

*R. E. Bolmaro, M. C. Avalos, N. S. De Vincentis, A. M. Kliauga, H.-G. Brokmeier*

# Assessing the Power of Electron Back Scattering Diffraction Characterization of Deformed F-138 Steel from the View Point of Crystal Diffraction

## Beurteilung des Leistungsvermögens der Charakterisierung von verformten Stahl F-138 durch Rückstreuелеktronenbeugung unter dem Gesichtspunkt der Kristallbeugung

*Received: May 12, 2014*

*Accepted: July 25, 2014*

*Eingegangen: 12. Mai 2014*

*Angenommen: 25. Juli 2014*

*Übersetzung: E. Engert*

### Abstract

Microstructural characterization by combined EBSD and X-ray diffraction analysis is shown for an FCC material deformed by rolling and further heat treatment on air. The wide variety of x-rays sources combined with EBSD allows some correlations between microstructural parameters to

### Kurzfassung

Behandelt wird die mikrostrukturelle Charakterisierung mittels kombinierter EBSD- und Röntgenbeugungsanalyse für einen durch Walzen und Wärmebehandlung an Luft verformten kfz-Werkstoff. Die Kombination eines breiten Spektrums an Röntgenquellen und EBSD ermöglicht auf der Grundlage einer sorgfältigen

### Authors:

**Raúl E. Bolmaro, Martina C. Avalos, Natalia S. De Vincentis** Rosario Institute of Physics – Faculty of Science and Engineering. National University of Rosario - Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, Bv. 27 de Febrero 210 bis, S2000E2P Rosario, Argentina.

**Andrea M. Kliauga** Department of Materials Engineering, Federal University of São Carlos, São Carlos – SP 13565–905, Brazil.

**Heinz-Günter Brokmeier** Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, TU Clausthal, Agricolastr. 6, 38678 Clausthal-Zellerfeld. Helmholtz-Zentrum Geesthacht, GEMS Outstation, Notkestr. 85, 22607 Hamburg, Germany.

be withdrawn by carefully analyzing x-ray peak broadening. The combination of both techniques provides a deeper understanding of anisotropic accumulation of dislocation arrays on a deformed F 138 stainless steel. The anisotropy results in a smaller peak breadth for crystal orientations with [110] planes contained on the rolling plane, further explained as resulting from a lower storage of dislocations. After heat treatment the effect is reverted and the formerly less misoriented orientations become more uniformly oriented revealing a faster dislocation migration and annihilation and/or trapping.

## 1. Introduction

Since very early it was recognized that optical microscopy provided information on microstructures of materials that had a clear, although disparate, correlation with data obtained through x-ray diffraction. Scherrer equation was one of the first to link X-ray peak broadening analysis with grain size, a magnitude to which metallography and optical microscopy have devoted the best efforts [1]. Later on microscopy reached the age of electron microscopy, first with Transmission Electron Microscopy (TEM) and, a few years later, with Scanning Electron Microscopy (SEM). Many of the microstructural and substructural features observed through optic microscopes were also observed either on TEM (dislocation arrays, twins, etc.) or SEM (grain boundaries) or by adding Electron Dispersion Spectroscopy, EDS (composition and phases). However, optical microscopy specialists had developed mathematical and experimental tools that, with respect to their quantitative and averaging capabilities, were unsurpassed by the new technologies. Particularly, optical microscopy was preferred in many cases for detecting microscopic features

Analyse der Röntgenpeakverbreiterung die Ableitung einiger zwischen mikrostrukturellen Parametern bestehenden Korrelationen. Die Kombination beider Techniken sorgt für ein tieferes Verständnis der anisotropen Ansammlung von Versetzungsanordnungen in rostfreiem Stahl F 138. Aus der Anisotropie ergibt sich eine geringere Peakbreite für in der Walzebene enthaltene Kristallorientierungen mit [110]-Ebenen, die auch als Folge einer geringeren Einlagerung an Versetzungen erklärt werden kann. Nach der Wärmebehandlung kommt es zu einer Umkehrung des Effekts und die zuvor wenig fehlorientierten Ausrichtungen richten sich einheitlicher aus und weisen eine schnellere Versetzungswanderung und -annihilation und/oder Trapping (etwa: „Einfangen“) auf.

## 1. Einleitung

Es wurde sehr früh erkannt, dass Lichtmikroskopie Informationen zu Mikrostrukturen von Werkstoffen lieferte, die mit mittels Röntgenbeugung gewonnen Daten in klaren, wenn auch ungleichartigen, Zusammenhängen standen. Die Scherrer-Gleichung brachte als eine der ersten Gleichungen, die die Analyse der Röntgenpeakverbreiterung mit der Korngröße in Verbindung bringen, ein Parameter, der sich Metallographie und Lichtmikroskopie eingehend gewidmet haben [1]. Später brach in der Mikroskopie das Zeitalter der Elektronenmikroskopie an: zunächst mit der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), einige Jahre später mit der Rasterelektronenmikroskopie (REM). Zahlreiche mit dem Lichtmikroskop erkennbare mikrostrukturelle und substrukturelle Merkmale konnten auch entweder mittels TEM (Versetzungsanordnungen, Zwillinge, etc.) oder REM (Korngrenzen) oder ergänzend durch energiedispersive Spektroskopie (EDS) (Zusammensetzung und Phasen) beobachtet werden. Doch haben Spezialisten im Bereich der Lichtmikroskopie mathematische und experimentelle Instrumente entwickelt, die hinsichtlich ihrer Leistungen im Bereich quantitativer Analyse und Mittelwertbildung im

on large areas, i.e. microscopic details on a macroscopic scale.

Relatively quite recently a new technique came on age and the story started all over again. The new electron microscopy based technique is known as Orientation Imaging Microscopy (OIM) or Electron Back Scattering Diffraction (EBSD) [2]. This technique incorporated many of the mathematical and technical developments of quantitative metallography and stereology, now taking advantage of the digital nature of the data captured by EBSD. Many papers have been published with the purpose of a comparison between data obtained from EBSD and X-rays. There are a few aspects on which EBSD and X-ray diffraction share frontiers to wit:

- a) As a first common characteristic, not always recognized by the literature or by the reader, both are diffraction techniques. The reasons for the confusing correlation between both techniques have to be dug out through examples. The final information is shown in quite different formats and reconciliation between them comes only after a lot of post-processing and analysis.
- b) Regarding the information extracted from EBSD and X-ray diffraction the first obvious correlation comes from the very origin of the technique. Despite it has been developed thanks to the collaboration of a quite broad panoply of experts and skills, the probe in which the EBSD technique is based is suggested by an old problem from the texture community: the measurement of the orientation of a sample in a grain by grain basis

Hinblick auf die neuen Technologien unübertroffen waren. Die Lichtmikroskopie wurde insbesondere dann bevorzugt, wenn großflächig auftretende mikroskopische Merkmale erfasst werden sollen, also mikroskopische Details auf makroskopischer Ebene.

In jüngerer Zeit ist ein neues Verfahren aus den Kinderschuhen herausgewachsen und dieser Prozess begann von Neuem. Die neue, auf der Elektronenmikroskopie basierende Technik ist bekannt als Orientierungsabbildende Mikroskopie (OIM) oder Rückstreuелеktronenbeugung (EBSD) [2]. Diese Technik bezieht zahlreiche mathematische und technische Entwicklungen der quantitativen Metallographie und Stereologie mit ein und profitiert von den mittels EBSD erzielten, nunmehr digitalen Daten. Das Thema zahlreicher wissenschaftlicher Beiträge war der Vergleich von mittels EBSD und Röntgenstrahlen gewonnenen Daten. Im Folgenden werden einige Aspekte aufgezählt, bei denen EBSD und Röntgenbeugung Gemeinsamkeiten aufweisen:

- a) Als erstes gemeinsames Merkmal, das seitens der Literatur oder des Lesers nicht immer anerkannt wird, gilt die Tatsache, dass es sich bei beiden um Beugungstechniken handelt. Die Ursachen für den verworrenen Zusammenhang beider Techniken müssen anhand von Beispielen verdeutlicht werden. Die letztendlich erhaltenen Informationen präsentieren sich in ganz unterschiedlichen Formaten, die erst nach umfangreicher Nachbearbeitung und Analyse miteinander vereinbar sind.
- b) Hinsichtlich der auf Basis von EBSD und Röntgenbeugung gewonnenen Informationen ergibt sich der erste offensichtliche Zusammenhang aus dem Ursprung dieser Technik. Die EBSD-Technik baut zwar auf der Zusammenarbeit eines relativ breiten Spektrums an Experten mit weitläufigen Qualifikationen auf, die dieser Technik zugrunde liegende Sonde wurde allerdings von Experten im Bereich der Textur angeregt, die einem alten Problem gegenüberstanden: die Korn

and of course later on at even smaller scales. So texture is the contact frontier by excellence. Many of the examples shown in the literature are related with this aspect of the technique, which is not the one addressed on the current work [3–5].

- c) Once recognized the power of the technique for texture measurements (microtexture or local texture) an immediate extension is suggested by the diffraction nature of the physical phenomenon used as a probe: the Kikuchi pattern indexing. Electron diffraction shares with other diffraction techniques, v.g. X-ray diffraction, many of the characteristics on which diffraction community has been working during decades. These more sophisticated uses of the technique are still under development and are not considered on the current work [6–8].
- d) Extra information comes from the particularities of the technique that shed light on microstructure at lower scales. The orientation of each inspected crystal changes pixel by pixel due to the presence of defects: grain boundaries, subgrain boundaries, dislocation arrays, twins, etc.. The information on the relative orientation of neighboring pixels carries information on the kind and quantity of defects. The length scale of inspection has actually been diminished to tens of nanometers by using information collected with a resolution of 20–30 nm and a well established angular resolution of at least  $0.5^\circ$ . At this level the temptation to compare both techniques, with a high expectation for a positive correlation, arises.

We show X-ray peak broadening and EBSD experimental results and related analysis on 70% rolled and further heat treated F-138 steel samples. We present our results from

für Korn durchzuführende Orientierungsmessung an einer Probe – später natürlich in noch kleineren Maßstäben. Die Textur ist somit ein Punkt, an dem beide Techniken außerordentlich konvergieren. Einige der in der Literatur angeführten Beispiele beziehen sich auf diesen in vorliegender Arbeit nicht behandelten Aspekt [3–5].

