

A Parametric Study of Electron Backscatter Diffraction based Grain Size Measurements

Eine Parameterstudie zu Korngrößenmessungen mittels Electron Backscatter Diffraction

Stuart I. Wright

Received: March 24, 2009

Accepted: November 13, 2009

Eingegangen: 24. März 2009

Angenommen: 13. November 2009

Übersetzung: B. Windgassen

Abstract

Polycrystalline microstructures can be well imaged using maps reconstructed from orientation data collected by electron backscatter diffraction (EBSD) in the scanning electron microscope (SEM). These maps are very helpful for delineating grain boundaries in such microstructures and are thus well suited for grain size analysis. However, for these analyses to be as accurate as possible it is important to understand the effect of various parameters relevant to grain size measurements via EBSD in order to achieve accurate estimations of grain size. In particular, this work addresses the sensitivity of the grain tolerance angle and minimum number of measurement points per grain to the end results as well as considers other relevant parameters. Guidelines are proposed for making appropriate value selections for these parameters.

Introduction

Electron backscatter diffraction (EBSD) in the scanning electron microscope (SEM) is a powerful tool for characterizing the crystallographic orientation aspects of polycrystalline materials. Although not always recognized as such, grain size is an orientation related microstructural feature.; as individual grains have unique crystallographic orientation relative to one-another. Automated EBSD scans collect orientation data from discrete points on a regular grid (often

Abstract

Polykristalline Gefüge lassen sich gut durch ortsaufgelöste Ermittlung (Mapping) abbilden, bei der die Maps aus Orientierungsdaten rekonstruiert werden, die durch das Electron-Backscatter-Diffraction-(EBSD)-Verfahren im Rasterelektronenmikroskop (REM) erfasst wurden. Diese Maps sind sehr hilfreich bei der Abgrenzung von Korngrenzen in solchen Gefügen und eignen sich daher sehr gut für die Korngrößenanalyse. Um diese Analysen jedoch so präzise wie möglich zu gestalten, müssen die Auswirkungen der verschiedenen Parameter verstanden werden, die für die Korngrößenmessung mittels EBSD relevant sind, so dass eine genaue Korngrößenschätzung erreicht wird. Insbesondere befasst sich die Studie mit dem Einfluss des Korntoleranzwinkels und der Mindestanzahl an Messpunkten auf die Endergebnisse und sie betrachtet darüber hinaus andere relevante Parameter. Es werden Richtlinien für die geeignete Auswahl von Werten für diese Parameter vorgeschlagen.

Einleitung

Electron Backscatter Diffraction (EBSD) im Rasterelektronenmikroskop (REM) ist ein wichtiges Tool für die Charakterisierung der kristallografischen Orientierungsaspekte von polykristallinen Materialien. Obwohl sie nicht immer als solche erkannt wird, ist die Korngröße ein orientierungsbezogenes Gefügemerkmal, da einzelne Körner über eine kristallografische Orientierung mit Bezug zueinander verfügen. Durch automatisierte EBSD-Scans werden Orientierungsdaten

termed orientation imaging microscopy or OIM [1]). At each point on the grid, an EBSD pattern is collected and the orientation automatically determined from the pattern through a process called indexing. The orientation (along with other parameters such as a measure of indexing confidence) is recorded. After the orientation data is collected, neighboring points on the grid with similar orientation can be grouped together into "grains" [2, 3]. These grain groups typically correspond to the grains observed in conventional metallography as shown in Fig. 1. Early EBSD systems were relatively slow and would require overnight scans to collect enough scan data to reconstruct the polycrystalline microstructure from the scan data points. However, the speed of modern EBSD systems has increased dramatically in recent years. Thus, the characterization of grain size in polycrystals using EBSD is now much more practical. EBSD is particularly helpful in characterizing aluminum alloys where traditional metallographic analysis can be difficult due to the lack of contrast in optical micrographs.

Despite the advances in EBSD data acquisition, analysis of EBSD data for grain size measurement remains somewhat difficult due to a lack of standard definition for several key parameters [4-9]. The most critical parameters involved in constructing grains from the EBSD data are the resolution of the scan and the tolerance angle required to define orientation similarity. The selection of the tolerance angle defining the orientation similarity has a strong effect on the size of the grains resulting from the grain grouping algorithm. The choice of grain tolerance angle is particularly problematic in deformed materials [10, 11]. In this study, we limit the analysis to recrystallized materials.

diskreter Punkte auf einem regelmäßigen Raster gesammelt (oft Orientation Imaging Microscopy oder OIM genannt [1]). An den jeweiligen Punkten auf dem Raster wird ein EBSD-Bild gesammelt und die Orientierung wird automatisch durch ein „Indexierung“ genanntes Verfahren aus dem Bild ermittelt. Die Orientierung wird (zusammen mit anderen Parametern wie dem Indexierungs-Vertrauensbereich) aufgezeichnet. Nach erfolgter Erfassung der Orientierungsdaten können benachbarte Punkte auf dem Raster, die ähnliche Orientierungen aufweisen, in „Körner“ gruppiert werden [2, 3]. Diese Korngruppen entsprechen im typischen Fall den in der herkömmlichen Metallografie beobachteten Körnern, wie in Bild 1 dargestellt. Frühe EBSD-Systeme waren relativ langsam und die Scans mussten über Nacht durchgeführt werden, um genügend Abtastdaten für die Rekonstruktion des polykristallinen Gefüges aus den Abtastdatenpunkten sammeln zu können. Die Geschwindigkeit moderner EBSD-Systeme hat sich jedoch in den vergangenen Jahren deutlich erhöht. Die Charakterisierung der Korngröße in Polykristallen mittels EBSD ist dadurch sehr viel praktikabler geworden. EBSD erweist sich insbesondere bei der Charakterisierung von Aluminiumlegierungen als hilfreich, bei denen sich herkömmliche metallografische Analysen aufgrund des mangelnden Kontrasts in optischen Schlibfbildern schwierig gestalten können.

Trotz der Vorteile, welche die EBSD-Datenerfassung bietet, ist die Analyse von EBSD-Daten für die Korngrößenmessung aufgrund des Fehlens einer Normfestlegung für verschiedene Schlüsselparameter weiter mit einigen Schwierigkeiten verbunden [4-9]. Die kritischsten Parameter für den Aufbau der Körner aus den EBSD-Daten sind die Auflösung des Scan und der zur Festlegung der Orientierungsähnlichkeit erforderliche Toleranzwinkel. Die Auswahl des Toleranzwinkels, der die Orientierungsähnlichkeit definiert, hat große Auswirkungen auf die Korngröße, die sich aus dem Korngruppierungsalgorithmus ergibt. Insbesondere bei verformten Materialien ist der Korntoleranzwinkel problematisch [10, 11]. In dieser Studie grenzen wir die Analyse auf rekristallisierte Materialien ein.

The choice of values for several key parameters is based on comparisons with ASTM standard E1382 – Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic/Automatic Image Analysis. The parameters considered are (1) the tolerance angle, (2) the step size between points in the grid, (3) the minimum number of measurements (or pixels) for a group of similarly oriented grid points to be considered a “grain” and (4) the overall size of the scan grid. This work shows the sensitivity of the grain size measurements to these parameters and proposes guidelines for selecting appropriate values. In addition errors unique to EBSD measurements will be discussed.

Data

Two different sets of data are used in this work to explore the effect of the various parameters on the resulting grain size measurements. One data set shows a relatively equiaxed grain size structure from an as-deposited aluminum thin film and the other data set exhibits an elongated structure from a polished section of a recrystallized bulk 6000 series aluminum alloy sample. The data set obtained from the equiaxed structure contains just over four million data points. The data set from the elongated structure contains nearly 580 thousand data points. The data points in the scan grids are oft times referred to as pixels particularly when considering maps constructed from the data sets.

