真空吸铸 Fe6.5Si$_x$B 合金组织演变及性能

向星宇[1]，刘雅俊[1]，董中奇[2, 4]，潘恩宝[3]，张　雪[2]，董博阳[5]

（1. 河北科技师范学院 机电工程学院，河北秦皇岛 066000；
2. 金属材料细晶制备技术创新中心，河北石家庄 050091；
3. 金属材料深过冷制备技术与科学重点实验室，河北石家庄 050091；
4. 金属材料深过冷制备工程研究中心，河北石家庄 050091；
5. 中南大学 交通运输工程学院，湖南长沙 410075）

摘要： 采用真空吸铸技术制备Fe6.5SixB合金，研究了B含量对合金凝固组织演变以及磁性能的影响。采用XRD测定合金组织结构，采用扫描电镜和透射电镜分析合金显微组织及相组成，采用高低温振动样品磁强计测定合金磁性能。结果表明，Fe6.5SixB合金基体相为A2（α-Fe）相，Fe6.5Si合金中存在少量层状B2（Fe-Si）相和DO_3相，Fe6.5SixB合金中，同时存在Fe_2B和Fe_3B相层状共晶组织。Fe6.5SixB合金磁极化强度与柱状晶生长方向和晶粒直径紧密相关，随着B含量增加合金磁极化强度降低。添加微量B元素可显著细化晶粒，提高合金的抗压强度、硬度和挠度。

关键词： 真空吸铸；Fe6.5SixB合金；凝固速率；温度梯度；晶粒细化；磁特性

作者简介：
向星宇（1999–），男，硕士生，研究方向为Fe-6.5Si高硅钢制备。电话：18081519759，E-mail：1274832145@qq.com
通信作者：
董中奇，男，博士后，教授。电话：18931176295，E-mail：dongzhongqi@126.com

中图分类号：TG142.7
文献标识码：A
文章编号：1001-4977（2025）11-1481-07

基金项目：
河北省高等学校科学技术研究项目资助（ZD2021201）。
收稿日期：
2024–12–06 收到初稿，
2025–03–09 收到修订稿。

Fe-6.5wt.%Si（简称：Fe6.5Si，质量分数，下同）高硅钢合金具有低的磁晶各向异性以及趋近于零的磁滞伸缩系数[1-3]，但合金凝固过程中逐级发生相变，由无序A2相向B2有序相转变，再形成DO_3有序相[4]，如图1所示，合金室温凝固组织落在相图中的B2+DO_3相区。在室温下合金有序相导致合金变得既硬又脆，室温加工性能急剧恶化，同时，磁感应强度值依然比较低，这些是制约合金被广泛应用的瓶颈。

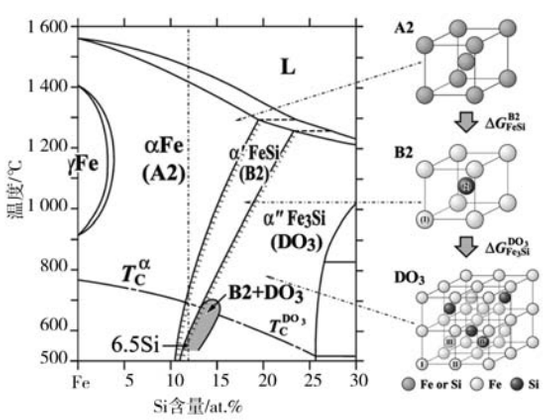


图1　Fe-Si相图及无序相A2、有序相B2和DO_3的结构

Fig. 1 Phase diagrams of the Fe-Si binary system and atomic configurations of bcc phase, disordered A2, and ordered B2 and DO_3

针对抑制有序相，研究者通过快速凝固、化学气相沉积和粉末轧制工艺等手段来避开脆性区间等，日本的CVD工艺已投入商业化生产，但该工艺流程复杂，且对环境的污染严重。林均品等[5]通过逐步增塑法冷轧制备厚0.05~0.03 mm的Fe6.5Si合

金薄带，但在制备加工过程中对磁性能有利的织构成分控制依然困难。在对金属间化合物等脆性材料的研究过程中，发现添加B元素可以提高材料的晶界结合能力、降低金属间化合物的反向畴界能、增大畴界密度，降低合金的长程有序度并细化晶粒[5-7]，从而在一定程度上降低合金的室温本征脆性。真空吸铸法在真空负压状态下平稳吸铸成形，不会产生氧化、吸气和飞溅夹杂等缺陷。铜模散热快冷却速率高，在结晶时可以保持G_n=225 ℃/cm的温度梯度，细化了晶粒尺寸，有效抑制有序相的生成。同时，制备具有高取向柱状晶组织的材料，可以明显提高材料的强度和塑性指标，提高脆性材料的加工变形能力。若能在保留定向凝固组织的前提下，提高高硅铁硅合金铸坯的低温轧制和冷轧性能，则有可能高效制备具有取向的高硅铁硅合金材料。

