

# **Systematische Bestimmung des rekristallisierten Gefügeanteiles einer Nickelbasislegierung in Abhängigkeit vom Verformungsgrad**

M. Walter(V), C. Sommitsch , F. Wedl, S. Kleber  
Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, Kapfenberg, Österreich

## **Kurzfassung**

In dieser Untersuchung wurden zwei Verfahren zur Bestimmung des rekristallisierten Gefügeanteiles und daraus ableitbarer Größen in Abhängigkeit vom Verformungsgrad hinsichtlich ihrer Aussagekraft verglichen.

Zur Anwendung kamen die Lichtmikroskopie an geätzten Proben und die Electron-Backscatter-Diffraction (EBSD) Methode im REM. Untersuchungsobjekte waren Stauchproben der Legierung Nimonic 80 A (Böhlermarke L306). Für die lichtmikroskopische Auswertung wurde eine optimierte Ätzung verwendet, die durch Unterdrückung der Kornzwillinge eine automatisierte Identifizierung der Korngrenzen ermöglicht. Die geometrischen Kennwerte der detektierten Körner wurden auf dem binarisierten Bild nach dem Prinzip der Konturverfolgung ermittelt. Bei der EBSD-Methode wurde zur Unterscheidung des rekristallisierten und nicht rekristallisierten Zustandes die Missorientierung der Körner bestimmt.

## **Einleitung**

Das Wissen um die Natur der Rekristallisation eines Werkstoffes ist die Voraussetzung für die gezielte Einstellung von Gefügen bei der Warmumformung und den damit verbundenen mechanischen Eigenschaften. Das Beobachten und Auswerten vergleichbarer Modellverformungen ermöglicht eine gezielte Auslegung von industriellen Verformungsprozessen und die Schaffung metallphysikalischer Kenndaten für mathematische Modellierungen (1) als Bestandteil der Simulation dieser Warmumformungsprozesse.

Neben dem rekristallisierten Anteil des Gefüges sind Werte wie die Größe der rekristallisierten Körner und die Keimdichte wichtige Messgrößen zur Bestimmung der Rekristallisations- und Wachstumskinetik in Abhängigkeit vom Verformungsgrad.

Zur Bestimmung des rekristallisierten Gefügeanteiles wurden in der klassischen Lichtmikroskopie verschiedene Punkt- und Linearschnittverfahren (2) verwendet, die sich aber durch den Fakt auszeichnen, dass nur bestimmte Informationen des Gefügebildes von Interesse sind. Das Herauslösen dieser Bildbestandteile ist kaum automatisierbar. Mit dem hohen Aufwand sinkt die Umsetzbarkeit größerer Probenmengen und damit verbundener statistischer Sicherheit. Mit der Verbesserung der Ätztechnik und den Möglichkeiten der numerischen Verarbeitung binärer Bildinformationen kann die Effektivität der lichtmikroskopischen Auswertemethodik erhöht werden. Eine andere Methode zur Aussage über Gefügeparameter ist die EBSD-Technik, die in der Lage ist die optische Darstellung eines Gefüges mit kristallographischen Messwerten zu verknüpfen.

## **Experimentelles Programm**

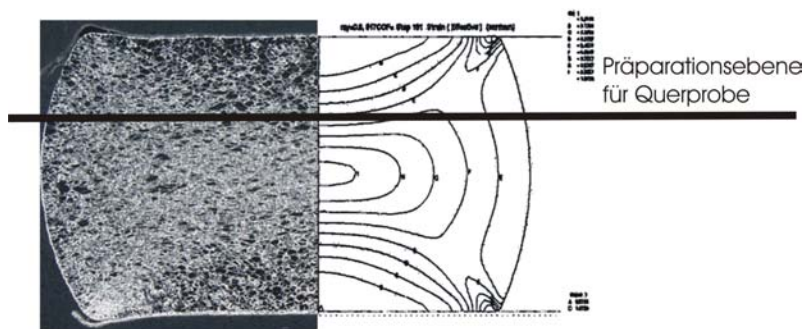
Diese Untersuchung wurde durchgeführt an Stauchproben der Legierung Nimonic 80 A (Böhlermarke L306), der folgenden chemischen Zusammensetzung:

