

# ISO 24173:2009

SEPTEMBRE 2009

[www.afnor.org](http://www.afnor.org)

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.



**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](mailto:norminfo@afnor.org)

**afnor**

AFNOR

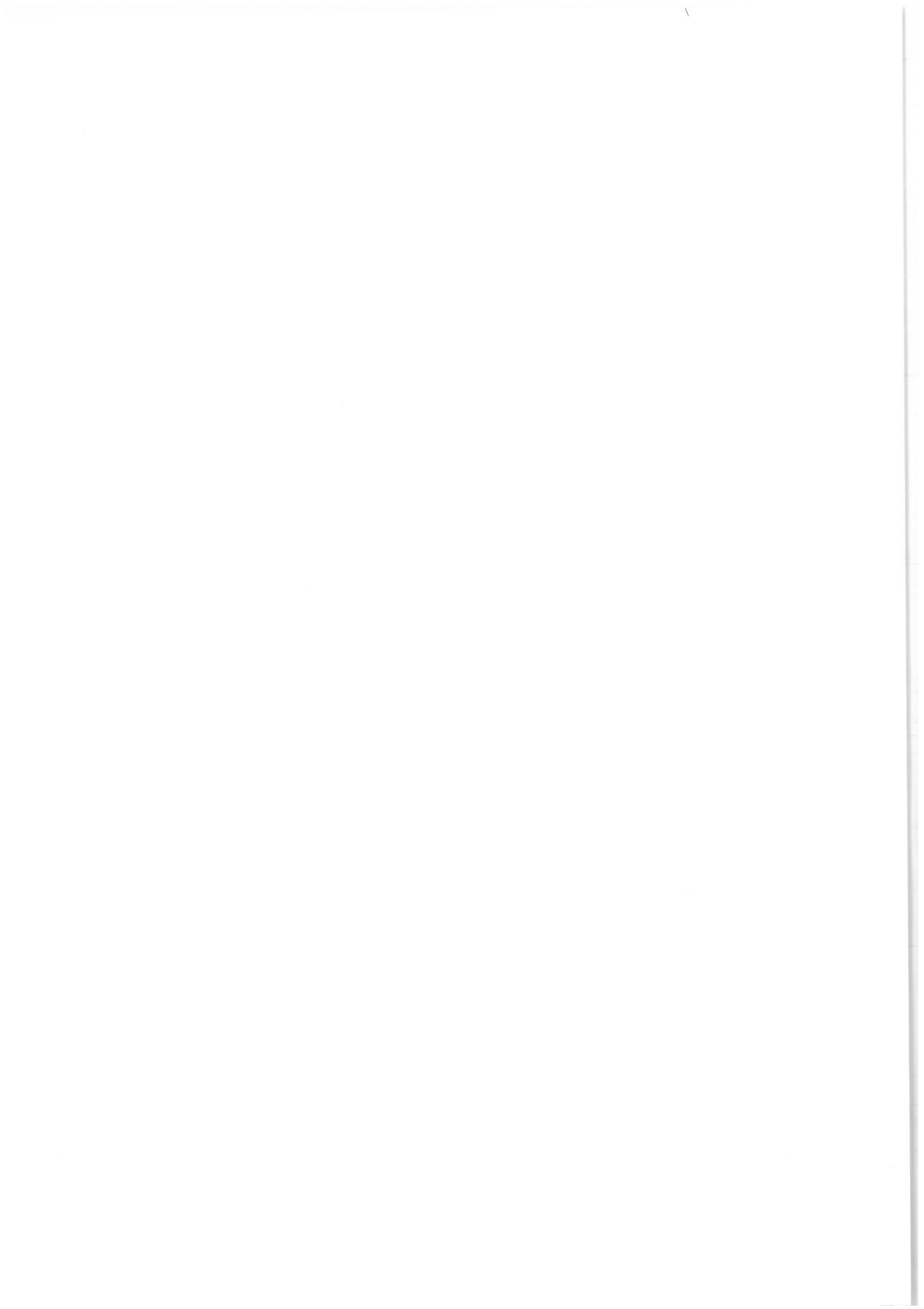
Pour : GN-MEBA

Client : 23432617

le : 01/03/2018 à 17:27

Diffusé avec l'autorisation de l'éditeur

Distributed under licence of the publisher



NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
24173

Première édition  
2009-09-01

---

---

**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*



Numéro de référence  
ISO 24173:2009(F)

© ISO 2009

## ISO 24173:2009(F)

### 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.



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

## ISO 24173:2009(F)

### 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*.

## 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].



# 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.

ISO 24173:2009(F)

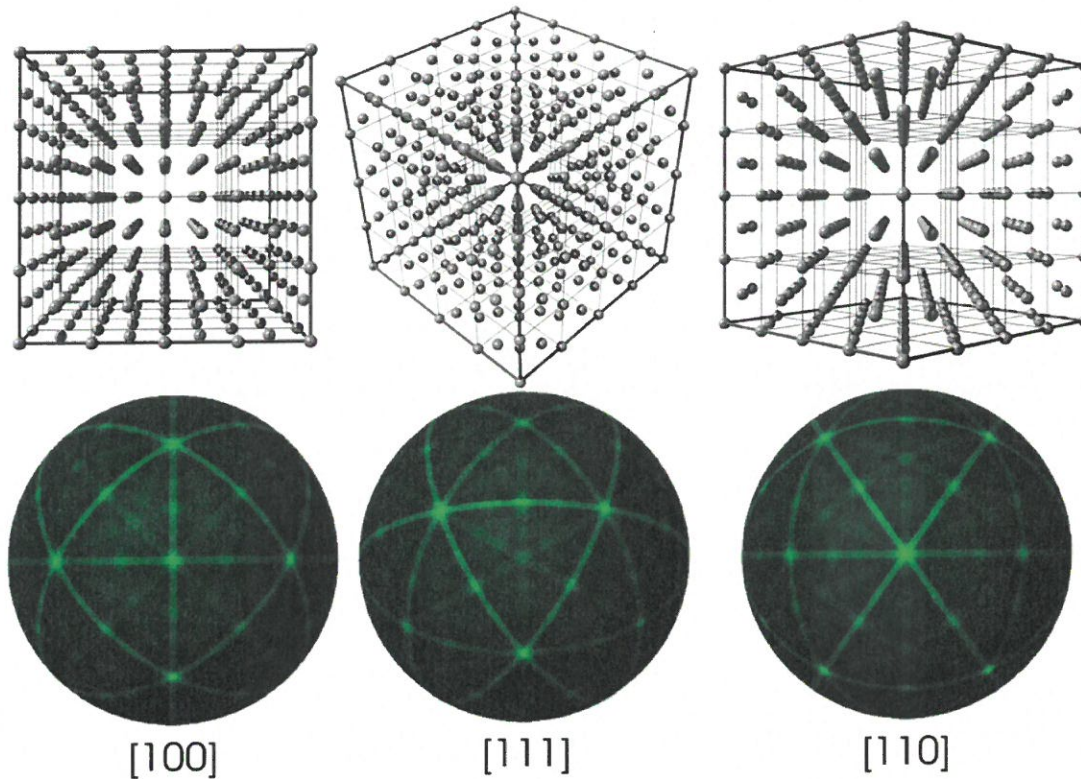


Figure 1 — Simulations d'un petit cristal d'aluminium (en haut), vu le long des directions  $[100]$ ,  $[111]$  et  $[110]$ , avec leurs clichés de Kikuchi associés (en bas). La symétrie est clairement montrée.

**3.2**  
**plan cristallin**

plan, habituellement noté  $(hkl)$ , 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  $[uvw]$ , 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 EBSD

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'EBSD 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

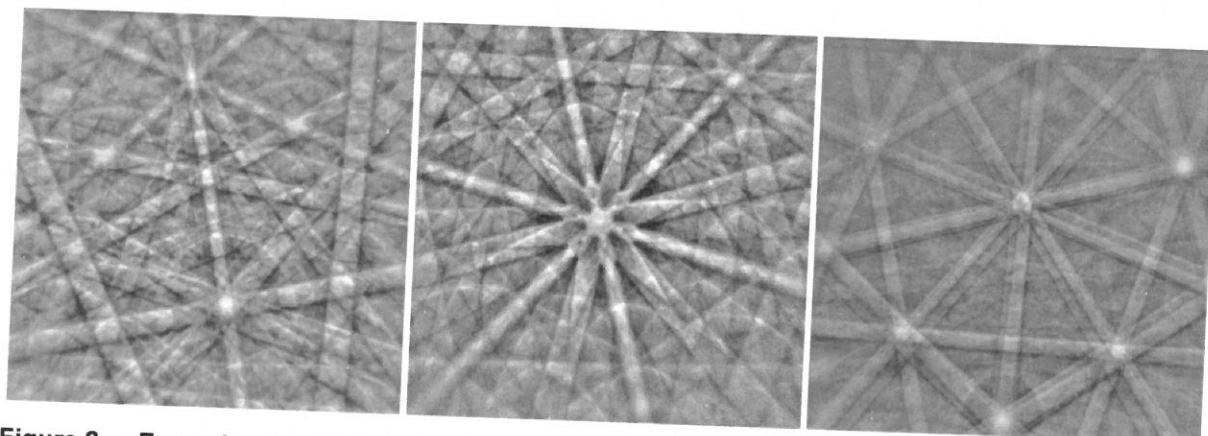


Figure 2 — Exemples de clichés EBSP montrant des ensembles de bandes de Kikuchi superposées

### 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 [10]

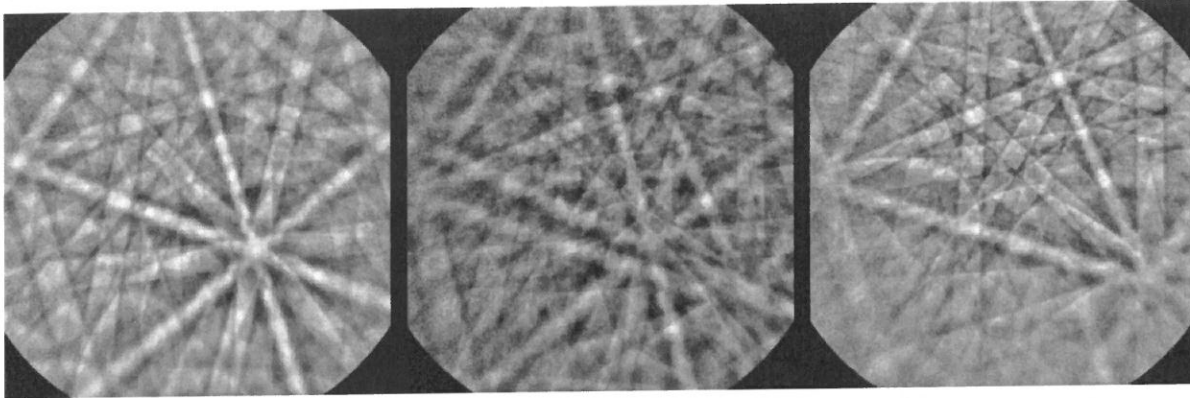
### 3.10

#### résolution spatiale de l'EBSD

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 EBSD

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'EBSD.

## ISO 24173:2009(F)



**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.

**ISO 24173:2009(F)**

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

**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.

## ISO 24173:2009(F)

### 3.22

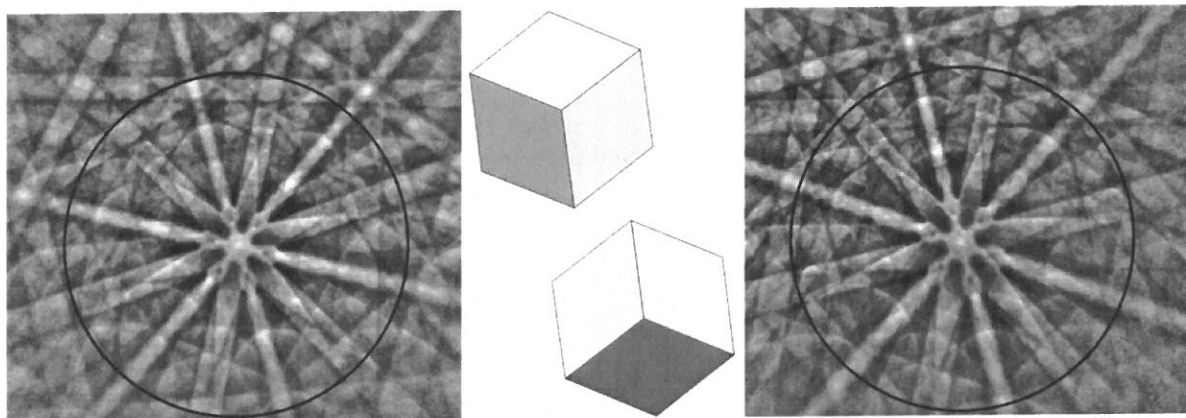
#### pseudosymétrie

potentiel d'un cliché EBSP à être indexé de façon ambiguë de plusieurs manières en raison de similitudes entre les clichés EBSP 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  $\langle 111 \rangle$  du fer CC est proche du centre du cliché EBSP, 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  $\langle 111 \rangle$  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  $\langle 111 \rangle$**

(Si seules les bandes de Kikuchi les plus intenses à l'intérieur du cercle sont utilisées, alors les deux clichés EBSP peuvent être indexés selon l'une ou l'autre des deux orientations montrées qui sont liées par une rotation de  $60^\circ$  autour de  $\langle 111 \rangle$ )

### 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 EBSP semblera se resserrer autour du centre du cliché, c'est-à-dire que plus de bandes de Kikuchi seront observées.

### 3.24

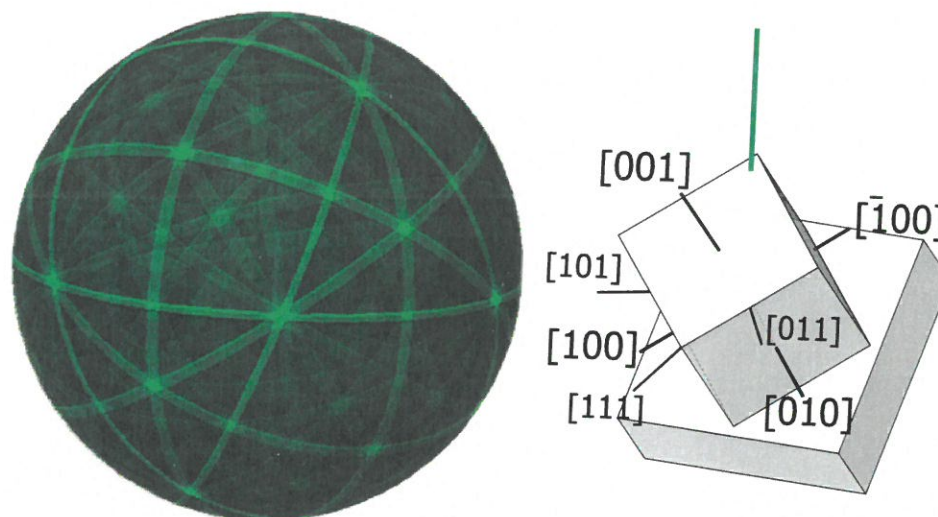
#### projection stéréographique de Kikuchi

##### PSK

représentation du cliché de diffraction EBSP 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 EBSP.

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)

### 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.

### 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.

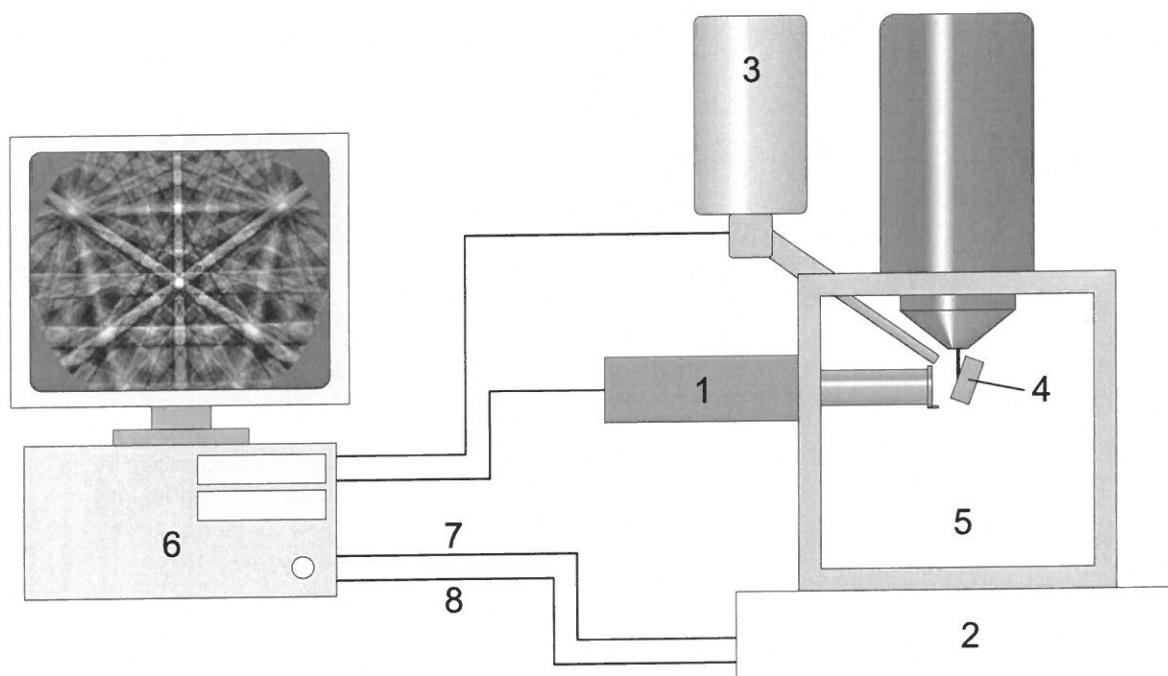
**4.2.2 Caméra vidéo**, à faible niveau de lumière, pour visualiser le cliché de diffraction produit sur l'écran.