- c) Als die Leistungsstärke der Technik für Texturmessungen (Mikrotexture oder lokale Textur) anerkannt war, wird eine unmittelbare Erweiterung durch das mittels Sonde genutzte physikalische Phänomen der Beugung nahegelegt: die Indizierung des Kikuchi-Musters. Die Elektronenbeugung teilt mit anderen Beugungstechniken, wie z.B. der Röntgenbeugung, zahlreiche Eigenschaften, an denen Experten im Bereich der Beugungstechnik seit Jahrzehnten arbeiten. Auf diese fortgeschritteneren Anwendungen dieser Technik, die sich noch immer in der Entwicklung befinden, wird in vorliegender Arbeit nicht eingegangen [6–8].
- d) Zusätzliche Informationen erhalten wir über die Genauigkeit dieser Technik, die einen Einblick in kleinskalige Mikrostrukturen gewährt. Die Orientierung jedes einzelnen untersuchten Kristalls ändert sich, Pixel für Pixel, aufgrund der Anwesenheit von Gitterfehlern: Korngrenzen, Subkorngrenzen, Versetzungsanordnungen, Zwillinge, etc. Angaben zur relativen Orientierung angrenzender Pixel enthalten Informationen zu Fehlerart und Fehlermenge. Bei einer Auflösung von 20–30 nm und einer gut eingestellten Winkelauflösung von mindestens  $0,5^\circ$  erzielte Daten wurden nutzbar gemacht und so der Untersuchungsmaßstab bis auf Zehntelnanometer reduziert. Auf dieser Auflösungsstufe ist man versucht, beide Techniken miteinander zu vergleichen – mit einer größeren Erwartung für eine positive Korrelation.

An Proben aus bis zu einem Reduzierungsgrad von 70% gewalztem und wärmebehandeltem Stahl F-138 wurden Versuche bzgl. Röntgenpeakverbreiterung und EBSD durch-

the view point of differences, similarities and complementary behavior of both techniques.

## 2. Experimental Techniques.

### 2.1 X-Ray Peak Broadening Analysis

Peak-broadening can be analyzed, among others, by two methods, modified Williamson-Hall (W-H) analysis and the extended Convolutional Multiple Whole Profile (eCMWP), known as the modified Warren-Averbach analysis [8–10]. The first method allows the calculation of domain sizes and dislocation densities in a fast way by fitting the equation:

$$\frac{2 \text{ FWHM } \cos(\theta)}{\lambda} - \beta' W_K = \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2}\right) \rho^{1/2} K^2 C_{av} \quad [1]$$

where FWHM: peak width calculated by fitting Pseudo Voigt functions to each peak and further subtraction of instrumental peak broadening,  $\theta$ : Bragg angle,  $\beta'$ : planar defect density, both twin and stacking faults,  $W_K$ : Warren parameters,  $D$ : domain size,  $b$ : Burgers vector,  $M$ : factor characterizing the effective outer cut-off radius of dislocations,  $\rho$ : dislocation density,  $K$ :  $2 \sin \theta / \lambda$ ,  $C_{av}$ : average dislocation contrast factors. No planar defects like twins or stacking faults were considered on this first approach to the evaluation. All these concepts are handled somehow roughly but keeping rigorousness as much as possible. For instance,  $M$  cannot be evaluated by W-H method; however it is known that its value cannot be lower than 1 or higher than 2 for dislocation densities smaller than about  $10^{14} \text{ m}^{-2}$  or larger than about  $5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ , respectively.

A finer method of calculation considers the behavior of the tails of the peaks, analyzed through the calculation of the Fourier ex-

geführt und diese Arbeit präsentiert Versuchsergebnisse und entsprechende Analysen. Wir stellen unsere Ergebnisse bezüglich der auftretenden Unterschiede, Ähnlichkeiten und Komplementaritäten vor.

## 2. Experimentelle Verfahren

### 2.1 Analyse der Röntgenpeakverbreiterung

Unter anderem kann die Peakverbreiterung anhand zweier Verfahren untersucht werden: die modifizierte Williamson-Hall-Analyse (W-H) und das als modifizierte Warren-Averbach-Analyse bekannte „extended Convolutional Multiple Whole Profile“ (eCMWP), [8–10]. Das erste Verfahren ermöglicht die schnelle Berechnung der Domänengrößen und Versetzungsdichten durch die Anpassung folgender Formel:

$$\frac{2 \text{ FWHM } \cos(\theta)}{\lambda} - \beta' W_K = \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2}\right) \rho^{1/2} K^2 C_{av} \quad [1]$$

wobei FWHM (Full Width at Half Maximum, Halbwertsbreite): durch Anpassung von Pseudo-Voigt-Funktionen an jeden einzelnen Peak und Subtraktion instrumenteller Peakverbreiterung berechnete Peakbreite,  $\theta$ : Bragg-Winkel,  $\beta'$ : Dichte der Flächenfehler, sowohl Zwillinge als auch Stapelfehler,  $W_K$ : Warren-Parameter,  $D$ : Domänengröße,  $b$ : Burgers-Vektor,  $M$ : Faktor, der den effektiven äußeren Abschneideradius (cut-off radius) der Versetzungen beschreibt,  $\rho$ : Versetzungsdichte,  $K$ :  $2 \sin \theta / \lambda$ ,  $C_{av}$ : durchschnittliche Kontrastfaktoren der Versetzungen. Bei diesem ersten Bewertungsansatz wurden Flächenfehler wie Zwillinge oder Stapelfehler nicht berücksichtigt. Bei möglichst präziser Arbeit wurden alle diese Konzepte mehr oder weniger grob behandelt. Über die W-H-Methode kann beispielsweise  $M$  nicht berechnet werden. Es ist jedoch bekannt, dass sein Wert für Versetzungsdichten, die weniger als etwa  $10^{14} \text{ m}^{-2}$  oder mehr als ca.  $5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  betragen, nicht kleiner als 1 oder größer als 2 sein kann.

Ein feineres Berechnungsverfahren berücksichtigt das Verhalten der Peakausläufer, die anhand der Berechnung der Fourier-Ent-

pansion of each peak. The method, due to Warren and Averbach, has been expanded, improved and implemented on a whole profile fitting software eCMWP, is also used on the current research [10, 11].

## 2.2 EBSD

The main effect on EBSD data due to microstructure/ substructure development during plastic deformation comes from the misorientations growing inside grains due to the accumulation of dislocation arrays. These dislocation arrays are usually classified as:

- a) Geometrically Necessary Dislocation boundaries (GND) [12], referring to the high angle boundaries ( $> 15^\circ$ ) surrounding elongated regions, more or less aligned with the main axes of the macroscopic deformation;
- b) Statistically Stored Dislocation boundaries (SSD), comprising small angle dislocation walls ( $< 15^\circ$ ) surrounding almost homogeneously distributed quasi-square shape features;
- c) Looser dislocation arrays or free dislocations, homogeneously distributed on the crystals.

EBSD scans allow detecting GNDs and SSDs as sudden changes of orientation inside each crystal. Sometimes, at large deformations, GNDs cannot be distinguished from original Grain Boundaries (GB) except by following optical features (continuity, shape, etc.) not easily automatically detectable by post-processing software. The misorientations constitute the necessary input for several models that allow calculating dislocation densities if an adequate selection and removal is made of the original grain boundaries [13–15]. Because the lowest resolution currently achievable on EBSD is around  $0.5^\circ$ , very loose dislocation arrays ( $SSDs < 0.5^\circ$ ) and free dislocations

wicklung jedes einzelnen Peaks untersucht werden. Das Verfahren, das mit Hilfe des Programms eCMWP umgesetzt und verbessert wurde, wird auch in laufenden Forschungsprojekten eingesetzt [10, 11].

## 2.2 EBSD

Während einer plastischen Verformung geht der wesentliche Einfluss einer Mikrostruktur- bzw. Substrukturentwicklung auf die EBSD-Daten aus den Fehlorientierungen hervor, die aufgrund der Ansammlung von Versetzungsanordnungen innerhalb der Körner zunehmen. Diese Versetzungsanordnungen werden üblicherweise wie folgt eingeteilt:

- a) Grenzen geometrisch notwendiger Versetzungen (Geometrically necessary dislocations, GNDs) [12] bezogen auf die Großwinkelkorngrenzen ( $> 15^\circ$ ), die längliche Bereiche umgeben und mehr oder weniger an den Hauptachsen der makroskopischen Verformung ausgerichtet sind;
- b) Grenzen statistischer Versetzungen (Statistically Stored Dislocation boundaries, SSD), die kleinwinklige Versetzungswände enthalten ( $< 15^\circ$ ), die fast homogen verteilte, quasi quadratisch geformte Merkmale umgeben;
- c) Losere Versetzungsanordnungen oder freie Versetzungen, die in den Kristallen homogen verteilt sind.

EBSD-Scans ermöglichen das Erkennen von GNDs und SSDs als unmittelbare Orientierungswechsel innerhalb jedes einzelnen Kristalls. Mit Ausnahme folgender optischer Merkmale (Kontinuität, Form, etc.), die mittels Nachbearbeitungssoftware nicht einfach automatisch zu erkennen sind, können die GNDs bei großen Verformungen mitunter nicht von den ursprünglichen Korngrenzen (KG) unterschieden werden. Die Fehlorientierungen bilden den erforderlichen Input für verschiedene Verfahren, die eine Berechnung von Versetzungsdichten ermöglichen, wenn eine angemessene Auswahl und Entfernung ursprünglicher Korngrenzen vorgenommen wurde [13–15]. Da die niedrigste, beim EBSD

are undetectable by this technique. Cross-correlation has been applied to approach the post-processing of EBSD data with the ability to increase resolution to an order of magnitude less [6–8].

Meanwhile, the GNDs are easily detected by x-ray diffraction through two effects. First they diminish domain sizes, which are detected as an increment of the independent term on Eq. 1. Second, they modify strain fields on the sub-grain boundary vicinities and consequently enlarge peak breadths, as represented by the second degree term of Eq. 1. The M value would be in this case in the lowest limit, showing the high screening effects on the strain field produced by a tight dislocation array.

The effect shown by the presence of SSDs would be more or less the same, except for a likely increase on the M values. Moreover, being the SSD arrays somehow looser than the GNDs, there might be some very small regions of perfect, although strained, regions in between the arrays. They could only be detected by very parallel, energetic and monochromatic x-rays; the kind than can be gotten from synchrotrons.

The looser arrays and the free dislocations would certainly contribute to peak broadening, effect that is reflected almost exclusively on the strain field contributing to the slope of the second order term of Eq. 1.

The measurement capabilities of each technique can be abstracted as it follows:

Regarding EBSD technique:

a) Regular resolution EBSD technique can be used to evaluate dislocation densi-

erreichbare Auflösung derzeit  $0,5^\circ$  beträgt, werden sehr lose Versetzungsanordnungen ( $SSDs < 0,5^\circ$ ) und freie Versetzungen bei dieser Technik nicht erfasst. Um die EBSD-Daten so nachzuarbeiten, dass die Möglichkeit besteht, die Auflösung um eine Größenordnung zu erhöhen, wurde die Kreuzkorrelationsfunktion angewendet [6–8].

Mittlerweile können die GNDs durch Röntgenbeugung aufgrund zweier Effekte einfach erfasst werden. Zunächst verkleinern sie die Domänengrößen, die in Gl. 1 als Zuwachs des unabhängigen Ausdrucks identifiziert werden. Zudem modifizieren sie Spannungsfelder in der Nähe der Subkorn Grenzen und erweitern somit die Peakbreiten, wie es in Gl. 1 durch den Ausdruck zweiten Grades deutlich wird. Bei den starken Abschirmwirkungen im durch eine enge Versetzungsanordnung erzeugten Spannungsfeld läge der Wert für M in diesem Fall an der Untergrenze.

