

ISO 13067:2011

NOVEMBRE 2011

www.afnor.org



**DOCUMENT PROTÉGÉ
PAR LE DROIT D'AUTEUR**

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 accord formel.

Contacteur :
AFNOR – Norm'Info
11, rue Francis de Pressensé
93571 La Plaine Saint-Denis Cedex
Tél : 01 41 62 76 44
Fax : 01 49 17 92 02
E-mail : norminfo@afnor.org

afnor

Ce document est à usage exclusif et non collectif des clients AFNOR.
Toute mise en réseau, reproduction et rediffusion, sous quelque forme que ce soit, même partielle, sont strictement interdites.

This document is intended for the exclusive and non collective use of AFNOR customers.
All network exploitation, reproduction and re-dissemination, even partial, whatever the form (hardcopy or other media), is strictly prohibited.

AFNOR

Pour : GN-MEBA

Client : 23432617

le : 03/03/2018 à 12:00

Diffusé avec l'autorisation de l'éditeur

Distributed under licence of the publisher

**NORME
INTERNATIONALE**

**ISO
13067**

Première édition
2011-11-01

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

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



Numéro de référence
ISO 13067:2011(F)

© ISO 2011

Sommaire

Page

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

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.

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^[1].

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*

ISO 13067:2011(F)

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

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 *c/a* 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).

ISO 13067:2011(F)

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_{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_{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

ISO 13067:2011(F)

3.4 Terminologie associée à la correction et à l'incertitude des données des cartographies EBSD

3.4.1

mauvaise indexation

attribution d'une orientation ou d'une phase incorrecte au cliché EBSD mesuré

NOTE Cela peut se produire pour de nombreuses raisons, par exemple des effets de pseudosymétrie; une tentative d'indexer un cliché de mauvaise qualité ou une tentative d'indexer un cliché issu d'une phase non prévue pour laquelle le logiciel d'indexation n'est pas configuré.

3.4.2

non-indexation

non-affectation d'une orientation en raison de la qualité insuffisante du cliché EBSD

NOTE Cela peut se produire pour diverses raisons telles qu'une rugosité de l'échantillon, de la poussière présente sur l'échantillon, des clichés superposés au niveau du joint de grains, un cliché de mauvaise qualité dû à des effets de contrainte; ou si le cliché est issu d'une phase imprévue.

3.4.3

nettoyage des données

procédé choisi pour adapter les données non indexées et les données mal indexées dans la cartographie en utilisant un ensemble donné de paramètres, reposant généralement sur les caractéristiques (orientation, phase) d'un certain nombre de plus proches voisins [voir Figures 1 b) à 1 f)]

NOTE Une vaste gamme de termes (pas nécessairement précis mathématiquement) est utilisée par les différents logiciels commerciaux disponibles pour différentes opérations de nettoyage des données, notamment la réduction du bruit, l'extrapolation, la dilatation et l'érosion.

4 Acquisition d'une cartographie par EBSD pour le mesurage de la taille des grains

4.1 Exigences relatives au matériel

Le lecteur est invité à se référer à l'ISO 24173 en ce qui concerne l'équipement requis pour l'acquisition de clichés d'électrons rétrodiffusés, l'indexation des clichés (détermination de l'orientation) et soit le pilotage du faisceau sur la surface de l'échantillon soit, moins couramment, le pilotage du porte-objet en maintenant le faisceau stationnaire pour acquérir une cartographie.

4.2 Exigences relatives au logiciel

4.2.1 Le logiciel doit permettre de représenter les données d'orientation (ou d'autres paramètres tels que la qualité du cliché établie à partir de chaque cliché de diffraction) sous forme d'une cartographie.

4.2.2 Le logiciel doit corriger les pixels mal indexés ou remplir les pixels non indexés (voir 6.2 et 6.3).

4.2.3 Le logiciel doit utiliser les données d'orientation pour définir les positions des joints conformément aux critères sélectionnés.

4.2.4 Le logiciel doit identifier les grains comme des régions de pixels connectés à partir de l'ensemble de points du joint et mesurer les paramètres de taille des grains. Un traitement particulier peut être appliqué aux grains qui touchent les bords de la cartographie, par exemple une élimination ou une pondération.

5 Acquisition de la cartographie pour mesurer la taille des grains par EBSD

5.1 Préparation de l'échantillon

Afin d'obtenir un degré élevé d'indexation des pixels individuels, il est nécessaire d'obtenir une finition de surface qui produit des clichés EBSD de qualité suffisante pour indexer de manière fiable. Les critères utilisés pour la fiabilité d'indexation doivent être définis et communiqués par l'utilisateur.

La méthode de préparation de la surface adoptée dépend du matériau et également de son état, par exemple s'il a subi un traitement thermique métallurgique. Il est recommandé au lecteur de se référer aux textes normatifs sur le polissage et l'attaque ainsi qu'à l'Annexe B de l'ISO 24173:2009. Il convient d'éviter une attaque trop poussée des joints de grains car cela conduit à une augmentation des points non indexés et mal indexés et à une faible fiabilité d'indexation au niveau des joints de grains.

Si nécessaire, l'échantillon peut être revêtu d'un dépôt conducteur mince (tel que du carbone) pour empêcher l'effet de charge et une dérive du faisceau d'électrons afin d'éviter une distorsion de l'image.

5.2 Définition des axes de l'échantillon

Si l'échantillon est connu pour être fortement texturé, par exemple par un traitement thermomécanique, les axes de l'échantillon doivent être identifiés avant la préparation pour l'EBSD de sorte que les mesures EBSD puissent être reliées à ces axes. Ces axes sont généralement orientés par rapport à la direction de laminage, à la direction de croissance, ou à une contrainte principale appliquée.

5.3 Positionnement du porte-objet et étalonnage

Les modes opératoires définis dans l'ISO 24173 doivent être suivis. L'échantillon doit être fixé au porte-objet du microscope électronique à balayage (MEB) dans l'orientation souhaitée, les axes de l'échantillon étant orientés par rapport aux axes du porte-objet et imagés à une distance de travail à laquelle le grandissement d'image MEB et EBSD a été étalonné et à laquelle le système EBSD a lui-même été étalonné pour indexer les clichés de diffraction.

L'objectif de cet étalonnage est de vérifier qu'il n'y a aucune influence de la distorsion sur les clichés enregistrés et de garantir que l'angle d'inclinaison par rapport à l'échantillon est correct. La Référence [13] décrit la distorsion à proximité des bords.