**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.

## ISO 24173:2009(F)

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'EBSD, 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 EBSP 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

## ISO 24173:2009(F)

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  $70^\circ$ ) 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  $70^\circ$ ) 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.

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

#### 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.

## ISO 24173:2009(F)

### 5.3.2 Distance du détecteur et distance de travail

Pour un usage général, la distance de travail idéale pour l'EBSA est la distance de travail à laquelle la région la plus lumineuse du cliché EBSP brut (c'est-à-dire sans correction d'éclairage) est au centre de l'écran phosphorescent. D'autres expériences peuvent dicter une position différente. L'intensité du cliché peut être augmentée en augmentant le gain de la caméra mais aux dépens d'une augmentation du niveau de bruit. Des distances de travail courtes amélioreront généralement la résolution spatiale des mesures EBSA, bien qu'une attention supplémentaire doive être accordée pour éviter les collisions entre l'échantillon et la pièce polaire ou le détecteur d'électrons rétrodiffusés (s'il est présent).

La distance du détecteur idéale (entre l'échantillon et l'écran) pour l'EBSA dépend de la dimension de l'écran phosphorescent et de la nature de l'analyse effectuée. Pour une étude typique EBSA, l'écran phosphorescent est placé approximativement de 15 mm à 25 mm du point d'intersection entre le faisceau d'électrons et l'échantillon. Avec une distance entre l'échantillon et l'écran plus courte, plus de bandes sont collectées dans chaque cliché EBSP, ce qui peut être utile pour améliorer l'indexation de phases de basse symétrie et pour améliorer la discrimination entre les phases ou des orientations cristallines avec des clichés EBSP similaires (pseudosymétriques). Avec une distance entre l'échantillon et l'écran plus longue, une plus petite région d'espace de diffraction est imagée sur l'écran phosphorescent, et les bandes dans chaque cliché EBSP collecté sont plus larges. Une indexation automatisée peut cependant ne pas être possible si la distance du détecteur est augmentée au-delà d'une certaine valeur.

À de faibles grandissements, la position centrale du cliché se déplacera de manière significative pendant le balayage du faisceau, et cela affectera l'exactitude des données d'orientation cristalline recueillies. Certains systèmes ont des sous-programmes d'étalonnage et d'indexation qui tiennent compte de ce mouvement. Certains systèmes permettent des étalonnages à différentes distances de travail et une interpolation entre ces distances pour des distances de travail intermédiaires. La gamme de distances de travail pour lesquelles le système EBSA demeure étalonné avec exactitude doit être déterminée.

### 5.3.3 Temps d'intégration/d'exposition de la caméra

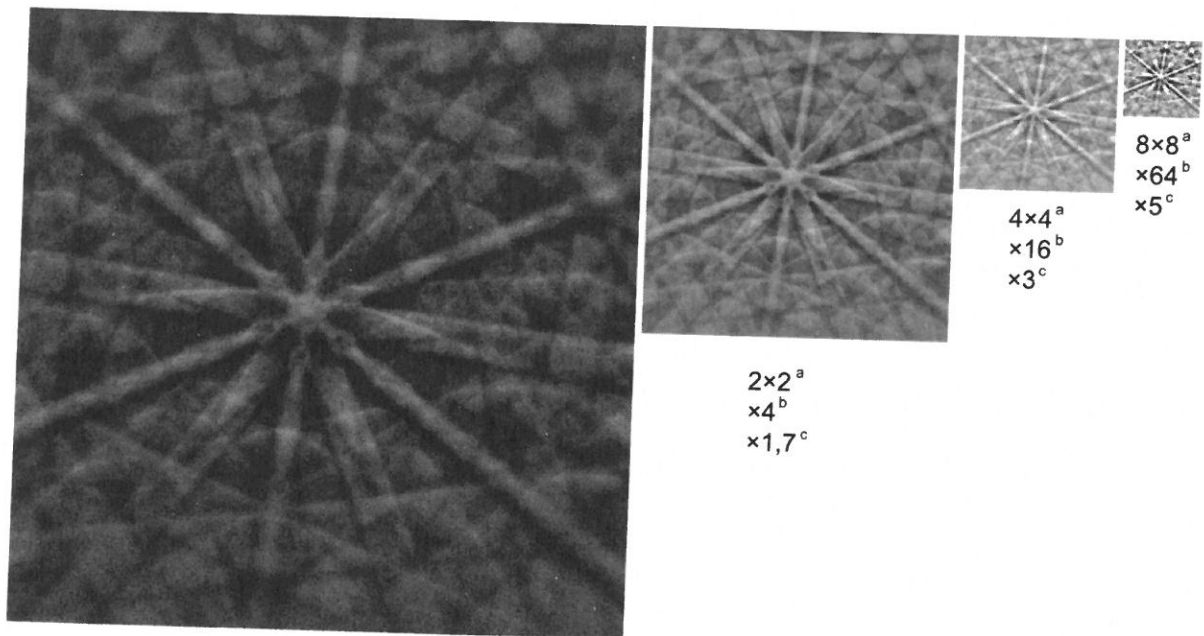
La plupart des caméras CCD modernes ont la capacité de contrôler la durée pendant laquelle les pixels de la caméra sont exposés à la lumière. Ce paramètre est généralement désigné par le terme de «temps d'intégration ou d'exposition». Des temps d'exposition longs donneront généralement une meilleure qualité des clichés EBSP avec des niveaux de bruit plus faibles; cependant, si le temps d'exposition est trop long, des parties de l'image peuvent devenir saturées (c'est-à-dire complètement blanches).

Il convient de fixer le temps d'intégration de sorte que le cliché EBSP brut (c'est-à-dire sans correction d'éclairage) soit aussi lumineux que possible sans qu'aucune partie du cliché EBSP ne devienne sursaturée. Le temps d'intégration nécessaire pour réaliser cette condition sera plus court avec une phase de nombre atomique plus élevé, une tension d'accélération plus élevée, un courant de sonde plus élevé, une distance du détecteur plus faible, une résolution de la caméra plus faible (taux de regroupement de pixels plus élevé) et un réglage du gain plus élevé. Le temps d'intégration doit être optimisé pour les conditions utilisées dans chaque expérience afin d'utiliser pleinement la gamme dynamique du CCD. Une vérification utile est d'examiner l'histogramme de niveaux de gris du cliché EBSP brut non traité et d'ajuster les réglages de sorte qu'approximativement 75 % de la gamme soient utilisés.

### 5.3.4 Regroupement de pixels

La plupart des caméras CCD modernes sont capables de combiner des blocs de pixels pour donner un signal plus lumineux et une sensibilité de la caméra plus élevée, au détriment, cependant, d'une résolution d'image plus faible. Le regroupement de pixels peut être utilisé pour augmenter la vitesse de la cartographie EBSP, car un regroupement de pixels important résulte en une vitesse de lecture plus rapide du CCD. Le regroupement de pixels augmente également la sensibilité effective du détecteur.

La série d'images présentées à la Figure 7 montre les effets du regroupement de pixels sur le signal et la vitesse d'acquisition du cliché EBSP avec un facteur de regroupement doublé d'une image à l'autre. Chaque regroupement correspond à une diminution de moitié de la largeur en pixels de l'image EBSP.



- a Regroupement.
- b Intensité de l'image (par comparaison à celle obtenue sans regroupement).
- c Vitesse de lecture (par comparaison à celle obtenue sans regroupement).

**Figure 7 — Schéma montrant l'effet de regroupement de pixels de la caméra sur la dimension, l'intensité et la vitesse d'acquisition de l'image**

### 5.3.5 Moyennage de clichés EBSP

Un moyennage numérique de plusieurs clichés EBSP, recueillis à partir du même cristal, est parfois effectué pour réduire le niveau de bruit dans le cliché EBSP final. Le moyennage de clichés EBSP conduit à des clichés EBSP de meilleure qualité mais ralentit la vitesse d'acquisition d'une cartographie EBSD. Le temps total d'acquisition est le produit du temps d'intégration de la caméra (temps par image) et du nombre d'images utilisées pour obtenir le cliché EBSP moyenné. L'augmenter peut améliorer les taux d'indexation et la qualité d'indexation dans certaines applications. Un moyennage entre une image (c'est-à-dire aucun moyennage) et trois images est typique pour réaliser une cartographie. Des taux de moyennage plus élevés peuvent être utilisés pour certaines applications, telles que l'identification de phase dans des cas difficiles.

### 5.3.6 Correction d'éclairage du cliché EBSP/correction du signal du cliché EBSP

Les clichés EBSP ont généralement un centre lumineux et deviennent beaucoup plus foncés dans les coins. Il convient d'utiliser une correction d'éclairage pour convertir les clichés EBSP «bruts» en des clichés ayant une luminosité moyenne plus uniforme et un meilleur contraste local vers l'extérieur et les coins du cliché. La correction d'éclairage consiste à recueillir un signal d'éclairage et à l'éliminer d'un cliché EBSP par soustraction, division ou une combinaison de ces deux opérations. (La division améliore généralement le contraste dans les coins du cliché EBSP et, en termes de traitement d'image, est appelée «aplatissement».)

Deux méthodes sont généralement utilisées pour obtenir un signal pour la correction d'éclairage. Dans la première méthode, un cliché EBSP est recueilli tandis que le faisceau est balayé sur un grand nombre de grains dans un échantillon polycristallin. Étant donné qu'un grand nombre de clichés EBSP a été moyenné, le cliché résultant ne possède aucune bande mais conserve le gradient de luminosité du centre vers les coins qui est présent dans les clichés EBSP bruts. Ce cliché exempt de bandes est utilisé comme niveau d'éclairage pour augmenter le contraste dans tous les clichés EBSP recueillis ultérieurement. Dans la deuxième méthode, un niveau d'éclairage est créé à partir de chaque cliché EBSP recueilli en utilisant une fonction mathématique de «flou» pour effectuer un lissage des contrastes (c'est-à-dire des bandes). Ce niveau est ensuite utilisé pour augmenter le contraste dans le cliché EBSP à partir duquel il a été créé. Cette

## ISO 24173:2009(F)

méthode tend à accentuer les défauts du scintillateur (phosphore) ou les pixels morts du CCD; son utilisation doit donc être évitée sur un système qui présente ces problèmes. Le temps de traitement des clichés est également légèrement supérieur lorsque cette méthode est utilisée.

Dans de nombreuses applications, en particulier l'analyse de matériaux déformés, il est conseillé d'utiliser une combinaison des deux méthodes. Pour certaines applications, l'une des méthodes peut être préférable. La deuxième méthode est très utile pour l'analyse d'échantillons de monocristaux ou d'échantillons ayant une granulométrie très élevée, pour lesquels il peut être difficile ou impossible de balayer le faisceau sur un nombre de grains suffisamment grand. Il est recommandé, si possible, si la première méthode est utilisée pour de tels échantillons, d'effectuer une rotation continue de l'échantillon tandis que le niveau d'éclairage est acquis; cela produira un meilleur niveau d'éclairage que le lissage numérique du cliché EBSP.

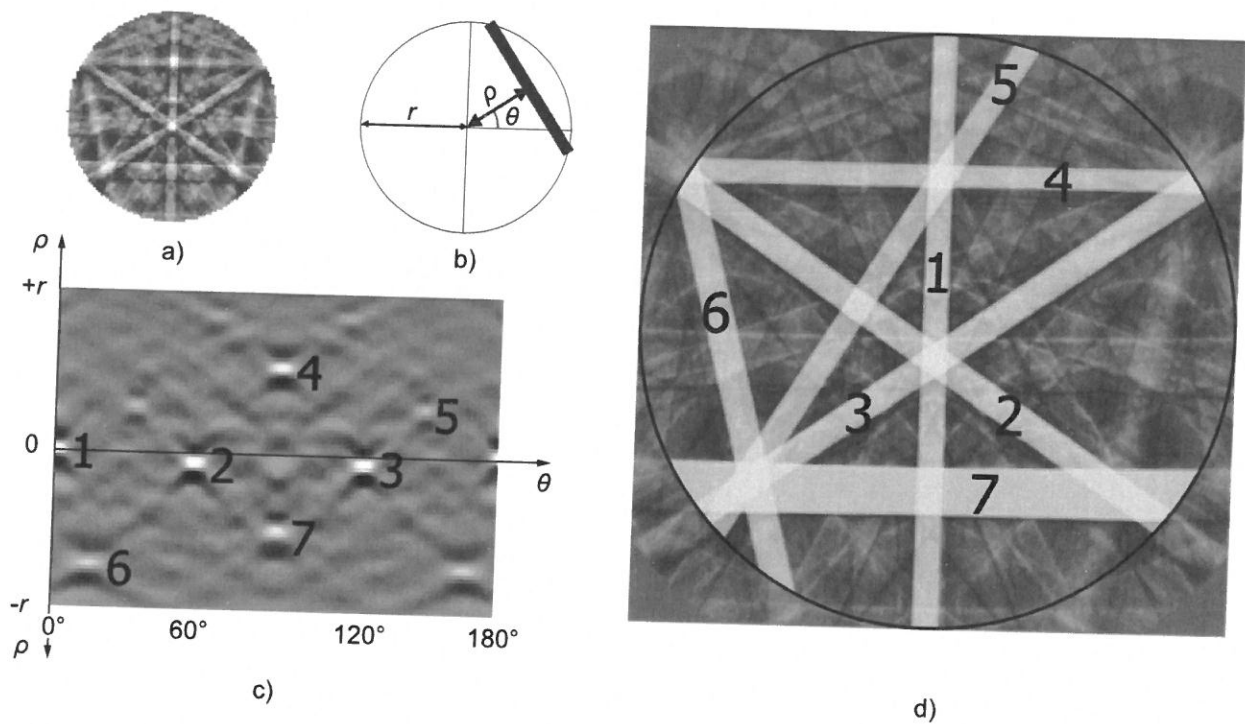
### 5.3.7 Détection de bandes

La détection de bandes en EBSD fait référence à la détection automatique des bandes de Kikuchi dans un cliché EBSP grâce à l'utilisation d'une transformée de Hough, telle que décrit ci-dessous <sup>[11], [12]</sup>.

Noter les points suivant:

- a) À la discrétion de l'utilisateur, la résolution du cliché EBSP peut être réduite par regroupement de pixels, pour augmenter la vitesse.
- b) L'espace de Hough est paramétré par les termes  $\rho$  et  $\theta$  qui représentent respectivement la distance entre chaque ligne et l'origine et l'inclinaison de la ligne (voir Figure 8). Un point dans l'espace de Hough se transforme en une ligne droite dans le cliché EBSP. D'une manière correspondante, un point dans chaque cliché EBSP se transforme en une courbe sinusoïdale dans l'espace de Hough, formée par chaque ligne de l'échantillon qui passe par ce point.
- c) Une fois que la transformation dans l'espace de Hough a été effectuée (dans la pratique, cela est réalisé en utilisant un algorithme d'accumulation) et éventuellement normalisée (pour corriger la variation de la longueur des lignes avec la position dans l'espace de Hough), l'image de Hough peut être filtrée pour contraster les pics qui correspondent à la bande de Kikuchi. Cela est normalement effectué à l'aide d'un filtre appelé «papillon». Dans l'espace de Hough, chaque bande de Kikuchi apparaît sous forme d'un pic lumineux avec une paire de vallées plus foncées au-dessus et au-dessous. Le pic lumineux correspond au centre de la bande de Kikuchi, et les vallées foncées aux deux bords de la bande de Kikuchi.
- d) Les bandes de Kikuchi détectées peuvent éventuellement être montrées en superposition du cliché EBSP original.
- e) La qualité de l'indexation pour des réglages donnés de la transformée de Hough doit être vérifiée (voir Article 8). Si l'indexation est mauvaise, il convient d'étudier la pertinence des réglages de la transformée de Hough.

Il est nécessaire de régler soigneusement les paramètres utilisés pour la transformée de Hough et il convient d'observer les effets de leur modification sur l'indexation des clichés de matériaux similaires à ceux étudiés.



#### Légende

- $r$  rayon de la zone d'intérêt
- $\rho$  distance entre une ligne de l'échantillon et l'origine
- $\theta$  inclinaison de la ligne de l'échantillon

**Figure 8** — Schéma montrant a) un cliché EBSD réduit d'environ 100 pixels de largeur; b) une paramétrisation de l'espace de Hough; c) la transformée de Hough du cliché EBSD montré en a); d) le cliché EBSD original avec les bandes 1 à 7 détectées, correspondant aux pics numérotés en c), superposées

## 6 Étallonages requis pour l'indexation des clichés EBSD

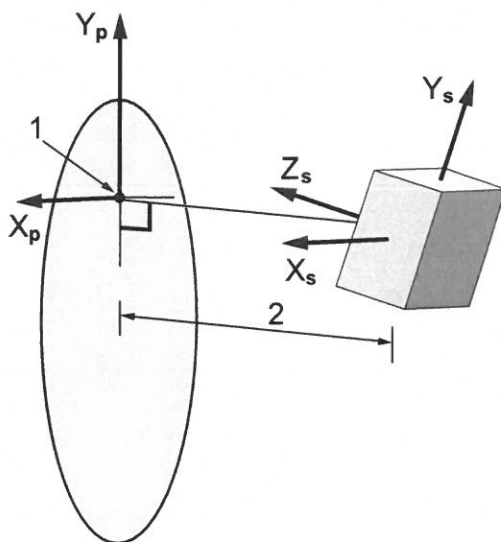
**6.1** L'étalonnage de la géométrie du système EBSD est nécessaire pour mesurer avec exactitude la relation entre l'échantillon et les axes cristallographiques (l'orientation cristalline). Pour cela, il est nécessaire d'être capable de déterminer la position  $(x, y)$  du centre du cliché (PC) sur l'écran phosphorescent ainsi que la distance entre l'échantillon et l'écran (SSD) (voir Figure 9).

**6.2** L'étalonnage s'applique pour un angle d'inclinaison fixe de l'échantillon, pour une position de l'écran et de la caméra fixe et à une distance de travail fixe sur le microscope. Une quelconque altération de l'un de ces paramètres peut affecter le résultat de l'indexation du cliché et doit nécessiter un réétalonnage.

