

以对称多束 CBED 图确定 显微相的结构*

邵国胜 沈宁福

(郑州工学院材料研究中心)

摘 要: 本文采用对称多束会聚束电子衍射图确定了一种尺度为数 10nm 至 $1\mu\text{m}$ 的显微沉积相的晶体结构, 指出会聚束衍射, 尤其是对称多束会聚束衍射图, 是确定晶体材料中显微相结构的极其有用的方法。

关键词: 会聚束电子衍射, 急冷铝合金

晶体材料的性能不仅与其化学组成有关, 而且更重要地, 与晶体结构密切相关。在晶体结构的分析方法中, x-射线衍射只能提供样品的宏观组成, 而对多相材料, 鉴于各相衍射峰的重迭, 分析工作相当浩繁。虽然可以用萃取方法提取单一化合物相等进行分析, 然而当多种化学性质相近的相共存时, 单相萃取亦很难实现。因此, 对样品中不同微区的晶体结构的分析, 一般通过传统的选区电子衍射法进行。但选区电子衍射法只能确定尺度 $>1\mu\text{m}$ 的物相的结构, 当物相尺度 $<1\mu\text{m}$ 时, 基体的衍射斑点与被分析物相者相互迭加, 增大了分析的难度。近年来电镜工作者发展的微衍射技术, 虽然使 10nm 以上的显微相的结构的确定成为现实^[1], 但用微衍射技术确定相结构通常要象选区电子衍射法那样, 对样品进行三维空间的系统倾转, 拍摄出一组主要晶体学位向下的衍射花样进行系统标定, 并从而得出结论^[2]。但通常无论是选区电子衍射还是微衍射, 一般只能给出晶体所属的晶系, 最多给出简单晶体的布拉菲点阵类型。

最近几年才真正走向应用的会聚束电子衍射 (CBED) 法, 不仅具有微衍射的空间分辨率, 而且还能提供其它电子衍射法所不能提供的结构信息——晶体所属的点群及空间群^[3]。用此法测定晶体学点群时, 多采用 BUXTON 等人的双束 CBED 图法^[4], 但该方法工作量较大, 而且需要多于三张的 CBED 照。因此, Tanaka 等人又发展了对称多束 CBED 法^[5], 该法可以利用一张 CBED 图揭示出绝大多数晶体所属的点群, 但与 BUXTON 等人的方法一样, 不能利用一个带轴下拍摄的 CBED 照把立方晶系的五个点群与其它点群区分开来, 此时需要拍摄另一带轴图以加以区分, 本文作者则试图用对称多束 CBED 图与 x-射线能谱微区成分分析相结合的方法, 鉴定了一种热挤急冷铝合金中数 10nm 至 $1\mu\text{m}$ 的显微沉淀相的对称类型。

* 收稿日期: 1989.09.02

1 实验、结果及分析

试样成分为 Al-5wt%Si-1wt%Ti 的铝合金, 急冷颗粒由自制急冷装置制备, 其后对过 45[#] 筛的颗粒施以冷压及热挤而制成棒材。TEM 样品由棒上截下, 用电解减薄与离子减薄法制备而成。实验在 JEM2000-Fx 透射电镜上完成, 该电镜上配置有 LINK AN10000 能谱系统。

样品的显微组织如图 1 所示, 可见在铝固溶体基体内分散有尺度数 10nm 至 1 μ m 的块状第二相, 该相的 [111] 位向的 CBED 全图具有 3m 对称性, 如图 2 所示。而其对称六束 CBED 图则如图 3 所示。利用 Tanaka 等的投影理论^[5], 可以推知该相所属的衍射群为 6_Rmm_R。因此, 依照文献[4]中的表 3 可以得知其所属点群可能是 $\bar{3}m$ 或 m3m。鉴于其 [001] 位向的大角度 CBED 图 (图 4) 具有 4mm 对称性, 故知其所属点群应为 m3m。而

