

Universität des Saarlandes

Lehrstuhl für experimentelle Methodik der Werkstoffwissenschaften

Masterarbeit

**im Studiengang Materialwissenschaft
der naturwissenschaftlichen Fakultät**

**Untersuchung des Gleittransfermechanismus an
Korngrenzen in kfz-metallinen oligo- und
bikristallinen Proben mittels 2D- und 3D-HR-EBSD**

vorgelegt von

Jonas Friedrich Rauber
Matrikelnummer: 2539105

eingereicht am 27. Juni 2018

Erstprüfer:
PD Dr.-Ing. Michael Marx

Zweitprüfer:
Prof. Dr.-Ing. Frank Mücklich

Eidesstattliche Erklärung

Ich, Jonas Friedrich Rauber, geboren am 11. September 1992 in St. Wendel, erkläre hiermit an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit mit dem Titel

„Untersuchung des Gleittransfermechanismus an Korngrenzen in kfz-metallenen oligo- und bikristallinen Proben mittels 2D- und 3D-HR-EBSD “

selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe. Alle aus gedruckten und ungedruckten Quellen im Wortlaut oder im Wesentlichen übernommenen Formulierungen sind gemäß den Regeln wissenschaftlichen Arbeitens zitiert und entsprechende Quellenangaben aufgeführt. Ich versichere weiterhin, dass diese Arbeit noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt wurde und Inhalt der gedruckten wie digitalen Version identisch sind.

Ich bin mir über die möglichen rechtlichen Folgen einer falschen Erklärung im Klaren.

Saarbrücken, den 27. Juni 2018

(Datum)

(Unterschrift)

Die experimentellen Untersuchungen wurden am Lehrstuhl für experimentelle Methodik der Werkstoffwissenschaften durchgeführt, mit Ausnahme der 3D-EBSD-Tomographie, die am Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe durchgeführt wurde.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Bestimmung von Versetzungs- und Disclinationdichten	3
2.1	Bestimmung der Dichte der Versetzungen	4
2.2	Bestimmung der Dichte der Disclinations	9
3	Funktionsweise der HR-EBSD	11
3.1	Bestimmung des Verschiebungsgradienten aus Kikuchi-Pattern	11
3.2	Informationsverlust durch Projektion der Kristallverschiebung auf die Detektorfläche	13
3.3	Methodische Herausforderungen der HR-EBSD bei großen Relativrotationen der verglichenen EBSP	15
3.3.1	Abbildungsfehler durch Projektion	15
3.3.2	Verlust der Gültigkeit der Polarzerlegung	15
3.3.3	Angepasster Formalismus ohne geometrische Vereinfachung	16
3.4	Einflussfaktoren auf die Ergebnisqualität	17
4	Mechanismen des Gleittransfers an Korngrenzen	19
4.1	Gleittransfermodelle	19
4.2	Gängige Methoden zur Untersuchung des Gleittransfers	22
5	Experimentelle Vorgehensweise	26
5.1	2D-HR-EBSD	27
5.2	3D-HR-EBSD	28
5.2.1	3D-EBSD-Tomographie	29
5.2.2	HR-EBSD zur Bestimmung dreidimensionaler Orientierungsgradienten	29
5.3	Auswertung der Versetzungs- und Disclinationdichten	34
6	Validierung der Methode und Parameterwahl	41
6.1	Erreichbare Winkelgenauigkeit unter Verwendung von CrossCourt™ 3.2	41
6.2	Einfluss der Schrittweite der EBSD-Messung auf die ermittelte Disclinationdichte	45
6.3	Einfluss der Zahl der zur HR-EBSD verwendeten ROIs auf relevante Messgrößen	46
6.4	Implementierung eines auf Misorientierung basierenden Alignment-Algorithmus und Bewertung seiner Notwendigkeit im Rahmen dieser Arbeit	47

6.5	Einfluss der Beam-Shift-Korrektur auf die ermittelten Relativrotationen .	51
6.6	Gültigkeit des zur Bestimmung der Disclinationdichte verwandten Formalismus	51
7	Ergebnisse und Diskussion	53
7.1	Entwicklung der Disclinationdichte der Korngrenzen bei statischer Last .	53
7.2	Entwicklung der Disclination- und Versetzungsdichte der Korngrenze bei andauernder Ermüdung	53
7.3	3D-Rekonstruktion	59
7.4	Volumenverteilung des Nye-Tensors und Vergleich von HR- und Hough-Daten	60
7.5	Auftreten von Artefakten in der Misorientierung	63
7.6	Einfluss der gewählten Randbedingungen auf die ermittelte Versetzungsdichte	67
7.7	Fehlerquellen der 3D-HR-EBSD-Studie	74
7.8	Fehlerquellen der 2D-HR-EBSD-Studien	75
8	Zusammenfassung, Fazit und Ausblick	77
	Abbildungsverzeichnis	82
	Tabellenverzeichnis	84

Abkürzungsverzeichnis

AFM	atomic force microscope
CCD	charge coupled device
DIC	digital image correlation
EAM	embedded atom method
EBSD	electron back scatter diffraction
EBSP	electron back scatter pattern
FIB	focused ion beam
GND	geometrically necessary dislocations
HR	high resolution
IQ	image quality
KAM	kernel average misorientation
kfz	kubisch-flächenzentriert
MD	molecular dynamics
NaN	not a number
PC	pattern center
REM	Rasterelektronenmikroskop
ROI	region of interest
SSD	statistically stored dislocations
TEM	Transmissionselektronenmikroskop

Symbolverzeichnis

a	Belastungsachse einer makroskopischen Kraft
A	Gitterkonstante
α	Nye-Tensor
b	Burgersvektor einer Versetzung
B	resultierender Burgersvektor einer Versetzungsschar
b_R	Restburgersvektor
β	Disclination-Tensor
C	Steifigkeitstensor
d	Gleitrichtung auf einer Gleitebene
Δ, ∇	Disclination
E	Green-Lagrange-Verzerrungstensor
ε	linearisierter Dehnungstensor
ε^{el}	linearisierter, elastischer Dehnungstensor
ϵ_{ijk}	Komponente des Levi-Civita-Permutationstensors
F	Deformationsgradient
γ	Schertensor
H	Verschiebungsgradient
I	Identitätstensor
κ	Krümmungstensor bzw. Orientierungsgradient
l	Linienvektor eines Liniendefektes
m	Schmidfaktor
M	Flächenschwerpunkt eines Kornes in Schnitt
n	Normale einer Ebene
ω	Gitterrotationstensor
ω_F	Frankvektor einer Disclination
p	Ortsvektor eines Punktes im Kristall
P	Verlängerung eines Ortsvektors im Kristall auf den EBSD-Schirm
ϕ_1, Φ, ϕ_2	Eulerwinkel in Bunge-Konvention (z-x'-z'')
q	Quaternion
Q	Verschiebung auf dem Detektorschirm
q_m	Quaternion der mittleren Orientierung
R	Rotationsmatrix
ρ	Dichte von Versetzungen
s	Sicherheitsabstand beim Alignment
σ	räumlicher Cauchy-Spannungstensor

\boldsymbol{t}	Abstandsvektor zweier Disclinations
$\boldsymbol{\theta}$	Gitterrotationsvektor
\top, \perp	Stufenversetzung
\boldsymbol{u}	Verschiebungstensor
w	Suchfenstergröße beim Alignment
\boldsymbol{x}	Abstandsvektor zweier Messpunkte
x, y, z	Ortskoordinaten des Referenzsystems
$x'y'z'$	Ortskoordinaten eines zum Referenzsystem verdrehten Systems
x_{cc}, y_{cc}, z_{cc}	Ortskoordinaten des CrossCourt TM -Koordinatensystems
X, Y, Z	Obergrenzen der Ortskoordinaten des Referenzsystems

1 Einleitung

Die Untersuchung von Versetzungsstrukturen- und -mechanismen sowie das Verständnis dieser bilden die Grundlage zur Beschreibung und Verstehen der plastischen Deformation insbesondere von Metallen und bieten darüber hinaus die Möglichkeit tiefergehende Erkenntnisse über den Ablauf sowohl zyklischer Ermüdung wie auch Deformation unter statischer Last zu erlangen [1]. Dabei bestimmt die Wechselwirkung eines Risses mit Korngrenzen und somit die Wechselwirkung der Versetzungen der plastischen Zone vor der Rissspitze untereinander und mit der Korngrenze maßgeblich das Festigkeitsverhalten des Materials [2, 3]. Trotz vielfältiger Ansätze zur Modellierung dieses Vorganges [2, 4], beschränken sich die nur wenig zahlreichen, experimentellen Arbeiten auf die Untersuchung dünner Schichten im Transmissionselektronenmikroskop (TEM), da die realen Versetzungsstrukturen im Vollmaterial nicht zugänglich sind. Untersuchungen ebendieser an Rissspitzen wurden im Vollmaterial bislang hauptsächlich an Stadium-I Rissen durchgeführt [3, 5, 6], dabei stets unter der Annahme, dass die aktiven Versetzungstypen innerhalb der plastischen Zone allein anhand des Schmidfaktors der entsprechenden Gleitebenen, also der auf diesen wirkenden Schubspannung, bestimmt werden können. Zur Wechselwirkung der zahlreichen Versetzungen innerhalb dieser plastischen Zonen existieren bislang nur wenige Arbeiten [3, 6], wobei sich der Großteil der Betrachtung des Verhaltens einzelner Versetzungen widmet, etwa anhand der erwähnten TEM-Untersuchungen [7, 8] oder molekulardynamischer Simulationen [9, 10]. Letztere liefern Indizien für die kritische Rolle von Relaxationsprozessen der Korngrenze nach der Absorption bzw. Transmission von Versetzungen auf den Widerstand der Korngrenze gegen Gleittransfer bei andauernder plastischer Deformation [11].

Zielsetzung und Verfahrensweise der Arbeit: Mit dieser Arbeit sollte ein zu den etablierten Methoden alternativer Ansatz zur Untersuchung von Versetzungsprozessen auf Tauglichkeit überprüft werden. Dieser basiert auf der Berechnung des Nye- und Disclinationstensor anhand von mittels EBSD gewonnenen Orientierungsdaten, die mit der Methode der high resolution (HR) electron back scatter diffraction (EBSD) aufbereitet wurden. Es sollte untersucht werden, inwiefern der Disclinationstensor Aufschluss über das Relaxationsverhalten von Korngrenzen geben kann. Hierzu wurde dessen Entwicklung bei andauernder Deformation der Korngrenzen durch statische Lasten sowie durch von einem Ermüdungsriß ausgesandten Versetzungen beobachtet. Mittels 3D-EBSD-Tomographie wurde der vollständige Nye-Tensor eines Teilvolumens eines ermüdeten, bikristallinen Mikrobiegebalkens ermittelt und unter Verwendung verschiedener Randbedingungen nach den Dichten einzelner Versetzungstypen aufgelöst. Hierzu musste eine Methode zur HR-EBSD an dreidimensionalen Orientierungsdatensätzen entwickelt wer-

den, da herkömmliche Verfahren dazu nicht imstande sind. Ziel dieser letzten Teilstudie war vornehmlich die Überprüfung der durch diese Methode erzielten Resultate.

Aufbau der Arbeit: In Kapitel 2 soll die Bedeutung des Nye-Tensors sowie die Natur der Disclination, einem der besser bekannten Versetzung ähnlichem Liniendefekt, erläutert werden, und wie die Dichte beider Defekte anhand des Krümmungstensors bzw. Orientierungsgradienten ermittelt werden kann. In Kapitel 3 werden die Funktionsweise wie auch Stärken und Schwächen der verwendeten HR-EBSD dargelegt. In Kapitel 4 folgt ein Überblick über die grundlegenden Mechanismen des Gleittransfers und die gängigen Methoden zu dessen Untersuchung. In Kapitel 5 wird die den Experimenten zugrundeliegenden Überlegungen dargelegt. Es werden Ablauf und Vorgehensweise bei der der focused ion beam (FIB)-Tomographie, der anschließenden 3D-Rekonstruktion und HR-EBSD sowie des Ermüdungsexperiments und der abschließenden Auswertung der Experimente erläutert. In Kapitel 6 wird die Wahl einzelner Parameter während der Messung und Auswertung begründet und Abwägungen zur Validität der angewandten Verfahrensweise getroffen. In Kapitel 7 werden die Ergebnisse der abschließenden Auswertung präsentiert, diskutiert und Schlüsse über die allgemeine Validität der Methode getroffen.

2 Bestimmung von Versetzungs- und Disclinationdichten

Orientierungsmessungen ermöglichen die Bestimmung der Dichten linearer Kristalldefekte wie Versetzungen und Disclinations. Da es sich bei Disclinations um ein weniger bekanntes Konzept wie das der Versetzung handelt, soll dieses zunächst kurz erläutert werden, bevor auf die Dichtenbestimmung eingegangen wird. In Volterras Überlegungen zu linearen Defekten des mechanischen Kontinuums, die die Grundlage der modernen Versetzungstheorie bilden, wird nicht namentlich zwischen Versetzungen und Disclinations unterschieden. In beiden Fällen handelt es sich um Störungen der Ordnung eines Körpers entlang einer Defektlinie \mathbf{l} . Der Unterschied liegt in der Art dieser Störung, der bei Versetzungen als Verschiebung den Burgersvektors \mathbf{b} und bei Disclinations als Rotation um den Frankvektors $\boldsymbol{\omega}_F$, dessen Länge die Größe der Rotation beschreibt. Aus der Dreidimensionalität des Raums ergeben sich aus der Beziehung zwischen Linien- und Defektvektor drei Grenzfälle: einen in dem beide Vektoren parallel zueinander und zwei in denen sie senkrecht aufeinander stehen (vgl. Abbildung 2.1)[12]. Bei einer Betrachtung

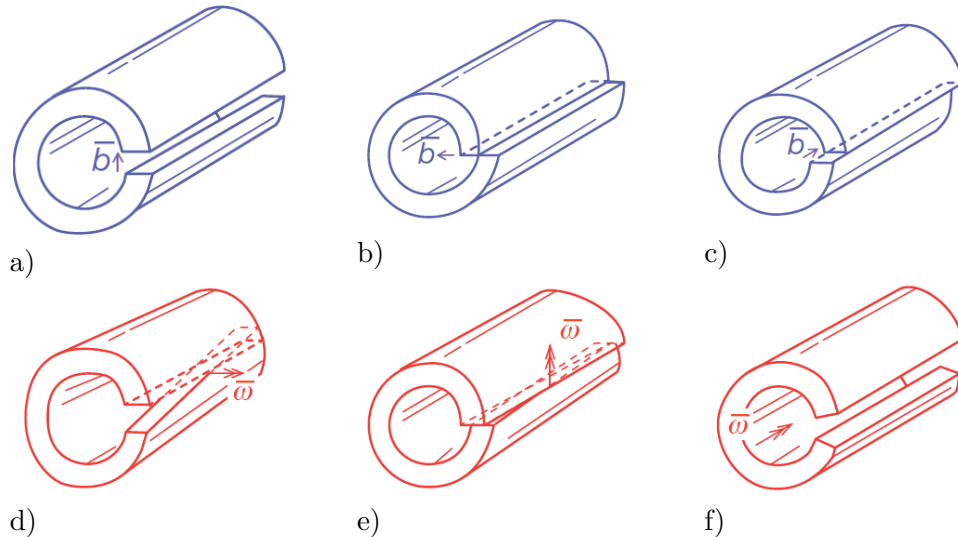


Abbildung 2.1: Versetzungen und Disclinations nach Cordier et al. [13]:

- a) und b) Stufenversetzungen mit $\mathbf{b} \perp \mathbf{l}$.
- c) Schraubenversetzung mit $\mathbf{b} \parallel \mathbf{l}$.
- d) und e) Twist-Disclination mit $\boldsymbol{\omega}_F \perp \mathbf{l}$.
- f) Wedge-Disclination mit $\boldsymbol{\omega}_F \parallel \mathbf{l}$.

tung des Kontinuums sind beliebige Burgers- und Linienvektoren denkbar, während das kristalline Gitter hingegen nur Burgersvektoren bestimmter Länge und Richtung und Linienvektoren innerhalb gegebener Gleitebenen zulässt. So existieren etwa im kubisch-

flächenzentrierten (kfz) Gitter zwölf mögliche Burgersvektoren auf eben so vielen Gleitsystemen, woraus sich insgesamt 18 diskrete Grenzfälle von Versetzungen ergeben. Für Disclinations hingegen existieren keine einzelnen diskreten Entsprechungen im Inneren eines Kristalls, da aus ihrer geometrischen Konsequenz zu starke Gitterverzerrungen hervorgehen. Sie können jedoch als Dipol auftreten, der in seiner Wirkung einer Versetzung mit Burgersvektor $\mathbf{b} = \mathbf{t} \times \boldsymbol{\omega}_F$ gleich kommt, wobei \mathbf{t} der Abstandsvektor beider Disclinations ist [14]. Da im Kristall wie zuvor beschrieben nur bestimmte Burgersvektoren zulässig sind, sind Versetzungen und Disclinationdipole im Kristallinneren identisch. Einzelne Disclinations ergeben sich vielmehr als mesoskopische Konsequenz der von Versetzungen erzeugten Defektstrukturen, weshalb Disclinations und Versetzungsstrukturen ineinander übertragbar sind. Dies wird beispielsweise zur Beschreibung von Großwinkelkorngrenzen ausgenutzt, da deren Modellierung durch Versetzungsanordnung, aufgrund unrealistisch hoher, resultierender Versetzungsdichten physikalisch wenig sinnvoll ist [12]. Des Weiteren formieren sich Disclinations, wie in Abbildung 2.2 a) schematisch dargestellt, etwa an den Rändern von Scherbändern, wo diese auf Korngrenzen treffen bzw. über diese hinweg gehen oder resultieren aus dem Rotationsfeld entlang der Linien von Korngrenztripelpunkten.

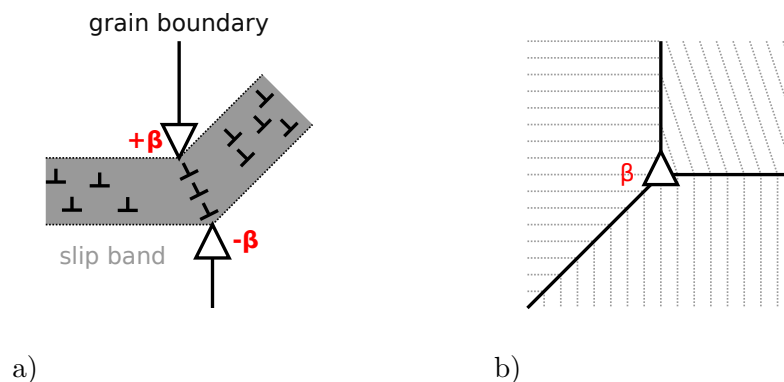
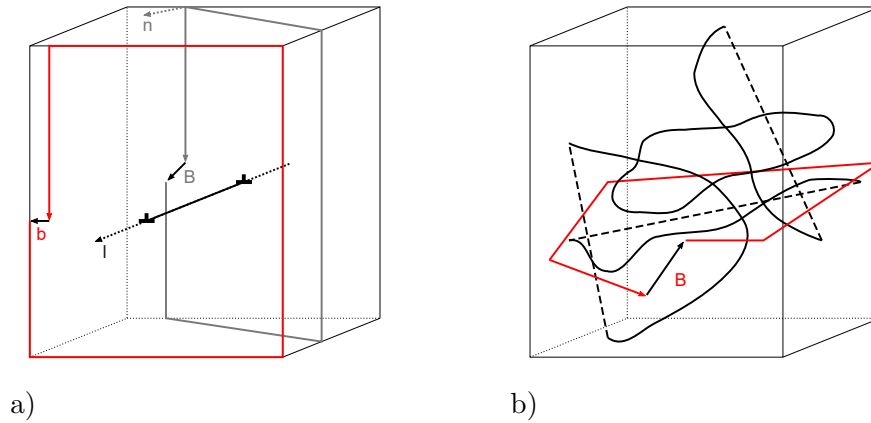


Abbildung 2.2: Formation von Disclinations nach Gutkin [15]:

- a) an den Rändern von Gleitbändern
- b) an Korngrenztripelpunkten

2.1 Bestimmung der Dichte der Versetzungen

Charakterisiert werden Versetzungen gemeinhin über ihren Burgersvektor und dessen Richtungsbeziehung zu ihrem Linienvektor. Der Burgersvektor ergibt sich aus dem Burgersumlauf um die Versetzung herum, wobei dieser so gewählt wird, dass die Normale der von ihm umlaufenen Fläche parallel zum Linienvektor steht (Abbildung 2.3 a)). Bei bekannter Lage der Versetzung in einem betrachteten Volumenelement kann daraus ihre geometrische Konsequenz, also die resultierende Deformation, für dieses abgeleitet werden. Für einen beliebigen Burgersumlauf um eine geradlinige Versetzung, der eine Fläche



Abbildungung 2.3: a) Geradlinige Versetzung mit Burgersvektor \mathbf{b} und Linienvektor \mathbf{l} . In rot ist der klassische Burgersumlauf um eine Ebene senkrecht zu \mathbf{l} dargestellt, in grau ein Burgersumlauf um eine beliebige Ebene mit der Normalen \mathbf{n} . Aus diesem resultiert ein Burgersvektor $\mathbf{b}' \neq \mathbf{b}$ [16].
 b) beliebiger Burgersumlauf um ein Netzwerk aus Versetzungen. Nur die durch Striche gekennzeichneten Verbindungsgeraden der Ein- und Austrittspunkte der Versetzungen bestimmen den Beitrag einer Versetzung zum effektiven Burgersvektor \mathbf{B} [17].

mit der Einheitsnormalen \mathbf{n} einschließt, errechnet sich der ermittelte Burgersvektor \mathbf{b}' nach Nye [16] aus

$$b_i = \alpha_{ij} n_j. \quad (2.1)$$

Der Tensor zweiter Stufe α , auch Nye-Tensor genannt, stellt hierbei eine Abbildungsfunktion dar und ist eine intrinsische Eigenschaft des betrachteten Volumenelements. Derselbe Formalismus ist anwendbar auf ein Volumen in dem mehrere Versetzungen oder gar Netzwerk von Versetzungen enthalten sind. Hierbei wird anstelle des Burgersvektors \mathbf{b} bzw. \mathbf{b}' einer Einzelversetzung der effektive Burgersvektor aller enthaltenen Versetzungen \mathbf{B} bestimmt (Abbildung 2.3 b)).

$$B_i = \alpha_{ij} n_j \quad (2.2)$$

Im betrachteten Volumen seien x Versetzungen mit dem gleichen Linienvektor \mathbf{l} und Burgersvektor \mathbf{b} enthalten. Der Anteil des Linienvektors, der parallel zur Normalen \mathbf{n} der umlaufenen Fläche steht, diese also senkrecht durchstößt, ist $\mathbf{l} \cdot \mathbf{n}$. Der Anteil des Burgersvektors einer einzelnen Versetzung am effektiven Burgersvektor \mathbf{B} des Umlaufs beträgt demnach $\mathbf{b}(\mathbf{l} \cdot \mathbf{n})$. \mathbf{B} ist nach Nye [16] somit gegeben als

$$B_i = x b_i (l_j \cdot n_j) \quad (2.3)$$

beziehungsweise für den Fall von T verschiedenen Arten von Versetzungen additiv zusammengesetzt als

$$B_i = \sum_{t=1}^T x_t b_i^t (l_j^t \cdot n_j^t) \quad (2.4)$$

Bezogen auf das betrachtete Volumenelement entspricht die Anzahl x_t der Versetzungen vom Typ t der Versetzungsdichte ρ_t . Somit lässt sich Gleichung 2.1 auf die von Pantleon [18] verwendete Form bringen

$$\alpha_{ij} = \sum_{t=1}^T \rho^t b_i^t l_j^t \quad (2.5)$$

womit deutlich wird, dass der Nye-Tensor direkt aus der Dichte der Versetzungen resultiert. Jede Komponente α_{ij} kann zudem als Dichte der aus realen Versetzungen resultierenden kontinuumsmechanischen Versetzung mit Burgersvektor in Richtung i und Linienelement in Richtung j im Sinne Volterras gedeutet werden (vgl. Abbildung 2.1). Es handelt sich dabei jedoch nicht um die Dichte jeglicher im Volumen enthaltener Versetzungen, sondern nur um die derer, die einen Beitrag zu B leisten. Diese werden als geometrisch notwendige Versetzungen (GND = geometrically necessary dislocations) bezeichnet, da ihre Präsenz einen direkten Beitrag zur plastischen Deformation des Körpers liefert. Zwei ansonsten identische Versetzungen mit umgekehrten Vorzeichen innerhalb des selben Volumenelementes können daher keine GNDs sein, da sie ihre geometrische Konsequenz für das betrachtete Volumen gegenseitig aufheben. Solche Versetzungen werden als statistische Versetzungen (SSD = statistically stored dislocations) bezeichnet und fallen typischerweise etwa durch Versetzungsschneiden beim Deformationsprozess an. Wie von Arsenlis gezeigt ist nur der Verbindungsvektor zwischen Eintritts- und Austrittspunkt einer Versetzung, nicht jedoch der genau Verlauf der Versetzungslinie innerhalb des Volumens für deren geometrische Konsequenz von Bedeutung, da sich die zum Verbindungsvektor normalen Anteile aller Inkremente des Linienvektors entlang der Versetzungslinie gegenseitig aufheben. Abweichungen vom Verbindungsvektor und vollständig im Volumen enthaltene Versetzungsringe zählen also zu den SSDs. Die Darstellung des Nye-Tensors in Gleichung 2.5 ist somit unabhängig von der Komplexität der Versetzungsstrukturen im betrachteten Volumen gültig und muss nicht durch eine aufwändigere integrale Schreibweise ersetzt werden, weil diese mit ihr äquivalent wäre [17]. Der Sachverhalt der geometrischen Notwendigkeit verdeutlicht des Weiteren, dass der Nye-Tensor eine intrinsische Eigenschaft des Volumenelementes ist, das er beschreibt, und damit direkt von diesem abhängig ist. Je nach Größe und Position des Volumenelementes sind nämlich Versetzungsringe angeschnitten und damit GNDs oder vollständig inkorporiert und damit SSDs. Da α sich also aus den Versetzungsdichten errechnet, die zu einer Deformation des Volumenelementes führen, muss er auch in direkter Beziehung zu dieser Deformation stehen. Diese wurde von Nye erkannt und später von Kröner

durch den Ausdruck

$$\alpha_{ik} = \epsilon_{klj} u_{ij,l} \quad (2.6)$$

präzisiert, der den Nye-Tensor mit der Verschiebung \mathbf{u} zwischen deformiertem und undeformiertem Zustand verknüpft. Für den Fall kleiner Deformationen kann der Gradient der Verschiebung durch eine Polarzerlegung additiv in den Dehnungstensor $\boldsymbol{\epsilon}$ und den Rotationstensor $\boldsymbol{\omega}$ zerlegt werden, worauf an späterer Stelle genauer eingegangen wird. Der Dehnungstensor lässt sich zudem virtuell in einen reinelastischen Dehnungstensor $\boldsymbol{\epsilon}^{el}$ und einen plastischen Schertensor $\boldsymbol{\gamma}^{pl}$ zerlegen, sodass der Verschiebungsgradienten nach Arsenlis und Parks wie folgt darstellen lässt [17].

$$u_{i,k} = \gamma_{ik}^{pl} + \omega_{ik} + \epsilon_{ik}^{el} \quad (2.7)$$

Da jede Versetzung Träger einer plastischen Scherung ist, ist die geometrische Konsequenz aller GNDs eine Überlagerung all ihrer Scherungen zu einem komplexen Zustand, ausgedrückt durch den plastischen Schertensor. Dieser steht über den Rotationsoperator durch den Ausdruck

$$\epsilon_{pjk} \gamma_{ik,j}^{pl} = \alpha_{ip} \quad (2.8)$$

$$(2.9)$$

in direkter Beziehung zum Nye-Tensor [17]. Durch Anwenden des Rotationsoperators auf Gleichung 2.7 kann der Verschiebungsgradient eliminiert werden, da dieser gemäß dem Gleichgewichtskriterium zur Gewährleistung des materiellen Zusammenhalts rotationsfrei sein muss [19].

$$\epsilon_{pjk} u_{i,kj} = \epsilon_{pjk} \gamma_{ik,j}^{pl} + \epsilon_{pkj} \omega_{ik,j} + \epsilon_{pjk} \epsilon_{ik,j}^{el} = 0 \quad (2.10)$$

Wie bereits von Nye bemerkt und wiederum von Kröner präzisiert kann die lokale Orientierung eines Punktes im Festkörper mit der Gitterorientierung des Kristalls gleichgesetzt werden, sodass $\boldsymbol{\omega}$ über Gleichung 2.11 direkt mit dem Gitterrotationsvektor $\boldsymbol{\theta}$ verknüpft ist [19].

$$\omega_{ik} = \epsilon_{ilk}^{el} \theta_l \quad (2.11)$$

Einsetzen der Gleichungen 2.8 und 2.11 liefert nach Umformen den Ausdruck

$$\kappa_{pi} = \alpha_{ip} - \frac{1}{2} \delta_{pi} \alpha_{kk} + \epsilon_{pjk} \epsilon_{ik,j}^{el} \quad (2.12)$$

wobei $\kappa_{pi} = \theta_{p,i}$ einer Komponente des Orientierungsgradienten oder Krümmungstensors $\boldsymbol{\kappa} = \frac{d\boldsymbol{\theta}}{dx}$ entspricht. Pantleon konnte auf diese Weise zeigen, dass in Abwesenheit elastischer Dehnungsgradienten, also im Fall von $\epsilon_{pjk} \epsilon_{ik,j}^{el} = 0$, sich die Komponenten

des Nye-Tensors als

$$\alpha = \text{rot}(\boldsymbol{\theta}) = \begin{pmatrix} -\kappa_{22} - \kappa_{33} & \kappa_{21} & \kappa_{31} \\ \kappa_{12} & -\kappa_{11} - \kappa_{33} & \kappa_{32} \\ \kappa_{13} & \kappa_{23} & -\kappa_{11} - \kappa_{22} \end{pmatrix} \quad (2.13)$$

direkt aus dem Krümmungstensor des Gitters ergeben und dieser durch den in Gleichung 2.14 gezeigten Formalismus direkt aus diskreten Orientierungsmessungen durch EBSD ermittelt werden kann [18].

$$\kappa_{kl} = \theta_{k,l} \approx \frac{\Delta\theta_k}{\Delta x_l} \quad (2.14)$$

Die Schrittweite Δx bestimmt die Größe des Volumenelementes, für das α ermittelt wird. Hierbei ist zu beachten, dass zwar der Nye-Tensor grundsätzlich und vollständig kompatibel mit der klassischen Kontinuumsmechanik ist und etwa durch Verknüpfung der Gleichungen 2.10 und 2.8 korrekt darstellbar ist, jedoch nicht die mittels EBSD ermittelten Rotationen und daraus abgeleiteten Größen. Durch EBSD können nur solche Rotationen ermittelt werden, die eine Änderung des Gitters bewirken, weshalb die Methode für bestimmte Deformationen des Festkörpers nicht sensitiv ist. Hierzu zählen etwa Abgleitungen des Körpers auf einer Gleitebene, die durch das Relaxieren von Versetzungen an der Oberfläche des Körpers entstehen, nachdem sie diesen durchlaufen haben, wie in den Abbildungen 2.4 a) und b) dargestellt. Der Festkörper erfährt hierdurch eine Scherung und eine Rotation. Diese Rotation äußert sich im Gitter und damit in den EBSD-Daten nur solange sich die zugehörige Versetzung innerhalb des Volumens des Festkörpers aufhält und somit Teil eines betrachteten Volumenelementes sein kann. Erreicht die Versetzung die Oberfläche, verbleibt das Gitter, jedoch nicht der Festkörper, ungestört. Im Kontext von EBSD-Messungen ist zur Verdeutlichung, dass eine Betrachtung des Gitters und nicht des Festkörpers der klassischen Kontinuumsmechanik vorliegt, ϵ bzw. ϵ^{el} fortan als Gitterdehnungstensor bzw. elastischer Gitterdehnungstensor, γ^{pl} als plastischer Gitterschertensor und ω als Gitterrotationstensor zu bezeichnen. Desweiteren ist zu beachten, dass diese Messungen in der Regel nur in zwei Dimensionen erfolgen und somit partielle Ableitungen nach x_3 nicht gebildet werden können. In diesem Fall sind die Komponenten α_{11} , α_{22} , α_{31} und α_{32} nicht bestimmbar. Durch die Wahl geeigneter Randbedingungen kann mit dem so ermittelten Nye-Tensor aus Gleichung 2.5 ein lineares Gleichungssystem erzeugt werden, dass nach Auflösen die Versetzungsdichten einzelner Versetzungstypen liefert. Da der Nye-Tensor jedoch nur aus neun Komponenten besteht, im kfz-Gitter jedoch 18 verschiedene Versetzungstypen vorkommen, liegt hier ein grundsätzlich unterbestimmtes Problem vor. Die Wahl zusätzlicher Randbedingungen kann somit maßgeblich das Resultat beeinflussen.



a)

b)

Abbildung 2.4: a) Durch EBSD nachweisbare Verzerrung des Gitters durch Anwesenheit von Versetzungen im Inneren des Körpers.

b) Nach Relaxation der Versetzungen an der gegenüberliegenden Seite des Körpers. Das Gitter zeigt im Gegensatz zum Festkörper keine Verzerrungen.

