



中华人民共和国国家标准

GB/T 38532—2020/ISO 13067:2011

微束分析 电子背散射衍射 平均晶粒尺寸的测定

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

(ISO 13067:2011, IDT)

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
3.1 与 EBSD 晶粒尺寸测量相关的术语	1
3.2 EBSD 测定的与晶粒和晶界有关的术语	3
3.3 晶粒尺寸测定相关术语	4
3.4 与数据修正和 EBSD 取向图不确定度有关的术语	5
4 用于晶粒尺寸测定的 EBSD 图像的获取	5
4.1 硬件要求	5
4.2 软件要求	5
5 测量 EBSD 晶粒尺寸的图像采集	5
5.1 样品制备	5
5.2 确定样品轴	6
5.3 样品台定位和校准	6
5.4 线性校正	6
5.5 初步检查	6
5.6 步长选择	6
5.7 所需角精度水平的确定	6
5.8 分析区域和图像尺寸的选择	8
5.9 测量塑性变形材料时的注意事项	8
6 分析过程	9
6.1 晶界的确定	9
6.2 原始数据的后处理	9
6.3 数据清理步骤	10
6.4 晶粒尺寸的测量	13
6.5 数据的发布	13
7 测量不确定度	13
8 分析结果的报告	14
附录 A (资料性附录) 晶粒尺寸的测量	15
参考文献	17

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 13067:2011《微束分析 电子背散射衍射 平均晶粒尺寸的测定》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 21636—2008 微束分析 电子探针显微分析 (EPMA) 术语 (ISO 23833:2006, IDT)

——GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求 (ISO/IEC 17025:2005, IDT)

——GB/T 27788—2011 微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则 (ISO 16700:2004, IDT)

——GB/T 30703—2014 微束分析 电子背散射衍射取向分析方法导则 (ISO 24173:2009, IDT)

本标准由全国微束分析标准化技术委员会 (SAC/TC 38) 提出并归口。

本标准起草单位：中国宝武钢铁集团中央研究院、上海发电设备成套设计研究院、中国科学院上海硅酸盐研究所。

本标准主要起草人：姚雷、张作贵、曾毅、郑芳。

引 言

工程材料的晶粒尺寸和分布显著影响其力学和电磁性能,例如材料的强度、韧性和硬度这些重要的力学性能。块状材料和薄膜,即使是很窄的二维结构,其性能也受晶粒尺寸的影响。因此,对于材料的晶粒尺寸和分布测定需要有标准的方法和统一术语。本标准规范了应用电子背散射衍射取向分布图测定平均晶粒尺寸的程序。

微束分析 电子背散射衍射 平均晶粒尺寸的测定

1 范围

本标准规定了用电子背散射衍射法(EBSD)对抛光截面进行平均晶粒尺寸的测定方法,包含与晶体试样中的位置相关的取向、取向差和花样质量因子的测量要求^[1]。

注 1: 使用光学显微镜测定晶粒尺寸已为大家普遍接受,与其相比,EBSD 具有很多技术优势,如高的空间分辨率和晶粒取向的定量描述等。

注 2: 该方法还可用于一些复杂材料(如双相材料)的晶粒尺寸测量。

注 3: 对变形程度较大的试样进行分析时,需谨慎处理结果。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 16700 微束分析 扫描电镜 图像放大倍数校准通则(Microbeam analysis—Scanning electron microscopy—Guidelines for calibrating image magnification)

ISO/IEC 17025 检测和校准实验室能力的通用要求(General requirements for the competence of testing and calibration laboratories)

ISO 21748 在测量不确定度评估中可重复性、再现性和正确性评估的使用指南(Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation)

ISO 23833 微束分析 电子探针显微分析(EPMA) 术语[Microbeam analysis—Electron probe microanalysis (EPMA)—Vocabulary]

ISO 24173 微束分析 电子背散射衍射取向分析方法导则(Microbeam analysis—Guidelines for orientation measurement using electron backscatter diffraction)

3 术语和定义

ISO 24173 和 ISO 23833 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1 与 EBSD 晶粒尺寸测量相关的术语

3.1.1

步长 step size

在 EBSD 图像数据采集过程中,获得单独 EBSD 花样相邻两点之间的距离。

3.1.2

像素 pixel; picture element

EBSD 取向图中与步长相关的最小面积单元,电子束停留在该面积单元中心时所获得的取向测量结果构成了 EBSD 取向图的基本单元。

3.1.3

取向 orientation

待测点的晶体坐标轴与参考坐标系(通常指样品坐标轴)之间夹角关系的数学描述。

3.1.4

标定 indexed

由某像素的 EBSD 花样计算得到的取向满足预定的可靠性阈值。

3.1.5

标定可靠性 indexing reliability

表示标定软件自动分析结果置信度/可靠性的数值。

注: 该参数在不同 EBSD 制造商之间会有所不同,但是可包含:

- 衍射晶面的试验测量夹角与对应的经 EBSD 软件数据库取向计算得到的夹角之间的平均差值。
- EBSD 花样中,与已取向相匹配的菊池极(三条菊池带的交叉点)数量,和与次优解相匹配的菊池极数量的差值,除以总的菊池极数量所得的商。

3.1.6

取向图 orientation map

晶体取向图 crystal orientation map

分析区域内对每一像素逐点进行晶体取向测量数据的图像[见图 1 b)~图 1 f)],描述了每一像素点与参考坐标系间的晶体学关系。

3.1.7

花样质量 pattern quality

衍射花样中,测量的衍射带的锐度或衍射花样衬度范围。

注: 不同的商业软件中也使用不同的术语,例如带衬度、带斜率和图像质量。

3.1.8

花样质量图 pattern quality map

分析区域内对每一像素逐点进行 EBSD 菊池花样采集得到的数据图像[见图 1 a)],描述了每一像素点的花样质量。

注 1: 由于花样质量会随着取向发生改变,也会在一些特征位置(如晶界)处发生改变,因此花样质量图可给出晶粒形状和晶粒大小的信息。

注 2: 花样质量图还可以给出变形量较大区域和存在残留划痕等制样不当区域的相关信息。

注 3: 细小晶粒或特征也会影响花样质量图。

3.1.9

伪对称 pseudosymmetry

由于 EBSD 花样内在相似性而标定为不同结果的可能性。

注 1: 伪对称通常是指主晶带轴位于花样中心时,(样品)具有某些晶体取向时出现的问题。典型例子如六方结构的 $\{0001\}$ 晶轴和立方结构的 $\langle 111 \rangle$ 晶轴。

