

# 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、柳得槽、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。

[来源: GB/T 40300—2021,8.13]

3.4

**偏离矢量** excitation error;deviation vector

描述稍微偏离精确布拉格条件的参数。

[来源: GB/T 40300—2021,10.5.5,有修改]

3.5

**数密度** number density

单位体积内第二相颗粒的数目。

3.6

**双束近似** two-beam approximation

假定只有直射波和一支衍射波被激发进行电子衍射分析和显微图像计算的近似条件。

[来源: GB/T 20724—2021,3.11]

3.7

**像素分辨率** pixel-resolution

探测器上每单位距离成像的像素数目。

注: 常用的单位有时表示为每英寸的点数(dpi)。

[来源: GB/T 34002—2017,3.27]

3.8

**移动光阑暗场像** displaced aperture dark-field(DADF)image

将TEM 的物镜光阑移动到被选择衍射束的位置, 令该衍射束通过物镜光阑形成的显微图像。

注: 参与成像的衍射束偏离光轴越大, 像差和像散的影响越大, 因此, 移动光阑暗场像方法难以获得高放大倍数的优质显微图像。

3.9

**优中心位置** eucentric position

TEM 中试样的一个特定高度位置, 当试样位于该位置倾转时, 其图像的横向移动最小。

[来源: GB/T 18907—2013,3.9]

3.10

**选区电子衍射** selected area electron diffraction;SAED

用位于中间镜前方的选区光阑选择试样区域进行衍射的技术。

[来源: GB/T 40300—2021,10.3.4,有修改]

3.11

**中心暗场像** centered dark-field(CDF)image

倾转电子束使被选择衍射束偏转到光轴方向、通过物镜光阑后形成的显微图像。

4 符号

下列符号适用于本文件。

D: 第二相颗粒的平均尺寸, 单位为微米( $\mu\text{m}$ )。

l: 测量框的长度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ )。

$l_2$ : 测量框的宽度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ )。

N: 测量框中第二相颗粒的数目。

t: 试样的厚度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ )。

V: 测量框对应试样的体积, 单位为立方微米( $\mu\text{m}^3$ )。

$0_g$ : 衍射束的布拉格角。

p: 测量框对应试样中第二相颗粒的数密度, 单位为每立方微米( $\mu\text{m}^{-3}$ )。

5 原理

5.1 TEM/STEM的成像原理

当第二相颗粒与周围基体在晶体结构、取向、化学成分或质量厚度等方面存在差异时, 在薄晶体试样的TEM/STEM放大形貌像上将产生衬度。根据试样特点, 采取相应的成像方式可以在TEM和STEM放大图像上清晰地辨别出纳米尺寸第二相颗粒, 从而测定纳米颗粒数目。

在TEM工作模式下, 仅允许直射电子束或仅允许一束衍射束通过物镜光阑成像时, 可分别获得试样同一选区的明场像或暗场像。

在STEM工作模式下, 应用环形暗场探测器采集特定角范围的衍射束和散射电子可获得相应试样感兴趣区(ROI)的STEM环形暗场像。

5.2 数密度的测定原理

5.2.1 概述

根据试样特点和分析目的, 选择合适的成像方式并采集试样ROI的显微放大像, 该图像是薄试样厚度范围内的基体和分布于基体中的第二相颗粒的投影像。在该图像上设置测量框, 量出测量框的长( $l_1$ )和宽( $l_2$ ), 再选用适当方法测定ROI的试样厚度( $t$ ) (见第10章)。若试样平面倾转了角度( $\phi$ ), 则测量框对应的试样体积( $V$ )可由公式(1)给出:

$$V=l_1 \cdot l_2 \cdot t \cdot \cos^{-1}\phi \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V——测量框对应的试样体积, 单位为立方微米( $\mu\text{m}^3$ );  $l_1$  —— 测量框的长度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ );
- $l_2$  —— 测量框的宽度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ );  $t$  ——试样厚度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ );
- $\phi$ ——试样的倾转角度, 单位为度( $^\circ$ )。

注: 若TEM/STEM使用双倾试样台, X轴和Y轴的转角分别为x和y, 则 $\cos\phi$ 满足:  $\cos\phi=\cos x \cdot \cos y$ 。

用数字图像分析软件或人工计数方法统计测量框中某类颗粒的数目(N) (用图像分析软件统计颗粒数的方法见附录A)。

第二相颗粒在上述测量框对应的试样体积中的数密度(p)由公式(2)给出:

$$p=\frac{N}{V}=\frac{N \cdot \cos\phi}{l_1 \cdot l_2 \cdot t} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

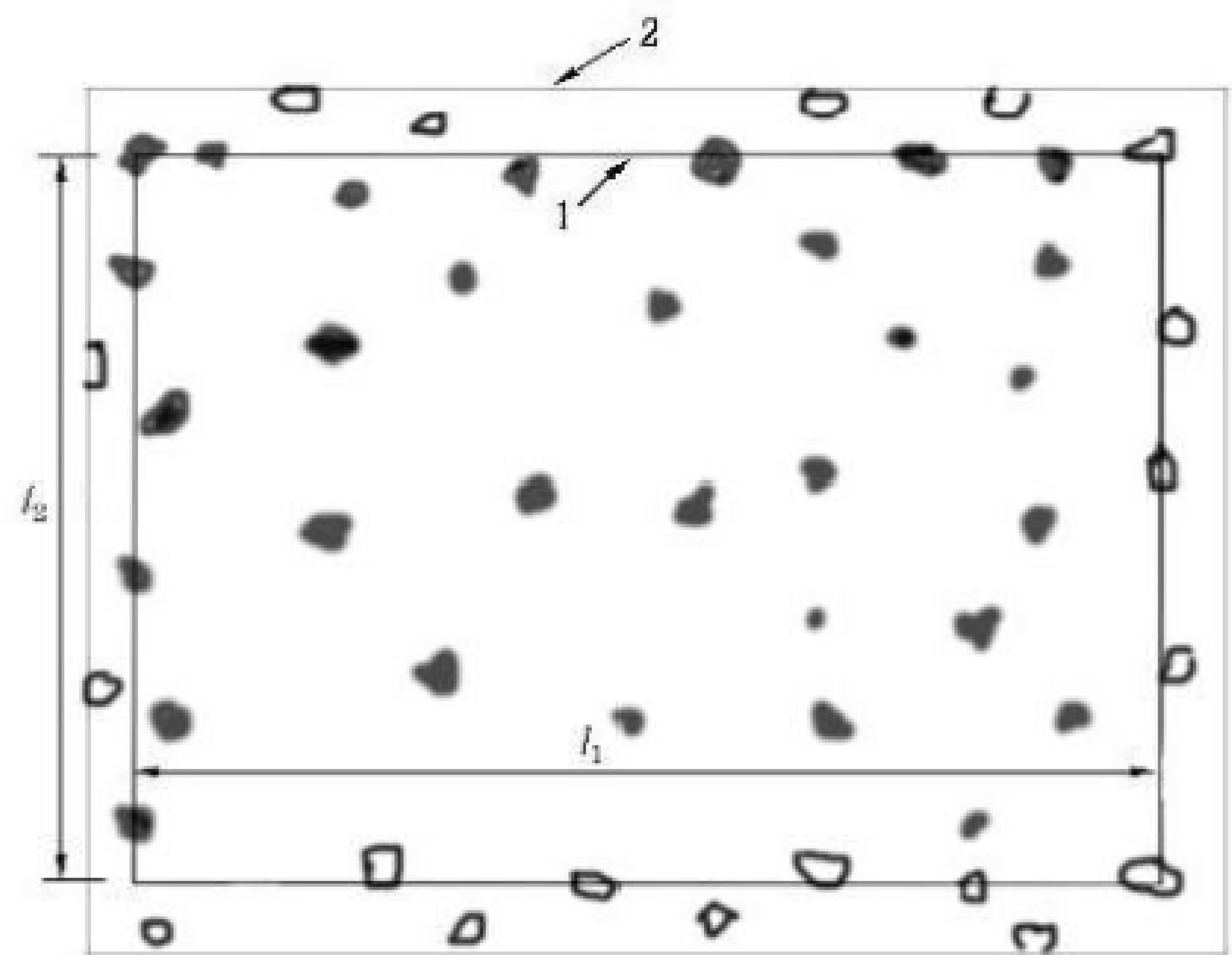
- p——测量框对应的试样中某类第二相颗粒的数密度;
- N——测量框中某类颗粒被统计的数目;
- V——测量框区域的试样体积, 单位为立方微米( $\mu\text{m}^3$ );
- $\phi$ ——试样的倾转角度, 单位为度( $^\circ$ );
- $l_1$  —— 测量框的长度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ );  $l_2$  —— 测量框的宽度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ );  $t$  ——试样厚度, 单位为微米( $\mu\text{m}$ )。

数密度的测定示例见附录B。对于基体由2种或更多物相组成的材料，应分别测定每种基体中的析出相的数密度并予以说明。

5.2.2 数密度的统计与修正

5.2.2.1 颗粒数的计数

在数字化的TEM 图像上设置测量框，在图像边框与测量框之间宜留有适当间隔，以便观察被测量框边缘切割的颗粒。计数颗粒时对位于测量框内的颗粒全部进行计数或者划分为几部分分别计数。对于跨测量框边界的颗粒，只计数跨左边框界和上边框界的颗粒，不计数跨右边框界和下边框界的颗粒，位于测量框四角的颗粒则仅计数左上角的颗粒，其余角上的颗粒不计入(见GB/T 21649.1—2008 中6.3), 按此规则统计的测量框内总颗粒数用 $N$ 。表示。图1给出颗粒计数方法的示意图。



标引序号说明:  
1 ——测量框;  
2——图像框;  
 $l_1$  ——测量框的长度;  
 $l_2$  ——测量框的宽度。  
注: 实心颗粒参与计数, 空心颗粒不参与计数。

图 1 测量框内参与计数颗粒的示意图

5.2.2.2 测量框试样体积的修正

对于含弥散分布第二相颗粒的薄膜试样，其上、下表面层会出现被切割的不完整颗粒。这些颗粒会和试样内的颗粒一起显示在TEM/STEM 图像上，并被当作完整颗粒参与计数，使颗粒总数高于实际值，导致测得的数密度偏高。因此，需要对统计颗粒数的试样区对应的体积进行修正，本文件采用修正测量框对应体积的方法，实现对颗粒数密度的修正。

如果忽略测量框对应试样区在厚度上的微小差异，将测量框对应的局部试样近似看作长方体，长方体的长、宽和厚度分别为 $l_1$ 、 $l_2$ 、 $t$ ，假设第二相颗粒近似为球形，平均尺寸为 $D$ ，则修正后的被测量试样 体积( $V_e$ )由公式(3)给出：

$$V_e = l_1 \cdot l_2 \cdot (t + D) \cdot \cos^{-1} \phi \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:  
 $V_e$ ——修正后的测量框对应体积，单位为立方微米( $\mu m^3$ );  
 $l_1$  ——测量框的长度，单位为微米( $\mu m$ );  
 $l_2$  ——测量框的宽度，单位为微米( $\mu m$ );  $t$  ——试样厚度，单位为微米( $\mu m$ );  
 $D$ ——第二相颗粒的平均尺寸，单位为微米( $\mu m$ );





φ——试样的倾转角度，单位为度(°)。

修正后第二相颗粒的数密度(pe) 由公式(4)给出：

$$\rho_c = \frac{N_c}{V_c} = \frac{N_c \cdot \cos\varphi}{l_1 \cdot l_2 \cdot (t + \overline{D})}$$

..... (4)

式中：

pe——修正后的第二相颗粒数密度，单位为每立方微米(μm<sup>-3</sup>)；

N.——修正后测量框内的颗粒总数；

Ve——修正后的被测量试样体积，单位为立方微米(μm<sup>3</sup>)；

φ——试样的倾转角度，单位为度(°)；

l<sub>1</sub>——测量框的长度，单位为微米(μm)；

l<sub>2</sub>——测量框的宽度，单位为微米(μm)； t ——试样厚度，单位为微米(μm)；

D \_\_\_\_第二相颗粒的平均尺寸，单位为微米(μm)。

注：一般情况下，测量框尺寸l<sub>1</sub> 和l<sub>2</sub> 远大于试样厚度t, 而t 为被测颗粒平均尺寸的3倍。

6 试样

6.1 通用要求

制备TEM/STEM 试样通常包括以下步骤：切取样坯、预减薄和最终减薄。在切割样品和用机械减薄法或化学减薄法进行预减薄时应防止试样损伤与变形，防止第二相颗粒脱落。试样尺寸应符合TEM/STEM 试样台的要求，通常为直径3 mm 的薄圆片。试样应清洁、干燥、无污染、无氧化，没有褶皱且分析区无明显变形。在TEM/STEM 的工作加速电压下试样显微组织应保持稳定、不因电子束辐照而改变，其厚度足够薄，使入射电子束能穿透成像。

6.2 取样

在大块材料上选取具有代表性的部位切取样坯，样坯的数量、部位和方向可按有关标准或有关协议规定执行。所用的切割方法不应导致样品局部升温过高、不应产生组织结构的变化。切割取样时应避开热影响区。

6.3 TEM/STEM试样的制备

可根据待测材料特点和测试目的采用适当方法制备 TEM/STEM 试样，采用的减薄技术应注意避免试样表面颗粒过多脱落，避免试样在制备过程中发生组织结构变化、氧化层形成或污染物附着等情况。制备好的试样宜用TEM 进行预检，如果颗粒脱落过多，应重新制样。

注：采用电解减薄或化学减薄技术制备多相材料试样时有可能发生选择性减薄、出现较多第二相颗粒从表面脱落的现象。这时可通过更换溶液、调整电位和温度等参数，尽量避免选择性减薄的发生。

