

文章编号: 1007 - 1482(2005)04 - 0250 - 03

· 经验与交流 ·

“电子背散射衍射分析方法通则 标准

陈家光, 范朝晖, 林良道

(上海宝钢股份公司研究院, 上海 201900)

摘要: 本文扼要介绍我国及国际微束分析标准化组织,我国“电子背散射衍射分析方法通则 国家标准 (GB/T19501-2004)概况、以及基于该标准由我国主导起草并经 ISO 批准立项的“电子背散射衍射分析方法通则”(ISO/WD 24173)目前的进展。

关键词: EBSD; 标准化; 微束分析

中图分类号: T652.1; T65

文献标识码: A

The standard-guideline for electron backscattered diffraction analysis

CHEN Jiaguang, FAN Zhaohui, L N Liangdao

(Research Institute, Baosteel Co Ltd, Shanghai 201900, China)

Abstract: This paper briefly introduces the national organization and the International Organization for Standardization (ISO) on Microbeam Analysis. The national standard Guideline for Electron Backscattered Diffraction Analysis (GB/T19501-2004) is also recommended as well as the working draft of the future international standard Guideline for Electron Backscattered Diffraction Analysis (ISO/WD 24173) which is based on this national standard and was formally permitted to carry on by ISO in 2005.

Key words: EBSD; standardization; microbeam analysis

电子背散射衍射 (EBSD) 分析技术创始于八十年代后期,九十年代初开始商品化,宝钢于 1995 年引进电子背散射衍射附件安装在电子探针上,由于该技术具有快速简便、精度高和廉价等优点,近年来得到迅猛发展,在材料科学、冶金学、地质学等领域已得到普遍应用^[1-8]。1999 年我们通过对国内、外的标准联机检索,发现当时国内、外尚无有关电子背散射衍射分析方法的文字标准及实物标准。由于没有分析方法的标准可遵循,只能按设备生产厂商的操作说明进行分析,分析方法和分析结果的表述缺乏统一的标准加以规范,这对于推动 EBSD 这项新兴技术在国内、外的发展和应用是不利的。因此,我国制订电子背散射衍射分析方法国家标准并起草了国际标准。

1 微束分析标准化组织

我国是国际上最早开展微束分析标准化的国

家,1984 年成立了全国电子探针标准样品标准化技术委员会,1995 年改名为全国微束分析标准化技术委员会 (TC38),主要任务是制定、审查国家微束分析的文字标准和实物标准,参与国际微束分析标准的制定和讨论,目前全国微束分析标准化技术委员会 (TC38) 秘书处设在中科院化学所。我国已经发布了 28 项微束分析文字标准,其中 4 项是有关 TEM 分析标准,23 项是有关 EBM / SEM / EDS 分析标准,一项 EBSD 分析方法标准。28 项微束分析文字标准涉及分析方法、样品及标样制备方法等,是电子束显微分析的重要依据。TC38 下设两个分技术委员会,全国微束分析标准化技术委员会电子探针和扫描电镜分技术委员会 (TC38/SC1) 秘书处设在宝钢,TC38/SC2 是表面分会。