本课题采用真空吸铸技术制备Fe6.5SixB合金，添加B元素以提高其塑性，改善加工性能，重点研究不同B元素对Fe6.5Si 合金的相结构、微观组织、磁性能和力学性能的影响。

1 试验材料与方法

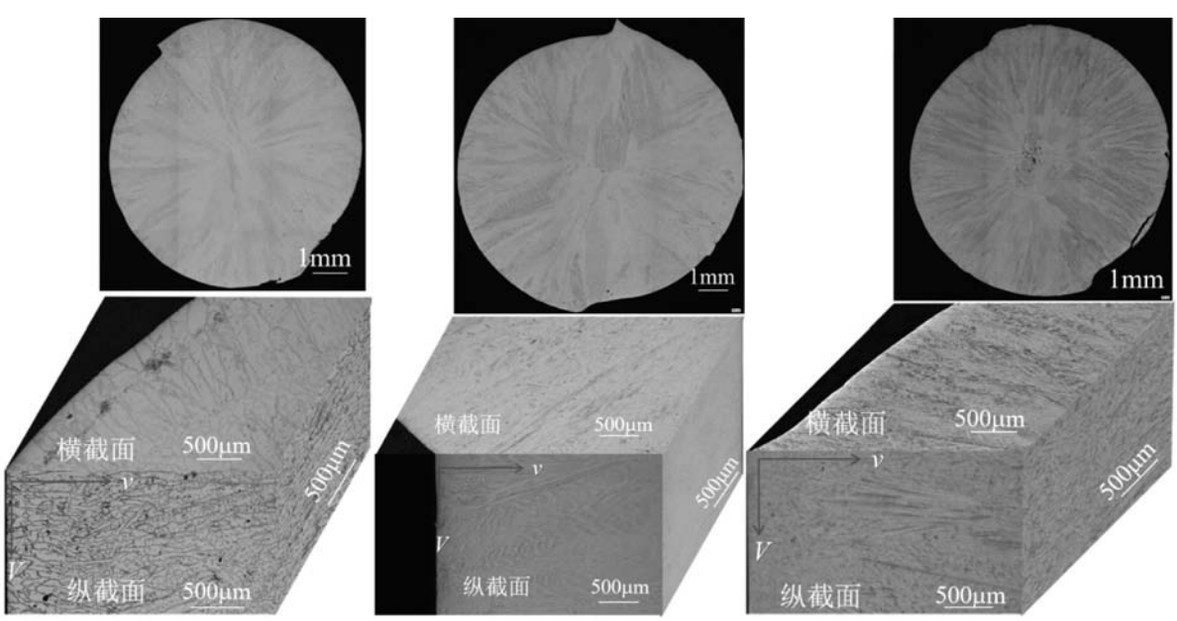
Fe6.5SixB（简称：Fe6.5SixB，质量分数：x=0、0.025、0.04）合金原料纯度Fe为99.99%，Si为99.999%，B为99.999%。合金配置时按照Fe6.5SixB合金质量比，把合金原料放入电弧炉的铜坩埚中，抽真空到6.0×10^{-4} Pa，反充0.03 MPa的高纯氩气（纯度99.999%），合金在电弧炉中被反复熔炼6次，以使合金成分更加均匀。保持电弧熔炼使合金在熔融状态下，采用6.0×10^{-4} Pa~0.3 MPa吸铸压力将合金吸入水冷铜模，铸成棒状铸锭（Φ8 mm × 35 mm），全程采用双色红外测温仪记录温度。

沿棒状铸锭试样的横-纵截面剖开，分别对剖切后的试样进行研磨抛光处理后，用8 g $FeCl_3$+20 mL HCl+100 mL H_2O腐蚀液腐蚀其表面。采用BMM-90AE光学显微镜和国仪量子SEM5000扫描电镜及EDX能谱分析仪分析合金显微组织和相成分。在SHIMADZU XRD-700 X-RAY DIFFRACTOMETER 射线衍射仪上采用Cu-K α 靶测定粉末样品的X射线衍射谱，分析样品的晶体结构。采用山东品德WDW-100Y型万能试验机做试样的三点弯曲断裂试验，采用CSOIF HBS-3000型数显布氏硬度计测定硬度，采用共沉淀法制备Fe_3O_4磁性悬浮液，采用Bitter粉纹法观察试样中的磁畴结构，采用高低温振动样品磁强计VSM-220测定磁性能。

