

## 定向凝固 Fe-6.5 %Si 合金显微组织的 EBSD 分析

宋洪伟<sup>1</sup>,林栋梁<sup>1</sup>,单爱党<sup>1</sup>,陈家光<sup>2</sup>,王 聪<sup>2</sup>

(1. 上海交通大学,上海 200030;2. 宝钢股份公司 技术中心,上海 201900)

**摘要:**采用定向凝固方法制备了 Fe-6.5 %Si 实验合金板,并进行了金相观察、X 射线衍射分析、EBSD 分析和磁性测定。结果表明,合金板由沿定向凝固方向  $100^\circ$  生长的粗大柱状晶所组成,柱状晶的平均截面直径约为 3 mm。柱状晶之间绝大部分为大角晶界,其余为少量小角晶界和重位点阵晶界。合金板具有强的立方织构并显示出优良的软磁性能,其矫顽力只有 3.45 A/m,小于其他方法制备的 Fe-6.5 %Si 合金。

**关键词:**定向凝固 Fe-6.5 %Si 合金;显微组织;电子背散射衍射

**中图分类号:**TH744 **文献标识码:**B **文章编号:**1008-0716(2001)02-0024-04

### An EBSD Analysis on Microstructure of Directionally Solidified Fe-6.5 %Si Alloy

1. SONG Hong-wei, LIN Dong-liang, SHAN Ai-dang, 2. CHEN Jia-guang, WANG Cong

(1. Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030, China;

2. Baosteel Research Institute, Shanghai 201900, China)

**Abstract:** Test plate of Fe-6.5 %Si alloy is prepared by directional solidification, which is studied by optical microscope observation, X-ray diffraction analysis, EBSD investigation and magnetic determination. The results indicate that the test plate consists of large dendrites with an average sectional diameter of 3mm, which grow along the direction of the directional solidification,  $<100^\circ>$ . Most of the boundaries between these dendrites are large angle grain boundaries, others are small quantities of low angle and CSL grain boundaries. It is also found that the test plate processes strong cubic texture and exhibits soft magnetic properties with a coercive force of 3.45A/m, which is lower than those of the Fe-6.5 %Si alloys prepared by other method.

**Key Words:** Directionally solidified Fe-6.5 %Si alloy; Microstructure; EBSD

在广泛应用的电工钢中,含硅 6.5 %的铁硅合金具有最佳的软磁性能,但却长期未能得到充分利用。究其原因,室温塑性差而难以通过常规的轧制工艺加工成薄板是其症结之所在。为此,人们进行了不断的探索并在二十世纪 70 年代末取得了突破——Tsuya 和 Arai<sup>[1]</sup>采用快速凝固方法成功地制备出柔软的 Fe-6.5 %Si 合金薄带,展示了 Fe-6.5 %Si 合金韧化的巨大潜力,从而重新引起了人们研究和开发该合金的极大兴趣。

不过,由于尺寸形状尚不能令人满意,这种方法至今尚未实现工业化生产。二十世纪 80 年代末以来,通过采用控制轧制和化学气相沉积<sup>[2]</sup>方法制造出 Fe-6.5 %Si 合金薄板并实现了规模化生产。众所周知,显微组织尤其是晶体取向对电工钢的软磁性有巨大影响,但是有关定向凝固 Fe-6.5 %Si 合金的研究至今尚未见诸报道。本研究制备了实际含硅量 6.62 %的定向凝固 Fe-6.5 %Si 合金,并采用电子背散射衍射(EBSD)技术分析了其显微组织。EBSD 技术创始于二十世纪 80 年代,现已成为扫描电镜的附件之一。该技术允许使用较大的块状样品,不仅能够同时进行空间分

宋洪伟 博士 1962 年生 1999 年毕业于中国科学院金属研究所 现从事材料学研究 电话 62932544

分辨率为  $0.5\ \mu\text{m}$  的成像和衍射,从而给出结晶学数据并确定晶体取向关系以及获得晶界参数,而且还保留了扫描电镜的常规特点<sup>[3]</sup>。因此,EBSD 技术作为最强有力的晶体取向和取向差测定、相鉴定以及应变和真实晶粒尺寸测量的工具,业已得到了日益广泛的应用。

## 1 实验材料与方法

以纯铁和半导体级硅为原料,采用真空感应熔炼方法制备标称硅含量为 6.5 % 的母合金。母合金的化学成分(质量分数)为: C 0.083 %、Si 6.63 %、Mn 0.10 %、S 0.014 %、P 0.008 %、Al 0.004 %,Fe 为余量。其中硅含量有意控制在略高于标称含量的范围。据报道,硅含量略微高于 6.5 % (大约 6.65 %) 时软磁性最佳<sup>[2]</sup>。母合金锭经过磨光后在真空炉内以  $5.0\ \text{mm/min}$  的速度拉制成  $10\ \text{mm} \times 80\ \text{mm} \times 200\ \text{mm}$  的定向凝固 Fe-6.5 %Si (以下简称 DS Fe-6.5Si) 实验合金板,其长度方向平行于 DS 方向。对合金板进行化学分析,测定硅含量为 6.62 %,与母合金基本相同。