L'inclinaison de l'échantillon a un effet significatif sur le grandissement d'image dans la direction de la normale à la surface de l'échantillon par rapport à l'axe d'inclinaison. Le plus grand soin doit être pris pour mesurer précisément l'angle d'inclinaison de la surface de l'échantillon.

NOTE Une modification de 1° de l'angle d'inclinaison à un angle d'inclinaison de 70° engendre une modification d'environ 5 % du pas utilisé dans la direction de la normale à la surface de l'échantillon par rapport à l'axe d'inclinaison lors de la collecte des données de cartographie.

5.4 Étalonnage linéaire

Suivre les recommandations de l'ISO 16700.

5.5 Examen préliminaire

Un examen initial de l'échantillon doit être effectué pour identifier un ensemble initial de paramètres opératoires nécessaires pour cartographier l'orientation de l'échantillon avec un niveau de précision acceptable et dans un laps de temps acceptable sur une surface suffisante pour produire des données sur un nombre de grains statistiquement significatif.

Le lecteur est invité à se référer à l'ISO 24173 pour les informations nécessaires pour mesurer l'orientation.

ISO 13067:2011(F)

5.6 Choix du pas

5.6.1 Si la taille et la forme des grains ne sont pas déjà connues, une estimation approximative de la taille et de la forme des grains doit être réalisée par une technique d'imagerie rapide. Un microscope optique peut fonctionner sur une région contenant seulement un léger relief de polissage ou une région attaquée adjacente à celle que l'on souhaite examiner par EBSD. L'imagerie par rétrodiffusion^[10] ou l'imagerie par contraste cristallin utilisant des diodes montées sur le détecteur EBSD ou l'imagerie en courant d'échantillon peuvent également produire des images relativement rapidement.

Comme alternative à la cartographie, certains logiciels EBSD offrent une méthode par intersection linéaire comme mode de cartographie. Cela peut être utilisé pour donner rapidement une mesure approchée de la taille des grains.

5.6.2 Il convient de choisir le pas en fonction de la taille moyenne des grains, à moins que des informations sur une taille minimale particulière soient requises. Dans chacun de ces cas, il doit être reconnu qu'un jugement est apporté sur le nombre minimum de pixels qui sont utilisés pour définir un grain soit par une méthode linéique, soit par une méthode surfacique. Voir également 6.3 et voir les Figures 1 d) à 1 f) concernant les effets liés au choix du pas.

Une règle simple qui peut être appliquée à un balayage préliminaire est qu'il est recommandé que le pas soit inférieur à 10 % de la taille moyenne approchée des grains^[2]. Pour confirmer la validité d'un pas choisi, répéter la cartographie d'une même surface en utilisant plusieurs pas et déterminer la taille maximale en dessous de laquelle aucune différence significative de taille moyenne des grains n'est déterminée. Ce choix a une influence directe sur la précision de la mesure de la taille des grains.

5.6.3 Lors du choix du pas, la résolution spatiale du système doit être considérée. Le pas est de préférence plus grand que le volume d'interaction, qui sera déterminé à la fois par le matériau examiné et par les paramètres opératoires du MEB, tels que le type de filament, la tension d'accélération et l'ouverture du diaphragme.

5.7 Détermination du niveau de précision angulaire requis^{[7][8]}

La vitesse à laquelle les clichés EBSD sont acquis (y compris tout moyennage des clichés) affecte la précision avec laquelle les bords de bande peuvent être détectés et ainsi la précision angulaire de l'orientation calculée. D'autres facteurs tels que la résolution de Hough et le nombre de bandes choisi pour correspondre à l'orientation calculée affectent également le temps de calcul ainsi que la précision angulaire.

Si un temps de calcul trop long est consacré à l'acquisition et au calcul, il peut se produire une augmentation significative de problèmes de dérive de l'échantillon et moins de points seront acquis dans un temps donné, réduisant la signification statistique des données acquises. Afin de réduire au minimum la dérive, il est recommandé que l'échantillon ait une bonne liaison à la terre et soit solidement fixé au porte-objet. Éviter l'utilisation de rubans adhésifs au carbone. Un dépôt mince de carbone peut également être nécessaire pour les échantillons isolants.

Si le temps consacré est trop court, les niveaux de fiabilité d'indexation seront réduits. Les réglages choisis, comme compromis entre les deux facteurs antagonistes ci-dessus, doivent être enregistrés.

Pour gagner du temps, les clichés EBSD peuvent être sauvegardés sans indexation pendant la cartographie et ensuite indexés par ailleurs pour étudier l'effet de certains des paramètres ci-dessus sur la précision de l'indexation.