2 结果与分析

2.1 Fe6.5SixB 合金显微组织演变

图2（a）-（c）分别为Fe6.5Si、Fe6.5Si0.025B和Fe6.5Si0.04B合金吸铸铸锭的横截面图显微组织，V表示吸铸方向，v表示从铜模壁向铸锭中心生长方向。从图2（a）-（c）可以看出，铸锭横截面柱状晶呈现均匀放射状，从边部向心部生长，邻近的柱状晶相遇后搭接形成约20°~60°锐角“沟槽”，不断搭接向心部推进，在接近铸锭中心时，锐角沟槽顶点相遇形。纵截面柱状晶平行从铸锭边缘向中心生长，最后在铸锭中



（a）Fe6.5Si （b）Fe6.5Si0.025B （c）Fe6.5Si0.04B

图2 真空吸铸Fe6.5SixB合金的显微组织

Fig. 2 Microstructures of Fe6.5SixB alloys prepared by vacuum suction casting

心相遇。随着B含量增加柱状晶直径减小，Fe6.5SixB合金中主要分为贴壁的细晶区和柱状晶区。

采用Nano Measurer 1.2软件对横截面图2（a）-（c）枝晶进行测量统计。Fe6.5Si合金柱状晶区由垂直于模壁的粗大的柱状晶所构成，柱状晶平均长度2 232.38 μm，是铸锭半径的59.50%，平均直径为66.49 μm。Fe6.5Si0.025B 合金柱状晶平均长度1 463.28 μm，是铸锭半径长度的39.02%，平均直径为28.83 μm。Fe6.5Si0.04B 合金柱状晶平均长度1 398.52 μm，是铸锭半径长度的37.30%，平均直径为17.39 μm。随着B元素添加量的增加合金晶粒显著细化。

在吸铸过程中柱状晶形成与合金成分、吸铸温度、模腔吸热、散热和铸锭的直径有关。在1 800 ℃时Fe6.5SixB合金以液态相熔体被吸入铜铸模腔体中，水冷铜铸模腔体壁温度较低，保持在25 ℃，热扩散系数较大，靠近模壁的一薄层液体产生极大的过冷，同时，模壁作为非均匀形核基底，液体中立即产生大量的晶核，并同时向中心方向生长。由于冷速较大，晶核同时向铸锭的中心快速生长，邻近的晶粒很快彼此相遇形成“沟槽”。垂直于模壁方向散热最快，因而晶体沿其相反方向择优生长成柱状晶。晶体的长大速度是各向异性的，一次轴方向长大速度最大，但是由于散热条件的影响，只有一次轴平行于散热方向，即垂直于模壁的晶粒长大速度最快，迅速地优先长入液体中，而那些主轴斜生的晶粒则被“挤掉”，不能发展。随着柱状晶的发展，柱状晶顶部在铸锭中心相遇结束生长。

2.2 Fe6.5SixB 合金相的分布规律与组成

图3为真空吸铸Fe6.5SixB合金结构的X-射线衍射分析，并采用Jade软件对衍射峰进行标定，结果表明，Fe6.5Si合金中主要为A2（α-Fe）相和B2（Fe-Si）合金相，以及少量的DO_3相。Fe6.5Si0.025B合金中主要相为α-Fe（Si）相、Fe_2B相和Fe_3B相，存在少量的B2相，DO_3相峰消失。Fe6.5Si0.04B合金中Fe_2B和Fe_3B相增多，B2相和DO_3相峰消失。随着添加B含量增加可以抑制Fe6.5SixB合金中B2相和DO_3相的析出。