注 2: 轴比 $c/a \approx 1$ 的高对称四方晶体结构也易出现 EBSD 花样的伪对称。

3.1.10

取向差 misorientation

两种晶体坐标系位向的差,通常用一个角/轴对来表示。

3.1.11

取向差角 disorientation

由于晶体的对称性,可以有多个轴/角对代表相同的取向差,在这种情况下,具有最小角度的取向差。

注 1: 对于大多数晶体的对称性而言,有多个与最小取向差角相对应的对称轴。

注2：取向差和取向差角通常可相互替换。取向差角是更缜密的术语，但取向差更常用。

3.1.12

前散射成像 forescatter imaging

由样品中逸出的电子所产生的取向衬度。

3.1.13

电子通道衬度像 electron-channelling contrast imaging; ECCI

进入样品的电子所产生的取向衬度。

3.1.14

桶形畸变 barrel distortion

图像中心和边缘区域的横向放大倍率存在差异，且边缘区域的横向放大倍率小于中心区域的现象。

注：视场中央的方形物体呈现桶形（即侧边外凸）。

3.1.15

枕形畸变 pincushion distortion

图像中心和边缘区域的横向放大倍率存在差异，且边缘区域的横向放大倍率大于中心区域的现象。

注：视场中央的方形物体呈现枕形（即侧边内凹）。

3.2 EBSD 测定的与晶粒和晶界有关的术语

3.2.1

晶界 grain boundary

EBSD 取向图中分隔相邻区域的线，该线两侧的点的取向差角大于用于定义晶界的最小角度。

3.2.2

晶粒 grain

由具有相近取向（允许公差之内）的点构成的区域，由晶界完全封闭，其尺寸大于所定义的最小尺寸，小于该尺寸的奇异点（通常为标定差的点）在晶粒尺寸分析时通常被去除。

3.2.3

亚晶界 sub-grain boundary

一个晶粒中具有不同取向相邻区域的分界线。线两侧点的取向差小于定义的晶界最小角度，但大于所定义的亚晶的角度。

注：实际上，亚晶界是一种比所定义的晶界具有更小取向差的晶界，是特征取向差的线性表示。

3.2.4

亚晶粒 sub-grain

完全由大于最小亚晶界取向差角的晶界包围、具有相似取向的点构成的区域。

3.2.5

特殊晶界 special boundary

具有特殊取向关系（允许一定的偏差范围）的两个晶粒之间的边界，这种特殊取向关系与这些晶粒的标定有关。

3.2.6

孪晶界 twin boundary

一种特定情况下的特殊晶界，是具有相互关联（基于某一对称规则）晶体取向关系的晶粒间的特殊晶界。此情况下晶界本身是一个特定的晶体取向面（对于两个晶粒来说），通常情况下其中一个晶粒是另一晶粒的镜像。

注：例如，在面心立方结构中，定义一个一般孪晶的特征取向差，可以描述为在晶界平面与旋转轴垂直时绕〈111〉晶

轴旋转 60°。

3.2.7

再结晶晶粒 recrystallized grains

在消耗原变形晶粒基础上,经形核和长大过程产生的一组新的无应变的晶粒。

注:通过晶粒内部取向的测量可被用于区分变形晶粒和未变形晶粒。

3.2.8

相 phase

材料中具有相同晶体结构和化学组成,且物理上均质的体积组元。

3.3 晶粒尺寸测定相关术语

描述平均晶粒尺寸有很多种方法。本条款列出了较常用的术语,关于其他术语、可用标准和这些方法用于特定形状和分布晶粒适用性的更多细节可参考附录 A。

3.3.1

线截距 line intercept

穿过一晶粒的直线与该晶粒两侧晶界相交的两个点之间的距离。

注:详见 ASME E112。

3.3.2

等效圆直径 equivalent circle diameter

D_{circle}

与晶粒截面积等值的圆的直径,由式(1)给出:

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

式中:

A ——该晶粒的面积。

注:ASME 晶粒尺寸级数 G ,由下式给出:

$$G = -6.64 \log_{10} D_{\text{circle}} - 2.95$$

式中:

D_{circle} ——以 mm 为单位的测量值。

3.3.3

费雷特直径 Feret diameter

在某一给定方向与颗粒边界两侧相切的两条平行线之间的垂直距离。

注 1:也被称为卡尺直径。

注 2:也使用费雷特直径的不同变体。例如,费雷特直径可在垂直和水平方向上测量,或者在任何成直角的两个方向上测量。

3.3.4

晶粒形状 grain shape

通过对晶粒进行椭圆拟合,测得的短轴与长轴的长度之比。

注 1:也指晶粒伸长率。

注 2:其数值在 0~1 之间。

注 3:有几种晶粒椭圆拟合的方法,不同的方法会导致长宽比测量上的微小差异。

3.3.5

晶粒形状取向 grain shape orientation

晶粒椭圆拟合的长轴与水平方向之间的夹角,通常沿逆时针方向测量。

3.4 与数据修正和 EBSD 取向图不确定度有关的术语

3.4.1

误标定 **misindexing**

对所测 EBSD 花样的取向或相的错误识别。

注：这可能有多种原因，如伪对称影响、试图标定质量差的花样或者试图标定来自于标定软件中未有的某一相的花样。

3.4.2

未标定 **non-indexing**

由于 EBSD 花样质量不佳导致的某一取向的未识别。

注：这可能是由于多种原因造成的，如样品表面的粗糙度、表面附着物、晶界处的花样重叠、由于应变引起的花样质量变差或者来自于预料之外的物相的花样等。

3.4.3

数据清理 **data cleaning**

按照一套给定参数(特别是基于一定量邻近测试点的相、取向等信息特征)对图像中未标定和误标定的点进行处理的过程[见图 1 b)~图 1 f)]。

注：大量的术语已在基于不同数据清理功能(包括噪声去除、外推、扩展和吞蚀)的各种商业软件包中使用。

4 用于晶粒尺寸测定的 EBSD 图像的获取

4.1 硬件要求

设备应能采集 EBSD 花样,并进行花样标定(确定取向);还能使电子束在样品表面扫描或者保持电子束不动而样品台进行扫描(这种情况不常见)而获得 EBSD 面分布图。关于对设备的要求,可参考 ISO 24173:2009。