Sur des systèmes où des champs magnétiques sont présents à proximité de l'échantillon, il convient que l'étalonnage comprenne également une mesure des effets de distorsion du cliché EBSD engendrés par ces champs magnétiques.

**6.3** À tous les grandissements, la position centrale du cliché se déplacera lorsque le faisceau est balayé sur l'échantillon. À de faibles grandissements, le déplacement de la position centrale peut être significatif et peut affecter l'exactitude et les résultats des programmes d'indexation. Certains systèmes ont des programmes d'étalonnage et d'indexation qui tiennent compte de ce mouvement. Certains systèmes permettent un étalonnage à différentes distances de travail et une interpolation pour des distances de travail intermédiaires. Il est important de connaître la gamme de distances de travail pour lesquelles le système EBSD demeure étalonné avec exactitude.

ISO 24173:2009(F)



Légende

- 1 centre du cliché (PC)
- 2 distance entre l'échantillon et l'écran (SSD)

Figure 9 — Schéma montrant les paramètres principaux d'étalonnage de la géométrie EBSD

6.4 Le cliché EBSD est une projection gnomonique de la sphère de diffraction sur l'écran du détecteur; les points les plus éloignés du centre du cliché sont les plus distordus/étirés. Le centre du cliché et la distance entre l'échantillon et l'écran sont les paramètres d'étalonnage les plus importants et, pour des mesures précises d'orientation absolue, le centre du cliché doit être déterminé avec exactitude.

6.5 Si le centre du cliché est déplacé, alors le centre de la sphère de diffraction du cliché EBSD sera également déplacé de la même quantité. Pour de petits déplacements, cela se traduira, dans certaines parties du cliché, par une rotation; par conséquent, il peut être difficile d'adapter avec exactitude la position du centre du cliché en utilisant un ajustement itératif des bandes de Kikuchi.

NOTE L'image à la Figure 10 montre un cliché EBSD de silicium a) correctement étalonné (noter la correspondance entre les lignes noires simulées et les bandes de Kikuchi), b) avec le centre du cliché déplacé horizontalement et c) avec le centre du cliché déplacé verticalement.

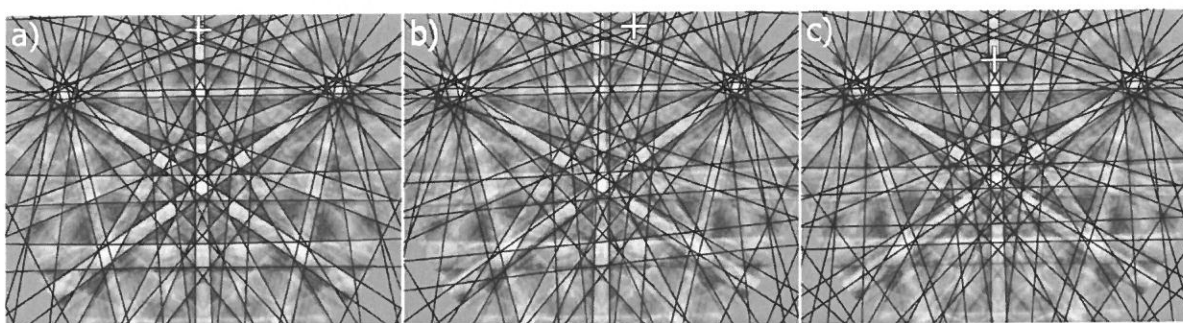


Figure 10 — Exemple d'indexation d'un cliché EBSD en fonction de la position du centre du cliché: a) indexation correcte avec un centre du cliché précis (croix blanche) — les bandes simulées (en noir) sont alignées avec les bandes de Kikuchi réelles; b) le centre du cliché est déplacé horizontalement et c) verticalement, ce qui résulte en des erreurs évidentes des positions des bandes simulées

6.6 Les quatre méthodes d'étalonnage suivantes sont utilisées pour déterminer le centre du cliché et la distance entre l'échantillon et l'écran.

a) **Ajustement itératif du cliché:** Dans cette méthode, des valeurs approximatives des coordonnées du centre du cliché et de la distance entre l'échantillon et l'écran sont utilisées comme valeurs de départ pour un procédé d'ajustement (affinement de paramètres) entre les positions des lignes de Kikuchi dans un cliché EBSP recueilli à partir d'un matériau connu (généralement l'échantillon étudié) et les positions des lignes de Kikuchi simulées pour une orientation cristalline donnée. C'est la méthode la plus utilisée avec les systèmes commerciaux. En répétant l'étalonnage sur plusieurs clichés EBSP et en moyennant les résultats, un étalonnage plus précis peut être obtenu.

Il est important que la phase connue soit définie avec exactitude dans la base de données.

b) **Techniques des ombres projetées:** Celles-ci sont rarement utilisées actuellement mais sont intéressantes pour un travail précis [2].

c) **Utilisation d'un cristal de phase et d'orientation cristalline connues:** Des monocristaux de germanium, de silicium ou de nickel sont généralement utilisés. Le cristal doit produire des clichés EBSP de haute qualité, le plan parallèle au plan d'acquisition et la direction parallèle à l'axe d'inclinaison doivent être connus. L'exactitude de l'étalonnage (et donc l'exactitude de la mesure d'orientation absolue en utilisant le système EBSD) dépend de l'exactitude avec laquelle ces plans et ces directions sont connus. Par conséquent, il est recommandé que ces plans et ces directions soient connus avec une exactitude de  $0,5^\circ$ .

Un exemple de cliché EBSP de silicium indexé est présenté à la Figure 11.

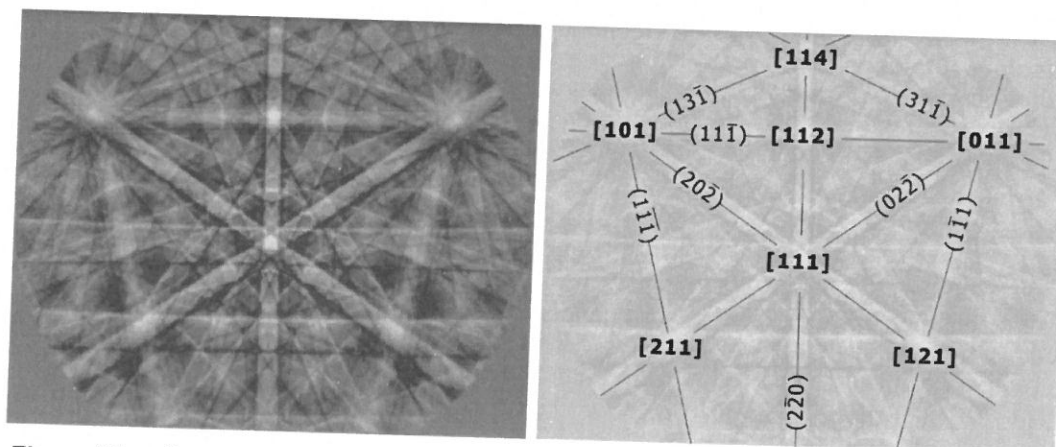


Figure 11 — Exemple de cliché EBSP de silicium (à gauche) avec les plans principaux et les zones principales représentés (à droite)

Un matériau habituellement utilisé est le silicium poli, coupé selon une section (001), avec un bord du cristal étalon coupé selon la zone  $\langle 110 \rangle$ , qui doit être aligné avec exactitude avec l'axe d'inclinaison de la platine. Pour un détecteur avec un écran vertical et un échantillon de silicium incliné à  $70,53^\circ$ , le centre du cliché se trouve dans la zone [114], et la distance entre l'échantillon et l'écran peut être déterminée en mesurant la distance entre deux axes de zone connus, par exemple [011] et [101], et en reliant la distance en pixels à l'angle connu entre deux axes de zone, qui est de  $60^\circ$  dans le cas cité. Pour de nombreuses raisons, ce matériau est souvent utilisé pour déterminer la distance entre l'échantillon et l'écran et le centre du cliché et la méthode itérative est utilisée pour affiner les valeurs.

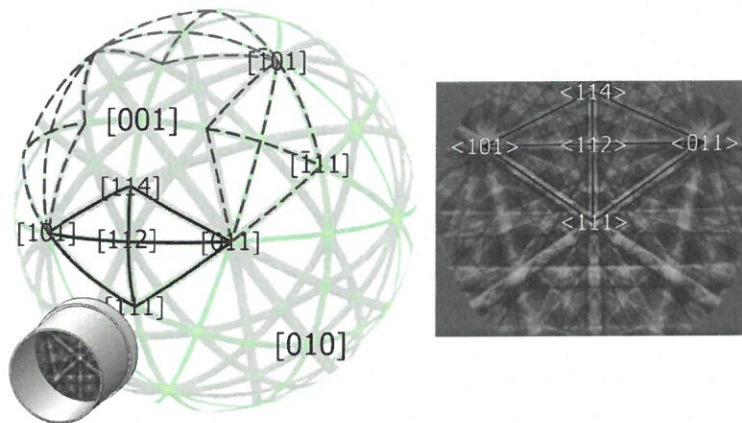
Il est préférable de monter le monocristal de référence ainsi que l'échantillon étudié avec la même inclinaison, typiquement de  $65^\circ$  à  $70^\circ$ . Il doit y avoir un moyen fiable et précis permettant d'aligner les axes de l'échantillon avec le balayage du microscope pour obtenir des mesures EBSD reproductibles (et pas seulement pour étalonner la distance entre l'échantillon et l'écran). Si l'étalonnage n'est pas défini sur l'échantillon à étudier, alors il convient d'utiliser les mêmes valeurs de tension d'accélération, de distance de travail, d'angle d'inclinaison et de distance du détecteur que celles utilisées pour l'étalonnage, c'est-à-dire, il convient de

## ISO 24173:2009(F)

déplacer l'échantillon à la position de référence en utilisant uniquement le mouvement de la platine pour éviter des variations de la focalisation du faisceau.

Si l'étalonnage est affiné en utilisant un cliché d'une phase connue dans le matériau à mesurer [voir 6.6 a)], alors de petits écarts par rapport aux conditions de travail utilisées pour l'étalonnage sont permises.

NOTE Pour des matériaux de symétrie élevée, il y aura toujours plusieurs positions possibles de détection qui donneront le même cliché EBSP. Cela est montré à la Figure 12 où le détecteur EBSD est dirigé vers la zone marquée en forme de «cerf-volant» mais pourrait aussi bien être dirigé vers n'importe quel autre équivalent marqué en pointillés.



**Figure 12 — Schéma montrant comment un cliché d'étalonnage EBSP (à droite, avec un «cerf-volant» représenté) peut être mal interprété lorsqu'il est utilisé pour étalonner un détecteur EBSD. Il y a plusieurs points de vue possibles pour le détecteur EBSD qui peuvent produire le même cliché EBSP (tels que montrés par les «cerfs-volants» représentés à gauche). Un mauvais étalonnage de cette forme conduira à des orientations cristallines ayant subies une rotation uniforme et des données incorrectes.**

- d) **Grandissement du cliché:** Dans cette méthode, deux clichés EBSP sont acquis, l'un avec le détecteur entièrement inséré et l'autre avec le détecteur partiellement rétracté. Le cliché EBSP zoomera ensuite autour du centre du cliché (PC), et les coordonnées  $(x, y)$  du centre du cliché peuvent être localisées par comparaison des caractéristiques similaires dans les deux clichés EBSP (voir Figure 13). La distance entre l'échantillon et l'écran est déterminée d'une façon analogue à la méthode en 6.6 a) dans la position de travail.

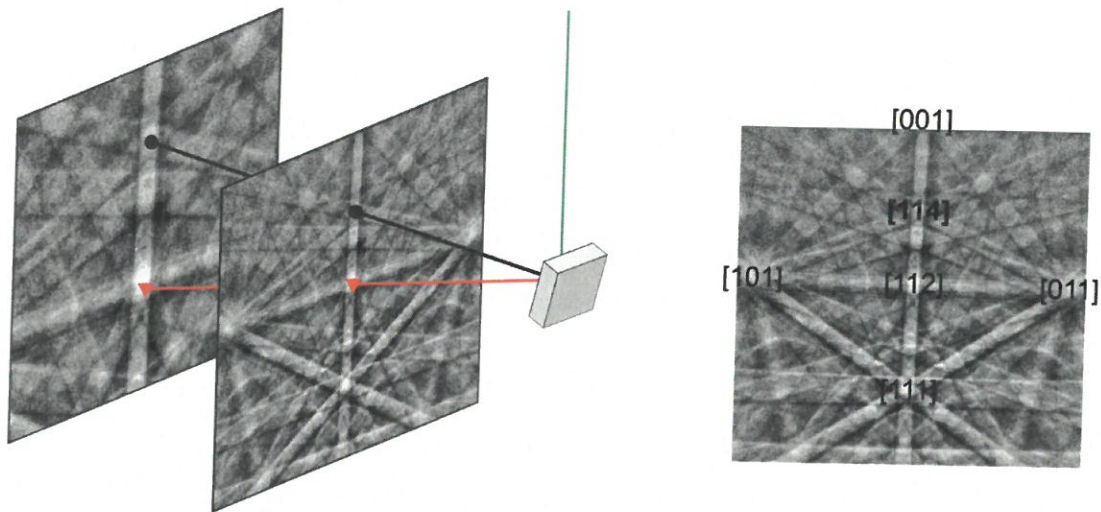


Figure 13 — Étalonage du centre du cliché par la méthode de déplacement de l'écran. En déplaçant le détecteur EBSD, le cliché EBSP semblera zoomer en avant/en arrière autour du centre du cliché. Cela est montré schématiquement à gauche; le cliché EBSP indexé est montré à droite. Dans ce cas, le centre du cliché est l'axe de zone [1 1 4].

## 7 Procédure d'analyse

### 7.1 Préparation des essais

Avant d'observer l'échantillon dans le microscope électronique, il est utile de repérer la position de la zone étudiée. Des indentations de micro-dureté peuvent être utilisées à cette fin. Noter qu'il peut être difficile de trouver les indentations de micro-dureté dans le MEB; il convient donc qu'elles soient complétées soit par des indentations de macro-dureté (placées à une distance suffisante pour éviter d'introduire une déformation plastique dans la zone étudiée), soit par l'utilisation d'un feutre (cette méthode est très efficace et commode, mais les marques peuvent être éliminées si l'échantillon est ultérieurement rincé avec de l'éthanol ou un solvant analogue). Si les axes des coordonnées de l'échantillon ne sont pas définis par les bords de l'échantillon ou par d'autres caractéristiques facilement reconnaissables sur l'échantillon, il convient alors de les repérer. À cette fin, des indentations ou un feutre peuvent être utilisés, ou bien des lignes peuvent être tracées sur la surface de l'échantillon, tout en prenant soin à nouveau de placer les lignes suffisamment loin de la zone étudiée.

### 7.2 Réglage des conditions de travail

Les conditions de travail doivent être déterminées comme décrit à l'Article 5.

### 7.3 Vérification de la stabilité de l'équipement

Il convient de vérifier la stabilité du système quelques heures après la mise en marche de l'équipement et pendant l'utilisation.

Sur la plupart des MEB-CEC, à grandissement élevé et avec un pas de cartographie EBSD petit (environ 50 nm ou inférieur), il est recommandé d'attendre plusieurs heures pour obtenir une bonne stabilité. La stabilité du canon à électrons et la stabilité du courant de sonde sont des paramètres importants, et il convient de les surveiller pendant l'acquisition des données EBSD. Parfois, une dérive de la platine peut se produire et il convient de la tester. Il est recommandé d'effectuer un enregistrement de l'image avant et après l'acquisition de la cartographie pour déceler un éventuel déplacement de l'échantillon.

## ISO 24173:2009(F)

### 7.4 Analyse EBSD

Une fois les étapes ci-dessus effectuées, l'analyse EBSD peut alors être réalisée sur l'échantillon. Le cycle d'analyse consiste à positionner le faisceau, acquérir le cliché EBSP, détecter les bandes, indexer et sauvegarder les données. Ce cycle doit être répété pour chaque point.

NOTE Tandis qu'il est courant à la fois de collecter et d'indexer le cliché EBSP pour chaque point pendant le cycle d'acquisition, il est possible de collecter et d'enregistrer les clichés EBSP ou la position des pics dans l'espace de Hough selon le système utilisé. L'enregistrement des données peut également être effectué simultanément à l'indexation, le cas échéant. La récupération des clichés EBSP ou des pics de Hough (selon ce qui est enregistré) puis la détection des bandes, l'indexation et l'enregistrement des résultats sont effectués ultérieurement. Cela permet d'ajuster des paramètres pendant le procédé d'indexation.

## 8 Incertitude de mesure

### 8.1 Généralités

Bien que la présente Norme internationale concerne uniquement la mesure de l'orientation absolue et relative par EBSD, toutes les mesures sont entachées d'un certain taux d'incertitude et il est important que l'utilisateur connaisse les facteurs qui peuvent influencer les résultats de mesure.

Le taux d'incertitude acceptable pour une mesure EBSD et les conditions d'obtention de celui-ci dépendent du type d'analyse EBSD effectuée, du matériau analysé et de l'objectif visé du résultat. Il convient de considérer la contribution de l'incertitude de mesure pour la qualification et la quantification des résultats EBSD dans les contextes mentionnés de 8.2 à 8.4.

### 8.2 Incertitude de la mesure d'orientation cristalline

L'incertitude de la mesure d'orientation cristalline par EBSD est une combinaison des facteurs suivants:

- a) incertitude de la description des coordonnées de l'échantillon;
- b) incertitude de la description de l'alignement entre les coordonnées de l'échantillon et les coordonnées du détecteur EBSD;
- c) incertitude de l'acquisition du cliché EBSP;
- d) incertitudes de la détection de bandes et à l'indexation du cliché EBSP;
- e) réglages de l'équipement et de l'instrument (tension d'accélération, dimension et courant du faisceau, distance de travail, etc.).