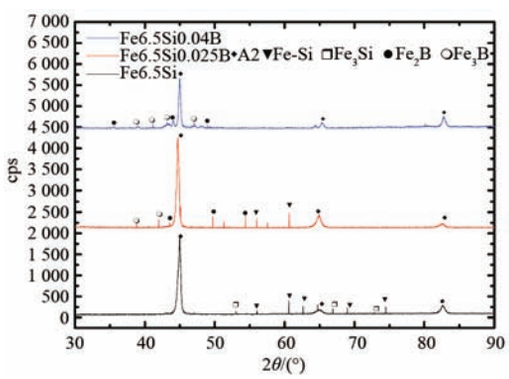
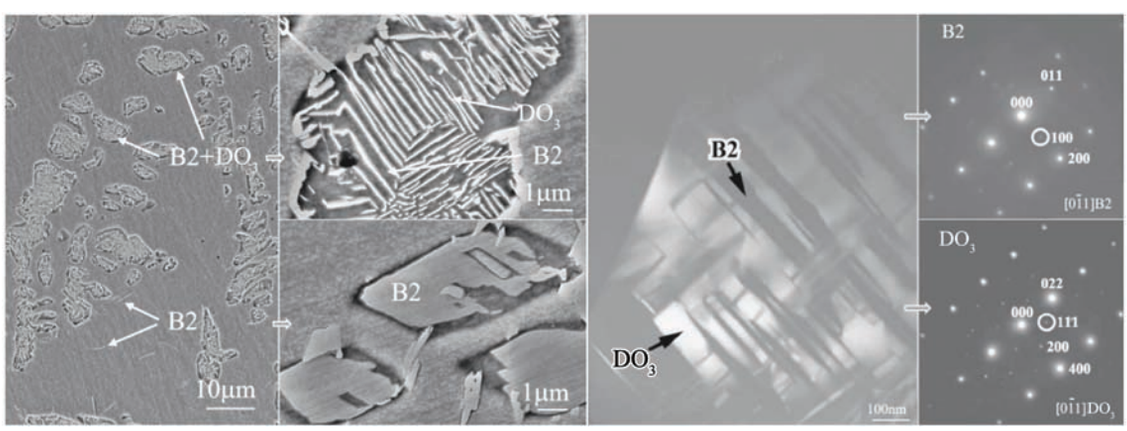


图3 真空吸铸Fe6.5SixB合金X射线衍射图谱

Fig. 3 XRD patterns of the Fe6.5SixB alloys prepared by vacuum suction casting

Ikuo OHNUMA等对合金Fe6.5Si合金加热600 ℃保温1 500 h淬火后，通过TEM观察到B2相和DO_3相的层状组织。图4为Fe6.5Si合金纵截面显微组织[4]，依次分别对B2相和（B2+DO_3）相局部放大图，结合能谱和XRD分析，Fe6.5Si合金的基体相为A2相，B2相呈针叶状、（B2+DO_3）相呈层片状从基体相析出。这可能是在吸铸过程中1 800 ℃的液相与25 ℃的铜模接触，快速冷却，A2相作为基体相先析出，随着传热速度减缓，温度降低，从A2相中析出针叶状B2相，随温度的进一步降低析出层片状（B2+DO_3）相。

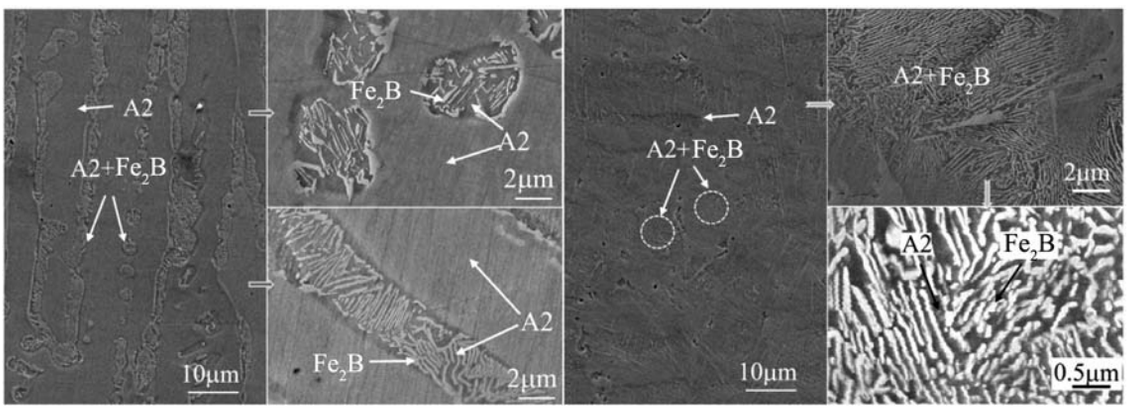
图5（a）和（b）分别为 Fe6.5Si0.025B和Fe6.5Si0.04B合金扫描电镜显微组织，结合能谱和XRD



