



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 36165—2018

---

## 金属平均晶粒度的测定 电子背散射衍射 (EBSD)法

Determination of average grain size of metal—  
Electron backscatter diffraction (EBSD) method

2018-05-14 发布

2019-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 目 次

|                                     |     |
|-------------------------------------|-----|
| 前言 .....                            | III |
| 引言 .....                            | IV  |
| 1 范围 .....                          | 1   |
| 2 规范性引用文件 .....                     | 1   |
| 3 术语和定义 .....                       | 1   |
| 4 原理 .....                          | 2   |
| 5 设备 .....                          | 2   |
| 6 取样 .....                          | 3   |
| 7 试样制备 .....                        | 3   |
| 8 校准与核查 .....                       | 3   |
| 9 测量步骤 .....                        | 3   |
| 10 检验报告 .....                       | 6   |
| 附录 A (规范性附录) 根据平均等积圆直径计算晶粒度级别 ..... | 7   |

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位:首钢集团有限公司、冶金工业信息标准研究院、江苏省沙钢钢铁研究院有限公司、江苏沙钢集团有限公司。

本标准主要起草人:尹立新、鞠新华、崔桂彬、栾燕、孟杨、任群、严春莲、吴园园、林涛铸、郝京丽、张珂、温娟、胡显军。

## 引 言

本标准的 EBSD 方法根据晶体取向划分晶粒,适用于所有晶体结构类型。  
本标准的 EBSD 方法对晶界很难用传统金相方法显示的金属材料较适用。  
本标准的 EBSD 方法比金相法分辨率高,适用于晶粒细小的金属材料。  
本标准还适用于复相材料主相组织平均晶粒尺寸的定量分析。

# 金属平均晶粒度的测定 电子背散射衍射 (EBSD)法

## 1 范围

本标准规定了采用电子背散射衍射(EBSD)测定晶粒度方法的原理、设备、取样、试样制备、校准与核查、测量步骤。

本标准适用于测量完全再结晶的多晶金属材料的平均晶粒度。其他能产生高质量高标定率电子背散射衍射花样的晶体材料可参照此方法执行。

## 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。

GB/T 13298 金属显微组织检验方法

GB/T 19501 微束分析 电子背散射衍射分析方法通则

GB/T 27788 微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则

GB/T 30067 金相学术语

YB/T 4377 金属试样的电解抛光方法

## 3 术语和定义

GB/T 19501 和 GB/T 30067 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**电子背散射衍射 electron backscatter diffraction; EBSD**

通过扫描电镜中电子束在倾斜(约  $70^\circ$ )样品表层激发出的菊池衍射花样确定晶体结构、取向及相关信息的方法。

### 3.2

**电子背散射衍射花样 EBSD pattern**

由菊池衍射带组成的花样,根据衍射花样的几何特征可以确定激发区域晶体的类型和取向。

### 3.3

**(晶体)取向 (crystallographic) orientation**

晶体坐标系和样品坐标系的相互关系。例如在立方晶系中,晶体的三个晶轴 $[100]$ , $[010]$ 和 $[001]$ 在样品坐标系如轧板的轧向、横向和法向的相对方位。