### 8.3 Orientation absolue

L'orientation cristalline est mesurée par rapport aux coordonnées de l'échantillon. Les résultats seront affectés par tous les facteurs listés en 8.2.

### 8.4 Orientation relative

L'orientation d'un cristal est mesurée par rapport à un autre cristal (c'est-à-dire la désorientation entre deux cristaux). Celle-ci est indépendante de l'incertitude des coordonnées de l'échantillon et de l'incertitude de l'alignement entre les coordonnées de l'échantillon et les coordonnées du détecteur EBSD, exceptée l'incertitude de l'ajustement de l'étalonnage de l'EBSD tenant compte du changement de géométrie résultant entre le point d'impact du faisceau et l'écran du détecteur (étalonnage dynamique). En outre, la mesure de l'orientation relative ne sera pas affectée par des incertitudes qui sont systématiques (c'est-à-dire qui ne varient pas d'un point à un autre, ou d'une orientation à une autre), mais seulement par les composantes qui varient d'un point à un autre, ou d'une orientation à une autre.

## ISO 24173:2009(F)

Si un échantillon contient plus d'une phase et si ces phases ont des réseaux de Bravais différents, alors, en général, l'EBSD peut être utilisée pour distinguer correctement les différentes phases en faisant correspondre les angles interplanaires entre les résultats théoriques et expérimentaux. Pour des matériaux où des clichés pseudosymétriques sont attendus, ou qui ont des clichés EBSP très similaires, les données d'EDX (spectrométrie X à sélection d'énergie) / WDX (spectrométrie X à dispersion de longueur d'onde) peuvent être utilisées pour aider à distinguer différentes phases. Dans les cas où plus d'une phase présente a le même réseau de Bravais, les mesures de la largeur des bandes de Kikuchi peuvent également être utilisées pour distinguer les phases.

Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'enregistrer les paramètres de l'équipement et de l'acquisition (voir 9.3), et de calculer les incertitudes de type A et de type B pour l'installation du laboratoire conformément au guide ISO/CEI 98-3. Des lignes directrices détaillées relatives à la classification des paramètres contribuant à l'incertitude et l'estimation de l'incertitude des diverses mesures qui peuvent être dérivées des données EBSD ne font pas partie du domaine d'application de la présente Norme internationale, mais pourraient être traitées dans de futures Normes internationales concernant les diverses applications de l'EBSD.

### 9 Présentation des résultats d'analyse

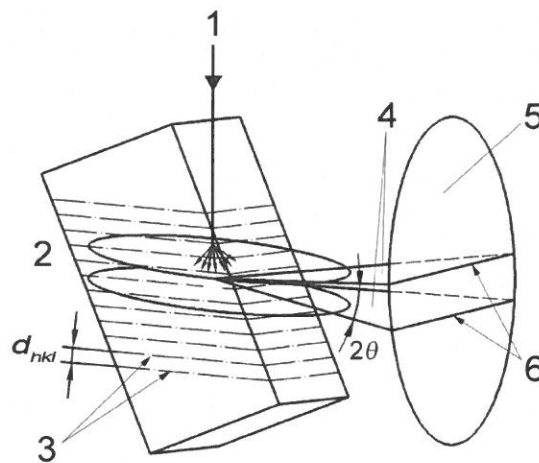
- 9.1 Les résultats d'analyse doivent être présentés conformément à l'ISO/CEI 17025.
- 9.2 La méthode de préparation de l'échantillon et la section analysée doivent être clairement indiquées.
- 9.3 Les conditions de fonctionnement du MEB et de l'EBSD doivent être indiquées. Il est recommandé d'indiquer 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/platine), le pas, le grandissement (ou la largeur de l'image).
- 9.4 Dans la présentation des résultats, fournir au moins une cartographie montrant les données «brutes» (avant application de toutes opérations de nettoyage de données), pour permettre au lecteur de vérifier les artefacts dus aux procédés de nettoyage des données.

ISO 24173:2009(F)

**Annexe A**  
(informative)

**Principe de l'EBSD**

Lorsqu'un faisceau d'électrons est focalisé sur un échantillon cristallin incliné, une source divergente d'électrons est générée à l'intérieur de l'échantillon par diffusion inélastique impliquant peu de perte d'énergie. Les électrons issus de la source qui sont incidents sur un ensemble de plans cristallins à un angle qui vérifie l'équation de Bragg ( $2d\sin\theta = n\lambda$ ) sont diffractés ( $\theta$  étant l'angle d'incidence du faisceau incident,  $d$  la distance interréticulaire,  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau incident et  $n$  un nombre entier). La diffraction d'électrons rétrodiffusés, pour une famille de plans réticulaires, résulte en un ensemble de deux cônes d'électrons diffractés comme le montre la Figure A.1. Pour la tension d'accélération considérée (en général 20 kV), les angles de Bragg sont d'environ  $1^\circ$ . De ce fait, les cônes d'électrons diffractés sont largement ouverts et quasiment parallèles au plan de diffraction. L'intersection de ces cônes avec l'écran phosphorescent placé face à l'échantillon conduit à la formation d'une paire de lignes minces. Celles-ci sont appelées lignes de Kikuchi et définissent une bande EBSD, la trace du plan de diffraction se trouvant au milieu de la paire de lignes, séparées par un angle égal. Le cliché de diffraction des électrons résultant se compose de nombreuses bandes de Kikuchi, chaque bande correspondant à une famille de plans de diffraction. Selon l'équation de Bragg, l'espacement entre les lignes de Kikuchi, pour une valeur donnée de  $\lambda$  qui peut être déterminée par la tension d'accélération du faisceau d'électrons, est proportionnelle à l'angle de Bragg  $\theta$ , lorsque  $\theta$  est suffisamment petit, et inversement proportionnelle à la distance interréticulaire. Les intersections des paires de lignes de Kikuchi correspondent à des axes de zone dans le cristal, c'est-à-dire à des directions cristallographiques. En outre, de nombreux électrons sont diffusés de manière inélastique et contribuent à la formation d'un bruit de fond diffus dans le cliché.



**Légende**

- 1 faisceau d'électrons incident
- 2 échantillon incliné
- 3 plans réticulaires ( $hkl$ )
- 4 cônes de Kossel
- 5 écran phosphorescent
- 6 lignes de Kikuchi

**Figure A.1 — Mécanisme de formation des bandes de Kikuchi pour un certain ensemble de plans cristallins**

## Annexe B (normative)

### Préparation de l'échantillon pour l'EBSD

NOTE Les Articles B.1 à B.7 et les Figures B.1 à B.4 ont été adaptés, avec l'autorisation d'Oxford Instruments, à partir du site web d'Oxford Instruments Electron Backscatter Diffraction, section «Sample Preparation for EBSD».

#### B.1 Généralités

Compte tenu du fait que les électrons diffractés s'échappent de seulement quelques dizaines de nanomètres sous la surface de l'échantillon, tous les défauts de surface, tels qu'une déformation de surface et des contaminations et des couches de corrosion ou d'oxyde, influenceront le signal de diffraction des électrons, ce qui conduira à des clichés EBSP de mauvaise qualité ou bien d'artefact. Pour éviter cela, une préparation soigneuse de la plupart des échantillons bruts est nécessaire afin d'obtenir des clichés EBSP utilisables. Certains échantillons, cependant, tels que les films cristallins ou les surfaces clivées avec de faibles reliefs superficiels, ne requièrent aucune préparation avant l'analyse. Il convient que chaque matériau étudié soit considéré comme un cas particulier et il convient de choisir convenablement la procédure de préparation. Des détails supplémentaires peuvent être trouvés dans l'ASTM E 3 [20] et l'ASTM E 1558 [21].

#### B.2 Découpe

**B.2.1** Lors de la découpe des échantillons pour l'EBSD, il est recommandé de conserver et d'enregistrer l'orientation des axes de l'échantillon. Pour des tôles laminées, toutes les directions significatives de l'échantillon doivent être enregistrées (direction de laminage, direction du travers long et direction normale à l'échantillon).

**B.2.2** Le procédé de découpe ne doit pas endommager ou modifier l'échantillon car cela mènerait à des résultats erronés. Éviter les méthodes agressives de découpe qui produisent de la chaleur ou provoquent une déformation de la surface découpée. Les dommages graves induits à ce stade peuvent se propager si profondément dans le matériau qu'ils ne sont pas éliminés par le surfaçage et le polissage ultérieurs. L'échauffement engendré pendant la découpe peut modifier la microstructure — des transformations de phase, une recristallisation ou une précipitation/diffusion peuvent se produire. Par conséquent, l'échauffement doit être évité.

#### B.3 Enrobage

Les échantillons de petite taille nécessitent généralement un enrobage afin que l'échantillon soit supporté dans un milieu stable pour le surfaçage et le polissage. Le milieu choisi peut être soit une résine durcissant à froid soit un composé d'enrobage à chaud.

L'enrobage est nécessaire pour le polissage mais peut être ensuite éliminé pour éviter les effets de charge. Un matériau d'enrobage conducteur est préférable pour l'analyse EBSD car il permet de minimiser les effets de charge du faisceau d'électrons qui peuvent engendrer une variation d'intensité dans les clichés EBSP ainsi qu'une dérive de l'image et une distorsion dans les cartographies d'orientation cristalline. Souvent, même des échantillons non conducteurs peuvent être enrobés dans de tels matériaux et observés par EBSD sans nécessiter de métallisation. Si les échantillons ne peuvent pas résister à la chaleur ou à la pression nécessaires pour l'enrobage à chaud, alors l'utilisation d'autres matériaux d'enrobage peut être nécessaire. Par exemple, les céramiques sont souvent très fragiles et ne peuvent pas être soumises à la pression sans se rompre. Dans ce cas, un composé époxy d'enrobage à froid peut être plus approprié. Avant analyse, la surface non conductrice du composé époxy peut être recouverte d'une peinture conductrice à base d'argent ou de carbone pour minimiser les effets de charge.

## ISO 24173:2009(F)

### B.4 Surfaçage

**B.4.1** Le surfaçage peut être effectué de différentes façons, en utilisant divers abrasifs. Des abrasifs sont disponibles en SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, diamant ou nitrure de bore cubique. Le surfaçage par des particules abrasives émoussées provoque de nombreux dommages de surface caractérisés par des formations de taches, un «brunissement» et un échauffement local. Un endommagement introduit pendant le surfaçage peut être invisible sur la surface polie mais contribuer à déformer le résultat EBSD ou même à supprimer complètement la formation du cliché. Par conséquent, afin de garder des particules abrasives acérées, il convient de changer fréquemment les papiers de surfaçage au cours de la préparation de l'échantillon. En outre, il convient que le choix de l'abrasif et les conditions d'emploi soient spécifiques à un échantillon donné.

**B.4.2** Après chaque étape de surfaçage, il est recommandé d'inspecter la surface à l'aide d'un microscope optique afin de s'assurer que tout dommage survenu à l'étape précédente, que ce soit à une étape de découpe ou de surfaçage, soit complètement éliminé. Procéder de cette manière jusqu'à la taille d'abrasif le plus fin afin que l'échantillon soit prêt pour le polissage.

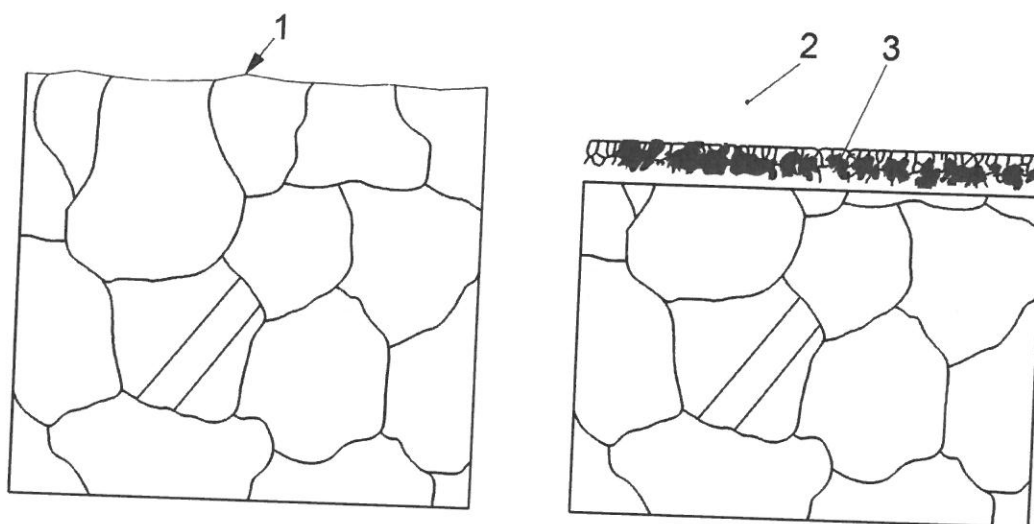
### B.5 Polissage

**B.5.1** Le polissage est généralement commencé sur un tissu dur avec des abrasifs grossiers et terminé sur un tissu souple avec des abrasifs fins. Il convient de ne pas prolonger le polissage final, mais d'effectuer un polissage juste suffisant pour obtenir la finition de surface désirée sans engendrer de relief excessif. Il convient d'éviter l'ondulation ou le relief marqué de la surface polie.

Les pâtes ou suspensions à base de diamant conviennent pour les étapes préliminaires pour la plupart des matériaux. Typiquement, un polissage au diamant est effectué avec une granulométrie de 1 µm ou 0,25 µm et est suivi d'un polissage avec une suspension de silice colloïdale d'environ 0,05 µm. Une durée de polissage pour cette étape finale comprise entre quelques minutes et environ 20 min est courante pour les métaux, alors que les échantillons géologiques ou les céramiques peuvent nécessiter des heures. Des supports de polissage plus durs ou des tissus produisent une surface plus plate ou «plane» mais peuvent laisser des endommagements de polissage sur la surface du matériau, et favoriser la formation de rayures superficielles.

**B.5.2** Pour l'EBSD d'échantillons géologiques ou de céramiques, il est généralement nécessaire d'utiliser une étape de polissage finale supplémentaire en utilisant de la silice colloïdale pendant un minimum de 10 min. Pour des échantillons métalliques ayant des phases secondaires dures comme les carbures, le procédé ci-dessus peut également produire de meilleurs résultats. La silice colloïdale permet un polissage chimico-mécanique, c'est-à-dire qu'elle combine l'effet du polissage mécanique avec l'attaque. Ce type d'élimination de matière est idéal dans de nombreux cas pour l'EBSD, car une surface exempte de dommages peut être obtenue avec peu d'effort. La Figure B.1 montre l'effet du polissage chimico-mécanique. Il est à noter que le film qui se forme sur la surface polie pendant le polissage doit être éliminé. Une méthode commode pour réaliser cela est de rincer le plateau de polissage avec de l'eau pendant les dernières secondes de polissage pour nettoyer la surface de l'échantillon. L'échantillon est ensuite retiré et séché de la façon habituelle, en utilisant un solvant peu volatil ayant une faible teneur en eau afin d'éviter une condensation d'eau sur la surface. Dans certains cas, de l'acide chlorhydrique à une concentration comprise entre 0,5 % et 1 % ou du nital (mélange d'alcool et d'acide nitrique) peuvent également servir à nettoyer la silice colloïdale résiduelle sur la surface de l'échantillon.

Rincer le plateau de polissage avec de l'eau jusqu'à ce que toute trace de silice colloïdale soit éliminée, le faire tourner pour le sécher et l'entreposer dans un récipient approprié de sorte que la contamination du plateau ne puisse pas se produire. Une attention méticuleuse pour éviter la contamination des plateaux est un aspect important afin d'obtenir les meilleurs résultats. L'utilisation de silice colloïdale produit de bons résultats avec presque tous les matériaux, une efficacité particulière étant obtenue sur les échantillons céramiques et géologiques qui sont difficiles à préparer d'une autre manière.