2.2 Bestimmung der Dichte der Disclinations

Der zweite Teil von Gleichung 2.13 kann dahingehend interpretiert werden, dass sich im Gitter vorhandene Versetzungen als Unstetigkeiten der Gitterrotation äußern. Beausirs Überlegungen [20] zufolge äußert sich die Anwesenheit von Disclinations dagegen als Unstetigkeit der Gitterkrümmung und ist somit mit einem Verlust der Integrierbarkeit von κ verbunden, sodass bei Anwenden des Rotationsoperators ein inkompatibler Rest verbleibt.

$$0 \neq \text{rot}(\kappa) = \beta \quad (2.15)$$

Hierdurch ist der Disclinationdichtetensor β definiert. Ähnlich dem Nye-Tensor entsprechen dessen Komponenten β_{ij} der Größe einer resultierenden Disclination mit Frankvektor in Richtung i und Linienelement in Richtung j . Mit einem zu Pantleon analogen Verfahren zeigt Beausir, die experimentelle Bestimmbarkeit des Disclinationdichtetensors anhand diskreter EBSD-Orientierungsdaten. Dabei wird erneut auf die Näherung in Gleichung 2.14 zurückgegriffen bzw. die Bestimmung der Ortsableitung der Krümmung angewandt [20].

$$\kappa_{kl,m} \approx \frac{\Delta \kappa_{kl}}{\Delta x_m} \quad (2.16)$$

Da zur Bestimmung von β jedoch eine weitere Ableitung und Permutation der Orientierungsdaten notwendig ist, können anhand zweidimensionaler Orientierungsmessungen aufgrund des Fehlens der x_3 -Komponente nur drei der Komponenten, β_{13} , β_{23} und β_{33} , bestimmt werden. Darüber hinaus kritisiert Leff die Verwendung der eben genannten Näherungen, da die Anwendbarkeit von Gleichung 2.14 voraussetzt, dass κ stetig ist. Ist dies der Fall, so ist die Rotation von κ jedoch stets Null. Eine mit der von Beausir be-

schriebenen Methode ermittelte Disclinationdichte beinhaltet folglich immer einen Fehler aufgrund der Anwendung einer ungültigen Vereinfachung [21]. Unter gewissen Voraussetzungen ist der Formalismus für qualitative Abschätzungen und Vergleiche dennoch anwendbar, wie an späterer Stelle in Abschnitt 6 erläutert.

3 Funktionsweise der HR-EBSD

Das Verfahren der high resolution electron backscatter diffraction (HR-EBSD) verwendet digitale Bildkorrelation (DIC = digital image correlation) zur Bestimmung der Verschiebung einzelner Bildbereiche zweier electron back scatter pattern (EBSP) zueinander. Aus diesen Verschiebungen und der Lage der Messpunkte, von denen die EBSP stammen, kann der Verschiebungsgradient zwischen beiden Punkten ermittelt werden, aus dem wiederum der linearisierte Gitterdehnungstensor ε und der Gitterrotationstensor ω errechnet werden. Hierbei wird eine um bis zum Faktor 100 höhere Winkelauflösung als mit herkömmlichen EBSD-Messungen erreicht [22]. Im Folgenden werden Grundlagen und Probleme dieser Methode dargelegt.

3.1 Bestimmung des Verschiebungsgradienten aus Kikuchi-Pattern

Der Deformationszustand eines Körpers lässt sich durch den Deformationsgradienten \mathbf{F} bzw. den Verschiebungsgradienten \mathbf{H} beschreiben. Dieser stellt eine ortsabhängige, lineare Abbildung der in Gleichung 3.2 dargestellten Form des undeformierten auf den deformierten Körper dar.

$$\mathbf{F} = \mathbf{H} + \mathbf{I} = \text{grad}(\mathbf{u}) + \mathbf{I} \quad (3.1)$$

$$\mathbf{p}' = \mathbf{F}\mathbf{p} \quad (3.2)$$

Betrachtet wird nun die Deformation eines kubischen Gitters. Die Verschiebung \mathbf{u} ist der Verbindungsvektor zwischen den Positionen eines Punktes vor (\mathbf{p}) und nach (\mathbf{p}') einer Deformation. Beim EBSD wird das dreidimensionale Kristallgitter auf eine zweidimensionale Kugelfläche projiziert. Jeder Punkt im Kristall entspricht dabei einem Punkt auf der Kugelfläche. Dadurch sind die Richtungen der Ortsvektoren beider Punkte experimentell zugänglich. Im Experiment wird das EBSP über einen planaren Detektorschirm erfasst. Die Richtungsvektoren der Punkte \mathbf{p} und \mathbf{p}' treffen dort in den Punkten \mathbf{P} und \mathbf{P}'' auf. Wird an zwei unterschiedlichen Punkten der Probe gemessen, kann die Verschiebung \mathbf{Q} eines Bildpunktes \mathbf{P} im EBSP des einem Messpunktes zu dem ihm zugehörigen Bildpunkt \mathbf{P}'' im EBSP des anderen Messpunktes gemäß Gleichung 3.3 bestimmt werden.

$$\mathbf{Q} = (\mathbf{F} - \mathbf{I})\mathbf{P} = \mathbf{P}'' - \mathbf{P} \quad (3.3)$$

Hieraus ergibt sich dann durch Lösen eines linearen Gleichungssystems der Verschiebungsgradient \mathbf{F} , der die Form des Körpers an einem der Messpunkte auf die am anderen Messpunkt abbildet. Damit das System vollständig bestimmt ist muss die Verschiebung

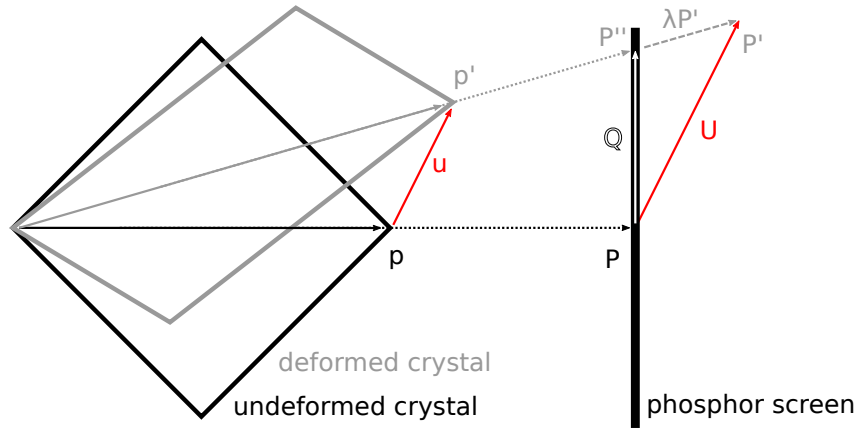


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der Verschiebung u eines Punktes p zu einem Punkt p' im Kristall, deren Verlängerungen P, P' sowie U und der aus der Projektion resultierenden messbaren Verschiebung Q auf dem Detektorschirm. Abbildung nach Britton et al. und Villert et al.[23–25].

mehrerer verschiedener Punkte P bekannt sein. Da ein beliebiges P nicht zwangsläufig einem prominenten, eindeutig bestimmbar Bilddetail entspricht, ist es nicht ohne weiteres möglich das zugehörige P'' im EBSP des anderen Messpunktes zu definieren. Stattdessen wird in jedem EBSP an gleicher Stelle ein Bildbereich definiert (ROI = region of interest) und dessen Verschiebung Q zwischen beiden EBSP direkt mittels digitaler Bildkorrelation bestimmt. Es kann dann angenommen werden, dass diese Verschiebung der ROIs der Verschiebung ihrer Mittelpunkte entspricht. Einer dieser Mittelpunkte kann dann als P definiert werden. Zu seiner exakten Bestimmung muss neben der Position auf dem Detektorschirm sein Ursprung auf der Probe (pattern center) bekannt sein. Mehrere ROIs ermöglichen damit die Berechnung eines Deformationsgradienten. Der linearisierte, symmetrische Gitterdehnungstensor ϵ und der schiefsymmetrische Gitterrotationstensor ω können somit im Falle kleiner Deformation direkt durch eine Polarzerlegung aus \mathbf{F} errechnet werden.

$$\mathbf{F} = \epsilon + \omega + \mathbf{I} \quad (3.4)$$

$$\epsilon = \frac{1}{2}(\mathbf{F} + \mathbf{F}^T) - \mathbf{I}$$

$$\omega = \frac{1}{2}(\mathbf{F} - \mathbf{F}^T)$$

Für den so abgeleiteten Deformationsgradienten gelten die selben Einschränkungen wie schon in Abschnitt 2 erläutert, da mit EBSD nur Veränderungen des Gitters erfasst werden. Der Deformationsgradient und alle abgeleiteten Größen beziehen sich daher ebenfalls auf das Gitter und nicht den gesamten Festkörper.

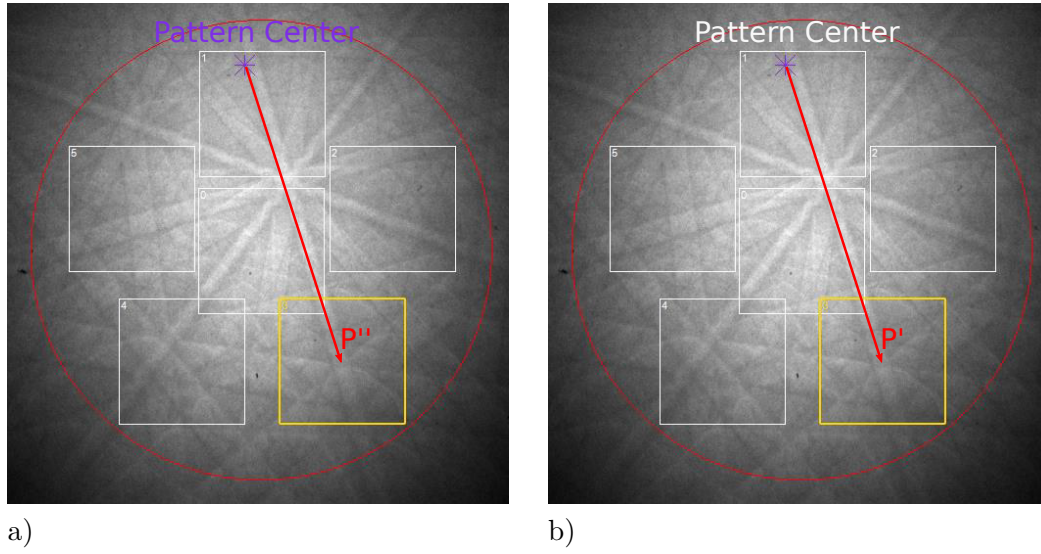


Abbildung 3.2: EBSDP eines Messpunktes b) und Referenzmesspunktes a) in Cross-Court™ mit je sechs ROIs. Eingezeichnet sind die planaren Projektionen des pattern centers in violett und der Ortsvektoren der Punkte P und P' in rot.

3.2 Informationsverlust durch Projektion der Kristallverschiebung auf die Detektorfläche

Da es sich bei \mathbf{H} bzw. \mathbf{F} um lineare Abbildungen handelt, ist für deren Gültigkeit unerheblich, ob man direkt die Ortsvektoren beider Punkte oder deren Verlängerung betrachtet, solange sich das Längenverhältnis der betrachteten Vektoren zueinander nicht ändert. Genau dieses Problem tritt jedoch wie in Abbildung 3.1 dargestellt bei der Abbildung des Gitters mittels EBSD auf, da nur die Richtungen von Gittervektoren bei der Projektion erhalten bleiben, jedoch nicht ihre Länge im Realraum. Zugänglich sind nur die Vektoren P , P'' bzw. die dazugehörige Verschiebung Q . Der aus Q errechnete Deformationsgradient entspricht jedoch nicht dem des Gitters, denn

$$\frac{|p|}{|p'|} = \frac{|P|}{|P'|} \neq \frac{|P|}{|P''|}. \quad (3.5)$$

Die Beziehung zwischen P' und P'' ist gegeben als $P' = P'' + \lambda P'$, wobei die Unbekannte λ jedoch nicht bestimmt werden kann. Benötigt wird daher eine Beziehung zwischen P , der messbaren Verschiebung Q und dem korrekten Deformationsgradienten \mathbf{F} aus Gleichung 3.2. Eine solche Beziehung ergibt sich aus Gleichung 3.3.

$$\begin{aligned} Q &= P'' - P \\ &= \mathbf{F}P - \lambda P' - P \end{aligned} \quad (3.6)$$

Im Fall sehr kleiner Rotationen ist der Richtungsunterschied zwischen P und P' vernachlässigbar, sodass näherungsweise gilt $\lambda P = \lambda P'$.

$$Q = \mathbf{F}P - \lambda P - P \quad (3.7)$$

$$= (\mathbf{F} - \lambda \mathbf{I} - \mathbf{I})P \quad (3.8)$$

$$= (\mathbf{H} - \lambda \mathbf{I})P$$

Komponentenweises Ausmultiplizieren liefert drei Gleichungen [22, 26]:

$$Q_1 = (H_{11} + \lambda)P_1 + H_{12}P_2 + H_{13}P_3 \quad (3.9)$$

$$Q_2 = H_{21}P_1 + (H_{22} + \lambda)P_2 + H_{23}P_3 \quad (3.10)$$

$$Q_3 = H_{31}P_1 + H_{32}P_2 + (H_{33} + \lambda)P_3 \quad (3.11)$$

Da alle Verschiebungen Q im Referenzsystem des planen Detektorschirms gemessen werden, sind ihre Komponenten Q_3 stets Null. Durch Erweitern und Subtrahieren der Gleichung 3.11 von den Gleichungen 3.9 und 3.10 kann die Unbekannte λ eliminiert werden.

$$Q_1 = (H_{11} - H_{33})P_1 + H_{12}P_2 + H_{13}P_3 - H_{31}\frac{P_1^2}{P_3} - H_{32}\frac{P_2P_1}{P_3} \quad (3.12)$$

$$Q_2 = (H_{22} - H_{33})P_2 + H_{21}P_1 + H_{23}P_3 - H_{31}\frac{P_1P_2}{P_3} - H_{32}\frac{P_2^2}{P_3} \quad (3.13)$$

Die Bestimmung der Verschiebung des Punktes P'' bzw. P liefert also zwei Gleichungen mit insgesamt acht Unbekannten. Mit mindestens vier unterschiedlichen, untersuchten Punkten P , also vier ROIs, kann somit ein vollständig bestimmtes Gleichungssystem aufgestellt werden, um so 8 der Komponenten des Verschiebungsgradienten zu bestimmen. Dessen Haupteinträge sind aber nur als Differenzen zugänglich, sodass zwar ω , nicht jedoch ε bestimmt werden kann [26]. Dies rührt daher, dass hydrostatische Dehnungen des Gitters keine Verschiebungen im EBSD erzeugen, da p und p' im Kristall kollinear sind. Ihre Längendifferenz ist in der Theorie durch die Bestimmung der Breitenänderung der Kikuchibänder möglich, hierzu genügt jedoch die laterale Auflösung der in EBSD-Detektoren verbauten Kameras nicht [23], da diese auf eine hohe Bildaufnahme rate optimiert sind.

Diese Problematik kann durch Einführen einer zusätzlichen Randbedingung umgangen werden. Da EBSD-Messungen oberflächennah erfolgen, kann angenommen werden, dass das Gitter normal zur Oberfläche relaxieren kann, also in einem ebenen Spannungszustand vorliegt [24].

$$\sigma_{33} = 0 \quad (3.14)$$

Wie von Britton und Wilkinson [24] gezeigt ergibt sich daraus und dem Hooke'schen Gesetz für die Komponente ε_{33} des linearisierten Dehnungstensors:

$$\varepsilon_{33} = \frac{-1}{C_{33}}(\varepsilon_{11}C_{13} + \varepsilon_{22}C_{23} + 2\varepsilon_{23}C_{34} + 2\varepsilon_{31}C_{35} + 2\varepsilon_{12}C_{36}) \quad (3.15)$$

Hierdurch kann H_{33} bzw. F_{33} im Nachhinein bestimmt werden und ermöglicht so die vollständige Bestimmung aller Komponenten von \mathbf{H} bzw. \mathbf{F} . C_{ij} entspricht dabei der jeweiligen Komponente des Steifigkeitstensors \mathbf{C} . Dazu muss dieser im Probenkoordinatensystem bekannt sein, weshalb dieser Ansatz zusätzlich die im klassischen EBSD durch Hough-Transformation gewonnenen absoluten Orientierungsdaten der Probe benötigt.

3.3 Methodische Herausforderungen der HR-EBSD bei großen Relativrotationen der verglichenen EBSP

Einige Annahmen des oben geschilderten Verfahrens der klassischen HR-EBSD sind nur bei sehr kleinen Rotationen $< 1^\circ$ zwischen den betrachteten EBSP gültig. Einige der Komplikationen die bei größeren Rotationen auftreten werden im Folgenden dargelegt.

3.3.1 Abbildungsfehler durch Projektion

Zusätzlich zum oben erläuterten Informationsverlust aufgrund der Projektion des dreidimensionalen Gitters auf eine zweidimensionale Kugelfläche treten weitere Abbildungsfehler beim Aufzeichnen des EBSP auf dem Detektorschirm auf, da das EBSP auf diesem als planare Projektion des sphärischen EBSP erscheint. Hierbei wird das EBSP entsprechend verzerrt. Bei kleinen Rotationen des Gitters zwischen dem Referenzmesspunkt und dem mit diesem verglichenen ist die relative Verzerrung beider EBSP zueinander ebenfalls klein und kann vernachlässigt werden. Bei größeren Rotationen sind die ROIs in beiden EBSP zunehmend unähnlicher zueinander, da die enthaltenen Bilddetails gestaucht, gestreckt oder geschert werden. Dies führt zu einer fehlerhaften Bestimmung der Verschiebung Q . Möglichkeiten zur Korrektur der Verzerrungsproblematik umfassen eine Anpassung des Korrelationsalgorithmus wie etwa eine Fourier-Mellin-Transformation [27] oder eine Rücktransformation beider EBSP auf die Kugelfläche, um dann dort durch entsprechende DIC-Methoden [28] die unverzerrten EBSP miteinander zu korrelieren [29].

3.3.2 Verlust der Gültigkeit der Polarzerlegung

Wie bereits erwähnt ist die in Gleichung 3.4 aufgeführte Polarzerlegung zur Bestimmung des Dehnungstensor nur im Falle geringer Deformation gültig. Im nun betrachteten Fall großer Rotation ($>1^\circ$) ist dies nicht länger gültig, da der nichtlineare Anteil der

elastischen Dehnung nun berücksichtigt werden muss. Der vollständige Green-Lagrange-Verzerrungstensor \mathbf{E} ist gegeben als [30]

$$\mathbf{E} = \frac{1}{2}(\mathbf{H} + \mathbf{H}^T + \mathbf{H}^T \mathbf{H}) \quad (3.16)$$

\mathbf{E} unterscheidet sich von $\boldsymbol{\varepsilon}$ durch einen nicht linearen Term $\frac{1}{2}\mathbf{H}^T \mathbf{H}$. Für \mathbf{E} existiert jedoch kein Gesetz, dass wie das Hooke'sche Gesetz für $\boldsymbol{\varepsilon}$ eine direkte, einfache Beziehung zum Spannungstensor $\boldsymbol{\sigma}$ beschreibt. Dementsprechend kann kein Ausdruck analog zu Gleichung 3.15 gebildet werden, um die Randbedingung $\sigma_{33} = 0$ zur vollständigen Bestimmung von \mathbf{F} in das Gleichungssystem einzubinden. Bei großen Rotationen wird daher die Technik des remappings angewandt, bei der zunächst die Rotation zwischen beiden EBSP bestimmt wird. Dies erfolgt entweder anhand der bereits beim EBSD ermittelten absoluten Orientierung per Hough-Transformation und Indizierung [30] oder DIC [24]. Mit einer hieraus bestimmten Rotationsmatrix, kann das zweite EBSP durch digitale Bildbearbeitung in der Art verzerrt werden, dass zwischen ihm und dem Referenz-EBSP näherungsweise keine Rotation vorliegt. Alle Näherungen für kleine Rotationen sind damit gültig und $\boldsymbol{\varepsilon}$ ist durch die additive Zerlegung von \mathbf{F} gemäß Gleichung 3.4 zugänglich. Dieses remapping-Verfahren umgeht zudem die oben beschriebene Problematik des Abbildungsfehlers durch Projektion.

3.3.3 Angepasster Formalismus ohne geometrische Vereinfachung

Wenn die Richtung von λ nicht mehr vernachlässigt werden kann, besteht die Möglichkeit ein zu Gleichung 3.7 alternatives Gleichungssystem ausgehend von Gleichung 3.17 zu erzeugen [24].

$$P' = P + Q + \lambda P' = \frac{1}{1 - \lambda}(P + Q) \quad (3.17)$$

Gleichsetzen mit Gleichung 3.2 und komponentenweises Ausmultiplizieren liefert die drei Gleichungen:

$$\frac{1}{1 - \lambda} = \frac{1}{P_1 + Q_1}(P_1 F_{11} + P_2 F_{12} + P_3 F_{13}) \quad (3.18)$$

$$\frac{1}{1 - \lambda} = \frac{1}{P_2 + Q_2}(P_1 F_{21} + P_2 F_{22} + P_3 F_{23}) \quad (3.19)$$

$$\frac{1}{1 - \lambda} = \frac{1}{P_3 + Q_3}(P_1 F_{31} + P_2 F_{32} + P_3 F_{33}) \quad (3.20)$$

Die Unbekannte λ kann durch Subtraktion der Gleichung 3.20 von den Gleichungen 3.18 und 3.19 eliminiert werden. Analog zu Gleichung 3.12 und 3.13 ist die Komponente Q_3 stets Null.

$$F_{33} = \frac{1}{Q_1 + P_1}(P_1 F_{11} + P_2 F_{12} + P_3 F_{12}) - \frac{P_1}{P_3} F_{31} - \frac{P_2}{P_3} F_{32} \quad (3.21)$$

$$F_{33} = \frac{1}{Q_2 + P_2}(P_1 F_{21} + P_2 F_{22} + P_3 F_{22}) - \frac{P_1}{P_3} F_{31} - \frac{P_2}{P_3} F_{32} \quad (3.22)$$

Im Gegensatz zur klassischen Methode aus Abschnitt 3.2 kann hier die Randbedingung $\sigma_{33} = 0$ nicht erst nach Lösen des Gleichungssystems angewendet werden, sondern muss wie von [24] bemerkt direkt in das lineare Gleichungssystem integriert werden, was zu einem wesentlich aufwändigeren Formalismus führt. Wilkinson und Britton merken zudem an, dass auch diese Methode bei großen Rotationen aufgrund der vorher geschilderten Probleme deutlich fehlerhafte Ergebnisse liefert. Bei angewandtem remapping sind die Ergebnisse zudem nicht signifikant besser als die der klassischen Methode.

3.4 Einflussfaktoren auf die Ergebnisqualität

Patternqualität: Die Qualität der DIC hängt maßgeblich von der Qualität der EBSP ab. Zum einen sollte jedes EBSP möglichst wenig verrauscht sein und einen hohen Kontrast der Bilddetails zeigen, zum anderen müssen sich Referenz und das mit ihr verglichene EBSP qualitativ ähneln, sodass ein bestimmtes Bilddetail in beiden Pattern etwa die gleiche Helligkeit und Kontrast zeigt. Daher werden alle EBSP mit diversen Filtern normalisiert. Dennoch liefert die DIC für ROIs in kontrastarmen Bildbereichen Verschiebungen, die fälschlicherweise deutlich größer sind als die der übrigen ROIs [22]. Der Einfluss solcher rogue shifts kann durch entsprechende iterative Methoden zur Lösung der Gleichungssysteme vermindert werden [23].

Wahl des Referenzpatterns: Da die HR-EBSD Rotation und Dehnung nur relativ zu einer Referenz bestimmen kann, kann die Wahl des Referenzpunktes das Endergebnis deutlich beeinflussen. Daher soll als Referenz immer ein Punkt in einem möglichst undeformierten Teil der Probe gewählt werden, dessen Pattern eine hohe Qualität gemäß dem vorherigen Absatz aufweist. Anstelle realer Pattern ist auch die Verwendung simulierter Pattern als Referenz möglich [22].

Aberation der Detektorlinse: Da zwischen Phosphorschirm und CCD des EBSD-Detektors notwendigerweise eine optische Linse verbaut ist, verändern deren Linsenfehler das Bild. Die hierdurch erzeugten Fehler der ermittelten Spannungskomponente sind mit etwa 1.5% jedoch vergleichsweise gering [22].

Lage des pattern centers: Wie bereits erwähnt muss zur Bestimmung des Ortsvektors des Punktes P die Lage des pattern centers bekannt sein. Dieses wird durch eine Kalibrierung bestimmt, bei der der Detektor auf verschiedene Abstände zur Probe gefahren wird. Dieses Verfahren ist endlich genau und kann Fehler von bis zu $4 \cdot 10^{-4}$ in den Komponenten des Dehnungstensors erzeugen [22], was etwa für den Fall von Nickel eine Ungewissheit von über 20 MPa in der Spannung bewirkt. Der Fehler in den Kom-

ponenten des Rotationstensors hingegen ist deutlich weniger drastisch, wie an späterer Stelle in Abschnitt 6.5 gezeigt. Da diese Kalibrierung nicht für jeden einzelnen Messpunkt eines EBSD-Scans erfolgen kann, wird das *pattern center* mit der Position eines Messpunktes relativ zum Messpunkt der Kalibrierung und aus dem Abstand zwischen Probe und Detektor errechnet. Liegt die Probenoberfläche nicht vollkommen planparallel zum Detektorschirm entspricht die tatsächliche Position des Messpunktes im Realraum nicht der erwarteten, sodass das *pattern center* fehlerhaft berechnet wird [25].

4 Mechanismen des Gleittransfers an Korngrenzen

4.1 Gleittransfermodelle

Im Kristall kommen Versetzungen als diskreter Gitterdefekt und somit in der Regel nur mit wohl definiertem Burgersvektor \mathbf{b} auf bestimmten Gleitebenen vor. Werden sie durch Anlegen einer externen Kraft dazu gezwungen über die Korngrenze hinweg in ein anderes Korn zu wechseln, müssen sie folglich einen im dortigen Gitter gültigen Burgersvektor \mathbf{b}' annehmen. Bis auf wenige seltene Ausnahmen sind \mathbf{b} und \mathbf{b}' jedoch nicht identisch, weshalb ihre Differenz in Form einer zusätzlichen Versetzung mit dem Restburgersvektor $\mathbf{b}_R = \mathbf{b} - \mathbf{b}'$, die in die Korngrenze absorbiert wird, zur Folge hat. Dies wiederum führt

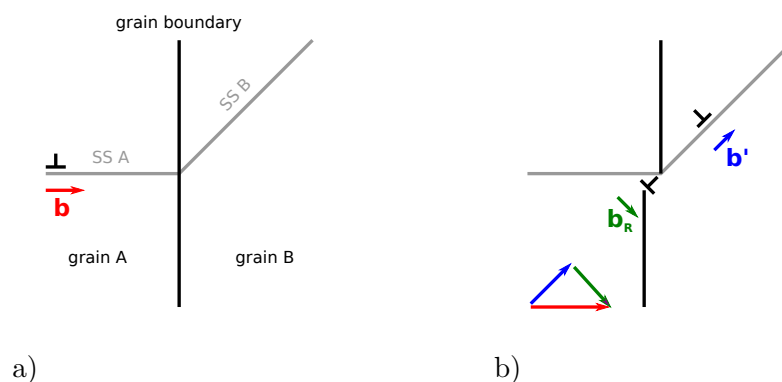


Abbildung 4.1: Schema des Gleittransfers:

- a) Eine Versetzung in Korn A bewegt sich auf dem Gleitsystem A auf eine Korngrenze zu.
- b) Die Versetzung wechselt über die Korngrenze in das Korn B auf Gleitsystem B, wobei eine Korngrenzenversetzung mit Restburgersvektor \mathbf{b}_R entsteht.

zu einer lokalen Verspannung der Korngrenze und damit einer Zunahme ihrer elastischen Energie. Aufgrund dessen und der für den Transfer notwendigen vorausgehenden Aktivierung eines Gleitsystems im Nachbarkorn stellen Korngrenzen Barrieren für die Versetzungsbewegung im Polykristall dar, was sich bei makroskopischer Betrachtung in der bekannten Hall-Petch-Beziehung ausdrückt. Mikroskopisch bedingt diese Barriere Wirkung die Bildung von Versetzungs-pile-ups vor dem Einsetzen des Gleittransfers. Neben dem in Abbildung 4.1 dargestellten direkten Transfer einer Versetzung können sich einige weitere Wechselwirkungen ereignen: Bedingt durch das Spannungsfeld des pile-ups kann zum einen die Nukleation einer Versetzung aus der Korngrenze auf ein Gleit-

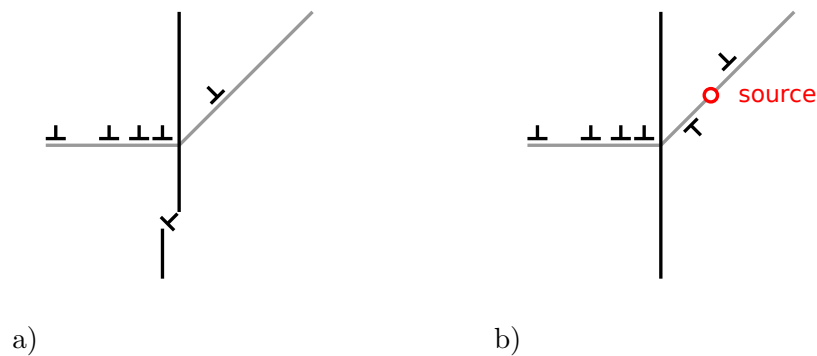


Abbildung 4.2: Weitere Modi des Gleittransfers nach [31, 32]:

- a) Nukleation aus der Korngrenze
- b) Quellaktivierung im Nachbarkorn

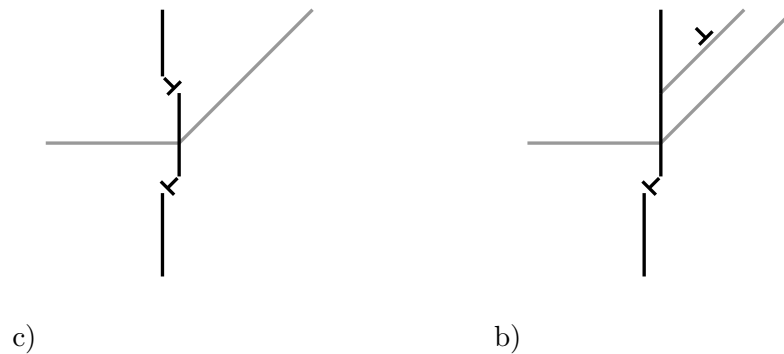


Abbildung 4.3: Weitere Modi des Gleittransfers nach [31, 32]:

- a) Absorption und Dissipation
- b) Emission dissipierter Versetzungen

system des Nachbarkorns induziert werden (vgl. Abbildung 4.2 a)). Zum anderen können Versetzungsquellen jenseits der Korngrenze aktiviert werden. Die von dort ausgehenden Versetzungsringe breiten sich dann auf ihrer Gleitebene sowohl ins Innere des Korns als auch zur Korngrenze hin aus (vgl. Abbildung 4.2 b)). An der Korngrenze rekombiniert der Ring mit der ersten Versetzung des pile ups, wobei der aus dieser Reaktion resultierende Restburgersvektor ebenfalls in der Korngrenze verbleibt. Anstelle eines Hinüberwechsels ins andere Korn, besteht auch die Möglichkeit der vollständigen Absorption der Versetzung in die Korngrenze mit anschließender Dissoziation in Korngrenzenpartialversetzungen mit umgekehrten Vorzeichen. Diese können in der Korngrenze verbleiben und gegebenenfalls an ihr entlang wandern, wodurch die Korngrenze als Versetzungssenke fungiert (vgl. Abbildung 4.3 a)). Sie können jedoch auch an anderer Stelle je nach Vorzeichen in eines der Körner zurück wechseln, sodass eine Emission neuer Versetzungen an einer vom ursprünglichen Auftreffpunkt der Versetzung bzw. des pile ups entfernten Stelle stattfindet [7, 31, 32] (vgl. Abbildung 4.3 b)). Ob, in welchem Umfang und auf welche

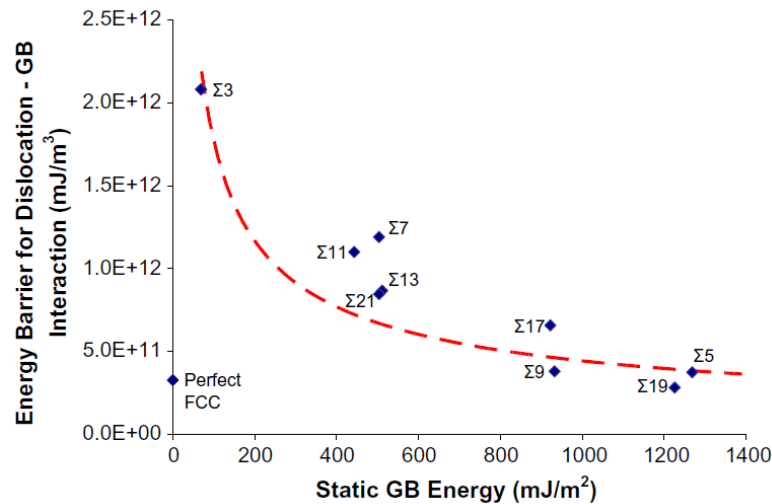


Abbildung 4.4: Abhängigkeit der energetischen Barriere gegen den Transfer einer einzelnen Versetzung von der statische Korngrenzenergie [10].

Weise einer dieser Prozesse abläuft ist in hohem Maße von der geometrischen Beziehung zwischen den Körner und der Korngrenze, sowie den vorliegenden Spannungsverhältnissen und der lokalen Korngrenzenstruktur abhängig [7]. Gegenstand eines Großteils der Arbeiten auf diesem Gebiet ist daher neben der Identifikation eines Transferprozesses, sei es die makroskopische Bestimmung der beteiligten Gleitsysteme oder der Ablauf im atomistischen Detail, die Ursache für dessen Eintreten in Abhängigkeit des vorliegenden Geometrie- und Spannungszustandes zu quantifizieren. Dies geschieht häufig durch Definition eines Widerstandsparameters, der für jeden möglichen Transferprozess bestimmt werden kann, sodass anhand des günstigsten ermittelten Wertes der wahrscheinlichste Prozess ausgewählt werden kann. Da mit wachsender Zahl der an einer Korngrenze stattgefundenen Transferprozesse deren Energie stetig durch die sich dabei akkumulierenden Restburgersvektoren zunimmt, wächst somit auch die Bedeutung des Relaxationsvermögens der Korngrenze für den Prozessablauf. Sangid ermittelte simulativ den in Abbildung 4.4 dargestellten Zusammenhang zwischen der Energiebarriere einer Korngrenze gegen den Transfer einer einzelnen Versetzung von der statischen Korngrenzenenergie [11]. Hierbei zeigte sich eine stärkere Barrierewirkung der Korngrenzen niedriger Energie, die aus deren höherer Symmetrie resultiert. Der Verbleib des Restburgersvektors nach dem Transfer stört diese Symmetrie und führt somit zu einer Energieerhöhung, die umso stärker ausfällt, je höher die Symmetrie zuvor war. Betrachtet wurde hierbei nur die statische Korngrenzenergie, also die einer Korngrenze im Gleichgewicht vor jeglicher Interaktion mit Versetzungen. Für nachfolgende Versetzungen ist jedoch eine stetig zunehmende Energiebarriere zu erwarten, da diese nun zusätzlich das wachsende Spannungsfeld der Korngrenze überwinden müssen. Kann die Korngrenze jedoch vollständig relaxieren so gelten für nachfolgende Versetzungen dieselben oder zumindest ähnliche Bedingungen

wie für die vorausgegangenen und der Widerstand bleibt gering. Dabei ist davon auszugehen, dass Großwinkelnkorngrenzen aufgrund ihrer höheren statischen Energie, die Folge ihrer geringen Ordnung ist, vergleichsweise gut relaxieren können, hochgeordnete Korngrenzen hingegen nur schwer. Ausnahme hierfür ist die Zwillingskorngrenze, da hier die Korngrenze selbst eine Gleitebene ist, weshalb absorbierte Korngrenzenversetzungen so mobil sind wie reguläre Versetzungen.