Die durch das Vorhandensein von SSDs eintretende Wirkung wäre, mit Ausnahme einer wahrscheinlichen Zunahme der M-Werte, mehr oder weniger die gleiche. Zudem könnten, da die SSD-Anordnungen etwas loser sind als die GNDs, einige sehr kleine, perfekte, wenn auch unter Spannung stehende Bereiche zwischen den Anordnungen auftreten. Sie konnten lediglich durch sehr parallele, energetische und monochromatische Röntgenstrahlen erfasst werden: Strahlen, wie sie durch Synchrotrone erzeugt werden können.

Die loser Anordnungen und die freien Versetzungen würden sicherlich zu einer Peakverbreiterung beitragen, eine Auswirkung, die sich fast ausschließlich im Spannungsfeld zeigt und die zur Steigung des Ausdrucks zweiter Ordnung der Gl. 1 beiträgt.

Für jede einzelne Technik kann das Leistungsvermögen in Bezug auf die Messungen wie folgt abstrahiert werden:

Die EBSD-Technik:

a) Reguläre EBSD-Auflösungstechnik kann eingesetzt werden, um die Versetzungsdichten

ties as far as they are on arrays showing misorientation accumulations larger than  $0.5\sigma$ . By setting only this lower misorientation limit we will likely collect data even from initial grain boundaries. They should be removed either by eye or by imposing an upper limit correlated with the imposed amount of deformation or previous knowledge of the sample processing. EBSD cannot detect very loose dislocation arrays (misorientation  $< 0.5\sigma$ ) or individual dislocations.

- b) Grain size measurement capability is limited by the resolution to 60–90 nm linear dimensions, comprising 2 to 3 contiguous pixels of the lowest achievable resolution of approximately 20–30 nm. The need for having continuity among grain pixels in order to define a grain is a characteristic of EBSD technique that may hinder also the comparison with x-ray based measurements.

Regarding X rays:

- a) Highly collimated and energetic x-rays can be used to detect free dislocations, low-medium compact (SSDs) and highly compact (GNDs) dislocation arrays. However just one M factor will come out from the calculation and the doubt about the correctness of averaging the effect of having even just two different compactness of dislocation arrays may arise.
- b) Domain sizes are measured to a lowest size only limited by the lack of crystallinity of very small crystals, i. e. a few nanometers. The largest sizes, again for highly collimated and energetic x ray beams, are in the limit of a few microns.

auszuwerten, solange diese in Anordnungen auftreten, die Fehlorientierungsansammlungen aufweisen, die größer als  $0,5^\circ$  sind. Wenn wir lediglich diesen niedrigeren Fehlorientierungsgrenzwert setzen, werden wir wahrscheinlich selbst von ursprünglichen Korngrenzen Daten erheben. Sie sollten entweder durch das Festlegen einer Obergrenze, die mit dem eingesetzten Verformungsmaß in Beziehung steht, über Vorkenntnisse zur Probenverarbeitung oder aber mit bloßem Auge entfernt werden. Sehr lose Versetzungsanordnungen (Fehlorientierung  $< 0,5^\circ$ ) oder einzelne Versetzungen können mittels EBSD nicht erfasst werden.

- b) Das Potenzial für die Korngrößenmessung ist durch die Auflösung auf 60–90 nm lineare Dimensionen beschränkt, die 2 bis 3 zusammenhängende Pixel der kleinsten erreichbaren Auflösung von etwa 20–30 nm enthalten. Die Notwendigkeit zusammenhängender Pixel für die Korndefinition ist ein charakteristisches Merkmal der EBSD-Technik, das beim Vergleich mit den röntgenstrahlbasierten Messungen ebenfalls hinderlich sein dürfte.

Röntgenstrahlen:

- a) Stark kollimierte und hochenergetische Röntgenstrahlen können eingesetzt werden, um freie Versetzungen, wenig bis mittelkompakte (SSDs) und sehr kompakte (GNDs) Versetzungsanordnungen zu erkennen. Allerdings wird aus der Berechnung lediglich ein M-Faktor hervorgehen. Hier können Zweifel an der Richtigkeit der Mittelwertbildung von sogar nur zwei unterschiedlich kompakten Versetzungsanordnungen aufkommen.
- b) Domänengrößen werden bis zu einer lediglich durch mangelnde Kristallinität sehr kleiner Kristalle, d. h. einige Nanometer beschränkten kleinsten Größe gemessen. Die größten Abmessungen sind, wiederum für stark kollimierte und energetische Röntgenstrahlen, mit einem Wert von einigen Mikrometern begrenzt.



### 3. Material and Experiments

F-138 austenitic stainless steel is a low Stacking Fault Energy (SFE) alloy that deforms at room temperature with a profuse activation of twinning, besides the usual FCC slip systems. The material was rolled until 70% reduction and further heat treated 1 h at 600°C and 700°C in an air furnace. The samples were properly polished and cut with the purpose of being subject to four main characterization protocols.

- a) A laboratory based X-ray diffraction machine was used to measure on samples of sizes and surface quality appropriate for measuring without perturbation due to polishing damage. The machine was a Philips X'Pert MPD Cu  $K_{\alpha}$  radiation ( $\lambda = 1.5456 \text{ \AA}$ ) diffractometer, equipped with an Eulerian cradle, X-ray lens, Soller slits and single sealed inert gas detector in parallel beam array geometry. Average peak breadth (integrated equivalent width) is around  $0.3^{\circ}$ , as it was determined by measuring a  $\text{LaB}_6$  powder NIST standard.
- b) Same samples were used for measuring on the Brazilian Synchrotron Light Laboratory (LNLS), Campinas, Brazil. The measurements were carried out at D12A-XRD1 beam line using a monochromatic beam with an energy of 11.013 keV ( $\lambda = 1.1258 \text{ \AA}$ ). A Ge (111) single crystal was used as analyzer crystal improving the resolution to  $\pm 5 \text{ eV}$ . A Huber diffractometer equipped with an Eulerian cradle and coupling theta and 2-theta provided a conventional powder diffraction configuration. A Dectris 1D Mythen detector, one dimensional silicon strip detector operating in single photon counting mode with an active area of  $8 \times 64 \text{ mm}^2$  was used. Continuous integrating scans were performed for each sample in a large angular in-

### 3. Werkstoff und Versuche

Rostfreier austenitischer Stahl F-138 ist eine Legierung mit niedriger Stapelfehlerenergie (SFE), die sich, von den üblichen kfz-Gleitsystemen abgesehen, bei Raumtemperatur mit einer sehr aktiven Zwillingsbildung verformt. Der Werkstoff wurde bis zu einem Dickenreduzierungsgrad von 70% gewalzt und 1 h bei 600°C in einem Luftofen wärmebehandelt. Die Proben wurden ordnungsgemäß poliert und so zugeschnitten, dass sie sich für vier Hauptcharakterisierungsprotokolle eignen.

- a) Mit einem Laborröntgendiffraktometer wurden Messungen an Proben durchgeführt, die sich aufgrund ihrer Größen und Oberflächenqualität (ohne Störeinflüsse durch das Polieren hervorgerufener Schäden) dafür eignen. Die Vorrichtung, ein Philips Diffraktometer X'Pert MPD mit Cu  $K_{\alpha}$ -Strahlung ( $\lambda = 1,5456 \text{ \AA}$ ) ist mit einer Eulerwiege, Röntgenlinse, Sollerblenden und einfach versiegeltem Edelgasdetektor in Parallelstrahlgeometrie ausgerüstet. Die durchschnittliche Peakbreite (integrierte Äquivalentbreite) beträgt ca.  $0,3^{\circ}$  (bestimmt durch Verwendung eines NIST-Standards ( $\text{LaB}_6$ -Pulver)).
- b) Die gleichen Proben wurden für Messungen im Synchrotronlichtlabor (Synchrotron Light Laboratory, LNLS) in Campinas, Brasilien, verwendet. Die Messungen wurden an einer D12A-XRD1 Beamline mittels eines monochromatischen Strahles einer Energie von 11,013 keV ( $\lambda = 1,1258 \text{ \AA}$ ) durchgeführt. Als Analysekrystall diente ein Ge (111)-Einkristall. Dies führte zu einer Verbesserung der Auflösung bis auf  $\pm 5 \text{ eV}$ . Ein mit einer Eulerwiege ausgestattetes Huber-Diffraktometer mit theta-2-theta-Konfiguration ergab eine klassische Anordnung für Pulverdiffraktion. Zur Anwendung kam ein 1D Mythen-Detektor der Firma Dectris: ein eindimensionaler Siliziumstreifendetektor im Einzelphoton-Zählmodus mit einer aktiven Fläche von  $8 \times 64 \text{ mm}^2$ . In einem großen Winkel-

terval of  $30^\circ \leq 2\theta \leq 115^\circ$ , with total counting time in between 12 and 50 min, depending mostly on grain size. At least 9 individual peaks for each sample were measured. The instrumental broadening was determined and corrected using a  $\text{LaB}_6$  powder (NIST certified SRM-660a standard). The average value was calculated close to  $0.1^\circ$ .

c) Smaller parallelepipedic samples, of around  $1.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$  section and 15 mm length were cut to be measured at the GEMS outstation at DESY synchrotron, Hamburg, Germany. Transmission synchrotron X-ray diffraction with a beam size of  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  and  $\lambda = 0.14235 \text{ \AA}$  was used. A Mar345 solid state detector, set on square shaped  $3450 \text{ pixels} \times 3450 \text{ pixels}$  of  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ , was located at 1081 mm behind the target sample. Typical detection times were in between 20 s and 100 s. A translation-rotation stage is set as a holding device allowing the positioning and vertical axes rotation of the samples every  $5^\circ$ , for the determination of complete textures for each sample.  $\text{LaB}_6$  powder NIST standard was used to calculate peak broadening. The sample thickness takes part in influencing peak width, which was close to  $0.01^\circ$ – $0.02^\circ$  for 1–2 mm sample thicknesses.

d) For an exhaustive inspection by EBSD, in search of microstructural features that might help on the understanding of the x-ray results and shed light on the nano/microstructure developed by deformation, the materials were properly polished by 9, 6, 3 and  $1 \mu\text{m}$  diamond water suspension and 30' polishing with 0.05 colloidal silica [13]. They were subject to EBSD scans on a FEI-FEG Quanta 200 by using a TSL-EDAX EBSD system.

intervall von  $30^\circ \leq 2\theta \leq 115^\circ$  wurden, bei einer Gesamtzählzeit von zwischen 12 und 50 min (überwiegend abhängig von der Korngröße), jede Probe kontinuierlich integrierend abgetastet. Für jede Probe wurden mindestens 9 einzelne Peaks gemessen. Die instrumentelle Verbreiterung wurde anhand eines  $\text{LaB}_6$ -Pulvers (NIST-zertifizierter SRM-660a Standard) bestimmt und korrigiert. Der Durchschnittswert wurde mit ca.  $0,1^\circ$  berechnet.