采用冲击法和回线法测定合金的软磁性能,样品是内、外径分别为 32 mm、40 mm 的圆环。采用光学显微镜对合金板各个截面的显微组织进行观察,并对合金板的横截面进行了 X 射线衍射和 EBSD 分析。EBSD 分析在宝钢研究院进行,使用的 JCSA-733 电子探针配备有 Opal 背散射电子探头及 Link ISIS 软件包。为了消除样品制备过程中产生的应变层的干扰,EBSD 分析试样最终都经过置于超声波发生器中的 4 % 硝酸酒精溶液振动腐蚀。EBSD 样品台相对于入射电子倾斜  $70^\circ$ 。在正式分析前,先用 Ge 单晶对显微镜—样品—衍射花样的位置进行标准的校正。真实晶粒组织的计算取  $5^\circ$  的位向差 (misorientation) 作为下限。图 1 是在对 DS Fe-6.5Si 合金进行 EBSD 分析过程中收集的典型电子背散射花样 (EBSPs, 亦称菊池花样) 及其标定结果。

## 2 实验结果及其分析

图 2 示出了定向凝固 Fe-6.5 %Si 合金板纵向截面的金相组织。可见,合金板由沿 DS 方向生长的柱状晶所组成。合金板横截面的 X 射线衍射分析结果如图 3 所示,其中主要的是 - Fe

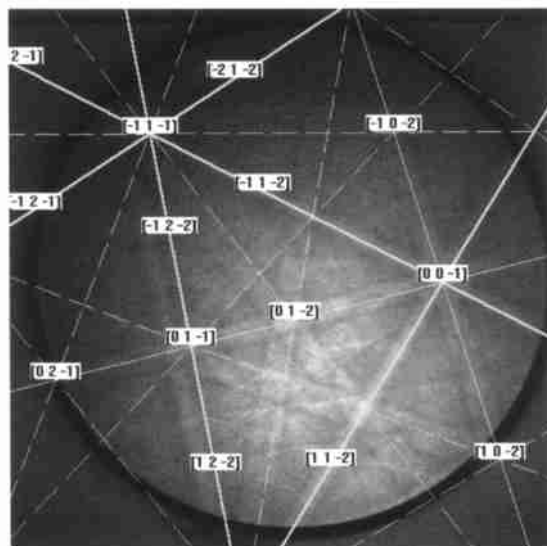


图 1 DS Fe-6.5Si 合金的典型 EBSPs 及其标定结果

Fig. 1 Typical EBSPs and their indexes of DS Fe-6.5Si alloy

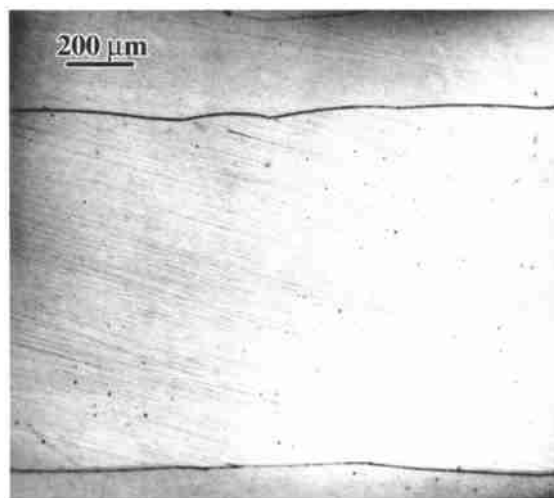


图 2 DS Fe-6.5Si 合金板纵向截面的金相组织

Fig. 2 Metallurgical structure on longitudinal section of DS Fe-6.5Si plate

的衍射峰。众所周知, - Fe 的最强峰是 (110), 其次是 (211) 和 (200) 峰,三个峰的强度比为 100 19 30;而图 3 中三个峰的强度比为 4 100 2,其最强峰对应于 {100} 族的 (200) 晶面,其他峰均很微弱。这说明,本研究制备的合金板的 DS 方向平行于  $\langle 100 \rangle$ 。