4.2 Gängige Methoden zur Untersuchung des Gleittransfers

Abhängig von der betrachteten Größenskala liegt der Schwerpunkt der Untersuchung auf verschiedenen Aspekten des Gleittransfers und dementsprechend werden unterschiedliche Methoden angewendet. Am geläufigsten sind dabei zwei Verfahren: Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und Simulationen.

Transmissionselektronenmikroskopie: Für die meisten Betrachtungen im TEM ist die oben vorgestellte Typeneinteilung ausreichend. Gegenstand der Untersuchung ist hier maßgeblich die Bestimmung der Gleitsysteme, auf denen sich pile-ups bilden, bzw. der Gleitsysteme, die im Nachbarkorn durch diesen aktiviert werden. Ziel ist dabei die Ableitung von Kriterien, zur Vorhersage, welche Gleitsysteme unter welchen Bedingungen aktiviert werden. Klassische TEM-Aufnahmen sind für eine solche Fragestellung vortrefflich geeignet, da sie durch eine kontraststarke Abbildung von Versetzung und Korngrenze ermöglicht, deren räumliche Lage genau zu bestimmen (vgl. Abbildung 4.5). Rückschlüsse auf die atomistischen Prozesse des Gleittransfers sind hiermit jedoch nicht möglich, da keine atomare Auflösung erreicht wird und Versetzungen und Korngrenze nicht sauber voneinander zu trennen sind. Alternativ bietet die HR-Transmissionselektronenmikroskopie eine quasi-atomare Auflösung in der einzelne Atomsäulen exakt zu lokalisieren und deutlich voneinander zu unterscheiden sind. Dies ermöglicht die Abbildung in die Korngrenze absorbierter oder den Restburgersvektor tragender, verbliebener Versetzungen (vgl. Abbildung 4.6). Zwar sind hiermit Strukturen in der Korngrenze abbildbar, da es sich jedoch weiterhin um Momentaufnahmen eines zumindest metastabilen Systems handelt, sind nur Vorher-Nachher-Vergleiche möglich. Der Ablauf der Prozesse, die zur Bildung der abgebildeten Strukturen der Korngrenze führen bleiben jedoch weiterhin unzugänglich. Darüber hinaus ist HR-EBSD nur in wenigen Sonderfällen, wie etwa symmetrischen Zwillingskorngrenzen, anwendbar, da die Korngrenzennormale und Burgersvektor senkrecht und die Atomsäulen beider Körner parallel zur Betrachtungsrichtung müssen, um quasi-atomare Auflösung zu erlangen. Des Weiteren besteht bei allen Untersuchungen im TEM das Problem, dass mit extrem dünnen Proben gearbeitet wird. Da hierdurch das gesamte Volumen der Probe oberflächennah ist, unterscheiden sich seine plastischen Eigenschaften von denen des Bulks drastisch. In der dünnen Schicht der TEM-Probe können Versetzungen auf einfache Weise an der Oberfläche relaxieren,

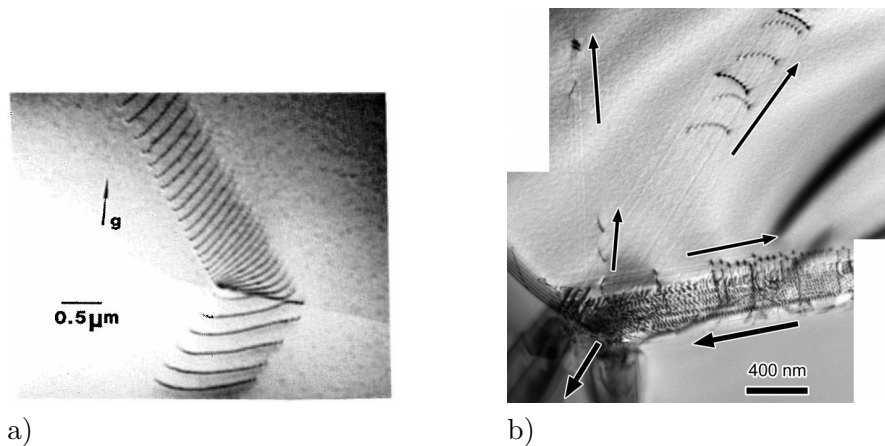


Abbildung 4.5: TEM-Aufnahmen von Versetzungen in rostfreiem 304-Stahl:

a) Versetzungs-*pile-ups* und von diesem auf ein einzelnes Gleitsystem des Nachbarkorns transmittierten Versetzungen. Die erhöhte Spannung auf der Seite des pile-ups zeigt sich durch die enger stehenden Versetzungen im Vergleich zum Nachbarkorn. Eine Versetzungsreaktion ist als Anlagerung der vordersten Versetzung des pile-ups an die Korngrenze deutlich als schwarze Linie zu erkennen. An der selben Stelle zeigt sich auch eine durch die verbliebenen Restburgersvektoren erzeugte Stufe in der Korngrenze [31].

b) Mehrere aktive Gleitsysteme nach andauernder plastischer Deformation. Deutlich zu erkennen ist sowohl ein stark ausgeprägtes Scherband, als auch einige Versetzungen in anderen Gleitsystemen, die erst später während der Deformation aktiviert wurden. Deren Gleitstufen sind zudem klar an der Oberfläche erkennbar [33].

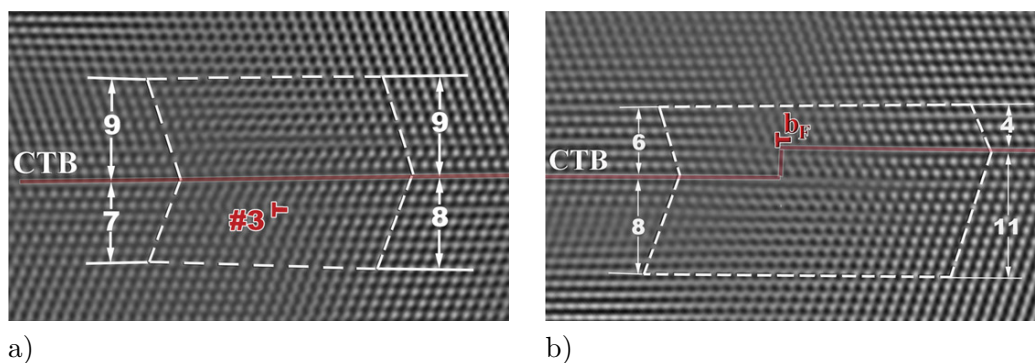


Abbildung 4.6: HR-TEM-Aufnahmen der Stufenbildung an einer Zwillingskorngrenze in einer hochreinen Kupferprobe:

a) Struktur der Korngrenze vor dem Gleittransfer. Eine einzelne Versetzung befindet sich vor der Korngrenze.

b) Nach dem Gleittransfer verbleibt eine Stufe in Form einer Frank-Versetzung in der Korngrenze. Da deren Burgersvektor deutlich größer ist als der Restburgersvektor einer einzelnen Versetzung wird auf einen Multiplikationsprozess geschlossen [34].

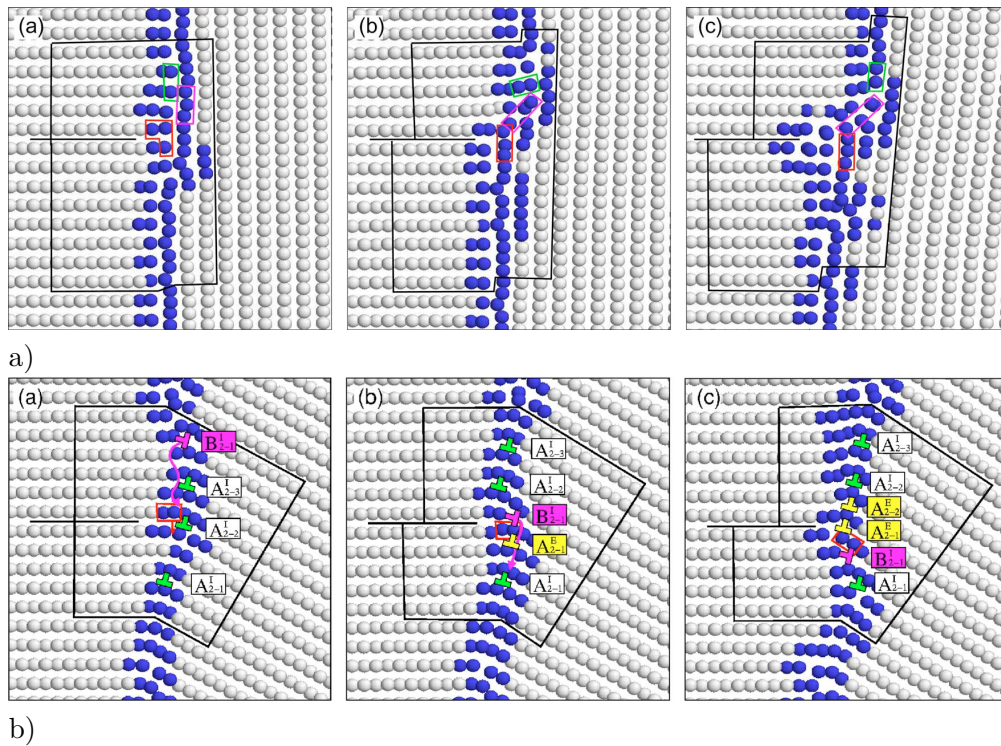


Abbildung 4.7: Relaxationsprozesse nach Absorption einer Versetzung in eine Korngrenze:

- a) Umordnung und Verschiebung einzelner Atome.
- b) Umordnung und Verschiebung von Versetzungen [35].

was sich zum einen in starken Bildkräften äußert und zum anderen zur Folge hat, dass ein beliebiger Deformationszustand schon durch drei aktive Gleitsysteme, anstelle von fünf wie im Bulk, beschrieben werden kann. Daher ist die Übertragbarkeit von Beobachtungen in der TEM-Probe auf das Verhalten des Bulk-Materials stets zu hinterfragen.

Simulationen: Bis zu diesem Zeitpunkt steht keine experimentelle Methode zur hochauflösenden Abbildung von Versetzungen in Echtzeit zur Verfügung, wodurch Rückschlüsse auf die atomaren Prozesse möglich wären. Daher wird hierfür auf molekulardynamische Simulationen unter Verwendung interatomarer Potenziale aus dem embedded atom model (EAM) oder kombinierten Verfahren zurückgegriffen [7, 9, 35]. Hierbei wird die Interaktion einzelner Atome iterativ, ausgehend von einem approximierten, interatomaren Potenzial berechnet. Hiermit sind beliebige Arten von Korngrenzen und Versetzungen konstruierbar. Da die Position aller Atome zwingenderweise in jedem Zeitschritt bekannt sind, können Pfad und Wechselwirkung einer Versetzung im Detail beobachtet werden. So sind Rückschlüsse auf das Absorptions- und Emissionsverhalten der Korngrenzen oder wie in Abbildung 4.7 das Relaxationsverhalten der Korngrenze aufgrund elastischer Verspannung möglich. Weiterhin sind EAM-Potenziale hilfreich zur Beobachtung von Prozessen nahe der Gleichgewichtslage der Atome, nicht jedoch solcher,

bei denen starke Auslenkungen vorliegen, wie es dies bei Korngrenzen der Fall ist. So konnten Xu et al. zeigen dass die Wahl des EAM-Potenzials in hohem Maße bestimmt, welcher Wechselwirkungsmechanismus in der Simulation eintritt [36]. Zudem ist auch die Größe des simulierten Volumens durch die enorme benötigte Rechenleistung beschränkt, sodass nur wenige Versetzungen und sehr kleine Ausschnitte der Korngrenze untersuchbar sind. Im Wesentlichen beschränken sich die vorhandenen Untersuchungen somit auf Dünnschichtproben im TEM, bei denen nicht abschließend untersucht und in Teilen fraglich ist, inwiefern sich deren Ergebnisse auf das Vollmaterial übertragen lassen, und MD-Simulationen, die aufgrund intrinsischer Beschränkungen teils widersprüchliche Ergebnisse liefern.

5 Experimentelle Vorgehensweise

Wie aus dem vorherigen Abschnitt 4 deutlich hervorgeht, sind die etablierten Verfahren zur Untersuchung von Versetzungswechselwirkungen mit der Korngrenze in ihrer Anwendbarkeit und Aussagekraft teilweise sogar stark eingeschränkt. Als alternativer Ansatz bietet sich die Analyse der in Abschnitt 2 erläuterten Defekttensoren, dem Nye- und dem Disclinationstensor, an. Der Nye-Tensor bietet Zugang zur lokalen Gesamtversetzungsdichte des Festkörpers, die zudem nach den Dichten einzelner Versetzungstypen aufgelöst werden kann. Bei Betrachtung der Abbildung 2.2 a) wird deutlich, dass Gleittransfer zur Ausbildung von Disclinations führt. Der Frankvektor der Disclinations und damit auch der Disclinationstensor ist dabei umso größer je dichter die Versetzungen beieinander stehen. Wird der Tensor größer, spricht dies somit für eine zunehmende Verspannung der Korngrenze, wird er kleiner, spricht dies für deren Relaxation. Beide Defekttensoren sind über Orientierungsmessungen durch EBSD über große Flächen und durch 3D-EBSD kleine, im Vergleich mit den etablierten Verfahren jedoch große, Volumina zugänglich. Durch Anwenden der HR-EBSD auf die erhobenen Daten können die benötigten Orientierungsgradienten mit erheblich verbesserter Winkelgenauigkeit bestimmt werden. Um die Aussagekraft des ermittelten Disclinationstensors zu überprüfen, muss untersucht werden, wie sich dessen Größe in einer Korngrenze verändert, wenn Versetzungen in diese absorbiert oder über diese hinweg transmittiert werden. Hierzu empfiehlt sich die schrittweise Deformation einer polykristallinen Probe, um möglichst viele Korngrenzen gleichzeitig beobachten zu können. Dabei kann die Untersuchung nur anhand zweidimensionaler EBSD-Daten durchgeführt werden, da tomographische Verfahren die Probe zerstören würden. Zur besseren Kontrolle und Interpretation der Vorgänge an der Korngrenze können Ermüdungsrisse als Versetzungsquellen verwendet werden, deren Wachstumsverhalten Rückschlüsse auf Gleittransferprozesse erlaubt. Hierbei kann je Riss jedoch nur eine einzelne Korngrenze untersucht werden. Um die Aussagekraft des Nye-Tensors und vor allem dessen Zerlegung in die Dichten einzelner Versetzungstypen bewerten zu können, empfiehlt sich diesen vollständig zu bestimmen. Hierzu muss jedoch ein dreidimensionaler Orientierungsdatensatz erstellt werden, wozu eine 3D-EBSD-Tomographie notwendig ist. Hierdurch ist jedoch nur ein kleines Probenvolumen zugänglich, weshalb dieses ausgeprägte und stark lokalisierte Versetzungsstrukturen beinhalten sollte. Da noch kein Verfahren zur HR-EBSD an dreidimensionalen Datensätzen zur Verfügung steht, muss dieses zunächst aus den für zweidimensionale Datensätze ausgelegten Methoden entwickelt werden.

5.1 2D-HR-EBSD

Deformation einer Nickelzugprobe unter statischer Last: Zunächst wurde zur Untersuchung der makroskopischen Entwicklung der Disclinations eine Flachzugprobe aus technisch reinem, grobkörnigem Nickel statisch belastet. Der Versuch wurde *in situ* im REM mit insgesamt vier Laststufen von 0 MPa, 49 MPa, 88 MPa und 140 MPa durchgeführt und jeweils ein großflächiger EBSD-Scan mit einer Schrittweite von 1 μm aufgenommen. Jeder Scan wurde anschließend mittels HR-EBSD aufbereitet und anhand der ermittelten Daten für jede Laststufe je Korngrenze die mittlere Spektralnorm des Disclinationensors bestimmt.

Ermüdung einer Zugprobe aus CMSX-4: Des Weiteren wurde eine ermüdete, oligokristalline Flachzugprobe aus der Nickelbasissuperlegierung CMSX-4 verwendet. Hier sollten Ermüdungsrisse sowohl die Rolle wohl definierter Versetzungsquellen als auch der als Sonde zur Bestimmung des Gleittransfers einnehmen. Bei dieser Probe wurde eine Eigenart von CMSX-4 bezüglich des Wachstums von Ermüdungsrisen ausgenutzt. Ermüdungsrisse initiieren zunächst bevorzugt an an der Oberfläche des Materials liegenden Defekten, wie etwa den im Laufe der Ermüdung entstehenden In- und Extrusionen, aber auch seltener an Defekten im Inneren. Daraufhin wachsen sie zunächst geradlinig auf einer einzelnen Gleitebene unter Emission von Versetzungen des dieser Ebene zugehörigen Gleitsystems, was als Zustand des Stage-I-Risswachstums bekannt ist. Bei andauernder Ermüdung erfolgt rasch der Übergang zum Stage-II-Risswachstum, bei dem der Riss beginnt auf einer Vielzahl von Gleitsystemen Versetzungen zu emittieren und vom vorherigen geradlinigen zu einem von irregulären Richtungsänderungen gekennzeichneten Wachstums übergeht. Risse im hier verwendeten Material neigen zu einem vergleichsweise sehr langem Verweilen in Stage-I bis zum Erreichen von Risslängen von vielen 10 μm , weshalb sie gut kontrollierbare Versetzungsquellen eines definierten Typs darstellen. Zur kontrollierten Initiierung solcher Risse wurden insgesamt drei Penny-Shape Kerben via Ionenstrahl in unterschiedlichen Körnern in die Probenoberfläche eingebracht, wobei jede Kerbe exakt auf eine Gleitebene geschnitten wurde. Die hierzu notwendigen Orientierungsdaten der Kristallite wurden durch einen EBSD-Scan ermittelt. Die Lage der Kerben wurde so gewählt, dass diese nahe genug an einer Korngrenze liegen, um ein Auftreffen des Risses auf dieser vor dem Übergang zu Stage-II zu gewährleisten und genügend Abstand verbleibt, um das Wachstum des Risses vor dem Auftreffen zu untersuchen. Die angeschnittenen Gleitsysteme wurden anhand ihres Schmidfaktors selektiert, der möglichst hoch sein sollte, um eine Initiierung zu gewährleisten. Die übrigen Gleitsysteme des jeweiligen Kornes sollten hingegen vergleichsweise niedrige Schmidfaktoren aufweisen, um ein Initiieren oder Abknicken auf ein anderes Gleitsystem zu vermeiden. Die Lage der Kerben ist in Abbildung 5.1 dargestellt. Die Zugprobe wurde bei einer Spannungsdifferenz von 600 MPa, einem Spannungsverhältnis von -0,1 mit einer Belas-

tungsfrequenz von 5 Hz *ex situ* ermüdet. In Abständen von etwa 2000 Zyklen wurde durch Anfertigen von Replica begutachtet, ob und an welchen Kerben Risse initiiert haben bzw. ob signifikantes Risswachstum stattgefunden hat. Näherte sich ein Riss einer Korngrenze wurden regelmäßig EBSD-Scans um dessen Spitze aufgenommen, bis der Riss die Korngrenze vollständig überwunden hatte. Die Schrittweite betrug in jedem Fall 1 μm , wobei die Scanfeldgröße stets so angepasst wurde, dass sowohl Risspitze als auch Korngrenze abgebildet werden können. Mittels CrossCourt™ wurde von jedem der aufgenommenen Scans ein zweidimensionaler HR-EBSD-Datensatz angefertigt und der Disclination- und Nye-Tensor für jeden Punkt des Scans bestimmt. Da hier keine Orientierungsinformation in die Tiefe der Probe erhoben wird, sind diese Tensoren nicht vollständig bestimmbar. So sind, wie später in Abschnitt 5.3 genauer erläutert, lediglich die Komponenten α_{12} , α_{13} , α_{21} , α_{23} und α_{33} des Nye-Tensors und die β_{13} , β_{23} und β_{33} des Disclination-Tensors zugänglich. In jedem der Scans wurde der Auftreffpunkt des Risses auf der Korngrenze ermittelt bzw. abgeschätzt falls der Riss diese noch nicht erreicht hatte. In einem kreisförmigen Bereich um diesen Punkt herum wurden dann der Mittelwert der Spektralnormen beider Tensoren derjenigen Messpunkte bestimmt, die in erster und zweiter Reihe auf der Korngrenze liegen. Dies wurde für unterschiedlich große Kreisbereiche wiederholt.

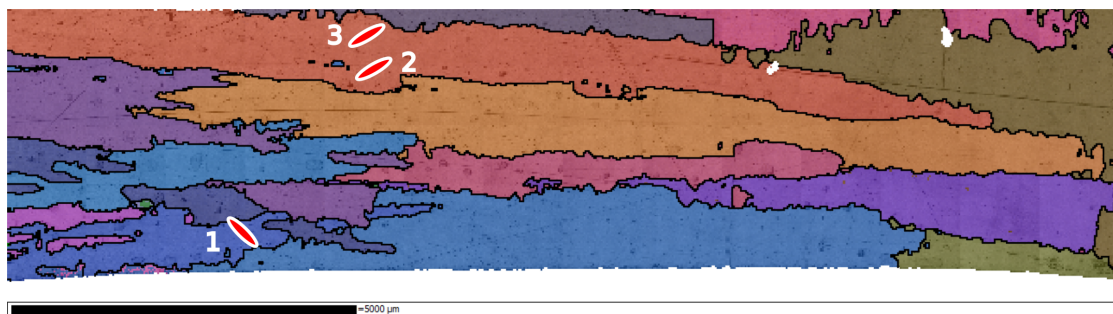


Abbildung 5.1: Ungefähre Lage der Kerben auf der Zugprobe

5.2 3D-HR-EBSD

In einer abschließenden Untersuchung wurde ein, in einem vorherigen Experiment ermüdet, Mikrobiegebalken aus der Ni-Basis-Superlegierung CMSX-4 untersucht. An einer mittels FIB eingebrachten Kerbe wurde ein Riss initiiert und bis zu einer Korngrenze in der Balkenmitte wachsen lassen. Die Belastung erfolgte bis zum vollständigen Versagen der Probe. Aufgrund dieser Vorgeschichte zeigte der Balken lokalisierte, starke plastische Deformation und weit aufklaffende Rissflanken. Er eignete sich deshalb und aufgrund seiner geringen Größe hervorragend zur Untersuchung von Versetzungsstrukturen durch 3D-EBSD-Tomographie mit anschließender Nye-Tensor-Analyse.

Elektronenstrahlstrom	20 kV
Scanfeld-Pixel	131x210x80
Schrittweite	100 nm
Abtrag	100 nm
Frame-Average	3
Verstärkung	20
Belichtungszeit	14,26 ms

Tabelle 5.1: Scan- und Aufnahmeparameter der 3D-EBSD

5.2.1 3D-EBSD-Tomographie

Die 3D-EBSD-Tomographie basiert auf einem Serienschchnittverfahren, bei dem mehrfach EBSD-Messungen an einer ausgewählten Fläche vorgenommen werden, die zwischen den Messungen mit einem fokussierten Ionenstrahl (FIB = focussed ion beam) um eine zuvor festgelegte Schichtdicke im Bereich weniger bis einiger hundert Nanometer abgetragen wird. Aus den Schnitten ist dann ein vollständiger Orientierungsdatensatz für das tomographierte Volumen rekonstruierbar. Für die Messungen dieser Arbeit diente eine FEI-HELIOS-NanoLab6. Die EBSD-Scans wurden dann auf der Seitenfläche des Balkens durchgeführt, die nach jedem Scan mit dem FIB abgetragen wurde, wie in Abbildung 5.2 schematisch dargestellt. Aufgrund der dort ebenfalls gezeigten Strahlanordnung, die wegen der Lage des Balkens im Restmaterial nicht anders gewählt werden konnte, und der aufklaffenden Rissflanken zeigt die Probe einen starken Curtaining-Effekt an diesen. Dieser äußert sich in einer Bildung von Riefen an der zu untersuchenden Seitenfläche, was eine verminderte Qualität der EBSP zur Folge hat. Zur Reduzierung dieses Effektes wurde der Riss mit Platin verfüllt, wie Abbildungen 5.3 a) und b) deutlich zu entnehmen. Um eine gleich hohe Messauflösung in alle Raumrichtungen zu gewährleisten wurde der Abtrag des FIB stets gleich der Schrittweite der EBSD gesetzt. Diese sollte so gering wie möglich sein, wurde aber maßgeblich durch die zur Verfügung stehende Messzeit nach unten begrenzt. Verstärkung und Frame-Averaging wurden so gewählt, dass eine möglichst kurze Belichtungszeit je Messpunkt nötig war ohne die Qualität der EBSP zu stark zu reduzieren. Die Messung erfolgte mit den in Tabelle 5.1 gelisteten Parametern. Zur späteren Auswertung mittels HR-EBSD wurden die EBSP der Messpunkte hinterlegt und vor Beginn der eigentlichen Messung eine pattern-center-Kalibrierung durchgeführt.

5.2.2 HR-EBSD zur Bestimmung dreidimensionaler Orientierungsgradienten

Für diese Arbeit stand CrossCourt™ als zur Zeit die einzige erhältliche Analysesoftware zur Durchführung von HR-EBSD in der Version 3.2 zur Verfügung. Diese ist jedoch nur zur Auswertung herkömmlicher zweidimensionaler EBSD-Datensätze ausgelegt und auch nicht in der Lage Stapel von EBSD-Scans zu verwerten. Eine DIC zwischen den EBSP der Messpunkte zweier Schnitte findet daher nicht statt. CrossCourt™ erzeugt

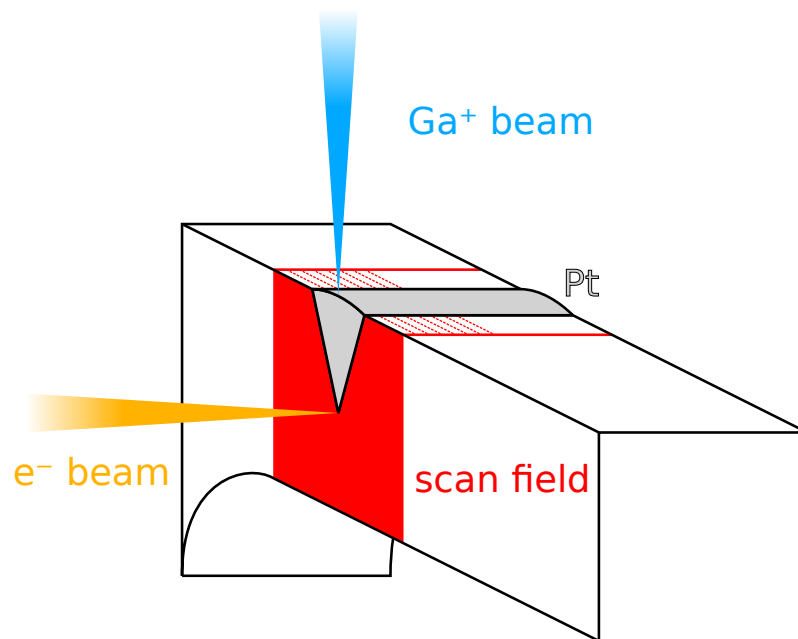


Abbildung 5.2: Lage der Scanfeldes auf dem Balken und Einstrahlrichtung des Gallium- und Elektronenstrahls.

daher nur entlang der zwei Achsen x und y eines Scans hochaufgelöste Orientierungsdaten. Um diese auch entlang der z -Achse zu erhalten waren mehrere Schritte notwendig. In einem ersten Schritt wurde dann jeder einzelne 2D-Scan wie vorgesehen in die Software eingelesen und ausgewertet. Die Ergebnisse der Berechnung wurden jeweils zur weiteren Verarbeitung als MATLAB-Datei exportiert. Hierdurch waren zunächst die HR-Orientierungsgradienten entlang der x - und y -Achse zugänglich. Für alle Schnitte wurden die Referenz-EBSP ähnlich zu Abbildung 5.4 a) händisch ausgewählt. Diese sollten in Bereichen hoher Bildqualität liegen. Die Toleranz von Korn- und Referenzbereich betrug 15° Misorientierung. Die elastischen Konstanten von Nickel wurden verwendet, da diese in guter Näherung mit denen von CMSX-4 übereinstimmen. Insgesamt 45, automatisch in einem Kreismuster angeordnete ROIs mit einer Größe von 128×128 Pixeln wurden verwendet (vgl. Abbildung 5.4 b)). Die Beam-Shift-Korrektur wurde mit einer effektiven Kameragröße von $69 \mu\text{m}$ angewendet. Alle übrigen Parameter entsprachen den Standardeinstellungen bzw. den Scanparametern wie Schrittweite und Scanfeldgröße.

Aufbereitung: In einem zweiten Schritt wurden die exportierten Resultate in MATLAB eingelesen. In der amorphen Platinschicht und den materialfreien Bereichen traten jedoch zahlreiche Fehlindizierungen auf. Zunächst wurden daher die Grain-ID-Maps der einzelnen Schnitte aufbereitet. Der tomographierte Bereiche des Balkens beinhaltet zwei Körner, von denen jedoch eines durch den Riss vollständig durchtrennt ist, sodass beide

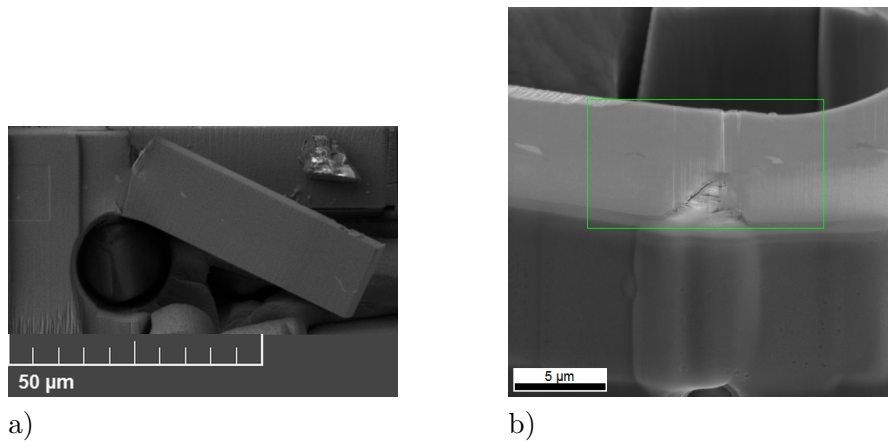


Abbildung 5.3: a) Balken am Ende des Ermüdungsexperiments
 b) Balken vor Beginn der Tomographie mit verfülltem Riss. Der grüne Rahmen markiert den Bereich, in dem der EBSD-Scan durchgeführt wird.

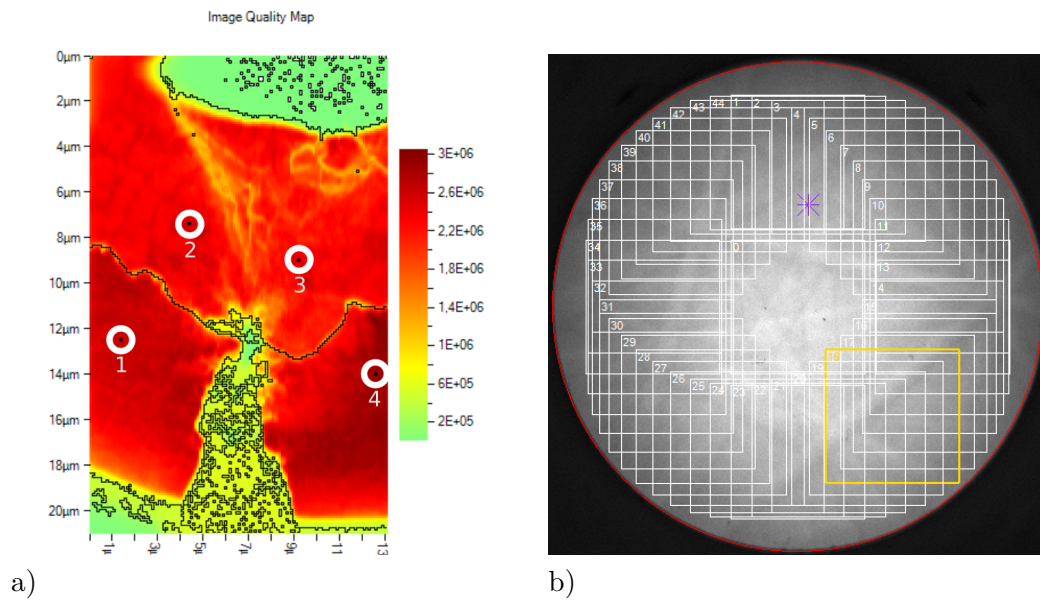


Abbildung 5.4: a) Lage der Referenz-EBSP in der IQ-Map von Schnitt 30 des Balkens.
 b) Position der ROIs in Referenz-EBSP 1.