ISO/TC202 是 1991 年由中国向国际标准化组织 (ISO) 提议建立的国际标准化组织微束分析技术

收稿日期: 2005 - 10 - 17

作者简介: 陈家光 (1944 -), 上海宝钢研究院教授级高级工程师,上海交通大学兼职教授

研究方向: 电子束显微分析、失效分析及钢铁材料, E-mail: chenjc@baosteel.com

委员会,在申请过程中展示了我国电子探针近百种标准样品和十余份国家文字标准,经我国标准局多方说明沟通,最后才得以通过,其秘书处设在北京。TC202是我国在国际标准化组织中承担的第一个,而且是涉及高技术领域的技术委员会,也是 ISO 中唯一一个由发展中国家提议建立、负责秘书国并任主席和秘书的技术委员会。1990 年 ISO 战略转移至高新技术标准化,ISO 高新技术委员会的排号是从 201 开始,TC202 与 TC201 (表面分析)是同时批准和成立的兄弟技术委员会。ISO /TC 202 每年组织召开一次国际会议,负责制定、讨论微束分析国际标准。其工作受到中国、美国、英国、法国、俄国、日本、和南非等国家的高度重视。目前 ISO /TC202 下设 4 个分技术委员会和 3 个独立工作组,TC202 /SC1 术语、TC202 /SC2 电子探针、TC202 /SC3 分析电子显微学、TC202 /SC4 扫描电子显微学,直属工作组 TC202 /WG1 数据处理和管理、TC202 /WG5 能谱、TC202 /WG6 电子背散射衍射。

2 国家标准 GB/T 19501-2004

1999 年宝钢提出“电子背散射衍射分析方法通则 国家文字标准制订的申请,经全国微束分析标准化委员会的评审,报国家质量技术监督局批准于 2000 年立项,纳入国家文字标准的制定项目。该标准草案多次征求有关的专家意见,几经修改后形成讨论稿,2003 年在全国微束分析标准化技术委员会电子探针和扫描电镜分技术委员会上通过专家的评审,形成报批稿经全国微束分析标准化技术委员会秘书处上报国家标准化管理委员会,再经专家审查、修改及批准出版,“电子背散射衍射分析方法通则 ”——GB /T19501-2004 国家标准于 2004 年发布、实施。该标准规定电子背散射衍射一般通用的分析方法,标准由前言、范围、规范性引用文件、术语和定义、试验方法、分析结果发布及参考文献 7 部分组成。作为分析方法通则,标准的内容比较简要,没有包含近几年电子背散射衍射分析技术的新进展。

3 国际标准 ISO /WD 24173 的制订

2004 年我们在国家标准基础上,主导起草国际标准草案,作为提案人 2005 年 3 月向 ISO /TC202 微束分析标准化技术委员会提出立项申请,经 ISO /TC202 的全体 P 成员国投票,一致同意立项,秘书处报 ISO 总部批准,“电子背散射衍射分析方法通则 ”标准的批准号为 ISO 24173,2005 年在意大利召开的第十二次 ISO /TC202 微束分析标准化会议上,全

体代表讨论同意在 TC202 下新成立一个独立工作组——WG6,中国作为 ISO 24173 召集人,成立了由中国、美国、英国、法国、日本及南非等 P 成员国参加的专家组。2005 年 8 月在北戴河召开的国内首届 EBSD 学术交流会上,我们又邀请到国内电子背散射衍射专家刘庆教授、杨平教授和金振民教授作为 WG6 专家组成员。

根据 ISO 项目管理有关规定,一项国际标准从提出立项申请到正式国际标准出版要经历表 1 中所列各个阶段,标准文本要广泛征求各方面意见,并要技术委员会 P 成员国投票通过,一般国际标准从提出到出版大约需要经历 3 年多时间。

表 1 项目阶段及有关文件

项目阶段	相关文件	
	名称	缩写
预备阶段	预备工作项目	PW1
提案阶段	新工作项目提案	NP
准备阶段	工作草案	WD
委员会阶段	委员会草案	CD
征询意见阶段	征询意见草案	ISO /D IS
		IEC /CDV
批准阶段	最终国际标准草案	FD IS
出版阶段	国际标准	ISO、IEC 或 ISO / IEC

由我国起草的“电子背散射衍射分析方法通则 标准目前是 2nd WD (工作草案)阶段,该标准已经两次征求国内外专家意见,经过修改后目前正准备向秘书处申请进入 CD (委员会草案)阶段。ISO /WD 24173 是在我国国家标准 GB /T 19501-2004 基础上起草的,初稿起草时就注意标准的适用性与可操作性,标准的条款将近扩充了一倍,此外还增加 EBSD 样品制备方法及 EBSD 取向分析不确定的评定两个附件。

参考文献：

[1] Baba-Kishi K Z, Dingley D J. Application of backscatter kikuchi diffraction in the scanning electron microscope [J]. J Appl Cryst, 1989, 22: 189 - 200.

