Arbeit entstand im Zeitraum August 1997 - September 2000 während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin in der Arbeitsgruppe Funktionswerkstoffe an der Universität des Saarlandes (UdS), Saarbrücken.

An dieser Stelle möchte ich mich recht herzlich bei all denen bedanken, die auf verschiedenste Art und Weise zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. F. Mücklich, Leiter der Arbeitsgruppe Funktionswerkstoffe, für die Möglichkeit diesen interessanten und anspruchsvollen Themenkomplex zu bearbeiten, für die zahlreichen Anregungen und für sein Vertrauen und seine Unterstützung.

Herrn Dr. W.-R. Thiele (Institut für Werkstoffwissenschaften und Methodik, UdS) danke ich für die stete Unterstützung rund um die Rasterelektronenmikroskopie, für seine tatkräftige Hilfe bei Hardware-Modifikationen und für das Überlassen von Probenmaterial.

Bei den Herren M. Nowell, Dr. S. Wright, Dr. D. Dingley, Dr. D. Field (TexSEM Labs, Draper, USA) sowie Herrn Prof. Dr. R. Schwarzer (TU Clausthal), Herrn Dr. K. Kunze (ETH Zürich) und den Herren A. Drake und K. Dicks (Oxford Instruments, UK) bedanke ich mich für ihre Diskussionsbereitschaft und für die wertvollen Ratschläge in bezug auf die orientierungsabbildende Mikroskopie.

Herrn Dr. N. Krieger-Lassen (Risø National Lab, Dänemark) und Herrn M. Oligschläger (Funktionswerkstoffe, UdS) danke ich für hilfreiche Diskussionen die Hough-Transformation betreffend.

Herrn J. Preuhs (Doncasters Precision Castings, Bochum) danke ich für die Diskussion und Überlassen von Informationen bzgl. der Shainin-Methode.

Frau V. Carle (MPI für Metallforschung, Stuttgart), Herrn D. Hohnerlein (Lehrstuhl für Metallische Werkstoffe, UdS), den Herren M. Damgaard und H.-H. Cloeren (Struers Dänemark bzw. Deutschland) und Herrn M. Chipmann (TexSEM Labs, Draper, USA) danke ich für ihre Ratschläge und gelegentliche Hilfestellung in bezug auf die materialographische Probenpräparation. Bei Herrn Dr. Krajewski (INM, Saarbrücken) bedanke ich mich für die Möglichkeit, den Ionenstrahl-Sputter-Coater zu benutzen.

Herrn Prof. Dr. P. Fewster (Philips Research Lab, Surrey, UK) danke ich für seine Ratschläge und die Diskussionen über die hochauflösende Röntgen-Einkristall-Diffraktometrie.

Herrn Dr. H. te Nijenhuis (Philips, Almelo, Niederlande) danke ich für seine Unterstützung bzgl. der Software zur röntgenographischen Texturanalyse.

Für die Überlassung von Probenmaterial bedanke ich mich bei Herrn Dr. J. Jost (Saarbandstahl, Völklingen) und Dr. I. Detemple (Dillinger Hüttenwerke, Dillingen), Herrn Dr. H. Klein (TU Clausthal), Herrn A. Hunze (AK Prof. Birringer, UdS), Frau M. Sierra Rota (Funktionswerkstoffe, UdS), Herrn W. Schillinger (TU Hamburg-Harburg), Herrn Prof. Dr. G. Schneider (TU Hamburg-Harburg), Herrn Dr. N. Kondo (NIRIN, Nagoya, Japan), Herrn Prof. Dr. M. Hoffmann (Universität Karlsruhe), Frau C. Reetz (TU Berlin), Herrn F. Aubertin (Lehrstuhl für Metallische Werkstoffe, UdS), Herrn K. Valtchev (Institut für anorganische Chemie, UdS), Herrn M. Maurer (RWTH, Aachen), der Fa. Armco Eisen, Köln, Fa. CeramTec, Marktredwitz und Fa. Siemens, Rudolstadt.

Herrn Dr. A. Spowage (Universität Nottingham, UK) danke ich herzlich für die spezielle Herstellung der Al-Li-Legierungen.

Herrn Z. Liu danke ich für die Strukturierung der Si-Probe, Herrn Dr. T. Laurent für die zahlreichen Diskussionen und Herrn T. Recktenwald für die Genehmigung, Abbildungen aus seiner Diplomarbeit zu verwenden (alle Funktionswerkstoffe, UdS).

Herrn Dr. F. Aubertin danke ich außerdem für die kritische Durchsicht von Teilen des Manuskripts und für seine Diskussionsbereitschaft und Ermutigung.

Frau C. Maas (Funktionswerkstoffe, UdS) danke ich für ihre Hilfe bei der Zusammenstellung von Bildmaterial, ihre ermutigende Haltung sowie zahlreiche Anregungen, die weit über diese Arbeit hinausreichen.

Bei Herrn W. Ott (Funktionswerkstoffe, UdS) bedanke ich mich für seine tatkräftige Unterstützung im technisch-praktischen Bereich.

Herrn E. Schweitzer (UdS) danke ich für die Hilfestellung bei der Bildverarbeitung.

Meinem langjährigen Freund K. Velikov (Universität Utrecht, Niederlande) danke ich für seine Hilfe insbesondere bei Literaturrecherchen, der Bildverarbeitung und verschiedenen Programmen.

Meinen Kollegen im AK Funktionswerkstoffe, UdS danke ich für die angenehme Arbeitsatmosphäre, den Herren N. Ilic und F. Soldera für die Überlassung von Material betreffend RuAl.

Meinen Kollegen bei der Continental AG danke ich ebenfalls für das hervorragende Arbeitsklima und für den Zuspruch und die Ermutigung.

Bei Herrn Dr. J. Krüger bedanke ich mich für seine Hilfsbereitschaft und Unterstützung sowie für die sorgfältige Durchsicht des Manuskripts.

Meiner Mutter P. Katrakova danke ich für ihr unerschöpfliches Vertrauen und Unterstützung. Meiner Schwester danke ich dafür, dass sie bei ihr ist.

Meiner „zweiten Mutter“ Dr. I. Schiffler-Bayerthal danke ich ebenfalls für das Vertrauen, die Unterstützung und ihre durch und durch ermutigende Haltung. Ich bedanke mich vom Herzen auch dafür, dass maßgeblich durch sie und ihre Familie Deutschland meine zweite Heimat geworden ist.

Meinem Sohn Adrian danke ich für die tapfere Begleitung dieser Arbeit und dafür, dass er mir einen neuen Blickwinkel auf die Welt eröffnet hat.

Ganz besonders herzlich bedanke ich mich bei meinem Mann K. Valtchev für die zahlreichen fruchtbaren Diskussionen, für seine stete Unterstützung, für sein Verständnis und für seine Geduld sowie ununterbrochene Aufmunterung und Motivation. Ohne ihn wäre das Gelingen dieser Arbeit in vielerlei Hinsicht unmöglich gewesen.

1 Einleitung und Zielsetzung

Werkstoffe sind technisch genutzte Materialien, die seit eh und je das wirtschaftliche und gesellschaftliche Geschehen dieser Welt bestimmen. Werkstoffsysteme und Werkstofftechnologien entscheiden über den Modernitätsgrad von Industriegesellschaften. Eine technische Idee ist erst dann realisierbar, wenn dafür geeignete Werkstoffe zur Verfügung stehen.

Es ist unumstritten, dass viele Werkstoffeigenschaften vom Gefüge maßgeblich bestimmt werden. Das Gefüge eines Werkstoffs ist durch die chemische und strukturelle Beschaffenheit einzelner Ordnungsbereiche und deren geometrische Ausbildung definiert [95Pet]. Das Werkstoffpotenzial kann nur dann ausgeschöpft werden, wenn qualitative und quantitative Korrelationen zwischen Gefüge und Eigenschaften hinreichend bekannt sind. Das erfordert sowohl das fundierte Verständnis der werkstoffwissenschaftlichen Zusammenhänge als auch die quantitative Erfassung des Gefüges in seiner dreidimensionalen Ausbildung.

Der Mensch erkennt und erfährt seine Umgebung in erster Linie durch das Sehen. Kein anderes Lebewesen hängt so stark von seinen Augen ab wie der Mensch, der mehr als 99 % seiner Information durch das Sehen erfährt [91Wil]. Dies spiegelt sich wider in der Entwicklung geeigneter Geräte, die dazu dienen, die Sehfähigkeit des menschlichen Auges zu verbessern. Solche Geräte sind auch die verschiedenen Mikroskope zur Sichtbarmachung des Gefüges, da seine Bestandteile so klein sind, dass sie vom Menschen nicht ohne optische Hilfe wahrgenommen werden können.

In der klassischen Materialographie werden das optische und das Rasterelektronenmikroskop eingesetzt. Die Morphologie (Größe und Form) der Bestandteile (Körner, Einschlüsse, Poren) kann damit bestimmt werden. Eine Einschränkung ist dadurch gegeben, dass es sich dabei um einen zweidimensionalen Schnitt durch die Probe handelt. Die wahren räumlichen Parameter können nur abgeschätzt werden, was die Problemstellung der Stereologie ist. Bei teilchenbezogenen Kenngrößen kann beispielsweise durch eine Formannahme unter Berücksichtigung der Schnittwahrscheinlichkeit von den ebenen Schnitten auf dreidimensionale Gebilde zurückgerechnet werden.

Der kristalline Aufbau der meisten Feststoffe ist dafür verantwortlich, dass deren Eigenschaften anisotrop sind, d.h. von der Richtung abhängen, in der sie gemessen werden. Die meisten technisch genutzten Werkstoffe besitzen einen kristallinen Aufbau. Die

Anisotropie der Kristalle führt dann zu Mikroinhomogenitäten, d.h. sprunghafter Änderung der Eigenschaften beim Übergang über eine Korngrenze, und zu Makroanisotropie, falls die Orientierungsverteilung der Kristallite nicht völlig regellos ist, d.h. wenn eine Textur vorliegt. Daher ist es bei der Charakterisierung der Werkstoffe sehr wichtig auch die Orientierung der Gefügebestandteile zu bestimmen.

Bei Materialien mit nichtkubischem Gitter erlaubt die Polarisationsmikroskopie eine qualitative bis halbquantitative Aussage über die Orientierung einzelner Körner. Mittels Röntgen- und Neutronenbeugung lässt sich die Kornorientierungsverteilung integral und quantitativ bestimmen. Es ist jedoch keine mikroskopische Zuordnung der Orientierungen zu den entsprechenden Körnern möglich.

Diesen Vorteil bietet die orientierungsabbildende Mikroskopie, die auf der automatischen Auswertung der Intensitätsverteilung bei der Rückstreuelektronen-Kikuchi-Beugung (REKB) im Rasterelektronenmikroskop basiert. Auch im deutschen Sprachraum hat sich der englische Begriff Electron Backscatter Diffraction (EBSD) soweit durchgesetzt. Orientation Imaging Microscopy (OIMTM) ist eines der ersten kommerziell erhältlichen vollautomatischen Systeme dieser Technik der Firma TexSEM Laboratories Inc., Draper, Utah, USA. Im folgenden werden EBSD und OIM synonym verwendet.

Diese Methode hat sich in den letzten Jahren rasant entwickelt und ist mittlerweile gut etabliert in der Werkstoffwissenschaft. Ihr ganz besonderer Vorteil ist, dass sie quantitativ und mikroskopisch kristallographische (Phase, Orientierung, Desorientierung) und morphologische (Größe und Form) Gefügeaspekte gleichzeitig liefert – und zwar in deren Anordnung in einem statistisch relevanten Probenausschnitt. Ihre Anwendung auf die verschiedensten kristallinen Materialien ist jedoch nicht trivial.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist, die generelle Anwendbarkeit der Methode auf kristalline Werkstoffe zu prüfen, methodische Schwierigkeiten zu identifizieren und zu überwinden, sowie die besonderen Vorteile der Methode zur Charakterisierung der entsprechenden Materialien (auch im Vergleich zu anderen Techniken) hervorzuheben.

Einen kritischen Faktor zur Anwendbarkeit der Methode stellt die Oberflächenpräparation dar. Deshalb ist das Herausarbeiten geeigneter Präparationsmethoden für eine ganze Reihe verschiedener Werkstoffe, die sich sowohl im Verformungsverhalten als auch in der Wechselwirkung mit dem Elektronenstrahl unterscheiden, ein wesentlicher Teil der experimentellen Arbeiten.

Zur besseren Beurteilung und zum Einordnen der Aussagekraft der Methode sollen Untersuchungen zur Genauigkeit und Reproduzierbarkeit unter Berücksichtigung vieler Einflussparameter für das an der Universität des Saarlandes vorhandene automatische System dienen. Zur Abschätzung der statistischen Relevanz von ermittelten Orientierungs- und Desorientierungsverteilungen werden EBSD-Daten mit röntgenographisch ermittelten verglichen. Dabei werden Texturschärfe und Korngrößenverteilung berücksichtigt.

Neben diesen rein methodischen Aspekten sind weiterhin Ziele der vorliegenden Arbeit einerseits die Überwindung der methodischen Schwierigkeiten, die je nach Material durchaus sehr unterschiedlicher Natur sind, und andererseits das Herausarbeiten der besonderen Vorteile der Methode gegenüber anderen Gefügecharakterisierungstechniken. Dies wird an einer Reihe verschiedener Materialien illustriert. Dazu zählen Einkristalle, hochorientierte Vielkristalle (Schichtkristalle) und polykristalline Materialien. Dabei ist die letzte Gruppe sehr umfangreich und umfasst einphasige Werkstoffe, aber auch solche mit Sekundärphasen (Ausscheidungen) und zweiphasigen Gefügen. Die Gruppe der einphasigen polykristallinen Materialien beinhaltet metallische Werkstoffe, die sich einerseits in ihrer Kristallsymmetrie unterscheiden, andererseits aber die Bedeutung verschiedener Gefügeaspekte (wie z.B. Mikrotextrur, Korngrenzenzustand, Korngrößenverteilung, etc.) und das Potenzial der Methode zu deren Charakterisierung in bezug zur Herstellung oder zu den Eigenschaften unterstreichen. Gesondert werden keramische Werkstoffe behandelt, bei denen die Anwendung der Methode sehr problematisch und keineswegs trivial ist. Somit sind die Materialklassen der Halbleiter, Semimetalle, Metalle, intermetallische Verbindungen und Keramiken vertreten. Neben der so erläuterten Systematik, die erlaubte die gesamte Spanne kristalliner Materialien abzudecken, wurde die Auswahl der Materialien auch mit Berücksichtigung der Praxisrelevanz getroffen, d.h. eine konkrete Anwendung oder wissenschaftliches Interesse. Somit sollen diese Beispiele als Grundstein für zukünftige Arbeiten gesehen werden, die sich konkret auf die Materialien konzentrieren und die Methode nur Mittel zum Zweck ist, nämlich Korrelationen zwischen Herstellung, Gefüge und Eigenschaften aufzudecken. In einigen der Beispiele sind zusätzlich vergleichende bzw. ergänzende Untersuchungen mit anderen Methoden durchgeführt worden, so dass man sich dem Endziel, insbesondere wenn auch Materialvariationen betrachtet wurden, weiter genähert hat.

Die Arbeit ist folgendermaßen aufgebaut:

Im theoretischen Teil wird der Stand der Technik zusammengefasst. Konkret werden die physikalischen Grundlagen, sowie die Formalismen zur Darstellung von Orientierungen und Desorientierungen erläutert. Weiterhin wird die Hard- und Software des OIM-Systems beschrieben. Außerdem werden die Grenzen der Anwendung dieser Technik aufgezeigt.

Im methodischen Teil wird eine ausführliche Studie (Shainin-Methode) über Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Technik mit der entsprechend verfügbaren Hardware (inklusive Rasterelektronenmikroskop) unter Berücksichtigung der Materialeinflüsse vorgestellt. Die statistische Relevanz der gelieferten Daten, insbesondere auch im Vergleich zu Konkurrenzmethoden wird diskutiert, wobei dies anhand von Beispielen veranschaulicht wird. Auf die Probenpräparation als kritische Vorbedingung wird speziell eingegangen. Die diversen erfolgreichen Oberflächenpräparationsmethoden für die verschiedenen Werkstoffe werden in Tabellenform zusammengefasst. Dabei wird die Qualität der Präparation mittels eines repräsentativen Patterns dokumentiert, und die kristallographischen Daten werden angegeben.

Die konkreten Beispiele zur Anwendung der Methode an den verschiedenen Werkstoffen sind so gewählt, dass EBSD spezifische Problematik aber auch besondere Vorteile bei der Charakterisierung von Gefügemerkmalen diskutiert werden können.

Abschließend findet man eine Zusammenfassung der Erkenntnisse und Ausblick für weitere Arbeiten.

2 Orientierungsabbildende Mikroskopie – Stand der Technik

2.1 Physikalische Grundlagen

2.1.1 Historischer Überblick

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) stellt ein vielseitiges Verfahren für morphologische und analytische Untersuchungen zur Werkstoffcharakterisierung dar. Die Vielseitigkeit beruht u.a. auch auf der Möglichkeit, gleichzeitig unterschiedliche Kontraste (Topographie-, Materialkontrast, usw.) darstellen zu können. In Kombination mit Analysegeräten kann die Rasterelektronenmikroskopie eine Vielzahl analytischer Informationen liefern.

Ein besonderer Vorteil dieser Methode liegt in dem relativ geringen Präparationsaufwand, vor allem gegenüber der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).

Die Berücksichtigung der Elektronenbeugung liefert weitere wertvolle Informationen über das untersuchte Material. In den letzten Jahren hat sich die Rückstreuielektronen-Kikuchi-Beugungstechnik rasant entwickelt. Sie erlaubt die explizite Bestimmung der Kornorientierung am Eintreffpunkt des Elektronenstrahls. Dies ist mit relativ geringem Hardwareaufwand verbunden, erhöht aber enorm die Attraktivität des Rasterelektronenmikroskops als universelles Werkstoffuntersuchungsgerät.

Die EBSD beruht auf der Bildung von Beugungsmustern im Elektronenmikroskop, die zum ersten Mal 1928 von *Kikuchi* beschrieben wurden [28Kik]. Er hat dünne Glimmer-Folien in Durchstrahlung untersucht. Die bei dickeren Folien neben dem Punktbeugungsmuster auftretenden Linienpaare hat er P-Pattern genannt. Heute werden diese Beugungsmuster als Kikuchi-Pattern bezeichnet. *Kikuchi* hat den Zusammenhang mit der Orientierung erkannt und die Interpretation vorgeschlagen.

Weitere Pionierarbeit auf dem Gebiet haben *Meibom und von Rupp* geleistet [33Mei].

Boersch hat zum ersten Mal die Kikuchi-Pattern in Reflexion bei Einkristallen beobachtet [37Boe]. Dadurch wird die Anwendung auf kompaktes Material möglich.

In den 50er Jahren wurde diese Technik gezielt im Rückstreumodus untersucht. *Alam et al.* haben dafür kein Elektronenmikroskop, sondern ein einfaches Gerät benutzt, das aus einem Hohlzylinder mit einer Elektronenquelle bestand. Die Elektronen wurden durch eine Linse auf die Probenoberfläche fokussiert. Die Innenwände des Zylinders waren mit einem elektronenempfindlichen Film ausgekleidet. Das erhaltene Beugungsmuster benannten sie

Großwinkel-Kikuchi-Pattern. Der Schwerpunkt der Anstrengungen dieser Arbeitsgruppe war auf den Kontrast der Beugungsmuster gelegt. Sie haben insbesondere dessen Abhängigkeit vom Kippwinkel gegenüber der Horizontalen untersucht [54Ala].

Venables hat in den frühen 70er Jahren die Technik für das Rasterelektronenmikroskop eingeführt [73Ven]. Er hat die Bezeichnung Rückstreuelektronen-Pattern (**Electron BackScatter Pattern**, EBSP) vorgeschlagen, die sich heute gegenüber anderen Bezeichnungen wie z.B. Backscatter Kikuchi Pattern durchgesetzt hat. Ein entscheidender Vorteil des Rasterelektronenmikroskops ist die Möglichkeit, die zu untersuchende Probenstelle auszuwählen. *Venables* hat sich mit den Auflösungsgrenzen der Methode beschäftigt und sie mit zwei anderen Techniken im REM, der Kossel-Beugung und dem Electron Channeling, verglichen. Außerdem hat er erstmals einen Phosphorschirm zur Voransicht der Pattern eingesetzt.

Ein weiterer Fortschritt in der Anwendung dieses Verfahrens ist *Dingley et al.* zuzurechnen. Sie haben über die Benutzung einer Restlicht-TV-Kamera die Computerauswertung der Kikuchi-Pattern eingeführt [87Din], [88Din]. Es wurden außerdem diverse Kalibrierungstechniken entwickelt, denn die Kalibrierung ist bei dieser Methode von entscheidender Bedeutung für eine zuverlässige Indizierung der Pattern. Ein weiterer Verdienst dieser Arbeitsgruppe ist auch die Ausweitung der Methode auf nicht kubische Materialien [87aDin], [91Din].

Der ausschlaggebende Schritt zu einer breiten Anwendung dieses Verfahrens in der Werkstoffwissenschaft und der Geologie war die Automatisierung der Indizierung von EBSPs in den frühen 90ern. Besondere Bedeutung kommt hier den bildanalytischen Prozeduren zu, die die Grundlage für eine automatische Patternerkennung waren. Verschiedene Ansätze wurden vorgeschlagen: von Binarisierung des Bildes [90Juu], über Vergleich mit theoretisch berechneten Pattern [91Wri] und Burns Algorithmus zur Linienerkennung [92Wri], bis Fourier Transformation [91Wil], [92Wil]. Etabliert hat sich jedoch die Hough Transformation [62Hou], die von *Krieger Lassen* zur EBS-Patternerkennung und Indizierung eingeführt wurde [92Kri]. Heute ist in den kommerziellen Systemen ausnahmslos der Hough Algorithmus implementiert.

Orientation Imaging Microscopy (OIMTM) ist das erste seit 1995 kommerziell erhältliche vollautomatische EBSD-System der Firma TSL.

Derzeit gibt es einige EBSD-Systeme auf dem Markt. Die heutigen Bemühungen konzentrieren sich vorwiegend auf die Weiterentwicklung der Software zur sicheren und schnelleren Auswertung der bei einer Messung gesammelten Daten. Gleichzeitig wird auch

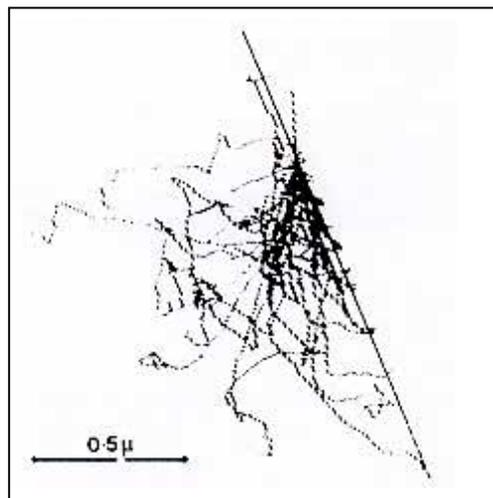
die Hardware optimiert, so dass möglichst die Auflösung und die Verlässlichkeit der Indizierung über die Patternqualität weiter verbessert wird.

2.1.2 Entstehung der Kikuchi-Pattern

Kikuchi-Pattern werden im Transmissionselektronenmikroskop bei Folien beobachtet, die so dick sind, daß die Elektronen nicht einfach das Probenmaterial durchstrahlen, sondern eine unelastische Streuung in dessen Inneren erfahren.

Rückstreuelektronen-Kikuchi-Pattern (EBSP) bilden sich beim Fokussieren des Elektronenstrahls im REM auf einen kleinen Bereich eines kristallinen Materials. Beim Eintreffen der Primärelektronen auf das Probenmaterial werden diese diffus in alle Richtungen unelastisch gestreut. In Abb. 2-1-1 ist dies mit Hilfe der Monte-Carlo-Methode für eine Kupferprobe bei 20 kV simuliert (die Probe ist um 70° aus der Horizontalen gekippt). Der Energieverlust ist jedoch bei einfacher Streuung sehr gering. Daher kann die Wellenlänge als konstant betrachtet werden. Die unelastisch gestreuten Elektronen können dann als neue Primärstrahlen im Probeninneren wirken und ebenfalls Braggsche Reflexion an den Netzebenen erleiden.

Zum vollständigen Verständnis der Entstehung der Kikuchi-Pattern und ihrer Intensität werden die kinematische und die dynamische Beugungstheorie benötigt. Die Geometrie der Bildung der Kikuchi-Linien jedoch lässt sich anhand einfacher Überlegungen erklären.



**Abbildung 2-1-1: Streuung der Primärelektronen im Probeninneren
(Monte-Carlo-Simulation für Cu bei 20 kV) [95Din]**

Da aufgrund der unelastischen Streuung der PE im Probenmaterial Elektronen aus allen Richtungen zur Verfügung stehen, finden sich zu jeder Netzebenenschar mit Millerschen

Indizes (hkl) und Netzebenenabstand d_{hkl} genügend Elektronen, die unter dem Winkel θ auf sie auftreffen, so dass die Braggsche Gleichung erfüllt ist:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta.$$

Da diese Elektronen nun aus allen Richtungen kommen, bilden sich Beugungskegel von beiden Seiten jeder Ebene mit der Kegelschachse parallel zur Ebenennormale. Sie werden auch Kossel-Kegel genannt, da solche Kegelpaare bei der Kossel-Beugung von Röntgenstrahlen ebenfalls auftreten. Die Kegel liegen symmetrisch um die Netzebene, und ihr Winkelabstand beträgt 2θ . Im Gegensatz zu der Kossel-Beugung jedoch ist die Wellenlänge der Elektronen nahezu konstant und sehr klein. Sie lässt sich aus der Beschleunigungsspannung nach de Broglie berechnen (Tabelle 2-1-1). Daraus resultieren sehr kleine Beugungswinkel ($\approx 0,5^\circ$) bzw. große Kegelöffnungswinkel ($90^\circ - \theta$), so dass auf dem Leuchtschirm die Hyperbelschnitte als zwei parallele gerade Linien erscheinen. Das sind die Kikuchi-Linien, schematisch dargestellt in Abb. 2-1-2. Die reflektierende Netzebene projiziert sich in die Mitte zwischen den beiden Kikuchi-Linien.

Beschleunigungsspannung [kV]	10	15	20	22,5	25	30
Wellenlänge [Å]	0,12	0,10	0,087	0,082	0,078	0,071

Tabelle 2-1-1: Wellenlänge der Elektronen je nach Beschleunigungsspannung

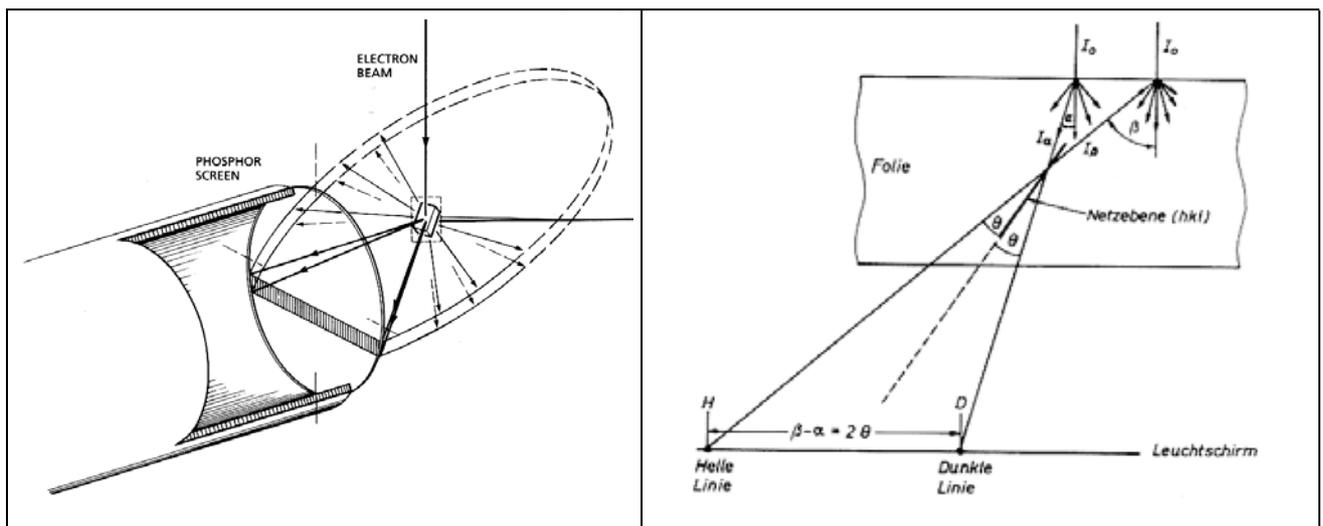


Abbildung 2-1-2: Entstehung der Kikuchi-Linien: räumliche (links) und zweidimensionale (rechts, in Transmission) Betrachtung [96Ran], [70Hei]

In Abb. 2-1-3 ist ein Rückstreuelektronen-Kikuchi-Beugungsmuster (EBSP) zu sehen. Es besteht aus hellen Bändern und diffusem Untergrund mit ungleichmäßiger Intensität. Zur

Kikuchi-Beugung tragen Elektronen bei, die nur einen kurzen Weg im Kristall zurücklegen, bevor sie rückgestreut werden (sog. „low loss electrons“). Die Elektronen, die tiefer eindringen und erst dann rückgestreut werden, sind für den Untergrund verantwortlich. Die ungleichmäßige Intensität des Untergrundsignals erklärt sich mit der Oberflächentopographie der Probe einerseits und mit der Position des Patternzentrums andererseits.

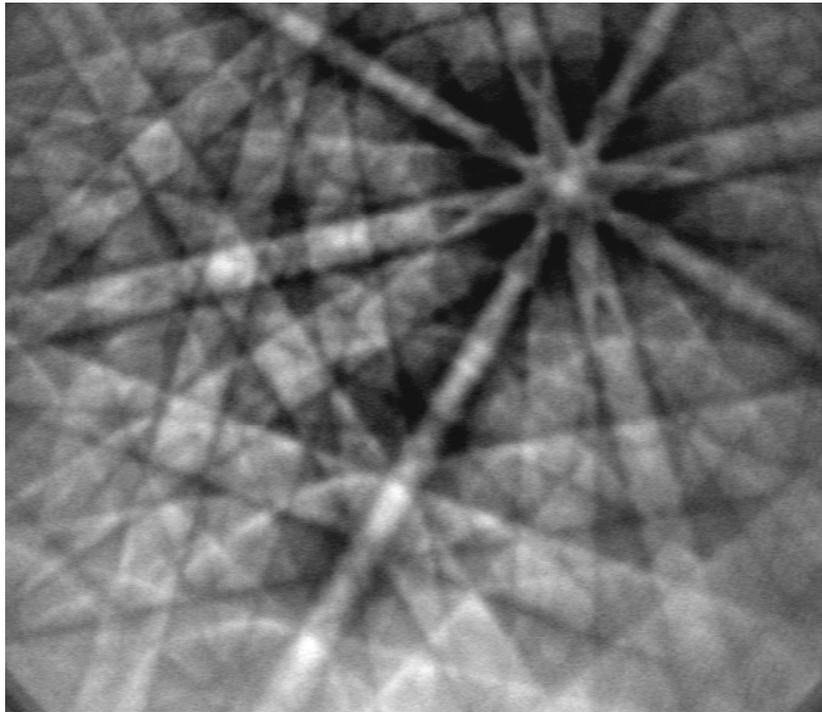


Abbildung 2-1-3: Rückstreuelektronen-Kikuchi-Pattern (EBSP), Eisen bei 22,5 kV

Im TEM beobachtete Kikuchi-Pattern zeichnen sich durch ihre hohe Schärfe aus; die dunkle (näher am Primärstrahl) und die helle Linie sind deutlich voneinander unterscheidbar. In den Rückstreuelektronen-Kikuchi-Pattern dagegen sind die Kikuchi-Linien eher als relativ scharfe Abgrenzungen der hellen Bänder zu beobachten, d.h. die Stellen an denen die Intensität sprunghaft absinkt. Diese Bänder sind auch im TEM vorhanden, dort aber nicht so leicht zu erkennen.

Die Bildung der Bänder mit hoher Intensität kann mit dem sog. Channelling Effekt erklärt werden. Zur theoretischen Behandlung dieses Phänomens wird das Blochwellenmodell herangezogen. Der Elektronenfluss des einfallenden Primärelektronenstrahls kann bei der Wanderung durch das Gitter mathematisch als eine Anzahl von stehenden Wellen (Lösung der Schrödinger-Gleichung für das periodische Gitter), den sog. Blochwellen, beschrieben werden [74Joy]. Dabei hat jede Blochwelle die Periodizität des Gitters. Die Aufenthaltswahr-

scheinlichkeit eines Elektrons an einem bestimmten Ort des Kristalls ist mit dem Quadrat der Amplitude einer Blochwelle gegeben. Zur Vereinfachung soll der Zwei-Strahl-Fall betrachtet werden, d.h. es liegen eine gebeugte und eine ungebeugte Welle vor. In diesem Fall kann der Elektronenfluss in zwei Blochwellen gespalten werden, eine mit Intensitätsmaxima, die in der Gitterebene liegen (Blochwelle 1) und eine mit Maxima zwischen zwei Gitterebenen (Blochwelle 2) (s. Abb. 2-1-4).

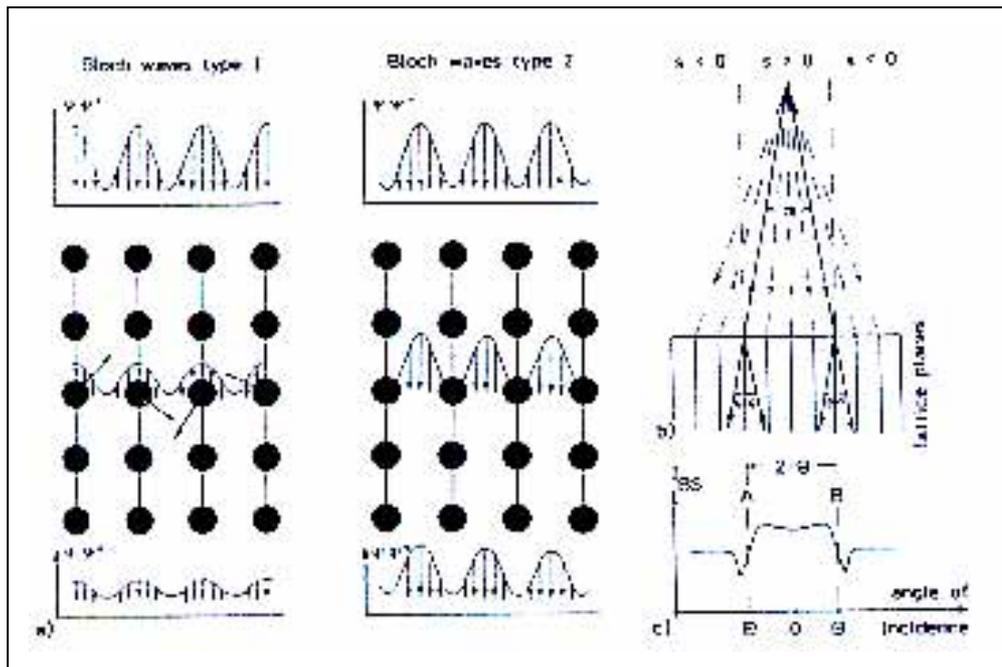


Abbildung 2-1-4: Blochwellenmodell [74How]

Die Elektronen in der Blochwelle 1 befinden sich also mit hoher Wahrscheinlichkeit in der Nähe der Atomkerne und unterliegen damit einer starken Wechselwirkung. Die Elektronen in der Blochwelle 2 dagegen erfahren nur eine geringe Wechselwirkung aufgrund der großen Entfernung zu den Atomkernen. Das Verhältnis zwischen den beiden Blochwellen wird durch den Winkel zwischen dem einfallenden Strahl und dem Gitter bestimmt. Somit ändert sich die Rückstreuelektronenausbeute mit dem Winkel. Ist der Winkel des die Beugung erzeugenden Strahls gleich dem Bragg-Winkel für eine bestimmte Netzebenenschar (hkl) mit Netzebenenabstand d_{hkl} , sind die beiden Blochwellen von gleicher Intensität. Für Winkel $\theta < \theta_B$ ist die Intensität der Blochwelle 1 größer, d.h. auch die Anzahl der rückgestreuten Elektronen ist groß. Für Winkel $\theta > \theta_B$ ist die Intensität der Blochwelle 1 geringer als die der Blochwelle 2. Das bedeutet, dass mehr Primärelektronen tiefer in die Probe eindringen und nur wenige reflektiert werden, daher ist der Anteil der RE gering (s. Abb. 2-1-4c).

Die Intensität eines bestimmten Kikuchi-Bandes relativ zu den anderen kann grob unter Berücksichtigung von Strukturfaktoren vorhergesagt werden. Die Intensität eines Bandes ist i.allg. für gegebene Wellenlänge proportional zum Quadrat des Strukturfaktors [75Edi]:

$$I \propto |F_{hkl}|^2 = \left[\sum_i f_i(\theta) \cos[2\pi(hx_i + ky_i + lz_i)] \right]^2 + \left[\sum_i f_i(\theta) \sin[2\pi(hx_i + ky_i + lz_i)] \right]^2.$$

Die Summation erfolgt über alle Atome in der Einheitszelle; (x_i, y_i, z_i) ist die relative Position des i-ten Atoms, und $f_i(\theta)$ ist der Atomformfaktor, der vom Beugungswinkel θ abhängt:

$$f_i(\theta) = \frac{m_0 e^2}{2h^2} \frac{l}{\sin \theta} (Z - f_x) \text{ mit } Z: \text{ Ordnungszahl und } f_x: \text{ Atomstreuformfaktor für Röntgenstrahlen.}$$

Weitere Details zur Theorie der Elektronenbeugung, auch in Bezug auf EBSD und mit Berücksichtigung dynamischer Effekte finden sich in [72Spe], [86Rei], [95Dud], [97Wil].

2.1.3 Darstellung von Orientierungen und Desorientierungen, Coincidence Site Lattice (CSL) Modell

Die geometrische Anordnung der Kikuchi-Bänder in den Kikuchi-Pattern ist eindeutig durch die Symmetrie, die Gitterparameter (Gitterkonstanten und Winkel) und die Orientierung des Kristalls bestimmt.

Die Orientierung eines dreidimensionalen Objekts kann mittels einer Drehung zwischen zwei kartesischen Koordinatensystemen, dem Objektsystem und dem Referenzsystem, zum Ausdruck gebracht werden. Die Basisvektoren beider Koordinatensysteme sind orthonormal. Es kann von einem gemeinsamen Ursprung ausgegangen werden, da man sich nur für die Rotation und nicht für die Translation interessiert. Die Lage des Punktes ist durch die Strahlpositionierung bekannt.

Wenn es sich um Kristallorientierungen handelt, wählt man sinnvollerweise die Achsen des Objektkoordinatensystems parallel zu den kristallographischen Achsen, z.B. 100, 010 und 001 bei kubischer Symmetrie. Die Achsen des Referenzkoordinatensystems sind normalerweise parallel zu geeigneten Richtungen definiert durch die Probensymmetrie, z.B. Walz-, Quer- und Normalrichtung bei gewalzten Blechen, die ihrerseits parallel zu den Achsen im REM sein sollten (s. Abb. 2-1-5a).

Die Orientierung eines Kristalls ist also durch eine 3x3-Matrix beschrieben, die das Probenkoordinatensystem in das Kristallkoordinatensystem überführt. Hier ist noch zu vermerken, dass laut Konvention die umgekehrte Darstellung gilt. Für die automatische

Auswertung von Kikuchi-Pattern hat sich jedoch diese Variante eingebürgert [92Ran]. Die Orientierungsmatrix ist also die folgende:

$$g = \begin{pmatrix} \cos \alpha_1 & \cos \alpha_2 & \cos \alpha_3 \\ \cos \beta_1 & \cos \beta_2 & \cos \beta_3 \\ \cos \gamma_1 & \cos \gamma_2 & \cos \gamma_3 \end{pmatrix}$$

Die Matrix g ist orthonormal, d.h. $g^T g = g g^T = I$ (g^T : transponierte Matrix von g ; I : 3x3 Einheitsmatrix). Daraus ergibt sich, dass die Elemente dieser Matrix nicht unabhängig voneinander sind, sondern folgender Gleichung genügen:

$$\sum_{i=1}^3 a_i^2 = 1,$$

wobei a_i die Elemente einer beliebigen Zeile oder Spalte der Matrix repräsentieren. Die Rotationsmatrizen bilden eine Gruppe (das Produkt zweier Rotationsmatrizen ist ebenfalls eine Rotationsmatrix und zu jeder Drehung existiert eine inverse Drehung).

Damit die kristallographische Orientierung aus Kikuchi-Pattern bestimmt werden kann, muss das Patternkoordinatensystem ebenfalls berücksichtigt werden. In Abb. 2-1-5b sind die drei Koordinatensysteme U (Kristall), V (Pattern) und W (Probe) skizziert. Der Einheitsvektor n im Kristallkoordinatensystem stellt die Normale zur Netzebene dar, deren Spur in den Pattern als die Mittellinie des entsprechenden Kikuchi-Bandes erscheint.

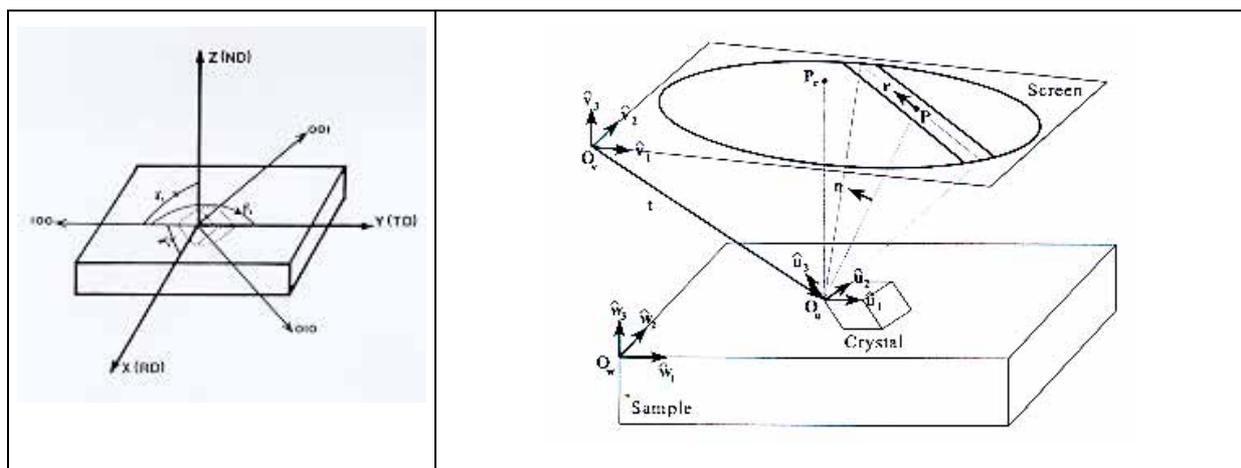


Abbildung 2-1-5: Definition der Koordinatensysteme bei der Orientierungsbestimmung aus Kikuchi-Pattern; a) Proben- und Kristallkoordinatensysteme [92Ran]; b) Proben- (W), Kristall- (U) und Pattern- (V) Koordinatensysteme [94Kri]

Die Matrix X soll für die Drehung des Kristallkoordinatensystems U ins Patternkoordinatensystem V stehen und die Matrix Y - für die Drehung des Patternkoordinatensystems V ins Probenkoordinatensystem W. Es gelten die Beziehungen:

$$\begin{aligned} [n]_v &= X[n]_u \\ [n]_w &= Y[n]_v. \end{aligned}$$

Es gilt außerdem:

$$[n]_u = g[n]_w.$$

Daraus ergibt sich

$$[n]_u = X^T[n]_v = X^T Y^T [n]_w$$

und somit

$$g = X^T Y^T = (YX)^T.$$

Die Drehmatrix Y , die die Drehung des Probenkoordinatensystems ins Patternkoordinatensystem beschreibt, kann als konstant für die jeweilige Hardware-Konstellation betrachtet werden, da sie nicht von der lokalen Gitterorientierung, sondern nur von der geometrischen Anordnung des Detektionsschirms in bezug auf die Probe abhängt. Die Annahme, dass Y auch für verschiedene Proben gleich sei, ist nur annähernd richtig. Diese Drehmatrix Y kann unter Berücksichtigung der geometrischen Gegebenheiten wie z.B. Kippwinkel, Winkel zwischen den REM-Achsen x und y und der Normalen des Schirms bestimmt werden. Diese Parameter sind jedoch nur schwer und mit schlechter Genauigkeit messbar. Daher wird Y bevorzugt mit Hilfe eines Kalibrierungskristalls mit bekannter Orientierung bestimmt [93Kri].

Der direkte Zusammenhang zwischen der Geometrie der Kikuchi-Pattern und der Orientierung des Kristallits, dargestellt in der stereographischen Projektion, ist in Abb. 2-1-6 verdeutlicht.

Durch die Angabe der neun Elemente der Orientierungsmatrix ist die Orientierung eindeutig festgelegt. Es ist allerdings ausreichend, sechs Elemente zu speichern, da sich die restlichen drei aufgrund der Orthonormalität der Matrix berechnen lassen.

Da die Orientierungsmatrix als nicht intuitiv und visuell empfunden wird, ist man bestrebt, andere Darstellungen, auch in einer kompakteren Form, zu benutzen. Übliche Darstellungen sind die Eulerwinkel, Polfiguren und inverse Polfiguren sowie die Angabe von Ideallagen. Vorzugsweise werden die Orientierungsmatrizen in Euler-Winkel umgerechnet, die sich wiederum in eine der anderen Darstellungsweisen umrechnen lassen.

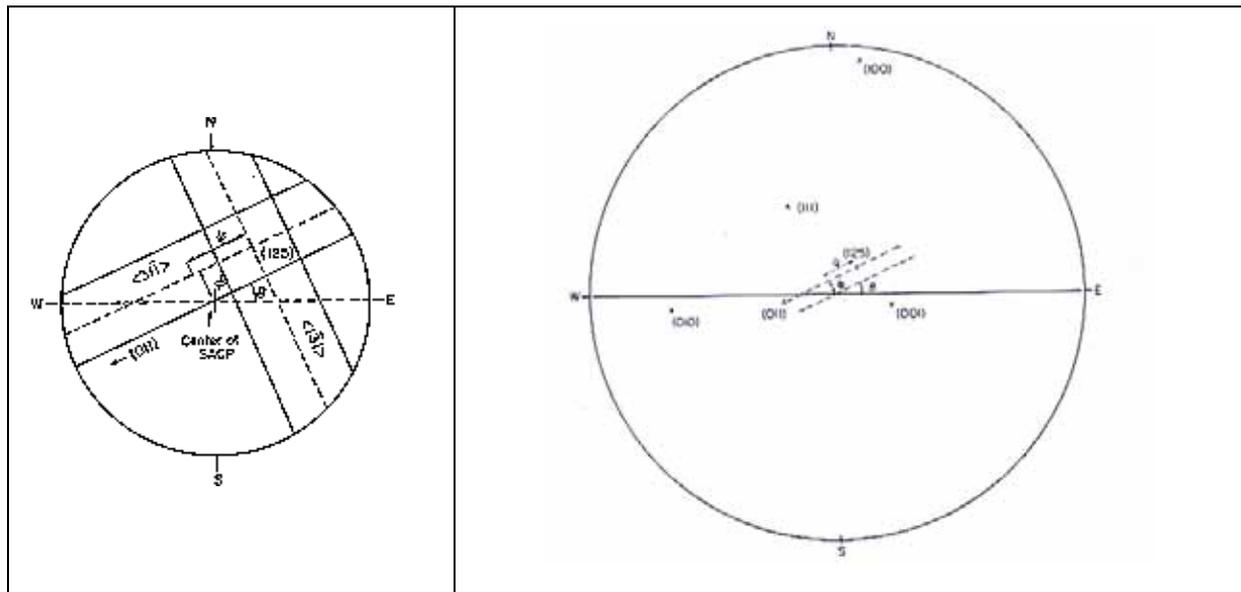


Abbildung 2-1-6: Zusammenhang zwischen der Geometrie der Kikuchi-Pattern und der Orientierung; Definition des Kipp- (ψ) und des Drehwinkels (ϕ) analog zur Röntgenbeugung; a) Kikuchi-Diagramm; b) stereographische Projektion [74Joy]

Die Euler-Winkel beschreiben drei sukzessive Drehungen. Im Ausgangszustand fallen das Proben- und das Kristallkoordinatensystem zusammen. Die Euler-Winkel nach Bunge [85Bun] sind wie folgt definiert:

- φ_1 : Drehung um die Proben- bzw. Kristall-Z-Achse;
- Φ : Drehung um die Kristall-X-Achse;
- φ_2 : Drehung um die gekippte Kristall-Z-Achse.

Eine schematische Darstellung ist auch in Abb. 2-1-7 zu sehen.

Die Elemente der Orientierungsmatrix und die Euler-Winkel sind durch trigonometrische Funktionen miteinander verbunden [92Ran]. Im Euler-Raum (kartesisches Koordinatensystem mit den Euler-Winkeln als Koordinaten) wird typischerweise die Orientierungsverteilungsfunktion (OVF, ODF = Orientation Distribution Function) aufgetragen. Sie ist als die Volumenfraktion der Körner mit einer bestimmten Orientierung $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ definiert. Für die Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion siehe [83Bun]. Polfiguren sind zweidimensionale Projektionen der dreidimensionalen OVF, lassen sich also daraus berechnen. Die Polfiguren stellen eine stereographische Projektion dar, die die Verteilungsdichte der Normalen zu einer bestimmten Netzebenenschar relativ zum

Referenzkoordinatensystem angibt. Die Verteilungsdichte einer der Referenzrichtungen relativ zum Kristallkoordinatensystem wird in inversen Polfiguren aufgetragen.

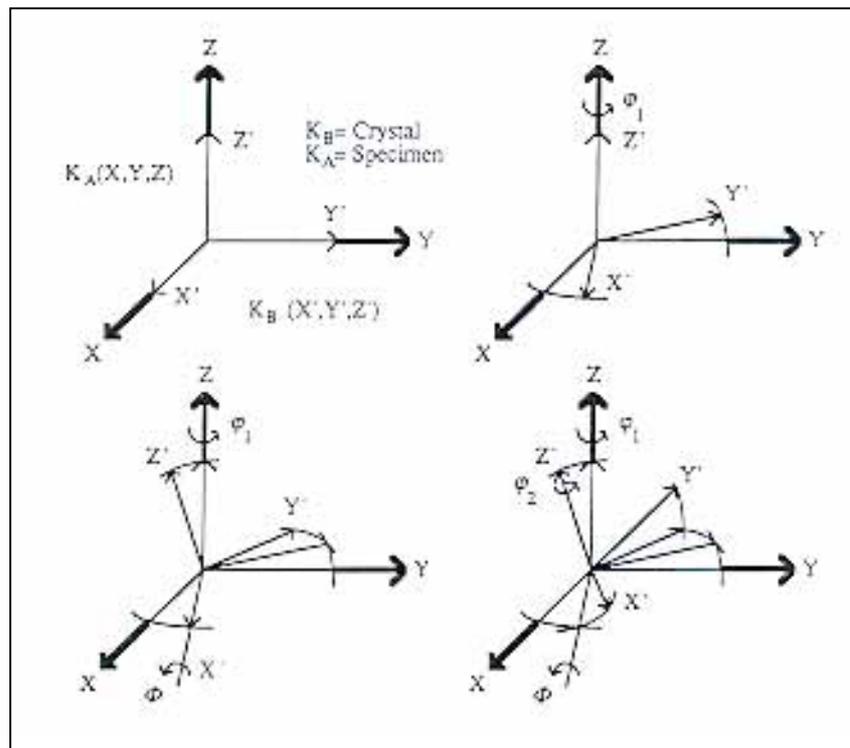


Abbildung 2-1-7: Definition der Euler-Winkel

Analog zur Orientierungsbestimmung lassen sich auch Desorientierungen berechnen. Hierbei wird das Koordinatensystem eines Kristallits in das eines Nachbarkristallits überführt. Die **Desorientierung** Δg zweier Körner g_1 und g_2 ist mathematisch folgendermaßen definiert:

$$\Delta g = g_1^{-1} g_2.$$

Zur Darstellung von Desorientierungen eignet sich (neben den Euler-Winkeln) die Achse/Winkel-Darstellung. Die Definition einer Desorientierung kann über die Angabe einer für die zwei Nachbarkörner gemeinsamen Drehachse $l(l_1, l_2, l_3)$ und des zu ihr zugehörigen Winkels ω erfolgen (Abb. 2-1-8). Die Umrechnungsrelationen sind in [92Ran] angegeben.

Auf dieser Darstellung der Desorientierung basiert auch der Rodrigues-Vektor [88Fra], [89Bec]. Er ist eine relativ neue und moderne Darstellungsweise von Orientierungen und Desorientierungen. Es scheint, dass der Rodrigues-Vektor einige Vorteile gegenüber der Euler-Winkel-Darstellung insbesondere bei der Erfassung von Desorientierungen hat [92Din], [92Ran], [00Raj].

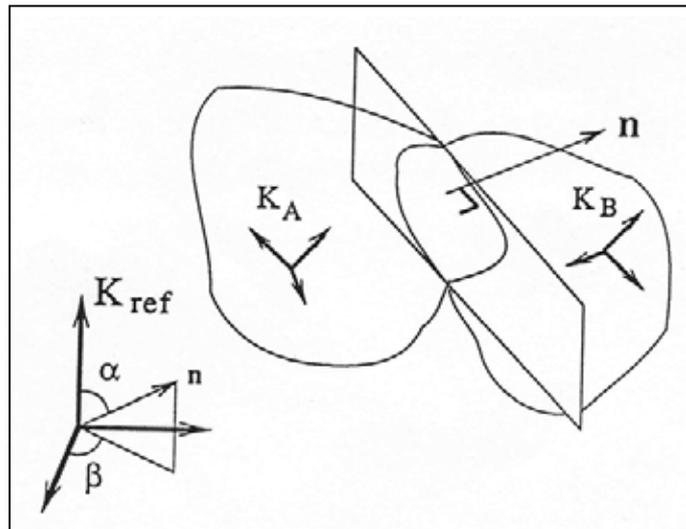


Abbildung 2-1-8: Definition der Desorientierung

Zur einer statistischen Erfassung des Desorientierungszustandes dient die Desorientierungsverteilungsfunktion (DVF, Misorientation Distribution Function, MDF im englischsprachigen Raum) [86Pos].

Im Bereich der Korngrenzenforschung hat sich das Modell der **Coincidence Site Lattice (CSL)** etabliert. Es handelt sich um ein einfaches Modell für die Korngrenzengeometrie in kubischen Vielkristallen. Es geht auf sehr frühe Arbeiten zurück [26Fri], [49Kro], [71Cha], [71War] hat jedoch in den letzten Jahren wieder erheblich an Popularität gewonnen, was auf die einfache Quantifizierung mittels EBSD zurückzuführen ist. Die Idee ist einfach: man stelle sich vor, dass die Kristallgitter benachbarter Körner sich gegenseitig durchdringen. Dabei kommt es zu Doppelbelegung bestimmter Gitterplätze (Abb. 2-1-9). Je höher die Dichte dieser zu beiden Körnern gehörenden Gitterplätze, desto besser sind die Körner miteinander verbunden, was sich wiederum auf die Korngrenzeigenschaften überträgt. Die reziproke Dichte der CSL-Punkte wird mit Σ bezeichnet. Die Achse/Winkel-Darstellung von Desorientierungen kann mit dem CSL-Modell folgendermaßen in Verbindung gebracht werden:

$$\Sigma = x^2 + Ny^2, \quad \tan\left(\frac{\omega}{2}\right) = yN^{1/2}x,$$

$$N = l_1^2 + l_2^2 + l_3^2, \quad x, y \geq 0 \text{ ganze Zahlen.}$$

CSL-Korngrenzen werden aufgrund von ihren speziellen Eigenschaften, die sich auf Mobilität, Diffusivität, Energie, Segregation und Resistivität erstrecken auch spezielle Korngrenzen genannt. Davon sind materalkundliche Prozesse betroffen, wie z.B. Korrosion,

Versprödung und Bruchverhalten, um nur einige zu nennen. Die gezielte Einstellung eines hohen Anteils an CSL-Korngrenzen ist auch ein wichtiger Zweig des sog. Korngrenzen Engineering (grain boundary engineering). In der Praxis sind nur solche mit niedrigem Σ interessant (bis 35). Diese sind in Tab. 2-1-2 zusammengefasst.

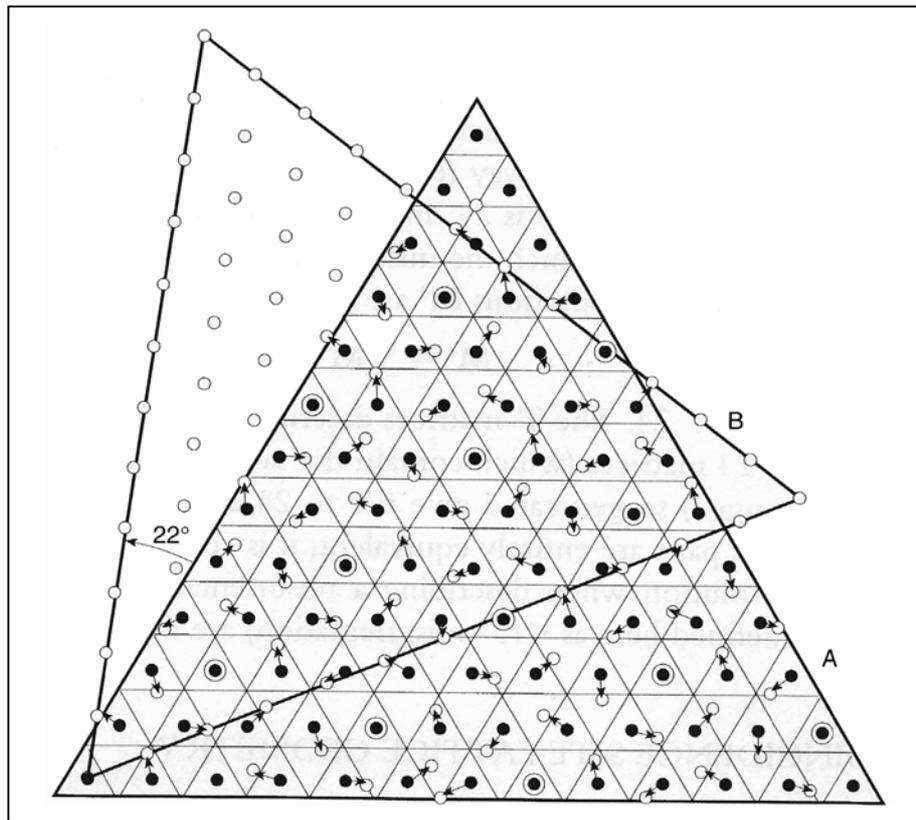


Abbildung 2-1-9: Schematische Darstellung des CSL-Modells – zwei 111 Ebenen mit B um 22° bzw. 38° in die andere Richtung um A gedreht; 1 von 7 Gitterplätzen fallen zusammen, dies entspricht $\Sigma 7$ [96aRan]

Σ	ω°	$l_1l_2l_3$	Σ	ω°	$l_1l_2l_3$
3	60	111	23	40,5	311
5	36,9	100	25a	16,3	100
7	38,2	111	25b	51,7	331
9	38,9	110	27a	31,6	110
11	50,5	110	27b	35,4	210
13a	22,6	100	29a	46,3	100
13b	27,8	111	29b	46,4	221
15	48,2	210	31a	17,9	111
17a	28,1	100	31b	52,2	211
17b	61,9	221	33a	20,1	110
19a	26,5	110	33b	33,6	311
19b	46,8	111	33c	59,0	110
21a	21,8	111	35a	34,0	211
21b	44,4	211	35b	43,2	331

Tabelle 2-1-2: Coincidence Site Lattice (CSL) Modell, Desorientierungswinkel und Achse zu Σ [88Zha], [96aRan]

Eine Verallgemeinerung des CSL-Modells stellt das O-Gitter Modell dar, das im Gegensatz zum diskreten CSL einen kontinuierlichen Ansatz hat.

Es gibt auch Arbeiten, die sich mit der Erweiterung des CSL-Modells auf nicht kubische Materialien beschäftigen [91Zhu], [93Che], [94Cha]. Dies ist wesentlich komplizierter und die Anwendbarkeit hängt stark vom Achsenverhältnis c/a ab. Interessant sind diese Bemühungen im Bereich der Supraleiter, der Keramiken und bei Phasengrenzen.

2.1.4 Grenzen für die Anwendung der EBSD Methode

Hier wird insbesondere auf die materialabhängigen Aspekte eingegangen, die Grenzfälle für die Anwendung der EBSD darstellen.

Kristalliner Aufbau

Die erste wichtige Voraussetzung ist der kristalline Aufbau des Probenmaterials. Ohne Periodizität in der Atomanordnung ist keine Beugung zu erwarten. Also ist die Untersuchung amorpher Werkstoffe, wie z.B. Gläser, mit dieser Methode ausgeschlossen. Bis jetzt sind auch keine Untersuchungen an Polymeren erfolgt. Die Methode kann also bei metallischen, keramischen und geologischen Materialien eingesetzt werden.

Korngröße

Ein weiterer limitierender Parameter ist die Korngröße. Materialien mit einer Korngrößenverteilung um die Auflösungsgrenze und darunter stellen Grenzfälle dar. Denn selbst wenn die Schrittweite beim Scannen mit dem Elektronenstrahl klein gehalten wird, ist das Wechselwirkungsvolumen in der Größenordnung der Kristallite. In den meisten Fällen werden zwei oder sogar mehrere Körner vom Elektronenstrahlfleck erfasst. Dadurch kommt es zu einer Überlagerung der dazugehörigen Pattern, was die Auswertung unmöglich macht. Gute Ergebnisse mit dem verfügbaren System werden bei Korngrößen ab 1 μm erzielt.

Die Korngrößenverteilung in der Probe bestimmt die Rasterschrittweite. Ein zu großer Schritt könnte Körner überspringen oder nur einen oder nur wenige Punkte pro Kristallit vermessen. Dies würde keine wahrheitsgetreue Gefügekarte ermöglichen. Da bei der automatischen Erstellung der Gefügekarte die Orientierung an jedem Rasterpunkt mit der an den benachbarten Rasterpunkten verglichen wird, müssen mindestens vier Punkte pro Korn

gemessen werden, damit eine verlässliche Aussage möglich ist. Ein zu feiner Schritt dagegen würde sehr viel Messzeit in Anspruch nehmen.

Es empfiehlt sich, die Korngrößenverteilung in der Probe in Erfahrung zu bringen, z.B. mittels Anätzen der Probe und Beobachtung im Lichtmikroskop oder REM. Anätzen ist jedoch nicht immer von Vorteil, da die Tiefenunterschiede meist erheblich sind und zu Absorptionseffekten und Abschattungen führen können. Falls nur wenig Probenmaterial zur Verfügung steht und daher keine getrennte Präparation für OIM und Lichtmikroskop bzw. REM erfolgen kann, kann man sich mit kleinen Übersichtsscans helfen: Es werden kleine Flächen (z.B. $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$) abgerastert mit anfangs grober Schrittweite (z.B. $10\mu\text{m}$). Sollte sich diese Schrittweite als geeignet erweisen, kann sie für die Messung beibehalten werden. Besteht die Möglichkeit, sie weiter zu vergrößern, sollte dies aus Zeitgründen auch getan werden. Ist sie jedoch zu groß, kann man sich an den richtigen Wert herantasten. Ebenfalls aus Zeitgründen ist es sinnvoll, neben der Schrittweite auch die Größe der abzurasternden Fläche zu verkleinern.

Als problematisch erweisen sich Proben mit bimodaler Korngrößenverteilung. Wird die Schrittweite passend zu der Fraktion der großen Körner gewählt, werden die kleinen „übersehen“. Die andere Möglichkeit, die Schrittweite entsprechend klein zu wählen, ist auch nicht besonders vorteilhaft. Es werden dabei unnötig viele Punkte in den großen Körnern gemessen; dies verlängert die Messzeiten extrem, und u.U. werden nur ganz wenige von ihnen erfasst. Eine Alternative wäre es, beide Fraktionen getrennt zu vermessen und dann die Ergebnisse zu kombinieren. Eine noch bessere Lösung bietet die adaptive OIM (s. 2.2.3). Das kann sich auch bei Untersuchungen von Korngrößeneffekten als vorteilhaft erweisen.

Gitterperfektion

Die Qualität (Schärfe) der Kikuchi-Pattern wird hauptsächlich von der Gitterperfektion bestimmt. Daher sind stark verformte Materialien eher schwierig zu untersuchen. Bei kubischen Werkstoffen ist jedoch durchaus eine Auswertung selbst diffuser Pattern möglich. Die Schärfe der Kikuchi-Pattern kann als Maß für die Gitterverzerrungen an der Materialoberfläche herangezogen werden.

Die Probe muss außerdem vakuumfest und elektrisch leitend sein (letzteres ist durch Aufbringen einer leitenden Schicht möglich, s. 5.5.3).

Die Channelling Effekte werden in einer sehr dünnen Oberflächenschicht erzeugt. Der orientierungsabhängige Teil des Signals wird von Elektronen erzeugt, die nur einen kurzen

Weg im Probeninneren zurückgelegt haben, bevor sie rückgestreut werden (s.o.). Dies bringt hohe Anforderungen an die Güte der Oberfläche mit sich und somit auch an die Probenpräparation. Neben der Gitterdeformation hat auch die Oberflächentopographie einen Einfluss auf die Patternqualität. Besonderheiten und sich daraus ergebende allgemeine Richtlinien für die Probenpräparation für die EBSD werden in **4.2** dargelegt.

2.2 Automatisches EBSD System

2.2.1 Hardware

Für die Aufnahme und Auswertung der Kikuchi-Pattern im REM ist eine spezielle Ausrüstung notwendig. Die Gesamtheit dieser zusätzlichen Einheiten ergibt das EBSD-System. Das in dieser Arbeit verwendete EBSD-System ist die Orientation Imaging Microscopy (OIMTM) der Firma TSL. Das System besteht aus vier wesentlichen Bestandteilen: REM Steuerung zum Positionieren des Elektronenstrahls, ein Phosphorschirm als EBSP-Detektor, Patternaufnahme- und Bildverarbeitungssystem und Computer zur Patternauswertung (s. Abb. 2-2-1).

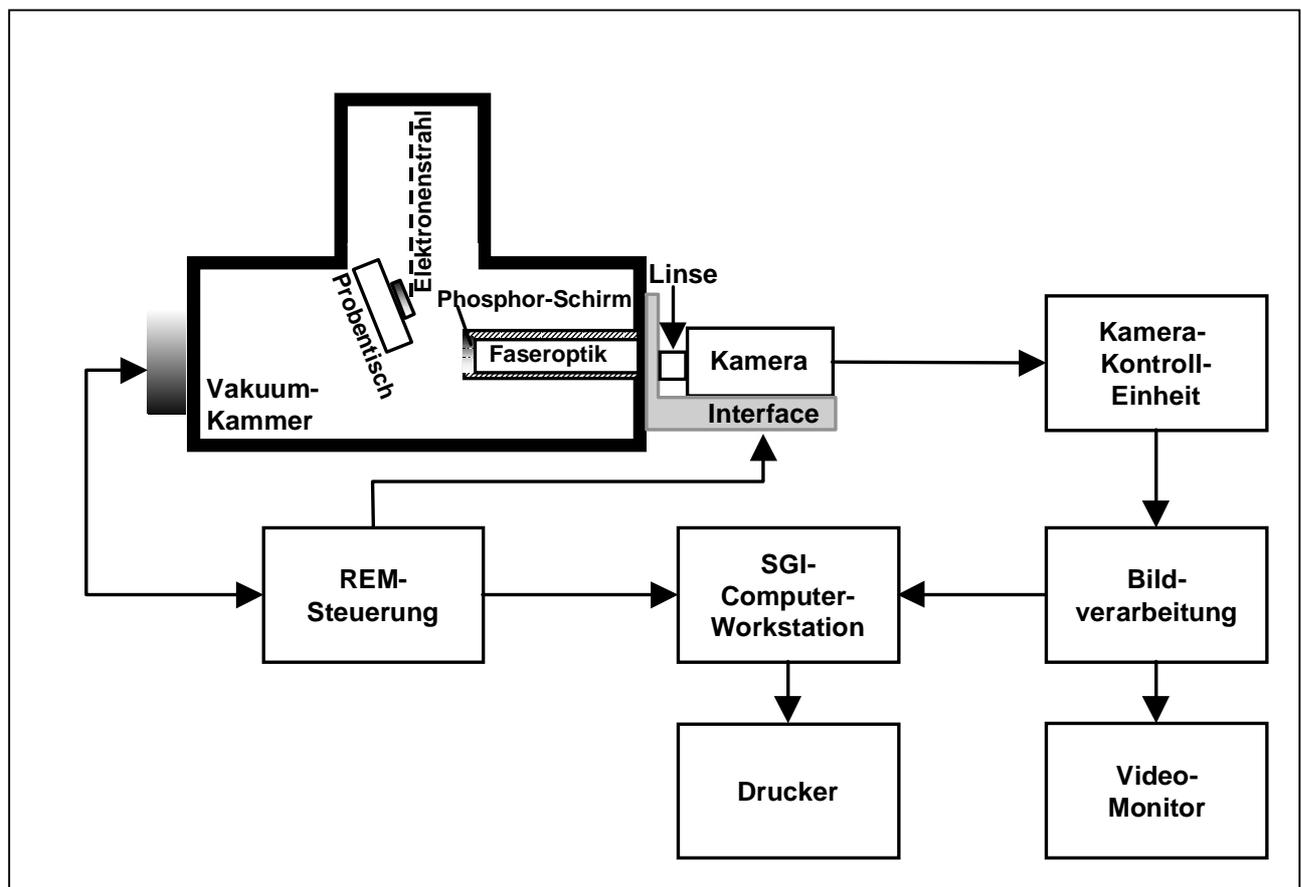


Abbildung 2-2-1: OIMTM-Systemaufbau

Rasterelektronenmikroskop

Das System ist am Rasterelektronenmikroskop mit einer Wolfram-Haarnadelkathode CamScan S4 der Firma Cambridge Scanning Company Ltd. angeschlossen. Im Gegensatz zum normalen Rasterbetrieb ist die Probe um 70° gegen die Horizontale geneigt. Dazu wird

ein spezieller Probenhalter benutzt, oder der Probentisch selber wird gekippt. Das ist erforderlich, damit die Anzahl der aufgefangenen RE und damit die Intensität der Kikuchi-Pattern maximal ist. Alle Winkel von 60° bis 80° sind akzeptabel. Allerdings ist der 70° -Winkel für die Kalibrierung des Systems mit Hilfe eines Silicium-Einkristalls von besonderem Vorteil.

Die direkte Verkippung des Probentisches bietet einige Vorteile. Z.B. kann der Kippwinkel variiert werden, und die Probenachsen können mit Hilfe der Raster-Rotation parallel zu den REM-Achsen eingestellt werden. Außerdem kann zuerst ein normales SE-Bild (Topographie-Kontrast) zur Auswahl der Probenstelle aufgenommen werden, ohne dass die Vakuumkammer geöffnet werden muss. Andererseits ist dies aber aus Platzgründen nicht immer möglich, d.h. eine günstige Position der Probe kann nicht immer erreicht werden. Daher wurde meist für die im Rahmen dieser Arbeit erfolgten Messungen der Probenhalter mit vorgegebener 70° -Kippung eingesetzt.

Eine weitere wichtige REM-Option ist die Möglichkeit der dynamischen Fokussierung, da aufgrund der schrägen Lage der Probe während der Messung eine Defokussierung zu beobachten ist.

REM-Steuerung

Bei der REM-Steuerung handelt es sich hauptsächlich um die Strahlsteuerung. Sie erlaubt das punktweise Abrastern des ausgewählten Probenbereichs mit einer bestimmten Schrittweite. Dafür werden über eine Schnittstelle dem REM spezifische Spannungen zugeführt, die für die Ablenkung des Elektronenstrahls verantwortlich sind. Die Höhe der angelegten Spannung ist abhängig vom REM und liegt zwischen -10 V bis $+10\text{ V}$.

Bei der an der Universität des Saarlandes vorhandenen Anordnung entspricht die Kipprichtung der x-Richtung im REM.

EBSP-Detektor

Als Detektor für die Kikuchi-Pattern wird ein Phosphorschirm eingesetzt. Normalerweise handelt es sich um optisches Glas oder eine Faseroptik, beschichtet mit einem Material, das beim Auftreffen eines Elektrons Licht emittiert. Diese Beschichtung muss außerdem elektrisch leitend sein, um Aufladungseffekte zu minimieren bzw. zu vermeiden. Meist handelt es sich um dotiertes Zinksulfid. Oft wird noch eine Aluminium-Schicht aufgebracht.

Sie schützt vor Aufladungen, verstärkt außerdem das Signal durch Reflexion und absorbiert Streulicht, das sich sonst störend auswirken wird.

Die Lage des Detektionsschirms ist ein sehr wichtiger Parameter. Normalerweise wird er parallel zum Elektronenstrahl vor der Probe eingebaut. Andere Positionen sind auch möglich [85Rei], [92Ran]. Der optimale Abstand des Schirms von der Probe liegt zwischen 15 und 40 mm. Die Höhe muss nach Möglichkeit so gewählt werden, dass das Patternzentrum auf etwa ein Drittel des Schirmdurchmessers (von oben gemessen) fällt. Bei dieser Einstellung ergibt sich die optimale Intensität der Pattern, und der erfasste Raumwinkel ist groß. Dies ist insbesondere dann wichtig, wenn Materialien mit geringem Rückstreuoeffizienten (d.h. niedrige effektive Ordnungszahl) und niedriger Symmetrie zu untersuchen sind, z.B. Keramiken.

Beim genutzten System ergeben sich die folgenden Werte:

Schirmdurchmesser:	50 mm
Lage:	parallel zum Elektronenstrahl
Arbeitsabstand im REM:	31 - 35 mm

Patternaufnahme- und Bildverarbeitungssystem

Dazu gehören eine Kamera, eine Linse, ein Bildverarbeitungssystem und ein Monitor zur Visualisierung der Kikuchi-Pattern.

Die erforderliche Kameraempfindlichkeit ist mindestens 10^{-3} Lux. Diesen Anforderungen genügen grundsätzlich Restlichtkameras, wie CCD- (Charge Couple Device) und SIT-Kameras (Silicon Intensified Target).

Im unseren Fall handelt es sich um eine CCD-Kamera C 5405 der Firma Hamamatsu Photonics Deutschland GmbH. Damit die Kamera auf den Phosphorschirm fokussiert werden kann, wird eine genügend schnelle Linse, d.h. eine Linse, die viel Licht durchlässt, benutzt. Hier ist es eine 50 mm/f 1,2-Linse. Eine Kontrolleinheit erlaubt Shading-Korrektur und hat einen Sicherheitsschalter zum Schutz der Kamera vor Überbelichtung (z.B. beim Öffnen der REM-Kammer).

Das Bildverarbeitungssystem, hier Argus 20 der Firma Hamamatsu, wird zur Verstärkung des Kontrastes und der Schärfe der aufgenommenen Pattern benötigt. Um die Bildqualität weiter zu verbessern, wird eine Untergrundkorrektur vorgenommen. Dazu wird ein Bild beim Durchgang des Elektronenstrahls über eine möglichst große Fläche aufgenommen, so dass viele Körner erfasst werden. Das ist der Untergrund, der vom Live-Signal subtrahiert oder dividiert wird. Außerdem erlaubt das Bildverarbeitungssystem eine Mittelung über eine

bestimmte Anzahl von Bildern, typischerweise 8 oder 16. Dadurch wird das Rauschen reduziert und somit das Verhältnis von Signal zu Rauschen verbessert.

Das Einschalten eines TV Monitors erlaubt die Verfolgung des Live-Bildes während einer Messung. Zwar kann dies auch direkt im Computer erfolgen, dadurch wird aber die Prozedur erheblich verlangsamt, und der Rechner würde zudem vollkommen blockiert für jegliche andere Anwendung.

Computer

Bei der OIM müssen enorm große Datensätze schnell verarbeitet werden, denn zu jedem Rasterpunkt werden mehrere Informationen gespeichert (Punktkoordinaten, Orientierung, Bildqualität, Zuverlässigkeitsindex für die Indizierung, Phase). Um OIM-Messungen als Routineverfahren einzusetzen, ist es wichtig, dass die Auswertung, sprich die Berechnung all dieser Parameter, sehr schnell erfolgt. Das System, das im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurde, als eines der ersten verfügbaren auf dem Markt, setzt eine Silicon Graphics Indy Workstation ein. Sie benötigt bei kubischen Materialien etwa 0,5 s zur Indizierung der Pattern. Heute sind PCs so leistungsfähig, dass sie sogar schneller und komfortabler sind. (Deshalb ist auch die Fa. TSL ganz auf PC umgestiegen. Bei anderen Anbietern ist PC sowieso die einzige Alternative gewesen.)

2.2.2 Software

Die wesentliche Aufgabe der Software, neben der Auswertung der gesammelten Orientierungsdaten, ist die automatische Erkennung der Kikuchi-Bänder, ihre eindeutige Indizierung und Orientierungsberechnung.

Detektion der Kikuchi-Bänder

Es liegt auf der Hand, dass mit steigender Bildqualität die maschinelle Detektion der Kikuchi-Linien einfacher und verlässlicher wird. Zu den Faktoren, die die Patternqualität beeinflussen zählen optimale Hardwareauslegung (Lage des Phosphorschirms, Kamera), Beschleunigungsspannung im REM und Strahlstrom, sowie materialabhängige Größen, auf die später noch näher eingegangen wird (s. 2.3).

Die Bestimmung der Orientierung aus den Kikuchi-Pattern beruht, geometrisch gesehen, auf der Berechnung der Winkel zwischen den Bändern in den Pattern. Die Winkel zwischen zwei Normalen zu kristallographischen Ebenen sind im Kristall- und im Patternkoordinatensystem gleich. Es werden die theoretischen Werte für die Winkel zwischen den Netzebenen berechnet und in Tabellen gespeichert. Aus den zu analysierenden Pattern werden drei Kikuchi-Bänder benötigt (nach Möglichkeit nicht nur solche, die zu einer Zonenachse gehören). Es werden die Winkel berechnet, mit den theoretischen Werten verglichen und daraus wird die Orientierung bestimmt. Da leichte Abweichungen erlaubt sind, können mehrere passende Lösungen gefunden werden. Die Bandbreite, die zweimal dem Bragg-Winkel entspricht, kann auch berücksichtigt werden. Dies ist jedoch mit hoher Unsicherheit verbunden, da die Bandränder relativ unscharf sind. Außerdem ändert sich die Bandbreite je nach Position des Bandes relativ zum Pattern-Zentrum, da es sich hier um die gnomonische Projektion handelt. Es wird nur das Verhältnis zweier Bandbreiten mit dem theoretischen Wert verglichen. Es ist noch zu beachten, dass die Bandbreite über den Einfluss des Bragg-Winkels von der Beschleunigungsspannung und von der Detektorposition abhängt. Die Kikuchi-Bänder sind breiter bei niedrigeren Beschleunigungsspannungen und bei größerer Entfernung des Detektors von der Probe.

Die Hauptschwierigkeit bei der automatischen Indizierung von Kikuchi-Pattern ist also die Erkennung der Kikuchi-Bänder. Dafür hat sich die Hough-Transformation durchgesetzt.

Hough-Algorithmus

Der Hough-Algorithmus zur Banddetektion beruht auf der Hough-Transformation (HT) [62Hou]. Die Hough-Transformation ist ein Sonderfall der Radon-Transformation [17Rad], nämlich die diskrete Version. Der Grundgedanke bei der HT ist die sog. normale Parametrisierung von Geraden (auch von Kreisen, Parabeln und Ellipsen bei der verallgemeinerten HT [81Bal]). Eine Gerade wird durch ihren Abstand zum Nullpunkt des Koordinatensystems ρ und den Winkel zwischen dem Lot vom Zentrum des Koordinatensystems und der x-Achse θ definiert (Abb. 2-2-2).

Die Hough-Parameter (ρ_i, θ_i) einer Geraden sind durch die folgende Relation mit den Koordinaten (x_k, y_k) eines Pixels auf dieser Geraden verbunden:

$$\rho_i = x_k \cos\theta_i + y_k \sin\theta_i .$$

Jeder Punkt wird in eine Sinusoide im Hough-Raum abgebildet (entspricht der möglichen Geraden durch diesen Punkt). Punkte, die auf einer Linie liegen, finden sich im Hough-Raum als Schnittpunkt der entsprechenden Sinusoiden wieder.

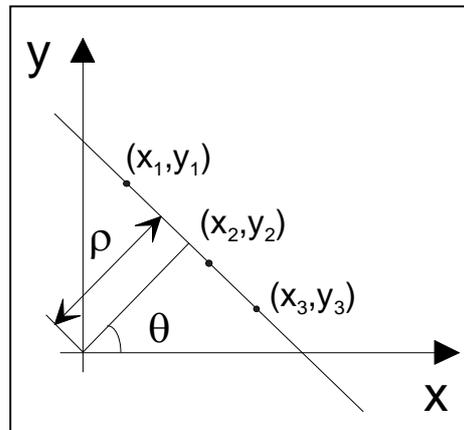


Abbildung 2-2-2: Hough-Parameter

Bevor jedoch die Bildpixel transformiert werden, wird das Bild reduziert und gemittelt, indem jeweils vier benachbarte Punkte durch einen Punkt mittlerer Intensität (Grauwert) ersetzt werden. Diese Operation reduziert das Rauschen und die Berechnungszeit.

Jede Linie hoher Intensität im Bild stellt einen Peak im Hough-Raum dar. Das Intensitätsprofil eines Kikuchi-Bandes weist ein Plateau hoher Intensität zwischen den Linien auf und eine geringe Intensität an den Rändern. Daraus ergeben sich im Hough-Raum Peaks mit typischer Schmetterling-Form (Abb. 2-2-3). Als geeignet erweist sich daher eine Schmetterling-Maske. Dadurch sind die Koordinaten der Linie (ρ_i, θ_i) leichter zu bestimmen. Bei der Wahl dieser Maske sollte die Bandbreite berücksichtigt werden. Je größer die Maske ist, desto langsamer ist die Auswertung. Die Aufgabe reduziert sich also auf die Bestimmung der höchsten Peaks im Hough-Raum. Die Bildqualität ist hier als die mittlere Höhe dieser Peaks definiert [96TSL]. In der Software wird dies Image Quality (IQ), hier meist Patternqualitätsindex (PQI) genannt (s. auch 4.2).

Aus den detektierten Bändern werden weiterhin alle möglichen Tripel gebildet, und es wird wie oben beschrieben verfahren. Die am häufigsten auftretende Orientierung wird als die zum Pattern zugehörige Orientierung übernommen.

Der Hough-Algorithmus ist sehr robust. Als Nachteil erweist sich die Tatsache, dass er rechnerisch kompliziert ist und entsprechend viel Speicherplatz benötigt. Um die Rechenzeit zu verkürzen wird deshalb das Bild erst komprimiert, d.h. Pixel-Blöcke (z.B. 5x5) werden

durch ein Pixel mittlerer Intensität ersetzt. Dadurch wird zusätzlich noch das Rauschen vermindert.

Eine weitere Schwäche ist die Tatsache, dass aufgrund der typischen Peakform die Genauigkeit bei der Bestimmung der Bandbreite nicht sehr hoch ist. Der Peak im Hough Raum entspricht dem Kikuchi-Band, der sich mit höherer Intensität gegenüber dem Untergrund abzeichnet. Er ist aber von zwei dunklen Linien abgegrenzt. Eine zusätzliche Detektion dieser Linien wird hier Abhilfe schaffen und die Genauigkeit nicht nur bei der Bandbreitenbestimmung, sondern bei der Orientierungsbestimmung allgemein erhöhen [96Kri], [98Kri].

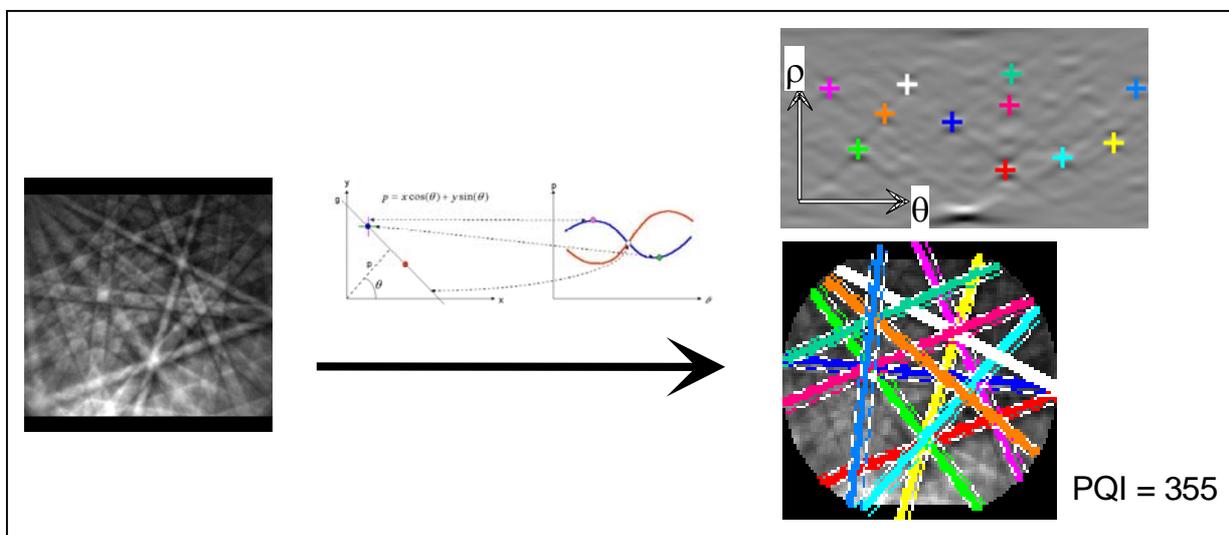


Abbildung 2-2-3: Detektion der Kikuchi-Bänder mit Hilfe der Hough-Transformation (Ausgangs-EBSP, EBSP im Hough-Raum, komprimiertes EBSP mit detektierten Bändern)

Wie schon erwähnt, sind zu einem Band-Tripel mehrere Lösungen möglich. Um die Sicherheit abschätzen zu können, mit der die Pattern indiziert wurden, ist bei der OIM-Software ein Vertraulichkeitsindex (confidence index: CI) eingeführt. Jeder möglichen Indizierung wird, je nach dem, wie gut sie der detektierten Geometrie entspricht, eine Wertung zugeteilt. Das Verhältnis aus der Differenz der zwei besten Ergebnisse und der Höhe der Wertung insgesamt stellt den CI dar. Er nimmt Werte zwischen 0 und 1 an. Der Wert -1 ist für den Fall vorbehalten, dass eine Indizierung unmöglich ist. Empfehlenswert sind CIs ab 0,1. Dies bedeutet jedoch nicht, dass Indizierungen mit kleineren CIs falsch sein müssen. Daher ist diese Definition ein wenig irreführend. Ein CI-Wert von Null bedeutet nur, dass zwei Lösungen gleich hohe Wertung bekommen haben. Die gewählte Indizierung kann durchaus richtig sein. Die Sicherheit beträgt jedoch nur 50 %. Trotzdem ist die Notation des

CI in den meisten Fällen sehr nützlich. An den Korngrenzen sind die CIs aufgrund von Patternüberlagerungen meistens niedrig.