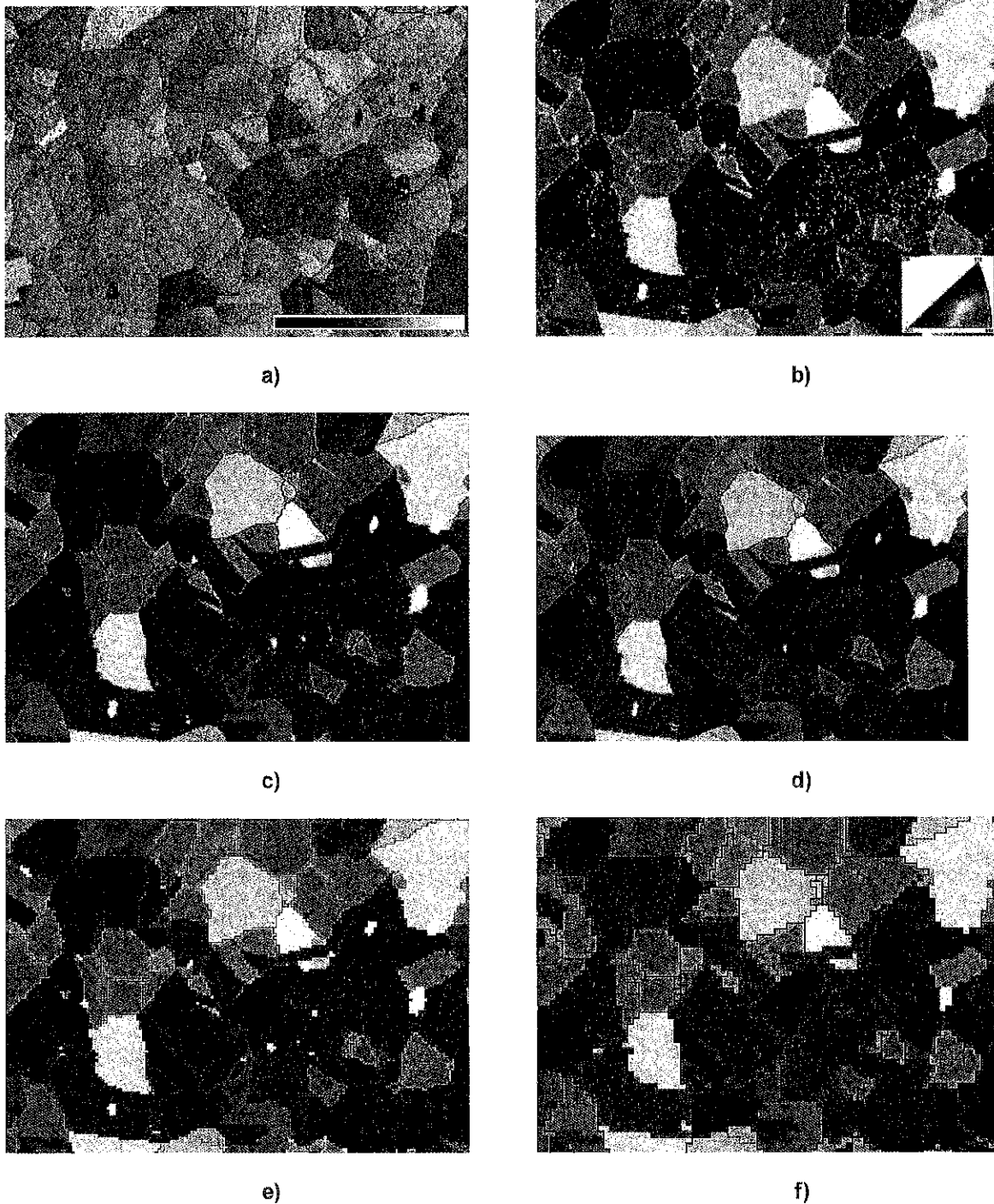


Figure 1 — Surface d'un superalliage de Ni cartographiée par EBSD dans différentes conditions

La Figure 1 montre:

- a) la cartographie de la qualité du cliché (gamme d'échelles de gris de 20 à 160 sur une échelle de 256 niveaux de gris), cartographiée avec un pas de 0,5 μm ;
- b) à partir du même ensemble de données, la cartographie d'orientation brute (96,7 % de pixels indexés), avec les points non indexés en blanc et une coloration des orientations selon la figure de pôles inverse (direction normale à l'échantillon, code de couleurs en bas à droite);

ISO 13067:2011(F)

- c) la Figure 1 b) après élimination des amas de 3 pixels ou moins et remplacement des pixels non indexés par des orientations basées sur leurs six voisins les plus proches (indexation à 99,3 %);
- d) similaire à la Figure 1 c), mais orientations basées sur deux voisins les plus proches au lieu de six (indexation à 99,8 %);
- e) la même surface cartographiée avec un pas de 1 μm ;
- f) la même surface cartographiée avec un pas de 2 μm .

Les Figures 1 c) à 1 f) utilisent toutes le code d'orientation montré à la Figure 1 b) et montrent les joints de grains ($>10^\circ$) en noir et les macles ($60^\circ \pm 1^\circ$, $[111] \pm 1^\circ$) en gris.

5.8 Choix des surfaces à cartographier et taille de la cartographie

Les surfaces choisies pour l'examen doivent être représentatives de la microstructure globale et, s'il existe une variation avec la position dans l'échantillon, les positions examinées doivent être enregistrées en fonction de la géométrie de l'échantillon.

Pour des mesures conventionnelles par intersection linéaire, des normes telles que l'ASTM E112 recommandent la mesure d'un minimum de 50 grains à partir d'un minimum de 3 champs. La précision locale peut être considérablement augmentée par la mesure de 500 grains à 1 000 grains, et l'incertitude globale, citée comme degré de confiance est déterminée par la variation d'un champ à un autre et est réduite en augmentant le nombre de champs.

Du fait que les cartographies EBSD permettent de mesurer la taille de tous les grains à partir d'un champ donné, le nombre minimum de 50 grains peut généralement facilement être dépassé et de grandes surfaces peuvent être examinées relativement rapidement. L'utilisation de courbes moyennes peut s'avérer intéressante pour démontrer qu'une valeur stable répétable a été obtenue. À de faibles grandissements, les erreurs de mesure d'orientation peuvent augmenter à la périphérie de l'image. Certains logiciels d'acquisition permettent de corriger ces effets par étalonnage. Il est parfois préférable de mesurer un plus grand nombre de champs, dont la surface est plus petite, à de forts grandissements pour obtenir une moyenne avec une incertitude plus faible.

Une méthode de quantification des grains au bord de l'image est requise^[3] et fréquemment les grains qui sont coupés par le bord de l'image ne sont pas pris en compte. Si un petit nombre de grains est obtenu à partir d'une seule cartographie, une taille moyenne des grains de mauvaise qualité peut en résulter parce que les grains qui coupent le bord de l'image ne sont pas disponibles pour l'évaluation. Cela s'avère plus important si la distribution de la taille des grains est large. Le «biais» ainsi induit peut être compensé par la correction de Miles-Lantuéjoul^[4] en attribuant à chaque particule un poids qui est proportionnel à la probabilité qu'il a d'être contenu dans le champ de mesure.

Avec certains appareils et logiciels, il est possible de réunir les cartographies EBSD de surfaces adjacentes. Il est recommandé d'éviter cette réunion car elle peut conduire à des erreurs d'alignement et à la création de faux joints. Compte tenu du fait que la taille des grains est une quantité statistique, une meilleure solution est d'effectuer des mesures sur plusieurs surfaces séparées.

NOTE 1 Si des outils statistiques peuvent être utilisés pour réduire les erreurs résultant de la réunion des cartographies, ce processus de regroupement de cartographies pourrait être intéressant.

NOTE 2 Des difficultés d'alignement des images peuvent être causées par l'utilisation d'un grandissement trop faible, conduisant à des aberrations dans les images telles que des distorsions radiales (par exemple une distorsion en coussin et une distorsion en tonneau) et une rotation de balayage ou un réglage incorrect du MEB qui montre une mauvaise orthogonalité dans le balayage. Des erreurs d'orthogonalité peuvent être observées et corrigées à l'aide d'une grille rectangulaire.

