

## MI 2: Electron Backscattering and Kossel X-Ray Diffraction

Time: Monday 9:30–13:15

Location: BEY 81

**Invited Talk**

MI 2.1 Mon 9:30 BEY 81

**Diffraction techniques in the scanning electron microscope: making SEM a universal tool for microstructure research** — ●STEFAN ZAEFFERER — Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Max-Planck-Str. 1, D-40237 Düsseldorf

The scanning electron microscope (SEM) is a well-established instrument for surface observation and analysis of chemical composition of small volumes using x-ray spectroscopy. The application of diffraction methods in the SEM is, in contrast, by far not fully exploited. The basic principles of the three main diffraction techniques available in the SEM, namely electron backscatter diffraction (EBSD), electron channelling contrast imaging (ECCI), and Kossel x-ray diffraction will be shortly introduced. Subsequently the focus will be on the two electron diffraction techniques. Exciting new fields of applications are measurement of residual elastic stresses by pattern cross-correlation, quantitative description of dislocations using the Nye-tensor approach, 3-dimensional microstructure characterization based on automated serial sectioning and accurate and statistically meaningful texture measurements (all by EBSD) and observation of individual lattice defects as dislocations, stacking faults or nano-twins with high contrast and resolution by ECCI. The techniques will be discussed in terms of their possibilities and limits in particular with respect to the conventional TEM electron diffraction methods and x-ray diffraction (XRD) techniques. It will be shown that the techniques are about to become serious competitors of these methods for the investigation of crystalline materials.

MI 2.2 Mon 10:15 BEY 81

**Method for measuring local strains in polycrystals using EBSD or KOSSEL** — ●STEFAN WEGE, HORST WENDROCK, and JÜRGEN ECKERT — IFW Dresden, Institute for Complex Materials, Helmholtzstraße 20, D-01069 Dresden

Lattice parameters and orientation at any point of the surface of individual crystallites can be calculated from X-ray (KOSSEL technique) or electron backscatter diffraction patterns (EBSD). A method for high accurate determination (relative error  $5 \cdot 10^{-5}$  of all of the 6 lattice parameters of a crystallite from a single KOSSEL-Pattern was developed. The comparison of this precisely measured parameters with the well-known parameters of the unconstrained crystal without internal strain leads to the local strain and, subsequently to the residual stress of third order.

The detection of EBSD-pattern is much faster than for KOSSEL-pattern for a comparable signal to noise ratio. Furthermore, the local resolution is increased for electron diffraction method.

In this presentation we describe a new method to calculate orientation and strain of crystallites in polycrystals using EBSD-patterns. One reference crystal per sample is needed. The analysis is based on measuring points of the band edge by calculating profiles perpendicular to band edges. The method allows to calculate the full strain tensor (despite isotropic strain) and the orientation of the crystals. The method was applied to an arbitrary test sample with known strain. First result leads to the assumption that the accuracy of the method is around  $2.5 \cdot 10^{-4}$ . Further test of the method has to follow and an automatization of the creation and analysis of profiles is needed.

MI 2.3 Mon 10:30 BEY 81

**Automatische Erfassung und Vermessung kegelschnittförmiger Röntgenbeugungsreflexe unter Beachtung der Reflexfeinstruktur** — ●FRANK HENSCHEL and JÜRGEN BAUCH — TU Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaft, 01062 Dresden

Die vorgestellte Methodik ermöglicht durch die Implementierung weitestgehend automatischer Verfahren einen schnellen Zugang zu einer vielfältig auswertbaren Datenbasis vieler Röntgenbeugungsaufnahmen. Wesentlicher Bestandteil ist die automatische Erfassung kegelschnittförmiger Beugungsreflexe, dessen Prozess sich aus zwei Teilen zusammensetzt: der Detektion der gesuchten Bildobjekte sowie der anschließenden subpixelgenauen Modellierung der Reflexe (Reflexfeinstruktur). Zur ersten automatischen Detektion wird neben weiteren Methoden der Bildanalyse die 3D-Hough-Transformation verwendet, durch deren Mustererkennung zunächst ungenaue Objektparameter ermittelt werden können. In einem zweiten direkt anschließenden Schritt erfolgt die subpixelgenaue Modellierung der Reflexlinien. Hierfür wer-