Es muss noch mal erwähnt werden, dass die Bestimmung der exakten Position des Pattern-Zentrums von entscheidender Bedeutung für den Indizierungserfolg ist. Dies hängt damit zusammen, dass die aufgenommenen EBSPs eine gnomonische Projektion darstellen und somit verzerrt sind, je weiter man sich dem Rand nähert. Ungenaue Koordinaten des Pattern-Zentrums würden unweigerlich zu falschen Winkelberechnungen führen, die eine korrekte Indizierung nach Vergleich mit theoretischen Werten enorm erschweren u.U. sogar unmöglich machen kann. Gut bewährt haben sich bisher zwei Kalibrierungsmethoden. Bei der ersten und meist verbreiteten wird ein 001-orientierter Silicium-Einkristall benutzt. Bei der für EBSD typischen Kippung der Probe von $70,53^\circ$ fällt die 114-Zonenachse des Silicium-Patterns mit dem Pattern-Zentrum zusammen. Die zweite Methode benutzt zwei verschiedene Kamerapositionen. Je drei Zonenachsen werden für jede Kameraposition detektiert. Der einzige Punkt im Pattern, der seine Lage nicht verändert ist das Pattern-Zentrum. Verbindet man die gleichen Zonenachsen miteinander, wird der Schnittpunkt der drei Geraden das Pattern-Zentrum ergeben.

Damit die theoretischen Winkel zwischen den Netzebenen berechnet werden können, müssen die kristallographischen Daten des Materials vorgegeben werden. Das beinhaltet die Gittersymmetrie, die Gitterparameter (Gitterkonstanten und Winkel) und die stärksten Reflexe in der richtigen Reihenfolge. Es ist offensichtlich, dass dies ebenfalls entscheidend die korrekte Indizierung beeinflusst. Im folgenden wird kurz auf mögliche Schwierigkeiten dabei eingegangen.

Chemische Zusammensetzung

Die Gitterkonstanten reiner Metalle sind meist bekannt. Bei Legierungen jedoch stößt man diesbezüglich auf Schwierigkeiten. Deren Gitterparameter sind in der Regel nicht in Nachschlagewerken zu finden. Ein ähnliches Problem besteht bei manchen Keramiken, z.B. bei den Beta-Aluminaten. Dabei handelt es sich um Verbindungen, die aus Alkalioxid(en) und Aluminiumoxid bestehen. Die genaue Stöchiometrie ist meist nicht bekannt. Normalerweise liegt eine Mischung aus den zwei Phasen β und β'' vor, die unterschiedliche Symmetrien und Gitterkonstanten haben [72Kum].

In diesem Falle sollten Ergebnisse anderer Untersuchungen (z.B. Röntgenbeugungsverfahren) herangezogen werden, falls solche vorhanden sind. Eine Alternative ist, die Kikuchi-Pattern aufzunehmen, diese manuell zu indizieren und daraus die Gitterkonstanten zu bestimmen [74Joy], [86Din], [89Bab], [95Din], [98Bab], [00Mic], [00aMic]. Eine schnellere und weniger aufwendige Möglichkeit, dieses Problem zu lösen, ist das iterative Nähern an die richtigen Werte, wobei als erste Näherung die Gitterkonstante des Hauptbestandteils angenommen wird.

Kristallsymmetrie

Die Zuordnung von Kikuchi-Pattern wird schwerer mit abnehmender Kristallsymmetrie. Bei kubischen Materialien ist dies noch relativ einfach, da es aufgrund der hohen Symmetrie nur einige oft vorkommende Zonenachsentypen gibt. Je niedriger die Kristallsymmetrie ist, desto mehr verschiedene Zonenachsen existieren. Es werden auch mehr theoretische Werte berechnet und gespeichert. Insgesamt ist die Prozedur langsamer.

Ein anderer Aspekt ist der, dass es bei nichtkubischen Materialien nicht ausreicht, ein nur kleines Patternsegment zu berücksichtigen, da dieses sich nicht wiederholt. Es ist also wichtig und vorteilhaft, einen größeren Raumwinkel zu erfassen. Dies hängt mit der Position des Phosphorschirms zusammen (s.o. für die optimale Lage).

Reflexe

Ein weiterer wichtiger Aspekt ist die Berücksichtigung der „richtigen“ Reflexe. Grundsätzlich sollten die stärksten, d.h. die mit höchster Intensität, berücksichtigt werden. Das spart viel Speicherplatz und Berechnungszeit und garantiert eine richtige Indizierung der Pattern. Die Bandintensität kann durch die Berechnung von Struktur Faktoren (s. **2.1.2**) abgeschätzt werden. Es ist außerdem wichtig, dass die richtige Reihenfolge der zu berücksichtigenden Reflexe, sprich Kikuchi-Bänder, vorgegeben wird. Als erste Näherung können die aus der Röntgenbeugung bekannten Intensitäten herangezogen werden. Jedoch ist es nicht ungewöhnlich, dass es Differenzen gibt, z.B. dass als stark erwartete Bänder ganz fehlen oder die relative Intensität nicht der aus Struktur Faktoren berechneten bzw. mit Hilfe der Röntgenbeugung gemessenen entspricht. Das hängt damit zusammen, dass die Berechnung von Struktur Faktoren auf der kinematischen Beugungstheorie basiert. Hier wird davon ausgegangen, dass jede Welle nur einmal gebeugt wird. Bei der Elektronenbeugung ist diese Annahme nur für extrem dünne Folien richtig. Die dynamische Beugungstheorie muss herangezogen werden. Es findet mehrfache Streuung statt, wobei ein Teil der gebeugten

Elektronen in Richtung des Primärstrahls geht. Selbst mit Berücksichtigung der dynamischen Beugungstheorie kann es dazu kommen, dass manche Reflexe in den Pattern nicht vorhanden sind, obwohl die berechnete Intensität hoch ist. Dieses Phänomen ist als anomale Auslöschung bekannt [96Din].

In solchen Fällen empfiehlt sich folgendes Vorgehen: Als Ausgangswerte können die Reflexe aus der Röntgenbeugung angenommen werden. Bei gravierenden Differenzen kann man die Strukturfaktoren berechnen bzw. die richtige Reihenfolge durch Ausprobieren einstellen.

Ein konkretes Beispiel, das diese Problematik spiegelt, ist in Tab. 2-2-1 gegeben.

Röntgendaten		kinematisch berechnet		direkt beobachtet	
$10\bar{1}0$	$21\bar{3}2$	$10\bar{1}0$	0003	$10\bar{1}0$	$21\bar{3}1$
$10\bar{1}1$	$20\bar{2}3$	$10\bar{1}1$	$10\bar{1}3$	$10\bar{1}1$	$02\bar{2}3$
$11\bar{2}0$	$30\bar{3}1$	$01\bar{1}1$	$02\bar{2}3$	$01\bar{1}1$	$30\bar{3}1$
$10\bar{1}2$	$\bar{1}10\bar{1}$	$11\bar{2}0$	$03\bar{3}1$	$11\bar{2}0$	$03\bar{3}2$
$11\bar{2}2$	$\bar{2}7\bar{5}0$	$10\bar{1}2$	$13\bar{4}0$	$10\bar{1}2$	$12\bar{3}3$
$21\bar{3}1$		$01\bar{1}2$		$10\bar{2}2$	

Tabelle 2-2-1: Reflexe für Quarz (hex., ICDD 1999) [00Wri]

2.2.3 Verbesserungspotential

Im folgenden sind einige Möglichkeiten zusammengestellt, wie sich nach heutigem Stand der Technik die Leistungsfähigkeit des vorhandenen EBSD-Systems erhöhen ließe.

Zunächst einmal wäre es von Vorteil, wenn man es an einem Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop anschließen würde. Der entscheidende Vorteil gegenüber einem mit Wolfram-Kathode ist die bessere laterale Auflösung (22 nm gegenüber 50 nm [00Din]). Ein weiterer Vorteil ist die Möglichkeit bei niedrigen Beschleunigungsspannungen zu arbeiten, was sich positiv auf nicht leitende und leicht kontaminierende Materialien, aber auch wieder auf die Auflösung durch Verkleinern des Diffraktionsvolumens auswirkt. Problematisch bei der kalten Feldemission könnte allerdings die Langzeitstabilität des Elektronenstrahls sein [98Bis]. Vorteilhafter wäre möglicherweise die sog. thermische Feldemissions-Kathode.

Eine hohe Lichtempfindlichkeit der Kamera erlaubt die Senkung der Beschleunigungsspannung und/oder des Strahlstromes. D.h. es kann auch weniger Intensität

detektiert werden. Andernfalls sind hohe Beschleunigungsspannungen und/oder Ströme notwendig, was eine schlechtere laterale Auflösung und mögliche Aufladungen zur Folge hat. Allerdings sollte erwähnt werden, dass die hohe Lichtempfindlichkeit allein noch keine Lösung ist, da dadurch auch das Rauschen verstärkt detektiert wird. Eine Peltier-Kühlung des Chips erweist sich als vorteilhaft. Die derzeit beste Patternqualität liefernde Kameras sind die sog. *slow scan* CCD Kameras. Sie empfehlen sich besonders, wenn Phasenidentifikation die Hauptanwendung des EBSD-Systems ist, da dort möglichst scharfe Pattern gebraucht werden, um bessere Genauigkeit bei der Gitterparameterbestimmung zu erreichen. Für Orientierungsscans wären sie allerdings zu langsam. Bei einer „normalen“ CCD-Kamera kann die Patternqualität insbesondere bei niedriger Intensität durch Bildintegration verbessert werden.

Wenn größere Probenbereiche abgerastert werden sollen, ist es sinnvoll, einen vom EBSD-System gesteuerten Probentisch mitzuintegrieren. Bei großen Strahlauslenkungen, sprich bei geringen Vergrößerungen, wird die Fokussierung problematisch. Außerdem verändert sich auch der Untergrund und darunter leidet die Patternqualität. Eine Kombination aus Probentischbewegungen und „normaler“ Strahlpositionierung würde solche Schwierigkeiten umgehen.

Sehr hilfreich ist auch der sog. Forward (auch Front) Scatter Detector (FSD). Das ist im Grunde ein Rückstreuelektronen-Detektor, nur in einer - unter Berücksichtigung der Probenkipfung und der Orientierungsanisotropie der Rückstreuung der Elektronen [85Rei] - günstigeren Position, meist vorm Phosphorschirm. Er macht sich genau wie die EBSD den Channelling Effekt zu nutze und somit erscheinen Körner unterschiedlicher Orientierung in unterschiedlichen Graustufen [94Schm], [00Cam], [00Rol]. Dies ist u.a. deshalb so hilfreich, weil durch die Kippung kaum ein gutes Topographiebild erzeugt werden kann und außerdem ist bei Proben für EBSD das Gefüge meist nicht entwickelt. Falls nur Orientierungsdaten benötigt werden, kann dieses Bild als Vorlage dienen, um eben nur einen Messpunkt pro Korn zu setzen. Im allgemeinen Fall ist es natürlich auch von Vorteil, da dadurch die Wahl der Schrittweite erleichtert wird.

Bzgl. der Software würde das sog. adaptierte oder auch smarte Scannen eine große Zeitersparnis mit sich bringen [99Yan]. Man beginnt mit einer groben Schrittweite und nach Abfrage der Desorientierung benachbarter Messpunkte wird im Falle eines Unterschieds diese Schrittweite halbiert, d.h. es wird ein Punkt dazwischen gemessen. Dies geschieht solange bis der Desorientierungsunterschied einen vorgegebenen Wert erreicht. Je nach Probenbereich

und gewünschter Auflösung kann mit einer Zeitersparnis von 5 bis 50 % gerechnet werden. Diese Routine erlaubt eine schnelle Erfassung einer statistisch relevanten Anzahl von Korngrenzen. Außerdem schafft sie Abhilfe bei der Optimierung der Schrittweite für eine herkömmliche Abrasterung der Probe (wenn z.B. Interesse an Orientierungsgradienten innerhalb der Körner besteht), die sonst einige Scans vorab bräuchte. Dadurch wird die totale Messzeit erheblich erhöht, und es kann zur Kontamination des ausgewählten Probenbereichs kommen, was keine optimale Patternqualität zur Folge hat. Dennoch soll damit auch vorsichtig umgegangen werden. Die Methode eignet sich für Materialien mit Gleichgewichts-Korngrenzen, d.h. keinen so schnellen Änderungen in der Krümmung. Sonst werden diese zerhackt. Auch schmale Zwillinge sind gefährdet, sie können sogar übersehen werden [00aWri]. Trotz allem kann dieses Verfahren auch in einem anderen Fall die Lösung sein, z.B. bei Materialien mit bimodaler Korngrößenverteilung, wo sich ganz kleine Körner zwischen sehr großen befinden. Eine der großen Fraktion entsprechende Schrittweite wird die kleinen Körner überspringen und eine entsprechend kleine Schrittweite würde aus praktischen Zeitgründen nur einen sehr kleinen Probenbereich erfassen (s. auch 2.1.4). Diese Option für adaptiertes oder smart Scan ist in der neueren Softwareversion implementiert [00aWri].

Die Möglichkeit einer Orientierungsmap-Montage könnte von der Softwareseite aus Abhilfe schaffen, wenn größere Probenbereiche abgerastert werden müssen und kein EBSD-gesteuerter Probentisch zur Verfügung steht.

Eine weitere sinnvolle Software-Ergänzung wäre der Zugang zu röntgenographischen kristallographischen Daten, wie z.B. in einer Datenbank wie ICDD (International Centre for Diffraction Data). Dies ist in für Phasenidentifikation optimierten Systemen bereits implementiert, ebenso das Zusammenspiel mit der Elementanalyse (EDX) im REM.

Sonst ist die Analyse-Software, die die Rohdaten auswertet, unglaublich vielseitig. Die meisten Benutzer werden nur einen kleinen Teil davon gebrauchen. Dennoch entstehen immer neue Wünsche, bestimmte Gefügeaspekte direkt aus den Daten automatisch zu filtern und nicht erst nach Export und anderweitiger Bearbeitung. Als Beispiel seien hier nur der Rekristallisationsanteil oder auch die Kornformfaktorverteilung genannt.

2.2.4 Genauigkeit, Reproduzierbarkeit, statistische Relevanz

Viele Studien haben sich mit der lateralen und der Winkelauflösung, sowie mit der statistischen Relevanz der orientierungsabbildenden Mikroskopie, insbes. im Vergleich zum Standardverfahren der Röntgenbeugung beschäftigt.

Zur lateralen Auflösung gibt es verschiedene Angaben. Fakt ist, dass sie aus geometrischen Gründen anisotrop ist – etwa dreimal schlechter in der Kipprichtung ($\cos 70^\circ = 0,342$) als senkrecht dazu. Welche Absolutwerte man erreicht, hängt stark vom REM, d.h. vom Primärstrahlquerschnitt, aber auch von der EBSD-Hardware (P-Schirm und Kameraempfindlichkeit) und von der Software ab, d.h. inwieweit sie in der Lage ist, sich überlagernde Pattern zu entflechten. Es wurde schon erwähnt, dass diesbezüglich ein FE-REM vorteilhafter ist. Die laterale Auflösung wird viermal besser eingeschätzt als mit einer Wolfram-Haarnadelkathode [99Hum]. Je nach Material bewegen sich die Einschätzungen für Standardorientierungsmessungen um 50-80 nm für FE-REM und 200-500 nm für W-Kathode [97Cos]. Die optimistischsten Aussagen liegen bei 22 nm bzw. 50 nm für W-Kathode [00Din].

Über die Informationstiefe der Methode findet man weitaus weniger. Durch das Aufbringen von Schichten unterschiedlicher Dicke kann eine Aussage darüber gemacht werden. Dabei wird registriert wie lange das Substrat-Signal noch detektierbar ist [97Isa]. Diese Aussage jedoch ist noch spezieller als andere, da sie spezifisch für die Substrat-Beschichtungsmaterial-Kombination (MgO-Nb) ist. Monte Carlo Simulationen für einige Metalle haben gute Übereinstimmung der lateralen Auflösung gezeigt [98Ren]. Deshalb können auch die berechneten Informationstiefen als realistisch angesehen werden. Anhand der wenigen Ergebnisse wäre es riskant, eine konkrete Aussage treffen zu wollen. Dennoch stellte sich heraus, dass sie etwa ein Viertel der Austrittstiefe der Rückstreuelektronen (berechnet nach [93Joy] *) beträgt.

Die Winkelauflösung der EBSD oder, anders ausgedrückt, die Genauigkeit, mit der Orientierungen bestimmt werden können, hängt von vielen Faktoren ab [92Ran], [99Mor]. Die REM-Bedingungen haben hier jedoch keinen Einfluss [99Hum].

Die Orientierungsbestimmung mit Hilfe der OIM erfolgt nicht direkt. Sie wird erst berechnet. Verschiedene Gegebenheiten im Systemaufbau, der Berechnungsroutine und Probeneinbau verursachen Fehler bei der Bestimmung der Orientierung.

Die Fehler ergeben sich hauptsächlich durch:

- die Kalibrierung: Bei der Kalibrierung werden das Patternzentrum (Lot vom Auftreffpunkt des Primärstrahls zum Phosphorschirm) und der Abstand der Probe zum Detektor

* $R_{RE} [\mu m] = 0,0083AU^{1,67} / (Z^{0,889} \rho)$, A: Atomgewicht in g/Mol, U: Beschleunigungsspannung in kV, Z: Ordnungszahl und ρ : Dichte in g/cm^3

bestimmt. Die Fehler ergeben sich grundsätzlich durch Abweichungen der Position und der Dicke der Justierprobe (meist Si-Einkristall) von den idealen Werten. Der absolute Fehler bei der Kalibrierung mit einem Silicium-Einkristall wird auf $1\text{-}2^\circ$ geschätzt [97Wil]. Somit ist das bestimmend für die Winkelauflösung der Methode. Andere Kalibrierungstechniken können den absoluten Fehler weiter auf $0,5^\circ$ und den relativen auf $0,2^\circ$ reduzieren [93Day].

- die TV-Kamera: Das Hauptproblem ist hier die Nicht-Linearität des Bildes (in der Größenordnung von 5 %). Insbesondere die Ecken des Bildschirms sind deswegen verzerrt. Da der Phosphorschirm kreisförmig ist, sind aber die kritischsten Stellen, nämlich die Ecken, nicht innerhalb des betrachteten Bildausschnittes.
- die gnomonische Projektion: Eine weitere Verzerrung hängt damit zusammen, dass es sich hier um die gnomonische Projektion handelt. Das Bild ist mit wachsendem Abstand zur Mitte zunehmend verzerrt. Dies kann zu einer falschen Winkelberechnung führen.
- die Detektion der Kikuchi-Bänder: Hier sind die Unsicherheiten in der maschinellen Erkennung der Linien gemeint; sie hängen eng mit der Patternqualität zusammen. Außerdem ist die Auflösung des Hough-Algorithmus zu berücksichtigen.
- die Indizierung: Dieser Fehler resultiert daraus, dass beim Vergleich der geometrischen Gegebenheiten in den Pattern mit den theoretisch berechneten innerhalb eines Toleranzintervalls mehrere Lösungen möglich sind.
- die Probenlage: Die relative Lage der Probe zum Detektor und den REM-Achsen ist ein sehr wichtiger Parameter. Da die Dicke der Probe meist nicht vernachlässigbar ist und sich stark von der der Justierprobe unterscheidet, ist bei jeder neuen Probe eine Feinjustierung zu empfehlen. Sind die Probenachsen nicht parallel zu den Achsen des Referenzkoordinatensystems (die x- und y-Richtung im REM und die Normale dazu), ist die Aussage über die Orientierungsverteilung verfälscht. Dies kann z.B. beim schiefen Anschliff der Fall sein. Außerdem ist eine Einstellung parallel zu den REM-Achsen beim Benutzen des Probenhalters mit der vorgegebenen 70° -Kippung sehr schwierig.

Zusammenfassend lässt sich der absolute Fehler auf $1\text{-}2^\circ$ abschätzen. Bei großer Sorgfalt hinsichtlich der Hardware und Probeneinbau [94Bow] kann sicherlich von $0,5^\circ$ ausgegangen werden [99Hum], [97Wil], [99Hut], die Genauigkeit des Hough-Algorithmus wird jedoch auf etwa 1° geschätzt [00Wri]. Eine weitere Verbesserung auf etwa $0,55^\circ$ kann durch die modifizierte HT [98Kri] erwartet werden. Relative Betrachtungen, d.h. wenn die

Probenachsen unwichtig sind (z.B. Desorientierungen), lassen eine Genauigkeit von $0,5^\circ$ und besser zu [96aKri].

Über die Reproduzierbarkeit sind keine Studien bekannt. Sie wird im wesentlichen vom Hough-Algorithmus bestimmt, der als sehr robust gilt. Wiederholte Messungen (gleiche Probenstelle) sind aufgrund von Kontamination problematisch.

Im Zusammenhang mit der statistischen Relevanz haben sich einige Autoren damit beschäftigt, Polfiguren bzw. Orientierungsverteilungsfunktionen von EBSD und röntgenographischen Texturmessungen zu vergleichen [90Wri], [93Bau], [94Eng], [Wri], [96Jur], [99Eng], [99Hut], [99Meh], [99Mat].

In bezug auf die Auflösung ist die EBSD-Methode vorteilhaft. Die laterale Auflösung der röntgenographischen Texturbestimmung liegt bei $0,5\text{ mm}$, und die instrumentelle Verbreiterung wird auf 3° geschätzt, während sie bei EBSD $< 0,5^\circ$ ist [96Bun], [99Hut].

Ein weiterer Vorteil der EBSD ist die morphologische Zuordnung der Orientierung. Texturinhomogenitäten, Orientierungscluster u.ä. können direkt beobachtet werden. Die röntgenographische Texturanalyse als Integralmethode bietet das nicht. Die geringe Informationstiefe kann genutzt werden, um Texturgradienten besser zu quantifizieren, z.B. durch Serienschnitte. Es ist bekannt, dass beim Walzen die Oberfläche schärfere Textur aufweist als das Blechinnere. Mit EBSD kann eine genauere Trennung beider Bereiche erfolgen [99Mis].

Die meisten Autoren sind sich einig, dass die Anzahl der Einzelorientierungen, die zu korrekter OVF-Berechnung benötigt werden, von der Schärfe der Textur abhängen. Um eine regellose Orientierungsverteilung als solche zu belegen werden an die 3000 Körner gebraucht. Bei scharfen Texturen reichen bereits etwa 400 [99Mat]. Die Haupttexturkomponenten können schon mit 100 Körnern erkannt werden. Für eine verlässliche Aussage über die Schärfe der Textur werden jedoch ca. 1000 Körner benötigt [93Bau], [Wri], [96Jur], [99Eng].

Bei EBSD widersprechen sich ein wenig die Anforderungen bzgl. der statistisch abgesicherten Orientierungsdaten und der Erstellung einer guten Gefügekarte. Das bezieht sich auf die zu wählende Schrittweite bei der automatischen Abrasterung. Während für OVF ein Messpunkt pro Korn genügt, sogar mehrere unerwünscht sind, werden für eine Gefügekarte möglichst viele Messpunkte pro Korn gebraucht, um dessen Morphologie wirklichkeitsnah wiederzugeben. Untersuchungen an Ni_3Al mit einer mittleren Korngröße von $40\text{ }\mu\text{m}$ mit zwei verschiedenen Schrittweiten von $80\text{ }\mu\text{m}$ und $4\text{ }\mu\text{m}$ haben ergeben, dass

sich die letzte Datensammlung als bedeutungslos für Texturauswertung im Sinne von OVF herausgestellt hat [99Eng], während die andere Messung gute Übereinstimmung mit röntgenographisch gemessenen Polfiguren zeigte.

Als Faustregeln für Texturbestimmung mit EBSD lassen sich herausfiltern:

- die vermessene Probenstelle sollte repräsentativ für die Probe sein;
- es sollten etwa 1000 Körner gemessen werden;
- die Schrittweite sollte größer sein als die Korngröße, um sicherzustellen, dass in jedem Korn nicht mehr als einmal gemessen wird;
- die optimale Gauss-Breite für die OVF-Berechnung beträgt $2-3^\circ$ (etwa 4° entspricht der röntgenographischen Texturanalyse) [99Hut].

3 Präzisierte Aufgabenstellung

In methodischer Hinsicht soll versucht werden, mit Hilfe der ISOPLOT-Shainin-Methode die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Orientierungsbestimmung mit der vorhandenen Hardware zu bestimmen. Dabei sollen über die Materialvielfalt andere Einflussparameter mitberücksichtigt werden.

Die statistische Relevanz soll anhand von Vergleichen mit röntgenographisch ermittelten Orientierungs- und Desorientierungsverteilungen beurteilt werden. Als Haupteinflussgrößen werden hier die Texturschärfe und die Korngröße berücksichtigt.

Ein Schwerpunkt wird auf die Oberflächenpräparation der Proben gelegt, da diese die kritische Vorbedingung ist und aufgrund der geringen Informationstiefe des EBSD-Signals die Standardpräparation nicht ausreicht. Für eine große Vielfalt an Materialien, die sich in ihrem Präparationsverhalten sowie in der Wechselwirkung mit dem Elektronenstrahl und der daraus resultierenden Informationstiefe unterscheiden, sollen geeignete Präparationsrouten herausgearbeitet werden.

Weiterhin soll gezeigt werden, wie methodische Schwierigkeiten gelöst werden können, so dass eine generelle Anwendbarkeit auf kristalline nicht zu stark verformte und nicht zu feinkörnige Materialien gewährleistet ist. Je nach Material können sich diese deutlich voneinander unterscheiden und mit der Patternqualität (Präparation, Bildverarbeitung), der Indizierung oder der automatischen Abrasterung zu tun haben.

Außerdem sollen die Vorteile der Methode bei der Charakterisierung verschiedener Gefügemerkmale hervorgehoben werden. Die Materialien sind so gewählt, dass sie diese Betrachtung erlauben und illustrieren. In jedem Fall steht jedoch auch eine praktische Anwendung oder wissenschaftliches Interesse dahinter.

In manchen der Beispiele werden detailliertere und materialbezogene Untersuchungen vorgenommen, ergänzend oder vergleichend auch mit anderen Techniken. Dies hängt mit der Verfügbarkeit des Probenmaterials und der Geräte zusammen. In diesen Fällen handelt es sich dann nicht nur um die Anwendbarkeit sondern auch konkret um die Anwendung der EBSD-Methode, um auch werkstoffrelevante und nicht nur methodische Erkenntnisse zu gewinnen.

4 Methodische Arbeiten

4.1 Studien zur Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und statistischer Relevanz der EBSD-Methode

4.1.1 Genauigkeit und Reproduzierbarkeit: Shainin-Methode

Im Folgenden wird eine Studie zur Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Orientierungsbestimmung mit OIM nach der Shainin-Methode vorgestellt. Außerdem werden einige Beispiele zur statistischen Relevanz aufgeführt.

ISOPLOT-Shainin-Methode

Die ISOPLOT-Shainin-Methode ist ein Verfahren zur Überprüfung von Meßsystemen [98Pre]. Sie funktioniert folgendermaßen:

1. 30 Messwerte werden in zufälligen Abständen aus dem Prozess herausgenommen. Dies entspricht *Versuch 1*.
2. Diese werden erneut in zufälliger Reihenfolge vermessen – *Versuch 2*.
3. ISOPLOT wird konstruiert, d.h. *Versuch 2* gegen *Versuch 1* aufgetragen. Idealerweise sollte die Mittelgerade auf die 45°-Winkelhalbierende fallen.
4. Der am meisten abweichende Wert wird ignoriert (95 % Sicherheit). Aus dem die restlichen Messwerte enthaltenen Umschlag wird die Auflösung berechnet und die Reproduzierbarkeit überprüft (s. Abb. 4-1-1).

Konkret wurde wie folgt verfahren:

Mit stationärem Strahl wurde 30 mal in unregelmäßigen Abständen das selbe Pattern aufgenommen. Die Orientierungsbestimmung in der Reihenfolge der Aufnahme stellte Versuch 1 dar. Dann wurde die Orientierung aus diesen Pattern, allerdings in zufälliger Reihenfolge bestimmt – Versuch 2. Es wurde jeweils die Standardabweichung berechnet. Isoplots für die Eulerwinkel, Patternqualität und Vertraulichkeitsindex (CI) wurden erstellt und ausgewertet. Dies wurde für fünf verschiedene Orientierungen des gleichen Materials durchgeführt und für insgesamt sieben Materialien, die nach Kristallsymmetrie ausgesucht wurden. So wurde versucht, verschiedenen Parametern, die Einfluss auf die Indizierung haben, Rechnung zu tragen: Bildstabilität (Beschleunigungsspannung- und Strahlstrom-Fluktuationen, u.U. Aufladungen, Kontamination), Kristallsymmetrie, Orientierung.

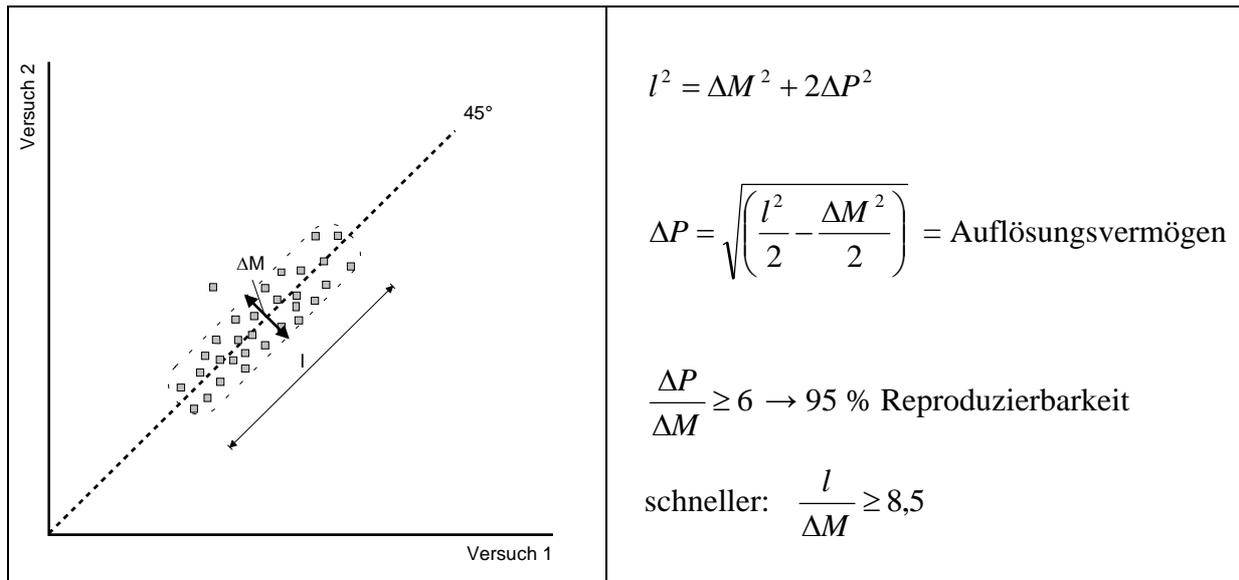


Abbildung 4-1-1: ISOPLLOT-Shainin-Methode

Versuche mit einem einzigen Bild aus verschiedenen Materialien, das 30 mal unter einem anderen Namen gespeichert und so der Prozedur unterzogen wurde, zeigten absolut identische Ergebnisse.

Die Ergebnisse sind in Tabellen 4-1-1 bis 4-1-4 zusammengefasst.

Einige Isoplots wurden exemplarisch herausgegriffen, um verschiedene Situationen zu illustrieren (Abb. 4-1-2).

Den Idealfall, auch in der Wirklichkeit anzutreffen, stellt Beispiel a) dar. Alle Pattern bekommen identische Winkelzuordnung. Dies entspricht einer 100 %-igen Reproduzierbarkeit und Genauigkeit von 0° . Dieses Bild jedoch relativiert sich oft, sobald man sich die anderen Euler-Winkel anschaut – Beispiel b). Dieses Beispiel stellt den denkbar ungünstigsten Fall in Bezug auf Reproduzierbarkeit dar. Nach dieser Methode kann keine Aussage darüber gemacht werden. Es sollte in Betracht gezogen werden, wie viele Werte „aus der Reihe“ sind. Falls es einzelne sind, kann auf der einen oder anderen Seite einer wegfallen (s. Punkt 4 der Methodenbeschreibung). Ein Beispiel hierfür ist Beryllium 1 – φ_2 (s. Tabelle 4-1-3). Meist liegen alle Punkte auf der 45° -Winkelhalbierenden, d.h. gleiche Werte für dasselbe Pattern, $\Delta M = 0$ bzw. Reproduzierbarkeit von mindestens 95 % ist gegeben (s. Tabellen 4-1-1 bis 4-1-4). Jedoch auch solche Isoplots wie in Beispiel b), auch wenn sie nach der Methode eher negativ zu deuten sind, sollten nicht überinterpretiert werden. In Wirklichkeit handelt es sich meist um einen sehr kleinen Unterschied, hier von $0,1^\circ$. Da jedoch das Ergebnis meist so gut ist, verdirbt auch so eine unwesentliche Abweichung das

Endresultat. Allgemein macht es sich bemerkbar, dass die Reproduzierbarkeitsbedingung ($\Delta P / \Delta M \geq 6$) meist nicht erfüllt ist, sobald solche Ausreißer vorhanden sind, selbst wenn sie noch so klein sind (s. Tabellen).

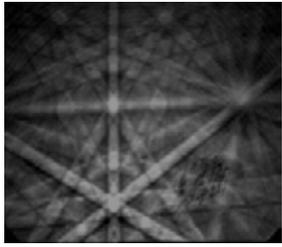
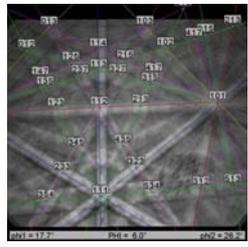
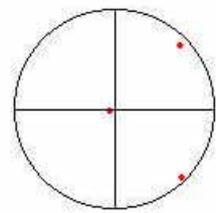
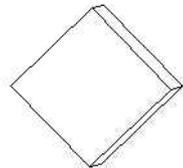
					
Silicium	$\varphi_1, ^\circ$	$\Phi, ^\circ$	$\varphi_2, ^\circ$	PQI	CI
Mittelwert	17,6	5,9	26,3	316,8	0,444
Standardabweichung	0,74	0,06	0,84	3,92	0,026
1	3,8	0,3	4,4	15,4	0,081
ΔM	0	0	0	0	0
ΔP	2,7	0,2	3,1	10,9	0,057
$\Delta P / \Delta M$	∞	∞	∞	∞	∞

Tabelle 4-1-1: Shainin-Studie, Silicium

In Beispiel c) wird der nicht auf der Winkelhalbierenden liegende Wert ignoriert, und somit ist $\Delta M = 0$ erneut gegeben. In Beispiel e) wird ein Wert auf der Winkelhalbierenden nicht beachtet. Damit fällt das Ergebnis für die Genauigkeit besser aus.

Beispiel d) zeigt ein Isoplot, wie auch aus anderen Bereichen bekannt, wobei auch die Reproduzierbarkeitsbedingung erfüllt ist. Allgemein fällt es auf, dass die Pattern Qualität am meisten variiert. Da sind große Schwankungen zu beobachten – von 10 bis über 100 Punkte Unterschied. Da es sich jedoch absolut um recht hohe Werte handelt, ist dies kein großes Problem. Es deutet aber darauf hin, was bei der Durchführung von mehrstündigen automatischen Messungen kritisch ist. Die Stabilität der Pattern-Qualität hängt insbesondere von der Stabilität des Elektronenstrahls ab, sowie von seiner Wechselwirkung mit dem Material (Aufladungen, Kontamination, etc.).

Nickel	1					2					3					4					5									
Pattern indiziertes Pattern																														
Stereogr. Projektion Lage der Elementarzelle																														
	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI
Mittelwert	74,0	34,8	53,4	198,8	0,883	64,5	42,0	39,8	180,6	0,889	159,7	15,6	272,3	338,9	0,786	259,5	18,1	220,6	321,6	0,717	315,8	12,7	89,3	244,8	0,673					
Standardabweichung	0,20	0,11	0,27	20,2	0,012	0,02	0,03	0,11	10,99	0,011	0,51	0,18	0,30	7,75	0,015	0,3	0,03	0,22	21,70	0,012	0,24	0,04	0,15	22,35	0,025					
l	1,13	0,42	1,56	94,75	0,041	0,14	0,28	0,28	49,9	0,04	1,41	0,57	0,99	190,4	0,041	1,13	0,28	0,57	100,3	0,041	0,85	0,14	0,71	106,6	0,081					
ΔM	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0					
ΔP	0,8	0,3	1,1	67	0,029	0,1	0,2	0,2	35,3	0,028	1,0	0,4	0,7	134,6	0,029	0,8	0,2	0,4	70,9	0,029	0,6	0,1	0,5	75,4	0,057					
$\Delta P/\Delta M$	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞					
Eisen	1					2					3					4					5									
Pattern indiziertes Pattern																														
Stereogr. Projektion Lage der Elementarzelle																														
	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI
Mittelwert	322,6	25,7	100,5	204,4	0,000	26,5	43,8	32,7	168,9	0,783	116,6	31,7	260,2	359,6	0,717	39,8	45,0	73,4	303,2	0,461	287,4	22,0	148,9	382,9	0,754					
Standardabweichung	0	0	0	8,27	0	0,06	0,01	0,01	3,47	0,023	0,04	0,04	0,12	12,5	0,025	0,07	0,02	0,04	24,58	0,011	0,19	0,06	0,13	31,21	0,035					
l	0	0	0	39,7	0	0	0	0	15,7	0,041	0,4	0,14	0,56	73,4	0,12	0,28	0,14	0,14	105,1	0,041	0,99	0,42	0,71	147,8	0,12					
ΔM	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,18	0	0,14	14,1	0,02	0	0	0	0	0	0	0	0	111,3	0					
ΔP	0	0	0	28,1	0	0	0	0	11,1	0,029	0,25	0,1	0,38	50,9	0,084	0,2	0,1	0,1	74,3	0,029	0,7	0,3	0,5	68,76	0,085					
$\Delta P/\Delta M$	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	1,39	∞	2,71	3,61	4,18	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	0,62	∞					

Tabelle 4-1-2: Shainin-Studie, Nickel und Eisen

Beryllium	1					2					3					4					5				
	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI	φ_1	Φ	φ_2	PQI	CI
Pattern																									
indiziertes Pattern																									
Stereogr. Projektion																									
Lage der Elementarzelle																									
Mittelwert	194,8	27,7	271,8	280,1	0,760	55,6	23,2	30,0	304,1	0,418	221,1	71,1	214,1	291,8	0,257	273,5	28,4	184,8	236,8	0,764	65,5	10,8	14,2	325,1	0,573
Standardabweichung	0	0,06	0,03	3,34	0,014	0,80	0,08	0,73	4,77	0,031	0,07	0,09	0,11	6,16	0	0,81	0,26	0,89	24,17	0,055	0,32	0,04	0,30	1,91	0,011
l	0	0,14	0,14	15,7	0,040	2,97	0,42	2,69	22,1	0,122	0,14	0,14	0	26,2	0	3,39	0,99	4,1	93,1	0,202	1,7	0,14	1,7	8,77	0
ΔM	0	0,14	0,07	1,34	0,040	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ΔP	0	0	0,086	11,1	0	2,1	0,3	1,9	15,6	0,086	0,1	0,1	0	18,5	0	2,4	0,7	2,9	65,8	0,143	1,2	0,1	1,2	6,2	0
$\Delta P/\Delta M$	∞	0	1,23	8,28	0	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞
Zinn	1					2					3					4					5				
Pattern																									
indiziertes Pattern																									
Stereogr. Projektion																									
Lage der Elementarzelle																									
Mittelwert	298,7	69,2	165,0	118,9	0,857	173,7	68,2	267,4	99,6	0,500	141,3	26,5	298,3	108,2	0,665	218,6	43,8	238,8	119,2	0,769	158,2	36,3	291,9	88,3	0,257
Standardabweichung	0,03	0,03	0,06	8,53	0,190	0,17	0,03	0,09	5,78	0,115	0,34	0,12	0,36	7,25	0,076	0,05	0,04	0,07	8,90	0,010	0,16	0,19	0,27	3,81	0
l	0,14	0,14	0,28	42,43	0,646	0,42	0,14	0,28	26,3	0,324	1,13	0,28	1,13	34,65	0,242	0,14	0	0,28	35,78	0	0,57	0,71	0,99	16,12	0
ΔM	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ΔP	0,1	0,1	0,2	30	0,457	0,3	0,1	0,2	18,6	0,229	0,8	0,2	0,8	24,5	0,171	0,1	0	0,2	25,3	0	0,4	0,5	0,7	11,4	0
$\Delta P/\Delta M$	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞

Tabelle 4-1-3: Shainin-Studie, Beryllium und Zinn

Aluminiumoxid	1					2					3					4					5				
	Pattern indiziertes Pattern																								
Stereogr. Projektion Lage der Elementarzelle																									
	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI
Mittelwert	87,5	38,0	226,4	157,5	0,012	295,0	11,9	201,7	199,4	0,542	119,4	50,8	29,4	211,5	0,429	176,7	26,3	267,8	201,9	0,680	191,4	43,8	220,0	170,4	0,286
Standardabweichung	61,46	9,16	150,9	32,10	0,031	1,17	0,12	1,05	40,26	0,155	0,11	0,03	0,22	18,37	0	0,12	0,06	0,09	22,05	0,089	0,02	0,12	0,07	20,63	0
l	342,7	51,2	466,7	148,6	0,161	3,96	0,28	3,25	178,2	0,605	0,28	0	0,57	90,1	0	0,71	0,42	0	100,8	0,363	0	0,42	0,28	94,3	0
ΔM	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ΔP	242,3	36,2	330,0	105,1	0,114	2,8	0,2	2,3	126	0,428	0,2	0	0,4	63,7	0	0,5	0,3	0	71,3	0,257	0	0,3	0,2	66,7	0
$\Delta P/\Delta M$	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞
HOPG	1					2					3					4					5				
Pattern indiziertes Pattern																									
Stereogr. Projektion Lage der Elementarzelle																									
	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI	ϕ_1	Φ	ϕ_2	PQI	CI
Mittelwert	249,4	95,3	59,2	167,5	0	245,5	106,2	53,6	246,4	0	262,7	95,4	58,8	238,0	0	250,4	100,5	53,4	277,1	0	226,1	119,7	241,0	301,2	0
Standardabweichung	90,98	79,69	15,04	4,88	0	89,97	80,25	30,27	19,88	0	91,34	81,66	17,84	12,84	0	90,87	79,23	48,98	19,37	0	83,80	69,03	104,1	18,01	0
l	255,4	222,9	44,8	23,9	0	261,6	230,2	91,9	81,3	0	255,3	229,1	50,2	64,3	0	259,1	223,0	143,1	89,2	0	254,6	209,9	290,8	75,0	0
ΔM	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ΔP	180,6	157,6	31,7	16,9	0	185,0	162,8	65,0	57,5	0	180,5	162,0	35,5	45,5	0	183,2	157,7	101,2	63,1	0	180,0	148,4	205,6	53,0	0
$\Delta P/\Delta M$	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞	∞

Tabelle 4-1-4: Shainin-Studie, Aluminiumoxid und HOPG (hochorientierter pyrolytischer Graphit)

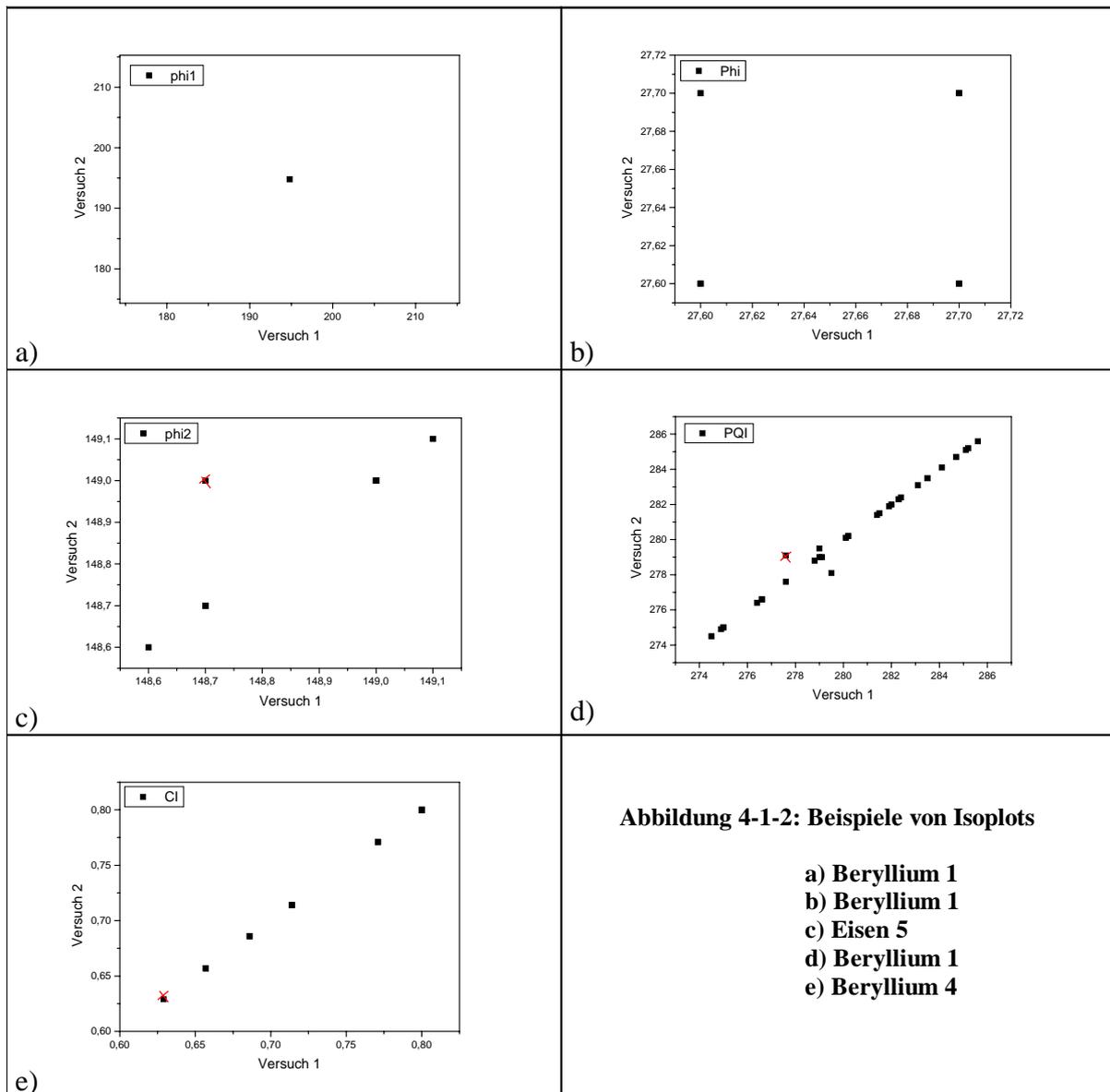


Abbildung 4-1-2: Beispiele von Isoplots

- a) Beryllium 1
- b) Beryllium 1
- c) Eisen 5
- d) Beryllium 1
- e) Beryllium 4

Schlechtere Patternqualität zieht niedrigere CI-Werte nach sich. Aber auch bei der Indizierung bestimmter Orientierungen, z.B. solchen, bei denen nur eine Zonenachse im aktuellen Pattern zu sehen ist [99Mor] oder, wenn der erfasste Raumwinkel aufgrund von schlechter Hardware-Anordnung zu klein ist, ergeben sich geringe CI-Werte ($< 0,1$). CI kann sogar Null sein, was im Grunde bedeutet, dass einige Möglichkeiten der Indizierung gleich wahrscheinlich sind. Das hängt erneut mit dem betrachteten Ausschnitt aus dem Kikuchi-Raum zusammen. Bei kubischen Materialien ist das meist unproblematisch. Bei Ni 3 ist der CI-Wert sogar unkritisch. Und bei Fe 1 haben wir es mit absolut gleich bleibender Indizierung bei $CI = 0$ zu tun. Ernster zu nehmen ist dies bei Materialien niedriger Kristallsymmetrie. Bei Al_2O_3 1 wird dem Pattern einige Male eine andere Orientierung zugeordnet. Dadurch ergeben sich Mittelwerte, die ein ganz anderes Bild darstellen (s. Abb. 4-1-3; vgl. Tabelle 4-1-4).

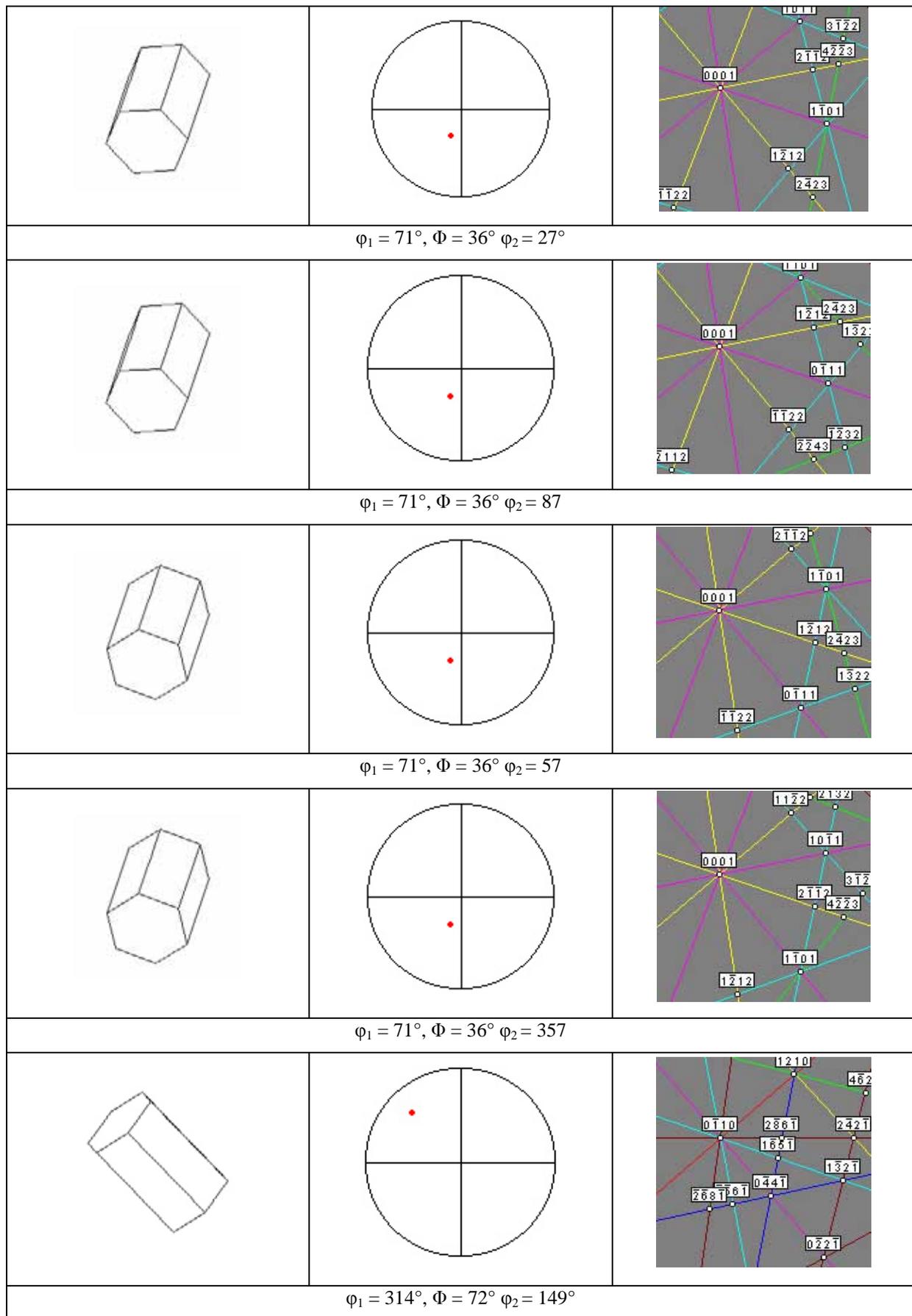


Abbildung 4-1-3: Lage der Elementarzelle, stereographische Projektion und simuliertes Pattern für die verschiedenen Lösungen nach Indizieren von Al_2O_3 1 (s. Tabelle 4-1-4)

Im Grunde genommen sind die Orientierungen schwer voneinander zu unterscheiden. Wenn jedoch ständig eine andere demselben Pattern in einem Korn zugewiesen wird, erschwert dies erheblich das Erstellen einer Gefügekarte. Gelegentliche Ausreißer dagegen können korrigiert werden, z.B. indem die Orientierung benachbarter Messpunkte abgefragt wird.

In anderen Fällen, sprich anderer Orientierung, resultiert beim gleichen Material eine Genauigkeit von $< 0,5^\circ$ mit 100 % Reproduzierbarkeit (aus der Stichprobe mit 30 gleichen Pattern) und hohem CI, z.B. Al_2O_3 5.

Generell ist die Indizierung im hexagonalen Gitter problematisch, wenn es sich um (nahe) Basislage der Elementarzelle zur Probenoberfläche handelt. Besonders deutlich wird dies beim hochorientierten pyrolytischen Graphit (HOPG). Dies ist ein quasi einkristallines Material, wobei die Basisebene parallel zur Probenoberfläche ausgerichtet ist. Lediglich Verdrehungen um die c-Achse und geringe Verkippungen sind zu beobachten [73Moo]. Der betrachtete Pattern-Ausschnitt lässt eine Zweideutigkeit zu (s. Tabelle 4-1-4 und Abb. 4-1-4). Beide Lösungen unterscheiden sich nur im Vorzeichen. Es handelt sich um eine Drehung um die c-Achse, wie beim Al_2O_3 -Beispiel auch. Die Betrachtung des Mittelwerts ist hier nur hypothetisch im Zusammenhang mit statistischen Überlegungen. In Wirklichkeit wird nicht gemittelt. Die Messpunkte werden unterschiedlichen Kristalliten zugeteilt. Der CI ist entsprechend Null und die ΔP -Werte sind groß (s. Tabelle 4-1-4). Trotz alledem ist die Reproduzierbarkeit mit 100 % aus der Stichprobe gegeben. Dies ist sicherlich auch der guten Patternqualität zu verdanken.

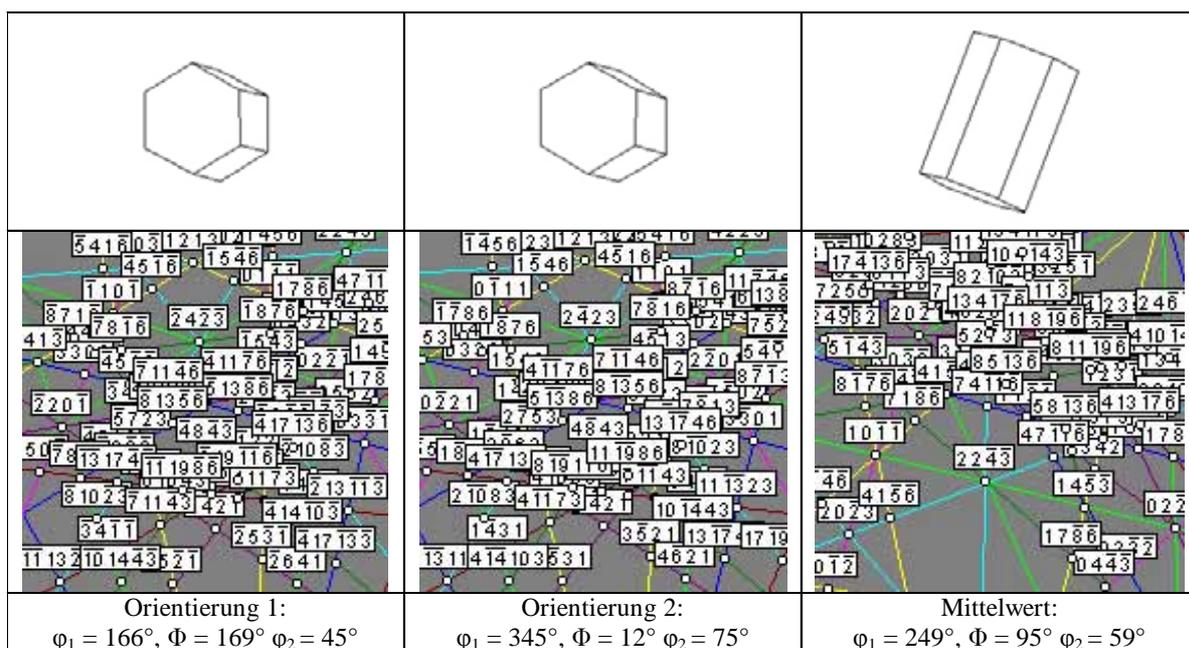


Abbildung 4-1-4: Lage der Elementarzelle und simuliertes Pattern für die zwei konkurrierenden Lösungen und deren Mittelwert nach Indizieren von HOPG 1 (s. Tabelle 4-1-4)

ΔP stellt ein Maß für die Genauigkeit bzw. das Auflösungsvermögen bei der Winkelberechnung aus dem Pattern dar. Je nach Material und Orientierung ergeben sich für die Euler-Winkel ΔP -Werte von 0 bis einige Grad. Bei zwei- und mehrdeutigen Pattern ist dies auch der Fall, wenn nur eine Orientierung bzw. Euler-Winkel-Tripel betrachtet wird. Diesbezüglich ist der Silicium-Einkristall interessant, da er zum Kalibrieren des Systems genutzt wird. Das Ergebnis ist nicht besonders befriedigend (s. Tabelle 4-1-1). Erstens, ist dies keine „saubere“ 001-Orientierung. Das kann daran liegen, dass er bei der Herstellung nicht genau geschnitten ist, viel wahrscheinlicher ist jedoch die ungenaue Orientierung im REM bzw. mögliche Verkippung beim Anbringen auf den Probenhalter. Sonst erklärt sich das sicherlich mit den allgemeinen Fehlern bei der Orientierungsbestimmung (s. 2.2.4), aber auch mit Abweichungen vom Idealzustand im Kristallgitter, d.h. leicht veränderten Gitterparametern z.B. aufgrund von Spannungen durch Verformung, Legierungselemente, etc. Und zweitens, ist die Genauigkeit nicht besonders hoch. Das ist in der Praxis jedoch nicht so schwerwiegend, da es sich nur um die Grundkalibrierung des Geräts handelt. Die Feineinstellung des Patternzentrums erfolgt an jedem Material gesondert, nicht zuletzt weil die Proben unterschiedlich hoch sind.

Im folgenden werden die Erkenntnisse aus der Shainin-Studie bzgl. Genauigkeit und Reproduzierbarkeit noch mal zusammengefasst. Im Grunde genommen reduziert sich dies auf eine Bewertung der Indizierungsroutine mit Berücksichtigung der Haupteinflussparameter.

Die **Patternqualität** stellt sich als die kritische Größe heraus. Sie schwankt am meisten bei sonst gleich bleibenden Geräteeinstellungen und Materialbereich. Dies hängt zum Einen mit Fluktuationen in der Beschleunigungsspannung und dem Strahlstrom zusammen, zum Anderen auch mit den Wechselwirkungen Elektronenstrahl-Materie im Sinne von Kontamination und/oder Aufladungen. Hierzu sind auch äußere Einflüsse zu zählen, wie z.B. Fremdpartikel an der Probenoberfläche. Die resultierenden Änderungen in der Bildqualität spiegeln sich in Variationen im Patternqualitätsindex von einigen bis etwa zehn Pixel in der Standardabweichung wider. Abhilfe schafft die bestmögliche Einstellung der Patternqualität zu Beginn, wobei die Probenpräparation, die REM-Bedingungen und die Bildverarbeitung die zur Verfügung stehenden Stellschrauben sind. Dadurch werden hohe Absolutwerte garantiert, und die Reproduzierbarkeit ist gegeben. Dies wird bei allen Materialien beobachtet, weitestgehend unabhängig von der Kristallsymmetrie und der Orientierung. Der Einfluss des Materials geht über das Präparationsverhalten aber auch die Neigung zur Kontamination und/oder Oxidbildung. Kritischer ist die zu sehen, wenn die Austrittstiefe der zum Signal

beitragenden Elektronen niedrig ist. Aufladungen können die Patternqualität so dramatisch verändern, dass keine Indizierung mehr möglich ist.

Der **Vertraulichkeitsindex** CI hängt von der Patternqualität sowie von der Kristallsymmetrie, der Orientierung und den gewählten Indizierungsparametern (Maskengröße, Anzahl zu berücksichtigender Reflexe, etc.) ab. Bei Materialien mit niedrigerer Symmetrie sind öfter niedrige Absolutwerte zu beobachten. Dies hängt auch mit dem Bildausschnitt, d.h. dem erfasstem Raumwinkel zusammen. Problematisch sind mehrdeutige Orientierungen (z.B. wenn nur eine Zonenachse zu sehen ist). Allerdings sind oft auch Indizierungen mit $CI = 0$ nicht falsch, insbesondere bei hochsymmetrischen Materialien. Es wird dennoch eine sehr hohe Reproduzierbarkeit (von oft 100 %) beobachtet. Dies spricht für einen sehr stabilen Algorithmus.

Die Genauigkeit der **Orientierungsbestimmung** hängt von vielen Parametern ab (s. 2.3.1). Wenn hohe Patternqualität gegeben ist, ist sie oft $< 0,5^\circ$; kann aber auch bei den einzelnen Eulerwinkeln bis einige Grad betragen. In der Summe fällt sie jedoch nicht so hoch aus. Auch hier ist niedrigere Kristallsymmetrie kritischer. Problematisch sind mehrdeutige Orientierungen. Speziell bei hexagonalen und trigonalen Materialien ist die Basislage ungünstig. In diesem Fall können kleine Änderungen in der Patternqualität selbst die Reproduzierbarkeit massiv beeinträchtigen. Somit sind automatische Abrasterungen mit sinnvollen Gefügekarten diffizil. Tendenziell führen niedrige Symmetrie, niedrige Patternqualität und niedrige Intensität (relative Änderungen bedeutender) zu schlechterer Genauigkeit und sind kritischer in bezug auf Reproduzierbarkeit.

4.1.2 Statistische Relevanz: Vergleich EBSD vs. röntgenographische Textur- und Korngrenztexturanalyse

Die eigenen Arbeiten zur statistischen Relevanz der Einzelorientierungsmessung mittels EBSD beschäftigen sich vor allem mit dem Vergleich zu der röntgenographischen Texturanalyse. Im Gegensatz zu den in der Literaturübersicht zum Thema erwähnten Studien, waren diese Aspekte nie Hauptziel der Untersuchungen. Sie wurden eher ergänzend bzw. vergleichend durchgeführt und haben somit einen eher qualitativen Charakter. Sie sind in guter Übereinstimmung mit den Erkenntnissen anderer Autoren. Dennoch wurde systematisch unter Berücksichtigung der Kristallsymmetrie, der Texturschärfe und der Korngröße vorgegangen.

Zunächst wird ein Beispiel für eine scharfe Textur eines gewalzten Stahlblechs ARMFE80 betrachtet. Es handelt sich um die sog. „cube on corner“ Textur, die typisch für zweiachsigen Spannungszustand bei krz-Metallen ist. In Abb. 4-1-5 sind neben der Gefügekarte auch die entsprechenden Polfiguren zu sehen. Es handelt sich um einen Flächenscan der Größe $1000\ \mu\text{m} \times 440\ \mu\text{m}$, der 1673 Körner erfasst. Die Schrittweite von $4\ \mu\text{m}$ wurde so gewählt, dass sich eine gute Gefügekarte ergibt, d.h. die Orientierungsdaten sind flächen- und nicht anzahlgewichtet. Die Übereinstimmung ist sehr gut, lediglich ein leichter Unterschied hinsichtlich der Texturschärfe ist festzustellen. Generell ergeben sich bei der röntgenographischen Bestimmung geringere Werte. Das lässt sich einerseits durch die bessere Kornstatistik erklären. Andererseits aber kann es auch mit dem Texturgradienten über die Blechdicke zusammenhängen. Die geringe Informationstiefe des EBSD-Signals (so nachteilig sie in Bezug auf Statistik ist) erweist sich als vorteilhaft, wenn man solche Texturänderungen erfassen will, z.B. durch Serienschritte [94Din].

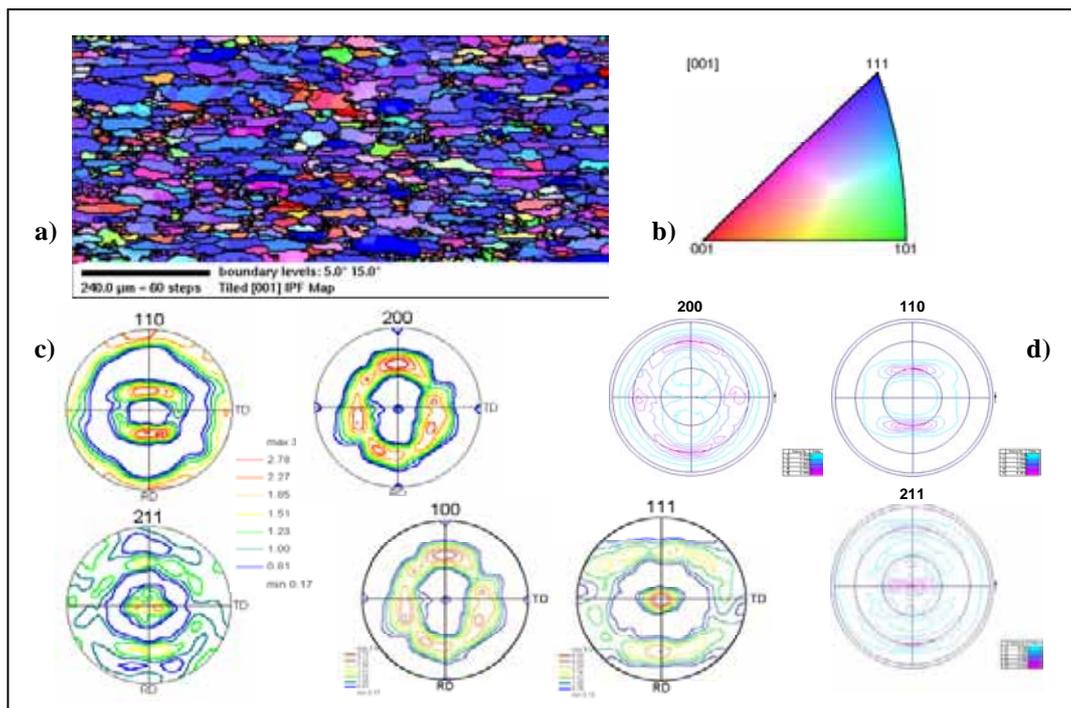


Abbildung 4-1-5: Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse, scharfe Textur - ARMFE80; a) Gefügekarte; Farben entsprechen der b) inversen Polfigur; c) Polfiguren ermittelt mit EBSD; d) röntgenographisch gemessene Polfiguren

Die OVF-Bestimmung aus Einzelorientierungsdaten hat zwei weitere entscheidende Vorteile gegenüber der röntgenographischen Texturanalyse. Erstens, hat man hier die vollständige OVF explizit, während röntgenographisch mehrere Polfiguren einzeln und aus geometrischen

Gründen nicht vollständig gemessen werden. Die für röntgenographisch ermittelte OVF's typischen „ghost“-Effekte, die einer speziellen Korrektur bedürfen [83Bun] sind entsprechend nicht vorhanden. Zweitens, die räumliche Anordnung der Orientierungen ist verfügbar, d.h. ein Verbinden morphologischer und Orientierungsdaten ist möglich. Dies ist insbesondere dann vorteilhaft, wenn die Textur inhomogen und im Mittel eher schwach ist. Lokal jedoch sind sehr scharfe Texturen möglich (Orientierungscluster). Die entsprechende Gefügekarte zu den gezeigten Polfiguren ist in Abb. 4-1-5a zu sehen. Die Farben entsprechen der inversen Polfigur.

Ein weiterer Vorteil ist die Tatsache, dass jede beliebige Polfigur aus der OVF berechnet werden kann, unabhängig von Auslöschungen (hier z.B. 100 und 111). Dies erleichtert oft erheblich die Visualisierung der Lage der Elementarzelle im Werkstück.

Es sollte nicht unerwähnt bleiben, dass über die Orientierungsdaten die Desorientierung an den Korngrenzen exakt berechnet werden kann. Das ist bei der röntgenographischen Texturanalyse nicht direkt möglich. Es gibt zwar Modelle zur Berechnung von MVF aus OVF mit Berücksichtigung von Wahrscheinlichkeiten [86Pos], oft zeigt es sich jedoch, dass scharfe Korngrenzentexturen bei nahezu regelloser Orientierungsverteilung existieren (s.u.). Somit ist ihre Berechnung auch unmöglich.

Im nächsten Beispiel ist eine schwächere Textur wieder röntgenographisch und mittels EBSD erfasst (Abb. 4-1-6). Der gemessene Bereich umfasst $1100 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ und enthält 746 Körner. Während in den röntgenographischen Polfiguren die typische Textur noch gut erkennbar ist, ist dies in den EBSD Polfiguren nicht der Fall. Hier sind einfach nicht ausreichend viele Körner berücksichtigt bzw. vermessen worden. Der Probenbereich und die Schrittweite sind mit Hinblick auf eine statistisch gesicherte Texturbestimmung nicht optimal gewählt. Somit sind die ermittelten Polfiguren wertlos. Dies war zwar auch im obigen Beispiel der Fall, durch die ausgeprägte Schärfe der Textur jedoch zum Teil kompensiert.

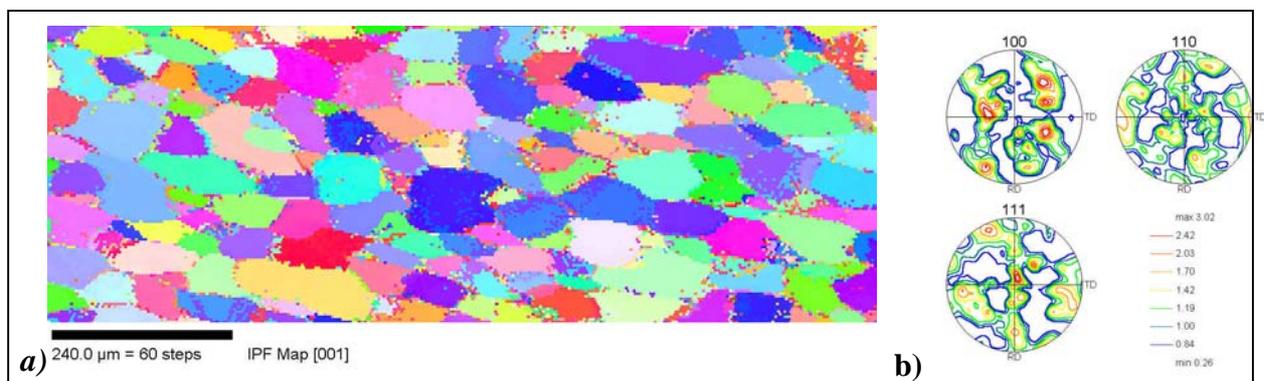


Abbildung 4-1-6: Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse, Textur mittlerer Schärfe - ARMFE60; a) Gefügekarte, b) EBSD Polfiguren

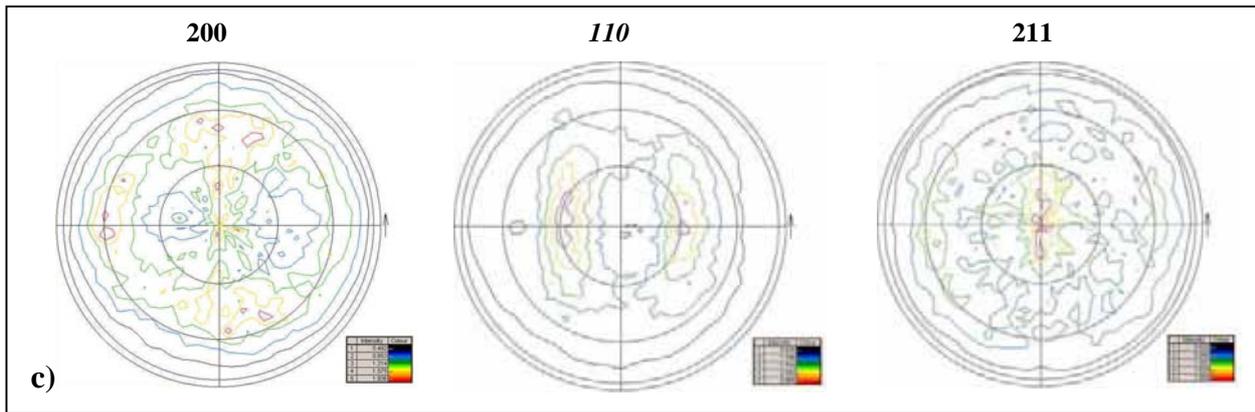


Abbildung 4-1-6 (Fortsetzung): Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse, Textur mittlerer Schärfe - ARMFE60; a) Gefügekarte, b) EBSD Polfiguren; c) röntgenographisch gemessene Polfiguren

Ein Beispiel an einem kfz-Metall ist in Abb. 4-1-7 durch die Rekristallisationstextur in Aluminium gegeben.

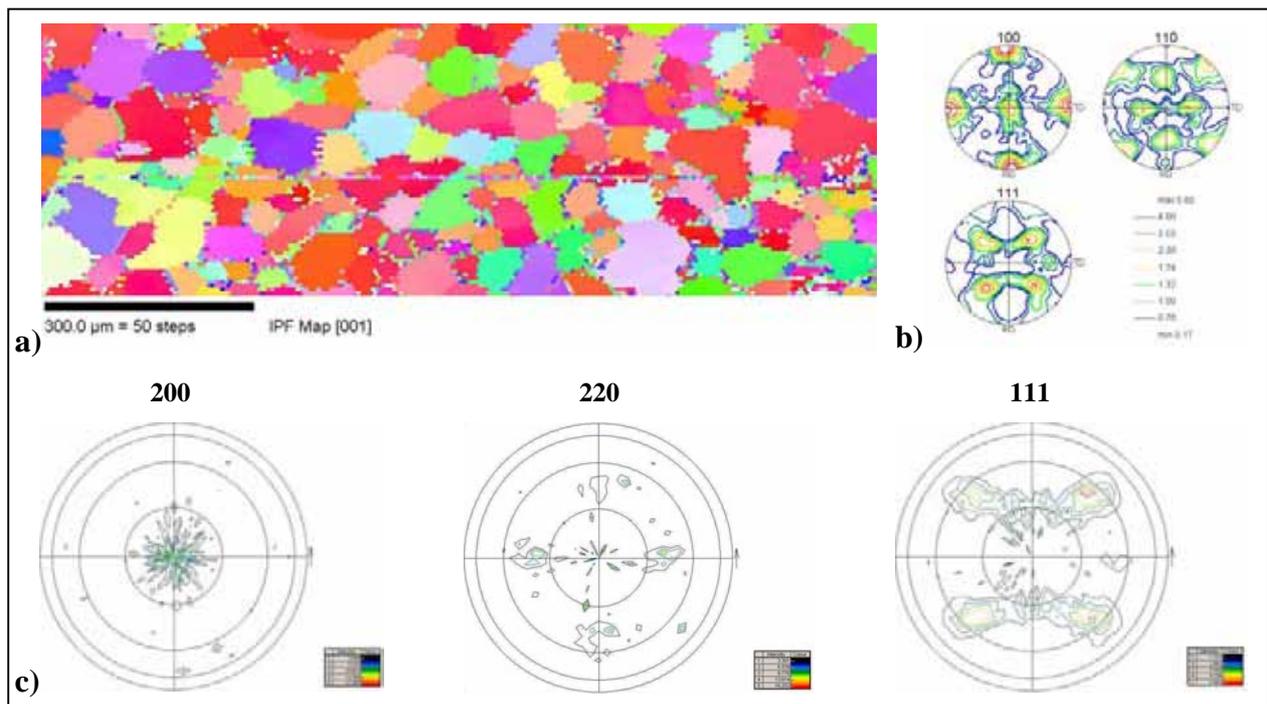


Abbildung 4-1-7: Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse – Aluminiumblech, rekristallisiert; a) Gefügekarte, b) EBSD Polfiguren, c) röntgenographisch gemessene Polfiguren

Eine schwache, der regellosen Orientierungsverteilung nahe Textur zeigt dagegen das Beispiel eines Al-Li-Blechs (Abb. 5-4-3, S. 136). Die Übereinstimmung der Polfiguren gemessen mit OIM bzw. röntgenographisch ist nicht so gut. Die Textur erscheint schärfer in der EBSD-Messung. Das kann dadurch erklärt werden, dass die Informationstiefe der

Methode sehr gering ist. Deshalb wird nur die Oberflächenschicht abgebildet. Bei der röntgenographischen Messung werden tiefer liegende Bereiche mit erfasst, und da diese in der Regel weniger bzw. anders texturiert sind, vermitteln sie einen anderen Eindruck von die Probe. Damit wird noch mal der Vorteil der OIM bzgl. der Tiefenauflösung der Texturausbildung deutlich.

Ein weiteres Beispiel an einem hexagonalen Material (Zink) mit Textur mittlerer Schärfe zeigt Abb. 4-1-8. Eine gute Übereinstimmung der Polfiguren ist zu beobachten. Es sind 1187 Körner berücksichtigt.

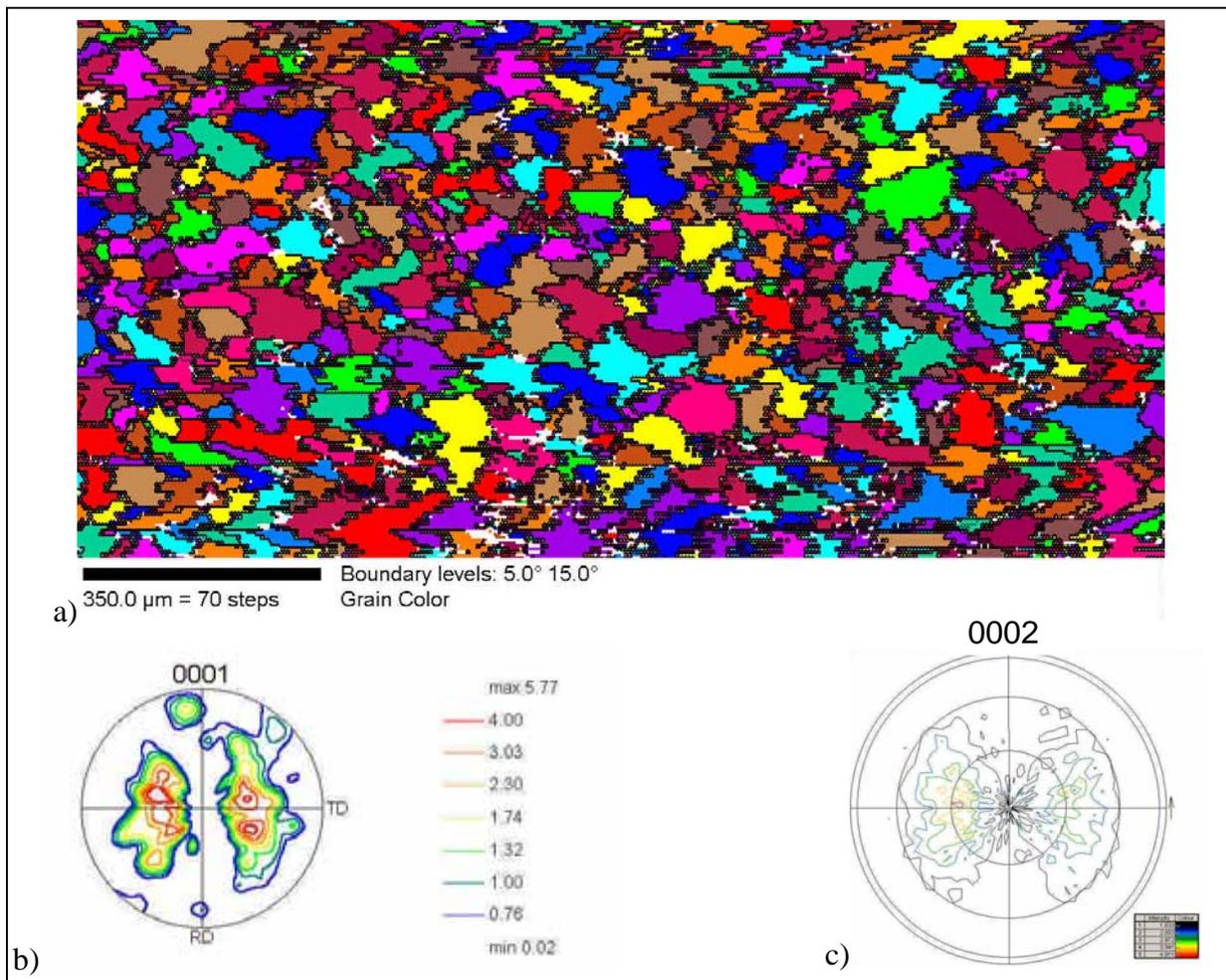


Abbildung 4-1-8: Vergleich Orientierungsbestimmung EBSD vs. Röntgentexturanalyse - Zink, kreuz gewalzt; a) Gefügekarte, b) EBSD Polfigur, c) röntgenographische Polfigur

Eine besonders scharfe Basislagen-Textur in einer Aluminiumoxid-Folie (trigonal), die Anwendung als Substrat in der Elektronikindustrie findet, zeigt Abb. 5-5-12, S 168. Die entsprechende Gefügekarte ist dort ebenfalls zu sehen. Die sehr gute Übereinstimmung der Polfiguren röntgenographisch vs. EBSD bestätigt erneut, dass selbst kleine Probenbereiche repräsentativ für die Textur im Werkstück sind, sofern diese sehr stark ausgeprägt ist. Und

dies unabhängig von der Kristallsymmetrie. Als Vorteil der EBSD kann an dieser Stelle erwähnt werden, dass eine einzige Messung die gesamte Information enthält. Bei der röntgenographischen Texturbestimmung dagegen sind mit abnehmender Symmetrie zunehmend mehr Polfigurenaufnahmen für eine zuverlässige Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion notwendig. Jedoch ist auch hier bei hoher Texturschärfe einfacher, das Gesamtbild auch mit weniger Polfiguren zu erfassen, zumindest semi-quantitativ.

Als letztes Beispiel wird hier die Korngrenzentextur angeführt. In völlig rekristallisierten kfz-Metallen bildet sich eine starke Korngrenzentextur aus $\sim 60^\circ$ Desorientierung um die $\langle 111 \rangle$ -Achsen. Dies entspricht Zwillingskorngrenzen (Abb. 4-1-9a,b). Wie oben schon erwähnt, ist es unmöglich aus röntgenographischen Texturdaten auf solch einen Desorientierungszustand zu schließen. Die aus den Orientierungsdaten (keine Textur – Abb. 4-1-9a) errechnete Desorientierungswinkelverteilung ist flacher und gleichmäßiger. Wie bei scharfen Kornorientierungstexturen ist es auch bei scharfen Desorientierungstexturen ausreichend weitaus weniger Körner bzw. Korngrenzen zu erfassen. Dies wird durch Abb. 4-1-9c,d belegt. Dabei handelt es sich um einen wesentlich kleineren mit der gleichen Schrittweite abgerasterten Scanbereich. Schon dieser kleine Ausschnitt erlaubt eine recht gute Einschätzung des vorhandenen Korngrenzenzustands.

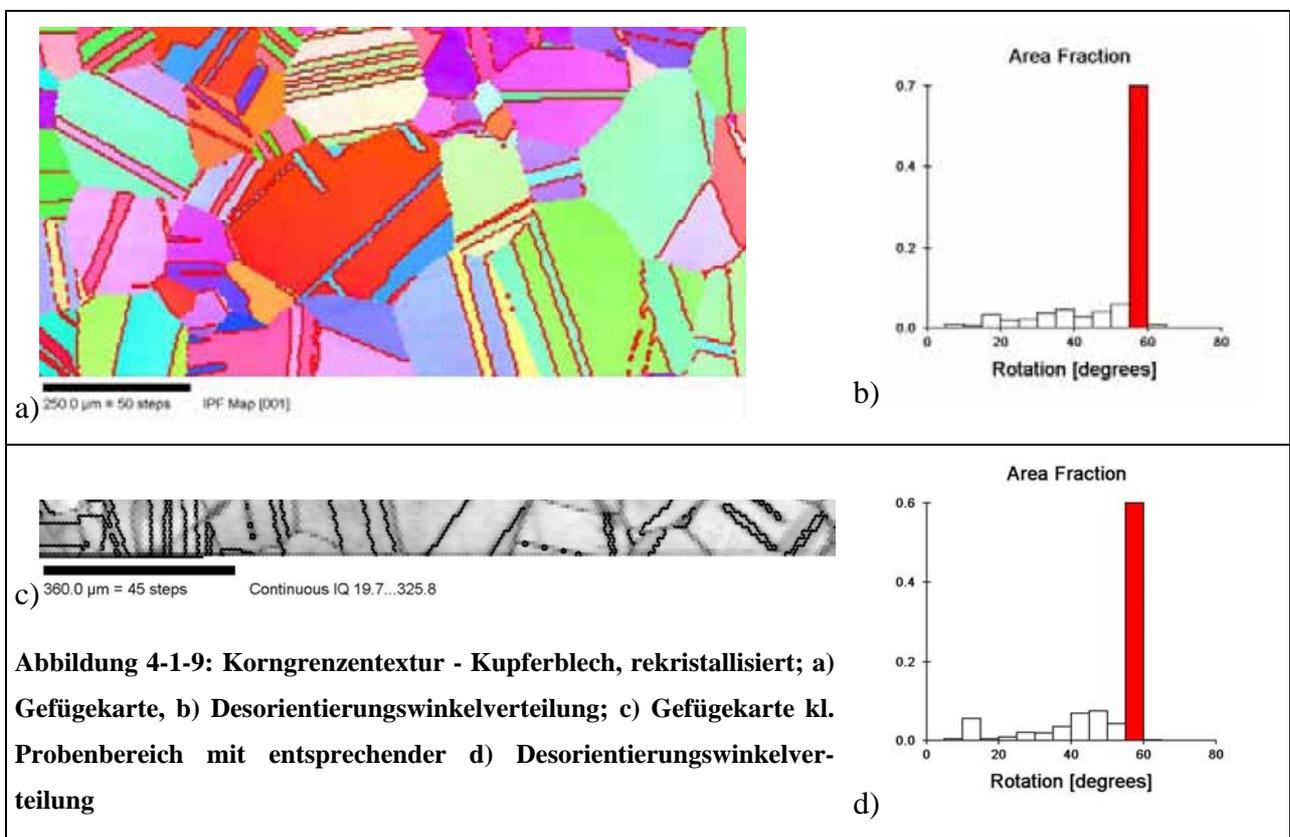


Abbildung 4-1-9: Korngrenzentextur - Kupferblech, rekristallisiert; a) Gefügekarte, b) Desorientierungswinkelverteilung; c) Gefügekarte kl. Probenbereich mit entsprechender d) Desorientierungswinkelverteilung

4.2 Allgemeine Strategie zur Oberflächenpräparation für EBSD-Anwendung

In den meisten Fällen ist eine nach metallographischen Standardkriterien sorgfältig präparierte und im Lichtmikroskop überprüfte Probenoberfläche für EBSD nicht gut genug. Die Ursache dafür ist die immer noch vorhandene Störschicht an der Oberfläche, hauptsächlich Deformation bei den Metallen. Die Kratzertiefe nach jeder Stufe ist in der Größenordnung der Schleif- bzw. Polierpartikelgröße. Die darunterliegende Deformationsschicht ist meist wesentlich dicker (Abb. 4-2-1 und Abb. 4-2-2) [60Lih], [99Pet]. Daher sind zusätzliche Maßnahmen für die EBSD-Präparation notwendig.