7 仪器设备

7.1 TEM/STEM

TEM/STEM 设备应配备双倾试样台、双倾-转动试样台和单倾-转动试样台之一。

7.2 数据的记录与测量设备

**TEM/STEM** 通常用数字摄影设备观察记录显微图像和衍射花样，也可使用图像板或照相胶片记

录TEM 的图像和衍射花样。

采用照相胶片时需要胶片的显影、定影设施和精度为0.1 mm 的长度测量工具。可用扫描仪扫描胶片，将图像数字化，再用计算机软件处理。

7.3 数字图像仪及软件(可选)

能够计数第二相颗粒数目的数字图像仪或图像分析软件。

8 TEM/STEM的准备

TEM/STEM 在试验前应按照仪器操作规程进行如下准备工作。

- a) 将 TEM 或 TEM/STEM 施加适当的加速电压，该加速电压应使入射电子束能穿透待分析试样的薄区。在可能的条件下尽量选择较低的加速电压。
- b) 在防污染冷阱中注满液氮。
- c) 将待测试样稳固地安置在试样台上，将样品杆插入电镜试样室。
- d) 获得试样的一个明场放大像。
- e) 进行电子光学系统的合轴调整、将试样高度调整到优中心位置。
- f) 校准TEM 或 TEM/STEM 的放大倍数或放大标尺(见GB/T 34002)。

9 试验方法

9.1 TEM暗场像方法

9.1.1 概述

TEM 暗场像方法适用于第二相颗粒与基体之间存在晶体学取向关系的试样。这时，同类第二相颗粒同一个取向关系变体产生的单晶衍射花样将重叠在一起形成斑点衍射花样。选取一束强度较大的衍射束(优选低指数衍射束)，在双束近似条件下形成中心暗场像。此时，对该衍射束有贡献的所有晶体颗粒都将在TEM/STEM 的暗场像上有较高的亮度，而基体较暗。

本文件推荐采用TEM 中心暗场像方法观察记录试样中与基体具有晶体学取向关系的第二相颗粒。

注1:如果试样中的第二相颗粒尺寸较大且在TEM图像上没有重叠，同时对图像品质要求不高时，允许适当降低要求，记录移动光阑暗场像。

注2:记录移动光阑暗场像时，若形成暗场像的衍射束的偏离矢量不满足 $s=0$  条件(即不完全满足布拉格反射条件)，可能会有部分小颗粒因衬度太弱而漏计，使统计的颗粒数明显偏低。

9.1.2 获取 TEM 中心暗场像的步骤

获得第二相颗粒TEM 中心暗场像的试验步骤如下。

- a) 将试样插入TEM 试样室，在放大成像模式下获得明场像并将试样高度调整到优中心位置，浏览试样，确定待分析的ROI。  
注1:ROI通常选在基本没有第二相颗粒脱落的区域。
- b) 调整放大倍数使被分析颗粒便于观察。  
注2:放大倍数的选择既要使最小的颗粒清晰可见，又要保证测量框内有较多颗粒、具有统计意义。因此，对于颗粒尺寸范围不同的试样，适用的放大倍数范围不同。
- c) 将 ROI 移动到荧光屏中央，聚焦试样像并消像散。
- d) 记录ROI 的明场像(见GB/T 18907—2013中8.2)。图2a) 为含第二相颗粒铝合金试样的TEM 明场像示例。



- h) 调整衍射相机长度 $L$ , 使 SAED 花样的尺寸适于观察测量。记录该电子衍射花样以及相关信  
息(包括试样名称和序列号、加速电压、衍射相机长度 $L$ 、试样倾转台 $X$  轴和 $Y$  轴的读数等)。
- i) 观察衍射花样的对称性, 找出能包括基体以及各个析出相衍射斑(每个相至少一个衍射斑)的  
最小角范围作为待分析的角范围, 将这个角范围内的所有衍射斑编号, 如①、②、③……。以  
图 2b) 为例, 图中所示的衍射花样具有4次对称特征, 因此, 待分析的角范围为第一象限。
- j) 选择一束衍射束(优选低指数衍射束, 例如选择衍射束①, 其晶面指数为 $hpkplp$ ), 倾转样品  
台, 使选中的衍射束 $hpkplp$  满足双束近似条件, 此时 $hpkplp$  衍射束的偏离矢量满足 $s \approx 0$ 。

注6:偏离矢量 $s \approx 0$ 时, 可在中心暗场像中观察到细小颗粒; 若偏离矢量较大, 则图像衬度较差, 有些颗粒可能会无法显示。

- k) 在满足双束近似的情况下, 将透射斑移到原来衍射斑 $hpkplp$  的位置, 此时 $hpkpl$ 。弱衍射斑将  
移至中心(变成亮衍射斑)。插入一个孔径尺寸适当的物镜光阑, 让被选定的衍射束通过光  
阑, 然后切换到放大成像模式, 获得该衍射束对应的中心暗场像。这时, 对衍射束有贡献的第  
二相颗粒呈现较高亮度, 而基体较暗。
- l) 根据中心暗场像中待分析颗粒的尺寸, 调整放大倍数, 使得被测小颗粒能被识别, 同时在一个  
视场内应有一定数量(例如30个~200个颗粒)。颗粒平均尺寸与图像横向尺寸的比值不应  
小于1/100。

注7:在TEM的正常工作范围内, 放大倍数越大, 颗粒的像素分辨率越高, 统计结果越准确(见ISO 21363:2020)。  
例如: 分析粒径为10 nm左右的粒子时, 放大倍数一般在 $\times 100000$ (十万倍)以上, 此时可得到1 nm/pixel~  
2 nm/pixel的像素分辨率。

- m) 聚焦、消像散并记录中心暗场像、记录参与成像的衍射束序号或其对应的衍射束指数(①或  
 $hpkplp$ )、图像的放大倍数等相关实验参数, 记录试样台 $X$  轴 和 $Y$  轴的倾转角度。

注8:形成中心暗场像的详细操作步骤可参照仪器操作规程和有关文献。

注9:参与计数的ROI数量越多, 测试结果的不确定度越小。

- n) 重复步骤i)~m), 分别记录待分析角范围内各个衍射束的中心暗场像。至此, 可以得到此  
ROI 内全部有代表性的衍射束的中心暗场像。

注10:如果通过衍射花样分析, 已确定有两束或更多衍射束来自同一套第二相颗粒, 则只需做其中一束衍射束的中  
心暗场像。

- o) 测定ROI 的试样厚度 $t$ , 测定方法见第10章。
- p) 移动试样依次采集第 $i$  个 ROI 的暗场像, 令ROI 的编号分别为 $i=1, 2, 3 \dots n$ , 推荐记录3个  
或以上 ROI 的暗场像(即 $n \geq 3$ ), 重复步骤 a)~o), 获得第 $i$  个 ROI 内所有第二相颗粒的中心  
暗场像。

注11:根据第二相颗粒在试样中的分布情况选取ROI, 如果第二相颗粒在试样中的分布不均匀, 则测定结果仅代表  
所选择感兴趣区的试样情况。

### 9.1.3 SAED花样的分析

SAED 花样的分析步骤如下。

- a) 按照GB/T 18907所述对选区电子衍射花样进行分析, 确定第二相颗粒的物相。以图2b) 为  
例, 衍射花样由基体衍射和三套析出相的衍射组成。其中析出相B 的变体B1和 B2 的衍射花  
样特征平行四边形相同, 只是旋转了一个角度。结合对应的析出相形貌特征, 确定这两套衍射  
花样来自同一种析出相的两种变体。

注:必要时可用EDS 能谱分析法协助鉴别第二相颗粒的物相。

- b) 标定试样基体和各个第二相衍射花样的指数。以图2b) 为例, 若用A 相 和B 相分别表示试样  
中的两种第二相颗粒, 则衍射花样由基体、A 相 、B 相的变体B1 和变体B2 四套衍射谱组成, 衍  
射花样的分析结果如图2c) 所示。

9.1.4 TEM暗场像的筛选与分类

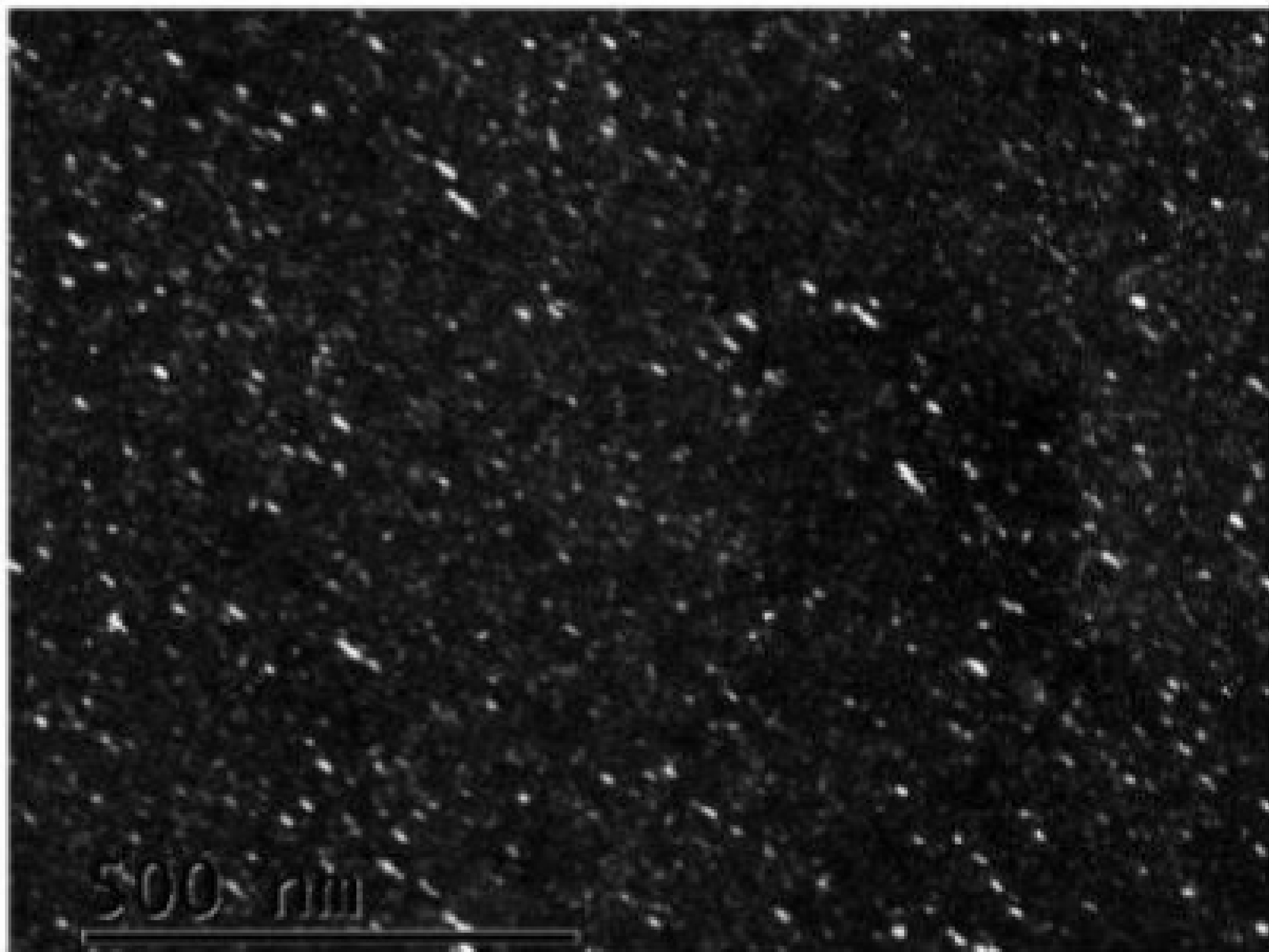
暗场像应进行以下分类及筛选。

- a) 根据衍射花样的分析结果，将来自同一套衍射花样的暗场像分为一组。以图2为例，铝合金试样的析出相暗场像可分为3组即A相、B相的变体B1和变体B2。
- b) 在来自同一套衍射花样的暗场像中选出最接近中心斑的衍射束的暗场像，剔除其余暗场像。以图2b)为例，由衍射束①和衍射束④分别记录了析出相A的暗场像，保留距中心较近的衍射束①的暗场像(如图3a)所示]，剔除衍射束④对应的暗场像，试样经筛选保留的中心暗场像如图3所示，析出相颗粒的分类与数密度统计由表1给出。