4.2 软件要求

4.2.1 软件应可将取向数据(或者其他参数,例如与每一幅衍射花样相对应的花样质量)以图像分布形式显示出来。

4.2.2 软件可校正误标定像素点或充填未标定像素点(见 6.2 和 6.3)。

4.2.3 软件应可依据选定的准则用取向数据来定义晶界的位置。

4.2.4 软件应可将由一组晶界像素点围成的相连像素点区域识别为晶粒,并能测定晶粒尺寸参数。对位于图像边缘的不完整晶粒进行测量时,可进行去除或加权等特殊处理。

5 测量 EBSD 晶粒尺寸的图像采集

5.1 样品制备

为使每个像素点得到精确标定,应对材料进行表面处理,以得到质量高、标定可靠的 EBSD 花样。使用者应选定并报告标定可靠性的判据。

样品表面制备方法取决于材料及其制备条件,如热处理等。可参考关于抛光和腐蚀的标准以及 ISO 24173:2009 的附录 B。应避免晶界的过腐蚀,其可能会导致未标定点和误标定点的产生,降低晶界标定的可靠度。

如果有必要,样品可在表面镀一层薄的导电涂层(如碳膜)以防止荷电和电子束漂移,这样可避免图像的扭曲。

5.2 确定样品轴

如样品已知有强织构,如经机械热处理,则样品的该织构方向轴应在样品制备前确定,以便 EBSD 测量时以该轴作为参考。该样品轴通常指轧制方向、生长方向或者主应力方向。

5.3 样品台定位和校准

该过程应遵循 ISO 24173 中的规定。样品按预定方向固定在扫描电镜样品台上,保证样品轴和样品台轴确定关系。在图像采集的工作距离下,应已校准 SEM 和 EBSD 图像的放大倍数;在该工作距离下 EBSD 系统对衍射花样的标定也应已进行校准。

校准的目的是检验获得的花样没有畸变的影响,同时确保样品的倾斜角度是正确的。文献[13]讨论了边缘畸变问题。

样品倾斜对与倾斜轴垂直的样品表面方向上的图像放大倍数有着显著影响。应谨慎地准确测量样品倾斜角度。

注:在 70°倾角时,1°倾角的变化会导致采集图像时与倾斜轴垂直的样品表面方向上步长尺寸约 5%的变化。

5.4 线性校正

按照 ISO 16700 中的建议进行。

5.5 初步检查

样品初始状态检查是用来确定一组初始的取向图数据采集参数,使其对一个包含具有统计意义数量晶粒的区域进行分析时,能在可接受时间内得到的数据达到可接受的准确度。

可参考 ISO 24173 中测量取向所需的信息。

5.6 步长选择

5.6.1 如果晶粒尺寸和形状未知,可通过其他快速图像成像技术来进行晶粒尺寸和形状的近似评估。光学显微镜可对仅轻抛光的区域或 EBSD 检验区相毗邻的腐蚀区域进行检查。前散射^[10]或电子通道衬度像(通过安装于 EBSD 探测器上的二极管得到)或样品吸收电流像,都可相对快速地形成取向图。

作为成像的一种替代,一些 EBSD 软件提供了一种图像模式下的线截距法,可进行近似晶粒尺寸的快速测量。

5.6.2 除非需要了解最细小的晶粒尺寸信息,一般应根据平均晶粒尺寸来选择步长。通过截线和面积来定义晶粒,步长选择均基于用于定义一个晶粒的像素点的最小数量。也可参见 6.3 和图 1 d)、图 1 e)、图 1 f)中步长选择的影响。

预扫描时步长选择的简单规则是步长应小于近似平均尺寸的 10%^[2]。为确认选择步长的有效性,应在几种步长条件下对同一个区域反复多次扫描,并确定最大尺寸,在步长小于该尺寸时测定的平均晶粒尺寸不会产生明显变化。该方法确定的步长对晶粒尺寸测量的准确性有直接影响。

5.6.3 选择步长时,还应考虑系统的空间分辨率。步长最好大于 SEM 电子束与待测材料的作用范围,其范围由待测材料种类和扫描电镜参数(如灯丝类型、加速电压和光阑尺寸)决定。

5.7 所需角精度水平的确定^[7,8]

EBSD 花样采集(包括花样多帧平均化)的速度影响菊池带边缘探测的精度,进而影响取向的角精度。其他因素,如 Hough 分辨率和与取向计算时所选的用来匹配的菊池带条数,也对计算时间和角精度产生影响。

