

用分析电子显微镜研究快速凝固 Al₈Fe₄Ce₃Ti 合金中的未知相*

汤亚力 沈宁福 邵国胜

(郑州工学院材料研究中心)

摘 要: 本文用分析电子显微镜(AEM)对快速凝固Al-8Fe-4Ce-3Ti(重量百分比)条带中一未知相进行了会聚束电子衍射(CBED), X-射线能谱(EDS)及高分辨分析。结果表明:它属于菱方晶系,空间群为R3m,点阵常数 $a=1.81\text{\AA}$ (10^{-10}m), $c=22.9\text{\AA}$, [001]位向下的高分辨像显示了同会聚束一致的对称性。

关键词: 分析电子显微镜, 会聚束电子衍射, 能谱, 高分辨, 快速凝固

中国图书分类号: TG146

快速凝固 Al-8Fe-4Ce 合金是一种热强型合金, 通过雾化法制得的粉粒再经过制坯、热压、热挤等一系列工艺过程所得到的合金在 300℃ 时的强度可达 300MPa 以上^[1], 可用于航空航天等需耐高温的部件上。Al-8Fe-4Ce 的耐热原因在于: 由于 Ce 元素的加入, 在快速凝固过程中可以抑制大的 Al₃Fe 针状相析出, 并且在之后的热加工过程中 Al-Fe-Ce 三元相以细小弥散形式析出, 这些三元化合物有较高的热稳定性, 使合金在高温工作条件下仍保持较高强度。郑州工学院材料研究中心开发的 Al-8Fe-4Ce-Ti 系合金通过加入不同含量的 Ti 元素, 使 Ti 对合金的组织及热稳定性起良好作用, 可提高合金的热强性能。在对快速凝固 Al-8Fe-4Ce-3Ti 条带的电子显微镜研究中发现一种富 Al 未知相, 作者用会聚束, 能谱, 高分辨等分析手段对此相的结构进行了分析研究。

分析电子显微镜集透射电镜与电子探针于一身, 当样品被高能电子束照射时, 它可以收集、测定和分析从样品局部区域发射出的各种不同信号。其中: 高分辨电子显微术可以显示晶体的结构象甚至原子的实际排列及缺陷分布; 会聚束电子衍射及微衍射可以获得晶体的三维空间信息, 确定晶体的结构, 对称性及缺陷的晶体学特征; X-射线能谱及能量损失谱可以测定微区化学成分。另外具有扫描透射, 二次电子像等分析手段。所以分析电子显微镜具有先进的综合功能, 在材料的分析研究方面起着重要的作用。

* 收稿日期: 1990.09.01

1 实 验

Al-8Fe-4Ce-3Ti 合金由 99.9%Al, 99.9%Fe 及 99.5%Ce 和 99.9%Ti 轻真空熔炼炉在氩气保护下熔炼而成。快速凝固条带由单辊旋转法得到, 条带厚度为 $100\mu\text{m}(10^{-6}\text{m})$ 。电镜试样由双喷电解减薄法制成。

电镜分析在 JEOL-2000FX 透射电镜上实现; 该电镜配有 LINK-AN10000X-射线能谱仪。

在实现会聚束电子衍射时, 为了得到清晰的高阶劳埃线 (HOLZ 线), 首先样品应减薄到零层最近邻反射的消光距离的 5 倍左右, 其次选择较低的加速电压 (本实验为 120KV 和 160KV), 并在实验过程中不停地在抗污染装置中加入液氮防止样品污染。在同样实验条件下拍到 $\alpha\text{-Al}[001]$ 位向的衍射花样, 以此作为未知相点阵常数测定的内标。

高分辨显微术要求样品尽可能薄, 这样才能得到用晶体结构投影作直接解释的弱相位像; 本文用会聚束衍射得到的衍射盘中的回摆曲线来测定厚度, 虽然这种方法适于测定较厚晶体的厚度, 但鉴于本实验的减薄程度, 测出的厚度是比较精确的; 在拍摄高分辨的过程中, 仔细对中和消像散是必不可少的, 并记录欠焦量。对于晶胞尺寸大于 10\AA 的晶体, 在荧光屏上观察到的最佳衬度像, 往往也就是 Scherzer 聚焦的像⁽²⁾。