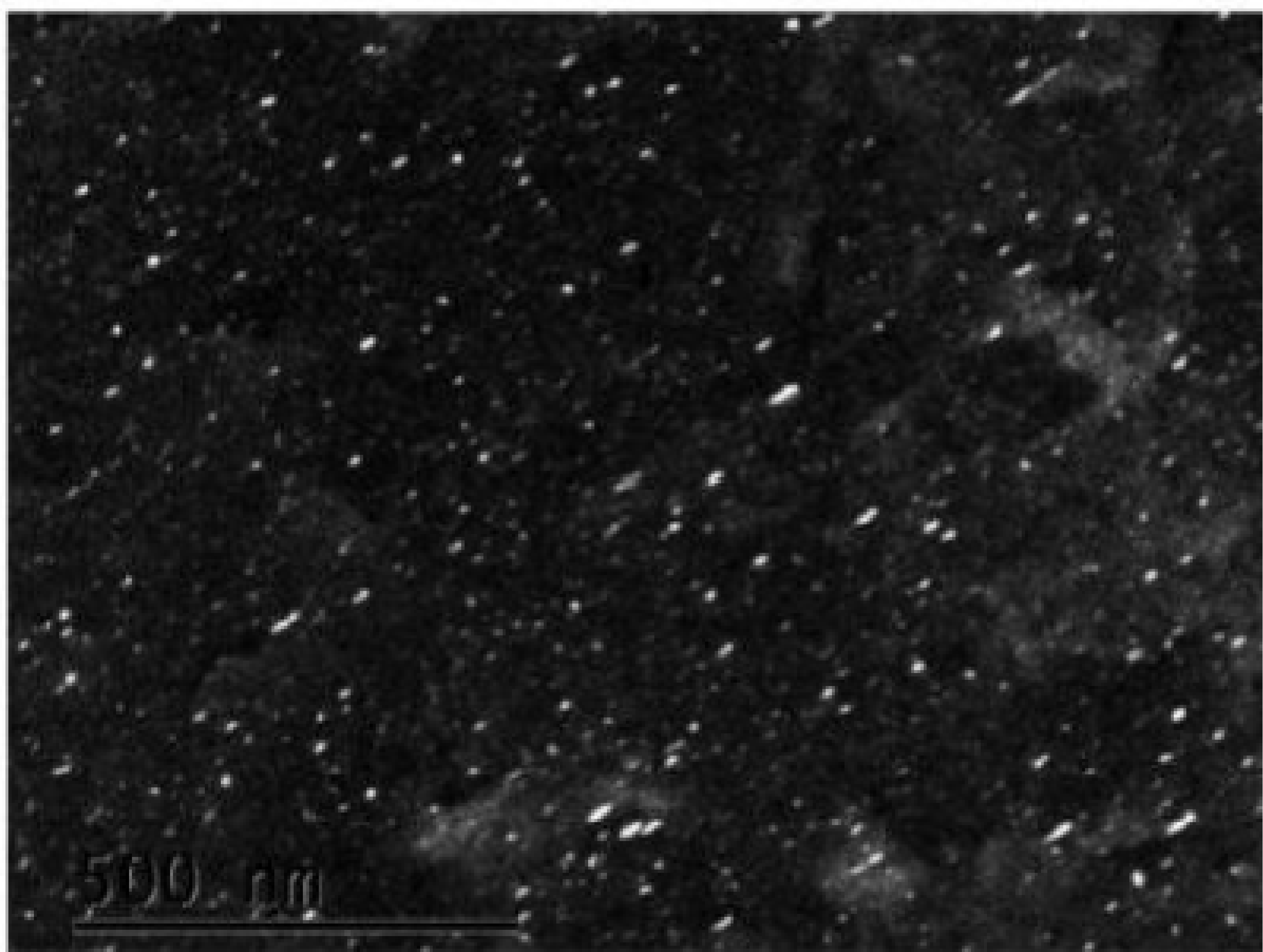
注：进行TEM实验时，可通过暗场像和SAED衍射的切换，判断不同衍射束是否来自于同一组第二相颗粒，以减少或避免重复记录。



a) 衍射束①的中心暗场像



b) 衍射束②的中心暗场像



c) 衍射束③的中心暗场像

图 3 铝合金试样第二相颗粒的中心暗场像





表 1 析出相颗粒的分类与数密度统计

衍射束	第二相的物相	第二相的变体	衍射束对应的第二相数密度	物相的数密度	总的数密度
衍射束①	A	A	PA	PA	<div><math display="block">p = p_A + p_B + \cdots + p_M</math></div>
衍射束②	B	B的变体B1	PB	<div><math display="block">p_B = \sum_{i=1}^n p_{B_i}</math></div>	
衍射束③		B的变体B2	PB2		
衍射束n		B 的 变 体 B	PB。		
衍射束m	M	M	PM	PM	

9.1.5 第二相颗粒的统计

根据试验目的，确定需要测定数密度的析出相类别，再按以下情况分类处理。

a) 测定一种第二相颗粒的数密度且该第二相没有变体(如A 相)。将不同ROI 的多张(推荐3张及以上)TEM 中心暗场像分别统计颗粒数，然后求出颗粒数的算术平均值。

注1:可先求出不同ROI的数密度，再求数密度的算术平均值。

b) 测定一种第二相的数密度且该第二相有两个或两个以上的变体(如B 相)。先将各个变体的暗场像按9.1.5a) 所述方法逐一得出各个ROI 内颗粒数的算术平均值；然后将同一ROI 内 多个变体的颗粒数算术平均值求和，得到各个ROI 内第二相颗粒数的算术平均值。

注2:金属材料中的析出相与基体之间的晶体学取向关系可能存在多种变体，而且，有时候不是所有变体都能同时出现在同一个晶带轴的衍射花样上。因此，试验前通过理论计算得出析出相的变体数，可避免遗漏。

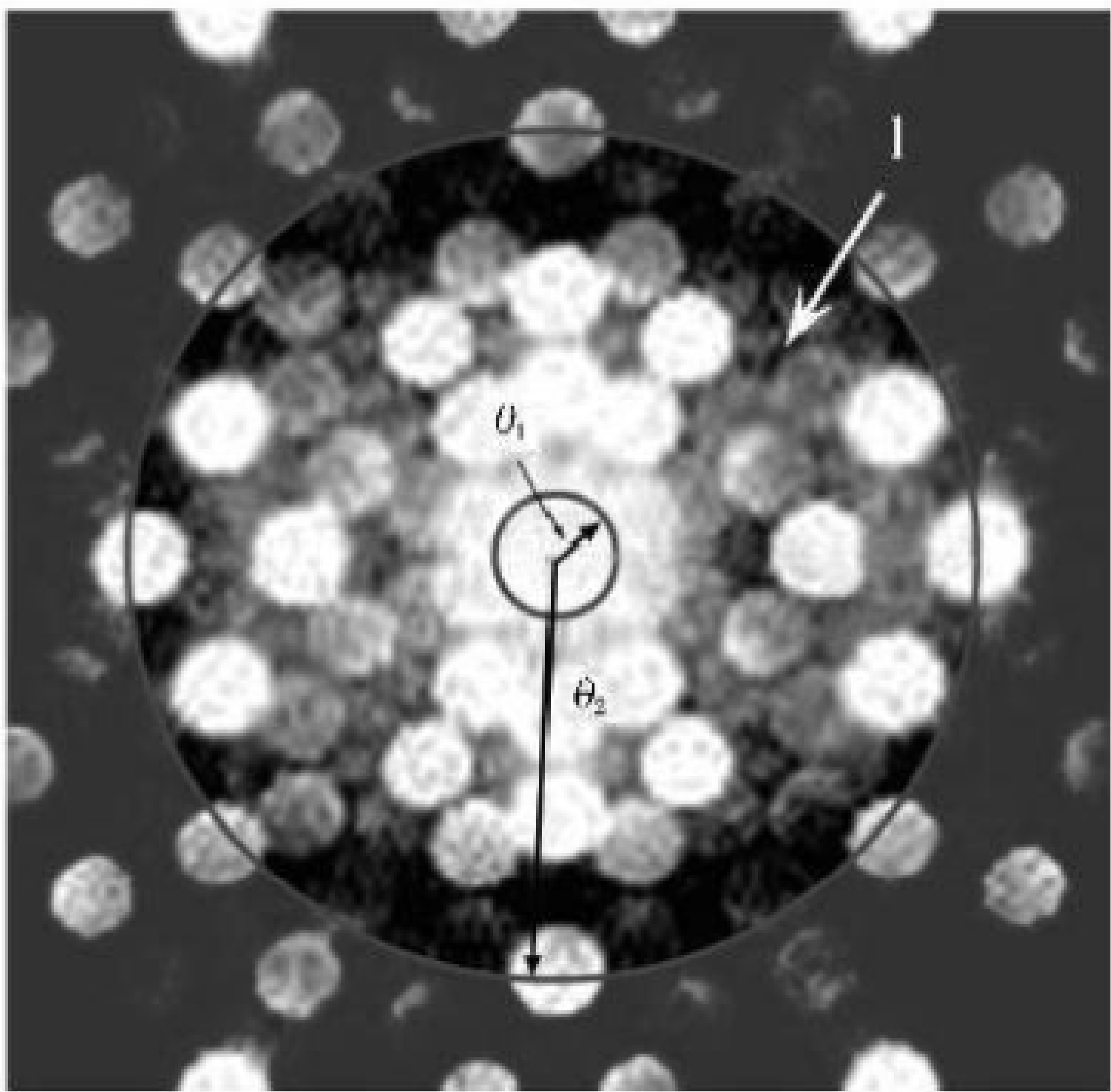
c) 测定2种或更多种第二相颗粒的数密度。按9.1.5a) 和9.1.5b) 方法分别求出各种第二相颗粒数的算术平均值，然后求和。

9.2 STEM环形暗场像方法

9.2.1 概述

不论第二相颗粒与基体有没有晶体学取向关系，都可以用STEM 环形暗场像方法观察，一帧环形暗场像可同时显示不同取向的第二相颗粒暗场像。

选用STEM 的低角环形暗场探测器，若其接收电子的角范围为 $\theta_1 \sim \theta_2$  (见图4),落在这个角范围的所有衍射束和散射电子都将被环形暗场探测器接收并形成扫描透射环形暗场像。图5给出铝合金试样STEM 环形暗场像的一例。



标引序号说明：  
1——环形暗场探测器的接收角范围。

图4 STEM环形探测器接收角范围  $\theta_1 \sim \theta_2$  示意图

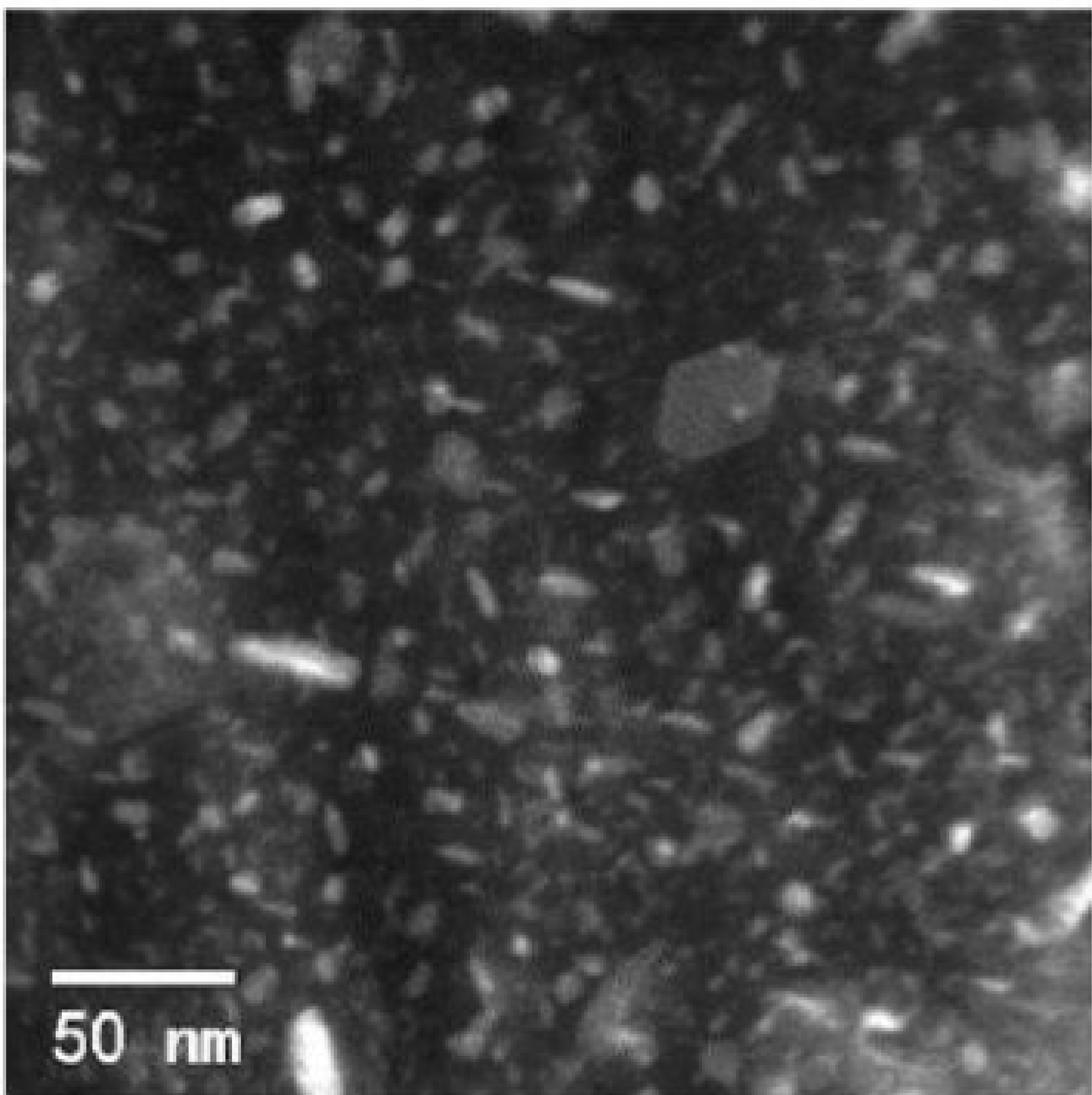


图5 铝合金试样的STEM低角环形暗场像

当试样的基体与第二相颗粒存在晶体学取向关系时，可调整接收角范围使环形探测器采集ROI 内第二相颗粒的衍射束和散射电子形成STEM 环形暗场像。在同一帧STEM 图像上同时显示具有不同晶体结构和不同取向关系的第二相颗粒的STEM 环形暗场像。

在第二相颗粒与基体之间没有晶体学取向关系的情况下，各个第二相颗粒的晶体取向是随机分布的，这些颗粒的衍射束将按其对应晶面间距 $d$  的大小分布在一系列同心圆周上，圆周半径与晶面间距( $d$ ) 成反比。这些沿圆周分布的衍射斑叠加在基体的单晶衍射花样上。通过环形探测器采集特定角范围的衍射束成像，即可获取由不同颗粒产生的多束衍射束像，从而得到各不同取向第二相颗粒的环形暗场像。

