

GH302 合金中 C14 型 Laves 相的 会聚束电子衍射研究

王大能

A. Olsen

叶恒强

(中国科学院金属研究所) (挪威奥斯陆大学理学院) (中国科学院金属研究所)

1984年4月6日收到

提 要

用会聚束电子衍射、选区电子衍射和X射线微区分析,将 GH302 合金中的枝晶状析出相确认为 C14 型 Laves 相.

晶体一个晶向的选区电子衍射图,只能反映样品的二维晶体学信息,而会聚束电子衍射 (convergent beam electron diffraction 简称为 CBED) 可以给出晶体的三维对称性. 利用几个甚至一个主要带轴的 CBED 花样,便能确定晶体的点群和空间群^[1,2]. 冯国光等人^[3]用会聚束电子衍射测定了十四铌酸锂的空间群.

高 W, Mo, Ti 含量的 Fe-Ni 基合金中,经常析出一种六角相,沿三个 $\langle 100 \rangle$ 方向生长为树枝状. 常规的X射线衍射很难区别这究竟是 C14 型的 Laves 相还是 D85 型的 μ 相. 有人对 GH302 合金中这种析出相,用选区电子衍射倾转晶体法将其确定为具有简单六角点阵的 μ 相,点阵参数 $a = 0.475\text{nm}$, $c = 2.58\text{nm}$, 但并没有给出晶体结构的其它资料^[4,5]. 这种树枝状相内部含有大量层错,在制作粉末电子显微镜样品时,三个互成 60° 角的枝晶搭在微栅上,使绝大多数晶体都以 (001) 面平行于膜面,即 [001] 方向平行于电子束,难以得到 001 点列的衍射图,这就给相的鉴定增加了困难. 这种树枝状相的产生被认为是使合金变脆的原因^[4,5]. 为了研究 Laves 和 μ 相的结构及缺陷,我们用 Philips EM-400T 透射电子显微镜对 GH302 合金中的树枝状析出相,进行了选区电子衍射、会聚束电子衍射和X射线微区成分分析,确认为含有大量堆垛层错的 C14 型 Laves 相.

X射线微区分析给出树枝状相的成分如下(经 ZAF 校正):

合金元素	Fe	Cr	Ni	W	Mo
at%	36	24	6	27	7.

即为 $(\text{Fe}, \text{Cr}, \text{Ni})_{66}(\text{W}, \text{Mo})_{34}$, 这同 A_7B_6 或 A_3B_2 型 μ 相成分相差很大,而与 C14 型 Laves 相成分较吻合. Fe, Cr, Ni 的原子序数分别为 26, 28 和 24, 对电子散射因子相差小于 5%^[6], 而 Mo 含量比 W 低许多. 为了方便起见,在进行电子衍射强度计算时,把这种析出相的成分取为 Fe_2W , 而不会带来大的误差.

图 1(a) 为树枝状析出相 [001] 选区电子衍射花样. 菱面体点阵用六角坐标描述时, $-h + k + l \neq 3n$ (n 为整数) 的倒易阵点消光, 因此图 1(a) 最内圈六个衍射斑点的出

现,说明该相肯定不是空间群为 $R\bar{3}m$ 的 μ 相. 这个花样可以用 C14 的 MgZn_2 或 C36 的 MgNi_2 结构的[001]衍射来标定. 我们按 Fe_2W -C14 型 Laves 相计算[001]衍射图主要衍射斑的强度,归一化后根据数值大小分为很强(vs),强(s),中(m)和弱(w)四等,画在图1(b)中,同图1(a)的衍射图吻合良好. 因此,从单一取向衍射花样的强度分析,可以初步判定这种树枝状析出相为 $(\text{Fe}, \text{Cr}, \text{Ni})_2(\text{W}, \text{Mo})$ -C14 (MgZn_2) 型 Laves 相.