c) Kleinere parallelepipedische Proben für die Messungen an der GEMS-Außenstelle beim Deutschen Elektronen-Synchrotron DESY in Hamburg mit einem Querschnitt von etwa  $1,5 \times 1,5 \text{ mm}^2$  und 15 mm Länge zugeschnitten. Es wurde mit Synchrotronröntgendiffraktion in Transmission bei einer Strahlgröße von  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  und  $\lambda = 0,14235 \text{ \AA}$  gearbeitet. Ein auf quadratische  $3450 \times 3450$  Pixel mit  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  eingestellter Mar345 Festkörperdetektor wurde 1081 mm hinter der Zielprobe positioniert. Typische Erfassungszeiten lagen zwischen 20 und 100 s. Als Haltevorrichtung diente ein Verschiebe- bzw. Drehtisch, der zur Bestimmung kompletter Texturen bei jeder einzelnen Probe die Positionierung und die Drehung um die vertikale Achse der Proben alle  $5^\circ$  ermöglichte. Zur Berechnung der Peakverbreiterung wurde der NIST-Standard ( $\text{LaB}_6$ -Pulver) angewendet. Die Peakbreite wird unter anderem von der Probendicke beeinflusst. Bei Probendicken von 1–2 mm lag sie bei  $0,01^\circ$ – $0,02^\circ$ .

d) Für eine umfassende EBSD-Untersuchung auf der Suche nach mikrostrukturellen Merkmalen, die dabei helfen könnten, die aus den Röntgenstrahlversuchen hervorgehenden Ergebnisse zu verstehen und Licht ins Dunkel der durch Verformung gebildeten Nano- bzw. Mikrostruktur zu bringen, wurden die Werkstoffe mittels wasserhaltiger Diamant-Suspension (9, 6, 3 and  $1 \mu\text{m}$ ) und schließlich 30 min mit kolloidalem Siliciumdioxid (0,05) ordnungsgemäß poliert [13]. Sie

Step size was fixed to 70 nm and typical scans comprised  $10^6$  points or more.

wurden mittels eines FEI-FEG Quanta 200 unter Anwendung eines TSL-EDAX EBSD-Systems abgetastet. Die Schrittweite wurde mit 70 nm festgelegt und typische Scans enthielten  $10^6$  oder mehr Punkte.

## 4. Experimental Results

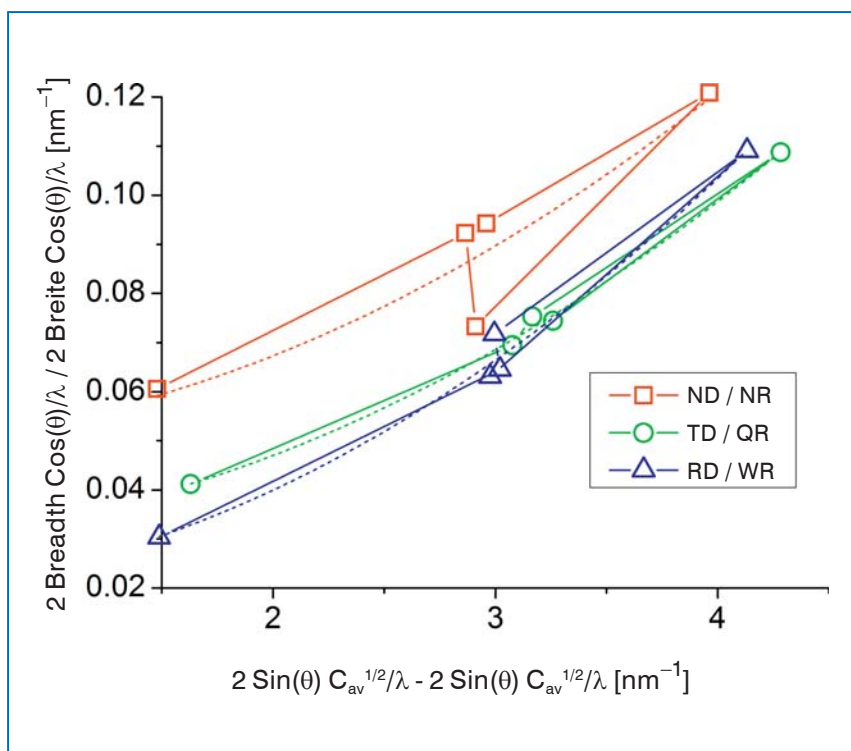
### 4.1 Diffraction Analysis

Fig. 1 shows the first schematic fitting of the W-H model to the data taken on Petra III. The transmission data, possible because of the penetration capability of the high energy beam, was processed by taking “pie cuts” from the Debye-Scherrer image plates in such way that data from planes contained on the three directions of the sample (Normal Direction, ND, contained on the rolling plane; Rolling Direction, RD; and Transverse Direction, TD) could be obtained. The figure does not show the fitting second degree curves but the position of the points, and guide lines, by using the best possible  $C_{av}$  taking in account elastic constants for stainless steel.

## 4. Versuchsergebnisse

### 4.1 Beugungsanalyse

Bild 1 zeigt die erste schematische Anpassung des W-H-Modells an die mittels Petra III gewonnenen Daten. Die Sendedaten, ermöglicht durch das Eindringvermögen des hochenergetischen Strahls, wurden durch Entnahme von “Kuchenstücken” aus den Debye-Scherrer-Bildplatten in der Art verarbeitet, dass Daten von Ebenen, die in den drei Richtungen der Probe enthalten sind (Normalenrichtung (NR), in der Walzebene; Walzrichtung (WR); und Querrichtung (QR) gewonnen werden können. Die Abbildung zeigt nicht die Anpassung der Kurven zweiter Ordnung, sondern die Position der Punkte und Führungslinien unter Verwendung des bestmöglichen  $C_{av}$  unter Berücksichtigung der Elastizitätskonstanten für rostfreien Stahl.



**Fig. 1:** Williamson-Hall fit of the breadth data taken by synchrotron radiation at GEMS, Petra III, DESY, Germany, on planes perpendicular to the three sample axes: ND, TD and RD. Solid lines show eye guide connections between points. Dash lines show the quadratic fit according to eq. 1.

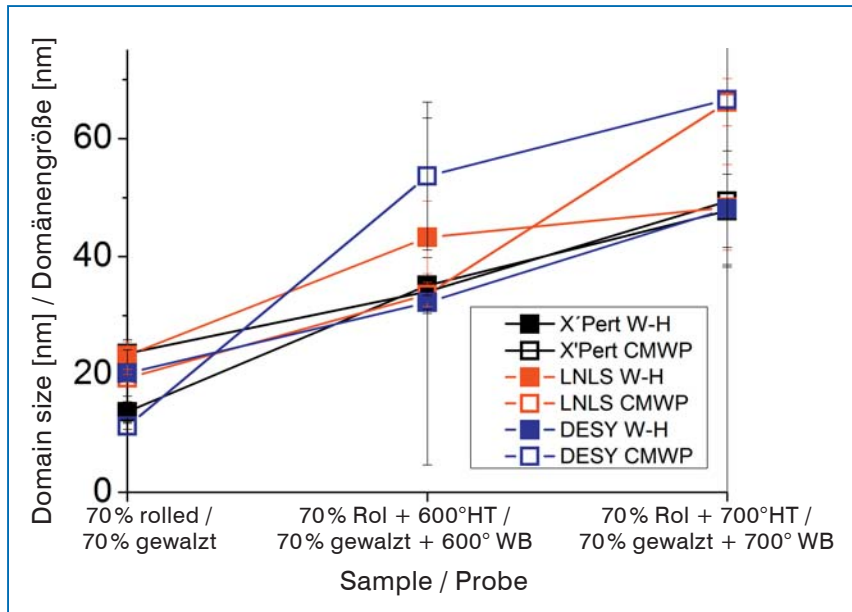
**Bild 1:** Williamson-Hall-Fit der Daten zur Breite, die mittels Synchrotronstrahlung durch Petra III bei GEMS (DESY) in Deutschland auf senkrecht zu den drei Probenachsen verlaufenden Ebenen gewonnen wurden: NR, QR und WR. Durchgezogene Linien zeigen das Auge führende Verbindungen zwischen Punkten. Gestrichelte Linien zeigen die quadratische Näherung gemäß Gl. 1.

For the planes perpendicular to ND (contained in the rolling plane) the  $\{220\}$  breadth value noticeably does not lie on the curve at all. The lower than expected value for  $\{220\}$  peak breadth may be due either to larger domain sizes or lower dislocation densities or both at the same time. The other two sample directions behave as expected with also the expected values for dislocation densities (similar slopes for all three curves) and different values for the ordinate. The values follow the shape of the domains expected from the external applied strain field: longer grains on the RD, smaller on TD and even smaller on RD, in a sort of “chocolate bar” shape as the rolled sample external shape imposes on the grains. Regarding the relatively low breadth values of the  $\{220\}$  planes perpendicular to the ND and of the very close directions  $\{331\}$  and  $\{420\}$ , similar behavior can be obtained from the rest of the experiments, either by regular laboratory X-rays or synchrotron data from LNLS. They lie usually far from every fitting curve whenever the rolling plane is used for measuring. The results are not shown here as regular W-H plots but through the actual domain sizes and dislocation densities.

Fig. 2 shows the domain sizes as coming out from the diffractograms stemming from laboratory (Philips X’Pert MPD, Cu  $K_{\alpha}$ ), LNLS (Brazil) and Petra III (DESY) x-ray radiation. Fig. 3 shows the evolution of dislocation density for all three techniques. The results have been obtained through both techniques, W-H and CMWP. Being CMWP a whole diffractogram fitting approach, the data is not sensitive to the presence of crystal anisotropy on domain sizes or dislocation density accumulation. The trends for all three measurement methods and both methods of analysis are the same, with increasing domain sizes and decreasing

Für die (in der Walzebene auftretenden) zur NR senkrecht verlaufenden Ebenen liegt der  $\{220\}$ -Wert der Breite deutlich nicht auf der Kurve. Der niedriger als erwartet ausfallende Wert der  $\{220\}$ -Peakbreite geht entweder auf größere Domänengrößen oder geringere Versetzungsdichten oder auf beides gleichzeitig zurück. Die anderen beiden Probenrichtungen verhalten sich wie erwartet – auch mit den erwarteten Werten für Versetzungsdichten (ähnliche Steigungen für alle drei Kurven) und unterschiedlichen Werten für die Ordinate. Die Werte folgen der Form der Domänen, die gemäß dem von Außen angelegten Spannungsfeld erwartet wird: längere Körner in WR, kleinere in QR und noch kleinere in NR, in einer Art “Schokoladenriegel”-Konstellation, die die äußere Form der gewalzten Probe den Körnern aufzwingt. In Hinblick auf die relativ geringen Breitenwerte der senkrecht zur NR verlaufenden  $\{220\}$ -Ebenen und der sehr nahe beieinander liegenden Richtungen  $\{331\}$  und  $\{420\}$  kann von den restlichen Versuchen ein ähnliches Verhalten erzielt werden – entweder durch reguläre Laborröntgenstrahlen oder Synchrotron-Daten im LNLS. Wird die Walzebene für die Messung herangezogen, liegen sie üblicherweise weit entfernt von jeglicher Anpassungskurve. Die Ergebnisse werden hier nicht als reguläre grafische W-H-Darstellung präsentiert, sondern über die tatsächlichen Domänengrößen und Versetzungsdichten.

