

Masterarbeit

**Hochauflösende Messmethoden zur  
Charakterisierung von Stahl im  
Rasterelektronenmikroskop**

**High-resolution measurement methods for  
the characterization of steel in a scanning  
electron microscope**

angefertigt von

**Paul Rübsamen-von Döhren**

Georg-August Universität Göttingen

**Bearbeitungszeit:** 01.12.2019 bis 27.07.2020

**Erstgutachter:** Dr. Helmut Klein

**Zweitgutachterin:** Dr. Christine Borchers

**Betreuer:** Dr. Marco Witte

**Abgabedatum:** 27.07.2020



---

## Abstrakt

Durch transmissions Elektronenrückstreubeugung (t-EBSD) können Nanopartikel, Nanodrähte und dünne Schichten mit Größen von bis zu 10 µm im Rasterelektronenmikroskop (SEM) kristallographisch charakterisiert werden [1]. Auch an Stählen ließen sich Ausscheidungen von Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> bis zu einer Größe von 30 nm Durchmessern mit t-EBSD innerhalb einer martensitischen Matrix darstellen [2].

In dieser Arbeit wurde die t-EBSD als Methode zur Charakterisierung von mikrolegierten Stählen am SEM getestet. Zu diesem Zweck wurden die Phasen verschiedener Stahlproben mit Röntgenbeugung (XRD), Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) und transmissions Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (t-EDX) untersucht und anschließend Elektronenrückstreubeugung (EBSD)- und t-EBSD -Messungen an den Proben durchgeführt.

Für die Messung in Transmission wurden mehrere Proben mit Focused Ion Beam (FIB) und wenige mit Prescision Ion Polishing System (PIPS) präpariert. Durch die t-EBSD-Messungen konnte Ferrit an den Proben identifiziert und die Orientierung von Kristalliten in den Proben bestimmt werden. Dabei wurde die Indizierungsrate der Kikuchi-Pattern von der Probendicke beeinflusst. Auch tritt eine Änderung der berechneten Orientierung mit der Probendicke auf. Eine Charakterisierung von Ausscheidungen in den Stahlproben gelang nicht.

## Abstract

t-EBSD enables the determination of crystallographic characteristics of nanoparticles, nanowires and thin films with dimensions down to 10 nm using SEM . Using t-EBSD precipitates of Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> with sizes around 30 nm could also be represented within a martensitic steel [2].

In this work t-EBSD was tested as a method for the characterization of microalloyed steels in a SEM. For this purpose, the phases of various steel samples were examined with XRD, Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) and transmissions Energiedispersiv Röntgenspektroskopie (t-EDX) and then EBSD and t-EBSD measurements were carried out on the samples.

For the measurement in transmission, several samples were prepared with FIB and a few with PIPS. The t-EBSD measurements enabled ferrite to be identified on the samples and the orientation of crystallites in the samples to be determined. The sample thickness correlates with the indexing rate of the Kikuchi patterns. There is also a change in the calculated orientation with the sample thickness. A precipitation characterization in the steel samples was not successful.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Theoretische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1. Stahl . . . . .	3
2.1.1. Phasen . . . . .	3
2.1.2. Stahlerzeugung . . . . .	5
2.1.3. Einfluss ausgewählter Legierungsbestandteile . . . . .	6
2.1.4. Mikrolegierte Stähle . . . . .	7
2.1.5. Ausscheidungshärtung . . . . .	8
2.2. Röntgenbeugung . . . . .	10
2.3. Kristallographische Textur . . . . .	11
2.3.1. Bestimmung der ODF . . . . .	12
2.4. Rasterelektronenmikroskopie . . . . .	13
2.5. Elektronenstreuung . . . . .	15
2.5.1. Inelastische Streuung . . . . .	16
2.5.2. Elastische Streuung . . . . .	16
2.5.3. Kikuchi-Streuung . . . . .	16
2.6. Abbildungsmechanismen im Rasterelektronenmikroskop . . . . .	19
2.6.1. Orientierungsabbildung am SEM . . . . .	19
2.6.2. Elektronenrückstreubeugung . . . . .	19
2.7. Stand der Technik . . . . .	21
2.7.1. Transmissions Elektronenrückstreubeugung . . . . .	21
<b>3. Material und Methoden</b>	<b>25</b>
3.1. Geräte . . . . .	25
3.1.1. SEM . . . . .	25
3.1.2. FIB . . . . .	25
3.1.3. PIPS . . . . .	25
3.1.4. Röntgengoniometer . . . . .	25
3.2. Elektronenrückstreubeugung . . . . .	26
3.2.1. Probenpräparation . . . . .	26
3.2.2. Messung . . . . .	27
3.2.3. Auswertung . . . . .	27
3.3. Transmissions Elektronenrückstreubeugung . . . . .	27
3.3.1. Probenpräparation . . . . .	28
3.3.2. Aufbau . . . . .	29
3.3.3. Messung . . . . .	31
3.4. Energiedispersiv Röntgenspektroskopie . . . . .	31
3.5. Röntgenbeugung . . . . .	31
3.6. Verwendete Proben . . . . .	32
3.6.1. Bainitisches Warmband . . . . .	33
3.6.2. Proben L . . . . .	33

<b>4. Ergebnisse</b>	<b>35</b>
4.1. Veränderungen über die Blechdicke . . . . .	35
4.2. Röntgenbeugung . . . . .	36
4.2.1. Bainitisches Warmband . . . . .	36
4.2.2. Proben L . . . . .	40
4.3. Elektronenrückstreubeugung . . . . .	40
4.4. Energiedispersive Röntgenspektroskopie . . . . .	42
4.4.1. EDX an Blechen . . . . .	42
4.4.2. t-EDX an TEM-Grids . . . . .	44
4.4.3. t-EDX an Lamellen . . . . .	44
4.5. Transmissions Elektronenrückstreubeugung . . . . .	47
<b>5. Diskussion</b>	<b>53</b>
5.1. Phaseninformationen . . . . .	53
5.1.1. Phasen der Ausscheidungen . . . . .	53
5.1.2. Mit EBSD und t-EBSD identifizierte Phasen. . . . .	54
5.2. Vergleich der Orientierungen . . . . .	54
5.3. Indizierung der Kikuchi-Pattern . . . . .	55
5.3.1. Einflüsse auf die Image Quality von t-EBSD . . . . .	55
5.3.2. Ausleuchtung des Detektors . . . . .	56
5.4. Einfluss der Probenpräparation . . . . .	57
5.4.1. Focused Ion Beam . . . . .	57
5.4.2. PIPS . . . . .	57
5.5. Weiterführende Beobachtungen . . . . .	58
5.5.1. Kalibrierung bei kleinerem Arbeitsabstand . . . . .	58
5.5.2. Aufnahme des Hintergrunds vor t-EBSD Messungen . . . . .	58
5.5.3. Einfluss der thermischen Drift . . . . .	58
5.6. Effekt auf die Zielsetzung . . . . .	59
<b>6. Zusammenfassung</b>	<b>61</b>
<b>7. Ausblick</b>	<b>63</b>
7.1. Optimierung der t-EBSD Messungen . . . . .	63
7.1.1. Optimierung der Probenpräparation . . . . .	63
7.1.2. Optimierung des EBSD-Systems und Messaufbaus . . . . .	64
7.1.3. Optimierung durch Musterproben . . . . .	64
7.2. Einfluss der Probendicke . . . . .	64
<b>8. Literatur</b>	<b>67</b>
<b>Anhang</b>	<b>XV</b>
A. Probenpräparation mit Focused Ion Beam . . . . .	XV
B. SEM-Bilder der Transmissionsproben . . . . .	XX
C. 2 Θ-Scans . . . . .	XXII

## INHALTSVERZEICHNIS

---

D.	Polfiguren und Orientierungsverteilungsfunktionen . . . . .	XXIX
D.1.	Röntgenographisch . . . . .	XXIX
D.2.	Aus Elektronenrückstreubeugung . . . . .	XXXIII
E.	EBSD-Aufnahmen . . . . .	XXXV
F.	EDX- und t-EDX-Spektren . . . . .	XLV
F.1.	Probenbleche . . . . .	XLV
F.2.	gelöste Ausscheidungen . . . . .	XLVII
F.3.	Lamellen . . . . .	XLIX
G.	t-EBSD-Aufnahmen . . . . .	LIV

---

## **Abkürzungsverzeichnis**

<b>bcc</b>	kubisch raumzentriert (englisch: body centered cubic)
<b>CBS</b>	Circular Backscatter Detector (englisch)
<b>EBSD</b>	Elektronenrückstreubeugung
<b>ECCI</b>	Electron Channeling Contrast Imaging
<b>eCHORD</b>	Electron Channeling Orientation Determination
<b>EDX</b>	Energiedispersiv Röntgenspektroskopie
<b>EFSD</b>	Electron Forward Scattering Diffraction
<b>EKD</b>	Eisen-Kohlenstoff-Diagramm
<b>ETD</b>	Everhart-Thornley-Detektor
<b>fcc</b>	kubisch flächenzentriert (englisch: face centered cubic)
<b>FIB</b>	Focused Ion Beam
<b>GZG</b>	Geowissenschaftliches Zentrum Göttingen
<b>ICDD</b>	International Centre for Diffraction Data
<b>IMP</b>	Institut für Materialphysik
<b>IQ</b>	Image Quality
<b>MC</b>	Monte-Carlo
<b>ODF</b>	Orientierungsverteilungsfunktion
<b>PIPS</b>	Precision Ion Polishing System
<b>RE</b>	rückgestreute Elektronen (englisch: backscattered electrons (BSE))
<b>REM</b>	Rasterelektronenmikroskopie
<b>SE</b>	Sekundärelektronen (englisch: secondary electron)
<b>SEM</b>	Rasterelektronenmikroskop (englisch: scanning electron microscope)
<b>STEM</b>	Raster-Transmissionselektronenmikroskop
<b>SZMF</b>	Salzgitter Mannesmann Forschung GmbH
<b>t-EBSD</b>	transmissions Elektronenrückstreubeugung
<b>t-EDX</b>	transmissions Energiedispersiv Röntgenspektroskopie
<b>TEM</b>	Transmissionselektronenmikroskop
<b>TKD</b>	Transmission Kikuchi-Diffraction

## ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS

---

<b>WD</b>	Arbeitsabstand (englisch: working distance)
<b>XRD</b>	Röntgenbeugung (englisch: X-ray diffraction)
<b>Z</b>	Ordnungszahl
<b>ZTU</b>	Zeit-Temperatur-Umwandlung

---

## **Tabellenverzeichnis**

2.1.	Carbidbildner, die Sondercarbide bilden. . . . .	7
3.1.	Übersicht der verwendeten Proben und ihrer Prozessparameter . . . . .	32
3.2.	Präparation der Proben . . . . .	32
3.3.	Übersicht über den Prozess der Proben L und der in Synchrotron-messungen nachgewiesenen Phasen. . . . .	33
4.1.	Reflexpositionen aus $2\Theta$ -Scans an Proben A, 1 und 2 . . . . .	37
4.2.	Peakpositionen der Messungen an Probe A_fl. . . . .	39
4.3.	Peakpositionen der Messungen an Probe 2_fl. . . . .	39
4.4.	Mit X'pert Highscore identifizierte mögliche Phasen der Ausschei-dungen. . . . .	40
4.5.	Peakpositionen der Messungen an Proben L . . . . .	40
4.6.	Elementanalyse mit EDX an Probe 2. . . . .	43
4.7.	Überblick der EDX-Messungen an Lamelle 1 von Probe 1. . . . .	46
4.8.	Überblick der EDX-Messungen an Lamelle 1 von Probe 2. . . . .	46

## **Abbildungsverzeichnis**

2.1.	Eisen-Kohlenstoff-Diagramm . . . . .	4
2.2.	ZTU-Diagramm eines eutektoiden Stahls. . . . .	4
2.3.	Einfluss von Legierungselementen auf die Zugfestigkeit und Um-wandlungstemperatur. . . . .	8
2.4.	Aushärtungsmodell nach Orowan . . . . .	9
2.5.	Aushärtungsmodell nach Kelly und Fine . . . . .	10
2.6.	Kristallite im Probenkoordinatensystem. . . . .	11
2.7.	Darstellungsmöglichkeiten der Orientierung g. . . . .	12
2.8.	Schematischer Aufbau eines SEM . . . . .	14
2.9.	Schematische Darstellung des Interaktionsvolumens . . . . .	15
2.10.	Schematische Darstellung von Streuvorgängen . . . . .	15
2.11.	Bildung von Kikuchi-Pattern in Transmissionsgeometrie. . . . .	18
2.12.	Schematischer Aufbau für Kikuchi-Streuung im SEM. . . . .	18
2.13.	Schematischer Aufbau für t-EBSD Messungen. . . . .	21
2.14.	MC-Simulation der Strahlauflaufweitung in Aluminiumproben . . . .	22
2.15.	Einfluss von Arbeitsabstand und Kippwinkel auf t-EBSD -Pattern	23
3.1.	Technische Zeichnung des Transmissionsprobenhalters . . . . .	26
3.2.	Schematischer Aufbau einer Ionenstrahlätzte. . . . .	28
3.3.	Am am SEM des IMP verwendeter Transmissionsprobenhalter. .	30
3.4.	Messaufbau für t-EBSD-Messungen am SEM des IMP. . . . .	30
4.1.	SEM-Bilder mit dem CBS an mikrolegiertem Warmband . . . . .	35
4.2.	$2\Theta$ -Scan von Probe A . . . . .	37
4.3.	Mit XRD gemessene Polfiguren von Probe A. . . . .	37

4.4.	Nach dem Bungeverfahren berechnete Polfiguren von Probe A . . . . .	38
4.5.	Nach dem Bungeverfahren berechnete Polfiguren von Probe 1 . . . . .	38
4.6.	Nach dem Bungeverfahren berechnete Polfiguren von Probe 2 . . . . .	38
4.7.	Inverse Polfigur . . . . .	41
4.8.	Polfiguren von Probe A aus EBSD-Messungen . . . . .	42
4.9.	SEM-Bild an Probe 2 mit markierter EDX Messposition . . . . .	43
4.10.	Lamelle 1 von Probe 1 mit markierten EDX Messpositionen . . . . .	45
4.11.	EDX-Spektren von a) Position 2 b) Position 8 aus Abbildung 4.10	45
4.12.	Phase-map der t-EBSD-Messung an Lamelle 2 von Probe A . . . . .	47
4.13.	Phase-map der t-EBSD-Messung an Lamelle 1 von Probe 1 . . . . .	48
4.14.	Patterqualität in Abhängigkeit von der Messposition auf der Lamelle . . . . .	49
4.15.	Polfiguren aus t-EBSD-Messungen . . . . .	50
4.16.	Orientation-map des Ferrits aus der Lamelle von Probe L 31 . . . . .	51
4.17.	Kikuchi-Pattern aus dem Linescan an Probe L 31 bei 15 kV . . . . .	52
4.18.	t-EBSD Linescans an der Lamelle von Probe L 31 . . . . .	52
A.1.	Auf die Probe aufgebrachte „Elektronenschicht“ als Fundament für die Platinschicht . . . . .	XV
A.2.	Auf der Probe deponierte Platinschicht . . . . .	XV
A.3.	Durch Galliumionen entsteht eine (ungleichmäßige) Vertiefung in der Probenoberfläche . . . . .	XVI
A.4.	Die Galliumionen haben eine Seite der Lamelle freigelegt . . . . .	XVI
A.5.	Die beidseitig freigelegte Lamelle . . . . .	XVII
A.6.	Freigelegte Lamelle, bis auf eine Verbindung an der rechten Seite durch einen Schnitt von der Probe getrennt . . . . .	XVII
A.7.	Die beidseitig freigelegte Lamelle mit Schnitt in einer Ansicht von oben . . . . .	XVIII
A.8.	Die Lamelle wird zum Transport mit einer Nadel verbunden. Die Verbindung erfolgt mit deponiertem Platin . . . . .	XVIII
A.9.	Die mit Platin an einem Probenhalter angebrachte Lamelle . . . . .	XIX
B.1.	Lamellen von Probe A . . . . .	XX
B.2.	Lamellen von Proben 1, 2 und L 31 . . . . .	XXI
B.3.	Mit PIPS präparierte Probe A . . . . .	XXI
C.1.	2 $\Theta$ -Scan Probe 1 (gemessen mit Co-Strahlung) . . . . .	XXII
C.2.	2 $\Theta$ -Scan Probe 2 (Co) . . . . .	XXII
C.3.	2 $\Theta$ -Scan Probe A_fl, (Cr) . . . . .	XXIII
C.4.	2 $\Theta$ -Scan Probe A_fl, bei einer Kippung von Chi um 5° (Cr) . . . . .	XXIII
C.5.	2 $\Theta$ -Scan Probe 2_fl, (Cr) . . . . .	XXIV
C.6.	2 $\Theta$ -Scan Probe A_fl (Cu) . . . . .	XXIV
C.7.	2 $\Theta$ -Scan Probe 2_fl (Cu) . . . . .	XXV
C.8.	2 $\Theta$ -Scan der aufkonzentrierten Probe A_fl (Cu) . . . . .	XXV
C.9.	2 $\Theta$ -Scan der aufkonzentrierten Probe A_fl (Cu) . . . . .	XXVI
C.10.	2 $\Theta$ -Scan der aufkonzentrierten Probe 2_fl (Cu) . . . . .	XXVI
C.11.	2 $\Theta$ -Scan von Probe L 29 (Co) . . . . .	XXVII

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

---

C.12.	2 $\Theta$ -Scan von Probe L31 (Co) . . . . .	XXVII
C.13.	2 $\Theta$ -Scan von Probe L35 (Co) . . . . .	XXVIII
C.14.	2 $\Theta$ -Scan von Probe L36 (Co) . . . . .	XXVIII
D.1.	Polfiguren von Probe 1, aufgenommen mit XRD. . . . .	XXIX
D.2.	Polfiguren von Probe 2, aufgenommen mit XRD. . . . .	XXIX
D.3.	ODF von Probe A. . . . .	XXX
D.4.	ODF von Probe 1. . . . .	XXXI
D.5.	ODF von Probe 2. . . . .	XXXII
D.6.	Polfiguren aus EBSD-Messungen . . . . .	XXXIII
D.7.	Polfiguren aus EBSD-Messungen . . . . .	XXXIV
E.1.	Phase-map aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe A. . . . .	XXXV
E.2.	Orientation-map des Ferrits aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe A. . . . .	XXXV
E.3.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe A. . . . .	XXXVI
E.4.	IQ-map der EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe A. . . . .	XXXVI
E.5.	Phase-map aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 1. . . . .	XXXVII
E.6.	Orientation-map des Ferrits aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 1. . . . .	XXXVII
E.7.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 1. . . . .	XXXVIII
E.8.	IQ-map der EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 1. . . . .	XXXVIII
E.9.	Phase-map aus EBSD Messung an der mit Argon (Ar) besputterten Probe 2. . . . .	XXXIX
E.10.	Orientation-map des Ferrits aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 2. . . . .	XXXIX
E.11.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 2. . . . .	XL
E.12.	IQ-map der EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 2. . . . .	XL
E.13.	Phase-map aus EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Probe A. . . . .	XLI
E.14.	Orientation-map des Ferrits aus EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Probe A. . . . .	XLI
E.15.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Probe A. . . . .	XLII
E.16.	IQ-map der EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Probe A. . . . .	XLII
E.17.	Phase-map aus EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Probe 1. . . . .	XLIII
E.18.	Phase-map von Probe 1 ohne SEM-Bild . . . . .	XLIII
E.19.	Orientation-map des Ferrits aus EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Probe 1. . . . .	XLIV
E.20.	IQ-map der EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Probe 1. . . . .	XLIV
F.1.	Aufsummierte EDX-Spektren aus Mappings an den Probenblechen. . . . .	XLV
F.2.	EDX-Mappings an Probe 1. . . . .	XLVI
F.3.	EDX-Mappings an Probe 2. . . . .	XLVI

F.4. SEM-Bild 1 und EDX-Spektrum von Probe A_fl auf einem TEM-Grid . . . . .	XLVII
F.5. SEM-Bild 2 und EDX-Spektrum von Probe A_fl auf einem TEM-Grid . . . . .	XLVII
F.6. SEM-Bild 3 und EDX-Spektrum von Probe A_fl auf einem TEM-Grid . . . . .	XLVIII
F.7. SEM-Bild und EDX-Spektrum von Probe 2_fl auf einem TEM-Grid . . . . .	XLVIII
F.8. EDX-Spektren an Lamelle 1 von Probe 2 . . . . .	XLIX
F.9. EDX-Spektren 2 bis 10 an Lamelle 1 von Probe 1 . . . . .	L
F.10. EDX-Spektren 11 bis 15 an Lamelle 1 von Probe 1 . . . . .	LI
F.11. EDX-Mappings an Lamelle 2 von Probe A . . . . .	LII
G.1. Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A . . . . .	LIV
G.2. Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A . . . . .	LIV
G.3. Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A . . . . .	LV
G.4. IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A . . . . .	LV
G.5. Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 von Probe A . . . . .	LVI
G.6. Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A . . . . .	LVI
G.7. Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A . . . . .	LVII
G.8. IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A . . . . .	LVII
G.9. Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A . . . . .	LVIII
G.10. Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A . . . . .	LVIII
G.11. Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A . . . . .	LIX
G.12. IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A . . . . .	LIX
G.13. Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 Probe A . . . . .	LX
G.14. Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A . . . . .	LX
G.15. Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A . . . . .	LXI
G.16. IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A . . . . .	LXI

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

---

G.17.	Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der mit PIPS präparierten Probe A. . . . .	LXII
G.18.	Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der mit PIPS präparierten Probe A. . . . .	LXII
G.19.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der mit PIPS präparierten Probe A. . . . .	LXIII
G.20.	IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der mit PIPS präparierten Probe A. . . . .	LXIII
G.21.	Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1. . . . .	LXIV
G.22.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1. . . . .	LXIV
G.23.	IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1. . . . .	LXV
G.24.	Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1. . . . .	LXVI
G.25.	Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1. . . . .	LXVI
G.26.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1. . . . .	LXVII
G.27.	IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1. . . . .	LXVII
G.28.	Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 2. . . . .	LXVIII
G.29.	Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 2. . . . .	LXVIII
G.30.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 2. . . . .	LXIX
G.31.	IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 2. . . . .	LXIX
G.32.	Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31. . . . .	LXX
G.33.	Orientation-map des Ferrits aus der Lamelle von Probe L 31. . . . .	LXX
G.34.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31. . . . .	LXXI
G.35.	IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31. . . . .	LXXI
G.36.	Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31. . . . .	LXXII
G.37.	Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31. . . . .	LXXII
G.38.	Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31. . . . .	LXXIII

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS



---

## 1. Einleitung

In vielen verschiedenen Anwendungsgebieten wird Stahl aufgrund seiner mechanischen Eigenschaften als Werkstoff verwendet. Die Eigenschaften sind dabei von der chemischen Zusammensetzung, der Verarbeitung, dem metallographischen Gefüge und der Textur abhängig. Insbesondere die Festigkeit von Stahl wird dabei durch Ausscheidungen stark beeinflusst [3].

Die Ausscheidungshärtung kann nach verschiedenen Modellen erklärt werden. Sie unterscheiden sich darin, ob Versetzungen, die auf eine Ausscheidung treffen, diese umgehen oder durchqueren [3]. Das Umgehen nach dem Orowan-Mechanismus ist für sehr kleine Ausscheidungen aufgrund der, mit dem zunehmenden Teilchendurchmesser abnehmenden, benötigten Schubspannung unwahrscheinlich [4].

Für das Durchqueren der Ausscheidung nach dem Modell von Kelly und Fine [5] ist die Orientierung von Ausscheidungen von Bedeutung, da Versetzungen nur durch Ausscheidungen wandern können, wenn ein Gleitsystem passend orientiert ist [3].

Für die Beschreibung des Effekts von Ausscheidungen in einer Größenordnung von wenigen Nanometern auf die Festigkeit von Stählen ist deren Orientierung zu der umgebenden Matrix von Bedeutung, da der Mechanismus nach Kelly und Fine bei kleinen Ausscheidungen energetisch bevorzugt ist [4].

An Stahl erfolgt Phasen- und Orientierungsbestimmung oft mit konventioneller Röntgenbeugung. Aufgrund des geringen beugenden Volumens sind dabei Nanoauscheidungen nicht identifizierbar. Auch bei Untersuchungen mit Synchrotronstrahlung, welche höhere Strahlintensitäten aufweist, ist es nicht möglich, Nanoausscheidungen darzustellen oder gar ihre Orientierung zu bestimmen.

Auch die Bestimmung anhand von Einzelorientierungen durch Elektronenrückstreuung (EBSD)-Messungen im Rasterelektronenmikroskop (SEM) ist aufgrund der örtliche Auflösung von ungefähr 50 nm nicht in der Lage, die Ausscheidungen darzustellen.

Erst durch die von Geiss et al. vorgestellte neue Methode transmissions Elektronenrückstreuung (t-EBSD) [1] scheint es möglich, solche Ausscheidungen im SEM darstellen zu können. Mit dieser Methode könnten Nanopartikel, Nanodrähte und dünne Schichten mit Größen von bis zu 10 µm im SEM kristallographisch charakterisiert werden [1]. Die Messungen erfolgen an bestehenden EBSD-Messapparaturen mit einem Transmissionsprobenhalter [6]. Dabei treten durch geringere Energieaufweitung in der Probe feinere Kikuchi-Patten als bei konventionellen EBSD-Messungen [7] auf. An 8 CR-Stahl ließen sich Ausscheidungen von Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> bis zu einer Größe von 30 nm Durchmessern mit t-EBSD innerhalb einer martensitischen Matrix darstellen [2].

Das Ziel dieser Arbeit war zu überprüfen, ob t-EBSD für die Charakterisierung mikrolegierter Stähle und ihrer Ausscheidungen geeignet ist.

Hierzu wurden verschiedene mikrolegierte Stähle mit Röntgenbeugung (XRD)-

## 1. EINLEITUNG

---

und EBSD-Messungen vorcharakterisiert und an mit Focused Ion Beam (FIB) und Prescision Ion Polishing System (PIPS) präparierten Transmissionsproben mittels t-EBSD und transmissions Energiedispersiv Röntgenspektroskopie (t-EDX) untersucht.

---

## 2. Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel sollen die notwendigen theoretischen Grundlagen zum Verständnis des verwendeten Materials und der Methoden gelegt werden, welche in Kapitel 3 näher beschrieben werden.

Dazu wird in Kapitel 2.1 der Werkstoff Stahl mit Fokus auf Ausscheidungen und Härtungsmechanismen betrachtet. Anhand von Kapitel 2.2 werden die Grundprinzipien der Röntgenbeugung und in Kapitel 2.3 die Textur eingeführt. In den Kapiteln 2.4-2.6 werden die grundlegenden Prinzipien der Elektronenbeugung im SEM vorgestellt, bevor in Kapitel 2.7 der Stand der Technik für hochauflösende Messmethoden im SEM dargestellt wird.

### 2.1. Stahl

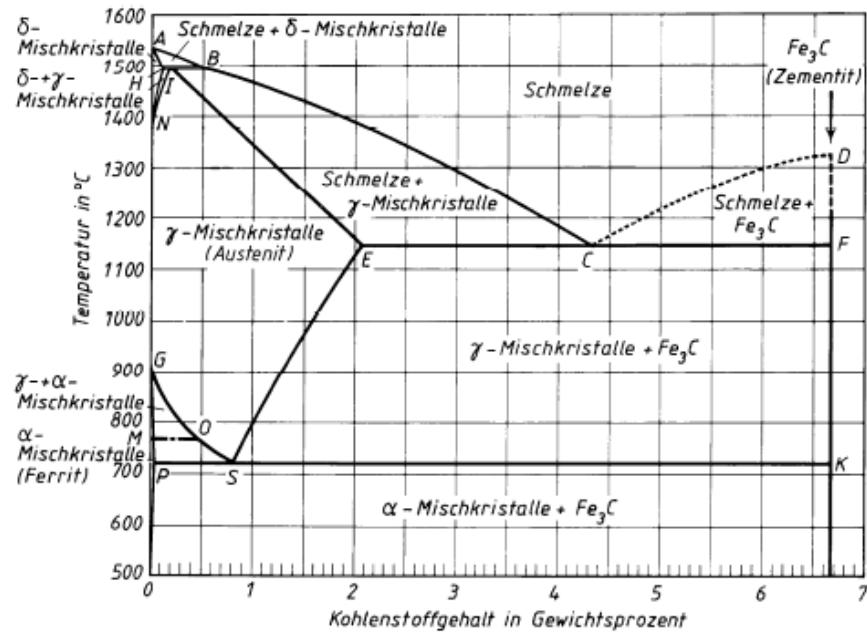
Als Stahl werden die schmiedbaren, also warm verformbaren, Eisenwerkstoffe bezeichnet, wobei Metalllegierungen, deren höchster mittlerer Gewichtsanteil Eisen (Fe) ist, als Eisenwerkstoff gelten. Der Kohlenstoffgehalt in Stahl beträgt üblicherweise weniger als 2 Gew.-% [8, S.21].

Es gibt nach der Definition viele verschiedene Stahlsorten, mit einem großen Spektrum an Legierungszusammensetzungen, die aufgrund ihrer verschiedenen mechanischen und technologischen Eigenschaften ein breites Anwendungsgebiet abdecken und vielseitig eingesetzt werden können. Neben der chemischen Zusammensetzung hat der Bearbeitungsprozess einen Einfluss auf die Eigenschaften. Beide Aspekte beeinflussen die Gefügebestandteile, Defekte, Ausscheidungen und die kristallographische Textur des Stahls [8].

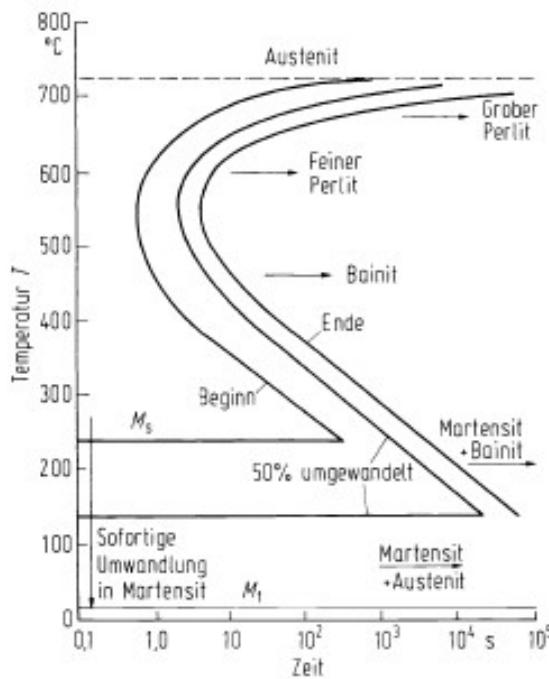
#### 2.1.1. Phasen

In Abbildung 2.1 ist das Eisen-Kohlenstoff-Diagramms (EKD) dargestellt. Die stabilen Phasen variieren je nach Kohlenstoffgehalt, Temperatur und Abkühlrate. Besonders hervorzuheben ist dabei der Phasenübergang von  $\gamma$ - und  $\alpha$ -Fe, bzw. kubisch flächenzentriertem (fcc) und kubisch raumzentriertem (bcc) Fe [9].

Anhand eines Zeit-Temperatur-Umwandlungs (ZTU)-Diagramms kann identifiziert werden, welche Phase nach welcher Zeit bei welchen Temperaturen, für eine bestimmte Legierung ausgebildet wird. Entsprechend können Abkühlraten und Haltezeiten angepasst werden, um den Phasenanteil und die Korngröße des abgekühlten Stahls zu beeinflussen. Dabei erfolgt die Abschätzung der Phasenanteile anhand der Schnittpunkte der Abkühlkurve mit den Kurven des umgewandelten Anteils der Phasen im ZTU-Diagramm. Ein ZTU-Diagramm für eutektoiden Stahl ist in Abbildung 2.2 dargestellt [10].



**Abbildung 2.1:** EKD des metastabilen Systems Fe-Fe<sub>3</sub>C. Bei 6,67 Gew.-% C bildet sich der metastabile Zementit (Fe<sub>3</sub>C) aus, daher entspricht dieser Wert 100 Gew.-% Fe<sub>3</sub>C [9, S.85].



**Abbildung 2.2:** ZTU-Diagramm eines eutektoiden Stahls [10].

Austenit, die Hochtemperaturphase von Stahl, weist eine fcc-Struktur auf und ist bei Raumtemperatur nur schwer zu stabilisieren. Beim Abkühlen wird sie meist in andere Phasen umgewandelt.

Wird Austenit langsam abgekühlt, ist Diffusion des Kohlenstoffes möglich, wodurch der Umklappprozess von  $\gamma$ - zu  $\alpha$ -Fe möglich ist. Die so entstehende Phase ist bei geringen Kohlenstoffkonzentrationen Ferrit. Im Ferrit liegt Kohlenstoff nicht gelöst vor, sondern bildet bevorzugt als Carbid an Korngrenzen Ausscheidungen [9].

Perlit ist ein eutektoides Mischgefüge aus Ferrit und Zementit ( $Fe_3C$ ). Es entsteht durch die Diffusion der im Austenit gelösten C-Atome aus dem sich bildenden Ferrit. Dabei entsteht ein lamellares Gefüge. Beim langsamen Abkühlen würde sich für alle Stähle ein geringer Anteil Perlit bilden, da der verbleibende Austenit den eutektoiden Kohlenstoffgehalt aufweist. Die Umwandlung zu Perlit, als diffusionsabhängiger Prozess, findet bei hohen Abkühlraten nicht statt [9].

Sind die Abkühlraten so hoch, dass der Umklappprozess von  $\gamma$ - zu  $\alpha$ -Fe aufgrund unterdrückter Diffusion, nicht stattfinden kann bildet sich Martensit aus. Die fcc-Struktur des Austenits relaxiert in ein tetragonal verzerrtes Gitter. Der auf Zwischengitterpositionen eingebaute C erhöht die Härte von Martensit [4].

Bei mittleren Abkühlraten bildet sich ein mehrphasiges Gefüge, Bainit, aus. An Bainit können Ferrit, Martensit, Zementit oder Perlit beteiligt sein. Wobei die Strukturänderung zum Teil martensitisch abläuft, da die Diffusion durch die Abkühlraten gehemmt ist [10].

### 2.1.2. Stahlerzeugung

Für die Stahlproduktion wird meist aus Eisenerzen im Hochofenprozess gewonnenes Roheisen verwendet. Eisenerze enthalten Begleitelemente wie Phosphor (P), Schwefel (S), Mangan (Mn), Silicium (Si), Sauerstoff (O), Stickstoff (N) und Wasserstoff (H), welche die Qualität des Stahls beeinflussen können [11].

Daher muss der Verfahrensweg, der vom Roheisen zum Stahl führt, den durch die Reduktion mit Koks erhaltenen Kohlenstoff (C)-Gehalt absenken und den Gehalt der Eisenbegleiter anpassen [9, S.88].

Um die Begleitelemente, wie Si, S, P und C nicht in den Stahl zu überführen, wird in einem Oxygenstahlkonverter O in das Roheisen geblasen, sodass die Begleitelemente mit dem Sauerstoff oxidieren und verschlacken bzw. vergasen können. Die entstehende Schlacke hat eine geringere Dichte als der Rohstahl und kann abgeführt werden [11].

Die so gewonnene Rohstahlschmelze wird für gewöhnlich sekundärmetallurgisch nachbereitet, um die chemische Zusammensetzung, die Gießtemperatur und die Reinheit des Stahl den Anforderungen anzupassen [11]. Sekundärmetallurgie beinhaltet die Reduktion von noch im Rohstahl gelösten Eisenoxiden und Eisensulfiden, genannt Desoxidation und Endphosphorung, durch Reduktionsmittel wie Aluminium (Al), Calcium (Ca), Magnesium (Mg), Titan (Ti) und Si und ein anschließendes Entfernen der nichtmetallischen Produkte der Redox-Reaktion, ebenso wie das

Senken des Gasgehalts und das Legieren [9].

In Deutschland wird rund 96 % des in der Sekundärmetallurgie erzeugten Stahls im Strangguss vergossen. Die so entstehenden Brammen werden durch Warm- oder Kaltverformung weiter verarbeitet [11].

### 2.1.3. Einfluss ausgewählter Legierungsbestandteile

Legierungsbildung hat den Zweck, die Eigenschaften des Werkstoffes, hier Stahl, zu verbessern. Dabei kann das zulegierte Element heterogen verteilt, als Mischkristall oder als Ausscheidungen vorliegen. In allen Formen können Eigenschaften oder Umwandlungsvorgänge im Stahl beeinflusst werden [3, S.203 ff].

Nachfolgend werden die Einflüsse verschiedener Legierungselementgruppen dargestellt und Effekte einzelner Legierungselemente genauer dargestellt.

#### Mischkristallbildner

Mit Ausnahme von Blei sind Legierungselemente in kleinen Gehalten in Austenit und Ferrit lösbar. Sie erhöhen durch Mischkristallverfestigung die Festigkeit des Ferrits. Des Weiteren beeinflussen sie die Umwandlung von Austenit in Ferrit, da sie die Diffusion der C-Atome aus dem Austenit während der Umwandlung behindern und die Löslichkeit der C-Atome verändern. Bei den Legierungselementen, welche die Umwandlung von Austenit zu Ferrit beeinflussen, unterscheidet man zwischen Austenitbildnern und Ferritbildnern [9, S.94].

Als Austenitbildner werden die Legierungselemente bezeichnet, die Austenit auch bei niedrigeren Temperaturen stabilisieren, es sind Mn, Ni, Co und N. Mit höheren Gehalten sind so austenitische Stähle möglich. Bei geringeren Anteilen (z.B. 10 Gew.- % Mn) muss aus dem Austenit abgeschreckt werden. Der dabei entstehende unterkühlte Austenit wird durch Kaltumformung örtlich zu Martensit umgewandelt.

Ferritbildner sind Elemente, die das Austenitgebiet verkleinern oder abschnüren und somit die Temperatur bei der Ferrit stabil ist erhöhen. Der Effekt tritt bei Cr, Si, Mo, V, Ti und Al auf [9, S.96]. Legierungselemente, die in Carbiden oder Nitriden gebunden sind, stehen nicht im Gefüge zur Mischkristallbildung zu Verfügung.

#### Carbidbildner

Das Eisen im Zementit ( $Fe_3C$ ) kann durch einige Metalle mit höherer Affinität zu Kohlenstoff teilweise ersetzt werden, sodass sich Mischcarbide bilden. Ebenso ist es bei den in Tabelle 2.1 dargestellten Elementen möglich, dass sie eigene Carbide bilden, diese müssen nicht in der Zementitstruktur kristallisieren und werden als Sondercarbide bezeichnet.

Carbide verringern das Kornwachstum, da sie sich als Ausscheidungen an den Korngrenzen ablagern. Die Sondercarbide sind härter als Zementit, ihr Einfluss auf die Härte und Gefügestabilität von dem jeweiligen Carbid abhängig [9, S.95].

Zu den Carbidbildnern gehören, neben den Elementen die eigene Carbide bilden können, unter anderem Ni und Mn [9, S.95].

**Tabelle 2.1:** Carbidbildner, die Sondercarbide bilden können, formen im Periodensystem der Elemente einen Block als Nebengruppenelemente [9].

Periode	Nebengruppe		
	IV	V	VI
4	Ti	V	Cr
5	Zr	Nb	Mo
6	Hf	T	W

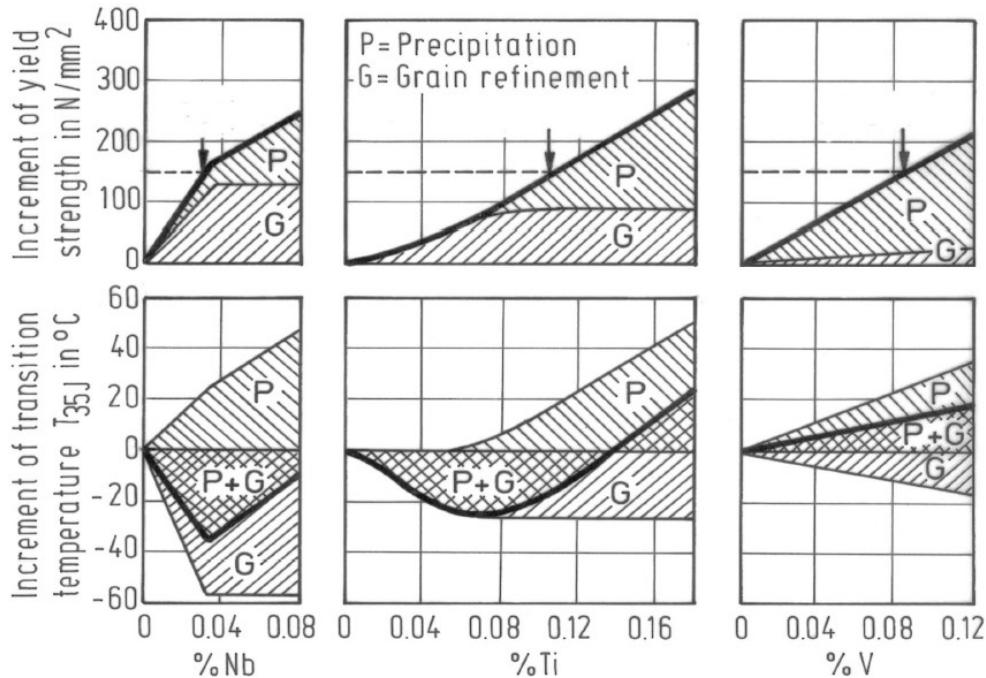
### Nitridbildner

Nitride haben zum Teil homologe Kristallgitter wie Carbide. Da Kohlenstoff und Stickstoff ähnliche Atomradien haben, sind sie in diesen gleichen Kristallgittern austauschbar. Ebenso können sich Carbonitride bilden. Anders als Carbide liegen Nitride meist als feindisperse Ausscheidungen innerhalb der Kristalle vor und erhöhen so die Streckgrenze in C-armen und mikrolegierten Stählen. Außerdem behindern sie beim Glühen das Kornwachstum und erhöhen bei warmfesten Stählen die 0,2 %-Dehgrenze. Zu den Nitridbildnern gehören Al, B, Cr, Nb, Ti, V und Zr [9, S.95].

#### 2.1.4. Mikrolegierte Stähle

Als „mikrolegt“ werden Stähle bezeichnet, die 0,01 bis 0,1 Gew.-% an Nb, V, Al und Ti oder einer Kombination aus diesen Legierungselementen enthalten. Dass bereits die kleinen Legierungsgehalte zu erheblichen Veränderungen der mechanischen Eigenschaften führen, zeichnet diese Stähle aus. Die Legierungselemente sind dabei meist in Carbiden und Nitriden gebunden. Auch der Kohlenstoffanteil in mikrolegierten Stählen ist sehr gering, sodass für ihre Bildung nur der Bereich von 0 Gew.-% bis 0,1 Gew.-% C des EKD relevant ist [9].

Legierungselemente werden zum Verlangsamen und Vermeiden von Kornwachstum während austenitischer Rekristallisation und zur Ausscheidungshärtung eingesetzt. Durch die mit dem Verlangsamen des Kornwachstums verbundene Erhöhung der Keimbildungsrate, während der Umwandlung von Austenit zu Ferrit, bilden sich feinere Körner aus. Die Kornverfeinerung erhöht die Festigkeit bei gleichzeitig höherer Duktilität [12].



**Abbildung 2.3:** Einfluss einiger Legierungselemente auf (oben) die Zugfestigkeit und (unten) die Umwandlungstemperatur von Austenit zu Ferrit. Dabei beschreibt **P** den durch die Ausscheidungen und **G** den durch die Kornverfeinerung entstehenden Einfluss [13].

Anhand Abbildung 2.3 ist erkennbar, dass die Zugfestigkeit mit zunehmenden Gehalten von Nb, Ti und V erhöht werden kann. Ti und Nb bewirken dabei zusätzlich eine Senkung der Umwandlungstemperatur. Diese resultiert aus der Senkung der Umwandlungstemperatur durch die Kornverfeinerung (Bereich **G**), welche für geringe Gehalte höher ist, als die durch die Ausscheidungen (Bereich **P**) erfolgende Erhöhung der Umwandlungstemperatur. V erhöht die Festigkeit fast ausschließlich durch die Bildung von Ausscheidungen, daher wirkt es sich auf die Umwandlungstemperatur in Form einer Erhöhung aus [13].

### 2.1.5. Ausscheidungshärtung

Ausscheidungen sind stöchiometrische Verbindungen anderer Elemente, die von der umliegenden Phase umgeben werden. Verformung läuft über eine Wanderung von Versetzungen ab. Trifft eine Versetzung auf eine Ausscheidung, sind zwei Wege der weiteren Versetzungsausbreitung denkbar. Die Versetzung kann die Ausscheidung durchqueren oder umgehen. [3, S. 216].

Welcher Weg gewählt wird, hängt von der Phasengrenze zwischen Matrix und Ausscheidung ab. Grundsätzlich unterscheidet man drei Arten von Phasengrenzen,

kohärente, teilkohärente und inkohärente Phasengrenzen.

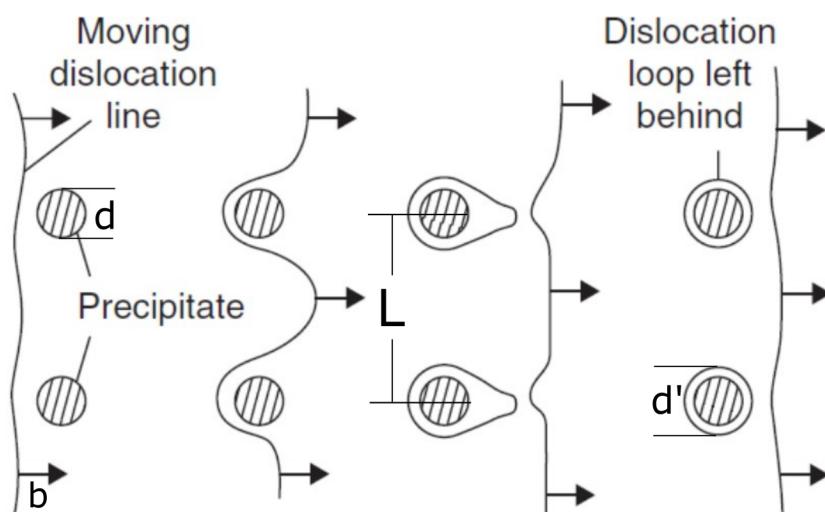
An inkohärenten Phasengrenzen stoppt die Versetzung wie an einer Korngrenze. Anders als Korngrenzen kann sie die Ausscheidung aber nach dem Orowan-Mechanismus umgehen. Der Orowan-Mechanismus ist in Abbildung 2.4 dargestellt. Die Erhöhung der Streckgrenze entspricht der Spannung  $\sigma$ , die benötigt wird, um eine Versetzungsline mit dem Burgersvektor  $b$  zwischen Ausscheidungen mit dem Durchmesser  $d$  in einem Abstand  $L$  hindurch zu bewegen.

$$\sigma = \frac{Gb}{L - d} \quad (1)$$

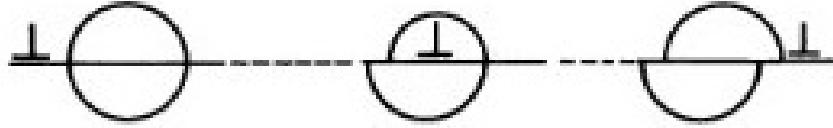
Dabei ist  $G$  das Schubmodul der Legierung. Nachdem die Versetzungsline zwischen den Ausscheidungen durchgewandert ist bleibt ein Versetzungsring mit dem Durchmesser  $d'$  um die Ausscheidung zurück. Bei kohärenen und teilkohärenen Phasengrenzen gibt es mit der Matrix übereinstimmende Gleitebenen. Dadurch können sich Versetzungen durch die Ausscheidung hindurchbewegen, wenn die Kraft, um die Versetzung durch die Ausscheidung zu bewegen, aufgebracht wird. Die benötigte Kraft ist dabei abhängig von der Energie der neu geschaffenen Grenzflächen und der Stapelfehlerenergie der Ausscheidung. Abbildung 2.5 stellt das Durchqueren und die sich vergrößernden Grenzflächen schematisch dar. Es ergibt sich eine Proportionalität der Streckgrenzerhöhung zu der Wurzel des Teilchenradius  $r$ .

$$\sigma \propto \sqrt{r} \quad (2)$$

Sollte die Spannung zum Durchqueren der Teilchen größer als die Spannung aus dem Orowan-Mechanismus werden, wird das Teilchen von der Ausscheidung nicht durchwandert sondern umgangen [4, S. 282].



**Abbildung 2.4:** Aushärtungsmodell nach Orowan [3, S. 217],[14, S. 396].



**Abbildung 2.5:** Aushärtungsmodell nach Kelly und Fine [3, S. 216].

## 2.2. Röntgenbeugung

Die Untersuchung von Kristallen mit Röntgenstrahlen kann zur Struktur- und Orientierungsbestimmung verwendet werden. Sie beruht auf der Beugung der Röntgenstrahlung am Kristallgitter nach dem Braggschen Gesetz

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \Theta_B. \quad (3)$$

wobei  $n$  die Beugungsordnung,  $\lambda$  die Wellenlänge,  $d_{hkl}$  den Abstand der durch die Millerschen Indizes beschriebenen Netzebenen und  $\Theta_B$  den Einfalls und Reflexionswinkel beschreiben. Es treten nur Beugungsmaxima auf, wenn Strahlen der Wellenlänge  $\lambda$  unter einem Winkel  $\Theta_B$  auf eine Ebene ( $hkl$ ) des Kristallgitters, mit dem Netzebenenabstand  $d_{hkl}$ , trifft. Unter anderen Winkeln kommt es nicht zu einer reflektierten Intensität, da sich die gebeugte Strahlung von parallelen Ebenen nur dann in Phase befindet, wenn das Braggsche Gesetz erfüllt ist. Da an vielen Netzebenen gestreut wird, gibt es bei einem Phasenunterschied zwischen der an parallelen Ebenen gestreuten Strahlung immer zwei gebeugte Wellen die destruktiv interferieren [4].

Weiterhin kann Reflexion nur auftreten, wenn der Gitterparameter  $a$  in der gleichen Größenordnung wie die Wellenlänge oder größer als die Wellenlänge ist. Da  $\sin \Theta_B \leq 1$  ist, gilt Gleichung 4,

$$\frac{n \cdot \lambda}{2d_{hkl}} \leq 1 \quad (4)$$

wobei der Netzebenenabstand  $d_{hkl}$  für kubische Gitter durch

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5)$$

gegeben ist [4].

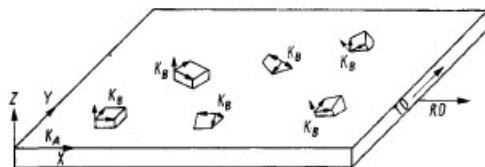
Zur Strukturbestimmung wird ein Röntgendiffraktogramm aufgenommen. Dies kann mit einem  $\Theta - 2\Theta$  Goniometer (auch  $\omega - 2\Theta$ ), bei dem die Röntgenröhre fest steht, sich die Probe um den Winkel  $\Theta$  um eine Achse bewegt und der Detektor auf einem äußeren Kreis um  $2\Theta$  bewegt wird, geschehen [15]. Dabei treten immer bei den Werten von  $2\Theta$  peakförmige Intensitäten auf, an denen eine Ebene in der Probe, für die verwendete Wellenlänge, die Braggsche Gleichung erfüllt. Aus diesen

Reflexpositionen kann man auf die Kristallstruktur schließen [4]. Die Aufnahme eines Röntgendiffraktogramms durch die Abrasterung der Probe wird im folgenden als  $2\Theta$ -Scan bezeichnet.

Auf die Orientierungsbestimmung mit XRD wird in Kapitel 2.3.1 näher eingegangen.

