

---

---

**Analyse par microfaisceaux — Lignes  
directrices pour la mesure d'orientation  
par diffraction d'électrons rétrodiffusés**

*Microbeam analysis — Guidelines for orientation measurement using  
electron backscatter diffraction*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 24173:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 24173:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Équipement EBSD</b> .....	<b>7</b>
<b>5</b> <b>Conditions de fonctionnement</b> .....	<b>8</b>
<b>6</b> <b>Étalonnages requis pour l'indexation des clichés EBSP</b> .....	<b>13</b>
<b>7</b> <b>Procédure d'analyse</b> .....	<b>17</b>
<b>8</b> <b>Incertitude de mesure</b> .....	<b>18</b>
<b>9</b> <b>Présentation des résultats d'analyse</b> .....	<b>19</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Principe de l'EBSD</b> .....	<b>20</b>
<b>Annexe B</b> (normative) <b>Préparation de l'échantillon pour l'EBSD</b> .....	<b>21</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Brève introduction à la cristallographie, à l'indexation du cliché EBSP, et autres informations utiles pour l'EBSD</b> .....	<b>27</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>44</b>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009>  
 ISO 24173:2009

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 24173 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 202, *Analyse par microfaisceaux*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 24173:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009>

## Introduction

La diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) est une technique qui est utilisée avec un microscope électronique à balayage (MEB), un microscope électronique à balayage combiné à un faisceau d'ions focalisés (MEB-FIB) ou une microsonde de Castaing (EPMA) pour mesurer et cartographier la cristallographie locale dans des échantillons cristallins [1], [2].

Les clichés d'électrons rétrodiffusés (EBSP) sont formés lorsqu'un faisceau d'électrons fixe frappe la surface d'un échantillon fortement incliné (généralement incliné à environ 70° par rapport à la normale au faisceau d'électrons). Les clichés EBSP sont imagés par l'intermédiaire d'un détecteur EBSD, qui comporte un scintillateur (tel qu'un écran phosphorescent ou un monocristal de YAG) et une caméra à faible niveau de lumière (normalement un dispositif à couplage de charge, CCD). Les clichés sont parfois imagés directement sur un film photographique.

En analysant les clichés EBSP, il est possible de mesurer l'orientation et, dans certains cas, d'identifier également la phase du petit volume du cristal placé sous le faisceau d'électrons. L'EBSD est un phénomène de diffraction de surface dont le signal émis provient d'une profondeur de seulement quelques dizaines de nanomètres. Aussi une préparation soignée des échantillons est essentielle pour obtenir des résultats [3].

Dans un MEB conventionnel avec un filament de tungstène, une résolution spatiale d'environ 0,25 µm peut être obtenue; cependant, avec un canon à émission de champ (MEB-CEC), la limite de résolution est de 10 nm à 50 nm, bien que la valeur dépende fortement du matériau testé et des paramètres de fonctionnement de l'instrument. Les mesures d'orientation cristalline dans les échantillons peuvent être réalisées avec une exactitude d'environ 0,5°.

En balayant le faisceau d'électrons sur une partie de la surface de l'échantillon tout en effectuant simultanément une acquisition et une analyse des clichés EBSP, il est possible de produire des cartographies qui montrent la répartition spatiale de l'orientation cristalline, la phase, la qualité du cliché EBSP et d'autres mesures connexes. Ces données peuvent être utilisées pour une analyse microstructurale quantitative, par exemple, pour mesurer la granulométrie moyenne (et dans certains cas la distribution granulométrique), la texture cristallographique (distribution des orientations cristallines), ou le nombre de joints de grains ayant des caractéristiques spéciales (par exemple des mâcles). L'EBSD peut fournir une caractérisation microstructurale tridimensionnelle lorsqu'elle est utilisée en combinaison avec une technique de coupe sériée précise, telle que l'abrasion par faisceau d'ions focalisés [4].

Il est fortement recommandé que les utilisateurs de EBSD soient bien familiers avec les principes de la cristallographie et les diverses méthodes de représentation des orientations cristallines (qui sont tous deux décrits dans la littérature existante dans ce domaine) afin d'optimiser l'utilisation de la technique EBSD et les données produites [5], [6].

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 24173:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009>

# Analyse par microfaisceaux — Lignes directrices pour la mesure d'orientation par diffraction d'électrons rétrodiffusés

**IMPORTANT** — Le fichier électronique du présent document contient des couleurs qui sont considérées utiles pour une bonne compréhension du document. Il convient donc que les utilisateurs envisagent d'imprimer le présent document au moyen d'une imprimante couleur.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fournit des recommandations sur la façon de produire des mesures d'orientation cristallographique fiables et reproductibles en utilisant la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD). Elle aborde les conditions de préparation des échantillons, la configuration de l'instrument, l'étalonnage et l'acquisition des données.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO/CEI 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

Guide ISO/CEI 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### **cristal**

arrangement régulier et répété d'atomes dans l'espace, généralement décrit par un groupe d'espace, un système cristallin, des paramètres de maille (comprenant les longueurs et les angles entre les axes de la maille) et les positions des atomes à l'intérieur de la maille [7], [8]

**NOTE 1** Par exemple, un cristal d'aluminium peut être représenté par un cube (maille) de 0,404 94 nm de côté, avec des atomes aux sommets et aux centres des faces du cube.