如果采集和计算时间太长,样品漂移问题将显著增加。这样在某一给定时间内采集点会变少,从而

降低了采集数据的统计性。为了减少漂移,建议样品有良好的接地路径并安全固定于样品台上。避免使用碳导电胶。对绝缘样品表面应镀一薄碳层。

如果时间太短,那么标定可靠性会降低。参数设置应综合考虑上述两种对立因素,并做好记录。

为了节省时间,在图像扫描过程中 EBSD 花样可在未标定状态下保存,并随后进行离线标定,用于研究上述参数对标定精度的影响。

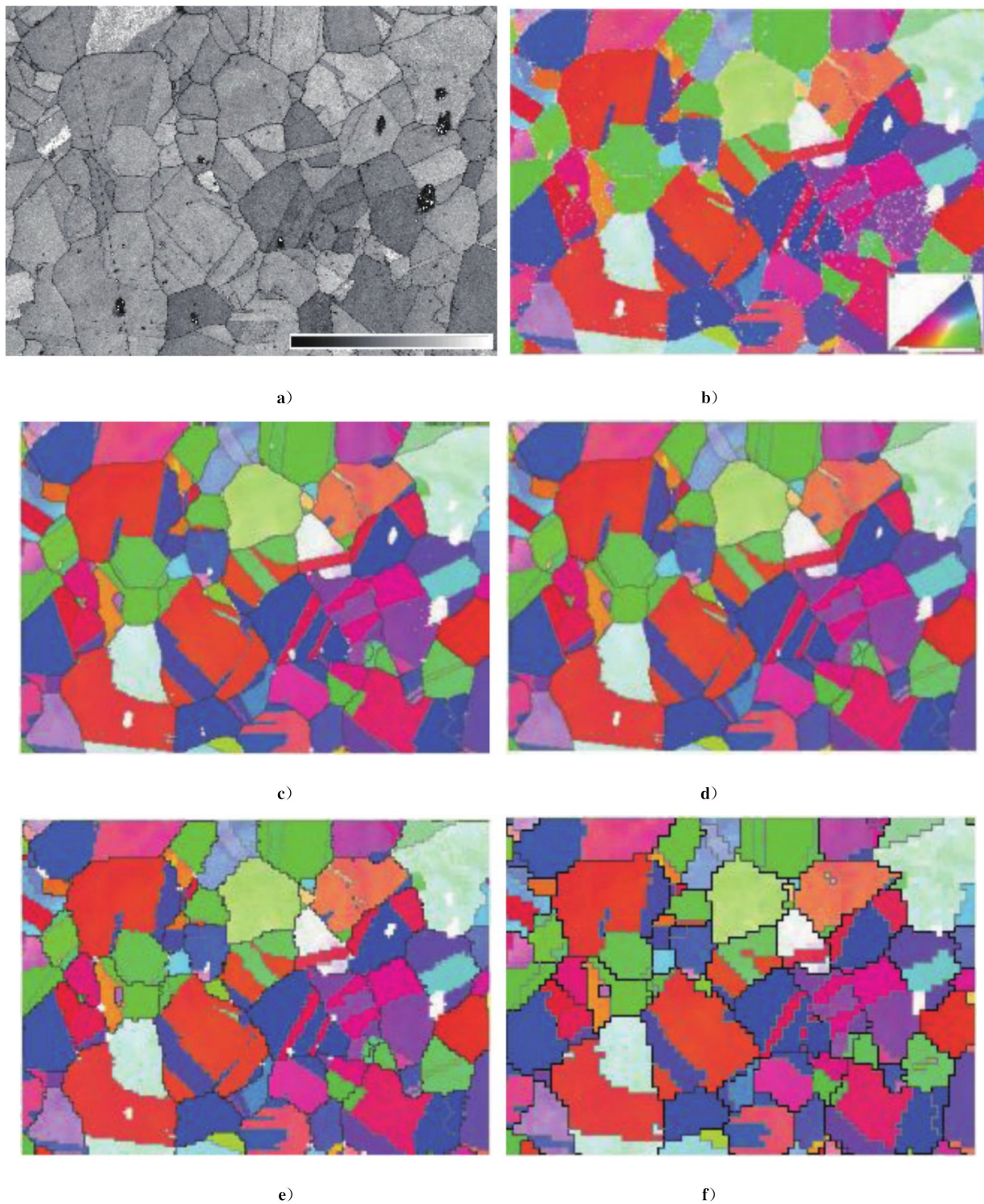


图1 一种 Ni 合金在不同条件下的 EBSD 图像

说明:

- a) 花样质量图(包含 256 灰度水平中 20~160 的灰度范围),步长为 $0.5\ \mu\text{m}$;
 - b) 同组数据的原始取向图(标定率 96.7%)含有未标定点(白色点),包含反极图表示取向的颜色(样品法向,右下角图例);
 - c) 图 1 b)中去除小于 3 个像素点的区域,并以该点周围临近六个像素点的平均取向替代未标定像素点(标定率 99.3%);
 - d) 与图 1 c)相似,但以该点周围两个而非六个最近像素点取向替代未标定像素点后的图像(标定率 99.8%);
 - e) 步长为 $1\ \mu\text{m}$ 时相同区域的 EBSD 扫描图像;
 - f) 步长为 $2\ \mu\text{m}$ 时相同区域的 EBSD 扫描图像。
- c)~f)全部采用了 b)中所示的取向标注,另外,图中取向差角大于 10° 的晶界用黑色表示,孪晶界($60^\circ \pm 1^\circ$, $[111] \pm 1^\circ$)用灰色表示。

图 1 (续)

5.8 分析区域和图像尺寸的选择

所选择的分析区域应代表整体微观结构。如果对样品的不同区域进行了分析,则应记录分析区域与样品几何形状的对应关系。

对于常规截线测量法,建议(如 ASTM E112)选择三个以上视场,测量至少 50 个晶粒。通过测量 500 个~1 000 个晶粒,可显著提高区域分析精度。另外,作为置信水平的总不确定度由视场间的变化决定,通过增加分析视场的数量可降低总不确定度。

由于 EBSD 图像可测量某一给定区域内所有晶粒的尺寸,通常情况下,50 个晶粒的最小数量可很容易超过,从而可以采用大面积分析的方法进行快速测量。移动平均图的使用可有利于显示一个稳定的、可重复的数值。在低放大倍率下,图像边缘的取向测量误差将会增加。有些采集软件可允许对这些影响通过校准进行修正。有时候最好采用较高倍率下、在更小的区域内测量更多的视场以获得更低不确定度的平均值。

需要一种在图像边缘进行量化晶粒的方法^[3],通常其不考虑在图像边缘被切割的晶粒。由于计算时不考虑图像边缘被切割的晶粒,如果某个取向图中包含的晶粒数量较少,那么就容易导致平均晶粒尺寸结果出现较大偏差。如果晶粒尺寸分布范围较大,那么这一点尤为重要。这种偏差的发生可通过 Miles-Lantuejoul 修正^[4]来补偿,该修正将每一个颗粒赋予一个相应的权重(权重正比于该颗粒被包含在测量区域内的可能性)。

有些设备和软件可将相邻区域的 EBSD 图像拼接到一起,但应避免使用这种处理方法,因为用该方法拼接的图像会产生对齐错误和虚假晶界。由于晶粒尺寸是一个统计量值,实际应用中最好是对几个独立区域分别测量。

注 1: 如果统计工具可用来减少拼接图像过程中的误差,这种拼图方法会更有意义。

注 2: 图像对齐的难点可能会来自过低的放大倍率、图像产生畸变(如枕形和桶形畸变)、扫描旋转或者错误的 SEM 设置(该设置会导致扫描过程中较差的正交性)等。

5.9 测量塑性变形材料时的注意事项

对于一个严重损伤的样品,如塑性变形材料,可能很难获得良好的衍射花样。这使得花样无法正确被标定或导致取向和相的错误判断。6.2 和 6.3 考虑了这种情况下的图像处理方法。但应该注意的是,在这种情况下,如果有超过 10% 的像素点的标定可靠性低,这种处理会使结果产生偏差,准确度显著降低。

此外,变形常会形成新的晶界和亚晶界。因为晶界角的含义会随着材料类型和关注的性能的变化而变化,所以没有普遍一致的取向差角来定义这些晶界。

因此对于变形材料而言,即使获得高标定率的结果,晶粒尺寸的任何测量数据中都应具体说明用来定义晶界的取向差角。

严重变形的显微结构也会表现出明显的各向异性,为了能使晶粒尺寸的结果有代表性,应给出几种晶界取向差角的定义。

特别是在高温下,变形会进一步导致无应变再结晶晶粒的形成。这种情况下,这些晶粒的尺寸可能会显著大于初始的晶粒尺寸,导致晶粒尺寸呈双峰分布,这需要在不同步长下扫描图像来解决这个问题。

6 分析过程

6.1 晶界的确定

6.1.1 晶界角度

在遵循上述步骤后,通过采集数据可以形成相应图像,如取向图,图中可以得到晶界等信息。这需要对各种不同类型晶界的取向差角进行定义。相关原则将在下文中给出,但不管是采用这些原则还是其他方法,用来测定晶界尺寸的定義和程序都应和结果一起给出。