Hälften eine deutliche Misorientierung zueinander zeigen. Je Schnitt wurden daher die drei größten Körner bestimmt und die Grain-ID aller Punkte die nicht zu diesen gehören als not a number (NaN) deklariert. Messpunkte deren Grain-ID NaN ist werden nicht ausgewertet. Die verbleibenden drei Körner erhielten nach absteigender Größe die IDs 1,2 und 3. In jeweils fünf weiteren Iterationen wurde die Zahl der verbleibenden Fehlindizierungen reduziert, die einem der drei Körner zugewiesen wurden, indem die Grain-ID aller Messpunkte zu NaN gesetzt wurden, die in ihrer Nachbarschaft von Acht entweder keinen Nachbar haben, der die gleiche ID trägt wie sie selbst, oder mehr als drei Nachbarn haben, deren ID NaN ist.

Extraktion: Es wurden dann je Schnitt die benötigten Daten, also die Komponenten des Rotationstensors ω und die Kornnummer jedes Messpunktes, extrahiert. Das in CrossCourt™ verwendete Koordinatensystem ist bezüglich dem gewünschten Koordinatensystem des Balkens um 180° um die gemeinsame x-Achse rotiert. Um die Daten in das gewünschte Koordinatensystem zu überführen mussten daher beim Auslesen die Positionen der Messpunkte gemäß der Beziehung

$$\begin{aligned} x &= x_{cc} \\ y &= Y - y_{cc} \\ z &= z_{cc} \end{aligned} \quad R = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} \quad (5.1)$$

verschoben und deren tensorielle Werte mit der Rotationsmatrix R rotiert werden. Y stellt hierbei die Anzahl an Messpunkten in y-Richtung dar. Die absoluten Orientierungen in Form der Euler-Winkel konnten nicht aus den exportierten Daten entnommen werden, da diese fehlerhaft waren. Stattdessen wurden die vom EBSD-System erstellten .osc-Dateien in lesbare .ang-Dateien konvertiert, aus denen dann die korrekten Euler-Winkel ausgelesen wurden. Diese lagen in Bunge-Notation vor und mussten durch eine Rotation um die z-Achse von 90° in das gewünschte Koordinatensystem überführt werden. Für spätere Auswertungen wurde aus den Komponenten des Rotationstensors je Messpunkte der Gitterrotationsvektor θ nach Pantleon gemäß Gleichung 2.11 und aus den Euler-Winkeln ϕ_1 , Φ und ϕ_2 nach Morawiec [37] gemäß der Gleichung 5.2 die zuge-

hörige Rotationsmatrix R errechnet.

$$R = \begin{pmatrix} \cos(\phi_1)\cos(\phi_2) - \sin(\phi_1)\sin(\phi_2)\cos(\Phi) \\ -\cos(\phi_1)\sin(\phi_2) - \sin(\phi_1)\cos(\phi_2)\cos(\Phi) \\ \sin(\phi_2)\sin(\Phi) \\ \sin(\phi_1)\cos(\phi_2) + \cos(\phi_1)\sin(\phi_2)\cos(\Phi) & \sin(\phi_2)\sin(\Phi) \\ -\sin(\phi_1)\sin(\phi_2) + \cos(\phi_1)\cos(\phi_2)\cos(\Phi) & \cos(\phi_2)\sin(\Phi) \\ -\cos(\phi_1)\sin(\Phi) & \cos(\Phi) \end{pmatrix} \quad (5.2)$$

Rekonstruktion I: Die aus den Schnitten erstellten zweidimensionalen Datensätze wurden entsprechend ihrer z-Position übereinander geschichtet und zu einem dreidimensionalen Datensatz vereint. Zur Positionierung der Schnitte relativ zueinander entlang der x- und y-Richtung wurde kein Alignment-Verfahren verwendet. Daraufhin mussten weitere Anpassungen erfolgen, da die Grain-IDs entlang der z-Achse nicht konsistent waren, weil sich die Größenverhältnisse der Körner von Schnitt zu Schnitt gegebenenfalls umkehren können, sodass deren IDs zueinander vertauscht werden. Angeglichen wurden die Grain-IDs durch Vergleichen der Größe der Körner und ihrer Lage ausgedrückt in einem Qualitätskriterium W , das es zu minimieren galt. Dieses wurde definiert als

$$W = \|M_A - M_B\|_2 \frac{N_G}{N_K} \quad (5.3)$$

wobei M dem Schwerpunkt des jeweiligen Kornes A oder B und N der Anzahl der Messpunkte im größeren bzw. kleineren Korn. W wird demnach größer je weiter die Schwerpunkte von A und B voneinander entfernt sind und je stärker sich ihre Größen unterscheiden. Beim Angleichen eines Schnittes B an einen Schnitt A wurden alle Körner des einen Schnittes mit dem des anderen verglichen. Die Paarung mit dem niedrigsten W -Wert wurde gewählt und die Grain-IDs von Schnitt B entsprechend geändert. Es wurde solange mit der Paarung fortgefahren, die den jeweils nächst niedrigen W -Wert aufweist, sofern diese nicht mit den vorangegangenen Paarungen im Konflikt stand, bis alle Körner angeglichen waren. Dabei diente der oberste Schnitt als Referenz und alle folgenden wurden an den jeweils darüber liegenden angepasst. Der so rekonstruierte Datensatz ermöglicht die Bestimmung hochauflöser Rotationsgradienten entlang der x- und y-Achsen und wird daher fortan als x-y-Stapel bezeichnet.

Pseudo-Serienschritt: Im nächsten Schritt wurden anhand dem rekonstruierten Balken neue Datensätze für CrossCourt™ erzeugt, die nun aber einem EBSD-Scan als x-Schnitt entlang der y- und z-Achsen entsprechen. CrossCourt™ benötigt jedoch eine explizite Darstellung des Datensatzes in x- und y-Koordinaten, weshalb eine Koordinatentransformation gemäß

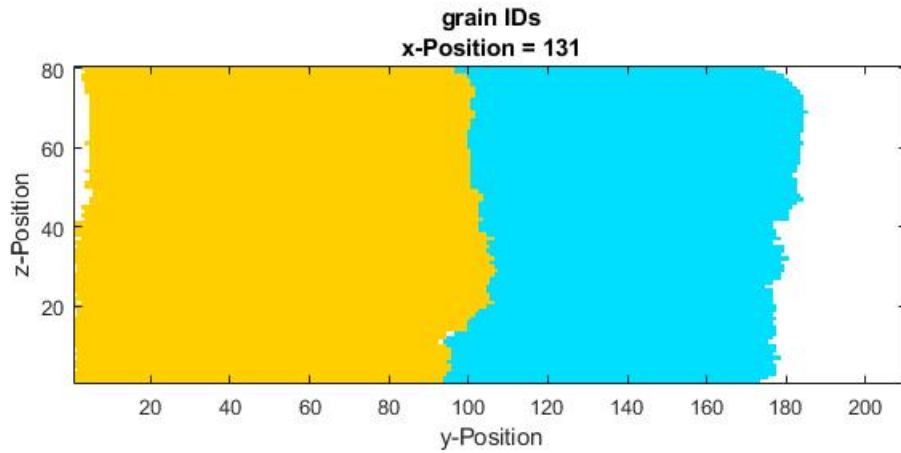
$$\begin{aligned}
x' &= Y - y \\
y' &= z \\
z' &= -x
\end{aligned}
\quad R = \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \quad (5.4)$$

angewendet wurde wobei die mit einem Apostroph versehenen Größen die Position im neuen Koordinatensystem angibt, dessen tensorielle Größen sich mit der Rotationsmatrix R in das gewünschte System rückrotieren lassen. Unter Beachtung dieser Transformation wurden die Datensätze der x-Schnitte durch Kopieren und Umbenennen der EBSP und das Erstellen neuer .ang-Dateien aus den Euler-Winkeln der Messpunkte im rekonstruierten Balken. Die so erzeugten .ang-Datensätze wurden durch die Software TSL-OIM-Analysis in für CrossCourt™ lesbare .osc-Dateien konvertiert. Daraufhin wurde jeder der so erzeugten Datensätze analog zu denen der ursprünglichen Tomographie einer HR-EBSD unterzogen. Dabei wurden mit denselben Parametern verfahren, mit den Ausnahmen, dass für diesen Durchgang auf eine Beam-Shift-Korrektur verzichtet wurde und anstelle einer händischen Auswahl der Referenzmesspunkte eine automatische Bestimmung erfolgte.

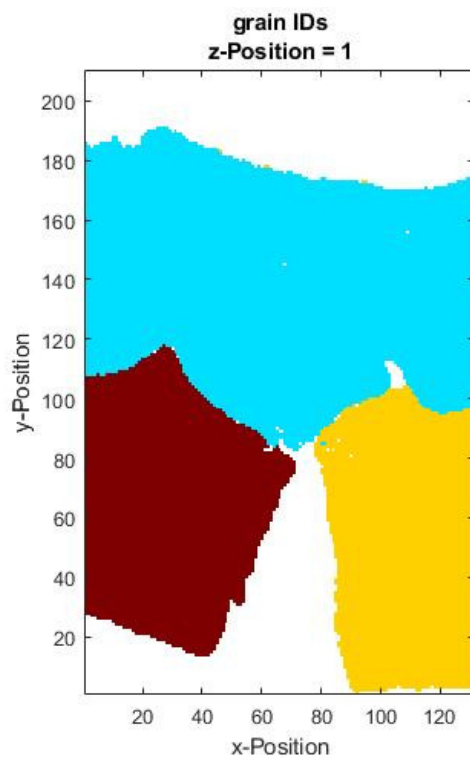
Rekonstruktion II: Die .mat-Datensätze aus der HR-EBSD dieser Pseudo-Serienschnitte wurden analog zu denen der ursprünglichen Serienschnitte zunächst durch Übereinanderschichten zu einem zweiten 3D-Datensatz vereint. Extrahiert wurden hierbei nur die Komponenten des Rotationstensors bzw. deren korrespondierender Rotationsvektor. Unter Verwendung der in Gleichung 5.4 gezeigten Transformationsvorschriften wurde dieser Datensatz in das Koordinatensystem des ersten Datensatzes überführt. Dieser Datensatz ermöglicht die Bestimmung hochauflöser Rotationsgradienten entlang der y- und z-Achsen und wird daher fortan als y-z-Stapel bezeichnet.

5.3 Auswertung der Versetzungs- und Disclinationdichten

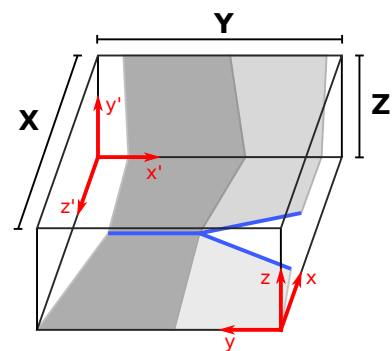
Die Bestimmung der Dichtetensoren beider Liniendefekte, der Versetzungen und der Disclinations, basiert auf dem Krümmungstensor κ . Dieser wurde gemäß Formel 2.14 ermittelt, wie auch Pantleon und Beausir verfahren. Für dessen Komponenten, die Ableitungen entlang der x- und y-Achse entsprechen, also $\frac{\Delta\theta_1}{\Delta x_1}$, $\frac{\Delta\theta_2}{\Delta x_1}$, $\frac{\Delta\theta_3}{\Delta x_1}$, $\frac{\Delta\theta_1}{\Delta x_2}$, $\frac{\Delta\theta_2}{\Delta x_2}$ und $\frac{\Delta\theta_3}{\Delta x_2}$, wurden die entsprechenden Komponenten von θ aus dem x-y-Stapel verwendet, für Ableitungen entlang der z-Achse, also $\frac{\Delta\theta_1}{\Delta x_3}$, $\frac{\Delta\theta_2}{\Delta x_3}$ und $\frac{\Delta\theta_3}{\Delta x_3}$, die aus dem y-z-Stapel. Die Ableitungen in z-Richtung waren hierbei lediglich für die 3D-HR-EBSD von Relevanz. Die Daten der 2D-HR-EBSD der beiden Zugproben lagen in diesem Kontext als x-y-Stapel aus einem einzelnen Schnitt. Für einen gegebenen Messpunkt (x, y, z) wurde der Gradient bezüglich seiner nächsten Nachbarn entlang der entsprechenden Achsen



a)



b)



c)

Abbildung 5.5: a) GrainID-Map des Schnittes $x=1$ des y-z-Stapels.
 b) GrainID-Map des Schnittes $z=1$ des x-y-Stapels.
 c) Lage des ursprünglichen und transformierten Koordinatensystems sowie schematische Lage der Schnitte aus a) und b).

ermittelt, sodass gilt:

$$\begin{aligned}\Delta\theta_1 &= \theta_1(x+1, y, z) - \theta_1(x, y, z) \\ \Delta\theta_2 &= \theta_2(x, y+1, z) - \theta_2(x, y, z) \\ \Delta\theta_3 &= \theta_3(x, y, z+1) - \theta_3(x, y, z)\end{aligned}\tag{5.5}$$

Für alle Punkte deren $x = X$, $y = Y$ oder $z = Z$ entsprechen, kann daher keine Ableitung gebildet werden, weshalb diese nicht weiter betrachtet werden und das betrachtete Volumen somit um einen Messpunkt in jede Raumrichtung schrumpft. Für das verbleibende Volumen konnte hierdurch jedoch ein in alle Raumrichtungen hochaufgelöster Krümmungstensor κ errechnet werden. Die Bestimmung des Nye-Tensors α erfolgte dann gemäß Gleichung 2.13. Die zur Bestimmung des Disclinationdichtetensors β gemäß 2.15 notwendige Ableitung von κ wurde analog zu Gleichung 5.5 durchgeführt, sodass das betrachtete Volumen erneut um je einen Messpunkt je Raumrichtung verkleinert wurde. Als skalares Maß für die durch α und β ausgedrückten Defektdichten wurden jeweils die Spektralnorm des entsprechenden Tensors ermittelt.

Zerlegung des Nye-Tensors Um den Nye-Tensor weiter in den Dichten einzelner Versetzungstypen zu zerlegen wurde für jeden Messpunkt ein lineares Gleichungssystem nach Gleichung 2.5 konstruiert. Hieraus ergeben sich für den vollständigen Nye-Tensor neun Gleichungen mit bis zu 18 unbekannten Versetzungsdichten, wie in Gleichung 5.6 in Vektorschreibweise dargestellt.

$$\begin{pmatrix} \alpha_{11} \\ \alpha_{12} \\ \alpha_{13} \\ \alpha_{21} \\ \alpha_{22} \\ \alpha_{23} \\ \alpha_{31} \\ \alpha_{32} \\ \alpha_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} b_1^1 l_1^1 & b_1^2 l_1^2 & b_1^3 l_1^3 & \dots & b_1^{18} l_1^{18} \\ b_2^1 l_2^1 & b_2^2 l_2^2 & b_2^3 l_2^3 & \dots & b_2^{18} l_2^{18} \\ b_3^1 l_3^1 & b_3^2 l_3^2 & b_3^3 l_3^3 & \dots & b_3^{18} l_3^{18} \\ b_2^1 l_1^1 & b_2^2 l_1^2 & b_2^3 l_1^3 & \dots & b_2^{18} l_1^{18} \\ b_2^1 l_2^1 & b_2^2 l_2^2 & b_2^3 l_2^3 & \dots & b_2^{18} l_2^{18} \\ b_2^1 l_3^1 & b_2^2 l_3^2 & b_2^3 l_3^3 & \dots & b_2^{18} l_3^{18} \\ b_3^1 l_1^1 & b_3^2 l_1^2 & b_3^3 l_1^3 & \dots & b_3^{18} l_1^{18} \\ b_3^1 l_2^1 & b_3^2 l_2^2 & b_3^3 l_2^3 & \dots & b_3^{18} l_2^{18} \\ b_3^1 l_3^1 & b_3^2 l_3^2 & b_3^3 l_3^3 & \dots & b_3^{18} l_3^{18} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \rho_1 \\ \rho_2 \\ \rho_3 \\ \rho_4 \\ \rho_5 \\ \rho_6 \\ \rho_7 \\ \dots \\ \rho_{18} \end{pmatrix}\tag{5.6}$$

Die Gleichungssysteme wurden durch Bilden der Monroe-Penrose-Pseudoinversen der Gleichungsmatrix $b_i l_j$ und deren Multiplikation mit dem Lösungsvektor α_{ij} in MATLAB gelöst. Dies entspricht einem Kleinste-Quadrate-Ansatz, bei dem die Norm des Unbekanntenvektors ρ minimiert wird, und ist sowohl auf unter- wie auf überbestimmte Probleme anwendbar. Dieser Ansatz entspricht dem L^2 -Ansatz nach Arsenlis und Parks [17], bei dem die Gesamtlänge aller Versetzungen minimiert wird. Da die Krümmungstensoren derjenigen Messpunkte, zu denen nicht weiter entlang jeder Raumachse ein Nachbarpunkt existiert, nicht vollständig bestimmbar sind, sind ebenfalls nicht alle

Komponenten der Nye-Tensoren dieser Punkte bekannt, weshalb zunächst nur ein Teil der möglichen neun Gleichungen konstruiert werden kann. So sind für den Fall eines fehlenden Nachbarn in z-Richtung die Komponenten α_{11} , α_{22} , α_{31} und α_{32} unbekannt, sodass lediglich fünf Gleichungen verfügbar sind. Eine weitere ergibt sich wie schon von Pantleon gezeigt [18] (vgl. Gleichung 2.13) jedoch als Differenz zweier Komponenten zu

$$\alpha_{11} - \alpha_{22} = \kappa_{11} - \kappa_{22} \quad (5.7)$$

Die Annahme, dass alle Gleitsysteme und somit alle Versetzungstypen in vergleichbar hohem Maße aktiv sind ist unrealistisch. Bei überbestimmten Problemen kann jedoch der Fall eintreten, dass für Versetzungstypen, deren Auftreten etwa aufgrund der anliegenden Spannung besonders unwahrscheinlich ist, dennoch hohe Dichten auf Kosten von wahrscheinlicheren Typen zugewiesen werden, da dies im Rahmen des Kleinsten-Quadrat-Ansatzes günstig ist. Es bietet sich daher an die Dichten dieser unwahrscheinlichen Typen nicht als Unbekannte in das Gleichungssystem aufzunehmen, um ein realistischeres Ergebnis zu erhalten. Hierfür sind valide Abschätzungen notwendig, welche Versetzungstypen aktiv sind. Dies geschah über die Bestimmung des Schmidfaktors jedes Gleitsystems jeden Datenpunktes, wobei hohe Werte einer hohen Schubspannung auf dem jeweiligen System und damit hoher treibender Kraft, in diesem Fall in Form der Peach-Köhler-Kraft, zur Bildung und Bewegung von Versetzungen entsprechen. Es wurden dann nur die Versetzungen auf den Gleitsystemen mit höchsten Schmidfaktoren zur Konstruktion des Gleichungssystems verwendet. Welche Versetzungen welchen Gleitsystemen zugehörig sind kann aus Tabelle 5.2 und der Versetzungsbasis in Tabelle 5.3 nach Arsenlis und Parks [17] entnommen werden. Berechnet wurde der Schmidfaktor m aus Gleichung 5.8 aus der wirkenden Zugachse \mathbf{a} der Ebenennormale \mathbf{n} und der Gleitrichtung \mathbf{d} , wobei alle Größen in Probenkoordinaten verwandt wurden.

$$m = (\mathbf{a} \cdot \mathbf{d}) \cdot (\mathbf{a} \cdot \mathbf{n}) \quad (5.8)$$

Aufgrund des Risses und der daraus hervorgehenden vollständigen Deformation des Balkens konnte dessen Biegelinie nicht rekonstruiert werden. Für die Bestimmung des Schmidfaktors eines beliebigen Punktes konnte somit keine angemessene Abschätzung der dortigen Belastungsrichtung getroffen werden. Stattdessen wurde die bikristalline Struktur des Balkens ausgenutzt. Die Zugachse liegt hier über die gesamte Länge des Balkens in derselben kristallographischen Richtung und ändert über den Querschnitt lediglich ihr Vorzeichen, weshalb anzunehmen ist, dass in jedem Punkt eines Kristalls die, auf den Gleitsystemen wirkenden, Schmidfaktoren annähernd identisch sind. Die beste Abschätzung für die wirkende Belastungsachse konnte am linken Rand des Balkens ($x = 1$) getroffen werden, wo der Balken in den massiven Probenteil übergeht, da hier von keiner Verschiebung auszugehen ist. Daher konnte die Zugachse in diesem Teil des Balkens als parallel zur x-Achse angenommen werden. Um den Einfluss des Orientie-

Gleitsystem	Ebenennormale \mathbf{n}	Gleitrichtung \mathbf{d}	Versetzungen
1	$\frac{1}{\sqrt{3}} [1 \ 1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [-1 \ 1 \ 0]$	1, 16
2	$\frac{1}{\sqrt{3}} [1 \ 1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [1 \ 0 \ -1]$	2, 17
3	$\frac{1}{\sqrt{3}} [1 \ 1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [0 \ -1 \ 1]$	3, 18
4	$\frac{1}{\sqrt{3}} [1 \ -1 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [-1 \ -1 \ 0]$	4, 13
5	$\frac{1}{\sqrt{3}} [1 \ -1 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [1 \ 0 \ 1]$	5, 14
6	$\frac{1}{\sqrt{3}} [1 \ -1 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [0 \ 1 \ -1]$	6, 18
7	$\frac{1}{\sqrt{3}} [-1 \ 1 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [1 \ 1 \ 0]$	7, 13
8	$\frac{1}{\sqrt{3}} [-1 \ 1 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [-1 \ 0 \ 1]$	8, 17
9	$\frac{1}{\sqrt{3}} [-1 \ 1 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [0 \ -1 \ -1]$	9, 15
10	$\frac{1}{\sqrt{3}} [-1 \ -1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [1 \ -1 \ 0]$	10, 16
11	$\frac{1}{\sqrt{3}} [-1 \ -1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [-1 \ 0 \ -1]$	11, 14
12	$\frac{1}{\sqrt{3}} [-1 \ -1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [0 \ 1 \ 1]$	12, 15

Tabelle 5.2: Gleitsysteme und zugehörige Versetzungstypen.

rungsrauschens auf die ermittelten aktiven Gleitsysteme zu vermindern wurde für jeden der Kristalle die mittlere Orientierung aller Messpunkte, für die $x = 1$ gilt, gebildet. Für diese wurden dann die aktiven Gleitsysteme und die entsprechenden Versetzungstypen bestimmt, die dann für alle Punkte des jeweiligen Kristalls als gültig angenommen wurden. Die Bestimmung der mittleren Orientierung \mathbf{q}_m erfolgte gemäß Humbert und Gey [38] nach Gleichung 5.11 bzw. Gleichung 5.10 aus den den Orientierungen der Messpunkte entsprechenden Quaternionen \mathbf{q} , die zuvor gemäß Morawiec nach Gleichung 5.9 aus den Rotationsmatrices R bestimmt wurde. Die auf diese Weise ermittelten Schmidfaktoren sowie die ihnen zugehörigen Gleitsysteme mit Indizierung entsprechend Tabelle 5.2 sind in den Tabellen 5.4 und 5.5 in absteigender Ordnung aufgelistet. Die Versetzungsdichte wurde auf diese Weise in mehreren Durchläufen unter Annahme verschiedener Anzahlen aktiver Gleitsysteme bestimmt, wobei alle Werte von zwei bis zwölf verwandt wurden. Zwei aktive Systeme bilden dabei das Minimum, da mindestens drei linear unabhängige Burgers- und Linienvektorprodukte notwendig sind um einen beliebigen Nye-Tensor zu beschreiben. Zwölf aktive Systeme hingegen entsprechen vollständiger, gleichberechtigter Aktivität aller Gleitsysteme im kfz-Gitter. Zudem wurde das Residuum der Lösung als Differenz des aus den Orientierungsdaten ermittelten und des nach Gleichung 5.6 aus der errechneten Versetzungsdichte resultierenden Nye-Tensors bestimmt.

$$q_0 = \pm \frac{\sqrt{R_{ii}}}{2} \quad (5.9)$$

$$q_i = \mp \frac{\epsilon_{ijk} R_{jk}}{-4q_0}$$

Versetzung	Burgersvektor \mathbf{b}	Linienvektor \mathbf{l}
1	$\frac{A}{2} [-1 \ 1 \ 0]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [-1 \ -1 \ 2]$
2	$\frac{A}{2} [1 \ 0 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [-1 \ 2 \ -1]$
3	$\frac{A}{2} [0 \ -1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [2 \ -1 \ -1]$
4	$\frac{A}{2} [-1 \ -1 \ 0]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [-1 \ 1 \ -2]$
5	$\frac{A}{2} [1 \ 0 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [-1 \ -2 \ 1]$
6	$\frac{A}{2} [0 \ 1 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [2 \ 1 \ 1]$
7	$\frac{A}{2} [1 \ 1 \ 0]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [1 \ -1 \ -2]$
8	$\frac{A}{2} [-1 \ 0 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [1 \ 2 \ 1]$
9	$\frac{A}{2} [0 \ -1 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [-2 \ -1 \ 1]$
10	$\frac{A}{2} [1 \ -1 \ 0]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [1 \ 1 \ 2]$
11	$\frac{A}{2} [-1 \ 0 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [1 \ -2 \ -1]$
12	$\frac{A}{2} [0 \ 1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{6}} [-2 \ 1 \ -1]$
13	$\frac{a}{2} [1 \ 1 \ 0]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [1 \ 1 \ 0]$
14	$\frac{A}{2} [1 \ 0 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [1 \ 0 \ 1]$
15	$\frac{A}{2} [0 \ 1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [0 \ 1 \ 1]$
16	$\frac{A}{2} [-1 \ 1 \ 0]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [-1 \ 1 \ 0]$
17	$\frac{A}{2} [1 \ 0 \ -1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [1 \ 0 \ -1]$
18	$\frac{A}{2} [0 \ -1 \ 1]$	$\frac{1}{\sqrt{2}} [0 \ -1 \ 1]$

Tabelle 5.3: Versetzungsbasis nach Arsenlis und Parks [17]. Die Größe A entspricht hier der Gitterkonstante des betrachteten Gitters.

Gleitsystem	11	3	8	9	10	1
Schmidfaktor	0.4629	0.4107	0.3782	0.3260	0.2571	0.2130
	12	2	6	5	7	4
	0.2058	0.1978	0.1211	0.1131	0.0522	0.0080

Tabelle 5.4: Nach Schmidfaktor geordnete Gleitsysteme des vollständigen Korns.

Gleitsystem	10	4	12	8	6	5
Schmidfaktor	0.4738	0.3691	0.3494	0.2831	0.1907	0.1784
	9	11	7	2	1	3
	0.1630	0.1244	0.1201	0.0197	0.0154	0.0043

Tabelle 5.5: Nach Schmidfaktor geordnete Gleitsysteme des vom Riss gespaltenen Korns.

$$R = \begin{pmatrix} q_0^2 + q_1^2 - q_2^2 - q_3^2 & 2(q_1q_2 - q_0q_3) & 2(q_1q_3 + q_0q_2) \\ 2(q_1q_2 + q_0q_3) & q_0^2 - q_1^2 + q_2^2 - q_3^2 & 2(q_2q_3 - q_0q_1) \\ 2(q_1q_3 - q_0q_2) & 2(q_2q_3 + q_0q_1) & q_0^2 - q_1^2 - q_2^2 + q_3^2 \end{pmatrix} \quad (5.10)$$

$$\mathbf{q}_m = \frac{\sum \mathbf{q}}{\|\sum \mathbf{q}\|} \quad (5.11)$$

6 Validierung der Methode und Parameterwahl

6.1 Erreichbare Winkelgenauigkeit unter Verwendung von CrossCourt™ 3.2

HR-EBSD wird in dieser Arbeit mittels der Software CrossCourt™ durchgeführt. Diese ist jedoch nur in Version 3.2 verfügbar, in die noch nicht die in Abschnitt 3.3.3 erwähnte remapping-Methode implementiert ist. Da hoch plastisch verformte Proben untersucht werden, ist mit Gitterrotationen von deutlich über 1° zwischen einzelnen Messpunkten zu rechnen. Dementsprechend ist von großen mittleren Fehlern von etwa 10^{-4} beim ermittelten Dehnungstensor und einem kleinerem mittleren Fehler von etwa 10^{-5} , also von einigen 10^{-4} Grad, beim ermittelten Rotationstensor auszugehen [24].

Ein Einfluss der Probenneigung zum Detektor auf die Qualität der Rotationsmessung sollte ausgeschlossen bzw. festgestellt werden. Hierzu werden je vier EBSP eines Kalibrierkristalls aus Silizium bei verschiedenen Neigungen aufgezeichnet. Bei jeder Neigung wurden zwei Messungen vorgenommen: eine in einer Referenzposition und mit um 2° gedrehtem Probenteller. Der aus den EBSP der Referenzposition erstellte Datensatz wird in CrossCourt™ ausgewertet, wobei eines der Pattern durch eines der Messung der um 2° gekippten Probe ersetzt wird (vgl. Abbildung 6.1). Hierbei muss darauf geachtet werden, dass nach dem Drehen des Tellers die Position des Strahls noch der Arbeitsabstand verändert wird, sodass sich die pattern center zwischen beiden Messungen nicht ändern. Die Rotation des Probentellers entspricht einer Rotation um die x_3 -Achse des Koordinatensystems von CrossCourt™. Demnach sollte die ω_{12} -Komponente des Rotationstensor einen Wert von 2° aufweisen. Die ermittelten Werte sind in Abbildung 6.2 dargestellt.

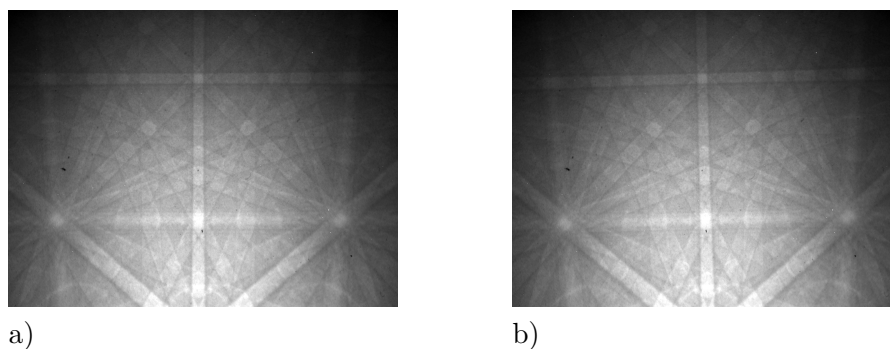


Abbildung 6.1: Aufgenommene EBSP des Silizium-Einkristalls in Referenzposition a) und um 2° rotierter Position b).

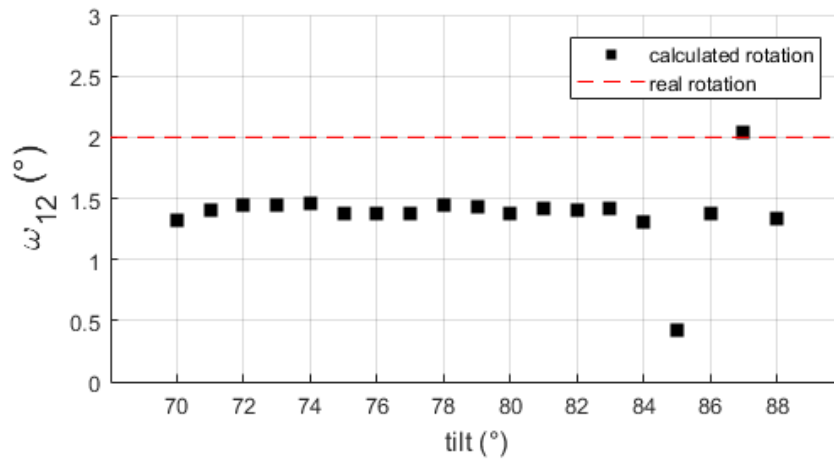


Abbildung 6.2: Mit CrossCourt™ ermittelte Rotation ω_{12} einer um 2° gedrehten Probe bei verschiedenen Kippwinkeln.

