

---

---

**Analyse par microfaisceaux — Diffraction  
d'électrons rétrodiffusés — Mesurage de  
la taille moyenne des grains**

*Microbeam analysis — Electron backscatter diffraction — Measurement  
of average grain size*

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

[ISO 13067:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-  
ec7e727e7c73/iso-13067-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011)



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

ISO 13067:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2011

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

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
3.1 <b>Terminologie associée aux mesurages par EBSD de la taille des grains</b> .....	2
3.2 <b>Terminologie associée aux grains et aux joints de grains déterminés par EBSD</b> .....	4
3.3 <b>Terminologie associée au mesurage de la taille des grains</b> .....	5
3.4 <b>Terminologie associée à la correction et à l'incertitude des données des cartographies EBSD</b> ..	6
4 <b>Acquisition d'une cartographie par EBSD pour le mesurage de la taille des grains</b> .....	6
4.1 <b>Exigences relatives au matériel</b> .....	6
4.2 <b>Exigences relatives au logiciel</b> .....	6
5 <b>Acquisition de la cartographie pour mesurer la taille des grains par EBSD</b> .....	7
5.1 <b>Préparation de l'échantillon</b> .....	7
5.2 <b>Définition des axes de l'échantillon</b> .....	7
5.3 <b>Positionnement du porte-objet et étalonnage</b> .....	7
5.4 <b>Étalonnage linéaire</b> .....	7
5.5 <b>Examen préliminaire</b> .....	7
5.6 <b>Choix du pas</b> .....	8
5.7 <b>Détermination du niveau de précision angulaire requis<sup>[7][8]</sup></b> .....	8
5.8 <b>Choix des surfaces à cartographier et taille de la cartographie</b> .....	10
5.9 <b>Considérations lors de l'examen des matériaux déformés plastiquement</b> .....	11
6 <b>Méthode d'analyse</b> .....	11
6.1 <b>Définition des joints</b> .....	11
6.2 <b>Traitement post-acquisition des données brutes</b> .....	12
6.3 <b>Étapes de nettoyage des données</b> .....	12
6.4 <b>Mesurage de la taille des grains</b> .....	16
6.5 <b>Représentation des données</b> .....	16
7 <b>Incertitude de mesure</b> .....	17
8 <b>Communication des résultats d'analyse</b> .....	17
<b>Annexe A (informative) Mesurage de la taille des grains</b> .....	18
<b>Bibliographie</b> .....	20

## 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 13067 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 202, *Analyse par microfaisceaux*.

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

[ISO 13067:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011>

## Introduction

Les propriétés mécaniques et électromagnétiques des matériaux d'ingénierie sont fortement influencées par la taille et la distribution de leurs grains cristallins. Par exemple la résistance, la ténacité et la dureté sont toutes trois des propriétés d'ingénierie importantes qui sont fortement influencées par ces paramètres. Les matériaux massifs et les couches minces, même sous forme de structures bidimensionnelles étroites, sont influencés par la taille des grains. Pour cette raison, il est important de disposer de méthodes normalisées de mesure de la taille des grains avec une terminologie communément utilisée et approuvée. La présente Norme internationale décrit les méthodes permettant de mesurer la taille moyenne des grains à partir de cartographies des mesures d'orientation locale en utilisant la diffraction d'électrons rétrodiffusés.

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

[ISO 13067:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011>

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

ISO 13067:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011>

# Analyse par microfaisceaux — Diffraction d'électrons rétrodiffusés — Mesurage de la taille moyenne des grains

**IMPORTANT** — Le fichier électronique du présent document contient des couleurs qui sont jugées utiles pour la bonne compréhension du document. Il convient donc aux utilisateurs de considérer l'emploi d'une imprimante couleur pour l'impression du présent document.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les méthodes permettant de mesurer la taille moyenne des grains établie à partir d'une coupe transversale bidimensionnelle polie en utilisant la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD). Cela implique le mesurage de l'orientation, de la désorientation et du facteur de qualité du cliché en fonction de la position dans l'échantillon cristallin<sup>[1]</sup>.