对于简单等轴晶组织,如完全再结晶的金属或未变形的铸态金属,用来定义晶界的取向差角可设定为 5° 。对于这些类型的材料,有证据表明取向差角在 5° 和 15° 之间变化对平均晶界尺寸的影响很小^[5]。

对于具有更加复杂晶粒组织的其他材料,根据材料不同,取向差角一般选择较大的角度,常用 10° 或 15° 。研究晶粒尺寸测量结果与取向差角的关系,对分析结构信息非常有用。预设的取向差角不宜偏大,因为一旦某一择优取向被包含在该角度范围内^[11,12],会出现两组或更多组离散性数据。

6.1.2 不完整晶界的处理

在一些材料中,特别是变形后,标定的晶界可能并未延伸至完全分割两个区域,最终与另一个晶界相交结束在一个三叉晶界上。因为晶界两侧的取向差沿着晶界的长度发生了变化且降低到定义的取向差角以下。在这种情况下,可通过降低面分布图中晶界的最小角度(见 5.6)来推算晶界,如果这样有效,应在最终结果中做好记录(报告最好记录使用和不使用外推方法时对平均晶粒尺寸的影响)。然而,最好的方法是降低预定义的取向差角重新对晶粒尺寸测量,并且要注意这种处理对测量晶粒和亚晶粒尺寸的影响。

6.1.3 特殊晶界的处理

对于传统技术,一些特殊晶界,例如立方晶系中的孪晶界可由其形貌确定,但在测量晶粒尺寸时容易被忽略。而 EBSD 可定量地测量角/轴,所以此类晶界较容易辨别,从而在统计晶粒尺寸时将其排除。然而,角/轴的测量值与理想值存在一定的偏差。因此应定义并记录偏差允许范围(例如 $\langle 111 \rangle 60^\circ$,偏差 $\pm 2^\circ$)。还应注意如下事项:

- a) 当晶界取向差在定义的允许误差范围内,EBSD 会将其标定为孪晶。然而传统的光学显微镜则不会,因为其典型的孪晶形貌并不明显。通过使用满足孪晶面要求的一条迹线来确定孪晶界^[9],可降低这种影响;
- b) 若 a) 中涉及的晶界被去除后,所测得的晶粒尺寸将比包含孪晶界的测得晶粒尺寸大。

6.2 原始数据的后处理

在 EBSD 取向图中,不可能每一个像素点都被正确标定。除每一个像素标定的取向测量误差之外,还有一些像素无法进行标定。这些像素的相对比例将取决于样品制备、样品属性、扫描电镜操作条件和

EBSD 标定参数。

在简单的再结晶样品中,通常 95% 的像素能获得可接受的高可靠性标定水平。这应是所有 EBSD 图像的分析目标,但在很多情况下这个水平无法达到。如果使用未经 6.3 中所述的数据清理步骤处理的原始数据来确定晶粒尺寸,可能会产生严重的误差。同样地,对原始数据错误或过多的处理会显著改变最终测量尺寸值。

注:在多相材料中,对不同相需采取不同的处理,对每一相采用独立的数据集。

6.3 数据清理步骤

6.3.1 去除所有尺寸小于一定值(由用户定义,一般为 3 个~5 个像素)的晶粒。参见 6.3.4 中关于图像处理后最小晶粒去除的规定。应记录阈值和去除晶粒的数量。

6.3.2 标定某一被 x 或更多个相同取向像素包围的未标定的像素,这里的 x 值取决于绘图(正方形或六边形)时所使用的网格。如果这个过程重复进行几次,就必须小心处理(对于在晶界处的未标定点,通常一次处理已足够)。标定百分比的增加不应该超过一定比例,通常是 5%。应记录以这种方式标定时的百分比。

应依据需要测量的晶粒尺寸的信息对数据清理(有可能引入假象)的影响进行评价(例如,相对整个直方图,平均值可能对数据清理不敏感,尤其对于小晶粒尺寸)。应记录通过原始数据分析给出的晶粒尺寸直方图,用以评价任何由于数据清理可能带来的假象。

6.3.3 也可以通过使用取向过滤器(如 Kuwahara 过滤器^[6])来减小取向测量中的误差。这对于严重变形样品尤为重要。如选用过滤器,应在结果予以标注。

Kuwahara 过滤器可能在取向图中会引入对角对称的特征,应小心检查该特征在显微组织是否存在,例如通过前散射图像或者 EBSD 花样质量图检查。

6.3.4 在计算晶粒尺寸时,需要设定最小的晶粒尺寸。对于传统截距测量法,测量的最小推荐长度是 10 个像素(这样,在最坏情况下, $a+1$ 像素误差在一端,而 $a-1$ 像素误差在另一端,会产生 20% 的最大误差),该情况下最小晶粒面积域由 100 个像素组成。然而,已经证明由于 EBSD 可以对晶粒内每一像素点都进行有效的取向测量。所以统计最小面积大于 10 个像素的所有晶粒都可以给出有效的结果。10 个像素的区域内,像素误差(改变小尺寸晶粒的真实尺寸)仅为 5%。

因此,计算晶粒尺寸时应包含分析区域内所有大于 10 个像素的晶粒。这与传统图像分析基本一致。对于正方形网格,传统图像分析中考虑的最小对象尺寸为 9 个像素点,对于六方形网格是 7 个像素点(以避免由单层像素完全删除一个物体带来的侵蚀)。