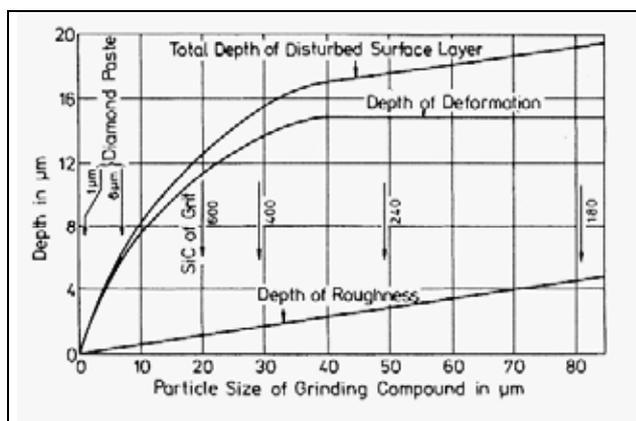


Abbildung 4-2-1: Tiefe der Oberflächenrauigkeit und der Verformung als Funktion von der Partikelgröße des Abrasionsmittels [99Pet]

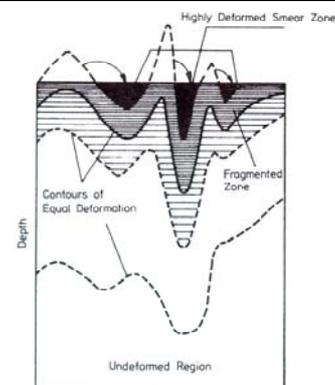


Abbildung 4-2-2: Querschnitt der Oberflächenregion nach mechanischem Schleifen und Polieren [99Pet]

Im allgemeinen haben wir es mit dem Zusammenspiel zwischen dem Präparationsverhalten des Materials und der Austrittstiefe der zum Signal beitragenden Rückstreuелеktronen zu tun. Je geringer die Neigung zur Bildung einer Störschicht und je höher die Austrittstiefe desto unkritischer wird die Probenpräparation sein bzw. ihr Einfluss auf das Gelingen der EBSD-Anwendung geringer. Das Präparationsverhalten korreliert gut mit der Härte des Werkstoffs, weshalb diese zur weiteren Betrachtung herangezogen wird. Auf der anderen Seite ist die Informationstiefe des EBSD-Signals proportional zur Austrittstiefe der Rückstreuелеktronen, die exakt berechnet werden kann [93Joy]. Über die Informationstiefe des EBSD-Signals ist wenig bekannt. Sie wird meist auf 20-100 nm geschätzt. Es gibt jedoch keine konkreten analytischen Ansätze zu ihrer Berechnung. Verschiedene Größen bestimmen sie, die allerdings denen der rückgestreuten Elektronen sehr gleichen – Ordnungszahl, Dichte, Atomgewicht, etc. Monte-Carlo-Simulationen für verschiedene Materialien zeigen gute Übereinstimmung bzgl. der lateralen Auflösung [98Ren]. Daher kann auch die Aussage über

die Tiefenausbreitung der Elektronen als richtig angenommen werden. Vergleiche mit der Austrittstiefe der Rückstreuelektronen zeigen, dass die EBSD-Austrittstiefe etwa $\frac{1}{4}$ davon beträgt. Wenn dies als grobe Näherung angenommen wird, kann aus Abb. 4-2-3 herausgelesen werden, dass die Standardpräparation nicht ausreichend ist. Bei dieser Auftragung wird auch ersichtlich, dass eine breite Spanne an Materialien, die sich sowohl in Präparations- als auch im REM-Verhalten unterscheiden, abgedeckt wurde. Materialien einer Materialgruppe (festgelegt nach chemischer Zusammensetzung), die sich je nach Vorgeschichte auch deutlich in der Härte unterscheiden können, sind jedoch zusammengefasst und mit einem Mittelwert in der Graphik abgebildet.

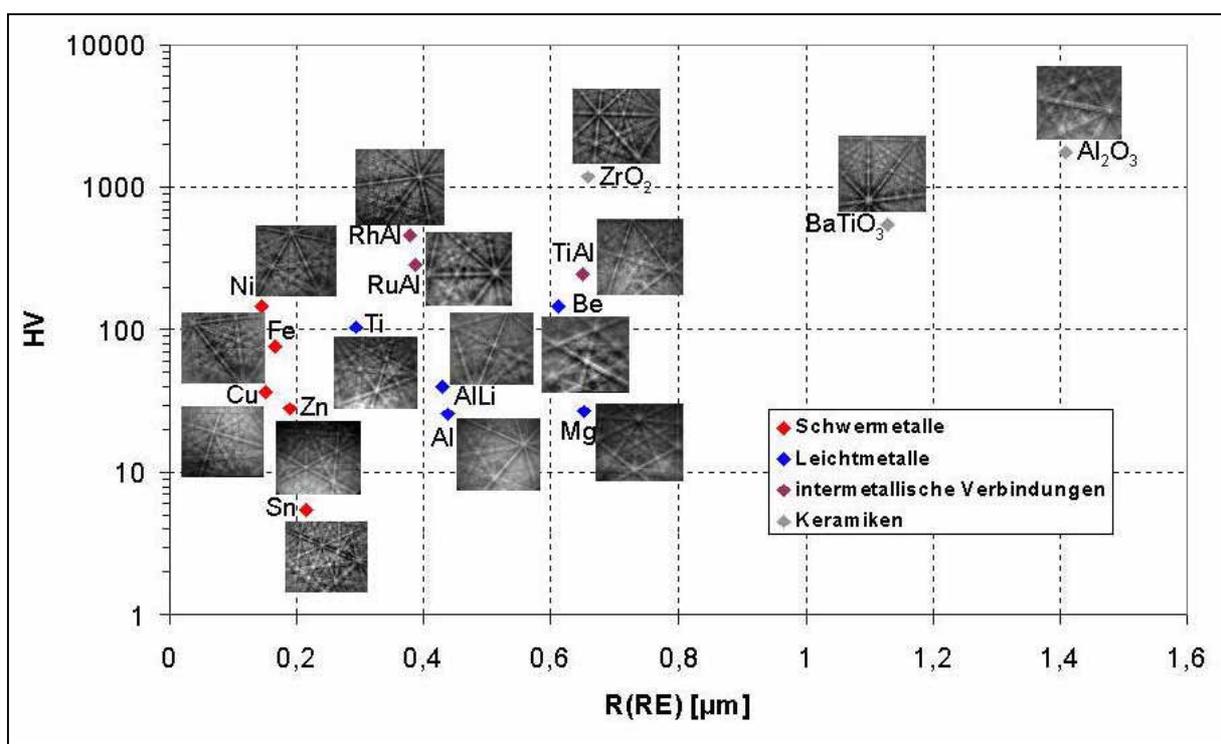


Abbildung 4-2-3: Versuchswerkstoffe unterschiedlich in der Härte und in der EBSD Informationstiefe; R_{RE} entspricht der Austrittstiefe der Rückstreuelektronen bei 20 kV; R_{EBSD} ist etwa 25 % R_{RE}

Die Probenpräparation für EBSD muss so optimiert werden, dass die Schädigung minimiert wird.

Was dies für die einzelnen Präparationsschritte bedeutet, wird im Folgenden beschrieben.

Man sollte die Probe derart **schneiden**, dass sich eine äußerst flache Oberfläche ergibt. Um einen hohen Deformationsgrad und hohe Temperaturen, die das Material modifizieren könnten, zu vermeiden, ist es angebracht, Schneidwerkzeug und Kühlmittel sorgfältig auszuwählen.

Zum **Einbetten** empfiehlt sich leitfähiges Einbettmittel, da es sich problemlos im Rasterelektronenmikroskop verwenden lässt. Das ist wichtig, weil die Präparation häufig korrigiert werden muss. Aber das ist erst nach einer EBSP-Überprüfung zu erkennen. Dann ist es einfacher, als wenn die Probe schon ausgebettet ist, weil sich so nur die letzten Schritte bzw. der letzte Schritt wiederholen lassen.

Das **Schleifen** sollte in einem Arbeitsgang erfolgen und direkt mit einer möglichst feinen Körnung beginnen. Sehr oft verwendet man SiC-Papier 1200er Körnung. Der ausgeübte Druck sollte möglichst gering sein. Bei weichen Metallen ist eine Wachsschicht auf dem SiC-Papier hilfreich. Unter Umständen werden andere Kühlmittel als Wasser eingesetzt.

Beim **Polieren** sind ein geringer Druck und eine niedrige Rotationsgeschwindigkeit von Vorteil, da die Präparation bei solchen Bedingungen sanfter verläuft. Der Druck lässt sich normalerweise leicht kontrollieren. Aber die Rotationsgeschwindigkeit ist meistens auf 150 Upm fixiert. In den meisten Fällen ist dies aus Gründen der Zeitersparnis akzeptabel. Es gibt auch einige Geräte bei denen sich die Rotationsgeschwindigkeit des Poliertuches bis auf Null herunterdrehen lässt. Aber das hat auch einige Nachteile: Vor allem eine nicht unerhebliche Verlängerung der Polierzeit und nicht optimale Polierbedingungen [00Gee], [01Kat].

Der wichtigste Präparationsschritt für die EBSD ist die **Endpolitur**. Die Verwendung einer *kolloidalen Siliciumdioxid-Suspension* ist für die Endpolitur in vielen Fällen die beste Wahl. Dabei liegt die Polierzeit hier über den sonst für die Standardpräparation typischen Zeiten. Da der Verbrauch an Poliermittel hoch ist und der Einsatz menschlicher Arbeitskraft für die Zugabe von Siliciumdioxid-Suspension nötig wird, ist die traditionelle Rotations-Poliermaschine manchmal nicht sehr praktisch. Und es kann vorkommen, dass ein Relief entsteht. Aber normalerweise, wenn die Höhendifferenz nicht zu groß ist, ist dies für die Orientierungsabbildung mit EBSD nicht sonderlich störend.

Die beste Lösung bietet der *Vibrations-Polierer*. Ein Gerät, das für Laboratorien, in denen EBSD-Präparationen für verschiedene Metalle oft benötigt werden, sehr zu empfehlen ist. Es liefert fast immer eine wirklich störungsfreie Oberfläche [62Pet]. Um die Präparationsgeschwindigkeit zu erhöhen, können geringe Mengen von Ätzmittel zugegeben werden.

Manchmal sollte auch eine *Politur mit Aluminiumoxid* einbezogen werden, und dies in der Regel in zwei Schritten mit unterschiedlicher Partikelgröße. Dadurch lässt sich bei härteren Metallen und intermetallischen Verbindungen die Polierzeit erheblich reduzieren.

Es wurde bereits erwähnt, dass der Siliciumdioxid-Suspension etwas Ätzmittel zugegeben werden kann. Dabei sind Ätzmittel, die die Korngrenzen angreifen, geeigneter als solche die

die Kornfläche angreifen, da so die induzierte Rauigkeit sehr gering gehalten werden kann. Gefüge-Entwicklung wird nicht benötigt, da der Kontrast durch die Orientierungsunterschiede gegeben ist. Daher genügen auch wirklich kleine Mengen.

Ätzpolieren, also abwechselndes Ätzen und Polieren, kann bei einigen Materialien sehr gute Ergebnisse bringen., besonders bei einer Tendenz zum Schmieren und/oder einer hohen Deformationstiefe. Als hilfreich erweist sich auch das Ätzen zwischen den Polierstufen und in jedem Fall hilft es Zeit zu sparen. Bei der Auswahl eines unterstützenden Ätzmittels ist der Aspekt, dass jegliche Schichtbildung auf der Probenoberfläche zu vermeiden ist, äußerst wichtig.

Elektolytisches Polieren ist eine weitere Methode, die eine störungsfreie Oberfläche ergibt. Durch ein vorhergehendes, vorsichtiges mechanisches Polieren der Probe lassen sich die Ergebnisse weiter verbessern. Feines Schleifen genügt allerdings oftmals und spart zusätzlich Zeit.

Das *chemische Polieren* ist ein sehr schneller und einfacher Weg. Dabei hängt die Oberflächenqualität, was die Rauigkeit angeht, stark von der tatsächlich vorliegenden chemischen Zusammensetzung und von der Art der Herstellung ab. Ein leichtes Ätzen der Probe (nach vorausgegangener Politur runter bis $0,25\mu\text{m}$ oder sogar $1\mu\text{m}$) kann sehr gute Ergebnisse liefern. Da eine „normale“ Ätzung für EBSD meist schon zu stark ist, wird eine schwache Ätzmethode bevorzugt, bzw. die Zeit und/oder Temperatur reduziert.

Generell lässt sich für alle Arten der chemischen Behandlung sagen, dass sie keine Schicht auf der Oberfläche zurücklassen und die induzierte Rauigkeit minimal sein sollte. Eine zu raue Oberfläche bringt Probleme mit Schatteneffekten, wegen der unterschiedlichen Absorption der rückgestreuten Elektronen, da die Probe in der Probenkammer des Rasterelektronen-mikroskops, um eine maximale Intensität zu erhalten, 70° geneigt wird.

Neben diesen chemischen Methoden lassen sich auch mit physikalischen gute Ergebnisse erzielen. Bei Metallen mit einer hohen Sauerstoffaffinität, wie Beryllium, Aluminium, Titan, bildet sich auf der Oberfläche eine dünne Oxidschicht, die stören kann. Es empfiehlt sich daher die Probe erst kurz vor dem EBSD-Abbildern im REM zu präparieren. *Ionenstrahl- oder Plasmareinigen* können für die Beseitigung der Oxidationsschicht geeignet sein. Vor allem für die Messung „alter“ Proben ist dies eine gute Alternative, denn dann muss nicht die gesamte Präparation wiederholt werden.

Ionenstrahl-Polieren und Ionenstrahl-Ätzen werden ebenfalls sehr erfolgreich eingesetzt. Allgemein gilt, dass die Strahlungsenergie niedrig (ca. 1 kV oder weniger) sein sollte, damit sie nicht zusätzliche Schäden verursacht. Dies impliziert längere Präparationszeiten, die sich

aber auch besser kontrollieren lassen. Man sollte sehr darauf achten, dass keine unidirektionalen Präparationseffekte, die mit der Strahlrichtung zusammenfallen, entstehen. Dieses Problem besteht nicht, wenn die Probe während des Vorgangs rotiert.

Durch *Wärmebehandlung* lassen sich Verzerrungen, die aufgrund des mechanischen Polierens entstanden sind, verringern. Dabei müssen zwei Aspekte beachtet werden:

Erstens muss die Temperatur niedrig genug sein, um nicht zu einer Veränderung der Mikrostruktur zu führen. Zweitens sollte dies nur unter Vakuum oder in einer Schutzgas-Atmosphäre ausgeführt werden, da sich sonst Oxidschichten bilden können.

Die oben erörterten Methoden sind in einem Schema (Abb. 4-2-3) zusammengefasst.

Die Untersuchung von Keramiken mit EBSD ist etwas delikater und noch lange nicht so routiniert wie es bei metallischen Werkstoffen inzwischen der Fall ist. Dies hängt im Besonderen auch mit der Probenpräparation zusammen. Darauf wird detailliert im praktischen Teil eingegangen (s. 5.5.2 und 5.5.3).

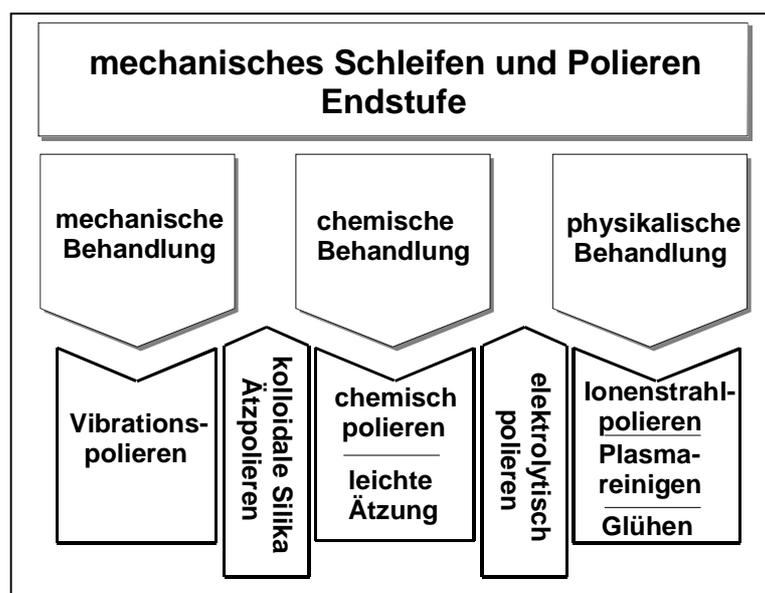


Abbildung 4-2-3: Präparationsstrategien für EBSD

Patternqualität als Maß für Präparationsqualität

Oben wurde bereits erwähnt, dass eine Oberflächen-Restverformung zu Unschärfe und geringem Kontrast des jeweiligen Patterns führt. Dadurch ist es möglich, von der Patternqualität auf die Präparationsqualität rückzuschließen [01Kat].

Eine verlässliche automatische EBSD-Abrasterung ist nur möglich, wenn die EBSPs qualitativ gut (Kontrast) sind, so dass sie vom Computer erkannt werden können. In den kommerziellen Softwarepaketen gibt es einen Parameter, um dies zu quantifizieren. Die

Durchschnittshöhe der in der Hough Transformation ermittelten Spitzen kann als Qualitätsparameter benutzt werden [98TSL], [94War] (s. auch 2.2.2).

Es sei erwähnt, dass der so definierte Pattern-Qualitäts-Index (PQI) auch in Abhängigkeit zu anderen Faktoren steht wie kristalliner Symmetrie, Orientierung etc. Wenn auch kein absolutes, so ist er doch ein gutes Maß für die Verzerrung im Diffraktionsvolumen eines bestimmten Materials (Abb. 4-2-4). Für automatische Scans ist ein PQI über 80 wünschenswert. Aber es können auch EBSD mit einem viel niedrigeren PQI genauso korrekt erfasst werden abhängig von der Kristallsymmetrie und der Orientierung.

Ein interessantes Experiment wäre es, in einem Querschnitt den PQI nach den einzelnen Präparationsschritten auf einer Karte festzuhalten. Dabei sollte es möglich sein, die Tiefe der Störungszone verschiedener Materialien in Abhängigkeit von ihrer Behandlung zu erkennen. Einige Anstrengungen in diese Richtung wurden schon unternommen, allerdings nicht unter Berücksichtigung des Aspektes der Probenpräparation [01Bis]. Für eine weitere Optimierung der Präparationsverfahren wäre dies sehr hilfreich.

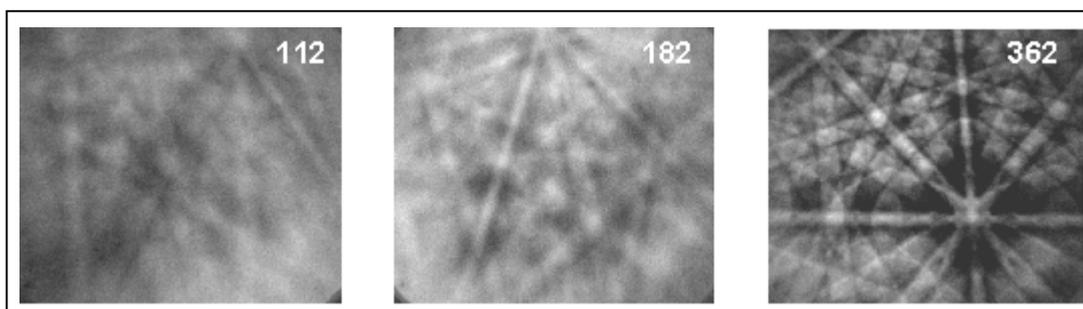


Abbildung 4-2-4: EBSD unterschiedlicher Qualität infolge von unterschiedlicher Präparation, Eisen

Im folgenden (Tabellen 4-3-1 bis 4-3-14) sind verschiedene erfolgreiche Präparationswege für bestimmte Metalle, intermetallische Verbindungen und Keramiken in Tabellenform zusammengefasst. Materialklassen werden durch ihre chemische Zusammensetzung definiert, das heißt Hauptkomponente(n) und Phase. Innerhalb einer Klasse weichen Materialien hauptsächlich durch ihre unterschiedliche Herstellungsgeschichte voneinander ab. Diese resultiert in unterschiedlichen Mikrostrukturen und, damit verbunden, in einem unterschiedlichen Verhalten bei der Präparation. Dies muss bei der Wahl der am besten geeigneten Präparation genauso berücksichtigt werden wie die zur Verfügung stehenden Geräte und Zeit. Diese Ergebnisse wurden bereits veröffentlicht [98Kat], [01aKat], [01bKat]. Ausgangspunkt war die klassische, metallographische Literatur [84Bec], [91Schu], [96Joh], [99Pet], [99Van], [00Bje] wie auch Quellen, die sich mit der Präparation fürs TEM befassen [70Hei], [77Tho]. Die Ergebnisse sind mit einem repräsentativen EBS-Pattern und dem

entsprechendem PQI illustriert. Außerdem sind die zur Indizierung benutzten kristallographischen Daten angegeben.

4.3 Präparationsvorschriften für metallische Werkstoffe und intermetallische Verbindungen (für keramische Werkstoffe s. 5.5.2, S 152)

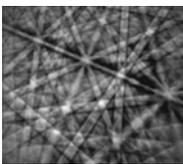
Die benutzten Unterlagen (Poliertücher) und Poliermittel werden hier nicht allgemein sondern mit ihren Markennamen angegeben. Die entsprechende Produktbezeichnung anderer Hersteller ist in [99Pet] zu finden.

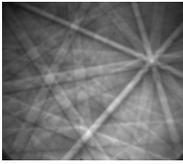
Das Zeichen # bei der Geschwindigkeit (z.B. 75[#]) bedeutet, dass LaboPol-4/LaboForce-1, eine Gerätekombination für besonders sanfte Präparation der Fa. Struers benutzt wurde (s. auch [01aKat]).

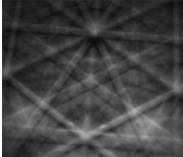
Das Zeichen * beim Poliermittel (z.B. OPS*) bedeutet, dass die entsprechende Präparationsstufe chemisch unterstützt wird. Die Zusammensetzung der Reagenzien ist weiter unten in der Tabelle angegeben.

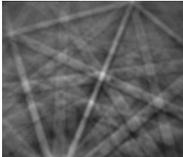
Die Reihenfolge ist mit steigender Härte festgelegt.

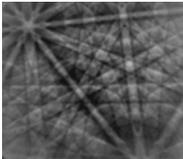
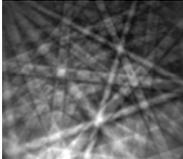
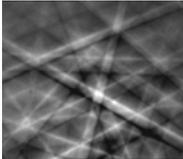
Metalle

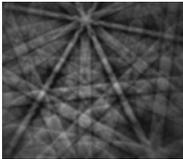
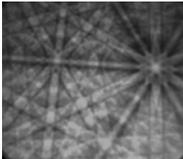
Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [μm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
Sn Tetragonal (D4h) [4/mmm] a = 5,832 Å c = 3,182 Å  PQI = 363	SiC	4000	Ethylenglykol	150 [#]	5	bis plan	
	MD-Pan	6	blau	150 [#]	5	5	
	Ätzung: * = 5 g Ammonium Persulfat + 50 ml dest. Wasser, 10-15 s						
	MD-Mol	3	rot	100 [#]	5	30	
	MD-Chem	OPS*	Wasser, Seife	75 [#]	2,5	10	
	SiC	320	Ethylenglykol	300	20	bis plan	
	MD-Pan	15	blau	150	15	5	
	MD-Pan	6	blau	150	15	5	
	Ätzung: * = 5 g Ammonium Persulfat + 50 ml dest. H ₂ O, 10-15 s						
	MD-Mol	3	rot	100	10	4	
	MD-Chem	OPS*	Wasser, Seife	75	10	2,5	
	SiC	600	Öl	300	10	bis plan	
	Nylon	3	Öl	150	10	5	
	Microcloth	Alumina 0,05	Wasser	150	5	5	
	Leichte Ätzung: * = 25 ml HNO ₃ + 25 ml CH ₃ COOH + 100 ml dest. H ₂ O, 5-15 s						
	SiC	1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan	
	SiC	4000	Ethylenglykol	300	5	5	
	Microcloth	OPS	Wasser, Seife	Vibration	-	30	

Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [μm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
Al Kubisch (kfz) (Oh), [m3m] a = 4,040 Å  PQI = 236	SiC	1200	Wachs; Wasser	150 [#]	5	bis plan	
	MD-Mol	3	grün	150 [#]	5	15	
	MD-Dur	OPS	Wasser, Seife	100 [#]	5	15	
	MD-Nap	OPS	Wasser, Seife	100 [#]	2,5	5	
	SiC	1200	Wachs, Wasser	300	5	bis plan	
	DP-Mol	3	grün	150	5	3	
	G	0,25	grün	150	5	3	
	Leichte Ätzung: * = Keller = 10 ml HF + 15 ml HCl + 25 ml HNO ₃ , bis 15 s						
	oder Ätzpolieren mit OPS und 10 % NaOH, einige min						
	oder OP-Chem	OPS	Wasser, Seife	Vibration	-	-	ca. 60
	SiC	1200	Wachs, Wasser	300	5	5	bis plan
	MD-Mol	3	grün	150	5	5	3
	OP-Chem	OPS	Wasser, Seife	Vibration	-	-	ca. 60
	SiC	4000	Wachs, Wasser	300	10	10	bis plan
	MD-Dur	OPS	Wasser, Seife	150	5	5	3
	MD-Nap	OPS	Wasser, Seife	150	5	5	5
	SiC	2500	Wachs, Wasser	300	5	5	bis plan
	Elektrolytisch polieren: 62 ml HClO ₄ + 700 ml Ethanol + 100 ml Butyl Celusolve + 137 ml dest. H ₂ O, RT						
	oder elektrolytisch polieren: A2 (Struers), RT						
oder elektrolytisch polieren: 5 % HClO ₄ in Ethanol, -25 °C							
oder chemisch polieren: 25 ml H ₂ SO ₄ + 70 ml H ₃ PO ₄ + 5 ml HNO ₃ , 30 s – 2 min, 85 °C							
SiC	1200	Wachs, Wasser	300	5	5	bis plan	
Texmet	3	-	Vibration	-	-	60-240	
Texmet	1	-	Vibration	-	-	120-240	
Microcloth	OPS	-	Vibration	-	-	120-240	
SiC	1200	Wachs, Wasser	150	5	5	bis plan	
Ätzung: * = NaOH, 10 %, einige min							
Texmet	3	-	Vibration	-	-	45-90	
Ätzung: * = NaOH, 10 %, einige min							
Microcloth	OPS	-	Vibration	-	-	60-120	

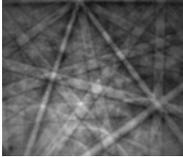
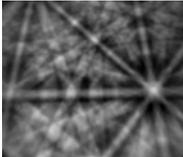
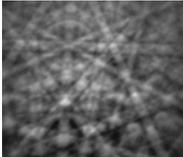
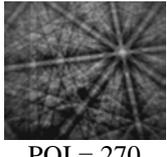
Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [µm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
Zn Hexagonal (D6h), [6/mmm] a = 3,665 Å c = 4,947 Å  PQI = 163	SiC	1200	Ethylenglykol	150 [#]	5	bis plan	
	MD-Mol	3	DiaPlus	150 [#]	5	15	
	MD-Nap	OPU*	Wasser, Seife	100 [#]	5	5	
	* = Nital, 3 %						
	SiC	1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan	
	SiC	4000	Ethylenglykol	300	5	5	
	MD-Mol	3	blau	150	5	5	
	OP-Chem	OPS	-	Vibration	-	60-90	
	SiC	1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan	
	MD-Mol	3	DiaPlus	150	5	3	
	MD-Nap	OPU*	Wasser, Seife	150	5	2	
	* = Nital, 3 %						
	SiC	1200	Wachs, Wasser	300	5	bis plan	
	DP-Dac	3	grün	150	5	5-10	
	Micromant	OPS	Wasser, Seife	150	5	2-3	
	oder elektrolytisch polieren: 800 ml Ethanol, 80 ml Butyl Celusolve, 20 ml dest. H ₂ O + 160 g NaSCN						
	oder chemisch Polieren: 200 g CrO ₃ + 15 g Na ₂ SO ₄ + 50 ml HNO ₃ + 950 ml dest. H ₂ O, 2-10 min, RT						
	Mg Hexagonal (D6h), [6/mmm] a = 3,209 Å c = 5,211 Å  PQI = 166	Wasserkontakt vermeiden, nur mit Ethanol reinigen, DP-A benutzen					
		SiC	2500	Ethylenglykol	150 [#]	5	bis plan
		MD-Mol	3	gelb	150 [#]	5	20
		Ätzung: Nital, 3 % (Isoamylalkohol), 10-20 s					
MD-Nap		1	gelb	100 [#]	2,5	15	
MD-Chem		OPS	Ethanol (1:1)	75 [#]	2,5	15	
SiC		1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan	
SiC		4000	Ethylenglykol	150	5	5	
MD-Nap		OPU	Seife	Vibration	-	60-120	
SiC		1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan	
MD-Largo		9	gelb	150	5	5	
MD-Mol		3	gelb	150	5	5	
MD-Nap		1	gelb	150	5	5	
MD-Chem		OPS	Ethanol (1:1)	150	5	3	
SiC		1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan	
MD-Mol		Alumina 1	Ethanol	150	5	10	
MD-Chem		Alumina 0,05	Ethanol, Seife	150	5	10	
Leichte Ätzung: Nital 2 % oder Oxalsäure 3 %							
SiC		1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan	
Chemisch Polieren: 75 ml HNO ₃ + 25 ml dest. H ₂ O, in 3 s Perioden, ca. 1 min							
oder elektrolytisch polieren: 800 ml Ethanol, 80 ml Butyl Celusolve, 20 ml dest. H ₂ O + 160 g NaSCN							
SiC	1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan		
MD-Dur	6	gelb	150	5	5		
MD-Mol	3	gelb	150	5	5-7		
MD-Chem	OPS*	Ethanol (1:1)	150	5	3		
Zwischenätzung mit * = Nital 2%							

Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [μm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
Cu Kubisch (kfz) (Oh), [m3m] a = 3,615 Å  PQI = 237	SiC	1200	Wasser	150 [#]	5	bis plan	
	MD-Pan	9	DiaPlus	150 [#]	5	15	
	Ätzung: * = 3,3 g FeCl ₃ + 10 ml HCl + 40 ml dest. H ₂ O, einige s						
	MD-Mol	3	DiaPlus	150 [#]	5	45	
	MD-Chem	OPS*	Wasser, Seife	100 [#]	5	30	
	SiC	1200	Wasser	300	5	bis plan	
	Chemisch Polieren: 30 ml HNO ₃ + 10 ml HCl + 10 ml H ₃ PO ₄ + 50 ml CH ₃ COOH, 70°C, 1-2 min						
	SiC	1200	Wasser	300	5	bis plan	
	DP-Dac	3	grün	150	5	10	
	Micromant	OPS*	Wasser, Seife	150	5	2-5	
	SiC	1200	Ethylenglykol	300	5	bis plan	
	DP-Mol	3	grün	150	5	5-10	
	Micromant	OPS*	Wasser, Seife	150	5	3	
	* = Ammoniak oder Kupfer-Ammonium-Chlorid						
	SiC	2500	Wasser	300	5	bis plan	
	OP-Chem	OPS	Wasser	Vibration	-	60-90	
	Al (Li) Kubisch (kfz) (Oh), [m3m] a = 4,040 Å  PQI = 158	SiC	1200	Wasser	150 [#]	5	bis plan
		SiC	4000	Wasser	150 [#]	5	5
MD-Dur		OPS	Wasser, Seife	100 [#]	2,5	25	
MD-Nap		OPS	Wasser, Seife	75 [#]	2,5	60	
SiC		1200	Wasser	300	5	bis plan	
DP-Dac		3	grün	150	5	3-7	
Microcloth		OPS	-	Vibration	-	90-180	
SiC		500	Wasser	300	10	bis plan	
DP-Dac		3	Grün	150	5	5	
OP-Chem		OPS	Wasser, Seife	150	5	1	
Leichte Ätzung: * = Keller = 10 ml HF + 15 ml HCl + 25 ml HNO ₃ , bis 15 s							

Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [μm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
Fe / Stahl Kubisch (krz) (Oh), [m3m] a = 2,766 Å  PQI = 218	SiC	800	Wasser	150 [#]	7,5	bis plan	
	MD-Allegro	6	Wasser	150 [#]	7,5	10	
	MD-Dac	3	blau	150 [#]	blau	15	
	MD-Chem	OPS	Wasser, Seife	100 [#]	5	10	
	SiC	800	Wasser	300	10	bis plan	
	MD-Allegro (Dac)	6	Wasser	150	10	3	
	MD-Dac	3	blau	150	10	5	
	MD-Chem	OPS	Wasser, Seife	150	5	2-3	
	SiC	1200	Wasser	300	10	bis plan	
	DP-Dac	3	grün	150	10	5	
	OP-Chem	OPS	Wasser, Seife	150	5	2-3	
	oder Microcloth	OPS	-	Vibration	1 Gewicht	60-120	
	oder chemisch Polieren: 5 % HF + 15 % H ₂ O + 80 % H ₂ O ₂ , nur mit Ethanol reinigen						
	oder elektrolytisch polieren: 90 % CH ₃ COOH + 10 % HClO ₄ , 20-40 V, 10-30 s, RT						
	oder elektrolytisch polieren: AC2 (Struers) 25 V, 10-30 s, RT						
	oder leichte Ätzung: Nital 2 % (Isoamylalkohol), 30-35 °C, 2-3 min						
	oder leichte Ätzung: Picral, RT, 5 min						
	oder leichte Ätzung: 5 g FeCl ₃ + 50 ml dest. H ₂ O, RT, 50 s						
	oder leichte Ätzung: Zitronensäure (gesättigte Lösung), 50 °C, 2-5 min						
	Ti Hexagonal (D6h), [6/mmm] a = 2,950 Å c = 4,680 Å  PQI = 355	SiC	500	Wasser	150 [#]	10	bis plan
SiC		1200	Wasser	150 [#]	10	20	
MD-Chem		OPS	Wasser, Seife	100 [#]	7,5	90	
SiC		1200	Wasser	300	10	bis plan	
MD-Chem		OPS ^(*)	Wasser, Seife	150	10	15-20	
* = H ₂ O ₂ oder 100 ml dest. H ₂ O + 5 ml H ₂ O ₂ + 2 ml HF							
oder leichte Ätzung: 60 ml H ₂ O + 8 ml H ₂ O ₂ + 32 ml KOH (gesättigte Lösung), 50-60 °C, 1-2 min							
SIC		1200	Wasser	300	10	bis plan	
Elektrolytisch polieren: 60 ml HClO ₄ + 590 ml CH ₃ OH + 350 ml Butyl Cellulolve							
Be Hexagonal (D6h), [6/mmm] a = 2,290 Å c = 3,580 Å  PQI = 350		SiC	1200	Wasser	150 [#]	10	bis plan
	MD-Largo	9	DiaPlus	150 [#]	10	10	
	MD-Nap	1	rot	150 [#]	10	15	
	Leichte Ätzung: H ₂ SO ₄ , 10 %, einige s						
	SiC	1200	Wasser	300	5	bis plan	
	Chemisch Polieren: 5 % H ₂ SO ₄ + 75 % H ₃ PO ₄ + 7 % CrO ₃ + 11 % H ₂ O, 50 °C, 2-5 min						
	Reinigen in H ₂ SO ₄ (10 %)						
	SiC	1200	Wasser	300	15	bis plan	
	MD-Largo	9	DiaPlus	150	10	5	
	MD-Nap	1	rot	150	10	5	
Leichte Ätzung: H ₂ SO ₄ , 10 %, einige s oder 50 ml HNO ₃ + 50 ml H ₂ O + einige Tropfen HF							

Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [μm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
Ni Kubisch (kfz) (Oh), [m3m] a = 3,520 Å  PQI = 224	SiC	1200	Wasser	150 [#]	15	bis plan	
	MD-Dac	3	grün	150 [#]	10	20	
	LeCloth (LECO)	Alumina 1	Wasser	100 [#]	7,5	20	
		Alumina 0,3	Wasser	100 [#]	7,5	25	
	MD-Chem	OPS	Wasser, Seife	100 [#]	7,5	15	
	SiC	1200	Wasser	300	15	bis plan	
	DP-Dac	6	grün	150	15	5-10	
	DP-Dac	3	grün	150	15	5-10	
	Elektrolytisch polieren: 62 ml HClO ₄ + 700 ml C ₂ H ₅ OH + 100 ml Butyl Cellusolve + 137 ml H ₂ O, 50 V, 10 s						
	SiC	1200	Wasser	300	15	bis plan	
	MD-Dac	3	grün	150	15	4-7	
	(G	0,25	grün	150	15	5-10)	
	(Microcloth	Alumina 0,05	Wasser	Vibration	2 Gewichte	60)	
	MD-Chem	OPS	-	Vibration	2 Gewichte	60-120	
	oder leichte Ätzung: 50 ml CH ₃ COOH + 50 ml HNO ₃ , RT, 5-10 s						
	oder Glühen: 400 °C, 15 min, in Vakuum						
	SiC	1200	Wasser	300	5	bis plan	
	MD-Pan	6	grün	150	5	30	
	MD-Dur	3	grün	150	5	15-20	
	MD-Dur	1	grün	150	5	10	
MD-Chem	OPS	Wasser, Seife	150	5	10		
Mo Kubisch (krz) (Oh), [m3m] a = 3,147 Å  PQI = 276	SiC	1200	Wasser	300	15	bis plan	
	DP-Dac	3	grün	150	15	5-8	
	OP-Chem	OPS*	Wasser, Seife	150	10	5-8	
	OPS* = OPS + verdünnte Murakami-Lösung (1:10)						
	Ionenstrahl-Polieren, 500 V, 30 min (für sehr dünne Folien)						

Intermetallische Verbindungen

Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [μm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
TiAl Tetragonal (D4h), [4/mmm] a = 3,976 Å c = 4,049 Å  PQI = 258	SiC	500	Wasser	150 [#]	10	bis plan	
	MD-Dur	6	blau + H ₂ O ₂ (1:1)	150 [#]	15	35	
	MD-Dur	3		150 [#]	12,5	15	
	MD-Chem	OPS*	Wasser, Seife	75 [#]	7,5	15	
	OPS* = OPS + H ₂ O ₂ + NH ₄ OH = 8:1:1						
	SiC	1200	Wasser	300	15	bis plan	
	MD-Dac	3	grün	150	15	10	
	LeCloth (LECO)	Alumina 1	Wasser	150	10	10	
		Alumina 0,3	Wasser	150	10	10	
	MD-Chem	OPS	-	Vibration	2 Gewichte	120	
RuAl Kubisch (primitiv) (Oh), [m3m] a = 2,950 Å  PQI = 390 Ru Hexagonal (D6h), [6/mmm] a = 2,706 Å c = 4,282 Å  PQI = 247	MD-Pan	15	rot	150 [#]	15	bis plan	
	MD-Dur	6	blau	150 [#]	15	10	
	MD-Dur	3	blau	150 [#]	15	10	
	LeCloth (LECO)	Alumina 1	Wasser	100 [#]	10	20	
		Alumina 0,3	Wasser	100 [#]	10	25	
	MD-Chem	OPS	Wasser, Seife	100 [#]	10	15	
	MD-Pan	15	rot	300	15	bis plan	
	MD-Dur	6	blau	150	15	3-5	
	MD-Dur	3	blau	150	15	3-5	
	LeCloth (LECO)	Alumina 1	Wasser	150	10	8	
		Alumina 0,3	Wasser	150	10	8	
	MD-Chem	OPS	Wasser, Seife	150	10	10	
	SiC	1200	Wasser	300	10	bis plan	
	MD-Pan	6	blau	150	5	30	
MD-Dur	3	blau	150	5	20		
MD-Dur	1	blau	150	5	10		
MD-Chem	OPS	Wasser, Seife	150	5	10		
RhAl Kubisch (primitiv) (Oh), [m3m] a = 2,980 Å  PQI = 270	SiC	800	Wasser	150 [#]	15	bis plan	
	MD-Allegro	6	grün	150 [#]	15	15	
	MD-Dac	3	grün	150 [#]	15	20	
	MD-Dur	1	grün	150 [#]	15	30	
	MD-Chem	OPS	Wasser, Seife	100 [#]	10	30	
	Ätzung: 10 ml HNO ₃ + 100 ml HCl + 50 ml H ₂ O, heiß, 1-5 min						
	SiC	1200	Wasser	300	30	bis plan	
	MD-Allegro	6	grün	150	30	5	
	MD-Dac	3	grün	150	30	5	
	MD-Dur	1	grün	150	25	5	
Ätzung: 10 ml HNO ₃ + 100 ml HCl + 50 ml H ₂ O, heiß, 1-5 min							

5 Überwindung methodischer Schwierigkeiten und Untersuchung EBSD relevanter Gefügeaspekte ein- und polykristalliner Werkstoffe - Anwendungsbeispiele

Im praktischen Teil der Arbeit werden verschiedene Beispiele zur Anwendung der orientierungsabbildenden Mikroskopie vorgestellt.

Es handelt sich um verschiedene Materialien bzw. Materialgruppen, bei denen bestimmte Gefügeaspekte, die mit Hilfe dieser Methode im mikroskopischen Bereich orts aufgelöst und statistisch abgesichert charakterisiert werden können, von besonderem Interesse bzw. großen Einfluss auf ihre Eigenschaften sind. Es wird speziell hervorgehoben, welche Vorteile die orientierungsabbildende Mikroskopie gegenüber anderen Methoden bringt. Außerdem werden methodische Schwierigkeiten diskutiert, die es zu meistern gilt. In manchen Fällen sind auch andere Methoden vergleichend oder ergänzend eingesetzt.

Die Ausführungen sind jeweils folgendermaßen aufgebaut:

In einer **Kurzfassung** sind die experimentellen Arbeiten und deren Schwerpunkt skizziert.

Die **Einleitung** gibt einige Details über die untersuchten Materialien und begründet das Interesse an der Charakterisierung bestimmter Gefügeaspekte.

Experimentelles, methodische Herausforderung gibt die Messbedingungen wieder. Auf besondere Schwierigkeiten, EBSD/OIM anzuwenden und deren Lösung wird hier eingegangen.

Ergebnisse und Diskussion beinhalten die gewonnenen Erkenntnisse, und es wird auf Besonderheiten des Materials eingegangen, die dadurch zum Vorschein gekommen sind.

In **Zusammenfassung und Ausblick** werden noch mal die methodischen Aspekte, die Vorteile und die Bedeutung der orientierungsabbildenden Mikroskopie im Zusammenhang mit den untersuchten Gefügeaspekten der Materialien und die mögliche Richtung weiterführender Arbeiten zusammengefasst.

5.1 Einkristalle

Beispiel: Charakterisierung periodischer Strukturen, erzeugt mittels Laserinterferenz an Silicium-Einkristall

Kurzfassung

Ein Silicium-Wafer (100 orientiert) mit periodischer Linienstruktur, erzeugt mittels Laserinterferenz wird im Vergleich zum unbehandelten Zustand (nicht strukturiert) mittels hochauflösender Röntgen-Einkristall-Diffraktometrie (High Resolution Reciprocal Space Mapping, HR-RSM) und EBSD untersucht. Die entstandene Topographie ist mittels Weißlichtinterferometrie (WLI) quantifiziert. Ziel ist, mögliche durch die Laserbehandlung hervorgerufene Gefügeänderungen im Sinne von Orientierungs- und Spannungszustand aufzudecken.

Materialklasse:	Halbleiter
Gefügestand:	Einkristall
weitere Methoden:	HR-RSM, WLI
methodische Herausforderung:	Untergrundkorrektur, Unebenheit der Probenoberfläche
besondere Vorteile EBSD:	Visualisierung Spannungsverteilung, Orientierungsabweichungen, Desorientierungen – spezielle Korngrenzen

5.1.1 Einleitung

Die Oberflächenstrukturierung von Silicium-Wafern ist wichtig für die *integrated circuit* Technologie und die Erzeugung von Quantenstrukturen (*quantum wire, quantum dot*). Verschiedene Techniken können angewendet werden zur Erzeugung von periodischen Strukturen an Silicium: Ionen- und Elektronenstrahlätzen, Atomlithographie, Röntgenbelichtung [98Jia]. In diesem Beispiel wurde dafür eine Laserinterferenzanlage benutzt. Aufgrund der hohen thermischen Belastung sind neben den Topographie-

Änderungen auch solche im Gefügezustand (Orientierung, Spannungen) zu erwarten. Ziel dieser Untersuchungen ist, diese qualitativ zu verstehen und quantitativ zu erfassen.

5.1.2 Experimentelles, methodische Herausforderung

Als Probenmaterial diente handelsüblicher Silicium-Wafer (100 orientiert).

Das periodische Linienmuster wurde mit der eigens gebauten Laserinterferenzanlage [01Rec] erzeugt. Zur Herstellung der periodischen Mikrostrukturen auf die Materialoberfläche werden mehrere Teilstrahlen eines spektral schmalbandigen, gepulsten Nd:YAG-Hochleistungslasers über einer Substratoberfläche zur Interferenz gebracht. Das so entstandene Interferenzmuster wird in seiner räumlichen periodischen Struktur auf das Substrat übertragen. Somit kann durch die 1:1 Abbildung des Interferenzmusters auf die Probe deren Oberfläche mit einer lateralen Periodizität modifiziert werden. Abb. 5-1-1 zeigt eine schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus. Für weitere Details bzgl. der Anlage s. [00Rec].

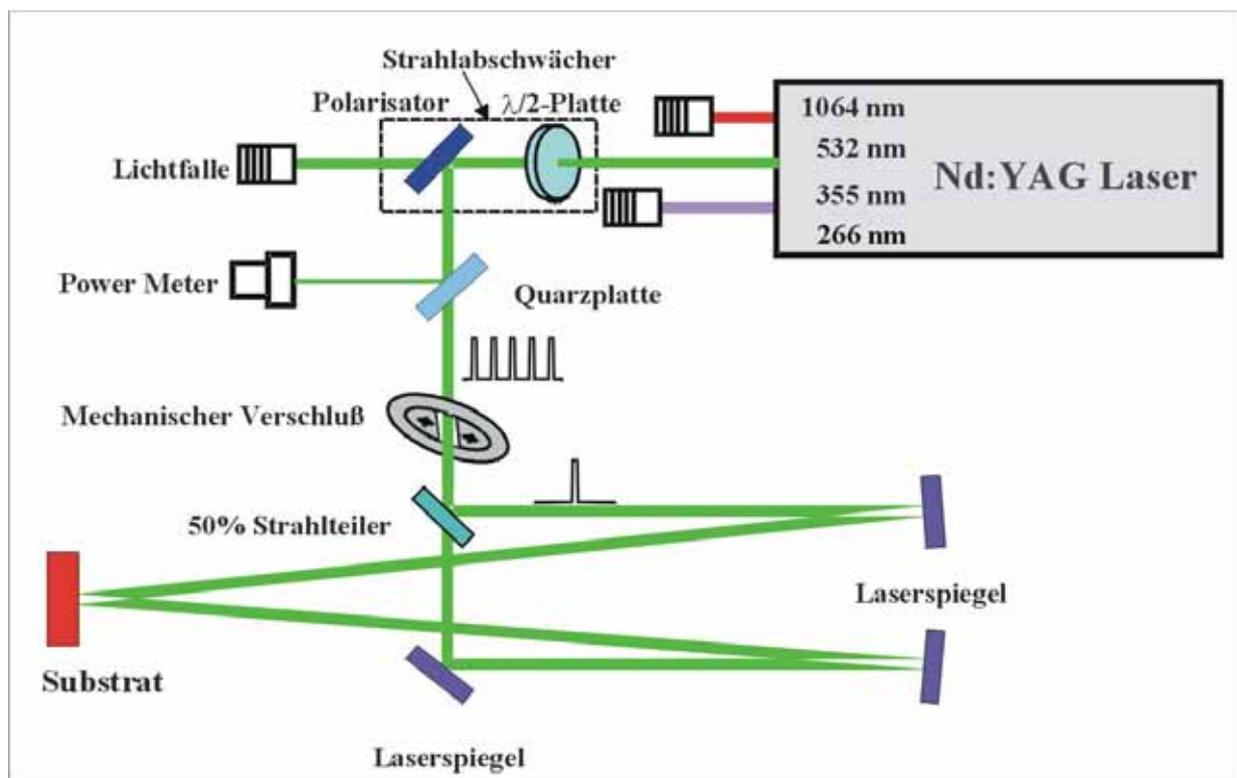


Abbildung 5-1-1: Schematische Darstellung des apparativen Aufbaus zur Laserinterferenz bei Überlagerung zweier Teilstrahlen [00Rec]

Die Charakterisierung der Oberflächentopographie erfolgte mit Hilfe des Weißlichtinterferometers Metro Pro der Fa. Zygo [93Cab], [93Dec], [95Dec].

Die erste Säule der Untersuchungen stellte die hochauflösende Röntgen-Einkristall-Diffraktometrie dar. Es wurden Hochauflösungs-Maps im reziproken Raum (HR-RSM) aufgenommen. Dies erfolgte an einem Philips X'Pert Diffraktometer mit einem 4-Reflex-2-Kristall (4-fach Ge 220) Monochromator ($\text{CuK}_{\alpha 1}$ -Strahlung) primärseitig und Mehrreflex-(Triple-Axis-) Analysator sekundärseitig [89Few], [97Few].

Die Probe wurde so eingebaut, dass die Linien parallel zur x-Richtung des Diffraktometers lagen. Dadurch wurde die Problematik der Welligkeit/Rauhigkeit der Probe durch die Oberflächenstruktur minimiert. Sonst wären Bereiche in Tälern direkt hinter den Bergen aufgrund von Abschattungen nicht erfasst. Zum Vergleich wurden entsprechende HR-RSMs am unbehandelten Silicium-Wafer vorgenommen.

Die OIM-Messungen wurden ebenfalls im unbehandelten und im laserstrukturierten Probenbereich durchgeführt. Um auch hier Abschattungseffekte zu vermeiden wurde die Probe mit den Strukturlinien parallel zur Kippachse (X-Achse im REM) eingebaut. Besonders problematisch ist hier die Aufnahme eines brauchbaren Untergrundbilds. Dem liegen zwei erschwerende Tatsachen zu Grunde: die erheblichen Höhenunterschiede und die Einkristallinität [97Fie]. Normalerweise wird bei polykristallinen Proben der Rastermodus dafür benutzt, so dass möglichst viele Körner erfasst werden und darüber gemittelt wird. Bei einem Einkristall ist das schwierig, da praktisch nur ein Korn vorhanden ist, es kann somit nicht gemittelt werden. Auch im Rastermodus erscheint bei Einkristallen auf dem Phosphorschirm das entsprechende EBSP. Falls dieses Bild vom EBSP im Punktmodus des Elektronenstrahls subtrahiert wird, bringt das überhaupt nichts, da dadurch sämtliche Merkmale verwischen und praktisch kein EBSP mehr zu erkennen ist. In sehr kritischen Fällen empfiehlt es sich eine amorphe Kohlenstoffschicht aufzubringen [99Now]. Zusätzlich erschwert wird das Ganze durch die Unebenheit der Probenoberfläche, die im strukturierten Bereich auf jeden Fall gegeben ist. Das Problem wurde dadurch gelöst, dass als Untergrundbild eines im Rastermodus etwas außerhalb des Fokus aufgenommen wurde. Trotzdem ist die erreichte Patternqualität schlechter als die entsprechende bei polykristallinen Materialien. Sie ist jedoch noch ausreichend gut, so dass auch gut differenziert werden kann und gitterverzerzte Regionen entsprechend diffuser und kontrastärmer erscheinen.

5.1.3 Ergebnisse und Diskussion

Prozesse bei der Laserbehandlung

Die Wechselwirkung zwischen Laserlicht und Material wird einerseits von den optischen, physikalischen und chemischen Materialeigenschaften und andererseits von den Laserparametern, wie Intensität, Wellenlänge, Pulsdauer, Kohärenz, Polarisierung und Einfallswinkel bestimmt. Laserinduzierter Materialabtrag kann entweder durch Laserablation oder durch Laserätzen (trocken in der Gasphase oder nass mit flüssigem Ätzmittel) geschehen.

In diesem Fall erfolgte die Laserbehandlung an der Luft, die keinen Einfluss auf den Prozess des Materialabtrags durch gepulste Laserstrahlung hat [86Sri]. Vorherrschend bei Silicium ist der photothermische Ablationsprozess. Ein signifikanter Materialabtrag findet nur statt, wenn die Energiedichte eine bestimmte materialspezifische Schwellenenergie, die sog. Ablationsschwelle, erreicht hat.

Unterhalb der Ablationsschwelle sind nur geringe Änderungen der Oberflächenmorphologie zu beobachten. Hier treten dann Veränderungen der chemischen Zusammensetzung, der Mikrostruktur des Gefüges sowie Defekterzeugung und Materialermüdungserscheinungen auf. Ein Anwendungsbeispiel hierfür ist das Oberflächenveredeln mittels Laserstrahlung durch Gefügeänderungen (martensitisches Umwandlungshärten, Umschmelzen, Glasieren, Schockhärten) und durch Änderung der chemischen Zusammensetzung (Legieren, Beschichten, Dispergieren) [92Hüg], [96Bäu]. Diese Verfahren erfordern nur das lokale Aufschmelzen des Substrats, wobei Verdampfungs- und Ablationserscheinungen unterdrückt werden müssen. Ein weiteres Beispiel ist das lokale Kristallisieren von amorphem Silicium [96Neb], [98Aic], [98Chr], [98Neb].

Zum Verständnis des Vorgangs bei photothermisch initiiertem Ablation soll Abb. 5-1-2 dienen.

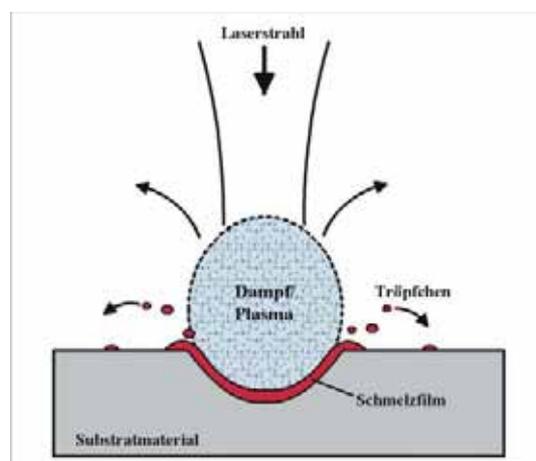


Abbildung 5-1-2: Schematische Darstellung des photothermischen Ablationsprozesses [00Rec]

Ist die Ablationsschwelle erreicht, wird beim Auftreffen des Laserstrahls die Verdampfungstemperatur des Materials überschritten. Es bildet sich neben einem Schmelzfilm eine Verdampfungswolke, die sich in Einstrahlrichtung räumlich ausbreitet. Diese kann aus Clustern, Molekülen, Atomen, Ionen und Elektronen bestehen und deren Dichte wächst mit steigender Laserleistung bis zur Ionisation (Plasmabildung). Durch das adiabatisch expandierende Gas bildet sich eine Druckwelle, die mit hoher Geschwindigkeit die Materialoberfläche verlässt. Durch den Rückstoßdruck dieser Welle zur Materialoberfläche fließt die sich bildende Schmelze zunächst radial nach außen, um dann radial am Rand ausgetrieben zu werden. Die herausgeschleuderten Partikel kondensieren danach wieder an der Oberfläche. Es bleibt eine merkliche Vertiefung mit seitlicher Wallbildung im Substratmaterial zurück (Krater).

Eine Substratbelichtung mit einer lateral periodischen linienförmigen Intensitätsverteilung führt bei eingestellten Ablationsbedingungen zu einem Muster aus periodischen Vertiefungen (Gräben) auf der Substratoberfläche (s. Abb. 5-1-3). Die Intensität I_{thr} repräsentiert dabei die Ablationsschwellenenergiedichte.

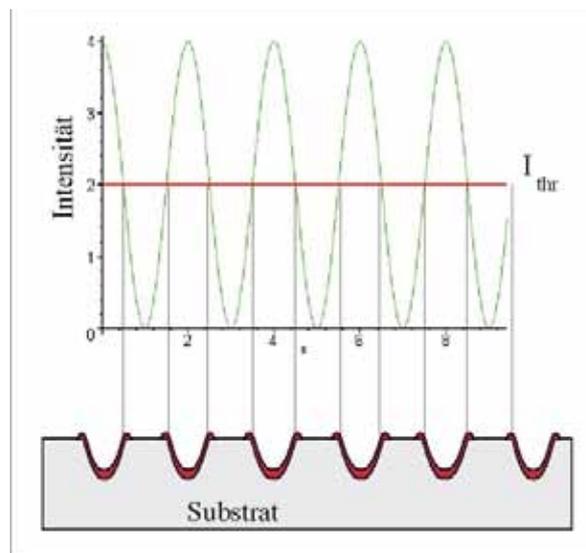


Abbildung 5-1-3: Schematische Darstellung der Strukturentstehung [00Rec]

Die Täler der Linienstruktur sind dabei in einer einheitlichen Tiefe angeordnet, wobei auf den Strukturspitzen kleine verfestigte Schmelztröpfchen zu erkennen sind. Dies kann damit erklärt werden, dass aus den ablatierten Bereichen Schmelze nach außen fließt (Konvektion), die sich ähnlich einem Kraterwall links und rechts der Ablationslinien wiederverfestigt. Auf den entstandenen Strukturspitzen zieht sich die Schmelze aufgrund ihrer Oberflächenspannung zu kleinen Tröpfchen zusammen, die sich aufgrund der schnellen Abkühlbedingungen wiederverfestigen.

Bei der Laserbehandlung der untersuchten Probe wurde mit einer Energiedichte von $1,1 \text{ J/cm}^2$ (Ablationsschwelle Si: $0,45 \text{ J/cm}^2$) die Schmelztemperatur des Siliciums von ca. 1690 K überschritten; dies führte zu einem sich rechtwinklig zu den Interferenzlinien ausbreitenden Schmelzfluss.

In Abb. 5-1-4 ist ein WLI-Bild des strukturierten Bereichs dargestellt.

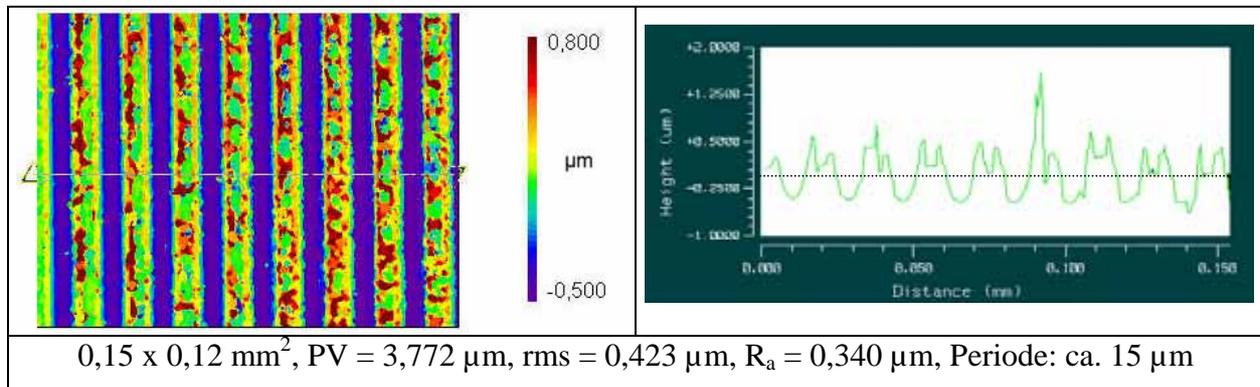


Abbildung 5-1-4: Weißlichtinterferenzmikroskopische Aufnahme des strukturierten Bereichs

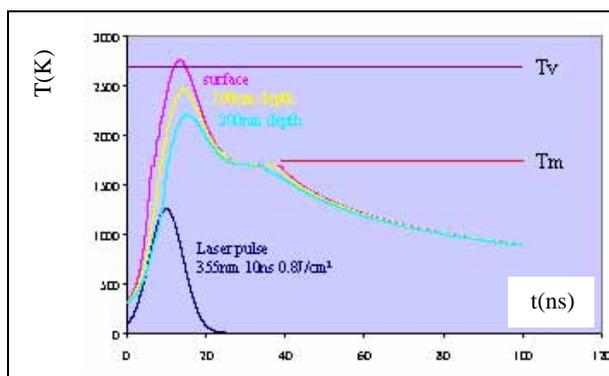


Abbildung 5-1-5: Temperaturverteilung in verschiedenen Tiefen (Simulation, 1dim) [01Liu]

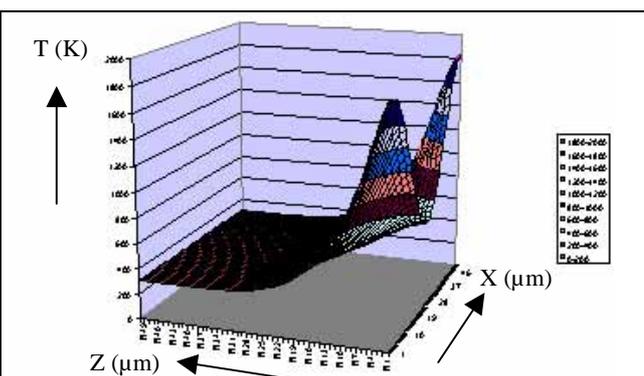


Abbildung 5-1-6: Temperaturverteilung (Simulation, 2dim) [01Liu]

Abb. 5-1-5 stellt eine Simulation (eindimensional) der Temperaturverteilung über die Zeit in verschiedenen Tiefen im Material dar. Die höchste Temperatur wird an der Oberfläche erreicht, und diese Region erstarrt auch zuletzt. Dabei gilt die Annahme, dass es an der Oberfläche zu keinem Wärmeverlust kommt, was für gepulste Laserstrahlung im Nanosekunden-Bereich angebracht ist. In den Kurven wird jeweils ein Plateau beobachtet. Dies ist darin begründet, dass die Erstarrung längere Zeit beansprucht als das Schmelzen. Die ist einleuchtend, da es sich um Ordnungsprozesse handelt, insbesondere wenn die Konvektion berücksichtigt wird. Im zweidimensionalen Fall mit Berücksichtigung des Orts (Abb. 5-1-6) wird ebenfalls deutlich, wie schnell die Temperatur in der Tiefe im Vergleich zu den lateralen Richtungen abfällt. Dies hängt mit der starken Absorption im Material zusammen. Die Temperaturverteilung entspricht im Grunde der Intensitätsverteilung. Sie ist auch abhängig

von der Periode [01Liu]. Die aus den Simulationen berechnete Ablationsschwelle liegt bei $0,3 \text{ J/cm}^2$ (1dim) bzw. $0,55 \text{ J/cm}^2$ (2dim). Experimentell wurde $0,6 \text{ J/cm}^2$ gefunden, was sehr nah an der zweidimensionalen Betrachtung ist.

Theoretische Überlegungen zum Spannungszustand lassen Druckspannungen in den erschmolzenen und wieder erstarrten Bereichen erwarten, während die nicht modifizierten Regionen unter Zugbelastung stehen müssten. Beim Aufschmelzen dehnt sich das Material erheblich, dadurch gerät die Umgebung unter Druckspannung. Beim Erstarren zieht sich das Material stark zusammen und die Spannungssituation wird umgekehrt.

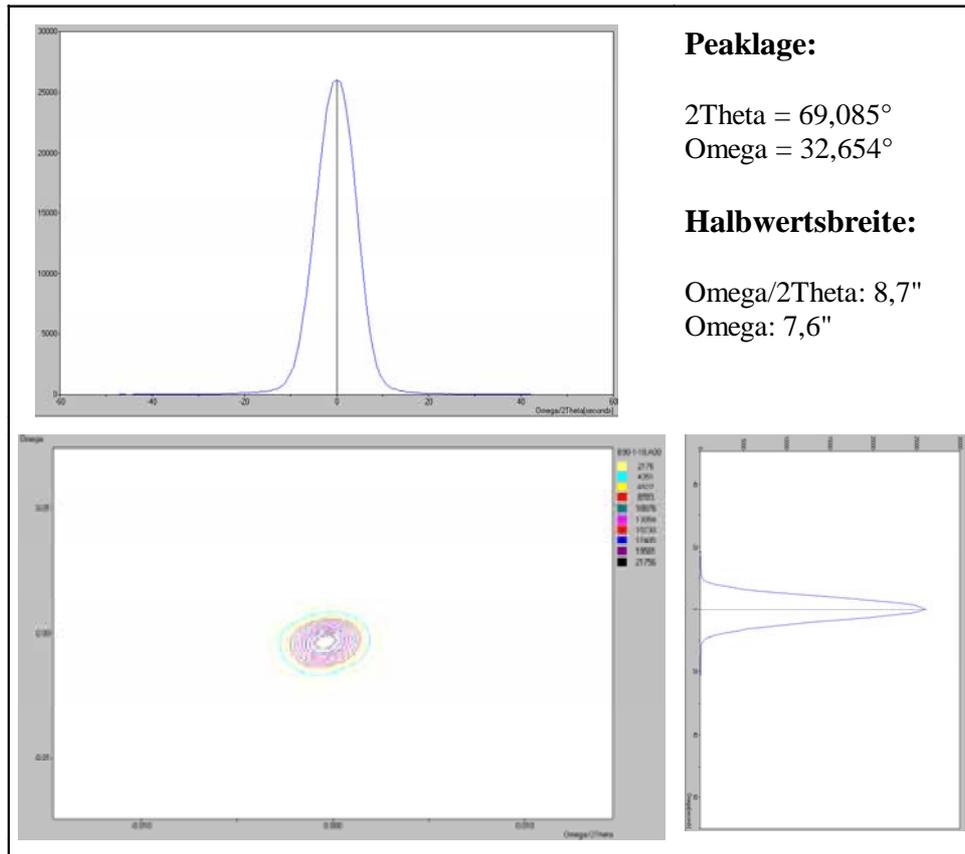
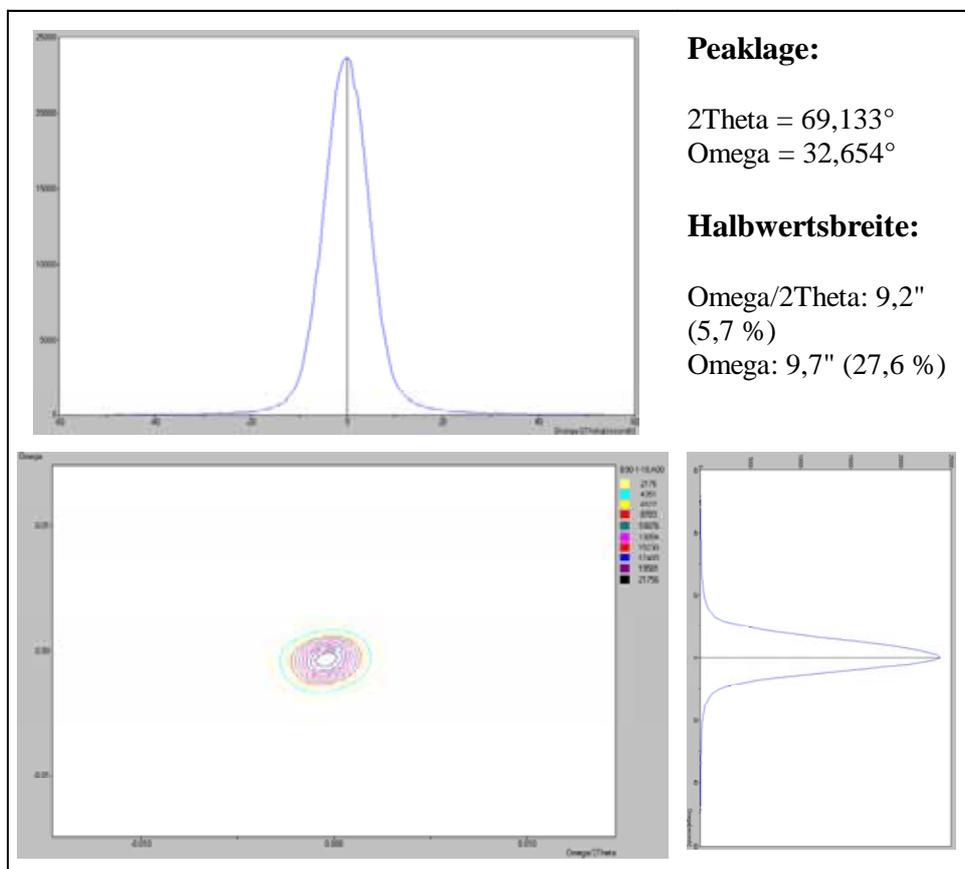
Orientierungsänderungen sind auch zu erwarten, da es sich durch die Materialkonvektion um Erstarren an einer anderen Stelle handelt. Dies geschieht so schnell, dass möglicherweise keine Zeit zum Ausrichten da ist.

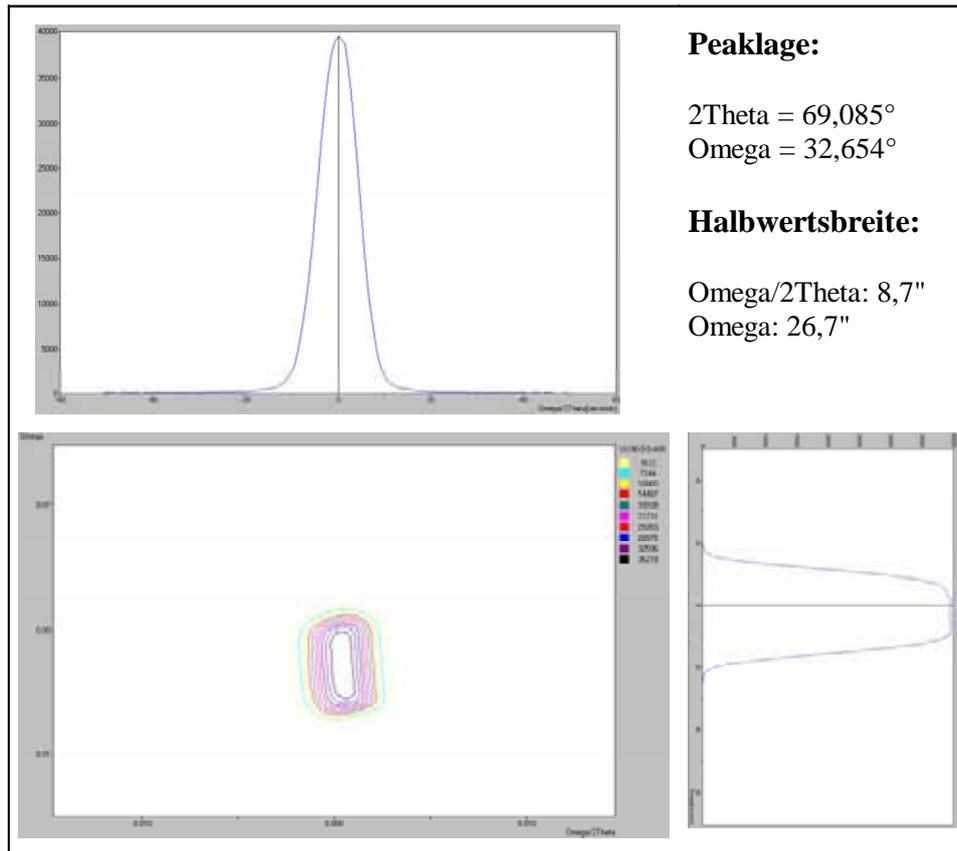
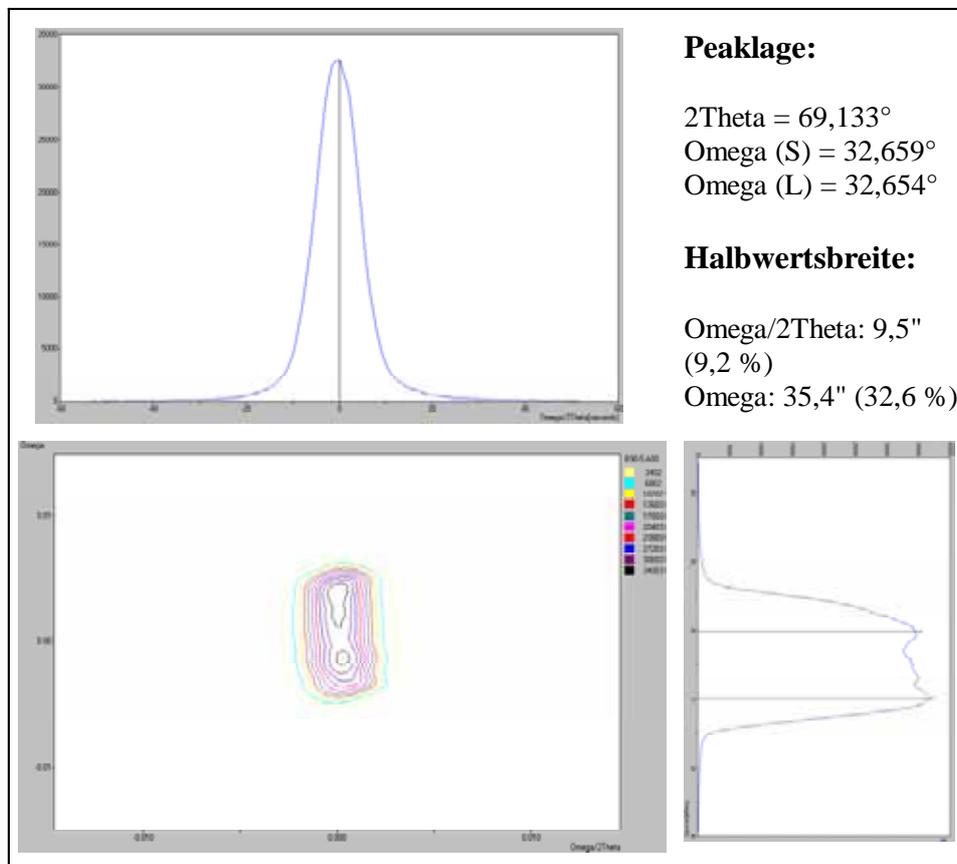
Hochauflösende Röntgen-Einkristall-Diffraktometrie

Ein Vergleich der HR-RSMs der nicht behandelten und der mit Laserlicht behandelten Region zeigt eine Verbreiterung sowohl in ω von $2,1''$ (27,6 %) als auch in $\omega/2\theta$ von $0,5''$ (5,7 %) (s. Abb. 5-1-7 und 5-1-8). Der Strahlquerschnitt wurde mittels Kreuzschlitzblende auf $1 \times 1 \text{ mm}^2$ eingestellt.

Im Idealfall wird ein perfekter Einkristall als ein Punkt im reziproken Raum abgebildet. Bei realen Einkristallen hat der Punkt im reziproken Raum eine endliche Ausdehnung. In unserem Fall entspricht dies der unbehandelten Region. Die Strukturierung führt zu einer weiteren Verbreiterung (Abb. 5-1-8). Dies kann auf die Verbiegung der Probe durch die thermische Belastung zurückgeführt werden. Dafür spricht auch die Tatsache, dass keine weiteren Maxima zu erkennen sind.

Wird der beitragende Probenbereich durch Öffnen der Blende vergrößert, verändert sich auch das Bild im reziproken Raum. Interessant ist hier die signifikantere Verbreiterung in ω ($8,7''$, 32,6 %) und das Vorhandensein von zwei Maxima $18''$ voneinander entfernt (s. Abb. 5-1-9 und 5-1-10). Dies würde für Orientierungsänderungen sprechen. Die zwei Maxima, die symmetrisch um die Mapmitte sind, deuten auf eine geringfügige Verkippung der 001-Richtung in beide Richtungen. Das könnte mit dem symmetrischen Konvektionsfluss zusammenhängen, d.h. dass die Schmelzmasse von zwei verschiedenen Seiten „hochgetrieben“ wird. Dass die Maxima nicht besonders ausgeprägt sind, kann durch die Überlagerung der Verbiegungseffekte erklärt werden. Auch die Verbreiterung in $\omega/2\theta$ ist hier bedeutender ($0,7''$, 9,2 %). Aus der Lage des 004-Reflexes ergibt sich für die Dehnung $\varepsilon = \Delta d/d_0 = -6,1 \cdot 10^{-4}$ (d_0 – unbehandelt).

Abbildung 5-1-7: HR-RSM vom unbehandelten Bereich, Kreuzschlitzöffnung: $1 \times 1 \text{ mm}^2$ Abbildung 5-1-8: HR-RSM vom laserstrukturierten Bereich, Kreuzschlitzöffnung: $1 \times 1 \text{ mm}^2$

Abbildung 5-1-9: HR-RSM vom unbehandelten Bereich, Kreuzschlitzöffnung 5x5 mm²Abbildung 5-1-10: HR-RSM vom laserstrukturierten Bereich, Kreuzschlitzöffnung: 5x5 mm²

EBSD

Mittels EBSD wurde eine Region von $360 \times 180 \mu\text{m}^2$ im strukturierten und unbehandelten Bereich der Probe vermessen. In Abb. 5-1-11 ist die nach Patternqualität schattierte Gefügekarte des strukturierten Bereichs.

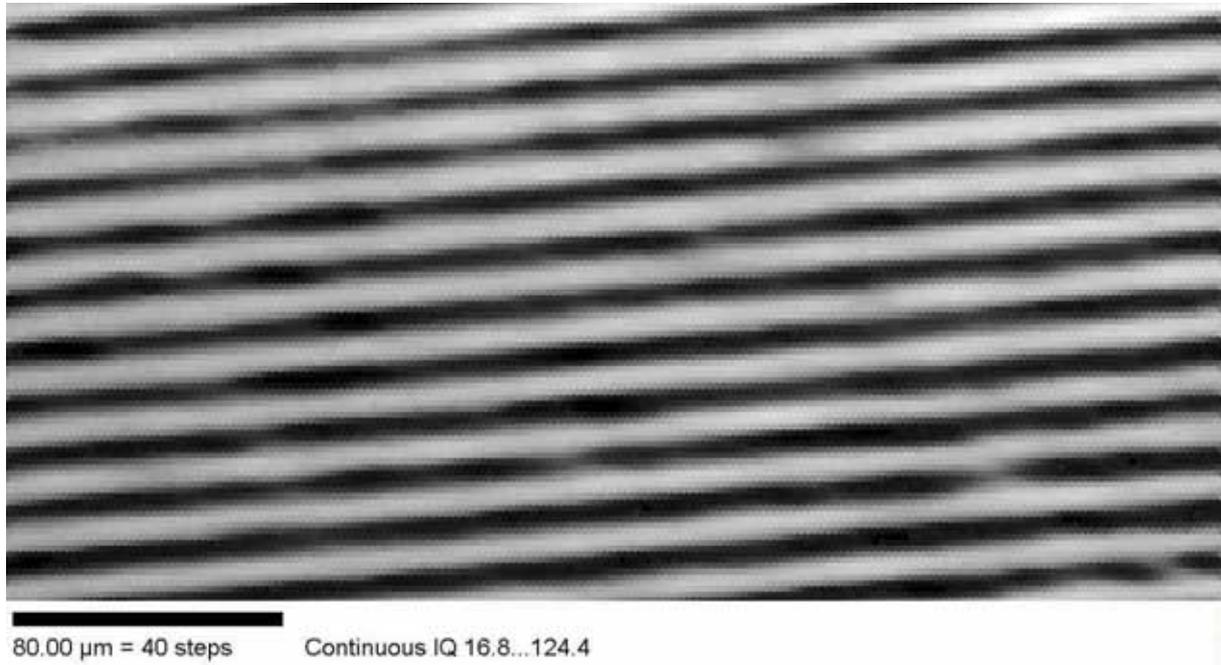


Abbildung 5-1-11: Gefügekarte der laserstrukturierten Region, Schattierung nach Patternqualität

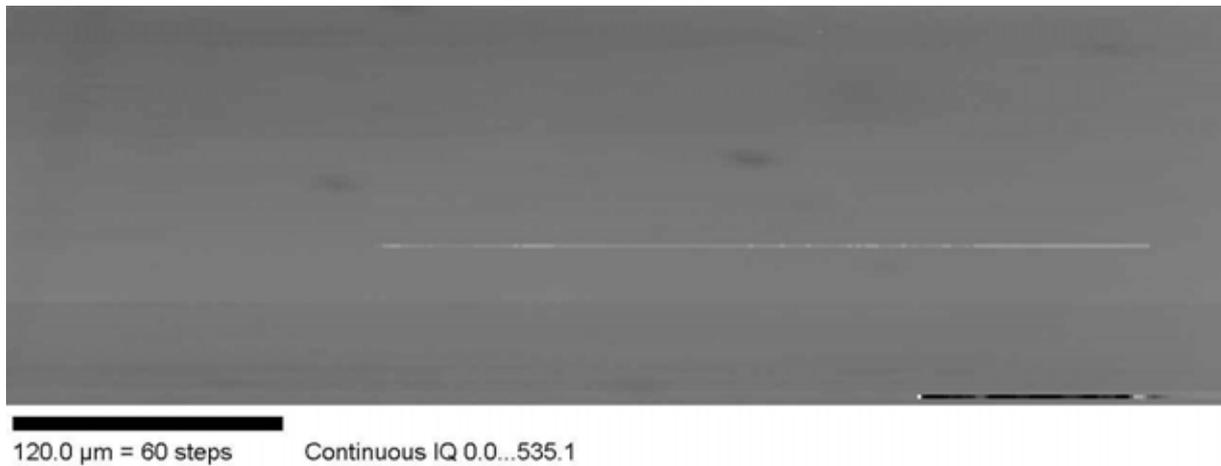


Abbildung 5-1-12: Gefügekarte der unbehandelten Region, Schattierung nach Patternqualität

Das Linienmuster ist deutlich erkennbar. Leider war es nicht möglich, die Probe vollständig auszurichten, da für die Messungen ein Probenhalter mit vorgegebener Kippung benutzt wurde. Dunklere Bereiche entsprechen einer schlechteren Patternqualität, die hier auf Spannungen im Kristallgitter zurückgeführt werden kann. Sie entsprechen den Bergen in der Struktur. Auch wenn keine absolute Aussage möglich ist, so erlaubt doch diese Art von

Information eine Visualisierung der Spannungsverteilung. Die Verteilung der PQI-Werte weist eine deutliche Spaltung in zwei Fraktionen auf, was beim Wafer im Ausgangszustand nicht der Fall ist (Abb. 5-1-13). Ähnliches wird auch bei nicht vollständig rekristallisierten Materialien beobachtet [99Wri]. Da entsprechen die zwei Fraktionen der rekristallisierten bzw. nicht rekristallisierten Bereiche. Insgesamt liegen die PQI-Werte im Ausgangszustand höher. Die Schwankungen sind durch äußere Einflüsse zu erklären (Strahlstabilität, Veränderung des Untergrundbilds über den gerasterten Bereich, etc.). Die helle (ungefähr in der Mitte des Bildes) und die dunkle (unten) Linie deuten auf mitgeschleppte Fremdpartikel hin, die zu Aufladungen, Überstrahlungen, Abschattungen, etc. führen können.