Alle Messpunkte zeigen auffälligerweise eine um einige Größenordnungen größere Abweichung vom korrekten Wert als die von Britton et al. angegebenen 10^{-4} Grad. Mit Ausnahme zweier Ausreißer bei Kippwinkeln von 85° und 87° schwanken die Messpunkte um einen Mittelwert von $1,394^\circ$ mit einer Standardabweichung von $0,046^\circ$. Zudem ist keine eindeutige Korrelation zwischen Kippwinkel und gemessenem Rotationswinkel zu erkennen. Eine derart hohe Abweichung kann nicht auf einen etwaigen Fehler in der Positionierung des Probenhalters zurückgeführt werden, da dieser über eine Rücklauf-Korrektur verfügt, die ein Spiel im Getriebe, sofern vorhanden, ausgleicht. Ein Fehler in der Einstellung des Kippwinkels konnte ebenfalls ausgeschlossen werden. Hierzu wurde der, bei einem Kippwinkel von 84° aufgenommener, Datensatz mehrfach in CrossCourt™ ausgewertet, wobei hierfür jeweils andere virtuelle Werte für den Kippwinkel angegeben wurden. Zwar war hier ein leichter Abfall von ω_{12} hin zu kleineren Kippwinkeln zu beobachten, über den gesamten überprüften Bereich von 50° bis hin zu annähernd 90° weichen alle Werte von jedoch um mindestens $0,75^\circ$ vom Realwert ab, wie in Abbildung 6.3 gezeigt. Um eine Fehlkalibrierung des pattern centers auszuschließen wurde dieses nachträglich verändert und der Einfluss der Verschiebung dessen einzelner Komponenten auf die von CrossCourt™ errechnete Rotation ω_{12} anhand desselben Datensatzes untersucht. Dabei zeigte sich, dass eine Änderung der x-Koordinate keinerlei Auswirkung auf das Ergebnis hat, weshalb diese nicht weiter betrachtet wurde. Selbst große Änderungen der y- und z-Koordinaten führten jedoch, wie Abbildung 6.4 zu entnehmen, nur zu minimalen Abweichungen des bestimmten Wertes von ω_{12} . Dies ist in soweit verwunderlich, dass das pattern centers im Hinblick auf die Funktionsweise der HR-EBSD eine fundamentale Rolle bei der Bestimmung des Deformationsgradienten und damit auch

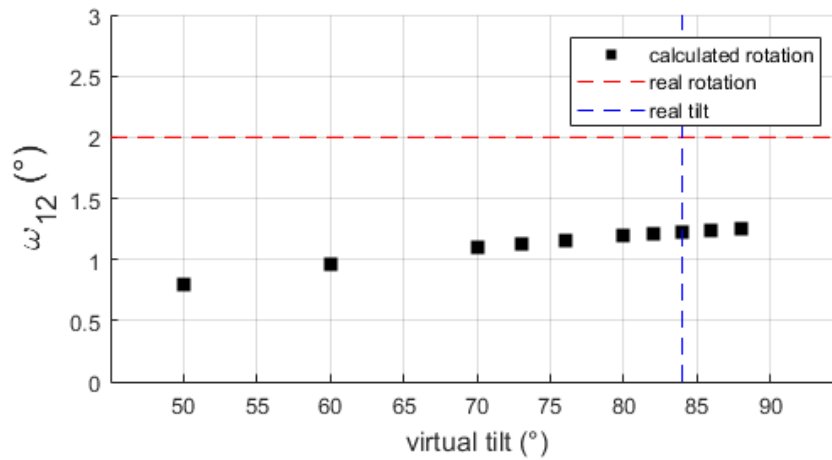


Abbildung 6.3: Mit CrossCourt™ ermittelte Rotation ω_{12} einer um 2° gedrehten Probe bei verschiedenen virtuellen Kippwinkeln.

der Rotation spielt. Ein Grund für dessen geringen Einfluss auf das Ergebnis konnte nicht gefunden werden, jedoch kann somit dessen Fehlkalibrierung nicht Ursache der des untersuchten Fehlers sein. Um andere systematische Fehler während der Messung auszuschließen wurde ein künstliches Pattern in einer Referenz- und gedrehter Orientierung erzeugt. Es handelte sich dabei jedoch nicht um ein echtes, simuliertes Pattern, wie es beispielsweise mit der Mehrstrahlmethode generiert werden kann, sondern um eine Attrappe aus wenigen, sich im Zentrum überkreuzenden Linien mit Gaussprofil wie in Abbildung 6.5 gezeigt. Da CrossCourt™ keine Bandindizierung durchführt, ist der Inhalt des Bildes prinzipiell für das Ergebnis unerheblich. Der Überkreuzungspunkt der Linien liegen exakt in der Bildmitte, wo auch das pattern center liegt. Es liegen keinerlei Verzerrungen vor und Detektor- sowie Kristallsystem sind im Referenzzustand identisch. Eine Rotation ω_{12} entspricht dadurch einer einfachen Rotation des Bildes um seine Mitte. Das Bild wurde durch ein MATLAB-Skript als 16-Bit .tiff generiert, um den Einfluss von Rundungsartefakten durch andere Arten der Bildbearbeitung gering zu halten. Die gewählte Rotation beträgt auch hier 2° . Der von CrossCourt™ errechnete Wert lag jedoch auch unter diesen Bedingungen mit $1,86^\circ$ deutlich unterhalb des tatsächlichen Wertes. Um auszuschließen, dass die Qualität der EBSD Ursache der starken Abweichung ist, wurde zum Vergleich eine weitere DIC-Software, VEDDAC, hinzugezogen. Hiermit wurde ein Wert von fast exakt 2° ermittelt. Es ist daher von keinem systematischen Fehler der Methodik, sondern von CrossCourt™ auszugehen, dessen Ursache jedoch unbekannt bleibt.

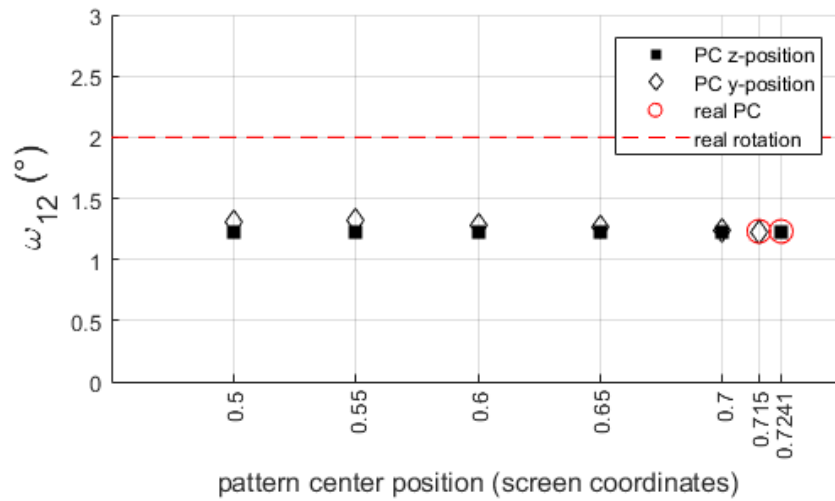
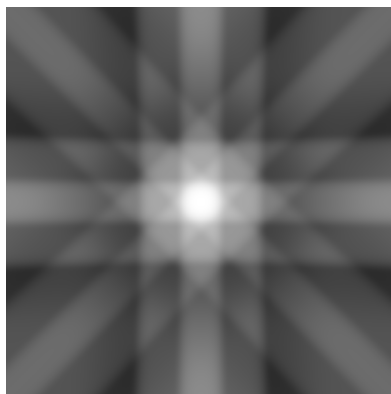
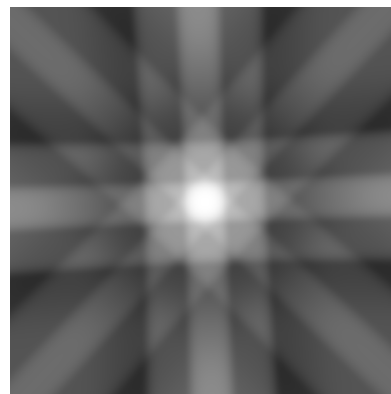


Abbildung 6.4: Mit CrossCourt™ ermittelte Rotation ω_{12} einer um 2° gedrehten Probe bei verschiedenen virtuellen Kippwinkeln.



a)



b)

Abbildung 6.5: Mit MATLAB erzeugte EBSP-Attrappen in Referenzposition a) und um 2° rotierter Position b).

6.2 Einfluss der Schrittweite der EBSD-Messung auf die ermittelte Disclinationdichte

Die Schrittweite der EBSD-Messung ist in zweifacher Hinsicht relevant. Zum einen bestimmt sie die Größe des betrachteten Volumenelementes und begrenzt somit die Zahl der GNDs sowie die Genauigkeit und damit Aussagekraft aller Ableitungen von ω , also κ und β . Zum anderen bestimmt sie maßgeblich die Dauer des Messprozesses, da die Genauigkeit aller Messgrößen in alle Raumrichtungen gleich sein soll, weshalb der Abstand der einzelnen Scheiben der FIB-Tomographie der lateralen Schrittweite des EBSD entsprechen muss.

Die Schrittweite muss also, wie bei vielen anderen Untersuchungen, klein genug sein, um die zu untersuchenden Details abbilden zu können, und groß genug sein, um die Praktikabilität des Experiments zu gewährleisten und Driftartefakte zu vermeiden. Um einen entsprechenden Wert abschätzen zu können wird eine EBSD-Messung eines großen Gebietes einer deformierten Probe mit der höchsten in Frage kommenden Auflösung, in diesem Fall 50 nm, durchgeführt und die EBSP hinterlegt. Aus den aufgenommenen EBSP werden mehrere Datensätze mit verschiedenen Schrittweiten für CrossCourt™ erzeugt, indem jeweils die Messpunkte ausgelassen werden, deren Positionen keine Vielfachen der gewählten Schrittweite ist. Alle Datensätze werden mit CrossCourt™ ausgewertet und jeweils die Disclinationdichte bestimmt. Als Maß für die Qualität der Messung sollen Höhe ihres Mittelwertes und Standardabweichung, zur Beschreibung der „Menge“ erfasster Details, sowie deren Verhältnis zueinander, zur Abbildung des Signal-Rausch-Verhältnisses dienen. Wie Abbildung 6.6 zu entnehmen zeigt keiner der Werte einen nennenswerten Anstieg bei Schrittweiten oberhalb von 300 nm. Mittelwert und Standardabweichungen steigen bis zur kleinsten Schrittweite hin stetig und deutlich an, der Verlauf ihres Verhältnisses flacht ab und erreicht sein Maximum bei 100 nm. Dies weist darauf hin, dass bei einer Verkleinerung der Schrittweite unterhalb von 100 nm keine Verminderung des Rauschens mehr erreicht wird, weshalb auch höhere Messwerte der Disclinationdichte bzw. GND-Dichte keinen größeren Informationsgehalt tragen, da keine Kontrasterhöhung stattfindet. Eine naheliegende Erklärung hierfür ist die Limitierung der lateralen Auflösung aufgrund der endlichen Größe des Bereiches, aus dem das EBSP stammt. Für sehr kleine Schrittweiten beginnen diese einander zu überlappen, sodass schon während der Messung eine intrinsische Glättung der Daten vorgenommen wird. Die in der Untersuchung verwendete Schrittweite von 100 nm liefert somit jegliche Information, die durch das zur Verfügung stehende System ermittelt werden kann.

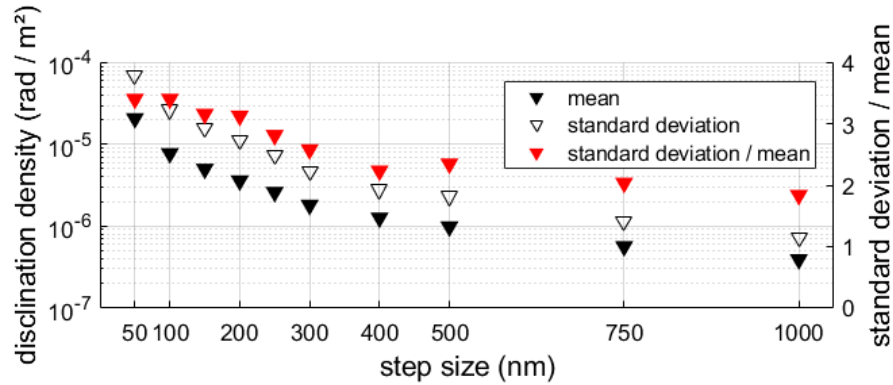


Abbildung 6.6: Mittelwert und Standardabweichung der Disclinationdichte und deren Verhältnis bei verschiedenen Schrittweiten.

6.3 Einfluss der Zahl der zur HR-EBSD verwendeten ROIs auf relevante Messgrößen

Die Qualität der DIC zur Bestimmung der Verschiebungen hängt direkt mit der Anzahl der verwendeten ROIs zusammen. Je mehr ROIs zur Verfügung stehen, desto weniger fallen eventuelle Ausreißer wie rogue shifts ins Gewicht bzw. desto besser sind diese über robuste, gewichtete Fit-Methoden [24] zu beseitigen. Britton et al. befanden, dass eine Mindestzahl von einer zentralen umringt von weiteren 19 ROIs ein ausreichend bestimmtes Problem zur Bestimmung des Verschiebungsgradienten erzeugen, um valide Ergebnisse zu erhalten [23]. Insbesondere in Anbetracht der großen Zahl von Messpunkten wirkt sich die Zahl der verwendeten ROIs jedoch maßgeblich auf die verwendete Rechenzeit aus, da für jede weitere ROI eine zusätzliche Korrelation zwischen allen Messpunkten und den zugehörigen Referenzen durchgeführt werden muss. Um die Anzahl der ROIs zu bestimmen, die in angemessener Rechenzeit verarbeitbar ist ohne die Qualität der Ergebnisse zu gefährden, soll die Konvergenz der Disclinationdichte, dem HR-KAM-Wert (KAM = kernel average misorientation) und der errechneten Mises-Spannung, untersucht werden, wenn der selbe Messbereich einer Probe mit unterschiedlichen Anzahlen von ROIs analysiert wird. Dazu werden erneut die Mittelwerte und Standardabweichungen der Messgrößen bestimmt. Deren Verläufe sind in Abbildung 6.7 dargestellt. Die Mises-Spannung zeigt keine ausgeprägte Konvergenz verglichen mit ihrer Fluktuation. Disclinationdichte und HR-KAM hingegen konvergieren deutlich, sodass ihre Werte bei ROI-Zahlen oberhalb von 40 kaum voneinander abweichen. Von einer Erhöhung der

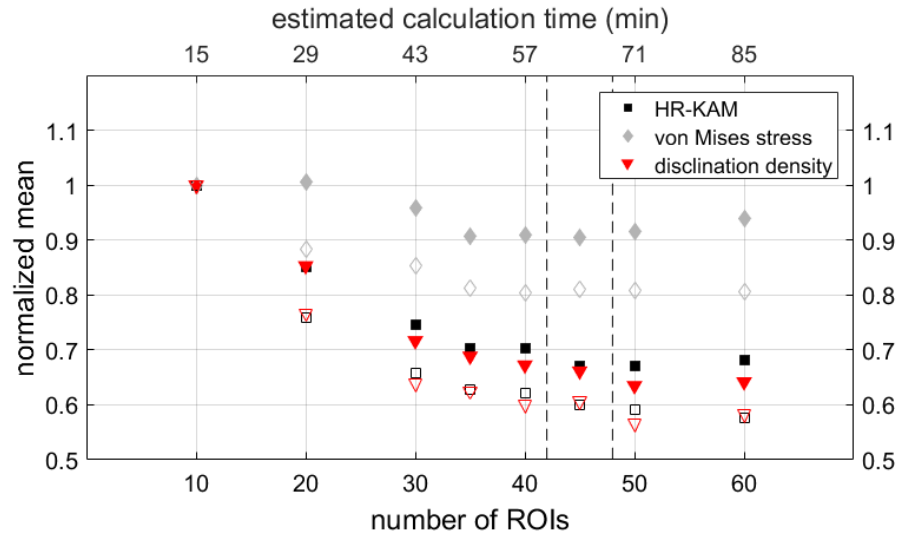


Abbildung 6.7: Mittelwert und Standardabweichung der Disclinationdichte, Mises-Spannung und des HR-KAM-Wertes. Zur erleichterten Darstellung sind alle Größen auf ihren jeweiligen Wert bei 10 ROIs normiert. Die gestrichelten Linien markieren den als Optimum befundenen Bereich.

Anzahl verwendeter ROIs ist dennoch weiterhin eine verbesserte Stabilität der Ergebnisse zu erwarten. In Anbetracht der Rechenzeiterparnis und der Konvergenz der relevanten Ergebnisse hingegen kann ein Wert von 45 ROIs als vertretbar angesehen werden.

6.4 Implementierung eines auf Misorientierung basierenden Alignment-Algorithmus und Bewertung seiner Notwendigkeit im Rahmen dieser Arbeit

In der vorgenommenen Rekonstruktion des Balkens wurde wie erwähnt kein Alignment der einzelnen Schnitte zueinander vorgenommen. Dieser Entscheidung voraus gingen einige Untersuchungen zum Alignment basierend auf Orientierungsdaten. Grundlage war die Bewertung einer möglichen Verschiebung dx entlang der x-Achse und dy entlang der y-Achse zweier Schnitte zueinander anhand der resultierenden mittleren Misorientierung zwischen beiden Schnitten. Die Misorientierung $\Delta\theta$ zweier Orientierungen O_1 und O_2 wurde nach Kocks [39] gemäß Gleichung 6.1 ermittelt

$$\Delta\theta = \arccos\left(\frac{1}{2}R_{11} + R_{22} + R_{33} + 1\right) \quad (6.1)$$

wobei R der Rotationsmatrix entspricht, für die $O_2 = RO_1$ erfüllt ist, also die Objekte aus der Orientierung O_1 nach O_2 rotiert. $\Delta\theta$ entspricht der Größe des Winkels bei einer Überführung von R in Winkel-Achse-Darstellung. Die Orientierungen sind identisch mit den Rotationsmatrices, die sich für die betrachteten Messpunkte nach Gleichung 5.2 aus deren Euler-Winkeln ergeben. Aufgrund der Symmetrie des kristallinen Gitters kann $\Delta\theta$ zwischen zwei Orientierungen nicht über einen gewissen Winkel steigen. Im betrachteten kubisch-flächenzentrierten Fall beträgt die höchst mögliche Misorientierung $62,8^\circ$. Da eine beliebige Orientierung vollkommen äquivalent zu allen zu ihr symmetrischen Orientierungen ist, ist sie in sich mehrdeutig, sodass für ein gegebenes Paar von Orientierungen unterschiedliche Misorientierungen bestimmt werden können. Dieser Umstand wird in der oben gezeigten Gleichung nicht reflektiert, sodass deutlich höhere Winkel errechnet werden können als real vorhanden. Um dies zu vermeiden muss die Misorientierung zwischen O_1 mit jeder der zu O_2 gleichwertigen Orientierung errechnet werden. Die korrekte Misorientierung entspricht dem niedrigsten der so errechneten Werte.

Die mittlere Misorientierung zweier Schnitte entspricht dem Quotient der Summe aller Misorientierungen der Messpunkte eines Schnittes zu den jeweils darunterliegenden des anderen und der Gesamtzahl der so ermittelten Misorientierungen. Zur Bestimmung des optimalen Alignment wurde ein Suchfeld der Größe w definiert. Den Verschiebungen dx und dy wurden dann jeweils alle ganzzahligen Werte von $-w$ bis w zugewiesen und für jede Kombination die mittlere Misorientierung bestimmt. Die Paarung von dx und dy , die die niedrigste mittlere Misorientierung erzeugt, wurde als optimales Alignment für die gegebene Suchfeldgröße gewählt. Der aus den so ausgerichteten Schnitten rekonstruierte Stapel wurde dann auf die Koinzidenzfläche aller Schnitte zugeschnitten. Bei dieser Methode wird die mittlere Misorientierung, und damit das Qualitätskriterium zur Auswahl des optimalen Alignments, durch die Misorientierungen zwischen Messpunkten aus unterschiedlichen Körnern dominiert. Infolgedessen werden Alignments bevorzugt, die möglichst glatte Korngrenzen erzeugen, was jedoch in Anbetracht der dendritischen Struktur der realen CMSX-4-Korngrenze unerwünschte Resultate lieferte, wie in Abbildung 6.8 b) gezeigt. Mit zunehmender Fenstergröße fielen die Ergebnisse so extrem aus, dass die entstandene Stapel gänzlich unbrauchbar waren. Um dem vorzubeugen wurde ein Sicherheitsabstand s eingeführt. Es wurden nun ausschließlich die Messpunkte zur Bestimmung der mittleren Misorientierung zugelassen, in deren Umkreis von s Messpunkten, kein Messpunkt existiert, der einem anderen oder keinem Korn zugewiesen ist. Dadurch werden nur die inneren, vergleichsweise wenig deformierten Kornbereiche der Schnitte miteinander verglichen und die Korngrenzen ignoriert. Für unterschiedliche Suchfeldgrößen zeigte sich in allen Fällen mit wachsendem Sicherheitsabstand eine Konvergenz hin zu der Konfiguration eines Referenzstapels ohne Alignment wie in Abbildung 6.8 c) und d) klar erkennbar. Um zu überprüfen ob mit dem Alignment dennoch ein Qualitätsgewinn einhergeht, wurde aus dem Referenzstapel und dem diesem sehr ähnlichen Stapel mit den Parametern $s = 10$ und $w = 1$ jeweils ein x-Schnitt an der

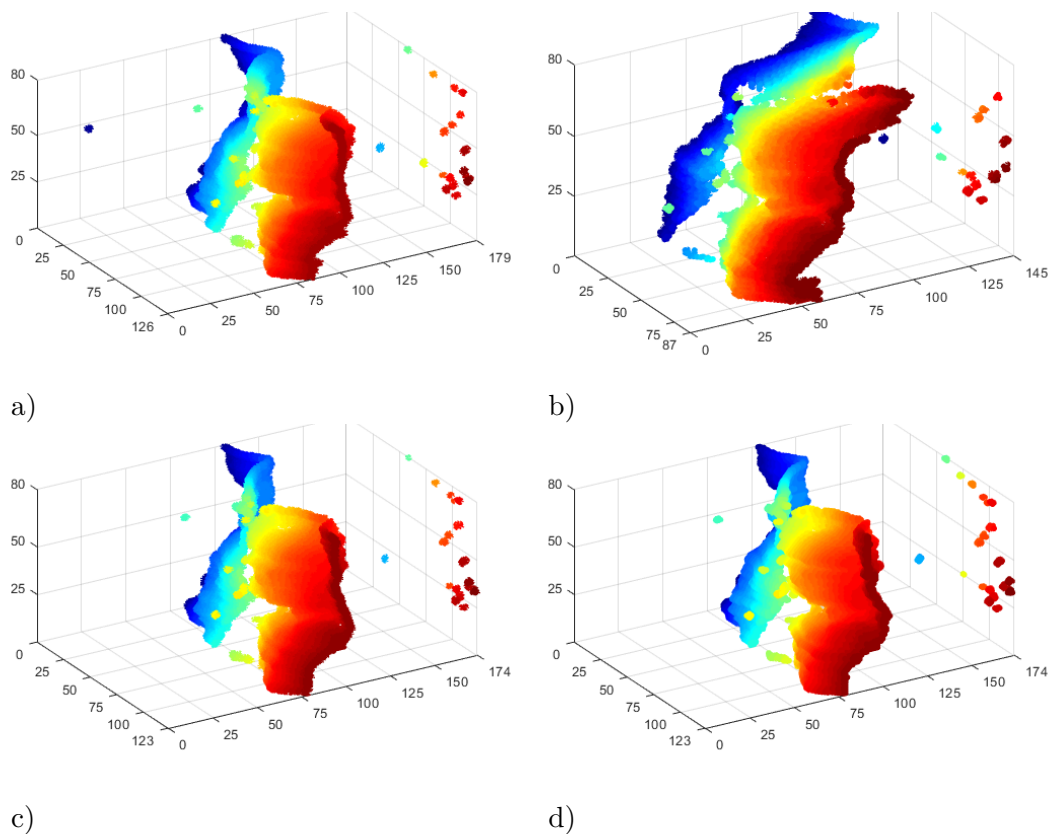


Abbildung 6.8: Resultierende Form der Korngrenze nach Anwenden verschiedener Alignment-Parameter. Ein Schritt entlang jeder Achse entspricht einem Messpunkt. Der Farbgradient entlang der x-Achse soll der Verdeutlichung der räumlichen Struktur dienen.

- a) kein Alignment
- b) Suchfeldgröße = 1; kein Sicherheitsabstand
- c) Suchfeldgröße = 1; Sicherheitsabstand = 10
- d) Suchfeldgröße = 4; Sicherheitsabstand = 10

Stelle $x=10$ erstellt und in CrossCourt™ ausgewertet. Zur Bewertung wurde die Höhe des Korrelationskoeffizienten herangezogen, die größer ist, je besser die Sicherheit in der Bestimmung der Verschiebung einer ROI ist. Die Verteilung des Korrelationskoeffizienten in beiden Schnitten sind in den Abbildungen 6.9 a) und b) dargestellt. Hierbei zeigten sich im Vergleich beim $w1s10$ -Stapel zwar leicht erhöhte Werte im Korninneren, jedoch deutlich erniedrigte in den Korngrenzen und dem Rand der Probe. Daraus wurde geschlossen, dass die einzelnen Schnitte der Tomographie bereits sehr gut zueinander ausgerichtet sind und ein Alignment in der vorgestellten Form nur zu einer Verminderung der Ergebnisqualität führen. Daher wurde wie erwähnt bei der Rekonstruktion des Balkens kein Alignment verwendet. Vermutete Ursache hierfür war die Refokussierungsmethode, die das EBSD-System beim Wechseln zwischen EBSD-Scan und FIB-Schnitt, vornimmt. Nach jeder Rotation des Probenhalters wird dabei im Bildausschnitt eine zu Beginn der Tomographie mit dem Ionenstrahl geschnittene Kreuzmarkierung durch DIC

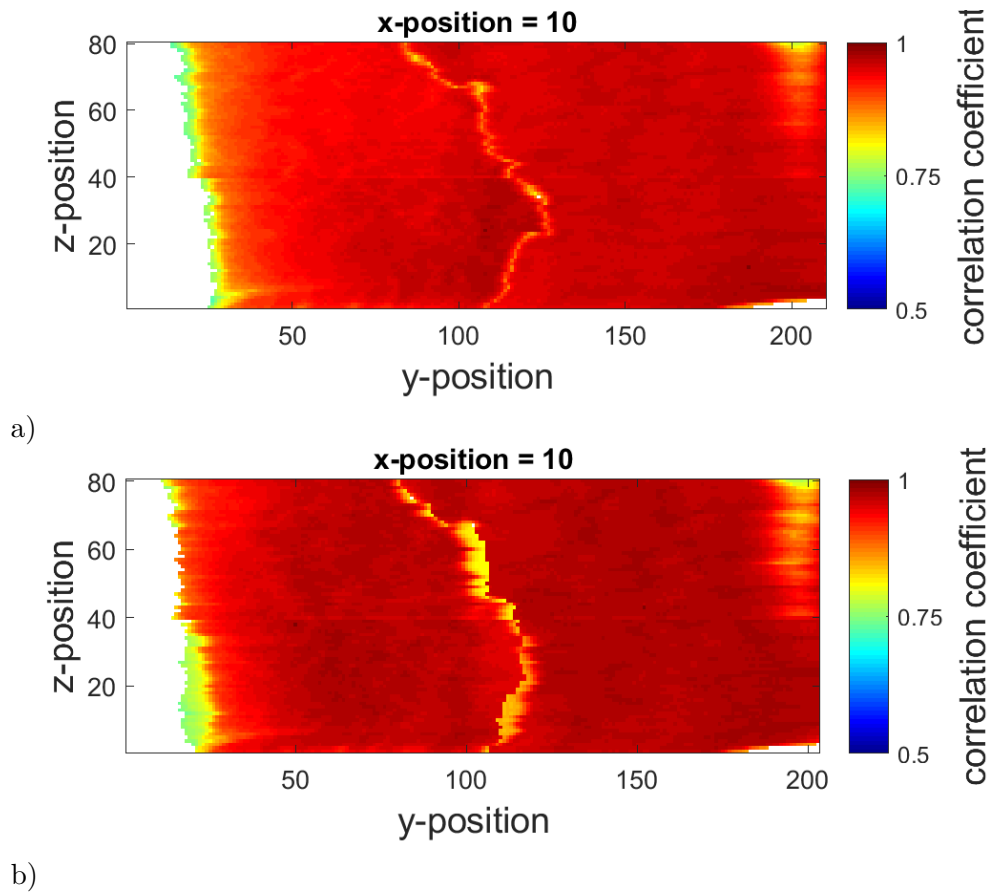


Abbildung 6.9: a) Höhe des Korrelationskoeffizienten im $x=10$ -Schnitt des Referenzstapels
 b) Höhe des Korrelationskoeffizienten im $x=10$ -Schnitt des w1s10-Stapels

lokalisiert, was zum einen der Einstellung der Strahloptik und zum anderen dem exakten Ansteuern der gewünschten Probenstelle dient. Hierdurch können Drifteffekte, wie die vorgenommene Tomographie zeigt, stark verringert werden. Für die zwar in geringerer Zahl und Ausprägung aber dennoch im Referenzstapel vorhandenen z-Schnitte mit auffallend erniedrigtem Korrelationskoeffizienten können Abweichungen in der Höhe des Materialabtrags während der FIB-Schnitte ursächlich sein. Im späteren Verlauf der Rekonstruktion wurde allerdings bei der HR-EBSD der x-Schnitte weiter im Balkeninneren ein deutliches Misalignment in der $z=45$ -Ebene festgestellt, das im vorher durchgeführten x-Schnitt bei $x=1$ nicht weiter auffällig war. Betroffen war jedoch nur die erwähnte z-Ebene, was bei der Auswertung der Ergebnisse entsprechend berücksichtigt wurde. Ein möglicher Grund für diesen einzelnen lokalen Fehler wird in dem aufgrund eines Ausfalls der Ionenquelle notwendigen Neustart der Tomographie gesehen.

6.5 Einfluss der Beam-Shift-Korrektur auf die ermittelten Relativrotationen

In jedem EBSD-Datensatz ist nur ein pattern center hinterlegt, das dem des ersten Messpunktes an der (0,0)-Koordinate des Scans entspricht. Das pattern center jeden anderen Messpunktes ist zwangsläufig nicht mit diesem identisch. CrossCourts™ Beam-Shift-Korrektur errechnet anhand der räumlichen Koordinaten eines Messpunktes unter Berücksichtigung von Arbeitsabstand, Probenneigung und effektiver Kameragröße die für diesen Punkt korrekte Lage des pattern centers ausgehend von der des ersten Messpunktes. Bei der HR-EBSD der ursprünglichen Serienschnitte wurde wie beschrieben ebendiese Korrektur verwendet. Bei der HR-EBSD der Pseudo-Schnitte musste auf diese deshalb verzichtet werden, da CrossCourt™ gemäß seiner intendierten Verwendung etwa für Messpunkte entlang der x-Achse des Scans das pattern center entlang der x-Achse des Schirmes verschiebt. Im Falle der Pseudo-Schnitte entspricht jedoch die x-Achse des Scans der y-Achse des Schirmes, sodass bei Verwendung der Beam-Shift-Korrektur fehlerhafte pattern center errechnet werden. Um die Größe des Fehlers der ermittelten Rotation durch Verzicht auf die Beam-Shift-Korrektur abzuschätzen, wurden Ergebnisse der HR-EBSD eines Schnittes mit und ohne Korrektur verglichen. Dazu wurde die Komponenten von ω beider Datensätze extrahiert deren die Differenz zueinander gebildet. Alle Einträge des resultierenden Datensatzes entsprachen in allen Messpunkten Null, was bedeutet, dass die mit und ohne Beam-Shift-Korrektur ermittelten Rotationen vollkommen identisch sind. Als wahrscheinlichste Ursache hierfür wurde das kleine tomographierte Volumen angesehen, in dem die Verschiebungen des pattern centers so gering ausfallen, dass sie für die Bestimmung der Rotation unerheblich sind.

6.6 Gültigkeit des zur Bestimmung der Disclinationdichte verwandten Formalismus

Wie in Abschnitt 2.2 dargelegt ist es nicht möglich die Disclinationdichte über den von Beausir vorgestellten Formalismus exakt zu bestimmen, da es nicht möglich ist, über lineare Interpolation zwischen zwei endlich nah aneinander liegenden Punkten einen unendlichen Gradienten zwischen diesen abzubilden, wie sie etwa im Falle von Unstetigkeiten vorliegen. Aus den ermittelten Gradienten kann somit zwar nicht auf die tatsächliche Dichte der Disclinations geschlossen werden, da die Höhe der Gradienten an Unstetigkeiten stark von der Schrittweite abhängt, sondern nur scheinbare also Pseudo-disclinationdichten. Diese Schrittweitenabhängigkeit soll nicht mit der geometrischen Notwendigkeit verwechselt werden. Sowohl Nye- als auch Disclinationstensor beschreiben nur die für das betrachtete Volumen geometrisch notwendige Defektdichte. Jedoch ist es prinzipiell möglich anhand diskreter Datenpunkte für ein Volumen den Nye-Tensor korrekt zu bestimmen, während dies für den Disclinationstensor aufgrund des beschriebenen

Fehlers nicht der Fall ist. Bei gleichbleibender Schrittweite stellen die Pseudodichten dennoch ein brauchbares, qualitatives Maß für die tatsächliche Dichte der Disclinations dar, auch wenn deren genauer Zahlenwert nicht zugänglich ist. Bei der Betrachtung zweier Punkte ist bei einer höheren Pseudodichte in einem der Punkte auch von einer höheren realen Dichte auszugehen.

7 Ergebnisse und Diskussion

7.1 Entwicklung der Disclinationdichte der Korngrenzen bei statischer Last

Bei der Bestimmung der Disclinationdichte auf der grobkörnigen Nickelprobe konnte festgestellt werden, dass die über alle Korngrenzen gemittelte Spektralnorm des Disclinationensors wie zu erwarten mit zunehmender plastischer Deformation ansteigt. So wurden für die Laststufen 0 MPa, 49 MPa, 88 MPa und 140 MPa jeweils ein Wert von $1,3070 \cdot 10^{-4} \frac{\text{rad}}{\text{m}^2}$, $1,7349 \cdot 10^{-4} \frac{\text{rad}}{\text{m}^2}$, $2,1832 \cdot 10^{-4} \frac{\text{rad}}{\text{m}^2}$ und $4,9687 \cdot 10^{-4} \frac{\text{rad}}{\text{m}^2}$ ermittelt. Die Mittelwerte über die gesamte Probe liegen jeweils drei bis vier Größenordnungen niedriger. Es liegt somit wie zu erwarten eine Konzentration der Disclinations an den Korngrenzen vor. Jedoch zeigt sich bei der Betrachtung einzelner Korngrenzen ein beliebig erscheinendes Verhalten, bei dem die Disclinationdichten von Lastniveau zu Lastniveau zu- oder abnehmen können. Dies ist anschaulich den Abbildungen 7.1 a) bis d) zu entnehmen, in denen für jede Laststufe die Korngrenzen jeweils mit dem für sie bestimmten Mittelwert der Spektralnorm hervorgehoben sind. Es konnte keine korngrenzespezifische Größe ermittelt werden, die die lokale Entwicklung der Disclinationdichte vorhersagen oder erklären konnte. So sind aus dieser Untersuchung zwar keine weiteren Erkenntnisse über das Verhalten von Disclinations in verschiedenen Korngrenzen zu entnehmen, jedoch wird die Notwendigkeit einer zusätzlichen Sonde, wie etwa den Rissen in der ermüdeten Zugprobe, zur Bestimmung der Prozesse an Korngrenzen während der Bildung von Disclinations deutlich.