Bild 2 zeigt Domänengrößen wie sie in Diffraktogrammen aus der Laborröntgenstrahlung (Philips X’Pert MPD, Cu  $K_{\alpha}$ , LNLS (Brasilien) und Petra III Röntgenstrahlung (DESY)) hervor gehen. Bild 3 zeigt die Entwicklung der Versetzungsdichte für alle drei Techniken. Die Ergebnisse wurden sowohl mittels W-H als auch mit CMWP erzielt. Obgleich CMWP eine Herangehensweise mit Anpassung des ganzen Diffraktogramms ist, geben die Daten keine Informationen zum Auftreten von Kristallanisotropie in Domänengrößen oder zur Ansammlung von Versetzungsdichten preis. Die Trends für alle drei Messmethoden und beide Analysemethoden sind, mit steigenden Domänengrößen und



**Fig. 2:** Domain sizes as coming out from the W-H and CMWP analyses for the diffractograms stemming from laboratory (Philips X'Pert MPD, Cu  $K\alpha$ ), LNLS (Brazil) and Petra III (DESY) x-ray radiation.

**Bild 2:** Aus den W-H- und CMWP-Analysen für die auf Laborröntgenstrahlung (Philips X'Pert MPD, Cu  $K\alpha$ ), LNLS (Brazil) und Petra III Röntgenstrahlung (DESY) basierenden Diffraktogrammen gewonnenen Domänengrößen.

dislocation densities by increasing temperature for heat treatment. Free dislocations and also dislocations in small angle dislocation arrays (SSD) tend to migrate, the first, and to dissolve and migrate, the second ones, and lately to be trapped on High Angle Grain Boundaries (HAGBs), either GND or original GBs.

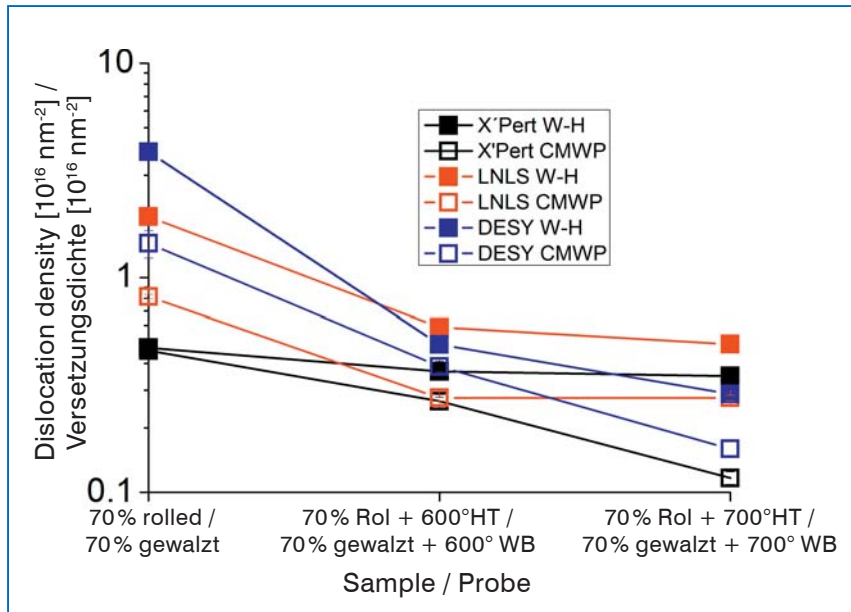
Another characteristic is the lower dislocation density detected by using CMWP method. The method allows the simultaneous determination of the M parameters, which measure the screening effect on the stress fields due to the degree of compactness of dislocation arrays. In that sense the accuracy of the method is higher and results more reliable.

The dislocation densities are higher for LNLS data compared with laboratory X-ray results, and also higher for Petra III results than the other two measurement equipments. The higher the brilliance of the beam (lower angular divergence, higher intensity and smaller  $\Delta\lambda$ -energy dispersion) the smaller the crystalline regions that can be detected as such without being confused with the background. In those regions the stress fields created by the dislocations are better characterized and the dislocation densities are better defined. However, that

fallenden Versetzungsdichten bei Erhöhung der Wärmebehandlungstemperatur, die gleichen. Freie Versetzungen tendieren zum Wandern, Versetzungen in kleinwinkligen Versetzungsanordnungen (SSD) tendieren zum Auflösen und zum Wandern und schließlich in Großwinkel-Korngrenzen (HAGBs), entweder GND oder ursprünglichen GBs, festgehalten zu werden.

Charakteristisch ist außerdem die anhand der CMWP-Methode erfasste geringere Versetzungsdichte. Die Methode ermöglicht die gleichzeitige Bestimmung der M-Parameter, die die Abschirmwirkung in den Spannungsfeldern aufgrund des Maßes der Kompaktheit der Versetzungsanordnungen messen. So gesehen ist die Methode genauer und sind die Ergebnisse zuverlässiger.

Die Versetzungsdichten sind für LNLS-Daten im Vergleich mit durch Laborröntgenstrahlen ermittelten Ergebnissen höher. Sie fallen ebenso für mittels Petra III gewonnene Ergebnisse höher aus als mit Hilfe der beiden anderen Messvorrichtungen. Je höher die Brillanz des Strahls (geringere Winkeldivergenz, höhere Intensität und niedrigere  $\Delta\lambda$ -Energiedispersion), desto kleiner die Kristallbereiche, die, ohne mit dem Hintergrund verwechselt zu werden, als solche erkannt werden können. In diesen Bereichen sind die von den Versetzungen erzeugten Spannungsfelder besser charakteri-



**Fig. 3:** Dislocation densities from the W-H and CMWP analyses for the diffractograms stemming from laboratory (Philips X'Pert MPD, Cu  $K\alpha$ ), LNLS (Brazil) and Petra III (DESY) x-ray radiation.

**Bild 3:** Versetzungsdichten aus W-H und CMWP Analysen anhand von Diffraktogrammen von Labor (Philips X'Pert MPD, Cu  $K\alpha$ ), LNLS (Brasilien) und Petra III (DESY) Röntgenquellen.

would not always contribute to concurrently diminish domain sizes because not always those regions, detected as crystalline, are independent domains but continuous regions with the rest of the material. That is probably why there is not a unique and defined trend for domain sizes correlated with the evolution of dislocation densities method of measurement.

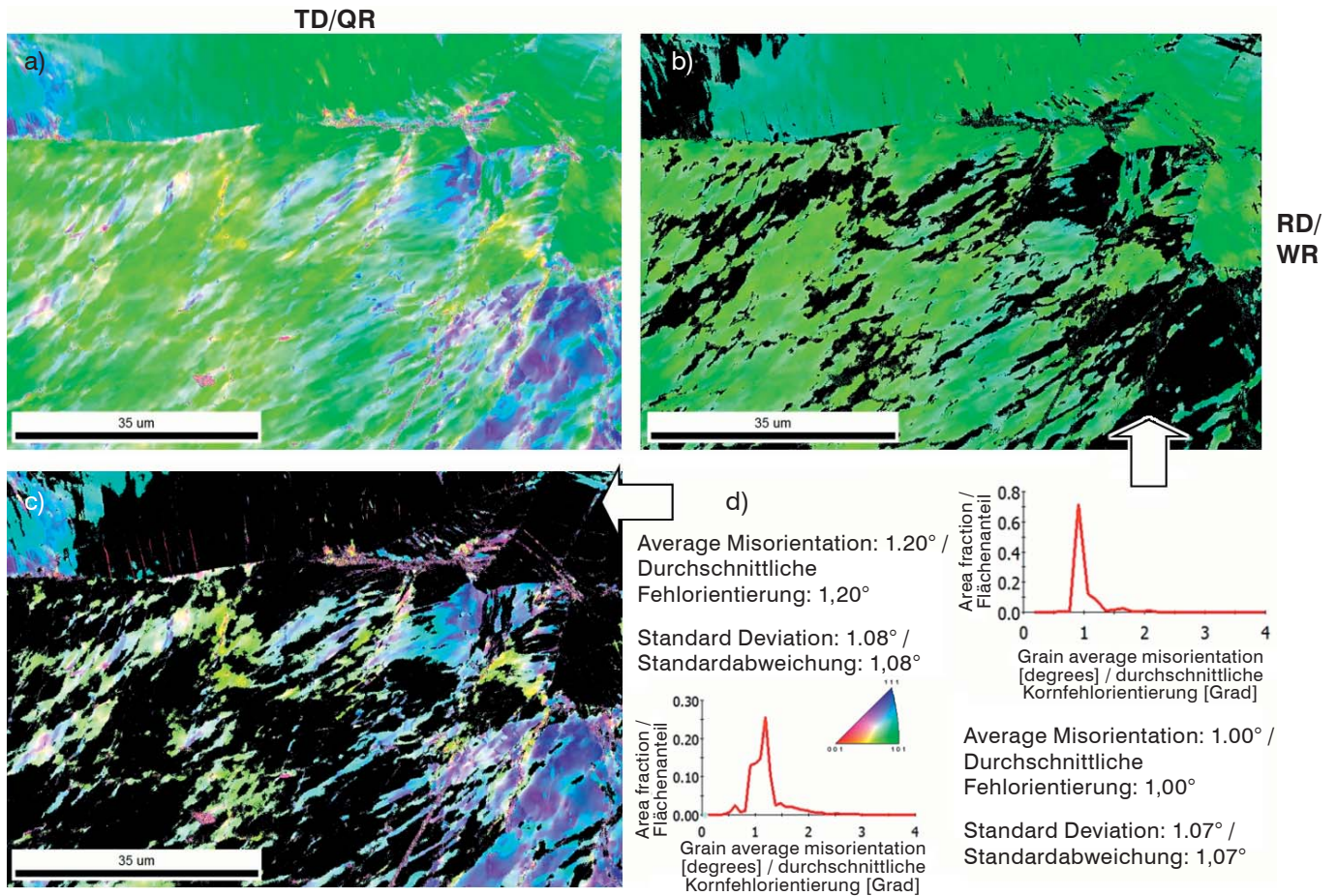
## 4.2 EBSD Analysis

The idea of separating the grains on orientation components satisfying particular conditions on variables, others than the orientation itself, was applied several times [14]. Based on an old idea of measuring Generalized Pole Figures (GPF) straight out of the X-ray diffractograms (Full Width at Half Maximum-FWHM; Peak Shift; etc.), these also called Scalar Pole Figures allow the construction of pseudo orientation functions showing the value of many variables, both physical and non-physical, in function of the pole figure orientation.

siert und die Versetzungsdichten besser definiert. Dies würde allerdings nicht immer dazu beitragen, gleichzeitig die Domänengrößen zu verkleinern, da solche als kristallin erfassten Bereiche nicht immer unabhängige Domänen sind, sondern mit dem restlichen Werkstoff zusammenhängende Bereiche. Wahrscheinlich gibt es daher keinen eindeutigen und definierten Trend für Domänengrößen, der mit der Messmethode der Entwicklung der Versetzungsdichten korreliert.