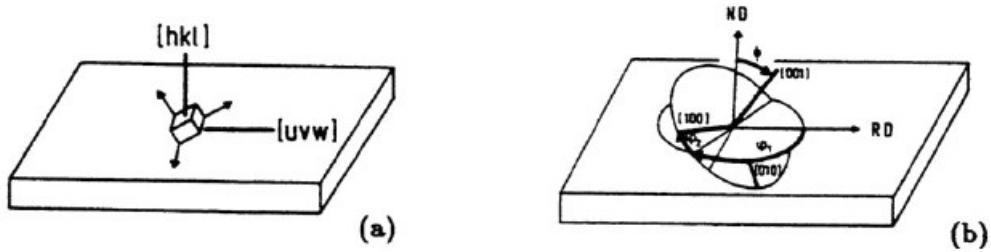
### 2.3. Kristallographische Textur

Polykristalline Materialien bestehen aus verschiedenen Kristalliten, deren Orientierungen nicht regellos verteilt sein müssen. Viele Eigenschaften des Polykristalls hängen aufgrund ihrer Anisotropie im einzelnen Kristall stark von der Orientierungsverteilung dieser Kristalle in dem Polykristall ab. Da die Orientierungen durch den Herstellungs- und Bearbeitungsprozess beeinflusst werden, weisen metallische Werkstoffe zumeist Vorzugsorientierungen auf [4].



**Abbildung 2.6:** Kristallite mit Kristallkoordinatensystem  $K_B$  im Probenkoordinatensystem  $K_A$  [16, S. 3].

Die Orientierung einzelner Kristallite in einer polykristallinen Probe kann durch die Rotation  $g$ , welche das Probenkoordinatensystem  $K_A$  in das Kristallkoordinatensystem  $K_B$  überführt, beschrieben werden. Dabei wird das  $K_A$  für Bleche üblicherweise durch die Walzrichtung, die Querrichtung und die Normalrichtung aufgespannt, und  $K_B$  durch Kristallrichtungen definiert (vergleiche Abbildung 2.6). Die Beschreibung der Rotation  $g$  ist auf vielen verschiedenen ineinander überführbaren Wegen möglich. Zu den häufigsten Beschreibungen im Zusammenhang mit Textur gehören die Darstellung durch die drei Eulerwinkel ( $g=\phi_1, \Phi, \phi_2$ ) und die Darstellung mithilfe der Millerindizes  $g=(hkl)[uvw]$  (vergleiche Abbildung 2.7) [16].



**Abbildung 2.7:** Darstellung der Orientierung  $g$  mit a) Miller Indizes und b) Eulerwinkel [16].

Die Textur  $f(g)$  beschreibt die Orientierungsverteilung aller Kristallite in einem Polykristall über das gesamte Volumen  $V$ , wodurch sich die in Gleichung 6 dargestellte Definition ergibt.

$$f(g) = f(\phi_1, \Phi, \phi_2) = \frac{dV(g)/V}{dg} \quad (6)$$

Die Textur  $f(g)$  wird auch als Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) bezeichnet, sie besitzt sowohl die Kristall- als auch die Probensymmetrie und wird im Orientierungsraum (oft auch Eulerraum genannt) dargestellt [16].

### 2.3.1. Bestimmung der ODF

Die ODF kann mit Röntgen-, Neutronen-, oder Elektronenbeugung durch Messung mehrerer zweidimensionaler Polfiguren mit anschließender Berechnung der dreidimensionalen ODF bestimmt werden. Diese Berechnung wird Polfigurinversion genannt und kann anhand unterschiedlicher Methoden erfolgen [16].

Bei den in dieser Arbeit errechneten ODFs und Polfiguren aus röntgenographischen Messungen wird die Polfigurinversion nach Bunge [16] verwendet. Die Rechnung der Polfiguren mit Matlab aus den EBSD-Daten erfolgt nach Hielscher [17].

Für die Messung von Polfiguren wird bei einer festen Position von  $\Theta$  und  $2\Theta$  die Probe um möglichst alle Raumrichtungen gedreht, indem der Kippwinkel  $\alpha$  und der Azimutwinkel  $\beta$  variiert werden. Die Polfigur gibt dann den Volumenanteil der Netzebenennormalen  $\vec{h}$ , welche parallel zur Bezugssichtung der Proben  $\vec{y} = (\alpha, \beta)$  stehen. Die Polfigur ist also eine zweidimensionale Dichteverteilung der Orientierung einer Netzebene in dem untersuchten Probenvolumen [15].

Auch durch Messungen von Einzelorientierungen kann die ODF theoretisch bestimmt werden, jedoch wird durch die Beschränkung auf ein vom Ort ( $\vec{r}$ ) abhängiges Volumenelement eine lokale Textur innerhalb des Gesamtvolumens

bestimmt [15].

$$f(\vec{r}, g) = \frac{dV(g)/V(\vec{r})}{dg} \quad (7)$$

## 2.4. Rasterelektronenmikroskopie

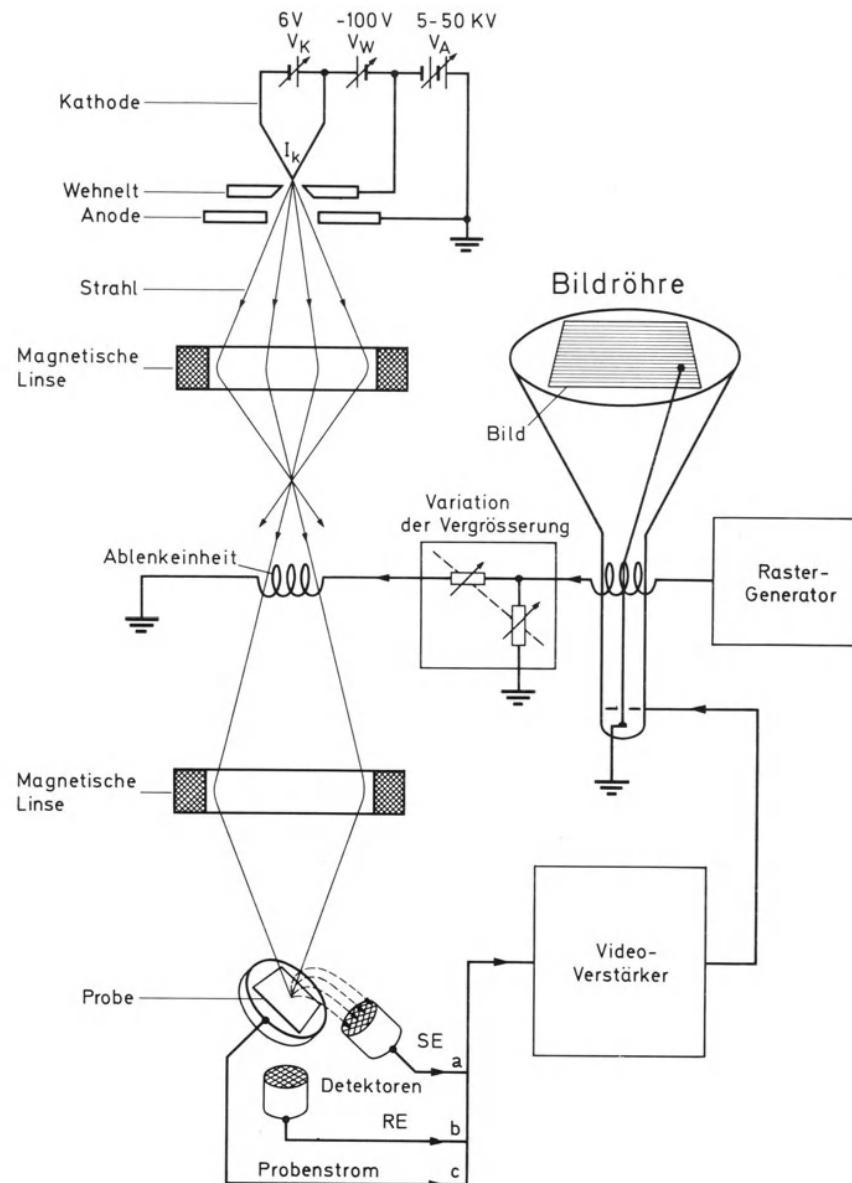
Zu den in einem Rasterelektronenmikroskop (SEM) möglichen Prozessen und Abbildungsmechanismen gibt es ausführliche Werke (zum Beispiel [18], [19]) sowie Werke, die sich auf Teilbereiche wie EBSD fokussieren (z.B.: [20]). In diesem Theorieteil werden Einblicke in die Rasterelektronenmikroskopie gegeben und die für hochauflösende Methoden notwendigen Grundlagen beschrieben.

Abbildung 2.8 zeigt den prinzipiellen Aufbau eines SEMs. Von der Kathode werden Elektronen emittiert, welche mit einer Spannung von bis zu 30 kV in Richtung der Anode beschleunigt werden. Der so entstehende Elektronenstrahl wird durch magnetische Linsen gebündelt und auf die Probe fokussiert. An der Probe emittierte Sekundärelektronen (SE) und rückgestreute Elektronen (RE) werden von den Detektoren aufgezeichnet und zur Bildgebung verwendet.

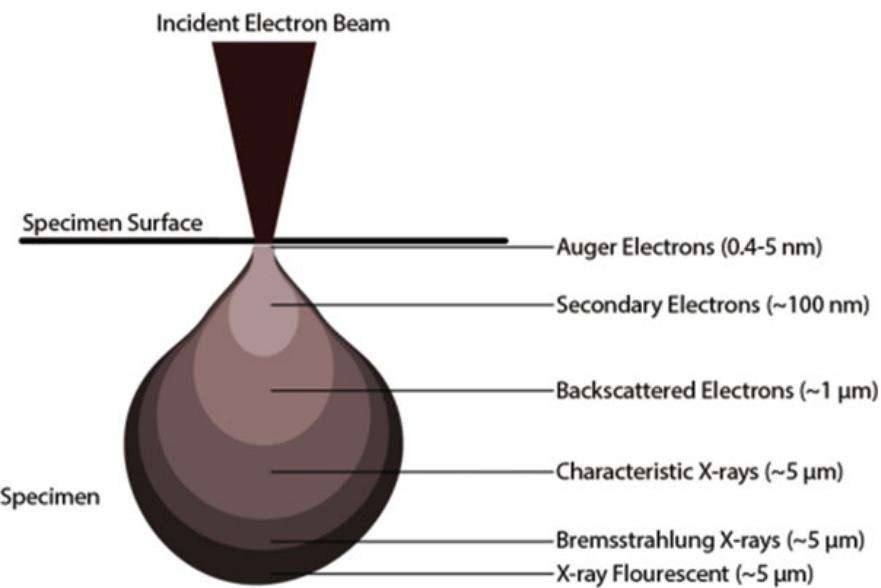
An Abbildung 2.9 wird schematisch dargestellt, welche Signale durch die Interaktion von Elektronenstrahl und Probe emittiert werden und aus welchem Interaktionsvolumen sie stammen. Während RE und SE zur Abbildung benutzt werden, finden sowohl die charakteristische Röntgenstrahlung (in der Methode Energiedispersiv Röntgenspektroskopie (EDX)) als auch Auger-Elektronen nur in der Materialanalyse Anwendung. Durch ein großes Interaktionsvolumen können nicht nur Signale aus oberflächennahen Bereichen der Probe detektiert werden. Die mit großen Interaktionsvolumina verbundene Aufspreizung in die Breite limitiert zugleich die räumliche Auflösung.

## 2.4. RASTERELEKTRONENMIKROSKOPIE

---

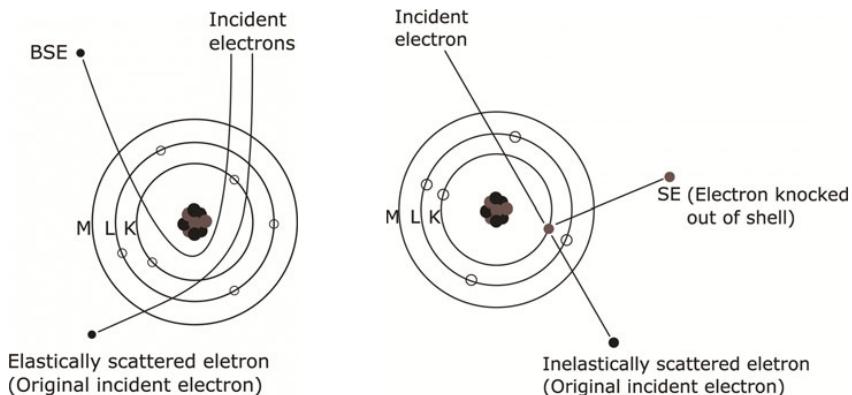


**Abbildung 2.8:** Schematischer Aufbau eines SEM [18, S. 2].



**Abbildung 2.9:** Schematische Darstellung des Interaktionsvolumens des Elektronenstrahls in der Probe. Die verschiedenen Signale werden aus unterschiedlich tiefen Ebenen der Probe generiert. Die Ausdehnung des Interaktionsvolumens limitiert die räumliche Auflösung des SEM und skaliert mit der Beschleunigungsspannung [21, S. 90].

## 2.5. Elektronenstreuung



**Abbildung 2.10:** Schematische Darstellung von Streuvorgängen.

Links: Eine elastische Streuung bei der eine Richtungsänderung des Elektrons aufgrund des Coulomb-Potentials des Atoms ohne nennenswerten Energieverlust erfolgt. Als Signal entstehen RE (englisch: backscattered electrons (BSE)). Rechts: Ein inelastischer Streuvorgang, bei dem ein SE aus einem Orbital herausgeschlagen wird.[21, S. 88 f.]

### 2.5.1. Inelastische Streuung

Geben Elektronen Teile ihrer oder ihre gesamte kinetische Energie bei der Interaktion mit der Probe an die Atome ab, spricht man von inelastischer Streuung. Weiter wird unterschieden zwischen Interaktion mit dem Atomkern und der Interaktion mit Elektronen der Atome.

Interagiert das einfallende Elektron mit dem Atomkern, so gibt es Teile der Bewegungsenergie an den Kern ab und wird um kleine Winkel gestreut. Das gestreute Elektron hat eine geringere Energie, kann aber erneut streuen. Wird die gesamte kinetische Energie abgegeben, erfolgen keine weiteren Streuvorgänge und das Elektron wird (bei Metallen) ins Leitungsband aufgenommen.

Bei Interaktion mit einem Elektron wird Energie des Primärelektrons an ein Elektron des Atoms abgegeben. Ist die übertragene Energie ausreichend, um die Austrittsarbeit zu verrichten, wird das Elektron des Atoms emittiert und kann als SE detektiert werden. Ist der Energieübertrag geringer, kann es zu einer Anregung eines gebundenen Elektrons kommen. Durch deren Relaxation wird charakteristische Röntgenstrahlung emittiert. Die abgegebene Energie des Primärelektrons ist dabei geringer als bei der Interaktion mit dem Atomkern.[21]

### 2.5.2. Elastische Streuung

Die elastische Streuung von Elektronen am Coulomb-Potential von Atomkernen kann als **Coulomb-Streuung** betrachtet werden. Dabei erfolgt die Streuung des Elektronenstrahls in der Probe in alle Richtungen. Jedoch wird ein Großteil der Elektronen in Richtung des Primärstrahls gestreut. Die Elektronen, die in entgegengesetzte Richtung, also um einen großen Winkel, gestreut werden, werden als RE bezeichnet (vergleiche Abbildung 2.10) [21].

In Elementen mit einer höheren Ordnungszahl ( $Z$ ) werden mehr Elektronen zurück gestreut als in Elementen mit kleiner  $Z$ , da die Streuung aufgrund der stärkeren Ladung des Atomkerns ungefähr proportional zu  $Z^2$  ist. Höhere Beschleunigungsspannungen  $E_0$  führen zu einer geringeren Ausbeute an RE (proportional zu  $1/E^2$ ), da mit zunehmender Energie  $E$  des Elektrons die positive Ladung des Atomkerns leichter überwunden werden kann [21].

### 2.5.3. Kikuchi-Streuung

Beugungsmuster (im Nachfolgenden wird der englische Begriff „Pattern“ verwendet) aus der Kikuchi-Streuung können zur Orientierungs- und Phasenbestimmung benutzt werden. Durch Coulomb-Streuung an den Atomkernen fächert sich ein hochenergetischer Elektronenstrahl auf, wenn er auf einen Kristall trifft. Die Teilstrahlen haben dabei eine näherungsweise einheitliche Wellenlänge, die Energieverluste von 10-25 eV [22, S. 311] sind klein im Vergleich zu Beschleuni-

gungsspannungen ( $E_0 = 5 - 30 \text{ keV}$ ). Durch die diffuse Strahlaufweitung gibt es immer Elektronen, welche unter dem Bragg-Winkel  $\Theta_B$  an den Netzebenen  $d_{hkl}$  im Kristall ankommen und dort nach der Braggschen-Gleichung (3) gestreut werden.

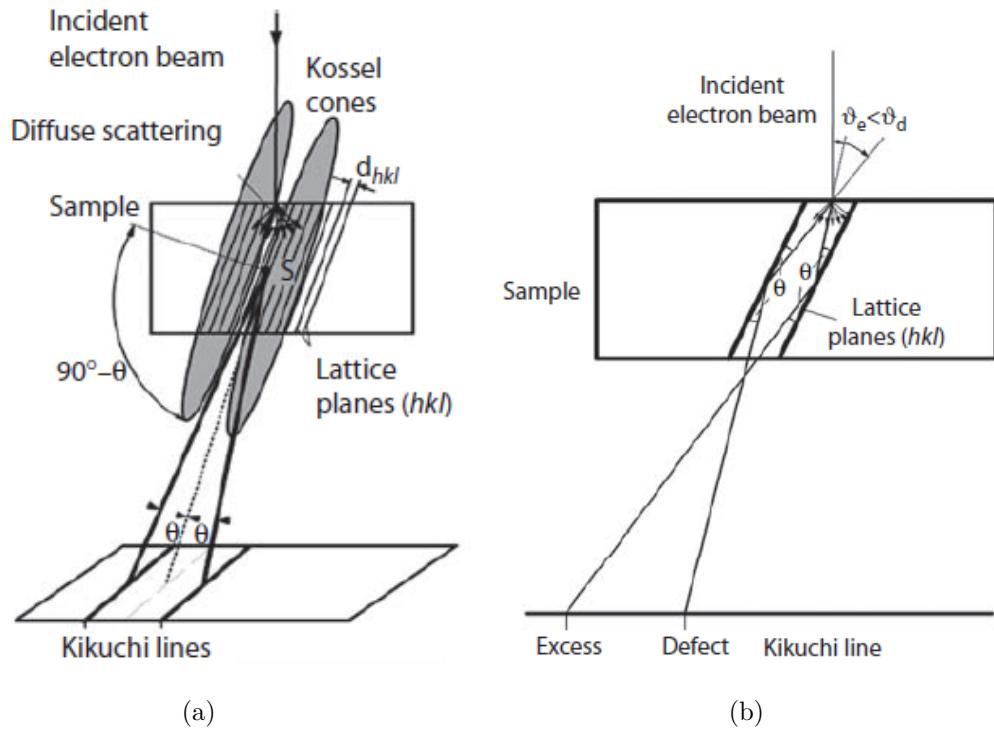
Die Wellenlänge  $\lambda$  der Elektronen, lässt sich dabei klassisch nach de Broglie mit dem planckschen Wirkungsquantum  $h$ , der Masse eines Elektrons  $m_e$ , der Elektronenladung  $e$  und der Beschleunigungsspannung  $U_B$  nach Formel 8 bestimmen.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2 \cdot m_e \cdot e \cdot U_B}} \quad (8)$$

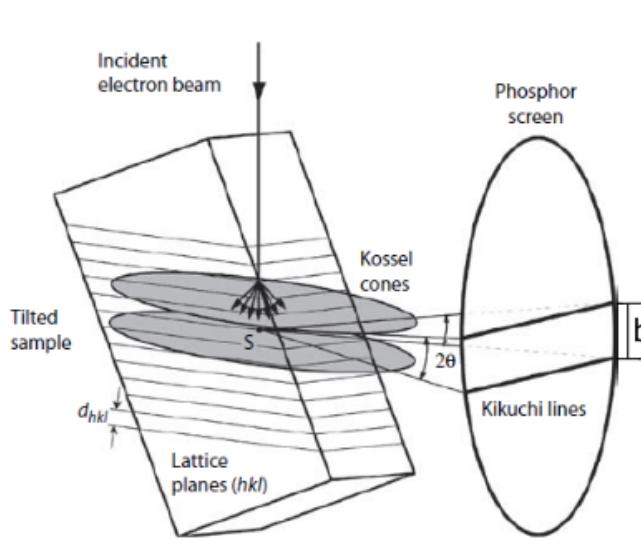
Die Bragg-Bedingung erfüllt sich nicht nur für eine Raumrichtung, sondern für einen ganzen Kegelmantel mit einem Öffnungswinkel von  $90^\circ - \Theta$  (vergleiche Abbildung 2.11 (a)). Dieser Kegelmantel wird Kossel-Kegel genannt. Dort, wo der Kossel-Kegel den Detektor schneidet, ist aufgrund der kleinen Bragg-Winkel eine Linie, die Kikuchi-Linie, detektierbar. Die Intensität der beiden zu einer Netzebene  $(hkl)$  gehörenden Kikuchi-Linien unterscheidet sich, da die Zahl der gebeugten Elektronen von dem Winkel zwischen Primärstrahl und beugender Netzebene abhängt (vergleiche Abbildung 2.11 (b)). Der Abstand von heller und dunkler Kikuchi-Linie wird Bandbreite (b) genannt, sie ist nach Bragg proportional zu  $1/d$ . Das Linienduo wird als Band bezeichnet. Die Bandmitte entspricht den Schnittlinien der Netzebene mit der Detektorebene [23].

Kikuchi-Beugung im SEM findet mit rückgestreuten Elektronen statt, dadurch ereignet sich der Streuvorgang näher an der Oberfläche und es gibt eine geringere Ausbeute an Elektronen. Daher wird der in Abbildung 2.12 schematisch dargestellte Aufbau verwendet.

Einfallswinkel der Elektronen auf die Probenoberfläche von  $45^\circ$  und größer erzeugen eine zu geringe Anzahl RE für verwendbare Kikuchi-Pattern. Mit kleinerem Einfallswinkel nimmt die Intensität der Pattern und die Verzerrung des SEM-Bildes zu. Daher wird im SEM die Probe um  $60^\circ$  bis  $70^\circ$  zur Horizontalen gekippt, woraus ein Einfallswinkel der Elektronen von  $20^\circ$  bis  $30^\circ$  resultiert. Somit kann eine hohe Ausbeute der RE bei noch nicht zu stark verzerrten Bildern erreicht werden [23, 24].



**Abbildung 2.11:** Bildung von Kikuchi-Pattern in Transmissionsgeometrie.  
 a) Bildung von Kosselkegeln durch Bragg-Streuung am Punkt S. b) Bildung hellerer (excess) und dunkler (defect) Linien, kleine Winkel  $\vartheta$  führen aufgrund höherer Intensität (mehr Elektronen) zu helleren Linien. [23, S. 177]



**Abbildung 2.12:** Schematischer Aufbau für Kikuchi-Streuung im SEM [23, S. 179].

### 2.6. Abbildungsmechanismen im Rasterelektronenmikroskop

Am SEM gibt es zwei grundlegende Abbildungsmechanismen, mit RE und mit SE. Topographische Aufnahmen können sowohl mit den oberflächennah emittierten SE als auch mit RE erzeugt werden. RE werden auch zu Massekontrastaufnahmen verwendet. Dabei wird ausgenutzt, dass die Streuung an schwereren Atomen stärker ist, wodurch die Intensität der rückgestreuten Elektronen größer wird [18].

Durchstrahlbare, dünne Schichten können mit SE und RE, aber zusätzlich auch mit transmittierten Elektronen untersucht werden. Die Abrasterung des SEM in Verbindung mit transmittierten Elektronen bildet das Raster-Transmissionselektronenmikroskop (STEM), welches bei Hochauflösung an dünnen Objektschichten, nicht nur durch das Rastern, Vorteile gegenüber dem normalen Transmissionselektronenmikroskop (TEM) aufweisen kann. Zu den Vorzügen gehört ein besseres Auflösungsvermögen dickerer Objektschichten, die im TEM durch hohe Energieverluste innerhalb des Objekts hervorgerufene, chromatische Fehler nicht gut aufgelöst werden können, sowie die Möglichkeit, verschiedene Detektoren gleichzeitig zu betreiben. [18].

#### 2.6.1. Orientierungsabbildung am SEM

Zur Orientierungsabbildung am SEM ist die EBSD die heutzutage am weitesten verbreitete Methode. Es gibt jedoch auch andere Wege, die Orientierung einer Probe im SEM zu ermitteln. Sie basieren auf der Orientierungsanisotropie der RE und SE [18, S. 135]. Ändert sich der Einfallswinkel der Elektronen auf die Netzebenen, ändert sich auch die Intensität der detektierten Elektronen, sodass die Kristalle unterschiedlich hell erscheinen.

#### 2.6.2. Elektronenrückstreubeugung (EBSD)

EBSD ist eine Methode, die zur Mikrostrukturanalyse verwendet wird. Dazu werden aus mit RE erzeugten Kikuchi-Pattern (Kapitel 2.5.3) Informationen über die Probe gewonnen, welche Aussagen über die kristallographischen Parameter, inklusive Orientierungen und Orientierungsbeziehungen, chemische Zusammensetzung und Morphologie der Probe erlauben [24].

Die Auswertung (und Indizierung) der Pattern und der aus ihnen gewonnenen Informationen erfolgt dabei in den meisten Fällen automatisiert.

Zur Aufnahme von EBSD -Pattern wird ein EBSD -System benötigt, bestehend aus einem „Pattern Acquisition Device“, meist ein Phosphorschirm, welcher durch Glasfaseroptik mit einem Kamerasensor verbunden ist, Software, zur Steuerung des SEM während der Messung und zur Auswertung der Kikuchi-Pattern [20].

Sowohl die für die Entstehung von Kikuchi-Pattern erforderliche glatte Oberfläche, als auch die geringe Informationstiefe aus der die Pattern erzeugt werden, erfordern eine gute Präparation der Probenoberfläche. Um die Ausbeute an RE zu optimieren, wird die Probe um  $70^{\circ}$  gekippt mit auf die Kamera ausgerichteter Oberfläche eingebaut (vergleiche Abbildung 2.12). Die Intensität der Kikuchi-Pattern erreicht ihr Maximum, wenn die Kamera nah an der Probe ist und sich das Zentrum der Kamera leicht unterhalb der Probe befindet [24, S. 15f.].

### Qualität der Kikuchi-Pattern

Die Qualität (Image Quality (IQ)) äußert sich in Schärfe und Klarheit der Kikuchi-Bänder, sie hängt größtenteils von Gitterfehlern und der Oberfläche der Probe ab. Defekte wie Versetzungen führen zu einer Bandaufweitung bis hin zur Verschmierung, wodurch stark verformte Proben nicht mit EBSD untersucht werden können. Oberflächenrauigkeit und -kontamination verschlechtern ebenfalls die Qualität [24, S. 17].

### Indizierung der Pattern

Während der computergestützten Indizierung wird die kristallographische Information der Kikuchi-Pattern, mit den zur Indizierung hinterlegten Phasen abgeglichen. Dabei wird die Position der Kikuchi-Bänder durch das Hough Transform bestimmt. Durch die bekannte Kalibrierungsgeometrie können die Winkel zwischen den detektierten Bändern bestimmt werden. Diese Winkel werden mit den Winkeln zwischen den Ebenen der zur Indizierung freigegebenen Phasen verglichen und die Lösung mit der größten Übereinstimmung ausgewählt, dabei wird auch die Orientierungsmatrix berechnet [25].

### EBSD-Maps

Typischerweise werden die Ergebnisse von EBSD-Messungen als Karte (engl: map) über das SEM-Bild von der untersuchten Probenstelle gelegt, indem jedem Bildpunkt der Wert des zugehörigen Messpunkts zugewiesen wird. So findet beispielsweise eine Einfärbung anhand der errechneten Phasen („phase-map“) oder der Orientierungen einer Phase („orientation-map“) statt. Die in der orientation-map dargestellten Orientierungen basieren auf der inversen Polfigur. Auch die Qualität der Pattern kann in einer „IQ-map“ dargestellt werden, um Korn- und Phasengrenzen hervorzuheben [24, S. 2].

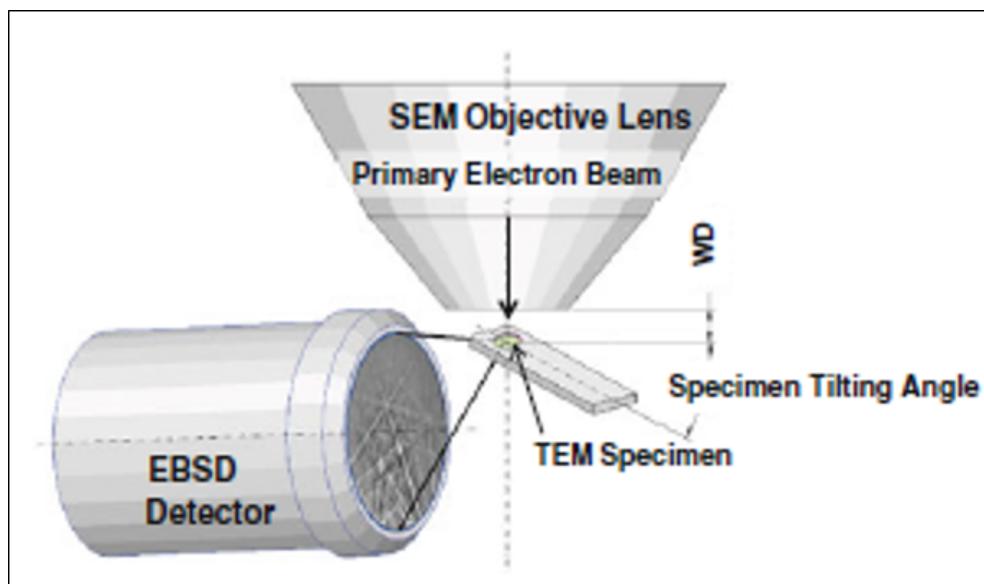
## 2.7. Stand der Technik hochauflösender Rasterelektronenmikroskopie-Methoden

Am SEM gibt es einige Methoden, mit denen eine höhere Auflösung erreicht werden kann, als mit den herkömmlichen Abbildungsmechanismen. Neben der in Kapitel 2.7.1 beschriebenen t-EBSD, kann Hochauflösung bei Methoden wie Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) [26] und Electron Channeling Orineteation Determination (eCHORD) [27] erreicht werden, welche beide auf Elektronen Channeling basieren.

### 2.7.1. Transmissions Elektronenrückstreubeugung

Anders als EBSD basiert die transmissions Elektronenrückstreubeugung (t-EBSD) nicht auf rückgestreuten, sondern auf transmittierten Elektronen, welche Kikuchi-Linien bilden. Daher wird die Methode auch als Transmission Kikuchi-Diffraction (TKD) und Electron ForwardScattering Diffraction (EFSD) bezeichnet. Der Name t-EBSD hat sich jedoch etabliert.

t-EBSD ist eine Methode zur kristallographischen Charakterisierung von Nanopartikeln, Nanodrähten und dünnen Schichten. Dabei können Auflösungen von weniger als 5 nm erreicht werden. Die verwendeten Anregungsspannungen reichen von 15 keV bis 30 keV, sodass Kupferfilme bis zu einer Dicke von 300 nm untersucht werden können. Für die Methode wird ein EBSD-System, sowie ein spezieller Probenhalter benötigt, der erlaubt, für Transmission präparierte Proben einzubauen [1, 6, 28].



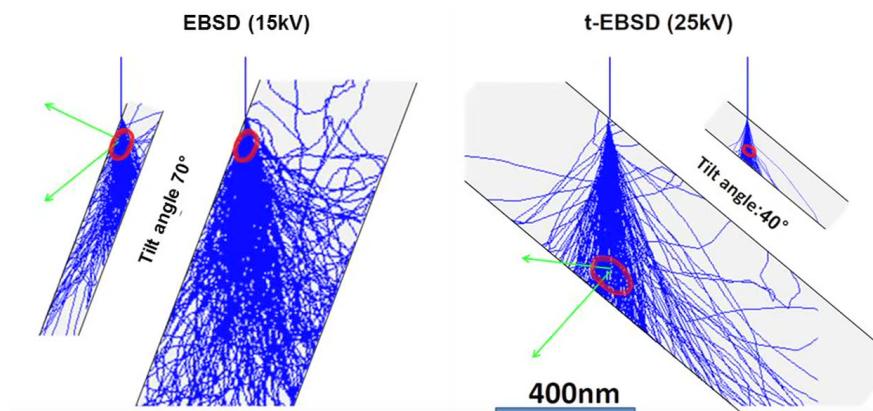
**Abbildung 2.13:** Schematischer Aufbau für t-EBSD Messungen [2].

Der Aufbau für t-EBSD ähnelt dem von EBSD, jedoch wird die Probe nicht in einem Winkel von  $70^\circ$  sondern um  $20^\circ$  gegenüber der Horizontalen gekippt. Daraus resultiert ein Einfallwinkel von  $70^\circ$  für den Elektronenstrahl in die Probe (vergleiche Abbildung 2.13).

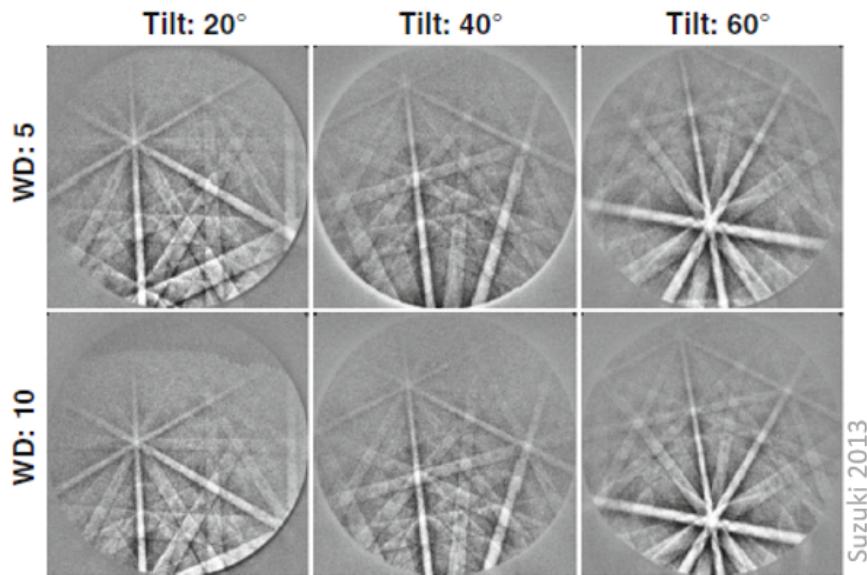
### Auflösung der t-EBSD

Der wichtigste Grund weshalb t-EBSD verwendet wird, ist die gegenüber EBSD um eine Größenordnung verbesserte Auflösung. Grund für die Verbesserung ist einerseits die sehr häufige Streuung in Vorwärtsrichtung, wodurch die Strahlaufweitung in dünnen Proben klein bleibt und viele Elektronen mit hoher Energie die Austrittsoberfläche erreichen oder in ihrer Nähe Kikuchi-Streuung erfahren. Andererseits liegt die Verbesserung der Auflösung an dem kleinen Interaktionsvolumen (es kommt durch die geringe Probendicke gewissermaßen zu einem Schnitt durch die in Abbildung 2.9 dargestellte „Birne“).

Eine Monte-Carlo (MC)-Simulation in Abbildung 2.14 zeigt das an der Kikuchi-Streuung beteiligte Interaktionsvolumen für EBSD und t-EBSD an unterschiedlich dicken Proben. Bei in Reflexion gemessenen Proben ist das an der Erzeugung von Kikuchi-Pattern beteiligte Interaktionsvolumen unabhängig von der Probendicke. Das Interaktionsvolumen ist für dünne Proben (ca. 100 nm) in Transmission deutlich kleiner, wird aber durch die Strahlaufweitung bei dickeren Proben (ca. 400 nm) größer als in Reflexion. Die hohe Ortsauflösung von t-EBSD kann demnach nur für Proben mit geringer Probendicke erreicht werden [29].



**Abbildung 2.14:** Monte-Carlo-Simulation der Strahlaufweitung in Aluminiumproben bei EBSD und t-EBSD. Die schmalen Proben haben eine Dicke von 100 nm, die breiteren eine Dicke von 400 nm. In rot ist der jeweils für die Erzeugung der Kikuchi-Pattern verantwortliche Bereich markiert. Für t-EBSD nimmt das Interaktionsvolumen stark zu, ist aber bei dünnen Proben sehr viel kleiner als bei EBSD. Die Aufweitung des Interaktionsvolumens führt zu einer Verschlechterung der IQ [29].



**Abbildung 2.15:** Einfluss von Arbeitsabstand und Kippwinkel auf die t-EBSD -Pattern eines Aluminiumdünnfilms bei 25 kV Beschleunigungsspannung [2].

### Einflüsse auf die Kikuchi-Pattern bei t-EBSD

Die Kikuchi-Pattern aus EBSD-Messungen werden von verschiedenen Faktoren beeinflusst, einer ist wie beim EBSD die Probenoberfläche, aber auch experimentelle Faktoren wie Arbeitsabstand, Kippwinkel, Probendicke, Beschleunigungsspannung und Abschattungen sind relevant [2, 6].

Mit großem **Arbeitsabstand (WD)** (vergleiche Abbildung 2.13) kann es zum Verdecken von Teilen des Patterns kommen. Dieser Effekt tritt insbesondere in Verbindung mit kleinen Kippwinkeln auf. Daher ist ein kleiner WD zu bevorzugen [2].

Der **Kippwinkel** (englisch: tilt) beeinflusst außerdem die räumliche Auflösung und die Indizierbarkeit der Pattern. Ein größerer Kippwinkel verlängert die Wegstrecke des Elektronenstrahls in der Probe und erhöht so die Strahlaufweitung, verschlechtert also die räumliche Auflösung. Gleichzeitig führt der größere Kippwinkel jedoch zu intensiveren Kikuchi-Pattern, welche besser indiziert werden können (vergleiche Abbildung 2.15) [2].

Die Erhöhung der **Probendicke** führt wie die Verkippung zu einer längeren Wegstrecke des Strahls in der Probe. Dadurch nimmt die räumliche Auflösung ab. Jedoch ist durch die geringe Zahl der gestreuten Elektronen in sehr dünnen Proben(bereichen) die IQ der Pattern schlechter als bei etwas dickeren Proben, bevor bei noch dickeren Proben die aufgenommenen Pattern wieder schlechtere IQ aufweisen. Das Optimum der IQ ist abhängig von der Beschleunigungsspannung. Dünne Bereiche weisen mit geringerer Beschleunigungsspannung (15 kV) bessere Qualität auf, mit zunehmender Beschleunigungsspannung verschiebt sich das

Optimum in dickere Bereiche [2].

Doch auch außerhalb des Optimums sind noch t-EBSD Aufnahmen möglich, so können indizierbare Pattern aus 2000 nm dicken Aluminiumfilmen erhalten werden [30]. Da die Strahlaufweitung von der Dichte des Materials und der Probendicke abhängig ist, führen Keller et al. [30], eine „mass-thickness“ ( $mt$ ) ein, um zu beschreiben, wie stark die effektive Streukraft einer Probe ist.

$$mt := \rho \cdot d, \quad (9)$$

Dabei sind  $\rho$  die Dichte und  $d$  die Dicke der Probe. Ist  $mt \geq 400 \text{ } \mu\text{g}/\text{cm}^2$  können nur vereinzelt Pattern identifiziert werden. Unterhalb von  $mt = 400 \text{ } \mu\text{g}/\text{cm}^2$  können an nahezu allen Stellen einer Probe Pattern gefunden werden. Jedoch ist zu beachten, dass diese Faustregel nicht die Strahlaufweitung für sehr dicke Proben und die Überlagerung von mehreren Körnern, zu der es aufgrund der Mikrostruktur kommen kann, berücksichtigt [30].

Die Probendicke beeinflusst außerdem die Detektorausleuchtung und damit die Bildqualität und notwendige Belichtungszeit. Dies kann verwendet werden, um aus dem Vergleich des Hintergrundsignals mit einem zuvor für das Material simulierten Hintergrundsignal die Probendicke zu bestimmen [31].

---

## **3. Material und Methoden**

### **3.1. Geräte**

#### **3.1.1. Rasterelektronenmikroskop**

Für die Messungen wurde ein SEM des Instituts für Materialphysik (IMP) verwendet. Das SEM ist ein NOVA NANOSEM 650 der Firma FEI, für welches ein STEM-System bestehend aus Probenhalter und Detektor zur Verfügung steht. Zur EBSD-Messung wird ein nachgerüsteter Detektor, sowie Software von OXFORD INSTRUMENTS genutzt.

Außerdem wurden Messungen an einem FEI QUANTA 200F mit einem EBSD System, bestehend aus Kamera PV8910, Analysator PV8104 und Analysesystem Pegasus, der Firma EDAX in der Abteilung Kristallographie des Geowissenschaftlichen Zentrums Göttingen (GZG) geplant. Für die Versuche wurde eigens ein Probenhalter für t-EBSD -Messungen konstruiert und in der Zentralwerkstatt des GZG angefertigt. Die technische Zeichnung des Halters ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Aufgrund eines defekten Detektors zu Beginn der Arbeit, wurde jedoch nur getestet, ob mit dem Probenhalter und dem neuen EBSD-Detektor Messungen möglich wären.

#### **3.1.2. Focused Ion Beam**

Zum Schneiden der Lamellen für die t-EBSD Messungen wurde ein Focused Ion Beam (FIB) „Helios NanoLab DualBeam“ der Firma THERMO SCIENTIFIC des IMP der Universität Göttingen verwendet.

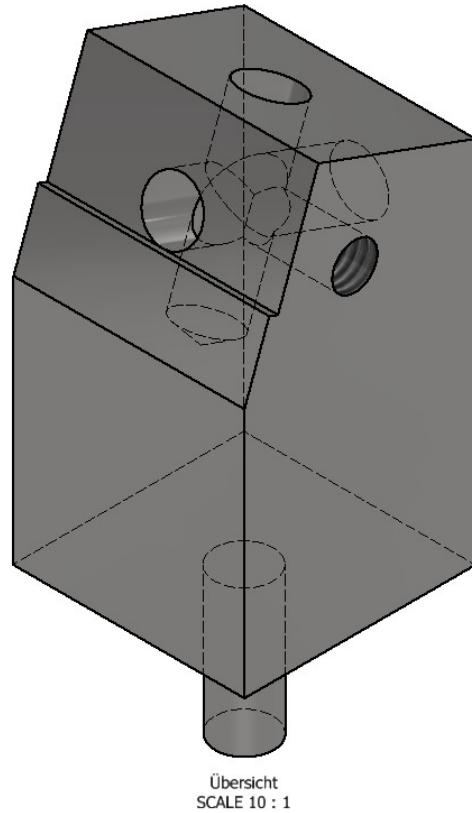
#### **3.1.3. Prescision Ion Polishing System**

Zur Präparation weiterer Transmissionsproben wird ein Prescision Ion Polishing System (PIPS) der Firma GATAN, INC., des IMP der Universität Göttingen verwendet.

#### **3.1.4. Röntgengoniometer**

Alle Röntgenmessungen ( $2\Theta$ -Scans & Polfiguren) an festen Proben wurden an dem Texturgoniometer PTS mit Co-Strahlung ( $\lambda = 1,7903 \text{ \AA}$ ) in der kristallographischen Abteilung des GZG durchgeführt.

Für die Untersuchung der gelösten Ausscheidungen wurden ein D5000 mit Cr-Strahlung ( $\lambda=2,2911 \text{ \AA}$ ) und ein Philips-Gerät mit Cu-Strahlung ( $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$ )



**Abbildung 3.1:** Technische Zeichnung des eigens für das SEM der Abteilung Kristallographie des GZG gebauten Transmissionsprobenhalters.

verwendet. Beide Geräte standen zum Zeitpunkt der Messungen ebenfalls in der Kristallographie.

## 3.2. Elektronenrückstreuubeugung

### 3.2.1. Probenpräparation

EBSD-Proben benötigen eine glatte Oberfläche, damit die entstehenden Kikuchi-Linien nicht von topologischen Effekten beeinflusst werden. Daher wurden die Proben geschliffen und anschließend poliert. Zum Schleifen wurden Körnungen von 500, 800, 1200, 2400 und 4000 verwendet. Poliert wurde mit 3 µm und 0,04 µm OPS-Politur.

Da die Probenoberflächen dennoch durch das Schleifen verursachte Unebenheiten (Schleifriefen) enthielten, wurden sie in einer Kaufmann-Ionenquelle [32] für 10 min mit Argon besputtert. Dadurch wird das Gefüge, wie beim Ätzen, etwas hervorgehoben, die Schleifriefen nehmen jedoch ab.

#### 3.2.2. Messung

Die präparierte Probenoberfläche wird unter einem Winkel von  $70^\circ$  zur Waagerechten ( $20^\circ$  zum Strahl) in der Probenkammer eingebaut. Daraufhin wird die Probe in Messposition, genau unter dem Polschuh mit einem WD von WD = 10 mm gefahren und anschließend der EBSD-Detektor in die Kammer gefahren.

Im SEM-Bild wird die zu vermessende Fläche ausgewählt und fokussiert. Zur Vorbereitung der Messung werden, während des Abrasters der Probe mit dem Elektronenstrahl, 60 Aufnahmen gemacht und aus diesen ein Hintergrundsignal bestimmt. Dabei wird die Belichtungszeit so eingestellt, dass die größtmögliche Intensität auf dem Detektor erreicht wird, ohne dass es zu Überstrahlung kommt. Schließlich werden an vier verschiedenen Punkten im SEM-Bild EBSD-Pattern aufgenommen, an denen die exakte Position des Detektor-Probensystems verfeinert wird.

Anschließend kann ein Mapping über einen Bereich ausgewählt werden, welcher dann automatisiert gemessen und den hinterlegten Phasen zugeordnet wird. Die Pattern können dabei abgespeichert werden.

Es wird eine Beschleunigungsspannung von 20 kV mit einer Spotsize von 5 verwendet. Die Spotsize [33] ist dabei eine einheitenlose Größe, ihr werden Zahlen von 1 bis 7 zugeordnet. Je höher ihr Wert ist, desto größer wird die Fläche des fokussierten Strahls und desto größer wird auch der Strahlstrom.

#### 3.2.3. Auswertung

Für die Auswertung der EBSD-Messungen liegen auf dem Steuerrechner Programme des OXFORD-INSTRUMENTS HKL Channel 5 [34] vor. Die Programme des HKL Channel 5 sind *Flamenco* (zum Messen und Indizieren), *Mambo* (für Polfiguren), *Tango* (zum Mapping) und *Salsa* (für ODF). Die Auswertung der mit *Flamenco* aufgenommenen EBSD-Daten erfolgte über ein von mir angefertigtes Skript in MATLAB [35], welches auf der MTEX Toolbox [36] basiert. Die mit EBSD und t-EBSD zusammenhängenden Abbildungen in Kapitel 4 sind mit dem Skript erzeugt worden.

### 3.3. Transmissions Elektronenrückstreubeugung

Bei der t-EBSD werden die Kikuchi-Linien von den transmittierten Elektronen und nicht durch RE gebildet. Daher werden sehr dünne Proben benötigt, durch die der Elektronenstrahl transmittieren kann.

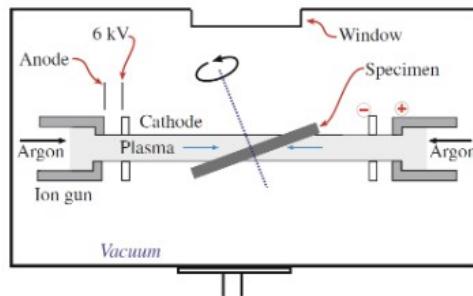
### 3.3.1. Probenpräparation

Zwei Methoden, welche auch in der Probenpräparation für Messungen im TEM verwendet werden, wurden zur Präparation transparenter Proben für die Messung im SEM genutzt.

#### Probenpräparation mit Ionenstrahlätze

Die Probe wird so zugeschnitten, dass sie mit einer Schleifscheibe mechanisch gedünnt werden kann. Mit der Schleifscheibe wird die Probe beidseitig geschliffen und poliert bis sie  $50\text{ }\mu\text{m}$  dünn ist. Anschließend wird die Probe entweder mit einer Stanze mit 2 mm Durchmesser ausgestanzt oder auf einen Titianring aufgeklebt. Daraufhin wird die Probe in das PIPS eingebaut und dort mit zwei gepulsten Argonionenstrahlen von beiden Seiten bestrahlt und dabei rotiert. Dabei beträgt der Einfallswinkel der Ionenstrahlen auf die Oberfläche  $5^\circ$ .

Abbildung 3.2 zeigt, wie die rotierende Probe unter flachen Winkeln mit Argonionen beschossen wird. Dabei wird in der Probenmitte Material abgetragen, bis ein Loch entsteht, dessen Rand durchstrahlbar ist. Die im PIPS präparierten Transmissionsproben sind in Abbildung B.3 dargestellt.



**Abbildung 3.2:** Schematischer Aufbau einer Ionenstrahlätze [22, S. 180].

#### Probenpräparation mit FIB

Für die t-EBSD-Messung werden TEM-Lamellen aus den in Kapitel 3.6 beschriebenen Proben verwendet, welche am FIB geschnitten wurden. Alle in diesem Abschnitt referenzierten Bilder befinden sich im Anhang A. Zum Schneiden der Lamellen wird auf der Probenoberfläche, an einer mit Elektronen angereicherten Stelle (vergleiche Abbildung A.1), eine Schicht aus FIB-Platin aufgebracht (vergleiche Abbildung A.2), um später Schäden an der Lamellenoberseite durch die Galliumionen zu vermeiden. Aufgrund der Orientierung der Platindüse und des Galliumstrahls in der Vakuumkammer wird die Probe dazu um  $52^\circ$  gekippt. Die Länge der Lamelle wird durch die Ausmaße der Platinbeschichtung bestimmt. Für die hergestellten Lamellen wurde eine  $12\text{ }\mu\text{m}$  lange,  $1,5\text{ }\mu\text{m}$  breite und  $1\text{ }\mu\text{m}$  hohe Schicht aufgebracht.

Anschließend wird mit Galliumionen von beiden Seiten eine Vertiefung in die Probe geschnitten. Der dazu verwendete Ionenstrahl wird mit  $30\text{ kV}$  und  $21\text{ nA}$  erzeugt. Die spätere Höhe der Lamelle wird durch die Tiefe der Vertiefung beeinflusst,

jedoch durch den späteren Schnitt bestimmt. Dabei fällt in Abbildungen A.3 bis A.5 auf, dass der Abtrag nicht gleichmäßig erfolgt, sondern einige Säulen weniger gut abgetragen werden. Es entsteht eine Lamelle, welche oben dünner als an der Unterseite ist. Diese wird unter einem Winkel von  $15^\circ$  mit dem Ionenstrahl mit einem „U“-förmigen Schnitt fast vollständig von der Probe getrennt (vergleiche Abbildung A.6). Bevor die Lamelle endgültig von der Probe getrennt werden kann, muss für den Transport eine verfahrbare Spitze an die Probe heran gefahren und durch Platin mit der Probe verbunden werden. Um die Positionierung der Spize zu bestimmen, muss der Kippwinkel wieder auf  $0^\circ$  reduziert werden. Die Spizze ist in Abbildung A.8 dargestellt. Daraufhin kann die Lamelle von der Probe gelöst und mit Platin an einem TEM-Probenhalter angebracht werden.

Um die Lamelle zu dünnen, wird sie in sogenannten Cleaning-Crossections mit den Galliumionen abgerastert. Die verwendete Stromstärke beträgt dabei  $2,5\text{ nA}$  und kann für späteres Ausdünnen weiter reduziert werden. Insgesamt wurden acht Lamellen angefertigt, welche in Abbildungen B.1 und B.2 abgebildet sind. Die Lamellen 1 und 2 von Probe A, sowie die Lamelle 1 von Proben 1 und 2 wurden von Volker Radisch, technischer Mitarbeiter im IMP, für mich präpariert, die anderen Lamellen wurden von mir angefertigt.