Maps reconstructed from these two datasets are shown in Fig. 1. The colors in these maps are essentially random but chosen so that no two neighboring grains are shaded using the same color so that the grains can be delineated by color. The color maps are overlaid on gray scale maps based on image quality (IQ). The IQ is a measure of the quality of the diffraction pattern at each point in the OIM scan. This is mapped to a gray scale to produce the map shown. The

Die Auswahl von Werten für mehrere Schlüsselparameter basiert auf Vergleichen mit ASTM Standard E1382 – Standard-Test-Methoden zur Bestimmung der Korngröße mittels halbautomatischer/automatischer Bildanalyse. Bei den betrachteten Parametern handelt es sich um (1) den Toleranzwinkel, (2) die Schrittgröße zwischen den Punkten im Raster, (3) die Mindestanzahl an Messungen (oder Pixel), die notwendig sind, damit eine Gruppe ähnlich orientierter Rasterpunkte als „Korn“ betrachtet werden können und (4) die Gesamtgröße des Abtastrasters. In dieser Studie wird die Empfindlichkeit der Korngrößenmessung mit Bezug auf diese Parameter gezeigt und es werden Richtlinien für die Auswahl entsprechender Werte vorgeschlagen. Darüber hinaus werden speziell bei EBSD-Messungen auftretende Fehler diskutiert.

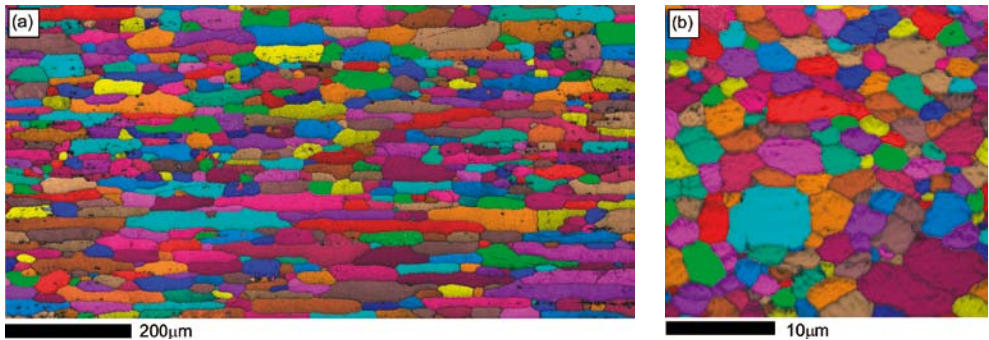
Daten

In der vorliegenden Studie werden zwei unterschiedliche Datensätze verwendet, um die Auswirkungen der verschiedenen Parameter auf die resultierenden Korngrößenmessungen zu erforschen. Ein Datensatz zeigt ein relativ gleichachsiges Korngrößengefüge aus einem Aluminium-Dünnschicht im Abscheidungszustand, während der andere Datensatz ein gestrecktes Gefüge aus einem polierten Profil einer rekristallisierten 6000-Serie-Aluminiumlegierungsprobe darstellt. Die aus dem gleichachsigen Gefüge erhaltenen Daten enthalten etwas über vier Millionen Datenpunkte. Der Datensatz aus dem gestreckten Gefüge enthält annähernd 580.000 Datenpunkte. Die Datenpunkte in den Abtastrastern werden oft auch als Pixel bezeichnet, insbesondere bei der Betrachtung von Maps, die aus Datensätzen erstellt werden.

Aus diesen beiden Datensätzen rekonstruierte Maps sind in Bild 1 dargestellt. Die Farben in diesen Maps sind im Wesentlichen willkürlich; sie sind jedoch so gewählt, dass zwei benachbarten Körnern nicht dieselbe Farbe zugeordnet wird, so dass die Körner durch die Farbe unterschieden werden können. Die farbigen Maps werden Grauskala-Bildern auf Basis der Bildgüte (IQ) überlagert. IQ ist ein Maß der Güte der Beugungsbilder an den jeweiligen Punkten des

important thing to note in the IQ map, is that grain boundaries are delineated by intensity as opposed to orientation as is done in the color overlay. When the beam is positioned on a near a grain boundary in the microstructure, the diffraction volume will include the crystal lattices from both sides of the boundary. This results in an EBSD pattern that is a composite of the individual patterns from the two grains on either side of the boundary. These patterns typically produce much lower IQ values. It should be noted that no post processing cleanup was applied to the data for the maps shown in Fig. 1.

OIM-Scans. Dieses wird auf einer Grauskala abgebildet, wodurch das dargestellte Bild erzeugt wird. Dabei muss unbedingt beachtet werden, dass die Korngrenzen im IQ-Map durch Intensität und nicht durch Orientierung abgegrenzt werden, wie dies in der farblichen Überlagerung der Fall ist. Wenn der Strahl auf eine oder nahe einer Korngrenze im Gefüge gerichtet ist, so beinhaltet das Beugungsvolumen die Kristallgitter von beiden Seiten der Grenze. Dies resultiert in einem EBSD-Bild, das sich aus den einzelnen Bildern von den beiden Körnern auf beiden Seiten der Grenze zusammensetzt. Diese Bilder erzeugen im typischen Fall viel niedrigere IQ-Werte. Dabei sollte beachtet werden, dass die Daten für die in Bild 1 dargestellten Maps keiner Nachbearbeitungsreinigung unterzogen wurden.

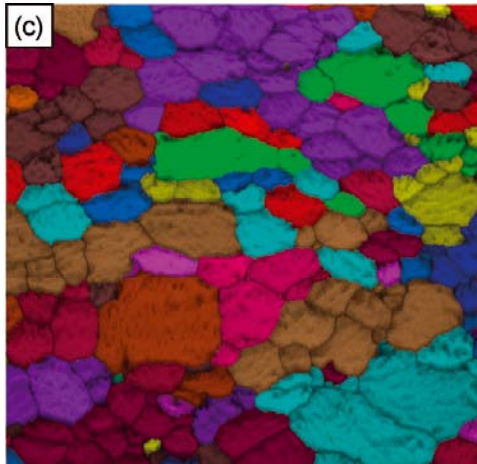
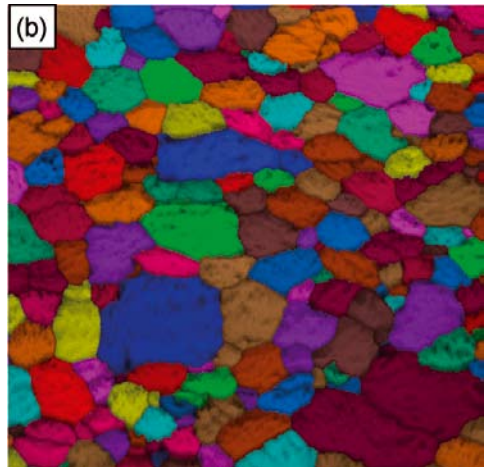
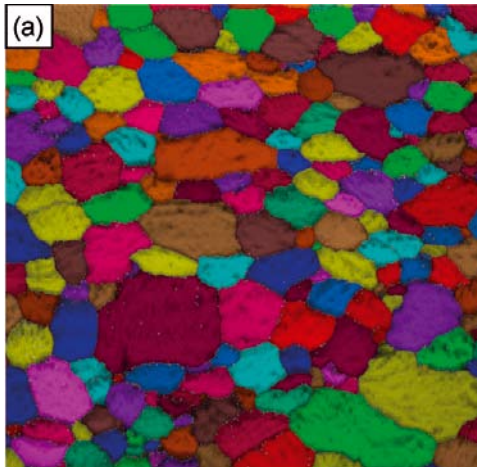


Figs. 1a and b. Color grain maps overlaid on image quality gray scale maps from OIM data on (a) a recrystallized bulk 6000 series aluminum alloy sample and (b) an aluminum thin film

Bilder 1a und b. Farbige Korn-Maps, überlagert auf Bildgüte-Grauskala-Maps aus OIM-Daten für (a) eine rekristallisierte 6000-Serie-Aluminiumlegierungsprobe und (b) eine Aluminium-Dünnschicht

Grain size analysis of the equiaxed data set was performed using an equivalent area approach. In this approach, the number of points in each grain is analyzed. The area encompassed by a grain is proportional to the number of data points contained within the grain. For a data set collected on a square the grid the area of the grain would simply be then number of data points multiplied by the square of the step size between scan grid points. For the hexagonal scan grids used in these two data sets, the area of a grain is the number of points in the grain multiplied by the square of the

Die Korngrößenanalyse des gleichachsigen Datensatzes wurde mittels eines Äquivalentflächenansatzes durchgeführt. Bei diesem Ansatz wird die Anzahl an Punkten in jedem Korn analysiert. Die durch ein Korn umfasste Fläche ist proportional zur Anzahl der Datenpunkte, die innerhalb des Kornes enthalten sind. Für einen in einem Quadrat erfassten Datensatz wäre die Kornfläche dann einfach die Anzahl an Datenpunkten, multipliziert mit dem Quadrat der Schrittgröße zwischen den Abtastrasterpunkten. Für die in diesen beiden Datensät-



Figs. 2a to c. Color grain maps overlaid on image quality maps for varying tolerance angles of (a) 1°, (b) 5° and (c) 15°. The sample is an as-deposited aluminum thin film.