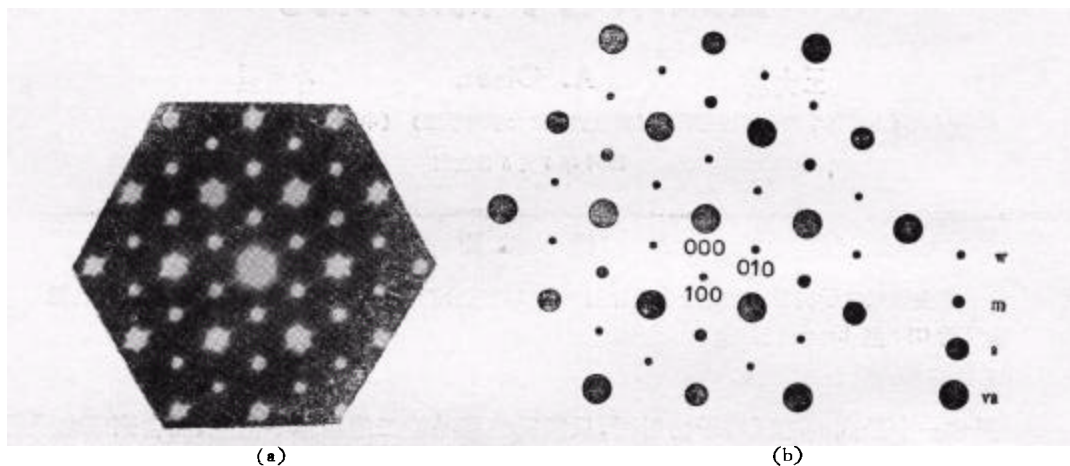


图1 析出相的[001]电子衍射图(a)及强度分析示意图(b)

虽然将已出现[001]带轴衍射的晶体倾转到另一晶带衍射,而又包括[001]*倒易点列的取向,在实验上极为困难,但寻找这种树枝状晶体的有着[001]*点列非常靠近膜面的某些碎片则是可能的. 图2就是这样的衍射图,标定为 C14- MgZn_2 型 Laves 相的[010]晶带, $c \approx 0.77\text{nm}$. 这一事实不仅排除了 μ 相,也排除了 C36- MgNi_2 型 Laves 相的可能性.

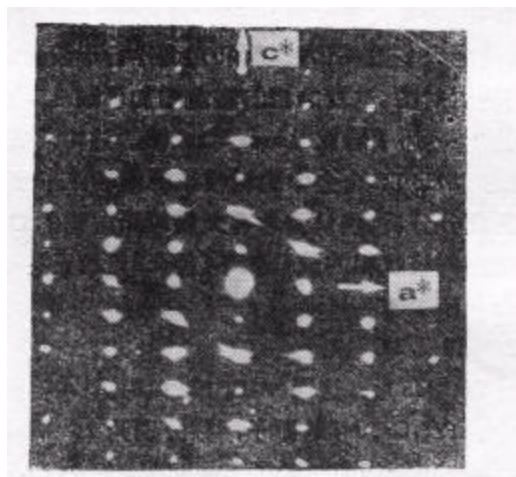


图2 析出相的[010]选区衍射图 $c = 0.77\text{nm}$; (001), (101) 及(100)层错衍射条纹清楚可见

在图1(a)和图2的衍射花样中,衍射斑点分别沿 $\langle 100 \rangle^*$, $\langle 101 \rangle^*$ 和 $[001]^*$ 方向拉长,这是晶体存在 $\{100\}$, $\{101\}$ 和(001)层错的结果^[7]. 以 $[100]^*$ 或 $[110]^*$ 为轴倾转晶体

时,电子衍射花样连续变化,很难确认明显的倒易面,这正是因为衍射斑点沿 c^* 轴拉长成线. 因此,对于这种高层错密度的晶体,用倾转晶体法确定结构,容易产生较大误差.

完整晶体的会聚束电子衍射花样中往往存在细节,即电子与样品作用动力学效应产生的高阶劳埃线(HOLZ 线),而给出更多的晶体学信息. 由于样品中缺陷对动力学效应影响很大,不完整晶体的 HOLZ 线会由于缺陷的大量存在而改变分布,甚至完全不出现,影响整个花样的对称性. 花样揭示的高对称只能是晶体本身所具有,而低对称花样则可以样品中存在大量缺陷所致^[2].