**Légende**

- 1 endommagement résiduel de surface
- 2 couche de surface éliminée par polissage chimico-mécanique avec de la silice colloïdale ou un oxyde de 0,05  $\mu\text{m}$
- 3 film formé au cours du polissage (également éliminé)

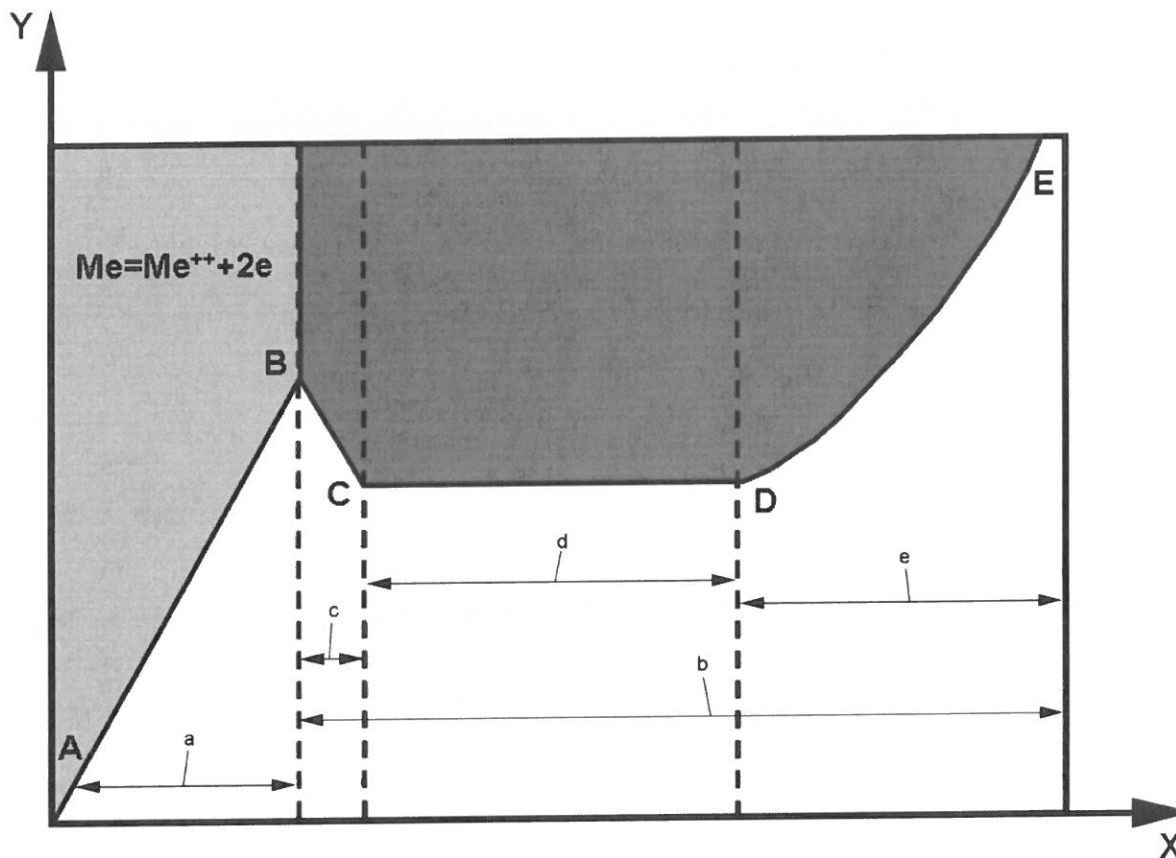
**Figure B.1 — Élimination des endommagements résiduels de surface par polissage chimico-mécanique**

## B.6 Attaque

**B.6.1** Les surfaces polies peuvent être inspectées par EBSD, mais, dans de nombreux cas, la qualité du cliché est améliorée par attaque. De plus, l'attaque révèle la structure de grain, ce qui est un avantage évident. Cependant, l'attaque peut attaquer une phase secondaire préférentiellement, ou attaquer de façon excessive les joints de grains. Les matériaux qui sont difficiles à polir peuvent être traités en alternant une attaque et un repolissage. Cette méthode peut permettre d'accéder à une surface non endommagée appropriée pour l'EBSD lorsqu'une attaque et un polissage conventionnels ne parviennent pas à obtenir une surface adéquate. Tout produit d'attaque utilisé doit dissoudre la surface de l'échantillon d'une façon homogène, et ne pas laisser de couches de produit réactionnel ou d'oxyde. De telles couches peuvent supprimer complètement la diffraction. De nombreux produits d'attaque cités dans les manuels de métallographie sont des «attaques colorantes» qui reposent sur la formation de couches d'oxyde d'épaisseurs différentes pour générer des couleurs visibles au microscope optique. Par conséquent, de telles attaques ne sont généralement pas appropriées pour l'EBSD.

**B.6.2** Le polissage et l'attaque électrolytiques sont des méthodes efficaces, qui peuvent dissoudre la couche déformée de la surface d'un échantillon métallique en contrôlant la tension et le temps appliqués à l'échantillon dans une cellule électrolytique. La Figure B.2 montre la courbe caractéristique d'une cellule électrolytique. Cette courbe dépend de l'électrolyte utilisé et variera pour différents électrolytes. Le contrôle de la tension et de la densité de courant au niveau de l'anode, ainsi que de la composition de l'électrolyte, de la température et de l'agitation sont tous cruciaux pour obtenir les caractéristiques d'attaque/polissage désirées.

ISO 24173:2009(F)



**Légende**

X tension  
Y densité de courant

- a Attaque.
- b Polissage.
- c Formation d'une couche visqueuse d'électrolyte.
- d Meilleur polissage.
- e Formation d'oxygène.

**Figure B.2 — Courbe caractéristique pour une cellule électrolytique**

**B.6.3** Le décapage par plasma est un procédé inverse de la métallisation par pulvérisation. Généralement, il convient de l'utiliser comme moyen de nettoyage ou d'amélioration d'une surface préparée de façon mécanique ou électrolytique.

## B.7 Techniques par faisceau d'ions

**B.7.1** Le décapage ionique est un procédé appliqué à un échantillon sous vide avec lequel une zone sélectionnée de la surface est bombardée par un faisceau énergétique d'ions. Généralement, l'utilisation d'une rotation et d'angles de bombardement rasants favorise une érosion homogène de la surface de l'échantillon et minimise l'endommagement. Cependant, certaines orientations de grain, certains joints de grains et certaines phases peuvent s'éroder à différentes vitesses, comme montré à la Figure B.3. Le décapage ionique peut donner des taux raisonnablement élevés d'élimination de matériau et cela peut être amélioré par l'utilisation de gaz réactifs, tels que de l'iode, dans la chambre réactionnelle. La qualité du cliché

EBSP est déterminé par le temps de décapage comme représenté à la Figure B.4. Le décapage ionique peut produire des surfaces appropriées pour l'EBSA avec une préparation préalable minimale, particulièrement sur des matériaux qui sont difficiles à préparer par métallographie conventionnelle, tels que le zirconium et certains alliages de zirconium (zircaloy).

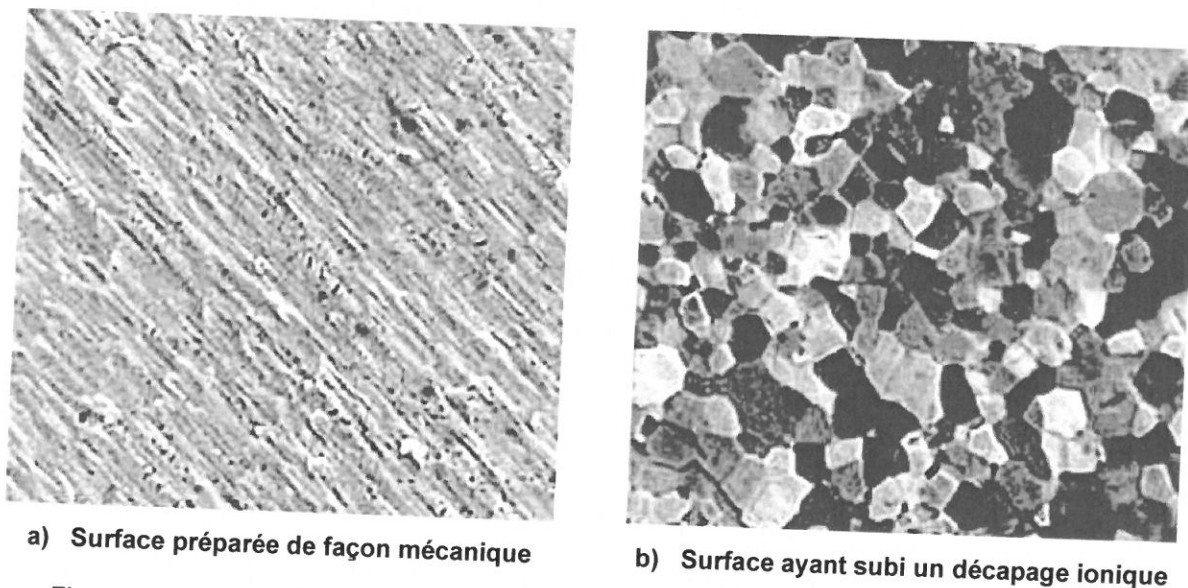


Figure B.3 — Effet du décapage ionique sur du titane (images en électrons rétrodiffusés)

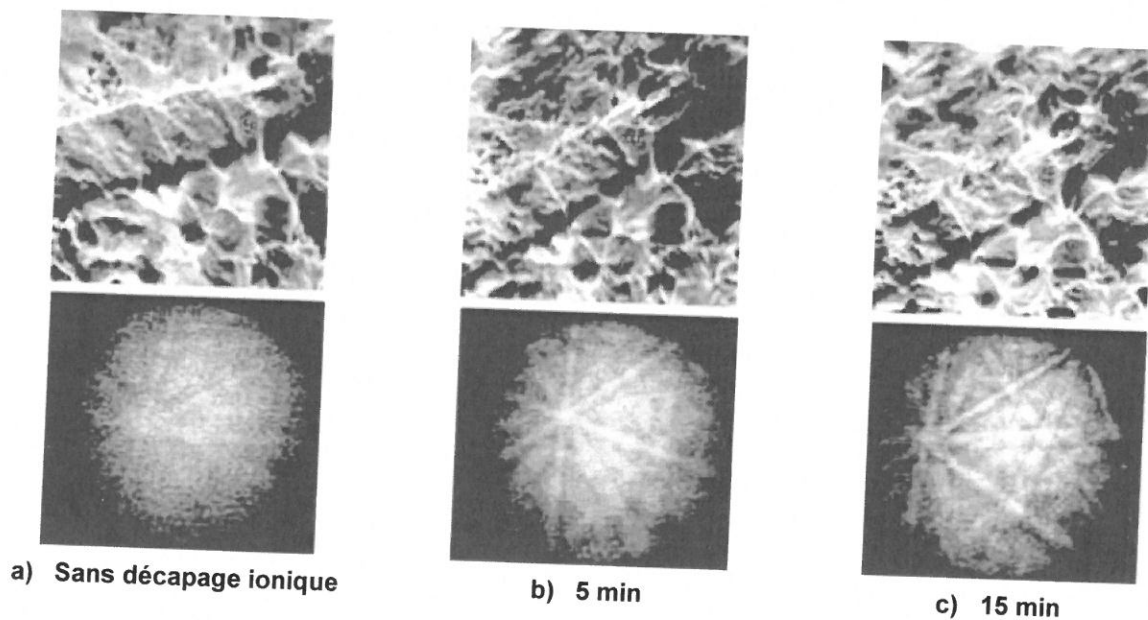


Figure B.4 — Effet de différents temps de décapage ionique sur la qualité du cliché acquis sur un échantillon de cuivre

**B.7.2** Un FIB est un instrument similaire au MEB, excepté qu'un faisceau d'ions excités est utilisé au lieu du faisceau d'électrons conventionnel. Le faisceau d'ions peut être utilisé pour sublimer la surface de l'échantillon et est capable d'effectuer du micro-usinage de lames et d'éliminer des couches pour révéler des coupes ou des surfaces intéressantes pour l'imagerie et l'examen EBSD. Dans le cas d'instruments à doubles faisceaux qui ont la capacité de focaliser à la fois des faisceaux d'ions et d'électrons sur la même surface de l'échantillon, la préparation de l'échantillon in situ et sous vide devient possible. La technique FIB est

## ISO 24173:2009(F)

particulièrement intéressante dans le cas de matériaux réactifs ou qui s'oxydent facilement, ce qui rend la préparation par les méthodes conventionnelles impossible. Le FIB donne également la possibilité de préparer des matériaux qui sont trop mous pour une préparation conventionnelle. Étant donné que la technique peut révéler des surfaces qui sont appropriées pour l'EBSD, sans préparation ou conditionnement ultérieurs et à une échelle microscopique, elle est particulièrement utile dans l'industrie des semi-conducteurs où une géométrie toujours plus petite des composants exclut les méthodes de préparation conventionnelles.

### B.8 Métallisation [22]

L'observation d'échantillons non conducteurs en MEB est difficile en raison des effets de charge. Pour l'EBSD, les effets de charge engendrent une dégradation du cliché et une dérive du faisceau. L'application d'une métallisation mince, amorphe et conductrice peut éliminer les effets de charge. Pour cela, le carbone est utilisé comme matériau de métallisation préférentiel. Il est possible d'utiliser d'autres matériaux (par exemple l'or, l'alliage or-palladium ou le tungstène), mais le carbone est préférable en raison de son nombre atomique faible. Les matériaux peuvent être soit pulvérisés soit évaporés sur un échantillon. À mesure que l'épaisseur de la métallisation augmente, le rapport signal sur bruit des clichés diminue. Une métallisation de carbone de 2 nm à 20 nm est recommandée. Cette épaisseur fournit une conductivité adéquate tout en maintenant toujours un rapport signal sur bruit élevé. Si ce rapport chute au point où les clichés sont difficiles à indexer, il est souvent utile d'augmenter la tension d'accélération du MEB, ce qui augmente la pénétration du faisceau au travers de la métallisation. Si des matériaux de nombre atomique élevé (par exemple l'or, l'alliage or-palladium ou le tungstène) sont utilisés pour la métallisation, celle-ci doit être maintenue extrêmement mince (autour de 1 nm d'épaisseur). La métallisation d'échantillons non conducteurs n'est souvent pas nécessaire si un MEB à pression contrôlée est utilisé. La réduction de la dimension des échantillons non conducteurs (par exemple de dimension aussi petite que 2 mm × 2 mm) peut également aider à réduire les effets de charge.

## Annexe C (informative)

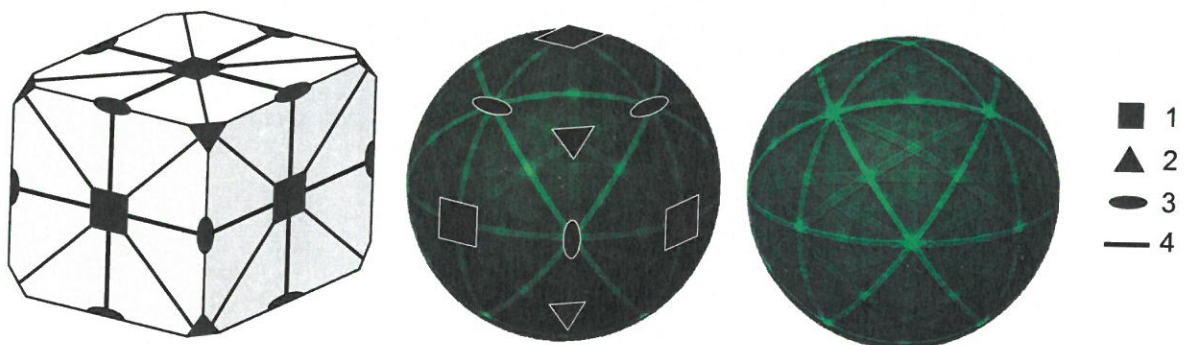
### Brève introduction à la cristallographie, à l'indexation du cliché EBSP, et autres informations utiles pour l'EBSD

#### C.1 Généralités

La présente annexe fournit une introduction très brève aux concepts de la cristallographie ainsi que des informations utiles pour l'analyse EBSD. Étant donné que la plupart des utilisateurs sont susceptibles de commencer par des phases cubiques simples, une section sur la façon dont un cliché EBSP cubique est indexé est également fournie. Cela est utile pour vérifier l'analyse automatique du cliché EBSP. Il est recommandé de consulter les ouvrages d'introduction à la cristallographie, par exemple les Références [7], [8] et [9].

#### C.2 Symétrie

Un objet possède une symétrie s'il apparaît identique après avoir subi une rotation, une translation ou une réflexion. Par exemple, un cube apparaît identique s'il est tourné de  $120^\circ$  autour de sa diagonale principale. Cette rotation d'ordre 3 est généralement désignée par le terme «axe ternaire». La Figure C.1 montre un cube et une projection stéréographique de Kikuchi de l'aluminium avec leurs éléments principaux de symétrie représentés. Les clichés EBSP montrent généralement de nombreuses symétries, mais il peut être difficile de les visualiser lorsque le cliché EBSP est représenté par une image plate. Une projection stéréographique de Kikuchi est généralement plus claire.



#### Légende

- 1 axe quaternaire
- 2 axe ternaire
- 3 axe binaire
- 4 miroir

Figure C.1 — Schéma montrant les symétries d'un cube (à gauche) et les symétries des clichés EBSP CFC (au centre) qui sont représentées par une projection stéréographique de Kikuchi (à droite)

Un axe de rotation d'ordre 2 est généralement appelé axe binaire, un axe de rotation d'ordre 3 axe ternaire, un axe de rotation d'ordre 4 axe quaternaire et un axe de rotation d'ordre 6 axe sénaire. Un miroir signifie que tout point du côté gauche du miroir doit être reflété du côté droit.

ISO 24173:2009(F)

Un exemple de cube avec les clichés EBSD représentés sur ses faces et une projection stéréographique de Kikuchi du fer CC sont montrés à la Figure C.2. La projection stéréographique de Kikuchi apparaîtra identique si elle est tournée autour d'un des axes, par exemple l'axe ternaire, ou reflétée selon l'un des plans miroirs. Le cube sur lequel les clichés EBSD sont représentés possède la même symétrie.

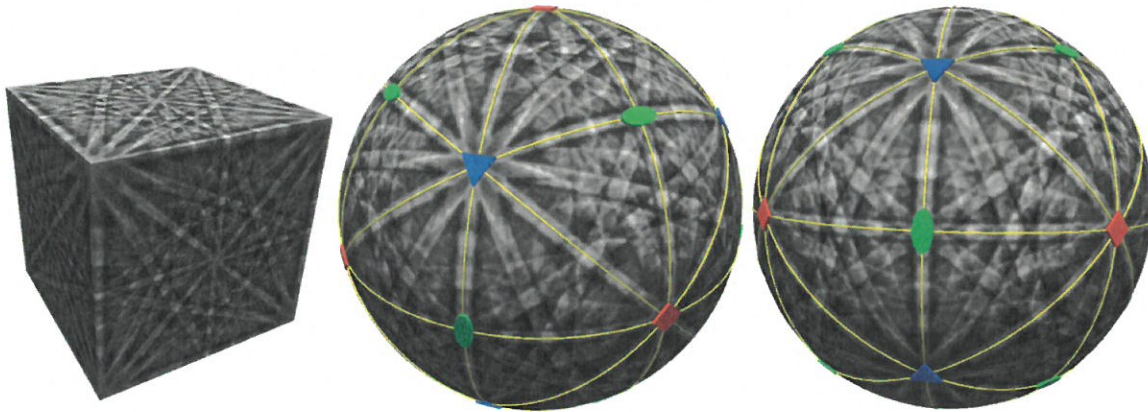


Figure C.2 — Six clichés EBSD CFC représentés sur la surface d'un cube (à gauche) pour montrer la symétrie des clichés EBSD expérimentaux. Le cube a été « gonflé » pour produire une projection stéréographique de Kikuchi (au centre et à droite) et les symétries sont montrées — les miroirs sous forme de lignes, les axes binaires sous forme d'ellipses, les axes ternaires sous forme de triangles, les axes quaternaires sous forme de carrés.