den entlang der Reflexe eine hinreichend große Anzahl von Querprofilen ausgewertet und die derart ermittelten Punktdaten für eine Ausgleichsrechnung über die Kegelschnittparameter verwendet. Diese Ergebnisse, verbunden mit der beispielsweise dem Kossel-Verfahren behafteten Genauigkeit, sind gut geeignet für die Berechnung und Ausgabe von Präzisions-Dehnungstensoren, die unter Beachtung der elastischen Konstanten in Eigenspannungstensoren überführt werden können. Zusätzlich ergibt sich die Aussicht, Besonderheiten der Reflexfeinstruktur kristallographischen Ursachen zuzuordnen.

MI 2.4 Mon 10:45 BEY 81

**Crystal transformation processes studied via EBSD-illustrated for the case hematite/magnetite** — ●WOLFGANG WISNIEWSKI — Otto-Schott-Institut Jena

The phases hematite and magnetite were formed within the same crystal body during the crystallization of a glass with the composition  $16 \text{ Na}_2\text{O} * 10 \text{ CaO} * 49 \text{ SiO}_2 * 25 \text{ Fe}_2\text{O}_3$ . A strict orientation relationship between the phases is described in which the [111]-direction of two magnetite orientations is parallel to the [0001]-direction of the hematite phase. It is thus argued that hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) is the phase primarily crystallized and magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) is the result of a phase transformation after the primary crystal growth.

MI 2.5 Mon 11:00 BEY 81

**EBSD analysis of functional magnetic materials** — ●THOMAS GEORGE WOODCOCK, KONRAD GÜTH, NILS SCHEERBAUM, and OLIVER GUTFLEISCH — IFW Dresden, Institute for Metallic Materials, PO Box 270116, 01171 Dresden, Germany

Functional magnetic materials such as high performance permanent magnets and magnetic shape memory alloys have a broad spectrum of current and potential applications. These range from electric motors in hybrid cars to active damping systems for buildings in earthquake zones. The development of these materials requires the solution of a variety of materials problems. For example, the coercivity mechanism in Nd-Fe-B sintered magnets is known to depend strongly on the Nd-rich phases within the microstructure. EBSD has been used to identify the crystal structure of these phases and study their orientation and defect density. The magnetic remanence of Nd-Fe-B powders processed reactively using hydrogen (HDDR) is known to depend on the alignment of the  $\langle 001 \rangle$  axes of the grains. This texture is induced during processing and depends strongly on the processing parameters. EBSD has been used to study the texture in such materials, which have a grain size of  $\sim 300$  nm. The magnetic field induced strain in Ni-Mn-Ga based magnetic shape memory alloys is known to be derived from twin boundary motion. EBSD studies of Ni<sub>2</sub>MnGa fibres following magnetisation along two different directions allowed the position and density of such twin boundaries to be observed.

**15 min. break**

MI 2.6 Mon 11:30 BEY 81

**Analytische Untersuchungen mit EBSD, EDX und WDX von alternativen Energien** — ●FELIX REINAUER and MICHAELA SCHLEIFER — EDAX, Wiesbaden, Deutschland

Die Deckung des weltweit steigenden Energiebedarfs in Industrie und Haushalten stellt eine große Herausforderung dar. Photovoltaik, Thermoelektrika und Brennstoffzellen sowie die Speicherung der Energie beinhalten Prozesse, die zur Verbesserung der Ausbeute genau verstanden werden müssen. Die Elektronenrückstreuendiffraktometrie (EBSD) stellt eine Methode dar, Funktions- und Fehleranalyse in solchen Materialien zu betreiben. In Kombination mit energie- und wellenlängendispersiven Röntgenanalytik können Effekte genauestens untersucht werden.