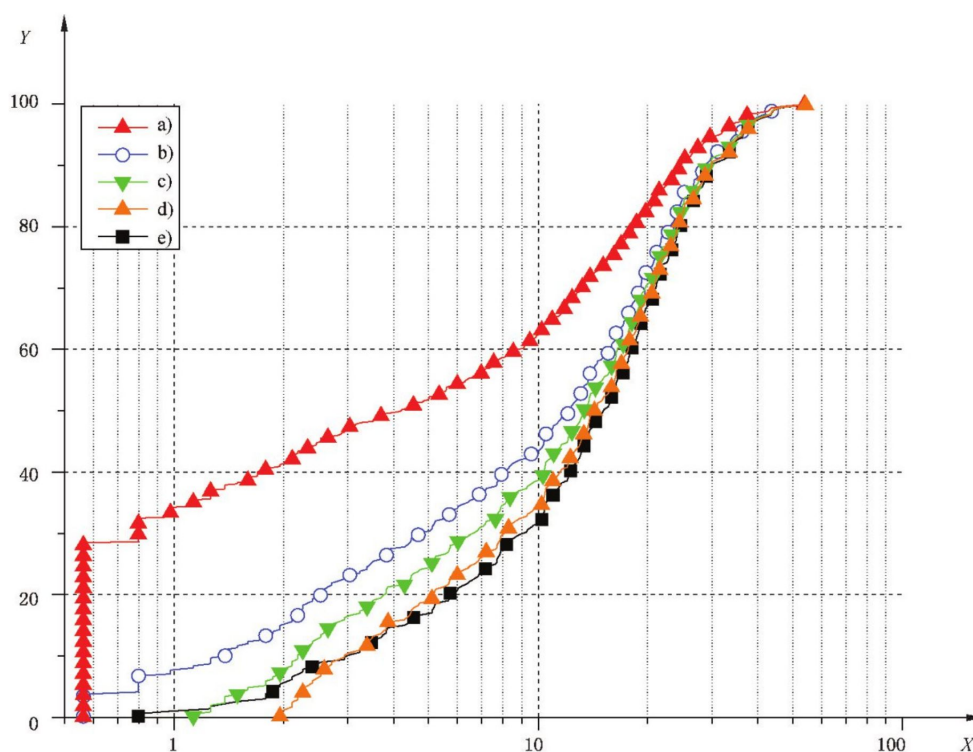
6.3.5 显示(a)大于 10 个像素晶粒和(b)小于 10 个像素晶粒的图像应与衍射花样质量图一起研究,该衍射花样质量图可突出从计算中删除的任何数据的重要性。

6.3.6 所有与图像边界相交的晶粒都应排除在晶粒尺寸的计算之外(见 5.8)。

6.3.7 图 2~图 4 给出了一些例子来说明上述后处理方法对晶粒大小测量结果的影响(基于图 1 镍材料取向图)。

对于如图 1 b)~图 1 d)所示的较大分析区域内(步长为 $0.5\ \mu\text{m}$)取向分布图,采用不同后处理方法后得到的累积晶粒截面分布如图 2 所示:

- a) 原始数据;
- b) 去除单个孤立的像素点,如某点周围 5 个相邻像素点被标定,该像素点应被视为未标定;
- c) 同 b)的标定方法,但是去除 3—像素簇;
- d) 同 b)的标定方法,但是去除 10—像素簇;
- e) 如 b)的标定方法,但是去除具有少于或等于 2 个相邻晶粒的所有晶粒。



说明:

X —— 晶粒尺寸(圆当量直径),单位为微米(μm);

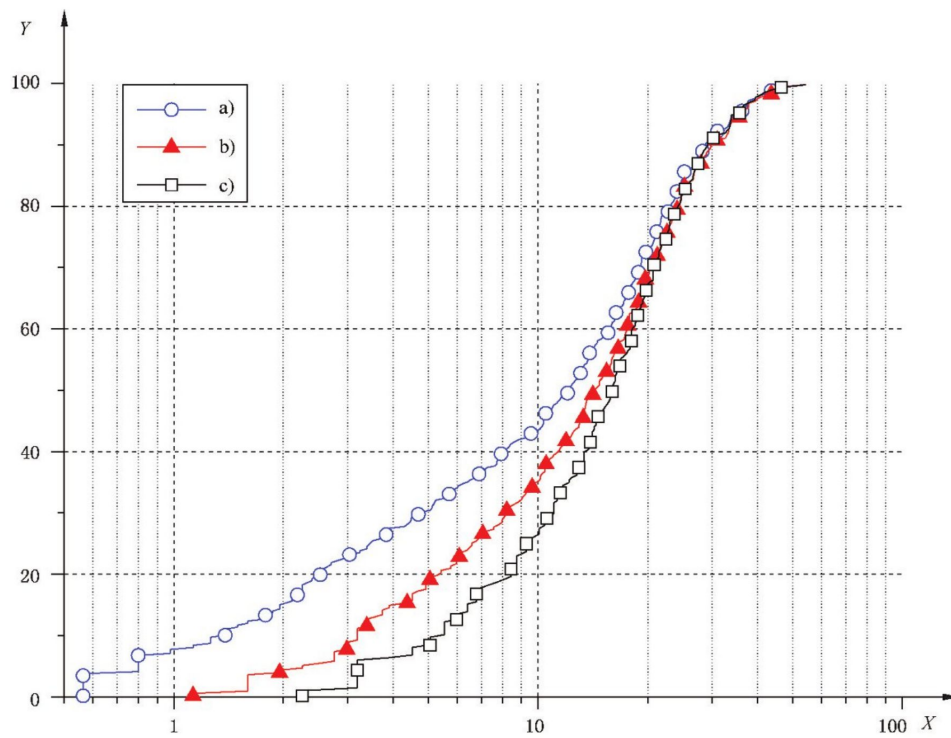
Y —— 累积概率,%。

图 2 不同数据清理方法导致的累积晶粒尺寸分布

图 3 为采用 $0.5\ \mu\text{m}$ 、 $1\ \mu\text{m}$ 、 $2\ \mu\text{m}$ 等不同步长在同一区域获得的取向图上进行分析后得到的累积晶粒尺寸分布图($0.5\ \mu\text{m}$ 步长的数据与图 2 中一致),其图像数据处理步骤包括去除单个孤立像素,如某点周围 5 个相邻像素被标定,该像素点被视为未标定。结果如表 1 所示。

表 1 采用不同数据清理方法(如图 2 所示)得到的晶粒尺寸平均值(等效圆直径)

数据清理方法		$0.5\ \mu\text{m}$		$1.0\ \mu\text{m}$		$2.0\ \mu\text{m}$	
		尺寸 μm	数量	尺寸 μm	数量	尺寸 μm	数量
a	原始数据	9.3	571				
b	单个像素移除	13.7	304	15.7	265	16.9	242
c	3 个像素簇移除	14.8	280				
d	10 个像素簇移除	15.7	261				
e	少于 2 个相邻晶粒的晶粒移除	16.1	250	16.6	248	17.5	231