#### 3.3.2. Aufbau

Zur Messung wird ein Transmissionsprobenhalter verwendet, der eine feste Kippung von  $70^\circ$  aufweist, dadurch steht die Probe in einem  $20^\circ$  Winkel zum Elektronenstrahl (vergleiche Abbildung 3.3).

Zur Abbildung der Proben wird entweder der STEM-Detektor, der Everhart-Thornley-Detektor (ETD) oder der am EBSD Detektor angebrachte RückstreuElektronendetektor (forward-mounted backscatter detector (FMBSD) [23] verwendet.

Die Verwendung des STEM-Detektors erleichtert die Aufnahme eines Bildes, da der Rückstreu- und Sekundärelektronenkontrast mit zunehmender Transmission abnimmt. Daher wurde überprüft, ob der STEM-Detektor gemeinsam mit dem EBSD-Detektor genutzt werden könnte. Obwohl beide gleichzeitig eingefahren sein können, eignen sie sich nicht zur gemeinsamen Nutzung bei EBSD-Messungen. Dies liegt daran, dass der STEM-Detektor herausgefahren werden muss, damit es keine Abschattung im t-EBSD-Bild gibt. Für das erneute Einfahren muss die Probe aus der Messposition bewegt werden, sodass diese Aufnahme des Bildes nach der EBSD-Messung in Bezug auf Drift nicht so aussagekräftig ist, wie die Aufnahmen mit dem ETD oder FMBSD ohne zusätzliches Verfahren.

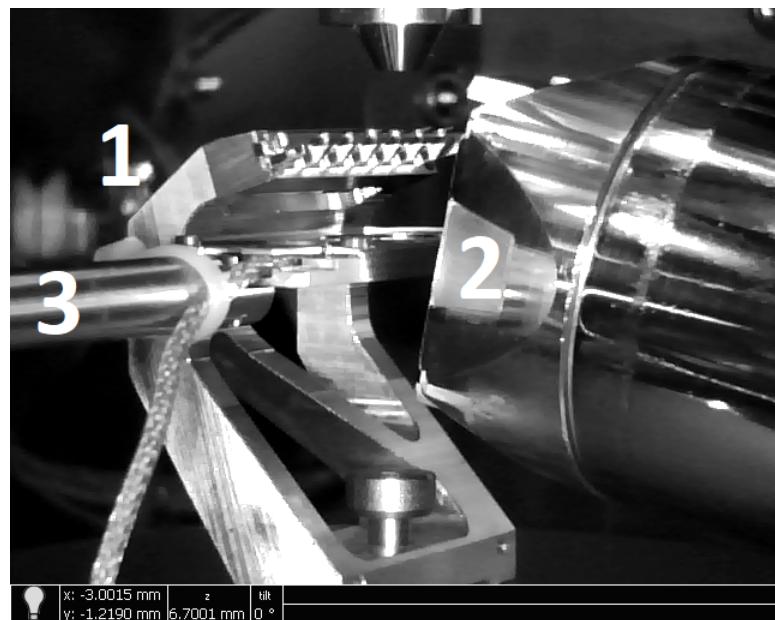
In den meisten Fällen wurden die Proben, von der EBSD-Messung unabhängig, mit dem STEM-Detektor aufgenommen. Für die mit der EBSD-Messung verbundenen Aufnahmen wurde daraufhin der ETD verwendet.

### 3.3. TRANSMISSIONS ELEKTRONENRÜCKSTREUBEUGUNG

---



**Abbildung 3.3:** Am SEM des IMP verwendeteter Transmissionssprobenhalter.



**Abbildung 3.4:** Messaufbau für t-EBSD-Messungen am SEM des IMP. Bestehend aus dem Transmissionssprobenhalter **1**, dem EBSD Detektor **2** und dem STEM-Detektor **3**.

#### 3.3.3. Messung

Der Messablauf entspricht dem einer grundlegenden EBSD Messung wie in Kapitel 3.2 beschrieben, unterscheidet sich jedoch in der eingestellten Beschleunigungsspannung, da Transmission der Elektronen durch die Probe notwendig ist. Beschleunigungsspannungen zwischen 15 kV und 30 kV und WDs von 6 mm und 10 mm wurden benutzt. Dabei wurde der WD von 10 mm nur vor der Kalibrierung bei 6 mm verwendet.

### 3.4. Energiedispersiv Röntgenspektroskopie

Energiedispersiv Röntgenspektroskopie (EDX) ist eine Methode der Elementaranalyse am SEM, dabei werden die charakteristischen Röntgenstrahlen, welche vom Elektronenstrahl angeregt werden, detektiert und den in der Probe enthaltenen Elementen zugeordnet. Für eine quantitative Aussage wäre dabei eine Standardmessung nötig, auf diese wurde jedoch verzichtet, da der qualitative Nachweis für die Fragestellung ausreichend war. EDX kann auch bei Transmissionsaufnahmen verwendet werden.

### 3.5. Röntgenbeugung

Röntgenbeugung (XRD) wurde als unterstützende Methode verwendet. Sie diente zur Struktur- und Texturbestimmung. Die Textur kann über die ODF beschrieben werden. Dazu wurden von den Probenblechen 2  $\Theta$ -Scans mit Cobaltstrahlung und anschließend Polfiguren aufgenommen. Außerdem wurden Ausscheidungen der Proben mit Chrom- und Kupferstrahlung untersucht, um die Strukturinformationen der Ausscheidungen zu ermitteln. Die Ausscheidungen wurden dazu zuvor chemisch aus den Blechen getrennt und anschließend in Ethanol gelöst.

### 3.6. Verwendete Proben

Die Auswahl der Proben, an denen gemessen wurde, erfolgte anhand des Präparationsfortschritts, da alle Proben gemessen werden sollten. Das Hauptaugenmerk in Auswertung und Diskussion wird auf den Proben liegen, an denen viele Methoden durchgeführt werden konnten. Die Tabellen 3.1 und 3.2 geben einen Überblick über die gemessenen Proben.

**Tabelle 3.1:** Übersicht der verwendeten Proben und ihrer Prozessparameter, soweit bekannt. Die Probe A ist der Zustand von dem aus die Proben 1 und 2 geglüht wurden. Die Proben A\_fl und 2\_fl enthalten chemisch extrahierte Ausscheidungen in Ethanol.

Probenbezeichnung	Art	Prozessparameter	
		Glühung	Abkühlung
Probe A	bainitisches WB	Ausgangszustand	
Probe 1	bainitisches WB	1300°C, 20min	Abschrecken
Probe 2	bainitisches WB	650°C, 24h	langsam im Ofen
Probe A_fl	gelöst	Ausgangszustand	
Probe 2_fl	gelöst	650°C, 24h	langsam im Ofen
Probe L 29	mikrolegiert	N.A.	Isotherm
Probe L 31	mikrolegiert	N.A.	an Luft
Probe L 35	mikrolegiert	N.A.	Isotherm
Probe L 36	mikrolegiert	N.A.	an Luft

**Tabelle 3.2:** Übersicht der Methoden, für die die Proben präpariert wurden. Die Zahl gibt die Anzahl der für die Art der Messung, bzw. im Fall der Transmissionsproben die Anzahl der mit der Methode, präparierten Proben dar.

Probenbezeichnung	Präparation				
	Proben		Anzahl der Transmissionsproben		
	XRD	EBSD	FIB	PIPS	TEM-grid
Probe A	1	2	4	2	
Probe 1	1	2	1		
Probe 2	1	2	1		
Probe A_fl	2				2
Probe 2_fl	2				2
Probe L 29	1				
Probe L 31	1		1		
Probe L 35	1				
Probe L 36	1				

### 3.6.1. Bainitisches Warmband

Bei den Proben, an denen die meisten Messungen durchgeführt werden konnten, handelt es sich um ein bainitisches Warmband in drei verschiedenen Glühzuständen. Probe A bezeichnet den Ausgangszustand, bei dem keine Glühung erfolgte. Probe 1 wurde 20 min bei 1300 °C geäglüht und dann abgeschreckt. Probe 2 wurde für 24 Stunden bei 600 °C geäglüht und anschließend im Ofen langsam abgekühlt. An den Proben A, 1 und 2 wurden röntgenographische Untersuchungen ( $2\Theta$  und Textur), EBSD-Messungen, EDX-Messungen, t-EBSD-Messungen und t-EDX-Messungen durchgeführt.

Von beiden Glühzuständen wurden zusätzlich bei Salzgitter Mannesmann Forschung GmbH (SZMF) die Ausscheidungen chemisch extrahiert und in Ethanol gelöst. Die gelösten Ausscheidungen (Probe A\_fl und Probe 2\_fl) wurden auf TEM-Grids aus Kupfer mit einem Kohlenstofffilm gegeben und im SEM mit t-EDX untersucht.

### 3.6.2. Proben L

Bei den mit L bezeichneten Proben handelt es sich um 1,5 mm dicke Laborproben aus mikrolegiertem Stahl, welche in verschiedenen Stufen des Herstellungsprozesses entnommen wurden. Probe L 29 und Probe L 31 wurden nach dem Walzen entnommen, woraufhin die 29 isotherm und die 31 an Luft abgekühlt wurde. Probe L 35 und Probe L 36 sind nicht direkt nach dem Walzen aus dem Prozess entnommen worden, sondern wurden vor dem Abkühlen zu einem Coil aufgerollt. Die Abkühlung von Probe L 35 erfolgte isotherm, die von Probe L 36 an Luft.

Alle Proben L wurden röntgenographisch untersucht, zusätzlich liegen Ergebnisse einer Rietveldanalyse aus Synchrotronmessungen aus der Bachelorarbeit von Imke Janßen [37] vor. Diese sind in Tabelle 3.3 zusammengefasst.

Am SEM wurde nur die Probe L 31 in t-EBSD-Messungen untersucht.

**Tabelle 3.3:** Übersicht über den Prozess der Proben L und der in Synchrotronmessungen nachgewiesenen Phasen [37].

Probe	Prozessschritt	Abkühlung	enthaltene Phasen		
			$\alpha$ -Fe	$Fe_3C$	$Fe_{0,3}Mn_{0,7}$
L 29	Walzen	isotherm	✓	nicht eindeutig	-
L 31	Walzen	luftgekühlt	✓	-	✓
L 35	Coiling	luftgekühlt	✓	✓	✓
L 36	Coiling	isotherm	✓	✓	✓



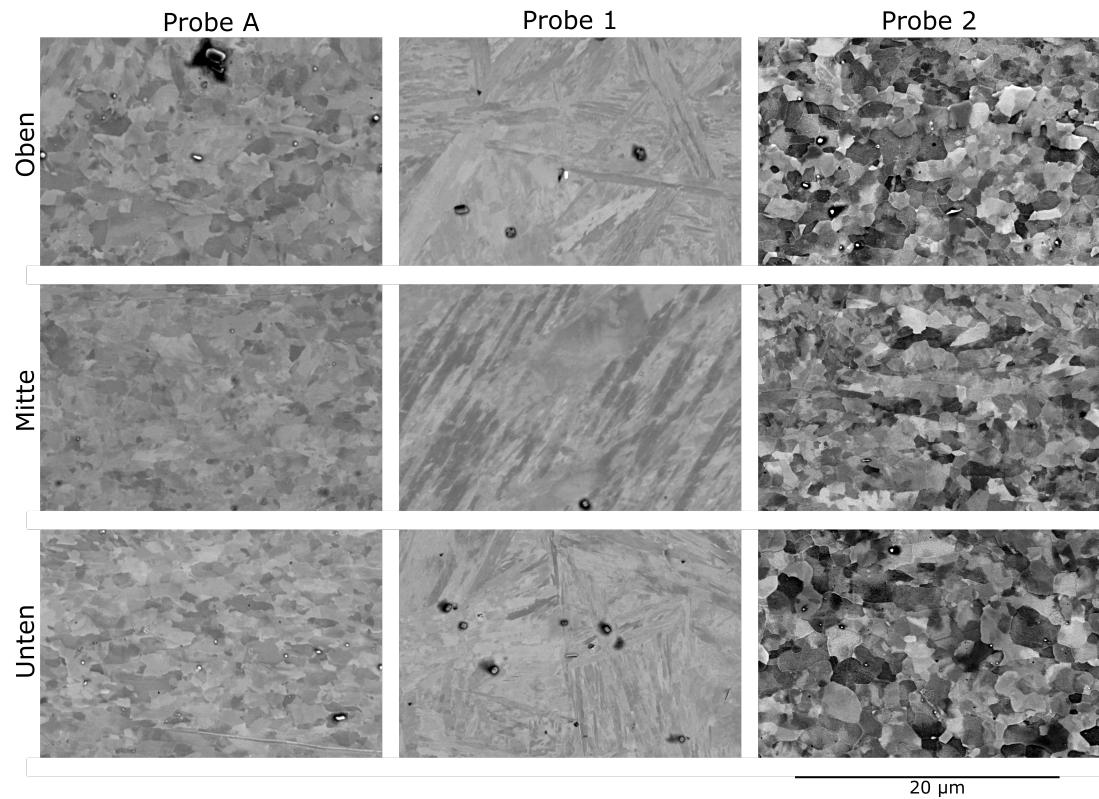
---

## 4. Ergebnisse

### 4.1. Veränderungen über die Blechdicke

Am Querschnitt der mikrolegierten Warmbandproben wurden SEM-Bilder mit einem parallel zur Probenoberfläche stehendem Circular Backscatter Detector (CBS) aufgenommen. Durch die Anisotropie des RE-Kontrasts lassen sich so Körner verschiedener Orientierung darstellen.

Über den Querschnitt der Proben wurde alle 0.04 mm ein Bild bei 8000-facher Vergrößerung aufgenommen, das entspricht bei einer Blechdicke von 2 mm 50 Bildern pro Probe. Aufnahmen aus dem unteren Randbereich, der Probenmitte und dem oberen Randbereich der Warmbandproben sind in Abbildung 4.1 dargestellt.



**Abbildung 4.1:** Aufnahmen mit dem CBS von links nach rechts Probe A, Probe 1 und Probe 2. Die Obere Zeile enthält Aufnahmen aus dem oberen Randbereich (0 mm Blechdicke), die mittlere Zeile Aufnahmen aus der Blechmitte (1 mm Blechdicke) und die untere Zeile Aufnahmen aus dem unteren Randbereich (2 mm Blechdicke).

## 4.2. Röntgenbeugung

Die mittels XRD gewonnenen Phaseninformationen über die Proben erleichtern die Indizierung der EBSD-Pattern, da die Indizierung nur mit vorhandenen Phaseninformationen möglich ist. Die Ergebnisse aus den XRD-Messungen fließen direkt in die Indizierung in Kapitel 4.3 und 4.5 ein.

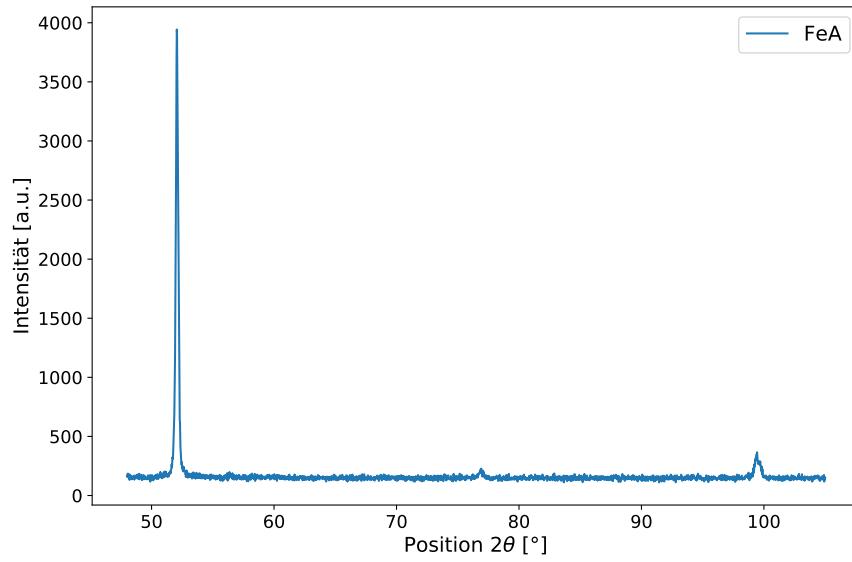
Die Phasenanalyse erfolgt anhand von  $2\Theta$ -Scans. Aus Gründen der Übersichtlichkeit werden nur ausgewählte Scans in diesem Kapitel gezeigt. Die verbliebenen Aufnahmen sind im Anhang in den Abbildungen C.1 - C.14 dargestellt.

### 4.2.1. Bainitisches Warmband

#### Bleche

Abbildung 4.2 zeigt den  $2\Theta$ -Scan von Probe A. Die beiden geglühten Zustände (Probe 1 und 2) unterscheiden sich von Probe A hauptsächlich in der Intensität des zweiten Reflexes (200-Reflex) (Abbildungen C.1 und C.2 im Anhang). Die Peakpositionen aus den  $2\Theta$ -Scans der drei Glühzustände des bainitischen Warmbands sind in Tabelle 4.1 dargestellt. Sie entsprechen den Positionen der (110), (200) und (211) Reflexe von Ferrit [38]. Anhand der Polfiguren Abbildungen D.1 - D.2 im Anhang wurden die ODFs für die einzelnen Bleche zurückgerechnet. Die ODFs der gegeglühten Proben ähneln einander stark (vergleiche Abbildungen D.3 und D.5 im Anhang). Sie weisen alle drei verdrehte Gosslagen von  $(011)<110>$  bis  $(011)<211>$ , wie an den wie aus den Orientierungsmaxima bei  $\Phi = 45^\circ$  erkennbar ist. Dabei unterscheidet sich die genaue Orientierung zwischen dem Ausgangszustand Abbildung D.3 und den beiden geglühten Proben ebenso wie die Ausprägung der Textur etwas. Die maximale Intensität ( $F_{\max}$ ) ist bei Probe A am geringsten ( $F_{\max}=2.7$ ), bei Probe 1 etwas höher ( $F_{\max}=3.4$ ) und Probe 2 am größten ( $F_{\max}=4.4$ ). Die gemessenen Intensitäten sind relativ gering, was für eine schwach ausgeprägte Textur spricht.

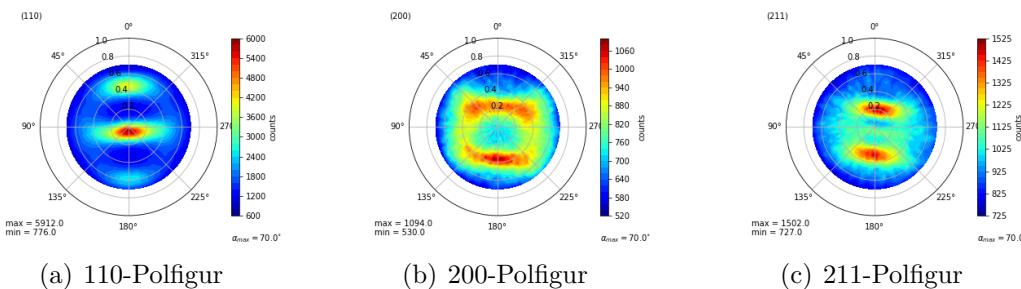
Außerdem wurden aus den bestimmten ODFs (100), (110) und (111) Polfiguren zurückgerechnet, um sie mit den Polfiguren aus den EBSD Messungen zu vergleichen. Die rückgerechneten Polfiguren sind in Abbildungen 4.4 - 4.6 dargestellt. An ihnen ist die Orientierung der (011)-Ebenen parallel zur Probenoberfläche zu erkennen.



**Abbildung 4.2:**  $2\Theta$ -Scan des Ausgangszustand des bainitischen Warmbands (Probe A), aus einer Messung mit Co-Strahlung.

**Tabelle 4.1:** Positionen der mit *XPert-Highscore* aus den  $2\Theta$ -Scans bestimmten Reflexe der drei Zustände des bainitischen Warmbands, zusätzlich sind die Peaks von Ferrit dargestellt.

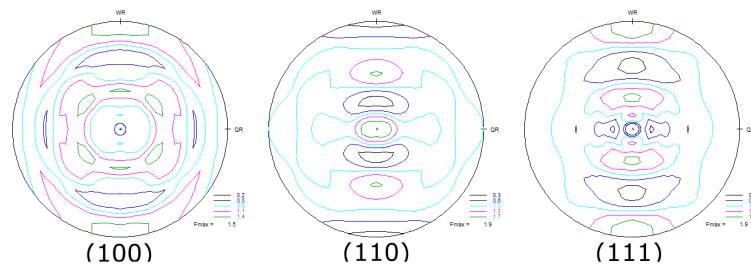
Probe	Reflexposition $2\Theta$ [°]		
	Reflex 1	Reflex 2	Reflex 3
Probe A	52,06	76,92	99,39
Probe 1	52,02	76,81	99,29
Probe 2	52,10	76,98	99,45
Ferrit [38]	52,379	77,237	99,708



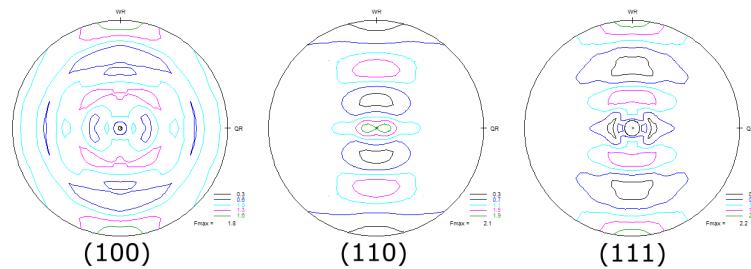
**Abbildung 4.3:** Mit XRD gemessene Polfiguren von Probe A.

## 4.2. RÖNTGENBEUGUNG

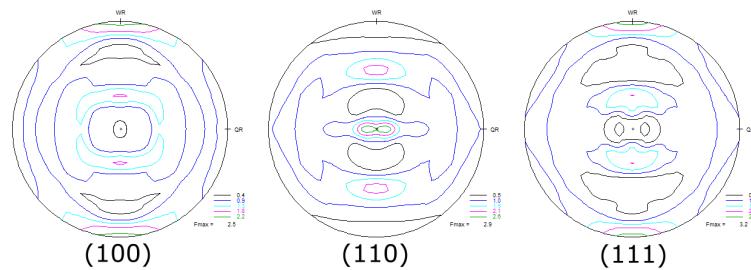
---



**Abbildung 4.4:** Nach dem Bungeverfahren aus der mit XRD bestimmten ODF berechnete Polfiguren von Probe A.



**Abbildung 4.5:** Nach dem Bungeverfahren berechnete Polfiguren von Probe 1.



**Abbildung 4.6:** Nach dem Bungeverfahren berechnete Polfiguren von Probe 2.

### Gelöste Ausscheidungen

Die gelösten Ausscheidungen wurden, statt mit der zuvor verwendeten Co-Strahlung, mit Cr- und Cu-Strahlung untersucht. Die Messungen mit Cr weisen ein niedriges Signal-Rausch-Verhältnis auf (vergleiche Abbildungen C.3 und C.5 im Anhang), die Messungen mit Cu sind deutlich klarer (vergleiche Abbildungen C.6 - C.10 im Anhang). Bei anfänglichen Messungen, dargestellt in Abbildungen C.3, C.6 und C.7 (im Anhang), sind bei kleinen Winkelbereichen hohe Intensitäten gemessen worden. Die Intensitäten der Peaks sind dagegen klein. Daher wurde bei nachfolgenden Messungen die Menge, die auf dem Probenhalter getropften Ausscheidungslösung erhöht, um so die Peakintensität zu verbessern (vergleiche Abbildungen C.4 - C.5, C.8 - C.10 im Anhang).

Die mit *X'pert Highscore* [39] bestimmten Peaks aus den Messungen an Probe A\_fl mit Cu-Strahlung sind in Tabelle 4.2 dargestellt und die von Probe 2\_fl in Tabelle 4.3. Die Peakpositionen stimmen mit mehreren Phasen in der International Centre for Diffraction Data (ICDD)-Datenbank [38] zum Teil überein, aufgrund der bekannten Legierungszusammensetzung und des Lösungsverfahrens können jedoch einige Phasen ausgeschlossen werden. Dennoch lassen sich einige Peaks durch keine und andere Peaks durch viele verschiedene Phasen aus den enthaltenen Legierungselementen erklären. Zu diesen Phasen gehören verschiedene Titancarbide, Niobnitride sowie weitere in Tabelle 4.4 dargestellte Phasen. Die EDX-Messungen, welche in Kapitel 4.4 beschrieben sind, konnten die Phasen nicht weiter eingrenzen.

**Tabelle 4.2:** Peakpositionen der  $2\Theta$ -Scans an Probe A\_fl. Die Positionen wurden über die Reflexsuche in Xpert Highscore bestimmt.

Nr.	Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	FWHM [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-Wert [ $\text{\AA}$ ]	Höhe [cts]	Rel. Int.[%]
1	28,4395	0,2362	3,13846	5118,58	100
2	35,6964	0,1968	2,51532	1094,21	21,38
3	41,4179	0,1181	2,18012	1057,82	20,67
4	42,5114	0,192	2,12478	229,58	4,49

**Tabelle 4.3:** Peakpositionen der  $2\Theta$ -Scans an Probe 2\_fl. Die Positionen wurden über die Reflexsuche in Xpert Highscore bestimmt.

Nr.	Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	FWHM [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-Wert [ $\text{\AA}$ ]	Höhe [cts]	Rel. Int.[%]
1	25,4079	0,1574	3,50564	397,88	1,25
2	27,511	0,1181	3,24224	2200,28	6,93
3	28,2643	0,0984	3,15752	31762,08	100
4	30,5546	0,1181	2,92586	2663,13	8,38
5	35,414	0,1574	2,53473	1269,3	4
6	41,1767	0,1378	2,19234	1246,89	3,93
7	42,1953	0,24	2,13996	222,8	0,7

### 4.3. ELEKTRONENRÜCKSTREUUBEUGUNG

---

**Tabelle 4.4:** Mit X'pert Highscore identifizierte mögliche Phasen der Ausscheidungen. Die Phaseninformationen stammen aus der ICDD [38].

Phase	Symmetrie	Raumgruppe
$C_{3.28}Mo_2Nb_2$	kubisch	Fm-3m
$C_2Nb_{0.9}Ti_{1.1}$	kubisch	Fm-3m
$NbN_{0.85}$	Tetragonal	I4/mmm
$NbN_{0.88}$	kubisch	Fm-3m
$NbN_{0.90}$	kubisch	Fm-3m
$Nb_4N$	Tetragonal	I4/mmm
SiC	kubisch	F-43m
SiCN	kubisch	F23
TiC	kubisch	Fm3m
$TiC_2$	kubisch	Pm-3m
TiN	kubisch	Fm3m
V	kubisch	Im-3m
$V_2C$	Orthorombisch	Pbcn

#### 4.2.2. Proben L

Die  $2\Theta$ -Scans der Proben L 29, L 31 und L 35 - 36 weisen Reflexe bei den in Tabelle 4.5 dargestellten Positionen auf. Dabei sind die Peakpositionen für alle Proben identisch, während die Intensitäten sich leicht unterscheiden (vergleiche Abbildungen C.11 - C.14 im Anhang). Die letzten drei Reflexe liegen auf den Positionen der Ferrit-Reflexe. Beide vorderen Peaks können durch Mn-Verbindungen wie Manganphosphat erklärt werden.

**Tabelle 4.5:** Peakpositionen der  $2\Theta$ -Scans an Proben L. Die Positionen wurden über die Reflexsuche in Xpert Highscore bestimmt.

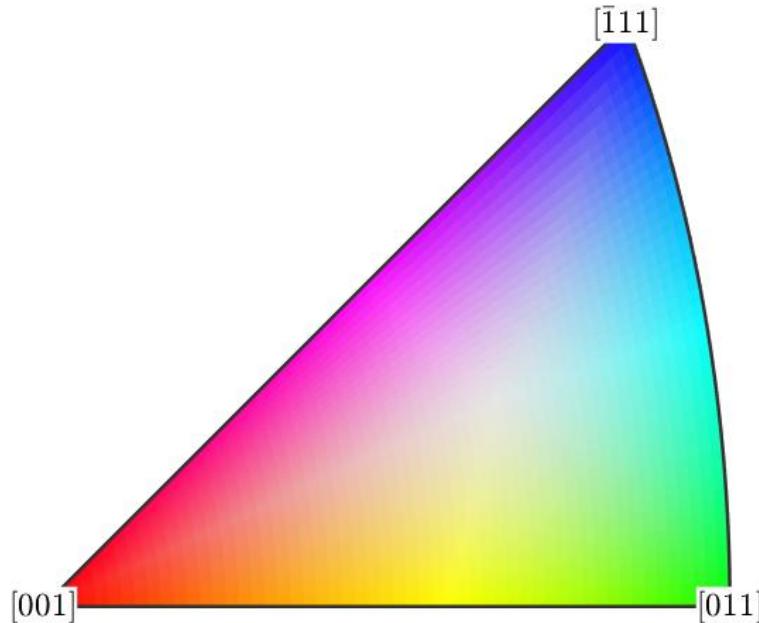
Probe	Reflexposition				
	Reflex 1	Reflex 2	Reflex 3	Reflex 4	Reflex 5
L 29	32.899	33.7903	51.9233	76.8165	99.323
L 31	32.9551	33.853	51.9291	76.8354	99.2879
L 35	32.9661	33.8928	51.9257	76.8274	99.299
L 36	32.9427	33.8277	51.9152	76.7925	99.2774

### 4.3. Elektronenrückstreuung

Die anfänglichen EBSD Messungen an den Blechen der mikrolegierten Warmbandproben A, 1 und 2 wurden an der polierten Blechoberfläche durchgeführt. Die Messungen wiesen sehr geringe Indizierungsraten der Pattern auf. Es wurden ungefähr 10 % der gemessenen Pattern indiziert. Daher wurden die Proben an-

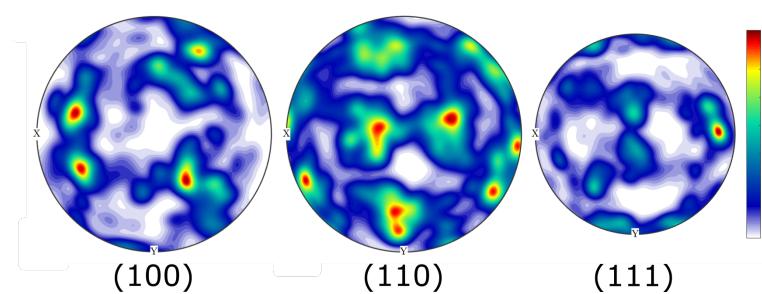
schließend in einer Kaufmannquelle für 10 Minuten mit Argonionen besputtert, wodurch die Indizierungsrate auf über 70 % stieg.

Die EBSD-Aufnahmen an den mit Ar-besputterten Blechen sind in Abbildungen E.1 - E.12 im Anhang dargestellt. Anhand der phase-maps ist erkennbar, dass größtenteils die Phase *Iron bcc (old)* (die auf dem verwendeten SEM hinterlegte Ferrit-Phase, im weiteren Verlauf Ferrit genannt) identifiziert wird. Anhand der Orientierungen, welche in den orientation-maps dargestellt sind, können in Matlab Körner rekonstruiert und eine lokale Textur dargestellt werden. Die Orientierung in den orientation-maps kann anhand der Inversen Polfigur, welche in Abbildung 4.7 dargestellt ist, bestimmt werden. Die IQ-maps sind an Messpunkten, an denen die Pattern keine hohe IQ haben, dunkler als an Messpunkten mit guter IQ.



**Abbildung 4.7:** Farbkodierung der Inversen Polfigur, die den orientation-maps zugrunde liegt.

Abbildung 4.8 zeigt die berechneten Polfiguren für Probe A. Die Polfiguren, die aus den Orientierungen errechnet wurden, sind für alle mit Ar besputterten Warmbandproben in Abbildung D.6 im Anhang dargestellt. Sie weisen eine geringe Statistik und kaum erkennbare Symmetrie auf.



**Abbildung 4.8:** Polfiguren von Probe A berechnet aus EBSD Messungen an der mit Argon besputterten Probe.

Die Bleche wurden zu einem späteren Zeitpunkt der Arbeit auf 1 mm Blechdicke geschliffen, um Lamellen aus der Blechmitte schneiden zu können. Zuvor wurde die neue Oberfläche jedoch EBSD-präpariert und nach dem Polieren erneut mit EBSD untersucht, ohne vor der Messung mit Argon besputtert zu werden. Die Aufnahmen von Probe A und Probe 1 sind in Abbildungen E.13 - E.20 dargestellt. Die aus den gemessenen Orientierungen berechneten Polfiguren sind in Abbildung D.7 im Anhang dargestellt. An Probe 1 wird größtenteils (zu 75 %) eine leicht tetragonal verzerrte Ferritphase ( $A = B = 2,8885$ ,  $C = 2,8488$ ) identifiziert, welche als *Fe tetr. 22* hinterlegt war. Außerdem ist auffällig, dass die Punkte gleicher Orientierung lange Streifen bilden, was auf eine starke Drift während der Messung hindeuten kann. Das nach der Messung aufgenommene Bild kann darüber jedoch keine Aussage treffen, da sich sowohl die Vergrößerung, als auch Intensität und Fokus stark verändert haben. Die Änderungen von Fokus, Intensität und Vergrößerung traten während mehrerer Messungen auf. Die Abnahme der Intensität während der Messung wurde durch einen Filamentwechsel reduziert, für die anderen Änderungen ist keine Ursache bekannt.

## 4.4. Energiedispersive Röntgenspektroskopie

EDX und t-EDX wurden verwendet, um Ausscheidungen chemisch qualitativ zu analysieren. Messungen wurden sowohl als EDX-Mappings als auch als EDX-Punktmessungen durchgeführt.

### 4.4.1. EDX an Blechen

Aus den EDX-Mappings an den Blechen der Proben A, 1 und 2 sind die aufsummierten Spektren in Abbildung F.1 im Anhang dargestellt. Probe A weist dabei starke Peaks bei Fe auf, aber auch kleine C-, Mn- und Ti-Signale sind erkennbar. Zusätzlich zeigt Probe 1 noch kleine Si- und Ca-Signale. Bei Probe 2 wurde kein

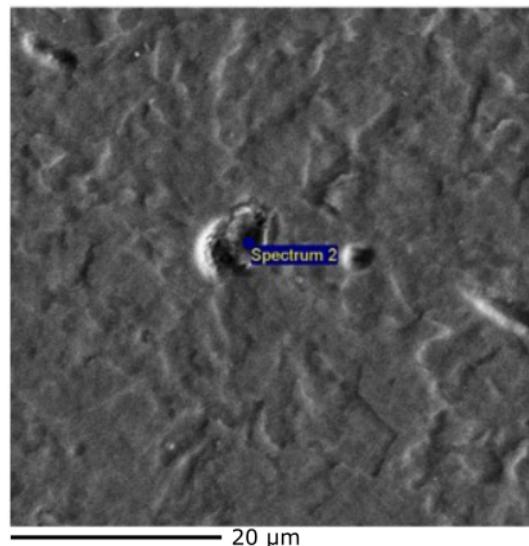
Peak von Ti und Ca gefunden.

Zusätzlich zu diesen Spektren sind in Abbildung F.2 im Anhang die Verteilungen der Elemente für Probe 1 dargestellt. Dabei fällt auf, dass Fe- und Mn-Gehalte in der Ausscheidung deutlich reduziert sind, während Al-, Ca-, Mo- und Ti-Gehalte höher ausfallen als im Rest der Probe 1.

Dies bestätigt sich auch an Probe 2, wie an den in Tabelle 4.6 zusammengestellten Werten aus einer Punktmessung an der Ausscheidung und einem EDX-mapping über einen größeren Probenbereich (vergleiche Abbildung 4.9) erkennbar ist.

**Tabelle 4.6:** Elementanalyse mit EDX an Probe 2. Fläche\_1 bezeichnet das aufsummierte Spektrum über die in Abbildung 4.9 dargestellte Probenfläche, S 2 das an der in derselben Abbildung markierten Position aufgenommene Spektrum. Die Werte sind Angaben in Gew.-%, jedoch fand zuvor keine Kalibrierung statt.

Spektrum	C	N	Mg	Al	Si	Ca
Fläche_1	3,66				0,48	
S 2	5,67	17,6	0,4	2,62		1,36
	Ti	Mn	Fe	Nb		Total
Fläche_1	0,64	1,85	93,37		100	
S 2	17,42	1,04	50,97	2,88		100



**Abbildung 4.9:** SEM-Bild an Probe 2 mit markierter Messposition der EDX-Punktmessung S 2.

### 4.4.2. t-EDX an TEM-Grids

Die t-EDX -Spektren der, auf TEM Grids pipettierten, gelösten Ausscheidungen sind in Abbildungen F.4 - F.7 im Anhang dargestellt. Dabei treten hauptsächlich Signale von C, Ca, O und Al auf, aber auch K, Na Mg und Ni-Signale können detektiert werden. Da von diesen Elementen aufgrund der Legierungszusammensetzung nur K, Ni und Al erwartet werden, wurden dabei wahrscheinlich nicht nur an Ausscheidungen gemessen.

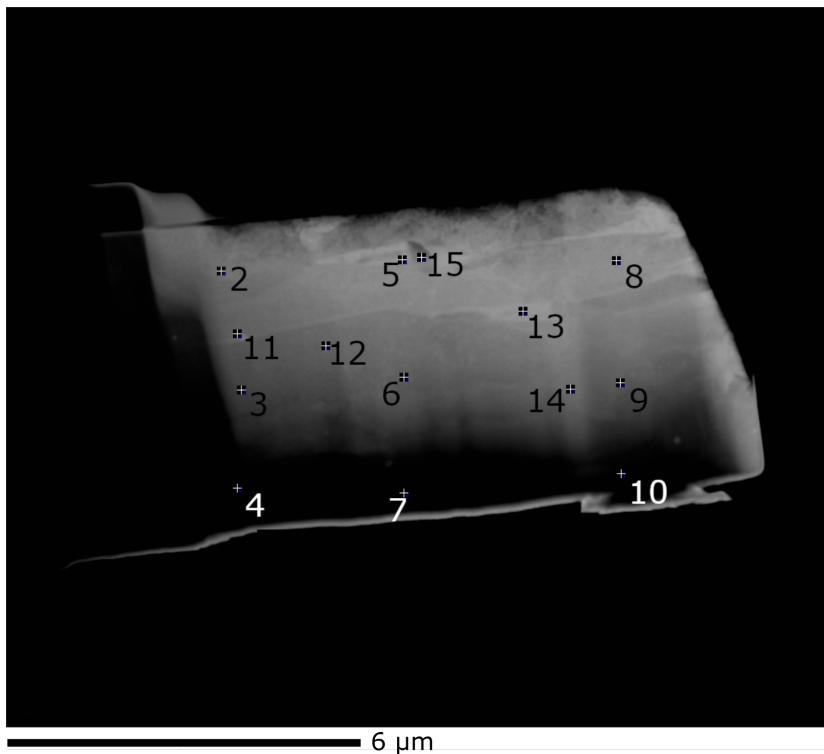
### 4.4.3. t-EDX an Lamellen

An Lamelle 2 von Probe A wurde ein EDX -Mapping angefertigt, dieses ist in Abbildung F.11 im Anhang dargestellt. Dabei fällt auf, dass über das Messfeld Cu gleichmäßig verteilt ist. Fe und Ti treten nicht zusammen auf. Die Pt-Schicht ist als solche am oberen Rand erkennbar.

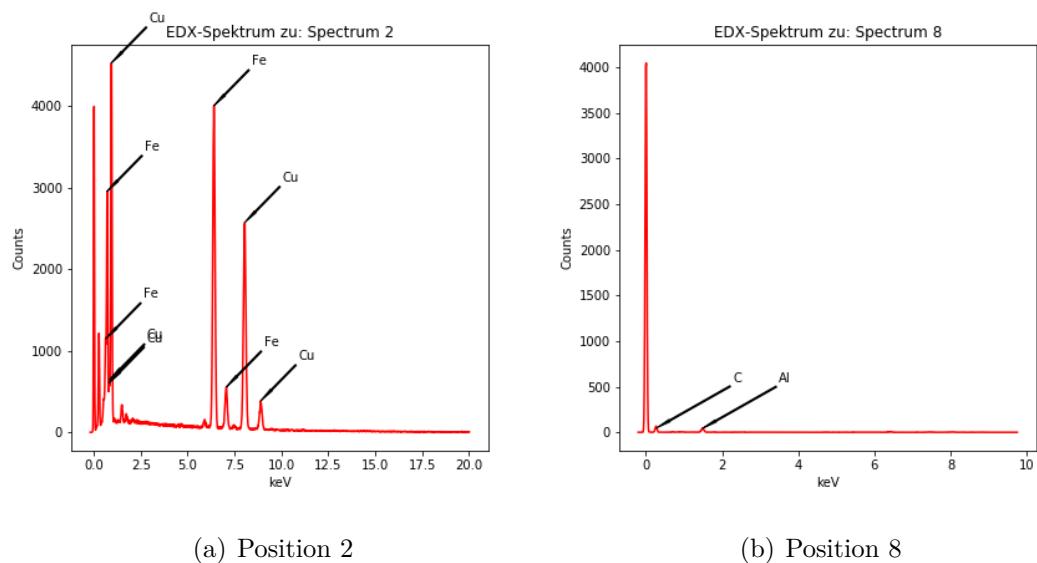
An der in Abbildung 4.10 dargestellten Lamelle 1 von Probe 1 wurden 14 t-EDX -Spektren aufgenommen. Dabei wurden an den Punkten 2-7, 11-13 und 15 starke Intensitäten von Fe und Cu, sowie geringere Intensitäten von Mo und Si festgestellt. An den äußeren rechten Punkten 8-9 und 14 sind nur sehr geringe Intensitäten von C und Al detektiert worden. Für beide Fälle ist jeweils ein Spektrum in Abbildung 4.11 dargestellt. Alle aufgenommenen Spektren können in Abbildungen F.9 und F.10 im Anhang gefunden werden. Die Elemente mit Peaks von über 300 Counts sind in Tabelle 4.7 dargestellt.

Die fehlenden Intensitäten an den äußeren Positionen deuten darauf hin, dass die Position der Lamelle im Laufe der Messungen nicht stabil war und dort nicht mehr die Lamelle gemessen wurde.

An Lamelle 1 von Probe 2 wurden in einem gleichmäßigen Raster 9 t-EDX -Spektren aufgenommen, die in Abbildung F.8 im Anhang dargestellt sind. Anhand der Peaks können die in Tabelle 4.8 markierten Elemente identifiziert werden. Auffällig ist, dass einzelne Elemente wie Nb, Mg, S nur in Verbindung mit Ti gefunden werden. Außerdem scheint die Lamelle an einzelnen Positionen mit Pt von der Deckschicht kontaminiert zu sein.



**Abbildung 4.10:** Lamelle 1 von Probe 1 mit markierten Messpositionen der EDX-Punktmessungen 2-15.



**Abbildung 4.11:** EDX-Spektren von a) Position 2 b) Position 8 aus Abbildung 4.10

**Tabelle 4.7:** Überblick der EDX-Messungen an Lamelle 1 von Probe 1. Elemente, denen Peaks von mehr als 300 Counts in dem jeweiligen Spektrum zugeordnet werden können, sind mit „✓“ markiert. Bei den Spektren mit sehr geringen Intensitäten sind die beiden einzigen Peaks markiert, obwohl kein 300 Counts gemessen wurden.

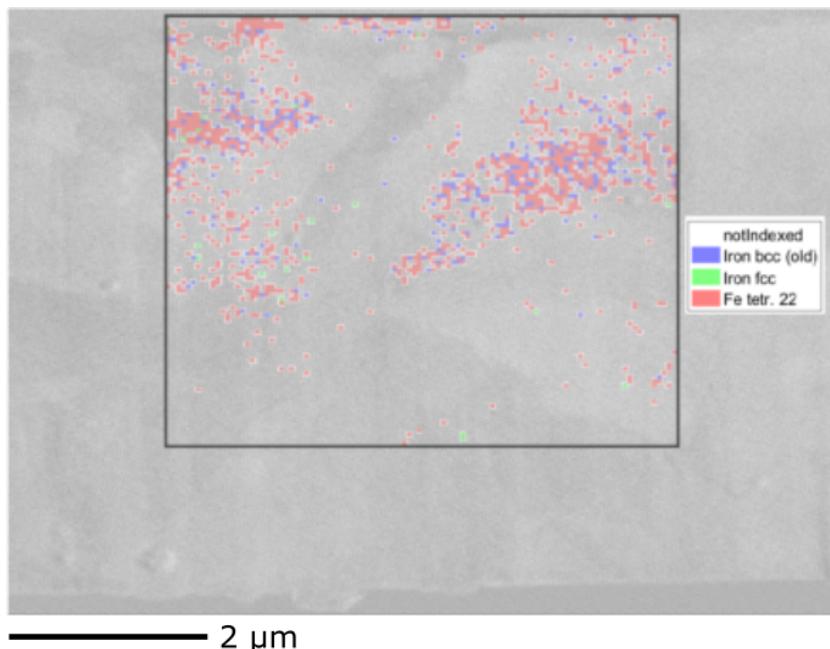
Spektrum	Fe	C	Al	Cu	Mn	Ni	Pt	Nb	Mo
2	✓	✓	✓	✓	✓	✓			
3	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓		
4	✓	✓	✓	✓	✓	✓		✓	✓
5	✓	✓	✓	✓	✓	✓			
6	✓	✓	✓	✓	✓	✓			
7	✓	✓	✓	✓	✓	✓			
8		✓	✓						
9		✓	✓						
10		✓	✓						
11	✓	✓	✓	✓	✓	✓			
12	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓		
13	✓	✓		✓	✓	✓			
14		✓	✓						
15	✓	✓	✓	✓	✓	✓			

**Tabelle 4.8:** Überblick der EDX-Messungen an Lamelle 1 von Probe 2. Elemente, denen Peaks in dem jeweiligen Spektrum zugeordnet werden können, sind mit „✓“ markiert.

Spektrum	Fe	C	Al	Cu	Mn	Pt	Ti	Nb	Mg	S
1		✓		✓		✓				
2	✓	✓	✓	✓	✓					
3	✓	✓	✓	✓						
4	✓	✓	✓	✓	✓					
5	✓	✓	✓	✓	✓					
6	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓			
7	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓			
8	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
9	✓	✓	✓	✓						

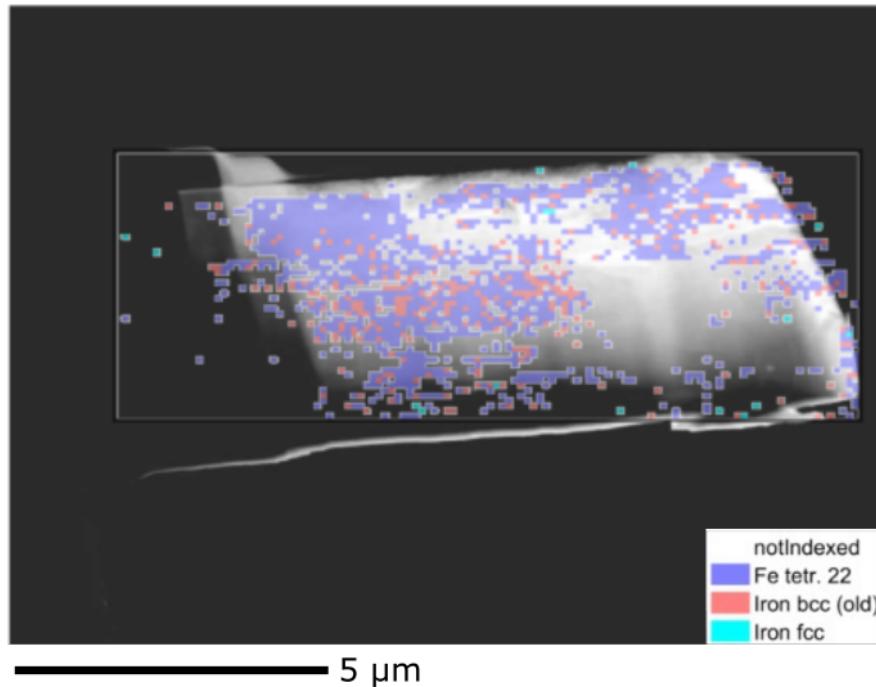
## 4.5. Transmissions Elektronenrückstreubeugung

Die ersten t-EBSD-Messungen fanden noch ohne Kalibration auf die passende WD an den Lamellen 1 und 2 von Probe A und Lamelle 1 von Probe 2 statt, dabei waren die Indizierungsichten sehr gering (vergleiche Abbildung 4.12 und Abbildungen G.28 - G.31 im Anhang).



**Abbildung 4.12:** Phase-map der t-EBSD-Messung an Lamelle 2 von Probe A. Die Indizierungsrate ist dabei gering. Die Messung fand vor der neuen Kalibrierung statt.

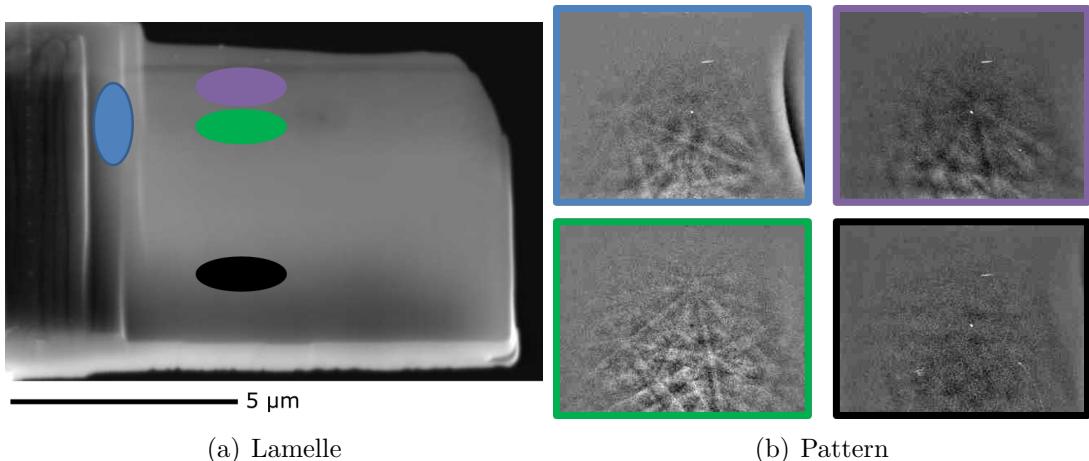
Nach der Kalibrierung auf die neue WD von 6 mm wurden die ersten Messungen an Lamelle 1 von Probe 1 durchgeführt, dabei wurden höhere Indizierungsichten erreicht, wie an Abbildung 4.13 erkennbar ist. Diese Abbildung wie auch die Abbildungen G.21 - G.23 im Anhang stammen dabei von einer Übersichtsmessung an der Lamelle mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV. Anhand des sich nach rechts über den Rand der Lamelle ausbreitenden Overlays ist gut zu erkennen, dass während der Messung Drift auftrat. Auch fällt auf, dass sowohl in den dunkleren (dickeren) Bereichen, als auch in den sehr hellen (dünneren) Bereichen der Lamelle weniger Punkte indiziert werden können.



**Abbildung 4.13:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1. Die Messung erfolgte nach der neuen Kalibrierung.

Die in Abbildungen G.24 - G.27 dargestellte Messung ist an dem schlecht indizierten Bereich der vorherigen Messung mit einer Beschleunigungsspannung von 30 kV aufgenommen worden. Dabei konnte in dem Bereich eine höhere Indizierungsrate als zuvor erreicht werden. Es treten aber weiterhin nicht indizierte Bereiche auf. Von beiden Messungen sind die berechneten Polfiguren in Abbildung 4.15 dargestellt.