7.2 Entwicklung der Disclination- und Versetzungsdichte der Korngrenze bei andauernder Ermüdung

Während der Ermüdung der Zugprobe initiierten insgesamt vier Risse, zwei davon an je einem Ende der Kerbe 3 und jeweils einer am unteren Ende der Kerben 1 und 2. Lediglich die Risse, die von Kerbe 3 ausgingen, wuchsen jedoch lang genug, um die Korngrenze zu erreichen, bevor die Probe versagte, wobei der Riss am unteren Kerbende noch über die Korngrenze hinweg wuchs. In den Abbildungen 7.2 und 7.3 ist für beide Risse der Verlauf der mittleren Spektralnomen von Disclination- und Nye-Tensor zu verschiedenen Zeitpunkten der Ermüdung für verschieden große Kreisbereiche um den Auftreffpunkt des Risses auf der Korngrenze gezeigt, wobei lediglich Messpunkte ausgewertet wurden, deren Abstand zur Korngrenze geringer als 2 Messpunkte, also kleiner $2 \mu\text{m}$ ist. Für Kreisbereiche mit einem Radius kleiner als etwa $5 \mu\text{m}$ waren deutliche Sprünge

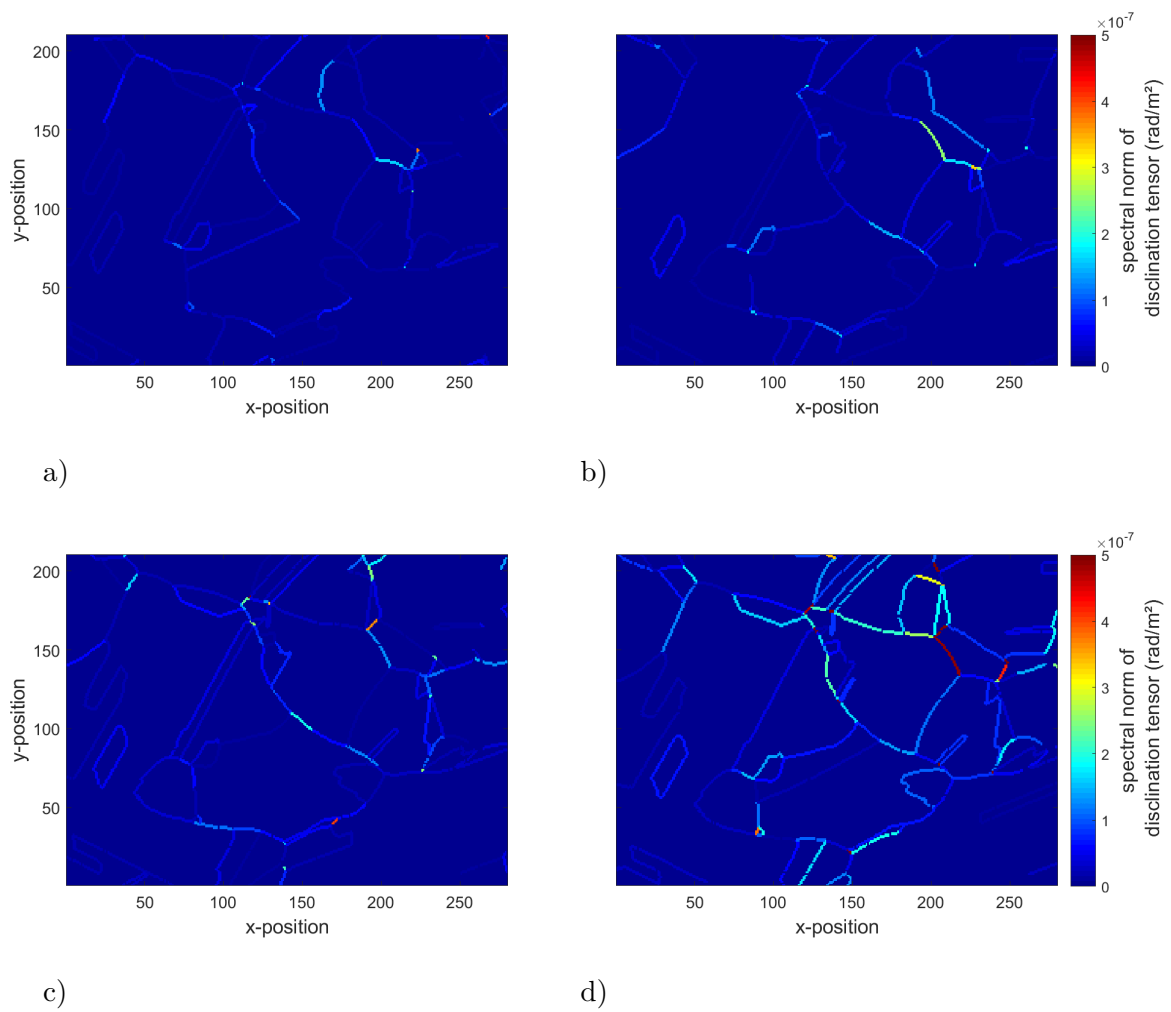


Abbildung 7.1: Mittlere Spektralnrm des Disclinationtensors auf den Korngrenzen der Nickelzugprobe bei a) 0 MPa, b) 49 MPa, c) 88 MPa und d) 140 MPa.

der Mittelwerte zu beobachten, was darauf zurückgeführt wird, dass der Auftreffpunkt des Risses auf der Korngrenze insbesondere für den Fall, dass dieser jene noch nicht erreicht hat, nicht exakt bestimmt werden kann, sodass dieser Punkt, bei dem für beide Tensoren der höchste Werte zu erwarten ist, gegebenenfalls erst bei größeren Radii des betrachteten Bereiches ausgewertet werden. Es liegt somit ein Anlaufeffekt vor, der erst bei etwa 5 μm abgeklungen ist, weshalb nur ein Kreisbereich von 5 μm bis 15 μm Radius betrachtet wird. Anhand von für beide Risse bestimmten Risswachstumskurven, wie sie in den Abbildungen 7.4 a) und b) dargestellt sind, konnte der Zeitpunkt ermittelt werden, in dem der Gleittransfer einsetzt. Dieser äußert sich durch eine Beschleunigung des Risswachstums nach einer vorausgehenden Verlangsamung aufgrund des Aufbaus von Versetzungen an der Korngrenze. Hierdurch konnte für den Riss am unteren Ende von Kerbe 3 das Einsetzen des Gleittransfers im Zyklus 22000 festgestellt werden und fand somit noch vor den ersten EBSD Messungen statt. Für den Riss am oberen Ende hingegen wurde das Einsetzen des Gleittransfers erst im Zyklus 58000 ermittelt. Im Fall des Risses am unteren Ende der Kerbe zeigt der Verlauf beider Defektgrößen zu jedem Zeitpunkt einen stetigen Abfall der mittleren Spektralnrm mit der Größe des betrachteten Bereiches, was die Lokalisierung der Deformation vermuten lässt. Hier zeigt sich des Weiteren ein sprunghafter Anstieg beider Größen in Zyklus 56000, nach dem in den nachfolgenden Zyklen der Nye-Tensor etwa auf demselben Niveau verweilt, während der Disclinationstensor leicht absinkt. Da der Gleittransfer an dieser Korngrenze bereits eingesetzt hat, kommt als Erklärung für dieses Verhalten nur das Auftreffen des Risses an der Korngrenze in Frage, was durch Beobachtungen im Rasterelektronenmikroskop (REM) bestätigt werden konnte. Durch das Auftreffen und den Transfer des Risses wird ein letztes Mal eine große Zahl an Versetzungen und infolgedessen Disclinations in die Korngrenze eingebracht. Bei weiterer Ermüdung verweilen die Versetzungen in der Korngrenze und verteilen sich lediglich über diese zu günstigeren Anordnungen, was sich in den entsprechenden Verläufen der Tensoren äußert. Jedoch ist anzumerken, dass die Messungen ab dem Auftreffen des Risses aufgrund dessen aufgeworfener Flanken stark artefaktbehaftet sein können, sodass die präsentierte Interpretation zwar schlüssig ist, jedoch nicht mit letzter Sicherheit belegbar ist, dass es sich nicht um ein Messartefakt handelt. Im Fall des Risses am oberen Ende der Kerbe zeigen die Verläufe beider Defekttensoren unterschiedliches Verhalten. Die des Disclinationstensors sind klar ersichtlich in zwei Gruppen zu unterteilen, zum einen mit hohen Werten die der Zyklen 52000 und 56000 vor und zum anderen mit deutlich niedrigeren Werten die Zyklen 60000, 63000 und 78000 nach dem Einsetzen des Gleittransfers, wobei Verläufe innerhalb der Gruppen dicht beisammen liegen. In den Verläufen des Nye-Tensors hingegen setzt sich lediglich Zyklus 56000 durch deutlich höhere Werte von den übrigen ab, was auf die Ausbildung eines pile-up kurz vor dem Einsetzen des Transfers schließen lässt, gefolgt von einer anschließenden, raschen Verteilung der Versetzungen. Der Disclinationstensor scheint somit deutlich sensibler für Transferprozesse zu sein als der Nye-Tensor und zudem deutlich früher auf die

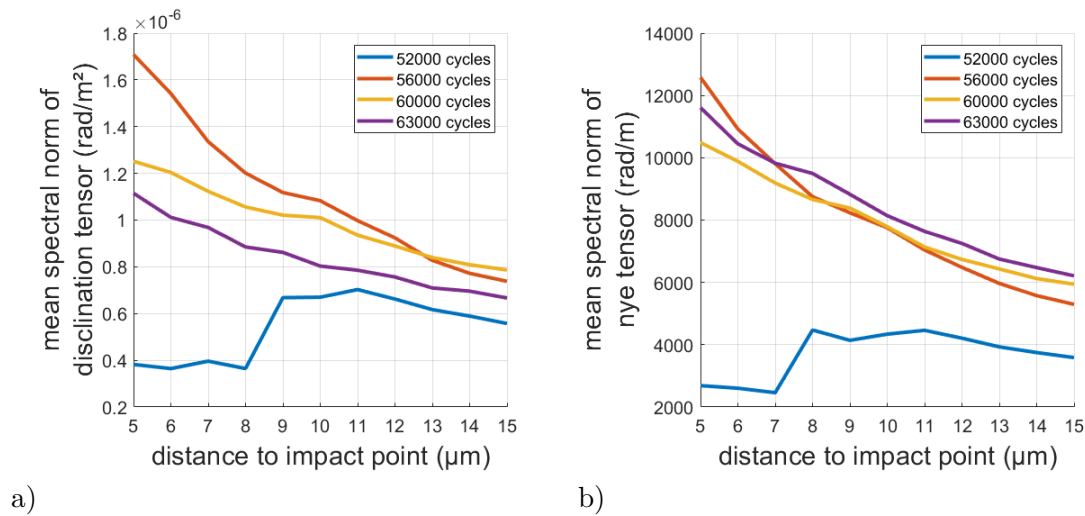
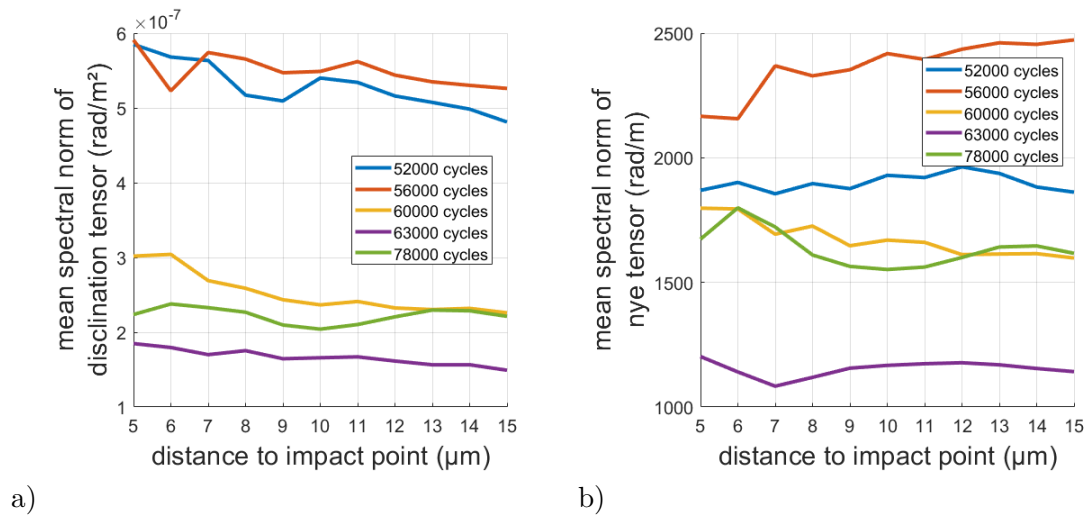


Abbildung 7.2: Mittlere Spektralnorm der Defekttensoren in verschiedenen großen Kreisbereichen um den Auftreffpunkt des unteren Risses zu verschiedenen Zeitpunkten während der Ermüdung.

a) Disclinationstensor

b) Nye-Tensor

vom Riss eintreffenden Versetzungen zu reagieren, da hier schon bei Zyklus 52000 ein hoher Wert erreicht wird. Da das Ansteigen des Disclinationtensors jedoch nicht beobachtet werden konnte, kann nicht ausgeschlossen, dass die Korngrenze schon im Voraus eine hohe Disclinationdichte aufwies und erst mit dem Einsetzen des Gleittransfers vollständig relaxierte. Wenn dies nicht der Fall ist und der Anstieg des Disclinationtensors eine Reaktion der Korngrenze auf eintreffende Versetzungen ist, spricht dies für eine bereitwillige Absorption dieser in die Korngrenze und einer resultierenden Bildung von Disclinations. Erst bei einer Sättigung der Korngrenze tritt dann die Ausbildung des pile-ups ein gefolgt vom Gleittransfer, sobald der pile-up weit genug angewachsen ist. Dies steht im Widerspruch zu gängigen Modellen, die stets davon ausgehen, dass die Spannung an der Spitze des pile-ups notwendig ist, um Versetzungen in die Korngrenze zu zwingen. Um diese Modelle in Frage zu stellen muss sich der hier beobachtete Effekt jedoch noch bei vielen weiteren Proben zeigen. Im Vergleich beider Risse liegen die Verläufe des Risses am unteren Kerbenende um mehr als eine Größenordnung über denen des anderen, was auf eine der Erwartung entsprechenden deutlich stärkeren Versetzungsaktivität beim Transfer eines Risses gegenüber der beim Transfer eines Gleitbandes hinweist. Der an Kerbe 2 initiierte Riss gelangte zwar nicht vor dem Versagen der Probe in die Nähe der Korngrenze, zeigte jedoch eine ausgesprochen lange Gleitlinie und eignete sich daher zur Überprüfung der Sensitivität der HR-EBSD gegenüber der Anwesenheit von Versetzungen. Die Gleitlinie war im Sekundärelektronenbild deutlich erkennbar, jedoch zeigten sowohl Disclination- als auch Nye-Tensor keinerlei Anzeichen für ihre Präsenz. Um zu überprüfen ob es im Rahmen der Messgenauigkeit der HR-EBSD möglich ist, die Orien-



Abbildungung 7.3: Mittlere Spektralnorm der Defekttensoren in verschiedenen großen Kreisbereichen um den Auftreffpunkt des oberen Risses zu verschiedenen Zeitpunkten während der Ermüdung.

a) Disclinationstensor

b) Nye-Tensor

tierungsänderung hervorgerufen durch eine solche Gleitlinie zu erfassen, oder ob hier ein Versagen der Methode vorliegt, wurde die durch die Gleitlinie erzeugte Winkeländerung zwischen zwei Messpunkten bestimmt. Hierzu wurde Verlauf der Gleitlinie im atomic force microscope (AFM) exakt lokalisiert und die Höhe der Gleitstufe an der Oberfläche anhand des in Abbildung 7.5 b) dargestellten Profilverlaufes ermittelt. Hierdurch wurde eine Gleitstufenhöhe von etwa 200 nm bei einer Gleitlinienlänge von etwa 200 µm ermittelt. Da der Riss immer noch in Stage-I wuchs, konnte anhand des Gleitsystems auf den Burgersvektor der Versetzung geschlossen werden, aus dem die Stufe aufgebaut ist, und aus der aus der EBSD ermittelten absoluten Orientierung des Korns dessen Lage in Probenkoordinaten bestimmt werden. Da die Gleitstufe vollständig aus dem zur Probenoberfläche senkrechten Anteil des Burgersvektors erzeugt wurde, ergibt sich die Gesamtzahl der Versetzungen auf der Gleitlinie zu etwa $\frac{200\text{nm}}{b_3} = 1433$ pro 200 nm was einer Versetzungsdichte von $7,16 \mu\text{m}^{-2}$ auf der Gleitlinie entspricht. Hieraus kann gemäß Gleichung 2.5 ein Nye-Tensor bestimmt werden, der sich wiederum durch Umkehrung der Beziehung aus Gleichung 2.13 in einen Krümmungstensor überführen lässt. Letztendlich können aus diesem durch Anmultiplizieren der verwendeten Schrittweite von 1 µm direkt die Komponenten der Misorientierungen zu den benachbarten Messpunkten bestimmt werden, wobei nur die Komponenten eine Rolle spielen, die eine Ableitung in x- oder y-Richtung darstellen, da hier lediglich 2D-EBSD-Daten zur Verfügung stehen. Für die ermittelte Versetzungsdichte ergibt sich die größte Komponente der Misorientierung zu $\kappa_{21} = 0,052^\circ$ und übersteigt damit das Orientierungsrauschens der HR-EBSD von etwa $0,005^\circ$ um mehr als das Zehnfache. Theoretisch müssten wie in Abbildung 7.6 gezeigt

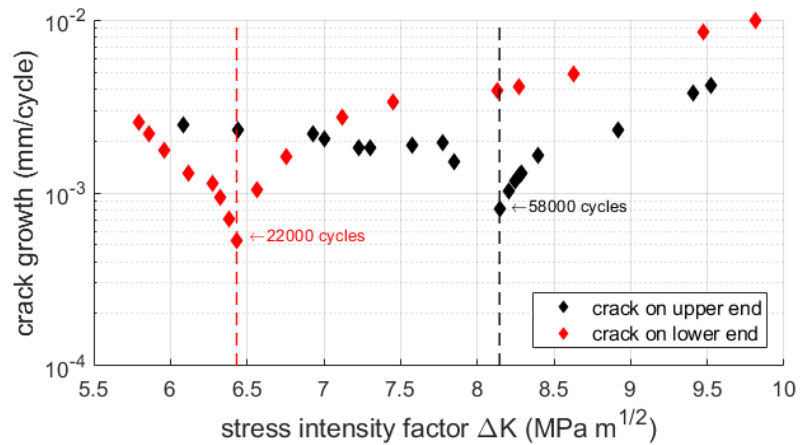


Abbildung 7.4: Wachstumskurven der Risse an Kerbe 3. Die gestrichelten Linien markieren jeweils das Einsetzen des Gleittransfers.

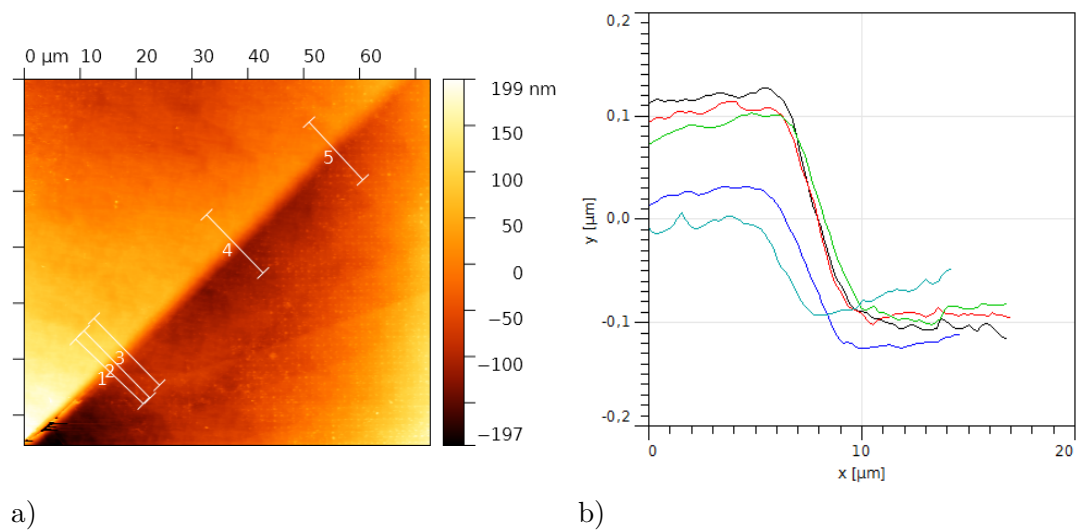


Abbildung 7.5: AFM-Aufnahme des Gleitbandes:

- a) Höhenbild der Gleitstufe im AFM.
- b) Profilverlauf entlang der Linien 1 (schwarz), 2 (rot), 3 (grün), 4 (blau) und 5 (cyan) im Höhenbild.

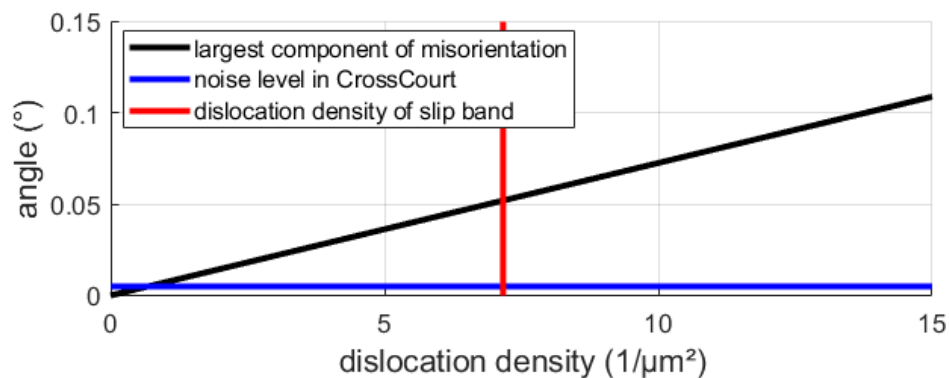


Abbildung 7.6: Maximal Auftretende Misorientierung in Abhängigkeit von der Versetzungsdichte der Gleitlinie

schon Versetzungsdichten größer als etwa μm^{-2} über dem Rauschniveau liegen. Warum die Gleitlinie jedoch in den HR-Daten nicht sichtbar ist kann nicht erklärt werden.

7.3 3D-Rekonstruktion

Durch das beschriebene Verfahren konnte eine vollständige Rekonstruktion des tomographierten Volumens erzeugt werden. In Abbildung 7.7 a) sind die rekonstruierten Kornvolumina visualisiert. Die Korngrenze zeigt eine deutlich verzahnte Struktur, wie sie für polykristallines CMSX-4 aufgrund dessen dendritischen Kornwachstums typisch ist. Zur Darstellung der Versetzungsaktivität wird jeweils der Nye-Tensor herangezogen und, um diesen auf einen einzelnen Vergleichswert zu reduzieren die Spektralnrm gebildet. Diesem Wert ist eine ähnliche Aussagekraft inne wie etwa der KAM bzw. HR-KAM, die jeweils die mittlere Misorientierung eines Punktes zu seinen acht bzw. im 3D-Fall 26 nächsten Nachbarn darstellen. Abbildung 7.7 b) zeigt die Verteilung dieses Wertes im Volumen des Balkens. Hier sind deutlich die plastischen Zonen zu je beiden Seiten der Risspitze zu sehen, die wie ein Vergleich mit Abbildung 7.7 a) zeigt nur bis zur Korngrenze jedoch nicht über diese hinaus reichen. Jenseits der Korngrenze geht sämtliche Plastizität von einem vom Rissgrund ausgehendem Scherband aus. Dessen Auffächern hin zum Probenrand wurde zunächst auf den plastischen Kollaps dieses Probenbereiches, später jedoch, wie im folgenden Abschnitt erläutert jedoch auch auf ein Artefakt der HR-EBSD zurückgeführt. Zur weiteren Diskussion sind 3D-Darstellungen jedoch unhandlich, weshalb auf Schnittbilder zurückgegriffen wird.

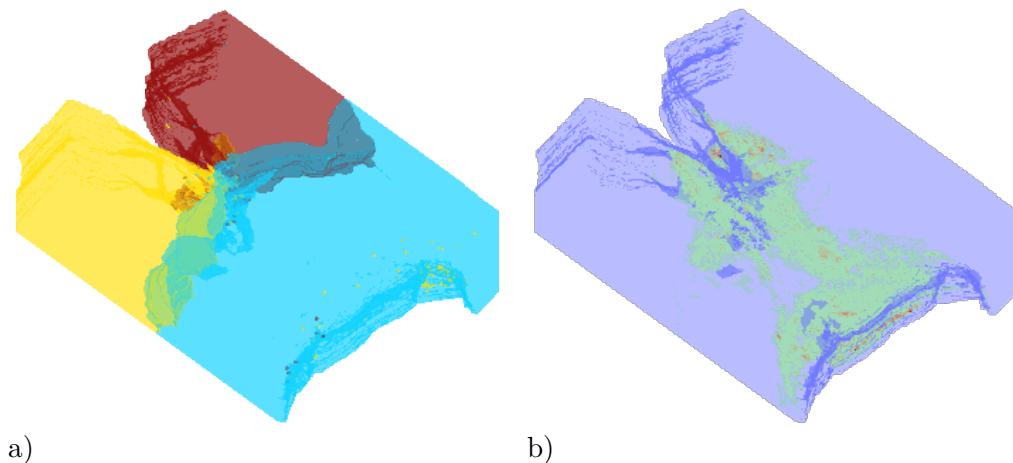


Abbildung 7.7: a) 3D-Rekonstruktion der Kornvolumina.
 b) 3D-Rekonstruktion der Verteilung des Nye-Tensors in isoplanarer Darstellung. Gemäß ihrer Färbung entsprechen die Flächenwerte der Spektralnorm des Nye-Tensors von je 0, 1,0, 1,8, 2,4, 3,0 und $3,6 \cdot 10^6$ rad pro Meter auf einer Skala von Blau über Grün und Gelb nach Rot.

7.4 Volumenverteilung des Nye-Tensors und Vergleich von HR- und Hough-Daten

Zur Bewertung der Qualität der aus der HR-ESBD gewonnen Orientierungsdaten und deren Vergleich mit den aus der klassischen EBSD stammenden wird erneut die Spektralnorm des Nye-Tensors verwendet. Im Folgenden abgebildet sind Schnitte entlang der x- und y-Achse des Balkens an der Position $z=30$. Um eine qualitative Vergleichbarkeit zu ermöglichen wurden die Farbskala in beiden Abbildungen auf die jeweils angegebenen Werte herabskaliert, sodass die Struktur der plastischen Zonen möglichst gut erkennbar ist. Daher können Werte, die gemäß ihrer Färbung dem maximalen Skalenwert entsprechen, tatsächlich weit darüber liegen, was insbesondere an Korngrenzen und dem Probenrand in der Darstellung der Hough-Daten auftritt. Wie zu erwarten zeigen die

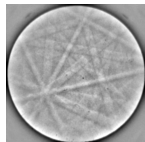
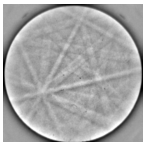
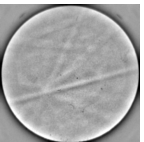
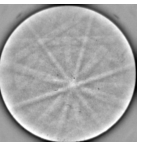
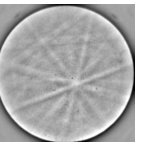
					
IQ	2333376	2355600	2481000	1637300	1755100
Korr. Koeff.	0.5233	0.5932	0.5505	0.2318	0.2172
KAM (°)	0.2423	0.1349	3.9825	0.2574	0.1892
HR-KAM (°)	0.0712	0.1237	0.5454	0.2751	0.8539

Tabelle 7.1: Über das Scherband aufgenommene EBSP an den Markierungen in den Abbildungen 7.8 a) und b) von links nach rechts mit der zugehörigen Bildqualität, Korrelationskoeffizient, KAM und HR-KAM.

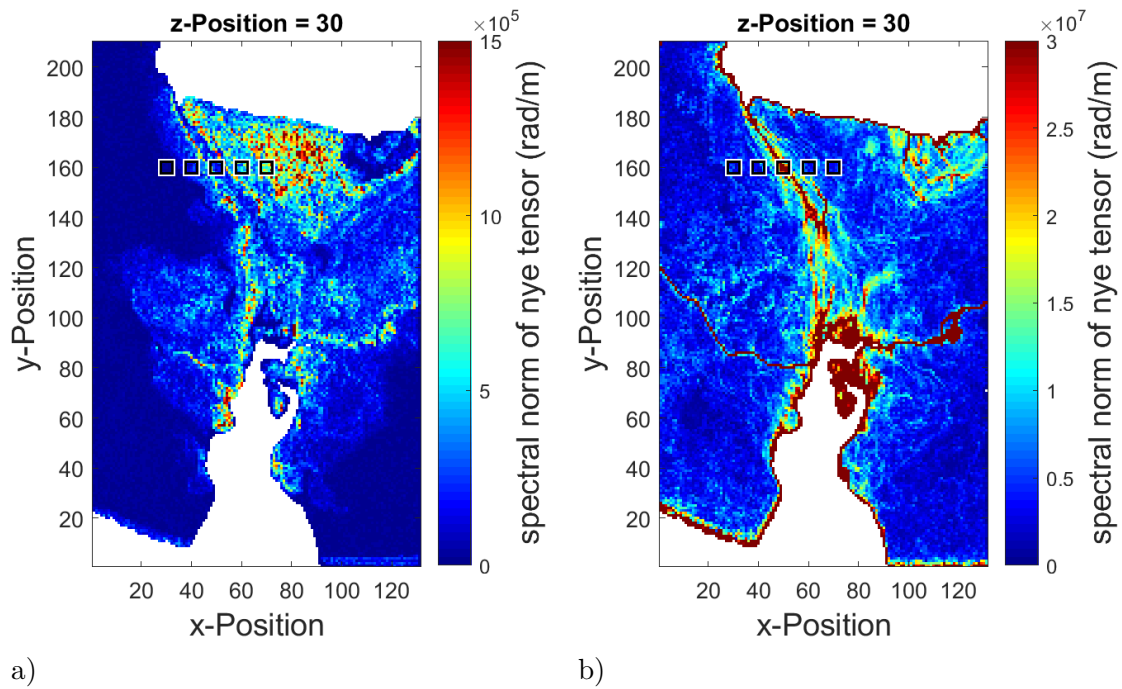


Abbildung 7.8: a) Spektralnorm des Nye-Tensors berechnet aus HR-Orientierungsdaten in der $z=30$ -Ebene des Balkens.
 b) Spektralnorm des Nye-Tensors berechnet aus Hough-Orientierungsdaten in der $z=30$ -Ebene des Balkens.
 Die Markierungen entsprechen den Positionen der in Tabelle 7.1 untersuchten Punkte

Bilder beider Datensätze grundlegend dieselbe Struktur, jedoch mit einigen erheblichen Unterschieden. So ist bereits anhand der gewählten Skalierung zu erkennen, dass die Größenordnung der durch die HR-ESBD ermittelten Nye-Tensoren um deutlich mehr als eine Größenordnung unterhalb derer aus Hough-Daten bestimmten liegen. Dies ist zu erwarten, da auch die durch HR-ESBD bestimmten Orientierungsdaten typischerweise eine um zwischen ein bis zwei Größenordnungen höhere Winkelauflösung und damit im gleichen Maße reduziertes Rauschniveau erreichen, weshalb die hieraus errechneten Orientierungsgradient entsprechend niedriger sind. Des Weiteren sind Korngrenzen nur in den Hough-Daten zu erkennen, was eine Folge der Arbeitsweise von CrossCourt™ ist. Bei stark zueinander rotierten EBSP, wie es etwa über Korngrenzen hinweg der Fall ist, versagt die Bildkorrelation zwischen diesen, da zu starke Verzerrungen des Patterns auftreten, weshalb CrossCourt™ nur innerhalb eines Kornes relative Orientierungsdaten liefert. Zudem ist auffällig, dass die Hough-Daten ein bezüglich der Deformationsstruktur detailreicheres Bild zu liefern scheint, was sich insbesondere entlang des vom Rissgrund ausgehenden Scherbandes und dem rechts davon liegenden Bereich am oberen Probenrand zeigt. In den Hough-Daten ist dieses Scherband deutlich als rote Linie zu erkennen, hervorgerufen durch einen große Orientierungsgradienten, zu deren Rechten sich zu-

nächst ein relativ undeformierter Bereich anschließt. Darauf folgt ein weiterer Bereich hoher Deformation um einen an der Unterseite des Balkens initiierten kleineren Riss. Abseits dieser stark verformten Bereiche ist der Balken recht gleichförmig von einer filigranen Struktur durchzogen, die jedoch keine Rückschlüsse auf die konkrete Ausprägung etwaiger plastischer Zonen zulässt. Diese heben sich in den HR-Daten jedoch deutlich von ihrer plastisch kaum verformten Umgebung ab. Allerdings zeigen die Bereiche, in denen besonders hohe plastische Deformation zu erwarten ist, also das Scherband und der Bereich direkt vor dem an der Unterseite initiierten Riss, deutlich niedrigere Werte als das sie umgebende Material. Zudem zeigt sich hier ein Bereich erhöhter plastischer Deformation zwischen Scherband und dem kleineren Riss als in den Hough-Daten zu erkennen. Eine naheliegende Erklärung ergibt sich aus der generellen Problematik der HR-EBSD an stark deformierten Proben. In den nur schwach deformierten Bereichen liefert diese deutlich präzisere Orientierungsdaten, sodass ein deutlicher Kontrast zwischen plastischer Zone und unverformtem Material auszumachen ist, der bei klassischer EBSD im Orientierungsrauschen verschwindet. Bei größeren Deformation tritt jedoch zum einen eine größere Rotation der EBSP zueinander, zum anderen eine Abnahme des Bildkontrastes der EBSP auf. Während ersteres in erster Linie Dehnungsmessungen beeinträchtigt, ist der Verlust des Bildkontrastes als maßgeblich für den geringen Wert des Rotationsgradienten bzw. dem aus diesem berechneten Nye-Tensor zu betrachten, da die Bildkorrelation keine Verschiebungen ermitteln kann, wenn keine oder kaum Bilddetails in den EBSP vorhanden sind. In Tabelle 7.1 sind die den Markierungen in Abbildung 7.8 zugehörigen EBSP, Bildqualitäten, Korrelationskoeffizienten, sowie KAM- und HR-KAM-Werte von links nach rechts gelistet. Hierbei zeigt sich, dass Bildqualität und der durchgehend niedrige Korrelationskoeffizient erst nach dem Überschreiten des Scherbandes deutlich absinken. KAM und HR-KAM zeigen beide im Scherband ein Maximum, wobei dieses für den KAM im Vergleich zu den übrigen Werten um ein Vielfaches größer ausfällt als für den HR-KAM. Zudem fällt der KAM nach dem Überschreiten des Bandes wieder auf das ursprüngliche Niveau ab, während der HR-KAM im letzten betrachteten Messpunkt noch deutlich über das lokale Maximum im Scherband ansteigt. Unter Berücksichtigung, dass die Hough-Orientierungsdaten ein Rauschniveau von etwa $0,5^\circ$ zeigen, kann davon ausgegangen werden, dass die HR-Daten zur linken Seite des Scherbandes vertrauenswürdiger als diese sind, da der Korrelationskoeffizient hier noch vertretbar hohe Werte zeigt. Zur rechten Seite hingegen sinkt dieser derart stark ab, dass sich deutliche Fehler bei der Bestimmung der HR-Orientierungsdaten einstellen. Im Scherband selbst liegt der KAM bei etwa 4° , sodass selbst in Anbetracht des hohen Rauschniveaus ein HR-KAM in der Größenordnung von etwa $3\text{--}5^\circ$ zu erwarten wäre. Dieser liegt jedoch lediglich bei $0,0095^\circ$, sodass von einem Versagen der HR-EBSD aufgrund des großen Orientierungsunterschiedes auszugehen ist, da sowohl Korrelationskoeffizient als auch Bildqualität ähnliche Werte zu den Punkten links des Bandes zeigen. Dies kann nur mit verbesserten Methoden der HR-EBSD, wie etwa dem remapping-Verfahren, das

hier nicht zur Verfügung steht, umgangen oder zumindest teilweise kompensiert werden. Das Absinken des Korrelationskoeffizienten und der damit verbundene Qualitätsverlust der Ergebnisse im Bereich rechts des Scherbandes, lässt sich jedoch nur bedingt etwa durch eine geschicktere Wahl der Referenz-EBSP vermeiden, da dieser durch den Verlust der Bildqualität bedingt zu sein scheint. Die weitere Untersuchung des Einflusses der Wahl der Referenzen war in dieser Arbeit jedoch aus Zeitgründen nicht gegeben.