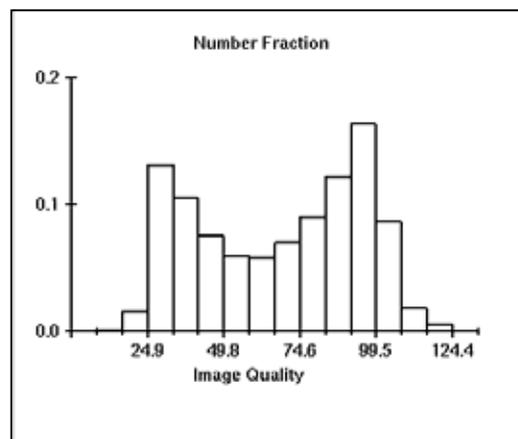


Abb. 5-1-13: Patternqualitätsindex(PQI)-Verteilung im laserstrukturierten Bereich

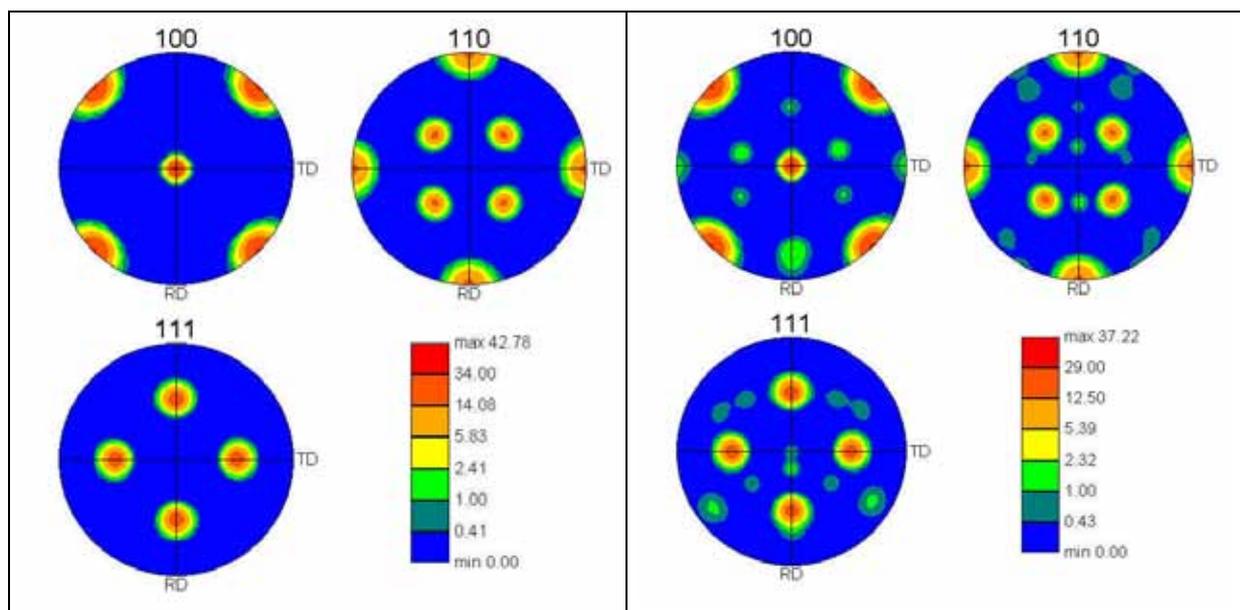


Abbildung 5-1-14: Polfiguren des Si-Wafers, unbehandelt (li.) und laserstrukturiert (re.)

In Abb. 5-1-14 sind die Polfiguren beider Probenbereiche gegenübergestellt.

Auch wenn Polfiguren im Falle von Einkristallen weniger Sinn machen, sind sie doch hilfreich zur Visualisierung des Orientierungszustands. Die Probe ist um 45° um die Oberflächennormale verdreht. Dies wurde in Kauf genommen, da bei der Laserinterferenzbehandlung keine Möglichkeit bestand, sie richtig zu orientieren. Das ändert jedoch nichts an der Aussage über die Orientierungsverteilung. Im laserbehandelten Bereich ist erstens die Intensität der Hauptpeaks deutlich abgesunken, und zweitens sind auch andere Orientierungen vorhanden, offenbar nicht rein zufällig, sondern vorzugsweise bestimmte, was den schwächeren Maxima entspricht.

Die gesammelten Orientierungsdaten können auch in Form einer Pseudo-Rockingkurve zusammengefasst werden, um die Vergleichbarkeit mit röntgenographischen Messungen zu erleichtern (Abb. 5-1-15). Für die Halbwertsbreiten ergeben sich $0,67^\circ$ bzw. $0,71^\circ$. Die Genauigkeit der Orientierungsbestimmung wurde bereits in 2.2.4 diskutiert. Sie ist allerdings zu schlecht ($>1^\circ$) um solch feine Unterschiede aufzulösen [00Dem]. Die Tendenz ist jedoch erkennbar. Insbesondere kommt hier zum Vorschein, dass nicht nur der Hauptpeak breiter wird, sondern auch, dass andere Orientierungen vermehrt vorkommen und zwar bis 90° , während bei der Referenz nach 5° praktisch nichts mehr kommt.

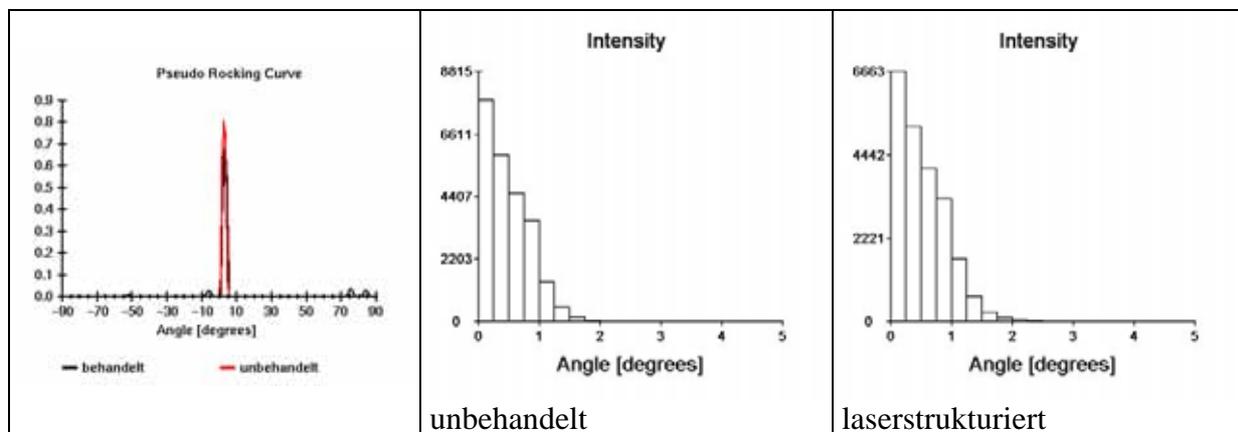


Abbildung 5-1-15: Pseudo-Rockingkurven und Polplots (1dim Schnitt durch die Polfigur parallel zu RD) der 100-Richtung

Wenn die Orientierungsverteilung im Map gemäß der falschen Farben der inversen Polfigur (IPF) dargestellt wird (Abb. 5-1-16), fällt auf, dass die Orientierung im Grenzbereich gehäuft von der des Substrats abweicht. Dies ist einerseits logisch, da das die kritischen Stellen sind. Andererseits sollte erwähnt werden, dass aufgrund der schlechten PQ auch die Verlässlichkeit der Indizierung hier geringer ist. Das spiegelt sich in den Werten des Vertraulichkeitsindex (CI) wider (Abb. 5-1-17).

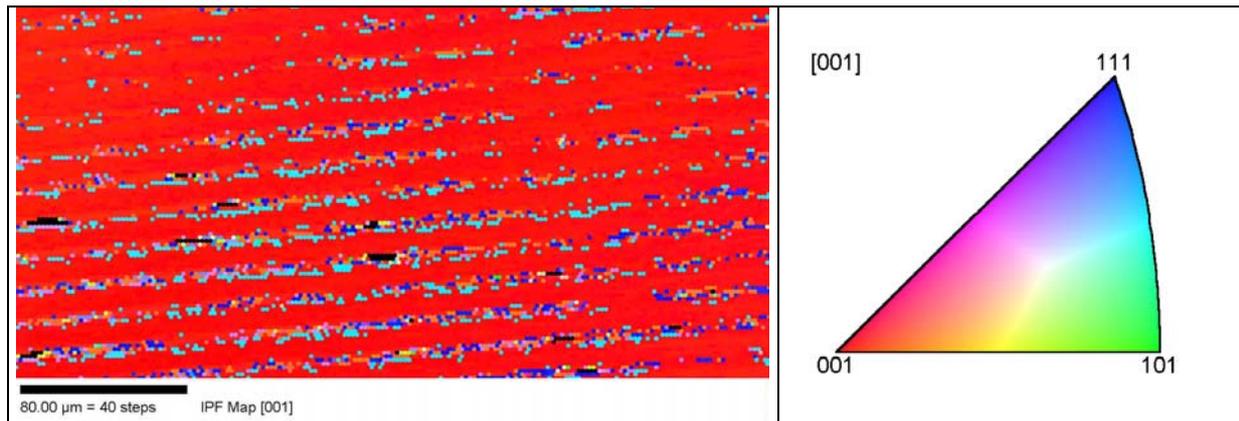


Abbildung 5-1-16: Orientierungskarte der laserstrukturierten Region, Farbenkodierung nach der inversen Polfigur – Einheitsdreieck (re.)

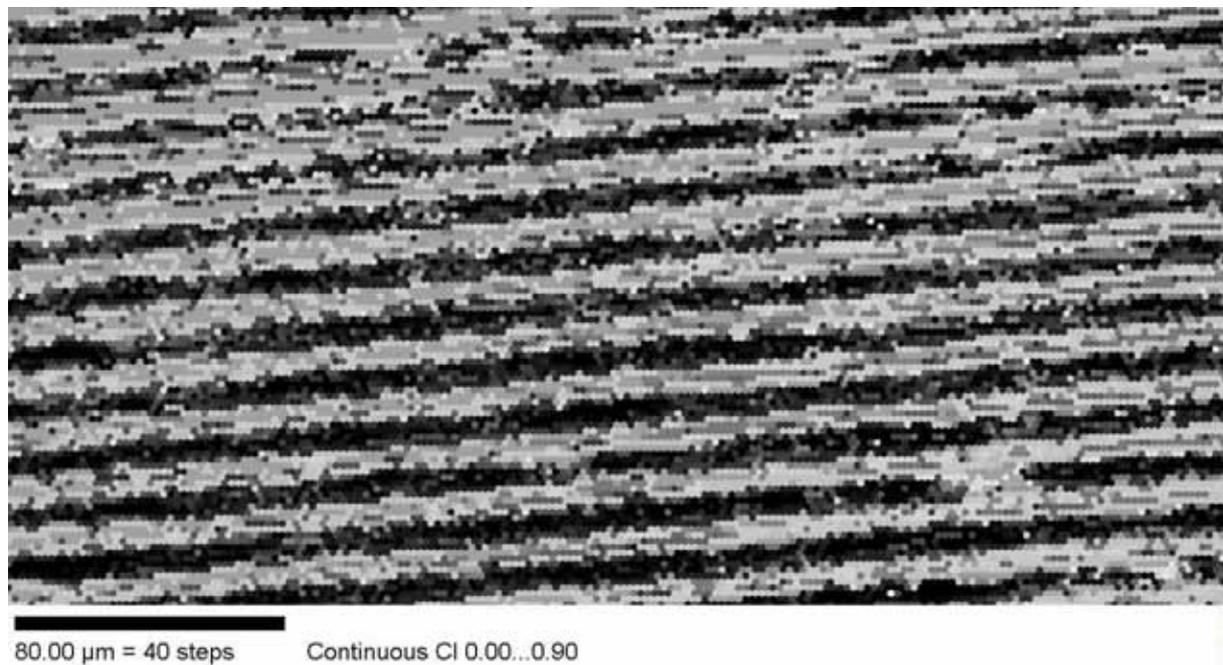


Abbildung 5-1-17: Gefügekarte der laserbehandelten Region, Schattierung nach Vertraulichkeitsindex der Indizierung, CI (s. 2.2.2, S. 24)

Interessant ist allerdings eine andere Erkenntnis, die aus der OIM-Messung herausgezogen wird, nämlich die Desorientierungsverteilung (Abb. 5-1-18). Es stellt sich heraus, dass neben Kleinwinkelkorngrenzen bevorzugt spezielle Coincidence-Site-Lattice(CSL)-Korngrenzen, nämlich $\Sigma 3^n$ ($\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 27$) auftreten. Sie stellen über 40 % aller vorhandenen Korngrenzen dar. Möglicherweise ist die Bildung solcher speziellen CSL-Korngrenzen angesichts der für Silicium typischen Versetzungen begünstigt [00Jon].

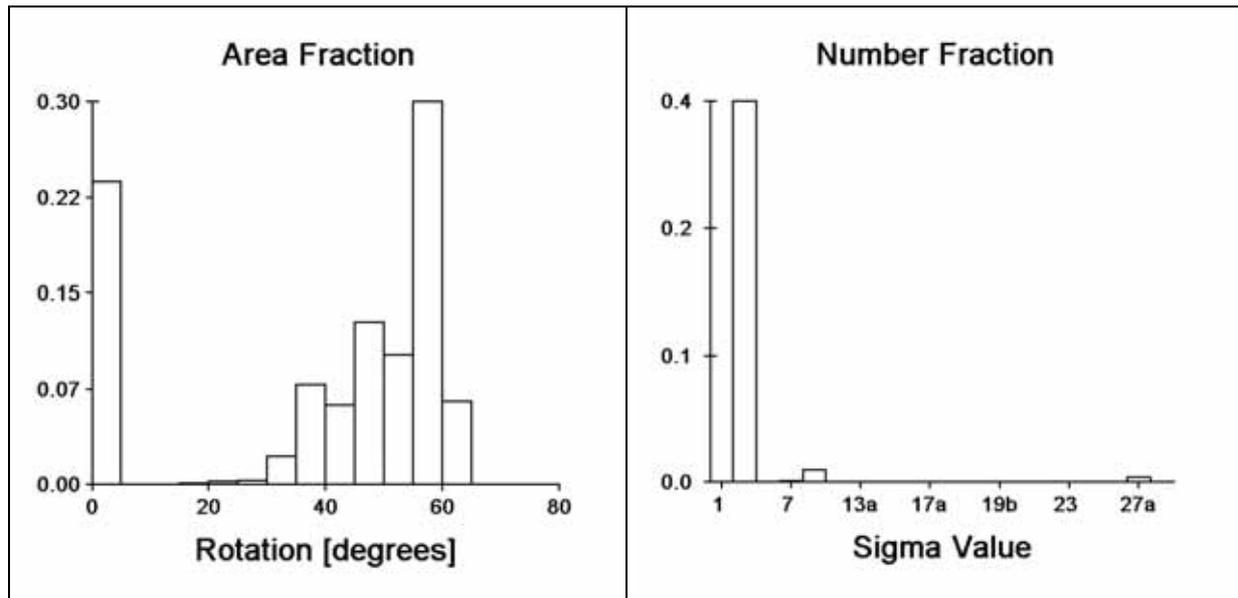


Abbildung 5-1-18: Desorientierungswinkelverteilung und Coincidence-Site-Lattice-Korngrenzen-Statistik (s. 2.1.3, S. 15) im laserstrukturierten Bereich

5.1.4 Zusammenfassung und Ausblick

Um erfolgreiche automatische EBSD-Messungen an der laserstrukturierten Silicium-Einkristallprobe durchführen zu können, mussten zwei Hauptschwierigkeiten überwunden werden – die Untergrundkorrektur und die Unebenheit der Probe. Für die Untergrundkorrektur wurde ein Bild im Rastermodus mit defokussiertem Elektronenstrahl verwendet. Obwohl die Patternqualität im Vergleich zu polykristallinen Werkstoffen schlecht ist, konnten nicht nur verlässliche Messungen durchgeführt werden, sondern eine Differenzierung zwischen Bereichen mit gestörter und weniger gestörter Gitterperfektion war möglich. Günstiger Einbau der Probe im REM (Streifen parallel zur Kippachse) haben die Problematik der Unebenheit minimiert, so dass es kaum zu Abschattungen kam. Wenn, dann lag es an der Unmöglichkeit, die Probe im REM perfekt auszurichten (Probenhalter mit vorgegebener Kippung).

Abschließend lässt sich sagen, dass EBSD eine wertvolle Ergänzung der röntgenographischen Methode zur Charakterisierung von Einkristallen ist. Die Winkelauflösung ist zu schlecht, um feine Orientierungsunterschiede, die zur Verbreiterung der Rockingkurve führen, auseinanderzuhalten. Größere Abweichungen sind jedoch nicht nur detektierbar, sondern auch in deren Anordnung direkt zu visualisieren. Das ist besonders von Vorteil, wenn bestimmte topographische Strukturen wie hier Gegenstand der Untersuchung sind. Eine Visualisierung der Spannungsverteilung in der Probe ist ebenfalls über die Qualität der EBSPs zugänglich. Besonderer Vorteil ist auf jeden Fall die Möglichkeit, Desorientierungen quantitativ zu

erfassen und ihre Anordnung auch mit lateralen Aspekten zu verbinden. Dies kann röntgenographisch nicht bestimmt werden. Eine Visualisierung der Orientierungsabweichungen und der entsprechenden Ordnungsbereiche kann röntgenographisch über Topographie erreicht werden. Allerdings ist die laterale Auflösung sehr niedrig und der Zeitaufwand ist recht hoch.

Differenzierter lässt sich diese Studie fortsetzen indem man sich besonders um „saubere“ Strukturerzeugung bemüht, d.h. möglichst perfekter Wafer als Ausgangsmaterial, der möglichst schonend eingespannt und bearbeitet wird, um die Überlagerung zusätzlicher Effekte zu vermeiden. Außerdem wäre es sinnvoll einen größeren Abstand zwischen dem behandelten und dem Referenzbereich zu gewähren (hier 16 mm). Um eine bessere Zuordnung und Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu ermöglichen, wäre das Anbringen einer Markierung sehr hilfreich, so dass die gleichen Bereiche röntgenographisch und elektronenoptisch erfasst werden.

Interessant wäre es auch, röntgenographisch hochauflösende Topographie-Aufnahmen zu machen. In denen sollte sich die Periodizität wiederfinden. Außerdem wäre es von besonderem Interesse falls es gelingen würde die Patternqualität-Werte durch röntgenographisch ermittelte Spannungswerte zu eichen. Dies würde ein sehr aussagekräftiges Spannungsverteilungsmap mit hoher lateraler Auflösung erlauben. Des weiteren könnte es weitere Erkenntnisse bringen, wenn die Parameter der Laserstrukturierung variiert werden.

5.2 Hochorientierte Vielkristalle

Beispiel: Charakterisierung von Hochorientiertem Pyrolytischem Graphit (HOPG)

Kurzfassung

Hochorientierter pyrolytischer Graphit (Highly Oriented Pyrolytic Graphite, HOPG) unterschiedlicher Qualität (Mosaizität) wurde mittels EBSD untersucht. Vergleichend bzw. ergänzend dazu wurden auch röntgenographische Einkristallmessungen (HR-RSM) durchgeführt. Weißlichtinterferometrie wurde zur Charakterisierung der Oberflächentopographie eingesetzt. Ziel der Untersuchung war es, die Gefügeausbildung (Zellstruktur, Mosaikblöcke) in Abhängigkeit von der Güte zu beschreiben.

Materialklasse:	Semimetall
Gefügestand:	hochorientierter (texturierter) Vielkristall, Schichtkristall
Weitere Methoden:	HR-RSM, WLI
Methodische Herausforderung:	geringe Signalintensität, Untergrundkorrektur, Patternqualität, Indizierung
Besondere Vorteile EBSD:	Visualisierung Zellstruktur; Drehungen um c-Achse; räumliche Anordnung; Quantifizierung von Desorientierungen

5.2.1 Einleitung

HOPG ist ein synthetischer Graphitwerkstoff, hergestellt durch Abscheiden aus der Gasphase bei sehr hohen Temperaturen (über 3000 °C) und uniaxialer Belastung. Dadurch wird eine hohe Ausrichtung der Kristallite erreicht [67Ler], [70Mai], [89Kos]. Man beobachtet eine sehr scharfe Fasertextur, d.h. die Basisebenen liegen parallel zur Probenoberfläche und die c-Achsen sind entsprechend hochausgerichtet, während die Ordnung in der Ebene nur über kleinere Bereiche gegeben ist [69Bok], [73Moo]. Über die Mikrostruktur ist bekannt, dass HOPG aus Mosaikblöcken besteht (auch Zellen), die sich durch die Wachstumssäulen bei der Herstellung ergeben. Diese ihrerseits beinhalten kleinere agglomerierte Ordnungsbereiche, Kristallite [73Moo], [97Ohl].

Schon lange findet HOPG breite Anwendung als Monochromator für Röntgen- und hochenergetische Synchrotronstrahlung und ebenfalls als Monochromator und Filter für Neutronenstrahlung. Dabei ist die Leistung wieder vom Gefüge abhängig [80Yel], [82Law], [88Fre], [95Dol], [96Fre], [98Sán], [97Müc]. Die besondere Schichtstruktur erlaubt den Einbau verschiedener anderer Atome, sprich die Erzeugung sog. Interkalationsstrukturen. Durch ihre regelmäßige Anordnung erlauben sie Gitterparameteränderungen, die neue Bereiche (Wellenlängen) erschließen [63Sau], [83Boe].

Dünne Plättchen aus HOPG haben sich als gute Polarisatoren für den nahen und fernen Ultrarot-Bereich erwiesen [62Rup].

Eine andere Anwendung ist die als Substrat für verschiedene chemische Reaktionen. Sie können direkt an der Oberfläche oder aber in speziellen „Containern“, die herausgeätzt wurden, stattfinden [84Bri], [99Lu]. Das wird dadurch möglich, dass Kohlenstoff sp^3 hybridisierbar (hier in sp^2 Zustand) bzw. chemisch sehr resistent ist.

Nicht wegzudenken ist HOPG im Bereich der atomauflösenden Mikroskopieverfahren AFM, STM, wo er u.a. zur Kalibrierung der Geräte benutzt wird. Er gibt jedoch zahlreiche Studien mit diesen Methoden am HOPG selbst [94Pag], [97Che], [97Tan], [98Fed], [98Jin], [98Klu], [98Ole], [98Osi], [99Kin].

Nach ihrer Entdeckung als Nebenprodukt bei der Herstellung von Fullerenen [91Iij] Anfang der 90er ist die Forschung auf dem Gebiet der sog. *carbon nanotubes* (Graphit Nanoröhrchen) enorm expandiert. Sie bestehen aus einer oder mehreren Graphitlagen, sind hohl und nur einige nm im Durchmesser, während deren Länge in den μm -Bereich reicht [91Iij], [92Ebb], [01Mau]. Das überdurchschnittliche Interesse an diesen Strukturen ist durch die mögliche Anwendung als eindimensionaler Nanoleiter begründet. Tatsächlich zeigen theoretische Überlegungen und Berechnungen, dass in Abhängigkeit vom Durchmesser und der Helizität ein breiter Bereich von Leitfähigkeit – vom Halbleiter bis zum Metall – abgedeckt werden kann [92Ham], [92Min]. Die Nanoröhrchen können auch als Container für chemische Reaktionen eingesetzt werden [01Shi]. HOPG kann als Substrat zur Herstellung solcher Röhrchen [94Hiu] aber auch anderer komplizierterer Strukturen (Origami) [95Ebb] dienen. Aufgrund der vorhandenen sp^3 Defektlinien können einzelne Graphen-Lagen gebogen und gefaltet werden.

Selbstverständlich hängen diese besonderen Eigenschaften des HOPG von seinem Gefüge ab. Je genauer das Gefüge beschrieben werden kann, desto genauer können Korrelationen zu den relevanten Eigenschaften aufgestellt werden, die wiederum eine gezielte Materialverbesserung möglich machen werden. Verschiedene Methoden, wie Röntgen- und

Neutronenbeugung, TEM, Magnetostraktion, Phononenstreuung, Electron Channeling Pattern und STM sind zur Gefügecharakterisierung eingesetzt worden [62Bak], [65Hoo], [66Hen], [68Tho], [69Ros], [70Mai], [70Mor], [73Moo], [79Vog], [84Mar], [87Kan], [95Ohl], [96Kab], [97Ohl], [98Fed], [98Osi]. Dabei sind zwei wesentliche Aspekte hervorgehoben: die Mosaizität, d.h. Grad der Ausrichtung der c-Achsen und die Kristallit- bzw. Mosaikblockgröße.

Bei dieser Studie wurden EBSD, aber auch Röntgen-Einkristall-Diffraktometrie und Weißlichtinterferometrie zur Gefügecharakterisierung von vier HOPG-Proben unterschiedlicher Mosaizität eingesetzt. Die Ergebnisse werden den aus der Literatur bekannten, meist durch andere Techniken gewonnen, gegenübergestellt.

5.2.2 Experimentelles, methodische Herausforderung

Es wurden vier HOPG-Proben untersucht. Es handelt sich um das Standardangebot an Monochromatoren der Fa. Advanced Ceramics Corp. Die Angaben des Herstellers zum Material sind in Tabelle 5-2-1 zusammengefasst.

Grad = Probenbezeichnung	Mosaizität	Eigenschaften
ZYA	$0,4^\circ \pm 0,1^\circ$	$d_{002} = 3,355 - 3,359 \text{ \AA}$ Dichte $2,255 - 2,265 \text{ cm}^{-3}$
ZYB	$0,8^\circ \pm 0,1^\circ$	therm. Leitf. $\parallel 002$ 16-20 W/cmK $\perp 002 \sim 0,8 \text{ W/cmK}$
ZYD	$1,2^\circ \pm 0,2^\circ$	therm. Ausd. $\parallel 002$ leicht negativ $\perp 002$ $20 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
ZYH	$3,5^\circ \pm 1,5^\circ$	spez. el. Wid. $\parallel 002$ $3,5-4,5 \cdot 10^{-5} \text{ \Omega cm}$ $\perp 002$ $0,15-0,25 \text{ \Omega cm}$

Tabelle 5-2-1: Probenbeschreibung, Angaben des Herstellers

Zur Präparation wurde mit Tesa-Film die oberste Schicht abgezogen. Aufgrund der Schichtstruktur ist es möglich so einfach eine saubere frische Oberfläche zu bekommen.

Hochauflösende Röntgen-Einkristall-Diffraktometrie wurde am Philips X'Pert Diffraktometer mit der gleichen Anordnung wie in 5.1.2 betrieben. Dabei wurden Rockingkurven und RSM aufgenommen. Daraus wurde die tatsächlich vorliegende Mosaizität bestimmt. Die 00 ℓ -Reflexe ($\ell=2,4,6$ und 8) wurden zur Ermittlung des Basisebenenabstands (d_{002}) herangezogen. Die Anwendung der EBSD auf diese Materialien ist nicht trivial. Da Kohlenstoff sehr leicht ist (Ordnungszahl $Z=6$) ist die Rückstreuelektronenintensität recht niedrig. Die Untergrundkorrektur ist auch nicht so einfach, da es sich hier um einen Quasi-Einkristall

handelt (s. auch **5.1.2**). Mit zunehmender Mosaizität nimmt die Gitterperfektion ab, so dass sich die Patternqualität auch verschlechtert. Die Indizierung ist ihrerseits auch nicht ganz problemlos. Im EBSP sind sehr breite und sehr schmale Kikuchi-Bänder gleichzeitig vorhanden (s. Tabelle 4-1-4). Das erschwert die Wahl der Maskengröße im Hough-Raum. Andererseits handelt es sich um sehr kleine Orientierungsunterschiede (Tabelle 4-1-4). Die Sensibilität des Hough-Algorithmus ist sicherlich im Grenzbereich, insbesondere wenn eine große Maske gewählt wird. Die Basislage bringt zusätzlich Mehrdeutigkeit mit sich (s. **4.1.1** und Abb. 4-1-4). Für diese Gruppe an Orientierungen musste auch die richtige Reihenfolge der berücksichtigten Reflexe ausgehend von röntgenographischen und kinematisch berechneten Daten (s. auch **2.2.2**) gefunden werden.

Trotz aller Schwierigkeiten konnte eine zuverlässige und stabile Indizierung erreicht und entsprechende Bereiche automatisch abgerastert werden, wobei dies mit zunehmender Imperfektion schwieriger zu bewerkstelligen war.

Hinsichtlich der Oberflächentopographie unterschieden sich die verschiedenen HOPG-Proben deutlich voneinander. Zur Quantifizierung wurde Weißlichtinterferometrie eingesetzt, wobei hier besonders die Welligkeit (und Rauigkeit) betrachtet wurde. Aus der Stufenhöhe, die beim Spalten von Graphen-Schichten entstehen, wurde versucht, eine Aussage über die Mosaikblockausdehnung in c-Richtung zu treffen.

5.2.3 Ergebnisse und Diskussion

Zur Bestimmung des Netzebenenabstands d_{002} wurden bei jeder Probe die 002, 004, 006 und 008 Reflexe mit der hochauflösenden Röntgenoptik-Anordnung gemessen. Aus der Lage des Maximums im 2θ -Scan wurden nach dem Bragg'schen Gesetz (s. **2.1.2**) die Netzebenenabstände bestimmt. In Tabelle 5-2-2 sind die Ergebnisse zusammengefasst. Es ist eine leichte Tendenz zu höheren d_{002} -Werten mit steigender Imperfektion des Gitters zu beobachten. Dies ist auch was man erwarten würde.

Des Weiteren wurde die tatsächlich vorhandene Mosaizität gemessen. Dafür wurden zum einen Rockingkurven an 16 verschiedenen, gleichmäßig über die Probenoberfläche verteilten Punkten gemessen und die erhaltenen Halbwertsbreiten gemittelt. Zum anderen wurden an je einer Stelle in der Mitte der Probe RSM aufgenommen. Die ermittelten Halbwertsbreiten aus dem ω -Scan sind in Tabelle 5-2-3 neben den aus den Rockingkurven festgehalten. Zum Vergleich sind auch die sich aus den OIM-Messungen ergebenden Werte aus den Pseudo-Rockingkurven mit aufgenommen. Darauf wird später eingegangen.

Probe	hkl	2 θ , deg	d _{hkl} , Å	d ₀₀₂ , Å	Mittelwert, Å
ZYA	002	26,55725	3,35348	3,35348	3,34964
	004	54,98705	1,66848	3,33696	
	006	87,09385	1,11801	3,35402	
	008	133,43795	0,83852	3,35410	
ZYB	002	26,55725	3,35348	3,35348	3,35383
	004	54,68685	1,67692	3,35385	
	006	87,09565	1,11799	3,35397	
	008	133,44525	0,83850	3,35401	
ZYD	002	26,55495	3,35377	3,35377	3,35400
	004	54,68384	1,67701	3,35402	
	006	87,09105	1,11804	3,35411	
	008	133,43695	0,83853	3,35411	
ZYH	002	26,55285	3,35403	3,35403	3,35432
	004	54,67775	1,67718	3,35436	
	006	87,08075	1,11814	3,35443	
	008	133,41045	0,83861	3,35445	

Tabelle 5-2-2: Bestimmung des Netzebenenabstands d_{002} aus der Lage der 00 l -Reflexe, hochauflösende Anordnung (s. 5.1.2)

Methode	Rockingkurven		RSM		OIM
	FWHM	rel. Int.	ω	$\omega/2\theta$	ω 50
ZYA	0,2749°	1	0,5173°	0,5089°	1,29°
ZYB	0,4167°	0,64	0,7840°	0,8321°	1,12°
ZYD	1,7042°	0,20	1,8028°	1,8271°	1,36°
ZYH	1,3842°	0,25	2,1580°	1,9788°	1,12°

Tabelle 5-2-3: Mosaizität (Halbwertsbreiten) ermittelt aus Rockingkurven, Reciprocal Space Maps (RSM) und EBSD-Orientierungsmessungen (OIM)

Interessant ist, dass durchschnittlich betrachtet die Proben ZYA, ZYB und ZYH eine engere Orientierungsverteilung aufweisen als vom Hersteller angegeben (s. Tab. 5-2-1), während das Umgekehrte für die ZYD-Grad-Probe gilt. Sie schneidet sogar gegenüber der ZYH-Grad-Probe schlechter ab. Die RSM-Ergebnisse (Abb. 5-2-1) zeigen deutlicher die zu erwartende Tendenz. Sie sind jedoch weniger repräsentativ. Hinsichtlich der Intensität lässt sich wie erwartet eine Abnahme mit zunehmender Mosaizität beobachten: bei ZYB 64 % normiert auf ZYA, nur noch 20 % bei ZYD und 25 % bei ZYH. Auch hier fällt die Probe ZYD aus der Reihe. Außerdem wird in den Reciprocal Space Maps ein „Zittern“ der Niveau-Linien, insbesondere in Omega/2Theta-Richtung beobachtet. Dies spricht für Schwankungen im

Netzebenenabstand d_{002} , was bei einem Schichtkristall nicht verwunderlich ist. Es muss auch beachtet werden, dass die Mosaikblöcke aus einzelnen Kristalliten bestehen [97Ohl]

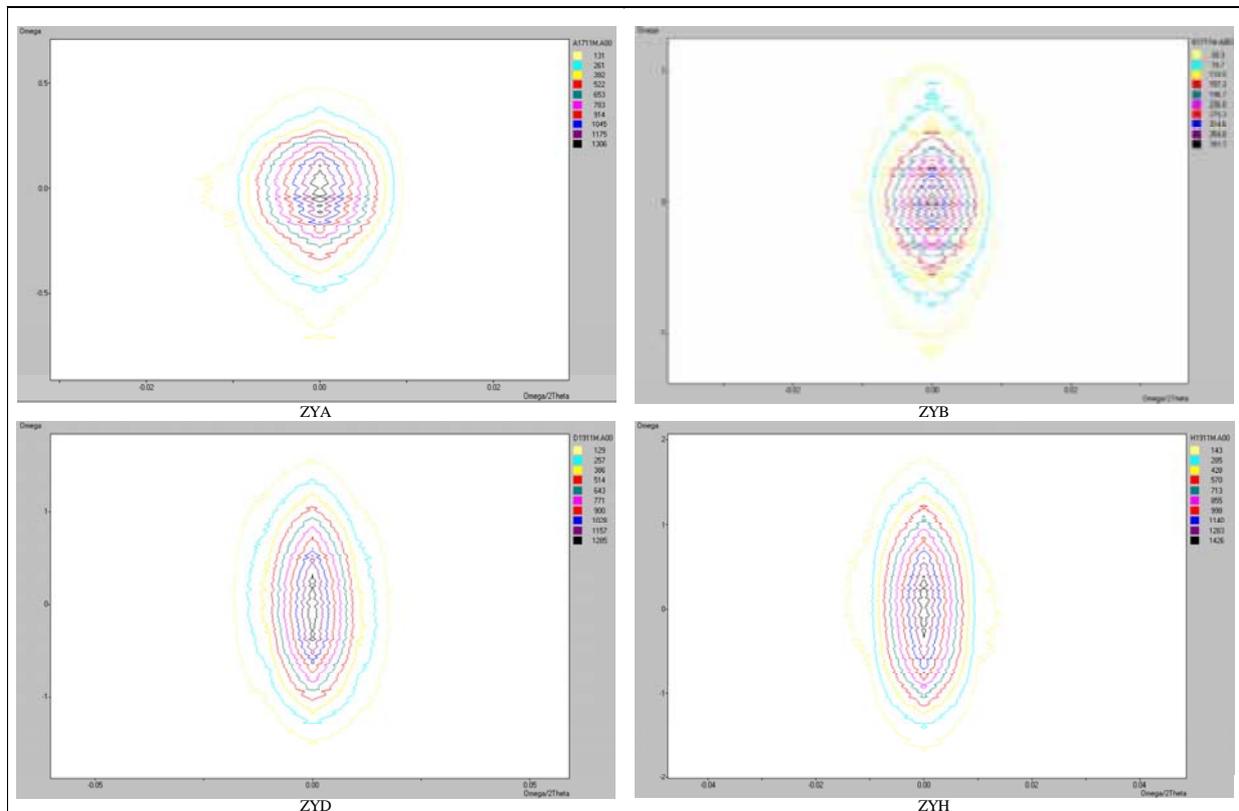


Abbildung 5-2-1: High Resolution Reciprocal Space Maps

Die Ergebnisse der OIM-Scans sind in Abb. 5-2-2 zu sehen.

Die Patternqualität-Maps enthüllen eine Zellstruktur, die auch schon mittels Electron Channeling Contrast [96Kab], der auf demselben physikalischen Phänomen basiert, beobachtet wurde. Die niedrigere Patternqualität an den Grenzbereichen deutet auf einen Umriss von einem stärker geordneten Bereich. Die abweichenden Orientierungen sind ebenfalls ein Zeichen dafür. Die 100-IPF-Maps (inverse Polfigur) machen dies noch deutlicher. Daraus kann die Zellgrößenverteilung und die mittlere Zellgröße ermittelt werden (Abb. 5-2-2 und Tab. 5-2-4). Vergleichend dazu sind Literaturwerte eingetragen, die mit Hilfe anderer Methoden gewonnen wurden (Tab. 5-2-5). Dabei wird, wie in der Literatur üblich, mit L_a die Zellausdehnung in der Betrachtungsebene und mit L_c die entsprechende Zellausdehnung senkrecht dazu, d.h. in der Tiefe. Insgesamt fällt der PQI mit der Mosaizität. Das ist zu erwarten, spiegelt er doch den Gitterperfektionszustand.

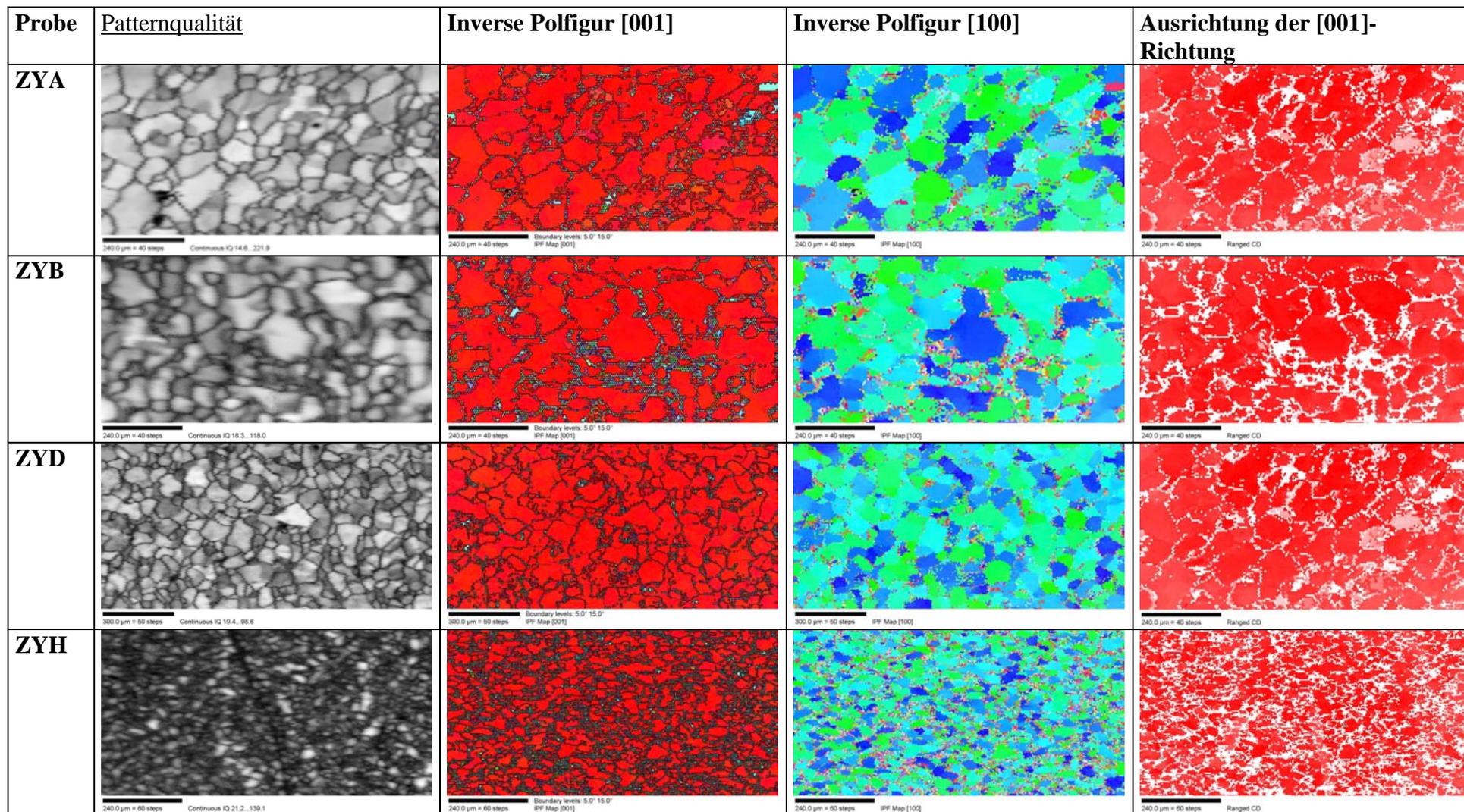


Abbildung 5-2-2: Gefügekarten aus den OIM-Messungen, s. Text

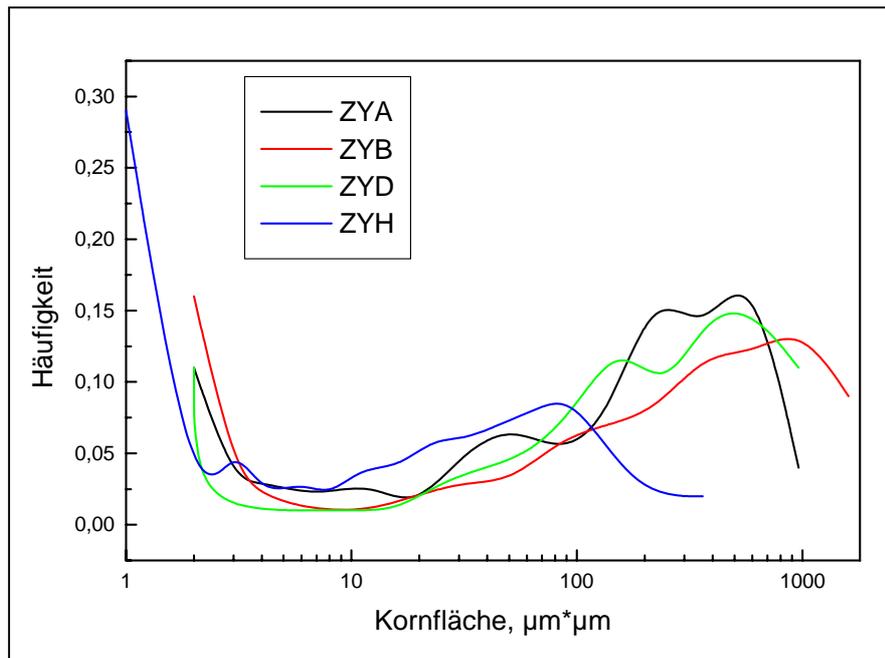


Abbildung 5-2-3: Zellgrößenverteilung aus den OIM-Messungen

Zellgröße	La, μm	Lc, μm	
		OIM	WLI
ZYA	16,06	> 0,326	0,3 - 5,2
ZYB	14,23	> 0,326	0,6 - 5,0
ZYD	11,48	> 0,326	0,7 - 4,6
ZYH	7,04	> 0,326	1,0 - 3,5

Tabelle 5-2-4: Mittlere Zellgröße

Methode	La, μm	Lc, μm	Quelle
Berg-Barrett-Topographie	200	100	[66Bar], [73Moo]
Topographie, Synchrotron	100 - 500	30 - 100	[97Ohl]
Linienverbreiterung, Röntgen	3	0,1	[70Mor]
TEM (Oxidation, Au-Dekoration)	1 - 40		[69Ros]
Lichtmikroskopie (kath. Ätzen)	1 - 5		[73Moo]
Lichtmikroskopie (O ₂ , Mo)	25		[73Moo]
Thermische Leitfähigkeit	2-13		[73Moo], [70Mor]
Magnetoresistenz	1-10	> 0,1	[73Moo], [96Kab]
LEED	40		[84Mar]
ECC	60		[96Kab]
Phononenstreuung	0,8 - 2,2		[65Hoo]

Tabelle 5-2-5: Literaturübersicht hinsichtlich Kristallit-/Mosaikblockgröße in HOPG (La lateral, Lc in der Tiefe)

Die Orientierungsinformation bzgl. der Ausrichtung der c-Achse bzw. der Basisebene ist auch hier am Limit der Detektionsgrenze ($\sim 1^\circ$) (s. auch 2.2.4 und 5.1). Das spiegelt sich in den Halbwertsbreiten der Pseudo-Rockingkurven wider. Diese Werte sind weniger aussagekräftig, besonders bei den Proben geringer Mosaizität. Deshalb können feinere Abstufungen innerhalb einer Zelle (Mosaikblock) nicht mit ausreichender Genauigkeit aufgelöst werden, d.h. die Kristallitgröße kann nicht bestimmt werden. Interessant ist jedoch, dass sich die Relation bei den beiden weniger perfekten Proben ZYD und ZYH (wider Erwarten nach Angaben des Herstellers) bestätigt. Trotzdem zeigt ZYD größere Zellen und ähnelt somit den besser ausgerichteten Zuständen mehr. Es drängt sich der Verdacht auf, dass in dieser Probe durch die großen Zellen in deren Inneren eine gute Ausrichtung der Kristallite vorhanden ist, die Grenzregionen dagegen wesentlich ungeordneter als selbst bei ZYH sind und damit den Gesamtzustand verschlechtern.

Eine aus dem polykristallinen Bereich vertrautere Darstellung der Orientierungsverteilung sind die Polfiguren. Sie sind in Abb. 5-2-4 zu sehen. Die Proben unterscheiden sich sowohl in der Intensität auch in der Streuung, wobei ZYD wieder eine besondere Position einnimmt.

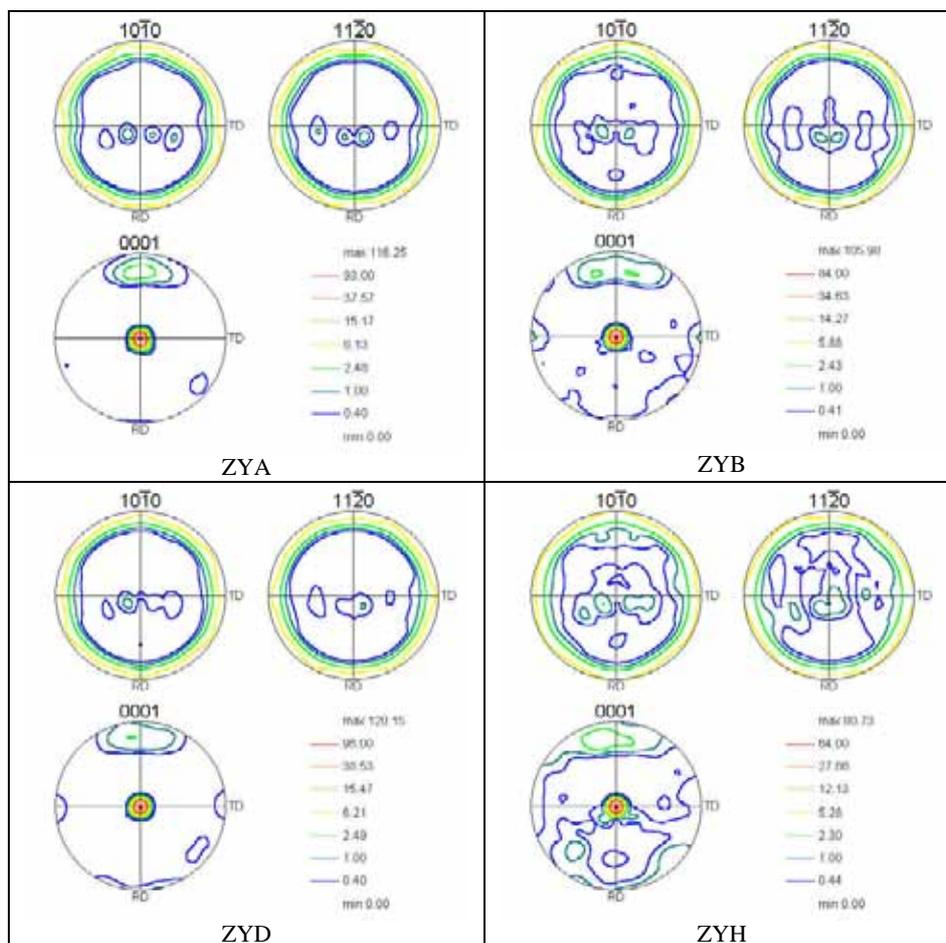


Abbildung 5-2-4: Polfiguren

Es kann auch keine Aussage über die Zelldicke in c- bzw. z-Richtung gemacht werden. Es lässt sich lediglich sagen, dass sie größer als die Informationstiefe des Signals sein muss, da es sonst zu Überlagerung von Pattern gekommen wäre. Im Falle des Graphits lässt sich diese auf etwa $0,326 \mu\text{m}$ schätzen (s. 2.2.4).

Als letztes wird noch die Desorientierungswinkelverteilung erwähnt (Abb. 5-2-5).

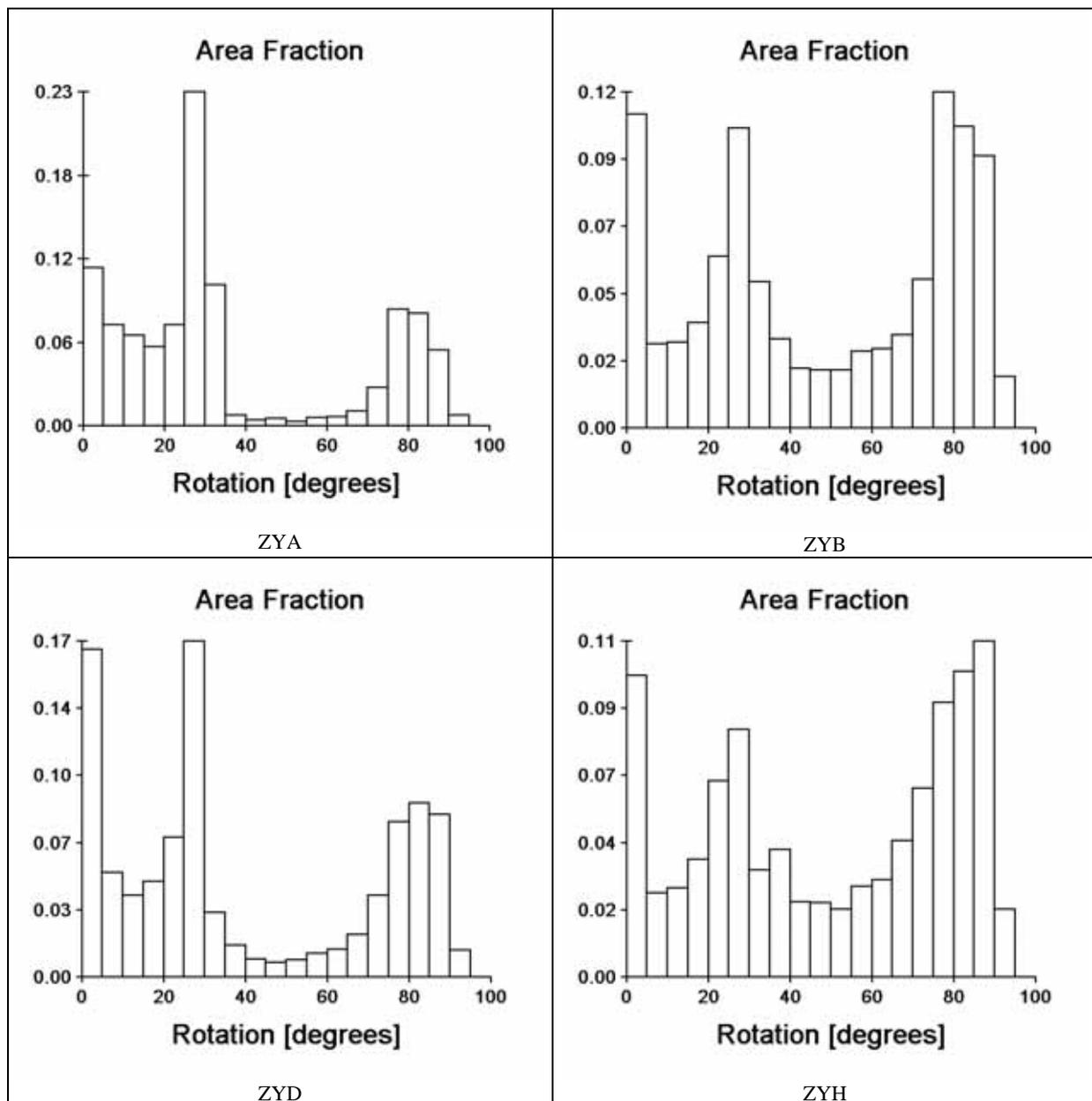


Abbildung 5-2-5: Desorientierungswinkelverteilung

Es lässt sich feststellen, dass gehäuft Desorientierungswinkel von 30° auftreten, und das um so mehr, je geringer die Mosaizität ist. Angesichts der hexagonalen Symmetrie ist das nicht weiter verwunderlich. Ähnlich verhält sich der Anteil der Kleinwinkelkorn Grenzen, wobei

ZYD auch hier eine Ausnahme darstellt. Mit steigender Mosaizität wird eine Verschiebung der Verteilung gegen 90° beobachtet.

Die Ergebnisse der Weißlichtinterferometrieuntersuchung bezüglich der Oberflächentopographie sind in Abb. 5-2-6 zusammengetragen.

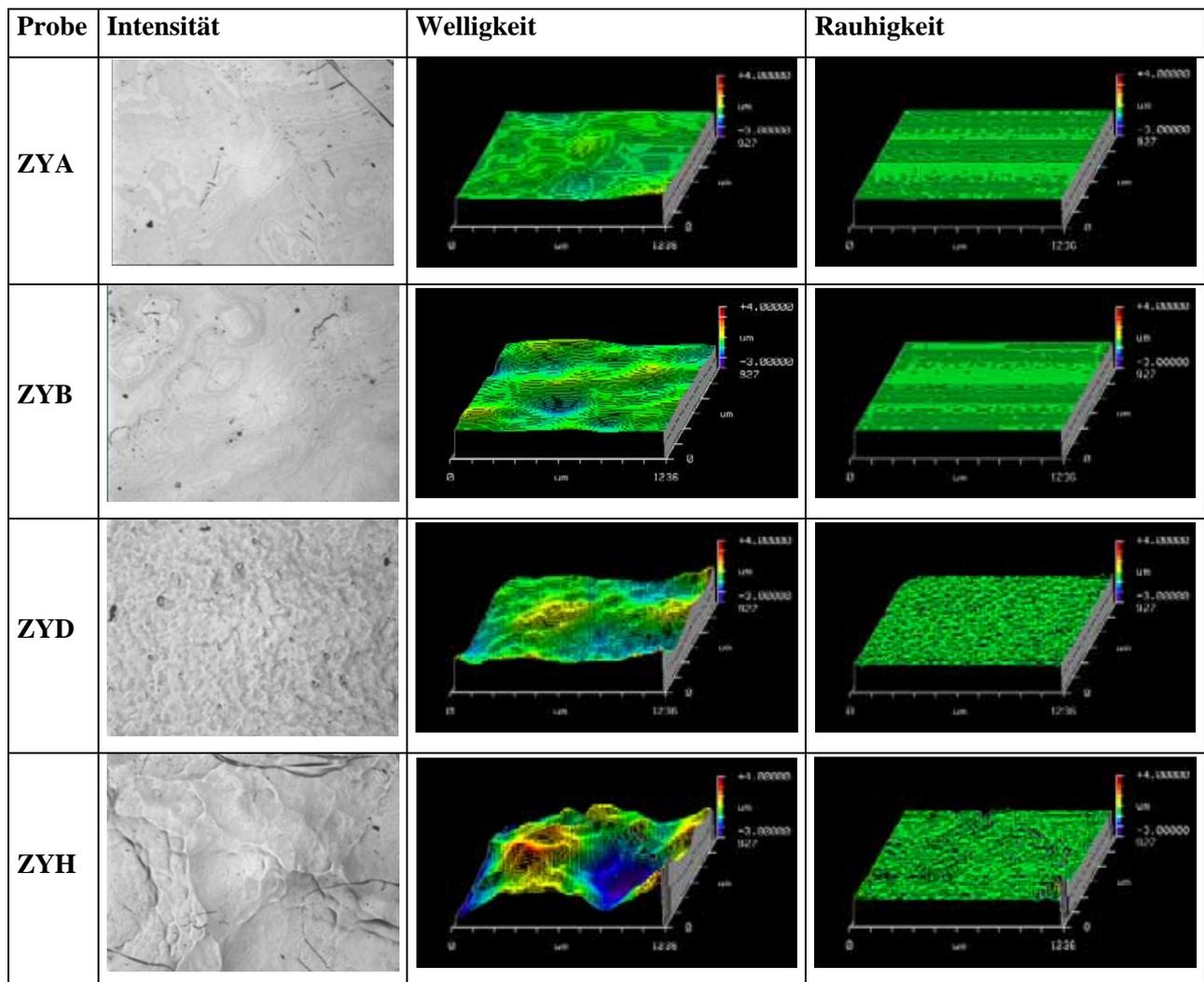


Abbildung 5-2-6: Weißlichtinterferometrisch ermittelte Oberflächentopographie

Es wurden jeweils mehrere solche Bereiche ausgewertet und die sich daraus ergebenden Mittelwerte sind graphisch in Abb. 5-2-7 dargestellt. Während sich die Rauigkeit mit zunehmender Mosaizität nur geringfügig ändert, ist in bezug auf die Welligkeit ein deutlicher Anstieg zu vermerken. Dies lässt sich durch die zunehmende Verkipfung der Basisebenen um die c-Achse erklären.

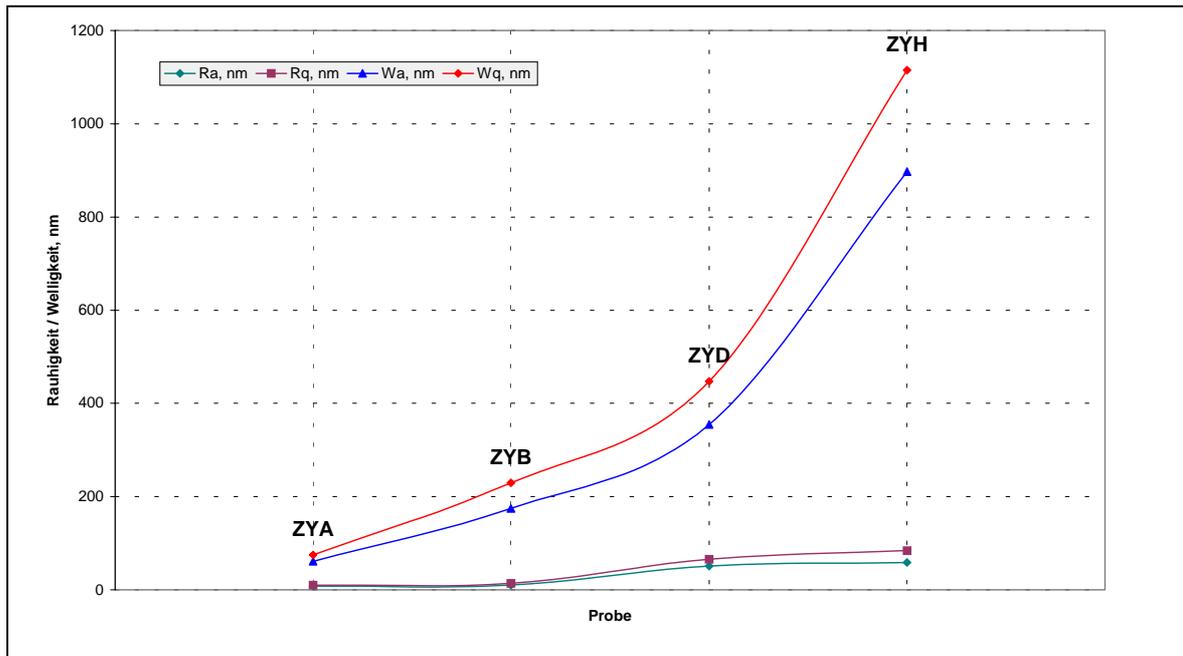


Abbildung 5-2-7: Rauigkeit und Welligkeit

Als letztes wurde versucht, aus WLI-Daten die Zelldicke (Ausdehnung senkrecht zur Probenoberfläche) zu ermitteln. Dafür wurde folgende Annahme getroffen: Die bei der Spaltung von Graphen-Ebenen entstehenden Stufen entsprechen der Zelldicke, da die Zellwände besonders instabile Bereiche darstellen und in der Ebene darunter wohl anders verlaufen müssen. Die Ergebnisse sind nicht sehr eindeutig. Oft wurden mehrere Unterstufen beobachtet (Abb. 5-2-8). Tabelle 5-2-5 beinhaltet die Ergebnisse. Mit steigender Mosaizität wird der Bereich schmaler, wobei er von beiden Seiten etwa gleichmäßig eingengt wird.

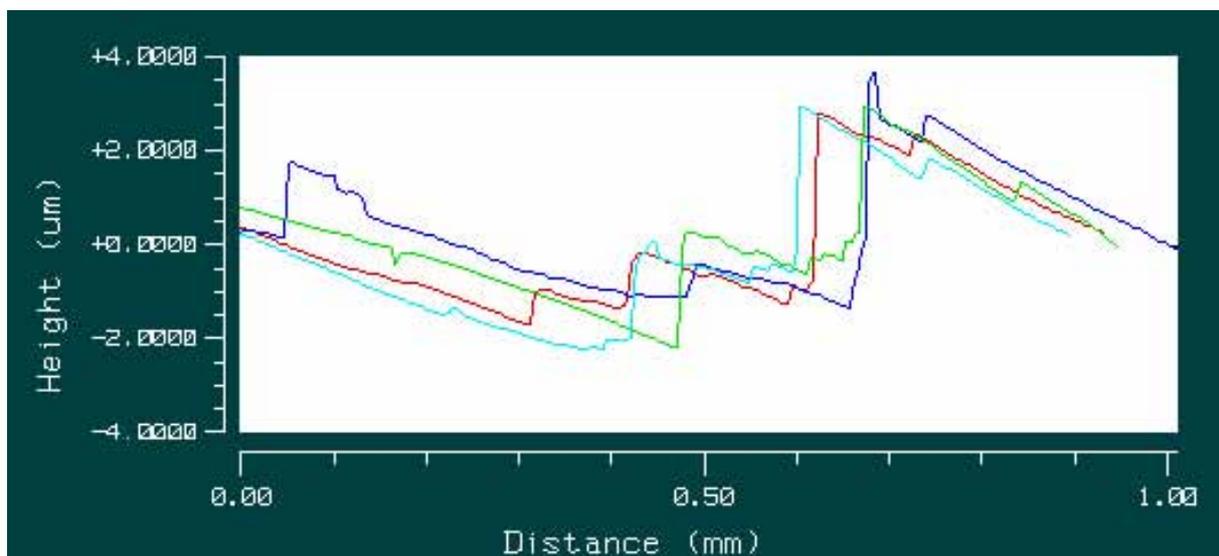


Abbildung 5-2-8: Profile einer Stufe in Probe ZYA

5.2.4 Zusammenfassung und Ausblick

Die Anwendung der EBSD-Methode an hochorientierten Vielkristallen, hier konkret HOPG ist nicht trivial. Neben der geringen Intensität der Pattern, deren Qualität sich mit zunehmender Mosaizität verschlechtert, ist auch die Untergrundkorrektur problematisch (quasi Einkristall). Dazu kommen die Indizierungsschwierigkeiten, die aus der Eigenart der Pattern resultieren (schmale und breite Kikuchi-Bänder gleichzeitig vorhanden). Die Wahl der geeigneten Maske ist erschwert. Man bewegt sich auch an der Auflösungsgrenze des Hough-Algorithmus. Die Mehrdeutigkeit der Basislage kommt erschwerend hinzu. Auch die Ermittlung der richtigen Reihenfolge der zu berücksichtigenden Reflexe für die entsprechende Orientierung stellte experimentell eine Herausforderung dar. All diese Probleme wurden jedoch gelöst und EBSD konnte erfolgreich an HOPG angewandt werden.

Die EBSD-Methode bietet eine Reihe von Erkenntnissen hinsichtlich der Mikrostruktur von HOPG. Sie ist besonders geeignet zur Visualisierung der Zellstruktur. Konkurrenzmethoden diesbezüglich wären TEM (zu kleine Bereiche) und röntgenographische Topographie (zu geringe laterale Auflösung, da keine explizite Orientierungsinformation). Mikroskopietechniken mit atomarer Auflösung sind dazu weniger geeignet aufgrund vieler Artefakte und eines ebenfalls zu kleinen Messbereichs.

Orientierungsänderungen in der c-Richtung (Verkippen) können bei sehr perfekten HOPGs unterhalb der Auflösungsgrenze bleiben. Dafür sind ergänzende röntgenographische Messungen unerlässlich. Die Orientierungsänderungen in der Graphen-Ebene sind sehr wohl messbar (liegen auch oberhalb von 1°) im Gegensatz zu anderen Methoden. Somit ist dies einer der Vorteile dieser Technik. Vorteilhaft ist auch die Tatsache, dass alle Orientierungen erfasst werden, deren räumliche Anordnung verfügbar ist sowie die Desorientierungen. Die Oberflächentopographie, die für viele Anwendungen ebenfalls von Bedeutung ist, konnte gut mittels WLI quantifiziert werden. Die Bestimmung der Zelldicke mit dieser Methode ist jedoch ungewiss.

Interessant wäre es, von den gleichen Bereichen jeweils RSM-, Topographie- und OIM-Aufnahmen zu machen und diese miteinander zu vergleichen.

5.3 Polykristalline metallische Werkstoffe: einphasig

5.3.1 Beispiel 1: Mikrotextur und Korngrößenverteilung (Beryllium-Folien)

Kurzfassung

Es wurden zwei Beryllium-Folien verschiedener Hersteller, die Einsatz als Strahlaustrittsfenster in Röntgenröhren finden, mittels EBSD untersucht. Ziel dieser Vorab-Studie war es, das Gefüge möglichst vollständig und quantitativ zu beschreiben, um eventuelle Korrelationen zur Gasdichtigkeit und der thermischen sowie Druckwechselbelastung zu ermöglichen.

Materialklasse:	Metall
Gefügestand:	polykristallin, einphasig
Methodische Herausforderung:	Probenpräparation (Probe: dünne Folie); niedrige Signalintensität
Besondere Vorteile EBSD:	Erfassung der Textur (geringe Informationstiefe)

Einleitung

Beryllium als sehr leichtes Element (Ordnungszahl $Z = 4$) absorbiert wenig Röntgenstrahlung und wird deshalb als Strahlaustrittsfenster in Röntgenröhren eingesetzt [85Pet]. Um die Absorption auf ein mögliches Minimum zu halten, ist man bestrebt, die Folien sehr dünn zu gestalten. Derzeit sind Folienstärken von 75 μm realisierbar. Je dünner das Material desto schwieriger wird es, die hohen Anforderungen zu erfüllen. Die schließen eine Gasdichtigkeit (Luft, Helium) unter 10^{-12} hPa.l/s (wobei eine praktische Messung nur bis 10^{-9} hPa.l/s möglich ist) und eine Druckwechselbeständigkeit (10^6) bei einer Betriebstemperatur von ca. 100°C ein. Außerdem sollte es gut lötbar sein und natürlich auch mechanisch stabil [98Scha]. Dies ist bei solch einer geringen Materialstärke nicht unproblematisch. Und auch hier hängt alles vom Gefüge ab.

Experimentelles, methodische Herausforderung

Es wurden zwei Beryllium-Fenster von verschiedenen Herstellern untersucht. Es bestand ein weiterer wesentlicher Unterschied. Das eine Fenster wurde direkt nach dem Herstellprozess, noch vorm Einbau in die Röntgenröhre untersucht (Probe S), während das andere Fenster aus einer ausgedienten Röntgenröhre ausgebaut wurde (Probe P).

Die Anwendung von EBSD war nicht ganz problemlos. Als erste Schwierigkeit stellte sich wegen der geringen Probenstärke die Probenpräparation heraus. Drei Methoden haben sich als geeignet erwiesen: chemisches Polieren, Ionenstrahlpolieren und „normale“ Präparation mit leichtem Anätzen nach sorgfältigem Einbetten (s. 4.3 für mehr Details). Die klassische Methode ist wegen der Gefahr der Verkippung (sehr leichte Proben) und des „Wegschleifens“ der dünnen Probe weniger zu empfehlen. Beim chemischen Polieren muss darauf geachtet werden, dass es nicht zu Ätzgrübchen oder anderen unerwünschten Ätzeffekten kommt. Die sich an der Oberfläche bildende Schicht sollte unbedingt gelöst werden.

Im REM ist die geringe Intensität zu beklagen. Nach gelungener Präparation lassen sich jedoch sehr gute EBSPs detektieren. Somit ist auch die Indizierung zuverlässig und automatische Scans sind möglich.

Ergebnisse und Diskussion

Es wurde jeweils ein Bereich von $800 \times 400 \mu\text{m}^2$ mit Schrittweite $3 \mu\text{m}$ (Probe S) bzw. $1600 \times 800 \mu\text{m}^2$ mit Schrittweite $6 \mu\text{m}$ (Probe P) vermessen. Die resultierenden Gefügekarten sind in Abb. 5-3-1 gezeigt.

Auffällig ist der Unterschied in der Korngröße. Die Korngrößenverteilung in Probe S ist insgesamt etwas flacher und zu kleineren Korngrößen verschoben. Es sind aber auch größere Körner zu beobachten, die außerdem mit wechselnder Krümmung der Korngrenzen auffallen. Sie haben meist auch eine Orientierung, die am meisten von der vorherrschenden Textur abweicht. Es ist anzunehmen, dass gerade diese Körner den Schwachpunkt darstellen. Die hexagonale Elementarzelle weist eine weitaus größere Anisotropie auf als z.B. der kubische Fall. Dies überträgt sich natürlich auf die Eigenschaften. Vermutlich ist eine möglichst scharfe Basislage-Textur vorteilhaft, sowie gleichmäßige Korngrößenverteilung, wobei zunächst einmal unklar ist was günstiger wäre – gröber oder feiner.

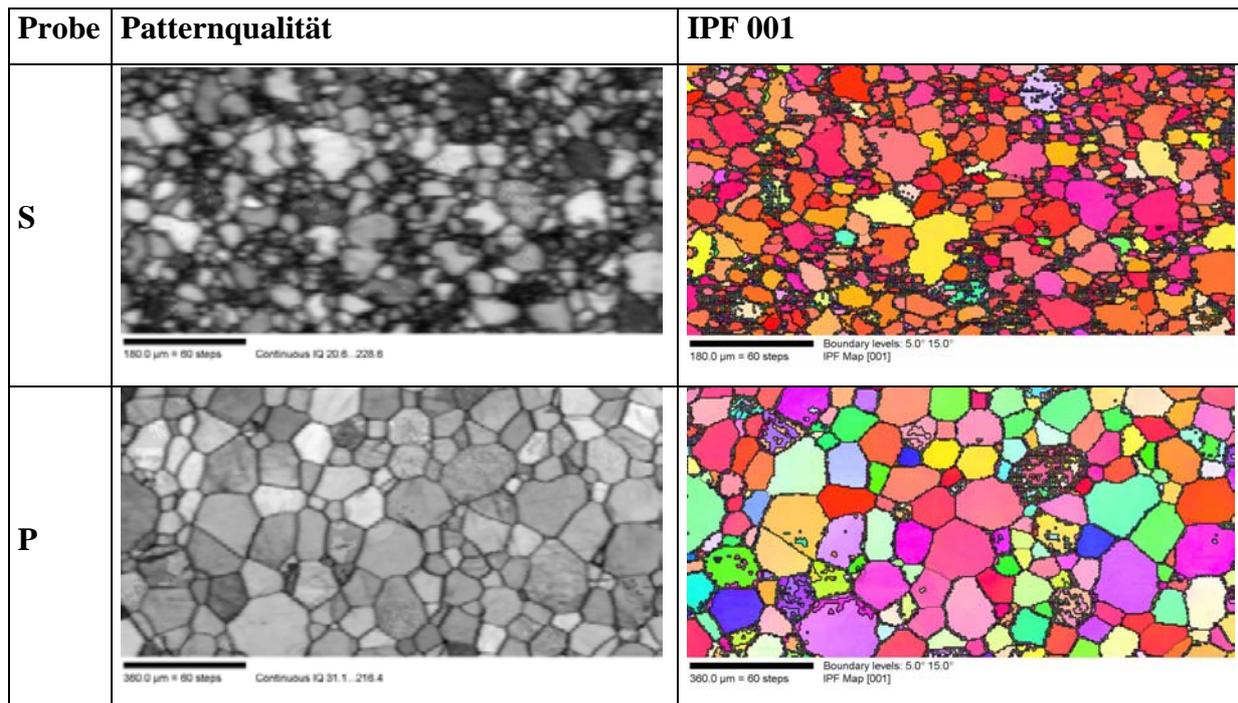


Abbildung 5-3-1: Gefügekarten

Es ist auch zu erwarten, dass gewisse Korngrenzen günstiger sein werden als andere.

Die Mittelwerte für die Korngröße liegen bei 7,39 μm für Probe S und 20,79 μm bei Probe P. Rein theoretisch ist es auch möglich, dass die hohe Betriebstemperatur über die Lebensdauer der Röntgenröhre in Probe P zu einer Kornvergrößerung geführt hat.

Pattern schlechter Qualität oder bestimmter Orientierungen können nicht sauber indiziert werden (s. 4.1.1). Die Berechnung der Korngröße lehnte sich an die Patternqualität-Maps. Die IPF-Maps geben die Orientierungsrohdaten wieder.

Die Orientierungsverteilung in den beiden Proben ist auch recht unterschiedlich. Das wird schon aus den Gefügekarten ersichtlich. Die entsprechenden Polfiguren sind in Abb. 5-3-2 zu sehen. Weitaus ausgeprägtere und schärfere Textur ist bei Probe S zu beobachten.

An dieser Stelle wird noch mal der besondere Vorteil der Methode, Orientierungen mit morphologischen Aspekten zu verbinden, deutlich. Um an diese Information mit anderen Methoden heranzukommen, müsste man sich für TEM entscheiden oder Lichtmikroskopie mit Röntgentexturanalyse kombinieren. TEM wäre angesichts der Grobkörnigkeit nicht brauchbar, da nicht repräsentativ. Lichtmikroskopisch könnte nach geeigneter Ätzung die Kornstruktur bestimmt werden. In diesem speziellen Fall ist es jedoch sehr schwierig aufgrund der geringen Probendicke röntgenographische Texturmessungen durchzuführen.

Die Desorientierungswinkelverteilungen beider Proben wiesen keine Auffälligkeiten auf. Deshalb werden sie nicht weiter besprochen.

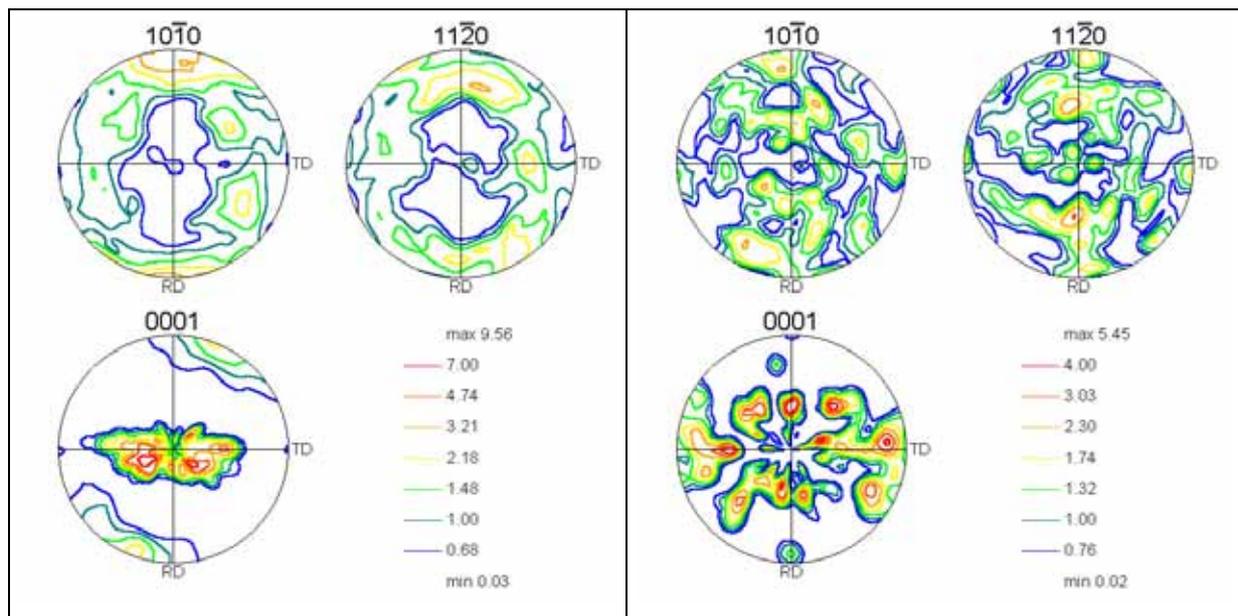


Abbildung 5-3-2: Polfiguren, Probe S – links, Probe P - rechts

Zusammenfassung und Ausblick

Die methodische Herausforderung bei diesem Material bestand darin, die dünnen Beryllium-Folien (50 μm) entsprechend zu präparieren. Aufgrund der geringen Signalintensität (leichtes Element, niedrige Ordnungszahl) ist es um so wichtiger für Pattern guter Qualität zu sorgen, damit die Indizierung problemlos funktioniert.

Die Anwendung der EBSD-Methode auf Berylliumfenster für Röntgenröhren verschiedener Hersteller hat bedeutende Unterschiede aufgezeigt. Diese betreffen einerseits die Korngrößenverteilung, andererseits die Textur.

EBSD ist zur Charakterisierung dieser eher schwierigen Werkstücke besonders geeignet durch die geringe Informationstiefe und die Möglichkeit viele Gefügeaspekte gleichzeitig zu liefern.

Um den Korrelationen zu den relevanten Eigenschaften auf die Spur zu kommen bedarf es weiterer systematischer Untersuchungen. Es sollten z.B. über die Herstellung verschiedene Gefüge eingestellt werden und die Gasdichtigkeit gemessen werden. Es wäre auch interessant, verschiedene Folienstärken durchzutesten, da sie gewiss ebenfalls Einfluss auf die Herstellung, das Gefüge und somit auf die Eigenschaften hat.

5.3.2 Beispiel 2: Korn- und Subkornstruktur bzw. Groß- und Kleinwinkel-Korngrenzen (Molybdän-Folie)

Kurzfassung

Mittels EBSD wurde eine Molybdän-Folie, die Einsatz als Blende für das Rasterelektronenmikroskop findet, untersucht. Es handelt sich um eine sehr dünne Scheibe mit 3 mm Durchmesser. Besonderes Augenmerk wurde auf die Kornstruktur gerichtet.

Materialklasse:	Metall
Gefügestand:	polykristallin, einphasig
Methodische Herausforderung:	Probenpräparation (Probe: sehr dünne Folie)
Besondere Vorteile EBSD:	Groß- und Kleinwinkelkorngrenzen, Korn- und Subkornstruktur

Einleitung und Experimentelles, methodische Herausforderung

Ursprünglich wurde diese Blende fürs REM aus präparativ technischen Gründen näher betrachtet. Sie erwies sich aufgrund ihrer Abmessungen als präparativ besonders schwierig. Die einzig anwendbare Methode war das Ionenstrahlpolieren. Dies führte auch direkt zu einer Gefügeentwicklung. Der EBSP-Check zur Beurteilung der Präparationsqualität zeigte eine sich kaum verändernde Orientierung über die gesamte Probe, sprich eine sehr scharfe Textur. Daraus entstand das Interesse, diese Probe näher zu untersuchen.

Ergebnisse und Diskussion

Die Patternqualität-Gefügekarte ist in Abb. 5-3-3 gegeben. Dieses Bild suggeriert lang gestreckte Körner etwa 250 nm lang und 50 bis 150 μm breit. Das stimmt auch mit der Beobachtung im Lichtmikroskop überein (Abb. 5-3-4).

Abb. 5-3-5 zeigt die Orientierungssituation an. Die scharfe Würfelftextur ist visuell über die Gefügekarte aber auch in den Polfiguren deutlich wahrnehmbar. Sehr viele der vorhandenen Korngrenzen haben sich als Kleinwinkelkorngrenzen herausgestellt (dünne Linien).

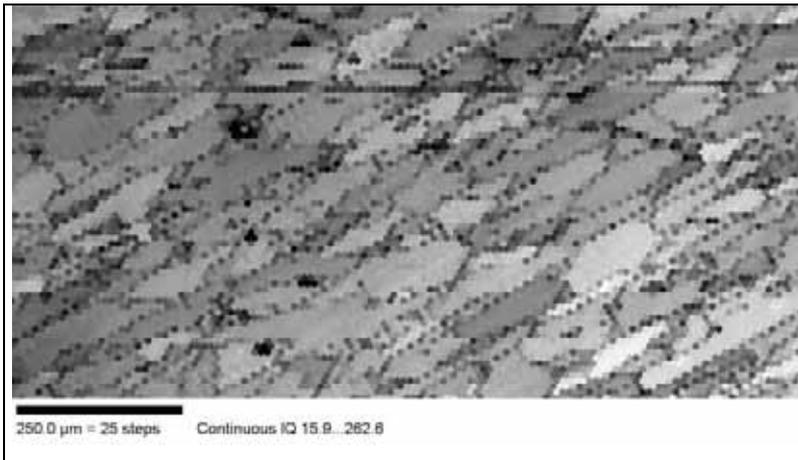


Abbildung 5-3-3:
Gefügekarte, Schattierung nach Patternqualität

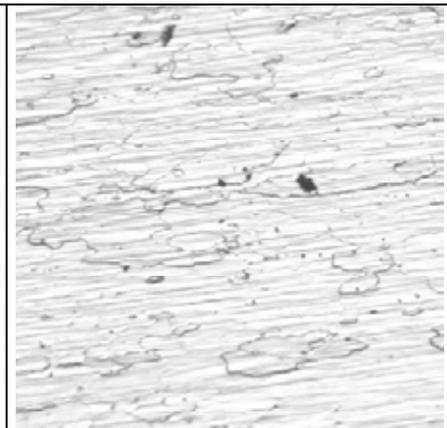


Abbildung 5-3-4:
lichtmikroskopische Aufnahme, 20x

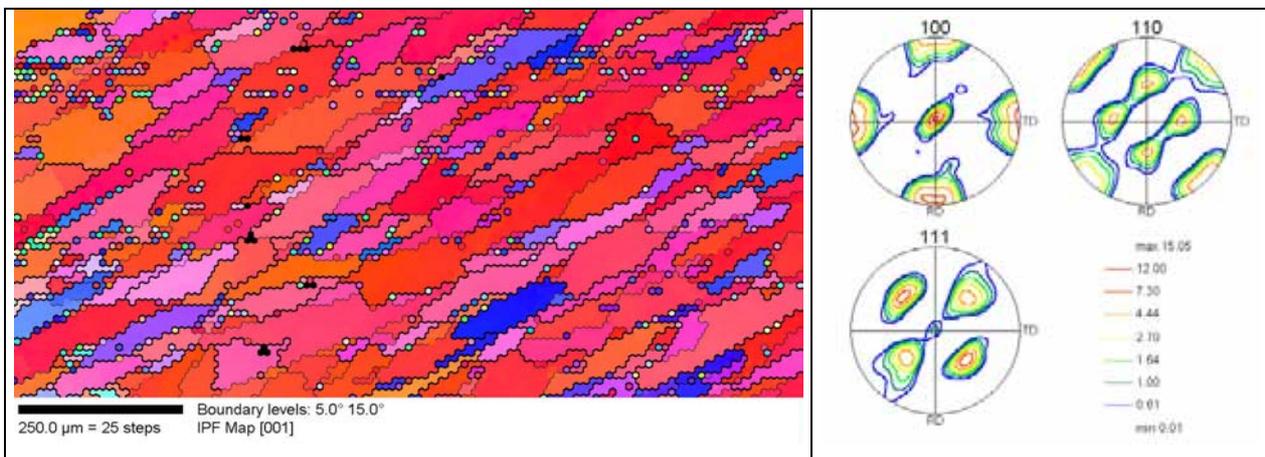


Abbildung 5-3-5: Gefügekarte, Farbkodierung nach der inversen Polfigur und entsprechende Polfiguren

Diese Tatsache ließ sich im Patternqualitätsmap nicht feststellen, geschweige denn bei der lichtmikroskopischen Betrachtung.

Mit dem nächsten Bild wird noch deutlicher, dass die großen Körner alle nahezu gleich orientiert sind, lediglich die kleineren, eingeklemmten weichen orientierungsmäßig ab. Man beachte, dass in Abb. 5-3-6 die Farben keine Bedeutung haben – sie sind zufällig und so gewählt, dass sich die einzelnen Körner deutlich voneinander unterscheiden.

Wählt man als Korndefinition 2° Orientierungsunterschied ergibt sich ein Bild, das dem zunächst erwarteten sehr nahe kommt.

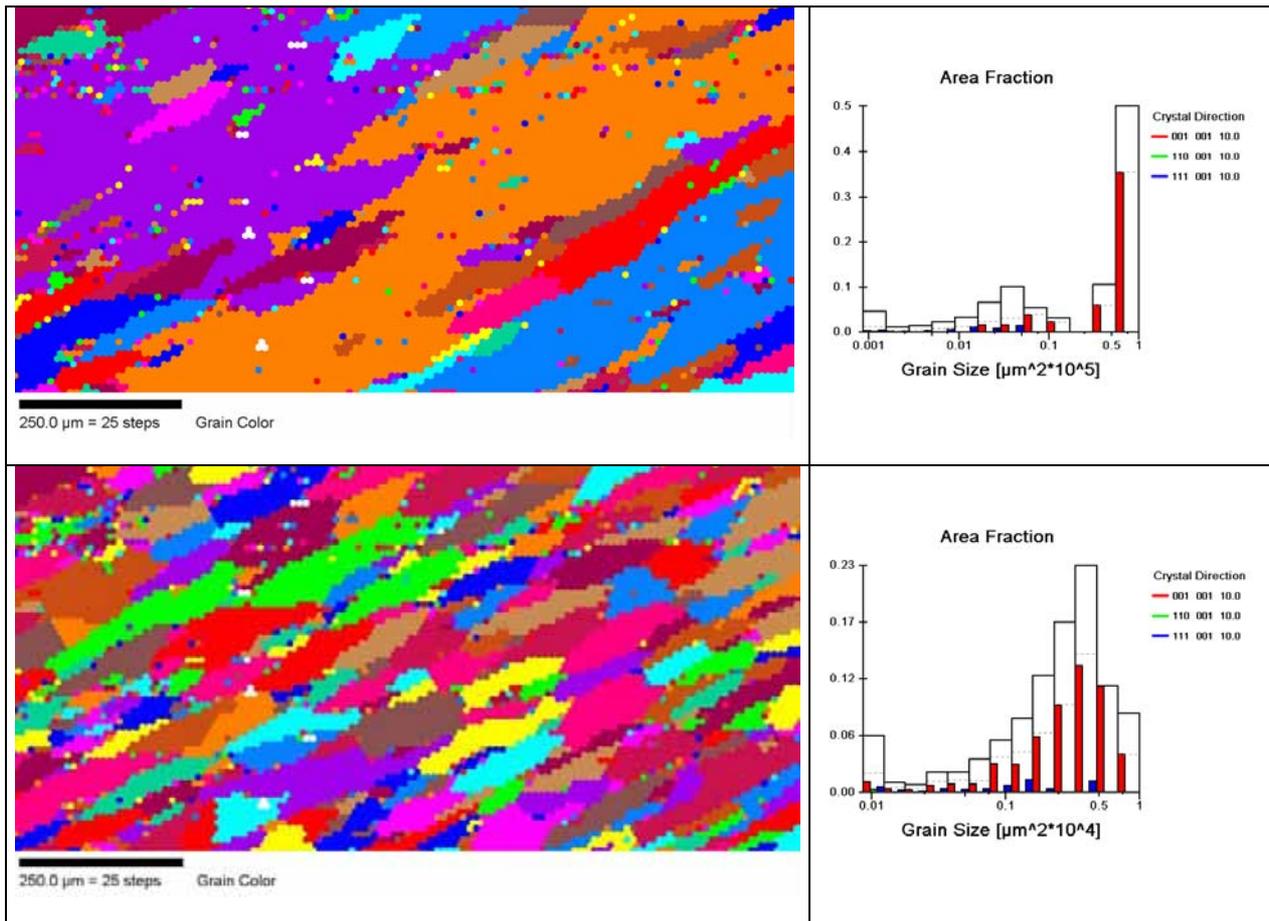


Abbildung 5-3-6: Gefügekarten und entsprechende Korngrößenverteilungen bei zwei verschiedenen Korndefinitionen – 15° (oben) und 2° Orientierungsunterschied (unten)

Die Korngrößenverteilungshistogramme machen noch einmal klar, welchen Fehler man in diesem Fall macht, wenn man die entwickelten Korngrenzen als Großwinkelkorngrenzen interpretiert. Bei einer lichtmikroskopischen Betrachtung hat man jedoch keinerlei Möglichkeit zwischen den Korngrenzen zu unterscheiden.