Die Messungen an Lamelle 3 von Probe A weisen eine geringe Indizierungrate auf (vergleiche Abbildung G.5-G.8 im Anhang). Dabei ist auffällig, dass die Indizierung in einem Streifen knapp unterhalb der Oberkante des Messfeldes deutlich häufiger funktioniert als am Rest des Messfeldes. Bei einer näheren Betrachtung der Pattern aus dem Messfeld kann erkannt werden, dass lokal große Unterschiede in der IQ festzustellen sind. Diese Unterschiede wurden in Abbildung 4.14 zusammengestellt. Es zeigt sich, dass die Pattern aus dem dickeren Randbereich (blau) eine Abschattung aufweisen. Die Pattern aus dem oberen Bereich (lila) weisen geringe Intensität auf und die Pattern aus dem unteren Messbereich (schwarz) sind sehr unscharf. In dem Bereich mit hoher Indizierungsrate (grün) ist eine gute IQ erkennbar.



**Abbildung 4.14:** Darstellung der Patternqualität in Abhängigkeit von der Messposition auf der Lamelle. a) SEM-Bild von Lamelle 3 Probe A mit farbigen Markierungen der Positionen, an denen die b) EBSD-Pattern aufgenommen wurden.

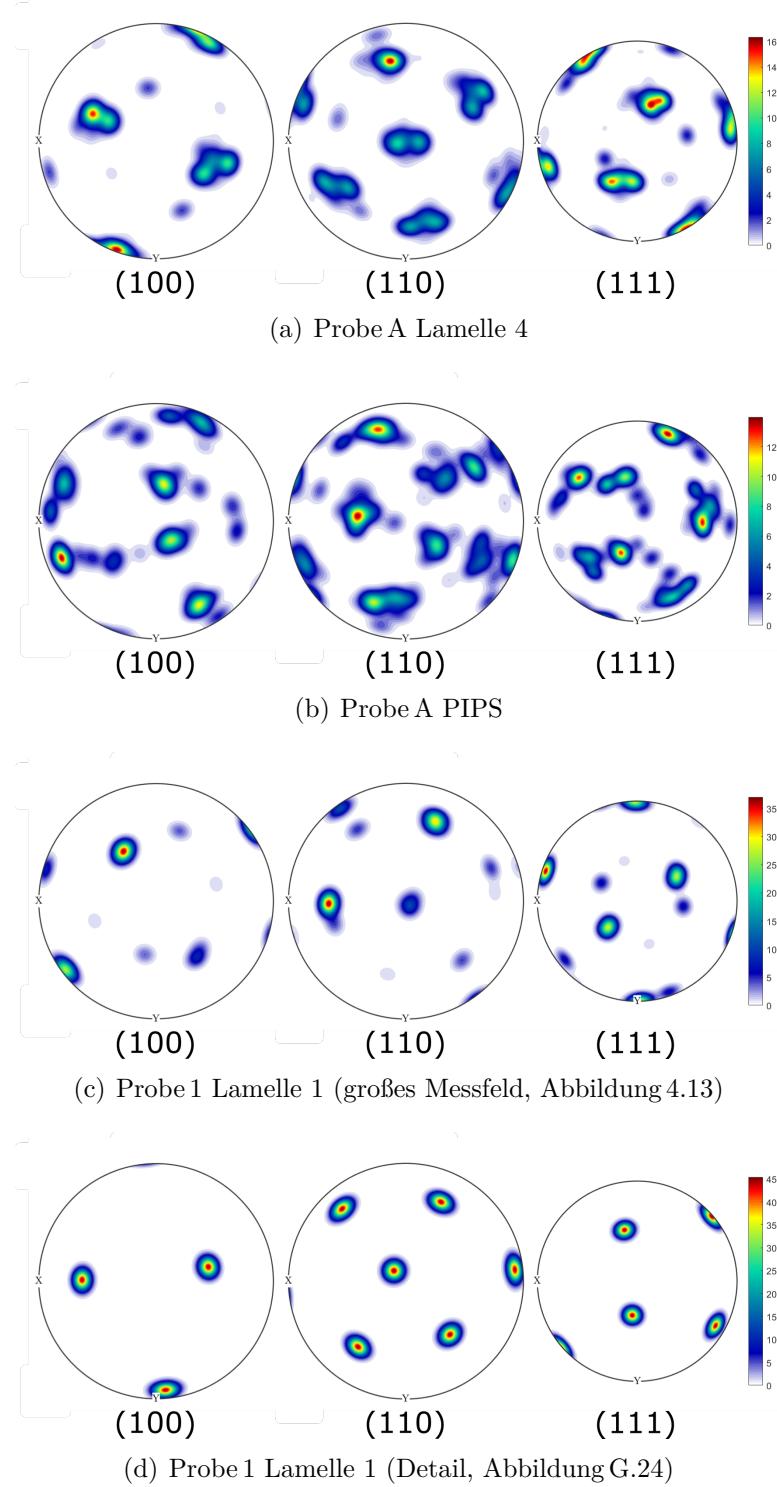
An dem gut indizierten Bereich wurde eine weitere, in Abbildungen G.5 - G.8 dargestellte t-EBSD-Messung aufgenommen. Dabei scheint die IQ an den Korngrenzen und im oberen Bereich gering zu sein und ansonsten eine Indizierung zu erlauben (vergleiche Abbildung G.8).

An Lamelle 4 von Probe A wurden ebenfalls ein großes (Abbildungen G.9 - G.12) und ein kleines Messfeld (Abbildungen G.13 - G.16) gemessen. Dabei konnten jeweils knapp über 50 % der Messpunkte indiziert werden, wobei nahezu 100 % der indizierten Punkte ferritischem Eisen zugeordnet wurden. Auffällig ist jedoch, dass die orientation-maps (Abbildungen G.10 und G.14) und aus der Orientierung berechneten Körner (Abbildungen G.11 und G.15) nur im unteren Bereich des Messfeldes übereinstimmen. Die aus dem kleinen Messfeld berechneten Polfiguren sind in Abbildung 4.15 dargestellt.

Die mit dem PIPS präparierten Proben hatten in dem transparenten inneren Randbereich keine einheitliche Dicke, was die Auswahl eines geeigneten Messfeldes erschwert. Abbildung G.17 zeigt die resultierende geringe Indizierungsrate in der t-EBSD-Messung. Die aus der Messung resultierenden Polfiguren sind in Abbildung 4.15 dargestellt, um sie mit den Polfiguren aus der Messung an Lamelle 4 vergleichen zu können.

#### 4.5. TRANSMISSIONS ELEKTRONENRÜCKSTREUBEUGUNG

---

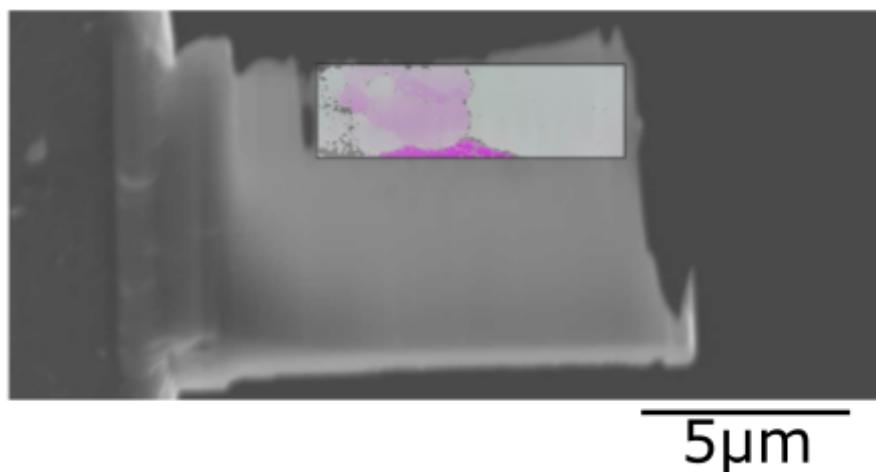


**Abbildung 4.15:** Berechnete Polfiguren aus t-EBSD Messungen.

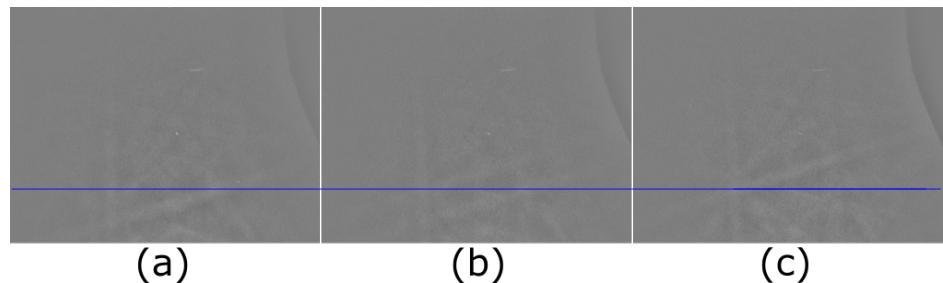
Die t-EBSD -Messung an der Lamelle von Probe L 31 weist im oberen Bereich eine hohe Indizierungsrate auf. Die aus der Messung resultierende phase-map ist in Abbildung G.32 dargestellt, es wird zu 90 % Ferrit indiziert. An der orientation-map, welche in Abbildung 4.16 dargestellt ist, fällt auf, dass im unteren Bereich eine Orientierungsänderung auftritt, die von der Position ungefähr mit der Dickenänderung der Lamelle (vergleiche Abbildung B.2 c) und d) ) übereinstimmt. An der IQ-map (Abbildung G.35) sind, insbesondere im rechten Bereich, leichte Wechsel der Grauwerte zu erkennen, die auf Unterschiede in der Patter Qualität hindeuten.

Um die Orientierungsänderung anhand der Pattern, die bei der vorherigen Messung nicht gespeichert wurden, genauer zu identifizieren, wurde ein größeres Messfeld ausgewählt, welches in Abbildungen G.36 - G.39 dargestellt ist. Dabei nimmt die Indizierungsrate insgesamt deutlich ab. Nur ein kleiner Bereich unterhalb der vorherigen Messung wird noch regelmäßig indiziert. Auch beim Speichern dieser Pattern ist ein Fehler aufgetreten, deshalb wurden zusätzlich Linescans an der Lamelle durchgeführt, welche in Abbildung 4.18 dargestellt sind. Innerhalb einer Linie beträgt der Abstand der Messpunkte 0.1  $\mu\text{m}$ .

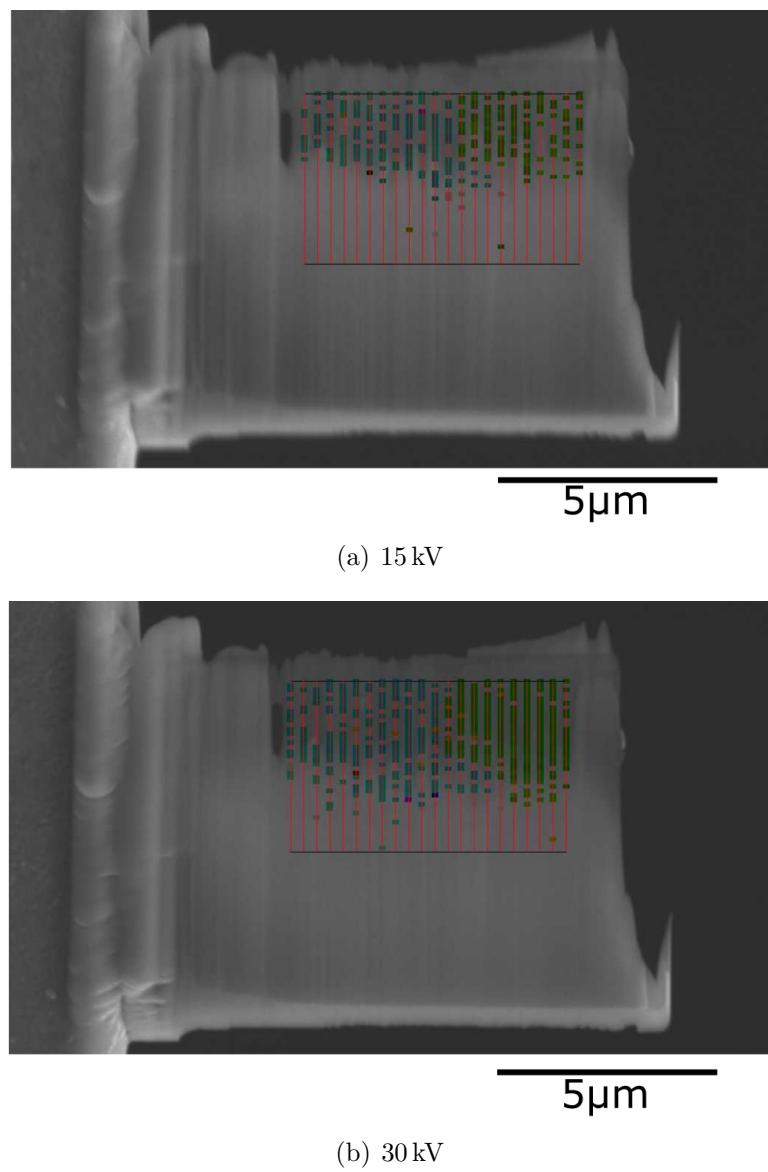
Abbildung 4.17 zeigt drei nacheinander aufgenommene Pattern aus dem Übergang des dünnen in den dickeren Probenbereich. Dabei ist a) aus dem dünnen und c) aus dem dickeren Bereich. In b) überlagern sich die Pattern von a) und c). Die Pattern unterscheiden sich deutlich in der Lage der kristallographischen Zonenachsen (Höhe des Schnittpunkts der Kikuchi-Linien), ähneln sich aber ansonsten sehr.



**Abbildung 4.16:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31. Die Orientierungen sind entsprechend der in Abbildung 4.7 dargestellten Inversen Polfigur gefärbt.



**Abbildung 4.17:** Kikuchi-Pattern aus dem Linescan an Probe L31 bei 15 kV. Die blaue Linie dient der besseren Unterscheidung von a) und c).



**Abbildung 4.18:** t-EBSD Linescans an der Lamelle von Probe L31. a) mit 15 kV und b) mit 30 kV Beschleunigungsspannung.

---

## 5. Diskussion

### 5.1. Phaseninformationen

Durch die  $2\Theta$ -Scans aus Kapitel 4.2 kann die Hauptphase der Proben bestimmt werden, diese ist für alle Proben Ferrit. Da Probe A, 1 und 2 als bainitisches Warmband bezeichnet wurden und Bainit eine Mischung aus Ferrit und Martensit ist, konnten an diesen Proben auch Martensit-Reflexe erwartet werden. Ansonsten war in allen Proben mit Ferrit zu rechnen. Die Ausscheidungen können aufgrund des kleineren beugenden Volumens nicht mit Röntgenstrahlung in der Fe-Matrix detektiert werden.

#### 5.1.1. Phasen der Ausscheidungen

Die  $2\Theta$ -Scans an den gelösten Ausscheidungen liefern Reflexe mit geringen Intensitäten, die sich nach dem Aufkonzentrieren erhöhen. Es liegt also kristallines Material in der Lösung vor. Anhand der Reflexe allein, lassen sich jedoch keine belastbaren Phaseninformationen bestimmen. Dafür lassen sich die Peaks vielen verschiedenen Phasen zuordnen, die durch vorhandene Legierungselemente erklärbar sind. Daher sollte die chemische Analyse aus EDX und t-EDX die in den Ausscheidungen enthaltenen Reflexe weiter einschränken.

Anhand der EDX-Messungen an den Blechen kann ein erhöhter Al-, C-, Ca-, Mo-, N und Ti-Gehalt in Ausscheidungen festgestellt werden (vergleiche Tabelle 4.6 und Abbildungen F.2 und F.3 im Anhang). Gleichzeitig sinkt der Fe- und Mn-Gehalt. Auch bei den t-EDX -Messungen an den Lamellen tritt in Ausscheidungen vermehrt Ti auf. Es wird in Verbindung mit Mg, S und Nb detektiert (vergleiche Tabelle 4.8). Es wurden nicht an allen Lamellen Ausscheidungen gefunden.

Die t-EDX -Messungen an den gelösten Ausscheidungen auf Cu-TEM-Grids enthalten neben Cu hauptsächlich K und Ca (vergleiche Abbildungen F.4-F.7). Hier liegt die Vermutung nahe, dass anstelle der Ausscheidungen Staub oder organisches Material gemessen wurde, welches sich während des Verdampfens des Lösungsmittels unter dem Abzug auf den Grids abgesetzt haben könnte. Dies würde auch die Formen und Größen der Agglomerate erklären. Das Kupfersignal stammt mit hoher Wahrscheinlichkeit vom TEM-Grid.

Werden für die Charakterisierung der Ausscheidungen nur die Messungen an den Probenblechen und Lamellen berücksichtigt, verbleibt eine große Auswahl an möglichen Phasen mit teils sehr ähnlichen Gitterparametern. Für eine genauere Analyse dieser Ausscheidungen könnten in zukünftigen Versuchen einige Phasen mit der Rietveldmethode verfeinert werden. Die so erhaltenen Phaseninformationen ließen sich für anschließende EBSD-Untersuchungen verwenden. In dieser Arbeit erfolgte die Verfeinerung der Phasen nicht, da die Anzahl der möglichen Phasen sehr groß war und eine Rietveldanalyse von den hohen Intensitäten bei kleinen

Winkelbereichen beeinflusst werden könnte. Um bei den EBSD- und t-EBSD-Messungen trotz der ungenauen Phaseninformationen Ausscheidungen identifizieren zu können, wurden testhalber TiC und  $TiC_2$  Phasen als mögliche Phasen für die automatisierte Indizierung markiert. Diese wurden ausgewählt, da an allen Ausscheidungen Ti identifiziert werden konnte.

### 5.1.2. Mit EBSD und t-EBSD identifizierte Phasen.

Bei den EBSD und t-EBSD-Messungen wurde größtenteils Ferrit oder im elastischen Bereich verzerrter Ferrit indiziert. Der verzerrte Ferrit unterscheidet sich dabei durch eine Verkürzung der Kristallachse C um 1,4 % ( $A = B = 2,8885$ ,  $C = 2,8488$  bei  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ) von unverzerrtem Ferrit. An einigen Lamellen gab es Pattern von einzelnen Punkten die als Martensit oder Titancarbid identifiziert wurden. Die Phasen wurden nicht in zusammenhängenden Clustern indiziert.

## 5.2. Vergleich der Orientierungen

Die ODFs aus den röntgenographischen Texturmessungen stellen die globale Textur der Proben dar. Die in den Abbildungen D.3 - D.5 dargestellten ODFs der Proben A, 1 und 2 weisen alle Orientierungen nahe der Goss-Lage  $(110)<001>$  [10] auf. Diese tritt in unterschiedlicher Ausprägung und zum Teil verdreht auf, sodass Orientierungen zwischen  $(110)<001>$  und  $(110)<211>$  bestimmt werden können. Die klare Orientierung der  $(110)$ -Ebene parallel zur Probenoberfläche ist auch an den berechneten Polfiguren in Abbildungen 4.4 - 4.6 identifizierbar. Auch ist eine hohe Symmetrie zu erkennen, die auf eine große Kornstatistik schließen lässt.

Die Polfiguren aus den EBSD-Messungen Abbildung 4.8 und Abbildungen D.6-D.7 weisen keine eindeutige Orientierung und Symmetrie auf. Dies lässt sich durch die geringe Kornstatistik, aufgrund der lokalen Messfelder zurückführen. Da die EBSD-Messungen ebenfalls an der Blechoberseite erfolgen, ist bei größereren Messfeldern eine parallele Ausrichtung der  $(110)$ -Ebene zur Probenoberfläche zu erwarten. Für eine Vergleichbarkeit zwischen röntgenographisch aufgenommener globaler Textur und der lokalen Textur aus den EBSD-Messungen, wäre ein sehr viel größerer Messbereich mit größerer Schrittweite notwendig. Um interessante Bereiche wie Ausscheidungen und ähnliches genauer zu untersuchen, müsste daraufhin in detailliertere Messbereiche gewechselt werden.

Anhand der Polfiguren aus den t-EBSD-Messungen kann ebenfalls keine Symmetrie erkannt werden (vergleiche Abbildung 4.15), bei kleinen Messfeldern (Abbildung 4.15(d)) wird die Kornstatistik sehr gering. Die Vergleichbarkeit der Orientierungsbestimmung aus EBSD und t-EBSD ist größer als die einer der beiden Methoden mit der Orientierungsbestimmung aus röntgenographischen Polfigurmessungen. Dies bestätigt die Erwartungen, da es sich bei EBSD und t-EBSD um lokale Methoden handelt.

Es bleibt zu beachten, dass die Orientierungsmessung bei EBSD an der Oberfläche und bei t-EBSD am Querschnitt der Bleche erfolgt.

Diese lokalen Orientierungen erlauben keine Charakterisierung der gesamten Probe, sind aber für die Bestimmung der Phasenbeziehungen zwischen den einzelnen Körnern und gegebenenfalls in zukünftigen Arbeiten an Ausscheidungen wichtig.

### 5.3. Indizierung der Kikuchi-Pattern

Wie in Kapitel 2.6.2 beschrieben, enthalten die Kikuchi-Pattern kristallographische Information über die Probe.

Dadurch ist die Indizierung abhängig von der IQ, da mit breiteren Bändern oder zusätzlichen Informationen, wie Abschattungen, die Bestimmung der Position der Kikuchi-Bänder im Hough Raum ungenauer wird.

#### 5.3.1. Einflüsse auf die Image Quality von t-EBSD

Wie von Suzuki et al. [2] dargestellt, ist die IQ bei t-EBSD Messungen unter anderem von der WD, der Probendicke und der Beschleunigungsspannung abhängig. Da die WD in dieser Arbeit nicht variiert wurde, sind nur Effekte durch die Probendicke und die Beschleunigungsspannung untersucht worden. Der Effekt der Probendicke ist an Abbildung 4.14 dargestellt. Dabei wird deutlich, dass die IQ mit abnehmender Probendicke besser wird, die Probe aber auch zu dünn werden kann. Bei zu dünnen Probenbereichen nimmt die IQ ab, da dann das Intensitätsmaximum der vorwärtsgestreuten Elektronen nicht auf dem Detektor, sondern unterhalb der Detektorfläche liegt. In solch einem Fall ist die Ausleuchtung des Detektors gering. Dadurch ist auch die Intensität der Kikuchi-Bänder sehr gering, wodurch sie zum Teil nicht indizierbar sind. Wird die Probe dicker, wandert das Intensitätsmaximum nach oben, sodass deutliche Kikuchi-Bänder entstehen. Die Abnahme der IQ mit zunehmender Dicke ist eher auf die Intensitätsabnahme und Bandaufweitung durch mehr Streuvorgänge, als auf das weitere Wandern der Detektorausleuchtung zurückzuführen.

Auch ohne die Darstellung der Pattern lässt sich der Einfluss der Probendicke bei vielen der t-EBSD Messungen daran erkennen, dass es Bereiche guter Indizierungsichten gibt, die auf ungefähr gleicher Höhe der Lamelle liegen. Aufgrund des trapezförmigen Querschnitts der Lamellen entspricht die gleiche Höhe auf einer Lamelle, wenn vom Curtaining abgesehen wird, einer einheitlichen Dicke.

An den in Abbildung 4.17 dargestellten Pattern sind noch drei weitere Effekte erkennbar. Die Pattern a) und c) scheinen sich nur anhand der Höhe auf dem Detektor zu unterscheiden, in b) tritt eine Überlagerung von zwei Pattern auf und es ist eine Abschattung in der oberen rechten Ecke der Pattern zu erkennen. Die Abschattungen treten oft bei Pattern auf, die in räumlicher Nähe zur Befestigung oder seitlich angrenzenden dickeren Lamellenbereichen aufgenommen werden. Als

### 5.3. INDIZIERUNG DER KIKUCHI-PATTERN

---

deutlich erkennbare Linie werden die Abschattungen auch die Indizierung beeinflussen. Das könnte die geringe Indizierungsrate in der Nähe der Befestigung der Lamelle, wie zum Beispiel in Abbildung G.13, erklären. Die Überlagerung der beiden Pattern könnte an mehreren dünnen übereinander liegenden Körnern liegen, oder aber dadurch verursacht werden, dass ein Signal an einer Korngrenze oder der Grenze von unterschiedlich dicken Bereichen erzeugt wurde. Suzuki stellt dar, dass der Einfluss von sich überlagernden Körnern aufgrund der Erzeugung der Kikuchi-Pattern auf der dem Strahl abgewandten Seite der Lamelle gering ist [2]. Die Erzeugung an unterschiedlich dicken Bereichen wird in Erwägung gezogen, da an der Lamelle von Probe L 31 starke Änderungen der Dicke auftreten (vergleiche Abbildung B.2b) und d)). Die Pattern von a) und c) unterscheiden sich nur sehr wenig, werden aber anhand der Indizierung unterschiedlichen Orientierungen zugeordnet. Da bei der Bestimmung der Probenorientierung keine Information über die Probendicke und die Ausleuchtung des Detektors vorliegt, ist es möglich, dass die Orientierungsänderung stärker dargestellt wird, als sie ohne die Änderung der Probendicke auftreten würde.

Da an den meisten Lamellen nur Messungen mit einer einzigen Beschleunigungsspannung erfasst wurden, spiegelt sich kein Effekt der Beschleunigungsspannung in den Messungen wieder. Eine Ausnahme hiervon bilden Messungen an Lamelle 1 von Probe 1 (siehe Abbildungen 4.13 - G.27 im Anhang) und die Linescans an der Lamelle von Probe L 31 (Abbildung 4.18). Bei Letzteren ist deutlich erkennbar, dass bei höherer Beschleunigungsspannung über einen größeren Bereich Pattern indiziert werden konnten. Dies widerspricht scheinbar der Regel, dass dünne Probenbereiche mit geringeren Beschleunigungsspannungen besser dargestellt werden können[2]. Jedoch kann der vergrößerte Indizierungsbereich auf die Verbesserung der Indizierung in dickeren Probenbereichen zurückgeführt werden, ohne dass die Probe so dünn werden muss, dass eine deutliche Abnahme der IQ bei größeren Beschleunigungsspannungen auftritt.

#### 5.3.2. Ausleuchtung des Detektors

Die Detektorausleuchtung wird nicht nur durch die Probendicke, sondern auch durch den Kippwinkel zwischen der Waagerechten und der Probe beeinflusst. Am verwendeten SEM kann dieser beeinflusst werden, da sich dabei jedoch die gesamte Stage bewegt, wurde hier dieser Parameter nicht variiert, um den Detektor nicht zu beschädigen. Für zukünftige Messungen an SEMs könnte eine Änderung des Kippwinkels interessant sein, um auch bei kleinen Winkeln eine hohe Intensität auf dem Detektor zu erhalten.

## 5.4. Einfluss der Probenpräparation

Die Probenpräparation hat bei EBSD Messungen großen Einfluss auf die Qualität der Messungen. Ziel ist es dabei möglichst ebene und große Flächen zu präparieren. Bei t-EBSD Messungen kommt die Probendicke als weiterer Faktor hinzu, da sie die IQ beeinflusst.

### 5.4.1. Focused Ion Beam

Die Probenpräparation mit FIB liefert für die Herstellung von Transmissionsproben eine effiziente und reproduzierbare Methode. Die Größe des Messfeldes ist dabei durch die Größe der Lamelle limitiert. Sie kann nicht beliebig ausgedehnt werden, da die Lamelle bei zu großem Gewicht nicht mehr durch die Pt-Verbindung stabilisiert werden kann. Lamelle 1 und Lamelle 2 von Probe A und Lamelle 1 von Probe 2 sind nach einiger Zeit von den Haltern abgebrochen.

Die Lamelle weist zum einen durch Curtaining, eine wellenförmige Dickenänderung aufgrund des Abtrags mit den Ga-Ionen, welche in den unteren Bereichen der Lamellen verstärkt auftritt, als auch durch den trapezförmigen Querschnitt keine einheitliche Probendicke auf. Dadurch ist nicht die komplette Lamelle gleichermaßen für t-EBSD geeignet.

Die Pt-Schicht, welche zum Schutz der Proben auf der Oberfläche aufgebracht wird, wird beim Dünnen der Proben ebenfalls abgetragen. Die t-EDX Messungen zeigen, dass es dabei auch zur Kontamination der Lamellen mit Pt kommt. Ob oder in welchem Ausmaß dies auch die kristallographische Struktur beeinflusst, wurde nicht weiter untersucht.

Bei der Lamelle der Probe L ist die Probenpräparation nicht reibungslos abgelaufen, der Abtrag an der Lamelle ist etwas ungleichmäßig, sodass ein größerer Sprung in der Probendicke, sowie einzelne Löcher entstanden sind und vermehrt Curtaining auftritt. Der Sprung in der Probendicke, auf welchen in Kapitel 5.3 bereits eingegangen wurde, führt dabei zu einer Beobachtung, die ohne die fehlerhafte Probenpräparation nicht gemacht worden wäre.

### 5.4.2. PIPS

Die Präparation mit PIPS hat keine großen und ebenen Probenflächen ergeben. Dies lässt sich dadurch erklären, dass noch keine Abtragraten für Stahlproben bekannt sind und so der Punkt, an dem die Probe über weite Bereiche elektronen-transparent wird, ohne dass ein großes Loch in der Mitte entsteht, nicht abgepasst werden konnte. Da sich die Präparation von Lamellen im FIB bewährt hatte, wurde diese für die meisten Proben verwendet.

## 5.5. Weiterführende Beobachtungen

### 5.5.1. Kalibrierung bei kleinerem Arbeitsabstand

Die Kalibrierung des EBSD-Systems auf eine kleinere WD für die t-EBSD-Messungen hat die Indizierungsraten deutlich erhöht, wie Unterschiede der Aufnahmen vor der Kalibrierung (vergleiche Abbildung 4.12) und nach der Kalibrierung 4.13 deutlich zeigen. Für weitere Messungen könnte eine Kalibrierung mit einem TEM-Standard interessant sein, um die Indizierungsraten eventuell weiter zu verbessern.

### 5.5.2. Aufnahme des Hintergrunds vor t-EBSD Messungen

Vor EBSD und t-EBSD Messungen wird ein Hintergrundwert der Detektorausleuchtung ermittelt, damit die Kikuchi-Bänder eine gleichmäßige Intensität haben und vergleichbar gut erkannt werden. Dafür wird bei EBSD Messungen meist bei geringerer Vergrößerung über die Probe gerastert und aus der Mittelung über 60 Bilder ein Hintergrundbild erzeugt.

Für t-EBSD Messungen muss die Ermittlung des Hintergrundwertes angepasst werden. Es kann nicht bei geringerer Vergrößerung über die Probe gerastert werden, sondern das Hintergrundsignal muss an der Lamelle aufgenommen werden, an der auch die Messungen stattfinden. Dabei muss aufgrund der unterschiedlichen Ausleuchtung des Detektors besonders darauf geachtet werden, dass das ermittelte Hintergrundbild nicht zu Überstrahlungen oder Schatten in einzelnen Probenbereichen führt. Auch bietet es sich an, die Mittelung über eine größere Anzahl Bilder vorzunehmen, damit eventuell aufgenommene Pattern keinen großen Einfluss auf das Hintergrundbild haben. Wird letzteres nicht beachtet, kann es aufgrund der sehr lokalen Betrachtung vorkommen, dass Bereiche nicht indiziert werden können, da das eigentlich vorhandene Kikuchi-Pattern durch die unzureichend gemittelte Hintergrundwerte in seiner Intensität zu stark reduziert wird.

### 5.5.3. Einfluss der thermischen Drift

Bei anfänglichen Messungen trat häufiger thermische Drift auf. Wurden die Messungen daraufhin wiederholt, war die Drift meist geringer. Zur Vermeidung mehrfacher Messung eines Messfeldes aufgrund starker Drift empfiehlt es sich, bei Transmissionsproben nicht direkt mit der Messung zu beginnen, sondern vor der Messung die Probe für bis zu 45 Minuten mit dem Elektronenstrahl abzurastern. Da sich die kleinen Lamellen durch den Elektronenstrahl stark erwärmen und es dauert, bis sich eine neue stabile Temperatur einstellt [29].

Da keine t-EDX-Messungen nach den t-EBSD-Messungen durchgeführt wurden, kann ein Einfluss des Rasters auf die Verteilung der Elemente in der Probe nicht bewertet werden.

## 5.6. Effekt auf die Zielsetzung

Ziel der Arbeit war die Auflösung von Nanoausscheidungen und der Mikrostruktur in Stählen mithilfe von t-EBSD als hochauflösende Messmethode im SEM zu bestimmen. Insbesondere die Darstellung der Nanoausscheidungen und deren Orientierung in der umgebenden Struktur ist nicht gelungen. Dabei bildete die Bestimmung der Phasen der Ausscheidungen ein großes Hindernis. Doch auch bei bekannten Phasenparametern bleibt es fraglich, ob eine absolute Orientierungsbestimmung mit t-EBSD möglich ist. Insbesondere die Betrachtung der Pattern aus den Linescans an der Lamelle der Probe L 31 deutet darauf hin, dass sich mit der Dicke einer Lamelle nicht nur die Detektorausleuchtung verändert, sondern auch die aus den Pattern bestimmte Orientierung variiert. Um dies zu verifizieren oder falsifizieren, wären jedoch weitere Messungen mit bewusst eingebrachten, definierten Dickensprüngen, bei bekannter Orientierung, z.B. eines Einkristalls, nötig. Sollte sich die Vermutung des Dickeneinflusses auf die Orientierung bestätigen, wäre t-EBSD nur für die relative Orientierung von Körnern innerhalb einer Lamelle vergleichbar und ein Vergleich zweier Lamellen aus einer Probe nicht ohne weiteres möglich.

Die Aufnahme von SEM-Bildern mit großer Vergrößerung wird üblicherweise durch Anlegen eines Probenstroms an die Probe erleichtert. Dieser sogenannte Inversionsmodus kann nicht in Verbindung mit EBSD Messungen verwendet werden, da das angelegte Potential die Kikuchistreuung behindert. An Lamellen kann jedoch, insbesondere bei STEM Messungen, anhand der Anisotropie der RE ein Orientierungskontrast vorkommen und auch bei großen Vergrößerungen auftreten. Daher könnte es sinnvoll sein, anstelle oder zusätzlich zu t-EBSD, ECCI und eCHORD im Inversionsmodus an den Lamellen durchzuführen.



## 6. Zusammenfassung

Die Arbeit konnte die Frage, ob t-EBSD zur Charakterisierung von mikrolegierten Stählen und ihren Ausscheidungen geeignet ist, nicht abschließend klären.

Es konnte bestätigt werden, dass die Identifikation von Phasen und Orientierungen anhand der mit t-EBSD aufgenommenen Kikuchi-Pattern funktioniert. Identifiziert wurde dabei nur Ferrit. Die Identifikation ist dabei stark abhängig von der Probendicke und der Entfernung der Messposition von Erhebungen, wie der Befestigung der Lamelle, da beide die IQ wie an Abbildung 4.14 beeinflussen. Die indizierbaren Pattern wurden bei mittleren Probendicken gefunden. Für dünne Probenbereiche äußert sich der Einfluss der Probendicke durch eine geringe Ausleuchtung des Detektors. Da die Energie der Elektronen durch die geringe Zahl an Streuvorgängen höher ist, haben sie eine etwas geringere Wellenlänge und streuen nach der Bragg-Gleichung (3) an den Netzebenen in einem kleineren Winkel, sodass die gestreute Intensität nicht mehr vollständig auf dem Detektor liegt. Bei dickeren Probenbereichen ist die Intensität der Pattern sehr gering und die einzelnen Kikuchi-Bänder werden breiter. Beides hängt mit vielen Streuvorgängen zusammen, welche die Intensität insgesamt senken und gleichzeitig die Energieaufweitung erhöhen.

Durch die Erhebungen kommt es zu Schattenwurf auf dem EBSD-Detektor, welcher die Indizierung erschwert.

Weiter untersucht werden muss der Einfluss der Probendicke auf die aus den Kikuchi-Pattern bestimmte Orientierung. Anhand der Abbildungen 4.16 und 4.17 kann angenommen werden, dass sich die Orientierung bei einer sprunghaften Dickenänderung verändert.

Die Charakterisierung von Ausscheidungen ist mit den t-EBSD-Aufnahmen nicht gelungen. Dies liegt wahrscheinlich an unzureichenden Phaseninformationen aus der Vorcharakterisierung oder aber auch an der Positionierung der Ausscheidungen in der Lamelle. Da die Kikuchi-Pattern an der dem Strahl abgewandten Seite erzeugt werden, können von Ausscheidungen nur klare Pattern erzeugt werden, wenn sie auf dieser Seite lokalisiert sind. Ausscheidungen aus dem Inneren der Proben produzieren sehr unscharfe oder gar keine Pattern [2]. Dies könnte mit zusätzlichen Messungen an Stahlproben mit bekannten Ausscheidungen weiter untersucht werden.

Auf dem aktuellen Stand, ohne weitere Optimierungen, ist die Methode nicht für die Charakterisierung der Ausscheidungen und damit nur bedingt für die Charakterisierung von mikrolegierten Stählen geeignet.



---

## 7. Ausblick

Anhand der in dieser Arbeit dargestellten Ergebnisse ist eine abschließende Bewertung der transmissions Elektronenrückstreubeugung (t-EBSD) als hochauflösende Messmethode zur Charakterisierung von Stahl nicht möglich. Die Indizierung der Pattern und eine Zuordnung von Phasen und Orientierungen ist wie bei Elektronenrückstreubeugung (EBSD) möglich, dabei kann eine höhere räumliche Auflösung erreicht werden. Doch sind aufgrund der ungenügenden Bestimmung der Phasenparameter der Ausscheidungen und der von der Probendicke abhängigen Veränderung der Detektorausleuchtung noch einige Fragen in Bezug auf die Optimierung der t-EBSD Messungen offen.

Die Einschränkung der Messfeldgrößen durch die Geometrie der Transmissionsproben, unabhängig ob als Lamelle oder als Probe aus dem PIPS, und die in Präparation und Messungen investierte Zeit schmälern auch die wirtschaftlichen Anwendungsmöglichkeiten. So ist ein Einsatz als standardmäßige Charakterierungsmethode (noch) nicht denkbar, wohingegen sie als Untersuchungsmethode in Schadensfällen oder Prozessentwicklung eine Berechtigung finden könnte. Aus wissenschaftlicher Sicht würde eine Möglichkeit, die Orientierung von Ausscheidungen in der umgebenden Stahlmatrix verlässlich zu bestimmen, erlauben, Aushärtungsmodelle zu überprüfen und gegebenenfalls zu optimieren.

Für die hochauflösende Charakterisierung von Stahl könnten im SEM auch weitere Methoden wie ECCI und eCHORD, die auf der Orientierungsabhängigkeit des RE-Kontrasts basieren, interessant sein.

### 7.1. Optimierung der t-EBSD Messungen

Zur Optimierung der t-EBSD Messungen an Stahl sind sowohl bei der Präparation, am Messsystem und an Proben Veränderungen vorstellbar.

#### 7.1.1. Optimierung der Probenpräparation

Die Präparation mit dem PIPS könnte verbessert werden, indem eine Probe in kurzen, aufeinander folgenden Intervallen gedünnt wird, um eine reproduzierbare Abtragsrate zu ermitteln. Bei bekannter Abtragsrate sollte das Zeitintervall für die zu dünnenden Proben so angepasst werden können, dass der Dünnvorgang beendet wird, wenn das Loch entsteht. Dadurch sollten transparente und glatte Probenränder entstehen. Optimal wäre ein optischer Sensor durch den der Ionenstrahl abgeschaltet wird, sobald die Probe transparent ist. Aufgrund der Deposition des abgetragenen Probenmaterials ist eine solche optische Lösung wahrscheinlich nicht zu verwirklichen.

## 7.2. EINFLUSS DER PROBENDICKE

---

Die am FIB präparierten Lamellen können verbessert werden, indem die Messfläche vergrößert wird. Als Messfläche wird dabei die Fläche der Lamelle mit einer einheitlichen Probendicke, an der Kikuchi Pattern erzeugt werden können, bezeichnet. Um diese zu erhöhen, gibt es einerseits die Möglichkeit die Lamelle zu vergrößern, andererseits kann die trapezförmige Querschnittsfläche weiter einem Quader angenähert werden, indem der Abtrag an den Lamellen gleichmäßiger über die gesamte Fläche erfolgt.

### 7.1.2. Optimierung des EBSD-Systems und Messaufbau

Ein moderneres EBSD-System hat zwei entscheidende Vorteile. Durch höhere Bildraten wird die Messzeit verkürzt und für verschiedene WD müssen in der Regel keine neuen Kalibrierungen vorgenommen werden, da die geometrischen Veränderungen in der Software hinterlegt sind.

Der Messaufbau kann insbesondere durch Modifikation des Probenhalters verfeinert werden. Ein einstellbarer Kippwinkel könnte die Image Quality (IQ) der Pattern für sehr dünne Proben verbessern, weil mit größeren Kippwinkeln der Ort höchster Intensität auf dem Detektor nach oben wandert und so die Detektorausleuchtung verbessert wird.

### 7.1.3. Optimierung durch Musterproben

Bei den gemessenen Proben war der limitierende Faktor die fehlende Phaseninformation der Ausscheidungen. Um die Bestimmung der Phaseninformation zu verbessern, kann, wenn die möglichen Phasen durch Elementaranalyse hinreichend eingeschränkt sind, Rietveldanalyse an den  $2\Theta$ -Scans angewandt werden. Andererseits könnten Muster-Stahl-Proben mit einer sehr geringen Anzahl an Legierungselementen in bekannten Massenverhältnissen hergestellt werden. Dadurch wären die möglichen Phasen in ihrer Menge eingeschränkt und leichter voneinander abgrenzbar. Solche Proben würden durch Variation der Massenverhältnisse ermöglichen, den Einfluss einzelner Legierungsbestandteile auf die Struktur der Ausscheidungen zu untersuchen.

## 7.2. Einfluss der Probendicke

Die Probendicke hat Einfluss auf die Detektorausleuchtung. Jörmann et al. [31] zeigen, dass dies verwendet werden kann, um die Probendicke anhand des Hintergrundsignals der Kikuchi-Pattern zu bestimmen. Dies könnte eine interessante Zusatzinformation sein, insbesondere bei Proben unbekannter Stärke, wie die aus dem PIPS, aber auch an Lamellen mit aus der Präparation bekannter Dicke zu ihrer Überprüfung verwendet werden.

Um weitergehende Erkenntnisse über den Einfluss der Probendicke auf die bestimmte Orientierung zu erhalten, sollten z.B. Messreihen an Lamellen mit stufenförmiger Änderung der Probendicke aus einkristallinem Material durchgeführt werden.



## 8. Literatur

- [1] GEISS, R ; KELLER, R ; SITZMAN, S ; RICE, P: New Method of Transmission Electron Diffraction to Characterize Nanomaterials in the SEM. In: *Microsc Microanal* 17 (2011), Juli, Nr. S2, S. 386–387. <http://dx.doi.org/10.1017/S1431927611002807>. – DOI 10.1017/S1431927611002807. – ISSN 1431–9276, 1435–8115. – [https://www.cambridge.org/core/product/identifier/S1431927611002807/type/journal\\_article](https://www.cambridge.org/core/product/identifier/S1431927611002807/type/journal_article)
- [2] SUZUKI, Seiichi: Features of Transmission EBSD and Its Application. In: *JOM* 65 (2013), September, Nr. 9, S. 1254–1263. <http://dx.doi.org/10.1007/s11837-013-0700-6>. – DOI 10.1007/s11837-013-0700-6. – ISSN 1047–4838, 1543–1851. – <http://link.springer.com/10.1007/s11837-013-0700-6>
- [3] BÖHM, Horst: *Einführung in Die Metallkunde* -. Mannheim : BI-Wiss.-Verlag, 1968. – ISBN 3–411–00196–8
- [4] GOTTSSTEIN, Günter: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2014 (Springer-Lehrbuch). <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-36603-1>. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-36603-1>. – ISBN 978–3–642–36602–4 978–3–642–36603–1. – <http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-36603-1>
- [5] KELLY, Anthony ; NICHOLSON, R. B.: *Precipitation Hardening*. Oxford : Pergamon Press, 1963
- [6] GEISS, Roy H. ; RICE, Katherine P. ; KELLER, Robert R.: Transmission EBSD in the Scanning Electron Microscope. In: *Micros. Today* 21 (2013), Mai, Nr. 3, S. 16–20. <http://dx.doi.org/10.1017/S1551929513000503>. – DOI 10.1017/S1551929513000503. – ISSN 1551–9295, 2150–3583. – [https://www.cambridge.org/core/product/identifier/S1551929513000503/type/journal\\_article](https://www.cambridge.org/core/product/identifier/S1551929513000503/type/journal_article)
- [7] KELLER, R.R. ; GEISS, R.H.: Transmission EBSD from 10 Nm Domains in a Scanning Electron Microscope: TRANSMISSION EBSD IN THE SEM. In: *Journal of Microscopy* 245 (2012), März, Nr. 3, S. 245–251. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2818.2011.03566.x>. – DOI 10.1111/j.1365–2818.2011.03566.x. – ISSN 00222720. – <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1365-2818.2011.03566.x>
- [8] JÄNICHE, Walter ; EISENHÜTTENLEUTE, Verein D.: *Werkstoffkunde Stahl - Grundlagen*. Bd. 1. Berlin, Heidelberg : Springer, 1984. – ISBN 978–3–514–00251–7
- [9] WEISSBACH, Wolfgang ; DAHMS, Michael: *Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung ; mit 248 Tabellen*. 18., überarb. Aufl. Wiesbaden : Vieweg + Teubner, 2012 (Studium Festigkeitslehre und Werkstofftechnik). – ISBN 978–3–8348–1587–3. – OCLC: 769017171

## 8. LITERATUR

---

- [10] HAASEN, Peter: *Physikalische Metallkunde*. 3. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 1994. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-87849-7>. – ISBN 978-3-642-87850-3. – <http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-87849-7>
- [11] STAHL-ONLINE.DE: *Roheisen- Und Rohstahlerzeugung*. <https://www.stahl-online.de/index.php/service/stahlerzeugung/>, 2020
- [12] KLINKENBERG, Christian ; BILGEN, C. ; BOECHER, T. ; SCHLÜTER, J.: 20 Years of Experience in Thin Slab Casting and Rolling State of the Art and Future Developments. In: *MSF* 638-642 (2010), Januar, S. 3610–3615. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.638-642.3610>. – DOI 10.4028/www.scientific.net/MSF.638-642.3610. – ISSN 1662-9752. – <https://www.scientific.net/MSF.638-642.3610>
- [13] KLINKENBERG, Christian ; HENSGER, K.-E.: Processing of Niobium Microalloyed API Grade Steel on a Thin Slab Plant. In: *MSF* 500-501 (2005), November, S. 253–260. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.253>. – DOI 10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.253. – ISSN 1662-9752. – <https://www.scientific.net/MSF.500-501.253>
- [14] SMALLMAN, R. E. ; NGAN, A. H. W. ; SMALLMAN, R. E.: *Physical Metallurgy and Advanced Materials*. 7th ed. Amsterdam ; Boston : Butterworth Heinemann, 2007. – ISBN 978-0-7506-6906-1
- [15] SPIESS, Lothar ; TEICHERT, Gerd ; SCHWARZER, Robert ; BEHNKEN, Herfried ; GENZEL, Christoph: *Moderne Röntgenbeugung - Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*. Berlin Heidelberg New York : Springer-Verlag, 2009. – ISBN 978-3-835-10166-1
- [16] BUNGE, H.-J.: *Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods*. English ed. London ; Boston : Butterworths, 1982. – ISBN 978-0-408-10642-9
- [17] HIELSCHER, R. ; SCHABEN, H.: A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm. In: *Journal of Applied Crystallography* 41 (2008), S. 1024–1037. <http://dx.doi.org/10.1107/S0021889808030112>. – DOI 10.1107/S0021889808030112. – ISSN 0021-8898
- [18] REIMER, Ludwig ; PFEFFERKORN, Gerhard: *Raster-Elektronenmikroskopie*. Berlin, New York : Springer, 1973. – ISBN 978-3-540-06102-1
- [19] GOLDSTEIN, Joseph I. ; NEWBURY, Dale E. ; MICHAEL, Joseph R. ; RITCHIE, Nicholas W. ; SCOTT, John Henry J. ; JOY, David C.: *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. New York, NY : Springer New York, 2018. <http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4939-6676-9>. – ISBN 978-1-4939-6674-5 978-1-4939-6676-9. – <http://link.springer.com/10.1007/978-1-4939-6676-9>

- [20] SCHWARTZ, Adam J. (Hrsg.) ; KUMAR, Mukul (Hrsg.) ; ADAMS, Brent L. (Hrsg.) ; FIELD, David P. (Hrsg.): *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Boston, MA : Springer US, 2009. <http://dx.doi.org/10.1007/978-0-387-88136-2>. – ISBN 978-0-387-88135-5 978-0-387-88136-2. – <http://link.springer.com/10.1007/978-0-387-88136-2>
- [21] UL-HAMID, Anwar: *A Beginners' Guide to Scanning Electron Microscopy*. Cham : Springer International Publishing, 2018. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-98482-7>. – ISBN 978-3-319-98481-0 978-3-319-98482-7. – <http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-98482-7>
- [22] WILLIAMS, David B. ; CARTER, C. B.: *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. 2nd ed. New York : Springer, 2008. – ISBN 978-0-387-76500-6
- [23] RANDLE, Valerie ; ENGLER, Olaf: *Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping*. Second. Boca Raton, Fla : CRC Press, 2009. – ISBN 978-1-4200-6366-0
- [24] RANDLE, V.: *Microtexture Determination and Its Applications*. 2nd ed. London : Maney for the Institute of Materials, Minerals and Mining, 2003. – ISBN 978-1-902653-83-9 978-1-902653-82-2. – OCLC: ocm52946391
- [25] *Basics of Automated Indexing*. <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/basics-of-automated-indexing>, 2020. – Zugriff am 01.07.2020
- [26] ZAEFFERER, Stefan ; ELHAMI, Nahid-Nora: Theory and Application of Electron Channelling Contrast Imaging under Controlled Diffraction Conditions. In: *Acta Materialia* 75 (2014), August, S. 20–50. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2014.04.018>. – DOI 10.1016/j.actamat.2014.04.018. – ISSN 13596454. – <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645414002572>
- [27] LAFOND, C. ; DOUILLARD, T. ; CAZOTTES, S. ; STEYER, P. ; LANGLOIS, C.: Electron CHanneling ORientation Determination (eCHORD): An Original Approach to Crystalline Orientation Mapping. In: *Ultramicroscopy* 186 (2018), März, S. 146–149. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.12.019>. – DOI 10.1016/j.ultramic.2017.12.019. – ISSN 03043991. – <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0304399117303947>
- [28] *Transmission Kikuchi Diffraction in the Scanning Electron Microscope - Webinars / Bruker*. <https://www.bruker.com/events/webinars/transmission-kikuchi-diffraction-in-the-scanning-electron-microscope.html>,

## 8. LITERATUR

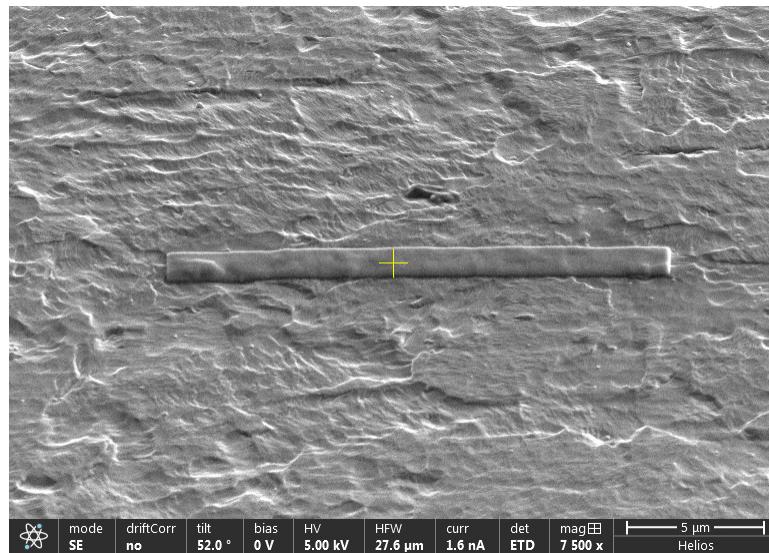
---

- [29] DE KLOE, Rene: *T-EBSD - Orientation Measurements in TEM Foils*. Portland, Oregon : <https://www.youtube.com/watch?v=xnulgoR9jQY&list=PLY2wDdrkT80X6nyiFFkeRuJHPKON4UhOh>, September 2015
- [30] KELLER, Robert ; GEISS, Roy ; RICE, Katherine: Transmission Kikuchi Diffraction in the Scanning Electron Microscope. (2013), April, S. 36. – [https://www.bruker.com/fileadmin/user\\_upload/webinars/EDS/presentations/Bruker\\_webinar\\_ebsd\\_TKD\\_2013-04-24-lowres.pdf](https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/webinars/EDS/presentations/Bruker_webinar_ebsd_TKD_2013-04-24-lowres.pdf)
- [31] JÖHRMANN, Nathanael ; HIETSCHOLD, Michael: Erstellung von TKD-Dickenkarten aus dem Hintergrundsignal von TKD-Messungen. In: *AK-Treffen "Mikrostrukturcharakterisierung im REM"*. Helmholtz-Zentrum Geesthacht, Juni 2017. – Vortrag
- [32] KAUFMAN, Harold R. ; ROBINSON, Raymond S.: Ion Source Design for Industrial Applications. In: *AIAA Journal* 20 (1982), Juni, Nr. 6, S. 745–760. <http://dx.doi.org/10.2514/3.51131>. – DOI 10.2514/3.51131. – ISSN 0001-1452, 1533-385X. – <https://arc.aiaa.org/doi/10.2514/3.51131>
- [33] DUFEK, Martin: *User Operational Manual-Nova NanoSEM*. Fourth. FEI, 26.11.13
- [34] *Oxford Channel 5 User Manual*. Hobro, Dänemark : Oxford Instruments-HKL, 2007. – [https://aarc.ua.edu/wp-content/uploads/docs/JEOL-7000F-Oxford\\_Channel\\_5\\_User\\_Manual.pdf](https://aarc.ua.edu/wp-content/uploads/docs/JEOL-7000F-Oxford_Channel_5_User_Manual.pdf)
- [35] MATLAB: *Version 9.1 (R2016b)*. Natick, Massachusetts : The MathWorks Inc.
- [36] MAINPRICE, David ; BACHMANN, Florian ; HIELSCHER, Ralf ; SCHAEBEN, Helmut: Descriptive Tools for the Analysis of Texture Projects with Large Datasets Using MTEX : Strength, Symmetry and Components. In: *Geological Society, London, Special Publications* 409 (2015), Nr. 1, S. 251–271. <http://dx.doi.org/10.1144/SP409.8>. – DOI 10.1144/SP409.8. – ISSN 0305-8719, 2041-4927. – <http://sp.lyellcollection.org/lookup/doi/10.1144/SP409.8>
- [37] JANSSEN, Imke: *Beugungsuntersuchungen Des Ausscheidungsverhaltens von Mikrolegierten Stählen Mit Hochenergie-Synchrotronstrahlung*. Göttingen, Georg-August-Universität, Bachelorarbeit, 2012
- [38] DR. KABEKKODU, Soorya: *ICDD Database*. in X'PertHighscore V.2.1.0. Newtown Square, PA USA : International Centre for Diffraction Data, 2004
- [39] *X'Pert HighScore Plus*. 2.1.0. Almelo, Netherlands : PANalytical B.V., 2004

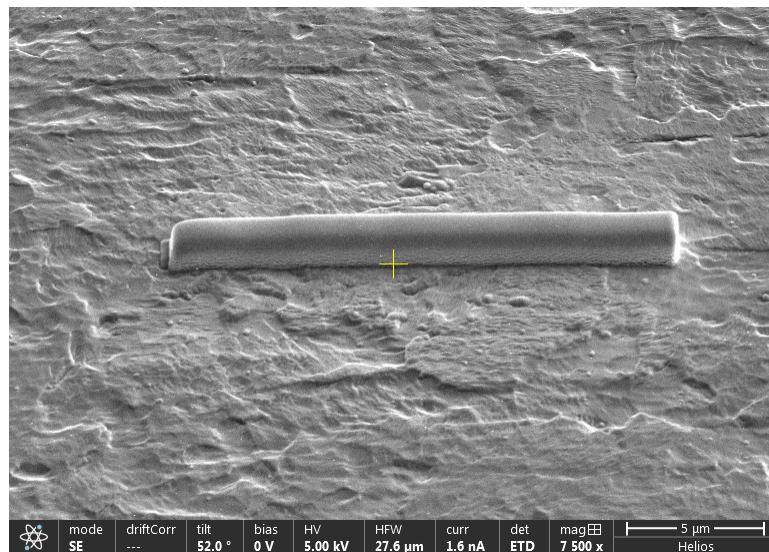
---

## Anhang

### A. Probenpräparation mit Focused Ion Beam



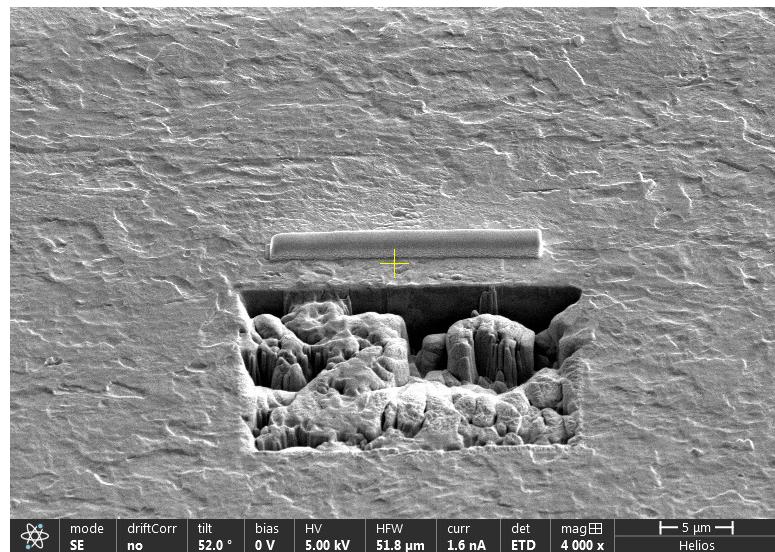
**Abbildung A.1:** Auf die Probe aufgebrachte „Elektronenschicht“ als Fundament für die Platinschicht.