注：如果同时接收基体与第二相颗粒的衍射束成像，图像上的衬度将不同。

9.2.2 采集 STEM环形暗场像的步骤

采集STEM 环形暗场像的步骤如下。



- a) 按照9.1.2的步骤a)~g), 获得试样基体一个低指数晶带轴的选区电子衍射花样。
- b) 调节衍射相机长度(L), 使感兴趣的各个第二相颗粒至少有一个低指数衍射束包含在环形探测器的接收角范围( $\theta_1 \sim \theta_2$ )内(即  $\theta_1 < 2\theta_g < \theta_2$ )。
- c) 切换到STEM 环形暗场探测器模式, 在显示屏上得到ROI 的环形暗场像, 聚焦图像。  
注1:如果STEM的环形探测器安装在TEM屏上方, 退出该探测器以便观察荧光屏的SAED花样, 如果探测器位于TEM荧光屏下面, 则放下荧光屏观察。  
注2:STEM模式下电子衍射花样上的衍射斑显示为小圆盘, 圆盘直径取决于入射束会聚角的大小。本文件所述方法采用的入射束会聚角宜小于环形探测器的内孔径角  $\theta_1$ (见图4)。
- d) 调整STEM 环形暗场像的放大倍数, 使第二相颗粒能清晰显示并在ROI 内有一定数量(例如30个~200个颗粒)。聚焦、消像散并记录STEM 像, 记录图像的放大倍数和试样台倾转角等相关试验参数。
- e) 移动试样, 依次选择第*i* 个 ROI, 分别令ROI 编号*i*=1,2,3...*n* (建议*n*≥3), 重复以上步骤c)~d), 获得第*i* 个 ROI 内的环形暗场像。

STEM 环形暗场像模式下, 凡是衍射束被环形探测器接收的第二相颗粒都将成像, 所获STEM 暗场像可直接用于颗粒数的统计。

9.3 颗粒数的统计

对第二相颗粒数目进行统计时, 可应用图像分析仪或图像分析软件, 也可采用人工计数方法。若图像中背底与第二相衬度不明显或者第二相形状不规则, 自动计数可能出现较大误差, 此时宜采用人工计数方法。对第二相颗粒进行计数时, 可适当调整图像的色阶、亮度和衬度, 以使第二相颗粒便于识别。

10 试样厚度的测定

可根据试样特点和仪器设备情况选择以下方法测定试样厚度: 会聚束电子衍射(CBED) 法、厚度条纹法、电子能量损失谱(EELS) 方法和污染斑法等。推荐采用会聚束电子衍射方法, 操作步骤按照GB/T 20724 执行。

注: 应用不同的方法测定试样厚度的不确定不同, 导致数密度的测量不确定度不同。

11 数密度的计算

分析一种第二相颗粒 A 的数密度时, 对第*i* 个 ROI 中第二相颗粒 A 的总数(*N<sub>Ai</sub>*) 进行*m* 次测量, 得到*N<sub>Ai</sub>* 的算术平均值由公式(5)给出:

$$\overline{N_A} = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m N_{Ai} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- N<sub>Ai</sub>*——第*i* 个 ROI 中第二相颗粒A 总数*N<sub>Ai</sub>*;的算术平均值;
- m* ——测量次数;
- N<sub>Ai</sub>*——第*i* 个 ROI 中第二相颗粒A 总数的第*j* 次测量值。

若测量框*i* 的长和宽分别为*l<sub>1</sub>* 和*l<sub>2</sub>* ,ROI 的试样厚度为*t<sub>i</sub>*, 第二相颗粒A 的平均尺寸为*D<sub>A</sub>*, 则经过修正的测量框*i* 中的数密度(*p<sub>N</sub>*) 由公式(6)给出:

$$p_N = \frac{\overline{N_A} \cdot \cos\varphi}{l_{1i} \cdot l_{2i} \cdot (t_i + \overline{D_A})} \dots\dots\dots (6)$$



式中:

- PN——第*i* 个 ROI 中第二相颗粒A 的数密度, 单位为每立方微米( μ m<sup>-3</sup>);
- N——第*i* 个 ROI 中第二相颗粒A 的总数*N<sub>A</sub>*的算术平均值;
- φ ——试样的倾转角度, 单位为度(° );
- l<sub>i</sub>*——第 *i* 个测量框的长度, 单位为微米( μ m);
- l<sub>0</sub>* ——第 *i* 个测量框的宽度, 单位为微米( μ m);
- t<sub>i</sub>*——第*i* 个 ROI 的试样厚度, 单位为微米( μ m);
- DA——第*i* 个 ROI 中第二相颗粒的平均尺寸, 单位为微米( μ m)。

对*n* 个ROI的第二相数密度求平均值, 得到第二相颗粒A的数密度算术平均值(*p<sub>A</sub>*),由公式(7)给出:

$$\bar{p}_A = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n p_{Ai}$$

..... (7)

式中:

- PA——第二相颗粒A 的数密度算术平均值, 单位为每立方微米( μ m<sup>-3</sup>);
- n——ROI 数;
- PA——第 *i* 个 ROI 中第二相颗粒A 的数密度, 单位为每立方微米( μ m<sup>-3</sup>)。

本章所述方法适用于计算一种第二相颗粒、一个取向关系变体的数密度, 也适用于STEM 环形暗场像方法得到的多种第二相一起统计后的数密度。若存在两种以上第二相, 可根据试验目的, 分别求出每一种第二相颗粒的总数密度(包含不同变体), 再将各种第二相的总数密度求和。

12 不确定度评定

12.1 数密度不确定度的影响因素

影响第二相颗粒数密度不确定度的主要因素如下:

- u(l<sub>1</sub>)*:测量框长度值*l<sub>1</sub>* 的不确定度, 可忽略不计;
- u(l<sub>2</sub>)*: 测量框宽度值*l<sub>2</sub>*的不确定度, 可忽略不计;
- u(N)*:测量框内颗粒总数的不确定度;
- u(t)*: 试样厚度值*t* 的不确定度;
- u(D)*: 颗粒平均尺寸的不确定度;
- u(f)*: 由于第二相颗粒从薄试样表面脱落而产生的不确定度;
- u(M)*:TEM/STEM 显微图像放大标尺的不确定度;
- u(r)*:薄膜试样不同深度处的粒子投影像发生重叠导致的不确定度。

根据GB/T 27418的规定, 上述不确定度可归纳为A 和 B 两类, A 类不确定度可以通过系列观测的统计分析评估, 在这里包括 *u(l<sub>1</sub>)*、*u(l<sub>2</sub>)*、*u(N)*、*u(t)*和*u(D)*。 通过其他方法评估的则是B 类不确定度, 包括*u(M)*、*u(r)* 和*u(f)*。 通常情况下, *u(f)* 可忽略不计, 必要时可以对*u(f)* 单独评估。

注: 一般情况下, 与基体共格的小颗粒不易脱落, *u(f)* 很小, 可忽略不计; 而尺寸较大的颗粒如果发生脱落, 可以在 TEM/STEM图像上识别出来, 若记录图像的ROI避开有脱落颗粒的区域, 则不确定度*u(f)* 很小, 可忽略不计。

在对TEM/STEM 的数字图像进行测量时可精确到一个像素, 测量框的长和宽的不确定度很小, *u(l<sub>1</sub>)* 和*u(l<sub>2</sub>)* 可忽略不计; 金属材料中第二相颗粒的体积分数较小, 一般在5%以下, 且透射电镜用试样 较薄, 沿厚度方向颗粒投影像重叠的概率很小, *u(r)* 可以忽略不计; 对于放大倍率经过校准的

TEM/ STEM 设备，图片标尺的不确定度很小， $u(M)$  可忽略不计。因此，影响第二相颗粒数密度不确定度的

主要因素为u(N)、u(t)和u(D)。

12.2 灵敏系数

各个物理量的测量不确定度与其灵敏系数的乘积即为该物理量的不确定度引起的数密度的不确定度分量(见GB/T 27418)。表2列出了测量不确定度分量u(N)、u(t) 和u(D) 及其灵敏系数。

表 2 测量不确定度分量及其灵敏系数

不确定度分量	不确定度来源	灵敏系数
$u(N)$	颗粒总数的计数误差	$\left[\frac{\partial \rho}{\partial N}\right]$
$u(t)$	试样厚度测量值t的不确定度	$\left[\frac{\partial \rho}{\partial t}\right]$
$u(D)$	颗粒平均尺寸的不确定度	$\left[\frac{\partial \rho}{\partial D}\right]$
注： $\left[\frac{\partial \rho}{\partial N}\right]=\frac{\rho}{N}$ ， $\left[\frac{\partial \rho}{\partial t}\right]=-\frac{\rho}{t+D}$ ， $\left[\frac{\partial \rho}{\partial D}\right]=-\frac{\rho}{t+D}$		

12.3 合成不确定度

数密度的平均值p的标准不确定度u(p)即为p的实验标准差，由公式(8)给出：

$$u(\bar{\rho})=\sqrt{\frac{1}{n(n-1)}\sum_{i=1}^n(\rho_i-\bar{\rho})^2} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- u(p)——数密度平均值p的标准不确定度；
- n ——ROI 数；
- p—数 密 度 的 第i 次测量值；
- p ——数密度的平均值。

第二相颗粒数密度的合成标准不确定度[u. (p)]由公式(9)给出：

$$u_c(\rho)=\sqrt{u^2(\bar{\rho})+\frac{1}{m}\sum_{i=1}^m\left[\frac{\partial \rho}{\partial N}\right]^2u^2(N_i)+\frac{1}{m}\sum_{i=1}^m\left[\frac{\partial \rho}{\partial t}\right]^2u^2(t_i)+\frac{1}{m}\sum_{i=1}^m\left[\frac{\partial \rho}{\partial D}\right]^2u^2(\bar{D})} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

- u.(p)—— 第二相颗粒数密度的合成标准不确定度；
- u(p) ——数密度的平均值p的标准不确定度；
- m —— 测量次数；
- u(N) ——所选ROI 对应测量框内颗粒总数第i 次测量值的标准不确定度；
- u(t;)—— 试样厚度第i 次测量值的标准不确定度；
- u(D)—— 颗粒平均尺寸的标准不确定度。

12.4 扩展不确定度

取扩展系数k=2， 相应的包含概率约95%， 则第二相颗粒数密度的扩展不确定度由公式(10)给出：

$$U(p)=k\cdot u.(p)=2u(p) \dots\dots\dots (10)$$

式中：

$U(p)$  ——第二相颗粒数密度的扩展不确定度；

$k$  ——扩展系数；

$u(p)$  ——第二相颗粒数密度的合成标准不确定度。

试样中ROI 的第二相颗粒数密度( $p$ ) 由公式(11)给出：

$$p=p\pm U(p) \dots\dots\dots (11)$$

式中：

$p$  ——试样 中ROI 的第二相颗粒数密度；

$\bar{p}$  ——第二相颗粒数密度的平均值；

$U(p)$ ——第二相颗粒数密度的扩展不确定度。

13 检测报告

检测报告应包括但不限于以下内容：

- a) 试样名称，送检单位和日期，检测实验室和责任人签字等；
- b) 使用的设备及其基本参数：TEM/STEM 的型号、加速电压、工作模式、放大倍率等；
- c) 试样基体与第二相颗粒的物相与晶体结构，第二相颗粒的尺寸、形状和分布情况；
- d) 试样ROI 的局域厚度及测定方法；
- e) 试验数据：试样被分析区的放大形貌像(附有标尺的明、暗场像)，衍射相机常数和2个晶带轴的衍射花样，第二相颗粒的暗场像等；
- f) 数据处理：试验数据的分析处理方法、所用软件等；
- g) 测定结果：第二相颗粒的尺寸范围、数密度及其不确定度；
- h) 简要说明试样中第二相颗粒的分布情况。

附 录 A  
(资料性)  
用图像分析软件统计颗粒数的方法

A.1 应用图像分析软件统计颗粒数的方法

应用图像分析软件或图像分析仪进行颗粒数统计的基本步骤如下所示。

- a) 打开一帧待测的TEM 或 STEM 图像，设置测量框的位置和大小。
- b) 设定图像的标尺。

注1:一般软件在处理图像时自动以像素(pixel)为单位显示测量结果，设置标尺后，得到的测量结果能以校准的长度单位(如nm或pm)显示。

- c) 将图像转换为8 bit 的二值图像。
- d) 对图片进行降噪和背底矫正，使图片的背底较均匀，便于进一步分析。注意避免将弱小的第二相颗粒误为噪点。对于衬度较大、形貌清晰的图片可忽略这一步。
- e) 设定阈值：对图片阈值的上限和下限进行设置，使强度低于某个阈值的像素在视觉上弱化，突出欲分析部分，将图片区分为感兴趣的第二相颗粒以及不感兴趣的背底。
- f) 设定需要被测量和记录的参量，如被测定颗粒的数目、颗粒平均尺寸等。
- g) 设定参与统计的第二相颗粒的尺寸范围，如设定颗粒的线度范围或面积范围(单位为pixel或pixel<sup>2</sup>)。
- h) 根据待测颗粒的形状特征设定待分析颗粒的形状因子，即待测颗粒的长、短轴比的取值范围。

注2:若试样中各颗粒的形状相同，可忽略此步骤。

- i) 将参与统计的颗粒与原图或其反相图进行比对，检查是否有重叠、遗漏或多计数的情况，如果有，则需逐一校正。
- j) 剔除位于测量框右边框和下边框上的颗粒。
- k) 校正完毕后，软件自动分析并给出测量框内的第二相颗粒总数的统计结果。

A.2 颗粒统计结果的记录

记录保存图片的分析计数结果，一般包括以下内容：

- 试样名称，图片编号和选区编号；
- 被分析颗粒的类别特征(建议附上颗粒的形貌像和衍射花样)；
- 测量框的位置和大小(同时用像素和长度单位，如纳米、微米表示)；
- 被分析颗粒的尺寸范围(颗粒的面积或线度)；
- 计数结果：如颗粒数目或尺寸与面积等；
- 试样表面效应修正结果。

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

B.1 试验目的

用TEM 暗场像方法测定一种铝合金中含Zr 析出相的数密度。

B.2 试样及其制备

采用一种超高强度的铝合金进行试验测定，该合金的TEM 试样制备方法为。

- a) 在厚度为50 mm 的铝合金板材上，避开边缘，用线切割方法切取10 mm×10 mm×50 mm 的长方体，在长方体长度方向10 mm 处，用线切割方法切取一片10 mm×10 mm×0.2 mm 的薄片。
- b) 按照常规的金相制样方法将铝合金薄片的两个表面依次在粒度由粗到细(230#~2000#)的水砂纸上均匀打磨，直至薄片厚度小于50 μm。
- c) 在铝合金薄片上切取多个直径为3 mm 的小圆片，再用电解双喷方法将小圆片减薄至中心穿孔。清洗后装入试样盒备用。