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Co	Ti	Al
0.06	0.15	0.04	19.6	0.03	75.1	0.06	2.52	1.67

**Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung Alloy 80 A (Böhler L306)**

Die Stauchproben wurden mit einer Gleeble-3800 Hydro Wedge™ bei 1120°C und einer Verformungsgeschwindigkeit von  $10^{-1}$  1/s auf 19 unterschiedliche Dehnungen von 0.105... 1.03 verformt. Die zylindrischen Proben (Ø10x 12 mm) stammen aus einem gewalzten Rundstab und wiesen eine homogene, feinkörnige Gefügestruktur auf. Die Proben wurden konduktiv auf 1220 °C erhitzt, 60 Sekunden gehalten und dann auf die Verformungstemperatur 1120 °C „abgekühlt“. Die mittlere Korngröße des so geschaffenen Ausgangsgefüges betrug 100 µm.

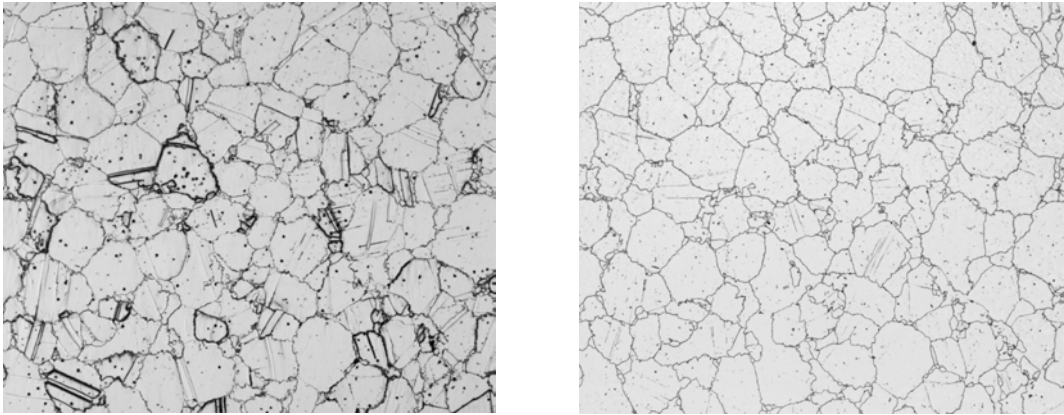
Die verformten Proben wurden in Längs- und Querrichtung präpariert. Während die Längsrichtung aus dem Zentrum stammt, ist die Querprobe aus einer Position entnommen worden, die gewährleistet das der lokale Verformungsgrad dem globalen der Probe entspricht. Die zu präparierende Position (Bild 1) wurde durch FEM-Rechnungen bestimmt.