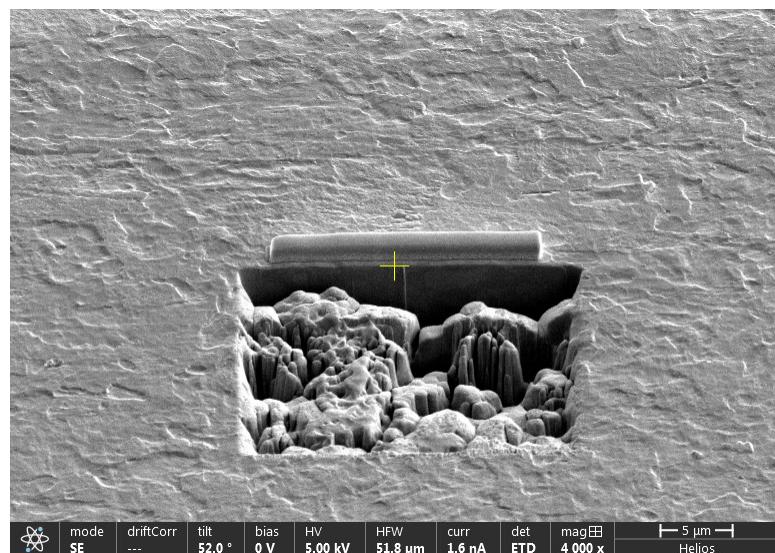
**Abbildung A.2:** Auf der Probe deponierte Platinschicht.

## A. PROBENPRÄPARATION MIT FOCUSED ION BEAM

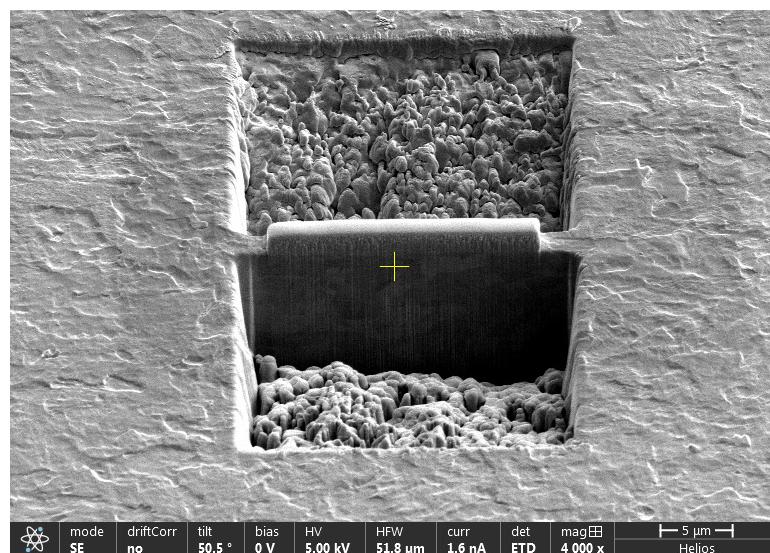
---



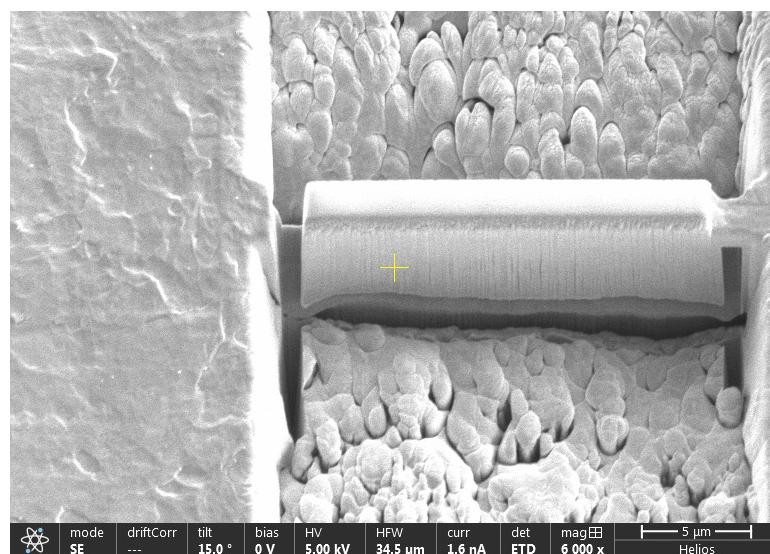
**Abbildung A.3:** Durch Galliumionen entsteht eine (ungleichmäßige) Vertiefung in der Probenoberfläche.



**Abbildung A.4:** Die Galliumionen haben eine Seite der Lamelle freigelegt.



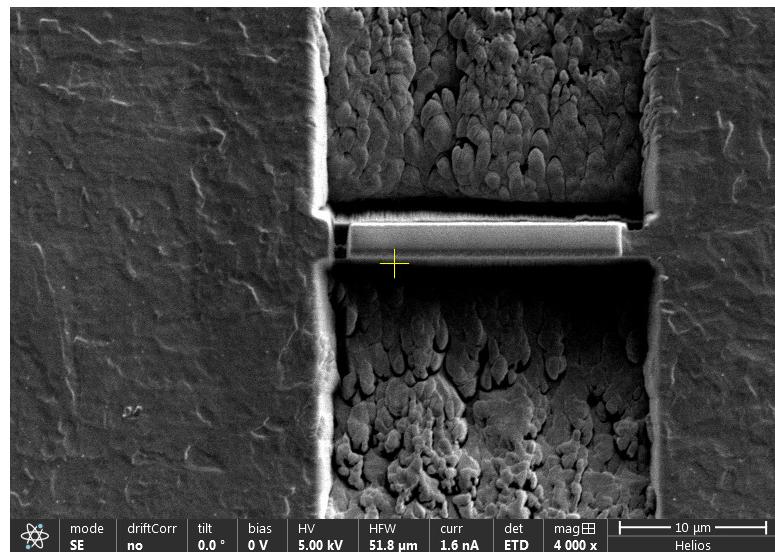
**Abbildung A.5:** Die beidseitig freigelegte Lamelle.



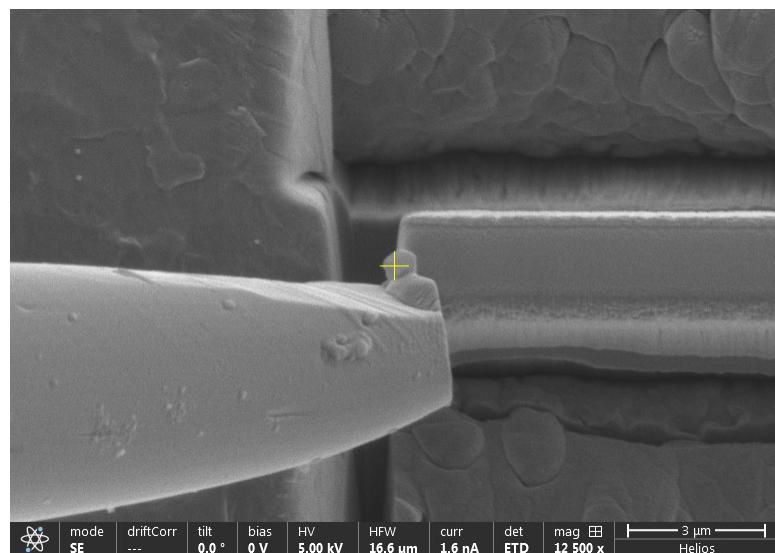
**Abbildung A.6:** Freigelegte Lamelle, bis auf eine Verbindung an der rechten Seite durch einen Schnitt von der Probe getrennt.

## A. PROBENPRÄPARATION MIT FOCUSED ION BEAM

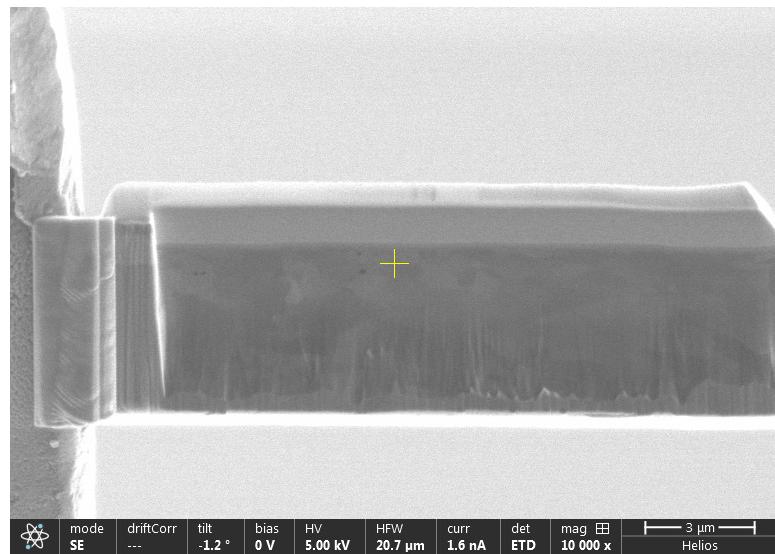
---



**Abbildung A.7:** Die beidseitig freigelegte Lamelle mit Schnitt in einer Ansicht von oben.



**Abbildung A.8:** Die Lamelle wird zum Transport mit einer Nadel verbunden. Die Verbindung erfolgt mit deponiertem Platin.

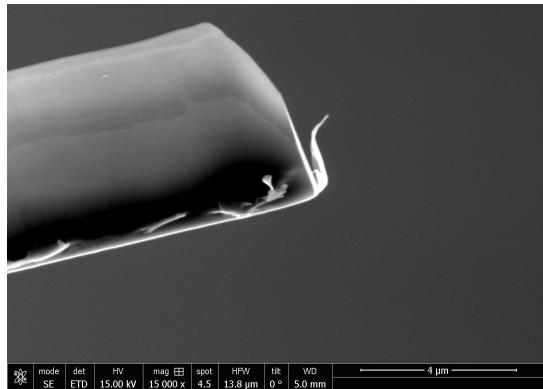


**Abbildung A.9:** Die mit Platin an einem Probenhalter angebrachte Lamelle.

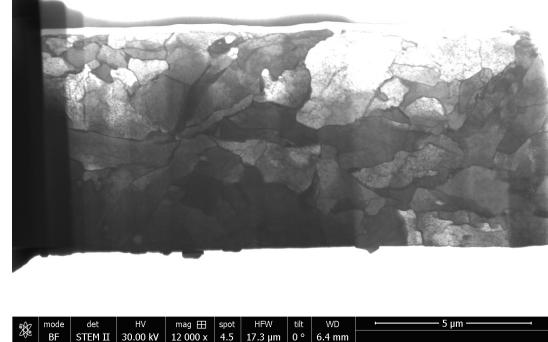
## B. SEM-BILDER DER TRANSMISSIONSPROBEN

---

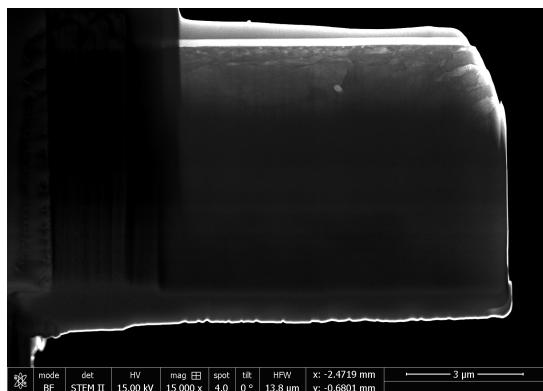
### B. SEM-Bilder der Transmissionsproben



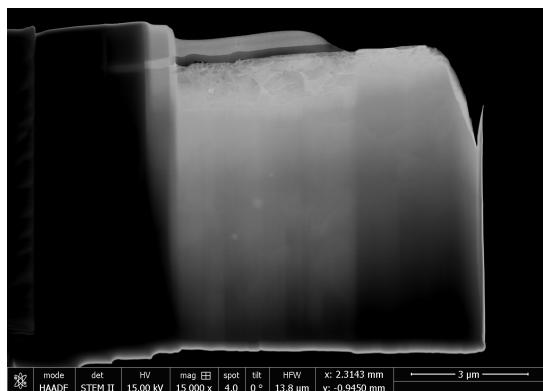
(a) Lamelle 1



(b) Lamelle 2

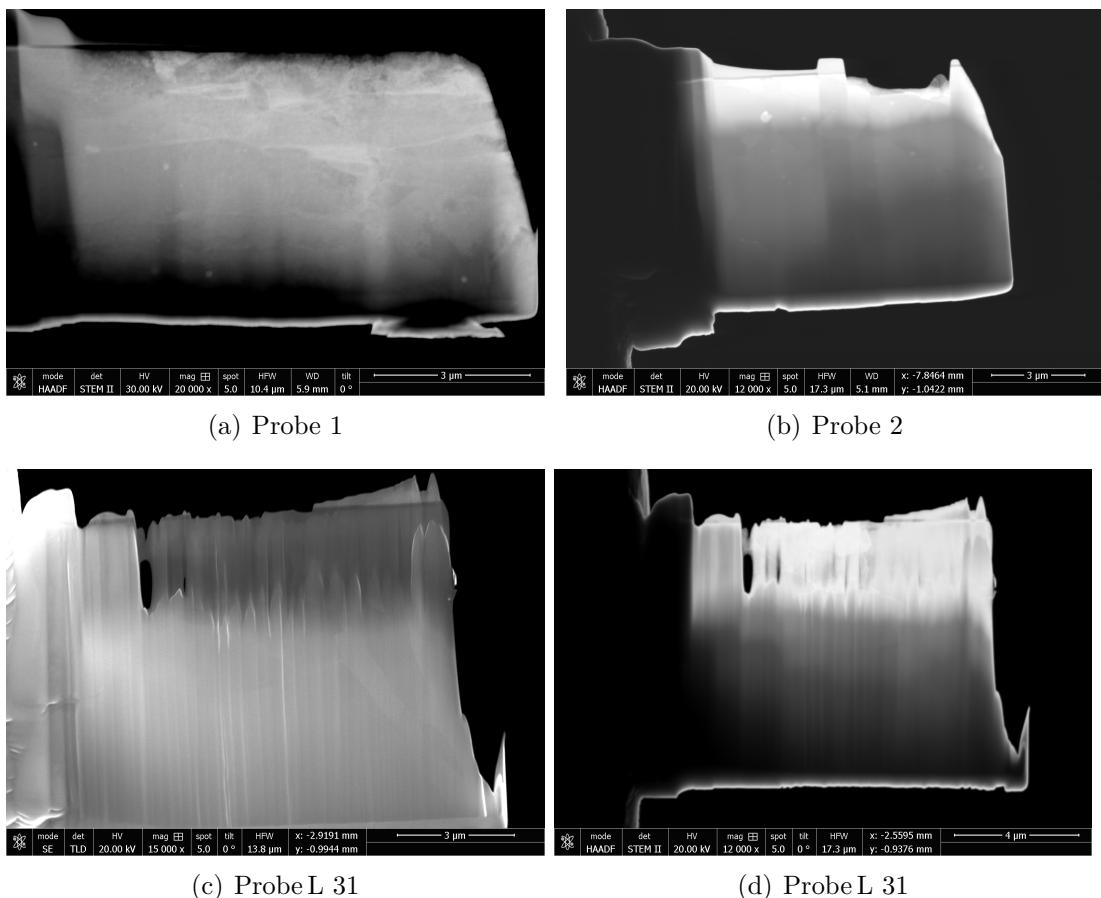


(c) Lamelle 3

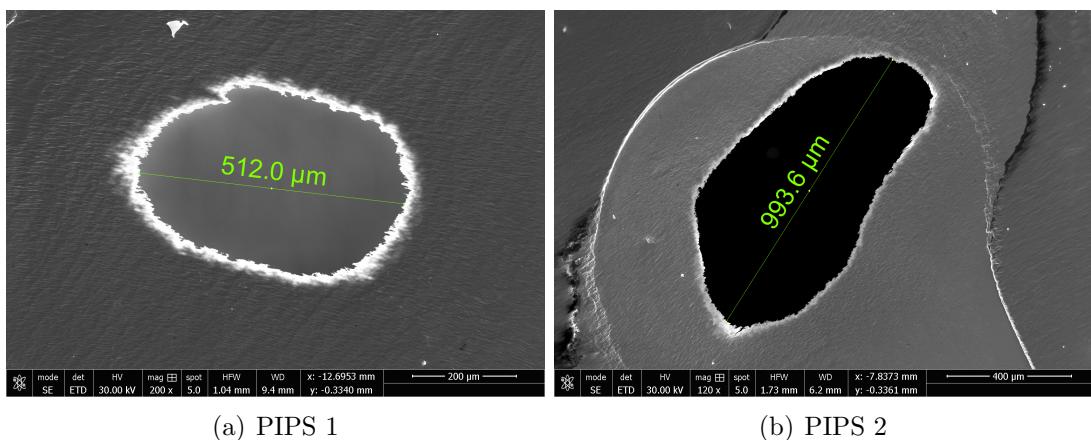


(d) Lamelle 4

**Abbildung B.1:** Lamellen von Probe A. Da nach den ersten Messungen die Lamellen 1 und 2 von ihren Haltern gebrochen sind, wurden nachträglich die Lamellen 3 und 4 hergestellt.

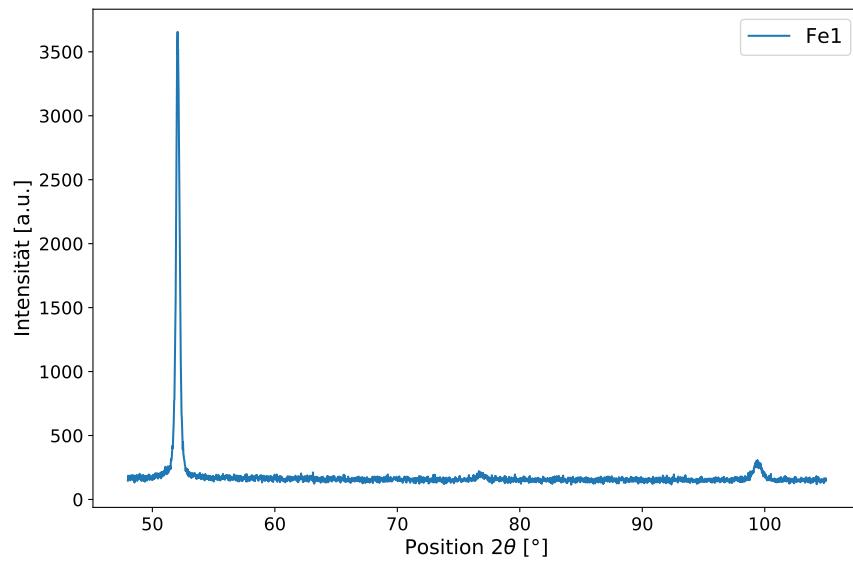


**Abbildung B.2:** Lamellen von a) Probe 1 b) Probe 2 und c) & d) Probe L 31. a) b) und d) sind mit dem STEM-Detektor in Transmission aufgenommen worden, c) ist mit dem TTD aufgenommen worden.

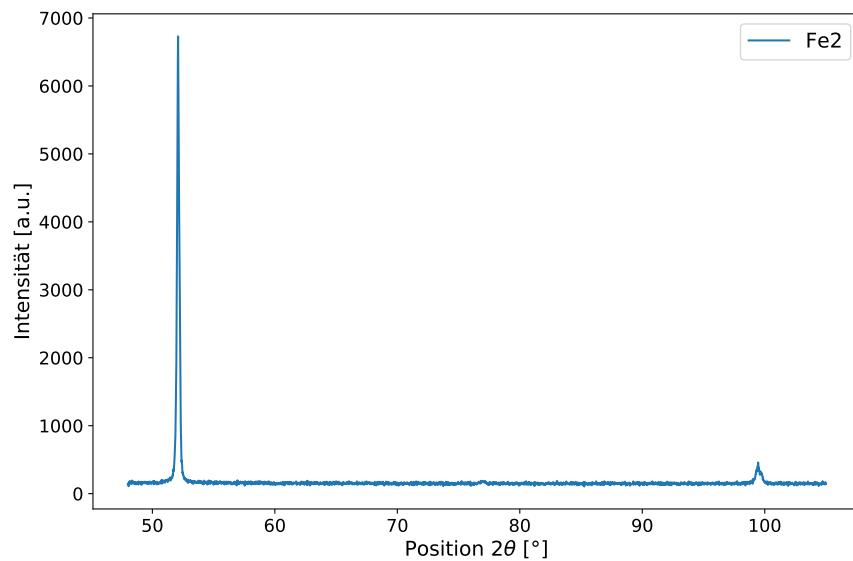


**Abbildung B.3:** Mit PIPS präparierte Probe A.

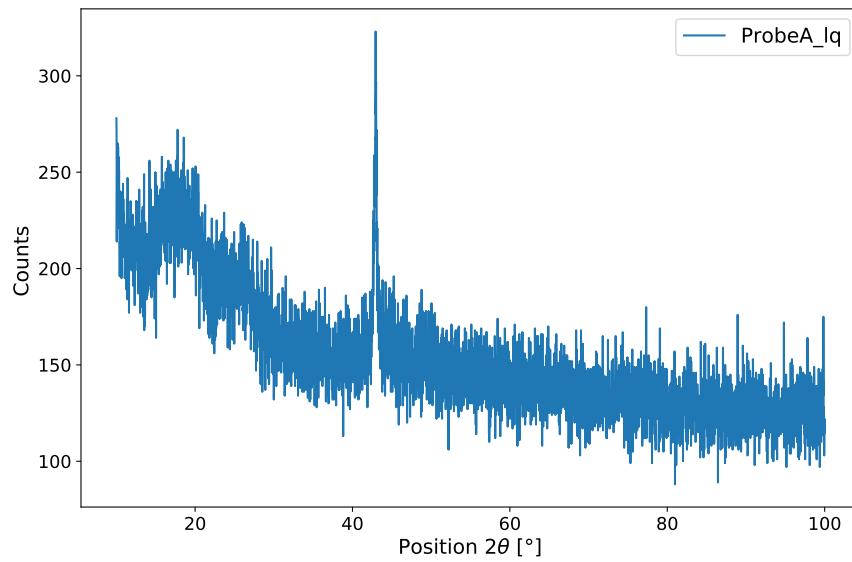
### C. 2 $\Theta$ -Scans



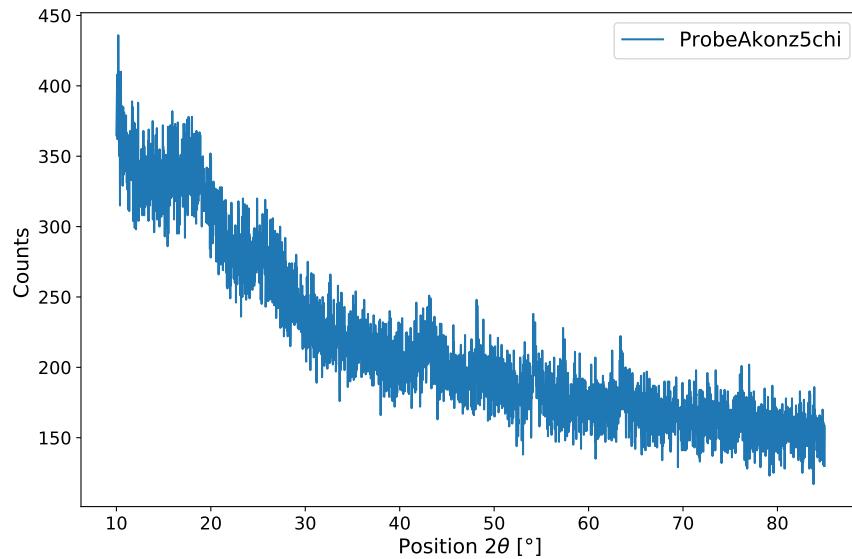
**Abbildung C.1:** 2  $\Theta$ -Scan des für kurze Zeit geglühten mikrolegierten Warmbands (Probe 1), aus einer Messung mit Co-Strahlung..



**Abbildung C.2:** 2  $\Theta$ -Scan des für lange Zeit geglühten mikrolegierten Warmbands (Probe 2), aus einer Messung mit Co-Strahlung..



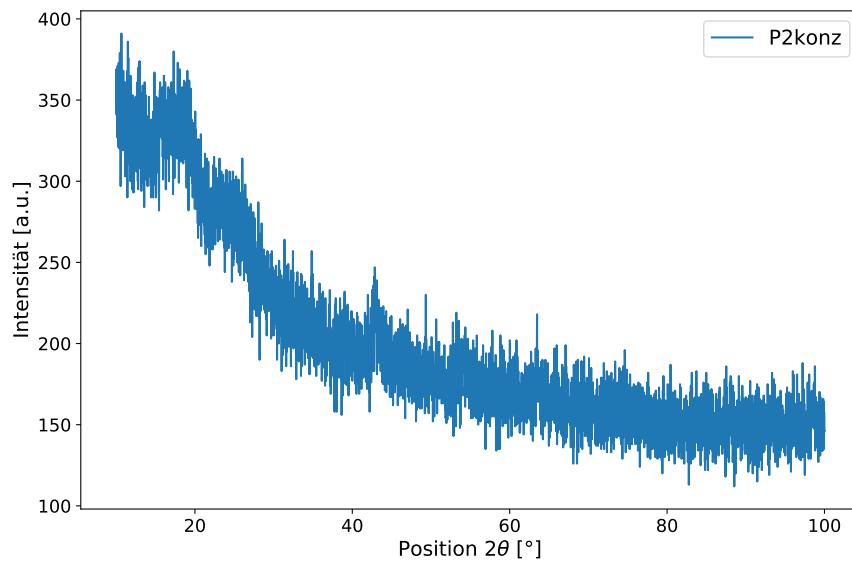
**Abbildung C.3:** 2θ-Scan an den Ausscheidungen des Ausgangszustands (Probe A\_fl), gemessen mit Cr-Strahlung.



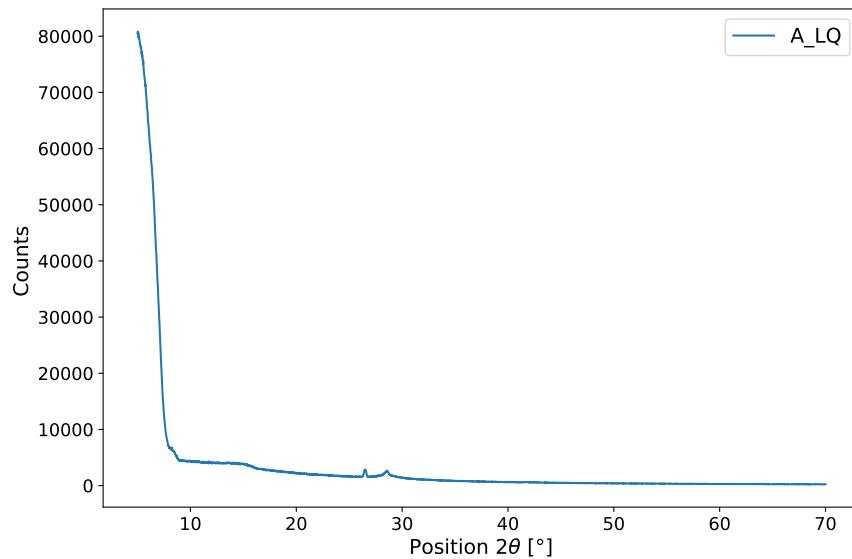
**Abbildung C.4:** 2θ-Scan an den Ausscheidungen des Ausgangszustands (Probe A\_fl), gemessen mit Cr-Strahlung, bei einer Kippung in  $\chi$  um  $5^\circ$ .

## C. 2 $\Theta$ -SCANS

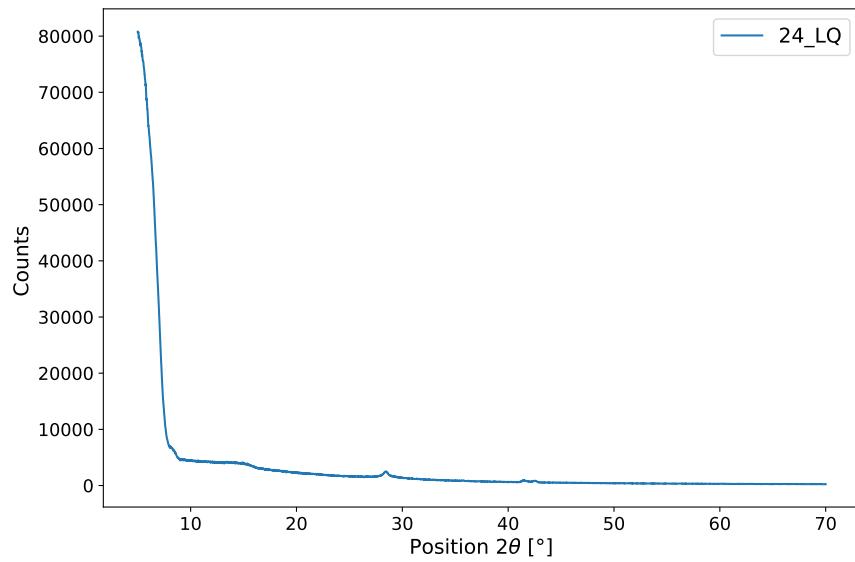
---



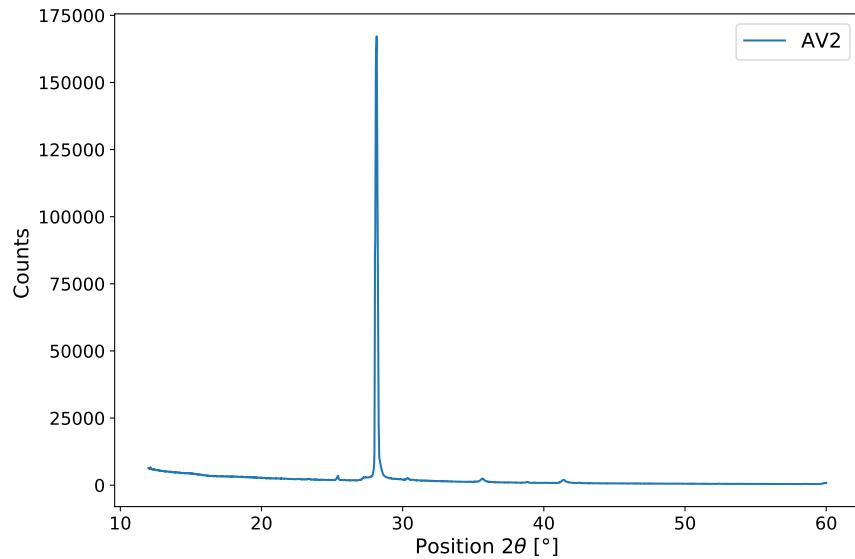
**Abbildung C.5:** 2  $\Theta$ -Scan an den aufkonzentrierten Ausscheidungen des für lange Zeit geglühten mikrolegierigen Warmbands (Probe 2\_fl), gemessen mit Cr-Strahlung.



**Abbildung C.6:** 2  $\Theta$ -Scan an den Ausscheidungen des Ausgangszustands, gemessen mit Cu-Strahlung.



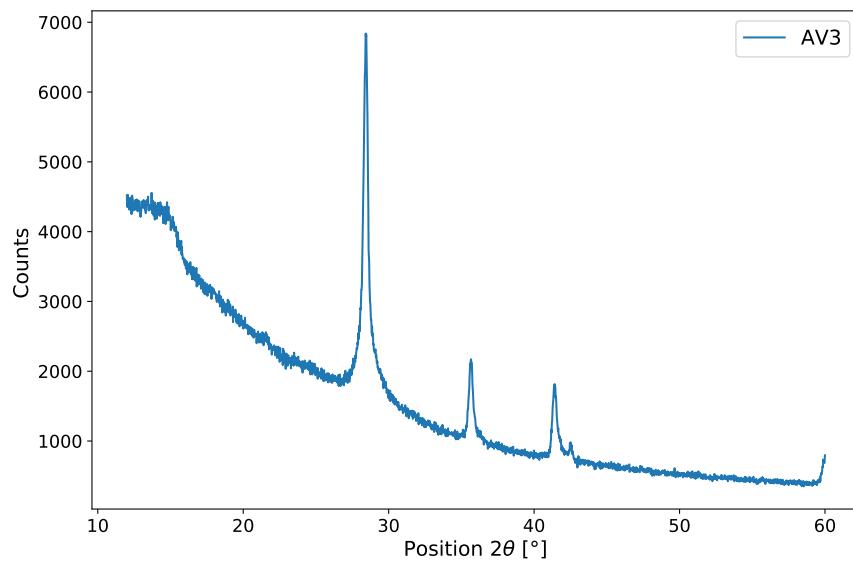
**Abbildung C.7:**  $2\theta$ -Scan an den Ausscheidungen des für lange Zeit geglühten mikrolegierten Warmbands (Probe 2\_fl), gemessen mit Cu-Strahlung.



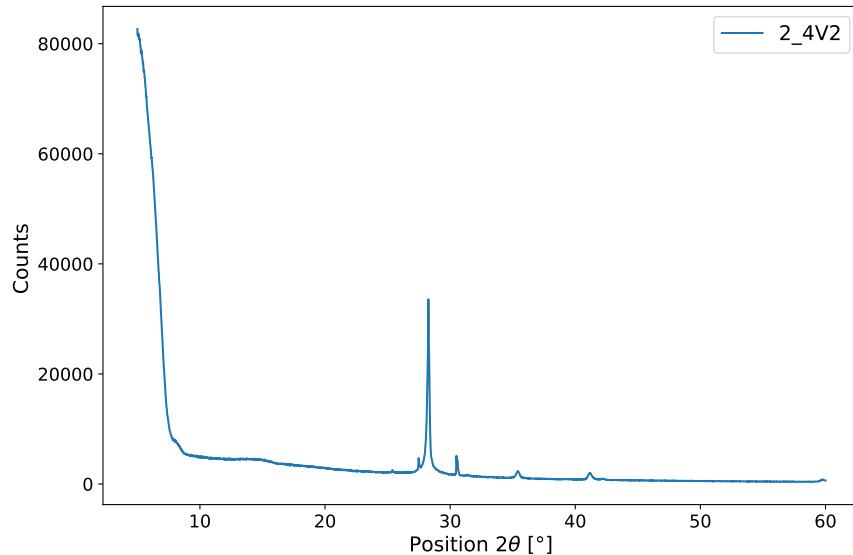
**Abbildung C.8:**  $2\theta$ -Scan an den aufkonzentrierten Ausscheidungen des Ausgangszustands (Probe A\_fl), gemessen mit Cu-Strahlung.

### C. 2 $\Theta$ -SCANS

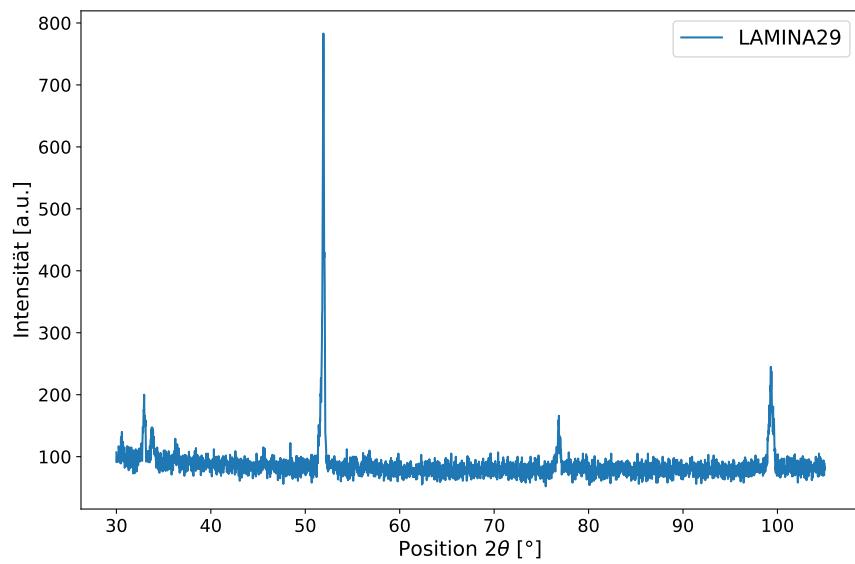
---



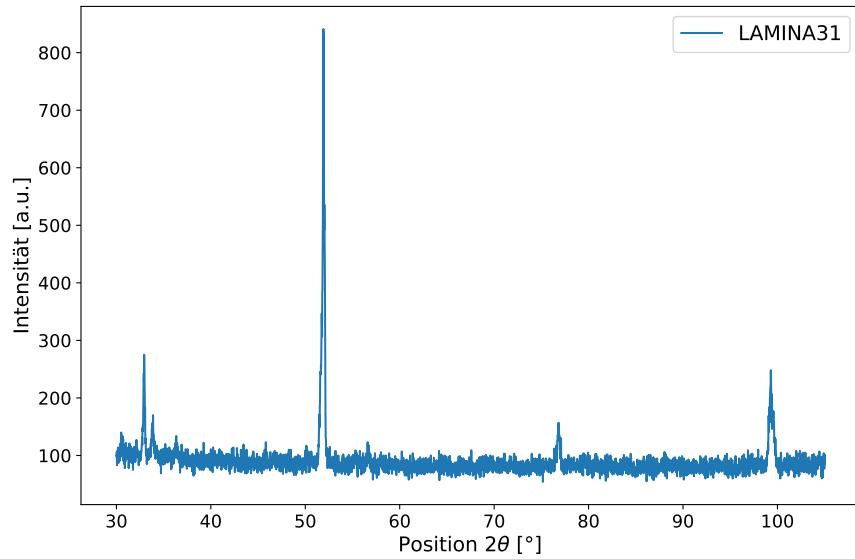
**Abbildung C.9:** 2  $\Theta$ -Scan an den aufkonzentrierten Ausscheidungen des Ausgangszustands (Probe A\_fl), gemessen mit Cu-Strahlung.



**Abbildung C.10:** 2  $\Theta$ -Scan an den aufkonzentrierten Ausscheidungen des für lange Zeit gegläuteten mikrolegierten Warmbands (Probe 2), gemessen mit Cu-Strahlung.



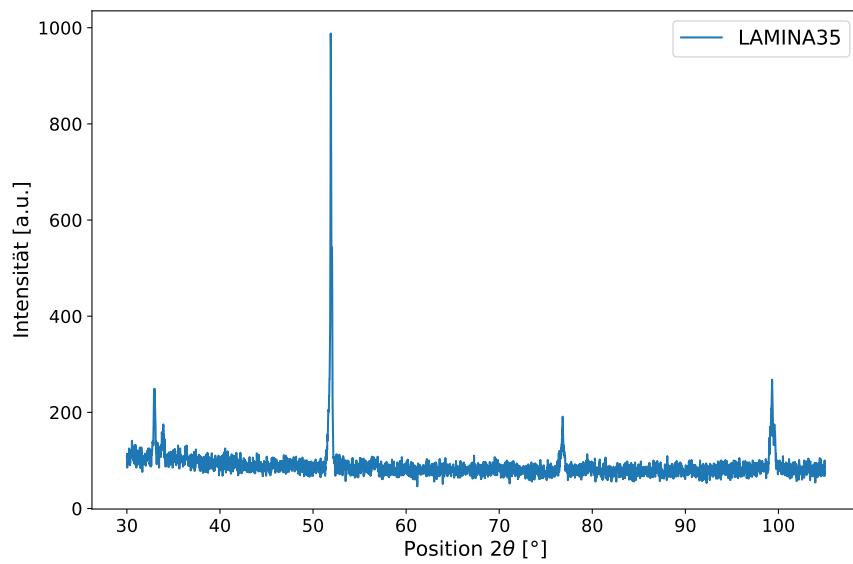
**Abbildung C.11:**  $2\theta$ -Scan von Probe L 29, aus einer Messung mit Co-Strahlung.



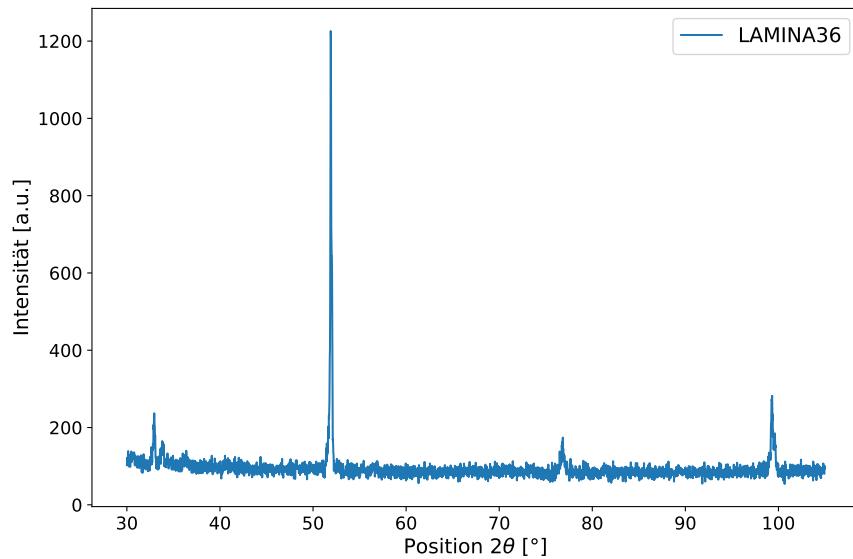
**Abbildung C.12:**  $2\theta$ -Scan von Probe L 31, aus einer Messung mit Co-Strahlung.

## C. 2 $\Theta$ -SCANS

---



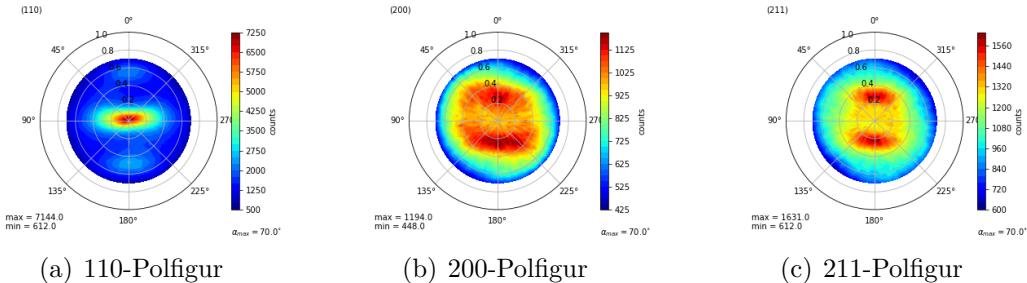
**Abbildung C.13:** 2  $\Theta$ -Scan von Probe L 35, aus einer Messung mit Co-Strahlung.



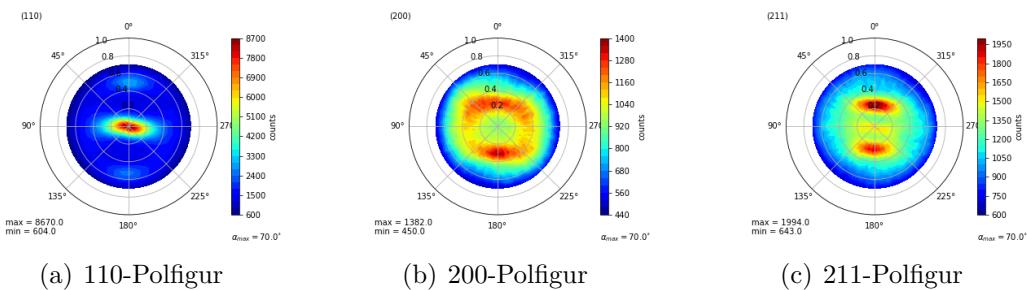
**Abbildung C.14:** 2  $\Theta$ -Scan von Probe L 36, aus einer Messung mit Co-Strahlung.

## D. Polfiguren und Orientierungsverteilungsfunktionen

### D.1. Röntgenographisch



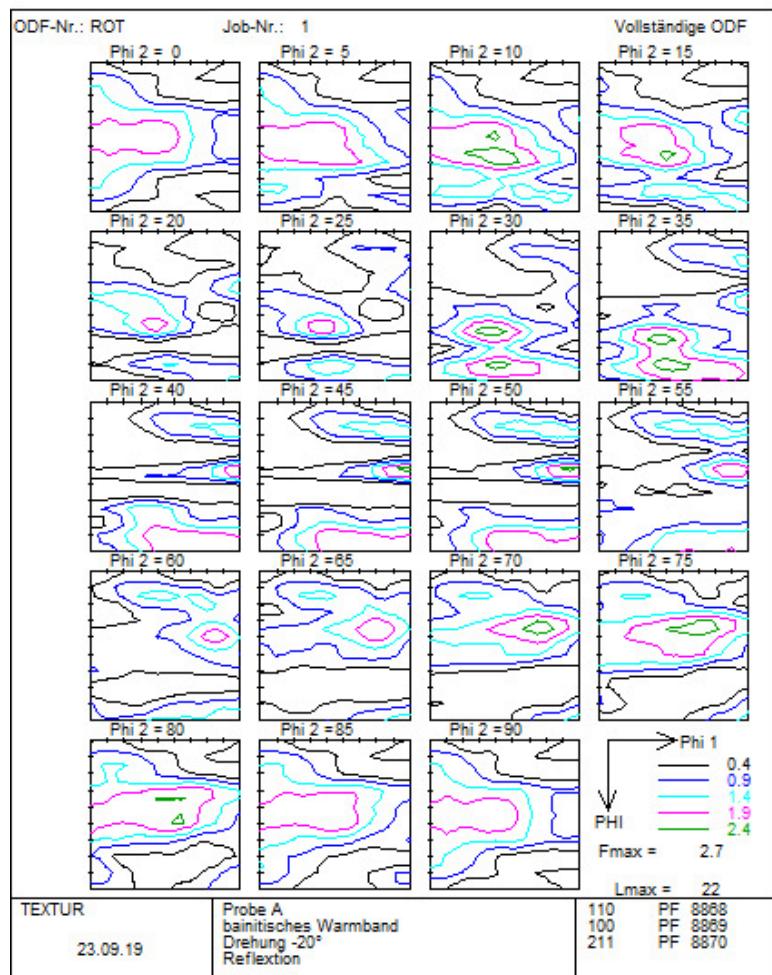
**Abbildung D.1:** Polfiguren von Probe 1, aufgenommen mit XRD.