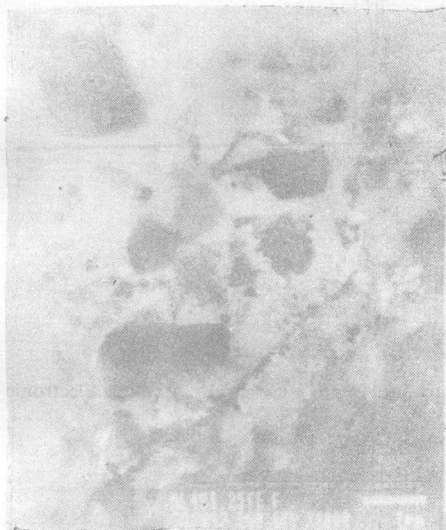


图1 合金 TEM 照

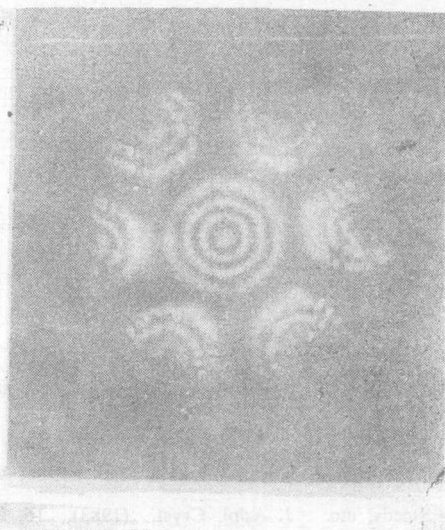


图2 图1中块状相[111]带轴图



图3 该相[111]位向下的对称六束 CBED 图

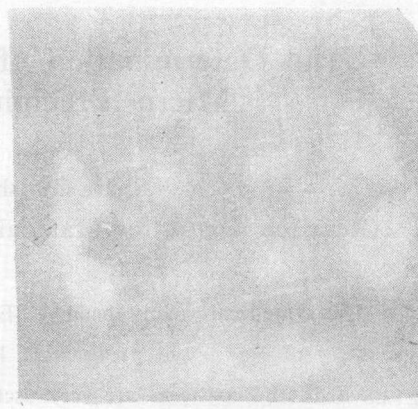


图4 该相的[001]带轴的 LACBED 图

x-射线能谱图 (EDX) 分析结果表明其成分以 Si 为主。见图 5。故可以确定该相是 Si 的沉淀相, 从而知道其所属空间群应为 F_{d3m} 。

2 结 论

2.1 合金中块状第二相为 Si 的沉淀相。

2.2 对称多束 CBED 分析与 EDX 相结合, 可以使物相结构的确定大为简化, 而 CBED 分析则能够更为精确地确定物相的结构细节, 即对称类型。

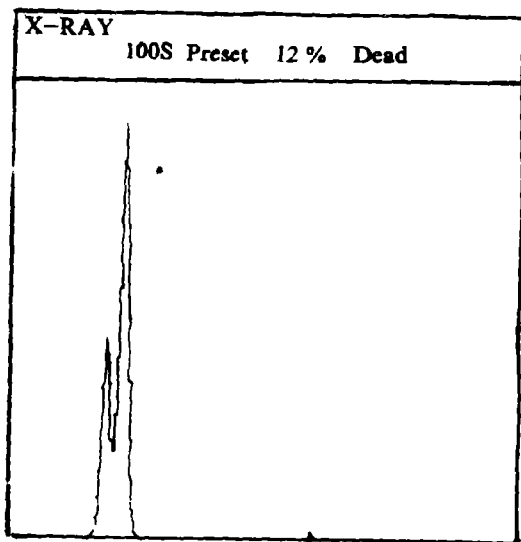


图 5

参 考 文 献

- (1) D.B.Williams. Practical Analytical Electron Microscopy in Materials Science. Phillips Electronic Instrument Inc., 1984
- (2) 邵国胜, 沈宁福. 中国电子显微学报. 1988, Vol. 7, P194
- (3) W.Steeds, etc. J. Appl. Cryst. (1983), 16, P137
- (4) B.F.Buxton, etc. Phil. Trans. R. Soc. London, Vol. 281, P171
- (5) M.Tanaka, etc. Acta Cryst. (1983), A39, P157

The Determination of the Crystal Symetry of the Micro-Precipitates With SMCBED

Shao Guosheng Shen Ningfu

(Research Centre for Materials, ZhengZhou Institute of Technology)

Abstract: The symetrical many-beam CBED pattern was applied to the determination of the crystal symetry of the micro-precipitates, less than $1\mu\text{m}$ in diameter. The results proved that CBED, esp. SMCBED patterns are very usefui to the crystal symetry analysis.

Keywords: CBED, RSP aluminum alloys