

研究简报

液态急冷 Fe-12.6at%B 合金中的 六角亚稳相

秦志成 王文魁 何寿安

(中国科学院物理研究所)

1986年5月10日收到

提 要

本文利用X射线粉末照相法及透射电子显微镜选区电子衍射法,唯一地确定了作者在液态急冷 Fe-12.6at%B 合金中发现的新亚稳相^[1]具有六角点阵。其点阵参数为 $a = 5.501 \text{ \AA}$, $c = 7.213 \text{ \AA}$, $c/a = 1.311$ 。

一、引 言

Fe-B 合金是典型的金属-类金属二元系合金,其共晶成分为 $\sim 17 \text{ at\% B}$,当成分为 $14-25 \text{ at\% B}$ 时,经液态急冷可形成非晶态^[2],但当B含量低于 $\sim 14 \text{ at\%}$ 时,非晶态的形成能力降低,液态急冷只能得到部分非晶态。作者曾指出^[1],液态急冷处理后,在 Fe-12.6 at% B 合金中,形成由非晶、 $\alpha\text{-Fe}$ 及结构和含B量待定的亚稳相所组成的淬态组织;如将淬态样品进行加热,则随热处理温度升高,淬态中的非晶部分逐渐减少,并转变成 $\alpha\text{-Fe}$ 及该亚稳相。为深入探讨淬火亚稳相形成的热力学、动力学及晶体学规律,进一步研究亚稳相的稳定性及其向平衡相的转变等问题,首先需要确定亚稳相的结构。

淬态合金中非晶与亚稳相共存,是比较普遍的现象,因此,本研究对类似的合金系也有指导意义。

二、实验方法及结果

结构分析分别采用X射线粉末照相及透射电子显微镜选区电子衍射两种方法。

1. X射线衍射实验及结果

X射线粉末照相使用 Picker 衍射仪和114.6mm 直径德拜相机。X射线衍射结果表明,液态急冷样品由非晶态、 $\alpha\text{-Fe}$ 及该亚稳相所组成,非晶态表现为漫散的环,后两者的衍射峰都比较弱,而且,该亚稳相的衍射线数较少,据此难以确定其点阵;液态急冷样品经 400°C 、30min 热处理后,淬态的非晶部分全部转变成 $\alpha\text{-Fe}$ 及该亚稳相,后两者的衍射

峰均明显增强。

表 1 为该亚稳相的 X 射线衍射实验数据及指标化计算结果。指标化计算给出, 该相具有六角点阵, 其点阵参数为 $a = 5.501 \text{ \AA}$, $c = 7.213 \text{ \AA}$, $c/a = 1.311$ 。由表 1 中可以看出晶面间距的观测值与计算值符合得很好。为了得到尽可能多的该亚稳相的衍射数据, 除 CoK_α 线外, 还分别使用了 CrK_α 及 MoK_α 等不同波长的 X 射线源。

2. 电子衍射实验及结果

为了进一步验证 X 射线衍射实验的结果, 还分别使用 H-500 型透射电子显微镜及 1000kV 超高压电子显微镜对经 400°C , 30min 热处理后的合金样品进行了选区电子衍射观察, 试样在英国 Edwad IBT-200 型离子轰击减薄机上制备。

表 1 亚稳相的 X 射线衍射实验数据及指标化计算结果
六角晶系, $a = 5.501 \text{ \AA}$, $c = 7.213 \text{ \AA}$, $c/a = 1.311$

N_0	I/I_0 (obs)	$d(\text{\AA})$		hkl
		obs	calc	
1	w	2.389	2.382	200 ¹⁾
2	w	2.197	2.187	112
3	vw	1.970	1.988	202 ¹⁾
4	vs	1.790	1.801	210
5	vw	1.684	1.686	104
6	w	1.371	1.375	220
7	m	1.319	1.321	310
8	vw	1.283	1.285	222 ¹⁾
9	s	1.273	1.273	214
10	s	1.199	1.202	006
11	w	1.132	1.131	402
12	vw	1.103	1.102	116
13	s	1.073	1.073	206
14	vw	1.029	1.030	007
15	vw	0.800	0.794	600 ²⁾
16	vs	0.766	0.763	520 ²⁾
17	vw	0.718	0.719	408 ²⁾
18	m	0.674	0.680	700 ²⁾
19	w	0.641	0.642	444 ²⁾
20	vw	0.612	0.610	540 ²⁾
21	vw	0.586	0.582	720 ²⁾

注: 1) 与 2) 分别为 CrK_α 和 MoK_α 的补充数据, 其余系 CoK_α 衍射所得。

图 1 为该亚稳相的两张不同取向的电子衍射图。由图 1(a) 可看出该衍射谱具有六次对称分布的点列, 产生六次对称分布点列的晶体只可能是立方晶系和六角晶系。但是, 该衍射谱各斑点按立方晶系指标化, 不能得到预期结果, 而按六角晶系指标化, 可得到十分满意的结果。表 2 为图 1(a) 所示电子衍射谱按六角晶系 $[001]$ 晶带指标化数据。表 3 为图 1(a) 所示电子衍射谱中各衍射晶面与 (010) 晶面间夹角的测量值与计算值。六角

表 2
六角晶系, $a = 5.504 \text{ \AA}$

N_0	$d(\text{\AA})$		$\Delta d/d_{\text{calc}}$	hkl	N_0	$d(\text{\AA})$		$\Delta d/d_{\text{calc}}$	hkl
	obs	calc				obs	calc		
1	4.77	4.764	0.001	100 010	6	1.37	1.375	0.003	220
	4.76		0.001						
2	2.74	2.751	0.004	110	7	1.33	1.321	0.007	310 130
						1.31		0.008	
3	2.38	2.382	0.001	200 020	8	1.19	1.191	0.001	400 040
	2.37		0.005			1.19		0.001	
4	1.79	1.801	0.006	210 120	9	0.95	0.953	0.003	500 050
	1.79		0.006			0.95		0.003	
5	1.59	1.588	0.001	300 030	10	0.79	0.794	0.005	600 060
	1.58		0.005			0.79		0.005	

注: 表中 d 值的测量误差 $\Delta d = \pm 0.02 \text{ \AA}$.