## 4.2 EBSD-Analyse

Das Konzept, die Körner in Orientierungskomponenten aufzuteilen, die bestimmte Bedingungen in anderen Variablen als der Orientierung selbst erfüllen, wurde mehrmals angewendet [17]. Basierend auf dem alten Konzept der Messung von Generalized Pole Figures (GPF, etwa: „generalisierte“ Polfiguren) direkt aus den Röntgendiffraktogrammen (volle Breite beim halben Maximum (FWHM), Spitzenverschiebung, etc.), ermöglichen diese auch als Scalar Pole Figures (etwa: „skalare Polfiguren“) bezeichneten Polfiguren die Generierung von Pseudo-Orientierungsfunktionen, die den Wert zahlreicher Variablen, sowohl physikalischer als auch nicht-physikalischer Variablen, in Abhängigkeit der Polfigurorientierung aufzeigen.



**Figs. 4a to d:** EBSD analysis of 70% rolled sample. Step size: 70 nm. No cleaning procedure. a) Inverse Pole Figure map; b) Inverse Pole Figure map. Partition: crystal direction  $\langle 011 \rangle // ND$ . 15° tolerance; c) Inverse Pole Figure map. Partition: No crystal direction  $\langle 011 \rangle // ND$ . 15° Tolerance; d) Misorientation distributions for both partitions, showing the average misorientation for crystal directions  $\langle 011 \rangle // ND$  < rest of crystals.

**Bilder 4a bis d:** EBSD-Analyse an einer mit einem Reduktionsgrad von 70% gewalzten Probe. Schrittweite: 70 nm. Kein Reinigungsvorgang/Keine Bereinigung. a) Karte der inversen Polfigur; b) Karte der inversen Polfigur. Partition: Kristallrichtung  $\langle 011 \rangle // NR$ . 15° Toleranz; c) Karte der inversen Polfigur. Partition: Keine  $\langle 011 \rangle // NR$  Kristallrichtung. 15° Toleranz; d) Fehlorientierungsverteilungen für beide Partitionen, die die durchschnittliche Fehlorientierung für Kristallrichtungen  $\langle 011 \rangle // NR$  < restliche Kristalle zeigen

The best results of that approach are obtained when bi-modal distributions of some of the variables exist. However, when the variable is distributed somehow broadly and with some bias not evident at single sight, some external hints from other techniques may suggest anisotropic distributions of that variable.

As a spare data we can use the X-ray peak broadening analysis by W-H method, which showed that the fitting by Eq. 1 is unable

Die besten Ergebnisse werden bei dieser Herangehensweise erzielt, wenn bei einigen Variablen bimodale Verteilungen vorliegen. Wenn die Variable jedoch eher breit gestreut ist und eine gewisse Verzerrung (Bias) auftritt, die auf den ersten Blick nicht offensichtlich ist, könnten einige von außen hinzustoßende Hinweise anderer Techniken auf anisotrope Verteilungen dieser Variable hindeuten.

Zusätzlich können wir die Verbreiterungsanalyse des Röntgenpeaks mittels W-H-Methode heranziehen, die ergab, dass das Fitting mit-

to properly fit the (022) breadth, which is lower than the expected, as judged by the much better fit for the other plane results. No matter how much effort was devoted to the fitting, it was not possible to properly fit all values, on the reasonable limits of the corresponding  $C_{av}$ , except when peak (022) was left out of the fitting process. This anisotropic behavior is known to happen in other circumstances, like for instance when crystal orientation is correlated with macroscopic shapes and sizes.

For the current data, which does not admit an easy separation between two different populations of grains, we proceeded to create two partitions, one with only the crystals having the [011] crystallographic direction perpendicular to the rolling plane (i. e. co-linear with ND, Normal Direction) and the other one with the rest of the crystals. In fact, as it was already mentioned, it could be observed that some other plane families, like {331} and {420} are also difficult to fit on the W-H plots. The chosen misalignment tolerance of  $15^\circ$ , between the [011] direction and ND, is expected to include also those planes while building the partitions.

A few scans were analyzed by performing those partitions and calculating the statistical distribution of Area Fractions vs. Grain Average Misorientation (GAM) with the calculation cluster limited to the first neighbor.

Fig. 4 shows the analysis of one of the EBSD scans for the 70% rolled sample. The step size is 70 nm, allowing a relatively large scan area together with a good resolution while keeping scanning time under certain level. To preserve as much as possible the original data, no clean-up procedure was performed taking advantage of the high quality polishing that allowed to obtain very high

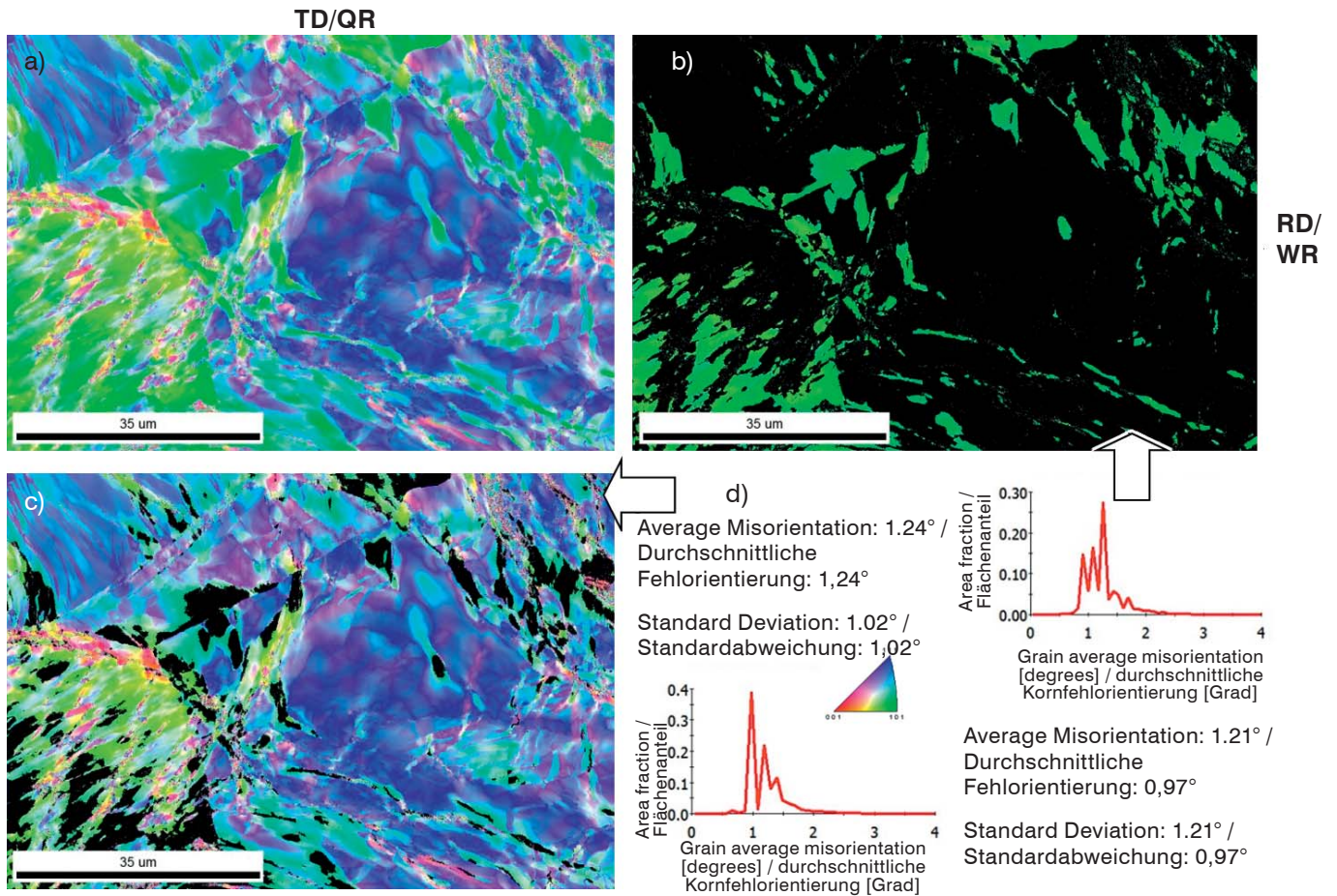
tels Gl. 1 die (022)-Breite nicht geeignet annähern kann. Diese ist niedriger als erwartet, wie es aus dem wesentlich besseren Fit für die anderen Ergebnisse für die Ebenen hervorgeht. Gleich welche Anstrengungen beim Fitting unternommen wurden: Es war nicht möglich, alle Werte in den angemessenen Grenzen der entsprechenden  $C_{av}$  richtig anzunähern, es sei denn der Peak (022) wurde nicht mit in den Fitting-Vorgang miteinbezogen. Von diesem anisotropen Verhalten weiß man, dass es unter anderen Umständen auftritt, z. B. wenn die Kristallorientierung mit makroskopischen Formen und Größen korreliert.

Mit den vorliegenden Daten, die keine einfache Trennung zwischen zwei unterschiedlichen Kornpopulationen zulassen, führen wir fort, indem wir zwei Partitionen anlegten: eine mit lediglich den Kristallen, bei denen die kristallographische [011]-Richtung senkrecht zur Walzebene vorlag (d. h. kollinear mit NR, Normalenrichtung) und die andere mit den restlichen Kristallen. Wie bereits erwähnt, konnten wir beobachten, dass einige andere Ebenenfamilien, wie beispielsweise {331} und {420}, in W-H-Diagrammen ebenfalls schwierig anzupassen sind. Von der ausgewählten Fehlaustrichtungs-toleranz von  $15^\circ$  zwischen der [011]-Richtung und NR wird erwartet, dass sie, wenn Partitionen angelegt werden, auch solche Ebenen enthält.

Einige wenige Scans wurden analysiert, indem solche Partitionen angelegt und die statistische Verteilung der Flächenanteile gegenüber der durchschnittlichen Kornfehlorientierung (Grain Average Misorientation, GAM) berechnet wurden, wobei der Berechnungscluster auf den ersten Nachbar beschränkt ist.

Bild 4 zeigt die Analyse einer der EBSD-Scans für die mit 70%er Dickenreduktion gewalzte Probe. Die Schrittweite liegt bei 70 nm und ermöglicht so einen relativ großen Scanbereich bei einer guten Auflösung, während die Abtastzeit unter einem gewissen Niveau gehalten wird. Um die ursprünglichen Daten so weit als möglich zu erhalten, fand keine Bereinigung statt. Dabei profitierte man vom





**Figs. 5a to d:** EBSD analysis of 70% rolled sample + 1 h 600°C heat treatment. Step size: 70 nm. a) Inverse Pole Figure map. Step size: 70 nm; b) Inverse Pole Figure map. Step size: 70 nm. Partition: crystal direction  $\langle 011 \rangle // ND$ . 15° tolerance; c) Inverse Pole Figure map. Partition: No crystal direction  $\langle 011 \rangle // ND$ . 15° Tolerance; d) Misorientation distribution for both partitions, showing the average misorientation for crystal directions  $\langle 011 \rangle // ND \approx$  rest of crystals.