5.9 Considérations lors de l'examen des matériaux déformés plastiquement

Lorsqu'un degré élevé d'endommagement est observé, par exemple du fait d'une déformation plastique, il peut être impossible d'obtenir des clichés de diffraction de bonne qualité. Cela rend impossible toute indexation ou conduit à une mesure imprécise de l'orientation ou de la phase. Les paragraphes 6.2 et 6.3 concernent le traitement des cartographies où cela se produit, mais il convient de noter que dans les cas où un nombre important (>10 %) de pixels ne sont pas indexés de manière fiable, ce traitement peut distordre les résultats et introduire des imprécisions significatives.

Par ailleurs, une déformation conduit souvent à la formation de nouveaux joints de grains et de sous-grains. Cependant, il n'existe pas de définition universellement reconnue des angles de désorientation qui définissent ces joints étant donné que la signification de l'angle de désorientation du joint varie selon le type de matériau et selon la propriété considérée. Ainsi, même si une bonne indexation est obtenue, il est essentiel que tout mesurage de la taille des grains dans un matériau déformé spécifie l'angle de désorientation utilisé pour définir un joint de grains.

Les microstructures fortement déformées peuvent également présenter une anisotropie significative et plusieurs définitions peuvent être nécessaires pour donner des descriptions représentatives de la taille des grains.

Une autre conséquence possible de la déformation, en particulier à des températures élevées, est la formation de grains recristallisés ne présentant pas de déformation. Dans de tels cas, ces grains peuvent avoir une taille considérablement plus élevée que les grains initiaux, ce qui résulte en une distribution granulométrique bimodale et conduit à la nécessité de cartographier à différents pas pour résoudre la distribution.

6 Méthode d'analyse

6.1 Définition des joints

6.1.1 Angles des joints de grains

Après avoir suivi les étapes ci-dessus et acquis les données pour tracer, par exemple, des cartographies d'orientation, les joints de grains peuvent être tracés sur les cartographies. Cela implique de choisir les définitions angulaires des divers joints possibles. Des lignes directrices sont données ci-dessous, mais quelles que soient les méthodes utilisées, les définitions et les procédures utilisées pour déterminer les valeurs de taille des grains doivent être indiquées avec tous les résultats.

Pour les structures de grain équiaxes relativement simples, telles que des métaux recristallisés ou moulés et non déformés, la désorientation qui est utilisée pour définir le joint de grains peut être aussi petite que 5°. Pour ces types de matériaux, il est évident que des angles de désorientation compris entre 5° et 15° n'influencent que faiblement la taille moyenne des grains^[5].

Pour d'autres matériaux ayant des structures de grain plus compliquées, des angles plus grands, généralement de 10° ou 15° selon le matériau, sont utilisés. La mesure de la taille des grains en fonction de l'angle de désorientation peut être utile pour rassembler des informations sur la structure. Des précautions doivent être prises pour s'assurer que l'angle prescrit n'est pas assez grand pour conduire deux orientations préférées distinctes ou plus à être comprises dans la gamme angulaire^{[11][12]}.

6.1.2 Traitement des joints incomplets

Dans certains matériaux, en particulier après une déformation, des joints sélectionnés peuvent ne pas s'étendre complètement entre deux régions pour se terminer à un point triple avec un autre joint parce que la désorientation mesurée le long du joint atteint des valeurs inférieures à l'angle du joint de grains défini. Dans de tels cas, il peut être possible d'extrapoler le joint en réduisant l'angle minimum généralement utilisé dans la cartographie (voir 5.6) à une nouvelle valeur définie, plus faible. Si cette extrapolation est effectuée, elle doit être enregistrée avec le résultat final (de préférence en indiquant l'effet sur la taille moyenne des grains avec et sans extrapolation). Il est cependant préférable de mesurer la taille des grains avec des angles de désorientation réduits définissant les joints de grains et de noter l'effet de cette réduction sur la taille des grains ou des sous-grains mesurée.

ISO 13067:2011(F)

6.1.3 Traitement des joints spéciaux

Avec les techniques conventionnelles, les joints spéciaux tels que les macles dans les matériaux cubiques, qui peuvent être identifiés par leur morphologie, sont fréquemment ignorés aux fins de la mesure de la taille des grains. Étant donné que l'EBSD mesure les angles/axes quantitativement, ces joints peuvent être aisément déterminés par le logiciel et exclus des mesures EBSD de la taille des grains. Cependant, du fait qu'il y a des variations dans les angles et les axes mesurés par rapport aux valeurs idéalisées, les tolérances utilisées pour définir les joints doivent être enregistrées (par exemple $\pm 2^\circ$ par rapport à une désorientation de 60° autour de l'axe $\langle 111 \rangle$). Il convient également de noter ce qui suit.

- a) L'EBSD définit certains joints comme macles parce qu'ils satisfont aux tolérances de désorientation définies, tandis que la microscopie optique conventionnelle ne les identifierait pas parce que la morphologie typique du maillage n'est pas évidente. Cet effet peut être réduit en incluant uniquement les segments de joint présentant une trace qui satisfait également aux exigences d'un plan de macle^[9].
- b) L'élimination des joints de grains au point a) conduit à des tailles de grains plus élevées que si les macles sont incluses.

6.2 Traitement post-acquisition des données brutes

Il est rare que tous les pixels d'une cartographie d'orientation EBSD soient correctement indexés. Outre les erreurs de mesure d'orientation pour chaque pixel indexé, certains pixels ne sont pas indexés. Les proportions relatives de ces pixels dépendent de la préparation de l'échantillon, de la nature de l'échantillon, des conditions opératoires du MEB et des paramètres d'indexation des clichés EBSD.

Dans de simples échantillons recristallisés, il est normalement possible d'atteindre un niveau de 95 % de pixels ayant une fiabilité d'indexation suffisamment élevée. Il convient que ce niveau de 95 % soit un objectif pour toutes les cartographies, mais dans de nombreux cas ce niveau n'est pas atteint et si les données brutes sont utilisées pour déterminer la taille des grains sans avoir recours aux étapes de nettoyage des données décrites en 6.3, des erreurs importantes sur la taille des grains peuvent en résulter. De même, une manipulation incorrecte ou excessive des données brutes peut modifier significativement les tailles des grains finales mesurées.

NOTE Dans les matériaux multiphasés, il peut être nécessaire de traiter chaque phase différemment en utilisant un ensemble de données séparé pour chaque phase.

6.3 Étapes de nettoyage des données

6.3.1 Éliminer tous les grains ayant un nombre de pixels inférieur à une valeur définie par l'utilisateur (généralement 3 à 5)^[5]. Voir également 6.3.4 pour l'élimination des grains les plus petits après traitement de l'image. La valeur seuil et le nombre de grains éliminés doivent être enregistrés.