B.3 试验条件与参数

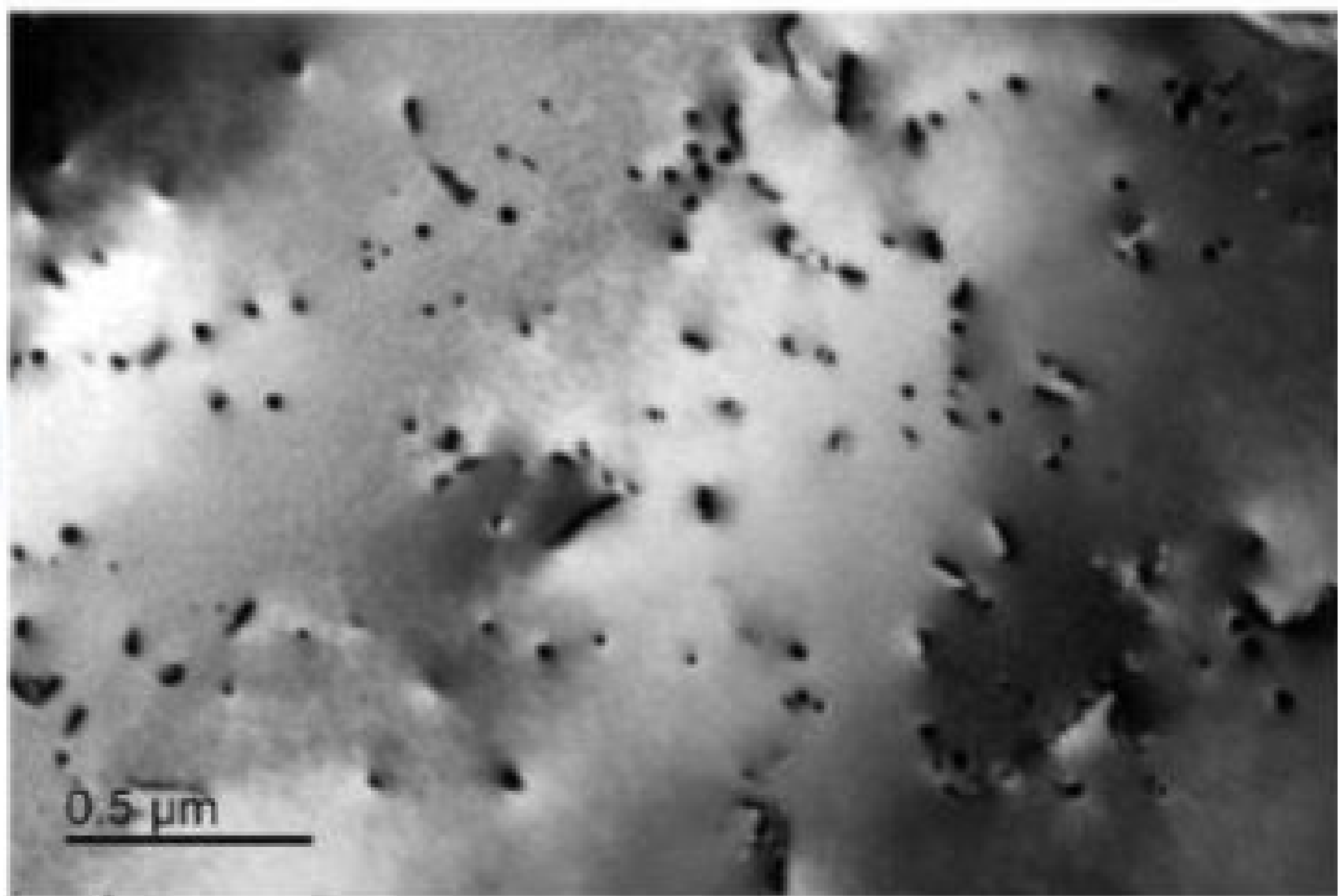
试验条件与参数主要包括以下内容：

- a) 设备：TEM;
- b) 试样台：双倾试样台;
- c) 加速电压：U=200 kV;
- d) 入射电子束波长： $\lambda=2.507\times10^{-3}\text{ nm}$ 。

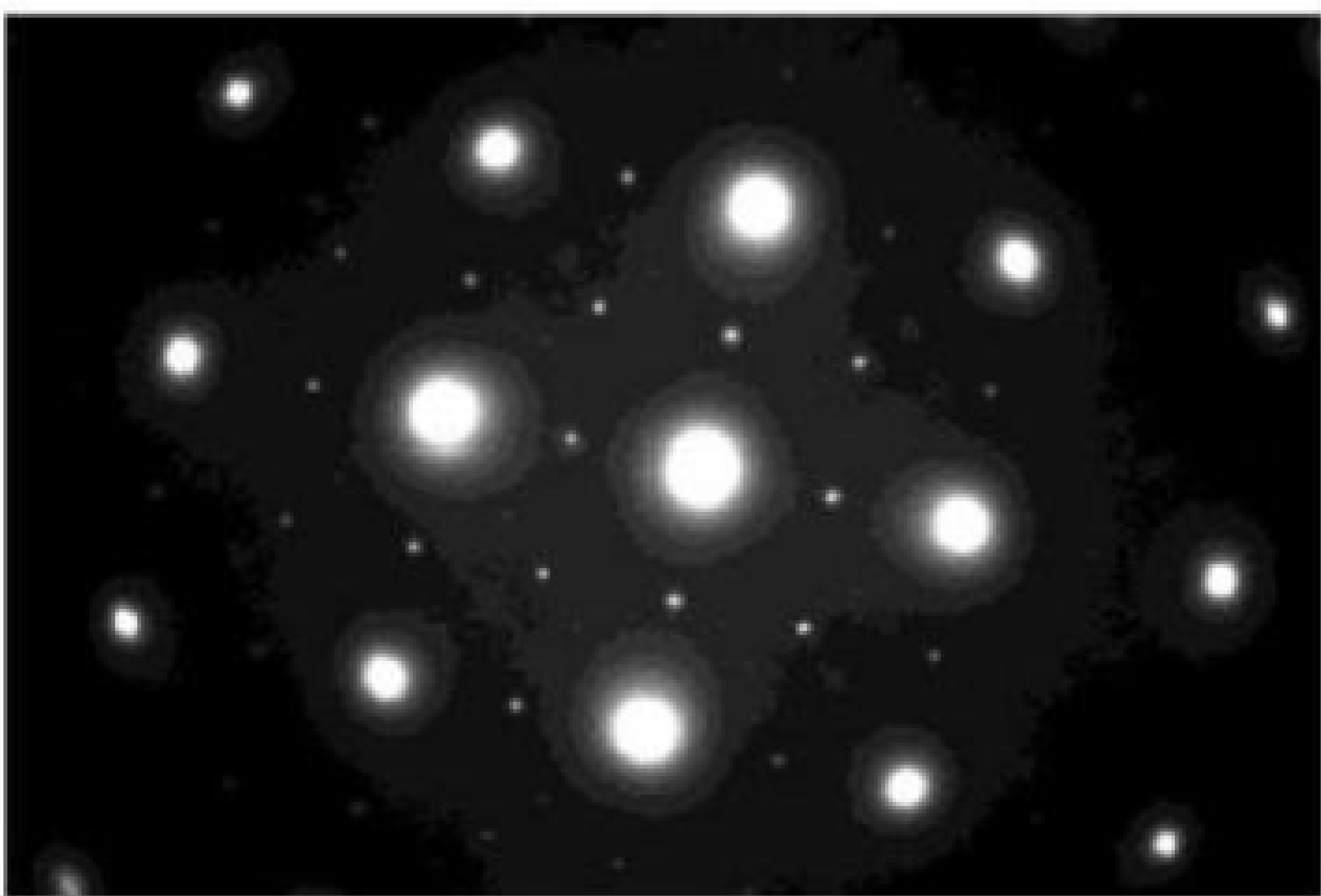
B.4 试验结果及数据分析

B.4.1 第二相颗粒的观察与记录

铝合金试样在透射电子显微镜下观察获得的纳米析出相明场像及基体的[001]、[011]和[112]三个晶带轴方向的SAED 花样如图B.1 所示。可以看出，基体的三个低指数SAED 花样中存在清晰的析出相衍射斑。析出相与基体存在取向关系。进一步分析表明，SAED 花样中的三套析出相衍射斑来自同一类析出相，即铝合金中的含Zr 析出相。