（a）B2和DO_3相的扫描电镜　　（b）B2和DO_3相的透射电镜

图4 真空吸铸Fe6.5Si合金的显微组织

Fig. 4 Microstructures of Fe6.5Si alloys prepared by vacuum suction casting



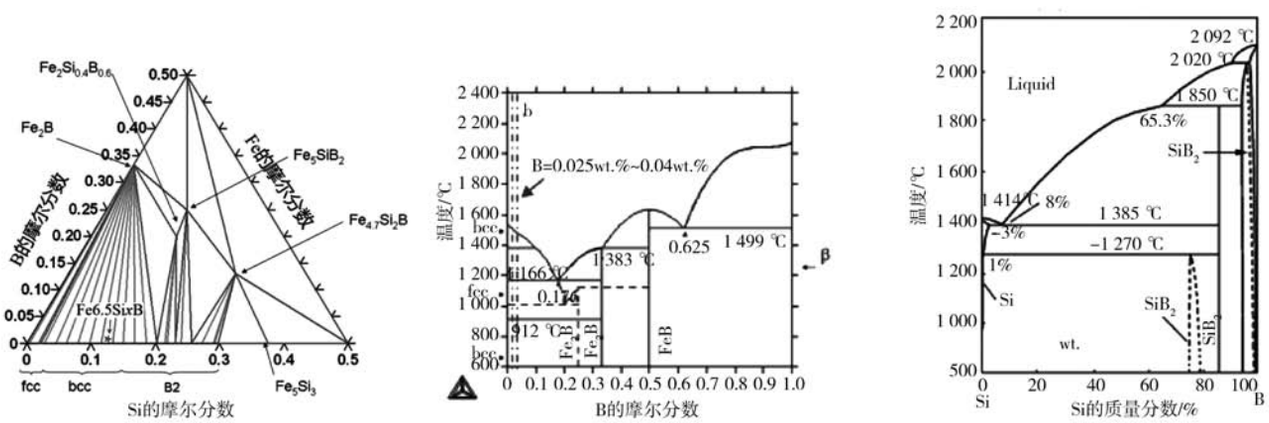
（a）Fe6.5Si0.025B　　（b）Fe6.5Si0.04B

图5　真空吸铸合金的扫描电镜显微组织

Fig. 5 SEM Microstructures of the alloys prepared by vacuum suction casting

数据分析，合金主要由A2（α-Fe）相、Fe_2B相和少量的Fe_3B相组成。A2相主要以柱状晶方式生长。Fe_2B相和Fe_3B相以层片状共晶组织存在，呈现椭圆状、短棒状和柱状三种形态。随着B含量的增加，从基体相析出（α-Fe（A2）相+Fe_2B相）层片状共晶组织，B含量越多，层片也更加致密。

真空吸铸制备的Fe6.5SixB合金中形成了Fe_2B和Fe_3B相，这可能与B含量和吸铸冷速有关，由图6（a）Fe-Si-B三元相图[8]可知，对于Fe6.5SixB合金（其中B元素的质量分数x分别为0.025和0.04），其成分点落在相图的（α-Fe+Fe_2B）两相区内。从图6（b）Fe-B相图[6]中可见Fe-Si-B合金熔体中B的含量达到一定程度时，会发生共晶反应L→γ-Fe+Fe_2B，最终形成Fe_2B和α-Fe两相；图6（c）Si-B相图[9]中B含量过低远没有达到B-Si共晶反应成分范围，故没有形成B-Si相。Fe-B合金在非平衡凝固过程中，将生成Fe_3B相非稳定相[10]，冷却速度较快的吸铸为析出Fe_3B提供了非平衡凝固条件。



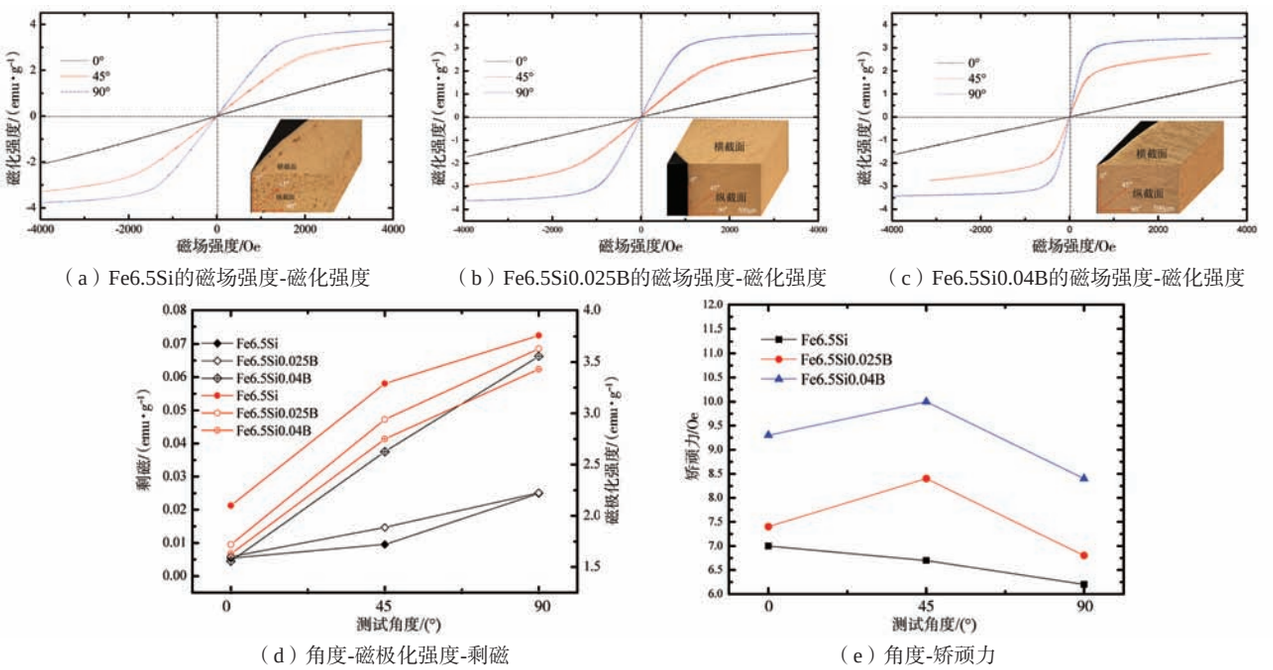
（a）Fe-Si-B相图（1 000 ℃）　　（b）Fe-B相图　　（c）Si-B相图