**NOTE 2** Des simulations de l'arrangement atomique dans un petit cristal d'aluminium (mailles  $4 \times 4 \times 4$ ), vu selon les directions [100], [111] et [110], sont montrées à la Figure 1, ainsi que les projections stéréographiques de Kikuchi associées à chaque orientation cristalline. Les symétries cristallines d'ordres 4, 3 et 2 sont facilement observées, de même que les plans miroirs.

**NOTE 3** Pour les personnes peu familières avec la cristallographie, il est recommandé de consulter un ouvrage de référence (voir par exemple les Références [7], [8] et [9]).

**NOTE 4** L'Annexe C contient une courte introduction à la cristallographie et des lignes directrices relatives à l'indexation des clichés EBSP pour des matériaux ayant une symétrie cristalline cubique.

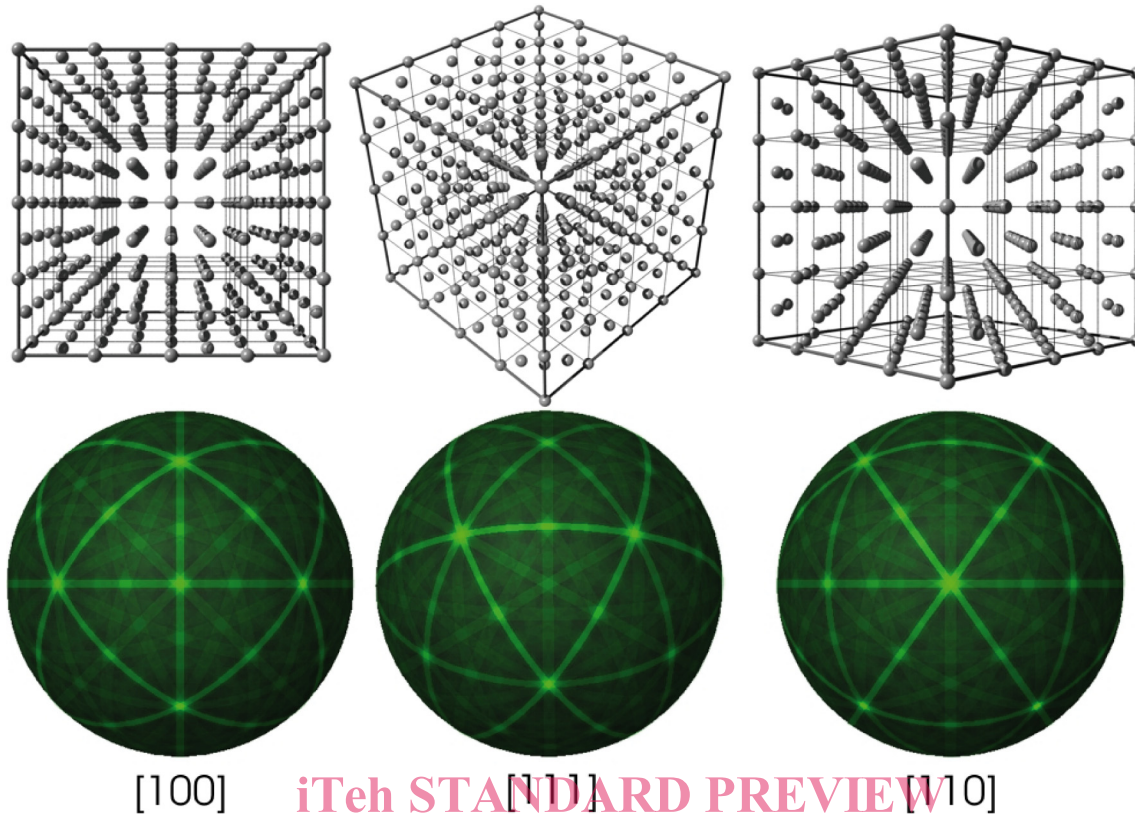


Figure 1 — Simulations d'un petit cristal d'aluminium (en haut), vu le long des directions  $[100]$ ,  $[111]$  et  $[110]$ , avec leurs clichés de Kikuchi associés (en bas). La symétrie est clairement montrée.

ISO 24173:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009>

**3.2 plan cristallin**

plan, habituellement noté  $(h k l)$ , représentant l'intersection d'un plan avec les axes  $a$ ,  $b$ , et  $c$  de la maille à des distances de  $1/h$ ,  $1/k$  et  $1/l$ , où  $h$ ,  $k$ , et  $l$  sont des nombres entiers

NOTE 1 Les nombres entiers  $h$ ,  $k$ , et  $l$  représentent habituellement les indices de Miller d'un plan cristallin.

NOTE 2 Voir l'Annexe C pour plus d'information.

**3.3 direction cristalline**

direction, généralement notée  $[u v w]$ , représentant une direction vectorielle selon des multiples des vecteurs de base décrivant les axes  $a$ ,  $b$ , et  $c$  du plan cristallin

NOTE Voir l'Annexe C pour plus d'information.