NOTE 1 Tandis que les méthodes conventionnelles de détermination de la taille des grains utilisant la microscopie optique sont bien établies, les méthodes EBSD offrent de nombreux avantages sur ces techniques, y compris une résolution spatiale accrue et une description quantitative de l'orientation des grains.

NOTE 2 La méthode se prête également au mesurage de la taille des grains de matériaux complexes, par exemple les matériaux ayant une teneur significative en acier duplex.

NOTE 3 Le lecteur est averti qu'il doit interpréter avec soin les résultats s'il tente d'étudier des échantillons présentant des niveaux élevés de déformation.

## 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 16700, *Analyse par microfaisceaux — Microscopie électronique à balayage — Lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'image*

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

ISO 21748, *Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimations de la répétabilité, de la reproductibilité et de la justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure*

ISO 23833, *Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) — Vocabulaire*

ISO 24173:2009, *Analyse par microfaisceaux — Lignes directrices pour la mesure d'orientation par diffraction d'électrons rétrodiffusés*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent. Le lecteur est également invité à se référer à l'ISO 24173 et à l'ISO 23833 pour des termes et définitions supplémentaires.

#### 3.1 Terminologie associée aux mesurages par EBSD de la taille des grains

##### 3.1.1

###### **pas**

distance entre deux points adjacents à partir desquels des clichés EBSD individuels sont acquis lors de l'acquisition des données d'une cartographie EBSD

##### 3.1.2

###### **pixel**

###### **élément d'image**

plus petite zone d'une cartographie EBSD, avec des dimensions égales au pas, à laquelle est attribué le résultat d'une mesure d'orientation unique effectuée en stoppant le faisceau à un point situé au centre de ladite zone

##### 3.1.3

###### **orientation**

description mathématique de la relation angulaire entre les axes cristallins du point d'analyse et un repère de référence, généralement les axes de l'échantillon

##### 3.1.4

###### **indexé**

un pixel est dit «indexé» si l'orientation calculée à partir du cliché EBSD acquis pour ce pixel satisfait à un seuil de fiabilité prédéterminé

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 13067:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3339a270-86e8-4347-9c3c-ec7e727e7c73/iso-13067-2011>

##### 3.1.5

###### **fiabilité d'indexation**

valeur numérique qui indique la confiance/fiabilité que le logiciel d'indexation attribue à une analyse automatique

NOTE Ce paramètre varie d'un fabricant EBSD à l'autre mais peut comprendre:

- a) la différence moyenne entre les angles déterminés expérimentalement entre les plans diffractants et ces mêmes angles calculés pour l'orientation déterminée par le logiciel d'EBSD;
- b) la différence entre le nombre de triplets (intersections de trois bandes de Kikuchi) dans le cliché EBSD auquel correspond l'orientation choisie et la deuxième meilleure solution possible, divisée par le nombre total de triplets.

##### 3.1.6

###### **cartographie d'orientation**

###### **cartographie d'orientation cristalline**

représentation des pixels sous forme de cartographie établie à partir de la mesure séquentielle de l'orientation cristalline en chaque point d'une grille [voir Figures 1 b) à 1 f)] montrant la relation cristallographique entre les pixels et le repère de référence

##### 3.1.7

###### **qualité du cliché**

mesure de la netteté des bandes de diffraction ou de la gamme de contraste dans un cliché de diffraction

NOTE Différents termes sont utilisés par les différents logiciels commerciaux, y compris par exemple, le contraste de bande, le gradient d'intensité dans la bande et la qualité de l'image.

**3.1.8****cartographie de la qualité du cliché**

représentation des pixels sous forme de cartographie établie à partir de la collecte séquentielle de clichés EBSD en chaque point d'une grille [voir Figure 1 a)] montrant la qualité du cliché de chacun des pixels

NOTE 1 Compte tenu du fait que les mesures de la qualité du cliché peut varier au niveau d'éléments microstructuraux tels que les joints de grains et en fonction de l'orientation, la cartographie de la qualité du cliché peut donner une indication de la forme et de la taille des grains.