**Bilder 5a bis d:** EBSD-Analyse der bis auf eine Dickenreduktion von 70% gewalzten und 1 h bei 600°C wärmebehandelten Probe. Schrittweite: 70 nm. a) Karte der inversen Polfigur; b) Karte der inversen Polfigur. Partition: Kristallrichtung  $\langle 011 \rangle // NR$ . 15° Toleranz; c) Karte der inversen Polfigur. Partition: Keine  $\langle 011 \rangle // NR$  Kristallrichtung. 15° Toleranz; d) Fehlorientierungsverteilungen für beide Partitionen, die die durchschnittliche Fehlorientierung für Kristallrichtungen  $\langle 011 \rangle // NR < \approx$  restliche Kristalle zeigen.

IQ (Index of Quality) an average CI (Confidence Index) close to 0.7. For further processing grain boundaries are defined with a minimum misorientation value of 2°.

The average misorientation distribution function shows a distinctive behavior for both partitions. The  $\langle 011 \rangle // ND$  partition shows a lower average misorientation together with a slighter narrower distribution (Average misorientation = 1.0°, SD = 1.07°). Meanwhile the other partition, comprising

hochqualitativen Poliervorgang, der einen sehr hohen Qualitätsindex, QI, und einen mit etwa 0,7 durchschnittlichen Vertrauensindex, VI, ermöglichte. Zur Weiterverarbeitung wurden Korngrenzen mit einem minimalen Fehlorientierungswert von 2° definiert.

Die durchschnittliche Fehlorientierungsverteilungsfunktion zeigt für beide Partitionen ein charakteristisches Verhalten. Die Partition  $\langle 011 \rangle // NR$  weist eine geringere durchschnittliche Fehlorientierung und eine etwas engere Verteilung (durchschnittliche Fehlorientierung = 1,0°, Standardabweichung

the remaining crystals, shows a wider distribution with a slightly larger average misorientation (Average misorientation =  $1.20^\circ$ , SD =  $1.08^\circ$ ). A few inspected and analyzed scans showed the same behavior.

Fig. 5 shows the same analysis performed for a sample that was subject to heat treatment for 1 h at  $600^\circ\text{C}$  on air. Average misorientations are now closer to each other, showing a misorientation convergence between both partitions. A few other scans were also analyzed with similar results.

Fig. 6 shows the same analysis for a sample subject to 1 h heat treatment at  $700^\circ\text{C}$  in an air furnace. The distributions show in this case lower misorientation for the opposite partition (Average misorientation =  $0.97^\circ$  for No crystal direction  $\langle 011 \rangle // \text{ND}$ ; against Average misorientation =  $1.14^\circ$  for crystal direction  $\langle 011 \rangle // \text{ND}$ ). Apparently the dislocation cleaning effect continues further and faster on the same directions that were prone to that cleaning at  $600^\circ\text{C}$ . This effect was not noticeable on the W-H plots for what it is possible that a larger misorientation on  $\langle 011 \rangle // \text{ND}$  partition may have been compensated by a larger domain size taking the peak breadth to values compatible with the rest of the orientations. Meanwhile, for EBSD the high angle boundaries are already transformed in closed grains and the continuous migration of dislocations and their trapping might decrease misorientations further inside each domain.

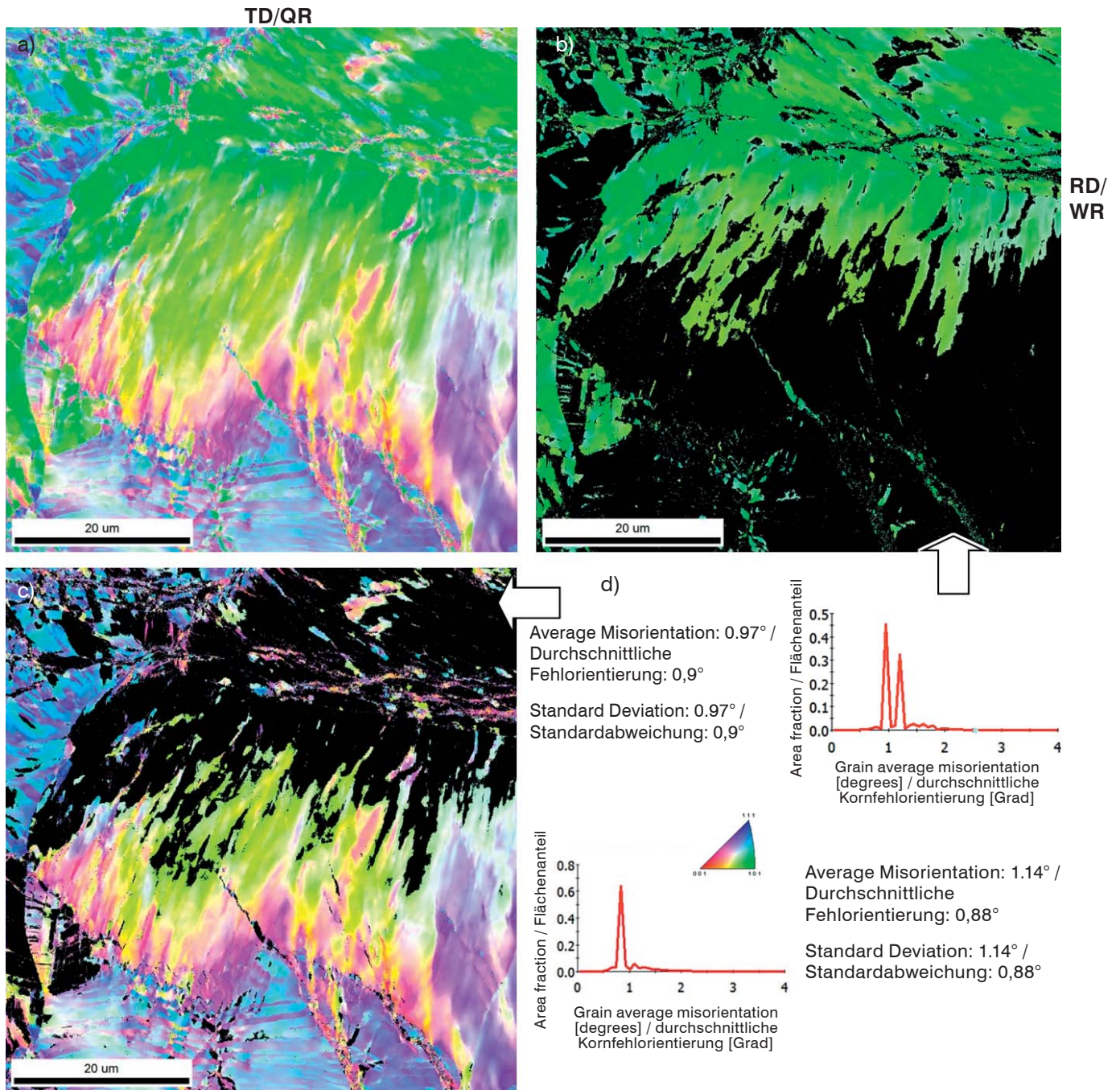
Worthy is to note that, despite the diminishing dislocation content with heat treatment, observed through x-ray peak broadening analysis, there is no comparable decrease on the GAM values. This is due to the mentioned different characteristics of

(SA =  $1.07^\circ$ ) auf. Die andere Partition hingegen, die die restlichen Kristalle enthält, weist eine weitere Verteilung mit einer etwas größeren durchschnittlichen Fehlorientierung (durchschnittliche Fehlorientierung =  $1.20^\circ$ , SA =  $1.08^\circ$ ) auf. Einige untersuchte und analysierte Scans zeigten das gleiche Verhalten.

Bild 5 zeigt die gleiche Analyse, die für eine Probe durchgeführt wurde, die einer einstündigen Wärmebehandlung bei  $600^\circ\text{C}$  im Luftofen unterzogen wurde. Die durchschnittlichen Fehlorientierungen liegen nun näher beieinander und weisen zwischen beiden Partitionen eine Konvergenz auf. Analysen einiger anderer Scans führten zu ähnlichen Ergebnissen.

Bild 6 zeigt die gleiche Analyse einer Probe, die einer einstündigen Wärmebehandlung in einem Luftofen bei  $700^\circ\text{C}$  unterzogen wurde. Die Verteilungen zeigen in diesem Fall eine geringere Fehlorientierung für die nebenstehend abgebildete Partition (durchschnittliche Fehlorientierung =  $0,97^\circ$  für keine Kristallrichtung  $\langle 011 \rangle // \text{NR}$ ; gegenüber durchschnittlicher Fehlorientierung =  $1,14^\circ$  für Kristallrichtung  $\langle 011 \rangle // \text{NR}$ ). Anscheinend tritt der Versetzungs-„Abbaueffekt“ bei den gleichen Richtungen weiter und schneller auf, die diesem „Abbau“ bei  $600^\circ\text{C}$  ausgesetzt waren. Dieser Effekt war auf den W-H-Diagrammen nicht wahrnehmbar. Daher könnte es sein, dass eine größere Fehlorientierung in der  $\langle 011 \rangle // \text{NR}$ -Partition durch eine größere Domänengröße kompensiert wurde, was Werte der Peakbreiten zur Folge hat, die mit den restlichen Orientierungen kompatibel sind. Derweil sind für EBSD die Großwinkelkorngrenzen schon in geschlossene Körner umgewandelt und die kontinuierliche Wanderung von Versetzungen und ihr Trapping könnten die Fehlorientierungen in jeder einzelnen Domäne möglicherweise weiter reduzieren.

Es ist hier hervorzuheben, dass es trotz des bei Wärmebehandlung mittels Röntgenpeakverbreiterungsanalyse beobachteten abnehmenden Versetzungsgehalts zu keiner vergleichbaren Abnahme der GAM-Werte kommt. Dies hängt mit den erwähnten unter-



**Figs. 6a to d:** EBSD analysis of 70% rolled sample + 1 h 700°C heat treatment. Step size: 70 nm. a) Inverse Pole Figure map. b) Inverse Pole Figure map. Partition: crystal direction  $\langle 011 \rangle // ND$ . 15° tolerance; c) Inverse Pole Figure map. Partition: No crystal direction  $\langle 011 \rangle // ND$ . 15° Tolerance; d) Misorientation distributions for both partitions, showing the average misorientation for crystal directions  $\langle 011 \rangle // ND$  > rest of crystals.