**3.4 maille cristalline**

maille répétée (infiniment) pour constituer le cristal

NOTE Elle est habituellement définie par trois longueurs  $a$ ,  $b$  et  $c$ , et trois angles  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ . Les longueurs sont habituellement indiquées en ångströms ou en nanomètres, et les angles en degrés.

**3.5 orientation cristallographique**

alignement du repère du cristal (par exemple  $[100]$ ,  $[010]$ ,  $[001]$  pour un cristal cubique) par rapport au repère de l'échantillon

NOTE Les axes du repère peuvent être désignés par X, Y, Z. Lorsque l'EBS est appliquée à l'étude de matériaux laminés, ces axes sont souvent notés RD, TD, ND [RD = direction de référence (ou de laminage), TD = direction du travers long, ND = direction normale].



**3.6****détecteur EBSD**

détecteur utilisé pour collecter le cliché d'électrons rétrodiffusés et le convertir en une image observable sur un dispositif d'affichage (écran d'ordinateur) à l'aide d'une caméra vidéo, qui est généralement un dispositif à couplage de charge (CCD) à forte sensibilité

NOTE Voir également 3.21.

**3.7****diffraction d'électrons rétrodiffusés****EBS**

phénomène de diffraction qui se produit entre les électrons rétrodiffusés et les plans atomiques d'un échantillon cristallin fortement incliné frappé par un faisceau d'électrons incidents fixe

NOTE Les autres termes généralement utilisés pour l'EBS sont «EBSP» (ou plus généralement «technique EBSP») (voir 3.8), «BKD» (Backscattered Kikuchi Diffraction), «BKED» (Backscattered Kikuchi Electron Diffraction), et «BKDP» (Backscattered Kikuchi Diffraction Pattern).

**3.8****cliché d'électrons rétrodiffusés****EBSP**

ensemble d'intersections de bandes quasi linéaires, connues sous le nom de bandes de Kikuchi (voir Figure 2), produit par diffraction d'électrons rétrodiffusés et enregistré en utilisant un détecteur approprié, par exemple observé sur un écran phosphorescent ou, moins couramment, sur un film photographique

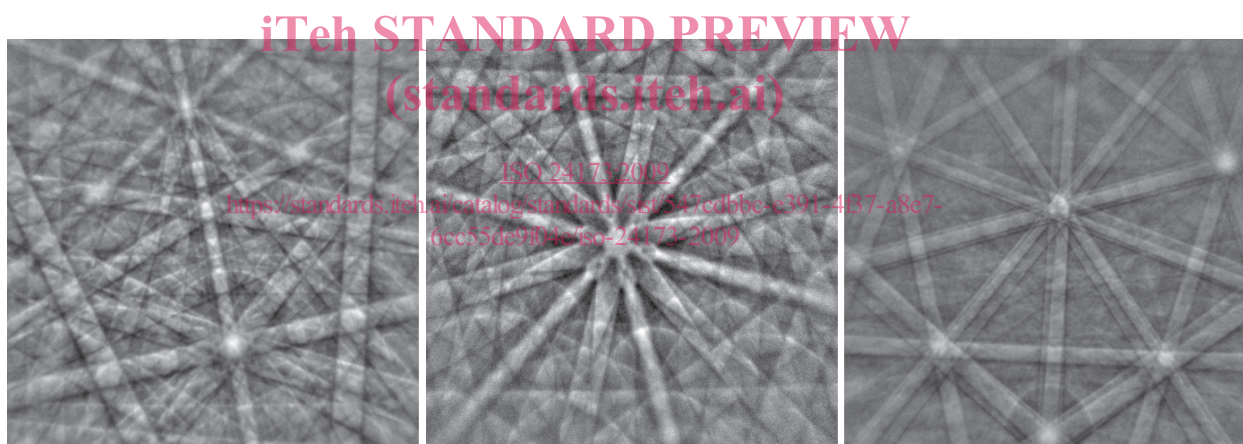


Figure 2 — Exemples de clichés EBSP montrant des ensembles de bandes de Kikuchi superposées