Ohne EBSD wäre die korrekte Gefügeb Beschreibung dieser Probe nicht möglich. Dass die Lichtmikroskopie ungeeignet ist, wurde bereits angesprochen. Röntgenographisch wäre die Textur aufgrund der Probenabmessungen nicht zugänglich. TEM wäre auch nicht erfolgversprechend, da es sich hier um recht grobe Gebilde handelt. Man würde kaum mehr als ein Korn oder sogar nur einige Subkörner erfassen. Im Grunde genommen ist der vermessene Bereich ausgehend von der Standardkorndefinition auch hier zu klein.

Dies ist eine wichtige Erkenntnis, selbst wenn die Probe konkret von keinem besonderen Interesse ist. Ähnliches wurde nämlich bei superplastischen Aluminium-Lithium-Legierungen beobachtet [98Gar]. In diesem Fall müssen bisher als gültig angenommene Mechanismen und Korngrößenabhängigkeiten der superplastischen Verformung überdacht werden.

Zusammenfassung und Ausblick

Methodisch stellten die Probenabmessungen ein Problem dar. Es handelte sich um eine sehr dünne Metallfolie, 3 mm im Durchmesser. Durch Ionenstrahlpolieren konnte die Oberfläche so präpariert werden, dass daraus Pattern sehr guter Qualität resultierten.

Durch EBSD lässt sich die „wahre“ Kornstruktur enthüllen. Dies ist insbesondere der Tatsache zu verdanken, dass der Kontrast für die Gefügerekonstruktion in Form von Gefügekarten durch die Orientierungsunterschiede gegeben ist. Dadurch, dass an jedem Messpunkt die Orientierung explizit bekannt ist, sind Desorientierungen ebenfalls zugänglich. Somit können Klein- von Großwinkelkorngrenzen unterschieden werden, was durch andere Kontrastierungs- und Abbildungsmethoden (mit Ausnahme vom TEM) nicht möglich ist. Der entscheidende Vorteil gegenüber TEM ist die Möglichkeit, wesentlich größere Probenbereiche zu erfassen.

5.3.3 Beispiel 3: Spezielle Korngrenzen, Rekristallisation (Kupfer-Bleche)

Kurzfassung

Bleche aus reinem Kupfer wurden nach unterschiedlicher Verformung und thermischer Behandlung mittels OIM untersucht. Besonderer Augenmerk wurde auf den Korngrenzenzustand gerichtet. Außerdem wurden ebenfalls Kornmorphologie und Orientierung betrachtet. Besondere Vorteile der Methode im Zusammenhang mit den an diesen Materialien gewonnenen Erkenntnisse werden hervorgehoben.

Materialklasse:	Metall
Gefügezustand:	polykristallin, einphasig
Methodische Herausforderung:	Verformung (60 %, 80 %), teils bimodale Korngrößenverteilung
Besondere Vorteile EBSD:	Korngrenzenzustand, spezielle Korngrenzen, Korngrößenverteilung, Korndefinition

Einleitung

Viele Arbeiten beschäftigen sich mit der Beschreibung vom Gefüge in gewalzten Blechen (s. z.B. [72Got], [91Szt], [92Hae]), weil sie meist eine kristallographische und morphologische Textur aufweisen, die großen Einfluss auf die Anisotropie der Eigenschaften hat. Seit der Automatisierung der EBSD häufen sich auch die Studien, die sich den Korngrenzen widmen, erlaubt doch diese Technik die explizite Bestimmung von Desorientierungen an den Korngrenzen in Gegensatz zu TEM in einem großen Probenbereich. Das überdurchschnittliche Interesse an diesem Gefügeaspekt ist dadurch begründet, dass viele Werkstoffeigenschaften sowie eine Reihe von metallkundlichen Prozessen von den Korngrenzen dominiert sind. Kupfer, als kfz-Metall mit niedriger Stapelfehlerenergie eignet sich hervorragend auch zu grundlegenden Untersuchungen, da bei diesem Material über thermomechanische Prozesse der Korngrenzenzustand leicht zu beeinflussen ist. Besondere Rolle spielen in jedem Fall Zwillingskorngrenzen. Weiterführende Details zu diesem Thema finden sich in [92Ral], [92Wat], [94Fie], [96Ern], [99Kum], [99Ran], [99Wat].

In diesen Untersuchungen wurden Kupferbleche als Modellmaterial gewählt, um die Möglichkeiten, mit der OIM-Methode Korngrenzen zu beschreiben festzustellen.

Experimentelles

Drei Proben wurden untersucht: eine mit einem Walzgrad von 60 % (Cu60), eine mit einem Walzgrad von 80 % (Cu80) und eine mit einem Walzgrad von 80 %, die vollständig rekristallisiert ist (Cu80rx).

Ergebnisse und Diskussion

Die Ergebnisse der OIM-Messungen sind in Abb. 5-3-7 bis 5-3-9 zusammengefasst. Neben der entsprechenden Gefügekarte (Farben entsprechen der inversen Polfigur, s. Anhang) sind da auch die Polfiguren, die Desorientierungswinkelverteilung und die Häufigkeit spezieller CSL Korngrenzen aufgeführt.

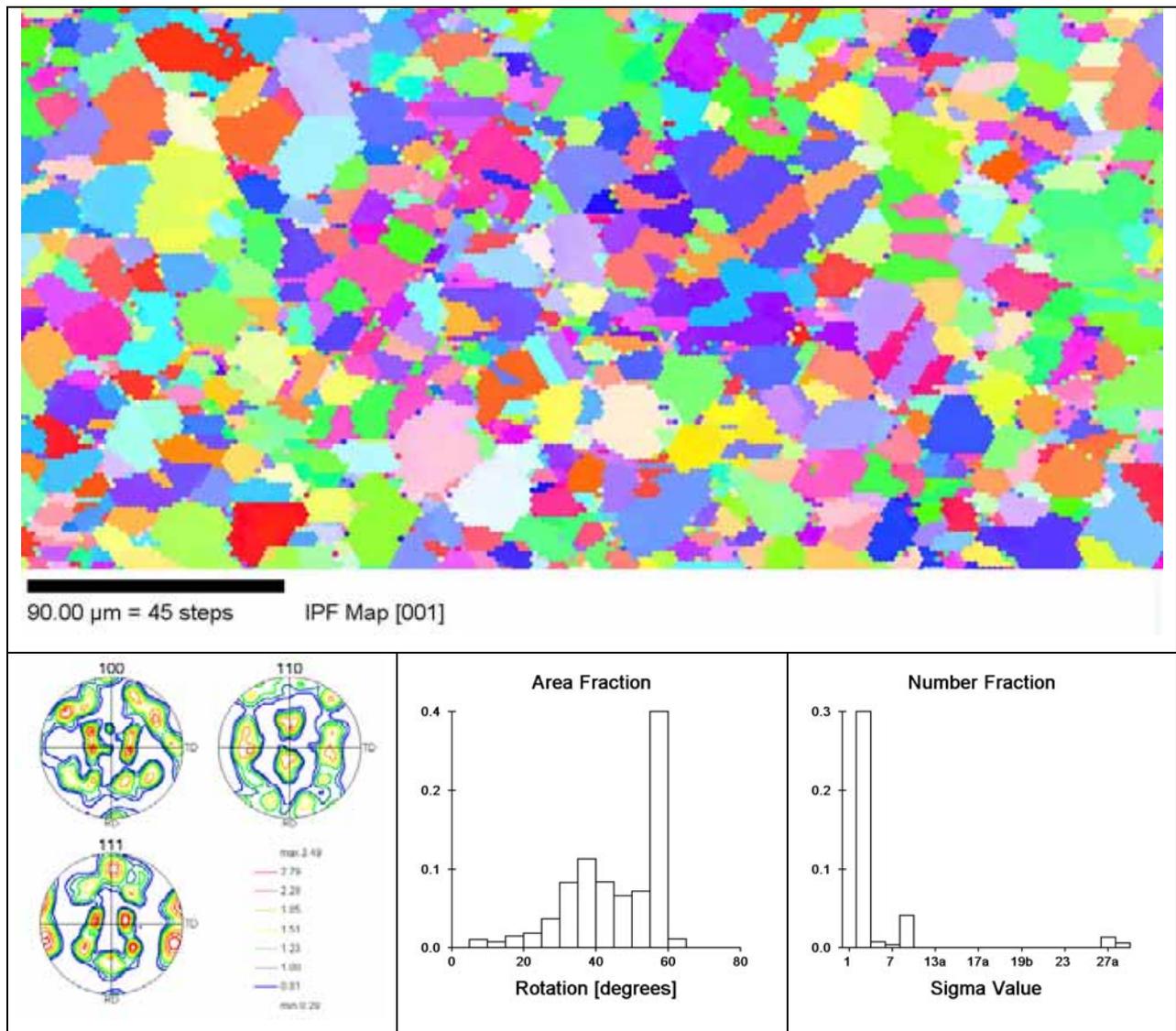


Abbildung 5-3-7: Ergebnisse der OIM-Messungen für Probe Cu60: Gefügekarte – Farben entsprechen der inversen Polfigur, Polfiguren, Desorientierungswinkelverteilung, CSL-Verteilung

Die Probe mit Walzgrad 60 % Cu60 weist ein relativ homogenes Gefüge auf. Es ist keine besondere Streckung der Körner zu beobachten. Parallele gerade verlaufende Korngrenzen mit gleicher Orientierung außerhalb des so gebildeten Bandes deuten auf Zwillingskorngrenzen hin. Dies bestätigt die Desorientierungswinkelverteilung, die sich deutlich von der regellosen unterscheidet. Das klare Maximum bei 60° mit 40 % findet sich in der CSL-Verteilung wieder, allerdings verteilt auf die $\Sigma 3^n$ Korngrenzen. Somit ist es eindeutig, dass es sich tatsächlich um Zwillingskorngrenzen handelt.

Die beobachtete Textur ist die typische Kupferwalztextur [62Was], wobei die Kupfer-Komponente $\{112\}\langle 111 \rangle$ (s. auch Anhang) am stärksten ausgeprägt ist.

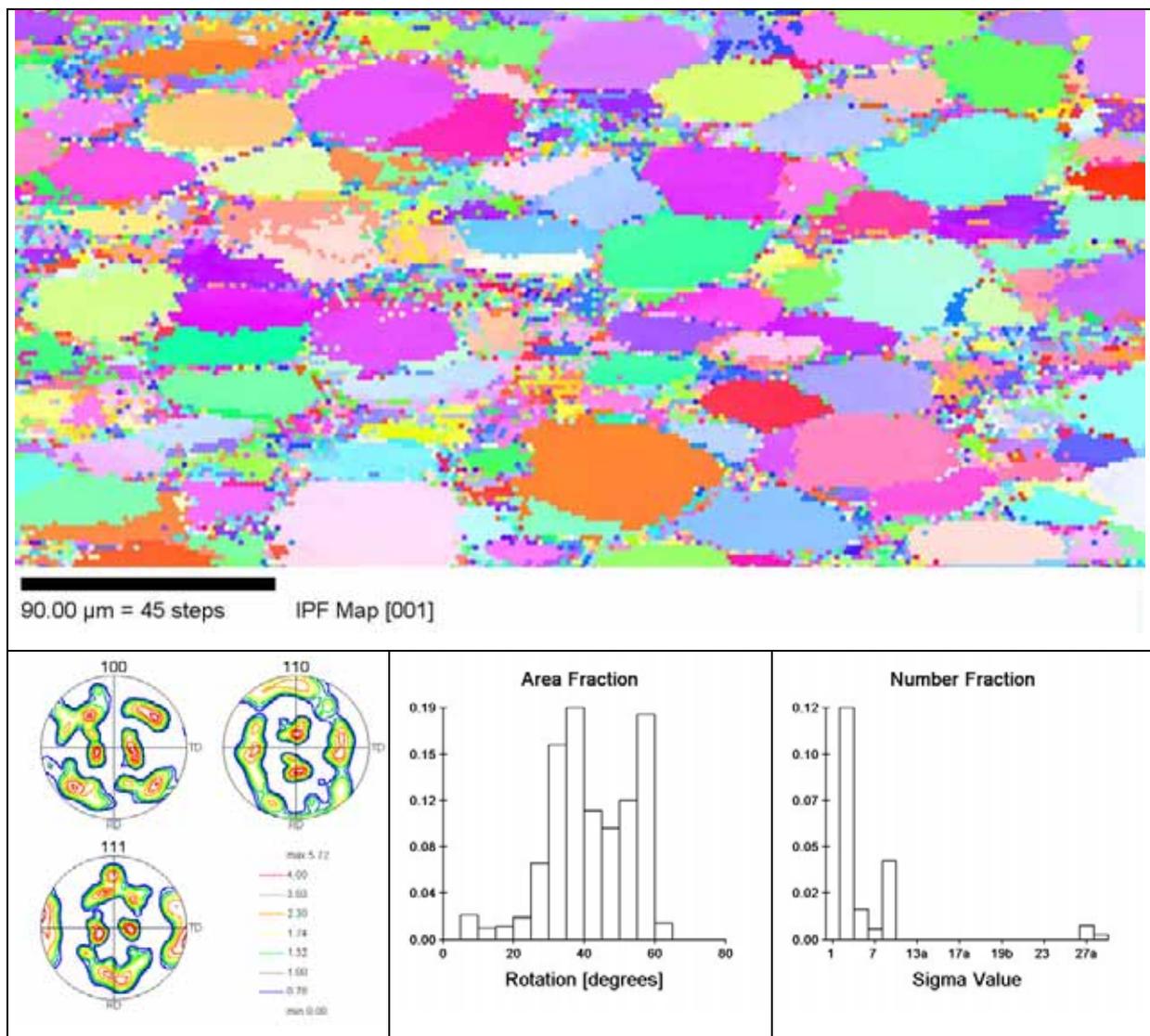


Abbildung 5-3-8: Ergebnisse der OIM-Messungen für Probe Cu80: Gefügekarte – Farben entsprechen der inversen Polfigur, Polfiguren, Desorientierungswinkelverteilung, CSL-Verteilung

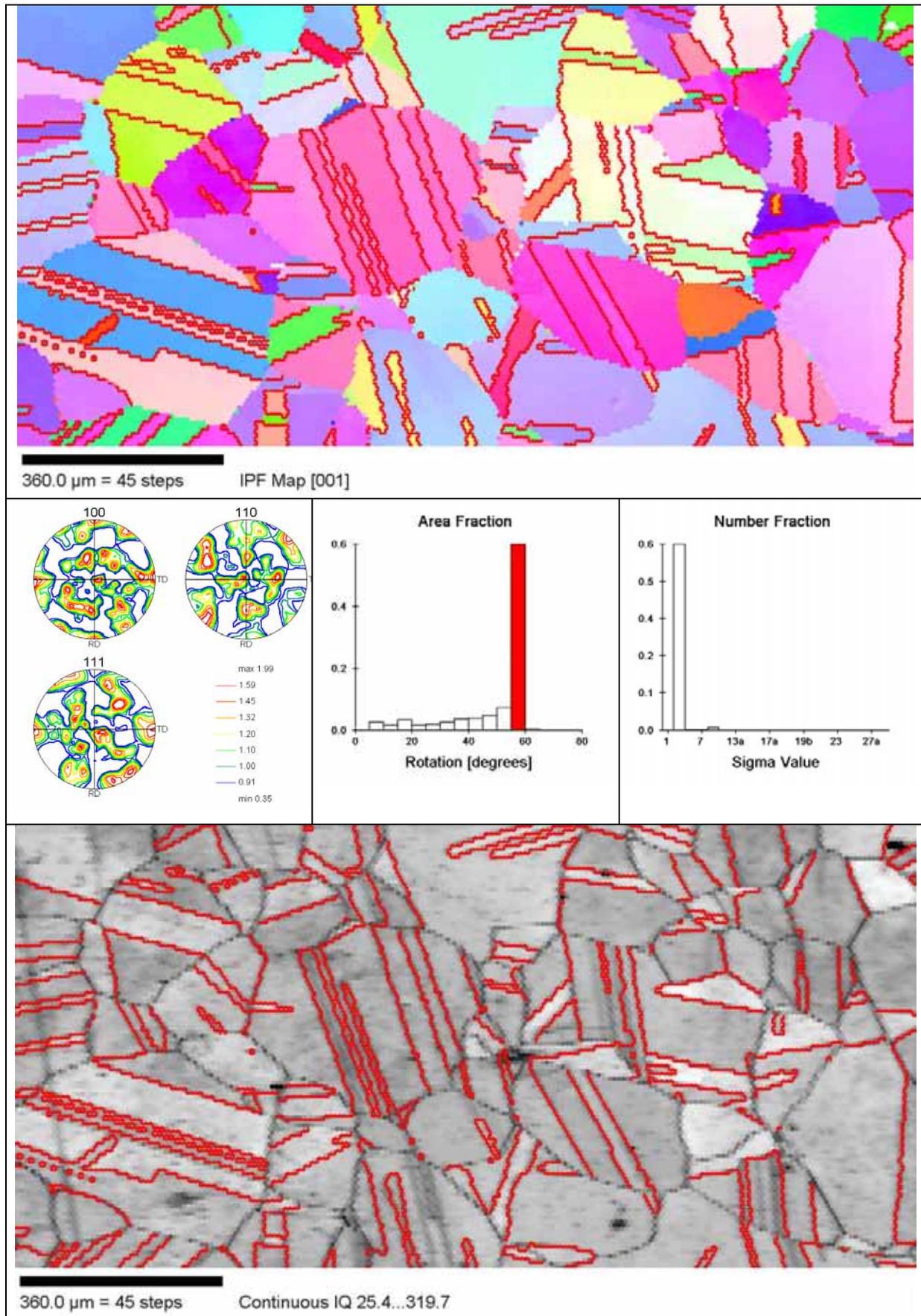


Abbildung 5-3-9: Ergebnisse der OIM-Messungen für Probe Cu80rx: Gefügekarte – Farben entsprechen der inversen Polfigur, Polfiguren, Desorientierungswinkelverteilung, CSL-Verteilung, räumliche Anordnung der Zwillingkorngrenzen

Ein ganz anderes Bild ergibt sich bei der Probe mit 80 % Walzgrad (Abb. 5-3-8). Das Gefüge weist eine ausgeprägte bimodale Korngrößenverteilung auf, bestehend aus großen elliptischen Körnern, gestreckt in die Walzrichtung und sehr kleinen Körnern dazwischen, die z.T. auch parallel zur Walzrichtung gestreckt sind. Es muss erwähnt werden, dass im Bereich der kleinen Körner die Patternqualität nicht sehr gut ist. Dem können zwei verschiedene Ursachen zu Grunde liegen: Starke Verformung, die zu Spannungen im Kristallgitter führt und somit zu Kontrastverlust im entsprechenden Pattern oder aber Überlagerung von Pattern, wie an Korngrenzen üblich. Jedenfalls ergeben sich dadurch auch schlechte Werte für den CI-Wert, was jedoch nicht heißt, dass die zugeordnete Orientierung falsch ist, lediglich dass die Indizierung vergleichsweise unsicher ist (s. auch 2.2.2).

Auch bei Cu80 wird die Kupfer-Walztextur beobachtet. Sie ist etwas schärfer – 5,8mal regellos gegen 3,5mal für Cu60. Das ist nicht verwunderlich, da durch stärkere Verformung die Textur entsprechend auch verschärft wird [62Was].

Die Desorientierungswinkelverteilung weist zwei Maxima von jeweils etwa 20 % auf. Das eine ist auch hier bei 60°, während das andere zwischen 35 und 40° liegt. In diesem Bereich liegen einige andere CSL-Korngrenzen mit niedrigem Σ , wie z.B. $\Sigma 5$ (100/36,9°), $\Sigma 7$ (111/38,2°), $\Sigma 9$ (110/38,9°) und $\Sigma 27$ (110/31,6°) [88Zha]. In der CSL-Korngrenzen-Verteilung finden sich diese wieder. Sie sind auch bei Probe Cu60 vorhanden, wie auch das kleine Maximum in der Desorientierungswinkelverteilung aber auch die CSL-Korngrenzen-Verteilung zeigen. Hier sind sie allerdings ausgeprägter. Korngrenzen mit einem Desorientierungswinkel um 40° werden für besonders mobil gehalten [96Ran]. Das könnte auch der Grund für das Kornwachstum sein. Etwas weniger erwartet, rein aus der Beobachtung der Gefügekarte, ist die Präsenz von Zwillingskorngrenzen oder $\Sigma 3$.

Probe Cu80rx ist praktisch Probe Cu80 nur vollständig rekristallisiert (800°C, 3 Stunden). Das Gefüge ist sehr grobkörnig – man beachte den anderen Maßstab (Abb. 5-3-9). Die Textur ist sehr schwach, knapp 2mal regellos. Man kann aber trotzdem die Kupfer- sowie die Würfelrekristallisationskomponente erkennen. Die Korngrenzensituation hier ist viel extremer als bei den anderen Proben. Etwa 60 % aller Korngrenzen sind Zwillinge, was schon aus der Gefügekarte ersichtlich ist, jedoch durch die Desorientierungswinkelverteilung und CSL-Korngrenzenverteilung eindeutig belegt wird. Die räumliche Anordnung der Zwillingskorngrenzen ist in der Patternqualität-Gefügekarte mit den Graustufen am besten erkennbar. Interessant ist, dass sie vorwiegend im Korninneren anzutreffen sind und da durchaus vielfach. Interessant ist auch dass sie meist miteinander verbunden sind und so eine Art Netzwerk durch die ganze Kornstruktur bilden.

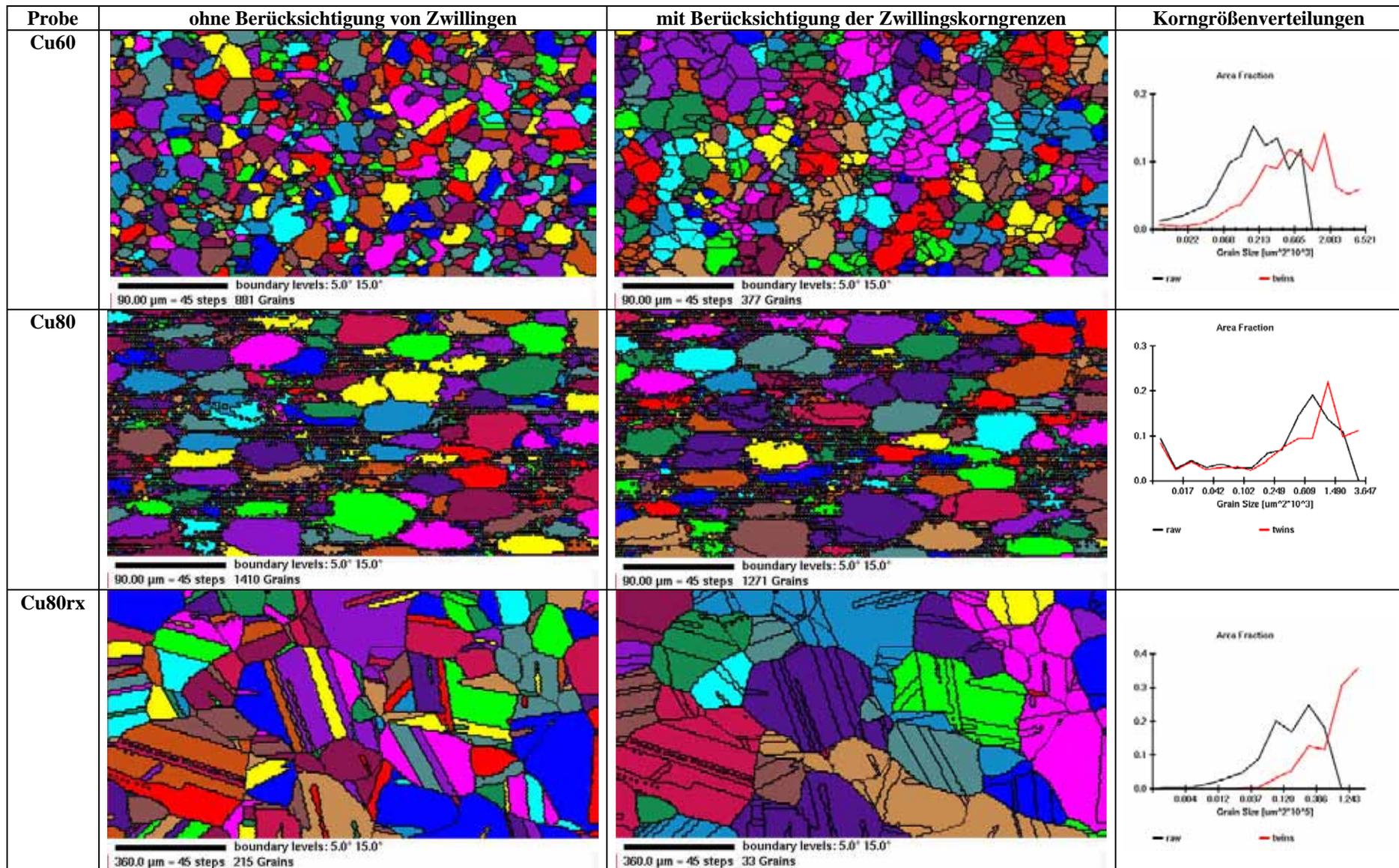


Abbildung 5-3-10: Berücksichtigung der Zwillingskorngrenzen bei der Kornbetrachtung

Ein besonderer Vorteil der OIM ist gerade diese Lokalisierung der speziellen Korngrenzen im Gefüge. Dadurch können sie berücksichtigt, sprich ausgeblendet werden, um z.B. die ursprüngliche Korngröße zu ermitteln, sollte es sich um mechanische Verzwillingung handeln bzw. die Größe der Körner, falls sie bei der Rekristallisation nicht verzwillingt wären [OOTSL]. Diese Gegenüberstellung ist in Abb. 5-3-10 wiedergegeben. Das kann kaum mit einer anderen Methode erreicht werden, da es praktisch sehr schwer ist, die Korngrenzen sicher zu differenzieren. Prinzipiell ginge es noch am TEM. Da es sich hier aber um recht grobe Strukturen handelt, würde man nicht mehr als ein paar pro Folie (wenn günstig geschnitten) vermessen können. Lichtmikroskopisch wäre diese Aufgabe nicht ohne erhebliche Fehler zu bewältigen, allein dadurch, dass man auf eine Gefügeentwicklung z.B. durch Ätzen angewiesen ist. Und $\Sigma 3$ -Korngrenzen sind z.B. für ihre besondere chemische Beständigkeit bekannt. D.h. in der Regel wären gar nicht alle sichtbar. Aber selbst wenn das gut gelingen sollte, ist es sehr schwierig zu entscheiden, welche davon denn nun tatsächlich Zwillinge sind. Bei manchen ist es weniger problematisch – die in Form von einem Band im Korninneren zu finden sind. Andere, die z.B. auf „normalen“ Korngrenzen liegen, würden wahrscheinlich nicht berücksichtigt. Insbesondere in Gefügen, wo Zwillinge nicht so auffällig sind, wie z.B. bei Cu80 hätte man so keine Chance, sie zu detektieren.

Zusammenfassung und Ausblick

Methodisch gesehen ist das untersuchte Material eher unkritisch. Starke Verformung jedoch führt zu schlechter Patternqualität. Teilweise vorhandene bimodale Korngrößenverteilung erschwert die Wahl der Schrittweite für die automatische Abrasterung der Probe.

OIM eignet sich wie keine andere Methode hervorragend zur quantitativen Erfassung des Korngrenzenzustands (im Sinne von Desorientierungswinkelverteilung) in polykristallinen Materialien. Dies wurde an drei verschiedenen vorbehandelten Kupferblechproben illustriert.

Die Kontrolle der Korngrenzen (grain boundary engineering) verspricht bedeutende Verbesserung einiger Eigenschaften, wie z.B. Bruchzähigkeit, Korrosionsverhalten und ist über die Herstellung des Materials über thermo-mechanische Prozesse zugänglich. OIM steht da eine wichtige Rolle als Bindeglied zu. Auch das Verständnis korngrenzengesteuerter metallkundlicher Prozesse kann durch OIM-Anwendung vertieft und gegebenenfalls angepasst werden.

5.3.4 Beispiel 4: Zusammenhang Orientierung – Materialabtrag (Eisen und Stahl)

Kurzfassung

An einem kohlenstoffarmen Stahl wurden Untersuchungen des Korrosionsverhaltens mit Berücksichtigung der im Grobblech vorherrschenden Textur unternommen [00Kat]. Eine Korrelation zwischen Materialabtrag und Orientierung auf der mikroskopischen Ebene zu beschreiben hat sich wegen Rauigkeit, Feinkörnigkeit und Korrosionsprodukten an der Oberfläche als sehr schwierig herausgestellt. (*Teil I*)

Reines Eisen mit regelloser Orientierungsverteilung wurde als Modellmaterial für eine Machbarkeitsstudie benutzt. Ziel war es mikroskopische Daten bzgl. Orientierung (EBSD) und lokalem Materialabtrag (WLI) zu korrelieren. Dabei wurde der chemische Angriff über verschiedene gebräuchliche Ätzmittel erzeugt, um der Problematik mit den Korrosionsprodukten an der Probenoberfläche zu entkommen. (*Teil II*)

Materialklasse:	Metall
Gefügestand:	polykristallin
Weitere Methoden:	Röntgertexturanalyse, WLI, Korrosionstests
Methodische Herausforderung:	Unebenheit; unreine Oberfläche (Korrosionsprodukte); Korrelation mit Oberflächentopographie
Besondere Vorteile EBSD:	Anordnung der Orientierungen

Einleitung

Wenn ein Metall einem korrosiven Medium ausgesetzt ist, hängt die Materialabtragsrate in jedem Korn von seiner Orientierung ab, da die Bindungsenergien der Atome in den verschiedenen kristallographischen Ebenen sich unterscheiden [90Scu], [93Boc]. Die Energie, die benötigt wird, um die Bindungen zu lösen, sprich ein Metallatom herauszulösen, ist höher für kristallographischen Ebenen mit höherer Anzahl nächster Nachbar, d.h. dicht gepackte oder Ebenen mit niedrigen Miller-Indizes. Deshalb wird erwartet, dass sie chemisch resistenter sind. Weitere Einflussfaktoren sind die chemische Zusammensetzung, Morphologie (insbes. bei Beschichtungen), Spannungs- und Korngrenzenzustand im Material [98Par].

Neuere Arbeiten im Bereich der Korrosion beschäftigen sich zunehmend mit der Texturabhängigkeit des Korrosionsverhaltens [93Lin], [95Gre], [96Mag], [97Flo], [97Ram], [99Zho], [99Ush]. Dabei wird Korrosionsschutzschichten besondere Aufmerksamkeit gewidmet. Meist handelt es sich um eine makroskopische Erfassung der Effekte, z.B. röntgenographisch gemessene Polfiguren charakterisieren die Textur, und sie werden mit dem Korrosionsverhalten (auch pauschal gemessen – Gewichtsverlust, etc.) in Verbindung gebracht. Dies ist für die praktische Anwendung in der Regel ausreichend. Mikroskopische Betrachtungen sind wesentlich schwieriger zu realisieren. Es sind einige wenige an hexagonalen Metallen bzw. Oxidschichten bekannt, z.B. [96Fla], [98Schw]. In Bezug auf Korngrenzen sind mikroskopische Untersuchungen unerlässlich [95Lin], [97Kav], [99Ger], [99Yam].

An Konstruktionswerkstoffen werden unter korrosive Bedingungen nicht nur bzgl. ihrer mechanischen Eigenschaften und der Schweißbarkeit sondern auch in bezug auf ihr korrosives Verhalten hohe Anforderungen gestellt. Obwohl im Schiffbau inzwischen einige neue Materialien interessant geworden sind, bleiben Stähle in diesem Industriezweig die am häufigsten eingesetzten Metalle [97Eng]. Sie werden in den meisten Fällen mit einer Korrosionsschutzschicht überzogen, trotzdem darf ihre Reaktion mit dem Meerwasser nicht außer Acht gelassen werden, da eine Beschädigung dieser Schutzschichten z.B. beim Transport oder durch Mikroorganismen erfolgen kann. Korrosionsverluste werden auf etwa 1-3 g/(m²Tag) geschätzt [55Töd].

Da Texturen und Korngrenzencharakter einen großen Einfluss auf das Korrosionsverhalten haben, steigen die Bestrebungen, die Zusammenhänge zu quantifizieren und besser zu verstehen, um Werkstoffe entsprechend beeinflussen bzw. einstellen zu können.

Die vorliegenden Untersuchungen sollen durch einen methodischen Ansatz einen Beitrag in diese Richtung leisten.

Experimentelles, methodische Herausforderung

Teil I

Der untersuchte kohlenstoffarme Stahl war folgender Zusammensetzung (in gew.%): 0,075 C; 0,36 Si; 1,56 Mn; 0,04 Al; 0,006 N; 0,51 Ni; 0,16 Mo. Nach dem Walzen ist er in Wasser abgeschreckt worden.

Die Makrotextur wurde röntgenographisch ermittelt – drei Polfiguren wurden gemessen (200, 110 und 211).

Zur Bestimmung des Korrosionsverhaltens wurden drei Proben vom Material abgetrennt. Diese wurden anschließend entsprechend in Walz- (RD), Quer- (TD) und Normalrichtung (ND) vorsichtig (zur Vermeidung von Spannungen an der Probenoberfläche) bis zu 0,05 µm poliert. Stromdichte-Spannungs-Messungen erfolgten in künstlichem Meerwasser der folgenden Zusammensetzung [97AST]: 24,53 g NaCl; 5,20 g MgCl₂·6H₂O; 4,09 g Na₂SO₄; 2,2 g CaCl₂·2H₂O; 0,695 g KCl; 0,201 g NaHCO₃; 0,101 g KBr; 0,027 g H₃BO₃; 0,025 g SrCl₂·2H₂O; 0,0003 g NaF in 1 l destilliertem Wasser.

Im mikroskopischen Bereich erfolgten nach 24-stündiger Verweildauer in künstlichem Meerwasser EBSD- und WLI-Messungen. Schwierig hier ist vor allem die Unebenheit der Probenoberfläche durch den chemischen Angriff, sowie Reste von Korrosionsprodukten, die zu schlechter Patternqualität (störende Schicht, Aufladungen) geführt haben.

Teil II

Für diese methodische Machbarkeitstudie wurde als Modellmaterial reines ARMCO-Eisen mit regelloser Orientierungsverteilung gewählt. Es wurde darauf geachtet, dass das Material unkritisch (für EBSD) in bezug auf Korngrößenverteilung und Spannungszustand ist.

Die herausgenommenen Proben wurden unterschiedlich chemisch behandelt (Tauchätzung) (s. Tabelle 5-3-1). Es wurden jedoch keine Korrosionstests gemacht, da dadurch erhebliche Schwierigkeiten aufgrund von Korrosionsprodukten und starker Aufrauung an der Oberfläche für die anschließende Anwendung der Mikroskopietechniken entstehen. Vielmehr handelt es sich um geläufige Ätzmittel für Eisen und Stahl, die jedoch unterschiedliche Effekte hervorrufen, z.B. Korngrenzen- (KG) oder Kornflächenätzung (KF).

Probe	Ätzmittel	Behandlung	Effekt
P	Pikral: ges. wässr. Lösung von Pikrinsäure	Tauchätzung ~ 5 min, RT	KG
N	Nital: HNO ₃ in Isoamylalkohol, 2%	Tauchätzung ~ 5 min, 30-35 °C	KF
C	5 g FeCl ₃ in 50 cm ³ dest. Wasser	Tauchätzung ~ 50 s, RT	KF
S	alkalische SiO ₂ -Suspension, OPS 0,05 µm	Polieren 2 min, 75 Upm	Relief (KF)

Tabelle 5-3-1: Untersuchte Eisenproben und deren Behandlung

Mikrohärteeindrücke wurden als Markierung benutzt, um so dieselben Bereiche mit OIM bzw. WLI zu vermessen und die Zuordnung zu erleichtern.

Zur Orientierungsbestimmung wurden OIM-Messungen durchgeführt, während der lokale Materialabtrag mit Hilfe der WLI quantifiziert wurde.

Ergebnisse und Diskussion

Teil I

Für die Röntgentexturmessungen wurden Proben in Querrichtung herausgeschnitten. Abb. 5-3-11 zeigt die entsprechenden Polfiguren, die eine leichte Texturierung aufweist (bis zum 1,6-fachen der statistischen Verteilung). In der TD werden bevorzugt {100}-Würfelflächen gefunden. Wird, wie üblich, die Normalrichtung (ND) betrachtet, so zeigt sich eine Art Goss-Textur, wobei die $\langle 100 \rangle$ -Richtung in der TD und nicht in der Walzrichtung (RD) liegt. In der RD verhält es sich ähnlich wie in der ND (Abb. 5-3-12).

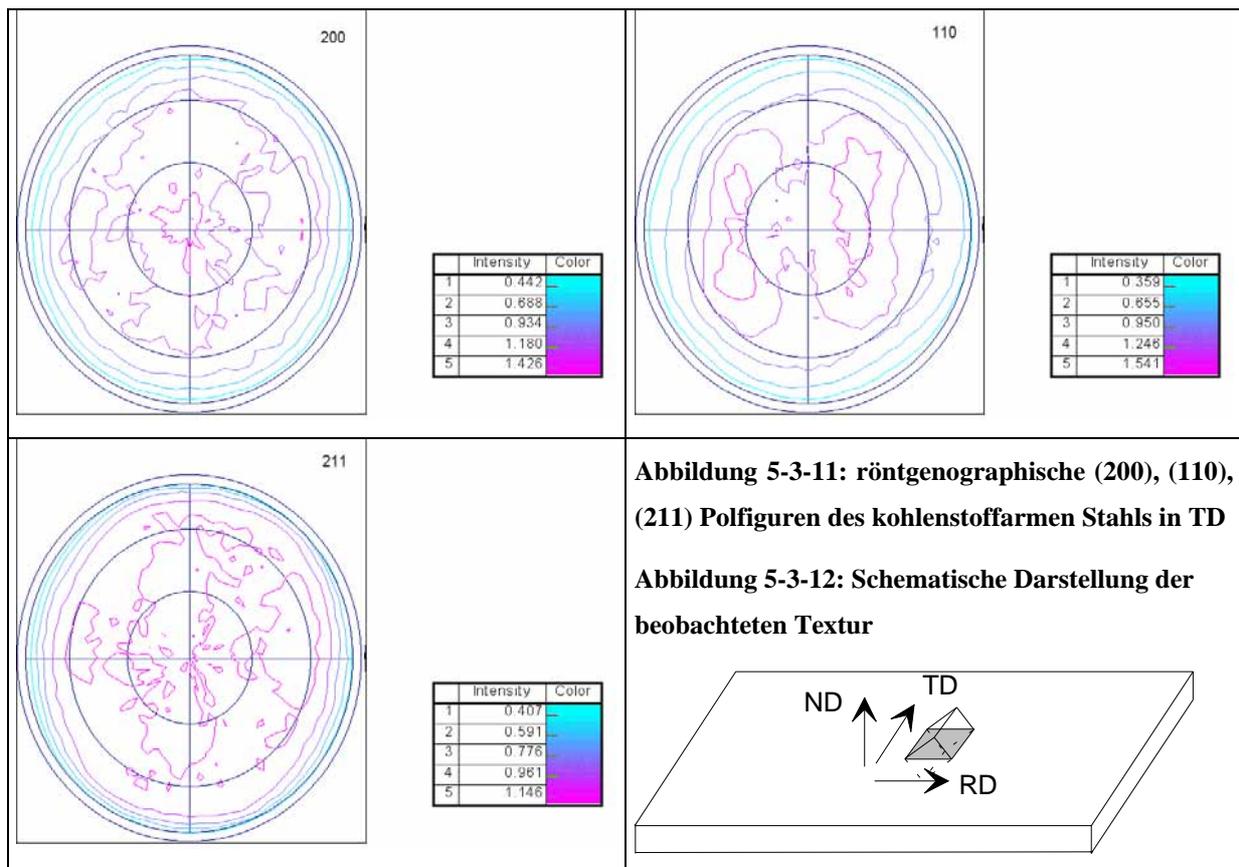
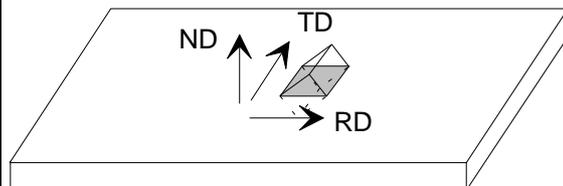


Abbildung 5-3-11: röntgenographische (200), (110), (211) Polfiguren des kohlenstoffarmen Stahls in TD

Abbildung 5-3-12: Schematische Darstellung der beobachteten Textur



Die Ergebnisse des Korrosionsversuchs (Stromdichte-Spannungs-Kurve) in den drei Hauptrichtungen der Probe zeigt Abb. 5-3-13. Es ist allgemein bekannt, dass kristallographische Ebenen höherer Dichte stabiler sind (s.o.). Dies stimmt auch mit dem Experiment überein – der niedrigste Durchschlagswert wurde in TD beobachtet, wo die {100}-Ebenen häufiger auftraten. Erwartungsgemäß war die ND bedingt durch die Textur am stabilsten, denn die {110}-Ebenen sind die dichtestgepackten kristallographischen Ebenen im krz-System (Ferrit). Die RD verhält sich ähnlich der ND, da auch die Orientierungsanordnung in dieser Richtung der der ND gleicht. Der Durchschlagswert ist geringer. Dieses kann auf eine größere Aufweitung der mittleren Abweichung zurückgeführt werden. Insgesamt sind die Unterschiede eher gering, da die Textur auch sehr schwach ist.

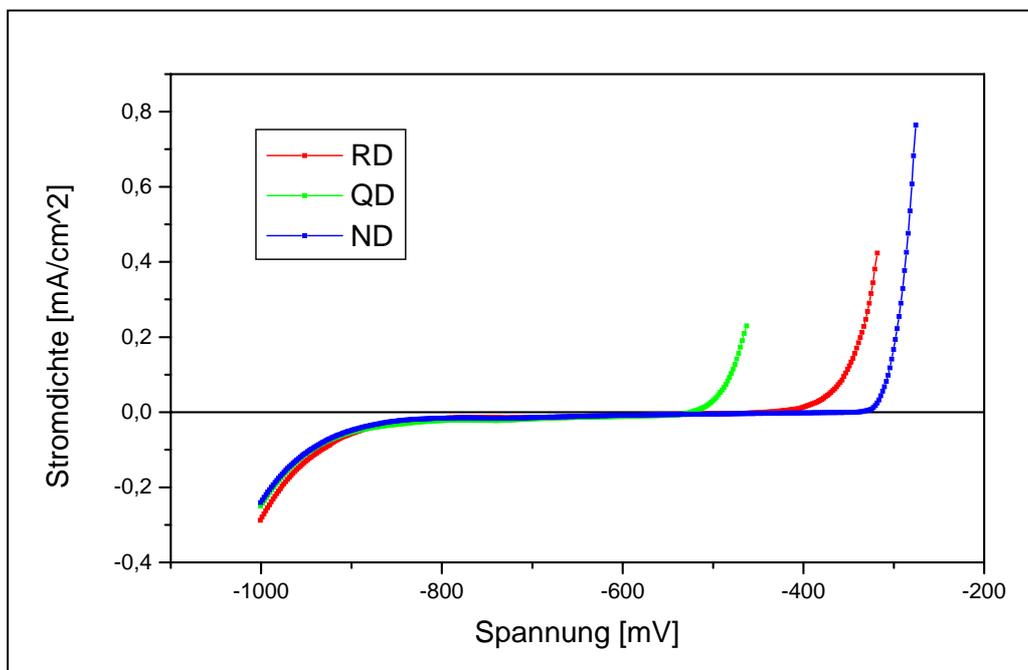


Abbildung 5-3-13: Korrosionsversuch in künstlichem Meerwasser, Probennahme in RD, TD and ND

Für die OIM-Messung wurde die Probe ebenfalls in TD genommen. In Abb. 5-3-14 ist die gemessene Kornstruktur zu sehen. Die Farben im Bild entsprechen der inversen Polfigur (s. Anhang). Die entsprechenden Polfiguren sind in Abb. 5-3-15 gezeigt. Im Vergleich mit Bild 5-3-11 wird eine gute Übereinstimmung zwischen röntgenographischen und elektronenoptischen Orientierungsmessungen deutlich. Die OIM-Daten sind statistisch repräsentativ (s. auch 2.2.4 und 4.1.2), da ein ausreichend großer Bereich vermessen wurde. Darin waren 2189 Körner enthalten. Die mittels EBSD gemessene Textur erscheint schärfer als die röntgenographisch gemessene (bis zu 3-fach regellos). Das kann damit begründet

werden, dass in OIM die Polfigur anzahlgewichtet ist, d.h. große Körner mit vielen Messpunkten zählen mehr als kleinere. Wie aus dem Gefügebild ersichtlich sind viele der großen Körner nahe $\{100\}$ orientiert (rot). Des weiteren ist der Messbereich bei der röntgenographischen Messung viel größer (es wurde sogar 10 mm oszilliert) und die Eindringtiefe ist wesentlich größer. Außerdem ist die Textur an der Oberfläche meistens am stärksten.

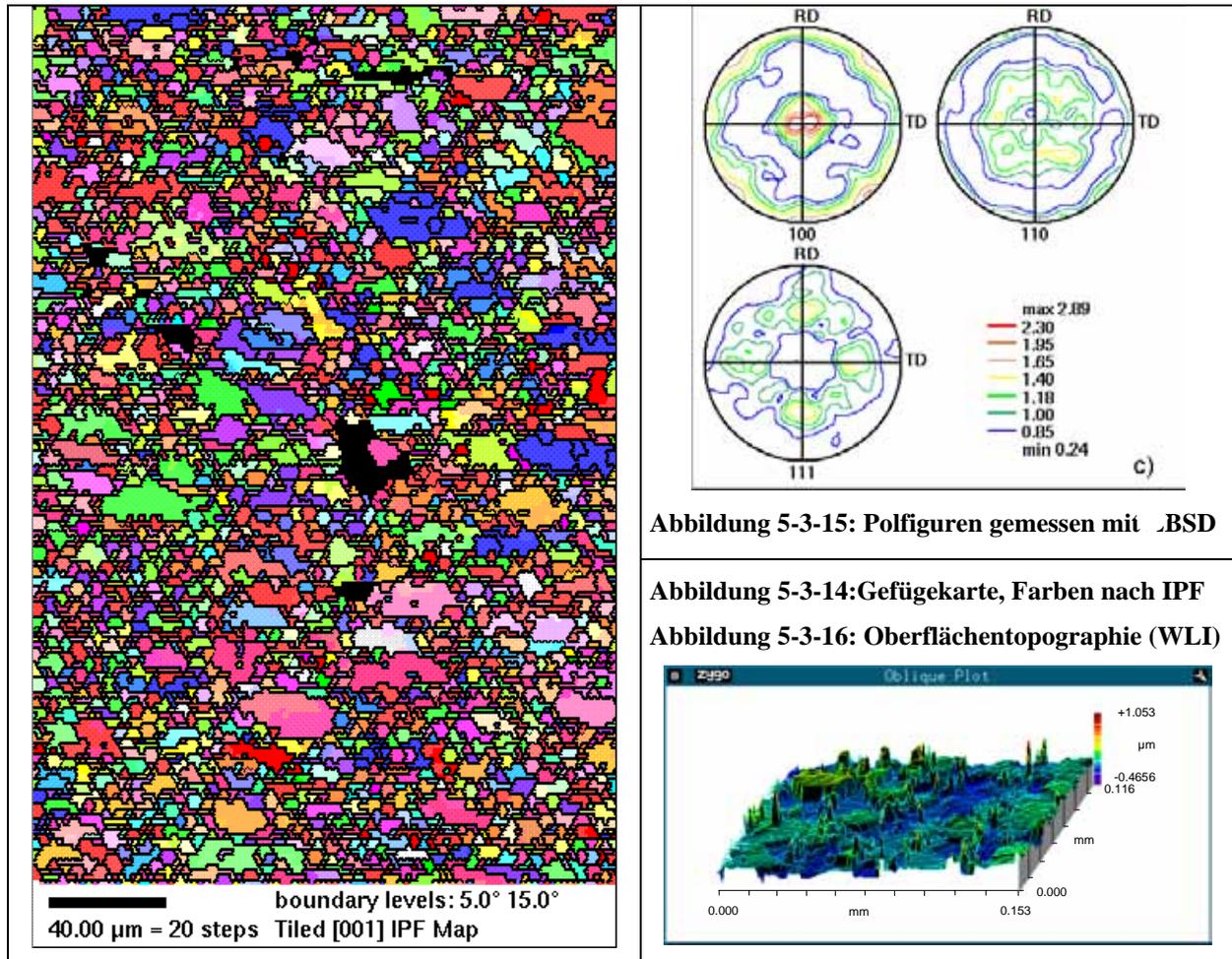


Abbildung 5-3-15: Polfiguren gemessen mit .BSD

Abbildung 5-3-14: Gefügebarte, Farben nach IPF

Abbildung 5-3-16: Oberflächentopographie (WLI)

Der zweite wichtige Teil bei der mikroskopischen Untersuchung betrifft die Oberflächentopographie der Proben nach dem Einwirken des Meerwassers. Zunächst wurde die Aufrauung der Oberfläche durch das Meerwasser statistisch untersucht. An sieben verschiedenen Stellen ($300 \times 300 \mu\text{m}^2$) wurden die Rauigkeiten gemessen und deren Mittelwert berechnet. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Tabelle 5-3-2 zusammengefasst. Diese bestätigen die bereits makroskopisch durch den Korrosionsversuch ermittelte Reihenfolge. Lokale Höhenunterschiede können grundsätzlich mittels WLI gemessen und visualisiert werden. In Abb. 5-3-16 ist ein Pseudo-3D-Plot einer Messung an

der Probe gezeigt. Es gelang nicht, denselben Messbereich wie bei OIM auch hier zu wählen, um die kristallographischen Orientierungsdaten mit dem lokalen Materialabtrag zu korrelieren. Dies ist insbesondere auf die Korrosionsprodukte an der Oberfläche (trotz sorgfältiger Ultraschallreinigung) zurückzuführen. Für die OIM-Messungen wurde die Probe unmittelbar vorm Einbauen in die Vakuumkammer mit Zitronensäurelösung gereinigt. Die WLI-Messungen erfolgen an Luft. Korrosionsprodukte verursachen Spikes, die die Daten modifizieren. Außerdem wird dadurch die abgebildete Höhenverteilung viel flacher, und das Bild ist insgesamt sehr verrauscht. Dies erschwert enorm die Wiedererkennung der Körner. Nicht zu vernachlässigen ist auch die Feinkörnigkeit der Probe.

Deshalb wurde Teil II dieser Untersuchung initiiert.

Probenrichtung	rms vorher, μm	rms nachher, μm	Aufrauen, %
ND	0,061	0,083	36
RD	0,047	0,074	57
TD	0,050	0,086	72

Tabelle 5-3-2: Aufrauen der Probenoberfläche nach 24 Stunden in künstlichem Meerwasser, Probennahme in verschiedene Richtungen

Teil II

Die markierten Bereiche wurden nach der entsprechenden chemischen Behandlung zunächst weißlichtinterferometrisch vermessen, da nach den OIM-Messungen oft eine Kontaminationsschicht den gemessenen Bereich überzieht, die für die optische Abbildung störend ist. Die Mikrostruktur wurde vorher auch lichtmikroskopisch festgehalten, um eine bessere Zuordnung später zu ermöglichen aber auch als Referenzgefügebild. Einige Ausschnitte aus den jeweiligen gemessenen Probenflächen sind zum Visualisieren der Mikrostruktur und der Topographie in Abb. 5-3-17 zusammengefasst. Dazu gehören ein lichtmikroskopisches Bild, eine nach OIM-Messung erstellte Patternqualitätskarte und ein Pseudo-3D-Plot aus WLI-Messung. In den WLI-Bildern sind die Härteeindrücke ausgeschlossen, da sie bei dieser Abbildung störend sind (s.u.).

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen stellen vertraute Bilder dar – typische Korngrenzen und Kornflächenätzungen, wobei sich die beiden Kornflächenätzungen untereinander auch unterscheiden. Bei Probe S ist die Reliefbildung klar zu sehen. Außerdem sind noch Spuren vom Schleifen und Polieren erkennbar, die erst durch den chemischen Angriff der alkalischen Silika-Suspension freigelegt wurden. Tiefer abgetragene Körner erscheinen dunkel. Dies ist Kontamination vom REM (Aufnahme erst nach der OIM-Messung). Diese Probenoberfläche

ist eher unansehnlich. Trotzdem lieferte sie EBSPs guter Qualität. Oft sieht eine Probenoberfläche perfekt im Lichtmikroskop aus, ergibt aber keine brauchbare Pattern. D.h. noch mal, dass kleine Unebenheiten, auch Relief weniger kritisch für EBSD-Anwendung sind als Reststörungen im Kristallgitter an der Oberfläche. Diese werden chemisch auf jeden Fall gelöst.

Die Patternqualitätsbilder geben das Gefüge zuverlässig wieder. Das ergibt der Vergleich mit der Lichtmikroskopie. Die Korngrenzenbereiche erscheinen dicker. Das hängt mit der gewählten Schrittweite und der Überlappung von Pattern zusammen. Das Bild von Probe C erscheint sehr plastisch, dadurch dass sich nicht nur die Korngrenzenbereiche vom Korninneren unterscheiden, sondern auch die einzelnen Körner verschieden gute Patternqualität liefern.

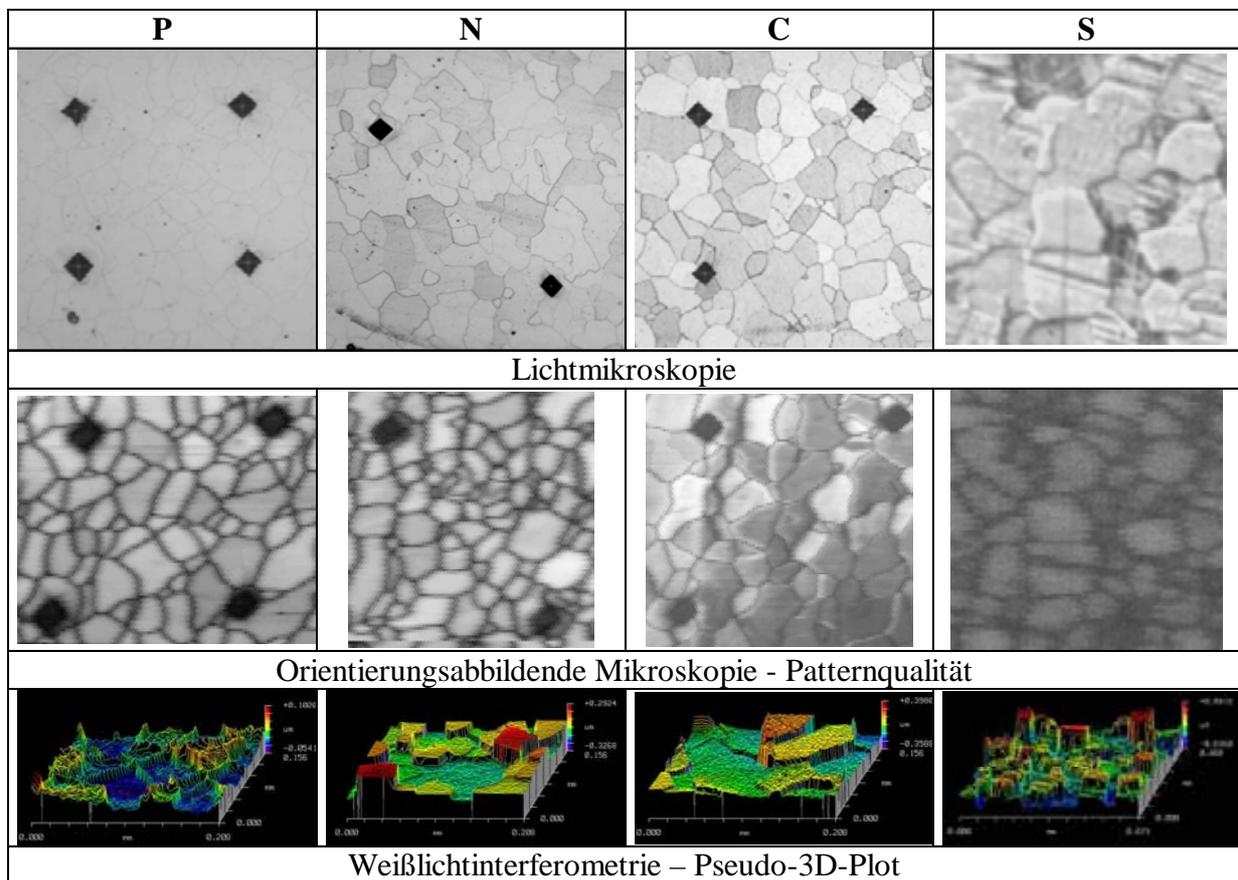


Abbildung 5-3-17: Verschiedene mikroskopische Aufnahmen der untersuchten Proben zur Visualisierung der Mikrostruktur und der Oberflächentopographie (Abstand zwischen Härteeindrücken: 200 µm)

Ein Grund dafür könnte sein, dass die weniger abgetragenen Körner noch Restverformung von der Präparation aufweisen, während diese gestörten Bereiche in den anderen Körnern mehr oder weniger vollständig herausgelöst wurden. Das spiegelt sich in den verschiedenen Graustufen wider.

Interessant sind auch die Oberflächentopographiebilder. Bei der Probe P (Korngrenzenätzung) z.B. stellt man fest, dass nicht die Korngrenzen angegriffen wurden, vielmehr ist gleichmäßig das Korninnere herausgelöst. Die Korngrenzen bleiben als etwa gleich hohe Stege stehen. Einige Körner sind auch höher als die Umgebung. Offenbar sind sie beständiger gegenüber diese Chemikalien. Die Kornflächenätzung ergibt eine Oberfläche mit unterschiedlich hohen Körnern. Bei Probe N ist die Kornhöhenverteilung gleichmäßiger. Bei Probe C dagegen werden wenige Körner beobachtet, die kaum angegriffen wurden, also ziemlich hoch sind. Die meisten anderen weisen kleinere Unterschiede auf. Unter Umständen sind die erzeugten Rauigkeiten innerhalb eines Korn unterschiedlich. Dafür spricht auch die unterschiedliche Patternqualität in den Körnern. Die Reliefoberfläche ähnelt einer Kornflächenätzung. Die Übergänge sind nur etwas runder, was möglicherweise durch die begleitende mechanische Behandlung (Polieren) zu erklären ist.

Allgemein sollte erwähnt werden, dass trotz sorgfältiger Reinigung im Ultraschallbad nach dem Ätzen minimale Reste von Reaktionsprodukten auf der Oberfläche zu finden sind. Diese erzeugen Spikes in den WLI-Messungen. Andererseits können sie als Fremdpartikel an der Oberfläche auch im REM Probleme verursachen. Manchmal wurden Effekte wie bei nicht leitenden Materialien beobachtet – Strahlverzeichnung, Ausfall der Indizierung durch schlechte Patternqualität für einige Zeilen. Grund dafür sind meist Aufladungen. Manchmal wurden Messungen wiederholt, was allerdings durch die Kontamination eher unvorteilhaft ausgefallen ist – es wurde derselbe markierte Bereich gemessen. Manche dieser Artefakte sind in den Orientierungskarten zu sehen. Sofern sie die Kornerkennung und Zuordnung nicht behinderten wurden sie jedoch hingenommen.

Störend bei der WLI-Messungen wirkten die Härteeindrücke. Dadurch, dass sie besonders tief waren und andererseits Material an die Oberfläche an den Kanten herausgeschoben wurde (Erhebungen etwa 300 nm hoch), wird der für die Probe relevante Messbereich gesprengt. In deren unmittelbarer Nähe ist somit die Kornstruktur kaum erkennbar. Sie wurden aber trotzdem mitaufgenommen, um die Zuordnung zu erleichtern.

Im folgenden (Abb. 5-3-18 bis 5-3-21) werden die Orientierungsgefügekarten (Farben entsprechen der inversen Polfigur, Einheitsdreieck) den zusammengesetzten WLI-Bildern gegenübergestellt. Oft mussten, insbesondere bei der WLI mehrere Messungen nebeneinander erfolgen, um dann über Montage den gesamten markierten Bereich abzudecken. Körner, die im WLI-Bild hoch waren (wenig angegriffen, resistent) bzw. besonders tief (stark angegriffen) wurden im OIM-Bild wiedergefunden. Es wurde auf die Orientierung geachtet und versucht Zusammenhänge und Gesetzmäßigkeiten zu erkennen. Die hohen Körner (rot im

WLI-Bild) wurden durch Zahlen, die tiefen (blau im WLI-Bild) durch Buchstaben gekennzeichnet.

Wie schon kurz angesprochen wird in Probe P (Korngrenzenätzung) das Material relativ gleichmäßig abgetragen. Die Korngrenzen bleiben als Stege stehen, interessanterweise auch etwa gleich hoch (um 40 nm). Man beobachtet aber auch einige wenige Körner, die im Vergleich zum Rest kaum bzw. wesentlich schwächer angegriffen sind (rot, 1-11). Es stellt sich heraus, dass diese Körner mit ihren Würfelflächen $\{100\}$ nahezu parallel zur Probenoberfläche orientiert sind (auch rot, s. Anhang - IPF). Eine gewisse Streuung ist jedoch zu bemerken. Es geht bis zu den $\{103\}$ -Ebenen.

Meist in unmittelbarer Nähe zu den stabileren können auch einige Körner gefunden werden, die etwas tiefer liegen als der Durchschnitt. Maximal werden Höhenunterschiede von etwa 80-100 nm festgestellt. Die stärker angegriffenen Körner (a-g) sind hellblau in der Orientierungsabbildung. Das entspricht den $\{122\}$ -Ebenen. In Abb. 5-3-22 sind diese relevanten Orientierungen visualisiert. Nur die in der entsprechenden Ebene liegenden Atome der Elementarzelle sind eingezeichnet, um so das Gefühl für die Belegungsdichte zu unterstützen.

Dieses Ergebnis ist in sich und mit der Theorie stimmig – kristallographische Ebenen höherer Belegungsdichte sind stabiler.

Die beobachtete Rauigkeit innerhalb eines Kornes liegt bei etwa 15 nm.

Bei Probe N handelt es sich um eine Kornflächenätzung. Hier wird eine relativ gleichmäßige Höhenverteilung beobachtet. Trotzdem ragen einige Körner mehr heraus (1-10) und einige wenige liegen vergleichsweise besonders tief (a-h). Diese sind meist in unmittelbarer Nähe, was sich durch eine Art Lokalelementbildung erklären lässt.

Auch hier sind die höher stehenden Körner im Orientierungsbild rot ($\{100\}$, $\{10x\}$ bis $\{103\}$ parallel zur Oberfläche). Die stärker abgetragenen Kristallite aber sind hier meist nahe $\{111\}$ parallel zur Oberfläche orientiert. Die $\{111\}$ -Ebenen sind auch weniger dicht belegt im krz-System als die Würfelflächen.

Die maximal beobachteten Höhenunterschiede sind im Bereich 200-250 nm. Die mittlere Rauigkeit bewegt sich um die 60-70 nm.

Probe C stellt auch eine Kornflächeätzung dar. Somit ähnelt sie Probe N. In gewissem Maße ähnelt sie aber auch Probe P. Auch hier werden eher einige Körner beobachtet, die höher geblieben sind (1-27), während die große Masse sich nur relativ wenig voneinander unterscheidet. Einige wenige sind auch hier stärker angegriffen (a-f).

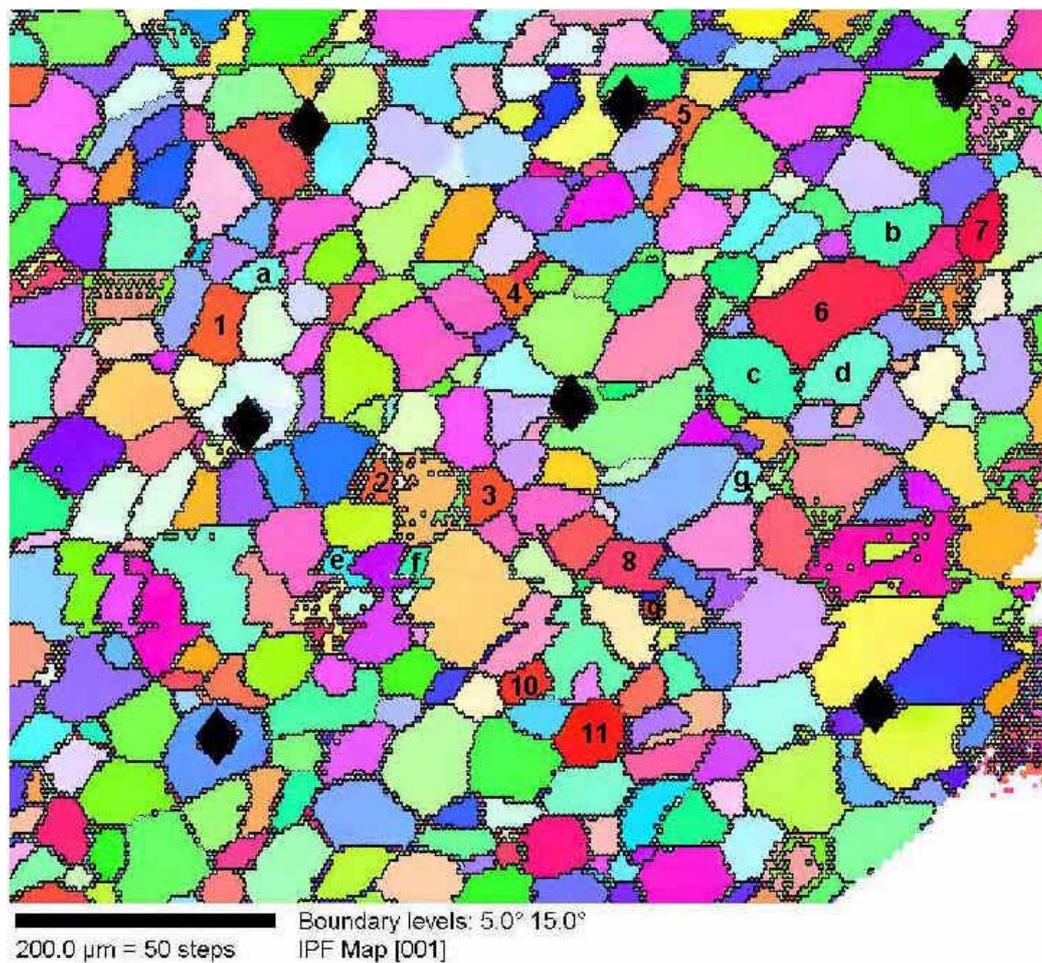
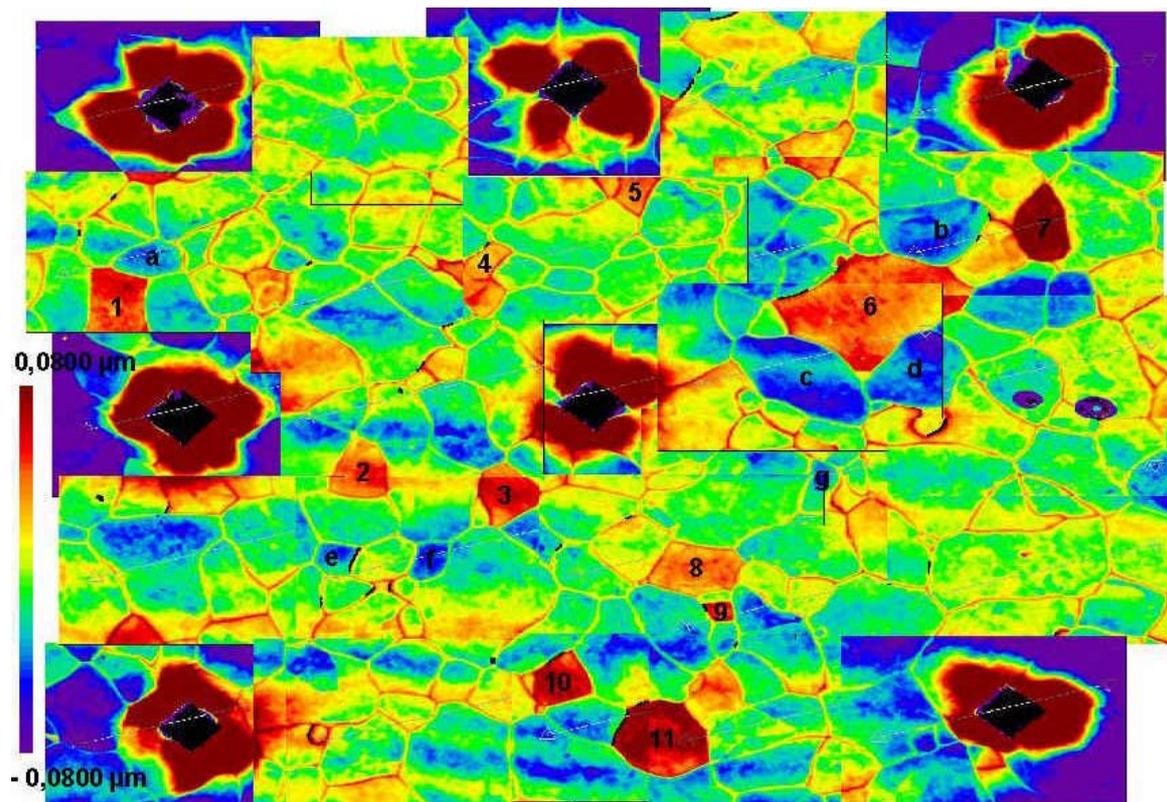
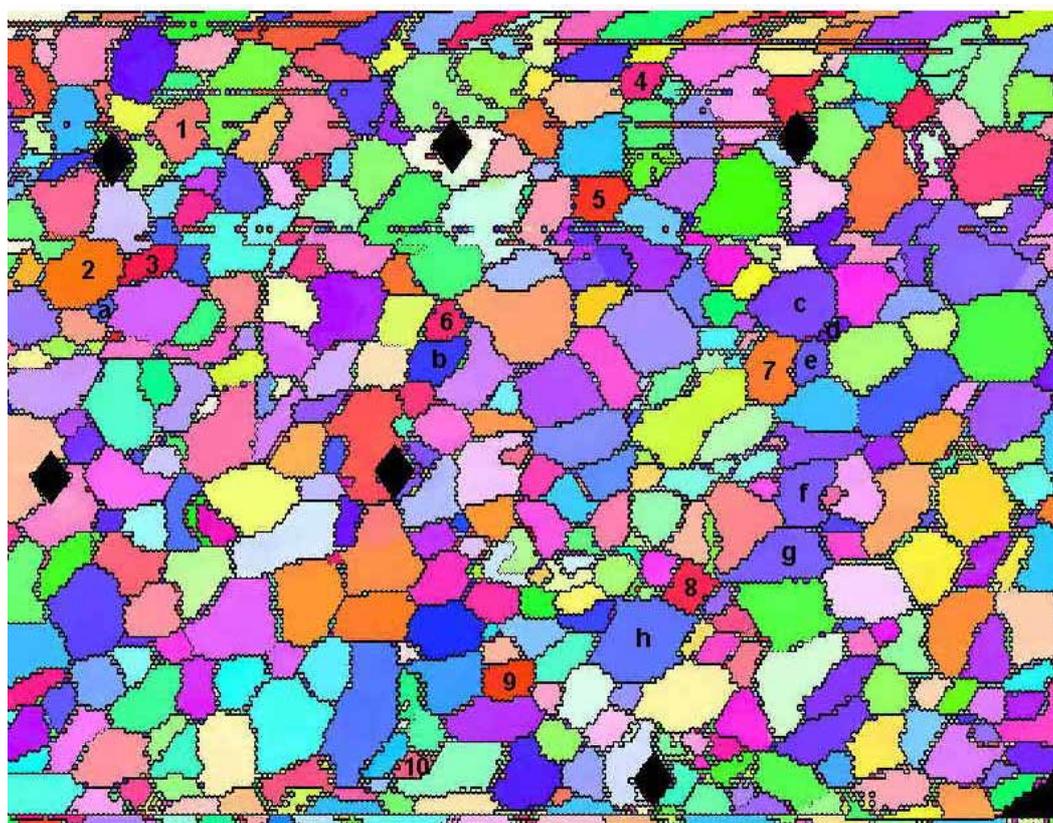
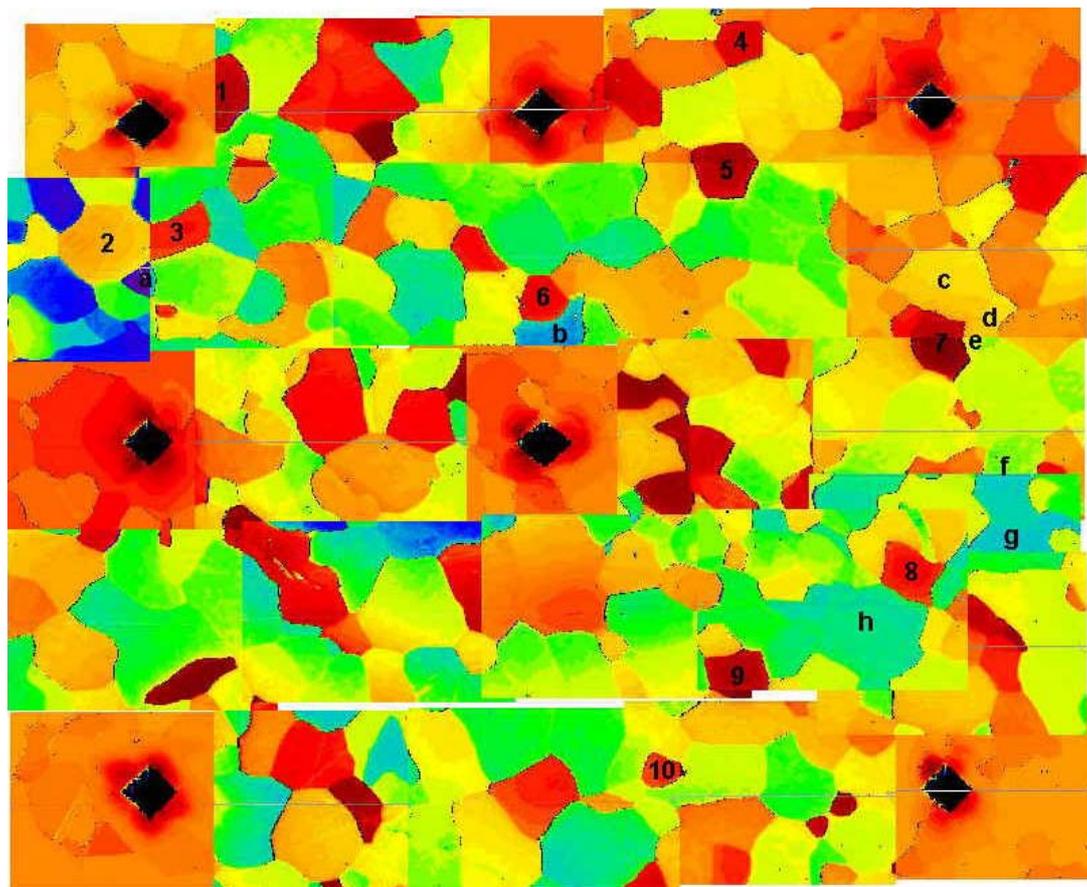


Abbildung 5-3-18: Topographie- und Orientierungskarte der Probe P



200.0 μm = 50 steps
Boundary levels: 5.0° 15.0°
IPF Map [001]

Abbildung 5-3-19: Topographie- und Orientierungskarte der Probe N

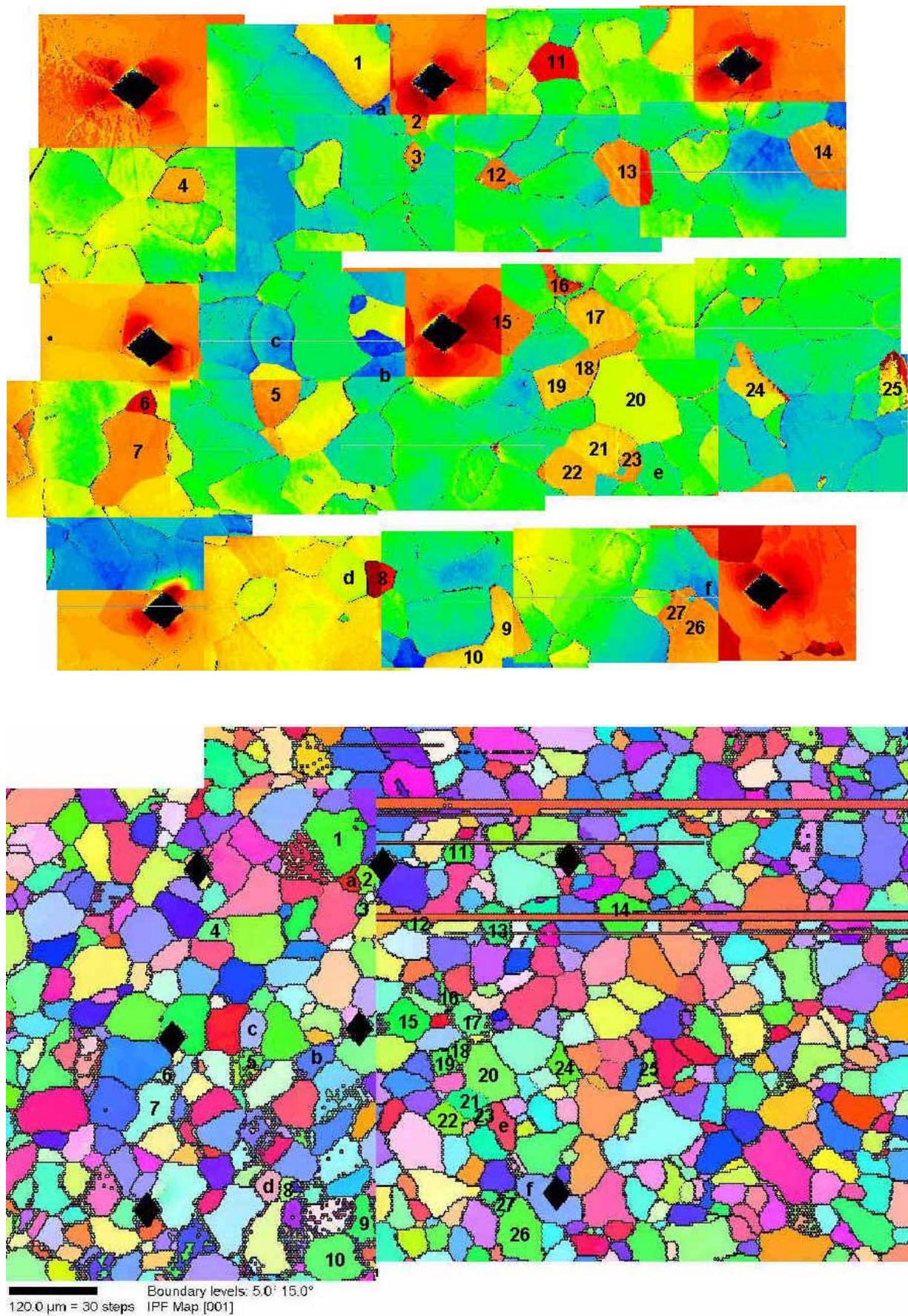


Abbildung 5-3-20: Topographie- und Orientierungskarte der Probe C

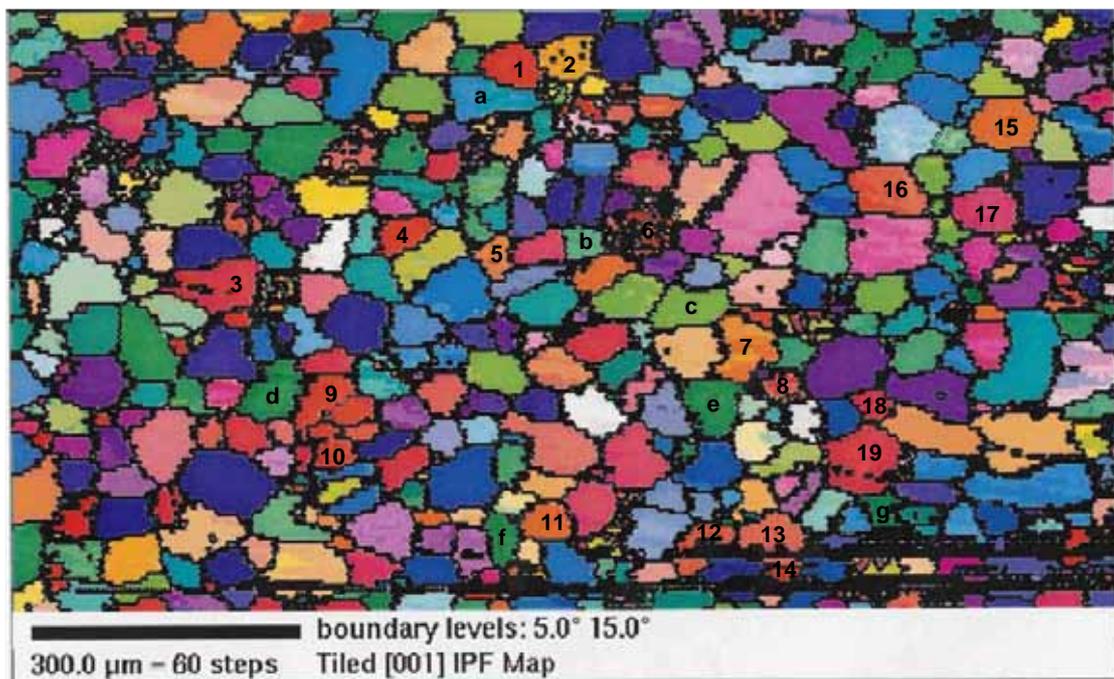
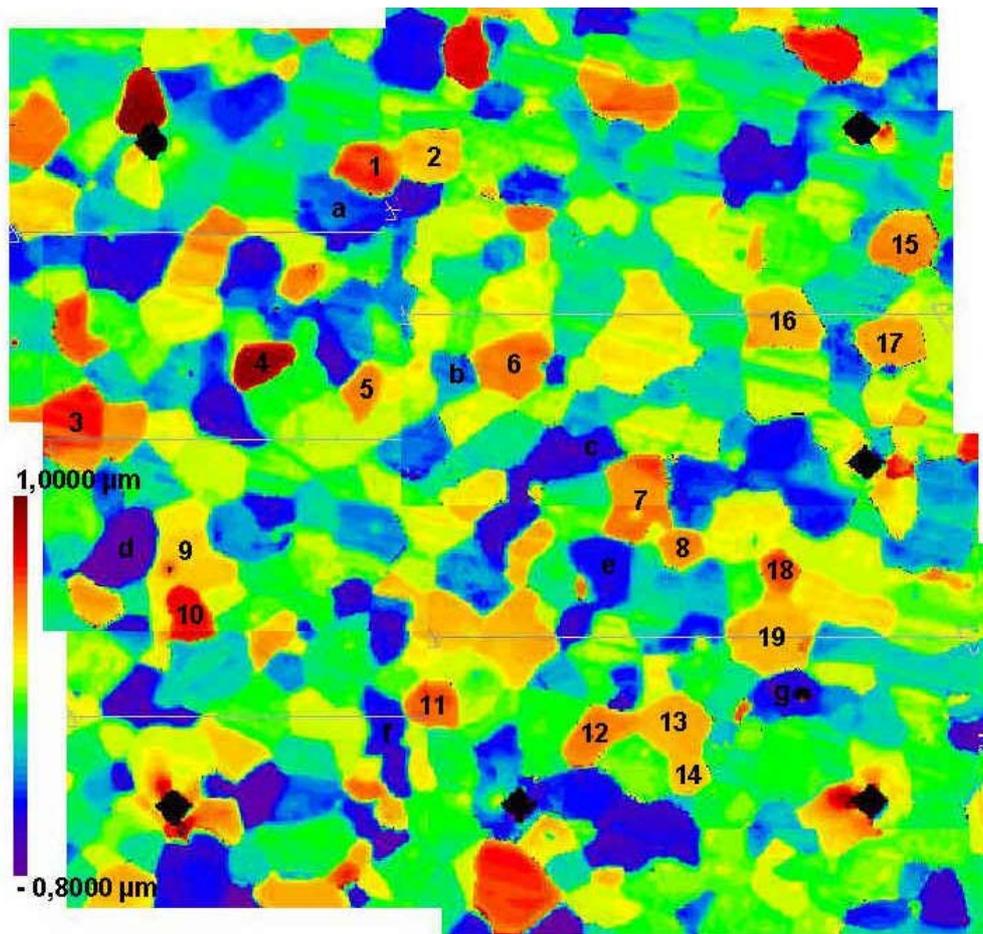


Abbildung 5-3-21: Topographie- und Orientierungskarte der Probe S

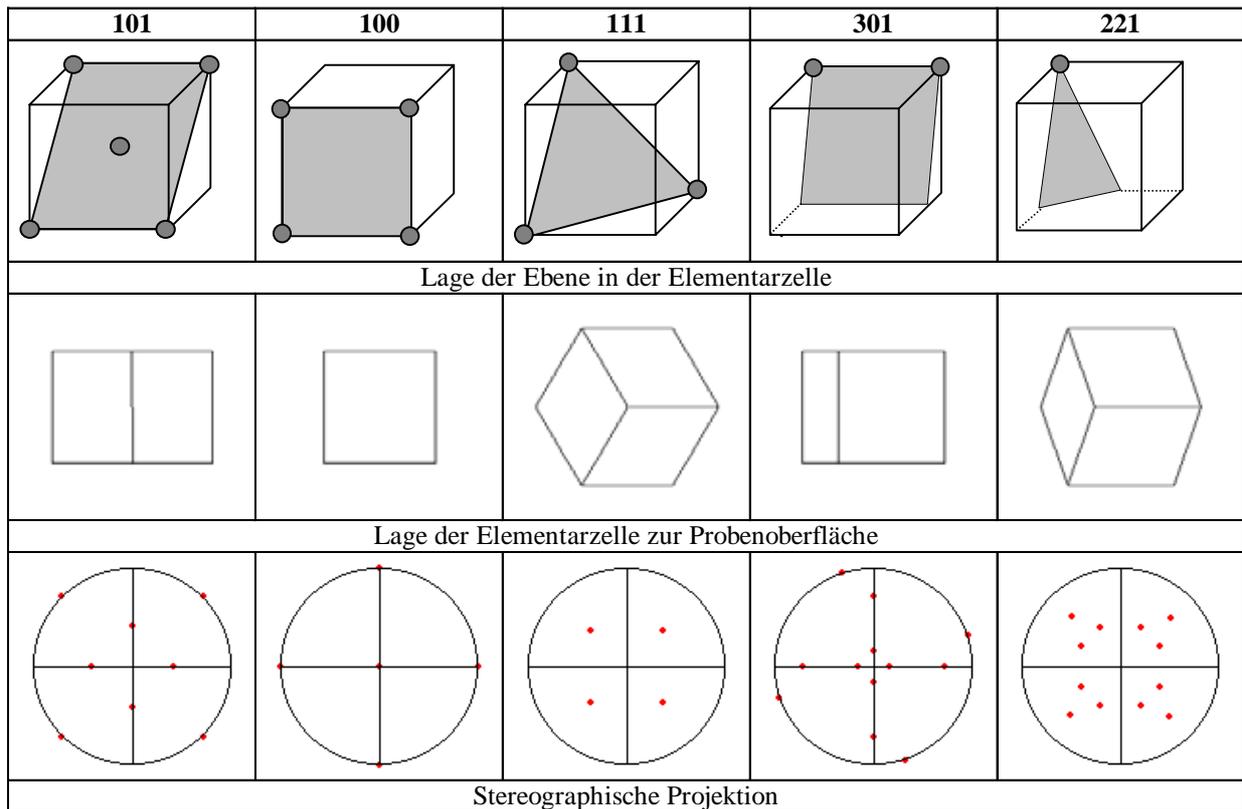


Abbildung 5-3-22: Visualisierung relevanter kristallographischer Ebenen und Orientierungen im krz-System

Die stabileren Körner sind hier grün in der Orientierungsabbildung, d.h. mit ihren {110}-Ebenen zur Oberfläche orientiert. Diese kristallographischen Ebenen sind die dichtestgepackten im krz-Gitter. Die stärker abgetragenen dagegen sind wieder im blauen bzw. hellblauen Bereich, d.h. {111} bzw. {122} parallel zur Oberfläche und ergeben somit eine Kombination aus dem Ergebnis beider obenbesprochenen Proben.