**Bild 1: Makro des Längsschliffes kombiniert mit FEM-Vergleichsdehnungsverteilung und Präparationsebene**

## Lichtmikroskopische Auswertung

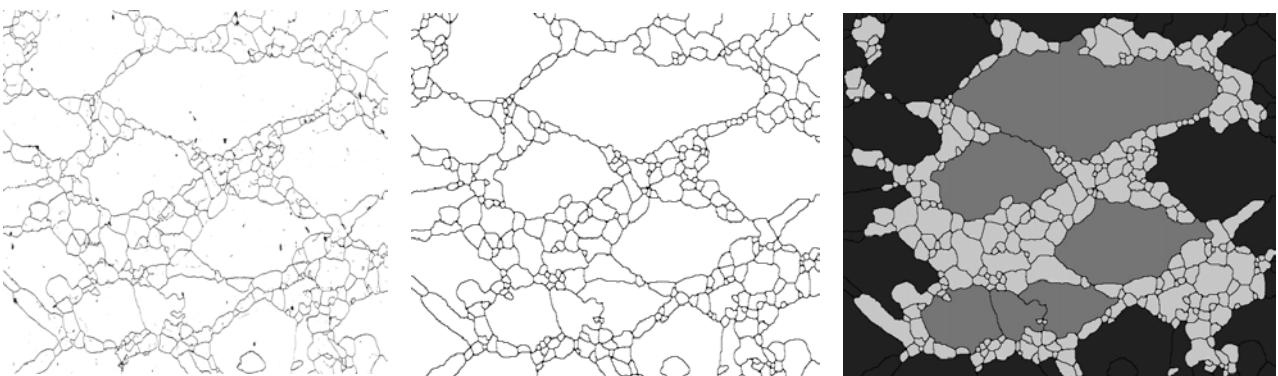
Für die lichtmikroskopische Untersuchung wurden die Proben eingebettet, geschliffen und mit Dispersion poliert. Die klassische Wischätzung für diese Legierung (50ml H<sub>2</sub>O, 50 ml Äthanol, 50 ml HCl, 10 g CuSO<sub>4</sub>) liefert für die qualitative Betrachtung eine aussagekräftige Gefügedarstellung (Bild 2), ist aber durch die gleiche Darstellung von Zwillings- und Korngrenzen für die quantitative, bildanalytische Auswertung nicht geeignet. Mit einer elektrolytischen Ätzung auf Glycerinbasis und Flussäure ist es gelungen die Kornzwillinge zu unterdrücken und eine gleichmäßige Ätzung der Korngrenzen zu erreichen. Zur Beschreibung der gesamten Probenfläche genügt es das doppelt symmetrische Viertel auszuwerten. Mit 30 Gesichtsfeldern bei Vergrößerung 100x erfasst man 30 % des Viertels und somit der ganzen Probe. Bei 19 Stauchstufen und zwei Probenlagen ergeben sich 1140 einzelne Bilder. Die gewählte Vergrößerung ist ein Kompromiss zwischen möglichst großem erfassbarem Bereich und notwendiger Auflösung der kleinsten Gefügebestandteile.



**Bild 2: Wischätzung (links) und elektrolytische Ätzung (rechts) zur Korndarstellung im Vergleich**

Die Aufnahme der Bilder erfolgte mit dem Bildanalyseprogramm ImageC<sup>®</sup> der Fa. Aquinto. Die Bilder wurden gleich beim Aufnehmen binarisiert. Dabei kam ein selbstgeschriebenes Makroprogramm zu Einsatz, dass auf mehrere Filter und Auswertprogramme der Software ImageC<sup>®</sup> zurückgreift. Das ist notwendig, um auftretende Schwankungen der Bildqualität auszugleichen. Ein Problem bei der Rekonstruktion von Korngrenzen ist das Schließen unterbrochener Grenzen und der Umgang mit nicht zuordenbaren punktförmigen Gebilden. Wählt man den Grenzwert für noch zu schließende Korngrenzenlücken zu groß, werden in den Kornwickeln viele kleine Körner „erfunden“. Da mit der elektrolytischen Ätzung eine sehr gute Darstellung der Korngrenzen möglich ist, werden nur bestehende geschlossene Kornstrukturen binarisiert und die noch schließbaren Lücken sehr klein gewählt. Offenen Enden und punktförmige Gebilde im Korninneren werden gelöscht. Diese Festlegung muss hinsichtlich des Auswertungszieles sehr bewusst getroffen werden. In diesem Fall werden nur neue Körner erfasst, deren Keimbildung und Wachstum an der Korngrenze erfolgte. Für den untersuchten Werkstoff ist diese Einschränkung zulässig.

Das Binarisierungsergebnis wird als Overlay (Folie) auf das Originalbild projiziert, und vom Anwender auf seine vollständige Gefügebrauchung hin überprüft und wenn es keine markanten Maximal- oder Minimalabweichungen enthält wird es gespeichert.