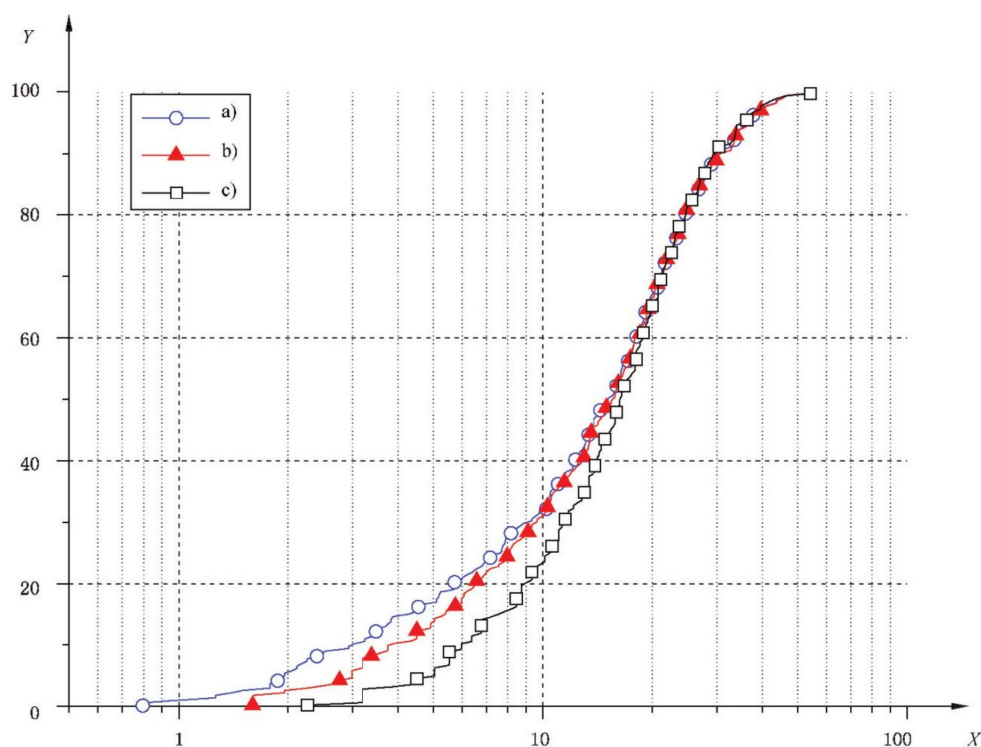
说明：

X —— 晶粒尺寸(圆当量直径),单位为微米(μm)；

Y —— 累积概率,单位为%。

图 3 不同图像步长和数据清理中单像素移除导致的累计晶粒尺寸分布

图 4 为采用 $0.5\ \mu\text{m}$ 、 $1\ \mu\text{m}$ 、 $2\ \mu\text{m}$ 不同步长在同一区域获得的取向图上进行分析后得到的累积晶粒尺寸分布图($0.5\ \mu\text{m}$ 步长的数据与图 2 中一致),其图像数据清理步骤包括去除相邻晶粒数少于两个的晶粒和扩大至去除五个相邻像素被标定的未标定像素点。



说明:

X —— 晶粒尺寸(等效圆直径),单位为微米(μm);

Y —— 累积概率,%。

图 4 由于不同图像步长和数据清理过程中移除仅有小于或等于 2 个相邻晶粒而导致的累积晶粒尺寸分布

遵循本标准,在剔除小于 10 个像素的特征或相邻晶粒数少于 2 个的晶粒后,只有步长为 $0.5\ \mu\text{m}$ 和 $1\ \mu\text{m}$ 获得的结果应给予考虑。这些方法之间的一致性优于 6%。

6.4 晶粒尺寸的测量

晶粒尺寸可以用很多方法测量,其中最为广泛报道的是基于直径的截线法、等效圆直径或费雷特直径。使用其中的哪个方法取决于其应用,以及是否与其他现有的测试方法进行过对比。

应报告任何用于晶粒尺寸金相评估标准号(参见附录 A)。

6.5 数据的发布

EBS D 会给出所有已解析晶粒的尺寸信息。应报告平均晶粒尺寸,适用情况下,也应报告尺寸分布(最大值、最小值和标准偏差)以及 95% 置信水平下的不确定度值。

如果以图形方式给出数据,应考虑同时给出像素集成直方图和累积分布,也要考虑给出晶粒尺寸与晶粒数量的关系图以及按区域晶粒尺寸与不同数量权重的关系图。

7 测量不确定度

依照 ISO 21748 进行不确定度的评估。

尽管没有进行全面的轮转比对试验,但已有的试验结果表明:在 95% 置信水平下对平均晶粒尺寸的测量获得 $\pm 10\%$ 不确定度是可能的。

影响不确定度的因素包括：

- a) 线性校正；
- b) 分辨率；
- c) 步长；
- d) 原始数据的后处理；
- e) 样品倾斜角度；
- f) 样品漂移。

8 分析结果的报告

8.1 分析结果报告应依照 ISO/IEC 17025。

8.2 应清晰注明样品制备方法、分析截面以及用于晶粒尺寸金相评估的标准号(参见附录 A)。

8.3 应注明 SEM 和 EBSD 的操作条件,如电子枪类型、加速电压、工作距离、探针电流(如可提供)、样品倾斜角度和扫描类型(电子束/样品台)、步长、放大倍数(或图像宽度)和网格形状(正方形或六边形)。还应注明用于 EBSD 标定的相和晶体学结构。报告也应说明用于可靠标定的准则和使用的数据清理方法(见 8.4)。

8.4 如客户有要求,应提供原始数据(未经数据清理)所构成的图像,以便客户检查由于数据清理过程造成的人为假象。报告所有数据清理操作,包括被清理点的百分比、最小晶粒尺寸和用于定义晶界的取向差角。

附 录 A

(资料性附录)

晶粒尺寸的测量

工程材料的晶粒尺寸和分布显著影响其力学性能,例如材料的强度、韧性和硬度这些重要的力学性能。因此,拥有一些可广泛使用的、含有统一术语的标准测试方法是重要的。关于结构测量的标准方法可确保生产出具有可重复性能的材料,并加强了工艺和结构之间的联系。在单相和多相材料中,晶粒尺寸平均值的测量是非常重要的,且存在许多已被广泛使用的标准,如 ASTM E112^[14]、ASTM E930^[15]、ASTM E1181^[16]、ASTM E1382^[17] and EN 623-3^[18]。

影响晶粒尺寸评估的因素包括晶粒的尺寸和形状以及尺寸分布。特别是,决定材料中晶粒尺寸分布影响的因素非常重要。另外,与三维形状分布相关的颗粒如何进行二维测量的知识对于如何解决与强度和韧性相关的组织均匀性(或不均匀性)问题至关重要。在测量均匀性程度方面,统一方法的缺乏明显阻碍了其最佳化利用程度。目前,通常是根据对组织图像的肉眼估计来进行主观评价。一些改进性的测试方法将会加强晶粒尺寸和晶粒尺寸分布与力学性能之间关系的根本理解。