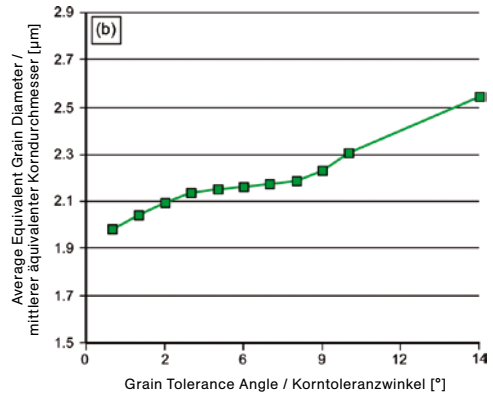
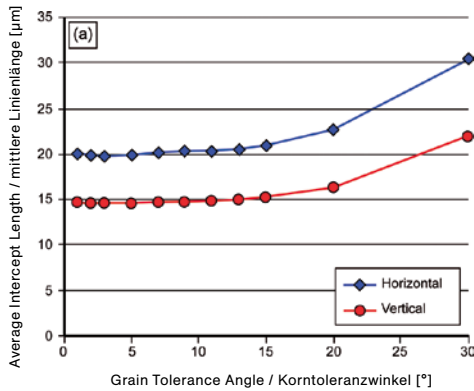
Bilder 2a bis c. Farbige Korn-Maps, überlagert auf Bildgüte-Maps für unterschiedliche Toleranzwinkel von (a) 1°, (b) 5 und (c) 15°. Die Probe ist ein Aluminium-Dünnschicht im abgeschiedenen Zustand.

step size and in turn multiplied by $\sqrt{3}/2$. A circle of equivalent area is constructed and an equivalent diameter can then be determined.

A linear intercept method was used to analyze the grain size in the elongated structure. Both vertical and linear intercepts were used in order to characterize the elongated structure.

zen verwendeten Hexagonal-Abtastraster ist die Kornfläche die Anzahl der Punkte im Korn, multipliziert mit dem Quadrat der Schrittgröße und dies wiederum multipliziert mit $\sqrt{3}/2$. Es wird ein Kreis mit äquivalenter Fläche erstellt, worauf dann ein äquivalenter Durchmesser bestimmt werden kann.

Mittels eines Linienschnittverfahrens wurde dann die Korngröße in dem gestreckten Gefüge untersucht. Sowohl die vertikalen als auch die linearen Achsenabschnitte wurden zur Charakterisierung des gestreckten Gefüges verwendet.



Figs. 3a and b. Average grain size plotted as a function of the grain tolerance angle for (a) the elongated structure and (b) the equiaxed structure

Bild 3a und b. Durchschnittliche Korngröße dargestellt als Funktion des Korntoleranzwinkels für (a) die gestreckte Struktur und (b) die gleichachsige Struktur

Grain Tolerance Angle

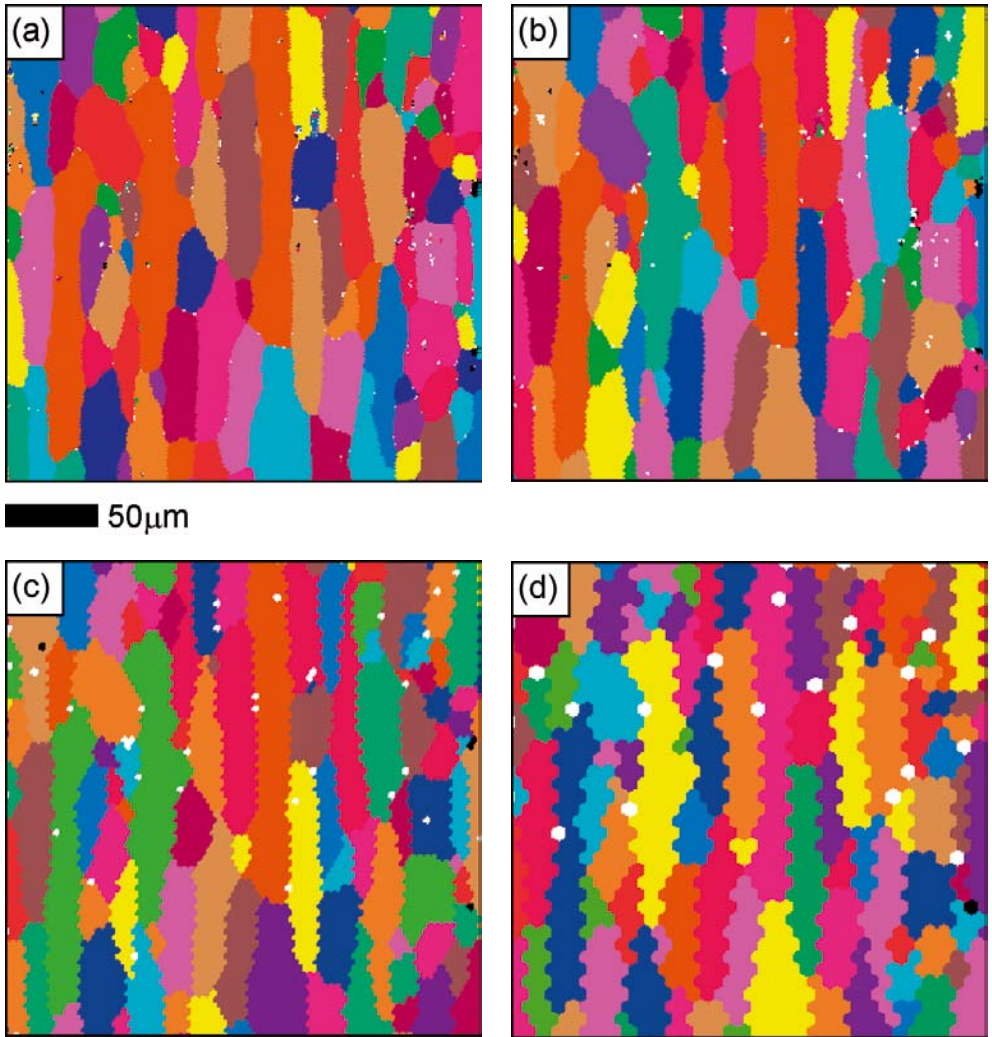
To use EBSD data for grain size analysis, a tolerance angle defining whether two neighboring points belong to the same grain must be selected. The grain size results can be very sensitive to the choice of grain tolerance angle. This is evident in Fig. 2, where different tolerance angles are used in the grain reconstruction algorithm. These results are shown overlaid on an image quality (IQ) map.

It is evident from Fig. 2 that the “grain size” increases as the tolerance angle increases. Essentially, grains separated by low angle boundaries coalesce into single grains at larger tolerance angles. Even at 1° tolerance angle there appear to be grain boundaries in the IQ map that are not captured in the grain grouping algorithm. The choice of grain tolerance angle is; thus, really a decision of whether such features represent one grain or two [12]. The decision as to the correct choice of tolerance angle can be difficult. A greater understanding of the role of these small angle boundaries in property models where grain size is assumed to play a role would aid in the decision making process. In

Korntoleranzwinkel

Zur Anwendung der EBSD-Daten auf die Korngrößenanalyse muss ein Toleranzwinkel gewählt werden, der definiert, ob zwei benachbarte Punkte zu demselben Korn gehören. Die Korngrößenergebnisse können sehr sensibel auf die Wahl des Korntoleranzwinkels reagieren. Dies wird in Bild 2 deutlich, wo unterschiedliche Toleranzwinkel beim Kornwiederaufbau-Algorithmus verwendet werden. Diese Ergebnisse sind in der Darstellung eines Bildgüte-(IQ)-Maps überlagert.