图6　Fe-Si-B系合金相图

Fig. 6 Phase diagrams of the Fe-Si-B-series alloy

2.3　Fe6.5SixB 合金的磁性能

图7是Fe6.5SixB的磁滞回线。分别从0°、45°和90°三个方向测定合金的性能，规定磁场方向与铸锭横截面垂直方向为0°，平行为90°。从图7（a）-7（c）可以看出，0°时即磁场与合金中柱状晶生长方向相垂直，磁滞回线接近直线，磁极化强度（J_s）最低；90° 时即磁场与合金中柱状晶生长方向相平行，磁滞回线斜率最大，磁极化强度（J_s）最高；磁极化强度与合金中柱状晶生长方向密切相关。对比不同B含量对磁性能的影响，由图7（d）-（e）可以看出，随B含量增加合金磁极化强度（J_s）降低，从3.76 emu/g降低到3.43 emu/g；剩余磁极化强度（J_r）从0.024 9 emu/g增加到0.066 3 emu/g；矫顽力（H_c）从6.2 Oe/g增加到8.4 Oe/g，磁滞回线斜率变缓。



（a）Fe6.5Si的磁场强度-磁化强度　（b）Fe6.5Si0.025B的磁场强度-磁化强度　（c）Fe6.5Si0.04B的磁场强度-磁化强度

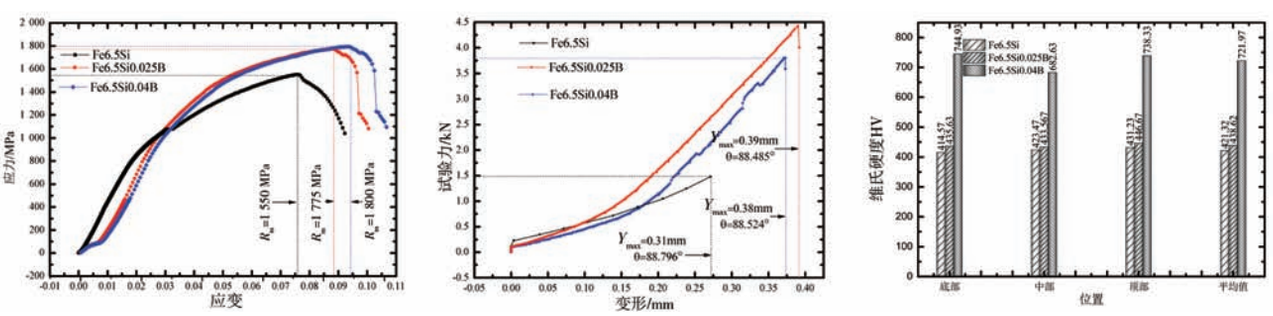
（d）角度-磁极化强度-剩磁　（e）角度-矫顽力

图7　Fe6.5SixB合金的磁性能

Fig. 7 The magnetic performances of the Fe6.5SixB alloys

2.4　Fe6.5SixB 合金的力学性能及断口分析

图8为添加不同含量的B制备的Fe6.5SixB合金力学性能图。图8（a）为合金压缩试验的应力-应变曲线，图8（b）为合金三点弯曲试验的应力-变形曲线，图8（c）为维氏硬度图。随着B含量的增加，Fe6.5SixB合金的抗压强度增加，添加0.025wt%B抗压强度增加到1 775 MPa；合金的挠度从0.31 mm增加到0.39 mm；合金的硬度增加，添加0.04wt%B硬度增加71.4%，近300 MPa。添加B增加Fe6.5SixB合金力学性能，可能来自三个方面的原因：添加B极大地细化合金的组织，有利于提高塑性和硬度；基体相α-Fe中固溶的B原子增加，α-Fe相的硬度增大；Fe_2B相和Fe_3B相为硬质相析出，对促进合金的显微硬度提高起着关键作用[11-12]。总体来看。通过添加B细化晶粒、强化晶界和降低Fe-6.5%合金的有序度等提高了合金的强度和塑性，使得室温合金抗压强度和挠度提高。