Die hier gemessenen maximalen Höhenunterschiede liegen bei 300 nm. Dieser Wert ist im Vergleich zu den anderen Proben am höchsten, was der Erwartungen entsprechen würde, da die {110}-Ebenen dichterbesetzt und somit stabiler sind als die {100}-Ebenen. Die Rauigkeit ist um 60 nm über die Probe gemittelt.

In Probe S, die mit alkalischer Silika-Suspension poliert wurde, ergibt sich ein Topographiebild wie bei der kornflächengeätzten N-Probe, nur dass hier die Übergänge weicher sind. Schaut man jedoch auf die Orientierungsdaten stellt man fest, dass die weniger abgetragenen Körner (1-18) nahe 100 zur Oberfläche orientiert sind, während die stärker angegriffenen (a-g) im Orientierungsgefügebild grün sind, d.h. nahe 110 zur Oberfläche orientiert. Dieses Ergebnis kann nicht durch die allgemeine Betrachtung der Packungsdichte erklärt werden. Offenbar spielt nicht nur das Material sondern auch das aggressive Medium

eine wichtige Rolle (pH-Wert, ablaufende Reaktionen). Sonst wäre überall ein gleiches Ergebnis zu erwarten.

Zusammenfassung und Ausblick

Aus methodischer Sicht können Reste von Korrosionsprodukten an der Probenoberfläche als kritisch angesehen werden. Aufgrund der geringen Informationstiefe können sie Pattern deutlich verschlechtern bis vollständig überdecken. Außerdem können sie zu Aufladungen im REM führen, nicht nur lokal, sondern auch zeilenweise, wenn sie mitgeschleppt werden. Die Höhenunterschiede stellen wegen Abschattungen eine weitere Schwierigkeit dar. Die Zuordnung der Körner aus den Orientierungskarten und den weißlichtinterferometrischen Aufnahmen ist ebenfalls nicht einfach. Dabei helfen Markierungen. Härteeindrücke, wie sie hier verwendet wurden, sind jedoch problematisch sowohl bei EBSD, mehr noch bei WLI.

Im ersten Teil dieser Studie zur Orientierungsabhängigkeit der chemischen Resistenz, die eine Rolle bei Korrosionsvorgängen spielt, wurde makroskopisch und mikroskopisch ein Zusammenhang zwischen Textur und Korrosionsverhalten eines kohlenstoffarmen Stahls für Anwendungen im Schiffsbau in künstlichem Meerwasser festgestellt. Die mikroskopischen Daten konnten jedoch nicht miteinander korreliert werden.

Dies gelang im zweiten Teil der Untersuchungen, die an Eisen als Modellmaterial durchgeführt wurden. Generell bestätigte sich die Tendenz, dass dichtgepackte kristallographische Ebenen chemisch resistenter sind. Es wurde aber auch eine Abhängigkeit vom Medium beobachtet.

Eine detailliertere Auswertung solcher Datensätze kann grundsätzliche Erkenntnisse über die Reaktion verschiedener Metalle auf verschiedene Ätzmittel bringen. Dann wäre es denkbar semi-quantitative Texturmessungen an geätzten Proben nach vorausgegangener Eichung mittels EBSD weißlichtinterferometrisch durchzuführen.

Praktisch gesehen, wäre es interessant, die Reaktion verschiedener Metalle auf relevante korrosive Medien zu untersuchen, um so geeignete Texturen einzustellen bzw. ungünstige zu vermeiden.

Es ist bekannt, dass verschiedene Korngrenzen unterschiedlich auf korrosive Umgebung reagieren. In den untersuchten Fällen war dies nicht besonders ausgeprägt. Es wäre aber interessant z.B. bei kfz-Metallen, bei denen relativ einfach ein hoher Anteil spezieller Korngrenzen einzustellen ist, diese Zusammenhänge zu untersuchen.

Die Kombination dieser beiden Techniken – EBSD und WLI – hat sich als besonders geeignet dazu erwiesen, solche Phänomene zu untersuchen. Das ist gültig auch für die Hochtemperaturkorrosion und –oxidation. Alternativmethoden wie TEM bzw. AFM sind auf einen sehr kleinen Probenbereich beschränkt und somit nur bei sehr feinkörnigem Material sinnvoll.

5.4 Polykristalline Werkstoffe: mehrphasig

5.4.1 EBSD an Materialien mit Sekundärphasen (Ausscheidungen) unterhalb der Auflösungsgrenze

Beispiel: Einfluss der Legierungselemente auf die Gefügeentwicklung in Al-Li Legierungen unterschiedlicher Zusammensetzung

Kurzfassung

Fünf verschiedene Al-Legierungen der Gruppe Al-Li-Cu-Mg-Zr, die auf gleiche Weise hergestellt und gealtert wurden, wurden mittels EBSD und Röntgendiffraktometrie untersucht. Der Schwerpunkt dieser Arbeit lag auf der Gefügeausbildung dieser Legierungen im Sinne von Kornmorphologie (Größe und Form) und Orientierung. Die Besonderheiten werden mit Hinblick auf den Einfluss der Legierungselemente diskutiert.

Materialklasse:	Metalle, ausscheidungshärtbare Legierungen
Gefügestand:	polykristallin, Sekundärphasen (Ausscheidungen)
Weitere Methoden:	Röntgentexturanalyse
Methodische Herausforderung:	Probenpräparation; Spannungen durch Ausscheidungen; Neigung zur Oxidation; niedrige Signalintensität
Besondere Vorteile EBSD:	oberflächennahe Texturbeschreibung; Kornmorphologie

Einleitung

In der Luft- und Raumfahrtindustrie besteht allgemein das Bestreben immer weiter Performance und Effektivität zu steigern. Eine wichtige Rolle dabei spielt die Gewichtsreduktion. Leichte Metalle mit guten mechanischen Eigenschaften sind somit die besten Kandidaten für Anwendungen in diesem Bereich.

Aluminium zählt zu den leichten Metallen, somit haben sich Al-Legierungen auch breite Anwendung in diesem Bereich gesichert [91Dau], [96Sed], [00Hei]. Insbesondere mit Hinblick auf das Gewichtersparnis steht Al-Li-Legierungen ein gesonderter Platz zu. Lithium als das leichteste Metall überhaupt bringt pro gew.% Zugabe zu Aluminium eine Gewichtersparnis von etwa 3 %. Gleichzeitig bringt die Zugabe von Lithium Vorteile durch

die Erhöhung der Steifigkeit und des Elastizitätsmoduls durch die Bildung der metastabilen δ' -Phase (6 % pro gew.% Li) [91Ren], [94Web], [96Fie], [98Rio], [98Sve].

Die Al-Li-Legierungen, die eine gewisse Entwicklungsreife erreicht haben (im Westen), gehören zur Al-Li-Cu-Mg-Zr-Gruppe. Ein wesentliches Problem, das ihre breite Anwendung soweit verhindert hat, ist die Stabilität der mechanischen Eigenschaften bei niedrigen Temperaturen (70-90°). Dabei findet eine kontinuierliche Alterung während des Materialeinsatzes statt, die zur Versprödung und schließlich zu kurzer Lebensdauer führt.

Reine Al-Li-Legierungen haben geringe Zähigkeit und Duktilität. Dies hängt mit den verstärkenden Ausscheidungen der Phase δ' (Al_3Li) zusammen. Sie sind kohärent und haben eine niedrige Oberflächenenergie. Sie weisen auch eine stark geordnete L_{12} Struktur (Typ Cu_3Au) auf, die Versetzungsbewegungen paarweise verursacht. Die erste Versetzung schneidet die δ' -Teilchen, wobei die Ordnung zerstört wird und so hochenergetische anti-phasen-Grenzen innerhalb der geordneten Ausscheidung entstehen. Die zweite Versetzung, die in der gleichen Ebene gleitet ist notwendig, um die Ordnung wieder herzustellen, d.h. die Hochenergie-Bereiche in den Teilchen zu vernichten. Weitere Versetzungen finden weniger Widerstand an den einmal gescherten Teilchen. Somit kommt es zu einer starken Gitterverzerrung in der Matrix, die von der Größe und Volumenanteil der δ' -Teilchen abhängt. Dies resultiert in intergranularen Mikrorissen und folgendem Sprödbbruch [00Spo].

Eine Methode, diesem Phänomen entgegenzuwirken ist die Zugabe von Kupfer und Magnesium, so dass andere Ausscheidungen gebildet werden, die die Versetzungsbewegung beeinflussen. Dies wird bei den kommerziellen Al-Li-Legierungen des Typs 8090 eingesetzt. Zu dieser Gruppe können auch die hier untersuchten Materialien gezählt werden.

Zugabe von Zirkonium wirkt rekristallisationshemmend. Es bilden sich homogene und diskontinuierliche Ausscheidungen.

Ausscheidungsverhalten von Al-Li-Legierungen

Folgende Voraussetzungen müssen erfüllt sein, um in Aluminiumlegierungen eine Teilchenhärtung zu ermöglichen [96Zsc], [95Mur]:

- Vorliegen einer zwei- oder mehrkomponentigen Legierung;
- Vorliegen eines Systems mit mediärer Phasenbildung;
- Mit sinkender Temperatur muss für mindestens eine Legierungskomponente die Löslichkeit im festen Zustand abnehmen.

Diese Voraussetzungen sind im betrachteten Legierungssystem erfüllt und technisch genutzt.

Die Wärmebehandlung erfolgt in drei Schritten:

- Lösungsglühen oberhalb der Löslichkeitslinie → homogener Mischkristall (MK);
- Abschrecken auf Raumtemperatur in Wasser → übersättigter MK;
- Warmauslagerung im Zweiphasengebiet des Ausgangsmischkristalls → Ausscheidungen.

Binäre Al-Li-Legierungen mit mehr als 1,35 gew.-% Lithium, die aus dem Einphasengebiet abgeschreckt und im übersättigten Zustand im Zweiphasengebiet bei Raumtemperatur oder höher ausgelagert werden, bilden die metastabilen Teilchen der δ' -Phase [59Sil], [71Nob], [98Nob]. Aufgrund der geringen Kohärenzspannungen und Grenzflächenenergie zur Matrix scheiden sich die Teilchen durch homogene Keimbildung gleichmäßig aus und zwar meist schon während des Abschreckens von der Homogenisierungstemperatur [76San]. Wegen der geringen Kohärenzspannungen können die kugelförmigen δ' -Teilchen bis zu einer Größe von 300 nm wachsen [81Wil]. Vergrößerung von δ' kann auch an Versetzungen auftreten [75Wil]. An Korngrenzen wird außerdem diskontinuierliches Wachstum beobachtet [76Wil].

Bei Raumtemperaturauslagerung scheiden sich die δ' -Teilchen homogen bis hin zu den Korngrenzen aus. Bei erhöhter Temperatur bis 200 °C bilden sich entlang der Korngrenzen ausscheidungsfreie Zonen (PFZ). Hier wird bevorzugtes Wachstum der δ' -Teilchen beobachtet, die bei weiterer Auslagerung in die stabile δ -Phase (AlLi) übergehen [80San], [99Nob]. Die δ -Teilchen sind inkohärent und vorwiegend an Versetzungen und Korngrenzen anzutreffen.

In technischen Al-Li-Legierungen werden, wie schon erwähnt, Maßnahmen zur Erhöhung der Duktilität ergriffen, s. auch [97Len]. Die Wirkung des Kupfers auf die Festigkeitserhöhung von Al-Li-Legierungen besteht in der Bildung von zusätzlichen aushärtenden Phasen T_1 (Al_2CuLi) oder θ' (Al_2Cu) [80Sank]. Die stabile Phase T_1 ist hexagonal und mit dem Aluminiumgitter teilkohärent [82Sta]. Die Teilchen sind plättchenförmig [99Zhi]. Das Ausscheidungsverhalten hängt stark vom jeweiligen Cu:Li-Verhältnis ab. Bei niedrigem Cu/Li-Verhältnis (1-2,5) tritt die T_1 -Phase bei allen Auslagerungstemperaturen neben der δ' -Phase auf. Bei mittlerem Cu/Li-Verhältnis (~ 3,5) bildet sich bei Auslagerungstemperaturen über 170 °C die T_1 -Phase homogen verteilt. Daneben liegen auch die Phasen δ' und θ' vor [72Nob]. Bei hohem Cu/Li-Verhältnis (> 4,5) dominiert die Ausscheidungssequenz der binären Al-Cu-Legierung [81Gys]. Darüber hinaus scheidet sich in den kupferhaltigen Al-Li-Legierungen eine intermetallische T_2 -Phase (Al_6CuLi_3) [87Lew] ab. Sie entsteht entweder bei der Erstarrung oder im festen Zustand, wenn die Abkühlrate beim Abschrecken kleiner ist.

Die T_2 -Phase hat ikosaedrische Struktur und fünfzählige Symmetrie [85Bal], [87Sai], [91Tak]. Die Ausscheidungen sind stäbchenförmig mit 110-Wachstumsrichtung. In Anwesenheit von Magnesium können Mg-Atome in die T_2 -Phase eingebaut werden. So kommt es zu der sog. I-Phase $Al_6Cu(Li, Mg)_3$, die sich in Form von schlangenartigen Gebilden vorwiegend an Korngrenzen abscheidet [00Spo] und versprödet wirkt [91Bol].

Magnesium wird ebenfalls in technischen Legierungen zulegiert. Bei Auslagerungstemperaturen oberhalb $150^\circ C$ bildet sich die S_1 -Phase (Al_2LiMg), wobei sich die δ' -Phase auflöst. Die stabile, inkohärente Gleichgewichtsphase S_1 besteht aus länglichen, grob verteilten Stäbchen oder Plättchen, die an Korngrenzen und Versetzungen Keime bilden [73Tho]. Sie wirkt sich negativ auf die Duktilität, Bruchzähigkeit und Korrosionsverhalten aufgrund grober Korngrenzenausscheidungen und damit verbundener ausscheidungsfreier Zonen aus [92Buh], [94Gar], [96Ahm]. Sie trägt jedoch nicht zur Ausscheidungshärtung bei. Die Erhöhung des Magnesium-Gehaltes steigert ebenfalls die Festigkeit über die Mischkristallhärtung. Magnesium beschleunigt die Aushärtung im Bereich kurzer Auslagerungszeiten, der Alterungseffekt dagegen wird hauptsächlich durch den Lithium-Anteil gesteuert. Außerdem setzt Magnesium die Mischkristalllöslichkeit von Lithium herab, was zu einer Zunahme des Volumenanteils der aushärtenden δ' -Phase führt [84Wel], [90Vel]. Es kann auch dazu kommen, dass Mg-Atome in die δ' -Phase eingebaut werden – $Al_3(Li, Mg)$, wodurch sich die Gitterparameter und die Eigenschaften ändern [00Spo].

Zugabe von kleinen Mengen Zirkonium zu Al-Li-Cu und Al-Li-Cu-Mg-Legierungen und geeignete thermomechanische Behandlung resultieren in vorteilhaften Gefügen in bezug auf die Bruchzähigkeit. In Anwesenheit von Zr bilden sich homogen verteilt kohärente Teilchen der β' -Phase (Al_3Zr , manchmal auch α' genannt), die die Kornmorphologie kontrollieren. Darüber hinaus dienen die β' -Ausscheidungen als Keime für die δ' -Phase, so dass sich eine δ' -Schale um die β' -Teilchen bildet. Diese Kompositausscheidungen können nicht von Versetzungen geschert werden [95Mur], [86Gay]. Die Al_3Zr -Teilchen wirken rekristallisationshemmend und kontrollieren die Korngröße [94Wan].

Die Ausscheidungskinetik im Al-Li-Cu-Mg-Zr-System und in den verschiedenen Zwei- und Dreikomponenten-Untersystemen ist in Tabelle 5-4-1 zusammengefasst [96Ayc], [96Zsc], [00Kob], [00Spo].

System	übersättigter Mischkristall	→ kohärente, geordnete Bereiche	→ metastabile Ausscheidungen	→ stabile Ausscheidungen
Al-Li	ÜMK ¹	(GP ²)	δ' (Al ₃ Li)	δ (AlLi)
Al-Cu-Mg	ÜMK ÜMK	GP-1, GP-2 GPB ³	θ' (Al ₂ Cu) S' (Al ₂ CuMg)	θ (Al ₂ Cu) S (Al ₂ CuMg)
Al-Li-Cu	ÜMK ÜMK ÜMK ÜMK	GP-1, GP-2 (Cu)	θ' (Al ₂ Cu) δ' (Al ₃ Li)	θ (Al ₂ Cu) δ (Al ₃ Li) T ₁ (Al ₂ CuLi) T ₂ (Al ₆ CuLi ₃)
Al-Li-Mg	ÜMK ÜMK	Precursor	δ' (Al ₃ Li)	δ (AlLi) S ₁ (Al ₂ MgLi)
Al-Li-Zr	ÜMK ÜMK		β' (Al ₃ Zr) δ' (Al ₃ Li)	β (Al ₃ Zr) δ (AlLi)
Al-Li-Cu-Mg-Zr	ÜMK ÜMK ÜMK ÜMK ÜMK ÜMK ÜMK ÜMK	GP-1, GP-2 (Cu) GPB	δ' (Al ₃ Li) θ' (Al ₂ Cu) S' (Al ₂ CuMg) β' (Al ₃ Zr)	δ (AlLi) θ (Al ₂ Cu) S (Al ₂ CuMg) S ₁ (Al ₂ MgLi) T ₁ (Al ₂ CuLi) T ₂ (Al ₆ CuLi ₃) I ((Al ₆ Cu(Li,Mg) ₃) β (Al ₃ Zr)

Tabelle 5-4-1: Ausscheidungskinetik möglicher Phasen im Al-Li-Cu-Mg-Zr-System und Untersysteme

In gewalzten Blechen wird eine ausgesprochene Anisotropie der mechanischen Eigenschaften beobachtet [93Rom], [94Zen], [99Cho], [99Lee]. Diese ist für einige industrielle Anwendungen unerwünscht [94Kal]. Die Anisotropie der Eigenschaften wird durch die kristallographische, aber auch morphologische (Kornform) Textur bestimmt, sowie von der Menge und Verteilung der Ausscheidungen und Versetzungen.

Diese Studie beschäftigt sich mit der Gefügecharakterisierung im Sinne von Kornmorphologie (Größe und Form), Textur und Korngrenzenzustand in verschiedenen Al-Li-Legierungen. Später soll der Einfluss des Gefüges auf die Bruchzähigkeit dieser Legierungen untersucht werden [01Spo], da sie ein besonderes Handicap bei der technischen Anwendung dieser Legierungen darstellt.

¹ übersättigter Mischkristall

² Guinier-Preston Zone

³ Guinier-Preston-Bagaryatsky-Zone

Experimentelles, methodische Herausforderung

Die chemische Zusammensetzung der untersuchten Legierungen ist in Tabelle 5-4-2 gegeben.

Probe	Li, gew. %	Cu, gew. %	Mg, gew. %	Zr, gew. %	Härte, HV 0,1
330	1,7	-	-	0,12	32,5
331	-	1,2	0,7	-	45,8
333	1,7	1,2	0,7	-	41,0
334	1,7	1,2	0,7	0,14	43,9
350	1,7	1,2	0,7	0,07	43,6

Tabelle 5-4-2: Chemische Zusammensetzung (Legierungselemente) der untersuchten Materialien

Diese Legierungen entsprechen der kommerziellen Legierung 8090, allerdings mit reduziertem Lithium-Gehalt. Der Grund dafür war das hauptsächliche Interesse für das Alterungsverhalten mit besonderem Augenmerk auf die verschiedenen Ausscheidungen bei niedrigen Temperaturen (70-90°C) aufgrund der beobachteten Versprödung. Dies war Schwerpunkt anderer Arbeiten [00Spo]. Im Detail fiel die Auswahl auf 1,7 gew. % Li, weil

- der Versprödungseffekt bei diesem Li-Gehalt am stärksten ausgeprägt ist;
- die niedrigere Li-Konzentration die Detektion der feinkörnigen Cu-reichen Phasen bei noch signifikantem Anteil an Li-reichen Phasen erlaubt. Bei höherem Li-Gehalt werden die Cu-Phasen von den Li-Phasen verdeckt.
- die Li-Konzentration hoch genug ist, um Li-Einflüsse festzustellen;
- nach Warmauslagerung für 24 h bei 150°C etwa 1,7 % Li in Festlösung bestimmt wurden.

Die Proben wurden folgendermaßen hergestellt [00Spo]:

1. Induktive Erschmelzung, Gießen.
2. Homogenisierung: 500 °C, 16 Stunden.
3. Abschrecken in Wasser.
4. Warmextrusion (Vorwärmen auf 475 °C) → 16,6 mm x 16,0 mm.
5. Warmwalzen (Vorwärmen auf 400 °C) → 4,0 mm x 18,0 mm.
6. Kaltwalzen → 1,6 mm x 20,0 mm.
7. Lösungsglühen: 550 °C, 15 min.
8. Abschrecken in Eis-NaCl-Lösung (-22 °C).
9. Alterung: 150 °C, 24 Stunden.

Mittels Röntgenbeugung, TEM, DSC (Differential Scanning Calorimetry) und Messungen des elektrischen Widerstands wurde festgestellt, welche Phasen vorhanden sind. Es ergab sich:

- Probe 330 → δ' , Al_3Zr
- Probe 331 → S
- Probe 333 → δ' , T_2 , I
- Proben 334 und 335 → δ' , T_2 , I, Al_3Zr [00Spo].

Bei diesen Untersuchungen wurde nur auf die Aluminium-Matrix geachtet, da die Ausscheidungen im Nanobereich mit der EBSD nicht aufzulösen sind. Der Schwerpunkt lag auf der Gefügeausbildung der Matrix – Kornmorphologie und Textur im Zusammenhang mit den Legierungselementen, sprich den vorhandenen Phasen.

Vergleichend wurden röntgenographische Texturmessungen durchgeführt.

Die methodischen Schwierigkeiten bei diesen Materialien resultierten aus den Charakteristika ihres Gefüges, nämlich dem Vorhandensein von Sekundärphasen. Zunächst einmal ist die Probenpräparation schwierig, da es sich um mehrphasige Systeme handelt. Die intermetallischen Ausscheidungen sind erstens viel härter im Vergleich zur Matrix und zweitens sind sie sehr klein, so dass sie leicht herausgerissen und/oder herausgelöst werden können. Auf der anderen Seite sind durch die Ausscheidungen Spannungen im Gefüge vorhanden, die sich auf die Patternqualität negativ auswirken. Die Neigung zur Bildung von Oxidhaut ist diesbezüglich auch keinesfalls von Vorteil, da sie die Pattern verschleiern oder aber auch zu Aufladungen im REM führen kann. Deshalb sollten die Proben frisch präpariert untersucht werden. Die Signalintensität ist auch nicht sehr hoch, da es sich um leichte Legierungen handelt. Dennoch konnte eine gute Patternqualität erreicht werden, so dass EBSD Messungen letztendlich problemlos verliefen.

Ergebnisse und Diskussion

Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abb. 5-4-1 bis 5-4-5 wiedergegeben. Dazu gehören jeweils eine Gefügekarte mit Farbkodierung nach der inversen Polfigur (s. Anhang), die Desorientierungswinkelverteilung, die röntgenographisch gemessenen 200- und 111-Polfiguren, sowie die Polfiguren aus der OIM-Messung.

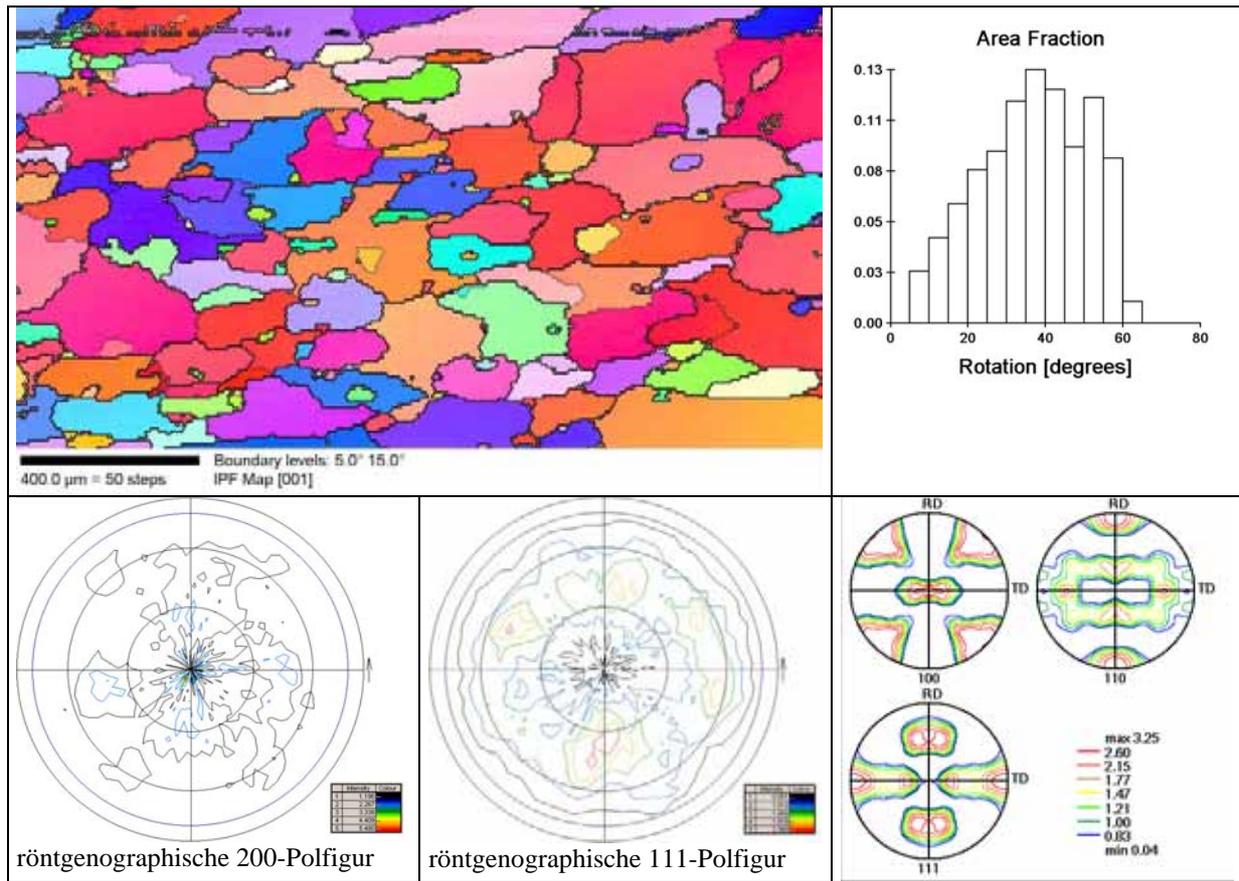


Abbildung 5-4-1: Probe 330 – Gefügekarte mit Farbkodierung nach der inversen Polfigur, Desorientierungswinkelverteilung, röntgenographische und EBSD ermittelte Polfiguren

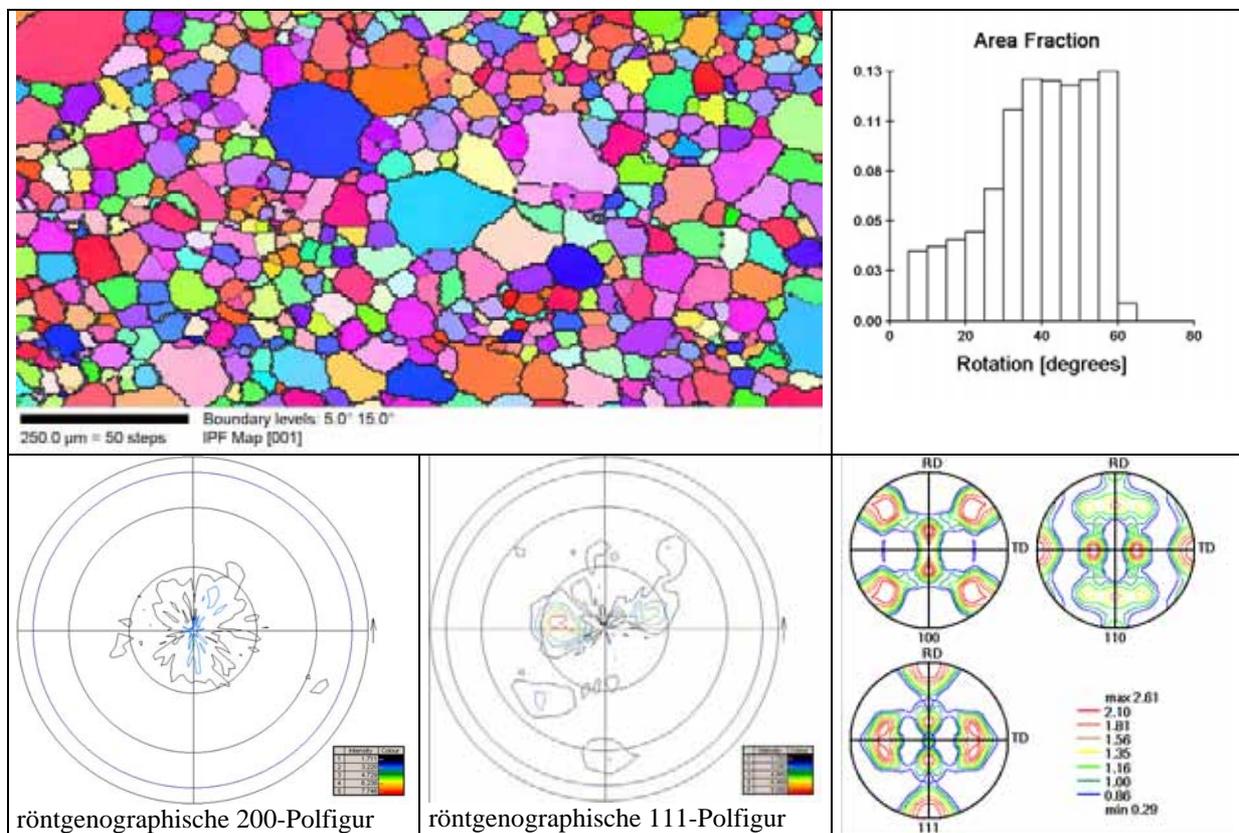


Abbildung 5-4-2: Probe 331 (analog zu Abb. 5-4-1)

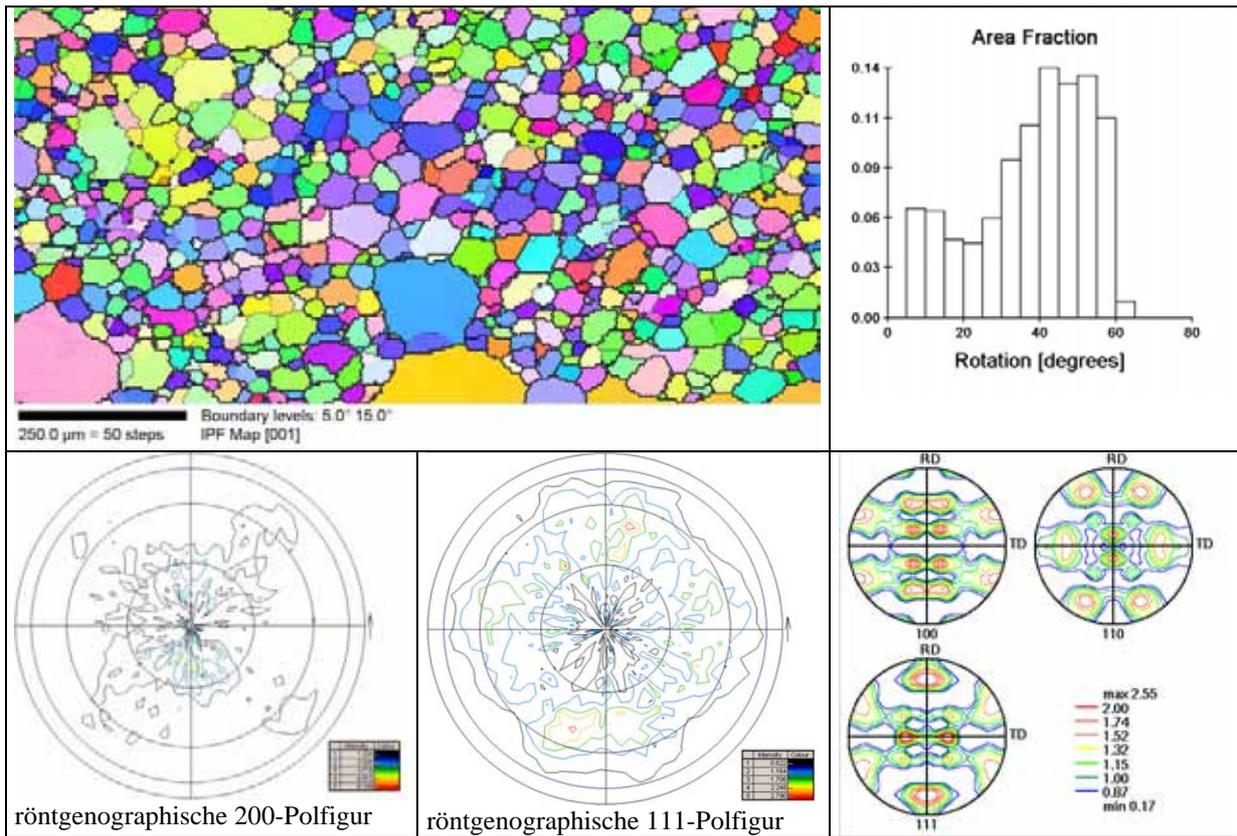


Abbildung 5-4-3: Probe 333 (analog zu Abb. 5-4-1)

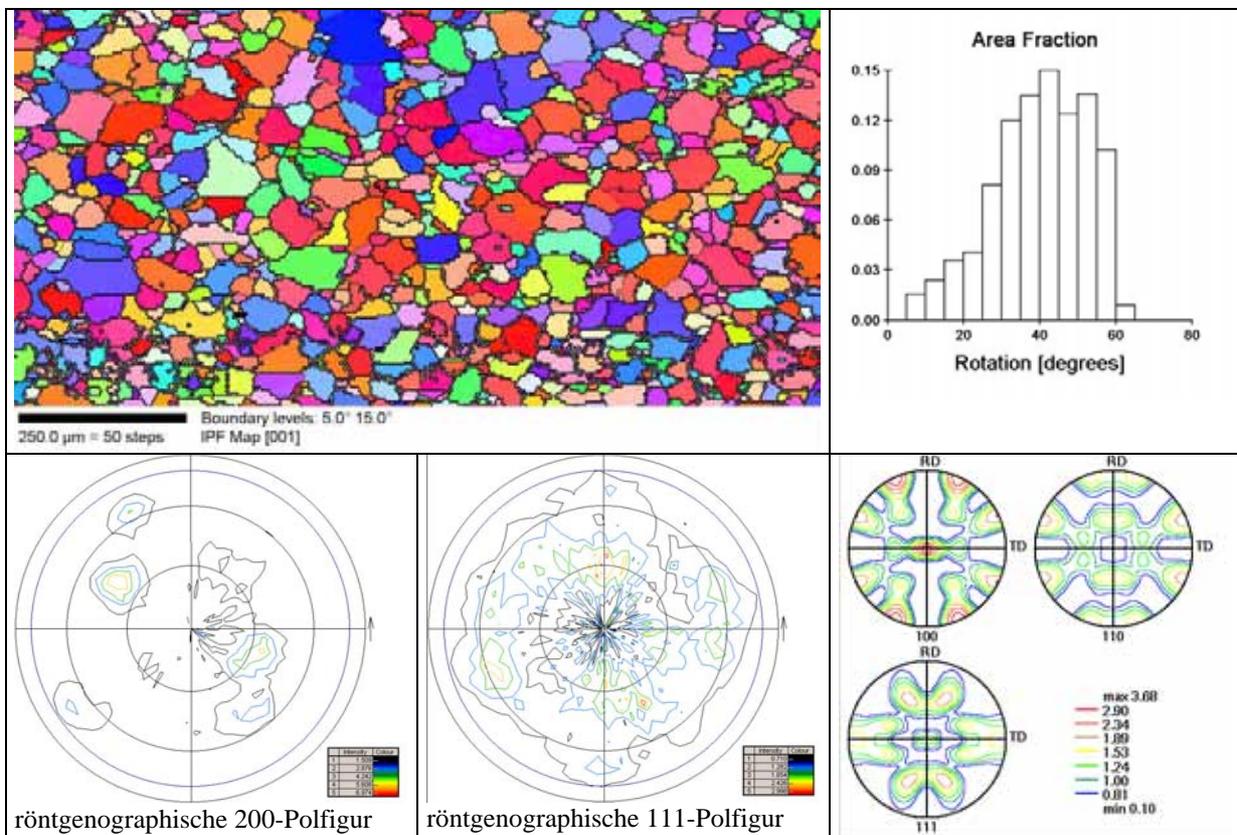


Abbildung 5-4-4: Probe 334 (analog zu Abb. 5-4-1)

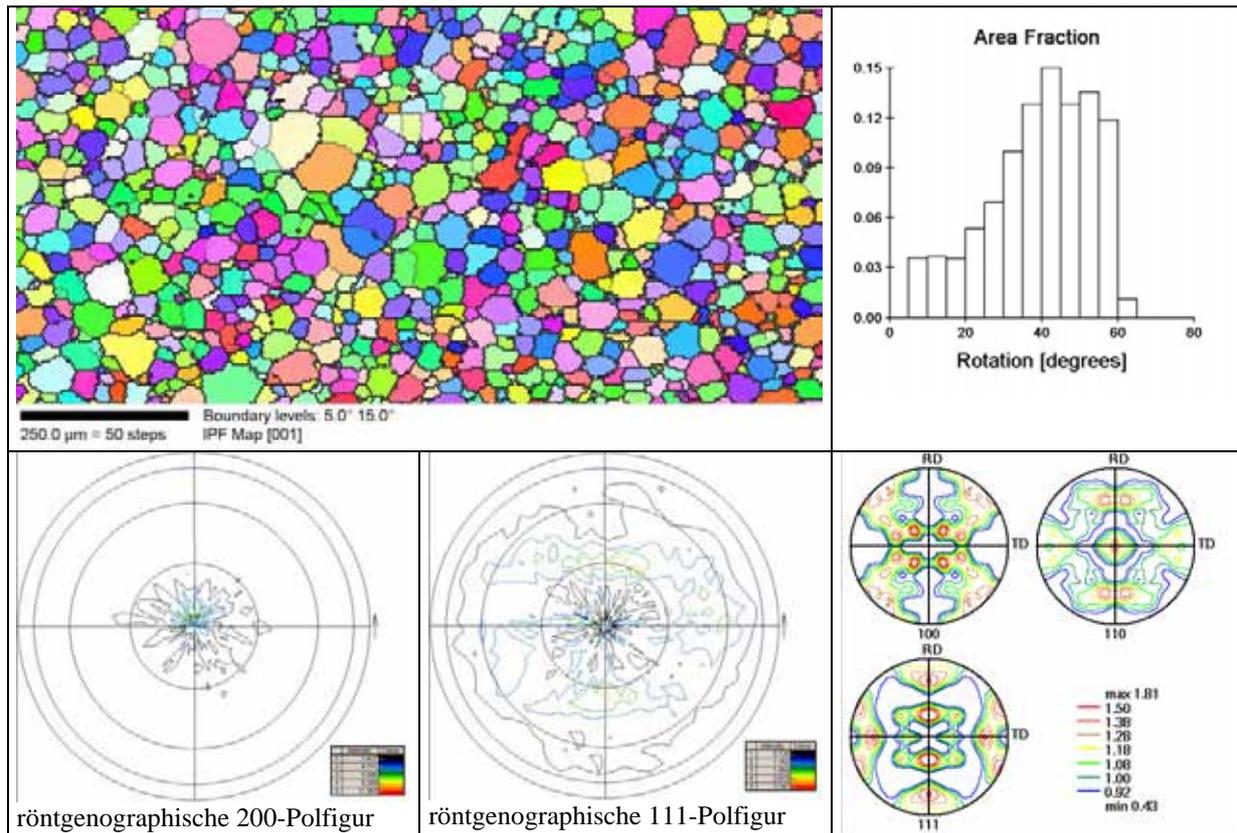


Abbildung 5-4-5: Probe 350 (analog zu Abb. 5-4-1)

In Probe 330 ist das Gefüge sehr grobkörnig, insbesondere im Vergleich zu den anderen untersuchten Legierungen. Die Körner sind groß, unregelmäßig in der Form, tendenziell eher langgestreckt und umschließen des öfteren kleine Körner anderer Orientierung. Die Korngrenzen weisen z.T. große Krümmungen auf, so dass noch treibende Kraft zum Kornwachstum vorhanden sein sollte. Viele Körner sind mit den Würfelflächen parallel zur Blechoberfläche orientiert. Es handelt sich um die $Shear_1$ -Orientierung nach der Klassifikation von Hales und Hafley [98Hal]. Diese und andere Orientierungen, die als Texturkomponenten in Aluminium-Legierungen zu beobachten sind, sind im Anhang genau beschrieben durch die entsprechende Ideallage sowie Eulerwinkel und durch die Lage der Elementarzelle visualisiert. Allgemein ist die Textur nicht besonders scharf. Das wird auch anhand der röntgenographischen Polfiguren deutlich. Diese erfassen eine viel größere Fläche, dringen auch tiefer ein. In der Regel ist die Textur an der Blechoberfläche am stärksten ausgeprägt. Es kann sich aber auch um verschiedene Texturen an der Oberfläche und in der Blechmitte handeln [00Kas], so dass gemittelt etwas anderes herauskommt. Das kann der Grund für die beobachteten Unterschiede zwischen den röntgenographischen und mittels EBSD gemessenen Polfiguren sein. Es muss trotzdem erwähnt werden, dass die OIM-Texturdaten statistisch nicht gesichert sind. Es wurden insgesamt nur 230 Körner

berücksichtigt. Das ist nicht viel, insbesondere wenn die Textur nicht sehr scharf ist. Es kann davon ausgegangen werden, dass das Gefüge rekristallisiert ist. Dafür spricht auch die im Vergleich niedrige Härte (Tabelle 5.4.2). Das resultierende Bild ähnelt solchen von reinem Aluminium. Offenbar haben die vorhandenen Ausscheidungen der δ' -Phase keinen gravierenden Einfluss diesbezüglich, wobei sie zumindest die Korngröße reduzieren (mittlere Korngröße: $58,72 \mu\text{m}$). Die β' -Phase scheint sehr inhomogen verteilt zu sein, wenn man davon ausgeht, dass sie rekristallisationshemmend wirkt [96Ayc], [97Wah], [98Koh], [00Yin]. Andere Bereiche der Probe sind durchaus sehr feinkörnig und nicht rekristallisiert (s. Abb. 5-4-6). Das spricht wiederum für eine Anhäufung von β' -Teilchen. Die β' -freien Bereiche rekristallisieren dagegen und schnelles Kornwachstum schließt sich an, wie auch schon andere Arbeiten zeigten [00Kas]. Die nicht-rekristallisierten Gebiete sind in diesem Messbereich nicht repräsentiert. Das spricht auch wieder dafür, dass die OIM-Texturdaten nicht als statistisch sicher und repräsentativ für die Probe gelten. Die Haupttexturkomponente ist jedoch eindeutig. Die Desorientierungswinkelverteilung ist nicht weiter auffällig.

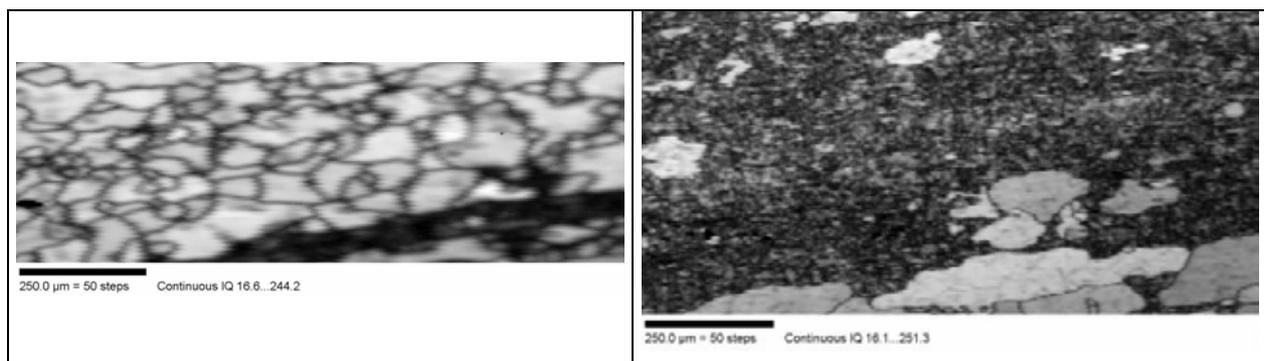


Abbildung 5-4-6: Probe 330, Gefügekarten nach Patternqualität, nicht rekristallisierte Bereiche

Probe 331 enthält nur Cu und Mg als Legierungselemente. Es wird eine bimodale Korngrößenverteilung beobachtet. Zwischen der Korngröße und der Orientierung kann kein besonderer Zusammenhang gesehen werden. Die Körner sind etwas regelmäßiger in der Form. Es gibt kaum große Korngrenzenkrümmungen, insbesondere solche nach innen. Die Körner sind jedoch insgesamt kleiner (mittlere Korngröße: $26,94 \mu\text{m}$). Die Textur ist etwas schwächer (528 Körner berücksichtigt). Die Kupfer-Komponente jedoch ist stark ausgeprägt (s. Anhang). Das ist eine typische Walztextur bei kfz-Metallen [62Was]. Die Desorientierungswinkelverteilung ist etwas gleichmäßiger, d.h. z.B. dass Desorientierungswinkel zwischen 30° und 60° etwa gleich oft vorkommen, das Gleiche gilt für den Bereich unter 20° .

Interessant im Vergleich dazu ist Probe 333, da sie nun neben Cu und Mg auch Li enthält. Von der Kornmorphologie her, sieht es hier nicht sehr viel anders aus. Es sind immer noch große Körner vorhanden, aber es sind weniger als bei 331. Die kleineren Körner scheinen auch homogener in Größe und Form zu sein. Hier sind neben der δ' -Phase auch T_2 - und I-Ausscheidungen detektiert worden. Insbesondere die I-Teilchen setzen sich bevorzugt auf Korngrenzen, was ihre Bewegung natürlich behindert. Die mittlere Korngröße ist 27,48 μm . Der Unterschied zu 331 wird erst mit Betrachtung der Orientierungssituation deutlich. Die Textur ist eine ganz andere. In den OIM-Polfiguren sind Ex_1 und P-Komponenten erkennbar (s. Anhang). Da die Textur auch hier eher schwach ist, ist die Übereinstimmung mit den röntgenographisch gemessenen Polfiguren nicht sehr groß. Vermessen wurden hier 599 Körner. Die Desorientierungswinkelverteilung „normalisiert“ sich im Vergleich zu 331.

Probe 334 hat neben Li, Cu und Mg den höchsten Zr-Gehalt. Die Korngrößenverteilung ist nicht wirklich homogen. Sie ist aber auch nicht mehr bimodal. Sehr kleine Körner existieren, manche sind wieder umhüllt von solchen mit einer anderen Orientierung. Die mittlere Korngröße beträgt 18,97 μm . Viele Körner sind so orientiert, dass die Würfelfläche parallel zur Oberfläche liegt. In den EBSD-Polfiguren kann die Komponente RC_{ND1} erkannt werden. Vermessen wurden 962 Körner. Die röntgenographischen Polfiguren sehen auch hier ganz anders aus. Für die möglichen Gründe s. oben. Die Desorientierungswinkelverteilung hat sich im Vergleich zu 333 dahingehend verändert, dass der Bereich der kleineren Winkel reduziert wurde.

Die Probe 350 unterscheidet sich von der 334 in bezug auf die chemische Zusammensetzung nur in ihrem Zr-Gehalt. Die Unterschiede im Gefüge sind jedoch weitreichend. Die Kornmorphologie ist wesentlich homogener, erscheint deshalb zunächst feiner. Die mittlere Korngröße ist hier 23,09 μm . Die Textur ist schwach. Vorhandene Komponenten sind P, R und BS_{RX} . Im Grunde nähert sie sich der regellosen Orientierungsverteilung. Gemessen wurden 815 Körner. Röntgenographisch ergibt sich wieder ein ganz anderes Bild. Die Desorientierungswinkelverteilung ist nicht weiter auffällig.

Zusammenfassung und Ausblick

Die methodischen Schwierigkeiten bei den Al-Li-Legierungen wurden erfolgreich gelöst. Die Präparation der Oberfläche ist gelungen (s. Präparationsvorschriften in 4.3). Es empfiehlt sich, die Untersuchungen an unmittelbar frisch präparierten Proben vorzunehmen, um die Oxidhautbildung auf ein Minimum zu reduzieren. Die geringe Signalintensität sowie die

Spannungen im Gefüge sind aufgrund der kfz-Symmetrie noch gut in den Griff zu bekommen.

Bei gleicher Herstellung ergeben sich durch die Legierungselemente ganz unterschiedliche Gefüge, d.h. die Mikrostrukturausbildung hängt von den sich bildenden Ausscheidungen ab. Die Kornmorphologie und Kornorientierung ändern sich am meisten. Die durch EBSD gewonnenen Polfiguren sind statistisch nicht abgesichert. Trotzdem, insbes. wenn die Textur schärfer ist, können die Haupttexturkomponenten gut visualisiert werden. Die röntgenographisch gemessenen Polfiguren stimmen nicht so gut mit den EBSD-Messungen überein.

Interessant wäre, die Herstellbedingungen zu variieren, um die Veränderungen im Gefüge entsprechend zu dokumentieren. Korrelationen mit Bruchzähigkeitsverhalten sind ebenfalls von großem Interesse für eine technische Anwendung und bereits geplant.

5.4.2 Berücksichtigung von zwei oder mehr Phasen bei automatischen EBSD-Messungen

Beispiel: Untersuchungen an zweiphasigem intermetallischem Ruthenium-Aluminium

Kurzfassung

Die intermetallische Verbindung RuAl wurde mit EBSD untersucht. Besondere Herausforderung für die EBSD-Anwendung stellt die Präsenz der zweiten Phase (α -Ruthenium) dar, noch dazu in lamellarer Form, was auflösungstechnisch nicht einfach ist.

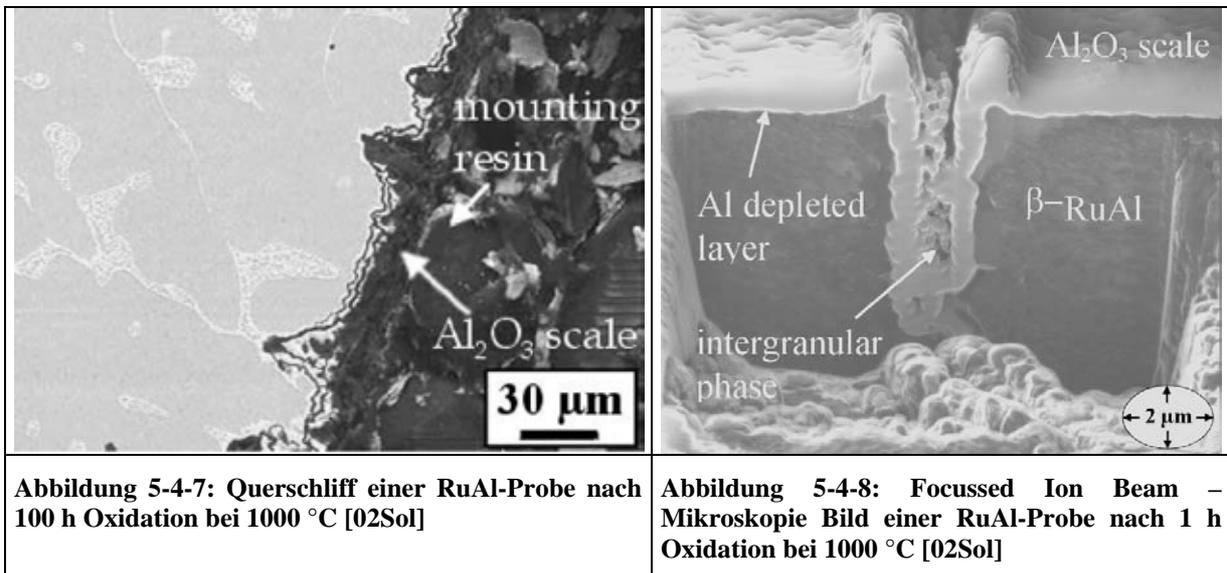
Materialklasse:	Intermetallische Verbindung
Gefügestand:	polykristallin, zweiphasig
Methodische Herausforderung::	Zweiphasigkeit, Probenpräparation, bimodale Phasenverteilung, Oxidhaut, laterale Auflösung
Besondere Vorteile EBSD:	phasenspezifische Beschreibung der Gefügeaspekte, Orientierungsverteilung und Anordnung, Orientierungscluster

Einleitung

Intermetallische Verbindungen finden großes Interesse in der Werkstoffwissenschaft, was sich durch ihre besonderen Eigenschaften, vor allem auch bei hohen Temperaturen, erklärt. Dazu zählen hohe spezifische Steifigkeit und hoher spezifischer Modul [91Fle]. Die hohe Temperaturbeständigkeit ($T_{m(\text{RuAl})} = 2060^\circ\text{C}$, $T_{\text{eut}(\text{RuAl/Ru})} = 1920^\circ\text{C}$, Arbeitstemperatur bis 1050°C) und Oxidationsbeständigkeit (durch Bildung von Al_2O_3 -Haut – s. Abb. 5-4-7) machen Anwendungen im Bereich der Luft- und Raumfahrt, für rotierende Bauteile, aber auch als Elektrodenwerkstoff möglich [91Fle], [93Fle], [97Mau].

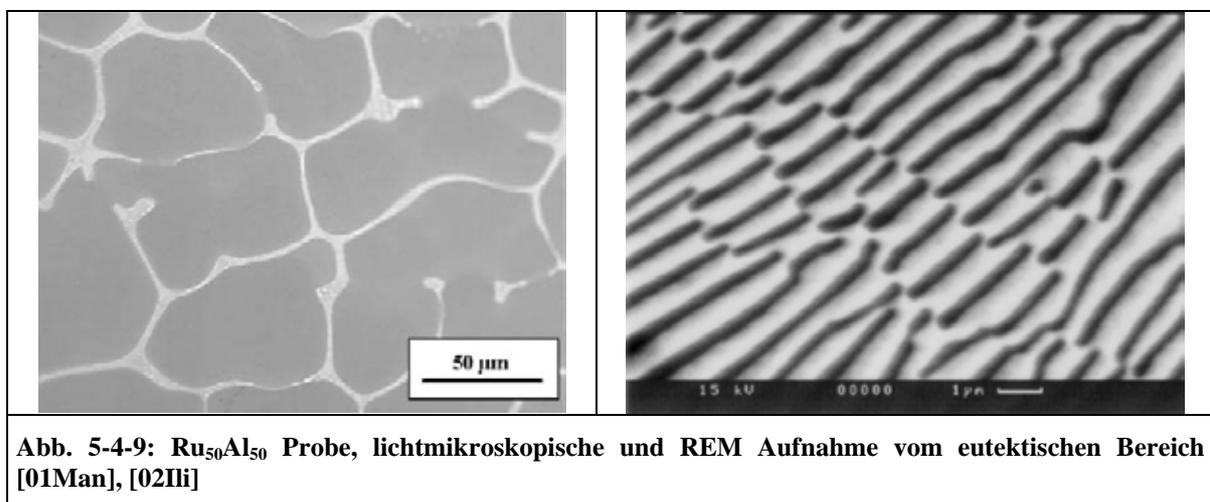
Um bestmögliche Eigenschaften zu erzielen, ist eine kontrollierte Gefügeeinstellung unerlässlich, da nicht nur die mechanischen Eigenschaften sondern auch die Resistenz gegen Hochtemperaturoxidation und –korrosion von der Gefügebildung im allgemeinen und von der Orientierung bzw. Korn- und Phasengrenzen im speziellen abhängt [99Cze], [99Ger],

[99Zho] (s. auch Abb. 5-4-8). Diese Studie ist ein Beitrag zur Gefügecharakterisierung dieser Materialien.



Experimentelles, methodische Herausforderung

Die untersuchten Proben wurden im Lichtbogenofen aus Aluminium- und Ruthenium Pulver erschmolzen und unter Vakuum zu „Knöpfen“ erstarrt. Aufgrund des hohen Unterschieds in der Schmelztemperatur beider Metalle ist es sehr schwierig, eine exakt stöchiometrische Phase herzustellen, da Aluminium zum Teil verdampft. Somit lässt sich schmelzmetallurgisch praktisch nie die reine RuAl Phase herstellen. Mit dem überschüssigen Ruthenium bilden sich eutektische Lamellen zwischen den dendritisch „traubenförmigen“ RuAl-Bereichen (Abb. 5-4-9).



Kritisch bei zweiphasigen Werkstoffen ist die Probenpräparation. Die zwei Phasen unterscheiden sich meistens sehr voneinander was Härte, Duktilität und Kristallographie betrifft. Dies resultiert in sehr unterschiedlichen Präparationsverhalten. Es ist grundsätzlich keine einfache Aufgabe, beide Phasen gleich gut zu polieren. Beide so zu polieren, dass sie gleichzeitig gute EBSPs liefern ist eine echte Herausforderung. Zudem sind die Höhenunterschiede gerade im empfindlichen eutektischen Bereich nicht unerheblich und wegen der hohen Probenkipfung bei EBSD sehr problematisch.

Bei der Auswertung der EBSPs, sprich Indizierung, müssen beide Phasen berücksichtigt werden. Zwei grundsätzliche Möglichkeiten stehen zur Verfügung:

- Bei jedem Pattern werden beide Phasen überprüft. Die besser passende wird ausgewählt. Welche die besser passende ist, muss aber auch erst anhand irgendwelcher Parameter festgemacht werden. Dazu eignet sich der CI (Confidence Index)-Wert. Er ist als der Quotient zwischen der Differenz der Stimmen der ersten beiden Lösungen und der Anzahl aller möglichen Stimmen definiert (s. auch **2.2.2**). D.h. es werden nicht nur drei, sondern meistens mehrere Kikuchi-Bänder detektiert. Darunter werden alle möglichen Tripel gebildet – das ergibt die Anzahl der möglichen Stimmen. CI von Null heißt nicht unbedingt, dass die Indizierung falsch ist. Unter den ersten beiden Lösungen wird diejenige mit der geringeren Winkelabweichung favorisiert. Und das ist oft die richtige, besonders bei kubischen Materialien. Allgemein ist ein $CI > 0,1$ bei kubischen Materialien Garant für 95 %-ige Richtigkeit der Indizierung [96Fie].

- Die zweite Möglichkeit automatische Scans an mehrphasigen Werkstoffen durchzuführen ist je nach CI-Wert zu entscheiden ob nach der zweiten Phase überhaupt geschaut werden soll. Sinnvollerweise würde man z.B. den Wert 0,1 als Limit setzen. Das bringt eine enorme Zeitersparnis mit sich. Sonst vervielfacht sich die Messzeit, z.B. verdoppelt bei zwei Phasen.

Es muss allerdings noch mal erwähnt werden, dass der CI-Wert von der Einstellung der Hough-Parameter abhängt, z.B. Anzahl der berücksichtigten Kikuchi-Bänder. Es kann z.B. sogar ein $CI = 1$ für eine falsche Orientierungsbestimmung stehen, falls nur ein Tripel benutzt wird.

Außerdem ist diese zweite Vorgehensweise etwas ungenauer, da der Schwellenwert für den CI in den beiden Phasen durchaus unterschiedlich sein kann. Der CI-Wert hängt auch von der Patternqualität und von der Kristallsymmetrie ab. Diese sind in den zwei Phasen unterschiedlich.

Je nach Phase ändert sich auch der Untergrund. Das kann sogar soweit führen, dass die resultierende Patternqualität für eine der Phasen dermaßen schlecht ausfällt, dass gar keine Indizierung möglich ist. Ein Lösungsansatz wäre als Untergrundbild das gefilterte oder geglättete Live-Bild zu benutzen. Dafür müsste das Signal geteilt werden und das z.B. gefilterte Bild ständig das Untergrundbild aktualisieren. Das kann auf der Hardware- oder auf der Software-Seite geschehen [96Fie].

Allgemein muss erwähnt werden, dass eine Phasenunterscheidung bei hoher Ähnlichkeit nicht immer erfolgreich ist. Z.B. kann eine 1 % tetragonal verzerrte kubische Struktur nicht von einer nicht verzerrten unterschieden werden. Auch das Auseinanderhalten von kfz und krz ist nicht sehr einfach, kann aber durchaus mit hoher Zuverlässigkeit erfolgen [96Fie]. Daran ist u.a die niedrige Auflösung bei der Bandbreitendetektion im Hough-Raum schuld. Verbesserungen in der Bildverarbeitung und Patternerkennung könnten hier von Vorteil sein. Im konkreten Fall der RuAl-Probe ist auch die Wahl der geeigneten Schrittweite problematisch. Im eutektischen Bereich muss sie sehr klein sein. Der mittlere Lamellenabstand beträgt etwa 0,6 μm [01Ili]. Dadurch kann aber aus Zeit- und Stabilitätsgründen nur ein relativ kleiner Bereich vermessen werden. Aufgrund der Grobkörnigkeit der RuAl-Phase wäre der Messbereich keinesfalls repräsentativ. Falls die Rasterpunkte zu weit auseinander liegen wird das Eutektikum nur unzureichend erfasst oder gar übersehen. Abhilfe könnte hier die adaptive OIM schaffen (s. **2.2.3**).

Da diese Option bei unserem System nicht verfügbar ist, müssen Scans mit grober Schrittweite und Berücksichtigung nur einer Phase (RuAl) mit solchen von kleinen Bereichen mit feiner Schrittweite und Berücksichtigung beider Phasen parallel durchgeführt und kombiniert werden.

Im eutektischen Bereich kann je nach Lamellenausbildung die laterale Auflösung unzureichend sein.

3.8.3 Ergebnisse und Diskussion

Die Patternqualitätskarten lassen deutlich die dendritische Struktur erkennen (Abb. 5-4-10). Die Zwischenräume zeichnen sich mit schlechter Patternqualität aus. Dies ist nur logisch, handelt es sich doch um die eutektische Lamellenstruktur. Neben Überlappung von Pattern kommen Höhen- und Untergrundunterschiede ebenfalls erschwerend hinzu. Es wurde mangels weiterer Optionen nur ein Untergrundbild gebraucht. Im mittleren Bild sind Strahlverzeichnungen zu sehen. Sie werden oft beobachtet, wenn es zu Aufladungen kommt

[97Fie]. Die Al_2O_3 -Haut, die für die Anwendung des Materials so erwünscht ist, ist hier von Nachteil.

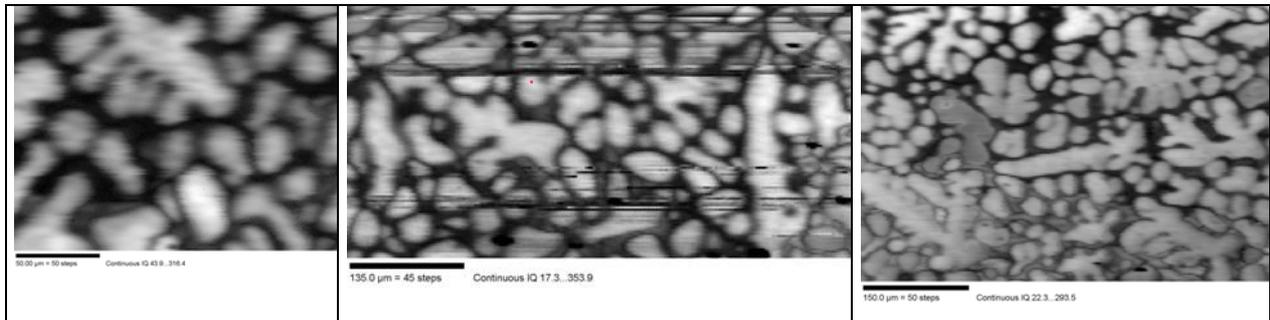


Abbildung 5-4-10: Patternqualitätskarten verschiedener Proben A, B und C

Die Orientierungsgefügekarten (Abb. 5-4-11 bis 5-4-13) zeigen große Orientierungscluster in der RuAl-Phase. (Die zweite Probe B (Abb. 5-4-12) wurde einphasig gemessen.) Dies spricht für schräg geschnittene Dendrite.

Auch wenn Polfiguren hier aufgrund der geringen Statistik nicht im Sinne der Orientierungsverteilung aussagekräftig sind (s. 2.2.4 und 4.1.2), so sind sie dennoch hilfreich zu weiterer Visualisierung. Auch die Ru-Phase scheint texturiert zu sein und auch da sind Orientierungscluster auffällig.

Im Eutektikum wird nur das Ruthenium erkannt. Folglich sind die Aussagen über den Phasenanteil (70:30) verfälscht. Möglicherweise ist die Schrittweite für diesen Bereich immer noch zu grob.

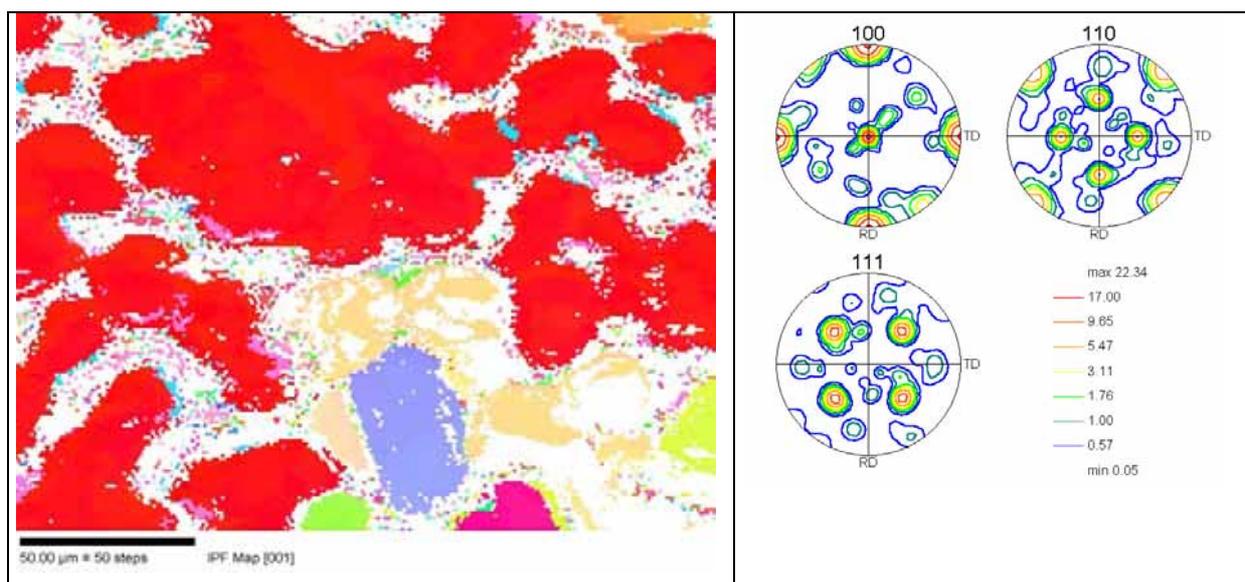


Abbildung 5-4-11: Gefügekarte der RuAl-Phase mit den entsprechenden Polfiguren (Probe A)

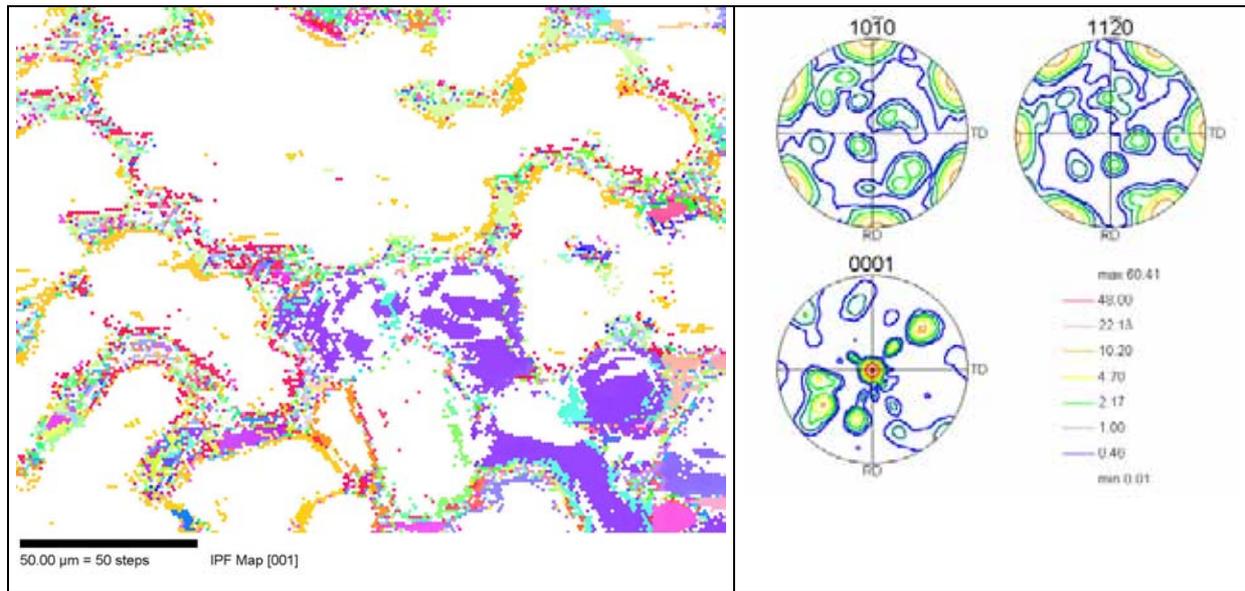


Abbildung 5-4-11 (Fortsetzung): Gefügekarte der Ru-Phase mit den entsprechenden Polfiguren (Probe A)

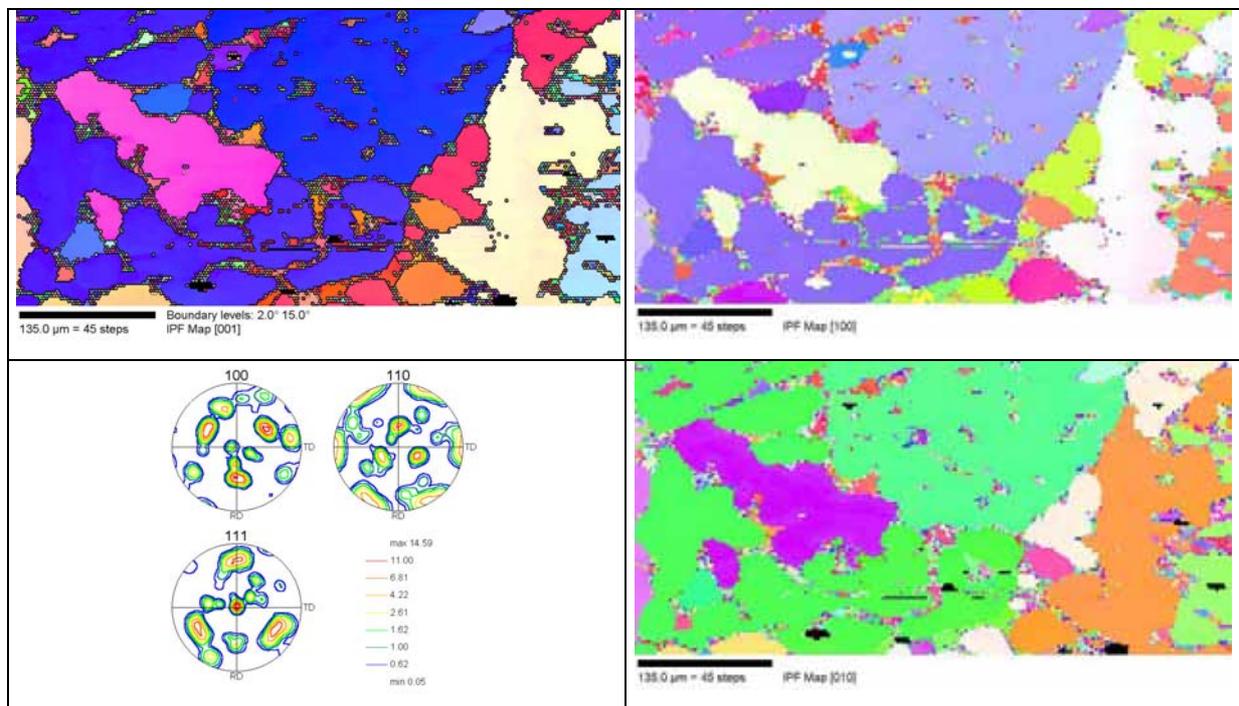


Abbildung 5-4-12: Gefügeorientierungskarten in der Normal- und die zwei dazu senkrechten Richtungen und Polfiguren (nur RuAl-Phase berücksichtigt, Farben entsprechen der inversen Polfigur), Probe B

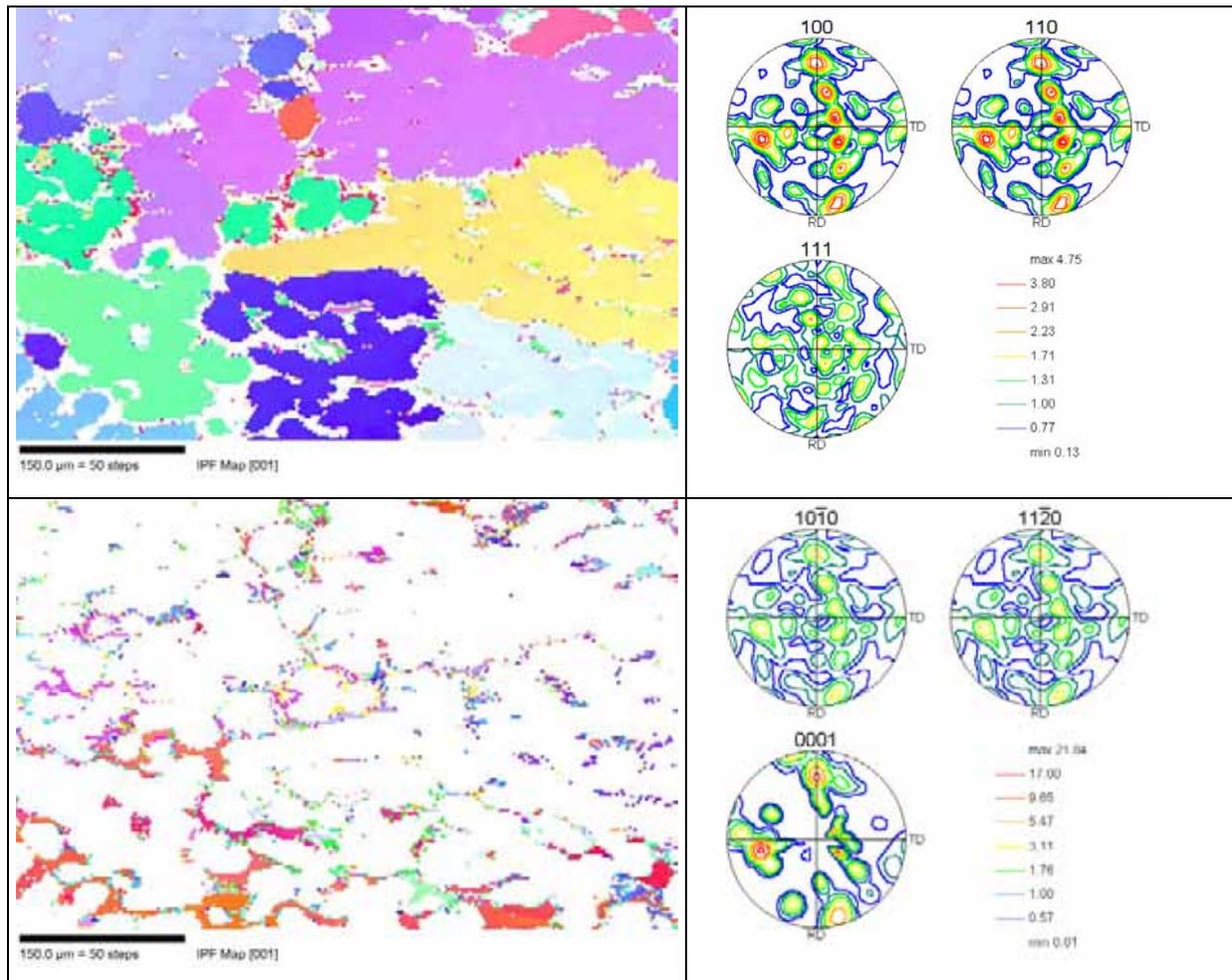


Abbildung 5-4-13: Gefügekarten der RuAl- (oben) und Ru-Phase (unten) mit den entsprechenden Polfiguren (Probe C)

Interessant wäre grundsätzlich noch, sich die Korngrößenverteilung anzuschauen. Allerdings macht es wenig Sinn bei dendritischen Strukturen diese so zu berechnen wie bei äquiaxialen Körnern, genauso wenig bei Lamellen. Andererseits ist auch die eutektische Gegend nicht ausreichend aufgelöst.

Ein Vorteil der OIM ist auch die Möglichkeit, die verschiedenen Gefügeaspekte phasenspezifisch zu differenzieren. In manchen Fällen kann es von Bedeutung sein, auch die Korngrenzensituation zu beschreiben. Die Desorientierungswinkelverteilung fällt z.B. auch recht unterschiedlich in den beiden Phasen aus (Abb. 5-4-14). Auch Phasengrenzen können von Interesse sein und sind über die Methode zugänglich.

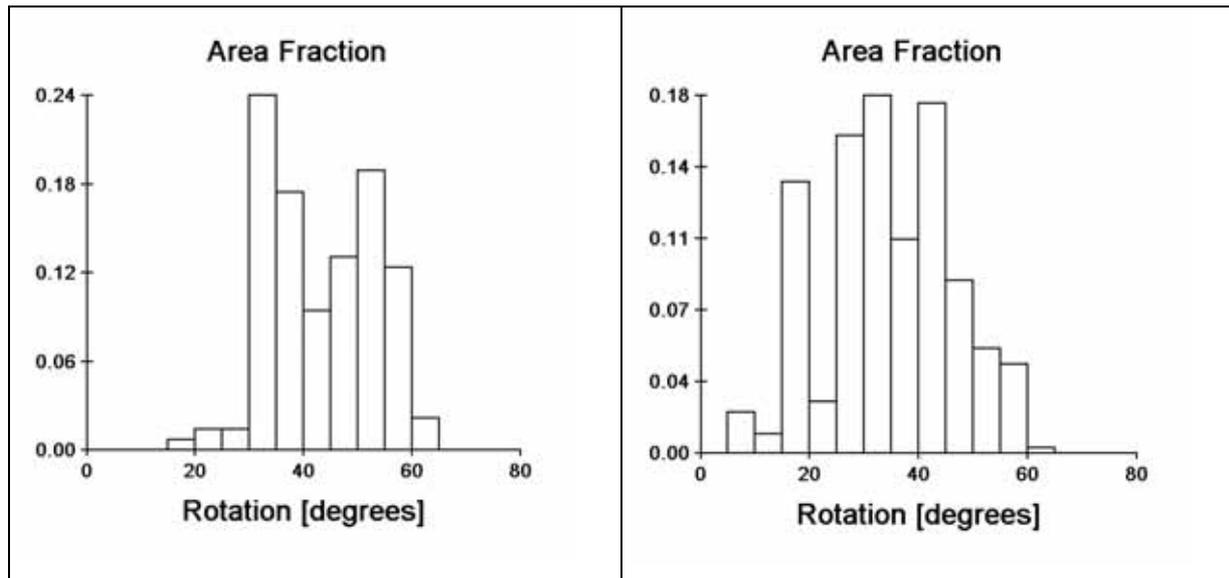


Abbildung 5-4-14: Desorientierungswinkelverteilung in RuAl (links) und Ru (rechts) – Probe C

Zusammenfassung und Ausblick

Trotz vieler Schwierigkeiten sind Messungen an RuAl-Proben mit Berücksichtigung der zwei vorhandenen Phasen RuAl und Ru gelungen. Zu überwinden galt es neben Problemen präparativer Art auch solche, die mit der verlässlichen Durchführung von automatischen Scans zusammenhängen. Im eutektischen Bereich kommt man an die Grenzen der lateralen Auflösung.

Besonders auffällig bei allen untersuchten Proben sind die Orientierungscluster. In der RuAl Phase handelt es sich vermutlich um schräg geschnittene Dendrite. Eine Orientierungsclusterung im eutektischen Bereich ist jedoch ungewöhnlicher, könnte u.U. auf eine Art gerichtete Erstarrung zurückgeführt werden.

Interessant wäre es, den eutektischen Bereich noch näher zu betrachten, sprich höhere Vergrößerung und feineres Rasternetz. Lamellenabmessungen, aber auch Orientierungen und Korngrenzen, insbes. Phasengrenzen können so ermittelt werden.

Allgemein wäre es sinnvoll, nachdem nun die methodischen Schwierigkeiten überwunden sind, systematischer bei den Untersuchungen von RuAl vorzugehen und insbesondere mit relevanten Eigenschaften zu korrelieren. Z.B. wäre das Abplatzen der Al_2O_3 -Haut bzw. ihre Dicke im Zusammenhang mit der Orientierung der Kristallite darunter eine gute einzuschlagende Richtung, zumal lichtmikroskopisch eine gewisse Abhängigkeit zu beobachten ist, die so allerdings nicht quantifiziert werden kann [01Man]. Auch mit Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften könnten EBSD Untersuchungen interessant sein.

5.5 EBSD an Keramiken

Kurzfassung

Die besonderen Schwierigkeiten, EBSD an Keramiken anzuwenden und Erfolgsstrategien, insbesondere in bezug auf die Probenpräparation sind Gegenstand dieser Ausführungen. Die praktische Umsetzung wird durch Beispiele an Aluminiumoxid, Zirkoniumoxid und Bariumtitanat illustriert.