7.5 Auftreten von Artefakten in der Misorientierung

Werden durch Fehler bei der Rekonstruktion des Balkens, wie etwa eines Misalignment der Schnitte zueinander oder eines unregelmäßigen Abtrages, Artefakte erzeugt, so ist zu erwarten, dass sich diese in Form von Sprüngen in der Misorientierung der einzelnen Datenpunkte zueinander äußern. Im Folgenden sind die Misorientierungen jedes Punktes zu seinem nächsten Nachbar in einer gegebenen Raumrichtung als je drei repräsentativen Schnitten senkrecht zu jeder Raumachse dargestellt, wobei der abgebildete Winkelbereich um Vergleichbarkeit zu gewähren stets von 0-0,02 rad verläuft, auch wenn höhere Werte im jeweiligen Schnitt auftreten. Die Schnitte wurden in durch Bereiche möglichst niedriger Verformung gesetzt, um den Kontrast möglicher Artefakte zum umliegenden Material zu maximieren. Die Misorientierungen $\Delta\theta_i$ in Raumrichtung i wurden aus dem Krümmungstensor nach Gleichung 7.1 bestimmt.

$$\Delta\theta_i = \|\kappa_{ji}\Delta x_i\|_2 \quad (7.1)$$

Mit Ausnahme der Abbildungen 7.10 a) und b) und 7.10 c) sind in allen Schnitten deutlich Artefakte in Form erhöhter Misorientierung bei bestimmten Positionen entlang jeweils einer der in der Schnittebene liegenden Achsen zu erkennen. Bei den Misorientierungen in x- und y- Richtung handelt es sich hierbei stets um die z-Achse, bei den Misorientierungen in z-Richtung hingegen um die x-Achse, also jeweils um die Achse des Stapels, aus den die jeweiligen Orientierungsdaten stammen, entlang derer keine Korrelation zwischen den EBSP der Messpunkte stattgefunden hat. Somit ist davon auszugehen, dass diese Misorientierungen daher stammen, dass zwei benachbarte Punkte zweier verschiedener Schnitte zur Berechnung desselben Gradienten Orientierungsdaten verwenden, die sich in jedem Schnitt zwangsläufig auf unterschiedliche Referenzen beziehen. Sind etwa EBSP der Referenz und des betrachteten Messpunktes in einem der Schnitte stärker zueinander rotiert oder von niedriger Qualität, sinkt somit auch der Korrelationskoeffizient und die Abweichungen der ermittelten Rotationen fallen entsprechend größer aus, sodass in besonders ungünstigen Fällen die Ausbildung ebendieser Artefakte eintritt. Dies ist eine direkte Folge der Beschränkung der HR-EBSD auf zweidimensionale Scans und kann nur durch eine native Lösung für dreidimensionale Datensätze umgangen werden, bei der im optimalen Fall eine Referenz für das gesamte Volumen eines Korns

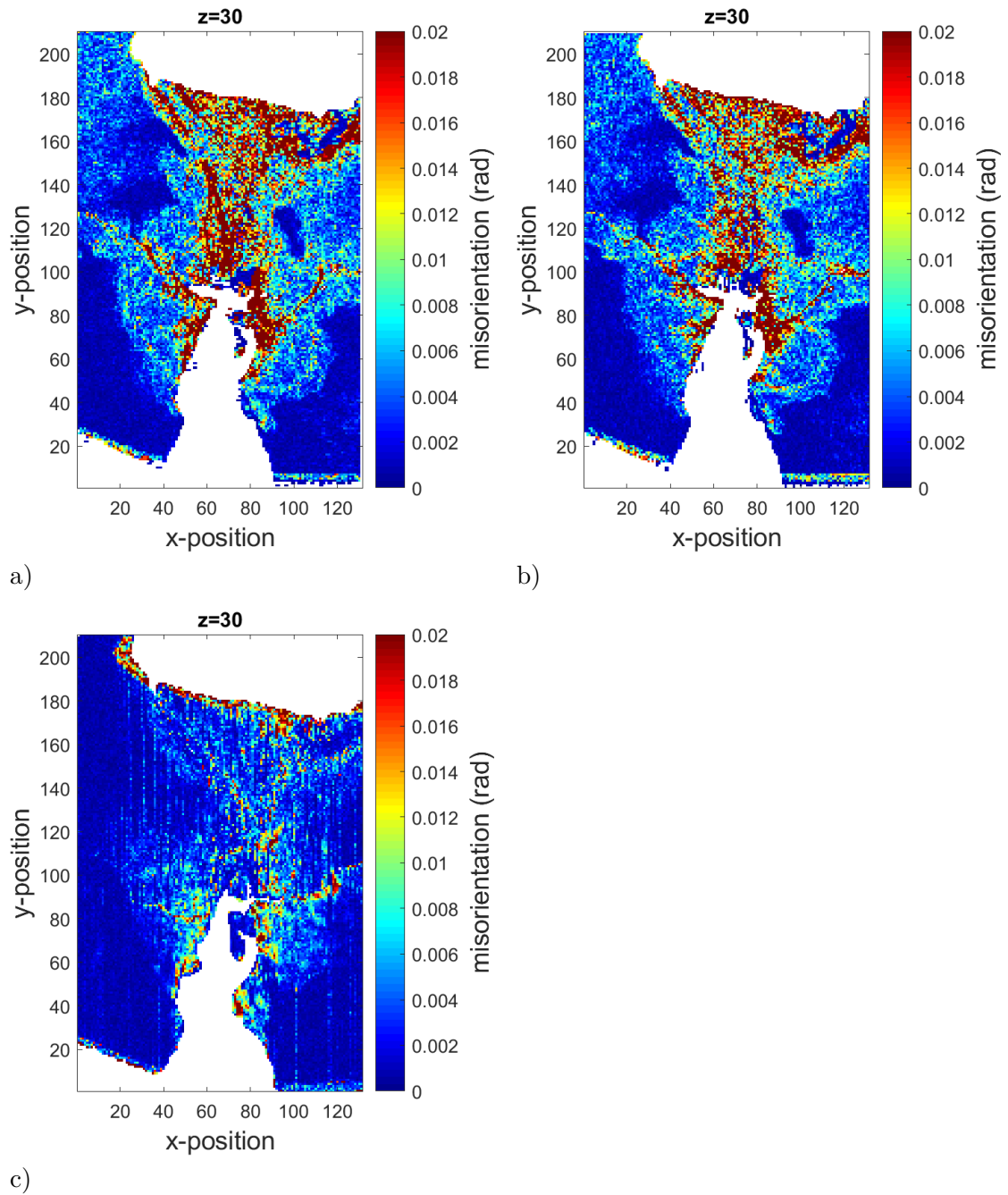


Abbildung 7.9: Misorientierung in a) x-Richtung, b) y-Richtung und c) z-Richtung innerhalb der $z=30$ -Ebene des Balkens.

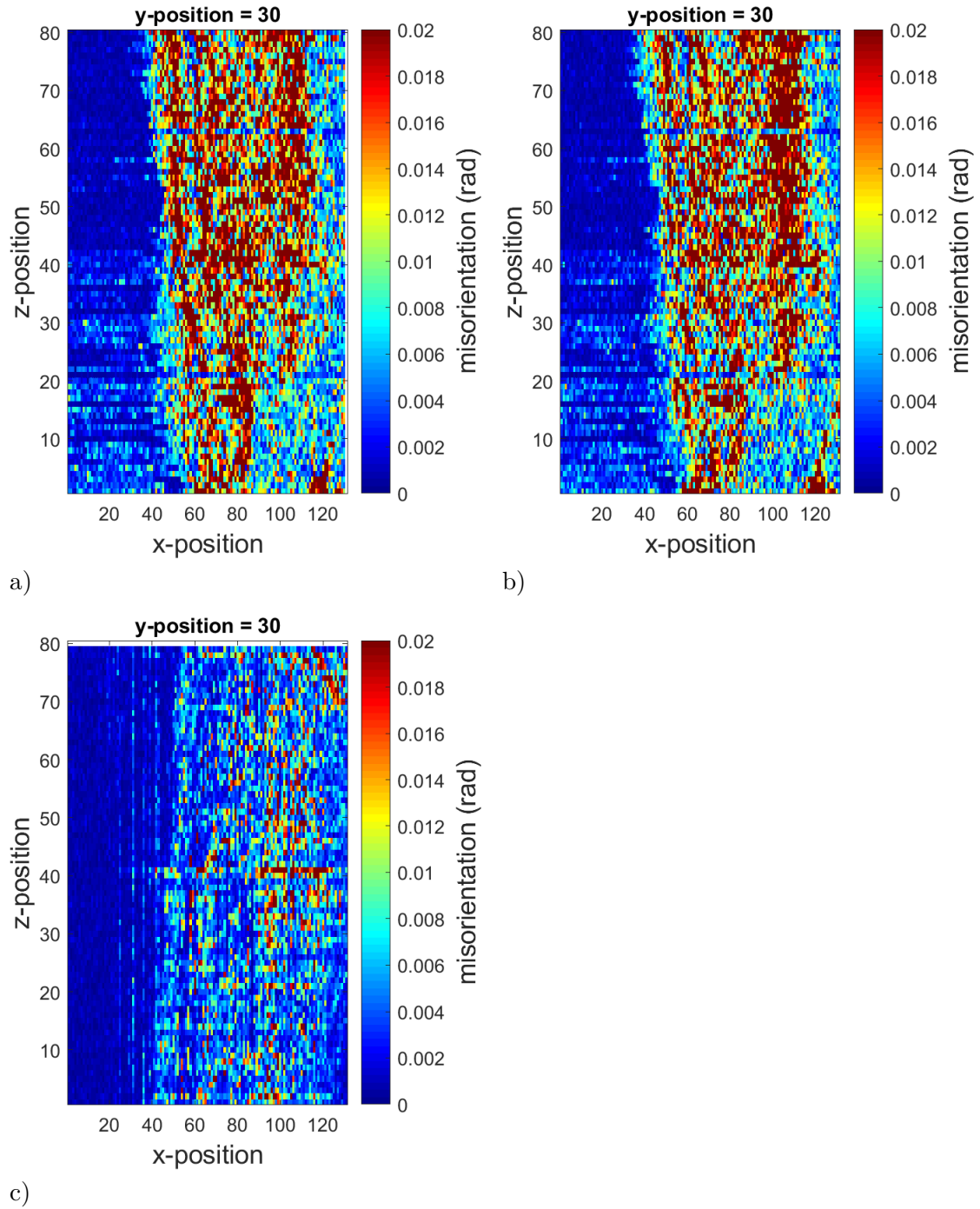


Abbildung 7.10: Misorientierung in a) x-Richtung, b) y-Richtung und c) z-Richtung innerhalb der $y=30$ -Ebene des Balkens.

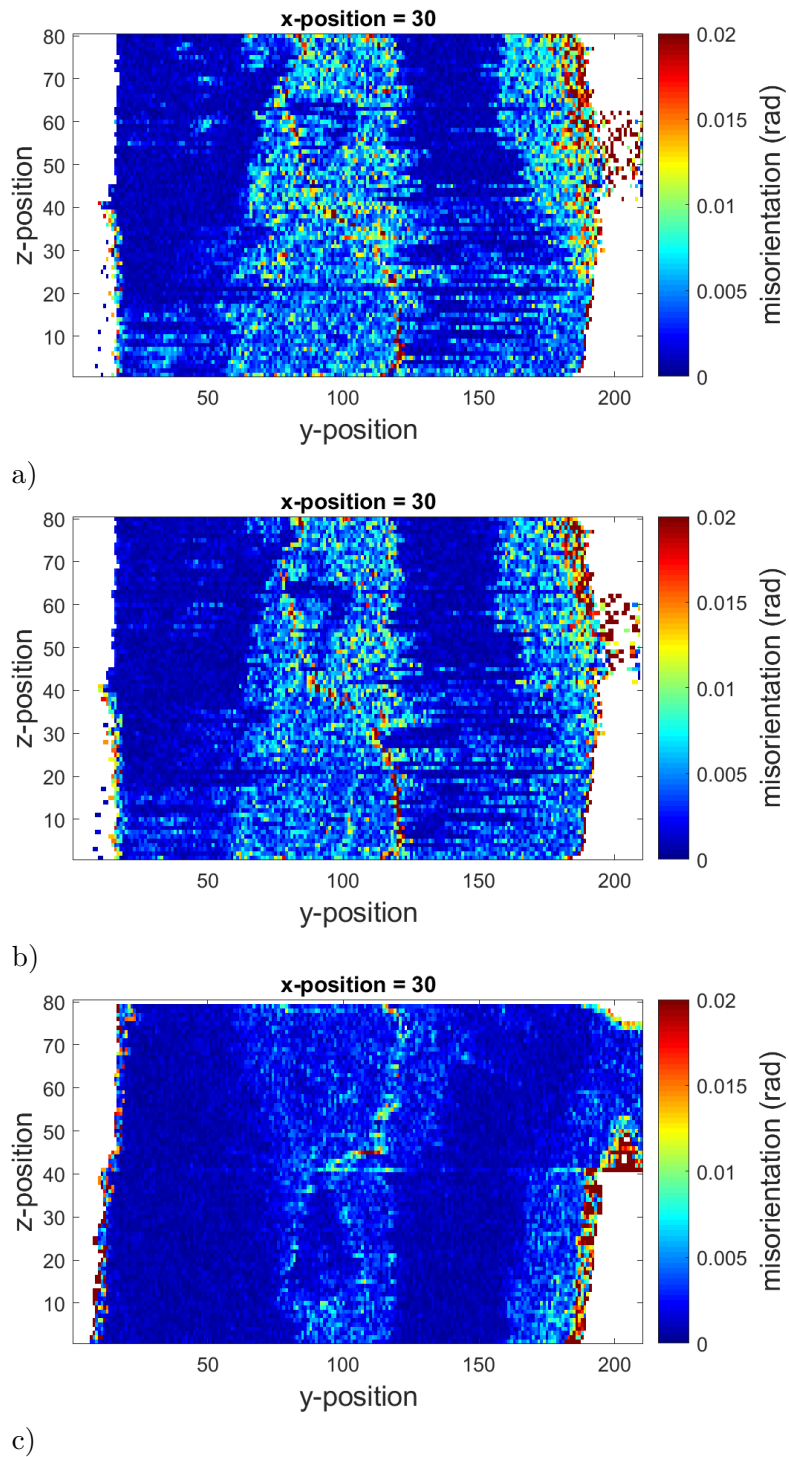
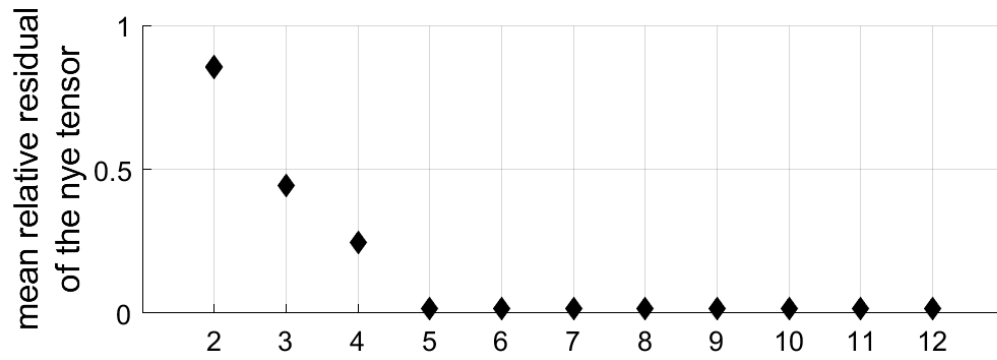


Abbildung 7.11: Misorientierung in a) x-Richtung, b) y-Richtung und c) z-Richtung innerhalb der $x=30$ -Ebene des Balkens.

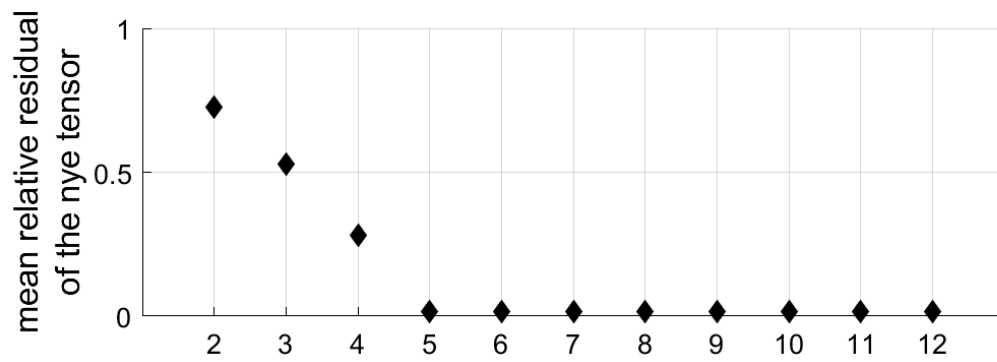
genügt. Ein Vergleich mit den aus Hough-Daten errechneten Misorientierungen bekräftigt diese Annahme zudem dahingehend, dass hier keine derartigen Artefakte erkennbar sind, da diese entweder nicht vorhanden sind, oder kleiner sind als das Grundrauschen der Orientierungsdaten. Weitere mögliche Ursachen für das Auftreten der Artefakte sind denkbar, wurden jedoch als unwahrscheinlicher angesehen. So kann etwa eine Fehlausrichtung der Schnitte zueinander als Ursache ausgeschlossen werden, da die Artefakte in diesem Fall zum einen nur entlang der z-Achse auftreten dürften, zum anderen über den gesamten Probenquerschnitt zu sehen sein müssten und nicht wie beobachtet etwa nur in einem Korn oder gar nur einem Teil eines Kornes. Ein aufgrund unterschiedlicher Kornorientierung selektiv verstärkter Abtrag durch den Ionenstrahl kann zwar zumindest teilweise die Beschränkung einzelner Artefakte auf ein bestimmtes Korn erklären, jedoch nicht deren Auftreten entlang der x-Achse.

7.6 Einfluss der gewählten Randbedingungen auf die ermittelte Versetzungsdichte

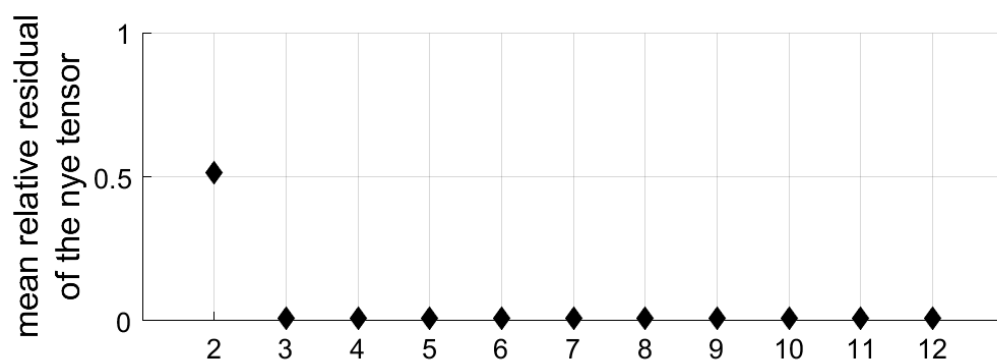
Die Versetzungsdichten und die aus ihnen resultierenden Residua wurden wie bereits erwähnt für eine Vielzahl möglicher aktiver Gleitsysteme bestimmt. Dies wurde zusätzlich zum gemäß Abschnitt 5.3 dreidimensionalen HR-Datensatz an zwei weiteren Datensätzen wiederholt, um den Wert der vorgestellten Methode abschätzen zu können. Dabei handelte es sich in beiden Fällen um Varianten des bereits erwähnten Datensatzes: einer, bei dem Krümmungs- und Nye-Tensor vollständig aus den absoluten Orientierungen aus der Hough-Transformation des klassischen EBSD errechnet wurden; ein anderer, bei dem zur Bestimmung der Versetzungsdichte das Gleichungssystem stets für den Fall eines unbekannten Orientierungsgradienten in z-Richtung, also für den zweidimensionalen Fall, konstruiert wurde. Im Folgenden sind in Abhängigkeit der Anzahl der angenommenen aktiven Gleitsysteme für alle drei erwähnten Varianten die Verläufe des relativen Residuums, der Gesamtversetzungsdichte sowie der Standardabweichung aller Versetzungsdichten eines Messpunktes. In allen drei betrachteten Fällen zeigen die Verläufe der Residua das selbe Verhalten gekennzeichnet von einem vergleichsweise hohem Maximum bei einer Zahl von zwei aktiven Gleitsystemen und einem anschließenden linearen Abfall bis zu einem Minimalwert, der für alle folgenden Punkte identisch ist. Ursache dieses Verhaltens ist der Übergang von über- zu vollständig bzw. unterbestimmten Gleichungssystemen. Dieser Übergang vollzieht sich bei der Verwendung von 3D-HR-Daten und 3D-Hough-Daten, die beide von einem vollständigen Nye-Tensor und somit neun Gleichungen ausgehen, bei einer Zahl von fünf aktiven Gleitsystemen, bei Verwendung von 2D-HR-Daten schon bei drei aktiven Gleitsystemen, da hier nur sechs Gleichungen zur Verfügung stehen. Die Tatsache, dass das Residuum ab diesem Punkt nicht gänzlich auf null absinkt ist der iterativen Funktionsweise des Solvers geschuldet. In allen



a)



b)



c)

Abbildung 7.12: Verlauf des relativen Residuums über die Anzahl der angenommenen aktiven Gleitsysteme der a) 3D-HR-Daten, b) Hough-Daten und c) 2D-HR-Daten.

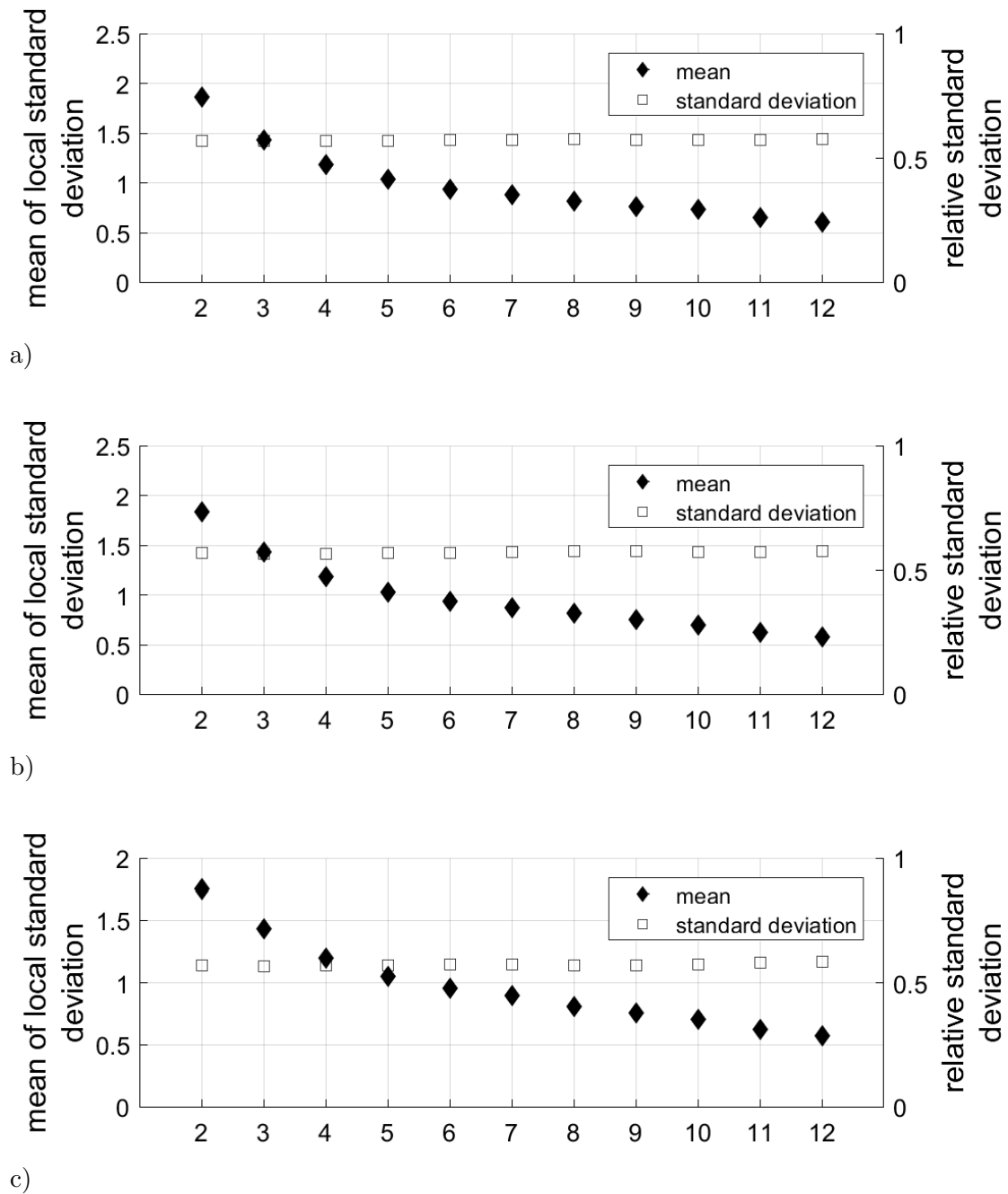


Abbildung 7.13: Mittelwert und Standardabweichung über die Probe der für jeden Punkt bestimmten Standardabweichung aller dortige Versetzungsdichten der
a) 3D-HR-Daten, b) Hough-Daten und c) 2D-HR-Daten.

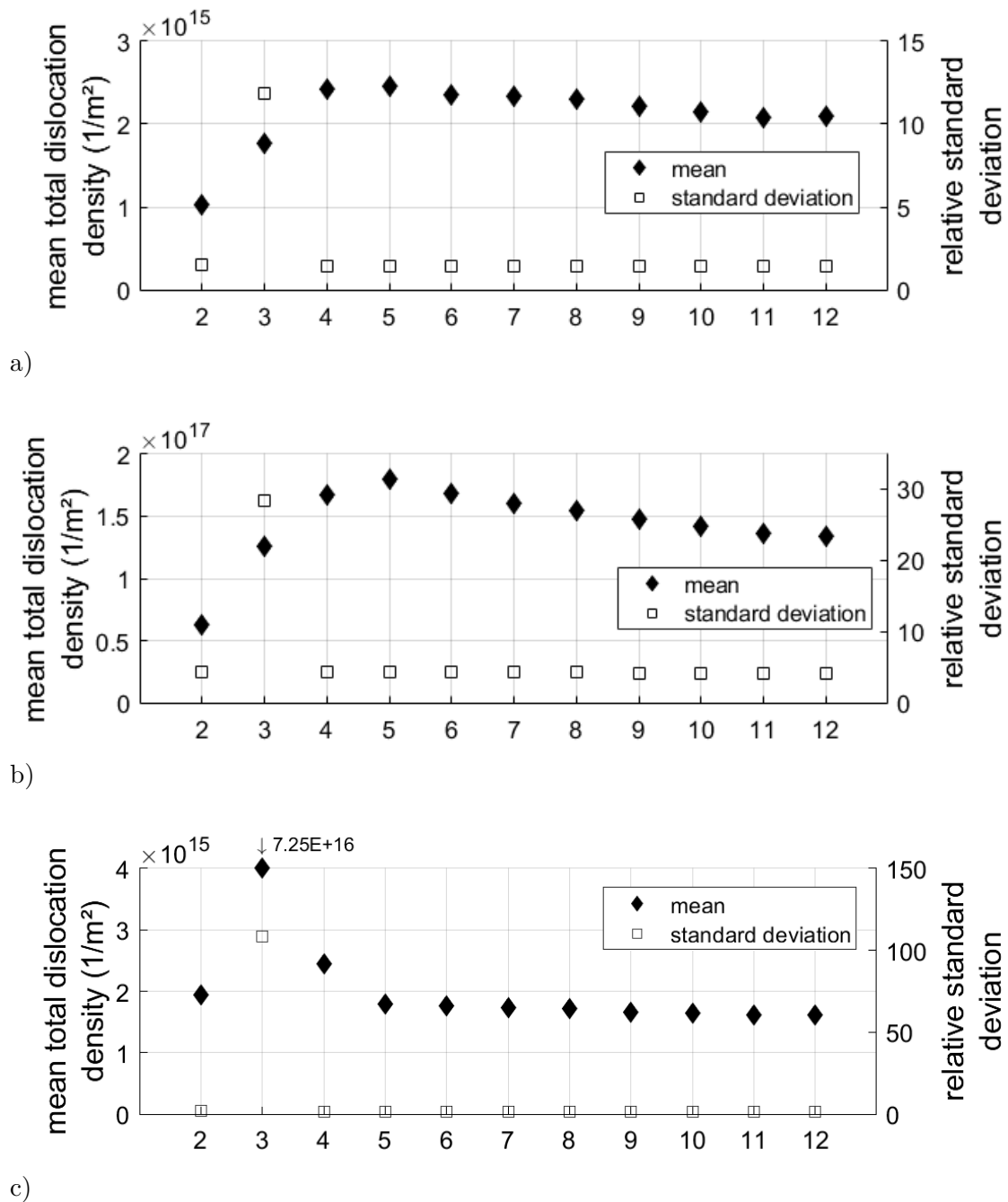


Abbildung 7.14: Mittelwert und Standardabweichung über die Probe der für jeden Punkt bestimmten Gesamtversetzungsdichte der a) 3D-HR-Daten, b) Hough-Daten und c) 2D-HR-Daten.

drei Fällen zeigt die Standardabweichung der Dichten der Versetzungstypen annähernd identische Verläufe. Das Mittel zeigt einen stetigen, hyperbelartigen Abfall, während die Standardabweichung kaum von einem Wert von 1,75 abweicht. Ersteres ist dadurch zu erklären, dass bei zunehmender Zahl aktiver Gleitsysteme, die benötigte Gesamtversetzungsichte auf eine zunehmende Zahl von Versetzungstypen verteilt werden kann, deren Dichte zuvor auf Null festgelegt war. Das statische Verhalten der relativen Standardabweichung hingegen weist lediglich darauf hin, dass allein die Zahl der aktiven Gleitsysteme und nicht etwa die Gesamtgröße des Nye-Tensors die Verteilung der Dichten auf verschiedene Versetzungstypen bestimmt, was zu erwarten ist. Bei einer Zahl von drei aktiven Gleitsystemen tritt im Verlauf der Gesamtversetzungsichte in jedem Fall eine Anomalie auf, die sich in deutlich von einem erahnbaren Kurvenverhalten der übrigen Punkte abweichenden Werten äußert. So sind die Werte des Mittelwertes bei 2D-HR- und Hough-Daten hier deutlich erhöht, bei ersteren sogar um mehr als eine Größenordnung. Die relative Standardabweichung des entsprechenden Punktes übersteigt in allen drei Fällen die der übrigen um mehrere Größenordnungen, weshalb sie in den Diagrammen ausgelassen wurde. Die besonders starke Ausprägung dieser Anomalie im Verlauf der 2D-HR-Daten kann möglicherweise mit ihrer Koinzidenz mit dem Übergang vom über- zum vollständig bestimmten System zusammenhängen. Eine Ursache für ihr Auftreten konnte jedoch nicht ermittelt werden. Wird der entsprechende Punkt als Ausreißer betrachtet, sind die Verläufe des Mittels dennoch auffällig, da sich hier dann zunächst ein Anstieg hin zu einem Maximum bei Erreichen vollständiger Bestimmtheit gefolgt von einem leichten Abstieg. Eine mögliche Erklärung ergibt sich aus der Betrachtung der Residuen, die mit Werten von bis zu 80 % bei wenigen aktiven Gleitsystemen sehr hoch ausfallen, und deren Abhängigkeit von der Bestimmtheit des zu lösenden Gleichungssystems. Stehen zu wenige Versetzungstypen zur Darstellung des Nye-Tensors zur Verfügung, verbleibt wie erwähnt ein nicht vernachlässigbares Residuum. Dieses lässt sich mit den verfügbaren Versetzungen nicht abbilden ohne im Rahmen des Kleinste-Quadrate-Ansatzes ein schlechteres Ergebnis zu erzielen, sodass eine niedrigere Versetzungsichte ermittelt wird, als tatsächlich zur korrekten Abbildung des Nye-Tensors benötigt wird. Mit zunehmender Anzahl aktiver Gleitsysteme nimmt mit dem Residuum auch die nicht abbildbare Versetzungsichte ab und höhere Versetzungsichten werden ermittelt. Sobald das System unterbestimmt wird stehen dem Solver zunehmend mehr Versetzungstypen zur Verfügung, sodass zunehmend kürzere Pfade zur vollständigen Abbildung des Nye-Tensors möglich werden. Bei Betrachtung der Größenordnung der Gesamtversetzungsichte fällt auf, dass die mit HR-Daten ermittelten Werte etwa zwei Größenordnungen unterhalb der aus Hough-Daten ermittelten liegen, was in etwa der Differenz der Orientierungsauflösung zwischen klassischer und HR-EBSD entspricht und somit zu erwarten ist. Auffällig ist des Weiteren der Verlauf der relativen Standardabweichung über das Probenvolumen. In allen drei Fällen verläuft dieser annähernd konstant, ausgenommen der 2D-HR-Daten unterhalb von fünf aktiven Gleit-

systemen, liegt im Falle der Hough-Daten jedoch um fast das Dreifache höher. Mögliche Ursache kann sein, dass in den aus Hough-Daten ermittelten Krümmungstensoren die hohen Misorientierungen der Korngrenzen abgebildet werden, während diese bei HR-Daten entfallen, da derart stark zueinander rotierte Pattern nicht zueinander korreliert werden. Zudem kann auch das deutlich niedrigere Orientierungsrauschen im Großteil des HR-Datensatzes sein. In einer letzten Untersuchung wurde überprüft, wie sich die Versetzungsdichten in Abhängigkeit der jeweiligen Schmidfaktoren auf die Gleitsysteme verteilen. Hierzu wird jeweils für jeden Versetzungstyp jeden Bildpunktes der Anteil an der dortigen Gesamtversetzungsdichte bestimmt und dem Schmidfaktor zugewiesen, der für diesen Versetzungstyp maximal ist. Für eine Zahl von fünf und zwölf aktiven Gleitsystemen ist im Folgenden für jeden Schmidfaktor der Mittelwert, das Maximum und die Standardabweichung dieser relativen Versetzungsdichte aufgetragen. Unter der Annahme der mit einem hohen Schmidfaktor einhergehenden hohen Schubspannung als treibende Kraft von Versetzungsbildung und -bewegung, ist bei einer realitätsnahen Verteilung der Versetzungen mit erkennbar höheren Dichten auf Gleitsystemen mit höherem Schmidfaktor zu rechnen. Dies ist jedoch in keinem der beiden betrachteten Fälle der Fall und es zeigt sich stets eine homogene Verteilung der Versetzungsdichten auf alle verwendeten Gleitsysteme unabhängig von deren Schmidfaktoren. Eine mögliche Ursachen kann die Unzulänglichkeit des Schmidfaktors als alleiniges Kriterium zur Begrenzung der Bestimmtheit des Problems sein; eine weitere die Arbeitsweise des Solvers, der lediglich ein Minimierungsproblem zu lösen versucht, in dem in der verwendeten Form keine weiteren physikalischen Randbedingungen implementiert sind. Letzteres wird als wahrscheinlicherer Fall angesehen. Mögliche Verbesserungen des Solvers können etwa in der Form nach dem Schmidfaktor gewichteter Versetzungsdichten implementiert werden. Zu bedenken ist hierbei jedoch, dass zwar beliebige zusätzliche Randbedingungen und Gewichtungen definiert werden können, diese jedoch ohne vorherige Kenntnis der Versetzungsdichteverteilung nicht validiert werden können. Bislang existiert jedoch kein anderes Verfahren zur Bestimmung von Versetzungsdichten im Vollmaterial. Die Aussagekraft und der Wert als analytisches Werkzeug solcher Ansätze ist ohne eine solche Validierung, so auch der hier vorgestellte, ungewiss und in Frage zu stellen.