现有两种常用的评估晶粒尺寸的方法。一种方法是基于一个等效圆直径法测量的 D_{circle} (见 3.3.2),另外一种方法是截线法(LIs)的使用。对不同方法相似性的理解将有助于通过一套统一结果的呈现实现商业化和新产品开发。截线法是基于通过沿材料表面所画直线的截距上贯穿每个晶体/晶粒的长度的数值平均。等效圆直径法是基于所有晶粒/晶体的面积的数值平均。平均面积可转化为作为尺寸测量值的等效圆直径。De Hoff 和 Rhines 在《定量显微术》^[19]中提出了在铝和铁合金中发现的一个经验关系:

$$LI = \sqrt{\bar{A}} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

\bar{A} ——平均晶粒面积。

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

$$D_{\text{circle}} = \sqrt{\frac{4}{\pi}} \sqrt{\bar{A}} = 1.13 \sqrt{\bar{A}} = 1.13 \times LI \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

一种合理的可能性是,一定比例的小晶粒可能无法在名义平面上观察到,这可能是由于分析过程失误或者由于分辨率不高造成的。对这些小晶粒的定量是非常困难的,但其对这两种测试方法的影响需要被量化。

相关的微观组织标准有:

——ASTM E112	晶粒尺寸;
——Heyn	截线法;
——Jeffries	平面法;
——ASTM E1181	双相晶粒尺寸;
——ASTM E1382	使用图像分析的晶粒尺寸;
——ASTM E930	最大晶粒尺寸;
——EN 623-3	陶瓷材料晶粒尺寸。

ASTM E1181 介绍了一些与晶粒尺寸分布相关的问题。它讨论了如下几种典型情况:

- 在细晶基体上的独立粗晶粒;
- 极大范围分布;
- 双峰分布。

还提及如下一些其他难题：

——条带组织、项链组织和产品截面上产生的系统性偏差。

ASTM E1181 还规定了对粗晶粒和细晶粒的面积百分比的评估方法，包括：

——使用分级的面积百分比对比图的比较方法；

——测量不规则图形区域的平面方法；

——数点方法。

然而，它指出对不同尺寸晶粒的面积百分比的评估是主观的且容易犯错。它提出最有效的测量截距分布的方法是使用带有数值化面板和电子笔/光标、以及带有五条平均间隔水平线的测试网格的半自动图像分析系统。截距通过尺寸分类、数据以直方图或频率绘图形式表示。

截线法经常用来测量晶粒尺寸。由于它还能提供尺寸分布信息，因此这个技术被广泛使用。人们还发现测量出的截距分布经常呈对数分布，其在对数概率坐标图上呈一直线^[20]。另一种关于截面晶粒面积的测量方法，是由 Vander Voort 和 Friel 所提出的^[21]，但这取决于用于图像分析的合适图像的获得。

EBSD 提供了一种与传统光学技术互补的方法，它可提供更高的空间分辨率和强化的晶体学信息。然而，与光学方法相比，该方法相对较慢且资金投入更高。

参 考 文 献

- [1] Randle, V., *Microtexture Determination and Its Applications*, Maney Publishing, 2003, ISBN 1902653831
- [2] Humphreys, F.J., Review: Grain and Subgrain Characterisation by Electron Backscatter Diffraction, *J. Mater. Sci.*, 36, 2001, pp. 3833-3854
- [3] Miles, R.E., On the elimination of edge effects in planar sampling, in *Stochastic Geometry*, editors E.F. Kendal and D.G. Kendall, Wiley, New York, 1974
- [4] Lantuéjoul, C., On the estimation of mean values in individual analysis of particles, *Microscopica Acta* 5, 1980, pp. 266-273
- [5] Wright, S.I., A Parametric Study of Electron Backscatter Diffraction based Grain Size Measurements, *Practische Metallographie*, 47, 2010, pp. 16-33
- [6] Humphreys, F.J., Bate, P.S., and Hurley, P.J., Orientation averaging of electron back-scattered diffraction data, *J. Microscopy*, 201, 2001, pp. 50-58
- [7] Engler, O., and Randle, V., *Introduction to Texture Analysis*, second edition, CRC press, 2009, ISBN 1420063650
- [8] Wright, S.I., and Adams, B.L., Automatic-analysis of electron backscatter diffraction patterns, *Metall. Trans. A*, 1992, 23, pp. 756-767
- [9] Wright, S.I., and Larsen, R.J., Extracting twins from orientation imaging microscopy scan data, *J. Microscopy*, 205, 2002, pp. 245-252
- [10] Day, A.P., and Quested, T.E., Comparison of grain imaging and measurement using orientation and colour orientation contrast imaging, electron backscatter pattern and optical methods, *J. Microscopy*, 195, 1999, pp. 186-196
- [11] Trimby, P.W., Prior, D.J., and Wheeler, J., Grain boundary hierarchy development in a quartz mylonite, *J. Structural Geol.*, 20, 1998, pp. 917-935
- [12] Valcke, S.L.A., Pennock, G.M., Drury, M.R., and De Besser, J.H.P., Electron back-scattered diffraction as a tool to quantify subgrains in deformed calcite, *J. Microscopy*, 224, 2006, pp. 264-276
- [13] Nolze, G., Image distortions in SEM and their influences on EBSD measurements, *Ultra-microscopy*, 107, 2007, pp. 172-183
- [14] ASTM E112 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size
- [15] ASTM E930 Standard Test Methods for Estimating the Largest Grain Observed in a Metallographic Section (ALA Grain Size)
- [16] ASTM E1181 Standard Test Methods for Characterizing Duplex Grain Sizes
- [17] ASTM E1382 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis
- [18] EN 623-3 Advanced technical ceramics — Monolithic ceramics — General and textural properties — Part 3: Determination of grain size and size distribution (characterized by the Linear Intercept Method)
- [19] De Hoff, R.T., and Rhines, F.N., *Quantitative Microscopy*, McGraw-Hill, USA, 1968, pp. 239-241
- [20] Exner, H.E., *Methods and Significance of Particle and Grain Size Control in Cemented*

Carbide Technology, Powder Metall., 13 (26), 1970, pp. 429-448

[21] Vander Voort, G.F., and Friel, J.J., Image Analysis in Measurements of Duplex Grain Structures, Materials Characterisation, 29, 1992, pp. 293-312

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
微束分析 电子背散射衍射
平均晶粒尺寸的测定

GB/T 38532—2020/ISO 13067:2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

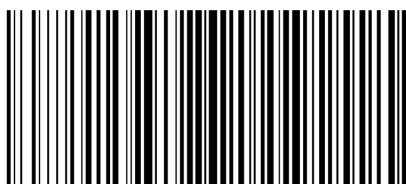
服务热线: 400-168-0010

2020年3月第一版

*

书号: 155066 • 1-64596

版权专有 侵权必究



GB/T 38532-2020