C.3 Maille

Un cristal est constitué d'un groupe d'atomes, appelé base, qui sont placés selon la maille du cristal et répétés (presque) infiniment. La maille est décrite à l'aide de six paramètres — trois longueurs,  $a$ ,  $b$  et  $c$ , et trois angles,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ , (voir Figure C.3). Les longueurs sont généralement indiquées en nanomètres ou en ångströms, les angles en degrés. Les coordonnées des atomes sont données sous forme de fractions des axes de la maille  $a$ ,  $b$  et  $c$ ,  $(0,0,0)$  étant l'origine,  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$  le centre de la maille, et  $(1,0,0)$  l'axe  $a$ .

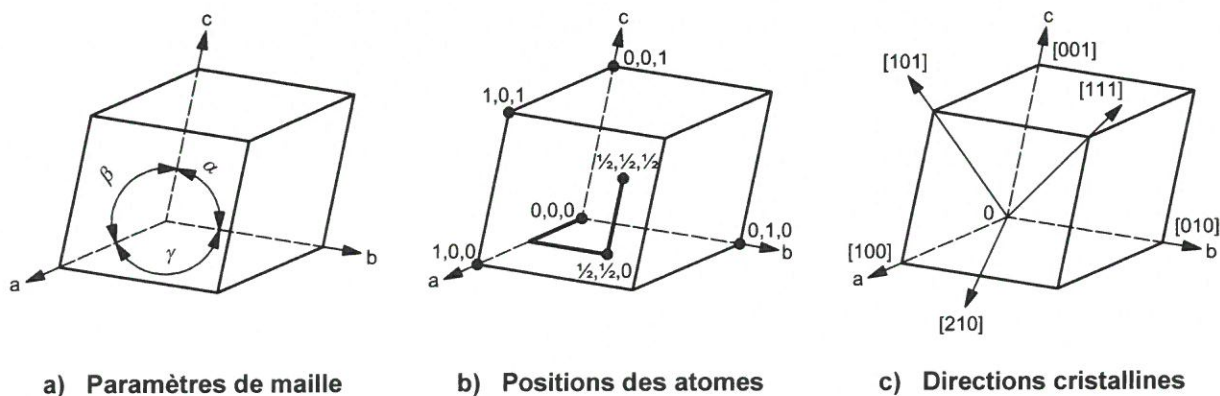


Figure C.3 — Schémas montrant (à gauche) les paramètres de maille; (au centre) les coordonnées fractionnelles utilisées pour indiquer la position d'un atome dans la maille et (à droite) les directions cristallines ou les zones

### C.4 Directions cristallines

Une direction cristalline est généralement notée  $[u\ v\ w]$  et représente une direction de vecteur à partir de l'origine du cristal en multiples des axes cristallins  $a$ ,  $b$ ,  $c$ .

Une famille de directions symétriquement équivalentes est notée  $\langle u\ v\ w \rangle$ . Par exemple, dans un cristal cubique,  $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$  est la notation abrégée pour  $[1\ 1\ 1]$ ,  $[-1\ 1\ 1]$ ,  $[1\ -1\ 1]$ ,  $[1\ 1\ -1]$ ,  $[1\ -1\ -1]$ ,  $[-1\ 1\ -1]$ ,  $[-1\ -1\ 1]$ .

NOTE Les indices négatifs sont souvent écrits avec une barre au-dessus du nombre, par exemple  $[\bar{1}\ 1\ \bar{1}]$  est identique à  $[-1\ 1\ -1]$ .

### C.5 Plans cristallins

Un plan cristallin est généralement noté  $(h\ k\ l)$  et coupe les axes  $a$ ,  $b$  et  $c$  en  $1/h$ ,  $1/k$ ,  $1/l$ , où  $h$ ,  $k$ , et  $l$  sont des nombres entiers et sont généralement appelés indices.

Des exemples de plans  $(0\ 0\ 1)$ ,  $(1\ 1\ 1)$  et  $(2\ 1\ 1)$  ainsi que les plans répétés sont présentés à la Figure C.4. En général, plus les indices sont élevés, plus les plans sont proches les uns des autres.

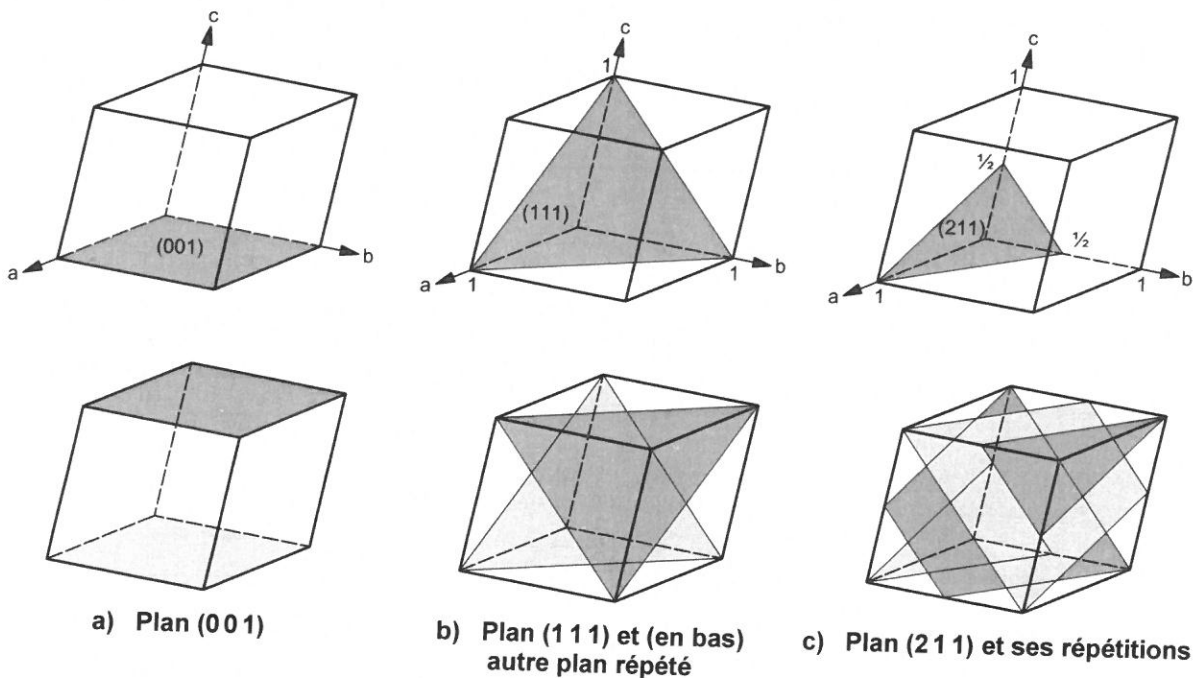


Figure C.4 — Schéma montrant des exemples de plans cristallins

En EBSD, il est généralement difficile de différencier les plans  $(h\ k\ l)$  et  $(-h\ -k\ -l)$ , car ils correspondent aux deux bords d'une bande de Kikuchi; ainsi, la convention est que  $(h\ k\ l)$  fait généralement référence aux deux plans  $(h\ k\ l)$  et  $(-h\ -k\ -l)$ . Une famille de plans liés par symétrie est notée  $\{h\ k\ l\}$ . Par exemple, les plans cubiques  $\{2\ 0\ 0\}$  comprennent les plans  $(2\ 0\ 0)$ ,  $(0\ 2\ 0)$  et  $(0\ 0\ 2)$  et impliquent également les plans  $(-2\ 0\ 0)$ ,  $(0\ -2\ 0)$  et  $(0\ 0\ -2)$ .

**ISO 24173:2009(F)**

**C.6 Systèmes cristallins**

Chaque cristal appartient à un système cristallin qui décrit sa symétrie de base. Les systèmes cristallins habituels sont indiqués dans le Tableau C.1.

**Tableau C.1 — Systèmes cristallins habituels**

Système cristallin	Paramètres de maille	Exemples
Cubique	$a = b = c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Fer, nickel, NaCl
Hexagonal	$a = b \neq c, \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Titane, apatite
Trigonal (Rhomboédrique <sup>a</sup> )	$a = b \neq c, \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$ ( $a = b = c, \alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ et $< 120^\circ$ )	Quartz, calcite, hématite
Quadratique	$a = b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Étain, zircon
Orthorhombique	$a \neq b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> , soufre, PbSO <sub>4</sub>
Monoclinique <sup>b</sup>	$a = c \neq b, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$ qui est $> 90^\circ$	Clinopyroxène
Triclinique (anorthique)	$a \neq b \neq c, \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Kyanite, sulfate de cuivre
NOTE Certains manuels modernes fusionnent les systèmes trigonal et rhomboédrique avec le système hexagonal.		
<sup>a</sup> Certains cristaux de symétrie trigonale peuvent également être représentés en utilisant une maille rhomboédrique, qui est fondamentalement un cube qui a été écrasé ou étiré le long d'une diagonale. Trois mailles rhomboédriques s'insèrent dans la maille hexagonale, tel que montré à la Figure C.5. Il y a également deux mailles rhomboédriques possibles, la maille «observée» et «inverse», qui sont des images en miroir l'une de l'autre. <sup>b</sup> Par convention, les cristaux monocliniques ont un axe b particulier et cet axe est indiqué verticalement. Ce n'est pas toujours le cas et des données cristallines plus anciennes peuvent avoir un axe particulier porté par a ou c; cela fait référence à un arrangement alternatif. Le système cristallin orthorhombique a également un éventail d'arrangements alternatifs où l'ordre des axes a, b, et c est permuté.		

**C.7 Groupes de Laue**

Les groupes de Laue (voir Tableau C.2) décrivent la symétrie principale des clichés EBSP, c'est-à-dire la symétrie de diffraction après que la loi de Friedel ait été appliquée. La loi de Friedel signifie que les plans  $(hkl)$  et  $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$  ne peuvent pas être facilement différenciés parce que le réseau apparaît très similaire pour un électron allant d'avant en arrière ou l'inverse.

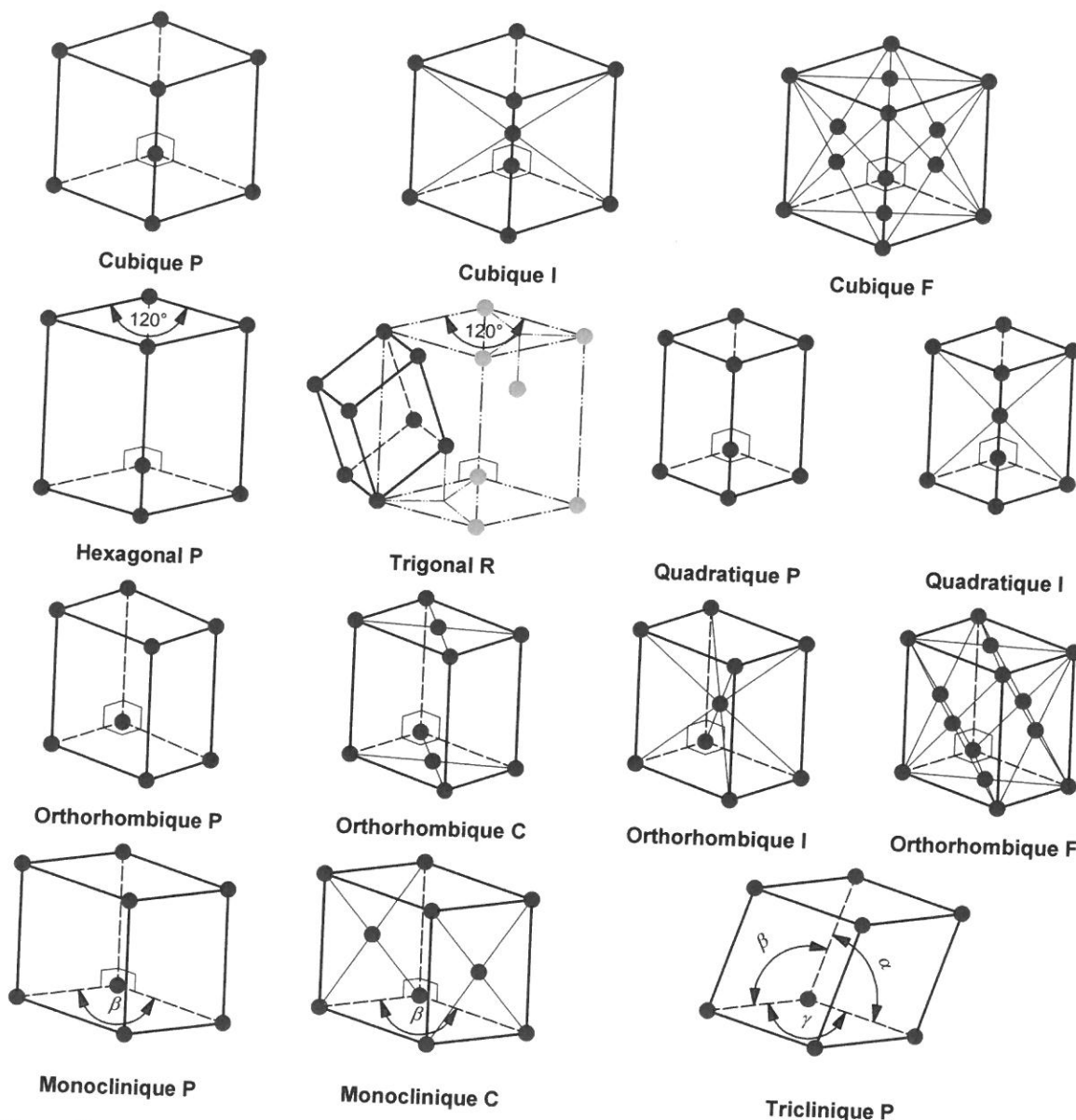
**Tableau C.2 — Groupes de Laue**

Groupe de Laue	Exemples
Cubique fort	Aluminium, nickel, galène
Cubique faible	Pyrite (FeS <sub>2</sub> )
Hexagonal fort	Titane
Hexagonal faible	Apatite
Trigonal fort	Quartz, calcite
Trigonal faible	Dolomite
Quadratique fort	Chalcopryrite
Quadratique faible	Wulfénite
Orthorhombique	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> , sulfate de magnésium
Monoclinique	Zircon
Triclinique	Sulfate de cuivre, anorthite, albite
NOTE Pour certaines phases géologiques, les groupes «faibles» sont assez importants et peuvent avoir des symétries inattendues, par exemple la pyrite (FeS <sub>2</sub> ), qui est cubique faible, n'a pas d'axe d'ordre 4.	

### C.8 Réseaux de Bravais

La description du réseau de Bravais permet de copier le motif (le groupe d'atomes à dupliquer) et de le placer dans des sites spéciaux de la maille. Cela est connu sous le nom de centrage. Les sites spéciaux sont montrés à la Figure C.5 sous forme de sphères noires. Dans certains cas, ils correspondront à des atomes simples, mais, en général, ce n'est pas nécessaire.

Une maille exempte de site spécial a le symbole P (primitif), une maille avec un site spécial en son centre a le symbole I (interne). Les sites peuvent également être situés aux centres des faces; si toutes les faces sont centrées, alors la maille est désignée par F (face); si seulement une paire de faces est centrée, alors la maille sera généralement centrée C bien que les centrages A et B puissent également se rencontrer.



NOTE Pour la maille rhomboédrique trigonale (Trigonal R), une autre présentation, la triple maille hexagonale est également montrée (voir deuxième ligne). Pour la maille monoclinique, le choix d'un axe b particulier est indiqué par l'angle noté  $\beta$ .

Figure C.5 — Schéma montrant les réseaux de Bravais  
 (Le système cristallin et le centrage sont montrés)

## ISO 24173:2009(F)

### C.9 Indexation manuelle d'un cliché cubique EBSP

Il est relativement facile d'indexer un cliché cubique EBSP manuellement, et c'est une compétence utile pour vérifier l'indexation automatique des clichés EBSP. La plupart des systèmes EBSD ont des moyens permettant de simuler un cliché EBSP à une orientation cristalline choisie. Il est plus facile d'obtenir des informations d'une projection stéréographique de Kikuchi car un cliché EBSP peut être observé à partir de n'importe quelle orientation cristalline avec une distorsion de projection minimale (la plupart des clichés EBSP sont des projections gnomoniques).

La première chose à rechercher est la symétrie — essayer d'identifier les miroirs, les axes d'ordre 2 (binaires), ou, encore mieux, les axes d'ordre 3 (ternaires) ou d'ordre 4 (quaternaires). Une fois que ceux-ci sont identifiés, utiliser la cartographie pour localiser d'autres éléments de symétrie. Cependant, la projection gnomonique du cliché EBSP peut parfois rendre la symétrie difficile à voir, particulièrement lorsque les zones sont proches des bords du cliché EBSP.

Les portions suivantes de clichés EBSP présentées à la Figure C.6 montrent des miroirs, des axes binaires, ternaires et quaternaires pour des structures cubiques à faces centrées et cubiques centrées. Le Tableau C.3 fournit de plus amples informations.