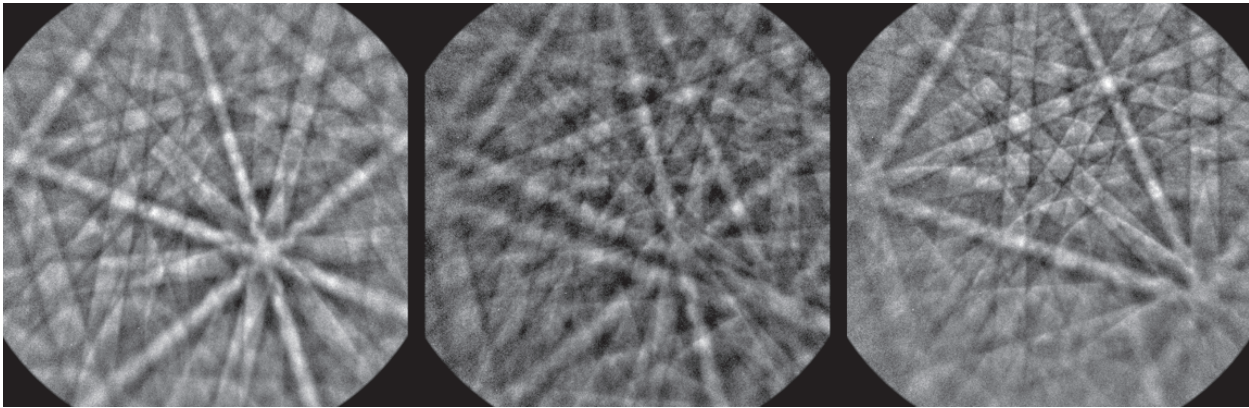
**3.9****grain EBSD**

région avec une orientation cristalline commune délimitée par des joints de grains qui correspondent à une désorientation mesurée entre des points voisins supérieure à une valeur critique définie, qui dépend de l'application <sup>[10]</sup>

**3.10****résolution spatiale de l'EBS**

distance minimale entre deux points dans différents grains (séparés par un joint de grain) qui produit deux différents clichés EBSP distincts de sorte qu'ils puissent être correctement indexés en utilisant un système EBS

NOTE Un exemple est montré à la Figure 3 où le faisceau d'électrons a traversé un joint de grain d'un échantillon de météorite. Deux orientations cristallines distinctes et différentes peuvent être observées dans l'image de gauche et l'image de droite, mais le cliché EBSP central est un mélange des deux. Des algorithmes d'indexation modernes permettent fréquemment de résoudre de tels clichés superposés, ce qui conduit à une amélioration efficace de la résolution spatiale de l'EBS.



**Figure 3 — Exemple de clichés EBSP de chaque côté d'un joint de grain (images de gauche et de droite) et sur le joint de grain (au centre)**

(Noter que ces images ont été prises à des espacements de 30 nm, et que le cliché EBSP central est une combinaison des deux autres)

### 3.11 angles d'Euler

ensemble de trois rotations permettant de représenter l'orientation d'un cristal par rapport à un ensemble d'axes de l'échantillon

NOTE La convention de Bunge (rotations par rapport aux directions Z, X, et Z') est utilisée le plus généralement pour décrire les données EBSD. Les angles d'Euler donnent la rotation nécessaire pour faire coïncider les axes de l'échantillon avec les axes du cristal. Il convient de noter qu'il existe des ensembles équivalents d'angles d'Euler en fonction de la symétrie cristalline [6].

### 3.12 transformée de Hough

technique mathématique de traitement d'image, qui permet la détection automatisée d'une forme particulière dans une image

NOTE En EBSD, une transformée de Hough linéaire est utilisée pour identifier la position et l'orientation des bandes de Kikuchi dans chaque cliché EBSP, ce qui permet de l'indexer. Chaque bande de Kikuchi est identifiée comme étant un maximum dans l'espace de Hough. La transformée de Hough est essentiellement un cas particulier de la transformée de Radon. Généralement, la transformée de Hough s'applique à des images binaires, et la transformée de Radon s'applique à des images en niveau de gris [11], [12]. Voir 5.3.7 pour plus de détails.

### 3.13 indexation

procédé permettant d'identifier l'orientation cristallographique correspondant aux données d'un cliché EBSP, par exemple déterminer quels sont les plans cristallins qui correspondent aux bandes de Kikuchi détectées ou quelles sont les directions cristallines qui coïncident avec les intersections des bandes de Kikuchi (axes de zone), et permettant de ce fait de déterminer l'orientation cristalline (et la phase)

### 3.14 microtexture

ensemble d'orientations cristallographiques dont les différentes valeurs sont liées à leur emplacement spatial dans la microstructure [13]

### 3.15 désorientation

différence d'orientation entre les axes de deux cristaux, généralement exprimée par une paire angle/axe

NOTE 1 La désorientation est la rotation nécessaire pour faire coïncider un cristal avec un autre. Elle peut être décrite par une matrice de rotation, un ensemble d'angles d'Euler, une paire axe/angle ou un vecteur de Rodrigues-Frank. La paire axe/angle est la description la plus courante, mais l'angle le plus petit est généralement utilisé.

NOTE 2 Le logiciel EBSD calcule l'orientation cristalline en un point particulier de la surface de l'échantillon à partir du cliché EBSP acquis en ce point. Le logiciel peut ensuite calculer la désorientation entre deux points d'acquisition quelconques choisis (qui peuvent ou peuvent ne pas être voisins dans la cartographie d'orientation). [14]

### 3.16

#### orientation cristalline

orientation d'un cristal par rapport à un ensemble d'axes de l'échantillon

NOTE Elle est généralement représentée par les angles d'Euler ( $\phi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\phi_2$ ) ou une matrice d'orientation cristalline ( $3 \times 3$ ) des cosinus directeurs entre les axes du cristal et de l'échantillon et/ou un vecteur de Rodrigues-Frank.

### 3.17

#### cartographie d'orientation

##### OM

représentation des données d'orientation cristalline à partir de la mesure séquentielle de l'orientation cristalline en chaque point d'une grille [15]

NOTE Des termes alternatifs sont cartographie d'orientation cristalline (COM), cartographie d'orientation cristalline automatisée (ACOM) et cartographie d'orientation d'images de microscopie (OIM).