Aus Bild 2 geht hervor, dass die „Korngröße“ sich mit ansteigendem Toleranzwinkel erhöht. Im Wesentlichen verschmelzen Körner, die durch Grenzen mit geringem Winkel getrennt sind, bei großen Toleranzwinkeln in einheitliche Körner. Selbst bei einem Toleranzwinkel von 1° scheinen Korngrenzen im IQ-Map vorzuliegen, die nicht durch den Korngruppierungsalgorithmus erfasst werden. Bei der Auswahl des Korntoleranzwinkels handelt es sich in Wirklichkeit daher um eine Entscheidung darüber, ob solche Merkmale ein Korn oder zwei Körner darstellen [12]. Die Entscheidung über die korrekte Auswahl des Toleranzwinkels kann sich schwierig gestalten. Ein besseres Verständnis der Rolle



Figs. 4a to d. Grain maps reconstructed from EBSD scan data from recrystallized aluminum at step sizes of (a) 1, (b) 2, (c) 4 and (d) 8 μm . The colors in these maps are randomly selected to delineate individual grains. White points are grains with too few pixels to be considered as grains. Black points are non-indexed data points.

Bilder 4a bis d. Aus EBSD-Scandaten von rekristallisiertem Aluminium rekonstruierte Korn-Maps mit Schrittgrößen (a) 1, (b) 2, (c) 4 und (d) 8 μm . Die Farben in diesen Maps sind willkürlich ausgewählt, so dass die einzelnen Körner unterschieden werden. Weiße Punkte sind Körner, die auf Grund einer unzureichenden Pixelzahl nicht als Körner betrachtet werden können. Schwarze Punkte repräsentieren nicht indexierte Datenpunkte.

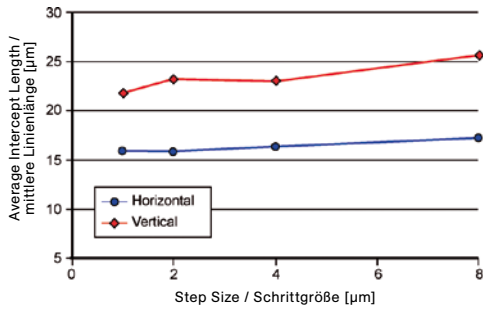


Fig. 5. Average grain size plotted as a function of step size for the elongated structure.

Bild 5. Durchschnittliche Korngröße, dargestellt als Funktion der Schrittgröße für die gestreckte Struktur.

order to better quantify the effect of the choice of tolerance angle Fig. 3 plots the measured average grain size as a function of tolerance angle. For the elongated data set, the average grain size is relatively insensitive to the choice of grain tolerance angles from 1° to 15° whereas the thin film data is more sensitive to the choice of grain tolerance angle. In this case, the curve appears to plateau at values between 4° to 8°. For both data sets, a choice of 5° for the grain tolerance angle appears appropriate. This is fortuitous, as this is a default value used in commercial EBSD packages which is seldom changed by users.

dieser kleinen Winkelgrenzen in Eigenschaftsmodellen, bei denen angenommen wird, dass die Korngröße eine Rolle spielt, würde den Entscheidungsfindungsprozess daher erleichtern. Um die Auswirkungen der Wahl des Toleranzwinkel besser quantifizieren zu können, ist in Bild 3 die gemessene durchschnittliche Korngröße als Funktion des Toleranzwinkels aufgezeichnet. Dabei zeigt sich für den gestreckten Datensatz, dass die durchschnittliche Korngröße relativ gering durch die Wahl der Korntoleranzwinkel zwischen 1° und 15° beeinflusst wird, während die Dünnschichtdaten sensibler auf die Wahl des Korntoleranzwinkels reagieren. In diesem Fall scheint sich die Kurve bei 4° bis 8° abzufachen. Für beide Datensätze erscheint eine Wahl von 5° für die Korntoleranz angemessen. Dies erweist sich als günstig, da es sich um einen Standardwert handelt, der in zahlreichen handelsüblichen EBSD-Paketen angesetzt ist und selten durch die Anwender verändert wird.

Step Size

In order to explore the effects of scan step size on the grain size analysis, the scan data for the elongated was coarsened by removing every other row and every other column of data. This was repeated to create four scans with 1, 2, 4, and 8 µm step sizes covering the same scan area as shown in Fig. 1. Fig. 4 shows close-up views of the bottom left corner of the scan for all four step sizes.

Schrittgröße

Um die Auswirkungen der Abtastschrittgröße auf die Korngrößenanalyse zu untersuchen, wurden die Scandaten für das gestreckte Gefüge vergrößert, indem jede zweite Datenreihe und jede zweite Datenspalte entfernt wurden. Dies wurde wiederholt, so dass vier Scans mit Schrittgrößen 1, 2, 4 und 8 µm erzeugt wurden, welche denselben Abtastbereich abdecken wie in Bild 1 dargestellt. Bild 4 zeigt eine Nahaufnahme der unteren linken Ecke des Scans für alle vier Schrittgrößen.

Fig. 5 shows the effect of increasing step size on the measured average grain size. The results

Bild 5 zeigt die Auswirkungen der Erhöhung der Schrittgröße auf die gemessene durchschnitt-

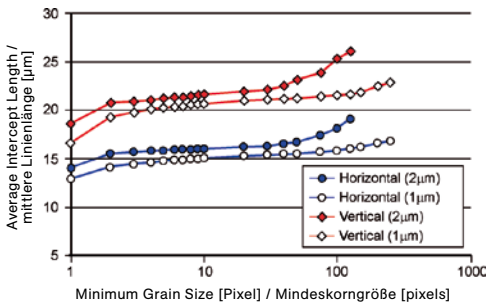


Fig. 6. Average grain size plotted as a function of the minimum grain size for the elongated structure

Bild 6. Durchschnittliche Korngröße, dargestellt als Funktion der Mindestkorngröße für die gestreckte Struktur

suggest that the scan density associated with a step size of 4 µm is an acceptable minimum. This results in a scan density of approximately 71 points per average grain.

Minimum Grain Size

The step size is closely intertwined with the choice of minimum grain size. The minimum grain size is more precisely the minimum number of pixels before a grain group is considered a valid grain.

From the ASTM standard, the minimum sized grain that should be considered would possess a grain diameter of approximately 11 pixels. (This was derived by assuming a measurement field on a 512 x 512 pixel array on a 225 x 225 m² monitor. The stated minimum grain diameter is 5 mm, thus (5 mm x 512 pixels)/225 mm = 11.4 pixels.) If a circular grain shape is assumed, then the equivalent area would be 102 pixels. This is substantially larger than the values of 2-5 pixels typically used for EBSD grain size measurements. The small values are used since, two or three neighboring points were indexed with the same (or very similar) orientations during an automated scan then those points are assumed to be correctly indexed, particularly if they fall on multiple rows. To find a meaningful value the average grain size was determined using increasing minimum number of points as shown in Fig. 6 for the scans on the elongated material with 1 and 2 µm step sizes.

liche Korngröße. Das Ergebnis legt nahe, dass die Rasterdichte, die einer Schrittgröße von 4 µm zugeordnet ist, ein akzeptables Minimum darstellt. Dies ergibt eine Rasterdichte von etwa 71 Punkten pro durchschnittlichem Korn.

Mindestkorngröße

Die Schrittgröße steht in engem Zusammenhang mit der Auswahl der Mindestkorngröße. Bei der Mindestkorngröße handelt es sich präziser um die Mindestanzahl an Pixel, bevor eine Korngruppe als gültiges Korn betrachtet werden kann.