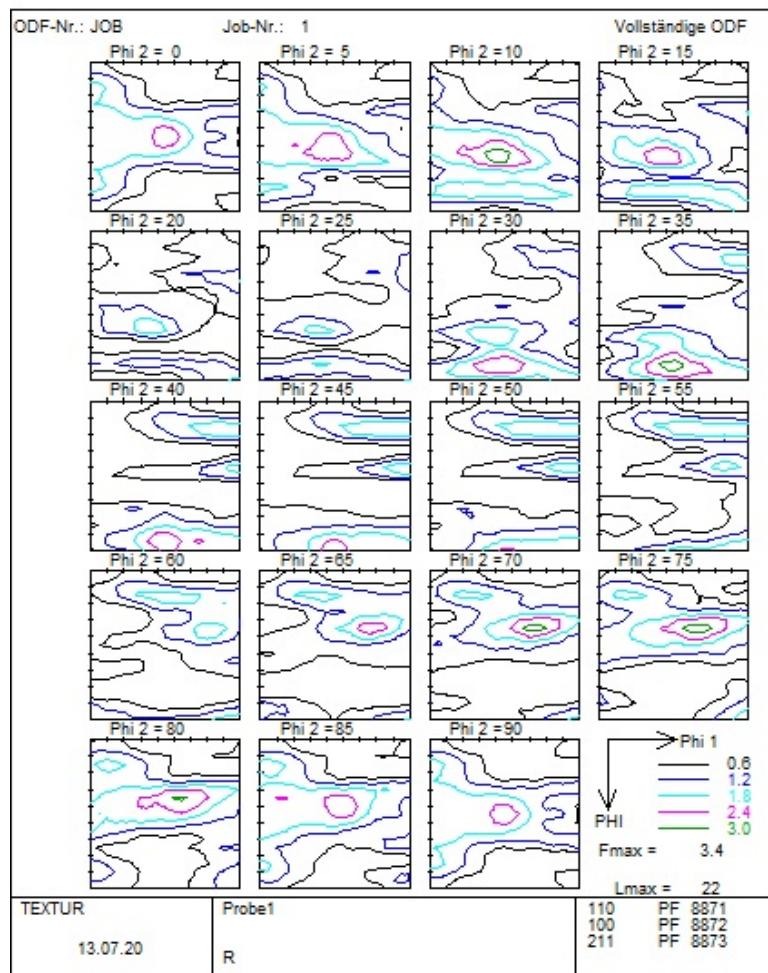
**Abbildung D.2:** Polfiguren von Probe 2, aufgenommen mit XRD.

## D. POLFIGUREN UND ORIENTIERUNGSVERTEILUNGSFUNKTIONEN

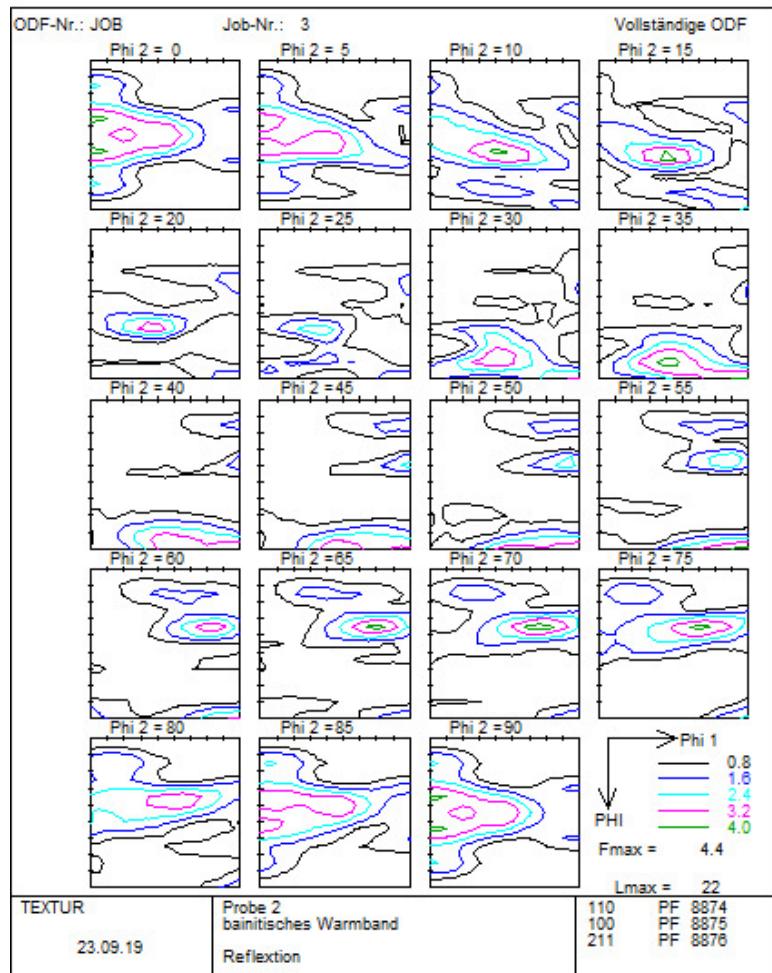
---



**Abbildung D.3:** ODF von Probe A.

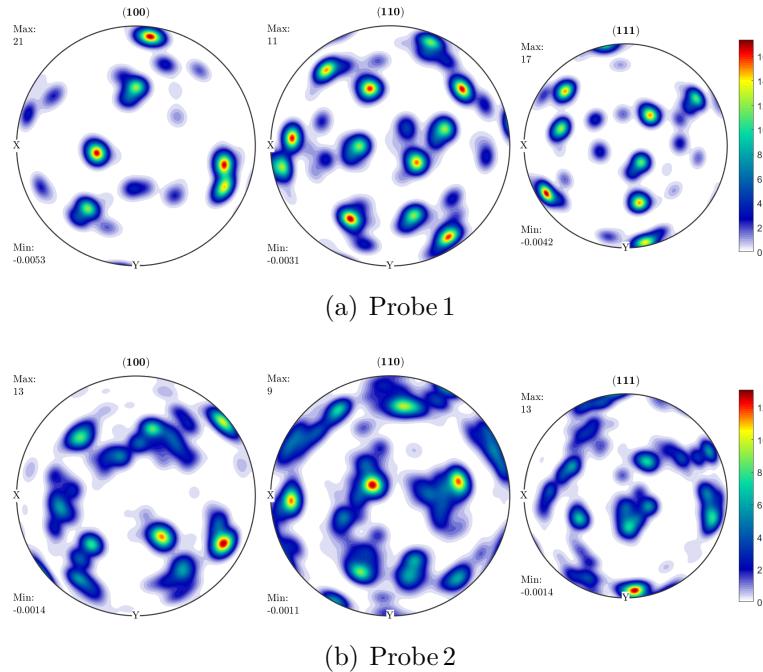


**Abbildung D.4:** ODF von Probe 1.



**Abbildung D.5:** ODF von Probe 2.

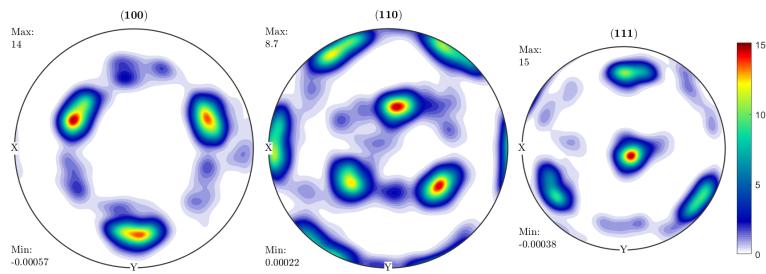
## D.2. Aus Elektronenrückstreubeugung



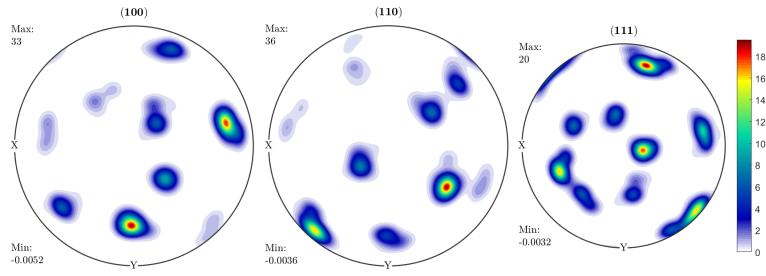
**Abbildung D.6:** Polfiguren berechnet aus EBSD Messungen an den mit Argon besputterten Probenblechen.

## D. POLFIGUREN UND ORIENTIERUNGSVERTEILUNGSFUNKTIONEN

---



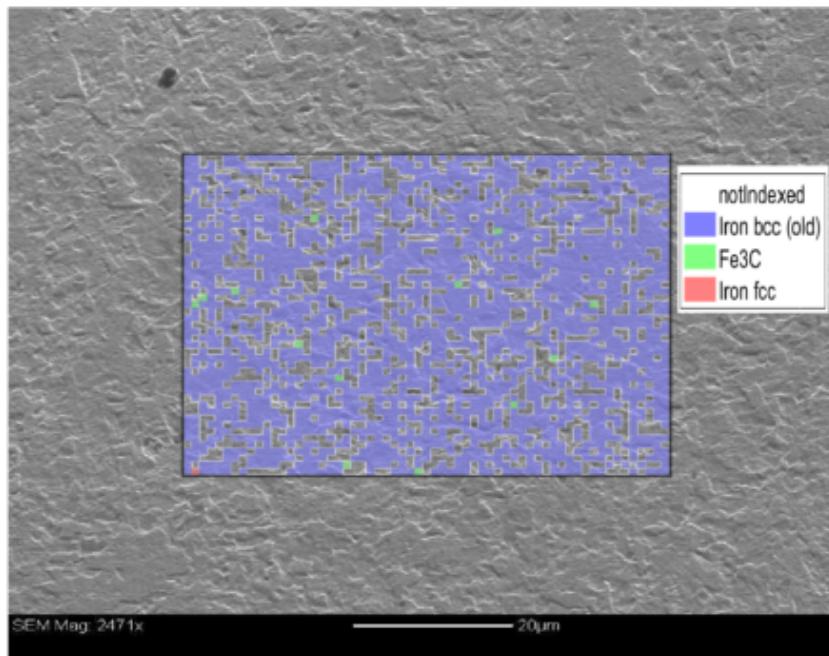
(a) Probe A



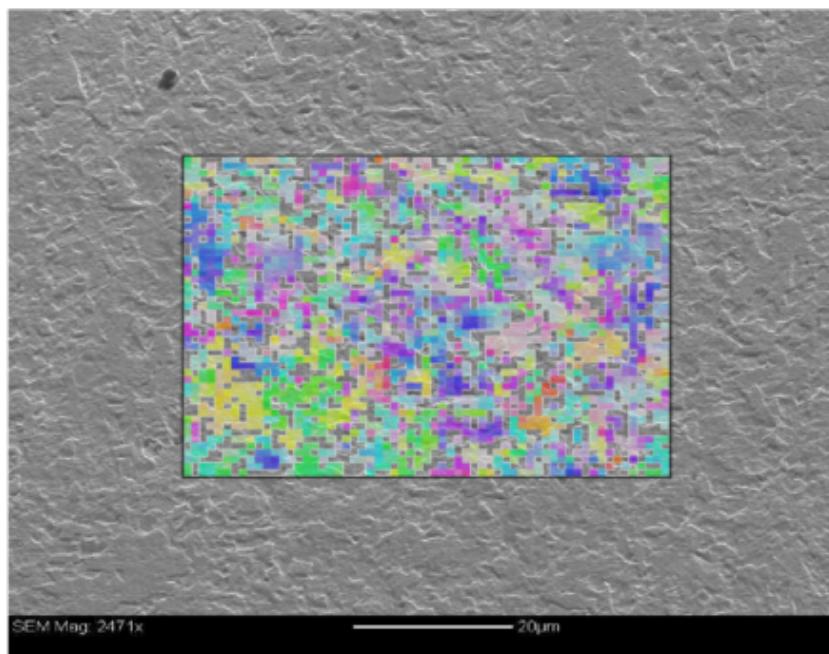
(b) Probe 1

**Abbildung D.7:** Polfiguren berechnet aus EBSD Messungen an den zur Blechmitte geschliffenen und polierten Proben.

## E. EBSD-Aufnahmen



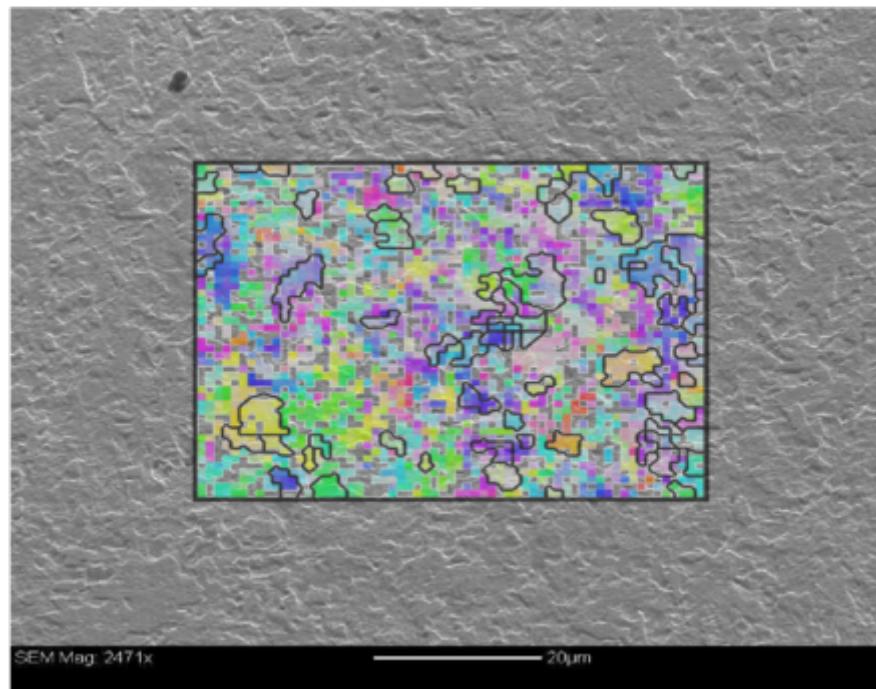
**Abbildung E.1:** Phase-map aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe A.



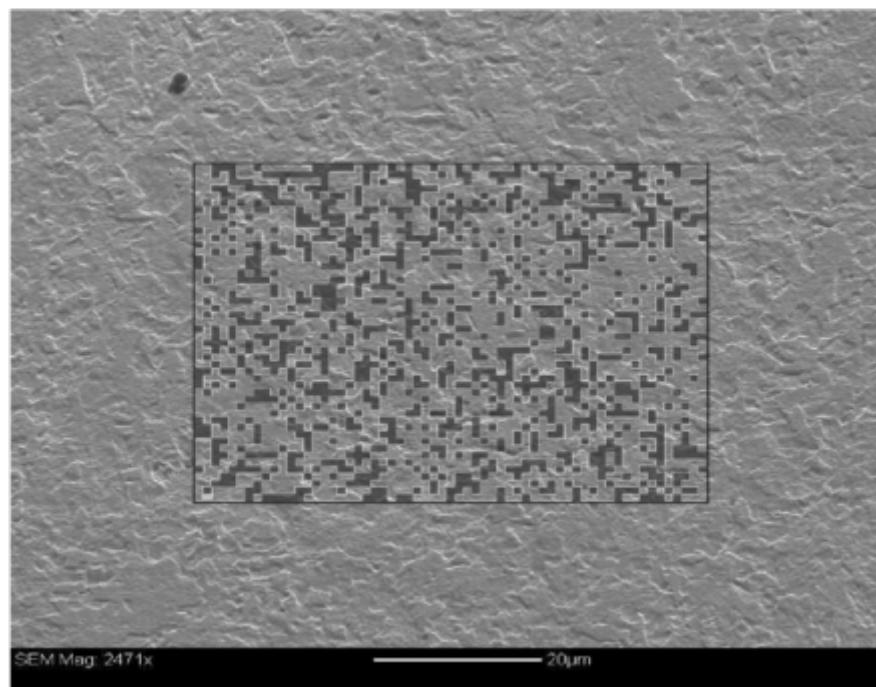
**Abbildung E.2:** Orientation-map des Ferrits aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe A.

## E. EBSD-AUFNAHMEN

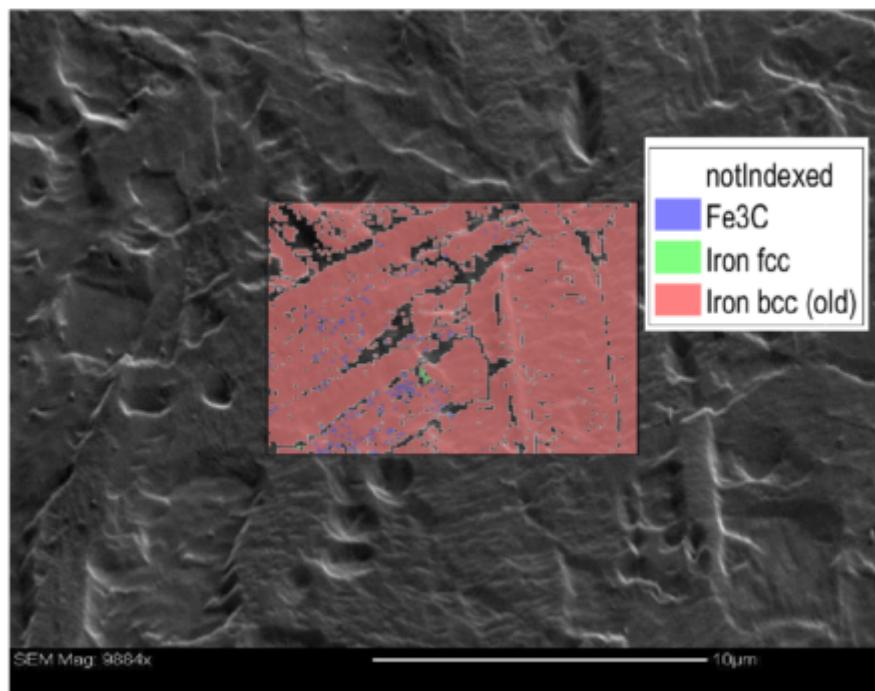
---



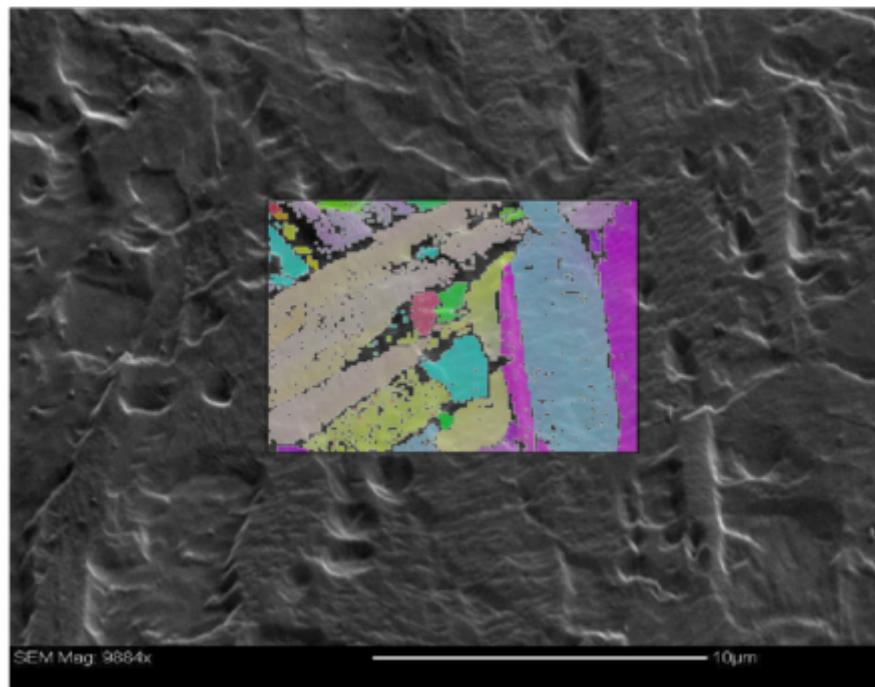
**Abbildung E.3:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe A.



**Abbildung E.4:** IQ-map der EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe A.



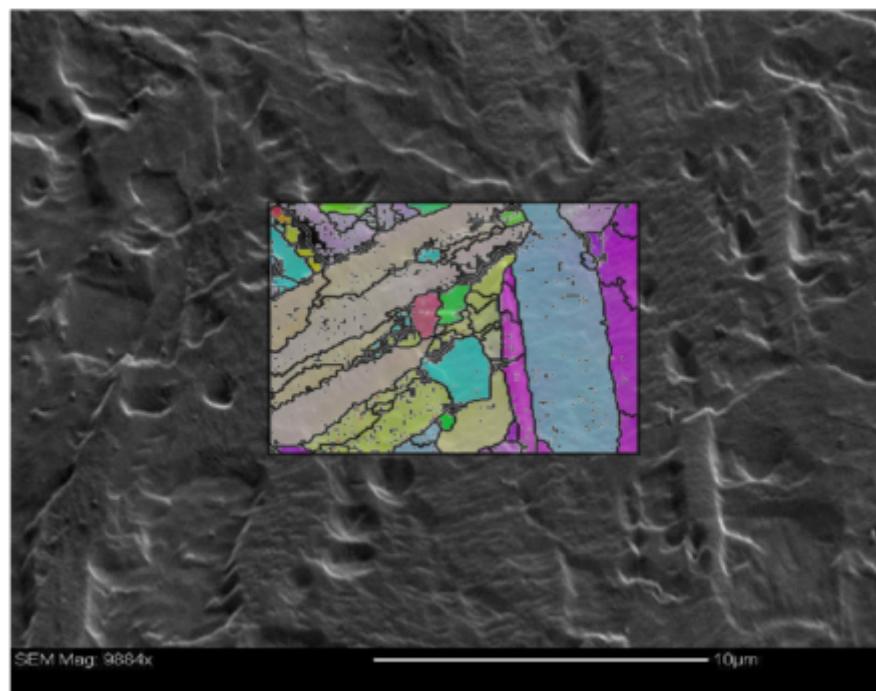
**Abbildung E.5:** Phase-map aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 1.



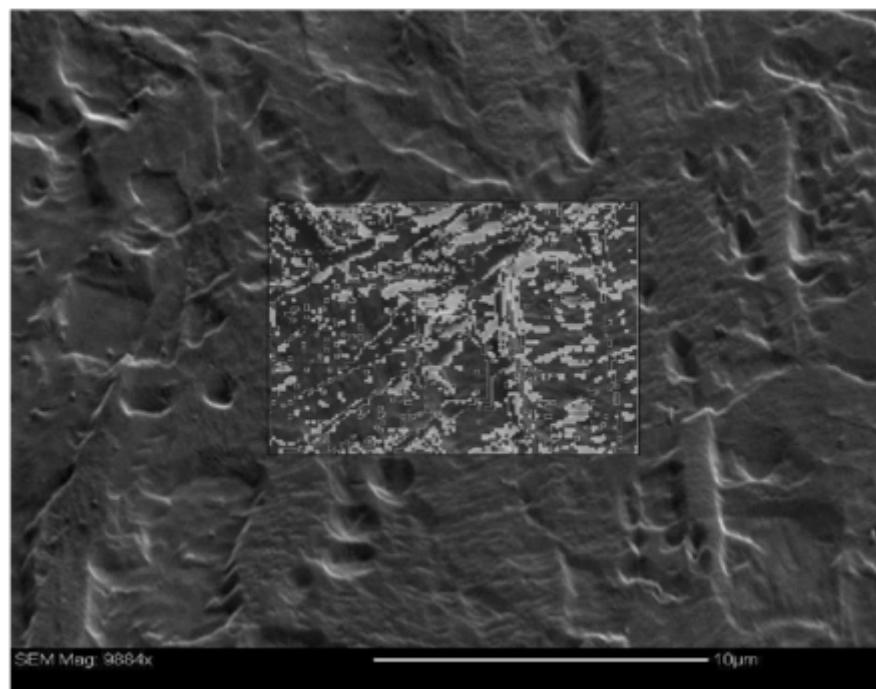
**Abbildung E.6:** Orientation-map des Ferrits aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 1.

## E. EBSD-AUFAHMEN

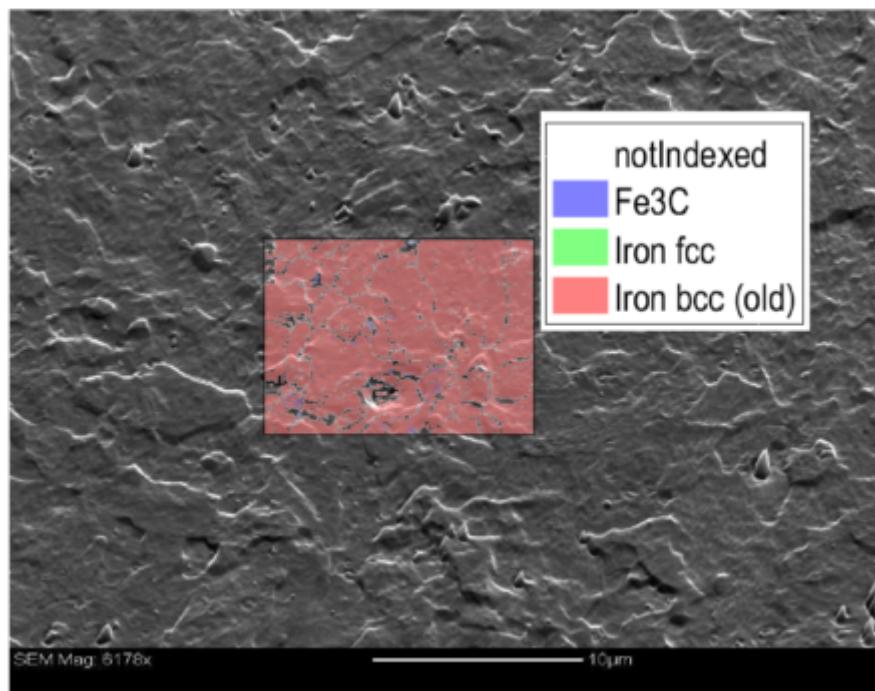
---



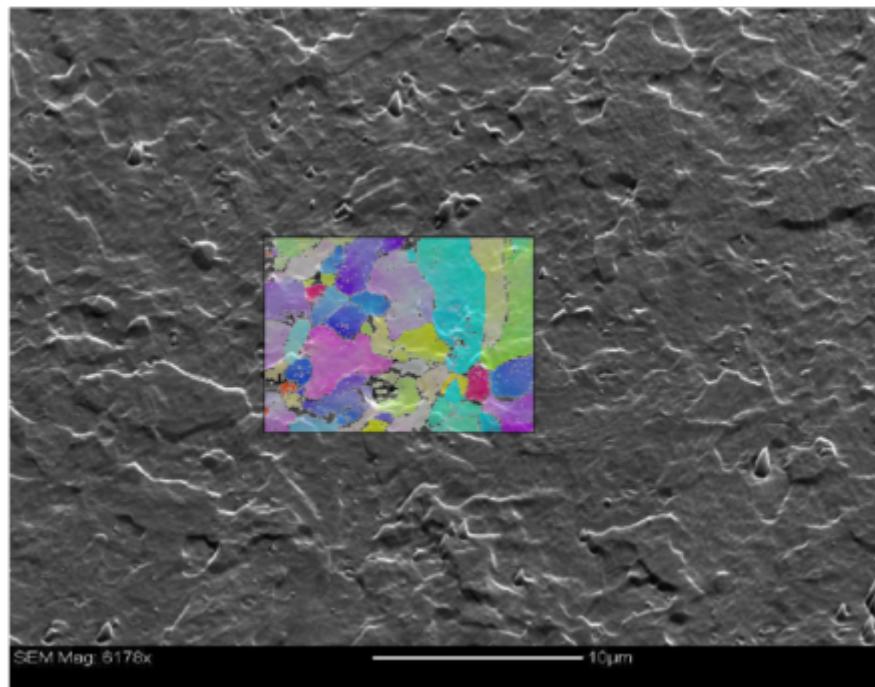
**Abbildung E.7:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 1.



**Abbildung E.8:** IQ-map der EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 1.



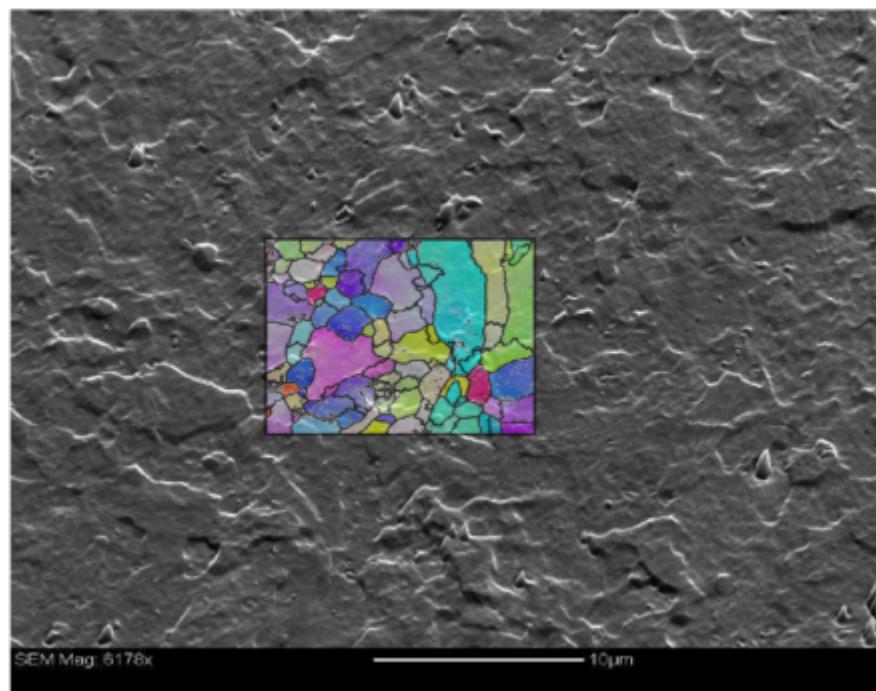
**Abbildung E.9:** Phase-map aus EBSD Messung an der mit Argon (Ar) besputterten Probe 2.



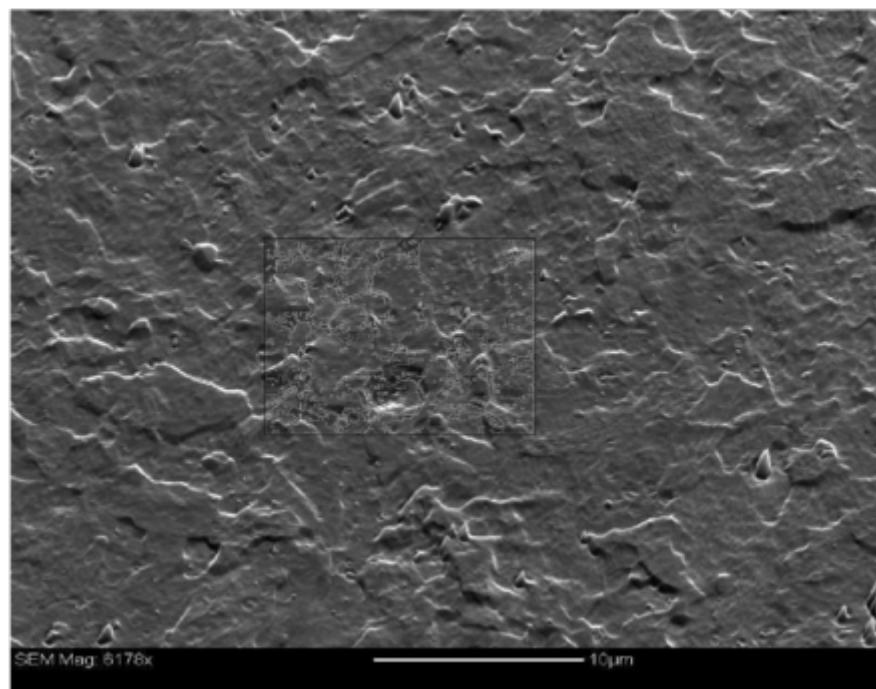
**Abbildung E.10:** Orientation-map des Ferrits aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 2.

## E. EBSD-AUFAHMEN

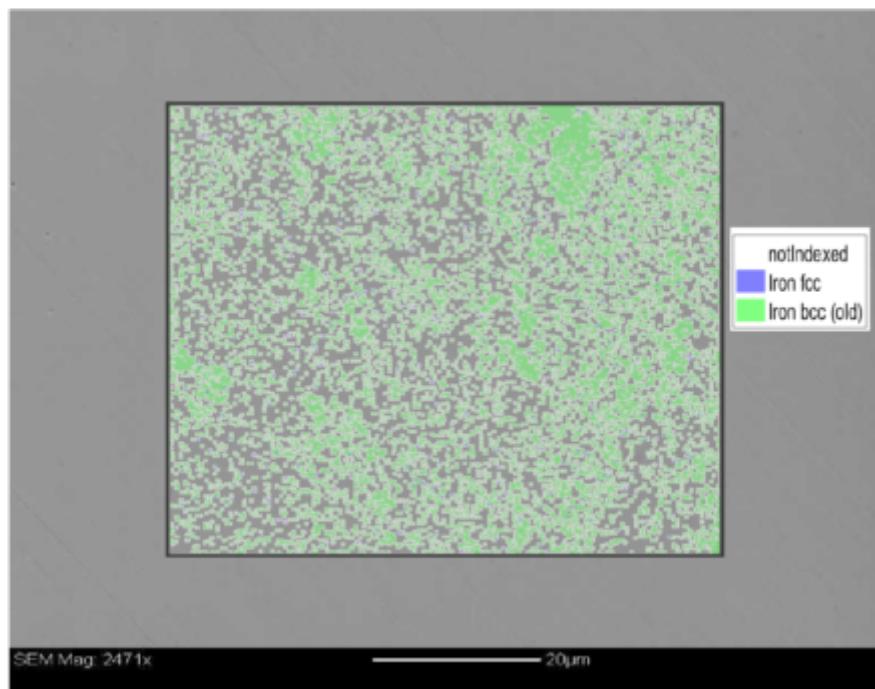
---



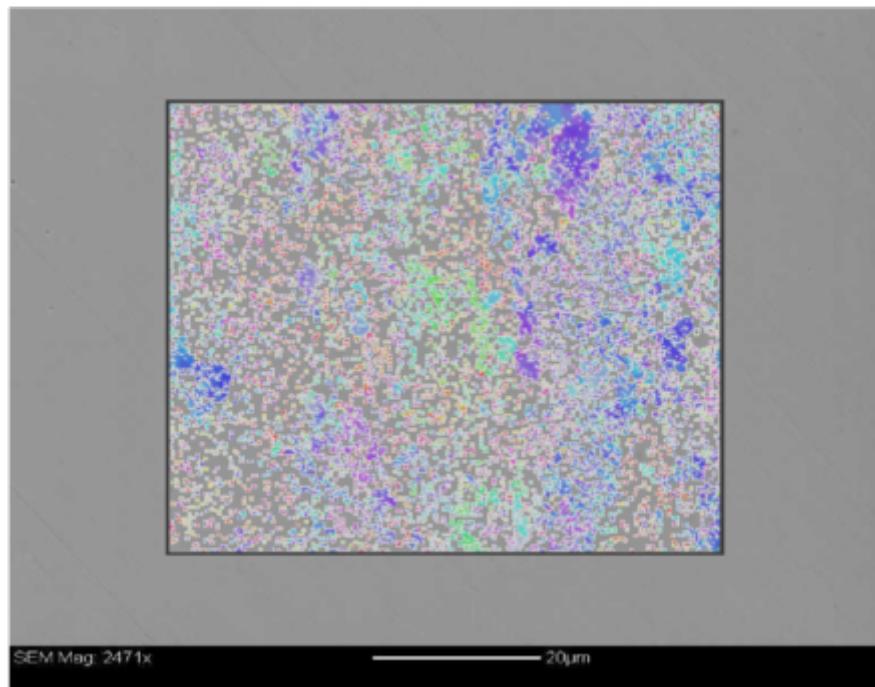
**Abbildung E.11:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 2.



**Abbildung E.12:** IQ-map der EBSD Messung an der mit Ar besputterten Probe 2.



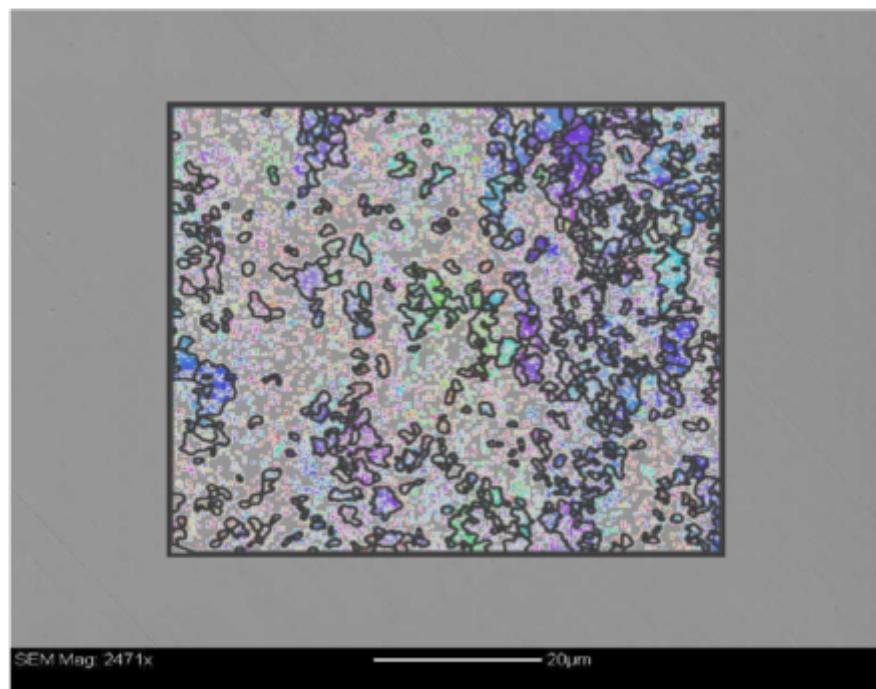
**Abbildung E.13:** Phase-map aus EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Probe A.



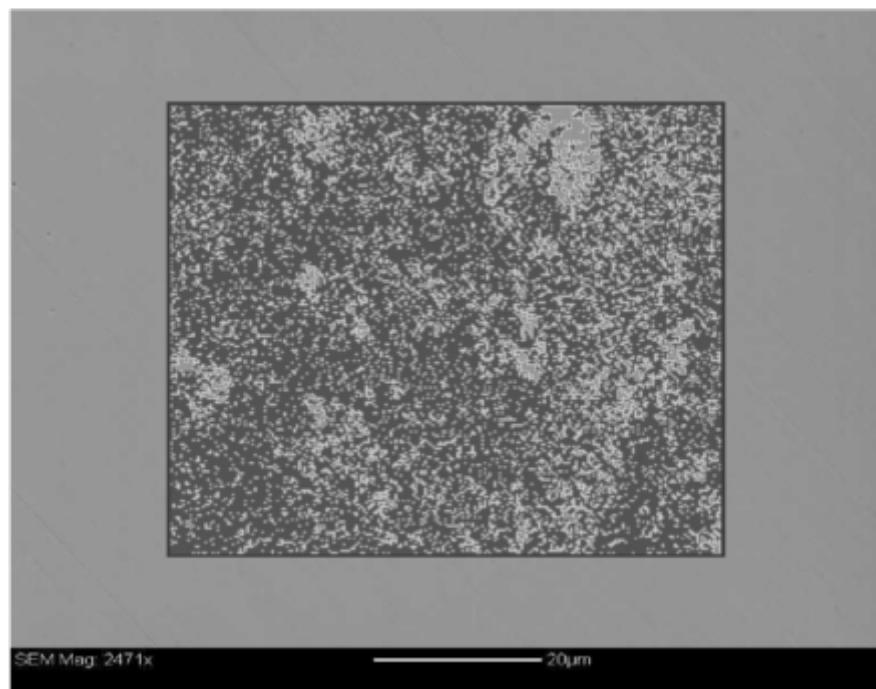
**Abbildung E.14:** Orientation-map des Ferrits aus EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Probe A.

## E. EBSD-AUFNAHMEN

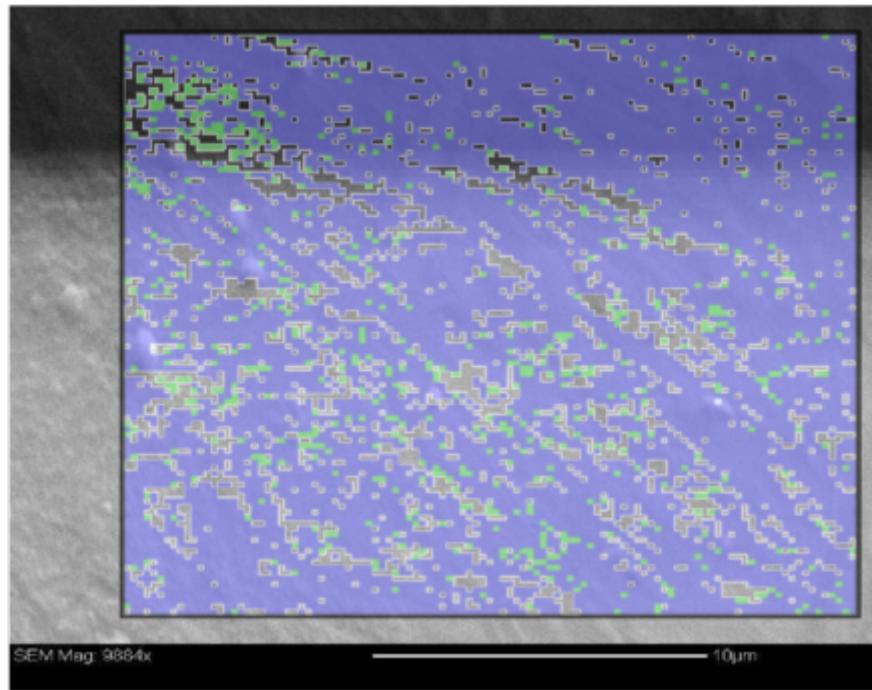
---



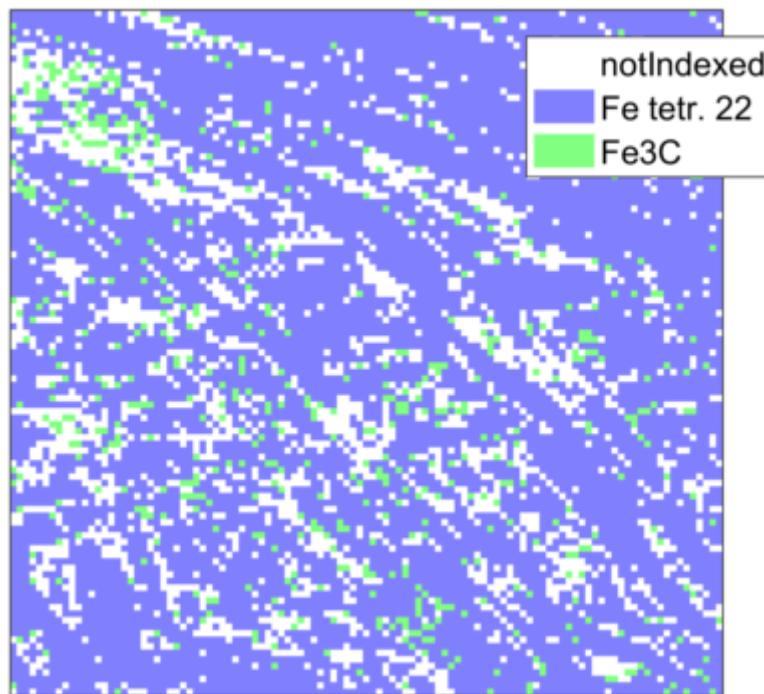
**Abbildung E.15:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Probe A.



**Abbildung E.16:** IQ-map der EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Probe A.



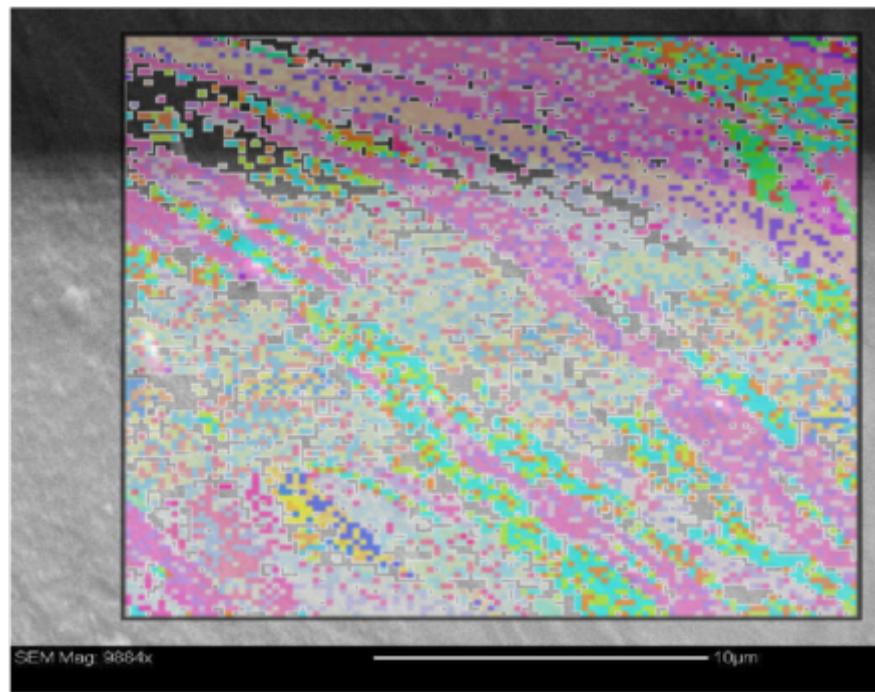
**Abbildung E.17:** Phase-map aus EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Probe 1.



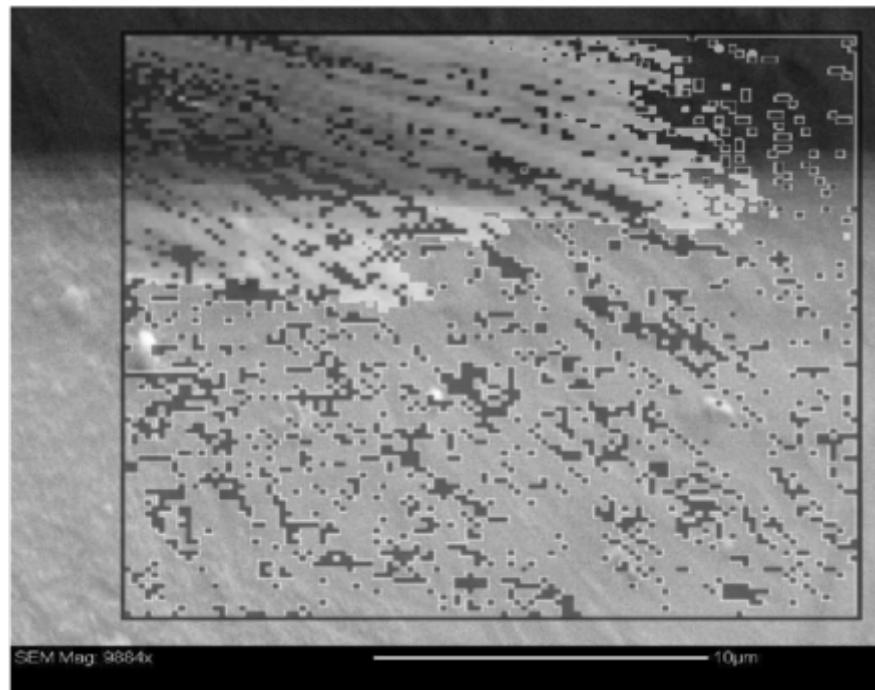
**Abbildung E.18:** Phase-map von Probe 1 ohne SEM-Bild

## E. EBSD-AUFAHMEN

---



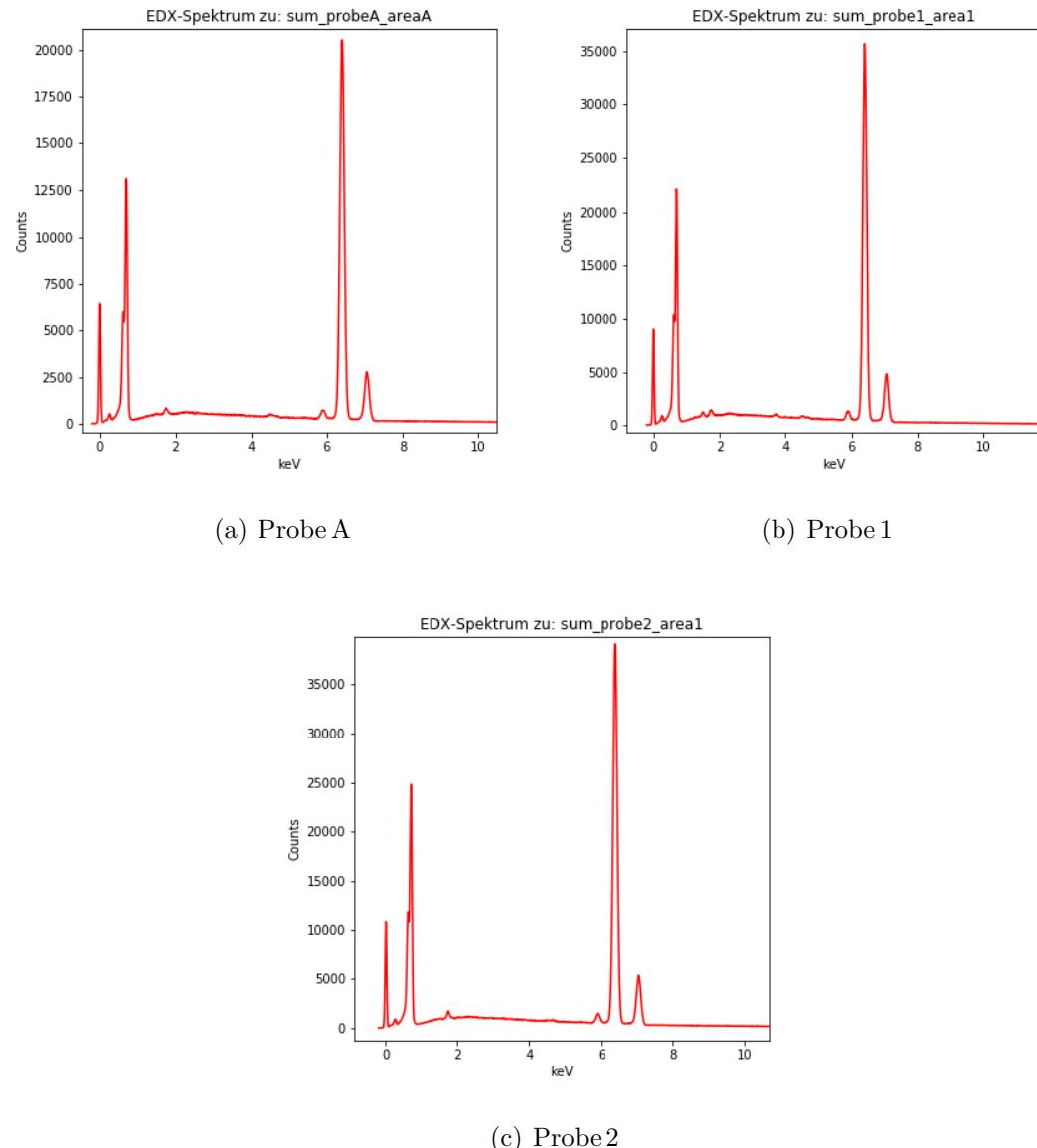
**Abbildung E.19:** Orientation-map des Ferrits aus EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Probe 1.