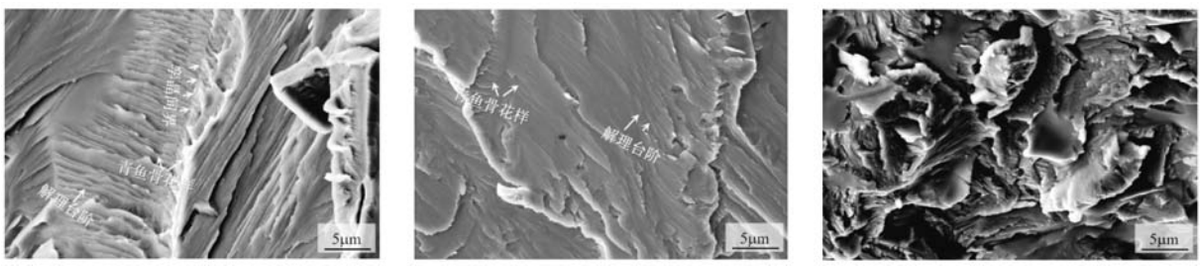
（a）压缩试验的应力-应变　（b）三点弯曲试验的应力-变形　（c）维氏硬度

图8　Fe6.5SixB合金的力学性能

Fig. 8 Mechanical properties of the Fe6.5SixB alloys

图9为Fe6.5SixB合金三点弯曲断裂试验的断口形貌。合金受到切应力发生断裂，断面取向与最大切应力相一致，断面取向与最大应力成45°交角（平面应力条件下的撕裂），合金断口呈现抛物线形状。Fe6.5SixB合金断口为解理断口属于穿晶断裂，解理台阶呈放射状条纹的“河流”和“青鱼骨”状花样特征，宏观形貌是较为平坦的、发亮的结晶状断面，在晶界处形成穿晶界。

Fe6.5Si合金中存在脆性有序相B2和DO_3，使得其塑性和韧性降低[13]，合金材料变得硬而脆，有序相会



（a）Fe6.5Si　（b）Fe6.5Si0.025B　（c）Fe6.5Si0.04B

图9　Fe6.5Si*x*B合金的断口形貌

Fig. 9 The fracture morphologies of the Fe6.5Si*x*B alloys

形成反相畴界（Anti-phase boundary，APB），阻碍位错的运动从而导致较高的应力集中，这是Fe6.5Si硅钢在室温下具有脆性的根本原因[14]。弯曲断裂试样中的滑移带[15]｛110｝<111>滑移系难以开动（相应的临界分切应力较高）可能是导致Fe-6.5Si合金室温塑性差的根本原因。添加微量B元素，合金断口的解理台阶更致密（滑移带），“河流花样”减少，“青鱼骨”状花样增多，这可能与Fe6.5Si*x*B合金中形成Fe_2B和α-Fe两相层状共晶组织有关，有利于滑移变形，降低了对位错的运动的阻碍。

3　结论

（1）真空吸铸Fe6.5Si*x*B合金由柱状晶构成，随着B元素添加量的增加合金晶粒显著细化。合金基体相为A2（α-Fe）相，Fe6.5Si合金存在少量层状B2（Fe-Si）相和DO_3相，Fe6.5Si*x*B合金中，同时存在Fe_2B和Fe_3B相层状共晶组织。

（2）Fe6.5Si*x*B合金磁极化强度与柱状晶生长方向和晶粒直径紧密相关，磁场方向与柱状晶生长方向一致，磁极化强度最大，随着晶粒直径增加磁极化强度增大，随着B含量增加合金磁极化强度降低。

（3）Fe6.5Si*x*B合金三点弯曲断裂试验的断口为解理断口，呈现脆性断裂特征，随B含量增加合金抗压强度、硬度和挠度增加，有利于改善合金加工性能。

参考文献：

[1] MACKNOJIA A Z，TRAN J V，MCKINSTRYM P，et al. Additive manufacturing of Fe-6.5 wt.%Si transformer steel toroidal cores：process optimization，design aspects，and performance [J]. Materials & Design，2024，241：112883.

[2] WU F Y，LIU Z H，DONG Y Q，et al. Correlation mechanism of microstructure，magnetic domain，and magnetic softness of Fe-6.5 wt.%Si composites with high saturation [J]. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism，2023，36（2）：733–743.