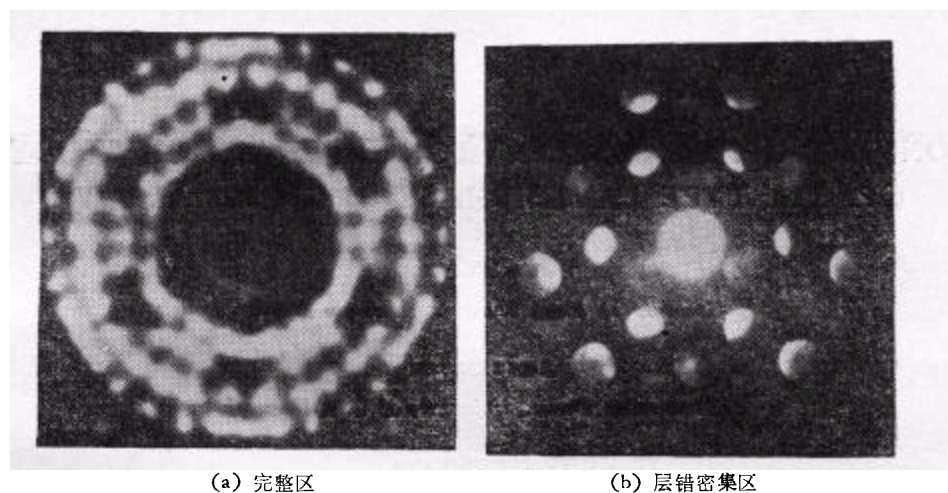


图3 析出相[001]取向会聚束衍射图

图 3(a),(b) 分别为两块 $(\text{Fe}, \text{Cr}, \text{Ni})_2(\text{W}, \text{Mo})$ Laves 相 [001] 取向的 CBED 花样. 分别以 $[100]^*$ 和 $[110]^*$ 为轴倾动晶体, 观察花样的变化, 证实图 3(a) 的明场对称和全图对称都是 $6mm$. 由图 3(a) 的透射盘和衍射盘内有比较多的细节, 可以推断这块晶体比较完整, 花样反映了晶体的真实对称性. 根据 Buxton 等人^[8]导出的 CBED 花样对称与晶体点群的关系, 树枝状晶体的点群只可能是 $6mm$ 或 $6/mmm$, 这同空间群为 $P63/mmc$ 的 C14 型 Laves 相一致, 而不会是空间群为 $R\bar{3}m$ 的 μ 相. 图 3(b) 的全图对称是 $3m$, 透射盘和衍射盘内没有出现 HOLZ 线, 因此这块样品中存在大量(001)基面层错, 即 C15 型 Laves 相(空间群为 $Fd\bar{3}m$) 堆垛单元, 三次轴与六次轴相重, 使晶体的对称性变为三次. 会聚束衍射可以用[001]带轴一个花样区分晶体的三次与六次轴, 这是选区衍射所不能比拟的.

关于 C14 型 Laves 相中(101),(100)层错的高分辨电子显微象研究, 将另文报道^[9,10].

作者对北京钢铁学院苗柏和同志提供样品, 东北工学院测试中心电镜室在实验中给予大力支持, 表示感谢.

参 考 文 献

- [1] J. W. Steeds, Introduction to Analytical Electron Microscopy, Edited by J. J. Hren, J. I. Goldstein and D. C. Joy, Plenum Press, New York, (1979), p. 387.

- [2] J. W. Steeds and R. Vincent, *J. Appl. Cryst.*, **16**(1983), 317.
- [3] 冯国光、杨翠英、周玉清、唐禄生, 物理学报, **33**(1984), 1581.
- [4] 赵伯麟、苗柏和、陈国良, 金属学报, **17**(1981), 386.
- [5] 苗柏和、孟宪英、赵伯麟, 金属学报, **19**(1983), B171.
- [6] 郭可信、叶恒强、吴玉琨, 电子衍射图, 科学出版社, (1983), 492页.
- [7] J. M. Cowley, *Acta Cryst.*, **A32** (1976), 83; *Acta Cryst.*, **A32** (1976), 88.
- [8] B. F. Buxton and M. V. Berry, *Phil. Trans. Roy Soc.*, **A282** (1976), 485.
- [9] D. N. Wang (王大能), H. Q. Ye (叶恒强) and K. H. Kuo (郭可信), *Electron Microscopy 1984, Proceedings of 8th European Congress on Electron Microscopy*.
- [10] H. Q. Ye (叶恒强), D. N. Wang (王大能) and K. H. Kuo (郭可信), *Proceedings of 3th Asia-Pacific Congress on Electron Microscopy*, (1984).

CONVERGENT BEAM ELECTRON DIFFRACTION STUDY OF C14 TYPE LAVES PHASE IN GH 302 ALLOY

WANG DA-NENG

(*Institute of Metal Research, Academia Sinica*)

ARNE OLSEN

(*Institute of Physics, University of Oslo, Norway*)

YE HENG-QIANG

(*Institute of Metal Research, Academia Sinica*)

ABSTRACT

The dendritical shaped precipitates in GH 302 alloy were identified as C14 type Laves phase by means of CBED, SED and X-ray micro-analysis.