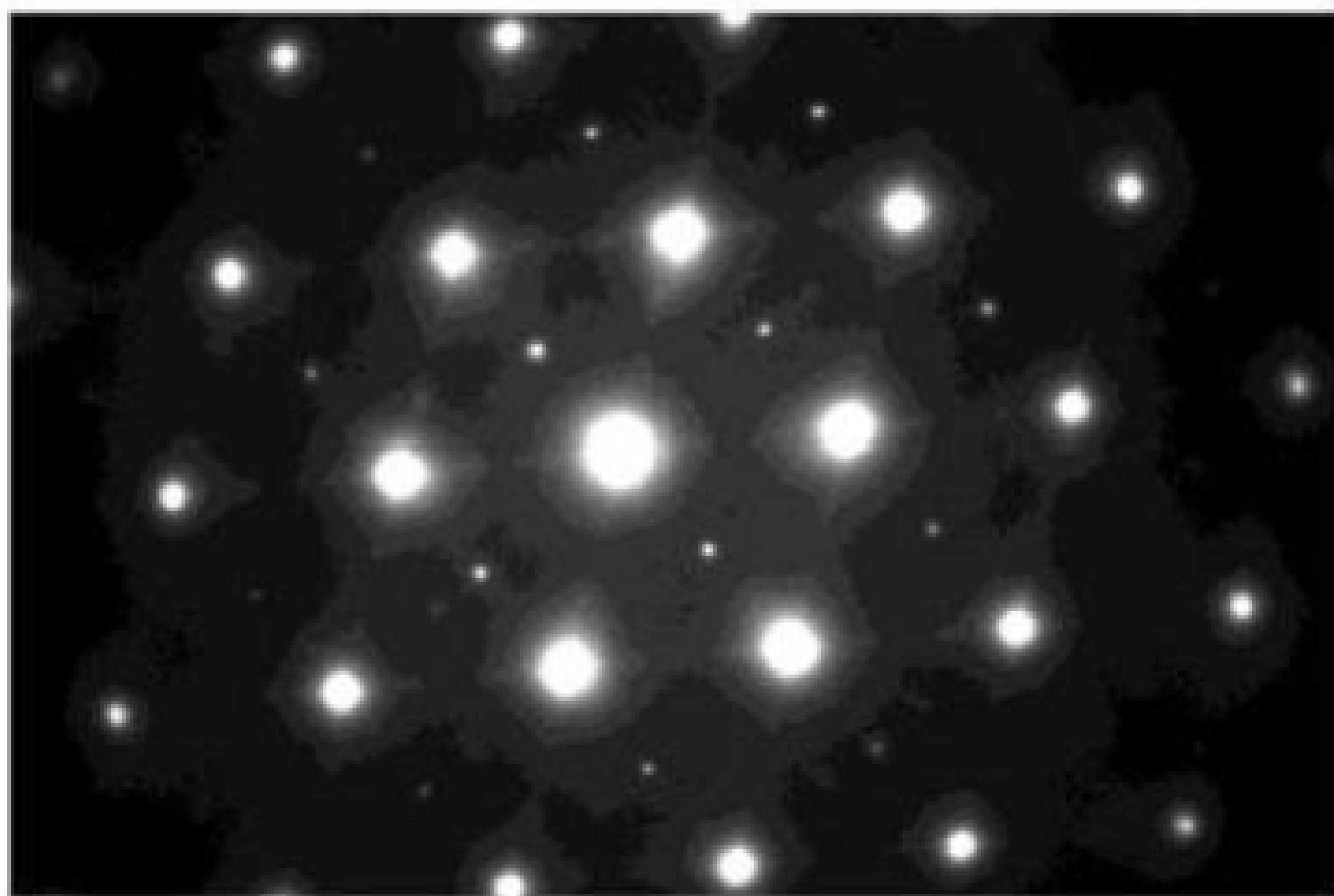
a) 明场(BF)像



b) 基体[001]带轴的衍射

图B.1 铝合金试样的TEM 明场像和 SAED花样





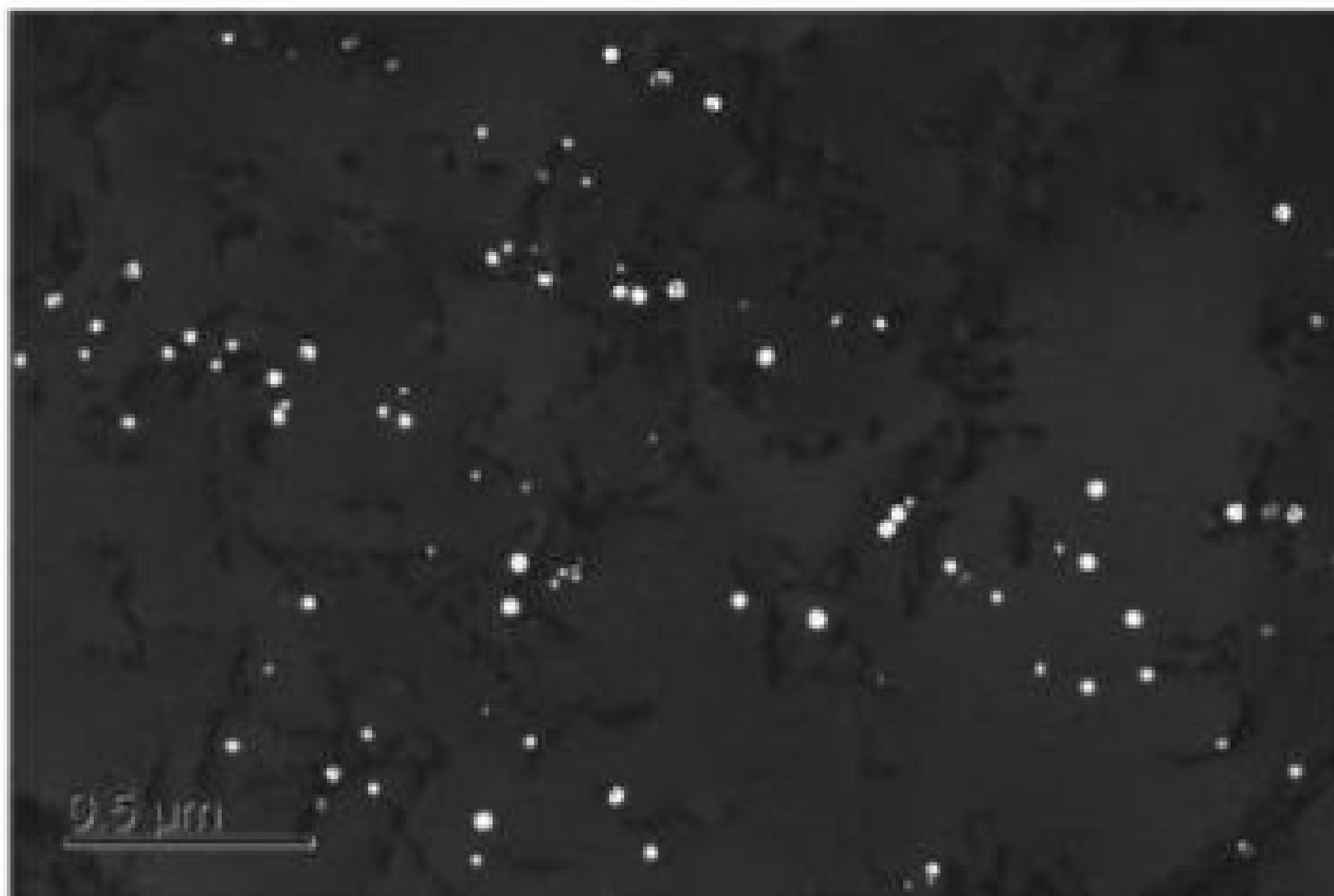
c) 基体[011]带轴的衍射



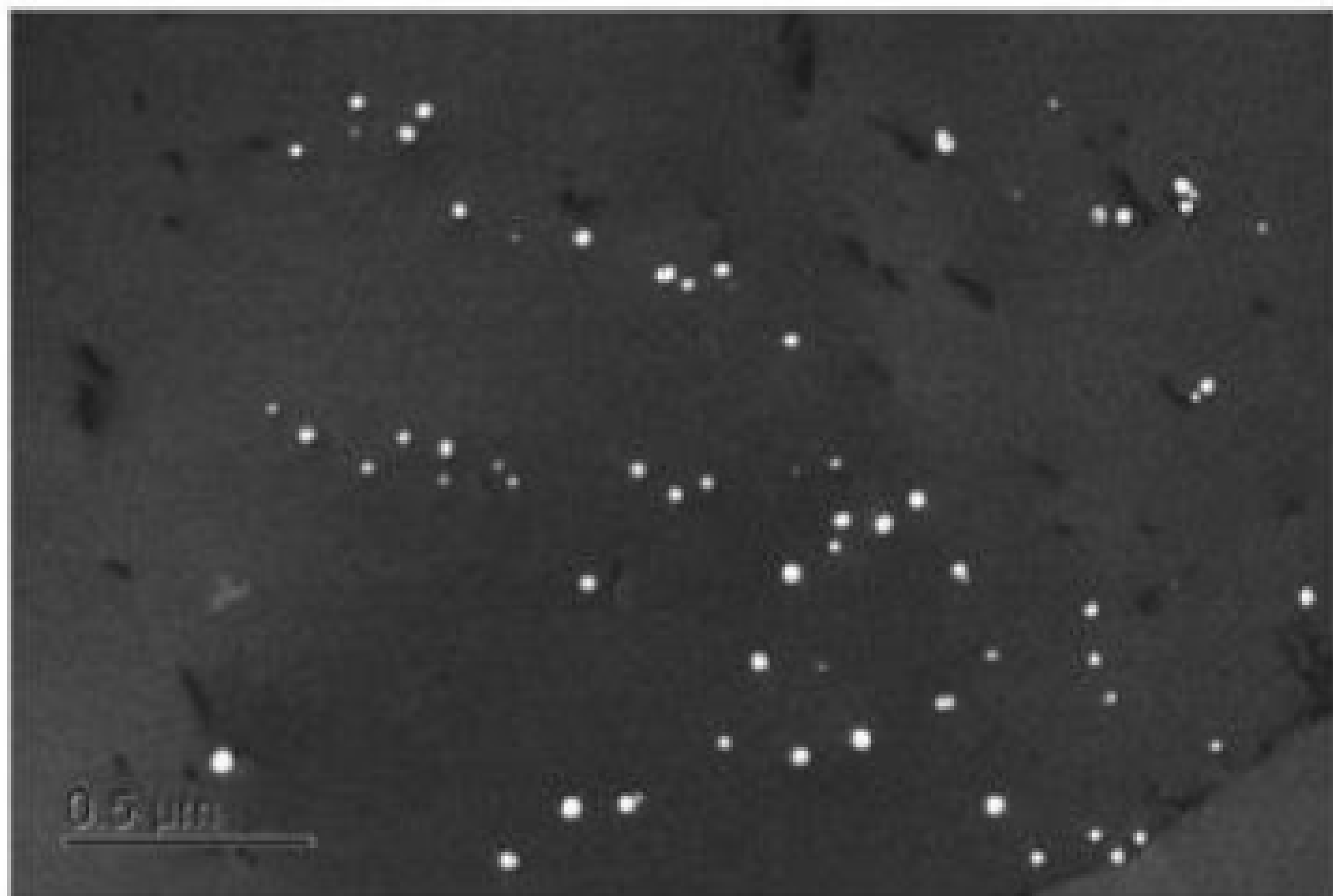
d) 基体[112]带轴的衍射

图 B.1 铝合金试样的TEM 明场像和SAED 花样（续）

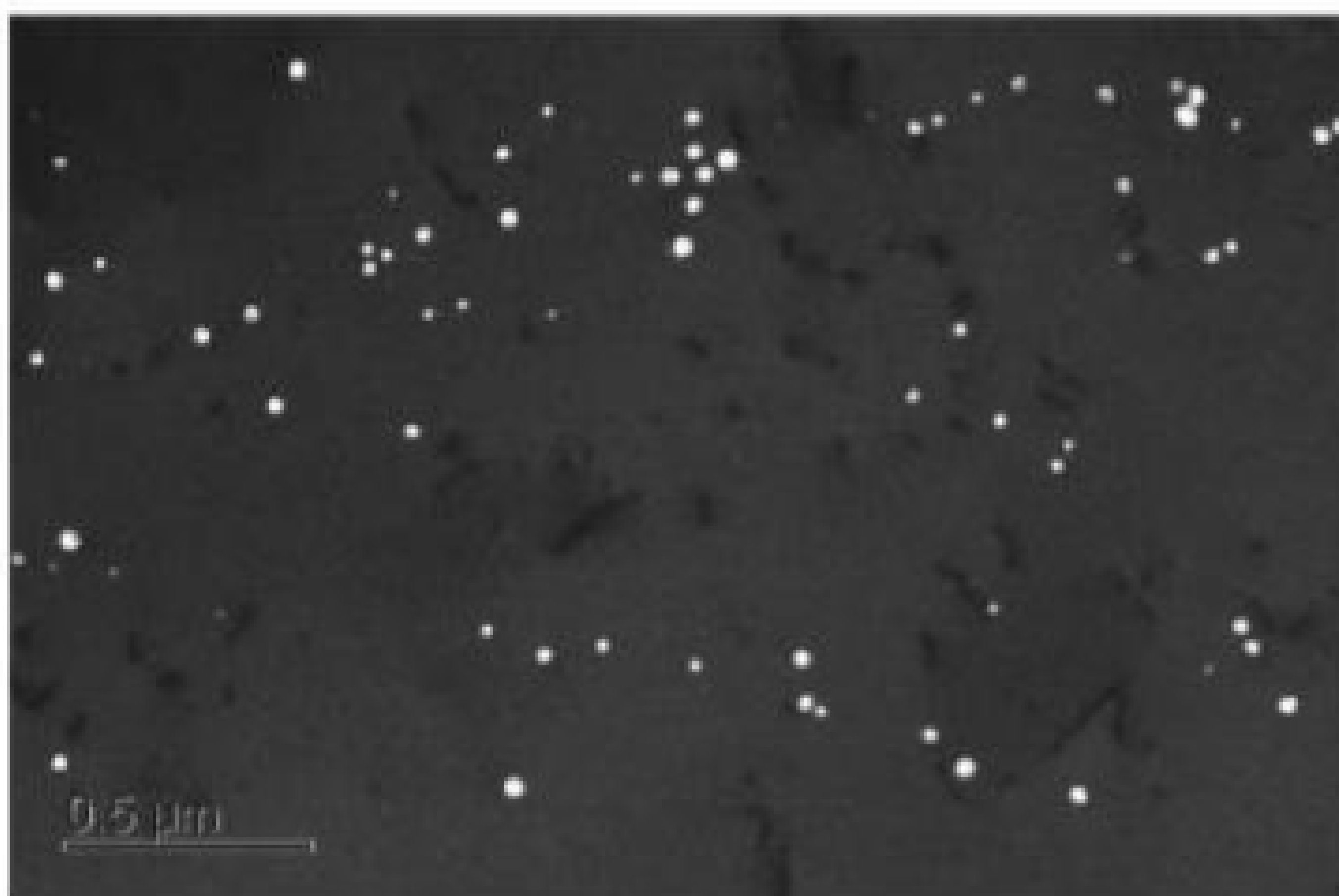
在铝合金试样中，选取3个ROI，分别记录含Zr 析出相低指数衍射束的中心暗场像，结果如图B.2 所示。同时记录各中心暗场像在图像采集时试样沿X 轴 和Y 轴的倾转角 $x_i, y_i$  ( $i=1, 2, 3$ )， 计算得到倾转角( $\phi$ )的余弦值，结果如表B.1 所示。



a) ROI 1



b) ROI 2



c) ROI 3

图 B.2 第二相颗粒A 的中心暗场像

表 B.1 试样倾转角及其余弦值

ROI <i>i</i>	/	<i>y</i> /	cos <i>x</i>	cos <i>y<sub>i</sub></i>	cos $\phi$
	5.8	9.43	0.995	0.986	0.981
2	6.47	5.88	0.994	0.995	0.988
3	-4.01	2.98	0.998	0.999	0.996



B.4.2 第二相颗粒的统计

首先统计图B.2中 ROI1 所示中心暗场像的颗粒总数，分析步骤如下。

- a) 打开图像，确定图像的像素分辨率，得到图像长度单位与像素之间的关系，以下仅显示测量框以内的图像。结果：测量框长 $l_1=2.6907\ \mu\text{m}$ ，共2004 pixels；宽 $l_2=1.7938\ \mu\text{m}$ ，共1336 pixels。确定图像分辨率之后去掉图像标尺。
- b) 设定图像标尺，即2004 pixels 对应 $2.6907\ \mu\text{m}$ 。
- c) 把图像转换为8 bit 的二值图像，然后把图像反相，结果如图B.3a) 所示。
- d) 设定阈值：阈值的下限为0, 上限为209。
- e) 图片降噪处理：这里采用平滑图像的方式去除噪点，结果如图 B.3b) 所示。
- f) 打断重叠的颗粒：将图B. 3b) 中贴近的颗粒分离开。
- g) 设定参与统计的第二相颗粒的尺寸范围，参与统计的第二相颗粒如图B. 3c) 所示。
- h) 将图 B.3c)与反相图[图B.3a)] 比较，未发现重叠、遗漏或多计数的情况，记录统计结果。