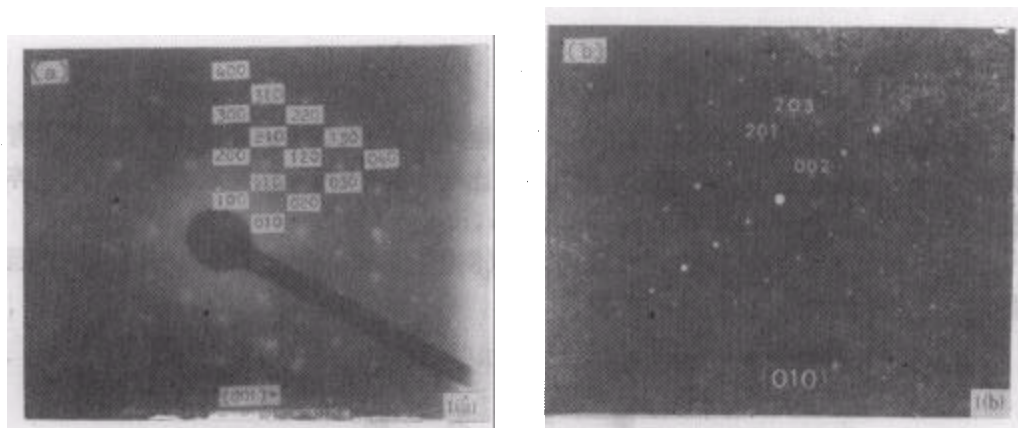


图 1 Fe-12.6at%B 合金中未知亚稳相的两个不同取向的电子衍射图

晶系中具有六次对称分布的衍射斑为 $[001]$ 晶带的电子衍射谱, 其最近的六个衍射点是 $\{100\}$ 晶面簇的衍射斑, 由此计算出该亚稳相的点阵参数 $a = 5.504 \text{ \AA}$, 这与 X 射线衍射实验结果符合得相当好。

图 1(b) 所示为该亚稳相的另一个取向的电子衍射谱, 由图中可看出它是简单电子衍射谱, 表 4 为图 1(b) 所示电子衍射谱按六角晶系指标化的结果及各衍射晶面间的夹角关系。从此表中可以看出, 晶面间距及晶面间夹角的测量值与计算值相符合。利用晶带定律可知图 1(b) 所示的衍射谱为 $[010]$ 晶带的电子衍射谱。由表 4 的指标化数据及上述求得的点阵参数 $a = 5.504 \text{ \AA}$, 可求得另一个点阵参数 $c = 7.22 \text{ \AA}$ 。此处由选区电子衍射分析所得到的点阵参数与前述由 X 射线衍射所得到的结果 ($a = 5.501 \text{ \AA}$, $c = 7.213 \text{ \AA}$) 十分接近。

该亚稳相的其它取向的电子衍射谱按六角晶系指标化也都得到了比较满意的结果, 夹角关系也均符合, 而大部分衍射谱均不能按立方晶系或其它晶系指标化。

表 3

晶面指数		100	110	200	020	120	210	300	030	220	130	310	400	040	500	050	600	060
与(010) 的夹角 (°)	obs	60	30	60	0	19	40.9	60	0	30	13.9	46	60	0	60	0	60	0
	calc	60	30	60	0	19.1	40.9	60	0	30	13.9	46.1	60	0	60	0	60	0

表 4

六角晶系, $a = 5.504 \text{ \AA}$, $c = 7.22 \text{ \AA}$

N_0	$d(\text{\AA})$		hkl	晶面关系		(002)与(201)	(002)与(203)	(201)与(203)
	obs	calc		夹角 关系 (°)	obs			
1	3.61	3.606	002		obs	72	45	26.5
2	2.27	2.263	201		calc	71.73	45.27	26.46
3	1.69	1.692	203					

三、结 论

根据上述 X 射线衍射实验及电子衍射实验的结果,可以唯一地确定该亚稳相具有六角点阵。考虑到 X 射线衍射实验的测量精度比电子衍射的高,故可以确定此六角点阵亚稳相的点阵参数为 $a = 5.501 \text{ \AA}$, $c = 7.213 \text{ \AA}$, $c/a = 1.311$ 。

由于未能得到该亚稳相的单相合金,难以测定它的成分及密度,目前无法从衍射强度数据给出原子的位置及相应的空间群。

感谢本所透射电子显微镜实验室的同志们对本工作的支持和帮助。

参 考 文 献

- [1] 秦志成、王文魁、刘志毅、何寿安,金属学报, 21(1985), B 1.
- [2] M. Takahashi and M. Koshimura, *Jap. J. Appl. Phys.*, 16(1977), 1711.

HEXAGONAL METASTABLE PHASE IN Fe-12.6 at%B ALLOY PRODUCED BY SPLAT-MELTING

QIN ZHI-CHENG WANG WEN-KUI HE SHOU-AN

(Institute of Physics, Academia Sinica)

ABSTRACT

The lattice structure of a new metastable phase in Fe-12.6 at %B alloy produced by sputter-melting has been determined by X-ray diffraction and electron diffraction. All of the diffraction pattern can be uniquely indexed in terms of the hexagonal lattice with the lattice parameters $a = 5.501 \text{ \AA}$, $c = 7.213 \text{ \AA}$ and $c/a = 1.311$.