6.3.2 Indexer tout pixel individuel non indexé entouré de x pixels ou plus ayant la même orientation, où la valeur de x dépend de la grille utilisée pour la cartographie (carrée ou hexagonale). Des précautions doivent être prises si le procédé est répété plusieurs fois (un seul passage est généralement suffisant pour les points non indexés au niveau des joints de grains). Typiquement, il convient de ne pas augmenter le pourcentage indexé de plus de 5 %. Le pourcentage indexé de cette manière doit être communiqué.

L'effet du nettoyage des données (qui peut introduire des artefacts) doit être étudié conformément aux informations requises sur la taille des grains. (Par exemple la valeur moyenne peut être moins sensible au nettoyage des données que l'histogramme complet, en particulier pour les tailles de grains les plus faibles.) L'histogramme de taille des grains produit par l'analyse des données brutes doit être enregistré pour évaluer tout artefact excessif introduit par le nettoyage des données.

6.3.3 Éventuellement, un filtre d'orientation tel qu'un filtre Kuwahara^[6] peut être utilisé pour réduire les erreurs de mesure d'orientation. Cela est particulièrement important pour les échantillons fortement déformés. L'utilisation d'un tel filtre doit être enregistrée avec les résultats.

Il convient de garder à l'esprit que le filtre Kuwahara peut introduire des caractéristiques diagonales dans les cartographies et il convient de prendre soin de vérifier que les caractéristiques produites sont réellement présentes dans la microstructure, par exemple en observant l'image en électrons rétrodiffusés ou la cartographie de qualité EBSP.

6.3.4 Choisir la taille des grains minimale à inclure dans les calculs de la taille des grains. Pour des mesurages conventionnels par intersection linéaire, la longueur minimale recommandée pour le mesurage est de 10 pixels (de sorte que, dans le pire des cas, une erreur de +1 pixel à une extrémité et une erreur de -1 pixel à l'autre extrémité donnerait une erreur maximale de 20 %); ce qui suggère une surface minimale des grains de 100 pixels. Cependant, il a été démontré^[5] que des mesurages sur tous les grains dont la surface est >10 pixels conduisent à des résultats valables car l'EBSD valide chaque pixel dans un grain en mesurant son orientation. Les erreurs de pixellisation, qui modifient la taille réelle des grains pour les petites tailles, sont approximativement de 5 % pour une surface de 10 pixels.

Il est par conséquent recommandé d'inclure tous les grains dont la surface est >10 pixels dans le calcul de la taille des grains. Cela est approximativement en accord avec l'analyse d'image conventionnelle où la taille minimale d'un objet est de 9 (3 × 3) pixels pour une grille carrée ou de 7 pour une grille hexagonale pour éviter l'érosion par une seule couche de pixels supprimant complètement un objet.

6.3.5 Les cartographies présentant (a) des grains de plus de 10 pixels et (b) des grains de moins de 10 pixels doivent être étudiées parallèlement aux cartographies de qualité des clichés de diffraction, qui peuvent souligner la signification de toute donnée omise par le calcul.

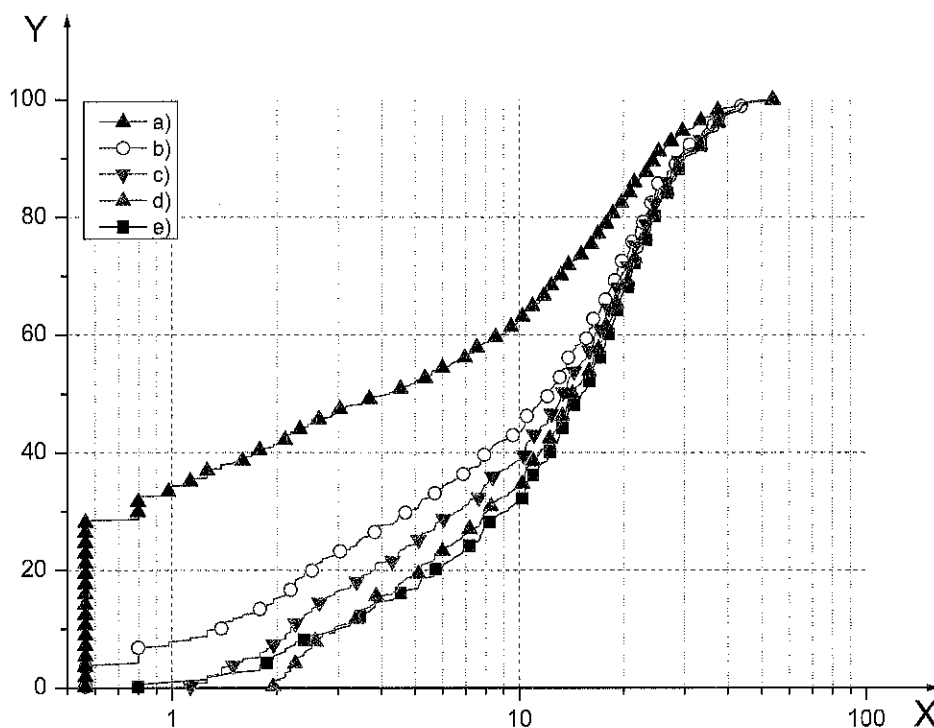
6.3.6 Tous les grains touchant les bords d'une cartographie doivent être exclus des calculs de la taille des grains (voir également 5.8).

6.3.7 Les Figures 2 à 4 montrent des exemples des effets de certaines des méthodes mentionnées ci-dessus sur le mesurage des tailles des grains dans un échantillon de nickel dont les cartographies de la Figure 1 sont tirées.

La Figure 2 montre des distributions cumulées de la section des grains à partir d'une région plus grande des cartographies de pas de 0,5 µm montrées aux Figures 1 b) à 1 d), résultant des méthodes de nettoyage des données suivantes:

- a) données brutes;
- b) élimination des pixels individuels isolés, dilatation en pixels non indexés où 5 voisins sont indexés;
- c) idem à b), mais élimination de clusters de 3 pixels;
- d) idem à b), mais élimination de clusters de 10 pixels;
- e) idem à b), suivi de l'élimination de tous les grains ayant deux voisins ou moins.