注:晶体取向可以有多种方法描述如欧拉角、方向余弦矩阵或旋转(罗德里格斯)矢量。

### 3.4

**取向差 misorientation**

一个数据点的取向相对另一数据点取向的转动关系,使两个晶格完全重合的最小转动角度。

3.5

**晶内最大取向差 misorientation tolerance**

晶粒内部两个相邻数据点之间取向差的最大值。

3.6

**晶粒 grain**

取向接近的相邻数据点的集合。同一晶粒内部取向是基本一致的,与相邻的晶粒之间具有一定的取向差。

3.7

**取向图 orientation map**

根据扫描网络中给每个数据点的取向定义该点的颜色,整个扫描网络形成一个显示微观取向分布的图像。

3.8

**标定 indexing**

电子束与样品内某一晶格相互作用所形成的电子背散射衍射花样与该晶格的晶体取向相匹配的过程。

3.9

**步长 step size**

$\Delta$

EBSD 扫描时相邻数据点之间的距离。

3.10

**降噪 cleanup**

用未标定点周围若干已标定点的物相和平均取向填充未标定点的过程。计算用已标定点的数量由网格类型决定,六方网格 1~6,矩形网格 1~8。

3.11

**小晶粒 grain smaller than a defined minimum**

仅有几个数据点组成的误标晶粒。

## 4 原理

4.1 用 EBSD 方法测量金属的平均晶粒度是指对样品的 EBSD 面扫描数据进行处理,根据各扫描点的取向划分晶粒。

4.2 平均晶粒度是由晶粒的平均面积计算得出,晶粒的平均面积由视场内的扫描点数量和扫描步长决定。

## 5 设备

5.1 安装有电子背散射衍射(EBSD)附件的扫描电子显微镜(SEM)。电子背散射衍射(EBSD)系统由硬件和软件组成。

5.2 EBSD 系统硬件包括探头部分和控制部分,探头部分由外表面的磷屏幕及屏幕后的 CCD 相机组成,探头将采集到的 EBSD 花样传送到计算机软件进行标定。控制部分控制电子束进行逐点扫描或控制样品台移动。

5.3 EBSD 系统软件是指计算机系统上的 EBSD 软件包,包括 EBSD 花样的采集标定软件,EBSD 数据处理软件。

## 6 取样

6.1 试样应在交货状态材料上切取。取样部位与数量按产品标准或技术条件规定。如果产品标准或技术条件未规定,则在钢材半径或边长 1/2 处截取。如对试样表面晶粒进行检测,建议试样厚度不大于 5 mm。

6.2 切取试样应避免因剪切、加热影响的区域。不能使用有改变晶粒结构的方法切取试样。

## 7 试样制备

7.1 有加工变形晶粒的试样检验平行于加工方向的检验面(纵截面),必要时还应检验垂直于加工方向的检验面(横截面)。等轴晶粒可以随机选取检验面。

7.2 试样的磨平和机械抛光按 GB/T 13298 执行,电解抛光按 YB/T 4377 执行。

7.3 试样检验面最后宜用低速机械抛光或(和)电解抛光、振动抛光、离子刻蚀等去除表面应力。试样无需侵蚀显示晶界。

7.4 试样抛光表面直径应大于 5 mm。

## 8 校准与核查

8.1 扫描电镜放大倍数的校准按 GB/T 27788 的规定执行。

8.2 EBSD 成像系统放大倍数的校准应根据相关标准或仪器说明书进行。

## 9 测量步骤

### 9.1 预估晶粒尺寸

晶粒尺寸可采用光学金相法或扫描电镜法预估。光学金相法采用光学显微镜预估晶粒尺寸。扫描电镜法可采用二次电子观察模式在水平方向直接测量晶粒直径,或采用 EBSD 附件先扫描几行预估晶粒尺寸。

### 9.2 装入试样

将样品固定在倾斜 70° 的样品台上,保证试样稳定且导电良好,然后将样品台装入样品室内,选择合适的放大倍数,动态聚焦样品视场内上中下三个区域,使得各个点均能够清晰显示。

### 9.3 选择步长

步长宜小于预估平均晶粒直径的 1/10。

### 9.4 选择视场

为提高代表性和测量精度,应随机选择 3 个以上视场在高倍下进行小面积扫描。单视场应至少包含 50 个完整晶粒,所有视场应至少包含 500 个完整晶粒。

### 9.5 进行 EBSD 扫描

调整扫描电镜和 EBSD 的测试条件,进行 EBSD 扫描,获得高质量扫描图像。供需双方应对所能接受的图像标定率协商确定。

9.6 数据处理

- 9.6.1 去除误标点。对单个误标点进行去除。
- 9.6.2 降噪。降噪时一般选择 5 或 6 个临近点进行填补。标定率的提高应不超过 5%。
- 9.6.3 形成晶粒。选择晶内最大取向差形成晶粒。晶内最大取向差应根据材料特性选择或遵照协议执行。晶内最大取向差一般选择 5°~15°。
- 9.6.4 闭合不完整晶界。选择合适的晶界偏差闭合不完整晶界,但不允许产生新的晶粒。
- 9.6.5 去除小晶粒。去除数据点数小于临界值的晶粒。临界值由供需双方协商决定。
- 9.6.6 重复 9.6.2~9.6.5,直至标定率不再变化。
- 9.6.7 选择最小晶粒尺寸。如无特殊规定,只有数据点超过 10(不包括 10)的晶粒才纳入晶粒尺寸(度)的计算。