### 3.18

#### bruit d'orientation cristalline

distribution des orientations résultant d'un grand nombre de mesures d'orientation cristalline faites sur une région d'un monocristal parfait

NOTE 1 Cette région doit être suffisamment petite pour que le déplacement du faisceau d'électrons sur cette région ne cause pas de changement d'orientation détectable.

NOTE 2 Cette distribution traduit la nature statistique de la résolution angulaire de la technique EBSD.

### 3.19

#### centre du cliché PC

point situé dans le plan de l'écran du détecteur sur une ligne normale à ce plan et qui passe par le point où le faisceau d'électrons frappe l'échantillon

ISO 24173:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cdbbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009>

### 3.20

#### identification de phase

identification cristallographique d'une phase inconnue dans un échantillon, en comparant le cliché EBSP acquis avec celui simulé ou calculé à partir d'un ensemble de phases candidates possibles [16], [17], [18]

NOTE Cette identification peut être un procédé automatique où le logiciel EBSD recherche dans un ensemble pré-sélectionné de bases de données de phases cristallines et détermine la phase dont le cliché EBSP simulé coïncide le mieux avec le cliché EBSP acquis. Dans cette situation, le procédé est appelé discrimination de phase. Un procédé manuel, où les caractéristiques du cliché EBSP, telles que sa symétrie, les largeurs de bande et les lignes de HOLZ (zone de Laue d'ordre supérieur), peut aussi être utilisé pour l'identification. Dans l'un ou l'autre cas, les informations relatives à la composition chimique obtenues en utilisant la spectrométrie X à sélection d'énergie (EDX) ou la spectrométrie X à dispersion de longueur d'onde (WDX) peuvent être en outre utilisées pour réduire la liste des phases possibles, accélérant de ce fait le procédé et améliorant le degré de confiance des résultats.

### 3.21

#### écran phosphorescent

écran utilisé pour convertir le cliché de diffraction des électrons en un signal lumineux visible, qui peut être détecté par une caméra à faible niveau de lumière

NOTE La plupart des phosphores EBSD sont constitués d'une couche mince de particules de phosphore d'environ  $4 \mu\text{m}$  à  $10 \mu\text{m}$  maintenues par un liant et par une métallisation finale d'aluminium, qui à la fois dissipe les charges et agit comme un miroir pour augmenter le signal EBSP mais qui est suffisamment mince pour être relativement transparent aux électrons.

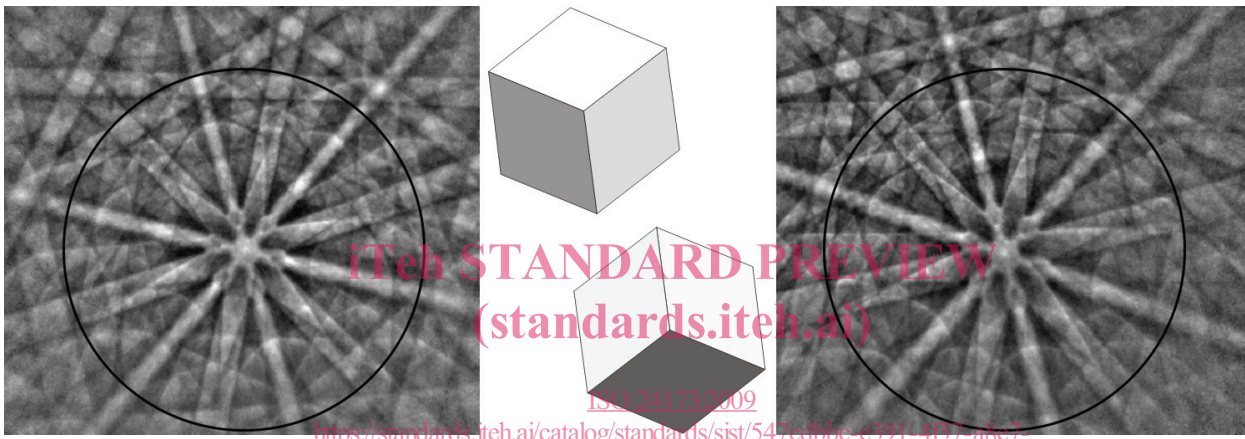
**3.22  
pseudosymétrie**

potentiel d'un cliché EBSD à être indexé de façon ambiguë de plusieurs manières en raison de similitudes entre les clichés EBSD pour certaines orientations cristallines

NOTE 1 Cela pose un problème avec certains minéraux, par exemple le quartz et l'olivine, et cela peut également se produire pour certaines phases métalliques.

NOTE 2 Un exemple courant est lorsque la zone <111> du fer CC est proche du centre du cliché EBSD, tel que montré à la Figure 4. Si seule la région circulaire montrée est utilisée pour la détection de bandes, alors il est très difficile de distinguer ces deux orientations cristallines. La zone <111> a un axe apparent d'ordre 6, bien qu'elle n'ait réellement qu'une symétrie d'ordre 3, et seules des bandes de Kikuchi plus faibles proches des bords de la région peuvent distinguer les deux axes d'ordre 3 possibles.