**Bilder 6a bis d:** EBSD-Analyse der bis zu 70% Dickenreduktion gewalzten und einer einstündigen Wärmebehandlung bei 700°C unterzogenen Probe. Schrittweite: 70 nm. a) Karte der inversen Polfigur; b) Karte der inversen Polfigur. Partition: Kristallrichtung  $\langle 011 \rangle // NR$ . 15° Toleranz; c) Karte der inversen Polfigur. Partition: Keine  $\langle 011 \rangle // NR$  Kristallrichtung, 15° Toleranz; d) Fehlorientierungsverteilungen für beide Partitionen, die die durchschnittliche Fehlorientierung für Kristallrichtungen  $\langle 011 \rangle // NR$  < restliche Kristalle zeigen.

both methods and only partial scale overlap between them. While some dislocations, mainly the free and looser ones, migrate and annihilate, decreasing peak breadths, some

schiedlichen charakteristischen Merkmalen beider Methoden und einer lediglich teilweisen Maßstabsüberschneidung zusammen. Während einige Versetzungen, vor allem die

of them combine on wider and higher angle misorientation dislocation arrays.

## 5. Conclusions

New tools to further develop metallographic techniques have been continuously improved and they need to be validated by the proper combination with other alternative, and perhaps older, techniques. The just partial scale overlap may hinder the correlation between data, for what a careful interpretation is needed in each case. If EBSD qualifies as a new metallographic technique it is clear that, besides similarities with color metallography for instance, it is reaching a new lower level of resolution unreachable before.

We were able to correlate an apparent lack of fitting capability of X-ray experimental results by using eq. 1. with EBSD results showing less misorientation for a particular crystal orientation,  $\{011\}\langle hkl \rangle$ , for a rolled F138 austenitic stainless steel. The microstructural and substructural evolution can be followed also after heat treatment, showing diminishing loose dislocation densities and an increasing density of low and high angle dislocation arrays, process that is shown as increasing domain sizes through peak broadening analysis.

However, a second likely anisotropy effect, detectable by misorientation calculations on 700°C heat treated samples, was not evident by X-ray peak broadening analysis. As already mentioned, whole pattern fitting methods, as CMWP model, cannot detect anisotropic effects acting independently on each plane family. Meanwhile, W-H analysis can sometimes detect those anisotropy ef-

freien und loseren unter ihnen, wandern und annihilieren und so zu einer Abnahme der Peakbreiten führen, kombinieren einige von ihnen zu Versetzungsanordnungen mit weit- und großwinkligeren Fehlorientierungen.

## 5. Schlussfolgerungen

Neue Instrumente zur Weiterentwicklung metallographischer Techniken wurden kontinuierlich verbessert und müssen durch geeignete Kombination mit anderen alternativen und unter Umständen älteren Techniken validiert werden. Die lediglich teilweise Maßstabsüberschneidung könnte die Datenkorrelation behindern. Daher ist in jedem einzelnen Fall eine sorgfältige Interpretation erforderlich. Während sich EBSD als neue metallographische Technik qualifiziert, liegt klar auf der Hand, dass sie, abgesehen von Ähnlichkeiten mit beispielsweise der Farbmetallographie, ein bis dato unerreichbares, neues Auflösungs-niveau erzielt.

Wir konnten einen offensichtlichen Mangel an Anpassungsfähigkeit der Ergebnisse der Röntgenversuche unter Zuhilfenahme der Gl. 1 mit EBSD-Ergebnissen korrelieren, die weniger Fehlorientierung für eine bestimmte Kristallorientierung  $\{011\}\langle hkl \rangle$  für einen gewalzten austenitischen rostfreien Stahl F138 aufwiesen. Die mikrostrukturelle und substrukturelle Entwicklung kann ebenso nach der Wärmebehandlung untersucht werden. Dabei zeigen sich abnehmende lose Versetzungsdichten und eine zunehmende Dichte an kleinwinkligen- und großwinkligen Versetzungsanordnungen, ein Vorgang der sich in der Peakverbreiterungsanalyse als zunehmende Domänengrößen zeigt.

Ein zweiter wahrscheinlicher Anisotropie-Effekt jedoch, der durch Fehlorientierungsrechnungen an bei 700°C wärmebehandelten Proben erfassbar ist, war bei der Röntgenpeakverbreiterungsanalyse nicht ersichtlich. Wie bereits erwähnt, können mittels „Whole Pattern Fitting“-Methoden wie dem CMWP-Modell, bei denen das ganze Diffraktogramm angepasst wird, keine anisotropen Effekte erfasst

fects but it becomes clear that the so many varying parameters during fitting may hide their presence.

X-ray diffraction provides a quantity characterized as domain size which is not at all comparable with traditional grain sizes measured by metallographic techniques. Even at the level of details provided by EBSD, many assumptions, as for instance continuity, are not detected at all by x-ray peak broadening effects. A few tenths of degree are enough for detecting a defect as characteristic of domain size by x-rays and the resolution for EBSD starts just above that level. I.e., in a deformed material, the domain sizes detected by x-rays are always on the limit of resolution of current standard EBSD technique.

On dislocation characterization the expectations are higher, provided that a good model is used to calculate dislocation densities from misorientations. EBSD can also offer a superior vision because of topological and local characterizations, which are not possible by x-rays.

Both techniques together might increase the analytical power for better understanding microstructural evolution during thermo-mechanical processes.

## Acknowledgements

This work was supported by São Paulo State Research Foundation (FAPESP 2011/02009–0) – Brazil, ANPCyT - National Agency for Science and Technology Research, Argentina and the International Collaboration CONICET-DFG-Germany.

werden, die in jeder einzelnen Ebenenfamilie unabhängig agieren. Mittels W-H-Analysen hingegen können solche anisotropen Effekte zeitweise erfasst werden. Es wird jedoch klar, dass ihr Vorhandensein bei so zahlreichen unterschiedlichen Parametern während dem Fitting unentdeckt bleiben könnte.

Röntgenbeugung liefert eine als Domänengröße charakterisierte Quantität, die absolut nicht mit mittels metallographischer Techniken gemessenen traditionellen Korngrößen vergleichbar ist. Selbst auf einem durch EBSD ermöglichten detailreichen Niveau werden zahlreiche Annahmen, beispielsweise bezüglich der Kontinuität, mittels Röntgenpeakverbreiterungseffekten überhaupt nicht erfasst. Ein paar Zehntel Grad reichen aus, um einen Fehler mittels Röntgenstrahlen als für eine Domänengröße charakteristisch zu erkennen. Die Auflösung für EBSD beginnt etwas oberhalb dieses Niveaus. D.h., dass die in einem verformten Werkstoff mittels Röntgenstrahlen erfassten Domänengrößen sich immer an der Auflösungsgrenze derzeitiger Standard-EBSD-Technik befinden.

Die Erwartungen hinsichtlich der Versetzungsscharakterisierung sind höher, vorausgesetzt, dass ein gutes Modell zugrunde gelegt wird, um die Versetzungsdichten anhand der Fehlorientierungen zu berechnen. EBSD ermöglicht dank topologischer und lokaler Charakterisierungen außerdem ein umfassenderes Bild, was mit Röntgenstrahlen nicht möglich ist.

Beide Techniken könnten zusammen das analytische Leistungsvermögen für ein besseres Verständnis mikrostruktureller Entwicklungen während thermomechanischer Vorgänge verbessern.

## Danksagung

Diese Arbeit wurde unterstützt durch ANPCyT – National Agency for Science and Technology Research, Argentinien, die São Paulo State Research Foundation (FAPESP 2011/02009–0), Brasilien, und die internationale Kooperation mit CONICET-DFG (Deutschland).

## References / Literatur

- [1] P. Scherrer, P.: *Nachr. Ges. Wiss. Göttingen* 26 (1918) 98–100.
- [2] Adams, B.L.; Wright, S.I.; Kunze, K.: *Met. & Mat. Trans. A*, 24, 4 (1993) 819–831.  
DOI: 10.1007/BF02656503
- [3] Baudin, T.; Dahms, M.; Quesne, C.; Penelle, R.: *J. de Physique IV, Colloque 2, suppl. J. de Physique* 111, 6 (1996) 141–146.
- [4] Wright, S.I.; Nowell, M. M.; Bingert, J. F.: *Met. & Mat. Trans. A* 38A (2007) 1845–1855.  
DOI: 10.1007/s11661-007-9226-2
- [5] Engler, O.: *J. Appl. Cryst.* 42 (2009) 1147–1157.  
DOI: 10.1107/S0021889809041685
- [6] Wilkinson, A.J.: *Mater. Sci. Tech.* 13 (1997) 1, 79–84.  
DOI: 10.1179/mst.1997.13.1.79
- [7] Wilkinson, A.J.; Meaden, G.; Dingley, D.J.: *Ultramicroscopy* 106, 4–5 (2006) 307–313.
- [8] Wilkinson, A.J.; Meaden, G.; Dingley, D.J.: *Mater. Sci. Tech.* 22, 11 (2006) 1271–1278.  
DOI: 10.1179/174328406X130966
- [9] Williamson G.; Hall W.: *Acta Metall.* 1 (1953) 22–31.  
DOI: 10.1016/0001-6160(53)90006-6
- [10] Ungár, T.; Gubicza J.; Ribárik, G.; Borbély A.: *J. Appl. Cryst.* 34 (2001) 298–310.  
DOI: 10.1107/S0021889801003715
- [11] Ungár T., Dragomir I., Révész Á., Borbély A.: *J. Appl. Cryst.* 32 (1999) 992–1002.  
DOI: 10.1107/S0021889899009334
- [12] Ashby, M. F.: *Phil. Mag.* 21 (1970) 339–343.  
DOI: 10.1080/14786437008238426
- [13] Nye, J.F.: *Acta Metall.* 1 (1953) 153–162.  
DOI: 10.1016/0001-6160(53)90054-6
- [14] Sun, S.; Adams, B.L.; King, W.E.: *Phil. Mag. A*, 80 (2000) 1, 9–25.
- [15] He, W.; Ma, W.; Pantleon, W.: *Mat. Sci. and Eng. A*, 494 (2008) 21–27.  
DOI: 10.1016/j.msea.2007.10.092
- [16] Vander Voort, G.F.: *Pract. Metallogr.* 48 (2011) 9, 454–473.
- [17] Wright, S. I.; Nowell, M.M.; Field, D.P.: *Microsc. Microanal.* 17 (2011) 316–329.  
DOI: 10.1017/S1431927611000055

## Bibliography

DOI 10.3139/147.110305  
*Pract. Metallogr.* 51 (2014) 9; page 634–655  
 © Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG  
 ISSN 0032–678X

### Raúl E. Bolmaro



Was born in 1953, graduated in Physics in National University of Rosario, Argentina (1983). PhD in Physics at the University of La Plata, Argentina (1987). Post Doctoral position at Los Alamos National Laboratory (1988-

1991). Currently Full Professor in the Physics Department, Rosario National University and Deputy Director of Rosario Institute of Physics, CONICET-UNR, Rosario, Argentina.

### Martina C. Avalos



Was born in 1967, graduated in Physics in Rosario National University, Argentina (1997). PhD in Physics at the National University of Rosario (2003). Trained as a Metallurgist and Microscopist is currently on charge of the SEM-EDS-EBSD

Laboratory in the Rosario Institute of Physics. CONICET-UNR. Rosario. Argentina.