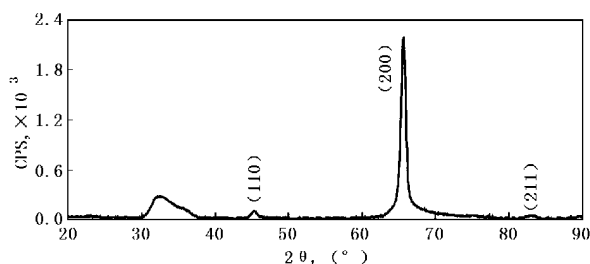


图3 DS Fe-6.5Si 合金板  
横截面的 X 射线衍射分析结果

Fig. 3 Results of X-ray diffraction on  
cross section of DS Fe-6.5Si plate

图4所示的EBSD分析结果证实,DS方向的确平行于 $\langle 100 \rangle$ 。图4还表明,柱状晶沿板宽和板厚方向的取向分布也并非完全随机,而是具有一定的 $\langle 100 \rangle$ 择优取向。这说明,合金板具有强的 $\{100\} \langle 100 \rangle$ 立方织构。图5示出的合金板的真实晶粒尺寸十分粗大,平均截面直径在3 mm左右。图5中还标注了各个晶界的类型,可见其中绝大部分为大角晶界,其余为少量小角晶界和重位点阵晶界。由于所有的柱状晶都沿 $\langle 100 \rangle$ 方向生长并相互平行,重位点阵晶界只有转轴为 $\langle 100 \rangle$ 的5、13和17三种类型。

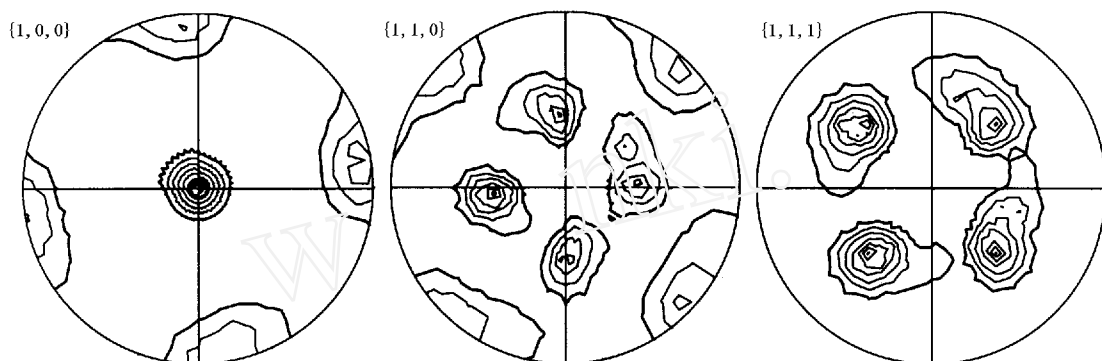


图4  $\{100\}$ 、 $\{110\}$ 和 $\{111\}$ 极图(极点、南北极和东西经分别为DS、板宽和板厚方向)

Fig. 4 Pole figure of  $\{100\}$ ,  $\{110\}$ , and  $\{111\}$

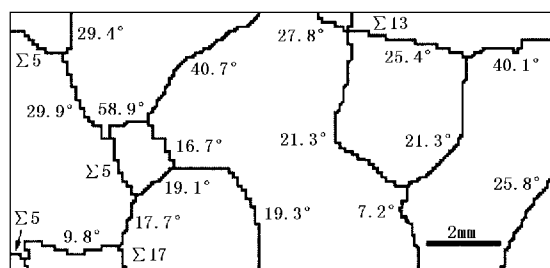


图5 真实晶粒组织

Fig. 5 True grain identification

DS Fe-6.5Si 合金的上述显微组织特点,尤其是强的 $\{100\} \langle 100 \rangle$ 立方织构,使其具有优异的软磁性能,图6显示出的磁滞回线证实了这一点。由冲击法和回线法测得,初始磁导率  $\mu_0 = 0.229 \text{ mH/m}$ ,最大磁导率  $\mu_m = 7.14 \text{ mH/m}$ ,剩磁  $B_r = 0.078 \text{ T}$ ,饱和磁感应强度  $B_s = 1.43 \text{ T}$ ,矫顽力  $H_c$  只有  $3.45 \text{ A/m}$ 。相比之下,化学气相沉积