MI 2.7 Mon 12:15 BEY 81

**Investigation of intermetallic phases in multi-component Al-Si** — ●ASTA RICHTER<sup>1</sup> and CHUN-LIANG CHEN<sup>2</sup> — <sup>1</sup>Technische Hochschule Wildau, Bahnhofstrasse 1, 15745 Wildau, Germany — <sup>2</sup>Department of Materials Science and Engineering, I-Shou University, Kaohsiung 840, Taiwan

Multicomponent Al-Si alloys are important for the engineering applications such as automotive pistons. The presence of additional elements

in the Al-Si alloy system allows many complex intermetallic phases to form, which are analysed by a combination of EBSD and EDX. The mechanical properties of different intermetallic phases have been investigated by using nanoindentation. In particular, the hardness and modulus of a number of phases have been established for a range of alloy compositions. In this study, the results show that both hardness and reduced modulus increase as the Ni ratio ( $Ni/(Ni+Cu)$ ) of the AlCuNi phases increases ( $Al_3Ni_2 > Al_7Cu_4Ni > Al_2Cu$ ). The elastic modulus can be correlated with the formation temperature of the intermetallic phases. The intermetallic phases with a high heat of formation have a tight binding between atoms, and therefore their elastic modulus should be higher. The Al<sub>9</sub>FeNi phase possesses a high E/H ratio and can encourage the formation of initiation sites of cracks and debonds.

MI 2.8 Mon 12:30 BEY 81

**EBSD-Untersuchungen zum Rekristallisationsverhalten von Zinnlegierungen** — ●CHRISTINA WEIPPERT, VILLAIN JÜRGEN, CORRADI ULRIKE und LUAN ZHANG — University of Applied Sciences Augsburg, Augsburg, Germany

Das Alterungsverhalten von Zinnlegierungen wird hauptsächlich durch Kriech- und Rekristallisationseffekte bestimmt. Mittels EBSD-Untersuchungen an SnAgCu-Lotlegierungen konnte der Schädigungsmechanismus der dynamischen Rekristallisation beschrieben werden. Durch Subkornbildung, Rekristallisation, Korndrehung, Koagulation von intermetallischen Phasen kommt es letztendlich zur Rißbildung. Ergänzend wurden Nanohärtemessungen durchgeführt um die Ände-

rung der mechanischen Eigenschaften bei der Rekristallisation zu verfolgen.

MI 2.9 Mon 12:45 BEY 81

**Neue Ansätze zur verbesserten EBSD-Analytik** — ●GERT NOLZE — Bruker Nano, Berlin, Deutschland

Mittlerweile sind moderne EBSD-Systeme in der Lage 900 EBSD patterns/s zu akquirieren und zu indizieren. Mit paralleler EDX-Spektren-Auswertung sind immer noch 740 Messpunkte/s realisierbar. Dank höherer Auflösung der Beugungsbilder lässt sich die Orientierungsgenauigkeit auf deutlich unter ein halbes Grad drücken, wobei die Messgeschwindigkeit mit 600 patterns/s nicht wesentlich geringer ausfällt.

Ausgefeilte Indizierungsstrategien erlauben zudem wiederholte Analysen (Re-Indexing) einer EBSD-Messung mit einer Geschwindigkeit von bis zu 50.000 Orientierungen/s. Die nachträgliche Implementation einer unerwarteten und somit während der Messung nicht berücksichtigten Phase ist somit lediglich eine Frage von wenigen Sekunden.

Zur gezielten Vorauswahl zu untersuchender Probenbereiche sind allerdings weitaus schnellere Hilfsmittel gefragt. Hierfür eignen sich insbesondere TV-fähige Mehrfachdetektor-Systeme, die durch getrennte Signalbearbeitung eine orientierungskodierte Farbdarstellung der REM-üblichen Graustufenbilder ermöglichen.

Gänzlich veränderte Ansätze zur Intensitätsbeschreibung der Beugungsbilder verbessern zudem die Zuverlässigkeit der Indizierung komplizierterer Phasen, ermöglichen aber auch erst eine seriöse Verifikation unbekannter Phasen oder können als Referenzbilder zur Spannungsanalyse eingesetzt werden.