**a) geätzter b) binarisiert c) ausgewerteter Teil eines Bildes**

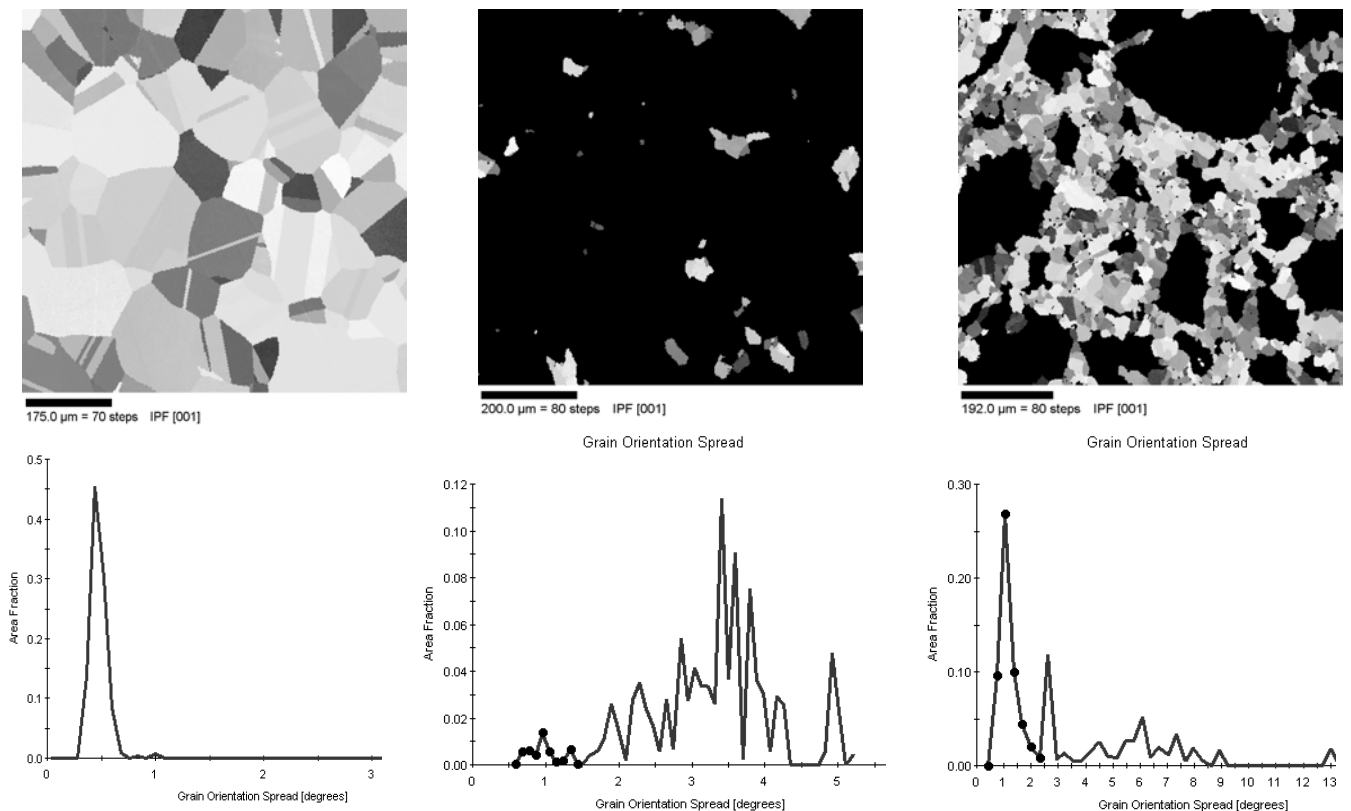
Bei der Auswertung der binarisierten Bilder mit dem Programm Quant wurden jeweils alle 30 Blickfelder einer Probe eingelesen. Im Unterschied zur klassischen Gefügeanalytik wird im Quant

kein Punkt- oder Linearschnittverfahren verwendet, sondern ein Konturverfolgungsverfahren. Um ein detektiertes Korn der einen oder anderen Rekristallisationsklasse zuzuordnen zu können stehen nur rein geometrische Eigenschaften zur Verfügung. Die Kornfläche eignet sich dafür nur bis die neu rekristallisierten Körner so groß sind wie die kleineren Körner des Ausgangsgefüges. Ab diesem Punkt existiert kein signifikanter Trennwert in der Häufigkeitsverteilung der Körner. Als Unterscheidungskriterium wurde die Abweichung vom optimalen Umfang/Fläche-Verhältnis gewählt. Ein neugebildetes Korn hat ein günstigeres Verhältnis als ein verformtes Korn in das andere Körner hineinwachsen.

Nach Einteilung der Körner in ihre jeweilige Rekristallisationsklasse wurden der Phasenanteil und die Korngrößenverteilung der rekristallisierten und nicht rekristallisierten Anteile ermittelt.