**Abbildung E.20:** IQ-map der EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Probe 1.

## F. EDX- und t-EDX-Spektren

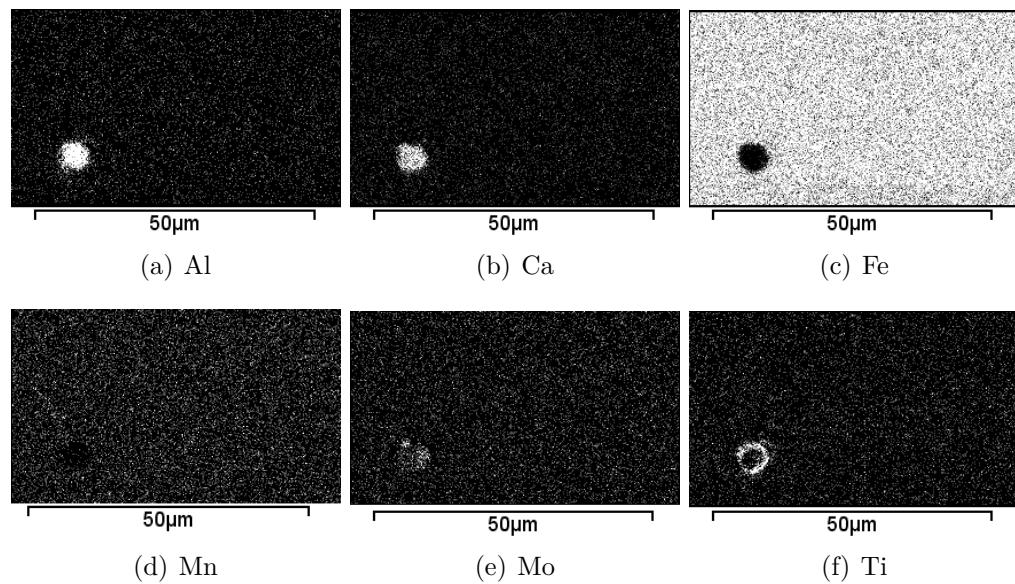
### F.1. Probenbleche



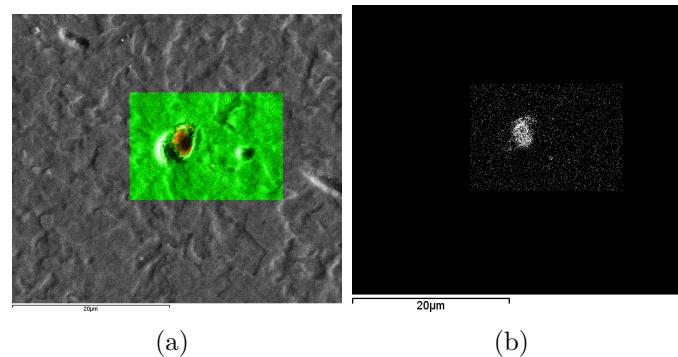
**Abbildung F.1:** Aufsummierte EDX-Spektren aus Mappings an den Probenblechen.

## F. EDX- UND T-EDX-SPEKTREN

---

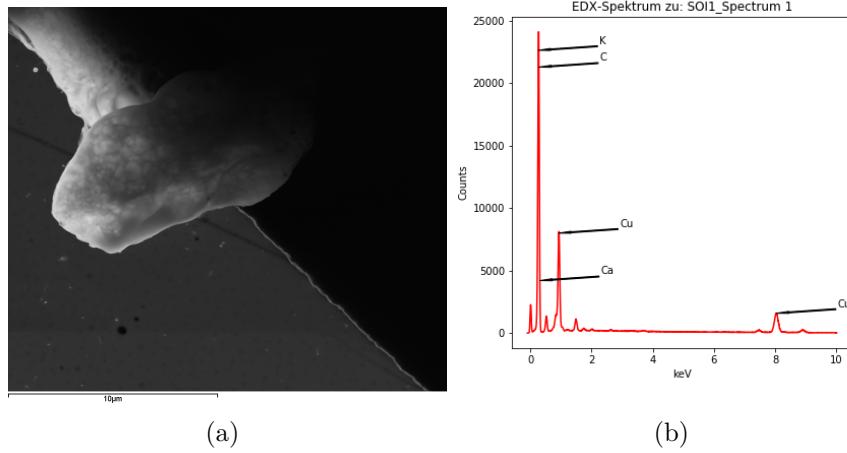


**Abbildung F.2:** EDX-Mappings an Probe 1. Ausscheidungen weisen einen reduzierten Fe- und Mn-Gehalt und erhöhte Al-, Ca-, Mo- und Ti-Gehalte auf. Ti ist insbesondere in dem Randbereich der Ausscheidung nachweisbar.

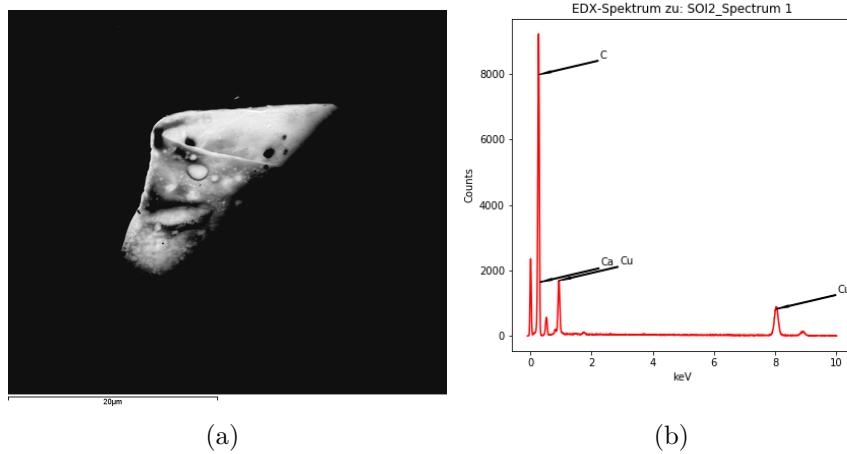


**Abbildung F.3:** EDX-Mappings an Probe 2. a) Mix der Ti und Fe Signale  
b) Verteilung des Titans.

## F.2. gelöste Ausscheidungen



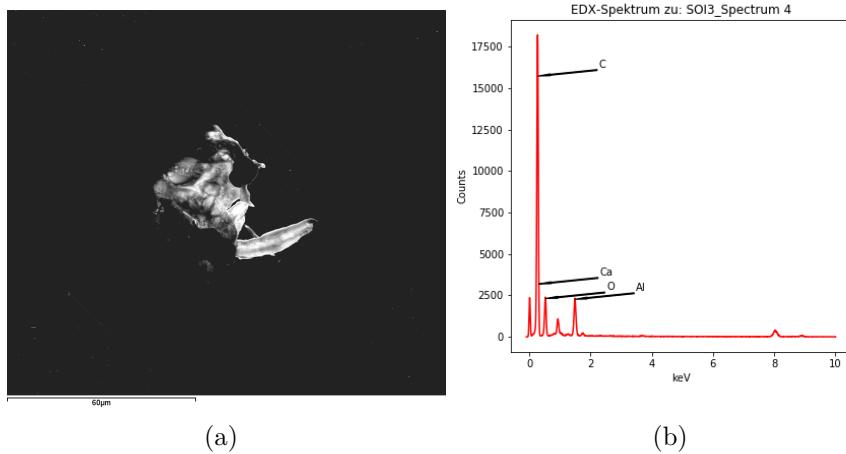
**Abbildung F.4:** a) SEM-Aufnahme 1 an mit gelösten Ausscheidungen von Probe A\_fl beträufelten TEM-Grid mit b) dazugehörigem EDX - Spektrum.



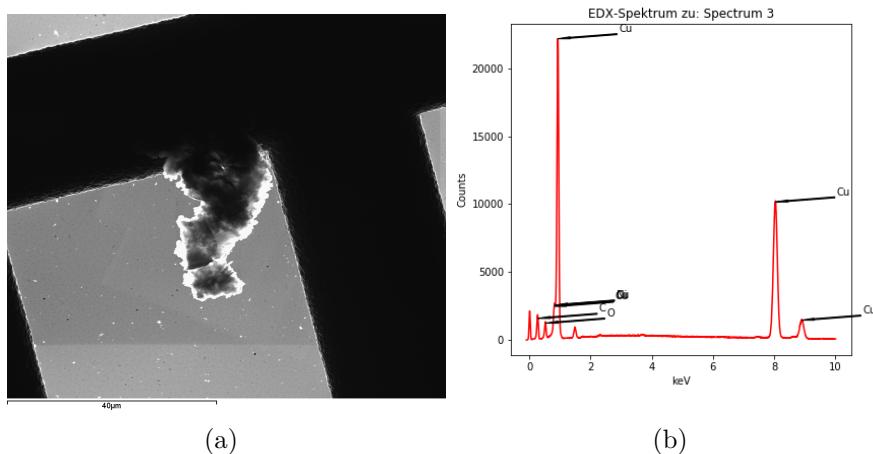
**Abbildung F.5:** a) SEM-Aufnahme 2 an mit gelösten Ausscheidungen von Probe A\_fl beträufelten TEM-Grid mit b) dazugehörigem EDX - Spektrum.

## F. EDX- UND T-EDX-SPEKTREN

---

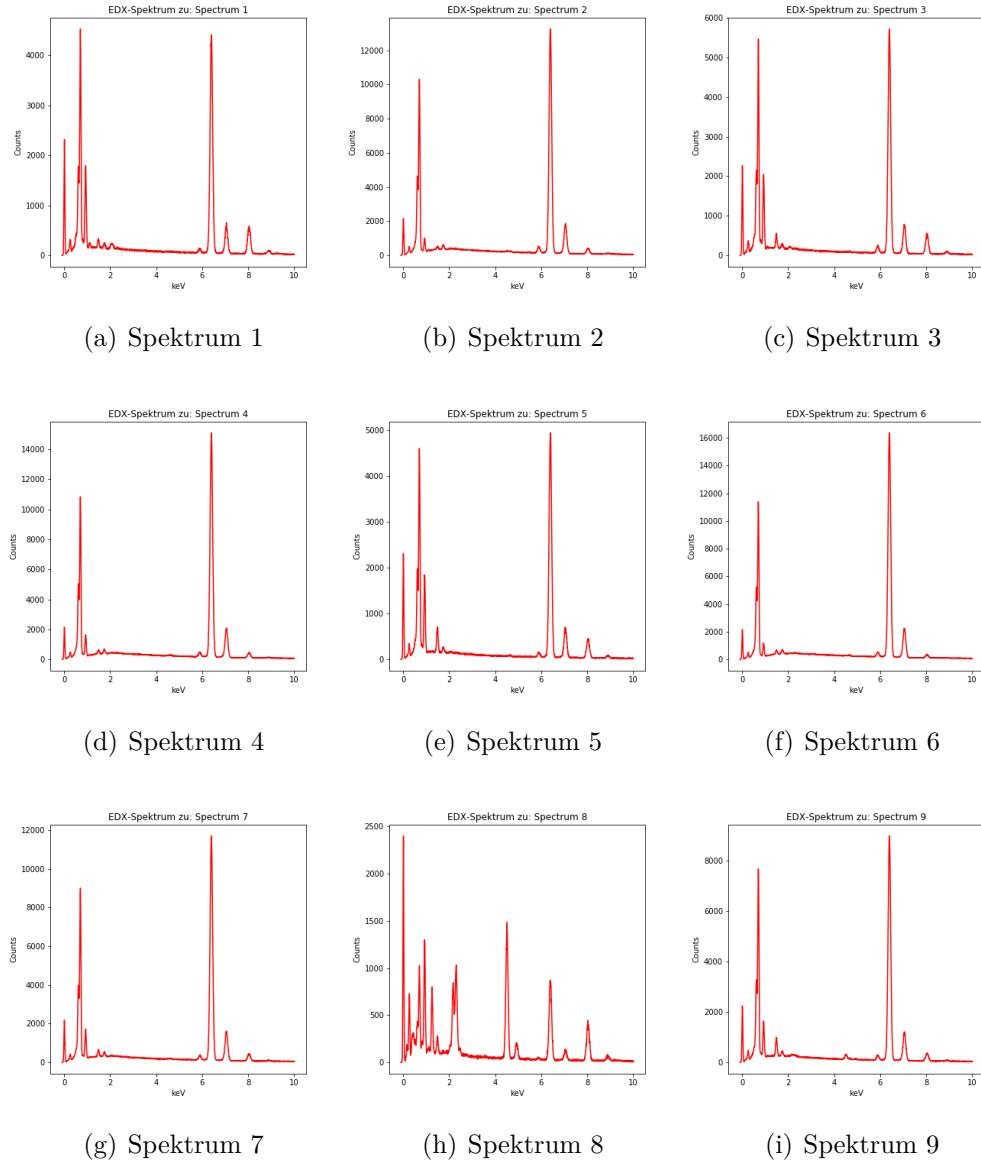


**Abbildung F.6:** a) SEM-Aufnahme 3 an mit gelösten Ausscheidungen von Probe A\_fl beträufelten TEM-Grid mit b) dazugehörigem EDX - Spektrum.



**Abbildung F.7:** a) SEM-Aufnahme an mit gelösten Ausscheidungen von Probe 2\_fl beträufelten TEM-Grid mit b) dazugehörigem EDX -Spektrum.

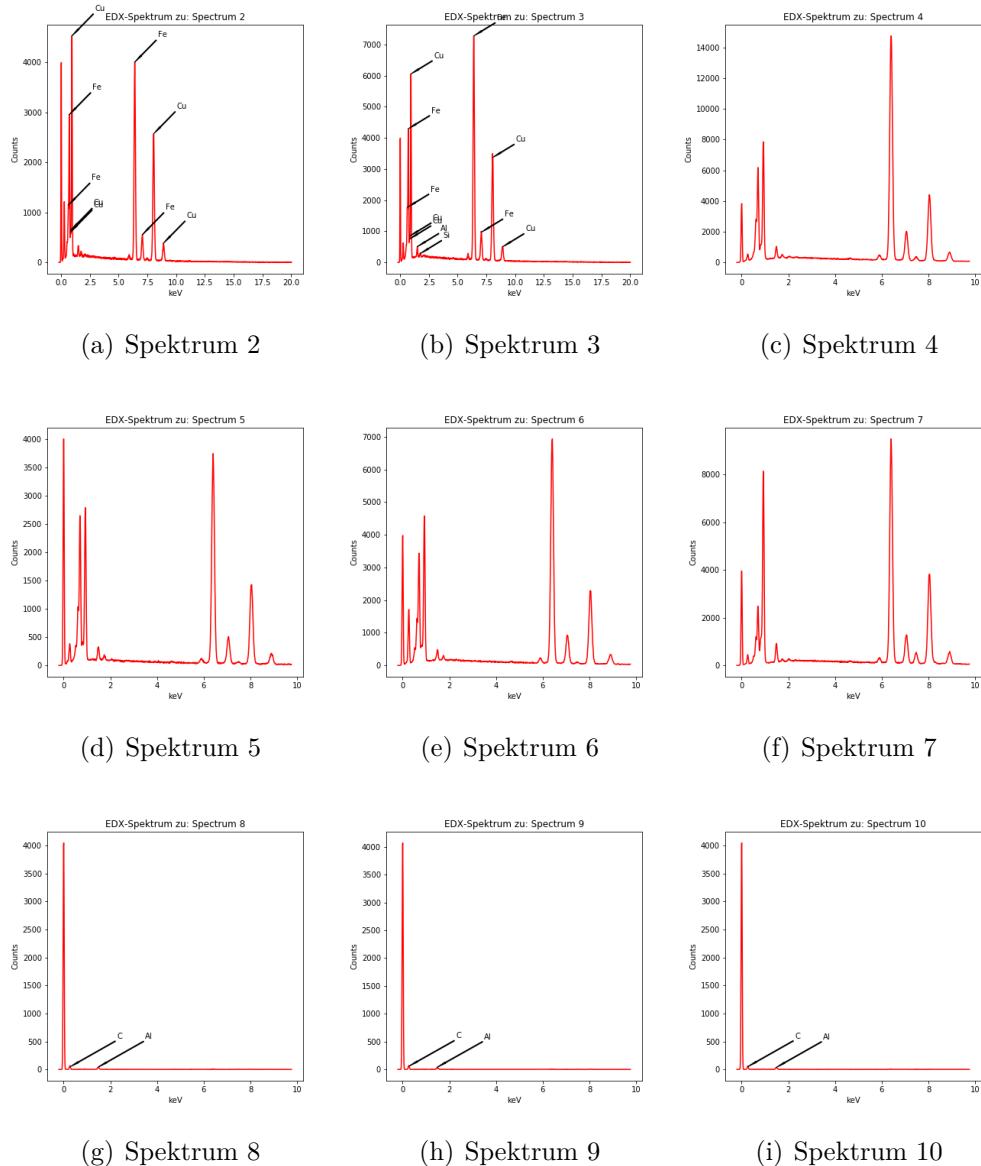
### F.3. Lamellen



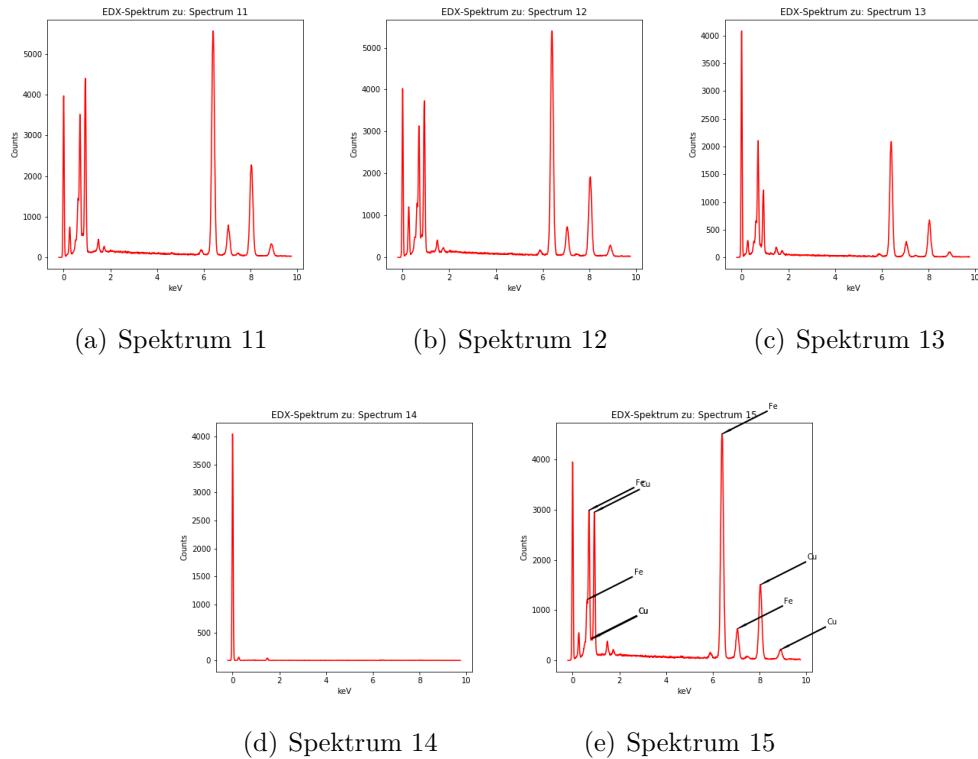
**Abbildung F.8:** EDX-Spektren an Lamelle 1 von Probe 2.

## F. EDX- UND T-EDX-SPEKTREN

---



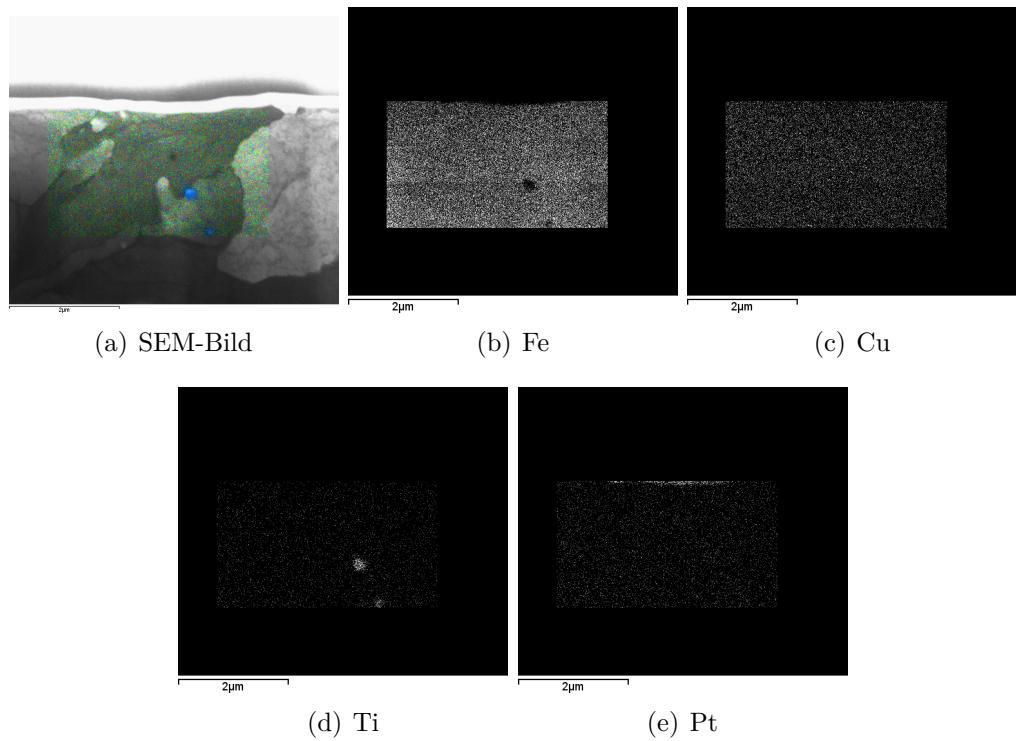
**Abbildung F.9:** EDX-Spektren an Lamelle 1 von Probe 1. Die Positionen sind in Abbildung 4.10 markiert. Dabei bilden die Spektren 2 bis 10 ein Raster über die Probe.



**Abbildung F.10:** EDX-Spektren an Lamelle 1 von Probe 1. Die Positionen sind in Abbildung 4.10 markiert. Die Spektren 11 bis 15 sind an auffälligen Punkten positioniert.

## F. EDX- UND T-EDX-SPEKTREN

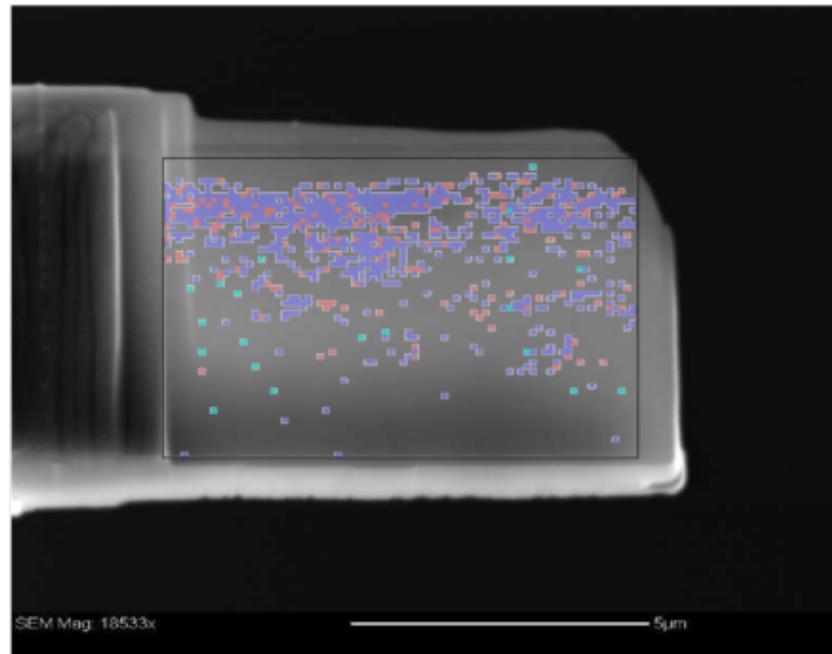
---



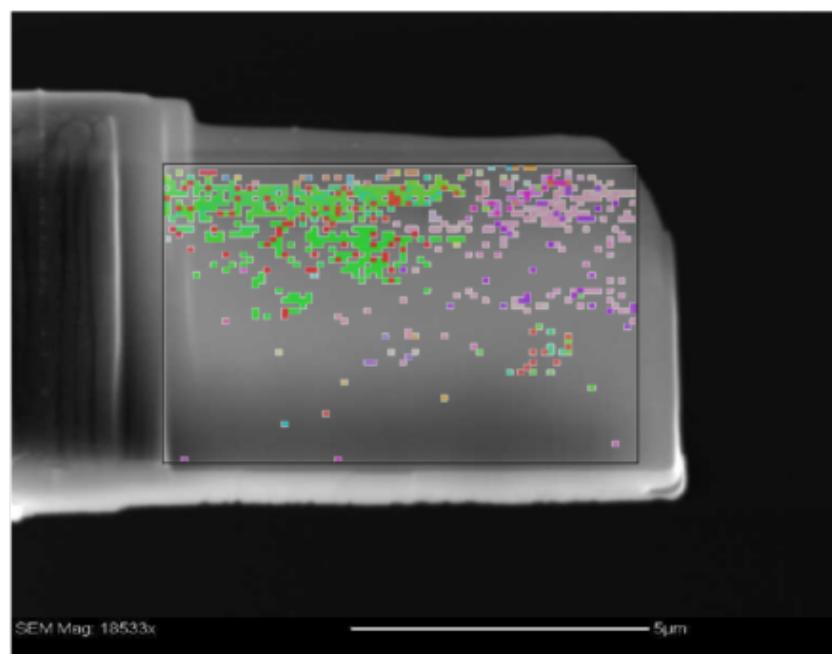
**Abbildung F.11:** EDX-Mappings an Lamelle 2 von Probe A. a) Overlay von Fe (grün) und Ti (blau) b) - e) Maps der Elemente Fe, Cu, Ti und Pt.



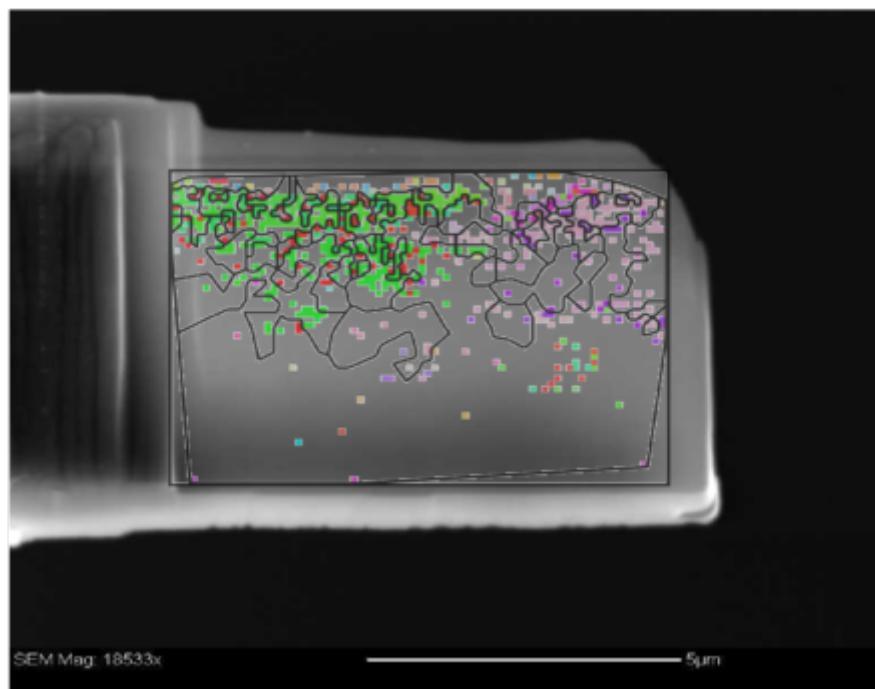
## G. t-EBSD-Aufnahmen



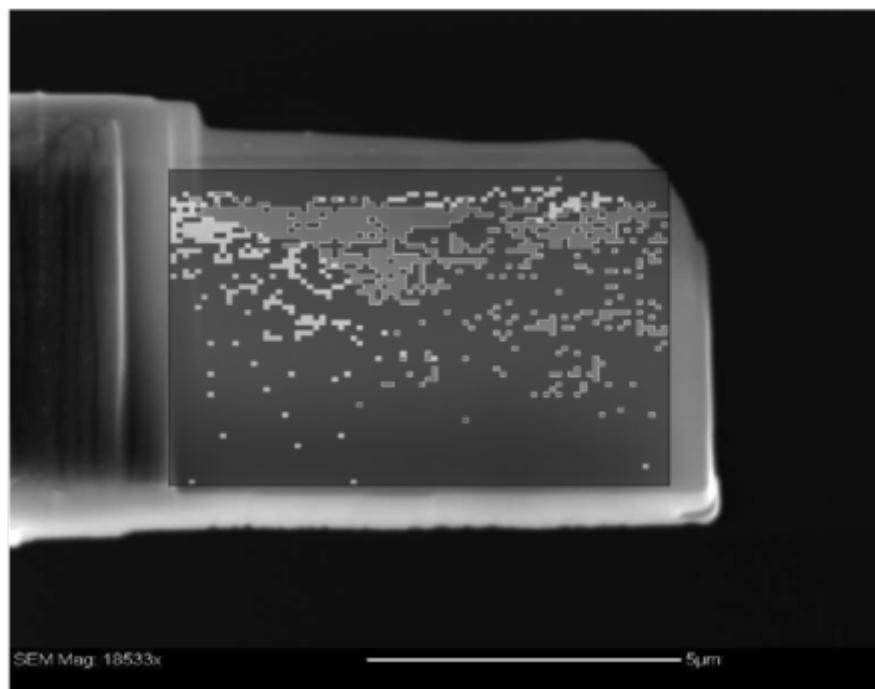
**Abbildung G.1:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A.



**Abbildung G.2:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A.



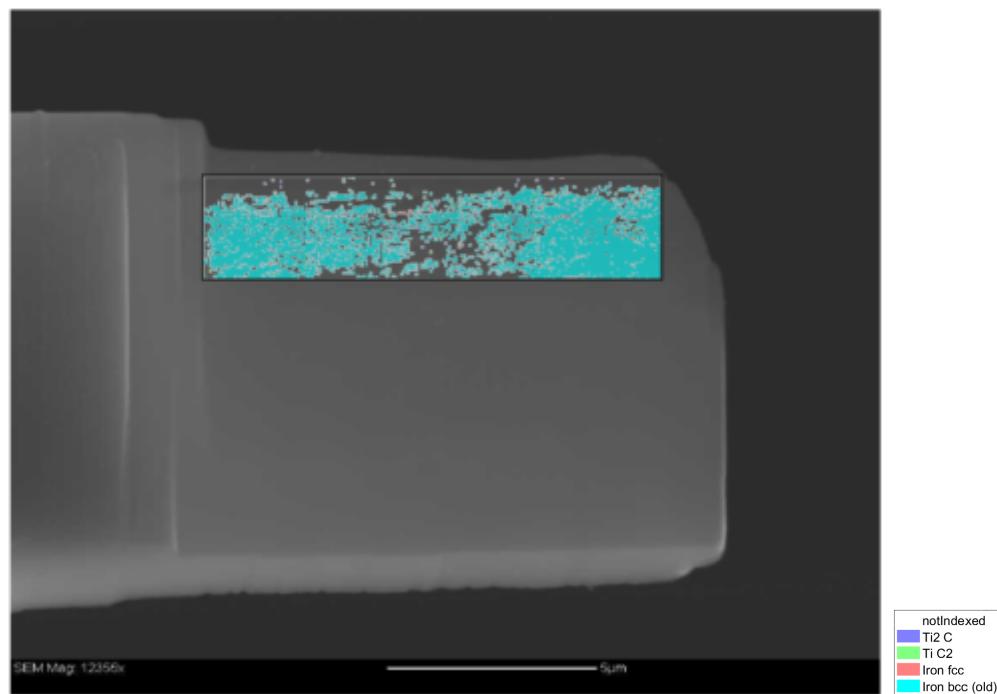
**Abbildung G.3:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A.



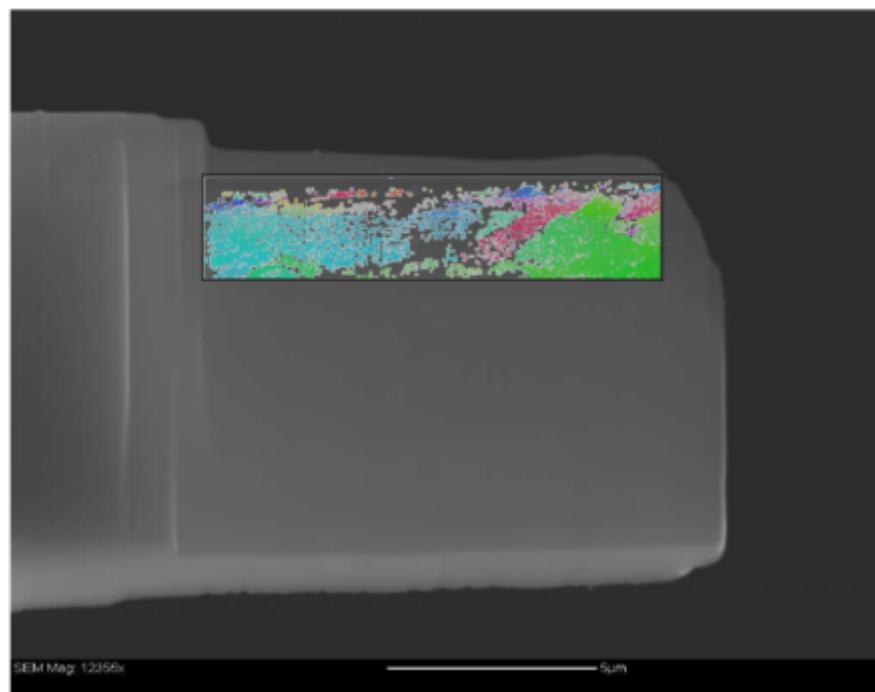
**Abbildung G.4:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A.

## G. t-EBSD-AUFNAHMEN

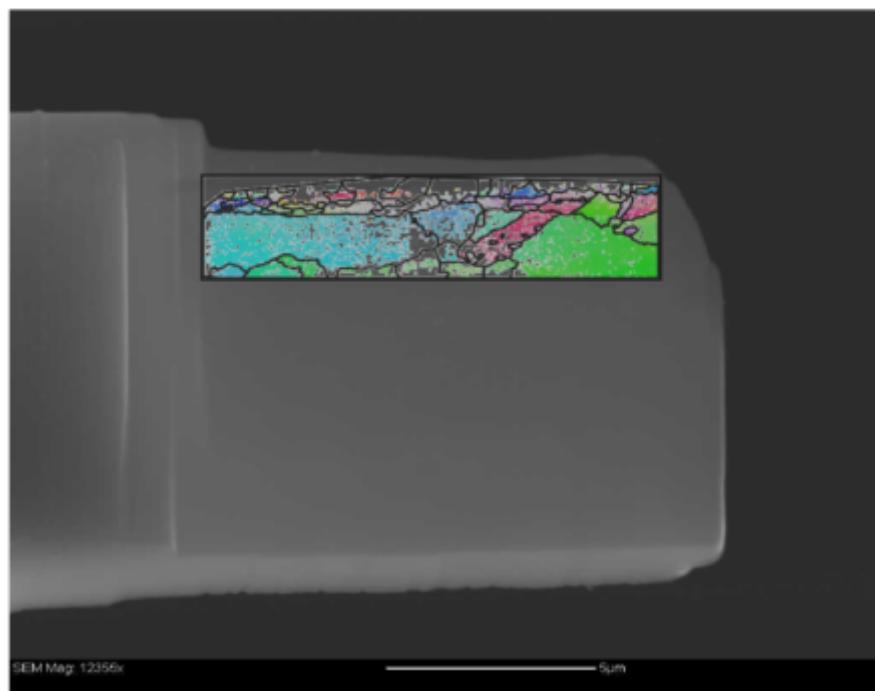
---



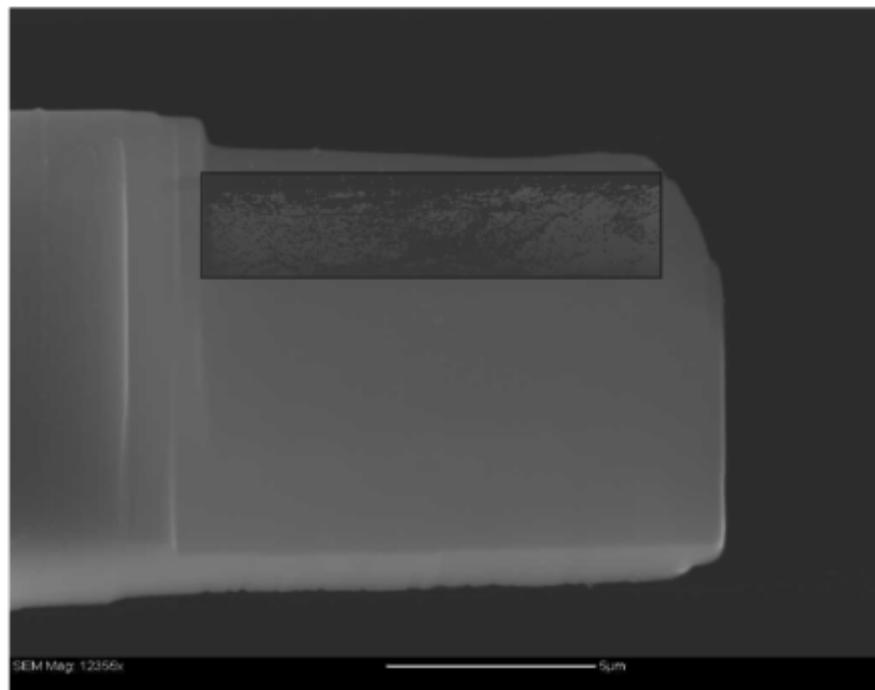
**Abbildung G.5:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 von Probe A.



**Abbildung G.6:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A.



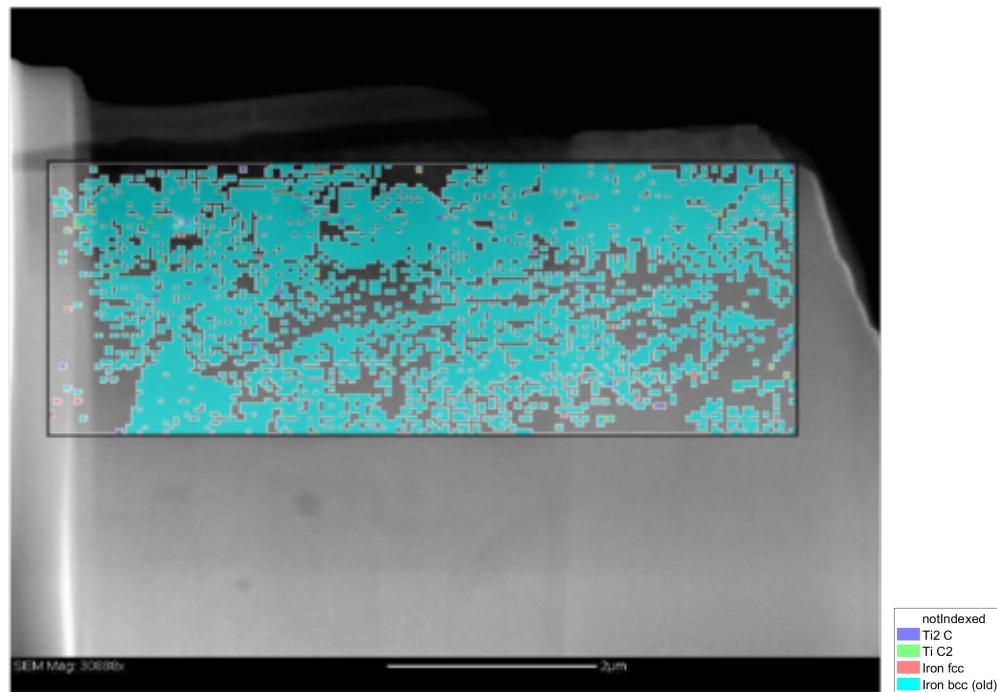
**Abbildung G.7:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A.



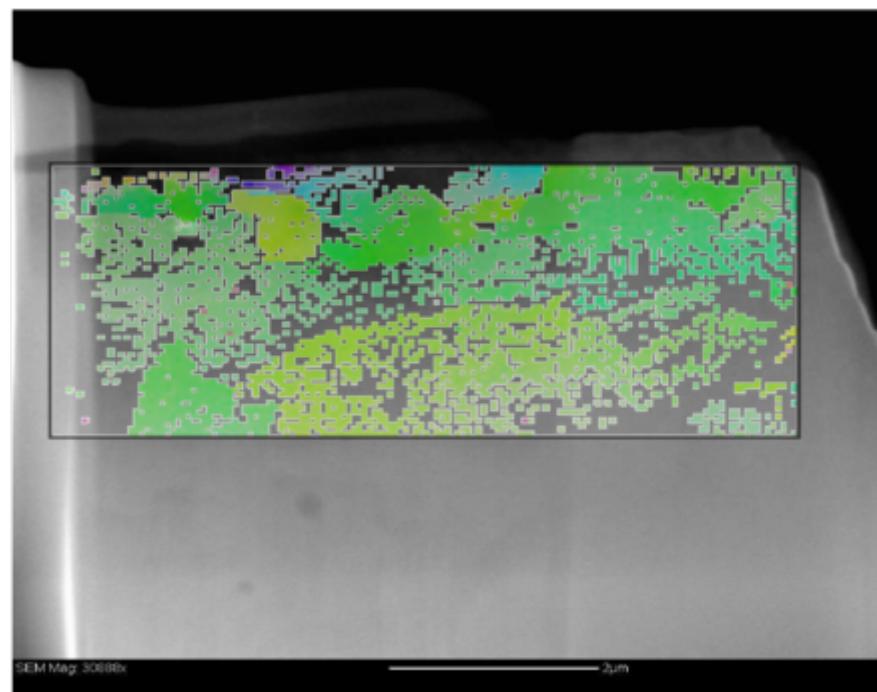
**Abbildung G.8:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 3 Probe A.

## G. t-EBSD-AUFAHMEN

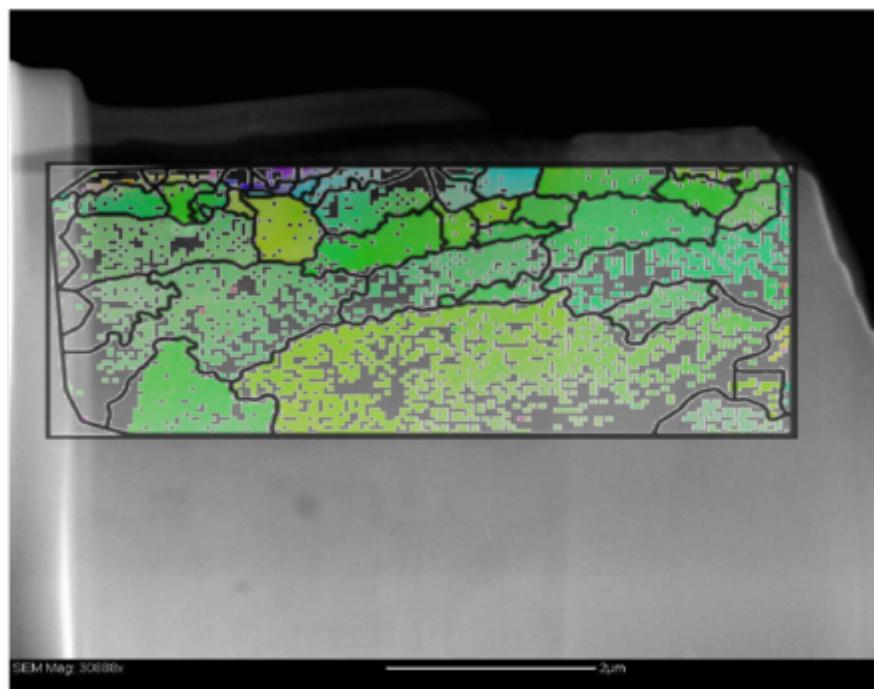
---



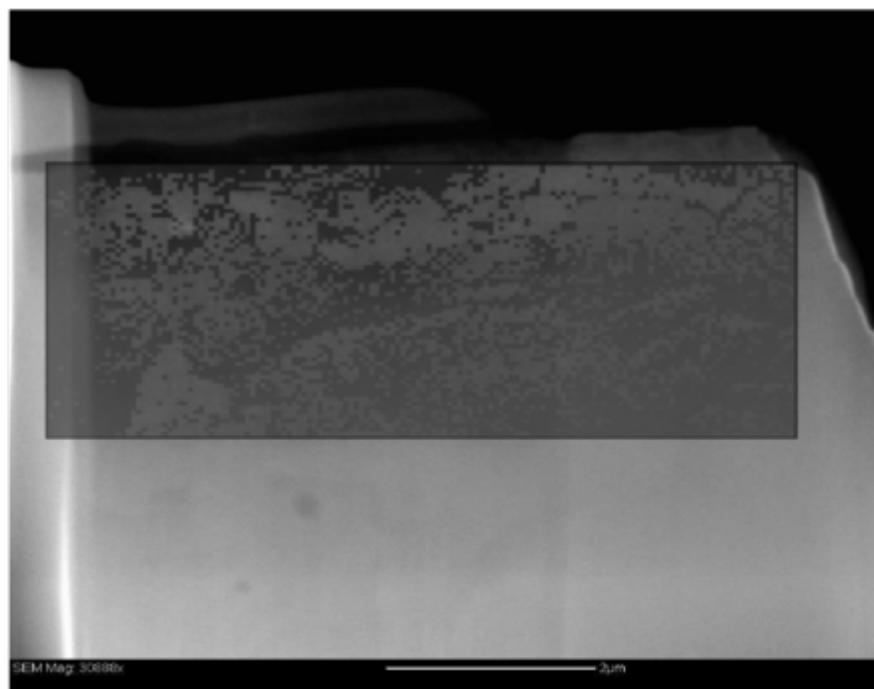
**Abbildung G.9:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A.



**Abbildung G.10:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A.



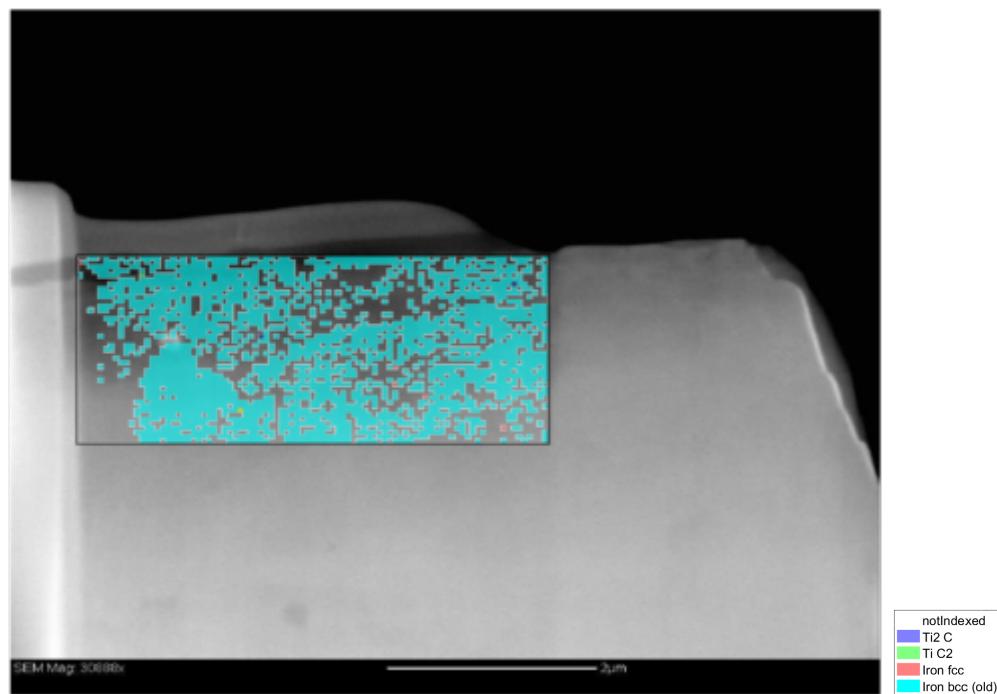
**Abbildung G.11:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A..



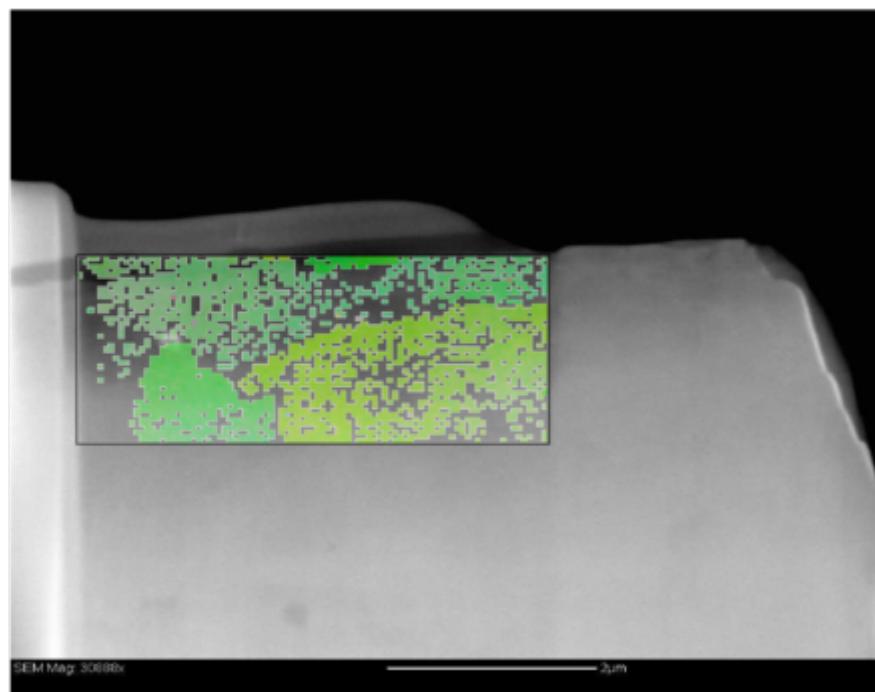
**Abbildung G.12:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A..