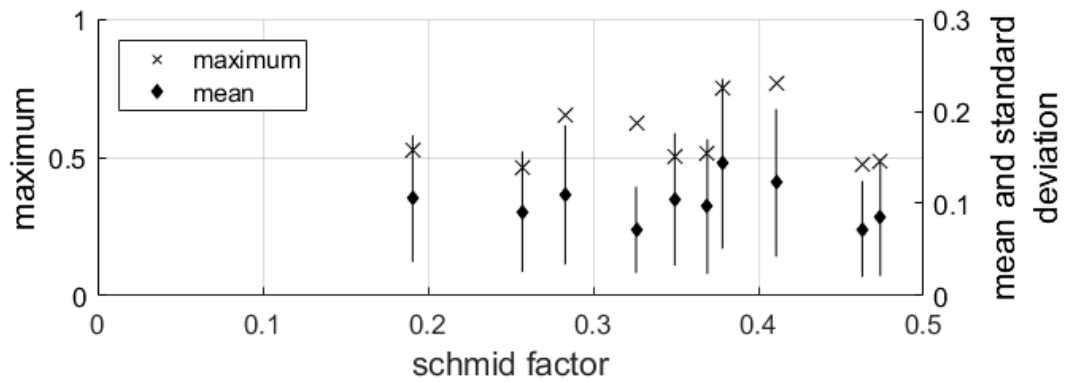


Abbildung 7.15: Mittelwert, das Maximum und die Standardabweichung der relativen Versetzungsdichte jedes Schmidfaktors bei fünf aktiven Gleitsystemen.

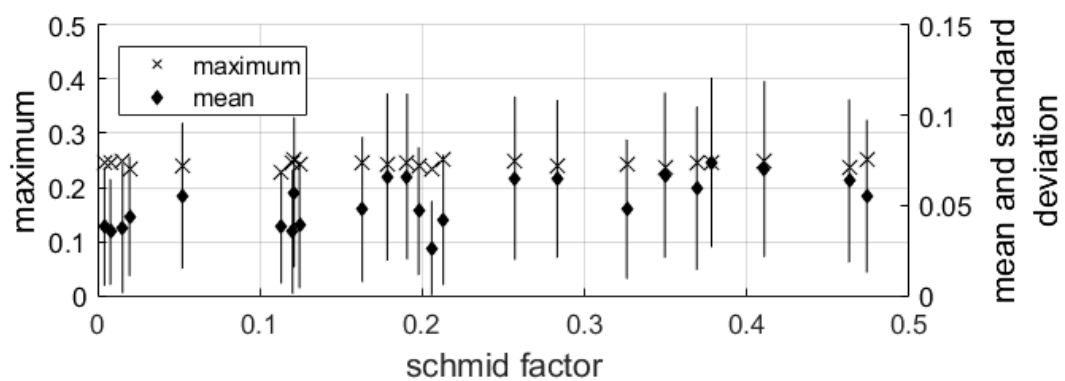


Abbildung 7.16: Mittelwert, das Maximum und die Standardabweichung der relativen Versetzungsdichte jedes Schmidfaktors bei zwölf aktiven Gleitsystemen.

7.7 Fehlerquellen der 3D-HR-EBSD-Studie

Im Folgenden sind die in Teilen bereits erörterten, möglichen Fehlerquellen gelistet, die die Qualität der mit dem beschriebenen Verfahren der 3D-HR-EBSD ermittelten Ergebnisse beeinträchtigen können, und eine entsprechende Abschätzung deren Größe gegeben, sofern diese möglich ist.

Schrittweite: Abhängig von der betrachteten Achse liegen Abweichungen der Schrittweite vom Soll verschiedene Ursachen zugrunde. In x- und y-Richtung ist diese zum einen durch die Präzision der Rastereinheit bestimmt, als größter Faktor wird jedoch die Drift der Probe während des Scans und insbesondere die des Strahls angenommen. Da der Balken stark deformiert ist und mit keiner seiner Kanten parallel zu den Bildachsen liegt ist eine Abschätzung der Bildverzerrung durch Drift schwierig. Durch Anlegen von Geraden wurde die physikalische Größe der Bildpunkte abgeschätzt. Auf diese Weise wurde ein Wert von etwa 2 nm als Obergrenze des Fehlers ermittelt, also einem Fehler von maximal 2 %. In z-Richtung ist der Fehler der Schrittweite bestimmt durch die Regelmäßigkeit des Abtrages durch den Ionenstrahl. Da nur die Hälfte des Balkens abgetragen wurde kann aus den erhaltenen Daten nicht auf die Größe der Bildpunkte in z-Richtung geschlossen werden. Da die Misorientierungen in alle Raumrichtungen ähnlich große Werte annehmen ist nicht davon auszugehen, dass der Fehler in z-Richtung bedeutend von dem in x- und y-Richtung abweicht, ist im Vergleich jedoch als größer zu erwarten, da hier neben der Strahlsteuerung auch die Reaktion des Materials eine Rolle spielt. Hierzu zählen etwa orientierungsabhängige Abtragsraten der Körner.

Ausrichtung der Schnitte: Wie an anderer Stelle erörtert wurde kein Alignment der Schnitte vorgenommen, da selbst die Verschiebung um nur einen Pixel ein schlechteres Ergebnis zur Folge hat. So ist von einer Fehlausrichtung auszugehen, die kleiner als der halbe Abstand der Bildpunkte zueinander ist, woraus sich eine Obergrenze von 50 nm ergibt. Als maßgeblich für das gute Alignment wird die fiducial-Technik des FIB-Systems vermutet, die zwischen den einzelnen Schnitten mittels digitaler Bildkorrelation eine offensichtlich hochpräzise Repositionierung des Strahls durchführt. Die bereits erörterte Driftproblematik spiegelt sich auch in der Qualität des Alignments wieder, da hierdurch eine Verzerrung der einzelnen Schnitte auftritt. Solange die Drift zweier Schnitte etwa gleich ist, ist auch der gescante Bereich etwa gleich groß. Ist dies nicht der Fall ist eine korrekte Ausrichtung der Schnitte zueinander nicht mehr möglich, da diese nicht nur relativ zueinander verschoben sondern auch verzerrt sind. Diese Verzerrung kann zwar prinzipiell durch Interpolation der Orientierungsdaten korrigiert werden, was jedoch nur auf Hough-Daten anwendbar ist, da EBSD nicht sinnvoll interpoliert werden können. Der Einfluss unterschiedlicher Drift ist nur in Schnitt 63 wie etwa in Abbildung 7.10 c) zu erkennen feststellbar. Ursache war hier der Ausfall der Ionenquelle während des EBSD-

Scans, was eine Neueinrichtung des Systems erforderte. Die hier auftretende Verzerrung konnte jedoch nicht quantifiziert werden.

Orientierungen: Die aus der HR-EBSD stammenden Orientierungsdaten sind typischerweise mit einem Fehler von etwa $0,005^\circ$ behaftet. Wie gezeigt kann dieser Fehler bei starker plastischer Deformation auf ein Niveau von wenigen Grad ansteigen und selbst in undeformierten Proben kann eine nicht erklärbare Differenz zur tatsächlichen Orientierung von mehreren Zehntel Grad auftreten. Die durch die verwendete Querschnitt-Methode erzeugten Artefakte hingegen erzeugen Misorientierungen typischerweise unterhalb von $0,458^\circ$ und liegen somit innerhalb der Standardabweichung der Misorientierungen von $0,544^\circ$. Fehler der Orientierungsdaten gehen somit hauptsächlich auf das Versagen der HR-EBSD mittels CrossCourt™ bei hohen Deformationen aus. Da in dieser Arbeit zudem hauptsächlich Orientierungsgradienten verwandt wurden, überlagern sich diese Fehler mit den Ungenauigkeiten der Lage der Messpunkte zueinander, die sich aus den Fehlern der Schrittweite und Ausrichtung ergeben. Des Weiteren ist ein Fehler beim Rotieren der Probe zwischen Schneid- und Scan-Position denkbar, was eine Starrkörperrotation zwischen den einzelnen Schnitten zur Folge hat. Hieraus würde eine erhöhte Misorientierung in z-Richtung innerhalb einzelner x-y-Schnitte bewirken, die jedoch nicht feststellbar ist. Derartige Fehler treten somit entweder nicht auf oder liegen in der Größenordnung des Rauschens. Bei einer konservativen Abschätzung ergibt sich für den plastisch stark deformierten Bereich des Scherbandes bei einem maximalen Fehler der Misorientierung von bis zu 5° und einer maximalen Abweichung der Schrittweite um 52 nm ein Fehler von $0,096^\circ$ pro nm der Krümmung und macht diese somit unbrauchbar. Innerhalb der nur leicht deformierten Bereiche kann jedoch von der für HR-EBSD üblichen Präzision ausgegangen werden, sodass der Fehler hier durch die Ortsungenauigkeit bestimmt wurde und sich zu $0,96^\circ$ pro μm ergeben.

7.8 Fehlerquellen der 2D-HR-EBSD-Studien

Grundsätzlich können in dieser Studie bezüglich des Verfahrens der EBSD die selben Fehlerquellen auftreten wie schon für die 3D-EBSD diskutiert, sofern diese nicht spezifisch für das 3D-Verfahren sind. Diese umfassen die Problematik der Schrittweite in x- und y-Richtung und den Fehler in der Orientierungsbestimmung durch HR-EBSD von etwa $0,005^\circ$. Wie erläutert steigt letzterer Fehler bei starker plastischer Deformation deutlich an, was hier jedoch weniger problematisch ist, da von einer nur geringen Deformation auszugehen ist. Eine genaue Quantifizierung beider Fehler wurde jedoch nicht vorgenommen. Die Wahl des Auftreffpunktes des Risses beeinflusst maßgeblich das Anlaufverhalten der Verläufe der mittleren Spektralnomen beider Defekttensoren und kann somit bei einer ungünstigen Wahl zu Fehlschlüssen über Relaxations- und Deformationsverhalten an der Korngrenze führen. Im Falle des Disclinationensors ist zudem

die in Abschnitt 2.2 beschriebene Problematik zu beachten, die seiner Berechnung zugrunde liegt, weshalb dessen Werte nur zur qualitativen Beschreibung geeignet sind, jedoch nicht wie der Nye-Tensor tatsächlich die Gesamtheit aller geometrisch notwendigen Defekte abbilden. Desweiteren ist die Bestimmung des Eintrittszeitpunktes des Gleittransfers anhand von Risswachstumskurven zwar grundsätzlich valide, jedoch besteht aufgrund des unbekannten Verlaufes der Korngrenze in die Tiefe die Möglichkeit, dass sich ein Gleittransfer im Inneren der Probe ereignet und detektiert wird, dieser an der beobachteten Probenoberfläche jedoch noch aussteht. Die Ausbildung entsprechender Defektstrukturen an der Oberfläche tritt dann zum detektierten Gleittransfer verzögert ein.

8 Zusammenfassung, Fazit und Ausblick

In dieser Arbeit wurde in einer ersten Untersuchung eine grobkörnige Nickelprobe unter statischer Zuglast deformiert und bei gegebenen Laststufen ein großflächiger EBSD-Scan aufgenommen. Hieraus wurden jeweils die mittleren Disclinationdichten auf den Korngrenzen ermittelt. Allerdings konnte lediglich ein Anstieg der Gesamtdichte mit steigender Last festgestellt werden, jedoch kein Zusammenhang der Dichte einzelner Korngrenzen mit der Last oder anderen korngrenzenspezifischen Größen. So konnte gezeigt werden, dass zur Interpretation der Entwicklung der Disclinationdichte auf der Korngrenze zusätzliche Information über die dort ablaufenden Prozesse notwendig sind. Dieses Erkenntnis wurde in einer zweiten Untersuchung berücksichtigt, in der eine Zugprobe ermüdet wurde, in die zuvor mittels FIB drei Kerben auf ausgewählten Gleitsystemen eingebracht wurden. Während der Ermüdung initiierten Risse, von denen zwei sich im Laufe der Lebensdauer der Probe einer Korngrenze näherten und in einem Fall überschritten. Das Wachstum beider Risse wurde beobachtet und in gegebenen Abständen EBSD-Messungen des vor der Korngrenze liegenden Rissspitzenbereiches aufgenommen. Anhand der Risswachstumskurven konnte der Zeitpunkt bestimmt werden, in dem der Gleittransfer einsetzt. Mittels der EBSD-Daten wurde die Größenverteilung von Disclination- und Nye-Tensor um den Auftreffpunkt des Risses auf der Korngrenze bestimmt. Hieraus konnten Rückschlüsse auf deren Relaxationsverhalten beim Transfer der Versetzungen vor der Rissspitze und des Risses selbst gezogen werden. Die Beobachtungen hierbei legen nahe, dass Korngrenzen noch nach dem Transfer des Risses relaxieren, während die Versetzungsdichte etwa konstant bleibt, was auf Umordnungsprozesse in der Korngrenze schließen lässt. Desweiteren wurden Indizien für einen von gängigen Modellen abweichenden Ablauf des Gleittransfers gefunden, bei dem die Korngrenze bis zu einer Sättigungsgrenze als Versetzungssenke fungiert bevor die Ausbildung eines pile-ups eintritt. In beiden Fällen konnte gezeigt werden, dass die Entwicklung des Disclinationensors grundsätzlich als Maß zur Beobachtung von Relaxationsprozessen in der Korngrenze tauglich ist und äußerst empfindlich auf die Präsenz von Versetzungen und deren Verteilung in der Korngrenze reagiert. Weitergehende Untersuchungen sind jedoch notwendig um die Befunde statistisch zu untermauern oder zu widerlegen. Hierzu empfiehlt sich ein *in situ*-Ansatz, bei dem die Probe direkt im REM ermüdet werden kann, sodass bei geringem Aufwand jederzeit EBSD-Messungen der Rissspitze durchgeführt werden können. Hierdurch kann sichergestellt werden, dass genügend EBSD-Messungen vor und nach Eintreten des Gleittransfers aufgenommen werden können und dieser nicht versäumt wird. Durch die resultierende Zeitersparnis kann zudem die Schrittweite weiter reduziert werden, um die Defektensoren genauer zu bestimmen. In einer letzten Untersuchung wurde ein im Vorfeld ermüdeter Mikrobiegebalken mit dem FIB im

3D-EBSD-Serienschnittverfahren tomographiert und zu einem dreidimensionalen Orientierungsdatensatz rekonstruiert. Dabei wurde gezeigt, dass ein zusätzliches Alignment der einzelnen Schnitte zueinander nicht notwendig ist, was auf die vom FIB-System verwendete fiducial-Technik zurückgeführt wurde. Jeder Schnitt wurde mit dem Verfahren der HR-EBSD aufbereitet sodass für das gesamte Volumen ein hochaufgelöster, vollständiger Orientierungsgradient ermittelt werden konnte, was unter Verwendung der einzigen erhältlichen HR-EBSD-Software die vorgestellte Querschnittmethode erfordert. Aus diesem Orientierungsgradienten wurde der Nye-Tensor als Maß für die Versetzungsaktivität errechnet. Durch das Lösen eines linearen Gleichungssystems wurden aus diesem dann unter Annahme verschiedener Randbedingungen die Dichten einzelner Versetzungstypen bestimmt. Hierdurch konnte gezeigt werden, dass die vorgestellte Methode zwar Artefakte im Orientierungsgradienten hinterlässt, die zwar auffällig sind, jedoch deutlich unterhalb der Größenordnung der zu untersuchenden Strukturen liegen. Die Methode ermöglicht somit grundsätzlich die Bestimmung dreidimensionaler, hoch aufgelöster Orientierungsgradienten auch unter Verwendung nur zweidimensionaler HR-EBSD. In Bereichen niedriger plastischer Deformation kann hierdurch verglichen zu Orientierungsdaten aus der klassischen EBSD eine erhebliche Reduktion des Rauschniveaus erreicht werden. So zeichnete sich die plastische Zone an der Rissspitze deutlich vom umliegenden, kaum deformierten Material ab. In Bereichen hoher Plastizität versagt die HR-EBSD jedoch und unterschätzt den vorliegenden Orientierungsgradienten deutlich. Es wurde gezeigt, dass eine Zerlegung des Nye-Tensors nicht ohne Weiteres zu realistischen Ergebnissen führen kann, da stets eine annähernd homogene Versetzungsverteilung resultiert und je nach Wahl der Randbedingung lediglich bestimmte Gleitsysteme nicht mit Versetzungen bevölkert werden. Somit konnte dem gesetzten Ziel insofern nicht entsprochen werden, dass anhand der aus der EBSD ermittelten Daten keine verlässlichen Aussagen über die Dichteverteilung einzelner Versetzungstypen getroffen und somit der Gleittransfer im Detail nicht weiter ergründet werden konnte. Jedoch wurde ein neuartiger Ansatz entwickelt, der plastische Deformation im Volumen in einer bislang unerreichten Präzision zu quantifizieren vermag, auch wenn insbesondere bei hoher plastischer Deformation Raum zur Verbesserung besteht. In Anbetracht ebendieser Schwachpunkte bieten sich für weiterführende Untersuchungen Ansatzpunkte insbesondere im Bezug auf die HR-EBSD. Hier bieten sich zum einen die Verwendung verbesserter Techniken wie des remapping-Verfahrens an, um insbesondere bei großen Rotationen bessere Ergebnisse zu erzielen. Zudem empfiehlt sich eine auf dreidimensionale Datensätze zugeschnittene Lösung der HR-EBSD, sodass auf das Querschnitt-Verfahren verzichtet werden kann und somit die aus diesem resultierenden Artefakte vermieden werden. Zur Berechnung der Dichteverteilung einzelner Versetzungstypen wird ein neuer Lösungsansatz oder weitere Randbedingungen für das sich zu lösende Gleichungssystem benötigt. Eine Validierung anhand eines Datensatzes mit bekannter Versetzungsdichteverteilung etwa durch Verwendung künstlicher Datensätze ist hierzu notwendig.

Literaturverzeichnis

- [1] B. A. Bilby, J. D. Eshelby, and H. Liebowitz, "Fracture, an advanced treatise," in *Microscopic and Macroscopic Fundamentals*, vol. 1, p. 29, Academic Press New York and London, 1968.
- [2] K. Tanaka, Y. Akiniwa, Y. Nakai, and R. P. Wei, "Modelling of small fatigue crack growth interacting with grain boundary," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 24, no. 6, pp. 803–819, 1986.
- [3] W. Schaefer, M. Marx, H. Vehoff, A. Heckl, and P. Randelzhofer, "A 3-d view on the mechanisms of short fatigue cracks interacting with grain boundaries," *Acta Materialia*, vol. 59, no. 5, pp. 1849–1861, 2011.
- [4] A. Navarro and E. R. De Los Rios, "An alternative model of the blocking of dislocations at grain boundaries," *Philosophical Magazine A*, vol. 57, no. 1, pp. 37–42, 1988.
- [5] F. Schaefer, M. Marx, A. F. Knorr, and H. Vehoff, "Stage-i fatigue crack studies in order to validate the dislocation-free zone model of fracture for bulk materials," *Philosophical Magazine*, vol. 95, no. 8, pp. 819–843, 2015.
- [6] F. Schäfer, L. Weiter, M. Marx, and C. Motz, "Quantifying the grain boundary resistance against slip transfer by experimental combination of geometric and stress approach using stage-i-fatigue cracks," *Philosophical Magazine*, vol. 96, no. 32-34, pp. 3524–3551, 2016.
- [7] J. Kacher, B. P. Eftink, B. Cui, and I. M. Robertson, "Dislocation interactions with grain boundaries," *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 18, no. 4, pp. 227–243, 2014.
- [8] T. C. Lee, I. M. Robertson, and H. K. Birnbaum, "An in situ transmission electron microscope deformation study of the slip transfer mechanisms in metals," *Metallurgical Transactions A*, vol. 21, no. 9, pp. 2437–2447, 1990.
- [9] M. Dewald and W. A. Curtin, "Multiscale modeling of dislocation/grain-boundary interactions: III. 60° dislocations impinging on σ_3 , σ_9 and σ_{11} tilt boundaries in Al," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 19, no. 5, p. 055002, 2011.
- [10] M. D. Sangid, T. Ezaz, H. Sehitoglu, and I. M. Robertson, "Energy of slip transmission and nucleation at grain boundaries," *Acta materialia*, vol. 59, no. 1, pp. 283–296, 2011.

-
- [11] M. D. Sangid, T. Ezaz, and H. Sehitoglu, “Energetics of residual dislocations associated with slip–twin and slip–gbs interactions,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 542, pp. 21–30, 2012.
 - [12] J. C. M. Li, “Disclination model of high angle grain boundaries,” *Surface Science*, vol. 31, pp. 12–26, 1972.
 - [13] P. Cordier, S. Demouchy, B. Beausir, V. Taupin, F. Barou, and C. Fressengeas, “Disclinations provide the missing mechanism for deforming olivine-rich rocks in the mantle,” *Nature*, vol. 507, no. 7490, p. 51, 2014.
 - [14] A. E. Romanov, “Mechanics and physics of disclinations in solids,” *European Journal of Mechanics-A/Solids*, vol. 22, no. 5, pp. 727–741, 2003.
 - [15] M. Gutkin and I. Ovid’ko, *Plastic deformation in nanocrystalline materials*, vol. 74. Springer Science & Business Media, 2013.
 - [16] J. F. Nye, “Some geometrical relations in dislocated crystals,” *Acta metallurgica*, vol. 1, no. 2, pp. 153–162, 1953.
 - [17] A. Arsenlis and D. M. Parks, “Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density,” *Acta materialia*, vol. 47, no. 5, pp. 1597–1611, 1999.
 - [18] W. Pantleon, “Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction,” *Scripta Materialia*, vol. 58, no. 11, pp. 994–997, 2008.
 - [19] E. Kröner, “Der fundamentale zusammenhang zwischen versetzungsdichte und spannungsfunktionen,” *Zeitschrift für Physik*, vol. 142, no. 4, pp. 463–475, 1955.
 - [20] B. Beausir and C. Fressengeas, “Disclination densities from ebsd orientation mapping,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 50, no. 1, pp. 137–146, 2013.
 - [21] A. C. Leff, C. R. Weinberger, and M. L. Taheri, “On the accessibility of the disclination tensor from spatially mapped orientation data,” *Acta Materialia*, vol. 138, pp. 161–173, 2017.
 - [22] T. B. Britton, C. Maurice, R. Fortunier, J. H. Driver, A. P. Day, G. Meaden, D. J. Dingley, K. Mingard, and A. J. Wilkinson, “Factors affecting the accuracy of high resolution electron backscatter diffraction when using simulated patterns,” *Ultramicroscopy*, vol. 110, no. 12, pp. 1443–1453, 2010.

- [23] T. B. Britton and A. J. Wilkinson, “Measurement of residual elastic strain and lattice rotations with high resolution electron backscatter diffraction,” *Ultramicroscopy*, vol. 111, no. 8, pp. 1395–1404, 2011.
- [24] T. B. Britton and A. J. Wilkinson, “High resolution electron backscatter diffraction measurements of elastic strain variations in the presence of larger lattice rotations,” *Ultramicroscopy*, vol. 114, pp. 82–95, 2012.
- [25] S. Villert, C. Maurice, C. Wyon, and R. Fortunier, “Accuracy assessment of elastic strain measurement by ebsd,” *Journal of microscopy*, vol. 233, no. 2, pp. 290–301, 2009.
- [26] A. J. Wilkinson, G. Meaden, and D. J. Dingley, “High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: new levels of sensitivity,” *Ultramicroscopy*, vol. 106, no. 4-5, pp. 307–313, 2006.
- [27] Q. Chen, M. Defrise, and F. Deconinck, “Symmetric phase-only matched filtering of fourier-mellin transforms for image registration and recognition,” *IEEE Transactions on pattern analysis and machine intelligence*, vol. 16, no. 12, pp. 1156–1168, 1994.
- [28] D. Wang and H. Qian, “3d object recognition by fast spherical correlation between combined view egis and pft,” in *Pattern Recognition, 2008. ICPR 2008. 19th International Conference on*, pp. 1–4, IEEE, 2008.
- [29] A. P. Day, “Spherical ebsd,” *Journal of microscopy*, vol. 230, no. 3, pp. 472–486, 2008.
- [30] C. Maurice, J. H. Driver, and R. Fortunier, “On solving the orientation gradient dependency of high angular resolution ebsd,” *Ultramicroscopy*, vol. 113, pp. 171–181, 2012.
- [31] Z. Shen, R. H. Wagoner, and W. A. T. Clark, “Dislocation and grain boundary interactions in metals,” *Acta metallurgica*, vol. 36, no. 12, pp. 3231–3242, 1988.
- [32] E. Bayerschen, A. T. McBride, B. D. Reddy, and T. Böhlke, “Review on slip transmission criteria in experiments and crystal plasticity models,” *Journal of materials science*, vol. 51, no. 5, pp. 2243–2258, 2016.
- [33] J. Kacher and I. M. Robertson, “Quasi-four-dimensional analysis of dislocation interactions with grain boundaries in 304 stainless steel,” *Acta Materialia*, vol. 60, no. 19, pp. 6657–6672, 2012.
- [34] N. Li, J. Wang, A. Misra, X. Zhang, J. Y. Huang, and J. Hirth, “Twinning dislocation multiplication at a coherent twin boundary,” *Acta Materialia*, vol. 59, no. 15, pp. 5989–5996, 2011.

-
- [35] T. Shimokawa, T. Kinari, and S. Shintaku, “Interaction mechanism between edge dislocations and asymmetrical tilt grain boundaries investigated via quasicontinuum simulations,” *Physical Review B*, vol. 75, no. 14, p. 144108, 2007.
 - [36] S. Xu, L. Xiong, Y. Chen, and D. L. McDowell, “Comparing eam potentials to model slip transfer of sequential mixed character dislocations across two symmetric tilt grain boundaries in ni,” *JOM*, vol. 69, no. 5, pp. 814–821, 2017.
 - [37] A. Morawiec, *Orientations and rotations*. Springer, 2003.
 - [38] M. Humbert, N. Gey, J. Muller, and C. Esling, “Determination of a mean orientation from a cloud of orientations. application to electron back-scattering pattern measurements,” *Journal of applied crystallography*, vol. 29, no. 6, pp. 662–666, 1996.
 - [39] U. F. Kocks, C. N. Tomé, and H. R. Wenk, *Texture and anisotropy: preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*. Cambridge university press, 2000.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Versetzungen und Disclinations	3
2.2	Formation von Disclinations	4
2.3	Beliebiger Burgersumlauf einzelner und mehrerer Versetzungen	5
2.4	Ableitung eines Körpers	9
3.1	Projektionsproblem der HR-EBSD	12
3.2	Verschiebung von Bilddetails zweier EBSP	13
4.1	Schema des Gleittransfers	19
4.2	Weitere Modi des Gleittransfers I	20
4.3	Weitere Modi des Gleittransfers II	20
4.4	Energiebarriere verschiedener Korngrenzen	21
4.5	TEM-Aufnahmen von Versetzungen in rostfreiem 304-Stahl	23
4.6	HR-TEM-Aufnahmen der Stufenbildung an einer Zwillingskorngrenze in einer hochreinen Kupferprobe	23
4.7	Relaxationsprozesse nach Absorption einer Versetzung in eine Korngrenze	24
5.1	Lage der Kerben auf der Zugprobe	28
5.2	Lage der Scanfeldes auf dem Balken	30
5.3	Mikrobiegebalken nach Ermüdung und nach Präparation	31
5.4	Wahl von Referenzpunkten und ROIs bei der HR-EBSD	31
5.5	Lage der Korngrenzen und Koordinatensysteme im Balken	35
6.1	EBSP des Kalibrierkristalls	41
6.2	Mit CrossCourt™ ermittelte Rotation ω_{12} einer um 2° gedrehten Probe bei verschiedenen Kippwinkeln.	42
6.3	Mit CrossCourt™ ermittelte Rotation ω_{12} einer um 2° gedrehten Probe bei verschiedenen virtuellen Kippwinkeln.	43
6.4	Mit CrossCourt™ ermittelte Rotation ω_{12} einer um 2° gedrehten Probe bei verschiedenen virtuellen Kippwinkeln.	44
6.5	EBSP-Attrappen	44
6.6	Mittelwert und Standardabweichung der Disclinationdichte und deren Ver- hältnis bei verschiedenen Schrittweiten.	46
6.7	Mittelwert und Standardabweichung der Disclinationdichte, Mises-Spannung und des HR-KAM-Wertes. Zur erleichterten Darstellung sind alle Größen auf ihren jeweiligen Wert bei 10 ROIs normiert. Die gestrichelten Linien markieren den als Optimum befundenen Bereich.	47

6.8	Resultierende Form der Korngrenze nach Anwenden verschiedener Alignment-Parameter	49
6.9	Höhe des Korrelationskoeffizienten eines Querschnittes mit und ohne Alignment	50
7.1	Mittlere Spektralnorm des Disclinationensors auf den Korngrenzen der Nickelzugprobe	54
7.2	Mittlere Spektralnorm der Defekttensoren um den Auftreffpunkt des unteren Risses	56
7.3	Mittlere Spektralnorm der Defekttensoren um den Auftreffpunkt des oberen Risses	57
7.4	Wachstumskurven der Risse an Kerbe 3	58
7.5	AFM-Aufnahme des Gleitbandes mit Profilanalyse	58
7.6	Maximal Auftretende Misorientierung in Abhängigkeit von der Versetzungsdichte einer Gleitlinie	59
7.7	3D-Lage der Körner und Nye-Tensorverteilung im Raum	60
7.8	Verteilung der Spektralnornorm des Nye-Tensors errechnet aus HR- und Hough-Orientierungsdaten	61
7.9	Misorientierung innerhalb der z=30-Ebene des Balkens	64
7.10	Misorientierung innerhalb der y=30-Ebene des Balkens	65
7.11	Misorientierung innerhalb der x=30-Ebene des Balkens	66
7.12	Residua der 3D-HR-, Hough-, und 2D-HR-Daten	68
7.13	Mittelwert und Standardabweichung über die Probe der für jeden Punkt bestimmten Standardabweichung aller dortige Versetzungsdichten	69
7.14	Mittelwert und Standardabweichung über die Probe der für jeden Punkt bestimmten Gesamtversetzungsdichte	70
7.15	Mittelwert, das Maximum und die Standardabweichung der relativen Versetzungsdichte jedes Schmidfaktors bei fünf aktiven Gleitsystemen.	73
7.16	Mittelwert, das Maximum und die Standardabweichung der relativen Versetzungsdichte jedes Schmidfaktors bei zwölf aktiven Gleitsystemen.	73

Tabellenverzeichnis

5.1	Scan- und Aufnahmeparameter der 3D-EBSD	29
5.2	Gleitsysteme und zugehörige Versetzungstypen.	38
5.3	Versetzungsbasis nach Arsenlis und Parks	39
5.4	Nach Schmidfaktor geordnete Gleitsysteme des vollständigen Korns. . . .	39
5.5	Nach Schmidfaktor geordnete Gleitsysteme des vom Riss gespaltenen Korns.	39
7.1	Über das Scherband aufgenommene EBSP	60