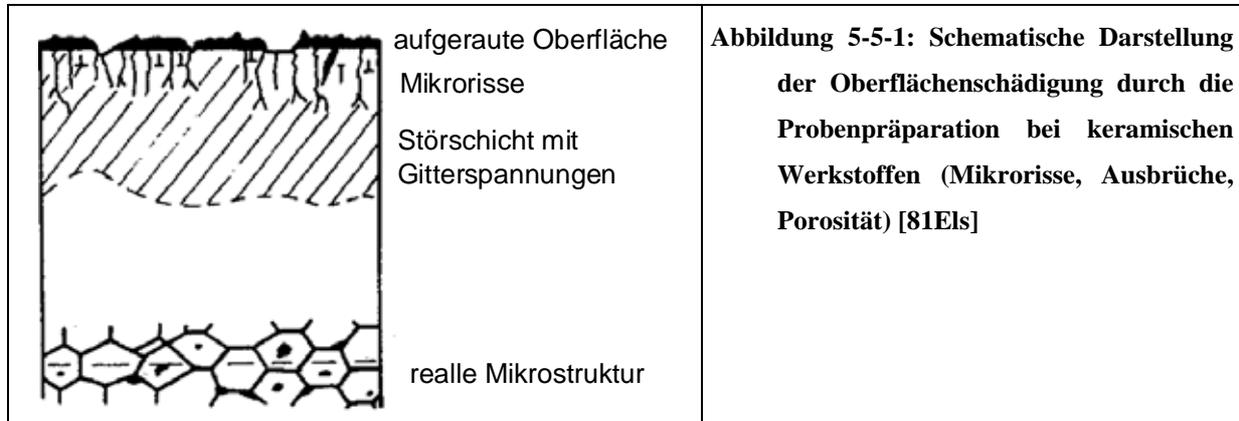
Materialklasse:	Keramiken
Gefügestand:	polykristallin
Methodische Herausforderung:	Präparation, elektrische Leitfähigkeit, Feinkörnigkeit, geringe Signalintensität, Indizierung, Langzeitstabilität im REM
Besondere Vorteile EBSD:	quantitative Erfassung verschiedener Gefügeaspekte

5.5.1 Einleitung, methodische Herausforderung

Obwohl in der Anwendung der EBSD Methode auf keramische Materialien in den letzten Jahren ebenfalls rasante Fortschritte zu vermerken sind, steckt sie im Vergleich zu der an Metallen noch in den Kinderschuhen. Das lässt sich mit einigen besonderen Schwierigkeiten, die auftauchen, wenn man Keramik mittels EBSD untersuchen will, erklären. Sie hängen mit der Patternqualität (schwache Streuung, Präparation, Aufladungen, Kathodolumineszenz), der Indizierung (niedrige Kristallsymmetrie, sich ändernde chemische Zusammensetzung, Anwesenheit mehrerer Phasen) und der Möglichkeit, eine verlässliche automatische Abrasterung eines Probenbereichs abzuschließen (Patternqualität, Elektronenstrahlstabilität), zusammen. Eine weitere Einschränkung ergibt sich durch die laterale Auflösung der Technik, da die heutigen Hochleistungskeramiken oft feinkörnig sind.

Ähnlich wie bei metallischen Werkstoffen spielt die Probenpräparation auch hier eine entscheidende Rolle für das Gelingen der Untersuchung, sprich um Pattern guter Qualität zu erreichen. Nach Schleifen und Polieren bleibt auch bei keramischen Materialien eine Störschicht an der Oberfläche, die allerdings mehr Mikrorisse als Verformung aufweist (Abb. 5-5-1) [81Els]. Wie bei Metallen ist auch hier das Ziel der Endpolitur diese Störschicht zu beseitigen. Typische keramographische Schwierigkeiten sind durch die hohe Härte und

Sprödigkeit der Keramiken, sowie durch die höhere Porosität, die mögliche gleichzeitige Anwesenheit verschiedener Phasen, bimodale Korngrößenverteilung und hohe chemische Resistenz gegeben.



Die meisten Keramiken sind außerdem Isolatoren. Dies führt zu Aufladungen im REM, so dass gute Topographiebilder, insbesondere aber gute EBSP fast unmöglich sind ohne zusätzliche Anstrengung. Dazu sind noch höhere Strahlenergien notwendig, um ausreichende Intensität und ein gutes Signal/Rausch-Verhältnis zu garantieren. Dies hängt mit der niedrigen effektiven Ordnungszahl und der Dichte zusammen. Neben den Rückstreuelektronen werden auch Photonen emittiert (Kathodolumineszenz). Sie treffen ebenfalls auf den Phosphorschirm und können so das EBSP verschlechtern. Hier schafft die Aluminium-Beschichtung des Phosphorschirms Abhilfe, sowie auch um Aufladungseffekte zu verhindern. Sie gewinnt im Falle der Keramiken deshalb enorm an Wichtigkeit [96Schw], [00Far].

Auch wenn EBSPs guter Qualität erhalten wurden, ist es oft nicht einfach diese verlässlich automatisch zu indizieren. Dafür gibt es hauptsächlich drei Gründe: Niedrige Kristallsymmetrie, nicht konstante Gitterparameter aufgrund sich ändernder chemischer Zusammensetzung und das mögliche Vorhandensein mehrerer Phasen (auch amorph), was Auflösungs- und/oder Aufladungsprobleme bereiten kann.

Wenn einmal kontrastreiche Pattern und korrekte automatische Indizierung gesichert sind, sollte auch ein automatischer Scan möglich sein. Dies ist jedoch nicht immer ohne weiteres gegeben bei keramischen Werkstoffen. Die Patternqualität kann sich über den Messbereich ändern. Auch Aufladungen können sich bei Langzeitmessungen (mehrere Stunden) bilden. Außerdem reagieren manche Keramiken sehr empfindlich auf den Elektronenstrahl. D.h. Ihr Gefüge kann sich nach langer Bestrahlung mit hoher Strahlenergie (Intensität) ändern.

Zu EBSD Untersuchungen an Keramiken s. auch [96Gla], [98Cho], [99Ble], [99Joh], [99Say], [99Yas], [00Say].

5.5.2 Probenpräparation

Die Probenpräparation von keramischen Materialien für EBSD soll, ebenso wie die von metallischen so optimiert werden, dass möglichst keine Störschicht mehr vorliegt. Die prinzipiellen Überlegungen (s. 4.2) gelten auch hier. Erwähnt werden nur solche Details, die sich bei Keramiken von der Situation bei Metallen unterscheiden.

Zum **Einbetten** empfiehlt es sich, leitfähiges thermoplastisches Einbettmittel zu benutzen. Dann kann die Probe einfach durch Erwärmen ausgebettet werden. Vorher sollte aber geprüft worden sein, ob die Präparation ausreichend gut ist, was nur anhand der EBSP Qualität möglich ist. Sollte dies nicht der Fall sein, kann somit der letzte präparative Schritt wiederholt oder modifiziert werden. Diese Einbettmasse stellt aufgrund ihrer Leitfähigkeit auch keinerlei Probleme im REM. Warm Einbetten ist bei keramischen Materialien vorteilhafter, da die kalt polymerisierenden Einbettmittel meist zu weich sind.

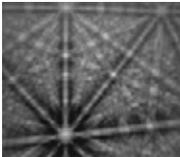
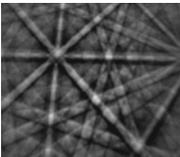
Bei der Endpolitur kann *kolloidale Silika-Suspension* recht gute Ergebnisse liefern. Allerdings ist hier von einigen Stunden Polierzeit die Rede. Deshalb ist ein Vibrationspoliergerät besonders geeignet. Ein möglicher Begleiteffekt bei so langen Polierzeiten ist die Reliefbildung. Zu große Höhenunterschiede würden, wie schon erwähnt, zu Abschattungseffekten wegen der Kippung der Probe führen. Außerdem wird es schwierig, eine zusammenhängende leitfähige Schicht zu erzeugen. Bei bimodalen Gefügen kann es zum Herauslösen der kleinen Körner kommen. Das würde zu einer falschen Porositätsbestimmung führen und wird sich ebenfalls negativ in bezug auf Aufladungen auswirken. In manchen Fällen jedoch kann die Endpolitur mit Silika ausreichend sein.

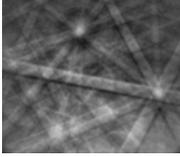
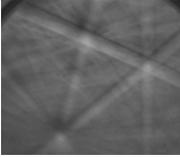
Wenn nicht, ist physikalische oder auch chemische Unterstützung notwendig. Für Oxidkeramiken ist *Austempern* gut geeignet, um Defekte zu heilen und Restspannungen zu beseitigen. *Plasmareinigen* oder *-ätzen* liefert gute Ergebnisse bei Silicium-haltigen Keramiken wie Siliciumnitrid und -carbid. Auch *Ionenstrahlpolieren* kann empfohlen werden. Was dabei beachtet werden muss, ist in 4.2 beschrieben. Sehr hilfreich, wenn es sich um nicht leitende Materialien handelt, ist der sog. Neutralisator, der im Grunde ein einfacher Elektronenspender (Wolfram-Draht) ist. Dadurch erhöht sich die Effektivität des Vorgangs, andernfalls stellen auch hier die Aufladungen ein Problem dar.

Chemische Behandlung ist sehr viel schwieriger, da Keramiken in der Regel chemisch sehr resistent sind. Als Ätzmittel kommen nur sehr scharfe Chemikalien, wie geschmolzene Alkali-Hydroxide oder Salze und heiße bis kochende konzentrierte Säuren in Frage. Es ist nicht einfach, sie zur Probenpräparation für EBSD einzusetzen, da sie schnell durch den ungleichmäßigen Angriff zu große Rauigkeit erzeugen. Außerdem ist es sehr schwierig, die

Proben danach zu reinigen, so dass die Gefahr besteht, dass Reste der Chemikalien den Ätzeffekt weiter verstärken, insbesondere auch unter dem Elektronenstrahl. Kleine Körner können herausgelöst werden. Oft erreicht man akzeptable Ergebnisse, wenn einer kurzen chemischen Behandlung eine physikalische, z.B. Ionenstrahlpolieren, folgt [98Mul].

Die konkreten erfolgreichen Präparationsvorschriften folgen in Tabellenform zusammengefasst und mit entsprechendem EBSP illustriert (Tabellen 5-5-1 bis 5-5-5). Neben der bislang in diesem Kapitel sowie bereits in 4.2 zitierten Literatur sollen hier auch Referenzen genannt werden, die spezieller auf die Präparation von Keramiken zielen: [77Pay], [80Poh], [82Smi], [84Sin], [86Sco], [91Lay], [92Lee], [93Aja], [95Car], [98Täf], [98Tri].

Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [μm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
BaTiO₃ Tetragonal (D4h) [4/mmm] a = 3,994 Å c = 4,038 Å	MD-Plan	15	blau	150	25	bis plan	
	MD-Allegro	6	blau	150	25	5	
	MD-Pan	6	blau	150	30	7	
	MD-Dac	3	blau	150	25	5	
	LeCloth (LECO)	Alumina 1		Wasser	150	20	5
		Alumina 0,3		Wasser	150	20	5
Ätzung: 5 ml HCl + 5 ml HNO ₃ + 1 ml HF + 89 ml H ₂ O, 5-10 s oder Ätzung: 75 ml H ₂ O + 15 ml HCL + 10 ml HF, bis 2 min							
 PQI = 302							
ZrO₂ Kubisch (kfz) (Oh) [m3m] a = 5,431 Å	MD-Plan	15	DiaPlus	150	25	bis plan	
	MD-Plan	9	DiaPlus	150	25	5	
	MD-Plan	6	DiaPlus	150	25	10	
	MD-Dur	3	DiaPlus	150	25	10	
	MD-Dur	1	DiaPlus	150	25	10	
	MD-Plus	0,25	DiaPlus	150	20	10	
	MD-Chem	OP-AA	Wasser	150	20	15	
	Thermische Ätzung: 1400 °C, 15 min						
	Leichte Ätzung: H ₃ PO ₄ , kochend, 30-60 s						
	Leichte Ätzung: 50 ml H ₂ SO ₄ + 50 ml dest. H ₂ O, kochend, bis 2 min						
	 PQI = 402						
MD-Piano	220	Wasser	150	30	bis plan		
MD-Allegro	9	blau	150	30	5		
MD-Plan	9	blau	150	30	5-8		
MD-Plan	3	blau	150	25	7-10		
MD-Dur	1	DiaPlus	150	25	10		
Thermische Ätzung: 1200 °C, 10 min							
Leichte Ätzung: H ₃ PO ₄ , kochend, 30-60 s							
Leichte Ätzung: 50 ml H ₂ SO ₄ + 50 ml dest. H ₂ O, kochend, bis 2 min							

Material	Unterlage	Körnung/ Korngröße [μm]	Schmiermittel	Geschwindigkeit [Upm]	Druck [N]	Zeit [min]	
Al₂O₃ Trigonal (D3d) [-3m] a = 4,758 Å c = 12,991 Å  PQI = 202	MD-Plan	15	DiaPlus	150	30	bis plan	
	MD-Plan	9	DiaPlus	150	30	5	
	MD-Plan	6	DiaPlus	150	30	10	
	MD-Dur	3	DiaPlus	150	30	10	
	MD-Dur	1	DiaPlus	150	25	10	
	MD-Plus	0,25	DiaPlus	150	25	10	
	MD-Chem	OP-AA	Wasser	150	20	15	
	Thermische Ätzung: 1200 °C, 15 min						
	od. Microcloth	OP-AA	Wasser, Seife	Vibration	-	-	30-240
	Diamantschleif scheibe	20	H ₂ O	300	30	30	bis plan
	MD-Largo	9	blau	150	30	30	5
	MD-Largo	6	blau	150	30	30	5
	MD-Largo	3	blau	150	30	30	10
	MD-Dac	3	blau	150	25	25	10
	MD-Chem	OP-AA	Wasser	150	20	20	15-20
	Thermische Ätzung: 1200 °C, 15 min						
	od. Microcloth	OP-AA	Wasser, Seife	Vibration	3 Gewichte	-	30-240
	β-Si₃N₄ Hexagonal (D6h) [6/mmm] a = 7,604 Å c = 2,908 Å  PQI = 96	Diamantschleif scheibe	20	H ₂ O	300	30	bis plan
MD-Plan		9	blau	150	25	3	
MD-Plan		6	blau	150	25	5-8	
MD-Dur		3	blau	150	30	15-30	
MD-Plus		0,25	blau	150	25	3-5	
Microcloth		OP-AA	Wasser, Seife	Vibration	3 Gewichte	120-240	
oder Plasmaätzen: O ₂ :CF ₄ =2:1, 2 min							
oder leichte Ätzung: LiOH.2NaOH.2KOH, 550 °C, ca. 4 min							
β-Aluminate Na- β Hexagonal (D6h) [6 ₃ /mmc] a = 5,6 Å c = 22,6 Å Na- β '' Rhomboedrisch a = 5,6 Å c = 33,5 Å  PQI = 89		Wasserkontakt vermeiden, nur mit Ethanol reinigen, DP-A benutzen					
		MD-Plan	15	braun	150	30	bis plan
	MD-Plan	9	braun	150	25	10	
	MD-Plan	6	braun	150	25	5-8	
	MD-Dur	3	braun	150	25	15-30	
	MD-Dur	1	braun	150	20	20	
	MD-Plus	0,25	braun	150	20	3-5	
	Microcloth	OPS	Ethanol (1:1)	Vibration	3 Gewichte	120-240	
	oder thermische Ätzung: 1400 °C, 15 min						
	oder leichte Ätzung: HBF ₄ , kochend, 30 s,						
	oder chemisch polieren: H ₃ PO ₄ , 5 min, 327 °C, 15 min waschen in Methanol (US-Bad)						
	MD-Piano	120	braun	300	30	30	bis plan
	MD-Piano	220	braun	150	30	30	2
	MD-Plan	9	braun	150	30	30	5-7
	MD-Dac	3	braun	150	25	25	7-10
	MD-Nap	1	braun	150	20	20	3
Microcloth	OPS	Ethanol (1:1)	Vibration	3 Gewichte	3 Gewichte	120-240	
oder thermische Ätzung: 1400 °C, 15 min							
oder leichte Ätzung: HBF ₄ , kochend, 30 s,							
oder chemisch polieren: H ₃ PO ₄ , 5 min, 327 °C, 15 min waschen in Methanol (US-Bad)							

5.5.3 Leitfähige Beschichtung

Die Hauptschwierigkeit, wenn keramische Materialien mittels EBSD untersucht werden sollen, ist die Tatsache, dass diese elektrisch nicht leitend sind. Aufladungseffekte durch Primär-, Sekundär- und Rückstreuielektronen sind das Ergebnis, wenn nichts dagegen getan wird.

Eine geräteabhängige Lösung ist das Betreiben des EBSD-Systems in einem niedrigem Vakuum oder im environmental REM. Zusätzliche Streuprozesse können die Patternqualität verschlechtern, aber es ist gezeigt worden, dass zwischen 1 und 2 torr akzeptable EBSPs von nicht leitenden und unbeschichteten Proben detektiert werden können [96McK]. Eine weitere Möglichkeit ist, mit niedriger Beschleunigungsspannung in einem Feldemissions-REM zu arbeiten [98Obe]. Dies dürfte allerdings für automatische Messungen nicht ausreichen, da sich nach einer Weile trotzdem Aufladungen bilden.

Einige Keramiken, wie z.B. BaTiO_3 zeigen eine gewisse Eigenleitfähigkeit aufgrund von Verunreinigungen. Diese Tatsache könnte auch durch Dotieren an der Oberfläche absichtlich genutzt werden [00Bec]. Es sollte darauf geachtet werden, dass das Kristallgitter in der oberflächennahen Schicht nicht zu stark verzerrt wird, weil dies die EBSPs wieder diffuser machen wird. Aber auch wenn dies grundsätzlich eine gute Idee ist, so ist sie doch wenig praktikabel wegen des zu großen Aufwands und sie ist sicherlich weit davon entfernt, universell zu sein.

Die allgemeine Lösung, die auch bei anderen REM-Untersuchungen genutzt wird, ist nämlich das Aufbringen einer leitenden Schicht an die Probenoberfläche. Sie sollte aus einem leichten Material sein, damit die Absorption gering ist. Das ist sehr wichtig wegen der geringen Informationstiefe der Methode. Aus diesem Grund soll die Schicht auch so dünn wie nur möglich sein, andererseits aber auch dick genug, um zusammenhängend sein zu können.

Kohlenstoff hat sich in der REM-Praxis etabliert und ist sicherlich ein guter Kandidat wegen seiner niedrigen Ordnungszahl und der Möglichkeit, deckende amorphe Kohlenstoff-Schichten aufzubringen. Er ist aber nicht sehr leitfähig, muss deswegen aufgedampft werden, so dass sich eher relativ dicke Schichten ergeben. In der Mikrobereichsanalyse (EDX) wird er standardmäßig eingesetzt, allerdings mit einer Schichtdicke von 20 nm und mehr [94Schm]. Dünnere Schichten sind auch möglich, nur sind diese nicht zusammenhängend, und das ist nicht ausreichend für eine mehrstündige automatische Messung. Punktmessungen sind jedoch gut möglich und je nach Problemstellung und Geräteverfügbarkeit kann so eine aufgedampfte Kohlenstoffschicht gute Dienste leisten. Bessere Ergebnisse werden mit dem Ionenstrahlputtern erzielt. Gute Erfahrung kann mit dem Sputter Coater der Fa. Gatan

berichtet werden. Die optimale Schichtdicke wurde experimentell ermittelt und liegt bei 3 nm. Trotzdem ist auch diese Art der Beschichtung für manche Keramiken nicht ausreichend (z.B. Si_3N_4 , β -Aluminate).

Alternativ können auch Metallbeschichtungen akzeptabel sein. Typische Beschichtungsmaterialien wie Gold, Platin, Gold-Palladium sind zu hoch absorbierend, so dass sie für EBSD Anwendungen nicht wirklich geeignet sind. Völlig ausgeschlossen sollte dies jedoch auch nicht sein, da aus diesen Metallen sehr dünne perkollierende Schichten aufgesputtert werden können. Es wurde aber gezeigt, dass eine 5 nm dicke Nickelschicht (Nickel ist leichter) solch eine Schwächung des Signals bereits hervorruft, dass EBSPs fast unkenntlich werden [00Far].

Akzeptabel sind auch Beschichtungen mit Chrom [98Bau]. Chrom ist relativ leicht. Aber es hat auch eine sehr hohe Affinität zu Sauerstoff. Deshalb sollte die Beschichtung unmittelbar vorm Probeneinbau in die REM-Vakuumkammer erfolgen.

Andere Metalle wie Eisen z.B. wären prinzipiell auch nicht auszuschliessen. Es könnte im CVD-Prozess (Chemical Vapor Deposition) aufgetragen werden. Möglicherweise wäre der Aufwand zu groß, da es keine kommerziellen Geräte dazu gibt. Weitere Kandidaten wären Beryllium, Lithium und Natrium. Aber sie stellen keine praktikablen Lösungen dar. Beryllium birgt ein hohes Gesundheitsrisiko. Die Alkali-Metalle entflammen sich an der Luft. Dafür wäre eine spezielle Schleuse zum Transportieren notwendig [00Bec].

Eine andere weniger typische, aber sehr erfolgreiche Alternative stellt eine Nassbeschichtungsmethode dar [95Str], [96Str]. Konkret wird eine kolloidale Zinn-Palladium-Lösung eingesetzt. Für die genaue Präparationsvorschrift s. Tabelle 5-5-6. Auch wenn diese Metalle relativ schwer sind, wirkt sich das nicht störend aus, da eine sehr dünne zusammenhängende Schicht aufgebracht werden kann. Sie macht sich sogar positiv bemerkbar, weil dadurch die Sekundärelektronenausbeute erhöht wird. Ein besonderer Vorteil ist, dass diese Beschichtung wirklich deckend ist. Auch Poren sind z.B. kein Problem, was bei den anderen Beschichtungstechniken nicht der Fall ist. Dadurch werden auch Rauigkeitsunannehmlichkeiten minimiert. D.h. Abschattungseffekte bestehen selbstverständlich weiter, aber die erhöhte Gefahr, dass dadurch die leitende Schicht unterbrochen wird, entfällt.

Trotzdem ist ihre Herstellung nicht sehr komfortabel, und es ist wichtig exakt die vorgegebenen Zeiten einzuhalten. Ein anderer Nachteil ist, dass die kolloidale Lösung nicht sehr stabil ist und nach ein paar Tagen sedimentiert. Deshalb wird auch die Präparation

kleiner Mengen empfohlen, was auch im Hinblick auf den Preis für Palladiumsalze sinnvoll ist.

Das Aufbringen der Schicht dagegen ist sehr komfortabel – die Probe wird einfach in die Lösung eingetaucht. Es empfiehlt sich, die Proben vorher akribisch in Alkohol im Ultraschallbad zu reinigen, um Homogenität zu garantieren. Es sollte nicht unerwähnt bleiben, dass diese Beschichtungsmethode wesentlich billiger ist als sämtliche Alternativen, allein weil keine teuren Gerätschaften (Vakuum) dafür notwendig sind. Ein enormer Pluspunkt für EBSD-Anwendungen ist die echte Langzeitstabilität im REM (über 12 Stunden bei 25 kV). Dies konnte mit anderen Beschichtungen nicht erreicht werden.

Ausgangslösungen		
Pd	Sn (1)	Sn (2)
0,1 g PdCl ₂	0,4 g SnCl ₂ ·2H ₂ O	4,6 g SnCl ₂ ·2H ₂ O
30 ml HCl (37 %)	2 ml HCl (37 %)	4 ml HCl (37 %)
60 ml H ₂ O (dest.)	2 ml H ₂ O (dest.)	4 ml H ₂ O (dest.)
Präparation		
1) 45 ml Pd + 2 ml Sn (1), gut durchmischen		
2) 15 Stunden warten		
3) 4 ml Sn (2) hinzugeben, gut durchmischen		
Beschichtung		
1) Probe in Lösung eintauchen; bewegen: 1,5 min		
2) Mit dest. Wasser gut ausspülen		
3) Trocknen unter Stickstoff		

Tabelle 5-5-6: Präparationsvorschrift Nassbeschichtungsmethode nach [93Str]

5.5.4 Beispiele zur Anwendung von OIM an Keramiken

Das Interesse an einer mikroskopischen Orientierungsabbildung von Keramiken ist groß, da die Orientierungsverteilung oft von einer regellosen (stark) abweicht [91Ma], [92Lee], [98Kon], [82Dell]. Dies beeinflusst auch die Korngrenzen und die Nachbarschaftsbeziehungen und -alles zusammen- die Eigenschaften. Insbesondere bei nicht-äquiaxialen Kornformen, wie z.B. Stengelkristalliten bei Si₃N₄ oder Plättchen bei Al₂O₃, hängen die mechanischen Eigenschaften stark von solchen Gefügeparametern ab [96Blä], [99Kon], [99Müc], [99aKon]. Bei solchen anisotropen Kornmorphologien würden OIM Messungen eine Erweiterung von Stereologie-Methoden auf texturierte Proben ermöglichen und die Genauigkeit im nicht texturierten Fall erhöhen, bzw. den Aufwand verringern. In bestimmten

Fällen können Texturen in Keramiken erwünscht sein, wie z.B. in zweidimensionalen Ionen- oder Supraleitern [76Pow], [78May], [81DeI].

Siliciumnitrid, Si_3N_4

Siliciumnitrid stellt eine besondere Herausforderung in bezug auf EBSD dar. Das Material hat sehr hohen elektrischen Widerstand, ist sehr feinkörnig und besteht aus stäbchenförmigen Kristalliten, die -selbst wenn sie groß sind- sehr kleine Schnitte ergeben. Man bewegt sich um die Auflösungsgrenze. Außerdem findet sich an den Korngrenzen eine Glasphase, die noch weniger leitet und die Präparation erschwert. Meistens ist nicht zu vermeiden, dass sie als Stege zwischen den Körnern bestehen bleibt (Abb. 5-5-2). Dadurch können Kornflächen abgeschattet werden. Das kann auch dazu führen, dass die leitfähige Beschichtung nicht wirklich deckend hergestellt werden kann. Dadurch ist vermehrt mit Aufladungen zu rechnen und somit werden automatische Scans fast unmöglich. Vorteilhafter in jedem Fall wäre ein FE-REM aufgrund der besseren Auflösung und der Möglichkeit auch bei geringeren Beschleunigungsspannungen zu arbeiten, was das Aufladungsproblem entschärft und zusätzlich die Auflösung verbessert (s. auch **2.2.3**).

Mit der in dieser Arbeit verwendeten Hardware (s. **2.2.1**) konnten jedoch Einzelorientierungsmessungen manuell gelingen (Abb. 5-5-3). Die erreichte Patternqualität ist nicht sehr hoch. Trotzdem konnten diese Pattern problemlos und mit einem CI-Wert größer 0,1 indiziert werden. In Kombination mit einem FSD (Forward Scatter Detector) (s. **2.2.3**) kann dies zunächst trotz der Aufwendigkeit als Ersatz für eine automatische Messung akzeptiert werden. Insbesondere für stereologische Zwecke wäre dies vorerst ausreichend. Noch bessere Ergebnisse sind mit der nasschemischen Beschichtung zu erwarten.

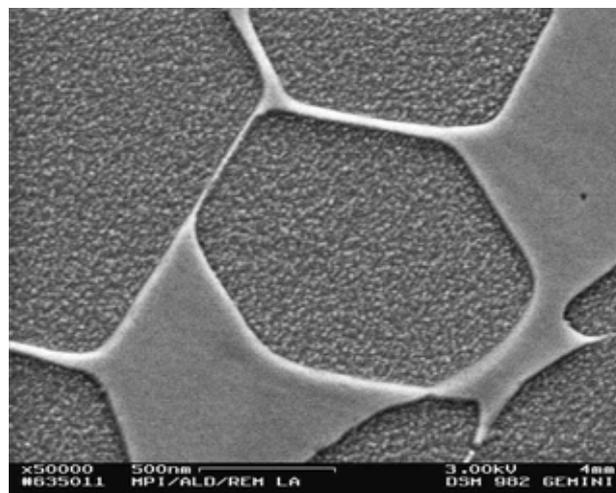


Abbildung 5-5-2: REM-Aufnahme einer superplastisch verformten Siliciumnitrid-Keramik

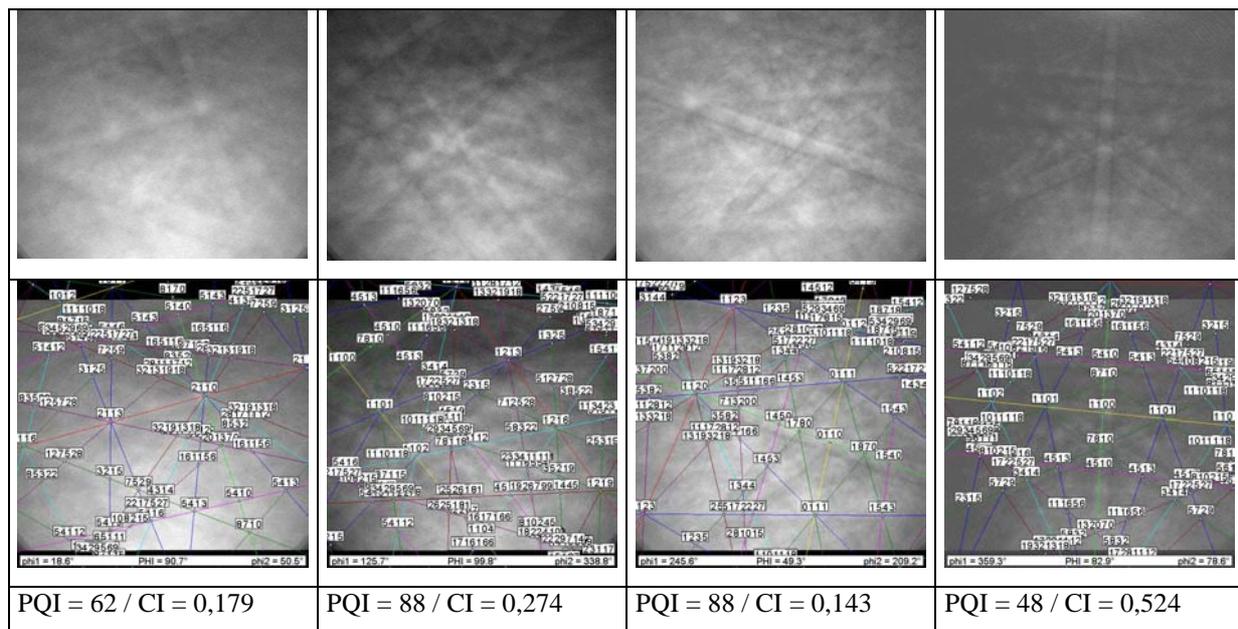


Abbildung 5-5-3: Si_3N_4 EBSDs mit zugehöriger Indizierung, Patternqualität- und Vertraulichkeitsindex

Barium Titanat, BaTiO_3

Bei perowskitischen Ferroelektrika wie beispielsweise BaTiO_3 und den verwandten, z.T. dotierten Substanzen ist die Orientierung im Gefüge wichtig für die elektrischen Eigenschaften [66Bue], [85Arl], [99Du], [96Hay], [99Tzi], [99Voi]. Weitere Phänomene, wie anormales Kornwachstum, das zur Herstellung von Einkristallen genutzt werden kann, stehen ebenfalls im Zusammenhang mit der Orientierung und den Korngrenzen [99aTzi], [00Lee], [00aLee], [00bLee], [00cLee]. Auch die mechanischen Eigenschaften werden vom Gefüge bestimmt [99Tua].

Aus geeigneten Röntgenmessungen lässt sich leicht eine globale Texturierung ableiten, die einen Mittelwert über den recht großen bestrahlten Bereich darstellt. Von Interesse ist aber eher die Korrelation der Orientierungen im Nahbereich, die sich sehr wohl im Laufe des Wachstumsprozesses der einzelnen Kristallite ergeben kann und die erhebliche Auswirkungen auf die Eigenschaften bzw. Kenndaten dieser Elektrika hat. Dabei kann davon ausgegangen werden, dass die jeweiligen Herstellungsmethoden für die Keramik einen wesentlichen Einfluss auf solche Orientierungsbeziehungen haben werden. Hinzu kommt, dass sich bulk-Gefüge einerseits und Dünnschichtgefüge andererseits in vielerlei Hinsicht unterscheiden können. So ist beispielsweise bekannt, dass die Temperatur für die „tetragonal-kubische“ Phasenumwandlung sowohl von der Kristallitgröße [93Cab] als auch von der Dicke von Schichten abhängt [99Li].

Zwei BaTiO₃ Proben mit unterschiedlicher Korngröße wurden untersucht. Es bestand kein spezielles Interesse an den Proben als solche, d.h. die mikrostrukturellen Erkenntnisse wurden nicht mit Eigenschaften korreliert. Vielmehr handelte es sich um Vorarbeiten, die den Weg zu routinierten OIM-Messungen an BaTiO₃-Proben ebnen sollten, so dass auch schwierigere, aus dem Nanoregime entstandene massive Proben sowie dünne Schichten systematisch untersucht werden können. Dies ist Gegenstand weiterer Arbeiten. Mit EBSD kann die tetragonale Verzerrung der Elementarzelle nicht detektiert werden (s. **5-4-2**). Daher wurde das Material als einphasig, rein kubisch für die Messungen betrachtet.

Die Ergebnisse sind in Abb. 5-5-4 zusammengefasst: Gefügekarten mit Graustufen- bzw. Farbkodierung nach Patternqualität und inverser Polfigur entsprechend, Kornflächen und Desorientierungswinkelverteilung.

Bei beiden Proben ist es auffällig im Patternqualitätbild, dass Bereiche sehr schlechter Patternqualität vorhanden sind. Möglicherweise handelt es sich um amorphe Bereiche, die mit der Dotierungssituation in der Probe zusammenhängen [00Schm], da dort keine EBSPs beobachtet wurden. Diesen Bereichen kann entsprechend unmöglich eine richtige Orientierung zugeordnet werden. Sie wurden für die weitere Betrachtung (Kornflächen- und Desorientierungswinkelverteilung) herausgenommen.

In den Orientierungsgefügearten wird eine gewisse Orientierungsclusterung beobachtet, d.h. dass benachbarte Körner oft ähnliche Orientierungen haben.

Es ergeben sich mittlere Korngrößen von etwa 200 µm und 30 µm, wobei die statistische Absicherung, zumindest bei der grobkörnigeren Probe nicht unbedingt gegeben ist. Trotzdem sind diese Werte in guter Übereinstimmung mit den lichtmikroskopisch ermittelten [98Schn]. Die feinkörnigere Probe besteht höchstwahrscheinlich aus plättchenförmigen Kristalliten. Somit ist die Standardbestimmung der mittleren Korngröße, die kugelige Kornform annimmt, hier inkorrekt. Die bimodale Kornflächenverteilung muss daher nicht unbedingt bedeuten, dass die Probe aus kleinen und großen plattenförmigen Körnern besteht, sondern kann auch daran liegen, dass bei solchen nicht-äquiaxialen Kornformen die Schnittwahrscheinlichkeiten berücksichtigt werden müssen [00Ohs]. Die Wahrscheinlichkeit ein Plättchen quer zu schneiden bzw. am Rand ist wesentlich höher als ein Schnitt parallel zur Plättchenoberfläche. Hier würde eine stereologische Betrachtung Abhilfe schaffen. Die klassische Stereologie nimmt eine regellose Orientierungsverteilung an. Solange diese in der untersuchten Probe vorliegt, kann problemlos nur mit Schnittwahrscheinlichkeiten gerechnet werden.

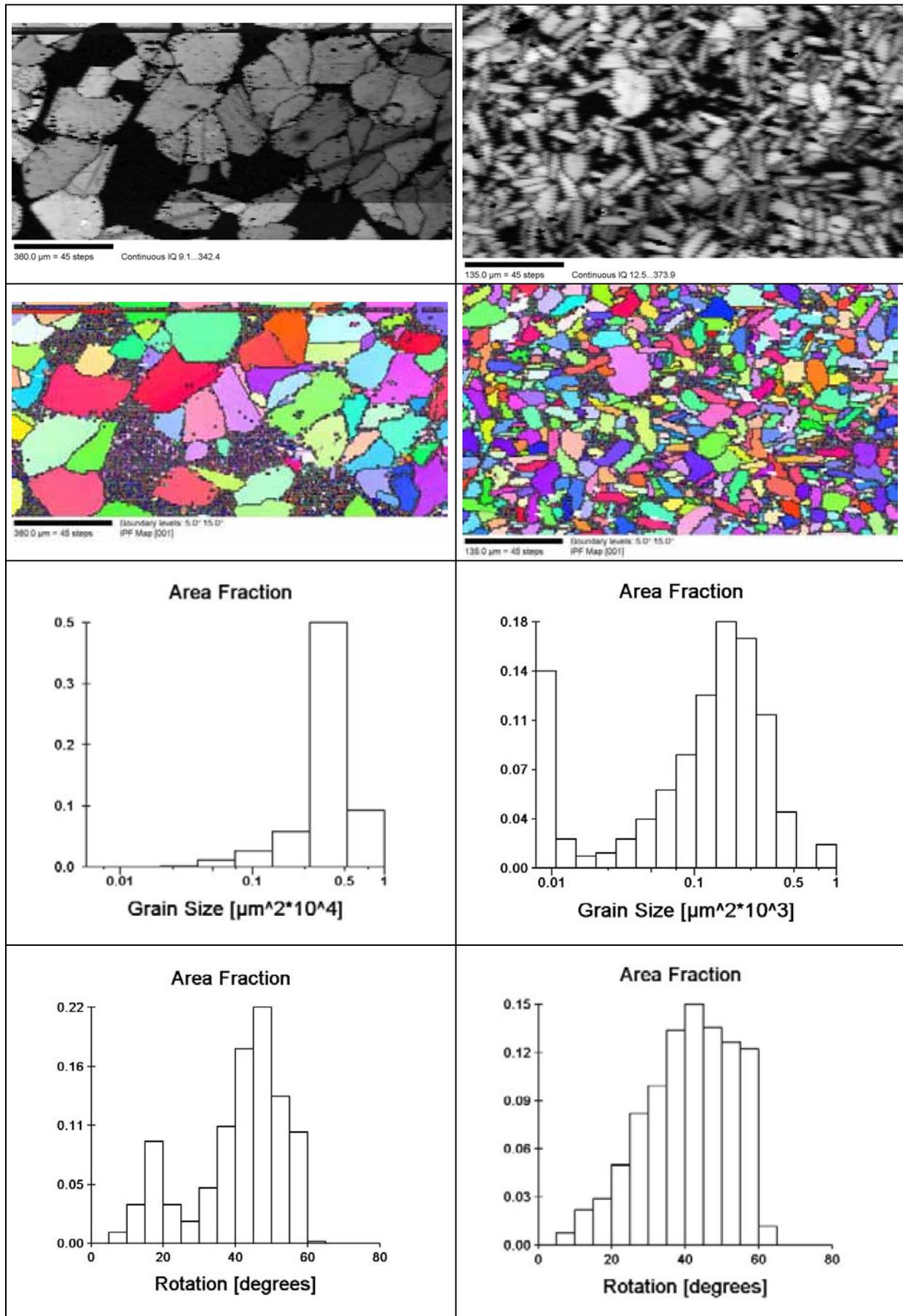


Abbildung 5-5-4: Ergebnisse der OIM-Messungen an zwei BaTiO_3 -Proben: jeweils Gefügekarte nach Patternqualität und inverser Polfigur, Korngrößen- und Desorientierungswinkelverteilung

Sobald eine Abweichung von der regellosen Orientierungsverteilung vorliegt, muss diese auch berücksichtigt werden. Eine Möglichkeit ist es die Textur pauschal durch einen Faktor einzubeziehen [94Her]. Korrekter wäre allerdings die explizite Berücksichtigung der kristallographischen Orientierung, insbesondere wenn Orientierungsbeziehungen vorliegen. Dies wird durch EBSD-Messungen ermöglicht. Generell sollte bei nicht-äquiaxialen Kornformen wie Plättchen und Stäbchen die bivariate Korngrößen-Kornform-Verteilung mit Berücksichtigung der Orientierung ermittelt werden.

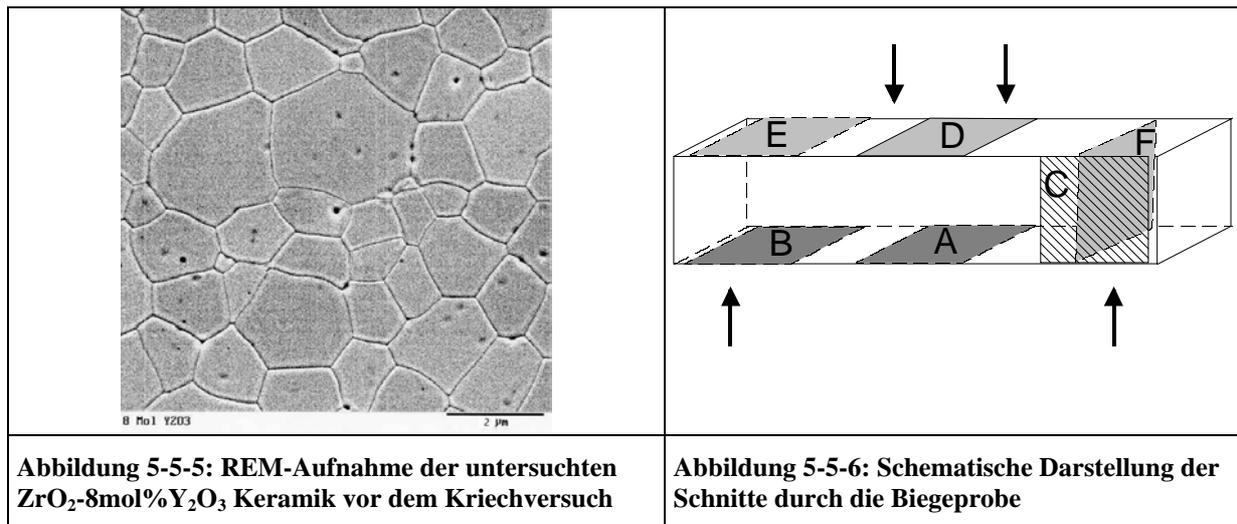
Die Desorientierungswinkelverteilung beider Proben weicht von der zufällig erwarteten ab. Interessant ist der Fall der grobkörnigeren Probe. Die Verteilung weist zwei Maxima auf, die bei etwa 15-20° bzw. 45-50° liegen. Um dies zu verstehen bedarf es weiterer Untersuchungen, u.a. auch einen größeren Bereich zu vermessen, um bessere Statistik zu garantieren. Die Desorientierungswinkelverteilung der feinkörnigeren Probe ist gleichmäßiger. Das kann u.a. auch mit der besseren statistischen Absicherung zusammenhängen. Das Maximum liegt zwischen 40° und 45°.

Zirkoniumoxid, ZrO₂

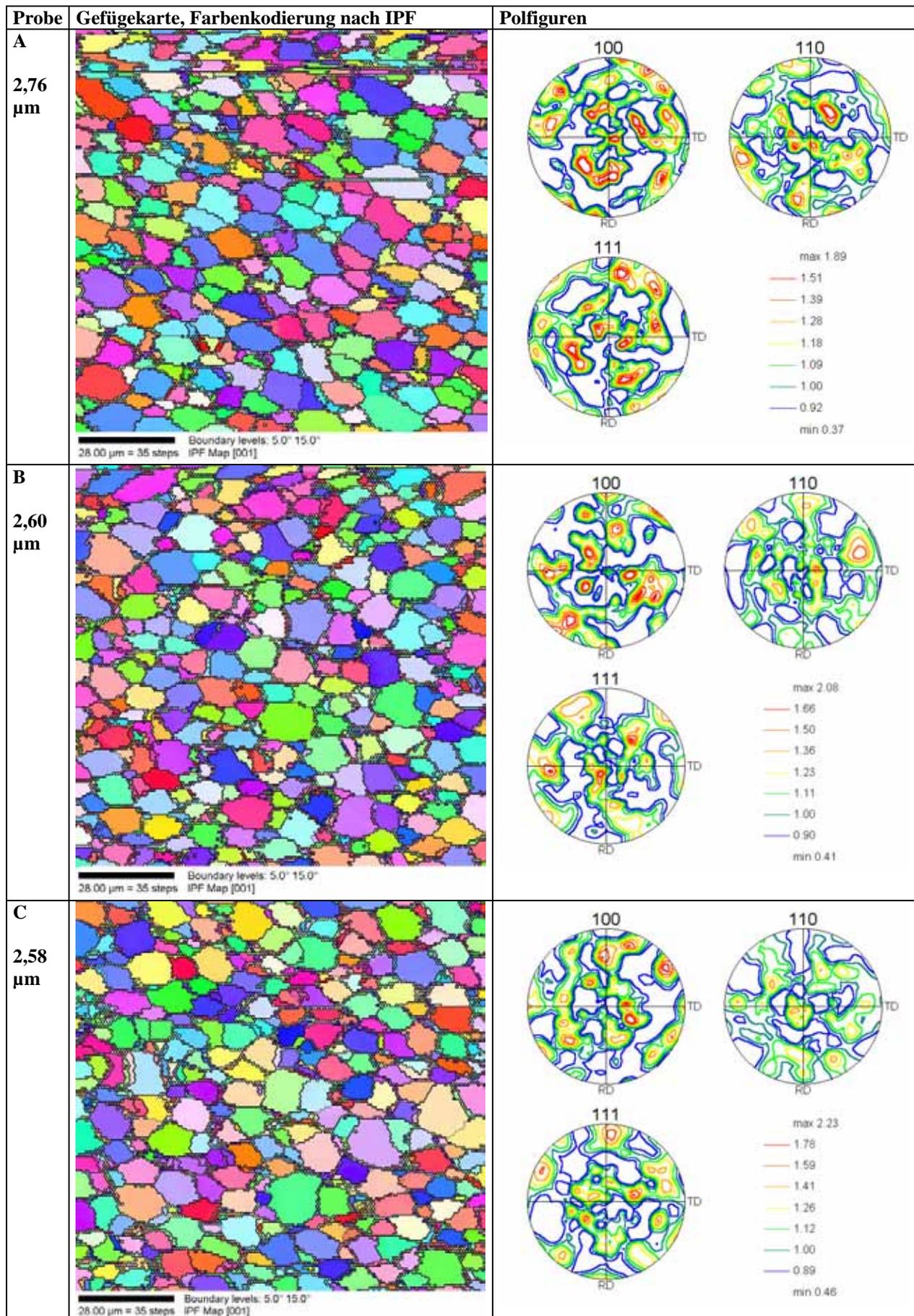
Wegen seiner hohen Sauerstoff-Ionenleitfähigkeit besteht hohes Interesse an stabilisiertem Zirkonoxid [94Bad]. Insbesondere ZrO₂-8mol%Y₂O₃ ist bevorzugter Kandidat für Anwendungen als Feststoffelektrolyt [94Cia]. Etwas problematisch bei der relativ hohen Betriebstemperatur (1000 °C) ist die einsetzende Kationendiffusion [91Sol], [97Kil] und die daraus resultierende Verschlechterung der mechanischen (Kriechen) und der elektrischen Eigenschaften (Alterung) [96Suz]. Ziel ist es deshalb das Material möglichst kriechbeständig herzustellen.

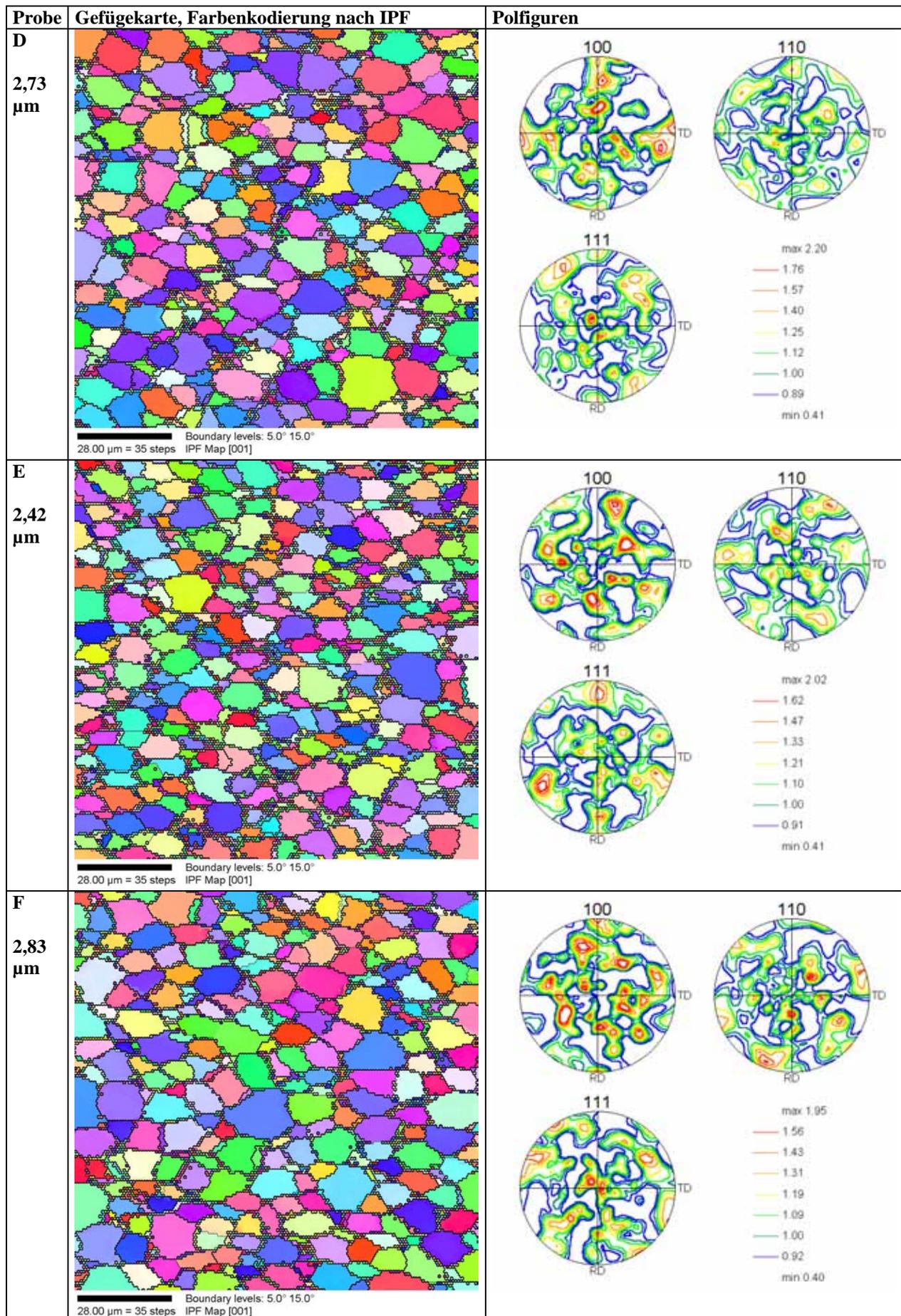
Vollständig kubisch stabilisiertes ZrO₂-8mol%Y₂O₃, gesintert bei 1600 °C, mit hoher relativer Dichte (>99%) und einer mittleren Korngröße von 2,4 µm (Abb. 5-5-5) [97Ree] wurde auf seine Kriechbeständigkeit hin mit Vier-Punkt-Biegetest (1200 °C, 75 MPa) untersucht. Dabei ergab sich eine Kriechgeschwindigkeit von $5,8 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$, die in guter Übereinstimmung mit dem Nabarro-Herring-Mechanismus ist [00Lak]. Verschiedene Schnitte durch die Biegeprobe (Abb. 5-5-6) wurden mittels OIM untersucht, um eventuelle Änderungen im Gefüge (Korngrößen, Orientierungen, Desorientierungen) bzw. Unterschiede zwischen Zug- und Druckseite der Biegeprobe aufzuspüren.

Die Ergebnisse der OIM-Messungen sind in Abb. 5-5-7 bis 5-5-9 wiedergegeben. Diese beinhalten die entsprechende Gefügekarte, die Polfiguren, die Kornflächen- und die Desorientierungswinkelverteilung.



Bei den Querschnittsproben C und F wurden die Messungen in der Probenmitte durchgeführt. Auf den ersten Blick erscheinen die Proben ziemlich gleich. Es ist tatsächlich so, dass keine außerordentliche Unterschiede festzustellen sind. Das ist grundsätzlich auch das Ziel – keine wesentliche Gefügeänderung bei Kriechbedingungen. Bei genauem Hinschauen kann man jedoch einige Details erkennen, die leicht unterschiedlich sind. Z.B. ist die Druckseite (Proben D und E) tendenziell feinkörniger. Dies ist am Rand der Biegeprobe (E vs. B) etwas stärker ausgeprägt als in der Mitte (D vs. A). Korngrößenmäßig ist Probe F am größten, was mit der Tatsache, dass in der Mitte der Probe die geringste Belastung (Ausgleich Zug/Druck) herrscht, in Einklang ist (Abb. 5-5-8). Die Proben weisen keine Textur auf. Deshalb ist es sehr schwierig bei solchen geringen Intensitäten (um 2x zufällig) Unterschiede herauszufiltern. Spekulativ könnte man die Präsenz und Intensität bestimmter Texturkomponenten diskutieren. Die Gefahr einer Überinterpretation wäre jedoch zu groß. In jedem Fall wäre es interessant die gleichen Probenstellen vor und nach dem Kriechversuch zu untersuchen um explizit eventuelle Orientierungsänderungen zu beobachten. Dies wäre allein dadurch erschwert, dass die Proben für OIM präpariert werden müssen, was eine gewisse Zerstörung mit sich bringt. Unerlässlich wäre dann auch eine eindeutige Markierung des Messbereichs. Die Desorientierungswinkelverteilung ist weitestgehend gleich in den verschiedenen Schnitten (Abb. 5-5-9). Grundsätzlich interessant sind jedoch die zwei Maxima bei etwa 40° und 60° . Dies ist ein Indiz auf spezielle Korngrenzen. Viele der CSL-Korngrenzen mit niedrigem Σ liegen in diesen Bereichen (s. Tab. 2-1-2). Korngrenzen mit Desorientierungswinkel unter 40° gelten als mobiler als andere [96aRan]. Da Korngrenzen eine wichtige Rolle beim Kriechen spielen, wäre es noch interessant, mit der Korngrenzensituation vor dem Kriechversuch zu vergleichen.

Abbildung 5-5-7: OIM-Ergebnisse an $\text{ZrO}_2\text{-8mol\%Y}_2\text{O}_3$ nach dem Kriechversuch

Abbildung 5-5-7 (Fortsetzung): OIM-Ergebnisse an ZrO_2 -8mol% Y_2O_3 nach dem Kriechversuch

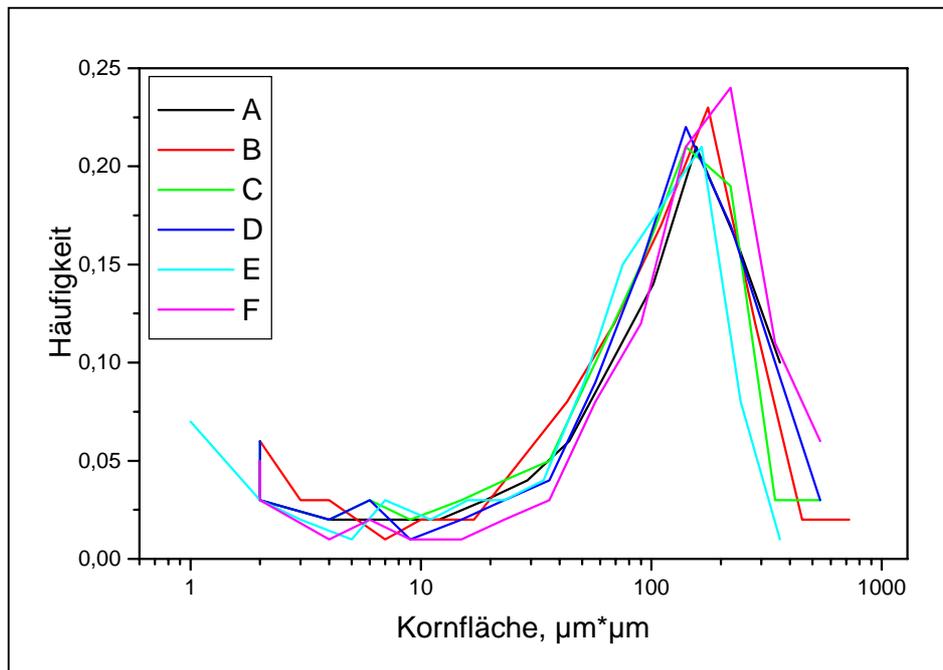


Abbildung 5-5-8: ZrO₂-8mol%Y₂O₃, Kornflächenverteilung in den verschiedenen Schnitten durch die Biegeprobe

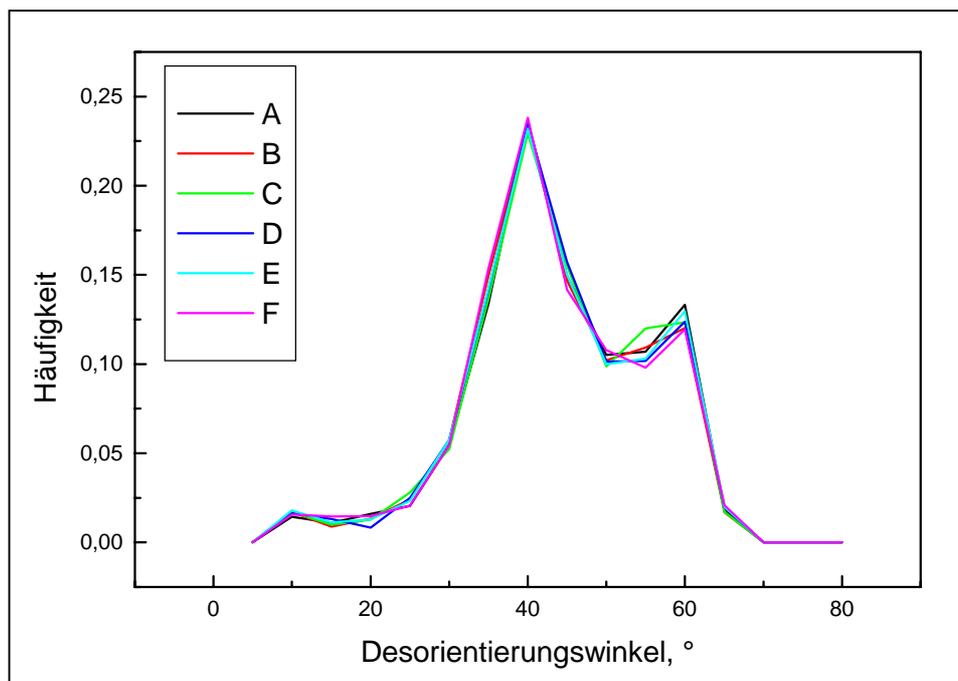


Abbildung 5-5-9: ZrO₂-8mol%Y₂O₃, Desorientierungswinkelverteilung in den verschiedenen Schnitten

Aluminiumoxid, Al₂O₃

Mehrere verschiedene Al₂O₃ Keramiken wurden untersucht. Sie unterschieden sich in Reinheitsgrad, Herstellung, resultierendem Gefüge und Anwendungen. Dabei war das Hauptinteresse ein rein methodisches, nämlich Etablieren der Probenpräparation für keramische Werkstoffe. Da jedoch manche Al₂O₃ Keramiken besondere Gefüge aufzeigen, wie z.B. scharfe Texturen und/oder plättchenförmige Kristallite, sind die gelungenen OIM-Messungen der Auftakt zu weiteren systematischen materialbezogenen Untersuchungen.

Hier werden die Ergebnisse an drei Al₂O₃ Proben vorgestellt (s. Tabelle 5-5-7).

Probenbezeichnung	Al ₂ O ₃ Gehalt gew. %	Anwendung	Eigenschaften
L	99,9	Leuchtröhre für Na-Hochdrucklampen	Lichtdurchlässigkeit, Hochtemperaturbeständigkeit, chemische Beständigkeit gegen Natrium-Dampf
S	99,5	Substrat in der Elektronik	gute Temperatur- und Wechselbeständigkeit, Festigkeit, elektrischer Widerstand, chemische Resistenz, niedrige Dielektrizitätskonstante, Fügbarkeit mit Metallen
D	96	Dichtscheibe	Verschleiß-, Korrosionsbeständigkeit, Oberflächengüte

Tabelle 5-5-7: Untersuchte Al₂O₃ Keramiken

In Abb. 5-5-10 sind die Gefügekarten nach Patternqualität und zufälliger Farbzunordnung der Probe L zu sehen. Auffallend sind die weißen Bereichen an den Korngrenzen, die mit schlechterer Patternqualität korrelieren. Bei der Erstellung einer Gefügekarte wird wie folgt verfahren – alle mindestens **n** zusammenhängende Messpunkte gleicher Orientierung (innerhalb einer Toleranzgrenze) werden zu einem Korn gefasst. Die Mindestanzahl der zu einem Korn gehörigen Messpunkte **n** wird vom Systembediener festgelegt. In diesem Falle ist **n=2**, wodurch alle Einzelpunkte (Ausreißer) ausgeblendet werden. Dass die Indizierung an Korngrenzen unsicher ist, ist normal, kommt es doch oft zu Überlagerung von Pattern. Dies hängt sicherlich auch von der Wahl der Schrittweite ab, die hier wegen des gleichzeitigen Vorhandenseins von kleinen und größeren Körnern klein gewählt werden musste. Zusätzlich muss noch die grundsätzliche Unsicherheit der Indizierung bei Al₂O₃, die mit der trigonalen Kristallsymmetrie zusammenhängt, erwähnt werden (s. auch 4.1.1). Dabei können Drehungen um 60° im oder gegen den Uhrzeigersinn nicht voneinander unterschieden werden. Weiterhin sollte nicht unerwähnt bleiben, dass man sich in bezug auf die laterale Auflösung im Grenzbereich befindet.

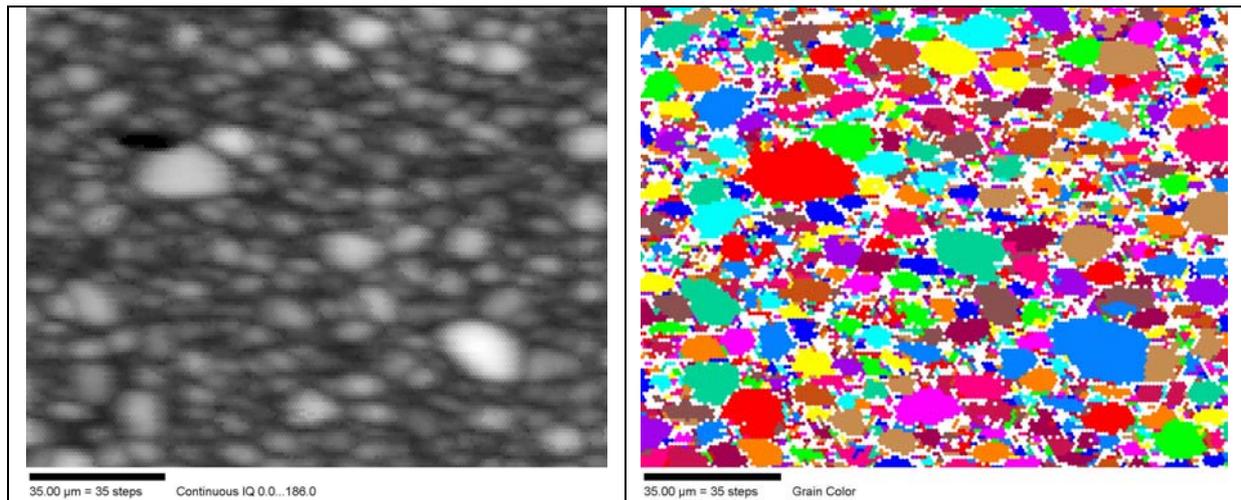


Abbildung 5-5-10: Gefügekarten von Probe L – Patternqualität (li.) und zufällige Farbzuordnung

Die Ergebnisse an Probe S sind in Abb. 5-5-11 zusammengefasst. Dazu gehören die Orientierungsgefügekarte mit Farbkodierung nach der inversen Polfigur, Orientierungsverteilung in Form von Polfiguren, Kornflächenverteilung mit Hervorheben der 0001-Richtung und die Desorientierungswinkelverteilung.

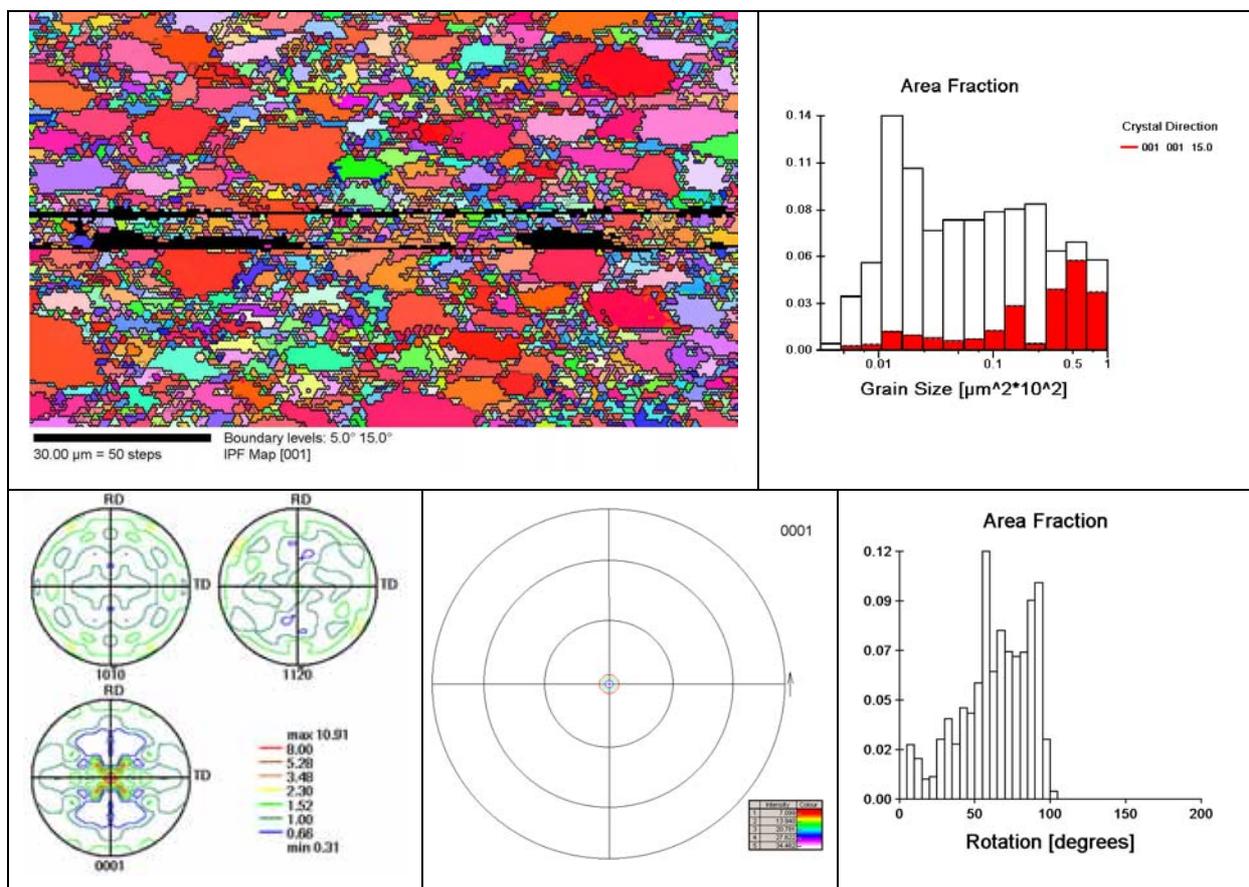


Abbildung 5-5-11: Ergebnisse der OIM-Messungen an Probe S: Gefügekarte, Farben entsprechen der inversen Polfigur, Kornflächenverteilung mit Hervorheben der 0001-Richtung, EBSD und röntgenographisch ermittelte Polfiguren, Desorientierungswinkelverteilung

Die schwarzen Bereiche in der Gefügekarte entsprechen Messpunkten mit einer Patternqualität von Null bzw. keine Orientierungsbestimmung. Hier ist das auf Aufladungen zurückzuführen und damit einhergehender Strahlverzeichnung. Dies ist ein oft vorkommendes Problem bei automatischen Scans an elektrisch nicht leitenden Materialien [97Fie]. Die Langzeitstabilität der leitfähigen Beschichtung ist nicht immer gegeben. In diesem Fall handelte es sich um eine gesputterte Kohlenstoffschicht. Problematisch diesbezüglich sind kleine Schrittweiten, da der hochenergetische Strahl sehr lange auf einem sehr kleinen Bereich verbleibt. Manchmal werden einer Messung kleine Fremdpartikel an der Oberfläche zum Verhängnis. Sie können eine Weile so mitgeschleppt werden und machen jegliche Indizierung unmöglich. Diese Bereiche in der Messung wurden bei der weiteren Auswertung der Daten nicht berücksichtigt.

Im Orientierungsmap ist es deutlich sichtbar, dass Körner mit der 0001 Ebene parallel zur Probenoberfläche gehäuft vorkommen (rot). In den Polfiguren wird eine scharfe Basislage-Textur bestätigt (11x zufällig). Dabei handelt es sich nicht einfach um eine Art Fasertextur, was aus den $10\bar{1}0$ - und $11\bar{2}0$ -Polfiguren deutlich wird. Eine Textur bei dieser Probe ist durch den Herstellungsprozess – Folienguss – bedingt. Die röntgenographische Polfigur suggeriert eine weitaus schärfere Textur (über 30x zufällig). Hier kommt erneut der Unterschied im beitragenden Volumen zum Tragen. Es sollte bemerkt werden, dass die 0001-Polfigur röntgenographisch nicht gemessen werden kann. Sie wurde aus der Orientierungsverteilungsfunktion berechnet, deren Kalkulation auf fünf unvollständigen röntgenographisch ermittelten Polfiguren beruht.

Um an diesem Material präparative Optimierung vornehmen zu können, wurde sie zwecks Kornvergrößerung bei 1400 °C für 12 Stunden ausgelagert. (Die mittlere Ausgangskorngröße von 1,5 µm ist zu nah an der Auflösungsgrenze, somit können Einflussparameter nicht eindeutig zugeordnet werden.) Das Ergebnis ist anomales Kornwachstum. Die am meisten bevorzugten Orientierungen bei diesem Prozess sind wieder solche nahe der Basislage. Das ist einerseits in der Gefügekarte zu sehen, aber besonders auch in der Kornflächenverteilung mit der Hervorhebung der 0001-Richtung (rot).

Die Desorientierungswinkelverteilung zeigt ein Maximum bei 60° für den Desorientierungswinkel. In diesem Bereich sind die Zwillingskorngrenzen im hexagonalen System angesiedelt (60° um 0001). (Die trigonale Einheitszelle des Al_2O_3 kann auch als pseudo-hexagonal betrachtet werden [98Mul]).

Das letzte Beispiel soll die Vorteile der nasschemischen Beschichtung zum Garantieren der elektrischen Leitfähigkeit an der Probenoberfläche zeigen. Probe D weist eine relativ hohe

Porosität auf (etwa 4 %). Das hat für besondere Probleme mit Aufladungen im REM gesorgt. Durch physikalische Beschichtungsmethoden wie Bedampfen oder Sputtern ist es unmöglich bei solchen Proben eine dünne zusammenhängende Schicht herzustellen. Somit ist eine automatische Langzeitmessung praktisch nur sehr schwer realisierbar. Dies war der Grund, nach einer Alternative zu suchen. Die oben beschriebene nasschemische Beschichtungsmethode mit einer kolloidalen Sn-Pd-Suspension hat sich dafür als bestens geeignet erwiesen. In Abb. 5-5-12 werden zwei Messungen an der gleichen Probe mit jeweils Kohlenstoff- bzw. Sn-Pd-Beschichtung zum Vergleich gezeigt.

In den Gefügekarten der Probe mit der Kohlenstoffbeschichtung sind wieder Strahlverzeichnungen deutlich zu sehen, insbesondere im Patternqualitätsbild. Dadurch erscheinen die Poren auch länglich. Dass die Präparation ansonsten gut ist, zeigt sich in der Orientierungskarte.

Ein ganz anderes Bild ergibt sich mit der anderen Beschichtung. Die Poren im Bild sind rund, wie auch in der Probe. Sie stellen auch kein Problem bezüglich Aufladungen dar, da die Flüssigkeit auch die Porenoberfläche benetzt und somit auch dort eine leitfähige Beschichtung vorhanden ist. Wenn die Poren nicht zu tief sind ist es grundsätzlich möglich, dass auch in diese gemessen werden kann. Grundlegende Schwierigkeiten der Indizierung bleiben natürlich bestehen, weshalb in Körner bestimmter Orientierung einzelne Messpunkte eine andere Orientierung bekommen.

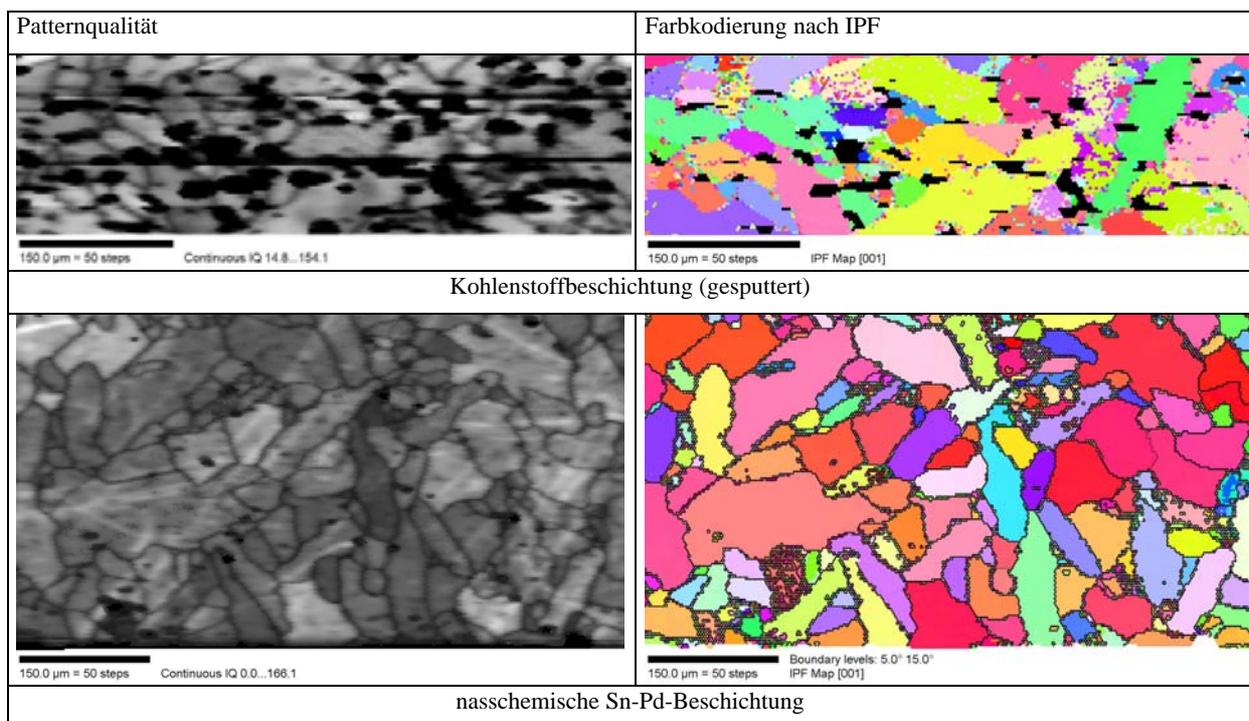


Abbildung 5-5-12: Gefügekarten von Probe D mit unterschiedlichen leitfähigen Beschichtungen

5.5.5 Zusammenfassung und Ausblick

Die methodischen Schwierigkeiten, die die Anwendung von EBSD an keramischen Werkstoffen behindern, wurden erfolgreich überwunden. Dazu zählen neben der Präparation und dem Garantieren der elektrischen Leitfähigkeit im REM auch die damit zusammenhängende Langzeitstabilität. Die geringe Signalintensität (niedrige effektive Ordnungszahl) erschwert zusätzlich die Indizierung, die durch die oft niedrigere Kristallsymmetrie ohnehin nicht einfach ist. Die bei keramischen Werkstoffen übliche Feinkörnigkeit kann aufgrund des nicht ausreichenden Auflösungsvermögens limitierender Faktor für die Anwendung der Methode sein. Bei nicht äquiaxialen Kornformen (z.B. Stäbchen, Plättchen) ist dies auch bei recht größeren Gefügen bereits ein Problem.

Für eine Reihe technologisch wichtiger Keramiken konnte mindestens eine geeignete Präparationsmethode gefunden werden, und auch die Aufladungsproblematik konnte gelöst werden. Als besonders vorteilhaft hat sich die nasschemische Beschichtung, insbesondere bei Proben, die eine gewisse Rauigkeit durch Porosität, zweite Phase oder Ätzeffekte aufweisen. Weiterhin bestehen bei der vorhandenen Hardware bleibt die Auflösungsgrenze, die für manche Materialien nicht ausreichend wäre.

Die Forschungsfelder, die durch Gewinn der vielfältigen Gefügeinformation keramischer Werkstoffe mit Hilfe von EBSD erschlossen werden können, sind weit. Grundlegende Untersuchungen zur Erweiterung stereologischer Algorithmen mit Berücksichtigung der kristallographischen Orientierung allgemein und bei nicht-äquiaxialen Kornformen im besonderen sind ein Schwerpunkt der Arbeit im Arbeitskreis von Prof. Mücklich. Aber auch das Korrelieren mechanischer und Funktionseigenschaften bekommt durch die Fülle der durch OIM gewonnenen Information eine neue Dimension.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Im Mittelpunkt dieser Arbeit steht die Orientierungsabbildende Mikroskopie (EBSD, OIMTM). Mit nur einer OIM-Messung verfügt man bei geeigneter Wahl der Parameter über eine große Fülle an gefügespezifischen Informationen. Dazu gehören neben der Orientierung auch die Phasenzugehörigkeit, Desorientierung an Korngrenzen, Kornmorphologie und qualitative Information über den Spannungszustand im Material. Dabei sind diese Gefügemerkmale in ihrer räumlichen Anordnung innerhalb des gemessenen Bereichs sowie in Form von Verteilung vorhanden. Diese ganzen Daten können auch phasenspezifisch oder nach anderen Partitionen (z.B. Korngrößen-, Probenbereiche, etc.) aufgelöst werden.

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, diese relativ neue Methode mit der an der Universität des Saarlandes vorhandenen Hard- und Software auf ihre Anwendbarkeit hin zur Beleuchtung verschiedener Gefügeaspekte diverser Materialien zu überprüfen. Dies ist in den meisten Fällen nicht unproblematisch, was entschieden mit der geringen Informationstiefe des EBSD-Signals zusammenhängt. Aber auch viele andere, auf den ersten Blick unbedeutende Aspekte erschweren die Anwendung.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden erstmals umfassende Studien zur Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Methode durchgeführt. Verschiedene Einflüsse wurden berücksichtigt: REM, Hard- und Software, Material. Dafür wurden sieben Materialien, die sich in Kristallsymmetrie unterscheiden, untersucht, wobei von jedem Material jeweils fünf verschiedene Orientierungen berücksichtigt wurden. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass wenn die Patternqualität gut (über Präparation, REM-Bedingungen und Bildverarbeitung zu beeinflussen) und stabil (keine Kontamination, keine Aufladungen) ist, eine sehr hohe Reproduzierbarkeit (nahezu 100 %) gegeben ist. Das Auflösungsvermögen bei der Winkelbestimmung hängt von verschiedenen Parametern ab und liegt meist unterhalb von $0,5^\circ$, kann aber auch einige Grad betragen. Als problematisch stellen sich mehrdeutige Pattern heraus, speziell bei nicht kubischen Kristallsystemen. Insbesondere Orientierungen nahe der Basislage (hexagonal, trigonal) stellen eine Herausforderung dar. Dadurch relativiert sich die Aussage automatischer Scans.

Zur Beurteilung der statistischen Relevanz der Methode wurde EBSD mit der röntgenographischen Texturanalyse verglichen. Dabei wurden als wichtige Parameter die Texturschärfe und die Korngröße bei Materialien unterschiedlicher Kristallsymmetrie betrachtet. Tendenziell sind EBSD-Daten um so relevanter je größer der Messbereich, je

schärfer die Textur und je kleiner die Korngröße sind. Bessere statistische Sicherheit kann erreicht werden, wenn die Schrittweite größer als die Korngröße ist. In den meisten Fällen ist die Erfassung von ca. 1000 Körnern ausreichend. Bei scharfen Texturen können die Haupttexturkomponenten mit etwa 100 Messpunkten erkannt werden. Der besondere Vorteil der Methode liegt in der Erfassung von Desorientierungen. Röntgenographisch kann nur mit Berücksichtigung der vorliegenden Textur die wahrscheinliche Desorientierungsverteilung berechnet werden. Die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit zeigen, dass sich die tatsächlich vorliegende Desorientierungswinkelverteilung nicht selten deutlich von der so berechneten unterscheiden kann. Dies ist vor allem dann der Fall, wenn eine sog. Korngrenztextur vorliegt (z.B. $\Sigma 3^n$ in kfz-Metallen nach Rekristallisation). Im Vergleich zu TEM ist EBSD aufgrund des wesentlich größeren Probenbereichs aus statistischer Sicht entschieden überlegen.

Große Bedeutung wurde der Probenpräparation beigemessen, da diese der Schlüssel zum Gelingen manueller und automatischer EBSD-Messungen ist. Die Anforderungen sind recht hoch und durch die „Standardpräparation“ nicht erfüllt. Für eine ganze Reihe von Materialien – Metalle, intermetallische Verbindungen und Keramiken – wurde mindestens eine, meist jedoch mehrere Präparationsprozeduren erarbeitet, die gute EBS-Pattern liefern und somit die erste grundlegende Voraussetzung zur Anwendung dieser Technik erfüllen. Um dies zu dokumentieren, wurden die untersuchten Materialien nach der chemischen Zusammensetzung in 20 Materialgruppen unterteilt und 98 erfolgreiche Präparationsrouten in Tabellenform zusammengefasst. Besondere Herausforderung stellen diesbezüglich dünne Folien, aber auch mehrphasige Werkstoffe und insbesondere Keramiken dar. Erstmals wurde eine nasschemische Methode zum Aufbringen von leitfähigen Schichten aus Zinn/Palladium an die keramische Oberfläche für EBSD-Anwendung eingesetzt. Diese erwies sich als besonders geeignet, da sie eine hoch reflektierende, sehr dünne und unabhängig von Rauigkeit, Porosität, etc. zusammenhängende Schicht erzeugt. Somit ist die echte Langzeitstabilität bei automatischen Messungen (über 12 Stunden) garantiert.

Durch die hohe Sensibilität des Signals für Gitterstörungen an der Oberfläche eignet sich insbesondere die Patternqualität als Maß für die Präparation. Ein Patternqualitätsindex kann aus der zur Patternerkennung genutzten Hough-Transformation abgeleitet werden, so dass dies auch semi-quantifiziert werden kann.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die orientierungsabbildende Mikroskopie an einer Reihe verschiedener Materialien angewendet. Dazu zählen Einkristalle, hochorientierte Vielkristalle,

stark und schwach texturierte polykristalline Werkstoffe, zweiphasige und solche mit Sekundärphasen (Ausscheidungen), dünne Folien, etc. aus den Materialklassen der Halbleiter, Semimetalle, Metalle, intermetallische Verbindungen und Keramiken und mit unterschiedlicher Kristallsymmetrie. Die Beispiele wurden so gewählt, dass alle Materialklassen repräsentiert sind, diverse methodische Schwierigkeiten aber auch die besonderen Vorteile der Methode bei der Charakterisierung verschiedener Gefügeaspekte zum Vorschein kommen, und nicht zuletzt die praktische Relevanz gegeben ist. Vergleichend oder ergänzend wurden in einigen Fällen auch andere Methoden herangezogen, wie z.B. Röntgenbeugung (Texturanalyse, hochauflösende Röntgeneinkristalldiffraktometrie), Licht- und Rasterelektronenmikroskopie sowie Weißlichtinterferometrie.

Im folgenden werden noch einmal kurz die aus methodischer bzw. werkstoffkundlicher Sicht wichtigsten Erkenntnisse zusammengefasst.

Die Untersuchungen am laserstrukturierten Silicium-Einkristall zeigten, dass EBSD besonders geeignet zur Beschreibung von Orientierungs- und Spannungsänderungen in Einkristallen und somit eine wertvolle Ergänzung zur Röntgeneinkristalldiffraktometrie ist. Über die Patternqualität kann die Spannungsverteilung in der Probe mikroskopisch aufgelöst werden. Abweichende Orientierungen ($> 1^\circ$) werden nicht nur detektiert (röntgenographisch nicht zugänglich), ihre räumliche Anordnung ist ebenfalls verfügbar. Es wurde außerdem festgestellt, dass nicht nur die nach der Laserbehandlung abweichenden Orientierungen bevorzugt sind, sondern auch spezielle Korngrenzen ($\Sigma 3^n$) vorhanden sind.

An HOPG ist mittels EBSD erstmals gelungen die typische Zellstruktur (Mosaikblöcke) besonders gut zu visualisieren und ihre Orientierung quantitativ (Drehungen um die c-Achse) zu erfassen. Röntgenographisch (Einkristalldiffraktometrie bzw. Topographie) lassen sich nur Verkippungen quantifizieren und die Mosaikblockausbildung mit schlechter lateraler Auflösung abbilden. TEM erfasst aufgrund des kleinen Probenbereichs die innerhalb der Mosaikblöcke liegenden Kristallite. Die Oberflächentopographie, die für viele Anwendungen ebenfalls von Bedeutung ist, hängt von der Mosaizität ab und konnte gut mittels WLI quantifiziert werden. Die Bestimmung der Zelldicke mit dieser Methode ist jedoch ungewiss. Durch die geringe Informationstiefe hat sie EBSD als besonders geeignet zur Gefügecharakterisierung (Textur, Korngröße) von dünnen Beryllium-Folien erwiesen. Röntgenographisch ist dies sehr schwierig aufgrund der hohen Eindringtiefe der Röntgenstrahlen. In Kombination mit Serienschnitten oder an Querschnitten kann mit EBSD die Texturausbildung tiefenaufgelöst werden.

Am Beispiel der dünnen Molybdän-Folie konnte gezeigt werden, dass mit EBSD problemlos gelingt, was mit kaum einer anderen Methode möglich ist, nämlich Groß- von Kleinwinkelkorngrenzen zu unterscheiden. Dies wirkt sich auf die Wahrnehmung von der Korn- bzw. Subkornstruktur aus. Alternativ wäre nur TEM zu nennen. Nachteil ist aber der kleine Messbereich. Damit ist TEM bei grobkörnigeren Materialien nicht geeignet. Ähnlich verhält es sich bei superplastischen Materialien, was das Überdenken von Modellen erzwingt. Durch die explizit vorhandenen Orientierungsdaten an jedem Messpunkt können auch die Korngrenzen-Bereiche genau charakterisiert werden. Am Beispiel der Kupfer-Bleche konnte gezeigt werden, dass sich die Information über spezielle Korngrenzen / Desorientierungen aus den EBSD-Daten einfach herausfiltern lässt. Diese Quantifizierung spielt eine große Rolle beim sog. *grain boundaries engineering* um Eigenschaften wie Korrosionsbeständigkeit, Bruchzähigkeit, etc. über den Korngrenzenzustand zu beeinflussen.