9.7 计算平均晶粒面积

9.7.1 当扫描点为矩形时,按照式(1)计算每个晶粒扫描面积  $A_i$ 。

$$A_i = P_i \Delta^2 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $A_i$  —— 每个晶粒扫描面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );
- $P_i$  —— 数据点数;
- $\Delta$  —— 步长,单位为微米( $\mu\text{m}$ )。

9.7.2 当扫描点为六边形时,按照式(2)计算每个晶粒扫描面积  $A_i$ 。

$$A_i = \frac{\sqrt{3}}{2} P_i \Delta^2 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $A_i$  —— 每个晶粒扫描面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );
- $P_i$  —— 数据点数;
- $\Delta$  —— 步长,单位为微米( $\mu\text{m}$ )。

9.7.3 扫描范围内包含  $N$  个完整晶粒,按照式(3)计算平均晶粒面积  $\bar{A}$ 。

$$\bar{A} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N A_i \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\bar{A}$  —— 平均晶粒面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );
- $A_i$  —— 每个晶粒扫描面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );
- $N$  —— 晶粒数。

9.8 计算晶粒面积的标准偏差

按照式(4)计算晶粒面积的标准偏差  $S$ 。

$$S = \left[ \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (A_i - \bar{A})^2 \right]^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $S$  —— 标准偏差;
- $\bar{A}$  —— 平均晶粒面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );
- $A_i$  —— 每个晶粒扫描面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );
- $N$  —— 晶粒数。

### 9.9 计算非等轴晶粒的平均晶粒面积

对于非等轴晶粒,可使用纵截面、横截面和表面三个主要截面测量平均晶粒面积。

按照式(5)计算非等轴晶粒平均晶粒面积  $\bar{A}_{\text{pooled}}$ 。

$$\bar{A}_{\text{pooled}} = (\bar{A}_1 \times \bar{A}_t \times \bar{A}_p)^{\frac{1}{3}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$\bar{A}_{\text{pooled}}$  ——平均晶粒面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );

$\bar{A}_1$  ——纵截面平均晶粒面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );

$\bar{A}_t$  ——横截面平均晶粒面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ );

$\bar{A}_p$  ——表面平均晶粒面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ )。

### 9.10 计算非等轴晶粒混合标准偏差

按照式(6)计算非等轴晶粒混合标准偏差  $S_{\text{pooled}}$ 。

$$S_{\text{pooled}} = \left[ \frac{(N_1 - 1) \times S_1^2 + (N_t - 1) \times S_t^2 + (N_p - 1) \times S_p^2}{(N_1 - 1) + (N_t - 1) + (N_p - 1)} \right]^{\frac{1}{2}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$S_{\text{pooled}}$  ——混合标准偏差;

$S_1$  ——纵截面标准偏差;

$S_t$  ——横截面标准偏差;

$S_p$  ——表面标准偏差;

$N_1$  ——纵截面晶粒数;

$N_t$  ——横截面晶粒数;

$N_p$  ——表面晶粒数。

### 9.11 计算结果

#### 9.11.1 按照式(7)计算晶粒度级别 $G$ 。

$$G = [-3.3223 \times \lg(\bar{A} \times 10^{-6})] - 2.995 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$G$  ——晶粒度级别;

$\bar{A}$  ——平均晶粒面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ )。

$G$  值修正到小数点后一位。

#### 9.11.2 按照式(8)计算 95%置信区间(95%CI)。

$$95\% \text{CI} = \pm \frac{t \times S}{\sqrt{N}} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

95%CI ——95%置信区间;

$S$  ——标准偏差;