## G. T-EBSD-AUFNAHMEN

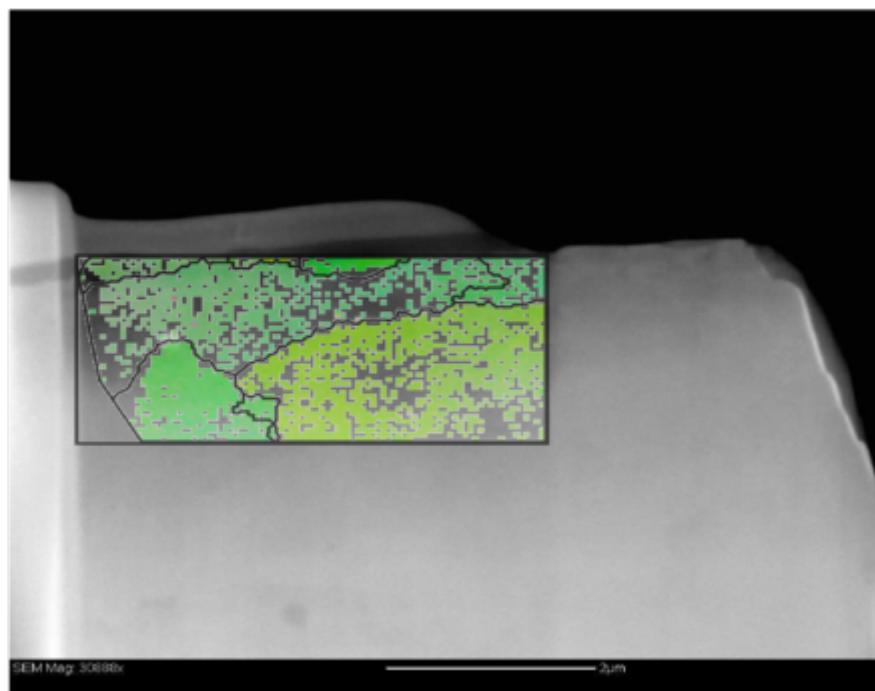
---



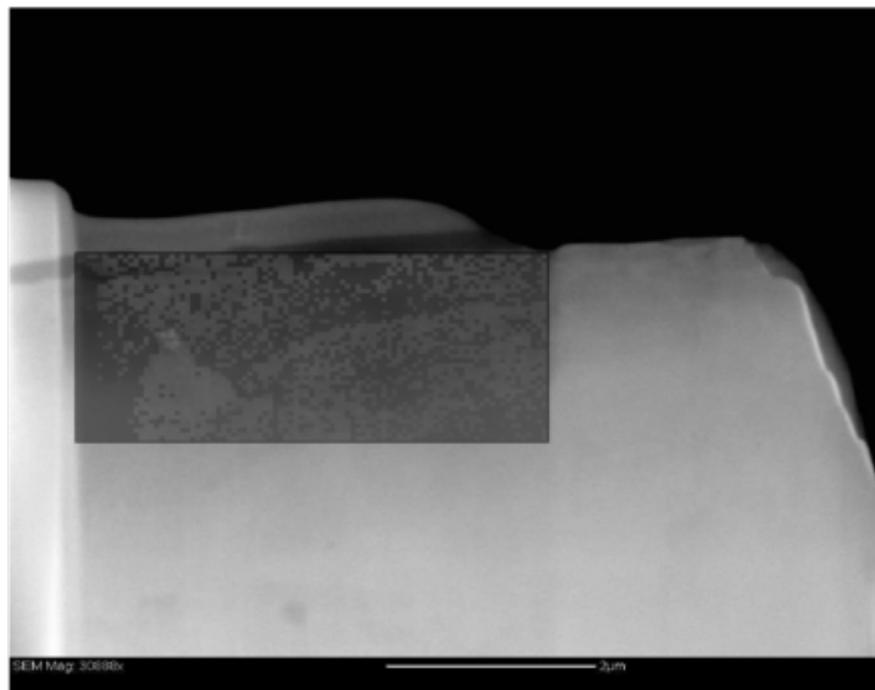
**Abbildung G.13:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 Probe A.



**Abbildung G.14:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A.



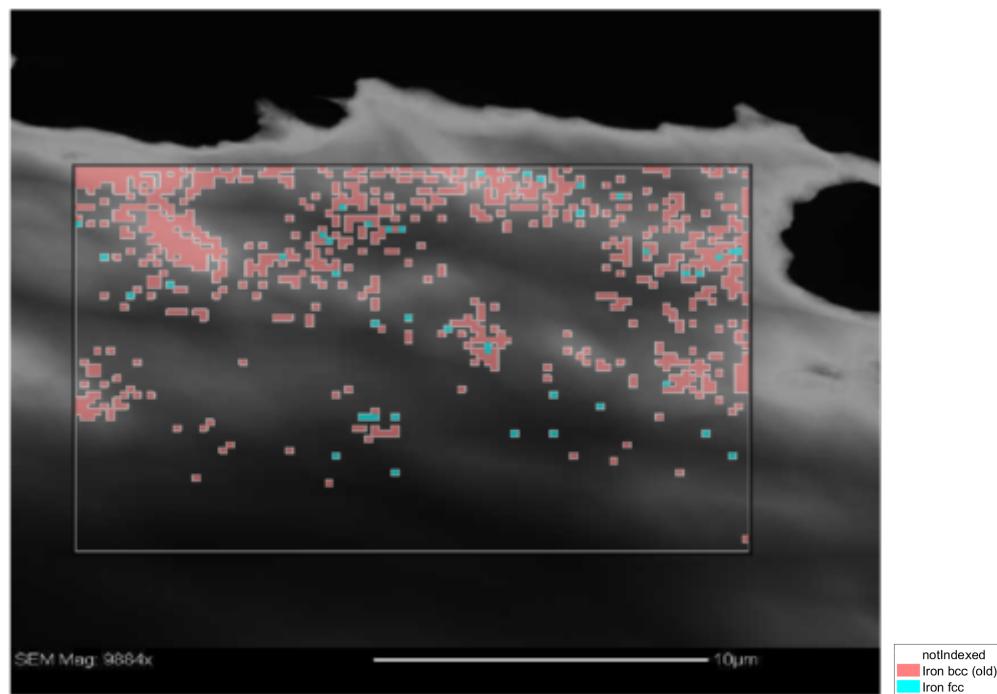
**Abbildung G.15:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A.



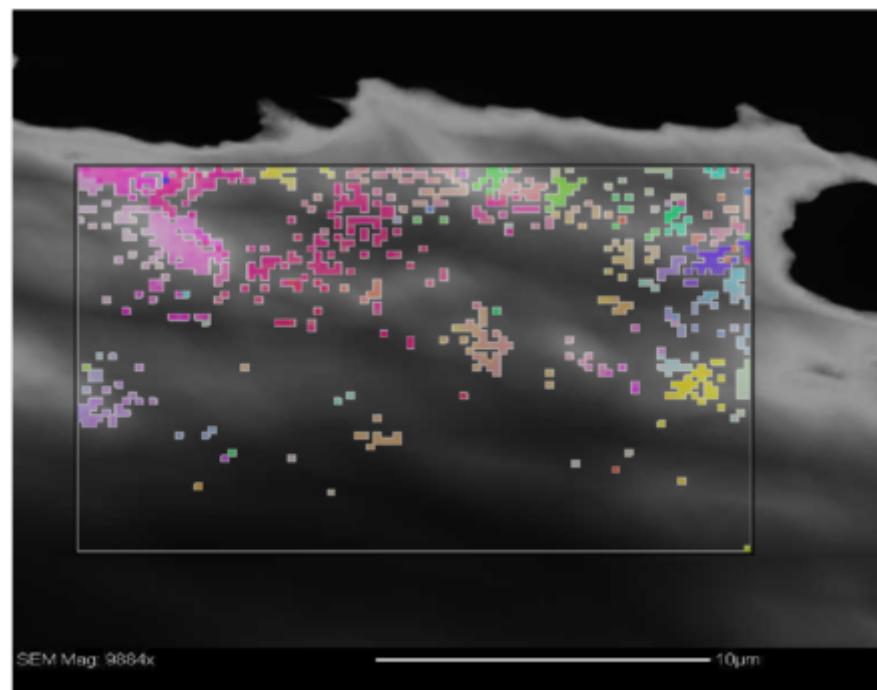
**Abbildung G.16:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 4 von Probe A.

## G. t-EBSD-AUFNAHMEN

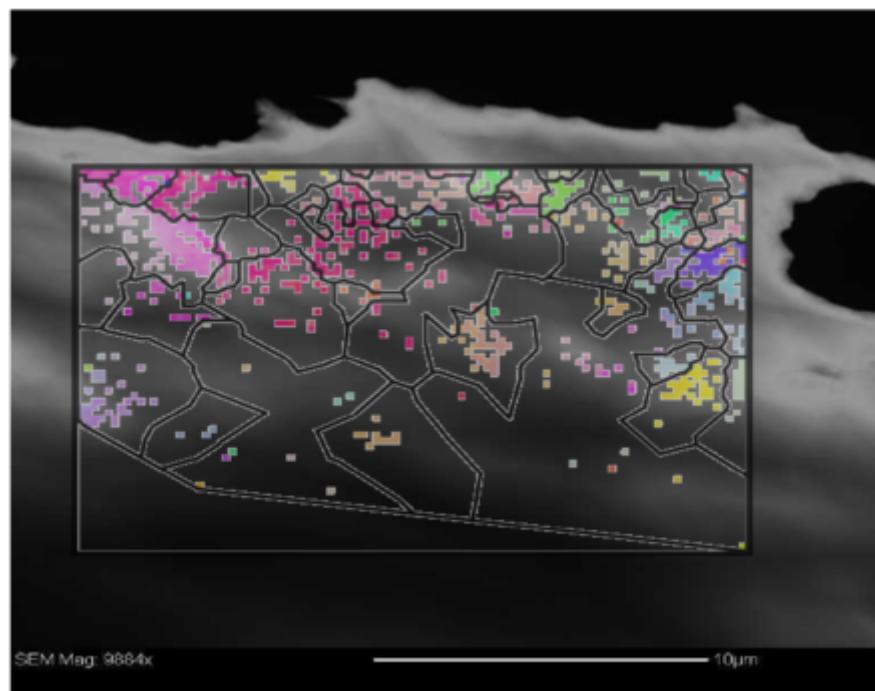
---



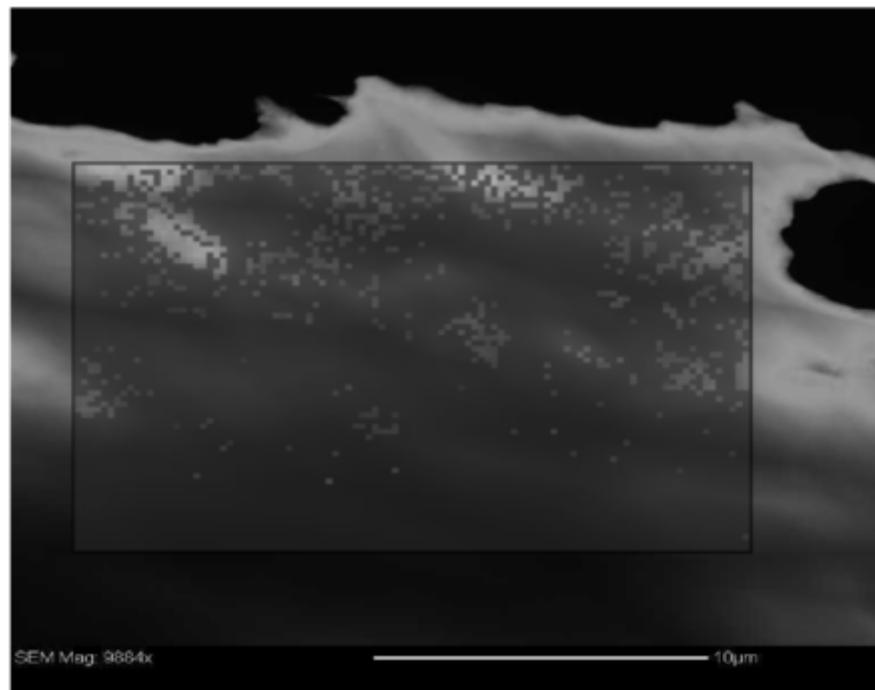
**Abbildung G.17:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der mit PIPS präparierten Probe A.



**Abbildung G.18:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der mit PIPS präparierten Probe A.



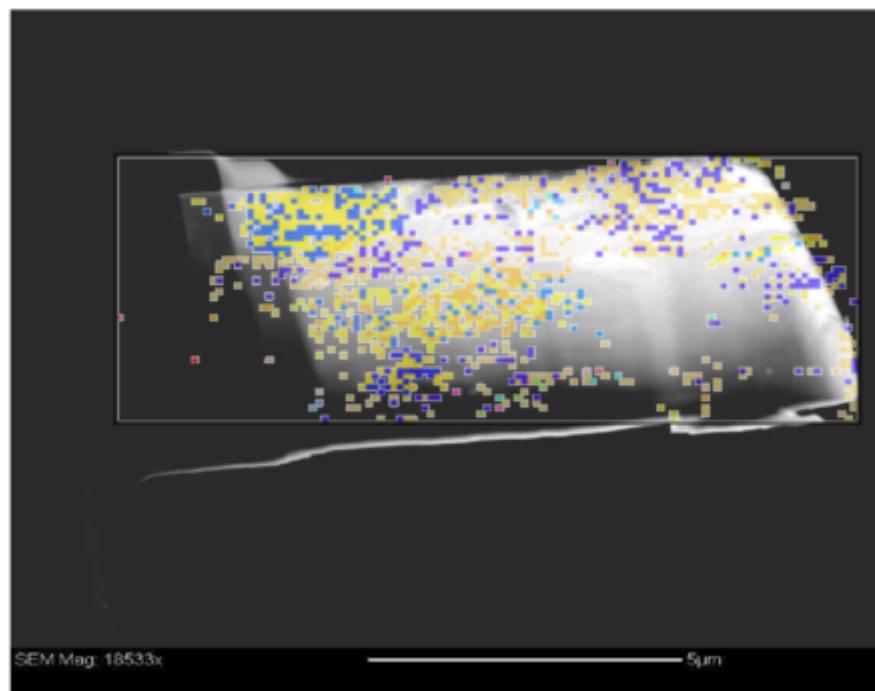
**Abbildung G.19:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der mit PIPS präparierten Probe A.



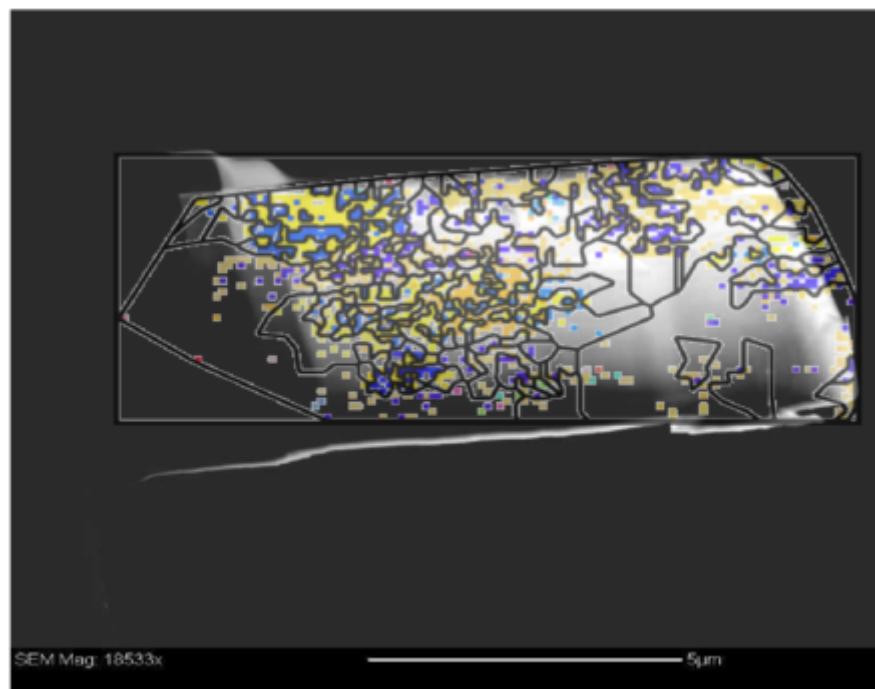
**Abbildung G.20:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der mit PIPS präparierten Probe A.

## G. t-EBSD-AUFNAHMEN

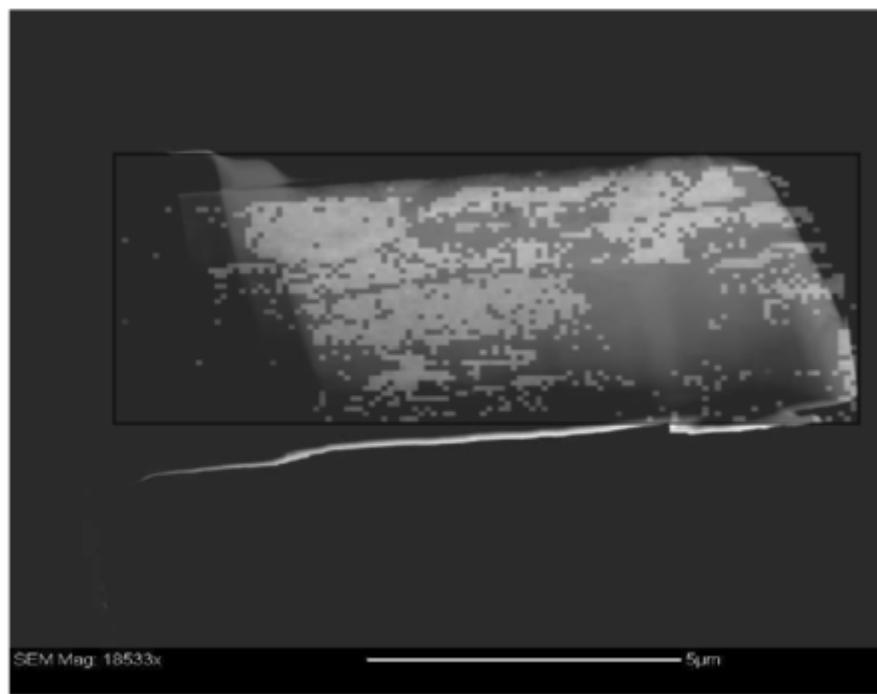
---



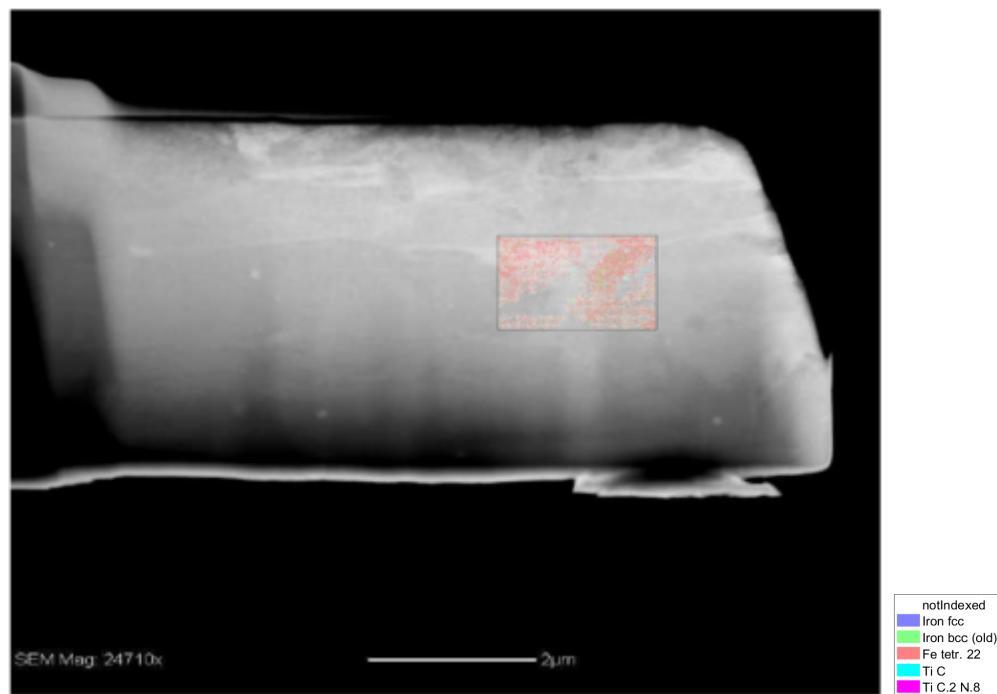
**Abbildung G.21:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1.



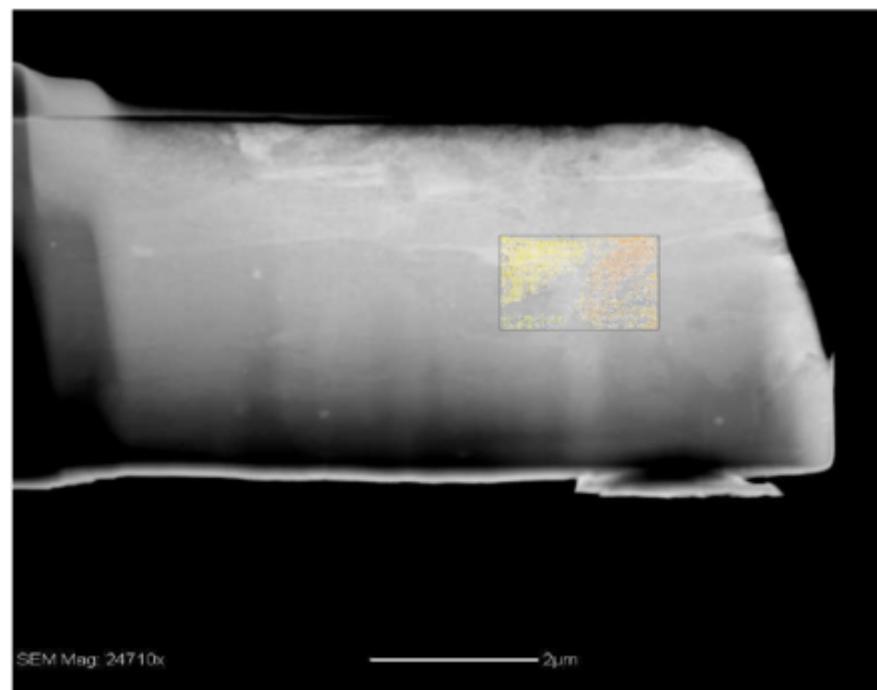
**Abbildung G.22:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1.



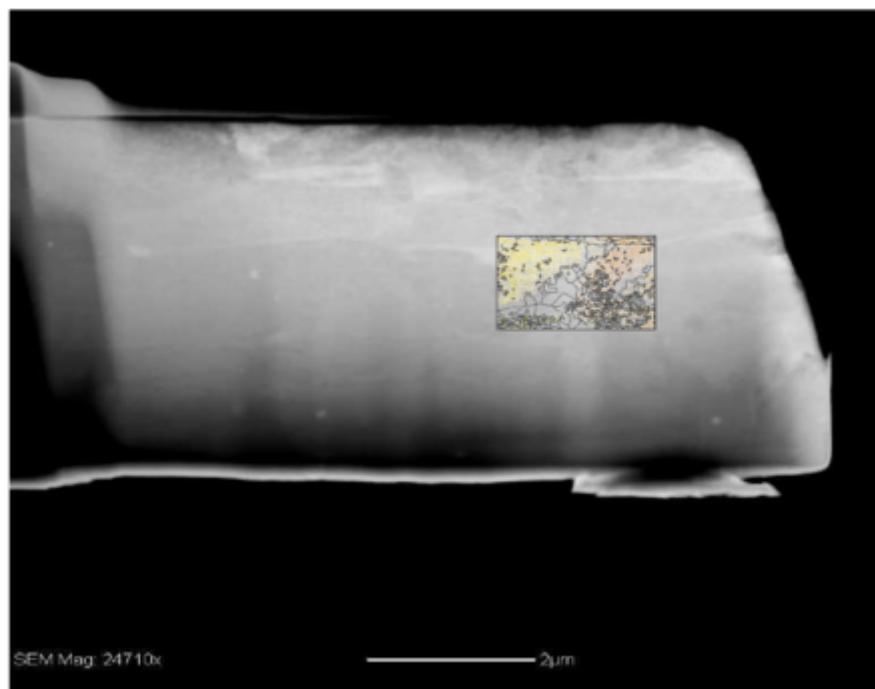
**Abbildung G.23:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1.



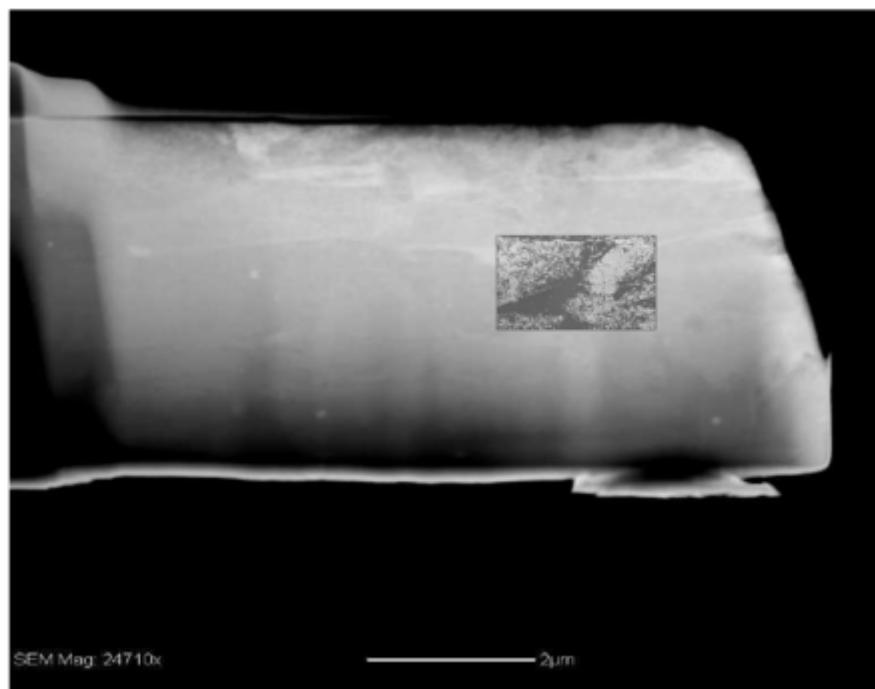
**Abbildung G.24:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1.



**Abbildung G.25:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1.



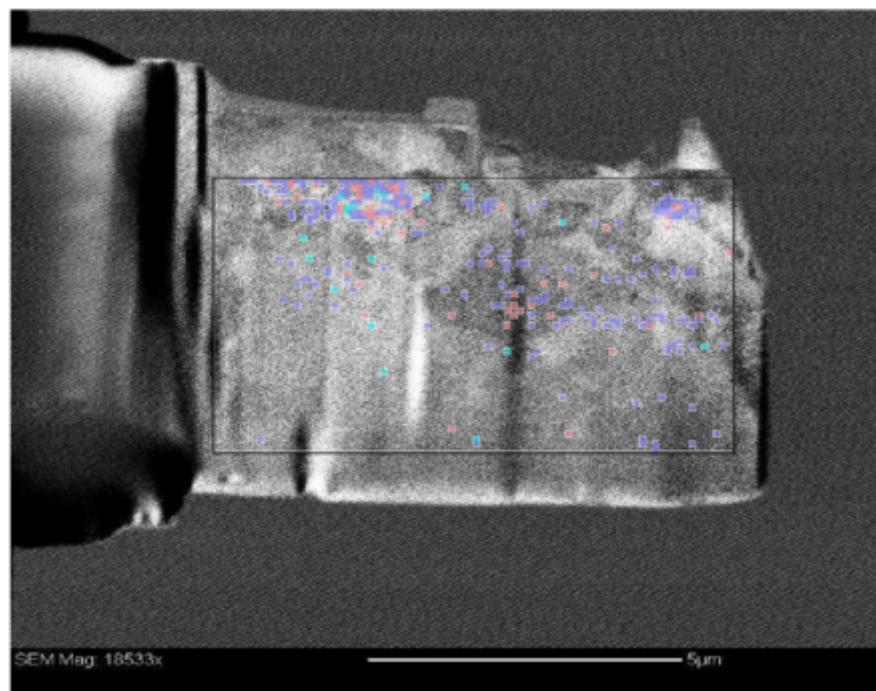
**Abbildung G.26:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1.



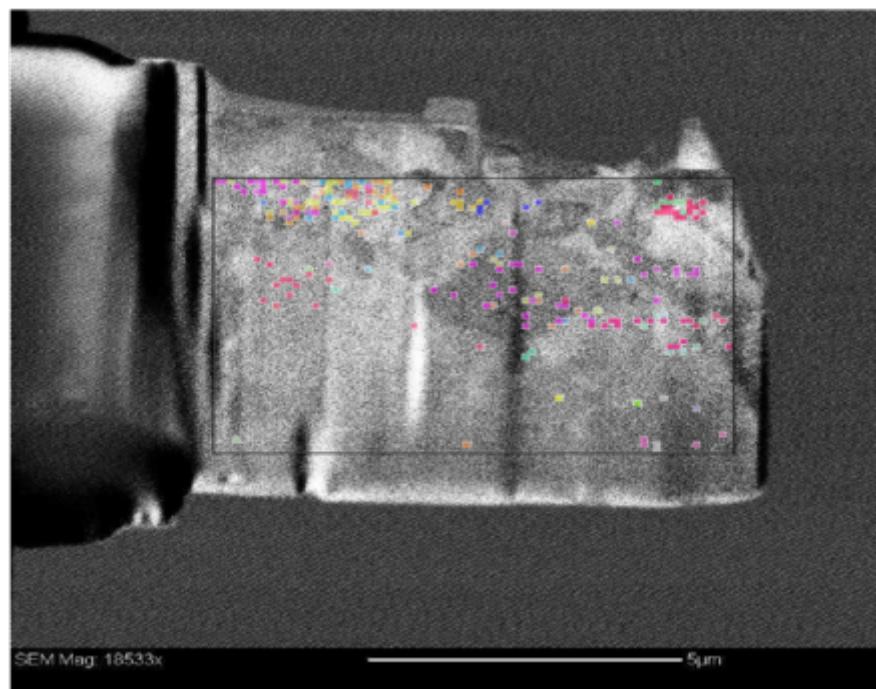
**Abbildung G.27:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 1.

## G. t-EBSD-AUFAHNAMEN

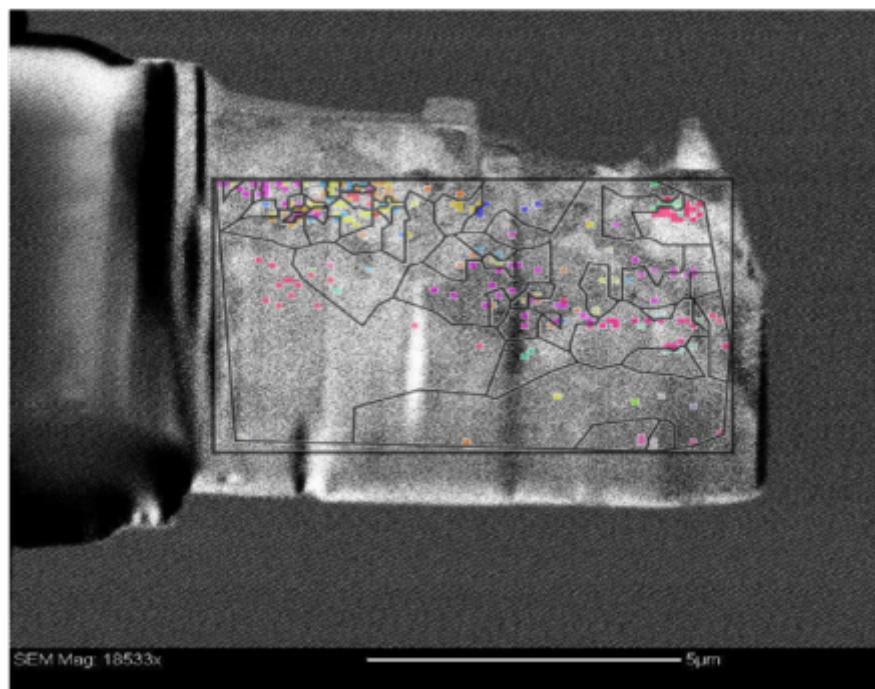
---



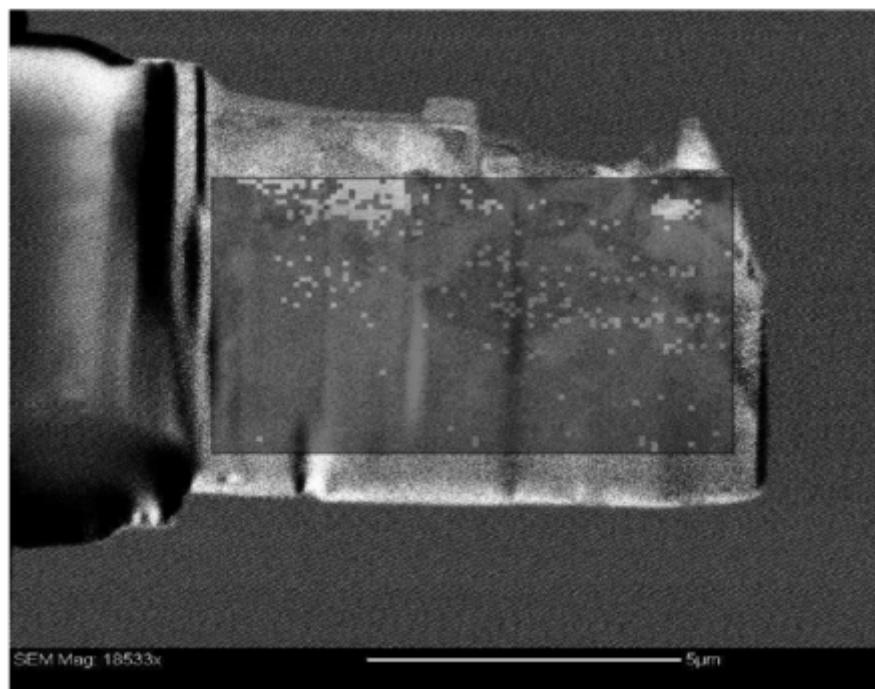
**Abbildung G.28:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 2.



**Abbildung G.29:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 2.



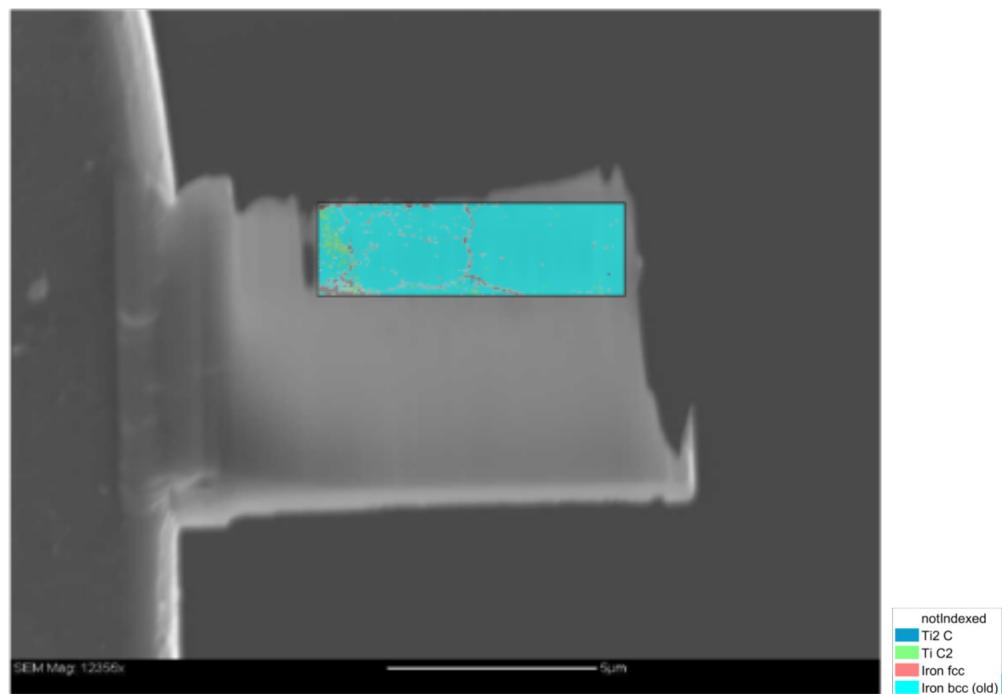
**Abbildung G.30:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 2.



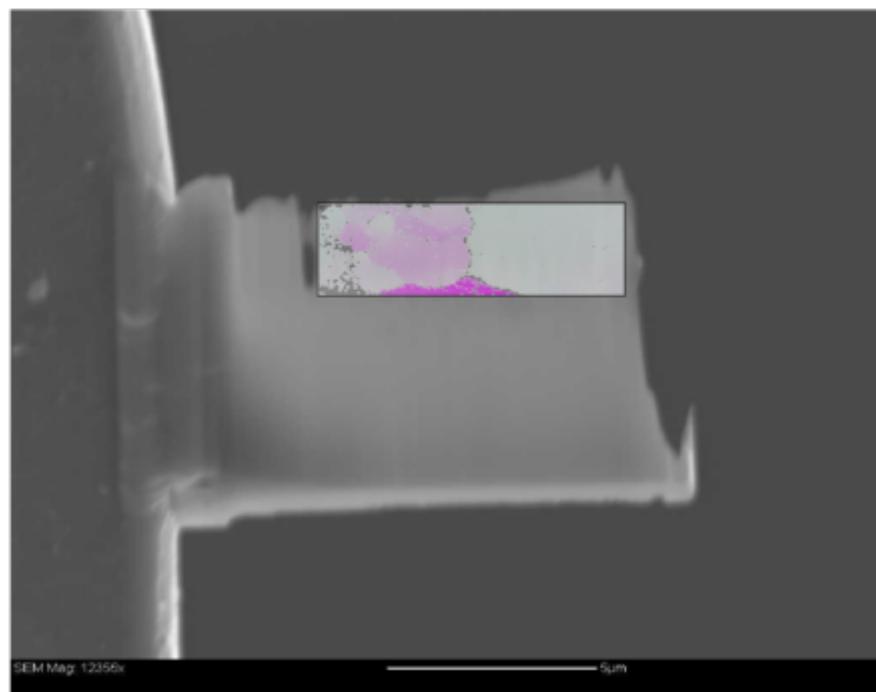
**Abbildung G.31:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an Lamelle 1 von Probe 2.

## G. t-EBSD-AUFAHMEN

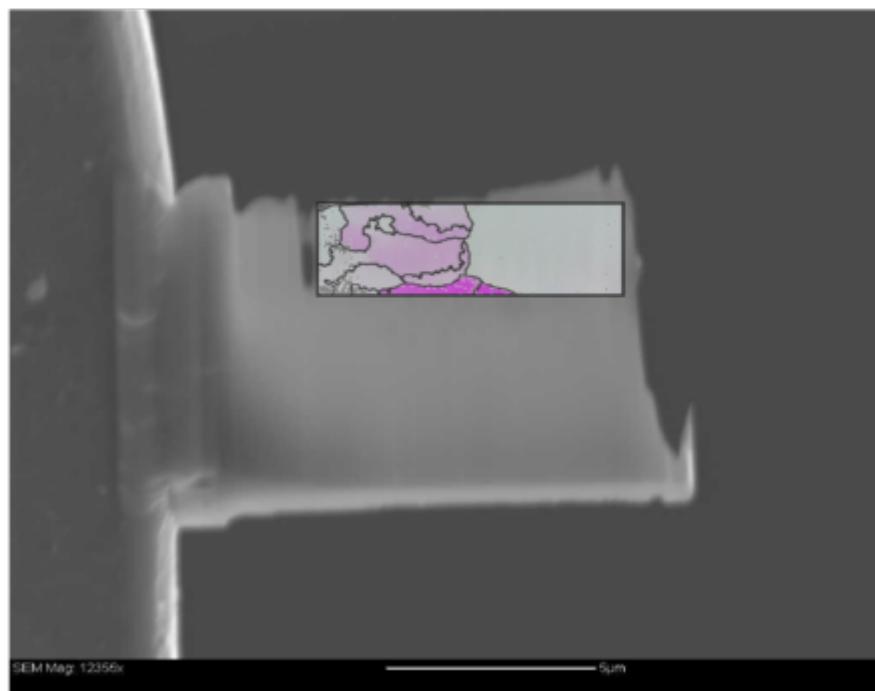
---



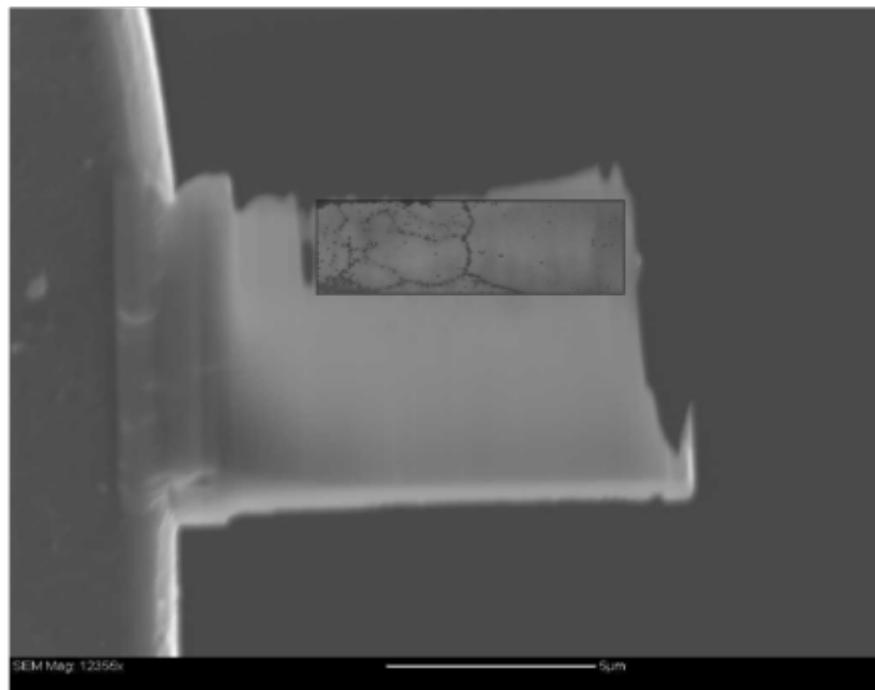
**Abbildung G.32:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31.



**Abbildung G.33:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31.



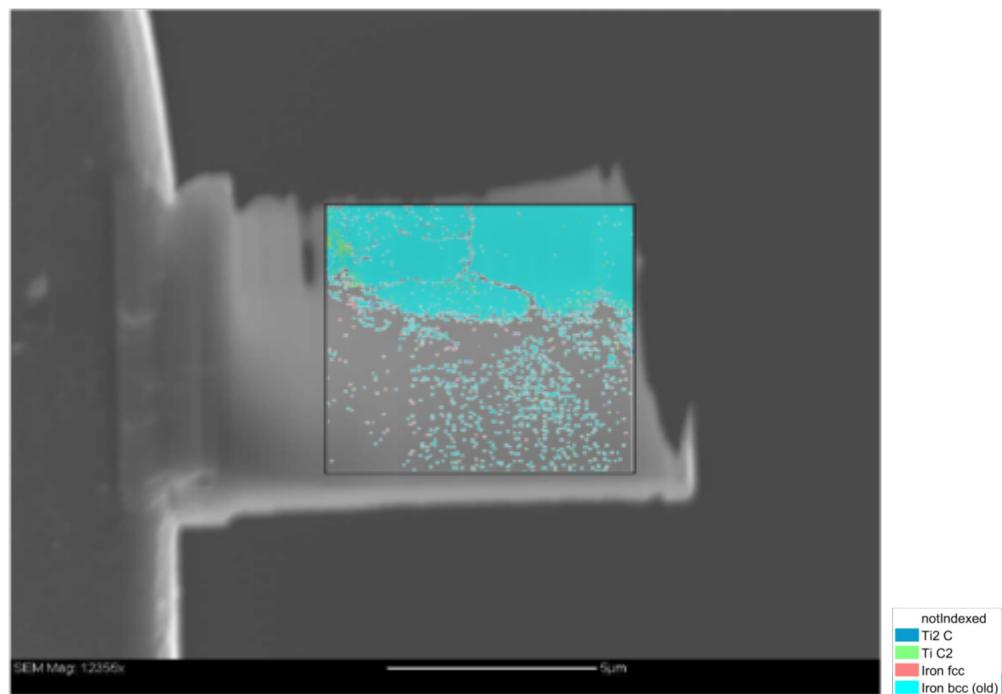
**Abbildung G.34:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31.



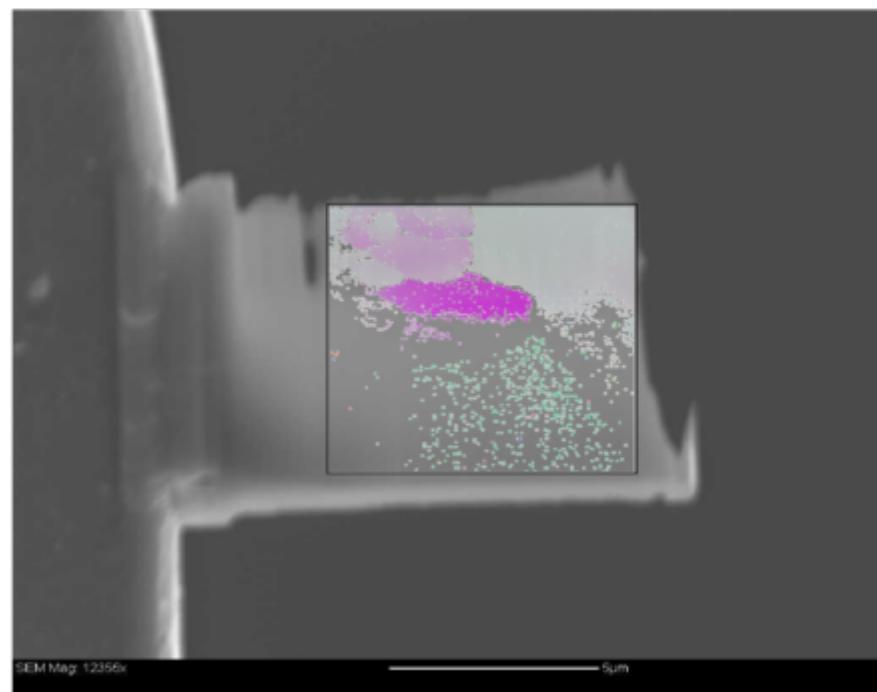
**Abbildung G.35:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31.

## G. t-EBSD-AUFAHMEN

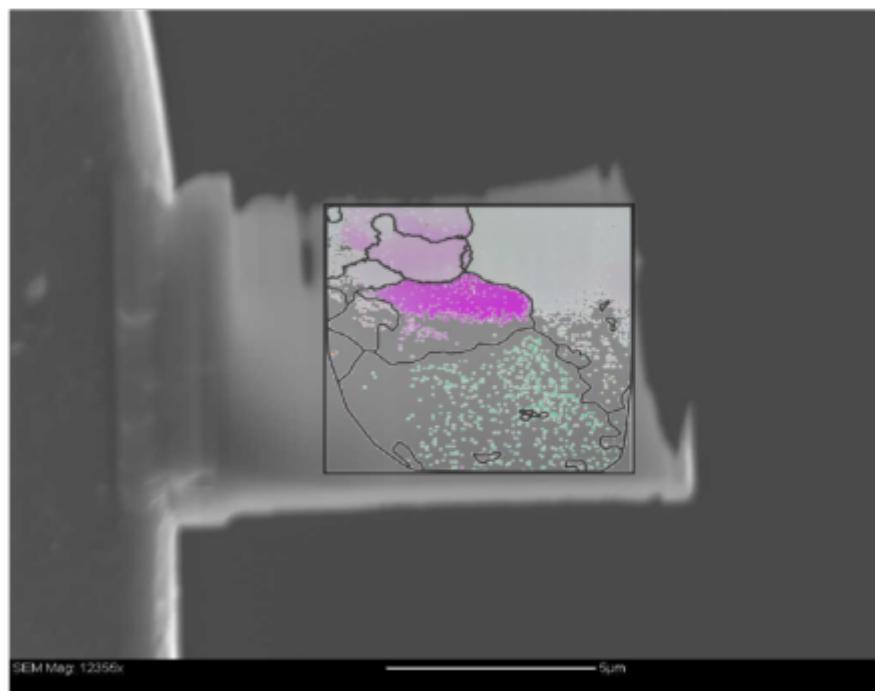
---



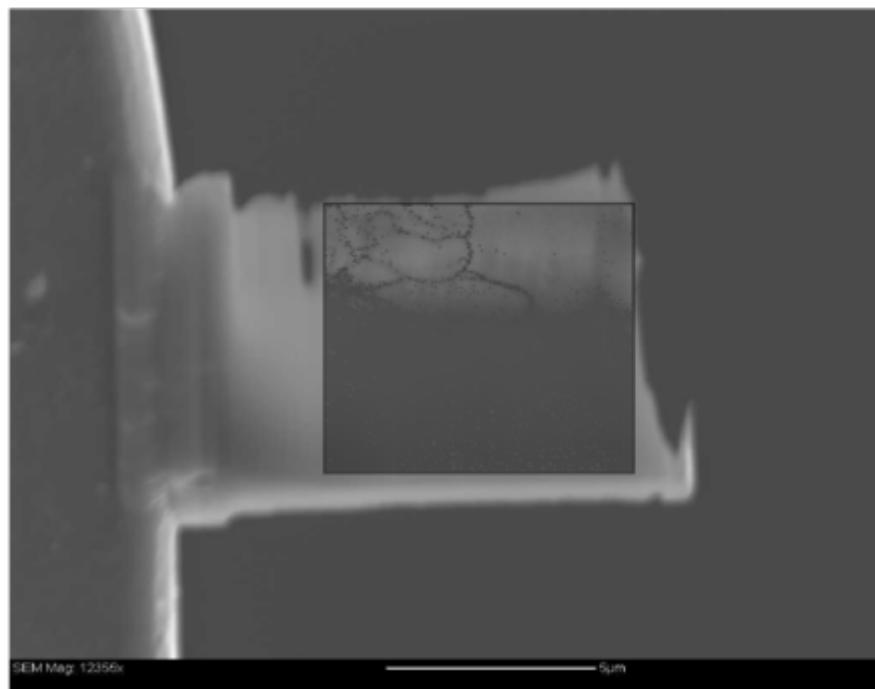
**Abbildung G.36:** Phase-map aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31.



**Abbildung G.37:** Orientation-map des Ferrits aus t-EBSD im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31.



**Abbildung G.38:** Rekonstruierte Ferrit-Körner aus t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31.



**Abbildung G.39:** IQ-map der t-EBSD Daten im Overlay zum SEM-Bild an der Lamelle von Probe L 31.

---

## **Eidesstattliche Erklärung**

nach §13(5) der Prüfungsordnung für den Master-Studiengang Materialwissenschaften an der Universität Göttingen:

Hiermit erkläre ich, dass ich diese Masterarbeit mit dem Titel „Hochauflösende Messmethoden zur Charakterisierung von Stahl im Rasterelektronenmikroskop“ selbstständig verfasst habe, keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe und alle Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus veröffentlichten Schriften entnommen wurden, als solche kenntlich gemacht habe.

Darüber hinaus erkläre ich, dass diese Abschlussarbeit nicht, auch nicht auszugsweise, im Rahmen einer nicht bestandenen Prüfung an dieser oder einer anderen Hochschule eingereicht wurde.

---

Göttingen, 26. Juli 2020

Ort, Datum

---

Paul Rübsamen-von Döhren

---

## **Danksagung**

An dieser Stelle möchte ich mich bei einigen Personen bedanken, die diese Arbeit unterstützt haben. Zuvorderst gilt mein Dank Herrn Dr. Helmut Klein, nicht nur für die Übernahme des Erstgutachtens dieser Arbeit, sondern vor allem für die letzten Jahre, in denen seine Unterstützung und Anregungen immer wieder meine Begeisterung für die Materialwissenschaft weiter angefacht haben. Auch die Bitte, aufgrund der Corona-Pandemie keine weiteren Messungen durchzuführen und anhand der bisherigen Ergebnisse diese Masterarbeit zu schreiben, rechne ich ihm hoch an.

Frau Dr. Christine Borchers möchte ich für die Übernahme des Zweitgutachtens und die hilfreichen Anmerkungen in den Gruppengesprächen danken. Herrn Dr. Marco Witte, von SZMF, gebührt Dank für die Unterstützung, sowohl in Form von Probenmaterial, als auch durch interessante Anregungen und das Teilen der eigenen Erfahrungen mit Transmissionsmessungen im SEM.

Auch den technischen Mitarbeitern am IMP möchte ich für die Unterstützung und die Einweisungen an den verschiedenen Geräten danken, dabei sei Herr Volker Radisch, für die Einweisungen am SEM und FIB und die Präparation meiner ersten Lamellen besonders hervorgehoben.

Weiter möchte ich mich bei Thomas Brede, Leonard Wentzky und Frau Dr. Heidrun Sowa für die Unterstützung, in Form von Anregungen bei Problemen mit Messungen, fachlicher Kompetenz und freundlichen Gesprächen, bedanken.