In Kombination mit der Weißlichtinterferometrie ist es im Rahmen dieser Arbeit gelungen, zum ersten Mal die Orientierung mit dem lokalen Materialabtrag auf mikroskopischer Ebene zu korrelieren. Dies bringt einerseits grundlegende Erkenntnisse z.B. über das Verständnis von Ätzeffekten mit sich. Andererseits ist es mit Hinblick auf Korrosionsphänomene von praktischer Relevanz. Generell bestätigte sich die Tatsache, dass dichtgepackte kristallographische Ebenen resistenter gegenüber chemischem Angriff sind. In Abhängigkeit vom korrosiven Medium jedoch ergaben sich Unterschiede bzgl. deren Stabilität. Bei den betrachteten Beispielen wurde kein ausgeprägter Korngrenzeneffekt beobachtet. Auch dies wäre mit dieser Technikkombination (EBSD-WLI) zugänglich und insbesondere bei kfz-Metallen, wo sich hohe Anteile spezieller Korngrenzen relativ einfach einstellen lassen, sehr interessant.

Am Beispiel verschiedener Aluminium-Lithium-Legierungen konnte der Einfluss der Legierungselemente auf die Gefügeausbildung der Aluminium-Matrix über die sich bildenden Ausscheidungen umfassend dokumentiert werden. Dies trägt zum besseren Verständnis metallkundlicher Prozesse bei, sowie deren Auswirkung auf die Eigenschaften und letztlich auf die Anwendungen.

An Ruthenium-Aluminium konnten automatische EBSD-Messungen mit Berücksichtigung der beiden vorliegenden Phasen durchgeführt werden, was aus mehreren Gründen keineswegs trivial ist. Es wurde eine gewisse Orientierungsklusterung in beiden Phasen beobachtet. Im eutektischen Bereich kommt man an die Grenzen der lateralen Auflösung.

Die methodischen Schwierigkeiten, die die Anwendung von EBSD an keramischen Werkstoffen behindern wurden erfolgreich überwunden. Für eine Reihe technologisch

wichtiger Keramiken konnte mindestens eine geeignete Präparationsmethode gefunden werden und auch die Aufladungsproblematik konnte gelöst werden. Als besonders vorteilhaft hat sich die nasschemische Beschichtung aus Sn/Pd erwiesen, insbesondere bei Proben, die eine gewisse Rauigkeit durch Porosität, zweite Phase oder Ätzeffekte aufweisen. Bei der vorhandenen Hardware bleibt die Auflösungsgrenze als limitierender Faktor weiterhin bestehen, da sie für manche keramischen Materialien nicht ausreichend wäre. Die routinierte Anwendung von OIM an Keramiken kann in bezug auf Texturen und andere Gefügemerkmale, die mit mechanischen und Funktionseigenschaften zusammenhängen wichtige Zusatzinformationen liefern. Insbesondere bei nicht-äquiauxialen Kornformen wie Stäbchen und Plättchen kann sie zu einem entscheidenden Schritt nach vorne bei der stereologischen Beschreibung von Gefügen beitragen.

Nachdem nun die hauptsächlichen methodischen Schwierigkeiten gelöst sind und die besonderen Vorteile der Methode klar sind, können bei vielen der untersuchten Materialien systematische Untersuchungen unter besonderer Berücksichtigung bestimmter relevanter Aspekte vorgenommen werden.

Abschließend sollte nur noch einmal betont werden, dass EBSD bei fast allen kristallinen Werkstoffen anwendbar ist, sofern sie nicht zu stark verformt und/oder zu feinkörnig sind (Auflösungsgrenze: etwa 1 μm beim verfügbaren System). Voraussetzung ist eine sorgfältige störungsfreie Oberflächenpräparation der Probe. Die u.U. phasenspezifische Orientierungs-, Desorientierungs- und Kornmorphologie-Information kann bei der Betrachtung aller materialkundlichen Prozesse, bei denen diese Gefügeaspekte bestimmend sind, sehr hilfreich sein. Es lassen sich auch qualitative Aussagen über die Gitterstörungen an der Oberfläche über den Kontrast der EBSPs machen.

Literaturverzeichnis

1 Einleitung und Zielsetzung

- [91Wil] Williams, D.B.; Pelton, A.R.; Gronsby, R.: *Images of Materials*, New York, Oxford University Press (1991)
- [95Pet] Petzow, G.; Mücklich, F.: *Gefüge - Faszinierende Vielfalt in strengen Regeln*, Prakt Metallogr Sonderbd **26** (1995) 29

2 Orientierungsabbildende Mikroskopie – Stand der Technik

2.1 Physikalische Grundlagen

- [26Fri] Fridel, G.: *Lecons de Cristallographie*, Blanchard (1926)
- [28Kik] Kikuchi, S.: *Diffraction of Cathode Rays by Mica*, Japan J Phys **5** (1928) 83
- [33Mei] Meibom, R.; von Rupp, E.: *Elektronenbeugung in weiten Winkeln*, Z Phys **82** (1933) 690
- [37Boe] Boersch, H.: *Über Bänder bei Elektronenbeugung*, Z Tech Phys **18** (1937) 574
- [49Kro] Kronberg, M.L.; Wilson, F.H.: *Secondary Recrystallisation in Copper*, Met Trans **185** (1949) 501
- [54Ala] Alam, M.N.; Blackman, M.; Pashley, D.W.: *High-Angle Kikuchi Patterns*, Proc R Soc **221A** (1954) 224
- [62Hou] Hough, P.V.C.: *A Method and Means for Recognizing Complex Patterns*, U.S. Patent 3,069,654 (1962)
- [70Bol] Bollmann, W.: *Crystalline Defects and Crystalline Interfaces*, Berlin, Springer (1970)
- [70Hei] Heimendahl, M.: *Einführung in die Elektronenmikroskopie*, Braunschweig, Viewegverlag (1970)
- [71Cha] Chalmers, B.; Gleiter, H.: *A Re-Interpretation of the 'Coincidence Model' for Grain Boundaries*, Phil Mag **23** (1971) 1541
- [71War] Warrington, D.H.; Bufalini, P.: *The Coincidence Site Lattice and Grain Boundaries*, Scripta Met **5** (1971) 771

- [72Spe] Spencer, J.P.; Humphreys, C.J.; Hirsch, P.B.: *A Dynamical Theory for the Contrast of Perfect and imperfect Crystals in the Scanning Electron Microscope Using Backscattered Electrons*, Phil Mag **26** (1972) 193
- [73Ven] Venables, J.A.; Harland, C.J.: *Electron Back-Scattering Patterns - A New Technique for Obtaining Crystallographic Information in the Scanning Electron Microscope*, Phil Mag **27** (1973) 1193
- [74How] Howie, A.: *Theory of Diffraction Contrast Effects in the Scanning Electron Microscope* in Quantitative Scanning Electron Microscopy, ed. Holt, D. B., et al., London, Academic Press (1974) 183
- [74Joy] Joy, D.C.: *Electron Channelling Patterns in the Scanning Electron Microscope* in Quantitative Scanning Electron Microscopy, ed. Holt, D. B., et al., London, Academic Press (1974) 131
- [75Edi] Edington, J.W.: *Electron Diffraction in the Electron Microscope*, London, The Macmillan Press (1975)
- [83Bun] Bunge, H.-J.: *Texture Analysis in Materials Science - Mathematical Methods*, Göttingen, Cuvillier Verlag (1993)
- [85Bun] Bunge, H.-J.: *An Introduction to Modern Texture Analysis* in Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks, ed. Wenk, H.-R., London, Academic Press (1985) 73
- [86Pos] Pospiech, J.; Sztwiertnia, K.; Haessner, F.: *The Misorientation Distribution Function*, Tex Micros **6** (1986) 201
- [86Rei] Reimer, L.; Heilers, U.; Saliger, G.: *Kikuchi Band Contrast in Diffraction Patterns Recorded by Transmitted and Backscattered Electrons*, Scanning **8** (1986) 101
- [87aDin] Dingley, D.J.; Gravestock, N.; Rothstein, H.: *The Texture Determination in Deformed Rocks Using EBSPs*, Proc. Int. Phys. Conf. Ser. 87, EMAG, London and Bristol (1987)
- [87Din] Dingley, D.J.; Longden, M.; Weinbren, J.; Alderman, J.: *On Line Analysis of EBSP I. Texture Analysis of Zone Refined Polysilicon*, Scanning Microscopy **1** (1987) 451
- [88Din] Dingley, D.J.: *On Line Microtexture Determination using Backscatter Kikuchi Diffraction in a Scanning Electron Microscope*, Proc. ICOTOM **8**, Santa Fe, New Mexico, Met. Soc. (1988) 189
- [88Fra] Frank, F.C.: *Orientation Mapping*, Met Trans **19A** (1988) 403

- [88Zha] Zhao, J.; Adams, B.L.: *Definition of an Asymmetric Domain for Intercrystalline Misorientation in Cubic Materials in the Space of Euler Angles*, Acta Cryst **A44** (1988) 326
- [89Bec] Becker, R.; Panchanadeeswaran, S.: *Crystal Rotations Represented as Rodrigues Vectors*, Tex Micros **10** (1989) 167
- [90Juu] Juul Jensen, D.; Schmidt, H.: *An Automatic On-line Technique for Determination of Crystallographic Orientations by EBSP*, Proc. Recrystallisation '90, Wollongong, Australia, Min. Met. Mater. Soc. USA (1990) 219
- [91Din] Dingley, D.J.; Day, A.; Bewick, A.: *Application of Microtexture Determination Using EBSD to Non Cubic Crystals*, Tex Micros **14-18** (1991) 91
- [91Wil] Wilkinson, A.J.; Dingley, D.J.: *Quantitative Deformation Studies Using Electron Backscatter Diffraction*, Acta Met **39** (1991) 3047
- [91Wri] Wright, S.I.; Zhao, J.W.; Adams, B.L.: *Automated Determination of Lattice Orientation from Electron Backscattered Kikuchi Diffraction Patterns*, Tex Micros **13** (1991) 123
- [91Zhu] Zhu, Y.; Zhang, H.; Wang, H.; Suenaga, M.: *Grain Boundary in Textured $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Superconductor*, J Mat Res **6** (1991) 2507
- [92Din] Dingley, D.J.; Randle, V.: *Review Microtexture Determination by EBSD*, J Mat Sci **27** (1992) 4545
- [92Kri] Krieger Lassen, N.C.; Conradsen, K.; Juul-Jensen, D.: *Image Processing Procedures for Analysis of Electron Diffraction Patterns*, Scanning Microscopy **6** (1992) 115
- [92Ran] Randle, V.: *Microtexture Determination and its Applications*, London, The Institute of Materials (1992)
- [92Wil] Wilkinson, A.J.; Dingley, D.J.: *The Distribution of Plastic Deformation in a Metal Matrix Composite Caused by Strain Transverse to the Fiber Direction*, Acta Met **40** (1992) 3357
- [92Wri] Wright, S.I.; Adams, B.L.: *Automatic Analysis of Electron Backscattering Patterns*, Met Trans A **23** (1992) 759
- [93Che] Chen, W.; Chen, F.: *HRTEM Study of Atomic Faceting of Asymmetrical Twin and Asymmetrical Hetero-Twin Boundaries in $NiSi_2/Si$* , Ultramicroscopy **51** (1993) 316

- [93Kri] Krieger Lassen, N.C.; Bilde-Sorensen, J.B.: *Calibration of an Electron Back-Scattering Pattern Set-Up*, J Microscopy **170** (1993) 125
- [94Cha] Chan, S.: *Degenerate Epitaxy, Coincidence Epitaxy and Origin of Special Boundaries in Thin-Films*, J Phys Chem Solids **55** (1994) 1137
- [94Kri] Krieger Lassen, N.C.: *Automated Determination of Crystal Orientations from EBSP*, Lyngby, Dänemark, Dissertation (1994)
- [95Din] Dingley, D.J.; Baba-Kishi, K.Z.; V., R.: *Atlas of Backscattering Kikuchi-Diffraction Patterns*, Bristol, Institute of Physics (1995)
- [95Dud] Dudarev, S.L.; Rez, P.; Whelan, M.J.: *Theory of Electron Backscattering from Crystals*, Phys Rev B **51** (1995) 3397
- [96aRan] Randle, V.: *The Role of the Coincidence Site Lattice in Grain Boundary Engineering*, London, The Institute of Materials (1996)
- [96Ran] Randle, V.: *Electron Backscatter Diffraction*, Guide Book Series, Oxford Instruments (1996)
- [97Wil] Wilkinson, A.J.; Hirsch, P.B.: *Electron Diffraction Based Techniques in Scanning Electron Microscopy of Bulk Materials*, Micron **28** (1997) 279
- [00Raj] Rajan, K.: *Rodrigues-Frank Representations of Crystallographic Texture in Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, eds. Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academics (2000) 39

2.2 Automatisches EBSD System

- [17Rad] Radon, J.: *Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten*, Math-Phys Kl **69** (1917) 262
- [62Hou] Hough, P.V.C.: *A Method and Means for Recognizing Complex Patterns*, U.S. Patent 3,069,654 (1962)
- [72Kum] Kummer, J.T.: *β -alumina Electrolytes*, Prog Solid State Chem **7** (1972) 141
- [74Joy] Joy, D.C.: *Electron Channelling Patterns in the Scanning Electron Microscope in Quantitative Scanning Electron Microscopy*, ed. Holt, D. B., et al., London, Academic Press (1974) 131
- [81Bal] Ballard, D.H.: *Generalizing the Hough Transform to Detect Arbitrary Shapes*, Pattern Recognition **13** (1981) 111
- [83Bun] Bunge, H.-J.: *Texture Analysis in Materials Science - Mathematical Methods*, Göttingen, Cuvillier Verlag (1993)

- [85Rei] Reimer, L.: *Scanning Electron Microscopy - Physics of Image Formation and Microanalysis*, Berlin/Heidelberg, Springer (1985)
- [86Din] Dingley, D.J.; Baba-Kishi, K.: *Use of Electron Back Scatter Diffraction Patterns for Determination of Crystal Symmetry Elements*, Scanning Electr Microsc **II** (1986) 383
- [89Bab] Baba-Kishi, K.Z.; Dingley, D.J.: *Application of Backscatter Kikuchi Diffraction in the Scanning Electron Microscope to the Study of NiS₂*, J Appl Cryst **22** (1989) 189
- [90Wri] Wright, S.I.; Adams, B.L.: *An Evaluation of the Single Orientation Method for Texture Determination in Materials of Moderate Texture Strength*, Tex Micros **12** (1990) 65
- [92Ran] Randle, V.: *Microtexture Determination and its Applications*, London, The Institute of Materials (1992)
- [93Bau] Baudin, T.; Penelle, R.: *Determination of the Total Texture Function from Individual Orientation Measurements by Electron Backscattering Pattern*, Metall Trans A **24A** (1993) 2299
- [93Day] Day, A.P.: *Developments in the EBSP Technique and Their Application to Grain Imaging*, University of Bristol, Dissertation (1993)
- [93Joy] Joy, D.C.: *Scanning Electron Microscopy in Materials Science and Technology* **2A**, ed(s) Cahn, R. W. ;Haasen, P., VCH (1993) 221
- [94Bow] Bowen, A.W.: *Practical Considerations in the Calculation of Orientation Distribution Functions from Electron Back-Scattered Diffraction Patterns*, Mat Sci Forum **157-162** (1994) 315
- [94Schm] Schmidt, P.F.: *Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse*, Expert Verlag (1994)
- [94War] Wardle, S.T.; Lin, L.S.; Cetel, A.; Adams, B.L.: *Orientation Imaging Microscopy: Monitoring Residual Stress Profiles in Single Crystals Using an Image Quality Parameter, IQ*, Proc. MSA'94, New Orleans (1994) 680
- [95Din] Dingley, D.J.; Baba-Kishi, K.Z.; V., R.: *Atlas of Backscattering Kikuchi-Diffraction Patterns*, Bristol, Institute of Physics (1995)
- [96Bun] Bunge, H.-J.: *Advanced Experimental Techniques for Texture Analysis in Complex Materials*, Proc. ICOTOM 11, Xi'an, China (1996) 3
- [96Din] Dingley, D.J., *persönliche Mitteilung* (1996)

- [96Eng] Engler, O.; Escher, C.; Gottstein, G.: *Single Grain Orientation Measurements applied to the Formation and Growth of Recrystallization Nuclei*, *Tex Micros* **26-27** (1996) 337
- [96Jur] Jura, J.; Pospiech, J.; Gottstein, G.: *Estimation of the Minimum Number of Single Grain Orientation Measurements for ODF Determination*, *Z Metallkd* **87** (1996) 477
- [96aKri] Krieger Lassen, N.C.: *Relative Precision of Crystal Orientations Measured from Electron Backscattered Patterns*, *J Microscopy* **181** (1996) 72
- [96Kri] Krieger Lassen, N.C.: *Automatic Localisation of Electron Backscattering Pattern Bands from Hough Transform*, *Mat Sci Techn* **12** (1996) 837
- [96TSL] TSL: *User Manual OIM, Software Version 2.0*, Provo, USA (1996)
- [96Wri] Wright, S.I.; Kocks, U.F.: *A Comparison of Different Texture Analysis Techniques*, *Proc. ICOTOM 11*, Xi'an, China (1996) 53
- [97Cos] Cosandey, F.: *Orientation Determination of Epitaxial Au Particles on TiO₂ by Electron Backscatter Diffraction*, *Guide Book Series*, Oxford Instruments (1997)
- [97Isa] Isabell, T.C.; Dravid, V.P.: *Resolution and Sensitivity of Electron Backscattered Diffraction in a Cold Field Emission Gun SEM*, *Ultramicroscopy* **67** (1997) 59
- [97Wil] Wilkinson, A.J.; Hirsch, P.B.: *Electron Diffraction Based Techniques in Scanning Electron Microscopy of Bulk Materials*, *Micron* **28** (1997) 279
- [98Bab] Baba-Kishi, K.Z.: *Measurement of Crystal Parameters on Backscatter Kikuchi Diffraction Patterns*, *Scanning* **20** (1998) 117
- [98Bis] Bischoff, E., *persönliche Mitteilung* (1998)
- [98Kri] Krieger Lassen, N.C.: *A New Procedure for Automatic High Precision Measurements of the Position and Width of Bands in Backscatter Kikuchi Pattern*, *Mat Sci Forum* **273-275** (1998) 201
- [98Ren] Ren, S.X.; Kenik, E.A.; Alexander, K.B.; Goyal, A.: *Exploring Spatial Resolution in Electron Back-Scattered Diffraction Experiments via Monte Carlo Simulation*, *Microsc Microanal* **4** (1998) 15
- [99Eng] Engler, O.; Jura, J.; Matthies, S.: *Influence of Number and Arrangement of Single Orientation Measurements on Their Statistical Relevance*, *Proc. ICOTOM 12*, Montreal, Canada (1999) 68

- [99Hum] Humphreys, F.J.: *Determination of Microtexture by EBSD at High Spatial Resolution in a FEGSEM*, Proc. ICOTOM 12, Montreal, Canada (1999) 74
- [99Hut] Hutchinson, W.B.; Lindh, E.; Bate, P.: *On the Determination of Textures from Discrete Orientation Measurements*, Proc. ICOTOM 12, Montreal, Canada (1999) 34
- [99Mat] Matthies, S.; Wagner, F.: *Using Sets of Individual Orientations for ODF Determination*, Proc. ICOTOM 12, Montreal, Canada (1999) 40
- [99Meh] Mehnert, K.; Ubhi, H.S.; Day, A.P.: *Comparison of Texture Data Measured by EBSD and Conventional X-Ray Diffraction*, Proc. ICOTOM 12, Montreal, Canada (1999) 217
- [99Mis] Mishin, O.V., *et al.*: *Comparison of Experimental Techniques for Characterization of Through-Thickness Texture Variations*, Proc. ICOTOM 12, Montreal, Canada (1999) 174
- [99Mor] Morawiec, A.: *Reliability of Automatic Orientation Determination from Kikuchi Patterns*, Proc. ICOTOM 12, Montreal, Canada (1999) 62
- [99Yan] Yang, W.; Adams, B.L.; De Graef, M.: *Adaptive Orientation Imaging Microscopy*, Proc. ICOTOM 12, Montreal, Canada (1999) 192
- [00Cam] Camus, P.P.: *Hardware and Software Optimization for Orientation Mapping and Phase Identification in Electron Backscatter Diffraction in Materials Science* Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academics (2000) 127
- [00Din] Dingley, D.J.: *The Development of Automated Diffraction in Scanning and Transmission Electron Microscopy in Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, ed. Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academics (2000) 1
- [00aMic] Michael, J.R.: *Phase Identification Using Electron Backscatter Diffraction in the Scanning Electron Microscope in Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, ed. Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academics (2000) 75
- [00Mic] Michael, J.R.; Eades, J.A.: *Use of Reciprocal Lattice Layer Spacing in Electron Backscatter Diffraction Pattern Analysis*, *Ultramicroscopy* **81** (2000) 67

- [00Rol] Rolland, P.; Dicks, K.G.: *An Automated EBSD Acquisition and Processing System* in *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, ed. Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academics (2000) 135
- [00Wri] Wright, S.I.: *Fundamentals of Automated EBSD* in *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, ed. Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academics (2000) 51
- [00aWri] Wright, S.I.; Field, D.P.; Dingley, D.J.: *Advanced Software Capabilities for Automated EBSD* in *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, ed. Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academics (2000) 141

3 Präzisierte Aufgabenstellung

4 Methodische Arbeiten

4.1 Studien zur Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und statistischer Relevanz

- [73Moo] Moore, A.W.: *Highly Oriented Pyrolytic Graphite* in *Chem. Phys. Carbon* **11**, ed(s) Walker Jr, P. L., New York, Marcel Dekker (1973) 69
- [86Pos] Pospiech, J.; Sztwiertnia, K.; Haessner, F.: *The Misorientation Distribution Function*, *Tex Micros* **6** (1986) 201
- [94Din] Dingley, D.J.; Kunze, K.: *Orientation Imaging Microscopy and Serial Sectioning*, *Proc. ICEM 13*, Paris, France (1994) 1313
- [98Pre] Preuhs, J., *persönliche Mitteilung* (1998)
- [99Mor] Morawiec, A.: *Reliability of Automatic Orientation Determination from Kikuchi Patterns*, *Proc. ICOTOM 12*, Montreal, Canada (1999) 62

4.2 Probenpräparation

- [60Lih] Lihl, F.; Mayer, H.: *Untersuchungen über die Eindringtiefe der Verformung bei der Herstellung metallographischer Schliffe*, *Z Metallkde* **51** (1960) 186
- [62Pet] Petzow, G.; Gessner, L.; Hölscher, D.: *Über die Schliffherstellung nach dem Vibrationsverfahren*, *Z Metallkde* **53** (1962) 535
- [70Hei] Heimendahl, M.: *Einführung in die Elektronenmikroskopie*, Braunschweig, Viewegverlag (1970)

- [77Tho] Thompson-Russel, K.C.; Edington, J.W.: *Electron Microscope Specimen Preparation Techniques in Materials Science*, London, Macmillan, Philips Technical Library (1977)
- [84Bec] Beckert, M.; Klemm, H.: *Handbuch der metallographischen Ätzverfahren*, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie (1984)
- [91Schu] Schumann, H.: *Metallographie*, Metallographie (1991)
- [93Joy] Joy, D.C.: *Scanning Electron Microscopy in Materials Science and Technology 2A*, ed(s) Cahn, R. W. ;Haasen, P., VCH (1993) 221
- [96Joh] Johnson, C.: *Metallographic Sample Preparation in Metallography - Principles and Procedures*, Leco Corp. (1996)
- [98Kat] Katrakova, D.; Maas, C.; Hohnerlein, D.; Mücklich, F.: *Experiences on Contrasting Microstructure Using Orientation Imaging Microscopy*, Prakt Metalogr **35** (1998) 4
- [98Ren] Ren, S.X.; Kenik, E.A.; Alexander, K.B.; Goyal, A.: *Exploring Spatial Resolution in Electron Back-Scattered Diffraction Experiments via Monte Carlo Simulation*, Microsc Microanal **4** (1998) 15
- [98TSL] TSL: *OIM Data Collection User Manual*, Drapper, Utah, USA, TexSEM Laboratories (1998)
- [99Pet] Petzow, G.: *Metallographic Etching*, Ohio, ASM International (1999)
- [99Van] Vander Voort, G.F.: *Metallography Principles and Practice*, Ohio, ASM International, Materials Park (1999)
- [00Bje] Bjerregaard, L.; Geels, K.; Ottesen, B.; Rückert, M.: *Metalog Guide*, Roedovre, Denmark, Struers (2000)
- [00Gee] Geels, K.; Gillesberg, B.: *Polishing Dynamics*, Prakt Metalogr **37** (2000) 150
- [01Bis] Bischoff, E.; Schmütz, J.: *Untersuchung der Oberflächenschädigung in mikrozerspannten OFHC Cu-Proben mit EBSD*, Progress in Metalogr **32**, Proc. EuroMet 2000, Saarbrücken, Germany (2001) 73
- [01Kat] Katrakova, D.; Mücklich, F.; Damgaard, M.J.: *Specimen Preparation and Electron Backscatter Diffraction*, Progress in Metalogr **32**, Proc. EuroMet 2000, Saarbrücken, Germany (2001) 355
- [01aKat] Katrakova, D.; Damgaard, M.J.; Mücklich, F.: *Preparation for EBSD with LaboPol 4 / LaboForce 1*, Structure **38** (2001) 19
- [01bKat] Katrakova, D.; Mücklich, F.: *Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction – Part I: Metals*, Prakt Metalogr **38** (2001) 547

- [02Kat] Katrakova, D.; Mücklich, F.: *Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction – Part I: Ceramics*, submitted to Prakt Metallogr

5 Anwendungsbeispiele

5.1 Einkristalle: Periodische Strukturen in Silicium-Wafer

- [86Sri] Srinivasan, R.; Braren, B.; Dreyfus, R.: *Photochemical Cleavage of a Polymeric Solid: Details of the UV Laser Ablation of Poly-Methyl-Methacrylate at 193 and 248 nm*, *Macromolecules* **19** (1986) 916
- [89Few] Fewster, P.F.: *A High-Resolution Multiple-Crystal Multiple-Reflexion Diffractometer*, *J Appl Cryst* **22** (1989) 64
- [92Hüg] Hügel, H.: *Strahlwerkzeug Laser*, Stuttgart, Teubner (1992)
- [93Cab] Caber, P.J.; Martinek, S.J.; Niemann, R.J.: *A New Interferometric Profiler for Smooth and Rough Surfaces*, Proc. SPIE 2088, Laser Dimensional Metrology, Photonex '93 (1993)
- [93Dec] Deck, L.; deGroot, P.: *High-Speed Non-Contact Profiler based on Scanning White Light Interferometry*, Proc. ASPE (1993) 426
- [95Dec] Deck, L.; deGroot, P.: *High-Speed Non-Contact Profiler based on Scanning White Light Interferometry*, *Appl Optics* **33** (1995) 7334
- [96Bäu] Bäuerle, D.: *Laser Processing and Chemistry*, Berlin, Springer (1996)
- [96Neb] Nebel, C.; Dahlheimer, B.; Stutzmann, M.: *Sub-Micron Silicon Structures for Thin Film Solar Cells*, *phys stat sol (b)* **194** (1996) 55
- [97Few] Fewster, P.F.: *Reciprocal Space Mapping*, *Crit Rev Sol State Mat Sci* **22** (1997) 69
- [97Fie] Field, D.P.: *Recent Advances in the Application of Orientation Imaging*, *Ultramicroscopy* **67** (1997) 1
- [98Aic] Aichmayr, G.; Toet, D.; Strunk, H.: *Lateral Grain Growth during the Laser Interference Crystallisation of α -Si*, *phys stat sol (a)* **166** (1998) 659
- [98Chr] Christiansen, S.; Hintz, G.; Christiansen, J.: *Confinement in Laser Crystallisation of Amorphous Silicon Layers on Glass*, *phys stat sol (a)* **166** (1998) 675

- [98Jia] Jiang, H.-B.; Grossmann, A.; Hänsch, T.W.: *Fast Sub-Micrometer Interference Lithography on Silicon*, Appl Phys B **66** (1998) 523
- [98Neb] Nebel, C.; Christiansen, S.; Stutzmann, M.: *Laser-Interference Crystallisation of Amorphous Silicon: Applications and Properties*, phys stat sol (a) **166** (1998) 667
- [99Now] Nowell, M., *persönliche Mitteilung* (1999)
- [99Wri] Wright, S.I.: *Quantification of Recrystallized Fraction from Orientation Imaging Scans*, Proc. ICOTOM 12, Montreal, Canada (1999) 104
- [00Dem] Demirel, M.C.; Bassem, S.E.-D.; Adams, B.L.; Rollett, A.D.: *Studies on the Accuracy of EBSD Measurements in Electron Backscatter Diffraction in Materials Science* Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academic (2000) 65
- [00Jon] Jones, R.: *Do we Really Understand Dislocations in Semiconductors?*, Mat Sci Eng B **71** (2000) 24
- [00Rec] Recktenwald, T.: *Bionisch motivierte Oberflächenstrukturierung*, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, Diplomarbeit (2000)
- [01Liu] Liu, Z.: *Surface Structuring with Laser Interference by High Power Pulsed UV-Laser*, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, Dissertation (2001)
- [01Rec] Recktenwald, T.; Mücklich, F.: *Quantitative Analyse laserstrukturierter Oberflächen*, Progress in Metallogr **32**, Proc. EuroMet 2000, Saarbrücken, Germany (2001) 145

5.2 Hochorientierte Vielkristalle: HOPG

- [62Bak] Baker, C.; Chou, Y.T.; Kelly, A.: *The Stacking-Fault Energy of Graphite*, Phil Mag Ser 8 **6** (1962) 1305
- [62Rup] Rupprecht, G.; Ginsberg, D.M.; Leslie, J.D.: *Pyrolytic Graphite Transmission Polariser for Infrared Radiation*, J Opt Soc Am **52** (1962) 665
- [63Sau] Saunders, G.A.; Ubbelohde, A.R.; Young, D.A.: *The formation of Graphite/Bromine I. Hysteresis of Bromine Insertion between the Carbon Hexagon Layers*, Proc Roy Soc (London) A **271** (1963) 499
- [65Hoo] Hooker, C.N.; Ubbelohde, A.R.; Young, D.A.: *Anisotropy of Thermal Conductance in Near-Ideal Graphite*, Proc Roy Soc (London) A **284** (1965) 17
- [66Bar] Barrett, C.S.; Massalski, T.B.: *Structure of Metals*, New York, McGraw-Hill (1966)

- [66Hen] Hennig, G.R.: *Electron Microscopy of Reactivity Changes near Lattice Defects in Graphite* in Chem. Phys. Carbon **2**, ed(s) Walker Jr, P.L., New York, Marcel Dekker (1966) 1
- [67Ler] Lersmacher, B.; Lydtin, H.; Knippenberg, W.F.: *Zur Technologie der Pyrolytischen Graphit-Herstellung*, Chemie-Ing Techn **39** (1967) 833
- [68Tho] Thomas, J.M.; Roscoe, C.: *Nonbasal Dislocations in Graphite* in Chem. Phys. Carbon **3**, ed(s) Walker Jr, P.L., New York, Marcel Dekker (1968) 1
- [69Bok] Bokros, J.C.: *Deposition, Structure and Properties of Pyrolytic Carbon* in Chem. Phys. Carbon **5**, ed(s) Walker Jr, P.L., New York, Marcel Dekker (1969) 1
- [69Ros] Roscoe, C.; Baker, J.: *Electron Microscope Studies of the Deviation of a Stress-Annealed Pyrolytic Graphite Matrix from a Single Crystal*, J Appl Phys **40** (1969) 1665
- [70Mai] Maire, J.; Méring, J.: *Graphitisation of Soft Carbons* in Chem. Phys. Carbon **6**, ed(s) Walker Jr, P.L., New York, Marcel Dekker (1970) 125
- [70Mor] Morant, R.A.: *The Crystallite Size of Pypolytic Graphite*, J Phys D: Appl Phys **3** (1970) 1367
- [73Moo] Moore, A.W.: *Highly Oriented Pyrolytic Graphite* in Chem. Phys. Carbon **11**, ed(s) Walker Jr, P.L., New York, Marcel Dekker (1973) 69
- [79Vog] Vogel, W.; Hosemann, R.: *The Paracrystalline Nature of Pyrolytic Carbons*, Carbon **17** (1979) 41
- [80Yel] Yelon, W.B.; Brugger, R.M.; Fluharty, R.G.; Lisowski, P.W.: *Cooled, Large Mosaic Pyrolytic Graphite as Thermal Neutron Filters*, Nucl Instr Meth **178** (1980) 117
- [82Law] Lawrence, J.L.: *The Reflectivity of a Pyrolytic Graphite Monochromator*, Acta Cryst A **38** (1982) 859
- [83Boe] Boeuf, A., *et al.*: *Intercalated Pyrolytic Graphite for Neutron Monochromatisation*, Synth Metals **8** (1983) 307
- [84Bri] Britton, W.E.; El-Hashash, M.; El-Cady, M.; Assubaie, F.: *Electrochemical Analysis of Friedel-Crafts Acylation Alkylation of Functional Groups on Highly Ordered Pyrolytic Graphite*, J Electroanal Chem **172** (1984) 189
- [84Mar] Marchand, D.; Fretigny, C.; Lagues, M.; Legrand, A.P.: *Surface Structure and Electrical Conductivity of Natural and Artificial Graphites*, Carbon **22** (1984) 497

- [87Kan] Kan, X.B.; Misenheimer, M.E.; Forster, K.; Moss, S.C.: *X-ray Study of Planar Defects in HOPG*, Acta Cryst A **43** (1987) 418
- [88Fre] Freund, A.K.: *Mosaic Crystal Monochromators for Synchrotron Radiation Instrumentation*, Nucl Instrum Meth Phys Res A **266** (1988) 461
- [89Kos] Kostka, H.; Birkle, S.; Küsebauch, W.: *Pyrographit - Eigenschaften und Anwendung*, Mat-wiss Werkstofftech **20** (1989) 92
- [91Iij] Iijima, S.: *Helical Microtubules of Graphitic Carbon*, Nature **354** (1991) 56
- [92Ebb] Ebbesen, T.W.; Ajayan, P.M.: *Large-Scale Synthesis of Carbon Nanotubes*, Nature **358** (1992) 220
- [92Ham] Hamada, N.; Sawada, S.; Oshiyama, A.: *New One-Dimensional Conductors: Graphitic Microtubules*, Phys Rev Lett **68** (1992) 1579
- [92Min] Mintmire, J.W.; Dunlap, B.I.; White, C.T.: *Are Fullerene Tubules Metallic?*, Phys Rev Lett **68** (1992) 631
- [94Hiu] Hiura, H., *et al.*: *Role of sp^3 Defect Structures in Graphite and Carbon Nanotubes*, Nature **367** (1994) 148
- [94Pag] Paggel, J.J.; Förster, M.: *An Artefact in Scanning Tunneling Microscopy Images of HOPG*, Appl Phys A **59** (1994) 419
- [95Dol] Dolbnya, I.P., *et al.*: *Focusing Parabolic Pyrolytic Graphite X-ray Monochromator*, Nucl Instr Meth Phys Res A **359** (1995) 141
- [95Ebb] Ebbesen, T.W.; Hiura, H.: *Graphene in 3-Dimensions: Towards Graphite Origami*, Adv Mater **7** (1995) 582
- [95Ohl] Ohler, M.; Baruchel, J.; Galez, P.: *An X-ray Diffraction Topography Study of Highly Oriented Pyrolytic Graphite*, J Phys D: Appl Phys **28** (1995) A78
- [96Fre] Freund, A.K.; Munkholm, A.; Brennan, S.: *X-Ray Diffraction Properties of Highly Oriented Pyrolytic Graphite*, Proc. SPIE (1996) 68
- [96Kab] Kaburagi, Y.; Yoshida, A.; Hishiyama, Y.: *Microtexture of Highly Crystallized Graphite as Studied by Galvanomagnetic Properties and Electron Channeling Contrast Effect*, J Mater Res **11** (1996) 769
- [97Che] Chen, Y.J.; Wilson, I.H.; Libin, L.; Xu, J.B.: *1.8 MeV Electron Bombardment Induced Structural Changes on Graphite Surfaces Observed by STM*, Mat Res Soc Symp Proc **439** (1997) 703
- [97Müc] Mücklich, F.; Yao, H.: *Metallic and Nonmetallic X-ray Monochromators for Synchrotron Sources*, Current Opinion in Sol State Mat Sci **2**: Metals and Alloys (1997) 311

- [97Ohl] Ohler, M., *et al.*: *Direct Observation of Mosaic Blocks in Highly Oriented Pyrolytic Graphite*, Nucl Instr Meth Phys Res B **129** (1997) 257
- [97Tan] Tandon, D.; Hippo, E.J.; Marsh, H.; Sebok, E.: *Surface Topography of Oxidized HOPG by Scanning Tunneling Microscopy*, Carbon **35** (1997) 35
- [98Fed] Feddes, B.; Kravchenko, I.I.; E., S.L.: *On Superperiodic Features on Highly Oriented Pyrolytic Graphite*, Scanning **20** (1998) 376
- [98Jin] Jin, Z.; Hu, Q.; Huang, W.: *The Observation and New Mechanism of an Anomalous Superperiod on a HOPG surface*, Appl Phys A **66** (1998) S1129
- [98Klu] Klusek, Z.: *Scanning Tunneling Microscopy and Spectroscopy of the Thermally Oxidized (0001) Basal Plane of HOPG*, Appl Surf Sci **125** (1998) 339
- [98Ole] Olejniczak, W.; Klusek, Z.; Bieniecki, M.: *Investigations of the Fine Structure of I(V) Characteristics for HOPG Surface by means of STM/STS at Room Temperature*, Appl Phys A **66** (1998) S191
- [98Osi] Osing, J.; Shvets, I.V.: *Bulk Defects in Graphite Observed with a Scanning Tunneling Microscope*, Surf Sci **417** (1998) 145
- [98Sán] Sánchez del Río, M., *et al.*: *Focusing Properties of Mosaic Crystals*, Proc. SPIE (1998) 246
- [99Kin] Kinoshita, H.; Umeno, M.; Tagawa, M.; Ohmae, N.: *Hyperthermal Atomic Oxygen Beam-Induced Etching of HOPG (0001) studied by X-ray Photoelectron Spectroscopy and Scanning Tunneling Microscopy*, Surf Sci **440** (1999) 49
- [99Lu] Lu, X.; Huang, H.; Nemchuk, N.; Ruoff, R.S.: *Patterning of Highly Oriented Pyrolytic Graphite by Oxygen Plasma Etching*, Appl Phys Lett **75** (1999) 193
- [01Mau] Maurin, G., *et al.*: *Segmented and Opened Multi-Walled Carbon Nanotubes*, Carbon **39** (2001) 1273
- [01Shi] Shirk, M.D.; Molian, P.A.: *Ultra-Short Pulsed Laser Ablation of Highly Oriented Pyrolytic Graphite*, Carbon **39** (2001) 1183

5.3 Polykristalline metallische Werkstoffe: einphasig

Beispiel 1: Mikrotextur, Korngrößenverteilung - Beryllium

- [85Pet] Petzow, G.; Aldinger, F.; Jönsson, S.; Preuss, O.: *Beryllium and Beryllium Compounds* in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry **A 4**, Weinheim, VCH (1985) 11
- [98Scha] Schaller, *persönliche Mitteilung* (1998)

Beispiel 2: Korn- und Subkornstruktur - Molybdän

- [98Gar] Garmestani, H.; Kalu, P.; Dingley, D.: *Characterization of Al-8090 Superplastic Materials using Orientation Imaging Microscopy*, Mat Sci Eng A **242** (1998) 284

Beispiel 3: Spezielle Korngrenzen - Kupfer

- [72Got] Gotthardt, R.; Hoschek, G.; Reimold, O.; Haessner, F.: *Topographic Arrangement of Crystallite Orientations in Rolled Copper*, Texture **1** (1972) 99
- [88Zha] Zhao, J.; Adams, B.L.: *Definition of an Asymmetric Domain for Intercrystalline Misorientation in Cubic Materials in the Space of Euler Angles*, Acta Cryst **A44** (1988) 326
- [91Szt] Sztwiertnia, K.; Haessner, F.: *The Orientation Characteristics of Different Recrystallization Stages in Copper*, Tex Microstr **14-18** (1991) 641
- [92Hae] Haessner, F.; Sztwiertnia, K.: *Some Microstructural Aspects of the Initial Stage of Recrystallisation of Highly Rolled Pure Copper*, Scripta Met Mat **27** (1992) 1545
- [92Ral] Ralph, B.: *The Characterization of Grain Boundaries*, Scripta Met Mat **27** (1992) 1509
- [92Wat] Watanabe, T.: *The Importance of Grain Boundary Character Distribution (GBCD) to Recrystallisation, Grain Growth and Texture*, Scripta Met Mat **27** (1992) 1497
- [94Fie] Field, D.P.: *Evidence for the Existence of a Special Class of Crystallographic Misorientations*, Mat Sci Forum **157-162** (1994) 1175
- [96Ern] Ernst, F., *et al.*: *Structure and Energy of Twin Boundaries in Copper*, Z Metallkd **87** (1996) 11

- [96aRan] Randle, V.: *The Role of the Coincidence Site Lattice in Grain Boundary Engineering*, London, The Institute of Materials (1996)
- [99Kum] Kumar, M.; Schwartz, A.J.; King, W.E.: *The Role of Twinning in the Optimization of the Grain Boundary Character Distribution*, Proc. Advances in Twinning (1999) 13
- [99Ran] Randle, V.: *The Effects of Thermomechanical Processing on Interfacial Crystallography in Metals*, Mat Sci Forum **294-296** (1999) 51
- [99Wat] Watanabe, T.; Tsurekawa, S.: *The Control of Brittleness and Development of Desirable Mechanical Properties in Polycrystalline Systems by Grain Boundary Engineering*, Acta Mater **47** (1999) 4171
- [00TSL] TSL: *User Manual OIM, Supplemental to Software Version 2.6 for UNIX*, Draper, USA (2000)

Beispiel 4: Zusammenhang Orientierung – Materialabtrag: Eisen

- [55Töd] Tödt, F.: *Korrosion und Korrosionsschutz*, Berlin, Walter de Gruyter & Co Verlag (1955)
- [97AST] ASTM: *D1141* in Annual Book of Standards ASTM, Philadelphia (1987)
- [90Scu] Scully, J.C.: *The Fundamentals of Corrosion*, Pergamon Press (1990)
- [93Boc] Bockris, J.O.M.; Khan, S.U.M.: *Surface Electrochemistry - A Molecular Level Approach*, New York, Plenum Press (1993)
- [93Lin] Lindsay, J.H.; Shastry, C.R.; Yergin, M.: *Electroplated Zinc: Crystal Orientation and Corrosion Behaviour*, Proc. AESF Continuous Steel Strip Plating Symposium, Dearborn (1993) 81
- [95Gre] Gregory, J.K.; Brokmeier, H.-G.: *The Relationship between Crystallographic Texture and Salt Water Cracking Susceptibility in Ti-6Al-4V*, Mat Sci Eng A **203** (1995) 365
- [95Lin] Lin, P.; Palumbo, G.; Erb, U.; Aust, K.T.: *Influence of Grain Boundary Character Distribution on Sensitization and Intergranular Corrosion of Alloy 600*, Scripta Mat Mater **33** (1995) 1387
- [96Fla] Flanagan, W.F.; Lichter, B.D.: *A Mechanism for Transgranular Stress-Corrosion Cracking*, Int J Fracture **79** (1996) 121

- [96Mag] Magnin, T.; Chambreuil, A.; Bayle, B.: *The Corrosion-Enhanced Plasticity Model for Stress Corrosion Cracking in Ductile fcc Alloys*, Acta Mater **44** (1996) 1457
- [97Eng] Engel, D., *et al.*: *Einsatz von Werkstoffen in der Schiffstechnik*, Proc. Werkstoffwoche '96, Symp. 2, Stuttgart (1997) 245
- [97Flo] Floreen, S.: *Stress Corrosion Behaviour of Alloy 718 Single Crystals in a Light-Water Reactor Environment*, Corrosion **53** (1997) 743
- [97Kav] Kavner, A.; Devine, T.M.: *Effect of Grain Boundary Orientation on the Sensitisation of Austenitic Stainless Steel*, J Mat Sci **32** (1997) 1555
- [97Ram] Ramanauskas, R., *et al.*: *Corrosion Resistance and Microstructure of Electrodeposited Zn and Zn Alloy Coatings*, Surf Coat Techn **92** (1997) 16
- [98Par] Park, H.; Szpunar, J.A.: *The Role of Texture and Morphology in Optimizing the Corrosion Resistance of Zinc-Based Electrogalvanised Coatings*, Corr Sci **40** (1998) 525
- [98Schw] Schweinsberg, M.; Kudelka, S.; Michaelis, A.; Schultze, J.W.: *Microscopic Properties of Passive Films on Ti and Zr from Optical, Electrochemical and SXM-Measurements*, Mat Corr **49** (1998) 161
- [99Ger] Gertsman, V.Y.; Lin, Y.P.; Zhilyaev, A.P.; Szpunar, J.A.: *Special Grain Boundaries in Zirconia Corrosion Films*, Phil Mag A **79** (1999) 1567
- [99Ush] Ushkov, S.S.; Kopylov, V.N.; Razuvaeva, I.N.: *Nauchnye Aspekty Vybora Reglamentirovannogo Strukturno-Tekturnogo Sostoyaniya "Morskih" Splavov Titana (Russisch)*, Metalloved Term Obrabotka Metallov **9** (1999) 38
- [99Yam] Yamaura, S.; Igarashi, Y.; Tsurekawa, S.; Watanabe, T.: *Structure-Dependent Intergranular Oxidation in Ni-Fe polycrystalline Alloy*, Acta Mater **47** (1999) 1163
- [99Zho] Zhou, X., *et al.*: *Anodic Oxidation of an Al-2 wt% Cu Alloy: Effect of Grain Orientation*, Corr Sci **41** (1999) 1089
- [00Kat] Katrakova, D.; Mücklich, F.: *Investigation of the Corrosion of Steel in Marine Environment Using Orientation Imaging Microscopy*, Prakt Metallogr **37** (2000) 643

5.4 Polykristalline Werkstoffe: mehrphasig

Beispiel 1: Al-Li Legierungen

- [59Sil] Silcock, J.M.: *The Structural Ageing Characteristics of Aluminium-Copper-Lithium Alloys*, J Inst Met **88** (1959) 357
- [62Was] Wassermann, G.; Grewen, J.: *Texturen metallischer Werkstoffe*, Berlin, Springer (1962)
- [71Nob] Noble, B.; Thompson, G.E.: *Precipitation Characteristics of Aluminium-Lithium alloys*, Met Sci J **5** (1971) 114
- [72Nob] Noble, B.; Thompson, G.E.: *T₁ (Al₂CuLi) Precipitation in Aluminium-Copper-Lithium Alloys*, Metal Sci J **6** (1972) 167
- [73Tho] Thompson, G.E.; Noble, B.: *Precipitation Characteristics of Al-Li Alloys Containing Magnesium*, J Inst Met **101** (1973) 111
- [75Wil] Williams Jr, D.B.; Edington, J.W.: *The Precipitation of δ' (Al₃Li) in Dilute Aluminium-Lithium Alloys*, Met Sci **9** (1975) 529
- [76San] Sanders Jr, T.H.: *Development of an Al-Mg-Li Alloy*, Naval Air Development Center, N62269-74-C-0438, Final Report for Naval Air System Command (1976)
- [76Wil] Williams Jr, D.B.; Edington, J.W.: *The Discontinuous Precipitation Reaction in Dilute Al-Li Alloys*, Acta Met **24** (1976) 323
- [80San] Sanders Jr, T.H.; Ludwiczak, E.A.; Sawtell, R.R.: *The Fracture Behaviour of Recrystallized Al-2,8 % Li-0,3 % Mn Sheet*, Mat Sci Eng **43** (1980) 247
- [80Sank] Sankaran, K.K.; Grant, N.J.: *The Structure and Properties of Splat Quenched Aluminium alloy 2024 Containing Lithium Additions*, Mat Sci Eng **44** (1980) 213
- [81Gys] Gysler, A.; Crooks, R.; Starke Jr, R.A.: *Correlation between Microstructure and Mechanical Properties of Al-Li-X Alloy*, Proc. 7th Inter. Light Metals Congress, Leoben/Vienna (1981) 50
- [81Wil] Williams, D.B.: *Microstructural Characteristics of Al-Li Alloys*, Proc. Aluminium-Lithium Alloys 1st International, Stone Mountain, Georgia, Met. Soc. AIME (1981) 89
- [82Sta] Starke Jr, E.A.; S., L.F.: *The Influence of Grain Structure on the Ductility of the Al-Cu-Li-Mn-Cd Alloy 2020*, Met Trans **13A** (1982) 2259

- [84Wel] Welpmann, K.; Peters, M.; Sanders Jr, T.H.: *Aluminium-Lithium-Legierungen*, Aluminium **60** (1984) 735, 846
- [85Bal] Ball, M.D.; Lloyd, D.J.: *Particles Apparently Exhibiting 5-fold Symmetry in Al-Li-Cu-Mg Alloys*, Scripta Met **19** (1985) 1065
- [86Gay] Gayle, F.W.; Vander Sande, J.B.: *Al₃(Li,Zr) of δ' Phase in Al-Li-Zr System*, Proc. 3rd Inter. Conf. on Aluminium-Lithium Alloys, London, The Institute of Metals (1986) 376
- [87Lew] Lewis, R.E.; Sterne Jr, E.A.; al., e.: *Microstructure and Properties of Al-Li-Cu-Mg-Zr (8090) Heavy Section Forgings*, Proc. 4th Inter. Aluminium-Lithium Conference, Paris (1987) 643
- [87Sai] Sainfort, P.; Dubost, B.: *Co-Precipitation Hardening in Al-Li-Cu-Mg Alloys*, J de Physique C3 **48** (1987) 407
- [90Vel] Velten, B.; Calles, W.; Scharf, G.: *Gefüge und Festigkeitseigenschaften hochlithiumhaltiger Aluminiumlegierungen*, Metall **44** (1990) 41
- [91Bol] Bolfarini, C.; Sahn, P.R.: *Prozeßentwicklung des Feingießens von Al-Li-Legierungen sowie Untersuchungen ihrer gießtechnischen und mechanischen Eigenschaften*, Gießereiforschung **43** (1991) 74
- [91Dau] Dauphin, J.; Dunn, B.D.; Judd, M.D.; Levadou, F.: *Materials for Space Application*, Met Mater(7) (1991) 422
- [91Ren] Rendigs, K.H.: *Aluminium-Lithium-Werkstoffe vor dem Einsatz im Airbus*, Aluminium **67** (1991) 357
- [91Tak] Takeda, M.; Tanaka, H.; Yooshida, H.: *Electron Microscopy of Precipitation Al-Li-Cu 2090 Alloy*, Scripta Met et Mat **25** (1991) 89
- [92Buh] Buhl, H.: *Advanced Aerospace Materials*, Berlin, Springer (1992)
- [93Rom] Romhanji, E.; Milenkovic, V.; Drobnjak, D.: *Strain Hardening Anisotropy in a Highly Textured 8090 Al-Li Alloy*, Aluminium **69** (1993) 555
- [94Gar] Garrard, W.N.: *Corrosion Behaviour of Aluminium-Lithium Alloys*, Corrosion **50** (1994) 215
- [94Kal] Kalu, P.N.: *Texture and Recrystallization Characteristics in Weldalite X2095 Alloy Plates* in Advances in Hot Deformation and Microstructures Jonas, J. J.; Bieler, T. R.; Bowman, K. J., The Materials Society (1994)
- [94Wan] Wanhill, R.J.H.: *Status and Prospects for Aluminium-Lithium Alloys in Aircraft Structures*, Fatigue **16** (1994) 3

- [94Web] Webster, D.: *Aluminium-Lithium Alloys - The Next Generation*, Adv Mat Process(5) (1994) 18
- [94Zen] Zeng, X.-H.; Barlat, F.: *Effects of Texture Gradients on Yield Loci and Forming Limit Diagrams in Various Aluminium-Lithium Sheet Alloys*, Met Mat Trans A **25A** (1994) 2783
- [95Mur] Murakami, Y.: *Aluminium-Based Alloys in Materials Science and Technology 8 - Structure and Properties of Non Ferrous Alloys*, VCH (1995) 213
- [96Ahm] Ahmad, Z.; Abdul Aleem, B.J.: *Evaluation of Corrosion Behaviour of Al-Mg-Li Alloys in Seewater*, J Mat Eng Perform **5** (1996) 235
- [96Ayc] Ayciriex, M.D., et al.: *Positron and Transmission Electron Microscopy Study of Precipitation Phenomena in an Al-Li-Zr Alloy*, Phil Mag **73** (1996) 203
- [96Fie] Fielding, P.S.; Wolf, G.J.: *Aluminium-Lithium for Aerospace*, Adv Mat Process(10) (1996) 21
- [96Sed] Sedlacek, V.: *Development of Aluminium Alloys (Review)*, Metallic Mater **34** (1996) 69
- [96Zsc] Zschech, E.: *Metallkundliche Prozesse bei der Wärmebehandlung aushärtbarer Aluminiumlegierungen*, HTM **51** (1996) 137
- [97Len] Lenczowski, B.; Pfannenmüller, T.; Koch, U.: *Neue Aluminiumlegierungen für die Luftfahrt*, Aluminium **73** (1997) 350
- [97Wah] Waheed, A.; Lorimer, G.W.: *Pinning of Subgrain Boundaries by Al₃Zr Dispersoids during Annealing in Al-Li Commercial Alloy*, J Mat Sci Lett **16** (1997) 1643
- [98Hal] Hales, S.J.; Hafley, R.a.: *Texture and Anisotropy in Al-Li Alloy 2195 Plate and Near-Net-Shape Extrusions*, Mat Sci Eng A **257** (1998) 153
- [98Koh] Koh, H.J.; Kim, N.J.; Lee, S.; Lee, E.W.: *Superplastic Deformation Behaviour of a Rapidly Solidified Al-Li Alloy*, Mat Sci Eng A **256** (1998) 208
- [98Nob] Noble, B.; Bray, S.E.: *On the $\alpha(\text{Al})/\delta'(\text{Al}_3\text{Li})$ Metastable Solvus in Aluminium-Lithium Alloys*, Acta Mater **46** (1998) 6163
- [98Rio] Rioja, R.J.: *Fabrication Methods to Manufacture Isotropic Al-Li Alloys and Products for Space and Aerospace Applications*, Mat Sci Eng **A257** (1998) 100-107
- [98Sve] Sverdlin, A.: *Aluminium-Lithium alloys for Aerospace*, Adv Mat Process(6) (1998) 49

- [99Cho] Choi, S.-H.; Barlat, F.: *Prediction of Macroscopic Anisotropy in Rolled Aluminium-Lithium Sheet*, Scripta Mat **41** (1999) 981
- [99Lee] Lee, E.W., et al.: *The Effect of Off-Axis Thermomechanical Processing on the Mechanical Behaviour of Textured 2095 Al-Li Alloy*, Mat Sci Eng A **265** (1999) 100
- [99Nob] Noble, B.; Bray, S.E.: *Coarsening of the δ' Phase in Aluminium-Lithium Alloys*, Phil Mag A **79** (1999) 859
- [99Zhi] Zhilong, Z.; Lei, X.; Zheng, C.: *Contribution of T_1 Precipitates to Strength in Two Kinds of 2090 Al-Li Alloys*, Rare Met **18** (1999) 287
- [00Hei] Heinz, A., et al.: *Recent Development in Aluminium Alloys for Aerospace Application*, Mat Sci Eng A **280** (2000) 102
- [00Kas] Kashyap, B.P.; Chaturvedi, M.C.: *Strain Anisotropy in AA8090 Al-Li Alloy during High Temperature Deformation*, Mat Sci Eng A **281** (2000) 88
- [00Kob] Kobayashi, T.: *Strenght and Fracture of Aluminium Alloys*, Mat Sci Eng A **280** (2000) 8
- [00Spo] Spowage, A.: *Microstructural Stability of Alloys based on the Aluminium-Lithium System*, University of Nottingham, Nottingham, UK, Dissertation (2000)
- [00Yin] Yin, Z.; Pan, Q.; Zhang, Y.; Jiang, F.: *Effect on Minor Sc and Zr on the Microstructure and Mecanical Properties of Al-Mg based Alloys*, Mat Sci Eng A **280** (2000) 151
- [01Spo] Spowage, A., *persönliche Mitteilung* (2001)

Beispiel 2: Zweiphasiges RuAl

- [91Fle] Fleischer, R.L.; Field, R.D.; Briant, C.L.: *Mechanical Properties of High-Temperature Alloys of AlRu*, Metall Trans A **22** (1991) 403
- [93Fle] Freischer, R.L.; McKee, D.W.: *Mechanical and Oxidation Properties of AlRu-based High-Temperature Alloys*, Met Trans **24A** (1993) 759
- [96Fie] Field, D.P.; Wright, S.I.; Dingley, D.J.: *Multi-Phase Texture Analysis by Orientation Imaging Microscopy*, Proc. ICOTOM 11, Xi'an, China (1996) 94
- [97Fie] Field, D.P.: *Recent Advances in the Application of Orientation Imaging*, Ultramicroscopy **67** (1997) 1

- [97Mau] Maurer, M.: *Herstellung und Charakterisierung intermetallischer Elektrodenwerkstoffe*, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, Diplomarbeit (1997)
- [99Cze] Czerwinski, F.; Szpunar, J.A.: *Controlling the Surface Texture of Nickel for High Temperature Oxidation Inhibition*, *Corr Sci* **41** (1999) 729
- [99Ger] Gertsman, V.Y.; Lin, Y.P.; Zhilyaev, A.P.; Szpunar, J.A.: *Special Grain Boundaries in Zirconia Corrosion Films*, *Phil Mag A* **79** (1999) 1567
- [99Zho] Zhou, X., *et al.*: *Anodic Oxidation of an Al-2 wt% Cu Alloy: Effect of Grain Orientation*, *Corr Sci* **41** (1999) 1089
- [01Man] Manent Conesa, N.; Ilic, N.; Natter, H.; Soldera, F.; Mücklich, F.: *Metallographic Characterization of the Oxidation Protective Layer in RuAl base Intermetallics*, *Progress in Metallogr* **32**, Proc EuroMet 2000, Saarbrücken, Germany (2001) 155
- [02Ili] Ilic, N.; Rein, R.; Göken, M.; Kempf, M.; Soldera, F.; Mücklich, F.: *Properties of Eutectic Ru-Al Alloy Produced by Ingot Metallurgy*, submitted to *Mat Sci Eng* (2002)
- [02Sol] Soldera, F.; Ilic, N.; Brändstøm, S.; Manent Conesa, N.; Berrientos, I.; Gobran, H.; Mücklich, F.: *Influence of the Processing Technique and Microstructure on the Formation of Al₂O₃ Scales in RuAl near Stoichiometric Composition*, to be published (2002)

5.5 *EBSD an Keramiken*

- [66Bue] Buessem, W.R.; Cross, L.E.; Goswami, A.K.: *Phenomenological Theory of High Permittivity in Fine-Grained Barium Titanate*, *J Am Ceram Soc* **49** (1966) 33
- [76Pow] Powers, R.W.: *The Inter- and Intra-Granular Resistivity of b-Alumina in Superionic Conductors* Mahan, G. D. ;Roth, W. L., New York, Plenum Publishing Corp. (1976) 351
- [77Pay] Payer, B.; Jahn, J.: *New Metallographic Method for Preparing Ceramic Specimens*, *Prakt Metallogr* **14** (1977) 630
- [78May] May, G.J.: *The Development of b-Alumina for Use in Electrochemical Cells: A Survey*, *J Power Sources* **3** (1978) 1
- [80Poh] Pohl, M.; Burchard, W.-G.: *Ion Etching in Metallography, Review*, *Scanning* **3** (1980) 251

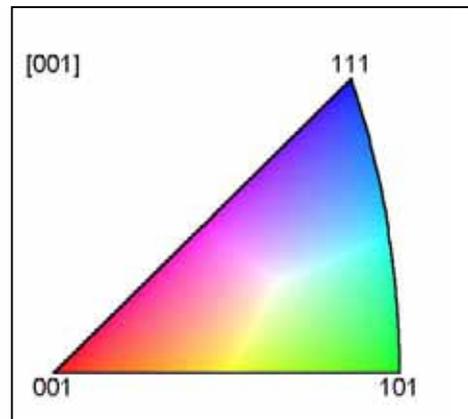
- [81Del] Dell, R.M.; Moseley, P.T.: *b-Alumina Electrolyte for Use in Sodium/Sulphur Batteries, Part 1. Fundamental Properties*, J Power Sources **6** (1981) 143
- [81Els] Ellsner, G.; Petzow, G.: *Modern Ceramographic Preparation and Etching Methods For Incident Light and Scanning Electron Microscopy*, Microstr Sci **9** (1981) 83
- [82Dell] Dell, R.M.; Moseley, P.T.: *b-Alumina Electrolyte for Use in Sodium/Sulphur Batteries, Part 2. Manufacture and Use*, J Power Sources **7** (1981/82) 45
- [83Can] Cannon, W.R.; Langdon, T.G.: *Review Creep of Ceramics. Part 1. Mechanical Characteristics*, J Mater Sci **18** (1983) 1
- [82Smi] Smith, A.P.: *Polishing Hard Materials*, Cer Bull **62** (1983) 886
- [84Sin] Singh, R.N.: *Chemical Polishing Behaviour of Sodium b''-Alumina Electrolytes*, J Am Cer Soc **67** (1984) 696
- [85Arl] Arlt, G.; Hennings, D.; deWith, G.: *Dielectric Properties of Fine-Grained Barium Titanate Ceramics*, J Appl Phys **58** (1985) 1619
- [86Sco] Scott, C.; Hill, S.; Hosmer, K.: *Alumina Microstructural Sample Preparation Using a Borate Glaze*, J Am Ceram Soc **69** (1986) C-54
- [91Lay] Lay, L.A.: *Metallographic procedures for Advanced Ceramics*, Microsc Metallogr (1991) 543
- [91Ma] Ma, Y.; Bowman, K.J.: *Texture in Hot-Pressed of Forged Alumina*, J Am Ceram Soc **74** (1991) 2941
- [91Sol] Solmon, H.; Chaumont, J.; Dolin, C.; Monty, C.: *Zr, Y und O Self Diffusion in $Zr_{1-x}Y_xO_{2-x/2}$ ($x=0,17$)*, Ceram Trans **24** (1991) 175
- [92Lee] Lee, F.; Bowman, K.: *Texture and Anisotropy in Silicon Nitride*, J Am Ceram Soc **75** (1992) 1748
- [93Aja] Ajayi, O.O.; Lee, R.H.; Cook, R.E.: *Plasma Etching of Structural Ceramics for Microstructural Analysis*, Mat Sci Eng A **169** (1993) L5
- [93Cab] Caboche, G.; Chaput, F.; Boilot, J.P.; Niepce, J.P.: *Titanate de Baryum à Grains Fins pour Application Diélectrique*, Silicates Industriels (1993) 103
- [93Str] Stremmsdoerfer, G.; Queau, E.; Martin, J.R.: *Formation Mechanism of Colloidal Pd-Sn Solutions*, Proc. 184th Meeting of Electrochem. Soc., New Orleans, Louisiana (1993) 844
- [94Bad] Badwal, S.P.S.: *Ceramic Superionic Conductors in Materials Science and Technology* **11**, ed(s) Swain, M. V., Weinheim, VCH (1994) 567

- [94Cia] Ciacchi, F.T.; Crane, K.M.; Badwal, S.P.S.: *Evaluation of Commercial Zirconia Powders for Solid Oxide Fuel Cells*, Solid State Ionics **73** (1994) 49
- [94Her] Herrmann, U., et al.: *Characterization of the Microstructure of Anisotropic Si₃N₄-Materials*, Prakt Metallogr **31** (1994) 571
- [94Schm] Schmidt, P.F.: *Praxis der Elektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse*, Expert Verlag (1994)
- [95Car] Carle, V., et al.: *Ceramography of High Performance Ceramics - Description of Materials, Preparation, Etching Techniques and Description of Microstructures - Part VIII: Aluminium Oxide (Al₂O₃)*, Prakt Metallogr **32** (1995) 54
- [95Str] Stremsoerfer, G.; Krafft, J.-M.; Queau, E.; Martin, J.-R.: *"Wet Technique" Metal Deposition for SEM Observation*, Microsc Microanal Microstruct **6** (1995) 393
- [96Bla] Blank, S.: *Quantitative Charakterisierung von Sintergefügen und Korrelation mit Herstellbedingungen und Eigenschaften*, Universität Stuttgart, Stuttgart, Dissertation (1996)
- [96Gla] Glass, S.J., et al.: *Characterization of Microstructure and Crack Propagation in Alumina Using Orientation Imaging Microscopy (OIM)*, Proc. Ceramic Microstructures '96 (1996)
- [96Hay] Hayashi, K.; Yamamoto, T.; Sakuma, T.: *Grain Orientation Dependence of the PTCR Effect in Niobium-Doped Barium Titanate*, J Am Ceram Soc **79** (1996) 1669
- [96McK] McKernan, S.; Mansfield, J.F.: *A Survey of Detector Options for the "Leaky-Vacuum" SEM*, Microsc Microanal **2** (suppl. 2) (1996) 832
- [96aRan] Randle, V.: *The Role of the Coincidence Site Lattice in Grain Boundary Engineering*, London, The Institute of Materials (1996)
- [96Schw] Schwarzer, R., *persönliche Mitteilung* (1996)
- [96Str] Stremsoerfer, G.; Krafft, J.M.; Queau, E.; Martin, J.R.: *A Liquid Process for Preparing Non-Conductive Surfaces for SEM*, Europ Microsc Anal (1996) 5
- [96Suz] Suzuki, Y.: *Activation Energy for Electrical Conduction of Y₂O₃-stabilized Zirconia Containing 8 mol% Y₂O₃*, Solid State Ionics **91** (1996) 239
- [97Fie] Field, D.P.: *Recent Advances in the Application of Orientation Imaging, Ultramicroscopy* **67** (1997) 1

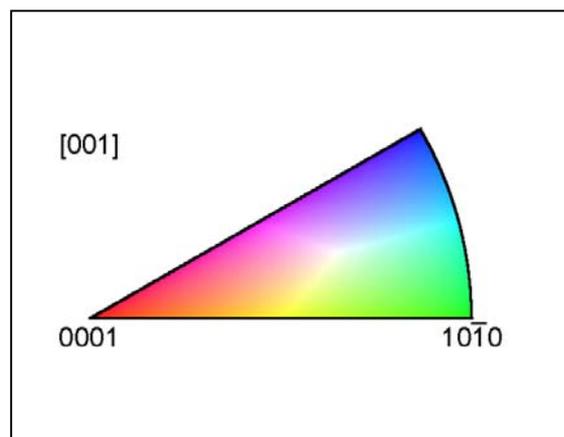
- [97Kil] Kilo, M., *et al.*: *Zirconium and Calcium Tracer Diffusion in Stabilized Cubic Zirconia*, *Ber Bunsenges Phys Chem* **101** (1997) 1361
- [97Ree] Reetz, C., *persönliche Mitteilung* (1997)
- [98Bau] Bauer, F., *persönliche Mitteilung* (1998)
- [98Cho] Cho, J.; Chan, H.M.; Harmer, M.P.; Rickman, J.M.: *Influence of Yttrium Doping on Grain Misorientation in Aluminium Oxide*, *J Am Ceram Soc* **81** (1998) 3001
- [98Kon] Kondo, N.; Sato, E.; Wakai, F.: *Geometrical Microstructural Development in Superplastic Silicon Nitride with Rod-Shaped Grains*, *J Am Ceram Soc* **81** (1998) 3221
- [98Mul] Mulvihill, M.L.; Gulgun, M.A.; Bischoff, E.; Ruhle, M.: *Orientation Imaging Microscopy of α -Alumina: Sample Preparation and Texture Analysis*, *Z Metallkde* **89** (1998) 546
- [98Obe] Obenaus, P.; Bauer, F.: *Messung der Kristallorientierung an Keramikwerkstoffen*, *Proc. OPAL / EBSD Seminar, Dresden* (1998)
- [98Schn] Schneider, G., *persönliche Mitteilung* (1998)
- [98Täf] Täffner, U.: *Keramographie - ein spannendes materialographisches Thema*, *Structure* **33** (1998) 3
- [98Tri] Trippel, B., *et al.*: *The Ceramography of High Performance Ceramics. Part XI: Beta-Aluminates - Description of Materials, Preparation, Etching Techniques and Description of Microstructures*, *Prakt Metallogr* **35** (1998) 646
- [99Ble] Blendell, J.E.; Vaudin, M.D.; Fuller Jr., E.R.: *Determination of Texture from Individual Grain Orientation Measurements*, *J Am Ceram Soc* **82** (1999) 3217
- [99Du] Du, X.H., *et al.*: *Crystal orientation dependence of piezoelectric properties of single crystal barium titanate*, *Materials Letters* **40** (1999) 109-113
- [99Joh] Johnson, M.T.; Barry Carter, C.; Michael, J.: *SEM Analysis of Oxide Thin Films and Reactions*, *J Am Ceram Soc* **82** (1999) 1644
- [99aKon] Kondo, N.: *Superplastic Deformation and Formation of Anisotropic Microstructure in Silicon Nitrides*, Nagoya, Japan, Dissertation (1999)
- [99Kon] Kondo, N.; Ohji, T.; Sato, E.; Wakai, F.: *Microstructures and Mechanical Properties of Anisotropic Silicon Nitride Produced by Superplastic Deformation*, *Key Eng Mat* **161-163** (1999) 555

- [99Li] Li, C., Chen, Z.; Cui, D.; Zhou, Y.; Lu, H.: *Phase Transition Behaviour of BaTiO₃ Thin Films using High-Temperature X-ray Diffraction*, J Appl Phys **86** (1999) 4555
- [99Müc] Mücklich, F., *et al.*: *Stereological Analysis of Grain Size and Grain Shape Applied to Silicon Nitride Ceramics*, Z Metallkde **90** (1999) 8
- [99Say] Saylor, D.M.; Rohrer, G.S.: *Measuring the Influence of Grain-Boundary Misorientation on Thermal Groove Geometry in Ceramic Polycrystals*, J Am Ceram Soc **82** (1999) 1529
- [99Tua] Tuan, W.H.; Lin, S.K.: *The microstructure-mechanical properties relationships of BaTiO₃*, Ceramics International **25** (1999) 35-40
- [99aTzi] Tzing, W.H.; Tuan, W.H.: *Effect of NiO addition on the sintering and grain growth behaviour of BaTiO₃*, Ceramics International **25** (1999) 69-75
- [99Tzi] Tzing, W.H.; Tuan, W.H.; Lin, H.L.: *The effect of microstructure on the electrical properties of NiO-doped BaTiO₃*, Ceramics International **25** (1999) 425-430
- [99Voi] Voisard, C.; Damjanovic, D.; Setter, N.: *Electrical conductivity of strontium bismuth titanate under controlled oxygen partial pressure*, Journal of the European Ceramic Society **19** (1999) 1251-1254
- [99Yas] Yasutomi, Y.; Sakaida, Y.; Hiramatsu, K.: *Study of Crystallographic Orientation of Ceramics by EBSD Analyses*, Proc. 9th Cimtec-World Ceramics Congress, Techna Srl. (1999) 233
- [00Bec] Beck, H.P., *persönliche Mitteilung* (2000)
- [00Far] Farrer, J.K.; Michael, J.R.; Barry Carter, C.: *EBSD of Ceramic Materials in Electron Backscatter Diffraction in Materials Science* Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L., New York, Kluwer Academics (2000) 299
- [00Lak] Lakki, A., *et al.*: *Mechanical Loss, Creep, Diffusion and Ionic Conductivity of ZrO₂-8 mol% Y₂O₃ Polycrystals*, J Europ Cer Soc **20** (2000) 285
- [00bLee] Lee, B.K.; Chung, S.Y.; Kang, S.J.L.: *Grain boundary faceting and abnormal grain growth in BaTiO₃*, Acta Materialia **48** (2000) 1575-1580
- [00cLee] Lee, H.Y.; Kim, J.S.; Hwang, N.M.; Kim, D.Y.: *Effect of sintering temperature on the secondary abnormal grain growth of BaTiO₃*, Journal of the European Ceramic Society **20** (2000) 731-737

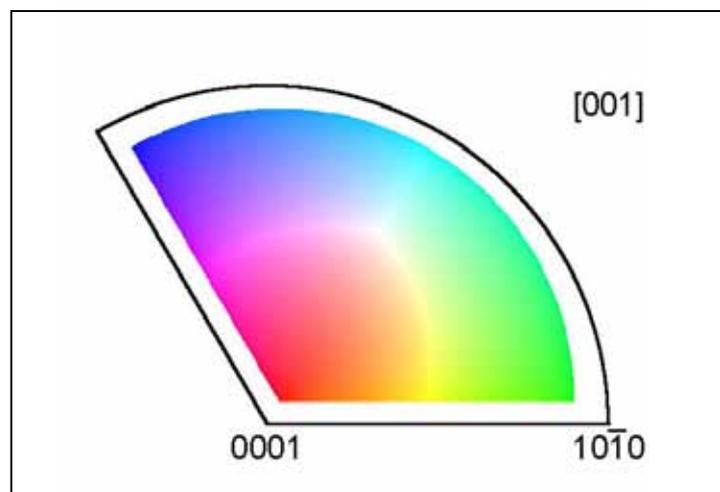
- [00Lee] Lee, H.Y.; Kim, J.S.; Kang, S.J.L.: *Diffusion induced grain-boundary migration and enhanced grain growth in BaTiO₃*, *Interface Science* **8** (2000) 223-229
- [00aLee] Lee, H.Y.; Kim, J.S.; Kim, D.Y.: *Fabrication of BaTiO₃ single crystals using secondary abnormal grain growth*, *Journal of the European Ceramic Society* **20** (2000) 1595-1597
- [00Ohs] Ohser, J.; Mücklich, F.: *Statistical Analysis of Microstructures in Materials Science*, Chichester, John Wiley & Sons (2000)
- [00Say] Saylor, D.M.; Morawiec, A.; Adams, B.L.; Rohrer, G.S.: *Misorientation Dependence of the Grain Boundary Energy in Magnesia*, *Interface Science* (2000)
- [00Schm] Schmitz-Stöve, S., *persönliche Mitteilung* (2000)

Inverse Polfiguren der [001]-Richtung für verschiedene Kristallsymmetrien**Einheitsdreieck, Farbkodierung genutzt in Orientierungsgefügekarten**

kubisch



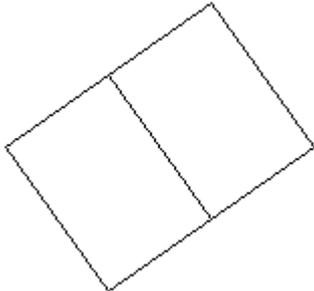
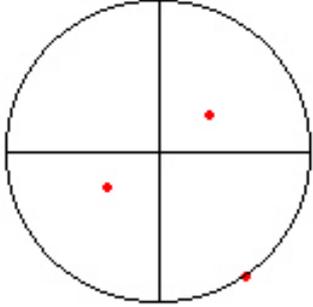
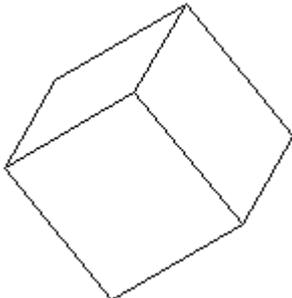
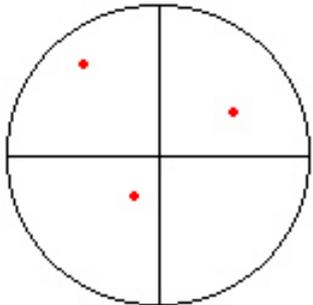
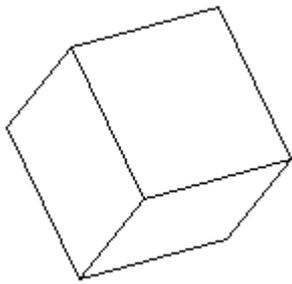
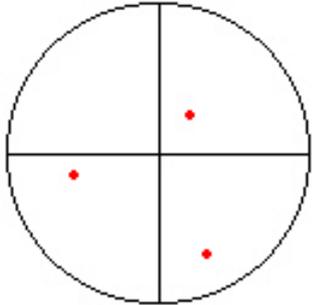
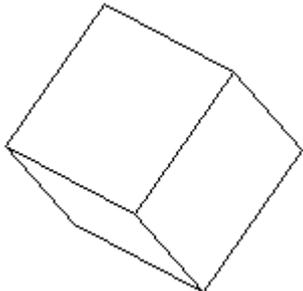
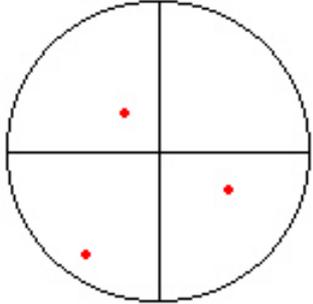
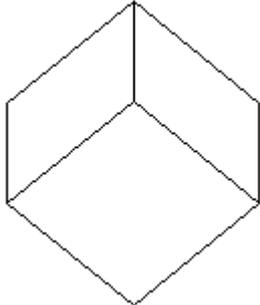
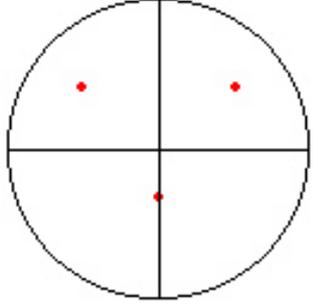
hexagonal



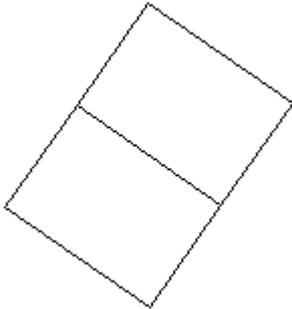
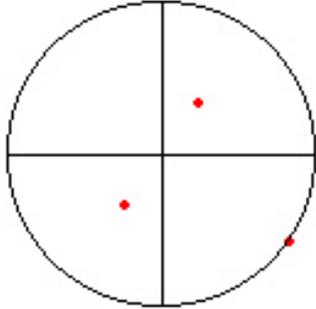
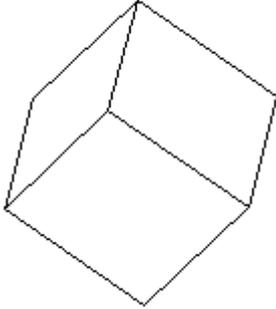
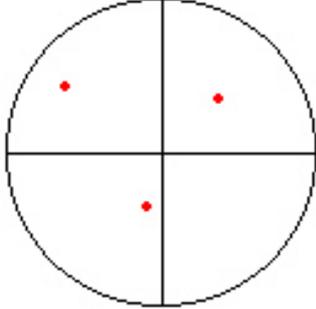
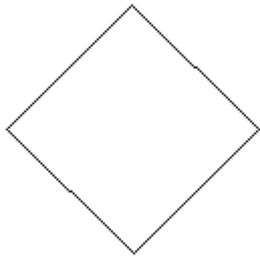
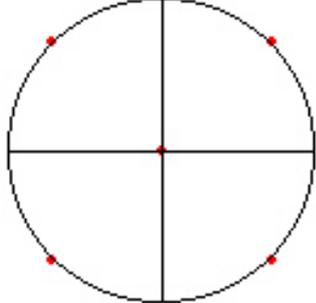
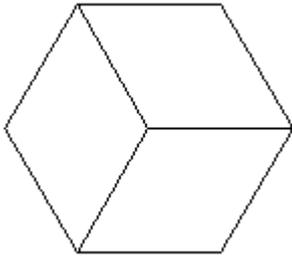
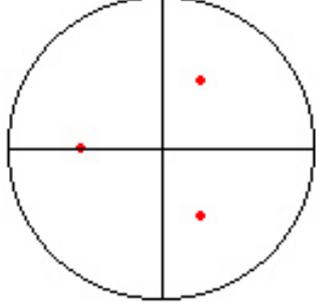
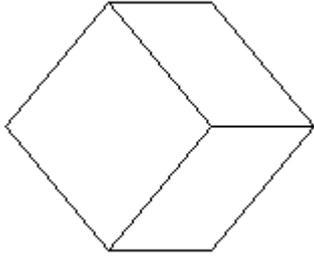
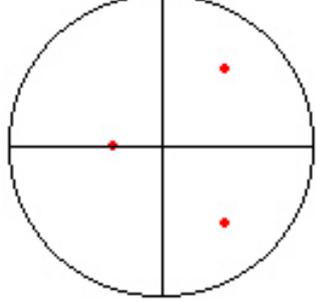
trigonal

Visualisierung typischer Texturkomponenten in Aluminium-Legierungen

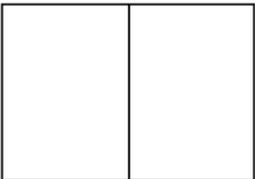
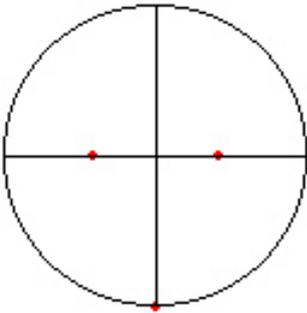
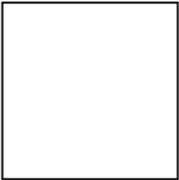
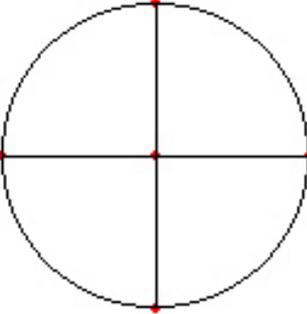
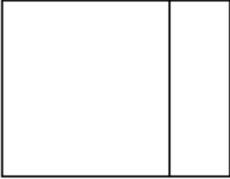
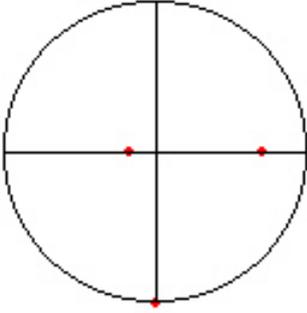
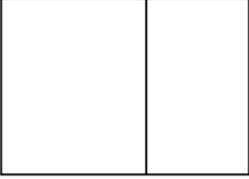
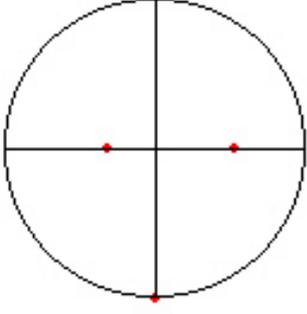
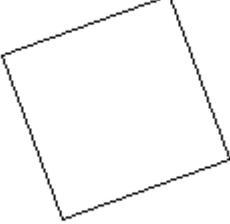
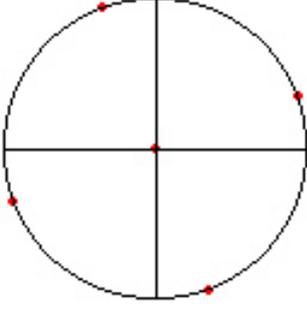
Verformung

Bs	$\{011\}\langle 211\rangle$ (35,45,0)		
S	$\{123\}\langle 634\rangle$ (60,35,65)		
S ₁ '	$\{123\}\langle 412\rangle$ (15,60,20)		
S ₂ '	$\{146\}\langle 211\rangle$ (55,80,35)		
Cu	$\{112\}\langle 111\rangle$ (90,35,45)		

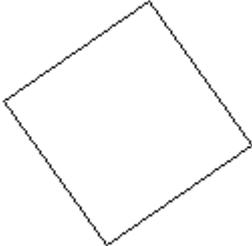
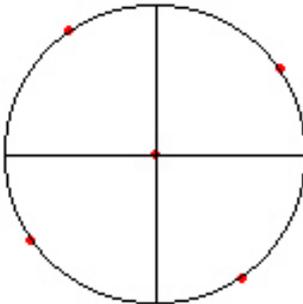
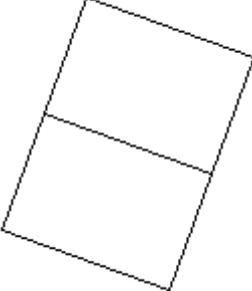
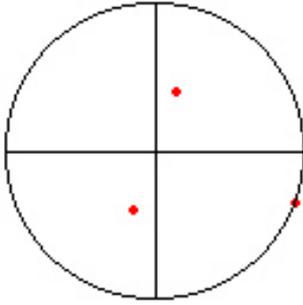
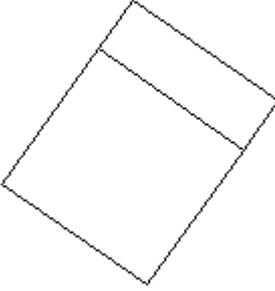
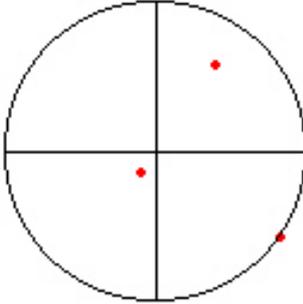
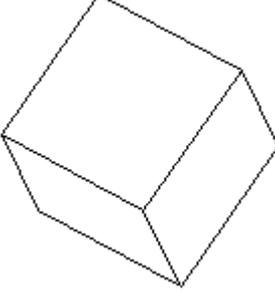
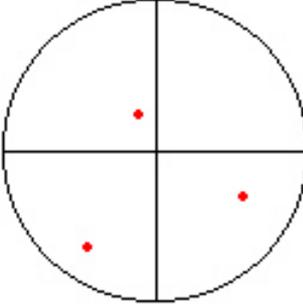
Verformung

Ex ₁	$\{011\}\langle 111\rangle$ (55,45,0)		
Ex ₂	$\{123\}\langle 111\rangle$ (75,40,65)		
Shear ₁	$\{001\}\langle 110\rangle$ (45,0,0)		
Shear ₂	$\{111\}\langle 110\rangle$ (0,55,45)		
Shear ₃	$\{112\}\langle 110\rangle$ (0,35,45)		

Rekristallisation

Goss	$\{011\}\langle 100 \rangle$ (0,45,0)		
Cube	$\{001\}\langle 100 \rangle$ (0,0,0)		
RC _{RD1}	$\{013\}\langle 100 \rangle$ (0,20,0)		
RC _{RD2}	$\{023\}\langle 100 \rangle$ (0,35,0)		
RC _{ND1}	$\{001\}\langle 310 \rangle$ (20,0,0)		

Rekristallisation

RC _{ND2}	$\{001\}\langle 320\rangle$ $(35,0,0)$		
P	$\{011\}\langle 122\rangle$ $(70,45,0)$		
Q	$\{013\}\langle 231\rangle$ $(55,20,0)$		
R	$\{124\}\langle 211\rangle$ $(55,75,25)$		
B _{SRX}	$\{113\}\langle 211\rangle$ $(75,25,45)$	