NOTE 2 Les cartographies de la qualité des clichés peuvent également indiquer des zones de forte déformation et une préparation inadéquate telle que des rayures résiduelles.

NOTE 3 Les petites particules et les caractéristiques structurales de petite taille contribuent également à la cartographie de la qualité du cliché.

**3.1.9****pseudosymétrie**

possibilité d'indexer un cliché EBSD de plusieurs façons différentes du fait de similarités internes dans le cliché EBSD

NOTE 1 La pseudosymétrie est un problème rencontré avec certaines orientations cristallines, généralement lorsqu'un axe de zone principal est au centre du cliché. Les cas types sont un pôle {0001} d'une structure hexagonale et un pôle <111> d'une structure cubique.

NOTE 2 Les structures telles que des cristaux quadratiques de symétrie élevée avec un rapport axial *cla* environ égal à 1 sont également susceptibles de présenter une pseudosymétrie dans les clichés EBSD.

**3.1.10****désorientation**

pour deux orientations cristallines données, la désorientation est la rotation, souvent définie par une paire axe/angle, nécessaire pour faire coïncider l'ensemble des axes d'un cristal avec les axes d'un autre cristal

**3.1.11****désorientation d'angle minimal**

du fait de la symétrie cristalline, plusieurs paires axe/angle qui représentent la même désorientation, auquel cas celle ayant le plus petit angle est appelée désorientation d'angle minimal

NOTE 1 Pour la plupart des symétries cristallines, il existe de multiples axes symétriquement équivalents pour la désorientation avec le plus petit angle de désorientation.

NOTE 2 La désorientation et la désorientation d'angle minimal sont des termes qui sont souvent utilisés indifféremment. La désorientation d'angle minimal est ici le terme le plus rigoureux mais la désorientation est le terme le plus fréquemment utilisé.

**3.1.12****imagerie en électrons rétrodiffusés**

contraste d'orientation produit à partir d'électrons qui sont canalisés vers l'extérieur de l'échantillon

**3.1.13****imagerie par contraste de canalisation électronique****ECCI**

contraste d'orientation produit à partir d'électrons qui sont canalisés vers l'intérieur de l'échantillon

**3.1.14****distorsion en tonneau**

différence de grandissement latéral entre la zone centrale et la zone périphérique d'une image de sorte que le grandissement latéral soit inférieur à la périphérie

NOTE Un objet carré au centre du champ apparaît sous la forme d'un tonneau (c'est-à-dire avec des côtés convexes).

### 3.1.15

#### **distorsion en coussin**

différence de grandissement latéral entre la zone centrale et la zone périphérique d'une image de sorte que le grandissement latéral soit supérieur à la périphérie

NOTE Un objet carré au centre du champ apparaît sous la forme d'un coussin (c'est-à-dire avec des côtés concaves).

## 3.2 Terminologie associée aux grains et aux joints de grains déterminés par EBSD

### 3.2.1

#### **joint de grains**

ligne séparant des régions adjacentes de points dans une cartographie d'orientation EBSD avec un angle de désorientation minimal, à travers la ligne, supérieur à un angle minimum choisi pour définir les joints de grains

### 3.2.2

#### **grain**

région de points d'orientations similaires (dans une limite de tolérance) entièrement entourée par les joints de grains et dont la taille est supérieure à la taille minimale définie pour exclure les points isolés (souvent mal indexés) en tant que grains de petite taille

### 3.2.3

#### **joint de sous-grains**

ligne séparant des régions adjacentes de points dans un grain avec une différence d'orientation, à travers la ligne, inférieure à celle définissant un grain mais supérieure à celle définissant un sous-grain

NOTE Dans la pratique, les joints de sous-grains sont des joints de grains avec une limite de désorientation plus faible que celle définissant un joint de grains. Ces joints peuvent avoir une apparence linéaire caractéristique et présenter une désorientation caractéristique.