Aus dem ASTM-Standard wird entnommen, dass ein Korn mit Mindestgröße einen Korndurchmesser von etwa 11 Pixel aufweisen sollte. (Dies wurde durch Annahme eines Messfelds auf einer Anordnung von 512 x 512 Pixel bei einem Monitor mit 225 x 225 m² abgeleitet. Der angegebene Mindestkorndurchmesser beträgt 5 mm, also (5 mm x 512 Pixel)/225 mm = 11,4 Pixel.) Unter Annahme einer runden Kornform beträgt die äquivalente Fläche 102 Pixel. Dies liegt wesentlich über dem Wert von 2-5 Pixel, der normalerweise bei EBSD-Korngrößenmessungen angesetzt wird. Die kleinen Werte werden verwendet, da wenn zwei oder drei benachbarte Punkte mit denselben (oder sehr ähnlichen) Orientierungen bei einem automatisierten Scan indexiert wurden, eine korrekte Indexierung dieser Punkte angenommen wird, insbesondere wenn sie in mehrere Reihen fallen. Zur Ermittlung eines sinnvollen Wertes wurde die durchschnittliche Korngröße mittels einer steigenden Mindestanzahl von Punkten

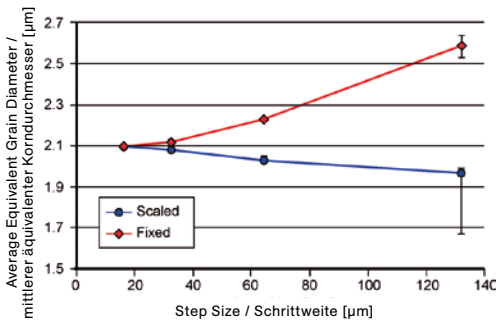


Fig. 7. Average grain size plotted as a function of step size for the equiaxed structure for a fixed minimum grain size of 100 pixels and for a minimum grain size that scales with step size (100, 50, 25, 13 nm).

Bild 7. Durchschnittliche Korngröße, dargestellt als Funktion der Schrittgröße für die gleichachsige Struktur für eine festgelegte Mindestkorngröße von 100 Pixel und für eine Mindestkorngröße, die mit der Schrittgröße skaliert ist (100, 50, 25, 13 nm).

For both the 1 and 2 µm step size scans, the average grain size is relatively constant for minimum grain sizes between 3 and 20 pixels. Beyond 20 pixels, the scan resolution begins to play a large role in the measured grain areas. As would be expected, the effect of minimum grain size exhibits itself at smaller values for the coarser scan than the finer scan. For smaller minimum grain sizes the non-indexed or mis-indexed points will have a greater impact on results. The impact will be greater in data sets with a high-fraction of suspect points. The effects of data quality will be discussed in more detail in a later section.

For the ASTM standard, the ratio of the smallest grain size to the average grain size is approximately 100 to 5000. A similar ratio can be achieved if a minimum grain size of 10 pixels is used and the average pixels per grain is 500. This concept was used in creating Fig. 6. In this plot, the minimum grain size was scaled with increasing step size. This approach was also followed in Fig. 7 for the data from the equiaxed structure. In this plot, the error bars are generated by assuming a value of $\pm 10\%$ difference in the minimum grain size. The red curve was created without any scaling assuming a minimum grain size of 100 pixels regardless of the scan step size, whereas the blue curve was generated with a minimum grain size of 100 pixels for the full 4 million point scan and then scaling by a factor

bestimmt, wie in Bild 6 für die Scans mit dem gestreckten Material mit Schrittgrößen von 1 und 2 µm dargestellt.

Bei den Scans mit Schrittgrößen 1 und 2 µm ist die durchschnittliche Korngröße relativ konstant für Mindestkorngrößen zwischen 3 und 20 Pixel. Über 20 Pixel hinaus spielt dann die Scanauflösung eine große Rolle bei den gemessenen Kornflächen. Wie zu erwarten war, zeigen sich die Auswirkungen der Mindestkorngröße für den größeren Scan bei kleineren Werten als für den feineren Scan. Bei kleineren Korngrößen haben die nicht indexierten oder falsch indexierten Punkte einen größeren Einfluss auf die Ergebnisse. Der Einfluss ist größer bei Datensätzen mit einem hohen Anteil an zweifelhaften Punkten. Die Auswirkungen der Datenqualität werden in einem nachfolgenden Abschnitt detaillierter diskutiert.

Für den ASTM-Standard beträgt das Verhältnis der kleinsten Korngröße zur durchschnittlichen Korngröße etwa 100 bis 5000. Ein ähnliches Verhältnis kann erreicht werden, wenn eine Mindestkorngröße von 10 Pixel verwendet wird und die durchschnittlichen Pixel pro Korn 500 betragen. Dieses Konzept wurde bei der Erstellung von Bild 6 verwendet. In diesem Diagramm wurde die Mindestkorngröße mit steigender Schrittgröße skaliert. Dieser Ansatz wird auch in Bild 7 für die Daten aus dem gleichachsigen Gefüge verfolgt. In diesem Diagramm werden die Fehlerbalken durch Annahme eines Werts von $\pm 10\%$ Differenz der Mindestkorngröße erzeugt. Die rote Kurve wurde ohne Skalierung unter Annahme einer Mindestkorngröße von 100 Pixel ohne Berücksichtigung der Schrittgröße erzeugt, wäh-

of four for a coarsening of the dataset by two in both the horizontal and vertical directions.

For the most part, maintaining an appropriate ratio between the minimum grain size and the average number of pixels per grain is more critical to achieving appropriate grain size results than actual absolute values.

Measurement Area

ASTM E1382 recommends that the scan area contains approximately 50 grains. A typical 512×512 pixel image contains 262,144 pixels. This is a considerable number of measurements for an EBSD scan. Although modern EBSD systems are capable of scan speeds of over 200 measurements per second with reliable indexing on field emission gun SEMs, speeds of 50 points per second are more typical for the installed base of systems. If 5 fields are to be measured then this represents a measurement time of 1.8 h with modern EBSD systems and 7.3 h for older systems. Grain boundaries are quantitatively defined in automated EBSD scans, as opposed to simple image intensity deviations in optical measurements. Thus, image processing techniques such as skeletonization or watershed segmentation are not typically used in grain size measurements performed using EBSD. For these reasons, a sparser measurement array is justified for accurate measurements of grain size using EBSD than used in optical measurements using digitized images. Note also that a 512×512 scan area enclosing 50 grains means that the average grain would contain over 5000 pixels.

rend die blaue Kurve mit einer Mindestkorngröße von 100 Pixel für den vollen 4-Millionen-Punkte-Scan und anschließender Skalierung um einen Faktor vier zur Vergrößerung des Datensatzes um jeweils zwei in der horizontalen und vertikalen Richtung erstellt wurde.

Die Aufrechterhaltung eines geeigneten Verhältnisses zwischen der Mindestkorngröße und der durchschnittlichen Pixelzahl pro Korn ist meist kritischer für die Erreichung geeigneter Korngrößenergebnisse als tatsächliche Absolutwerte

Messfläche

ASTM E1382 empfiehlt, dass die Abtastfläche etwa 50 Körner enthalten sollte. Ein typisches Bild mit 512×512 Pixel enthält 262144 Pixel. Dies bedeutet, dass bei einem EBSD-Scan eine beträchtliche Anzahl von Messungen erforderlich ist. Moderne EBSD-Systeme können zwar Abtastgeschwindigkeiten von über 200 Messungen pro Sekunde mit zuverlässiger Indexierung auf Feldemissions-REM erreichen; Geschwindigkeiten von 50 Punkten pro Sekunde sind jedoch für die installierte Systembasis typischer. Wenn 5 Felder gemessen werden sollen, bedeutet dies bei modernen EBSD-System eine Messdauer von 1,8 h bzw. von 7,3 h bei älteren Systemen. Die Korngrenzen werden in automatisierten EBSD-Scans quantitativ bestimmt gegenüber den einfachen Bildintensitätsabweichungen bei den optischen Messungen. Bildverarbeitungstechniken wie Skelettierung oder Wasserscheide-Segmentierung werden in der Regel nicht für Korngrößenmessungen mittels EBSD eingesetzt. Aus diesen Gründen ist eine dünner besetzte Messmatrix für die genaue Messung der Korngröße mittels EBSD gerechtfertigter gegenüber optischen Messungen mittels digitalisierter Bilder. Es ist dabei auch zu beachten, dass eine Abtastfläche mit 512×512 , die 50 Körner einschließt, bedeutet, dass das durchschnittliche Korn mehr als 5000 Pixel enthalten würde.