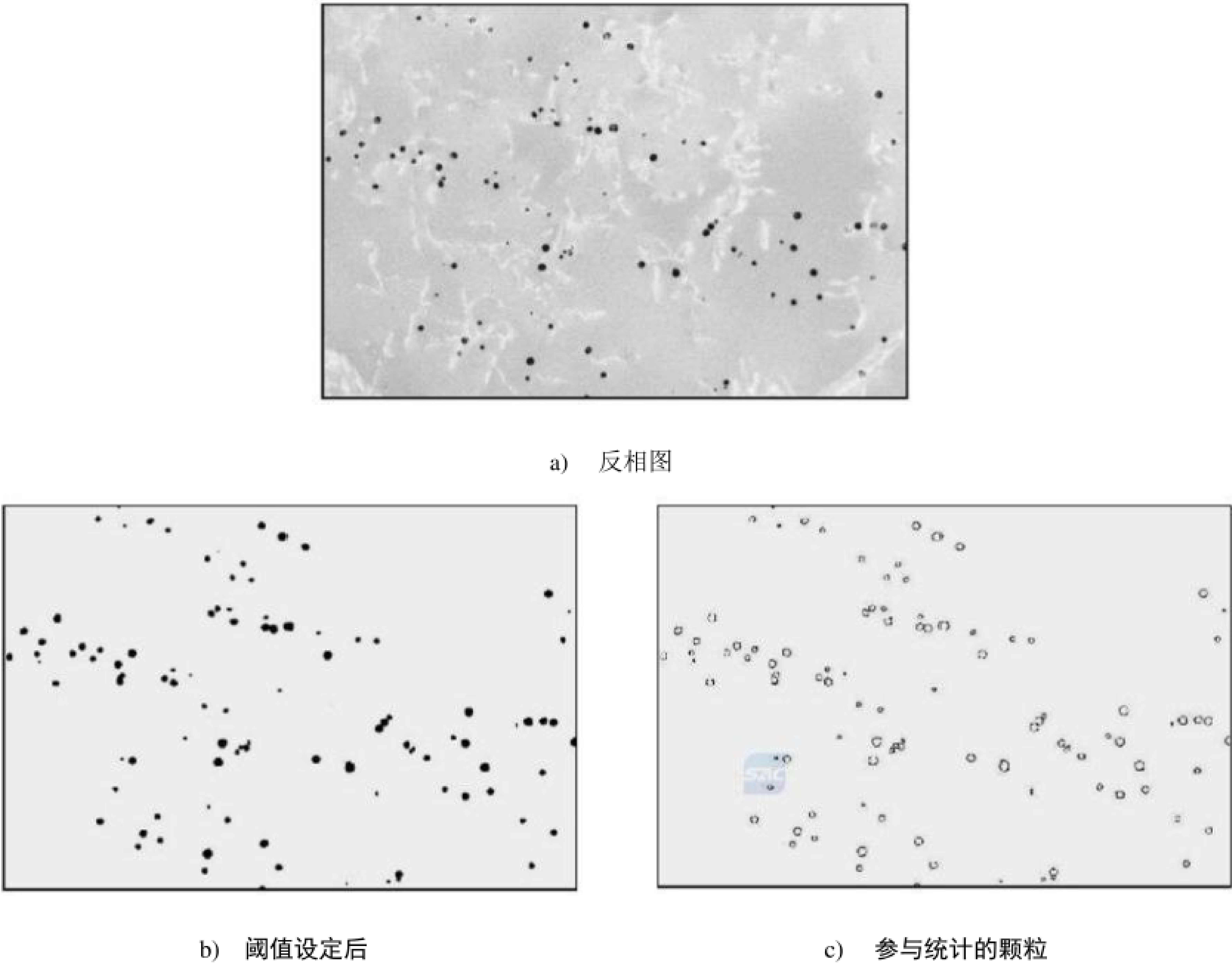


图 B.3 ROI1的颗粒数自动统计过程图

将铝合金试样的三个ROI 逐一按上述步骤a)~h) 进行第二相颗粒数的统计，被测量量( $Z$ ) 平均值的不确定度 $[u(Z)]$  可以用平均值的实验标准差表示，如公式(B.1) 所示。铝合金试样第二相的平均尺寸和颗粒总数的统计结果列于表B.2。

$$u(\bar{Z}) = \sqrt{\frac{1}{m(m-1)} \sum_{i=1}^m (Z_i - \bar{Z})^2} \quad \text{.....(B.1)}$$

式中：  
u(Z)——被测量量Z 平均值的标准不确定度；  
m ——测量次数；  
Z<sub>i</sub>——被测量量Z 的 第i 次测量值；  
Z ——被测量量Z 的平均值。

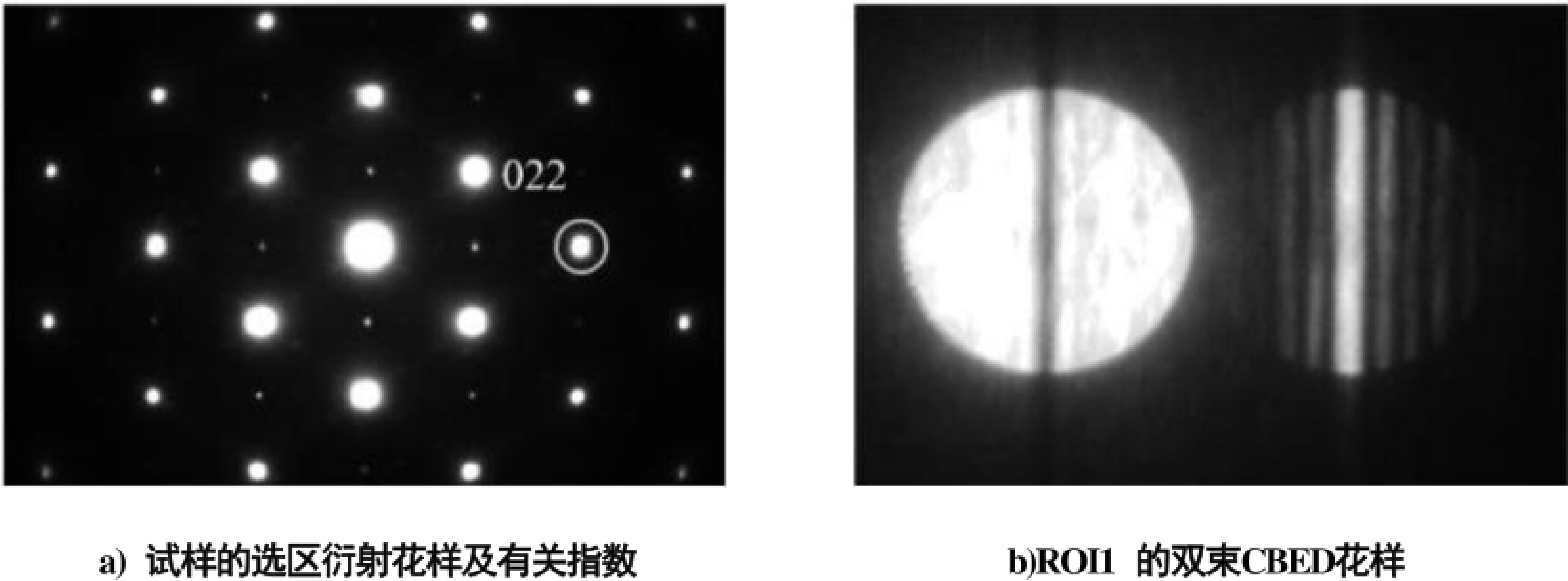
表B.2 铝合金试样第二相的平均尺寸和颗粒总数的统计结果

测试次数i	ROI1		ROI 2		ROI 3	
	D <sub>1</sub> / μ m	N	D <sub>2 i</sub> / μ m	N <sub>2</sub>	Dy/ μ m	N <sub>3</sub> ;
1	1.438×10 <sup>-2</sup>	98	1.356×10 <sup>-2</sup>	66	1.359X10 <sup>-2</sup>	72
2	1.426×10 <sup>-</sup>	100	1.414×10 <sup>-</sup>	64	1.398×10 <sup>-</sup>	72
3	1.479×10 <sup>-2</sup>	101	1.415×10 <sup>-</sup>	64	1.382X10 <sup>-2</sup>	71
平均值	1.448×10 <sup>-</sup>	99.7	1.395×10 <sup>-2</sup>	64.7	1.379×10 <sup>-2</sup>	71.7
标准不确定度	1.6×10 <sup>-4</sup>	0.88	2.0×10 <sup>-</sup>	0.67	1.1×10 <sup>-</sup>	0.33
注：D为第j个测量框第i次统计的第二相颗粒平均尺寸；N, 为第j个测量框第i次统计的颗粒总数。						

B.4.3 试样厚度的测定

B.4.3.1 CBED 花样的采集

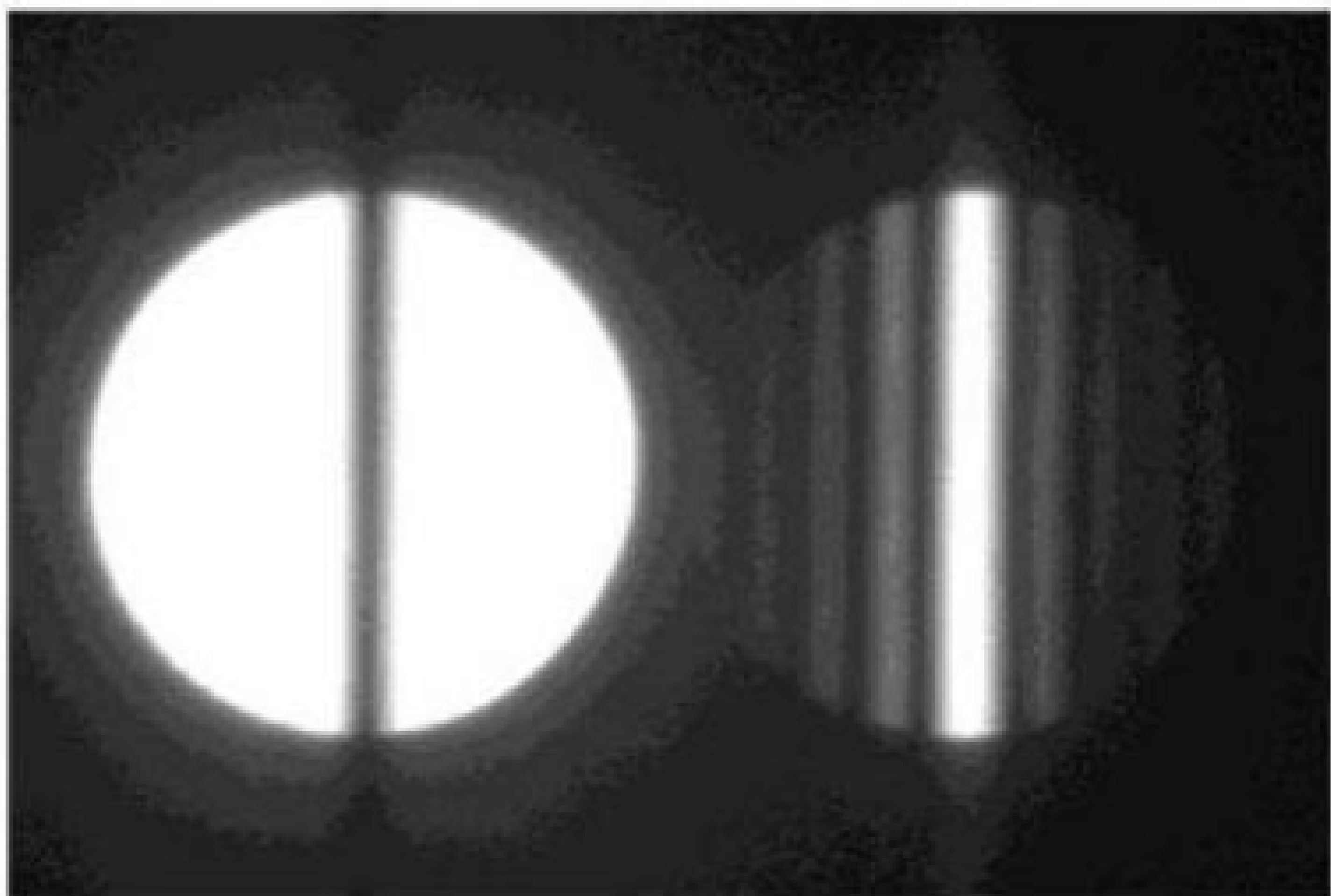
按照GB/T 20724所述的方法，应用会聚束电子衍射(CBED) 技术测定了试样 ROI 的局域厚度。分别测定图B.2 所示 3 个ROI 的 CBED 衍射花样。实验加速电压为200 kV,CBED 花样中的衍射盘为铝合金基体的衍射束022, 图B.4a) 所示是被测定区的选区衍射花样和衍射束022位置。3个ROI 的 CBED 花样分别由图B.4b)、图 B.4c) 和图B.4d) 给出。



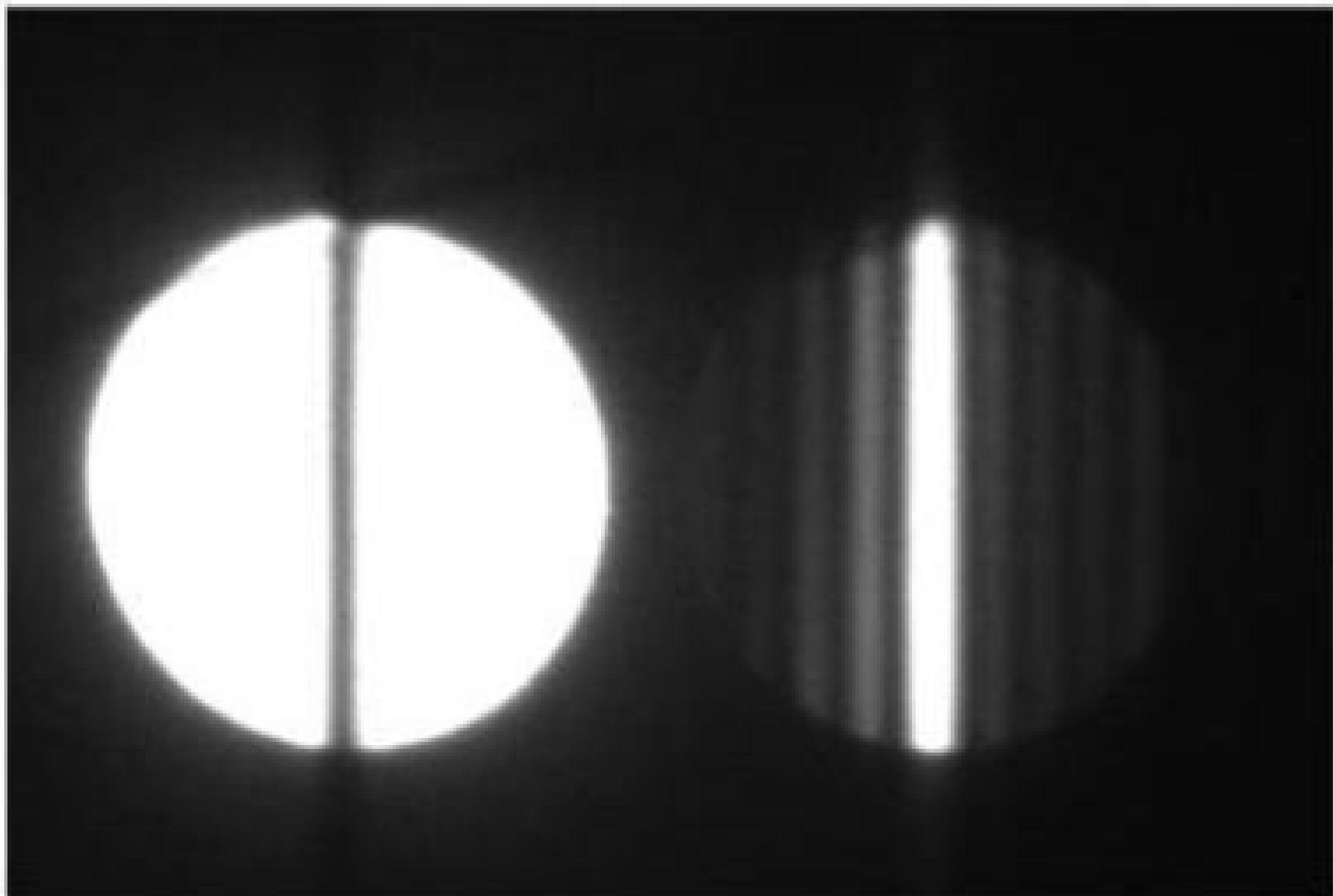
a) 试样的选区衍射花样及有关指数

b)ROI1 的双束CBED花样

图 B.4 CBED方法测定铝合金薄试样厚度的衍射花样



c)ROI2 的双束CBED花样



d)ROI3 的双束CBED花样

图 B.4 CBED方法测定铝合金薄试样厚度的衍射花样(续)