### 3.2.4

#### **sous-grain**

région de points d'orientations similaires entièrement entourée de joints dont l'angle de désorientation est supérieur à l'angle minimum du joint de sous-grains

### 3.2.5

#### **joint spécial**

joint entre deux grains ayant une relation d'orientation spéciale dans une limite de tolérance associée à leur identification dans les cartographies d'orientation

### 3.2.6

#### **joint de macle**

cas particulier d'un joint spécial entre deux cristaux orientés l'un par rapport à l'autre selon une certaine règle de symétrie, dans lequel le joint est lui-même planaire et est un plan cristallographique caractéristique (pour les deux cristaux) et l'un des cristaux est fréquemment l'image de l'autre à travers un miroir

NOTE Par exemple, dans les structures cubiques à faces centrées, la désorientation caractéristique définissant une macle commune peut être décrite comme étant une rotation de 60° autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$ , le plan du joint étant normal à l'axe de rotation.

### 3.2.7

#### **grains recristallisés**

nouvel ensemble de grains non déformés formé par la consommation de grains déformés par des mécanismes de germination et de croissance

NOTE Les mesures de désorientation au sein des grains par EBSD peuvent être utilisées pour distinguer les grains déformés des grains non déformés

### 3.2.8

#### **phase**

volume physiquement homogène dans un matériau ayant la même structure cristalline et composition chimique

### 3.3 Terminologie associée au mesurage de la taille des grains

Il existe diverses façons de représenter la taille moyenne des grains. Ce paragraphe expose certains des termes les plus courants utilisés et le lecteur est invité à se référer à l'Annexe A pour de plus amples détails concernant les autres termes, les normes disponibles et l'applicabilité des méthodes pour des formes de grain et des distributions particulières.

#### 3.3.1

##### intersection linéaire

distance entre les points d'intersection entre des joints de grains et un segment de droite qui traverse le grain

NOTE Voir l'ASTM E112 pour plus de détails.

#### 3.3.2

##### diamètre de cercle équivalent

$D_{\text{circle}}$

diamètre du cercle formé avec une aire équivalente à l'aire de la section du grain, donné par:

$$D_{\text{circle}} = (4A/\pi)^{1/2}$$

où  $A$  est l'aire du grain

NOTE Le nombre ASTM correspondant à la taille des grains,  $G$ , est donné par:

$$G = -6,64 \log_{10} D_{\text{circle}} - 2,95$$

où  $D_{\text{circle}}$  est mesuré en millimètres.

#### 3.3.3

##### diamètre de Feret

distance perpendiculaire entre deux lignes parallèles tracées dans une direction donnée tangentielle au périmètre d'un objet sur les côtés opposés de l'objet

NOTE 1 Il est également connu comme étant la longueur projetée maximale.

NOTE 2 Différentes variantes du diamètre de Feret sont utilisées. Par exemple, le diamètre de Feret peut être mesuré dans la direction verticale et la direction horizontale ou dans deux directions perpendiculaires l'une par rapport à l'autre.

#### 3.3.4

##### forme du grain

propriété dont la valeur est déterminée en ajustant une ellipse autour du grain et en mesurant le rapport de forme, c'est-à-dire le rapport de la longueur du petit axe à la longueur du grand axe

NOTE 1 Elle est parfois désignée par le terme «élongation de grain».

NOTE 2 La valeur est comprise dans la gamme allant de 0 à 1.

NOTE 3 Il y a différentes façons d'ajuster l'ellipse autour du grain et différentes méthodes peuvent conduire à de petites différences du rapport de forme mesuré.

#### 3.3.5

##### orientation de la forme de grain

angle entre le grand axe d'une ellipse ajustée autour du grain et la direction horizontale, généralement mesurée dans le sens inverse des aiguilles d'une montre