Other Sources of Error

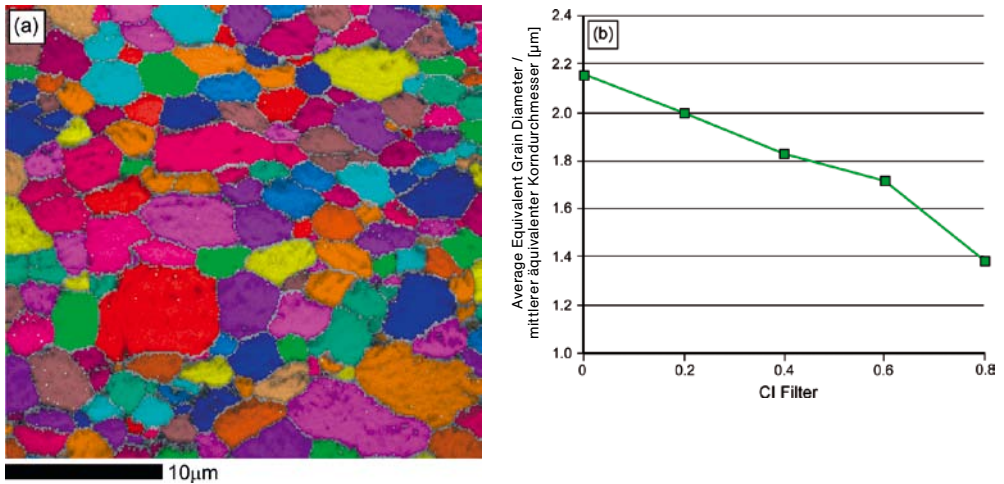
Data Quality

In any EBSD scan, a certain fraction of the measurement points are either zero-solutions as the corresponding pattern could not be indexed or the orientation measured is incorrect. Various parameters can be used to judge the quality of the automatically indexed orientation data. One metric is the confidence index (CI) [13, 14]. Fig. 8 shows a map obtained from the equiaxed data with data with CI values less than 0.2 excluded along with a plot of the average grain size as a function of the CI filtering value. The CI filter preferentially filters out points near grain boundaries. As previously noted, points near grain boundaries typically produce patterns which are a superposition of the patterns from the two grains on either side of the boundary even though they may be indexed correctly. Thus, filtering the data by CI will tend to decrease the average grain size as points near grain boundaries will be excluded from the analysis even when they are indexed correctly.

Andere Fehlerquellen

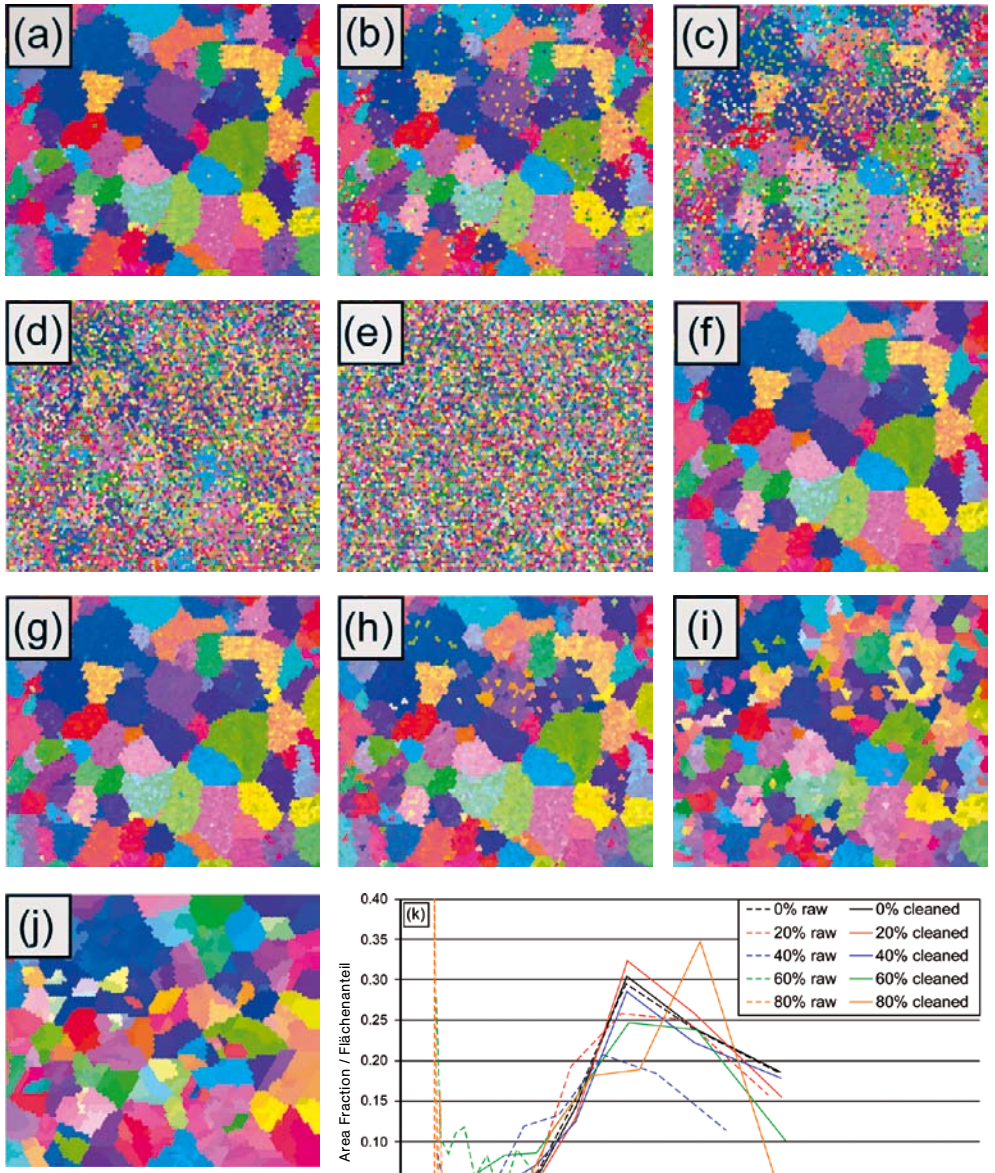
Datenqualität

Bei allen EBSD-Scans handelt es sich bei einem bestimmten Bruchteil der Messpunkte entweder um Null-Lösungen, da das entsprechende Bild nicht indiziert werden konnte, oder die gemessene Orientierung ist falsch. Zur Beurteilung der Qualität der automatisch indizierten Orientierungsdaten können mehrere Parameter verwendet werden. Eine Messgröße ist der Vertrauensindex (Confidence Index - CI) [13, 14]. Bild 8 zeigt ein aus den gleichachsigen Daten erhaltenes Bild, bei dem Daten mit CI-Werten unter 0,2 ausgeschlossen wurden, sowie ein Diagramm der durchschnittlichen Korngröße als Funktion des CI-Filterwerts. Der CI-Filter filtert bevorzugt Punkte in der Nähe von Korngrenzen heraus. Wie bereits erwähnt wurde, produzieren Punkte in der Nähe von Korngrenzen typischerweise Bilder, bei denen es sich um eine Überlagerung der Bilder der beiden Körner auf den beiden Seiten der Grenze handelt, obwohl sie möglicherweise richtig indiziert sind. Durch



Figs. 8a and b. (a) A grain map for the equiaxed structure with data points with CI less than 0.2 excluded from the map accompanied by (b) a plot of the average grain size versus the magnitude of the CI filter