2 实验结果及分析

2.1 在经减薄试样的边缘发现如图 1 所示的片状晶体, 其 $[001]$ 位向的会聚束衍射图如图 2 所示, 其明场及全图都具有 3mv 对称性; 在该位向的双束会聚束衍射 (图 3) 表明: 暗场盘内的对称性为 1, 两暗场盘之间 ($\pm G$) 的对称性为 1, 即无倒反中心存在; 经过大角度倾转晶体, 没有 4 次轴出现, 也就是没有 4mm 对称性, 由 Buxton 的对称与衍射群、点群的关系[3]知, 其所属衍射群及点群均为 3m , 所以此晶体只可能为菱方晶系, 这样它所属的空间群为 $R3\text{m}$ 。

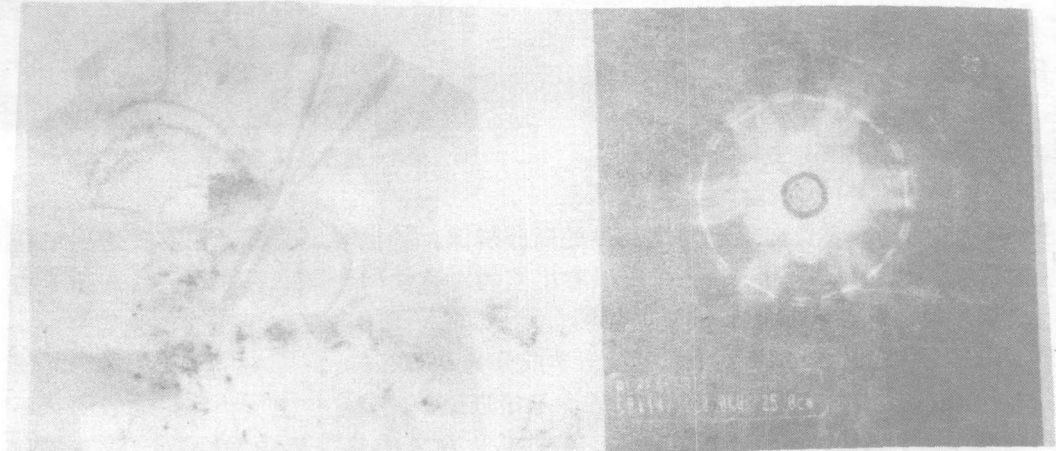


图1 薄区边缘的片未知相

图2 未知相 $[001]$ 位向的会聚束(CBED)明场及全图

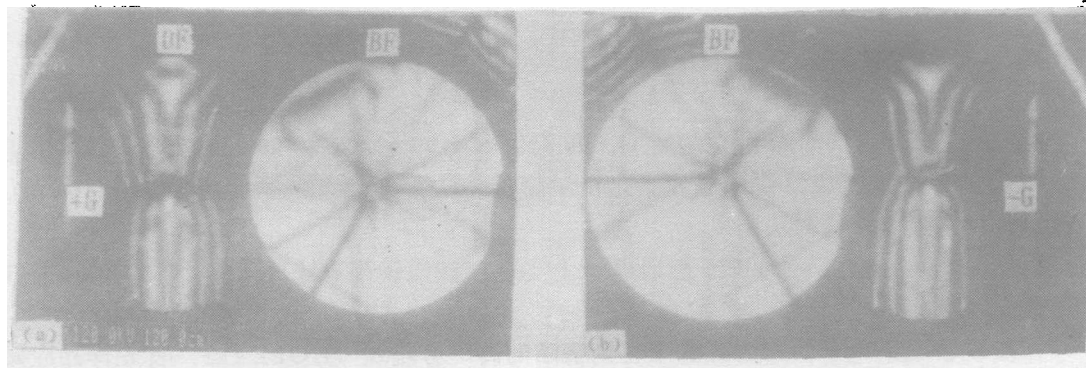


图3 [001]位向得到的双束会聚束(CBED)图形, 暗场对称性为1; 暗场之间($\pm G$)对称性为1

利用[001]位向会聚束图中一阶劳埃带(FOLZ)可以求出平行于入射束方向的倒易矢量长度, 从而得到C值[4], 这样从一张会聚束图上可以得到晶体对称性及点阵常数信息。由[4]中给出的公式可求出C:

$$C = H_m^{-1} = 2 / \lambda G^2 = 22.9 \text{ \AA}$$

其中 λ 为电子波长, G 为一阶劳埃环半径。利用六方晶系面间距公式及标定的指数, 可求得 $a = 1.81 \text{ \AA}$ 。

2.2 由电子衍射双光束动力学理论, 有公式:

$$(Si / ni)^2 = -(1 / \xi_g^2) \cdot (1 / ni)^2 + 1 / t^2$$

其中 ξ_g 为 g_{hkl} 反射的消光距离, t 为样品厚度, $Si = (\lambda / d^2) \cdot (Li / Lo)$ 为第 i 级最小的偏离参量; λ 为电子波长, d 为所测暗场盘对应面间距; Li 为暗场盘中中心最强线到第 i 级次强线的距离, Lo 为明暗场盘中心距离, 这样作出 $(Si / ni)^2 \sim (1 / ni)^2$ 的直线, 由其截距可得晶体厚度 $t = 894 \text{ \AA}$, 在这样的厚度下, 用弱相位体近似来直接解释高分辨像不合适, 需要通过像模拟计算来解释。但通过本实验条件下得到的高分辨像, 仍可看出晶体对称性及位错分布情况。

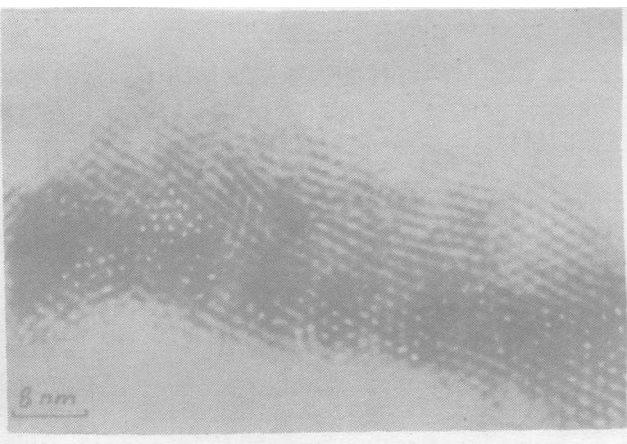


图4 晶界处高分辨像

图4为未知相[001]位向下小角度晶界处高分辨像, 拍摄时用物镜光栏套住透射束及六个衍射斑成像, 欠焦量为 1738 \AA , 可以看出它的对称性同会聚束对称性一致。图5为欠焦量 864 \AA 时晶体缺陷的分布, 明显地可以看到刃型位错的存在。

2.3 对晶体的X-射线能谱分析表明其化学成分为9.83%Fe, 4.62%Ce, 1.95%Ti, 其余为Al(重量百分比), 其Fe、Ce、Ti的含量接近原始成分, 但电子衍射结果表明它不是 $\alpha\text{-Al}$ 。M.Chandrasekaran等在Al-6Wt%Fe雾化粉末的热挤棒中发现有一菱方相存

在 [5]($a = 8.9\text{\AA}$, $\alpha = 111.8^\circ$), 空间群为 $R3c$ 或 $R3m$, 但其成分同 $Al_{13}Fe_4$ 接近, 故作者发现的菱方相同[5]中所述不同。

能谱分析此相以 Al 为主, 且在喷制条带时, 熔点较高, 没有进行真空保护, 故形成氧化物的可能性较大。由于本电镜上所配能谱不能对原子序数小于 12 的轻元素作定量分析, 从而确定氧元素的存在。但可在能量损失谱仪上进行, 这方面的工作有待进一步深入。