ISO 13067:2011(F)



Légende

X taille des grains (diamètre de cercle équivalent), exprimée en μm

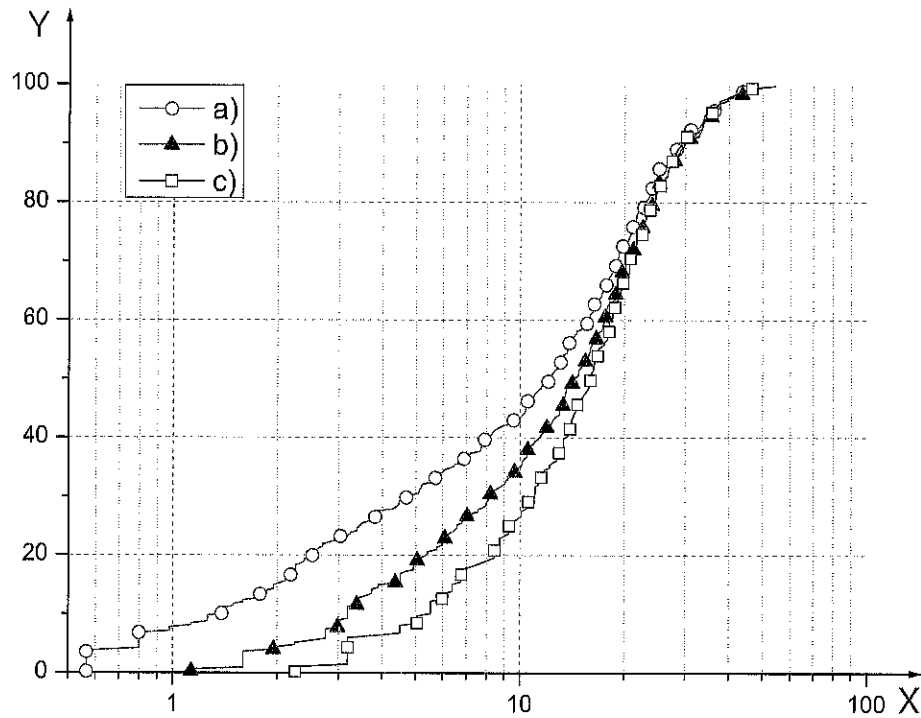
Y probabilité cumulée, exprimée en %

Figure 2 — Distributions granulométriques cumulées résultant de différentes méthodes de nettoyage des données

La Figure 3 montre des distributions granulométriques cumulées à partir des cartographies de la même zone produites avec des pas de a) 0,5 μm , b) 1 μm et c) 2 μm , [les données correspondant à un pas de 0,5 μm sont les mêmes que celles montrées à la Figure 2] après les étapes de nettoyage des données comprenant l'élimination des pixels individuels isolés et la dilatation incluant les pixels non indexés dont cinq voisins sont indexés. Voir également le Tableau 1.

Tableau 1 — Valeurs moyennes de la taille des grains, c'est-à-dire du diamètre de cercle équivalent, issues des graphes montrés à la Figure 2 illustrant les différences de taille moyenne des grains mesurée en fonction de la méthode de nettoyage des données choisie

Méthode de nettoyage des données		0,5 μm		1,0 μm		2,0 μm	
		Taille μm	Nombre	Taille μm	Nombre	Taille μm	Nombre
a)	Données brutes	9,3	571				
b)	Élimination des pixels individuels	13,7	304	15,7	265	16,9	242
c)	Élimination de clusters de 3 pixels	14,8	280				
d)	Élimination de clusters de 10 pixels	15,7	281				
e)	Grains ayant moins de 2 grains voisins éliminés	16,1	250	16,6	248	17,5	231



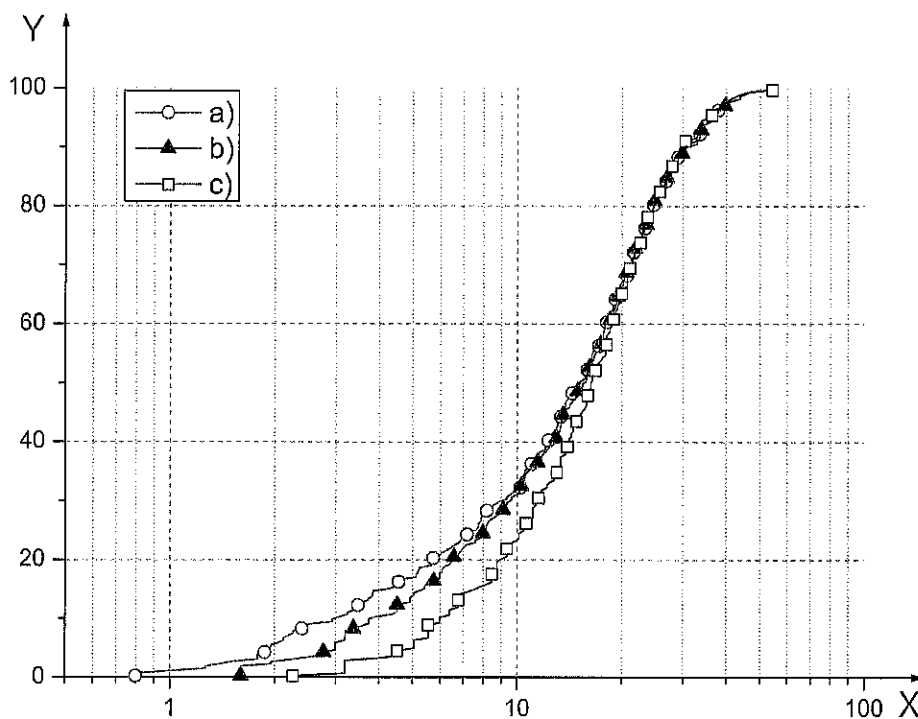
Légende

X taille des grains (diamètre de cercle équivalent), exprimée en μm
Y probabilité cumulée, exprimée en %

Figure 3 — Distributions granulométriques cumulées résultant de différents pas de cartographie et élimination des pixels individuels lors du nettoyage des données

La Figure 4 montre des distributions granulométriques cumulées à partir des cartographies de la même zone produites avec des pas de a) $0,5 \mu\text{m}$, b) $1 \mu\text{m}$ et c) $2 \mu\text{m}$, [les données correspondant à un pas de $0,5 \mu\text{m}$ sont les mêmes que celles montrées à la Figure 2] après les étapes de nettoyage des données comprenant l'élimination des grains ayant deux voisins ou moins et la dilatation incluant les pixels non indexés dont 5 voisins sont indexés.