NOTE 3 Les effets de pseudosymétrie peuvent généralement être minimisés en diminuant la distance entre l'échantillon et l'écran, afin de collecter plus de bandes de Kikuchi, et en utilisant plus de bandes pour l'indexation.



**Figure 4 — Pseudosymétrie du fer CC autour d'une zone <111>**

(Si seules les bandes de Kikuchi les plus intenses à l'intérieur du cercle sont utilisées, alors les deux clichés EBSD peuvent être indexés selon l'une ou l'autre des deux orientations montrées qui sont liées par une rotation de 60° autour de <111>)

**3.23  
distance entre l'échantillon et l'écran  
SSD**

distance entre le plan de l'écran du détecteur et le point où le faisceau d'électrons frappe l'échantillon, mesurée perpendiculairement au centre du cliché

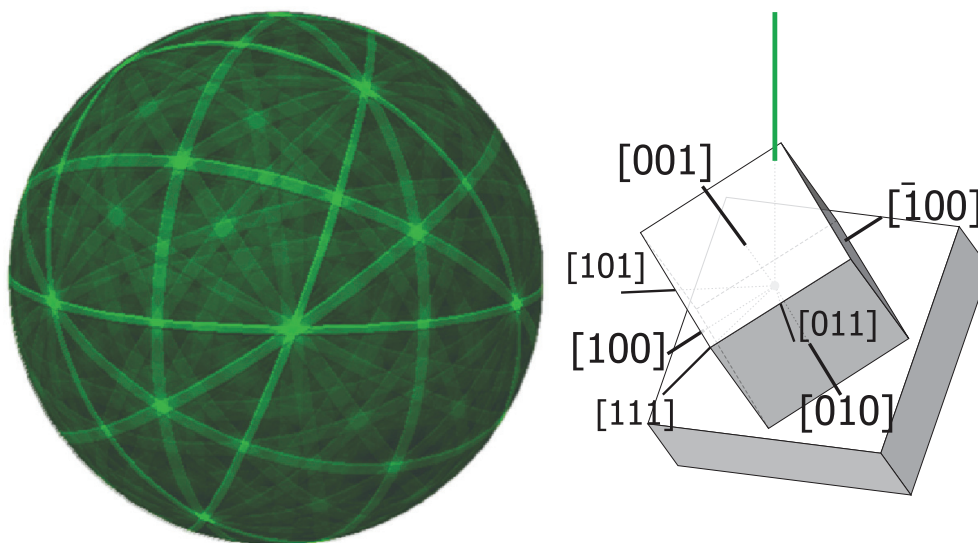
NOTE Si la distance entre l'échantillon et l'écran diminue, alors le cliché EBSD semblera se resserrer autour du centre du cliché, c'est-à-dire que plus de bandes de Kikuchi seront observées.

**3.24  
projection stéréographique de Kikuchi  
PSK**

représentation du cliché de diffraction EBSD projeté sur la surface d'une sphère, tel que montré à la Figure 5, le signal diffracté en EBSD étant engendré de façon sphérique d'un point source de la surface de l'échantillon

NOTE 1 Les projections stéréographiques de Kikuchi sont utiles du fait qu'elles évitent les distorsions liées à la projection gnomonique du signal EBSD sur l'écran phosphorescent plat utilisé pour collecter chaque cliché EBSD.

NOTE 2 La projection stéréographique de Kikuchi (PSK) est centrée sur l'échantillon et alignée avec les directions cristallographiques du cristal examiné. À mesure que le cristal tourne, celle-ci se déplace de façon synchrone.



**Figure 5 — Schéma montrant une maille de silicium (à droite) avec les directions cristallines principales représentées, et, à gauche, une projection stéréographique de Kikuchi du silicium avec la même orientation cristalline**

(Cette orientation cristalline est l'orientation d'étalonnage du silicium de référence pour un échantillon incliné à 70°; la direction du faisceau d'électrons incident est indiquée)

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

### 3.25 symétrie

propriété d'un objet qui apparaît identique après avoir subi une rotation, une translation ou une réflexion

NOTE Voir l'Annexe C pour plus d'informations. [ISO 24173:2009  
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cddbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/547cddbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009)

### 3.26 axe de zone

point d'un cliché EBSP formé par l'intersection des centres de plusieurs bandes de Kikuchi

NOTE Il correspond à une direction cristalline du cliché EBSP de faible indice.

### 3.27 réseau de Bravais

arrangement géométrique à trois dimensions des atomes, des molécules ou des ions composant un cristal

## 4 Équipement EBSD

**4.1 MEB, EPMA ou FIB**, équipé d'une colonne électronique comprenant le contrôle de la position du faisceau, de la platine, de la focalisation et du grandissement (voir Figure 6).