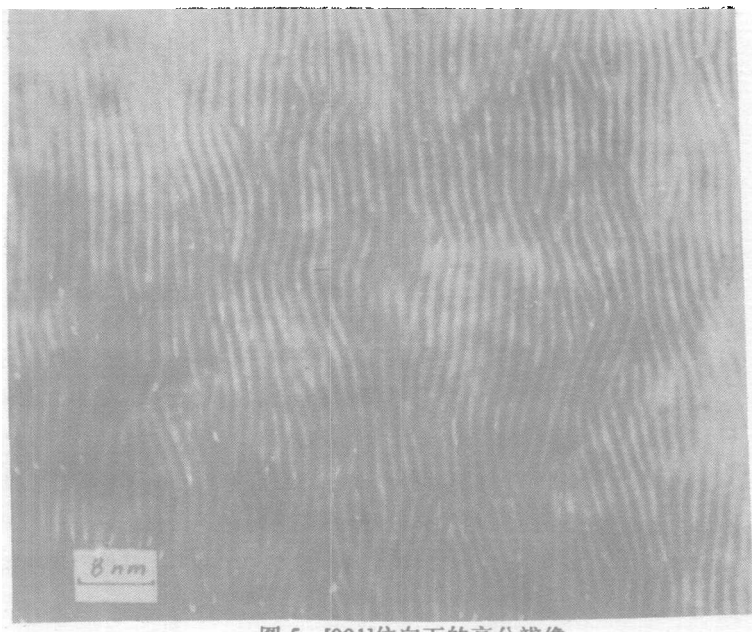


图5 [001]位向下的高分辨像

3 结 论

在分析电子显微镜上对 Al-8Fe-4Ce-3Ti 快速凝固条带中的未知相进行会聚束、高分辨及能谱分析, 结果表明:

3.1 其晶体结构属菱方晶系, 空间群为 $R3m$, $a = 1.81\text{\AA}$, $c = 22.9\text{\AA}$ 。

3.2 高分辨像显示了晶体内部缺陷情况及同会聚束电子衍射一致的对称性; 能谱分析其成分为 83.60Wt%Al, 9.83Wt%Fe, 4.62Wt%Ce 及 1.95Wt%Ti。

石广新同志在合金熔炼及条带喷制过程中给予热情帮助, 作者在此深表谢意。

参 考 文 献

- (1) W.M.Griffith, et al. High-Strength Powder Metallurgy Aluminium Alloys. AIME 1982. (209)
- (2) 郭可信, 叶恒强. 高分辨电子显微学. 科学出版社, 1985, (168)
- (3) B.F.Buxton, et al. Phil Trans.R.Soc.Lond.A281, 1976
- (4) M.Raghavan, et al.Met.Trans.Vol. 15A July 1984, 1299
- (5) M.Chandraskaran, et al. Scripta Metallurgica Vol.22 1988. 797-802

(下转第8页)

- (2) 沈振明, 李丰年. 关于水跃后水流流态和波动的试验研究. 水利水电科学研究院研究报告
- (3) 辛玉传. 低佛汝德数水跃特性的实验研究. 郑州工学院研究生论文. 1982
- (4) 陈椿庭. 平底水槽二元水跃长度公式的比较. 水利水电技术. 1961, 4
- (5) 吴桢祥, 王钟泰. 陆浑西村退水闸水工模型试验研究报告. 郑州工学院, 1985, 6
- (6) 吴桢祥, 吴建平. 黄河大峡水电站溢洪道单体水工模型试验报告. 郑州工学院, 1990, 6
- (7) 吴桢祥等. 西村竖井泄水道模型试验研究. 郑州水利与系统工程, 1986, 2

A Laboratory Study on Hydraulic Characteristics of Waves Downstream from a Hydraulic Jump

Wu Zhengxiang

(Department of Hydraulic Engineering)

Abstract: In this paper the hydraulic characteristics of waves induced downstream from a hydraulic jump on a horizontal bed has been studied according to the data measured from model test, a formula for computing maximal wave height below a hydraulic jump is obtained. Based on the model test other statistical behaviors of waves generated below hydraulic jump are explained and some measures to eliminate the wave effect are also discussed.

Keywords: Hydraulic jump, wave heights.

(上接第 61 页)

An Analytical Electron Microscope Study for An Unknown Phase in Rapidly Solidified Al-8Fe-4Ce-3Ti Alloy

Tang Yali Shen Ningfu Shao Guosheng

(Research Centre for Materials Zhengzhou Institute of Technology)

Abstract: An Al-rich phase in rapidly solidified (RS) Al-8Wt%Fe-4Wt%Ce-3Wt%Ti ribbon was studied with convergent beam electron diffraction (CBED), high resolution electron microscopy (HREM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) in an analytical electron microscope. Its space group was determined to be $R\bar{3}m$, and crystal system to be rhombohedral ($a = 1.81\text{\AA}$, $c = 22.9\text{\AA}$). The symmetry showing in high resolution image with $[001]$ incidence is consisted with that obtained by CBED.

Keywords: Analytical electron microscope, Convergent beam electron diffraction, Energy dispersive X-ray spectroscopy, High-resolution electron microscopy, Rapid solidification.