ISO 13067:2011(F)



Légende

X taille des grains (diamètre de cercle équivalent), exprimée en μm
Y probabilité cumulée, exprimée en %

Figure 4 — Distributions granulométriques cumulées résultant de différents pas de cartographie et élimination des grains ayant deux voisins ou moins lors du nettoyage des données

En suivant les recommandations mentionnées dans la présente Norme internationale, il convient de ne considérer que les résultats pour les pas de 0,5 μm et 1 μm (c'est-à-dire un pas $< 0,1$ fois la taille moyenne des grains) après avoir rejeté les objets dont la taille est inférieure à 10 pixels ou après avoir éliminé les grains ayant moins de deux voisins. Le pourcentage d'accord de ces méthodes est supérieur à 6 %.

6.4 Mesurage de la taille des grains

La taille des grains peut être mesurée de nombreuses façons, parmi lesquelles les plus couramment décrites sont les diamètres basés sur l'intersection linéaire, le diamètre de cercle équivalent ou les diamètres de Feret. Le choix dépend de l'application et de la possibilité ou non de faire une comparaison avec d'autres techniques de mesure existantes.

Le numéro de référence de toute norme utilisée pour l'évaluation métallographique de la taille des grains (voir Annexe A) doit être communiqué.

6.5 Représentation des données

L'EBSID donne des informations sur la taille de tous les grains résolus. La taille moyenne des grains et, le cas échéant, la distribution des tailles (maximale, minimale et écart-type) doivent être communiquées et l'incertitude doit être citée à un degré de confiance de 95 %.

Si les données sont reportées graphiquement, il convient d'accorder une attention particulière à la représentation des histogrammes regroupés et des distributions cumulées, et également au choix d'utiliser une représentation par taille en fonction du nombre ou bien par taille en fonction du nombre pondéré par la surface.

7 Incertitude de mesure

L'incertitude doit être déterminée conformément à l'ISO 21748.

Bien qu'aucun essai comparatif interlaboratoires complet n'ait été effectué, certains essais suggèrent que des incertitudes de $\pm 10\%$ pour la taille moyenne des grains pour un intervalle de confiance de 95 % ne sont pas déraisonnables.

Les facteurs qui contribuent à l'incertitude comprennent:

- a) l'étalonnage linéaire;
- b) la résolution;
- c) la taille du pas;
- d) le traitement post-acquisition des données brutes;
- e) l'angle d'inclinaison de l'échantillon;
- f) la dérive de l'échantillon.

8 Communication des résultats d'analyse

8.1 La communication des résultats d'analyse doit être effectuée conformément à l'ISO/CEI 17025.

8.2 La méthode de préparation de l'échantillon et la section analysée doivent être clairement indiquées, ainsi que le numéro de référence de toute norme utilisée pour l'évaluation métallographique de la taille des grains (voir Annexe A).

8.3 Les conditions opératoires du MEB et de l'EBSA doivent être indiquées. Indiquer le type de canon, la tension d'accélération, la distance de travail, le courant de sonde (si disponible), l'angle d'inclinaison de l'échantillon, et le type de balayage (faisceau/porte-échantillon), le pas, le grandissement (ou la largeur de l'image) et la forme de la grille (carrée ou hexagonale). Spécifier la phase et les structures cristallographiques utilisées pour l'indexation des clichés EBSA. Le rapport doit également indiquer les critères utilisés pour obtenir une indexation fiable ainsi que les méthodes de nettoyage des données utilisées (voir également 8.4).

8.4 Si le client le demande, une cartographie montrant les données brutes (avant toute opération de nettoyage des données) doit être présentée pour permettre au client de vérifier les artefacts dus aux procédés de nettoyage des données. Communiquer toutes les opérations de nettoyage des données, avec le pourcentage de points nettoyés et les valeurs minimales de la taille des grains et de l'angle de désorientation utilisées pour définir les joints.

ISO 13067:2011(F)

Annexe A
(informative)

Mesurage de la taille des grains

Les propriétés mécaniques 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. Il est par conséquent important de disposer de méthodes normalisées avec une terminologie communément utilisée et approuvée pour leur mesurage. Les méthodes de mesurage de la structure garantissent que des matériaux présentant des propriétés répétables sont produits et que le lien entre la mise en œuvre et la structure est renforcé. Dans les matériaux monophasés ainsi que dans les matériaux multiphasés, le mesurage d'une valeur moyenne de la taille des grains est primordiale et il existe des normes largement utilisées à cette fin, telles que l'ASTM E112^[14], l'ASTM E930^[15], l'ASTM E1181^[16], l'ASTM E1382^[17] et l'EN 623-3^[18].

Les facteurs qui affectent les estimations de la taille des grains comprennent la taille, la forme des grains et la distribution granulométrique. En particulier, la détermination de l'effet de la distribution de la taille des grains dans le matériau peut avoir une grande importance. Une connaissance de la façon dont les mesures bidimensionnelles sont reliées à une distribution de forme tridimensionnelle est également cruciale pour répondre à la question de savoir comment l'uniformité (ou la non uniformité) d'une structure est liée à la résistance et à la ténacité. Le manque de méthode approuvée pour mesurer l'étendue de l'uniformité est clairement un obstacle à une utilisation optimisée. Pour le moment, des évaluations subjectives sont souvent réalisées à partir d'une observation à l'œil nu des images structurales. Des méthodes de mesure améliorées à cet effet augmenteront la compréhension fondamentale du lien entre la taille et la distribution de la taille des grains et les propriétés mécaniques.

Deux méthodes populaires sont utilisées pour estimer la taille des grains. L'une repose sur le mesurage d'un diamètre de cercle équivalent, D_{circle} (voir 3.3.2), et l'autre sur l'utilisation d'intersections linéaires (LI). La compréhension de la comparabilité des différentes méthodes aidera la commercialisation et le développement de nouveaux produits par la présence d'un ensemble commun de résultats. La méthode LI repose sur les longueurs moyennes en nombre des longueurs entre des intersections de chaque cristal/grain avec une ligne tracée à travers la surface du matériau. La méthode du diamètre de cercle équivalent est basée sur la surface moyenne en nombre des grains/cristaux. La surface moyenne est convertie en diamètre de cercle équivalent en tant que mesure de la taille. De Hoff et Rhines, dans l'ouvrage intitulé «*Quantitative Microscopy*»^[19], indiquent qu'une relation empirique a été démontrée dans les mesurages effectués sur des alliages d'aluminium et de fer, où

$$LI = \sqrt{\bar{A}} \tag{A.1}$$

où \bar{A} est la surface moyenne des grains.