**4.2 Accessoires**, pour détecter et indexer les clichés de diffraction d'électrons rétrodiffusés comprenant:

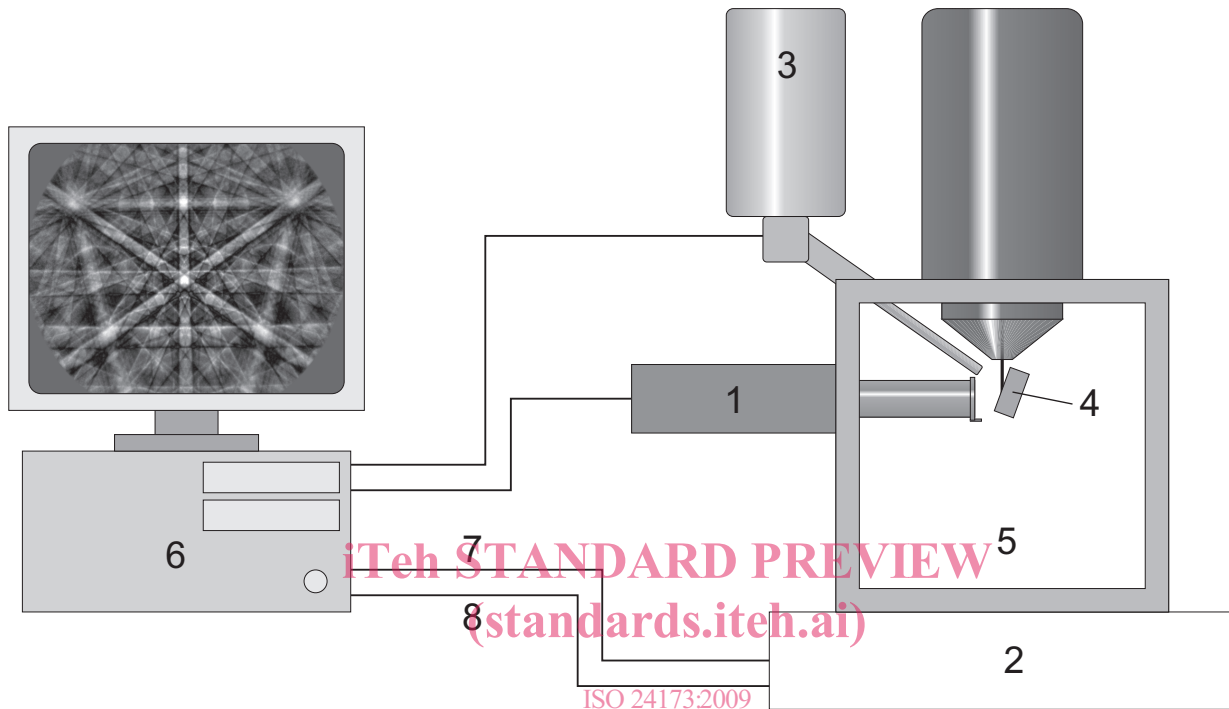
**4.2.1 Écran phosphorescent**, dont la fluorescence est générée par les électrons de l'échantillon et forme le cliché de diffraction.

**4.2.2 Caméra vidéo**, à faible niveau de lumière, pour visualiser le cliché de diffraction produit sur l'écran.

**4.2.3 Ordinateur**, avec logiciels de traitement d'images, d'indexation de cliché assistée par ordinateur, de stockage et traitement des données et de contrôle du faisceau du MEB (ou de la platine) pour permettre la réalisation de cartographies.

NOTE 1 Les systèmes modernes utilisent généralement des dispositifs à couplage de charge (CCD).

NOTE 2 Certains systèmes comprennent un ou des détecteurs montés autour de l'écran phosphorescent pour détecter les électrons diffusés par l'échantillon; les détecteurs sont généralement des diodes de silicium, similaires à celles utilisées dans les détecteurs d'électrons rétrodiffusés. Les images (contraste d'orientation cristalline et de nombre atomique) donnent une rapide vue d'ensemble de la microstructure de l'échantillon [19].



**Légende**

- |   |   |   |                                       |
|---|---|---|---------------------------------------|
| 1 | instrument EBSD                                       | 5 | chambre                               |
| 2 | MEB   | 6 | ordinateur EBSD                       |
| 3 | EDX (spectromètre à sélection d'énergie) (facultatif) | 7 | contrôle du faisceau                  |
| 4 | échantillon incliné                                   | 8 | contrôle du MEB et du mouvement objet |

**Figure 6 — Schéma d'un montage expérimental EBSD**

4.3 Si des échantillons doivent être préparés pour l'EBS, les équipements suivants peuvent être requis (selon les types d'échantillons à préparer, voir l'Annexe B): équipement de découpe et d'enrobage, équipement de surfacage mécanique et de polissage, polissage électrolytique, appareil de nettoyage par ultrasons, équipement de décapage ionique, et équipement de métallisation.