Bilder 8a und b. (a) Korn-Map für die gleichachsige Struktur mit Datenpunkten, wobei CI kleiner 0,2 ausgeschlossen sind, zusammen mit (b) Diagramm der durchschnittlichen Korngröße gegenüber der Größe des CI-Filters



Figs. 9a to k. Grain maps obtained by re-scanning a set of saved EBSD patterns on steel where a percentage of the pixels in the patterns have been assigned random intensity – (a) 0%, (b) 20%, (c) 40%, (d) 60% and (e) 80%; (f-j) corresponding grain maps after applying a cleanup algorithm; (k) an accompanying plot of the grain size distribution of the raw and cleaned up data

Bilder 9a bis k. Aus einem Nachscannen eines Satzes gespeicherter EBSD-Bilder von Stahl gewonnene Korn-Maps, wobei ein Prozentsatz der Pixel in den Bildern willkürlich Intensitäten zugeordnet wurden – (a) 0%, (b) 20%, (c) 40%, (d) 60% und (e) 80%; (f-j) entsprechende Korn-Maps nach Anlegung eines Bereinigungsalgorithmus; (k) begleitende Darstellung der Korngrößenverteilung mit den Rohdaten und bereinigten Daten

Various clean-up routines have been devised to differentiate points with low CI but are most likely indexed correctly from mis-indexed and non-indexed points and then to “clean-up” these points. This is typically done by re-assigning the orientation of the non-indexed or suspect points with the orientation of one of the neighboring points on the scan grid [15, 16]. Wright et al. [16] have shown the effect of clean up routines on the measured texture for a set of data from steel. The patterns at each point in the dataset were saved. The patterns were then re-indexed after randomly changing a fraction of the points in the pattern to simulate adding noise to the patterns. Thus, datasets were created from the noisy patterns with different amounts of added noise as shown in Fig. 9. The data were then cleaned and the grain size tracked and compared to the data obtained without any added noise (labeled 0% noise in Fig. 9). In all cases, the cleaned data led to distribution curves more closely aligned with the distributions obtained with the 0% noise data. However, other instances have been observed when the cleanup routines lead to faulty results. Careful cleanup procedures generally improve the grain size results. Of course, any cleanup artifacts can be avoided by starting with the best data possible.

das Filtern der Daten mittels CI wird daher die durchschnittliche Korngröße tendenziell verringert, da Punkte in der Nähe von Korngrenzen selbst dann von der Analyse ausgeschlossen werden, wenn sie korrekt indiziert sind.

Es wurden verschiedene Bereinigungsroutinen entwickelt zur Unterscheidung von Punkten mit niedrigem CI, die jedoch korrekt indiziert sind, von falsch oder nicht indizierten Punkten sowie zur „Bereinigung“ dieser Punkte. Dies erfolgt in der Regel durch Neuordnung der nicht indizierten bzw. zweifelhaften Punkte auf die Orientierung eines der benachbarten Punkte auf der Rasterkarte [15, 16]. Wright et al. [16] haben die Auswirkungen von Bereinigungsroutinen auf die gemessene Struktur anhand eines Datensatzes für Stahl gezeigt. Die Bilder an den jeweiligen Punkten im Datensatz wurden gespeichert. Die Bilder wurden dann neu indiziert, nachdem ein Bruchteil der Punkte willkürlich auf dem Bild verändert wurde, um ein Hinzufügen von Rauschen zu simulieren. Die Datensätze wurden also aus rauschbehafteten Bildern mit einer unterschiedlichen Menge an hinzugefügtem Rauschen erstellt, wie in Bild 9 dargestellt. Die Daten wurden bereinigt und die Korngröße verfolgt und mit den Daten verglichen, die ohne Hinzufügung von Rauschen erhalten wurden (Kennzeichnung 0% Rauschen in Bild 9). In allen Fällen führten die bereinigten Daten zu Verteilungskurven, die den mit 0% Rauschdaten erhaltenen Verteilungen ähnlicher sind. Es wurden jedoch andere Fälle beobachtet, in denen die Bereinigungsroutinen zu fehlerhaften Ergebnissen führten. Vorsichtige Bereinigungsverfahren verbessern die Korngrößenergebnisse im Allgemeinen. Reinigungsartefakte lassen sich natürlich vermeiden, indem von Anfang an die möglichst gute Daten verwendet werden.

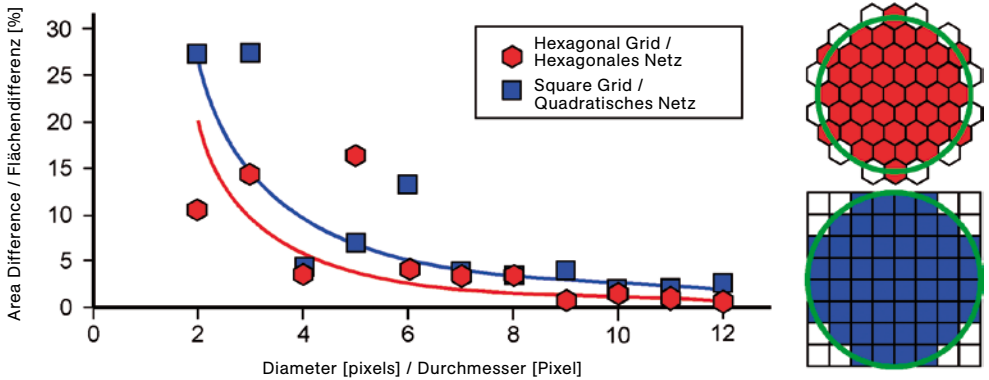


Fig. 10. The error in estimating the size of the circle by a regular grid of pixels plotted as a function of the diameter of the circle in grid pixels accompanied by corresponding power law trend lines and square and hexagonal grid examples for a 8 pixel wide circle

Bild 10. Fehler bei der Schätzung der Größe eines Kreises durch ein regelmäßiges Pixelraster, dargestellt als Funktion des Durchmessers des Kreises in Rasterpixel, begleitet von entsprechenden Potenzgesetz-Trendlinien und quadratischen und hexagonalen Rasterbeispielen für einen 8 Pixel breiten Kreis

Equivalent Circle Method

The ability to accurately approximate a circle with a grid is a function of the resolution of the grid. Thus, for smaller grains, the equivalent circle approach to grain size measurements becomes less accurate. Fig. 10 shows the errors associated with the approximation of the area of a circle as a function of the number of points in a square and a hexagonal grid. However, if very many grains are measured the errors arising from this effect should be small, particularly if the average grain size analysis follows the proposed guidelines set forth below.

Tilt Effects

As Nolze [17] has pointed out, the high specimen tilts required for EBSD (typically 70°) can lead to various distortions. In fact, the accuracy of the measured tilt can be an issue. It is difficult during sample preparation to keep both sides of a polished sample exactly in parallel which can lead to inaccuracies depending on how the

Äquivalentkreismethode

Die Fähigkeit zur genauen Annäherung eines Kreises an ein Raster ist eine Funktion der Auflösung des Rasters. Für die kleineren Körner wird der Äquivalentkreisansatz bei der Korngrößenmessung daher weniger präzise. In Bild 10 sind die Fehler dargestellt, die mit der Annäherung der Fläche eines Kreises als Funktion der Anzahl an Punkten in einem Quadrat- und Hexagonalraster verbunden sind. Wenn jedoch sehr viele Körner gemessen werden, dürften die sich durch diesen Effekt ergebenden Fehler klein sein, und zwar insbesondere dann, wenn die Analyse der durchschnittlichen Korngröße die nachfolgenden vorgeschlagenen Richtlinien befolgt.