$t$  —— $t$  分布系数,当晶粒个数  $N \geq 500$  时  $t = 1.960$ ;

$N$  ——晶粒数。

#### 9.11.3 按照式(9)计算相对误差(%RA)。

$$\% \text{RA} = \frac{95\% \text{CI}}{\bar{A}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

%RA —— 相对误差；

95%CI —— 95%置信区间；

$\bar{A}$  —— 平均晶粒面积，单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ )。

9.11.4 采用柱状图说明晶粒尺寸分布。

9.11.5 根据平均等积圆直径计算晶粒度级别见附录 A。

## 10 检验报告

10.1 检验报告应包括：样品名称、规格、委托人、分析日期、热处理状态和加工过程、取样位置和方向、检验标准等信息。

10.2 列出测量的视场数，每个视场列出 EBSD 的扫描面积、步长和降噪比例。

10.3 如果需要可提供表明晶粒结构的典型形貌取向图。

10.4 列出晶内最大取向差，测量值( $\bar{A}$ )，其标准偏差(S)，95%的置信区间(95% CI)和相对误差(%RA)。

10.5 计算晶粒度级别(G)。

10.6 如果需要提供一个柱状图说明晶粒尺寸的分布。

10.7 非等轴晶粒报告应包括具体测试面，平均晶粒面积和晶粒度级别，95%的置信区间(95% CI)和相对误差(%RA)。

附 录 A  
(规范性附录)  
根据平均等积圆直径计算晶粒度级别

#### A.1 计算每个晶粒等积圆直径

根据每个晶粒面积与该晶粒等积圆直径关系,按照式(A.1)计算每个晶粒等积圆直径  $D_{ci}$ 。

$$D_{ci} = \left( \frac{4 \times A_i}{\pi} \right)^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$D_{ci}$  —— 每个晶粒等积圆直径,单位为微米( $\mu\text{m}$ );

$A_i$  —— 每个晶粒扫描面积,单位为平方微米( $\mu\text{m}^2$ )。

#### A.2 计算检验面积内完整晶粒平均等积圆直径

按照式(A.2)计算检验面积内完整晶粒平均等积圆直径  $\overline{D_c}$ 。

$$\overline{D_c} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N D_{ci} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$\overline{D_c}$  —— 平均等积圆直径,单位为微米( $\mu\text{m}$ );

$D_{ci}$  —— 每个晶粒等积圆直径,单位为微米( $\mu\text{m}$ );

$N$  —— 晶粒数。

#### A.3 计算晶粒等积圆直径的标准偏差

按照式(A.3)计算晶粒等积圆直径的标准偏差  $S$ 。

$$S = \left[ \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (D_{ci} - \overline{D_c})^2 \right]^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$S$  —— 标准偏差;

$\overline{D_c}$  —— 平均等积圆直径,单位为微米( $\mu\text{m}$ );

$D_{ci}$  —— 每个晶粒等积圆直径,单位为微米( $\mu\text{m}$ );

$N$  —— 晶粒数。

#### A.4 按照平均等积圆直径计算晶粒度级别

按照式(A.4)计算晶粒度级别  $G$ 。

$$G = [-6.64 \times \lg(\overline{D_c} \times 10^{-3})] - 2.95 \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

$G$  —— 晶粒度级别;

$\overline{D}_e$  ——平均等积圆直径,单位为微米( $\mu\text{m}$ )。

G 值修正到小数点后一位。

#### A.5 确定 95%置信区间

按照式(A.5)计算 95%置信区间(95%CI)。

$$95\%CI = \pm \frac{t \times S}{\sqrt{N}} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

95%CI ——95%置信区间;

S ——标准偏差;

t ——t 分布系数,当晶粒个数  $N \geq 500$  时  $t = 1.960$ ;

N ——晶粒数。

#### A.6 确定相对误差

按照式(A.6)计算相对误差(%RA)。

$$\%RA = \frac{95\%CI}{\overline{D}_e} \times 100 \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

%RA ——相对误差;

95%CI ——95%置信区间;

$\overline{D}_e$  ——平均等积圆直径,单位为微米( $\mu\text{m}$ )。