**5 Conditions de fonctionnement**

**5.1 Préparation de l'échantillon**

Le volume de matériau échantillonné par le faisceau d'électrons pendant l'analyse EBSD doit être cristallin. La nature cristalline (par exemple la granulométrie, l'état de déformation) de ce volume doit être représentative de l'échantillon massif, ou de la partie de l'échantillon dont la nature de la microstructure sera déduite dans le cas de microstructures complexes (par exemple des couches minces ou des zones affectées ou non affectées thermiquement près des soudures). Compte tenu du fait que le cliché EBSD est produit par la diffraction d'électrons sur une profondeur de quelques dizaines de nanomètres de la surface de l'échantillon, une préparation très soignée de la surface de l'échantillon est requise pour empêcher que les données EBSD soient affectées de façon délétère par une préparation insatisfaisante. La couche supérieure étudiée doit être

exempte de déformation due à la préparation de l'échantillon et plane. Une mauvaise préparation de l'échantillon peut laisser une déformation au niveau de la surface, ou juste au-dessous de la surface, ou peut laisser de la pollution, des couches d'oxyde ou de produit réactionnel. En raison de l'inclinaison élevée de la surface de l'échantillon (typiquement 70°) par rapport au faisceau d'électrons, le fait de minimiser le relief de la surface constitue également un aspect important d'une préparation correcte de l'échantillon. Des lignes directrices relatives à la préparation des échantillons EBSD sont données dans l'Annexe B.

## 5.2 Alignement de l'échantillon

Un étalonnage (voir Article 6) et des mesures précises par EBSD nécessitent une spécification soignée de l'alignement entre les axes de l'échantillon, les bobines de balayage du MEB, la platine et le détecteur EBSD. L'échantillon doit être aligné dans le microscope de sorte que la normale à la surface d'acquisition soit à un angle d'inclinaison choisi (typiquement environ 70°) par rapport au faisceau d'électrons, et de sorte qu'une direction de référence de la surface d'acquisition, souvent un bord de l'échantillon, soit parallèle à la fois à l'axe d'inclinaison de la platine et, dans le cas de l'utilisation d'un balayage du faisceau, à un axe du balayage. Un alignement précis peut être obtenu plus facilement lorsque l'échantillon est monté sur une platine qui permet une rotation dans le plan d'acquisition incliné, étant donné qu'un ajustement fin peut être effectué avec l'échantillon à l'intérieur du microscope. Dans un premier temps, la direction de référence de l'échantillon doit être alignée avec l'axe d'inclinaison de la platine. Cet alignement peut être vérifié en déplaçant la platine d'avant en arrière le long de l'axe d'inclinaison et en vérifiant sur l'image électronique que la direction de référence de l'échantillon se déplace d'avant en arrière par rapport à un point fixe, tel qu'un point d'intersection de grille. L'axe long de balayage du faisceau peut ensuite être aligné avec la direction d'inclinaison en ajustant la rotation du balayage jusqu'à ce que ces deux directions semblent alignées sur l'image électronique. Si un support d'échantillon pré-incliné est utilisé (ou la platine ne permet pas la rotation dans le plan d'acquisition), alors il est crucial que l'échantillon soit monté de façon à ce que la direction de référence de l'échantillon soit aussi proche que possible de l'un des axes orthogonaux de la platine.

Avec une platine à inclinaison manuelle, une butée mécanique pour l'angle de rotation désiré est recommandée, de sorte que la platine puisse être inclinée d'un angle d'inclinaison désiré avec une meilleure reproductibilité.

ISO 24173:2009

## 5.3 Étapes d'enregistrement d'un cliché EBSP

<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/547cddbc-e391-4f37-a8e7-6cc55de9f04e/iso-24173-2009>

### 5.3.1 Réglage des conditions de fonctionnement du microscope

#### 5.3.1.1 Tension d'accélération

Pour contribuer à la formation du cliché de diffraction, les électrons doivent avoir une énergie suffisante telle que, lorsqu'ils sont rétrodiffusés, ils aient une énergie suffisante pour provoquer la scintillation de l'écran phosphorescent. Cela augmente également le nombre d'électrons arrivant sur l'écran, et ainsi la luminosité du cliché de diffraction. Cela permet de réduire le temps d'intégration de la caméra mais détériorera la résolution spatiale en augmentant la taille du faisceau d'électrons. Noter, cependant, que cette réduction de la résolution n'a typiquement qu'un faible effet. Une tension d'accélération comprise entre 15 kV et 30 kV est recommandée pour la plupart des applications. Une augmentation de la tension d'accélération réduit la longueur d'onde des électrons et, par conséquent, réduit la largeur des bandes EBSD dans le cliché de diffraction. Des tensions d'accélération plus élevées dans cette gamme sont avantageuses pour analyser le matériau sous une très fine couche métallisée (jusqu'à approximativement 10 nm), ou une couche mince déformée en surface. Des tensions d'accélération plus faibles peuvent être nécessaires pour analyser des couches minces (10 nm à 50 nm), ou pour réduire l'effet de charge sur des échantillons de faible conductivité.

#### 5.3.1.2 Courant de sonde

Une augmentation du courant de sonde augmentera le nombre d'électrons contribuant au cliché de diffraction et permettra ainsi de réduire le temps d'intégration de la caméra, permettant une cartographie plus rapide. Cependant, cet avantage est contrebalancé par la perte de résolution spatiale associée, parce que le fait d'augmenter le courant de sonde résulte en un signal EBSD généré par un plus grand volume dans l'échantillon, et augmente également les problèmes dus aux effets de charge et de contamination.

Le faisceau d'électrons doit être focalisé sur la surface de l'échantillon et la focalisation dynamique doit être utilisée, le cas échéant, pour compenser l'inclinaison de l'échantillon.