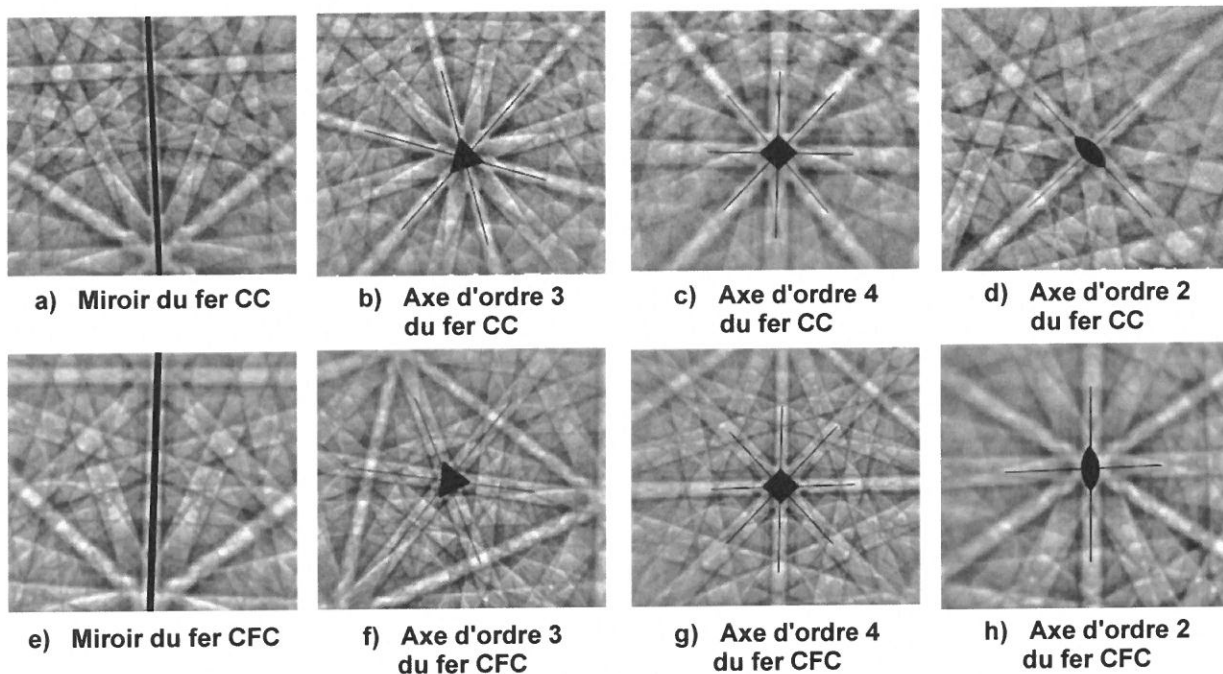


Figure C.6 — Exemples de portions de clichés EBSP du fer CC (rangée supérieure) et du fer CFC (rangée inférieure) montrant les miroirs, les axes d'ordre 3, les axes d'ordre 4 et les axes d'ordre 2 tels qu'indiqués

Tableau C.3 — Symétrie pour CFC et CC

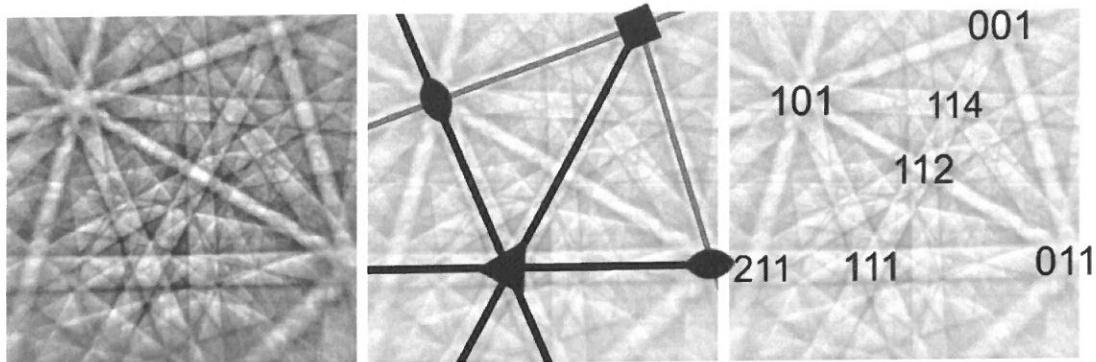
Zone	Symétrie pour CFC et CC	Commentaires
<001>	Symétrie d'ordre 4 traversée par quatre plans miroirs	Peut être parfois confondue avec <110> dans un réseau CFC.
<111>	Symétrie d'ordre 3 traversée par trois plans miroirs	Pour un réseau CC, cela ressemble à un flocon de neige à 6 pointes; pour un réseau CFC il s'agit d'un triangle autour d'elle.
<110>	Symétrie d'ordre 2 traversée par deux miroirs	
<112>	Sur un miroir allant de <001> à <111>	À mi-chemin approximativement entre une zone <001> d'ordre 4 et une zone <111> d'ordre 3. Pour un réseau CFC cela ressemble au centre d'un nœud papillon.
<114>	Sur un miroir allant de <001> à <111>	Très proche d'une zone <001> et, pour un réseau CFC, elle peut facilement être confondue avec une zone <111> avec un triangle autour d'elle.

### C.10 Exemple de clichés cubiques EBSP indexés

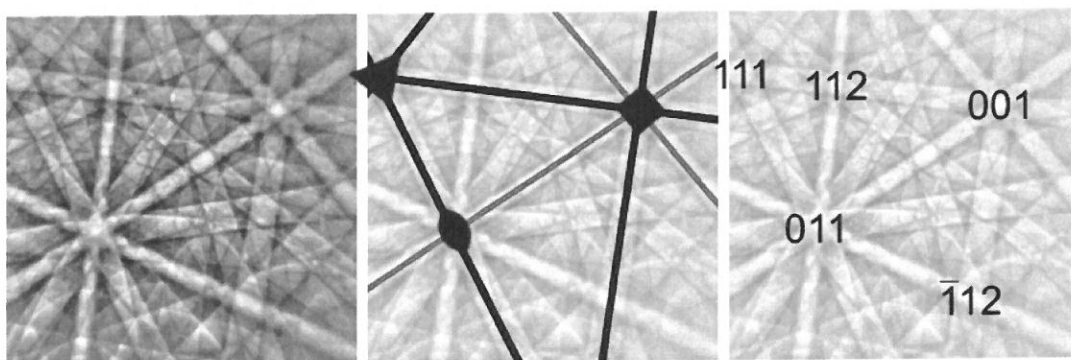
La Figure C.7 montrent des exemples de clichés EBSP où les symétries ont été indiquées et les zones principales représentées. Ils peuvent être utilisés en tant qu'exercices d'autotest, en dissimulant le centre et la partie de droite et en localisant les miroirs, les axes binaires, les axes ternaires et les axes quaternaires; pour ensuite identifier les zones principales.

NOTE Il n'est pas crucial de reconnaître les indices montrés (par exemple [001] est équivalent à [100]).

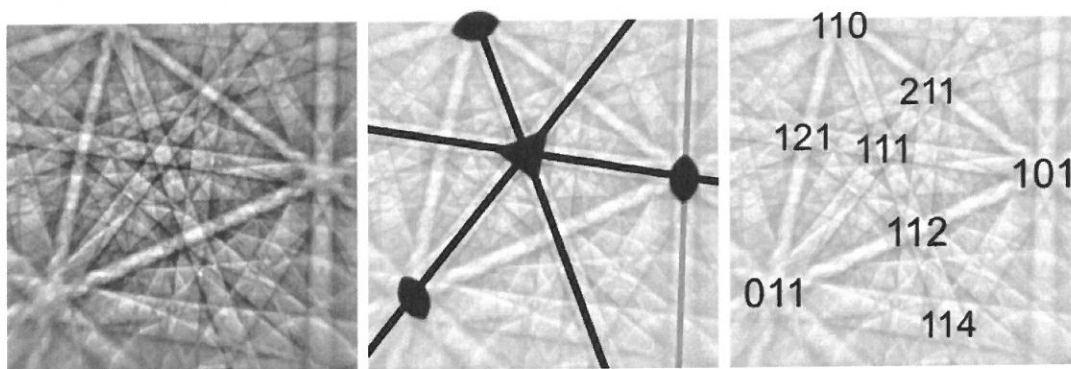
ISO 24173:2009(F)



Exemple 1



Exemple 2



Exemple 3

Figure C.7 — Cliché EBSP du nickel CFC (à gauche) montrant les symétries principales (au centre) et les zones indexées (à droite)

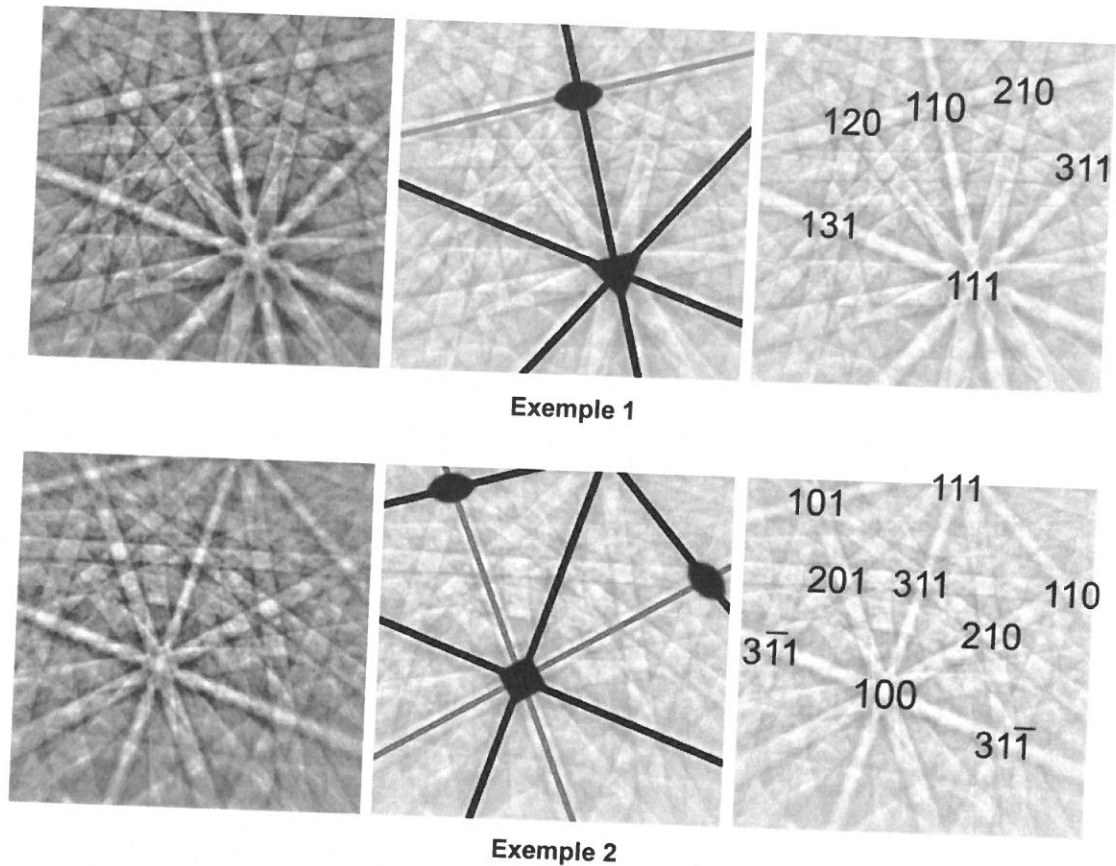


Figure C.8 — Cliché EBSP du fer CC (à gauche) montrant les symétries principales (au centre) et les zones indexées (à droite)

### C.11 Indices hexagonaux

En travaillant avec des phases hexagonales et trigonales, des indices à quatre éléments sont fréquemment utilisés pour les plans  $(hkil)$  ainsi que pour les directions cristallines  $[uvtw]$ , car ils montrent plus aisément des plans équivalents et des directions équivalentes. Le quatrième indice provient du fait que trois axes sont disposés symétriquement, tel que représenté à la Figure C.9.

ISO 24173:2009(F)

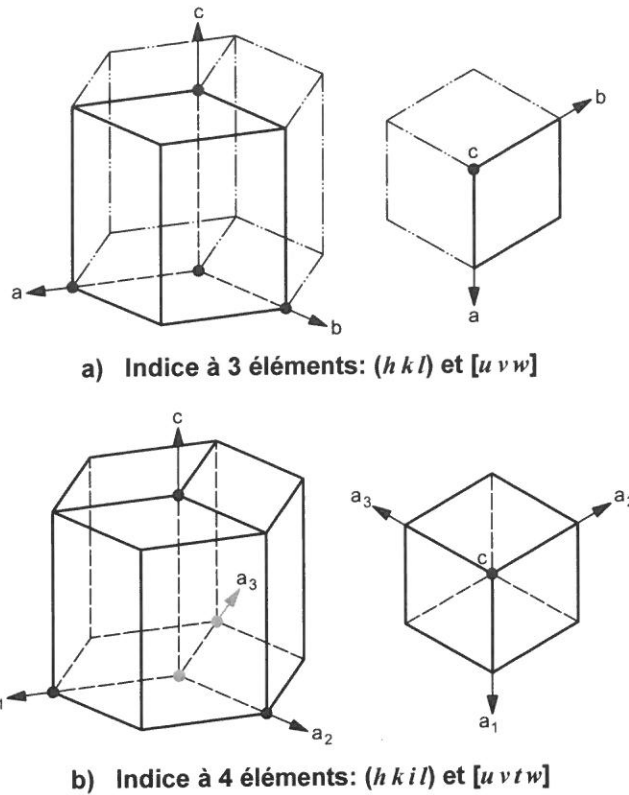


Figure C.9 — Schéma montrant les indices hexagonaux pour les plans cristallins (à gauche pour chaque cas) et les directions cristallines (à droite pour chaque cas)

Il est facile de convertir les plans d'indices à trois éléments en indices à quatre éléments. Le troisième indice correspond simplement à l'opposé de la somme des deux premiers indices.

$$(hkl) = (h_3, k_3, -(h_3 + k_3), l_3)$$

où  $(h_3 k_3 l_3)$  est le plan à 3 éléments.

Fréquemment, le troisième indice sera noté par un point, par exemple  $(12.4)$  ou  $(01.2)$ .

Et pour convertir les plans à quatre éléments en plans à trois éléments, éliminer le troisième indice,  $i$ :

$(hkl)$	$(hkil)$
(100)	(10-10)
(110)	(11-20)
(001)	(0001)
(011)	(01-11)

$(hkl)$	$(hkil)$
(210)	(21-30)
(211)	(21-31)
(010)	(01-10)
(-110)	(-1100)

$(hkl)$	$(hkil)$
(101)	(10-11)
(111)	(11-21)
(120)	(12-30)
(112)	(11-22)

Les formules suivantes, parfois connues sous les noms de formules de Miller et de Miller-Bravais, respectivement, permettent de convertir les indices à trois éléments  $[u_3 v_3 w_3]$  en indices à quatre éléments  $[u_4 v_4 t w_4]$  et vice versa.

$$\left[ u_4 = \frac{1}{3}(2u_3 - v_3), \quad v_4 = \frac{1}{3}(2v_3 - u_3), \quad t = -\frac{1}{3}(u_3 + v_3), \quad w_4 = w_3 \right]$$

$$[u_3 = u_4 - t, \quad v_3 = v_4 - t, \quad w_3 = w_4]$$

$[u v w]$	$[u v t w]$
[1 0 0]	[2 -1 -1 0]
[1 1 0]	[1 1 -2 0]
[0 0 1]	[0 0 0 1]
[0 1 1]	[-1 2 -1 3]

$[u v w]$	$[u v t w]$
[2 1 0]	[1 0 -1 0]
[2 1 1]	[1 0 -1 1]
[0 1 0]	[-1 2 -1 0]
[-1 1 0]	[-1 1 0 0]

$[u v w]$	$[u v t w]$
[1 0 1]	[2 -1 -1 3]
[1 1 1]	[1 1 -2 3]
[1 2 0]	[0 1 -1 0]
[1 1 2]	[1 1 -2 6]

## C.12 Formules et informations utiles

### C.12.1 Symboles

Les symboles suivants sont utilisés dans le présent article:

$a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$	paramètres de maille
$\Omega$	volume de la maille
$\lambda$	longueur d'onde des électrons à la tension d'accélération utilisée
kV	tension d'accélération du faisceau d'électrons, généralement 20 kV
$d_{hkl}$	distance interréticulaire pour le plan $(h k l)$
$\theta_{\text{Bragg}}$	angle de diffraction de Bragg (la largeur d'une bande de Kikuchi est de $2 \theta_{\text{Bragg}}$ )
$n$	nombre entier
$(h k l)$	plan
$[u v w]$	direction cristalline
$(h k i l)$	plan, utilisant une notation hexagonale à 4 éléments
$[u v t w]$	direction cristalline, utilisant une notation hexagonale à 4 éléments
$\theta$	angle entre une paire de plans ou une paire de zones

## ISO 24173:2009(F)

### C.12.2 Longueur d'onde des électrons en fonction de la tension d'accélération

$$\lambda \approx \frac{0,038\ 78}{\sqrt{kV}} \text{ nm} \quad (\text{équation non relativiste})$$

Tension d'accélération kV	Longueur d'onde nm
5	0,017 3
10	0,012 3
15	0,010 0
20	0,008 7
30	0,007 1

### C.12.3 Distance interréticulaire pour le plan (h k l)

Équation de Bragg:

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_{\text{Bragg}} \quad \text{ou} \quad \theta_{\text{Bragg}} = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d_{hkl}} \right)$$

Cubique

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \text{ nm}$$

Hexagonal

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3a^2}(h^2 + k^2 + hk) + \frac{l^2}{c^2}}} \text{ nm}$$

Quadratique et orthorhombique

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \text{ nm}$$

Les autres formules sont complexes et peuvent être trouvées dans les livres traitant de cristallographie, par exemple les Références [7], [8] et [9].