B.4.3.2 CBED花样的数据处理

按照GB/T 20724 所述的方法，分别在图 B.4 所示的CBED 衍射花样上进行测量及计算。以图 B.4b) 所示CBED 花样为例，测量数据由表B.3 给出，用最小二乘法拟合的 $(s/n)^2 \sim (1/n)^2$  直线关系如图B.5 所示，拟合直线的截距为 $b=7.0963 \times 10^{-5} \text{ nm}^{-2}$ ，截距的不确定度 $u(b)=0.16007 \times 10^{-5} \text{ nm}^{-2}$ 。

表 B.3 CBED花样的测量数据

$\Delta,$	数据1/ mrad	数据2/ mrad	数据3/ mrad	平均值/ mrad	标准不确定度 $u(\Delta)$
$\Delta_1$	0.914	0.869	0.871	0.885	0.0148
$\Delta_2$	2.19	2.193	2.213	2.199	0.0072
$\Delta_3$	3.606	3.56	3.575	3.58	0.0134
$\Delta$	4.7	4.738	4.715	4.717	0.011
$\Delta$	6.062	6.021	6.075	6.053	0.016

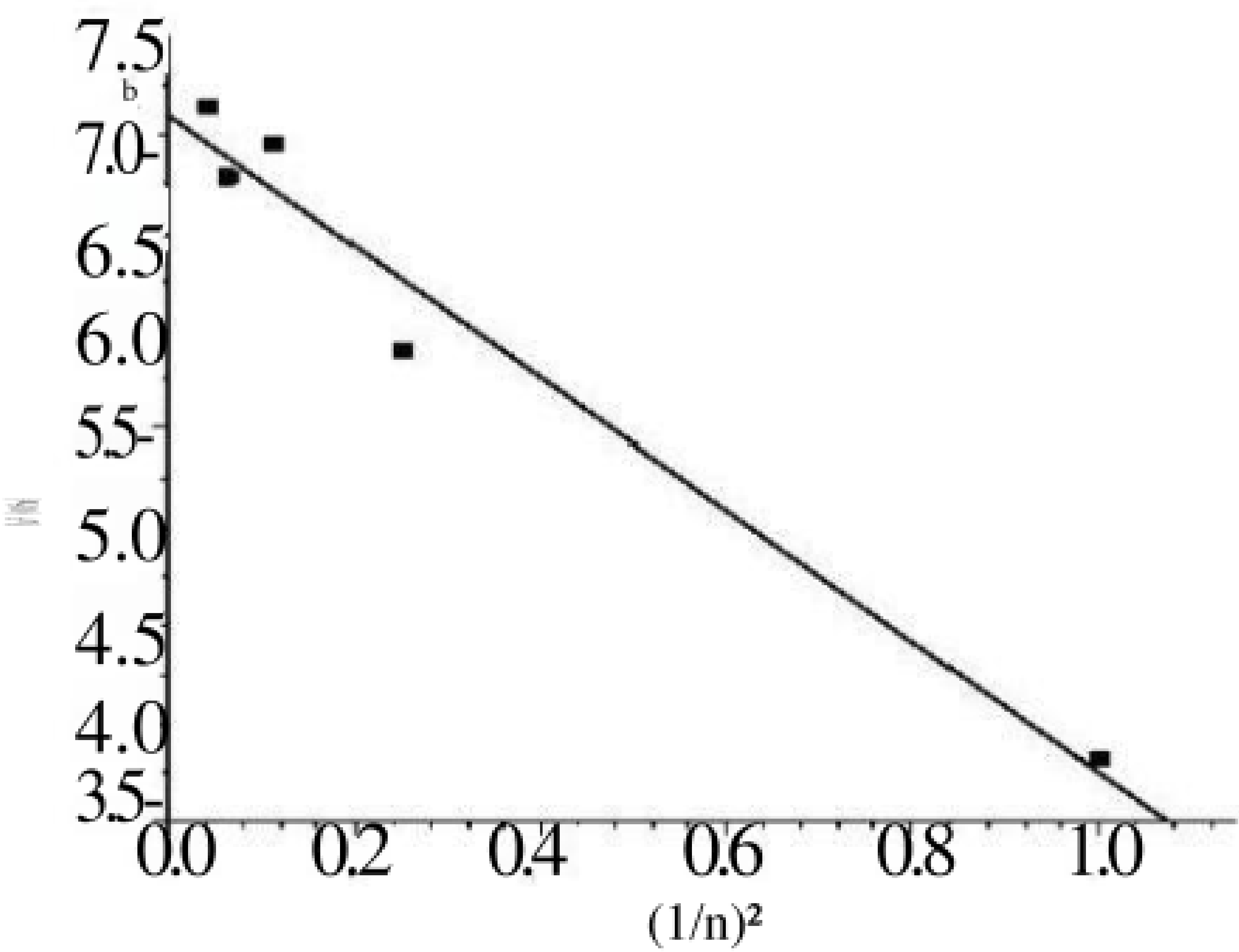


图 B.5 用最小二乘法拟合的 $(s/n)^2 \sim (1/n)^2$  直线

分析结果表明：ROI1 沿入射电子束方向的试样厚度为： $t_1=0.1187\text{ }\mu\text{m}$ ,厚度t 的不确定度如公式(B.2) 所示。

$$u(t)=\sqrt{\left[\frac{\partial t_0}{\partial b}\right]^2}u^2(b)\approx 1.4\times 10^{-3}\text{ }\mu\text{m}\dots\dots\dots(\text{B.2})$$

式中：  
 $u(t)$  \_\_\_\_厚度(t) 的标准不确定度；  
 $u(b)$ ——拟合直线截距b 的测量不确定度。  
3 个ROI 的局域厚度测试结果如表B.4 所示。

表 B.4 铝合金局域试样厚度 $t_i$  的测定结果

ROI i	$t_i/\text{ }\mu\text{m}$	$u(t_i)/\text{ }\mu\text{m}$
1	0.1187	$1.4\times 10^{-3}$
2	0.093	$8\times 10^{-4}$
3	0.1092	$1.2\times 10^{-3}$

B.4.4 第二相颗粒的数密度

将相关数据代入公式(3)和公式(4), 得到颗粒数密度, 结果如表B.5 所示。

表 B.5 测定铝合金试样第二相颗粒数密度 $p_i$  的试验数据

	$\cos g$	$a_i/\text{ }\mu\text{m}$	$b_i/\text{ }\mu\text{m}$	$a_i/\text{ }\mu\text{m}$	$t_i/\text{ }\mu\text{m}$	$D/\text{ }\mu\text{m}$	$V_i/\text{ }\mu\text{m}^3$	$p_i/\text{ }\mu\text{m}^{-2}$
1	99.7	0.981	2.6907	1.7938	0.1187	$1.448\times 10^{-2}$	0.6428	152
2	64.7	0.988	2.6907	1.7938	0.093	$1.395\times 10^{-4}$	0.5162	124
3	71.7	0.996	2.6907	1.7938	0.1092	$1.379\times 10^{-2}$	0.5936	120

第二相颗粒的数密度的平均值如公式(B.3) 所示：

$$\bar{p}=\frac{1}{n}\sum_{i=1}^n p_i=132\text{ }\mu\text{m}^{-2}\dots\dots\dots(\text{B.3})$$

式中：  
p—— 第二相颗粒数密度的平均值；  
n \_\_\_\_ROI的数量；  
 $p_i$ —— 第二相颗粒数密度的第i 次测量值。

B.4.5 数密度的不确定度

第二相颗粒数密度平均值的标准不确定度如公式(B.4) 所示：

$$\begin{aligned}u(\bar{p})&=\sqrt{\frac{1}{n(n-1)}\sum_{i=1}^n (p_i-\bar{p})^2}\\&=\sqrt{\frac{1}{3\times 2}[(152-132)^2+(124-132)^2+(120-132)^2]}\times 10^4=10.1\text{ }\mu\text{m}^{-2}\dots\dots\dots(\text{B.4})\end{aligned}$$

式中：  
 $u(p)$ ——第二相颗粒数密度平均值p的标准不确定度；

n ——ROI 数;  
p<sub>i</sub> —— 数密度的第i 次测量值;  
p —— 数密度的平均值。

第二相颗粒数密度的合成不确定度如公式(B.5) 所示:

$$u_c(p) = \left\{ u^2(\bar{p}) + \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \left[ \frac{\partial p}{\partial N_i} \right]^2 u^2(N_i) + \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \left[ \frac{\partial p}{\partial t_i} \right]^2 u^2(t_i) + \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \left[ \frac{\partial p}{\partial D} \right]^2 u^2(\bar{D}) \right\}^{\frac{1}{2}}$$
$$= \left\{ \begin{aligned} &10.1^2 + \frac{1}{3} \left[ \left( \frac{0.88}{1.52} \right)^2 + \left( \frac{0.67}{1.92} \right)^2 + \left( \frac{0.33}{1.67} \right)^2 \right] + \\ &\frac{1}{3} [ (-1.14 \times 10^3 \times 1.4 \times 10^{-3})^2 + (-1.16 \times 10^3 \times 8 \times 10^{-4})^2 + (-9.76 \times 10^2 \times 1.2 \times 10^{-3})^2 ] + \\ &\frac{1}{3} [ (-1.14 \times 10^3 \times 1.6 \times 10^{-4})^2 + (-1.16 \times 10^3 \times 2.0 \times 10^{-4})^2 + (-9.76 \times 10^2 \times 1.1 \times 10^{-4})^2 ] \end{aligned} \right\}$$
$$=\sqrt{(101.3+1.25+1.59+0.03)}=10.2 \quad \mu\text{m}^3 \quad \dots\dots\dots(\text{B.5})$$

式中:  
u.(p)—— 第二相颗粒数密度(p) 的合成标准不确定度;  
u(p)—— 第二相颗粒数密度平均值(p)的标准不确定度;  
m —— 测量次数;  
u(N<sub>i</sub>)—— 测量框内颗粒总数第i 次测量值(N<sub>1</sub> ) 的测量不确定度;  
u(t<sub>i</sub>)—— 试样厚度第i 次测量值(t<sub>i</sub>) 的测量不确定度;  
u(D)—— 第二相颗粒平均尺寸(D) 的测量不确定度。

取k=2, 相应的包含概率约95%, 得到第二相颗粒数密度的扩展不确定度如公式(B.6) 所示:

$$U(p)=k \cdot u.(p) \approx 21 \quad \mu\text{m}^{-3} \quad \dots\dots\dots(\text{B.6})$$

式中:  
U(p)—— 第二相颗粒数密度的扩展不确定度;  
k —— 扩展系数;  
u.(p)—— 第二相颗粒数密度的合成标准不确定度。

实验铝合金中测试区的第二相颗粒数密度测定结果如公式(B.7) 所示:

$$p=p \pm U(p)=132 \quad \mu\text{m}^{-3} \pm 21 \quad \mu\text{m}^{-3} \quad \dots\dots\dots(\text{B.7})$$

式中:  
p ——第二相颗粒的数密度;  
p ——第二相颗粒数密度的平均值;  
U(p)——第二相颗粒数密度的扩展不确定度。

**B.4.6 数密度的测定结果**

按照本文件所述方法应用透射电镜的 TEM 模式测定了超高强度的铝合金试样中含Zr 析出相颗粒的数密度。通过数据分析获得试样被观测区的含Zr 析出相颗粒的数密度为132 μ m<sup>-3</sup>±21 μm<sup>-3</sup>。

## 参 考 文 献

- [1]GB/T 18876.1—2002 应用自动图像分析测定钢和其他金属中金相组织、夹杂物含量和级别的标准试验方法第1部分：钢和其他金属中夹杂物或第二相组织含量的图像分析与体视学测定
- [2]GB/T 21649.1—2008 粒度分析图像分析法 第1部分：静态图像分析法
- [3]GB/T 34002—2017 微束分析 透射电子显微术 用周期结构标准物质校准图像放大倍率的方法
- [4]ISO 13322-1:2014 Particle size analysis—Image analysis methods—Part 1:Static image analysis methods
- [5]ISO 21363:2020 Nanotechnologies—Measurements of particle size and shape distributions by transmission electron microscopy
- [6]辛燕, PENNYCOOK SJ.高分辨扫描透射电子显微学技术—原子分辨率原子序数衬度成像//叶恒强, 王元明.透射电子显微学进展[M]. 北京: 科学出版社, 2003:317-340.
- [7]戎咏华.分析电子显微学导论[M]. 北京: 高等教育出版社, 2006.
- [8]余永宁, 刘国权.体视学-组织定量分析的原理和应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1989.
- [9]FULTZ B.,HOWE J.Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials [M].Third Edition New York:Springer,2008.
- [10]CARTER C B,WILLIAMS D B.Transmission Electron Microscopy[M].New York: Springer,2016.
-