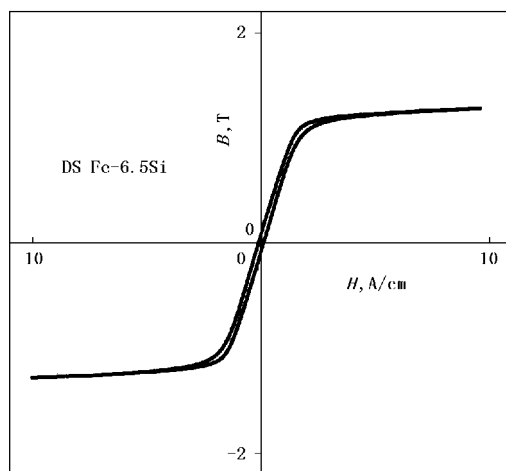


图6 DS Fe-6.5Si 合金的直流磁滞回线

Fig. 6 DC hysteresis loop of DS Fe-6.5Si alloy

法<sup>[4]</sup>和轧制法<sup>[5]</sup>制备的 Fe - 6.5 %Si 合金薄板的  $H_c$  分别为  $6.0 \text{ A/m}$  和  $7.95 \text{ A/m}$ ,快速凝固并退

火的薄带的  $H_c = 18.5 \text{ A/m}^{[6]}$ , 均明显大于 DS Fe - 6.5 %Si 合金。

### 3 结论

定向凝固 Fe-6.5 %Si 合金板的定向凝固方向平行于  $\langle 100 \rangle$ 。合金板由沿定向凝固方向生长的粗大柱状晶所组成, 其中绝大部分晶界为大角晶界, 其余为少量小角晶界和重位点阵晶界。合金板具有强的立方织构并显示出优良的软磁性。

### 参 考 文 献

- 1 Tsuya N, Arai K I. Magnetostriction Ribbon - Form Amorphous and Crystalline Ferro-Magnetic Alloys. J Appl Phys, 1979; 50 (3) : 1658 ~ 1663

- 2 Abe M, Takada Y, Murakami T, et al. Magnetic Properties of Commercial Produced Fe-6.5 wt % Si Sheet. J Mater Eng, 1989; 11 (1) : 109 ~ 116
- 3 Dingley D J. A Comparison of Diffraction Techniques for the SEM, Scanning Electron Microsc, 1981; 4 (1) : 273 ~ 277
- 4 Tanaka Y, Takada Y, Abe M, et al. Magnetic Properties of 6.5 % Si-Fe Sheet and its Application. J. Magn. Magn. Mater, 1990; 83 (1) : 375 ~ 376
- 5 Bi X F, Tanaka Y, Sato K. Effect of Microstructure on the Magnetic Properties of 6.5 % Si-Fe Alloy. J. Magn. Magn. Mater, 1992; 112 (1) : 189 ~ 191
- 6 刘海明, 彭长平, 李玉国. Fe-6.5 %Si 快速凝固极薄带. 钢铁, 1993; 28 (7) : 55 ~ 59

编辑 刘宏娟

(收稿日期: 2000 - 09 - 29)

### 专利信息

#### 滚筒法渣处理装置 用托轮座调整装置

专 利 号: ZL97249063.9

发 明 人: 黄 芳 张冠华 肖永力

专利权人: 宝山钢铁(集团)公司

本实用新型公开了一种滚筒法渣处理装置用托轮座调整装置, 属于一般工程的底座领域。该装置包括托轮座滑板、顶丝、基座和螺母, 基座的一侧有一突起挡板, 托轮座滑板安放在基座上, 顶丝用螺母固定在基座的突起挡板上, 顶丝头顶住托轮座滑板。该装置结构简单、操作方便、使用效果好。

#### 自卸汽车安全停车器

专 利 号: ZL97243824.6

发 明 人: 孔利明

专利权人: 宝山钢铁(集团)公司

本实用新型公开了一种自卸汽车安全停车器, 感应式接近开关 CD 与车厢 DX 相对固定地安装于汽车上, 车厢 DX 降至复原位置时, 位于接近

开关 CD 的有效作用范围内, 接近开关 CD 的两工作电源端与汽车电源 E 并联, 输出端作为继电器 J 的控制信号与 J 相连接, 继电器 J 的触点开关 JKI 接于汽车电源 E 正极与发动机运转控制电路的正电源输入端之间。当车厢 DX 复位时, 触点开关 JKI 闭合, 发动机正常运转。当车厢 DX 升起时, 触点开关 JKI 断开, 汽车因发动机失电而无法开动。

#### 链 带 门 片

专 利 号: ZL97243762.2

发 明 人: 贾 力

专利权人: 宝山钢铁(集团)公司

本实用新型公开了一种链带门片, 是构成可卷式闭合装置, 特别是卷帘门窗的主要部件。该门片主要由门片单元与钢管构成, 门片单元为由两端盖与截面为长圆形的壁壳冲压咬合而成的罐状, 每个端盖的较长的对称轴上, 距两端为其总长度的  $1/4$  处各向内冲压有一安装孔, 钢管穿过安装孔将门片单元相邻两行相错位地平行连接起来。该门片的门片单元为不受门片尺寸影响的标准件, 具有隔热隔音效果, 门片单元之间用钢管连接, 运行中噪音低, 磨损小。