[2] Dingley D J, Randle V. Microtexture determination by electron back-scatter diffraction [J]. J Mater, 1992, 27: 4545 - 4566.

[3] Yang P, Mao W M, Ren X P, et al Shear bands in magnesium alloy AZ31 [J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2004, 14: 851 - 857.

[4] 金振民. 结构水引起的榴辉岩变形组构和变形机制 [J]. 科学通报, 2005, 50(6): 559 - 564.

[5] 陈家光,李忠. 晶体取向显微成像的应用 [J]. 中国机械工程, 2001, 12(3): 334 - 336

[6] Shinada M, Kokawa H, Wang Z J, et al Optimization of grain boundary character distribution for intergranular corrosion resistant 304 stainless steel by twin-induced grain boundary engineering [J]. Acta Mater, 2002, 50: 2331 - 2341.

[7] Cao S Q, Zhang J X, Wu J S, et al Microtexture, grain boundary character distribution and secondary working embrittlement of high strength IF steels [J]. Mater Sci Eng A, 2005, 392(1 - 2): 203 - 208

[8] 陈家光,李忠. 电子背散射衍射在材料科学研究中的应用 [J]. 理化检验 (物理分册), 2000, 36(2): 71 - 74

(上接 249页)

参考文献:

[1] Sarawati T, Sritharan C, Breach D, et al Mechanical properties and microstructure of Ca-doped gold bonding wire [A]. IEEE/2003 Electronics packaging technology conference [C]. 569 - 573

[2] Murali S, Srikanth N, Vath III Charles J Grains, deformation substructures, and slip bands observed in thermosonic copper ball bonding [J]. Materials Characterization, 2003, 50: 39 - 50

[3] Murali S, Srikanth N, Vath III Charles J Part : Grains, deformation substructures, and slip bands observed in thermosonic copper ball bonding of 6 mil-diameter wire [J]. Materials Characterization, 2005, 54: 93 - 95.

[4] Cho J H, Cho J S, Moon J T, et al Recrystallization and grain growth of cold drawn gold bonding wire [J]. Metallurgical and Materials Transaction, 2003, 34A: 1113 - 1125.

[5] Jeon I The study on failure mechanisms of bond pad metal peeling: Part B-Numerical analysis [J]. Microelectronics Reliability, 2003, 43: 2055 - 2064

[6] Chen J, Degryse D, Ratchev P, et al Mechanical issues of Cu-to-Cu wire bonding [J]. IEEE Transactions on components and packaging technologies, 2004, 27: 539 - 545.

·动态与信息·

全国性学会 2005年 12月份重点学术活动通报

9. 会议名称: 第二届农业上生物安全会议
主办单位: 中国植保学会
会议内容: 以转基因生物为主题开展交流
10. 会议名称: 农作物重大病虫害监测预警技术研究
主办单位: 中国植保学会
会议内容: 交流农作物重大病虫害监测预警技术和经验及今后的工作设想
11. 会议名称: 钱学森系统科学思想研讨会暨系统科学与系统工程学术交流会
主办单位: 中国系统工程学会
会议内容: 由部分系统科学、系统工程以及相关领域的老科学家、专家、学者畅谈钱学森学术思想, 以及对我国系统科学与系统工程领域做出的贡献。报告系统科学思想在各领域中研究的进展。由《钱学森系统科学丛书》的撰稿作者作学术报告。(丛书由四本组成,前三本是钱老本人的著作,第四本为《钱学森系统科学研讨文集》。该文集将有代表性的反映国内外对钱学森系统科学思想的论述。)
12. 会议名称: 中国宇航学会首届学术年会
主办单位: 中国宇航学会
会议内容: 大会将围绕现阶段中国航天发展任务、战略展开学术研讨。