### C.12.4 Volume de la maille

Cubique

$$\Omega = a^3$$

Hexagonale

$$\Omega = \frac{\sqrt{3}}{2} a^2 c \quad (\approx 0,866 a^2 c)$$

Quadratique et orthorhombique

$$\Omega = abc$$

### C.12.5 Angle entre deux plans $(h_1 k_1 l_1)$ and $(h_2 k_2 l_2)$

Cubique	$\theta = \cos^{-1} \left( \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}} \right)$
Hexagonal	$\theta = \cos^{-1} \left( \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + \frac{1}{2}(h_1 k_2 + h_2 k_1) + \frac{3a^2}{4c^2} l_1 l_2}{\sqrt{\left( h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + \frac{3a^2}{4c^2} l_1^2 \right) \left( h_2^2 + k_2^2 + h_2 k_2 + \frac{3a^2}{4c^2} l_2^2 \right)}} \right)$
Quadratique et orthorhombique	$\theta = \cos^{-1} \left( \frac{\frac{h_1 h_2}{a^2} + \frac{k_1 k_2}{b^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2}}{\sqrt{\left( \frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2} \right) \left( \frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2} \right)}} \right)$

### C.12.6 Pour trouver la zone $[u v w]$ qui est perpendiculaire au plan $(h k l)$

Cubique	$\frac{u}{h} = \frac{v}{k} = \frac{w}{l}$	$\frac{h}{u} = \frac{k}{v} = \frac{l}{w}$
Hexagonal	$\frac{u}{2h+k} = \frac{v}{2k+h} = \frac{2w}{3l} = \frac{c^2}{a^2}$	$\frac{h}{2u-v} = \frac{k}{2v-u} = \frac{l}{2w} = \frac{a^2}{c^2}$
Quadratique et orthorhombique	$\frac{ua^2}{h} = \frac{vb^2}{k} = \frac{wc^2}{l}$	$\frac{h}{ua^2} = \frac{k}{vb^2} = \frac{l}{wc^2}$

### C.12.7 Relation entre les zones et les plans

Pour un plan  $(h k l)$  et qui passe par une zone  $[u v w]$ :

$$hu + kv + lw = 0$$

Pour un plan  $(h k l)$  qui coupe les zones  $[u_1 v_1 w_1]$  et  $[u_2 v_2 w_2]$ :

$$h = (u_1 w_2 - u_2 w_1) \quad k = (w_1 u_2 - w_2 u_1) \quad l = (u_1 v_2 - u_2 v_1)$$

Pour une zone  $[u v w]$  qui se trouve à l'intersection des plans  $(h_1 k_1 l_1)$  et  $(h_2 k_2 l_2)$ :

$$u = (k_1 l_2 - k_2 l_1) \quad v = (l_1 h_2 - l_2 h_1) \quad w = (h_1 k_2 - h_2 k_1)$$

### C.12.8 Conditions pour qu'une bande de Kikuchi soit visible

L'intensité d'une bande de Kikuchi peut être estimée en utilisant le modèle de diffraction cinématique [2]. [4]. Dans certains cas, on estimera que l'intensité de la structure calculée est nulle en raison de la diffusion d'un atome absorbé par un atome voisin. Dans ces cas, il est possible de prévoir quels sont les réflecteurs, ou les bandes de Kikuchi qui seront visibles et ceux qui auront un facteur de structure nul et une faible intensité (voir Tableau C.4).

ISO 24173:2009(F)

Tableau C.4 — Conditions pour visualiser une bande de Kikuchi

Type de réseau	Conditions pour visualiser une bande de Kikuchi	Exemples de plan
Centré	$h + k + l = 2n$	{1 1 0} {2 0 0} {1 1 2} {2 2 0} {0 1 3} {2 2 2} {1 2 3} {4 0 0}
Faces centrées	$h, k$ et $l$ tous impairs ou tous pairs	{1 1 1} {2 0 0} {2 2 0} {1 1 3} {2 2 2} {4 0 0} {1 3 3} {2 4 0}
Type diamant	$h + k + l$ est impair ou $h + k + l = 4n$	{1 1 1} {2 2 0} {4 0 0} {1 1 3} {2 2 4} {1 3 3} {4 4 0} {2 6 0}
Hexagonal compact	$h + 2k \neq 3n$ ou $l$ est pair	{0 0 2} {0 1 1} {1 1 0} {1 0 0} {1 1 2} {0 0 4} {0 1 3} {2 0 1} ou {0 0 2} {0 1 -1 1} {1 1 2 0} {1 0 -0 0} {1 1 -2 2} {0 0 0 4}
Face A centrée	$k + l = 2n$	
Face B centrée	$h + l = 2n$	
Face C centrée	$h + k = 2n$	

Étant donné que la plupart des logiciels EBSD emploient le modèle de diffraction cinématique pour prévoir les réflecteurs attendus, il convient de toujours considérer que ces réflecteurs peuvent être erronés, particulièrement pour des structures plus complexes. La capacité d'éditer ou d'ajouter/supprimer les réflecteurs est un outil utile, mais il convient de l'utiliser avec précaution.

NOTE 1 La structure diamant consiste en deux réseaux de Bravais CFC interpénétrés qui sont déplacés selon la grande diagonale de la maille cubique d'un quart de la longueur de la diagonale. Ce n'est pas un réseau de Bravais.

NOTE 2 Ces règles s'appliquent uniquement pour les structures simples et si les effets de double diffraction sont faibles. Par exemple, avec le silicium, le modèle cinématique prévoit que les plans {2 0 0} et {2 2 2} ne devraient pas être visibles. Comme on peut s'y attendre, les plans {2 0 0} n'apparaissent pas dans un cliché EBSD du silicium; cependant, le plan {2 2 2} est présent, mais faible, en raison de la double diffraction, comme le montre la Figure C.10.

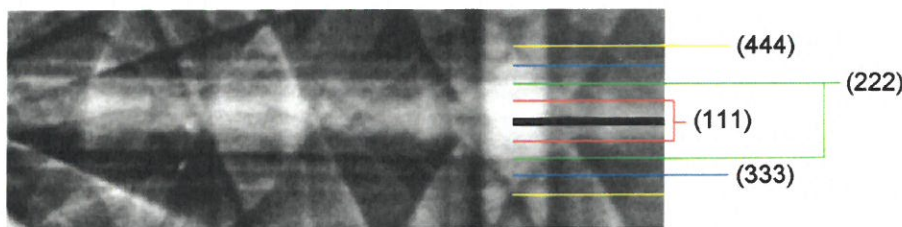


Figure C.10 — Détail d'un cliché EBSD du silicium montrant les plans (1 1 1)  
 [le plan (2 2 2) est interdit et ne devrait pas être visible]

### C.12.9 Angles cubiques interzones et interplanaires

Le Tableau C.5 présente les angles les plus courants, en degrés, entre deux zones ou deux plans dans les familles indiquées.

Tableau C.5 — Angles les plus courants entre deux zones ou deux plans

Familles		Angles interzones ou interplanaires degrés					
100	100	90,00					
	110	45,00	90,00				
	111	54,74					
	210	26,57	63,43	90,00			
	211	35,26	65,91				
	221	48,19	70,53				
	110	110	60,00	90,00			
111		35,26	90,00				
210		18,43	50,77	71,57			
211		30,00	54,74	73,22	90,00		
221		19,47	45,00	76,37	90,00		
111	111	70,53	109,47				
	210	39,23	75,04				
	211	19,47	61,87	90,00			
	221	15,79	54,74	78,90			
210	210	36,87	53,13	66,42	78,46	90,00	
	211	24,09	43,09	56,79	79,48	90,00	
	221	26,57	41,81	53,40	63,43	72,65	90,00
211	211	33,56	48,19	60,00	70,53	80,41	
	221	17,72	35,26	47,12	65,91	74,21	82,18
001	114	19,47					

ISO 24173:2009(F)

C.12.10 Informations cristallographiques de quelques phases cubiques

Phase	Laue	Groupe d'espace	Maille	Atomes
Aluminium, CFC	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a = 4,050 \text{ \AA}$	Al 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0)
Nickel, CFC	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a = 3,524 \text{ \AA}$	Ni 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0)
Cuivre, CFC	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a = 3,614 \text{ \AA}$	Cu 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0)
Fer, CFC	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a = 3,660 \text{ \AA}$	Fe 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0)
Fer, CC	m3m	229 Im $\bar{3}$ m	$a = 2,866 \text{ \AA}$	Fe 2a (0,0,0) (1/2,1/2,1/2)
Silicium	m3m	227 Fd $\bar{3}$ m	$a = 5,431 \text{ \AA}$	Si 8a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0) (1/4,1/4,1/4) (1/4,3/4,3/4) (3/4,1/4,3/4) (3/4,3/4,1/4)
Diamant	m3m	227 Fd $\bar{3}$ m	$a = 3,567 \text{ \AA}$	C 8a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0) (1/4,1/4,1/4) (1/4,3/4,3/4) (3/4,1/4,3/4) (3/4,3/4,1/4)
GaAs	m3m	216 F4 $\bar{3}$ m	$a = 5,652 \text{ \AA}$	As 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0); Ga 4c (1/4,1/4,1/4) (1/4,3/4,3/4) (3/4,1/4,3/4) (3/4,3/4,1/4)
Sphalérite, ZnS	m3m	216 F4 $\bar{3}$ m	$a = 5,400 \text{ \AA}$	S 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0); Zn 4c (1/4,1/4,1/4) (1/4,3/4,3/4) (3/4,1/4,3/4) (3/4,3/4,1/4)
Galène, PbS	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a = 5,936 \text{ \AA}$	Pb 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0) S 4b (1/2,1/2,1/2) (1/2,0,0) (0,1/2,0) (0,0,1/2)
Halite, NaCl	m3m	225 Fm $\bar{3}$ m	$a = 5,640 \text{ \AA}$	Cl 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0) Na 4b (1/2,1/2,1/2) (1/2,0,0) (0,1/2,0) (0,0,1/2)
Pyrite, FeS <sub>2</sub>	m3	205 Pa $\bar{3}$	$a = 5,418 \text{ \AA}$	Fe 4a (0,0,0) (0,1/2,1/2) (1/2,0,1/2) (1/2,1/2,0) S 8c (0,387, 0,387, 0,387) (0,113, 0,613, 0,887) (0,613, 0,887, 0,113) (0,887, 0,113, 0,613) (0,613, 0,613, 0,613) (0,887, 0,387, 0,113) (0,387, 0,113, 0,887) (0,113, 0,887, 0,387)
Titane, cubique	m3m	229 Im $\bar{3}$ m	$a = 3,31 \text{ \AA}$	Ti 2a (0,0,0) (1/2,1/2,1/2)

C.12.11 Informations cristallographiques de quelques phases hexagonales, quadratiques et orthorhombiques

Phase	Laue	Groupe d'espace	Maille	Atomes
Titane, hexagonal compact	6/mmm	194 P6 <sub>3</sub> /mmc	$a = 2,950 \text{ \AA}$ , $c = 4,681 \text{ \AA}$	Ti 2c (1/3,2/3,1/4) (2/3,1/3,3/4)
Magnésium	6/mmm	194 P6 <sub>3</sub> /mmc	$a = 3,209 \text{ \AA}$ , $c = 5,210 \text{ \AA}$	Mg 2c (1/3,2/3,1/4) (2/3,1/3,3/4)
Zinc	6/mmm	194 P6 <sub>3</sub> /mmc	$a = 2,665 \text{ \AA}$ , $c = 4,947 \text{ \AA}$	Zn 2c (1/3,2/3,1/4) (2/3,1/3,3/4)
BaTiO <sub>3</sub> , quadratique	4/mmm	99 P4mm	$a = 3,995 \text{ \AA}$ , $c = 4,034 \text{ \AA}$	Ba 1a (0,0,0); O 2c (1/2, 0, 0,486) (0, 1/2, 0,486); Ti 1b (1/2, 1/2, 0,512); O 1b (1/2, 1/2, 0,023)
Étain	4/mmm	141 I4 <sub>1</sub> /amd	$a = 5,832 \text{ \AA}$ , $c = 3,181 \text{ \AA}$	Sn 4a (0,0,0) (1/2,1/2,1/2) (0,1/2,1/4) (1/2,0,3/4)
YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub>	mmm	47 Pmmm	$a = 3,818 \text{ \AA}$ , $b = 3,886 \text{ \AA}$ , $c = 11,70 \text{ \AA}$	Y 1h (1/2,1/2,1/2); Ba 2t (1/2, 1/2, 0,186) (1/2, 1/2, 0,814); Cu 1a (0,0,0); Cu 2q (0, 0, 0,356) (0, 0, 0,644); O 1e (0,1/2,0); O 2q (0, 0, 0,158) (0, 0, 0,842); O 2r (0, 1/2, 0,378) (0, 1/2, 0,622); O 2s (1/2, 0, 0,379) (1/2, 0, 0,621)

### C.12.12 Relations de désorientation du réseau cubique de sites en coïncidence (CSL)

Voir la Référence [10] pour plus de détails.

$\Sigma$	Axe	Angle degrés	Angle Brandon degrés
3	[1 1 1]	60,000	8,66
5	[1 0 0]	36,870	6,71
7	[1 1 1]	38,213	5,67
9	[1 1 0]	38,942	5,00
11	[1 1 0]	50,479	4,52
13a	[1 0 0]	22,620	4,16
13b	[1 1 1]	27,796	4,16
15	[2 1 0]	48,190	3,87
17a	[1 0 0]	28,073	3,64
17b	[2 2 1]	61,928	3,64
19a	[1 1 0]	26,525	3,44
19b	[1 1 1]	46,826	3,44
21a	[1 1 1]	21,787	3,27
21b	[2 1 1]	44,415	3,27
23	[3 1 1]	40,459	3,13
25a	[1 0 0]	16,260	3,00
25b	[3 3 1]	51,684	3,00
27a	[1 1 0]	31,586	2,89
27b	[2 1 0]	35,431	2,89
29a	[1 0 0]	43,603	2,79
29b	[2 2 1]	46,397	2,79
31a	[1 1 1]	17,897	2,69
31b	[2 1 1]	52,200	2,69
33a	[1 1 0]	20,050	2,61
33b	[3 1 1]	33,557	2,61
33c	[1 1 0]	58,992	2,61
35a	[2 1 1]	34,040	2,54
35b	[3 3 1]	43,230	2,54
37a	[1 0 0]	18,920	2,47
37b	[3 1 0]	43,130	2,47
37c	[1 1 1]	50,570	2,47
39a	[1 1 1]	32,210	2,40
39b	[3 2 1]	50,130	2,40
41a	[1 0 0]	12,680	2,34
41b	[2 1 0]	40,880	2,34
41c	[1 1 0]	55,880	2,34
43a	[1 1 1]	15,180	2,29
43b	[2 1 0]	27,910	2,29
43c	[3 3 2]	60,770	2,29
45a	[3 1 1]	28,620	2,24
45b	[2 2 1]	36,870	2,24
45c	[2 2 1]	53,130	2,24
47a	[3 3 1]	37,070	2,19
47b	[3 2 0]	43,660	2,19
49a	[1 1 1]	43,580	2,14
49b	[5 1 1]	43,580	2,14
49c	[3 2 2]	49,220	2,14

ISO 24173:2009(F)

## Bibliographie

- [1] Norme nationale chinoise GB/T 19501-2004, *General guide for electron backscatter diffraction analysis*
- [2] RANDLE, V. "Electron Backscatter Diffraction, Guide Book Series", édité par Oxford Instruments, Microanalysis Group, 1994
- [3] KATRAKOVA, D. et MÜCKLICH, F. "Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction", *Metals, Prakt. Metallogr.*, Part 1: 38 (2001) 10: 547-564; Part 2: 39 (2002) 12: 644-662
- [4] SCHWARTZ, A.J. , "Electron Backscatter Diffraction in Materials Science", Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000, ISBN 0-306-46487-X
- [5] RANDLE, V. "Microtexture Determination and Its Applications", Maney Publishing, 2003, ISBN 1902653831
- [6] RANDLE, V. et ENGLER, O. "Texture Analysis, Macrotexture, Microtexture & Orientation Mapping" Taylor & Francis, 2000, ISBN 9056992244
- [7] MCKIE, D&C, "Essentials of Crystallography", Blackwell Scientific Publishers, 1986, ISBN 0-632-01574-8
- [8] PHILIPS, F.C., "An Introduction to Crystallography", fourth edition, Edinburgh, Oliver & Boyd. 1971
- [9] HAMMOND, C., "The Basics of Crystallography and Diffraction", IUCr, 1997, ISBN 0-19-855945-3
- [10] BRANDON, D.G., "The Structure of High-angle Grain Boundaries", *Acta Metall.*, 14 (1966):1479-1484
- [11] HOUGH, P.V.C., "Method and Means for Recognizing Complex Patterns", US patent 3,069,654
- [12] LEAVERS, V.F., "Shape Detection in Computer Vision Using the Hough Transform", Springer-Verlag, 1992, ISBN 3-540-19723-0
- [13] PRIOR, D.J. BOYLE, A.P. BRENKER, F. CHEADLE, M.C. DAY, A.P. LOPEZ, G., "The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks" *American Mineralogist*, 84 (1999):1741-1759
- [14] TIAN, Q. YIN, F. SAKAGUCHI, T. NAGAI, K., "Reverse transformation behavior of a prestrained MnCu alloy", *Acta Mater.*, 54 (2006): 1805-1813
- [15] DINGLEY, D. et FIELD, D.P., "Electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy", *Mater. Sci. Tech.*, 13 (1997): 69-78
- [16] LE PAGE, Y., "Ab-Initio Primitive Cell Parameters from Single Convergent-Beam Electron Diffraction Patterns: A Converse Route to the Identification of Microcrystals with Electrons", *Microscopy Res. Technique*, 21 (1992): 158-165
- [17] MICHAEL, J.R. et coll., "Crystal phase identification", 2001, US patent 6326619
- [18] WRIGHT, S.I. et coll., "Chemical prefiltering for Phase Differentiation via Simultaneous Energy Dispersive Spectrometry and Electron Backscatter Diffraction", 2004, US patent 6835931
- [19] DAY, A.P et QUESTED, T.E "Comparison of grain imaging and measurement using orientation and colour orientation contrast imaging, electron back scatter pattern and optical methods" *J. Microscopy* 195 (1999): 186-196

- [20] ASTM E 3-01, *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*
- [21] ASTM E 1558-99, *Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens*
- [22] Application note *Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Analysis*, prepared by TSL (<http://new.ametek.com/content-manager/files/EDX/specimenpreparation.pdf>)

**ISO 24173:2009(F)**

---

**ICS 71.040.50**

Prix basé sur 43 pages