Kippeffekte

Wie Nolze [17] gezeigt hat, kann das starke Kippen der Proben, das für die EBSD-Analyse erforderlich ist (typischerweise 70°), zu verschiedenen Verzerrungen führen. In der Tat kann die Genauigkeit der gemessenen Kippung ein Problem darstellen. Bei der Probenherstellung ist es schwierig, beide Seiten einer

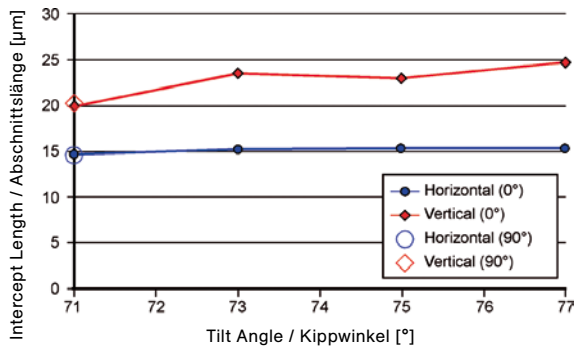


Fig. 11. A plot showing the effects of tilt inaccuracies on data obtained from the elongated structures

Bild 11. Diagramm zur Darstellung der Auswirkungen von Kippungenauigkeiten auf die aus den gestreckten Strukturen erhaltenen Daten

sample is mounted in the microscope. Fig. 11 shows the impact of the tilt on the grain size results obtained from the elongated structure. As would be expected, the impact in the horizontal direction is minor. However, the tilt in the vertical direction clearly affects the grain size analysis. One way to make sure the sample is at assumed position is to rotate the sample 90° about the sample normal and to rescan the same area. If the results are identical then the tilt of the sample is as assumed. This is reflected in Fig. 11 for the two clear larger markers at 71°.

polierten Probe genau parallel zu halten, was je nach Befestigung der Probe im Mikroskop zu Ungenauigkeiten führen kann. Bild 11 zeigt die Auswirkungen des Kippens auf die Korngrößenresultate, die aus der gestreckten Struktur erhalten werden. Wie zu erwarten war, sind die Auswirkungen in horizontaler Richtung geringfügig. Das Kippen in vertikaler Richtung dagegen beeinflusst deutlich die Korngrößenanalyse. Ein Weg, um sicherzustellen, dass die Probe sich in der angenommenen Position befindet, ist die Drehung der Probe um 90° um die Proben senkrechte und ein erneutes Scannen derselben Fläche. Sind die Ergebnisse identisch, so ist die Probe wie angenommen gekippt. Dies spiegelt sich in Bild 11 in den beiden eindeutig größeren Markern bei 71° wider.

Conclusions

While the conventional standard is to measure 50 grains per field, a larger number of approximately 300 is recommended to improve the statistical sampling and reduce edge effects. For the parameters described here the following values are recommended for practical grain size analysis via EBSD on recrystallized materials:

- 150,000 scan points
- Minimum grain size of 10 pixels,
- 500 pixels for the average grain (150,000/300),
- Tolerance angle of 5°.

Schlussfolgerungen

Gegenüber dem herkömmlichem Standard, der eine Messung von 50 Körnern pro Feld vorsieht, wird eine größere Anzahl von etwa 300 empfohlen, um die Stichprobenprüfungen zu verbessern und Kanteneffekte zu verringern. Für die hier beschriebenen Parameter werden folgende Werte für die praktische Korngrößenanalyse mittels EBSD an rekristallisierten Materialien empfohlen:

- 150000 Scanpunkte,
- Mindestkorngröße 10 Pixel
- 500 Pixel für das durchschnittliche Korn (150000/300),
- Toleranzwinkel 5°.

This study has been performed using hexagonal scan grids; however, experience has shown that square scan measurement grids lead to similar conclusions. While these guidelines can help lead to reproducible grain size results, it is important to also perform scans so as to produce data of the best quality possible with high indexing success rates. Proper sample preparation and indexing procedures should be followed to avoid introducing any errors or biases into the data and care exercised in any post processing to clean-up the data.

Diese Untersuchungen wurden unter Verwendung hexagonaler Abtastraster durchgeführt; die Erfahrung hat jedoch gezeigt, dass quadratische Scan-Messungen zu ähnlichen Schlussfolgerungen führen. Diese Richtlinien können zwar zur Erreichung reproduzierbarer Korngrößen-Messergebnisse beitragen; es ist jedoch auch wichtig, dass die Scans so durchgeführt werden, dass Daten mit der besten möglichen Qualität mit hohen Indexierungs-Erfolgsraten produziert werden. Es müssen geeignete Probenvorbereitungs- und Indexierverfahren befolgt werden, damit keine Fehler oder Verzerrungen in die Daten eingeführt werden, und es muss eine sorgfältige Nachbearbeitung der Daten zu ihrer Bereinigung erfolgen.

Acknowledgements

The author gratefully acknowledges helpful discussions with Scott Sitzman of Oxford-HKL, Matt Nowell of EDAX-TSL, David Field of Washington State University and Peter Quedstedt of the National Physical Laboratory in the UK. In addition, the author acknowledges Hasso Weiland and Ed Llewellyn of Alcoa for supplying the aluminum samples and Matt Nowell of EDAX-TSL for performing the OIM scans.

Danksagung

Der Verfasser dankt Scott Sitzman von Oxford-HKL, Matt Nowell von EDAX-TSL, David Field von der Washington State University sowie Peter Quedstedt vom National Physical Laboratory in Großbritannien herzlich für die hilfreichen Gespräche. Darüber hinaus ist der Verfasser Hasso Weiland und Ed Llewellyn von Alcoa zu Dank verpflichtet für die Bereitstellung von Aluminiumproben sowie Matt Nowell von EDAX-TSL für die Durchführung der OIM-Scans.

References/Literatur

- [1] Adams, B.L.; Wright, S.I.; Kunze, K.: Metallurgical Transactions A 24 (1993) 4, 819-831
- [2] Wright, S.I.; Kocks, U.F.: Proceedings of the Eleventh International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 11), International Academic Publishers, Xi'an, China, 1996, 53-62
- [3] Wright, S.I.; Larsen, R.J.: Journal of Microscopy 205 (2002) 3, 245-252
- [4] Day, A.P.; Quedstedt, T.E.: Journal of Microscopy 195 (1999) 3, 186-196
- [5] Humphreys, F.J.: Journal of Microscopy 195 (1999) 3, 170-185
- [6] Bowles, A.; Dargusch, M.; Davidson, C.; Griffiths, J.; Nogita, K.: Materials Transactions 45 (2004) 11, 3114-3119
- [7] Gao, N.; Wang, S.C.; Ubhi, H.S.; Starink, M.J.: Journal of Materials Science 40 (2005) 18, 4971-4974
- [8] Piazzolo, S.; Sursaeva, V.G.; Prior, D.J.: Materials Science Forum 495-497 (2005) 1, 213-218
- [9] Lins, J.F.C.; Sandim, H.R.Z.; Ribeiro, R.B.; Pinto, A.L.: Acta Microscopica 12 (2003) 1, 121-124
- [10] Trimby, P.W.; Prior, D.J.; Wheeler, J.: Journal of Structural Geology 20 (1998) 7, 917-935

- [11] Valcke, S.L.A.; Pennock, G.M.; Drury, M.R.; De Besser, J.H.P.: *Journal of Microscopy* 224 (2006) 3, 264-276
- [12] Day, A.: *Materials World* 6 (1998) 1, 8-10
- [13] Field, D.P.: *Ultramicroscopy* 67 (1997) 1-4, 1-9
- [14] Nowell, M.M.; Wright, S.I.: *Ultramicroscopy* 103 (2005) 1, 41-58
- [15] Wright, S.I.: *Materials Science and Technology* 22 (2006) 11, 1287-1296
- [16] Wright, S.I.; Nowell, M.M.; Bingert, J.F.: *Metallurgical and Materials Transactions A* 38 (2007) 8, 1845-1855
- [17] Nolze, G.: *Ultramicroscopy* 107 (2006) 2-3, 172-183

Correspondence address / Korrespondenzanschrift:

Stuart I. Wright

EDAX-TSL, 392 E 12300 S, Suite H, Draper, UT 84020, USA

stuart.wright@ametec.com

Stuart I. Wright



developed a fully automated EBSD system for his PhD at Yale University. Postdoc. at Los Alamos National Lab in texture characterization. Founding member of TSL (now part of EDAX) to commercialize the automated EBSD technique. Continues both technique and applications development on EBSD at EDAX in Salt Lake City, Utah.



Den Beitrag als PDF finden Sie unter:
PDF of this article:

www.practical-metallography.com
Dokumenten-Nummer: PM110060