## EBSD-Auswertung

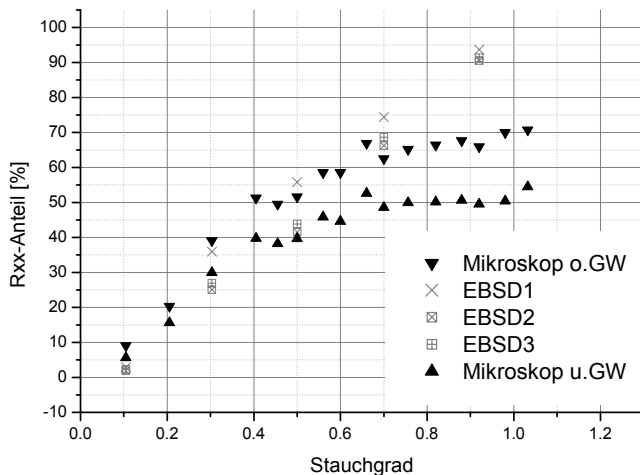
Die EBSD-Auswertung erfolgte am Zentrum für Elektronenmikroskopie in Graz (3) vergleichend an 5 Querproben. Es wurde mit einem Leo<sup>®</sup> Gemini 938 und der Software OIM-TSL-Analysis 3 gearbeitet. Zur Unterscheidung des rekristallisierten und nicht rekristallisierten Zustandes wurde die Streuung der Missorientierungswinkel in einem Korn verwendet. Liegen rekristallisierte und nicht rekristallisierte Anteile vor kann man diese über die Verteilung Missorientierungsstreuung darstellen. Ist diese Streuung klein liegt ein rekristallisiertes Korn vor. Die als nicht rekristallisiert eingestuft Körner werden in den Orientierungskarten schwarz eingefärbt. Der Grenzwert der Orientierungsstreuung wurde an einer vollständig rekristallisierten Probe (Bild 4), die nur erwärmt und nicht gestaucht wurde (Ausgangsgefüge) ermittelt. In Bild 4 sind auch Beispiele der Stauchgrade 0,105 und 0,50 und die gewählten Missorientierungsstreuungen zur Festlegung rekristallisierter Körner dargestellt.



**Bild 4: Orientierungskarte und Verteilungsdiagramm ungestauchter und mit 0,105 u. 0,303 gestauchter Proben**

## Ergebnisse

Im Bild 5 sind die rekristallisierten Anteile nach beiden Methoden über den Stauchgrad aufgetragen.

