



中华人民共和国国家标准

GB/T 43883—2024

微束分析 分析电子显微术 金属中纳米 颗粒数密度的测定方法

Microbeam analysis—Analytical electron microscopy—Method for
determining the number density of nanoparticles in a metal

2024-04-25 发布

2024-11-01 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	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 符号	2
5 原理	3
6 试样	5
7 仪器设备	5
8 TEM/STEM 的准备	6
9 试验方法	6
10 试样厚度的测定	12
11 数密度的计算	12
12 不确定度评定	13
13 检测报告	15
附录 A (资料性) 用图像分析软件统计颗粒数的方法	16
附录 B (资料性) 铝合金中某析出相颗粒数密度的 TEM 测定示例	17
参考文献	24

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本文件起草单位：中国航发北京航空材料研究院、北京科技大学、牛津仪器科技(上海)有限公司。

本文件主要起草人：娄艳芝、柳得檀、徐宁安。

引 言

金属材料中弥散分布的纳米尺度第二相颗粒对材料的显微组织与力学性能有重要影响。第二相颗粒的数密度是许多材料在进行性能评估及生产工艺改进时都不可或缺的重要参数,金属材料中的纳米级析出相颗粒尤为重要。受分辨率的限制,很多分析手段难以对其进行观测和统计,而透射电子显微术/扫描透射电子显微术(TEM/STEM)等高分辨率的现代技术是进行纳米颗粒分析的通用技术。规范材料中纳米颗粒数密度的测定方法对于金属材料的研发以及生产工艺的制定与改进具有极其重要的意义。

微束分析 分析电子显微术 金属中纳米 颗粒数密度的测定方法

1 范围

本文件描述了应用透射电子显微镜/扫描透射电子显微镜(TEM/STEM)技术测定金属材料中纳米级第二相颗粒数密度的方法。

本文件适用于测定金属材料中弥散分布、粒径在几纳米至几十纳米范围的第二相颗粒的数密度。被测颗粒的平均尺寸宜在透射电镜试样厚度的约 1/3 以下,且试样中的颗粒在透射电镜图像上没有互相重叠或很少重叠。颗粒尺寸不在这个范围的试样可参照执行,其他晶体材料可参照执行。

本方法不适于测定聚集成团的第二相颗粒的数密度。

注 1: 可测定的最小颗粒尺寸取决于所用 TEM/STEM 设备的分辨率和采用的实验技术。

注 2: 待测定的第二相颗粒尺寸通常在 5 nm~40 nm 范围。

注 3: TEM 图像上若出现第二相颗粒重叠的情况,将增大颗粒计数的不确定度。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 18907 微束分析 分析电子显微术 透射电镜选区电子衍射分析方法

GB/T 20724 微束分析 薄晶体厚度的会聚束电子衍射测定方法

GB/T 27418 测量不确定度评定和表示

GB/T 40300 微束分析 分析电子显微学 术语

3 术语和定义

GB/T 40300 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

测量框 measurement frame

试样图像上的一个区域,在此区域中对颗粒进行计数和图像分析。

注:一系列的测量框构成总的测试区域。

[来源:GB/T 21649.1—2008,3.1.2,有修改]

3.2

二值图像 binary image

图像上每一像元只有两种可能的数值或灰度等级状态的图像。

3.3

环形暗场探测器 annular dark-field detector

ADF 探测器 ADF detector

在 STEM 中安置在直射束周围的圆环状探测器,用以收集散射电子并将其强度叠加形成暗场像。

注:由卢瑟福散射引起的 Z 衬度是通过高散射角获得的,而 ADF 暗场像是通过低散射角获得的。