[3] 鲁辉虎，刘海涛，宋红宇，等. 双辊薄带连铸取向硅钢铸态组织及织构特征 [J]. 铸造，2015，64（9）：837–841.

[4] OHNUMA I，ABE S，SHIMENOUCHI S，et al. Experimental and thermodynamic studies of the Fe-Si binary system [J]. ISIJ International，2012，52（4）：540–548.

[5] MASAHASHI N. Physical and mechanical properties in Ni_3Al with and without boron [J]. Materials Science and Engineering A，1997，223：42–53.

[6] CHENG T T. The mechanism of grain refinement in TiAl alloys by boron addition-an alternative hypothesis [J]. Intermetallics，2000，8（1）：29–37.

[7] 李言祥，陈祥. 非金属夹杂物对等温淬火高硅铸钢力学性能的影响 [J]. 铸造，2000（9）：525–528.

[8] POLETTI M G，BATTEZZATI L. Assessment of the ternary Fe-Si-B phase diagram [J]. Calphad：Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry，2013，43：40–47.

[9] ZHAO D G，GUO P M，ZHAO P. Activity model of Fe-Si-B ternary metallic melts [J]. Journal of Iron and Steel Research International，2011，18（6）：16–21.

[10] TAKAHASH M，KOSHIMURA M，ABUZUKA T. Phase diagram of amorphous and crystallized Fe-B alloy system [J]. Japanese Journal of Applied Physics，1981，20：1821–1832.

[11] CHEN X，LI Y X. Microstructure and mechanical properties of a new type of austempered boron alloyed high silicon cast steel [J]. China Foundry，2013，10（3）：155–161.

[12] 汪肖. Fe-B合金快速凝固过程的共晶转变机制研究 [D]. 西安：西安工业大学，2020.
[13] 薛天祥. Fe6.5Si 2Cr 12Ni合金高温塑性变形行为及轧制成形研究 [D]. 哈尔滨：哈尔滨工程大学，2023.
[14] LIANG Y F，GE J W，FANG X S，et al. Hot deformation behavior and softening mechanism of Fe-6.5wt% Si alloy [J]. Materials Science and Engineering A，2013，570：8–12.
[15] 宋洪伟，林栋樑，单爱党，等. 定向凝固Fe-6.5%Si合金室温三点弯曲过程中的滑移 [J]. 上海交通大学学报，2001（3）：466–468.

The Microstructure Evolution and Properties of Fe6.5Si*x*B Alloys Prepared by Vacuum Suction Casting

XIANG Xing-yu[1], LIU Ya-jun[1], DONG Zhong-qi[2, 4], PAN En-bao[3], ZHANG Xue[2], DONG Bo-yang[5]
(1. Mechanical and Electrical Engineering College, Hebei Normal University of Science & Technology, Qinghuangdao 066000, Hebei, China; 2. Metal Material Fine Crystal Preparation Technology Innovation Center, Shijiazhuang 050091, Hebei, China; 3. Key Laboratory of Deep Undercooling Preparation Technology and Science , Shijiazhuang 050091, Hebei, China; 4. Engineering Research Center for Deep Undercooling Preparation of Metal Materials, Shijiazhuang 050091, Hebei, China; 5. School of Traffic & Transportation Engineering, Central South University, Changsha 410075, Hunan, China)

Abstract:
The Fe6.5Si*x*B alloys were prepared via suction casting technology and the influences of boron contents on the solidification microstructure evolution and magnetic properties were investigated. The X-ray diffraction (XRD) was employed to identify the phase structures of the alloys, the scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) were utilized to analyze the microstructures and phase compositions, and the magnetic properties were characterized using a vibrating sample magnetometer (VSM) under the conditions of both high and low temperatures. The results revealed that the matrix phase of the Fe6.5Si*x*B alloys is the A2 structure (α-Fe). In the Fe6.5Si alloy, a small amount of laminar B2 (Fe-Si) and DO_3 phases were observed, In the Fe6.5Si*x*B alloys, laminar eutectic structures of Fe_2B and Fe_3B phases existed at same time. The magnetic polarization of the Fe6.5Si*x*B alloys exhibited a strong dependence on the grain growth orientation and diameter, showing a gradual decline with increasing of boron content. Notably, trace boron additions effectively refined the grain sizes, leading to enhancing of compressive strength, hardness, and deflection of the alloys.

Key words:
vacuum suction casting; Fe6.5Si*x*B alloy; solidification rate; temperature gradient; grain refinement; magnetic properties

（编辑：潘继勇，pjy@foundryworld.com）