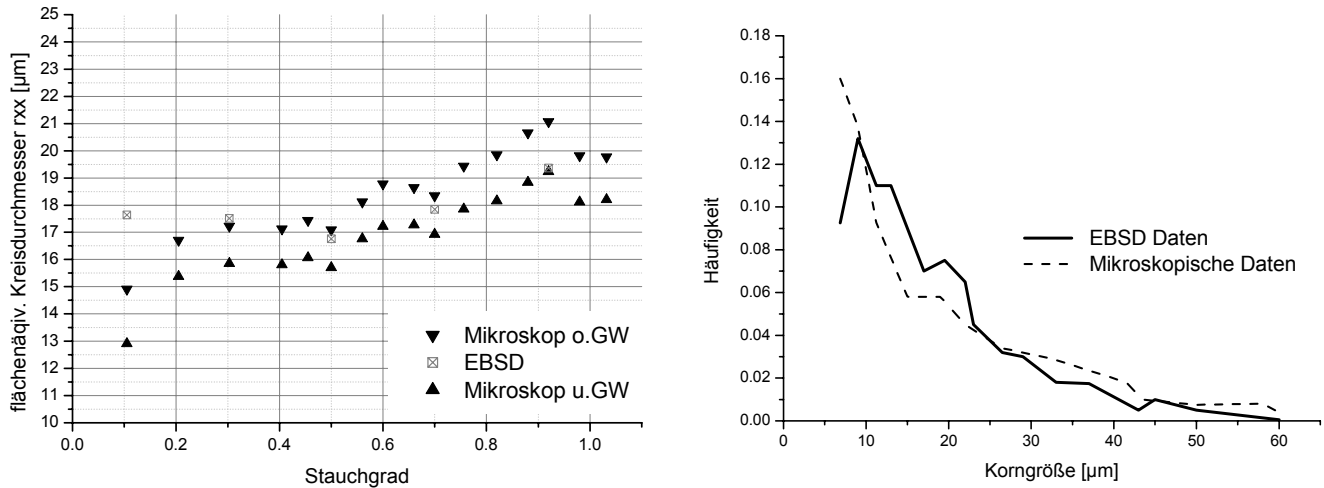


**Bild 5: Vergleich des rekristallisierten Anteiles mit beiden Methoden**

Um die mikroskopischen Daten interpretieren zu können muss man sich nochmals vor Augen halten, dass der Trennwert für die Unterscheidung, die Abweichung vom idealen Verhältnis Umfang zu umschlossener Fläche ist. Somit werden stärker „zerfranste“ Körner als nicht rekristallisiert betrachtet. Bei großen Stauchgraden können mehrere Rekristallisationswellen ablaufen. So haben die neuen Körner der ersten Welle am Ende des Stauchens schon wieder neue Keime bzw. Körner am Rand und erscheinen somit auch zerfranst. Als Trennwert wurden der obere (o.GW) und untere (u.GW) Grenzwert einer grob gewählten Häufigkeitsklasse festgesetzt, um subjektive Einflüsse abzuschätzen. Vergleichend kann man feststellen dass die mikroskopisch gewonnenen Werte des rekristallisierten Anteiles bis 50 % sehr gut korrelieren und bei größeren Stauchgraden einen Sattelpunkt um 60 % erreichen, hingegen die EBSD-Werte fast linear auf 100 % ansteigen. An den in Bild 4 dargestellten Verteilungsdiagrammen kann man erkennen, dass der Grenzwert nicht gleich gewählt wurde. In der Auswertung variiert der Grenzwert von 1,5 bis 2,5° während am Ausgangsgefüge ein Grenzwert um 1° zu erkennen ist. Das bedeutet die Genauigkeit der Messmethode besteht zum einen in der Bestimmung der Streuung der Missorientierungswinkel und zum anderen in der Festlegung (Einhaltung) des Grenzwertes durch den Operator. In diesem Falle wird der rekristallisierte Anteil überschätzt.

In Summe kann man feststellen, dass die EBSD-Methode theoretisch die höhere physikalische Genauigkeit gegenüber der mikroskopischen Auswertung hat, wenn es um die Festlegung der rekristallisierten und nicht rekristallisierten Gefügeanteile geht, da ein physikalischer Messwert zur Entscheidungsfindung zu Verfügung steht. Bei der mikroskopischen Auswertung muss die Rekristallisationsklasse durch eine geometrische Eigenschaft bestimmt werden. Trotz dieser Einschränkung ist das mikroskopische Ergebnis als sehr gut zu bezeichnen. Bei der automatischen Erfassung der Körner und ihrer geometrischen Kennwerte ist das mikroskopische Verfahren vergleichbar genau (siehe Bild 6a u. b) und bietet die Möglichkeit schnell einen großen Probenumfang zu untersuchen. Die wichtigste Bedingung für das Funktionieren der automatischen Erfassung der Körner ist eine auf die Binarisierungsmöglichkeiten abgestimmte Ätztechnik.

Die sinnvollste und wirtschaftlichste Auswertung erhält man durch sinnvolle Kombination beider Methoden. Einige ausgewählte Stützstellen in der Probenmenge mit EBSD untersucht, ermöglichen es die große Menge der mikroskopischen Auswertung zu überprüfen und zu korrigieren.



**Bild 6: a) Korngröße aller Proben und b) Korngrößenverteilung des rekrist.allisierten Anteiles der Probe 0,303**

## Literatur

- (1) C. Sommitsch, V. Wieser u. S. Kleber: J. Mat. Proc. Vol. 125-126 (2002), S. 130
- (2) P.L. Orsetti Rossi u. C.M. Sellars: Acta mater. Vol. 45 (1997), No. 1 S.137-148
- (3) S. Mitsche u. P. Pölt : Proc. of Microscopy Conference 2003, Dresden, Germany