Ainsi, si $\bar{A} = \frac{\pi}{4} (D_{\text{circle}})^2$

$$D_{\text{circle}} = \sqrt{\frac{4}{\pi}} \sqrt{\bar{A}} = 1,13 \sqrt{\bar{A}} = 1,13 \times LI \tag{A.2}$$

Il existe une probabilité raisonnable qu'une proportion de petits grains ne puisse pas être visible dans la surface plane nominale, en raison d'une perte ou bien en raison des limites de résolution. Cela est très difficile à quantifier et les effets sur les deux méthodes de mesure doivent être quantifiés.

Les normes applicables concernant les microstructures sont:

ASTM E112	Taille des grains Méthodes de Heyn (linéaire) Méthode de Jeffries (circulaire)
ASTM E1181	Taille des grains de structure duplex
ASTM E1382	Taille des grains déterminée par analyse d'image
ASTM E930	Taille des grains les plus gros
EN 623-3	Tailles des grains des céramiques

L'ASTM E1181 porte sur certains des problèmes associés à la distribution granulométrique. Elle traite de différents exemples typiques, tels que:

- des grains grossiers isolés dans une matrice comportant des grains plus fins;
- des distributions extrêmement larges;
- des distributions bimodales;

et mentionne d'autres aspects délicats, tels que:

- les structures en bandes, les structures en collier et les variations systématiques à travers les sections des produits.

L'ASTM E1181 définit également plusieurs méthodes pour l'estimation des fractions de surface des grains grossiers et des grains fins, notamment:

- une méthode de comparaison utilisant des grilles de comparaison et de classification des fractions de surface;
- une méthode circulaire pour mesurer des régions de formes irrégulières;
- une méthode de comptage des points.

Cependant, elle indique que l'estimation des fractions de surface de différentes tailles est subjective et sujette à erreur. Elle indique que la méthode la plus efficace pour mesurer les distributions des intersections est d'utiliser un système d'analyse d'images semi-automatique avec des tables de numérisation et des stylos/courseurs électroniques, en utilisant une grille d'essai comprenant cinq lignes horizontales également espacées. Les intersections sont classées par taille et les données sont représentées sous la forme d'un histogramme ou d'un tracé des fréquences.

La technique de l'intersection linéaire est fréquemment utilisée pour les mesurages. Cette technique est populaire car elle fournit également des informations sur la distribution granulométrique. Il a souvent été constaté que la distribution en nombre des intersections mesurées est de forme log-normale, ce qui donne une droite linéaire lorsqu'elle est tracée sur du papier à échelle de probabilité log-normale^[20]. Une autre possibilité est de mesurer la surface de la section des grains, tel que discuté par Vander Voort et Friel^[21], mais celle-ci dépend de la production d'images appropriées pour l'analyse d'images.

L'utilisation de l'EBSO offre potentiellement une méthode complémentaire aux techniques optiques traditionnelles et fournit des résolutions spatiales plus élevées et des informations améliorées sur la cristallographie. Elle est, cependant, relativement lente et nécessite d'importants capitaux par comparaison avec les méthodes optiques.

ISO 13067:2011(F)

Bibliographie

- [1] RANDLE, V. *Microtexture Determination and Its Applications*, Maney Publishing, 2003, ISBN 1902653831
- [2] HUMPHREYS, F.J., Review: Grain and Subgrain Characterisation by Electron Backscatter Diffraction, *J. Mater. Sci.*, 2001, **36**, pp. 3833-3854
- [3] MILES, R.E., On the elimination of edge effects in planar sampling, in *Stochastic Geometry*, editors E.F. Kendal and D.G. Kendall, Wiley, New York, 1974
- [4] LANTUÉJOU, C., On the estimation of mean values in individual analysis of particles, *Microscopica Acta* **5**, 1980, pp. 266-273
- [5] WRIGHT, S.I., A Parametric Study of Electron Backscatter Diffraction based Grain Size Measurements, *Practische Metallographie*, **47**, 2010, pp. 16-33
- [6] HUMPHREYS, F.J., BATE, P.S., and HURLEY, P.J., Orientation averaging of electron backscattered diffraction data, *J. Microscopy*, **201**, 2001, pp. 50-58
- [7] ENGLER, O., and RANDLE, V., *Introduction to Texture Analysis*, second edition, CRC press, 2009, ISBN 1420063650
- [8] WRIGHT, S.I., and ADAMS, B.L., Automatic-analysis of electron backscatter diffraction patterns, *Metall. Trans. A*, 1992, **23**, pp. 756-767
- [9] WRIGHT, S.I., and LARSEN, R.J., Extracting twins from orientation imaging microscopy scan data, *J. Microscopy*, **205**, 2002, pp. 245-252
- [10] DAY, A.P., and QUESTED, T.E., Comparison of grain imaging and measurement using orientation and colour orientation contrast imaging, electron backscatter pattern and optical methods, *J. Microscopy*, **195**, 1999, pp. 186-196
- [11] TRIMBY, P.W., PRIOR, D.J., and WHEELER, J., Grain boundary hierarchy development in a quartz mylonite, *J. Structural Geol.*, 1998, **20**, pp. 917-935
- [12] VALCKE, S.L.A., PENNOCK, G.M., DRURY, M.R., and DE BESSER, J.H.P., Electron backscattered diffraction as a tool to quantify subgrains in deformed calcite, *J. Microscopy*, 2006, **224**, pp. 264-276
- [13] NOLZE, G., Image distortions in SEM and their influences on EBSD measurements, *Ultramicroscopy*, 2007, **107**, pp. 172-183
- [14] ASTM E112, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*
- [15] ASTM E930, *Standard Test Methods for Estimating the Largest Grain Observed in a Metallographic Section (ALA Grain Size)*
- [16] ASTM E1181, *Standard Test Methods for Characterizing Duplex Grain Sizes*
- [17] ASTM E1382, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis*
- [18] EN 623-3, *Céramiques techniques avancées — Céramiques monolithiques — Propriétés générales et texturales — Partie 3: Détermination de la taille des grains et de la distribution granulométrique (selon la méthode de l'intersection linéaire)*
- [19] DE HOFF, R.T., and RHINES, F.N., *Quantitative Microscopy*, McGraw-Hill, USA, 1968, pp. 239-241

ISO 13067:2011(F)

- [20] EXNER, H.E., Methods and Significance of Particle and Grain Size Control in Cemented Carbide Technology, *Powder Metall.*, **13 (26)**, 1970, pp. 429-448
- [21] VANDER VOORT, G.F., and FRIEL, J.J., Image Analysis in Measurements of Duplex Grain Structures, *Materials Characterisation*, **29**, 1992, pp. 293-312