

热处理对 Fe-Al 渗层组织结构及其 熔融氯化盐腐蚀性能的影响

陈维铅^{1,2}, 喇培清^{1*}, 许世鹏^{1,2}, 马超^{1,2}, 李亚明^{1,2}

(1. 兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 兰州 730050;

2. 酒泉职业技术学院 甘肃省太阳能发电系统重点实验室, 甘肃 酒泉 735000)

摘要: **目的** 探索热扩散处理温度对 Fe-Al 渗层组织结构的影响, 研究其在熔融氯化盐中的腐蚀性, 为 310S 不锈钢在光热发电氯化盐储热领域的应用提供技术方案。**方法** 使用 77%Al₂O₃+20%Al+3%AlCl₃ (质量分数) 渗铝剂在 310S 钢表面制备 Fe-Al 涂层, 并通过 750~950 °C 热扩散处理 30 h, 改善渗层的结构及物相组成; 在 800 °C 三元共晶熔融氯化盐浸泡 30 h, 评价不同热扩散处理温度对渗铝层耐腐蚀性的影响。采用 XRD、SEM、EDS 等分析腐蚀前后渗层微观结构、物相组成, 以及截面形貌和元素分布。**结果** 800 °C 保温 15 h 在 310S 钢表面制备了 140 μm 厚的渗铝层, 通过热扩散处理发现, 温度对渗层结构及物相组成具有较大的影响。800 °C 以下热扩散处理渗层结构及组成基本没有变化, 外层主要以 Fe₂Al₃ 相为主, 过渡层为 FeAl 相, 腐蚀后表面未形成连续的氧化层。850 °C 处理渗层截面中间层出现了大量不规则孔洞, 腐蚀后表面形成厚度约为 15 μm 的 Al₂O₃ 层, 对渗层起到了一定的保护作用, 但氧化层与渗层界面结合不紧密, 容易脱落。900 °C 热处理渗层物相均转化为 FeAl 相, 与基体结合界面形成厚度约为 30.4 μm 的互扩散区; 腐蚀后渗层表面形成厚度约为 32 μm 的 Al₂O₃ 层, 且无裂纹、孔洞, 与渗层结合良好, 耐腐蚀性能最佳。950 °C 处理渗层腐蚀后表面未形成氧化层, 出现了 54 μm 的沿晶腐蚀深度。**结论** 310S 钢表面渗铝层经 900 °C 热扩散处理后, 在熔融氯化盐腐蚀环境中形成了连续、致密的 Al₂O₃ 层, 展现出了良好的耐腐蚀性能。

关键词: 310S 钢; Fe-Al 渗层; 包埋渗铝; 热扩散处理; 氯化盐腐蚀

中图分类号: TG174.4 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-3660(2025)02-0148-13

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2025.02.012

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Corrosion Resistance of the Fe-Al Layer in Molten Chloride Salt

CHEN Weiqian^{1,2}, LA Peiqing^{1*}, XU Shipeng^{1,2}, MA Chao^{1,2}, LI Yaming^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metal, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China; 2. Gansu Key Laboratory of Solar Power System, Jiuquan Vocational Technical College, Gansu Jiuquan 735000, China)

ABSTRACT: The work aims to explore the effect of thermal diffusion treatment temperature on the microstructure of the Fe-Al

收稿日期: 2024-03-09; 修订日期: 2024-05-24

Received: 2024-03-09; Revised: 2024-05-24

基金项目: 甘肃省自然科学基金 (23JRRF001); 甘肃省职业教育教学改革研究项目 (2023gszyjy-50)

Fund: The Natural Science Foundation (23JRRF001); Vocational Education Reform Research Project in Gansu Province (2023gszyjy-50)

引文格式: 陈维铅, 喇培清, 许世鹏, 等. 热处理对 Fe-Al 渗层组织结构及其熔融氯化盐腐蚀性能的影响[J]. 表面技术, 2025, 54(2): 148-160.
CHEN Weiqian, LA Peiqing, XU Shipeng, et al. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Corrosion Resistance of the Fe-Al Layer in Molten Chloride Salt[J]. Surface Technology, 2025, 54(2): 148-160.

*通信作者 (Corresponding author)

aluminide coating, study its corrosion resistance in molten chloride salt, and provide a technical scheme for the application of 310S stainless steel in the field of chloride salt heat storage for photothermal power generation. The aluminide coating was prepared on the surface of 310S steel by pack cementation with a mass percentage of 77% Al_2O_3 +20%Al+3% AlCl_3 penetrant, and then it was treated by thermal diffusion for 30 h at 750-950 °C to improve the structure and phase composition and soaked in ternary eutectic molten chloride salt of 24.5% NaCl + 20.5% KCl + 54% MgCl_2 for 30 h at 800 °C. The effect of different thermal diffusion treatment temperatures on the corrosion resistance of aluminized coating was evaluated by static corrosion test. The microstructure, phase composition, cross-section morphology and element distribution of the coating before and after corrosion were analyzed by XRD, SEM and EDS. The section hardness of the coating was measured by microhardness tester. The aluminized coating was prepared by pack cementation for 15 h at 800 °C on the surface of 310S steel and its thickness was about 140 μm . The structure and phase composition of the aluminized layer were greatly affected by different temperatures of thermal diffusion treatment. The structure and composition of the aluminide coating under 800 °C thermal diffusion treatment were not changed. The structure of the coating was divided into outer layer and transient layer, which was mainly composed of Fe_2Al_5 phase at outer layer and FeAl phase at transient layer. The continuous oxide layer on the surface of the aluminized coating was not formed after corrosion in molten salt, and it was poorly protective for matrix. A large number of irregular holes appeared in the middle layer of the aluminide coating by thermal treatment at 850 °C. An Al_2O_3 layer with a thickness of about 15 μm was formed on the surface of the coating after corrosion, which played a certain role in protecting for aluminide coating. However, coherent cracks appeared at the interface of the oxide layer and the aluminide layer, leading to loose bonding and easy falling. The phases of the aluminide coating treated at 900 °C were fully transformed into FeAl phase, and the interdiffusion zone with a thickness of 30.4 μm was formed at the interface of the matrix and coating, which enhanced the interface bonding force between the coating and the matrix. After corrosion, an Al_2O_3 layer with a thickness of about 32 μm was formed on the surface of the coating, and there were no cracks and holes in the interface of the coating and the oxide layer, and the better combination was achieved, which showed the best corrosion resistance. On the surface of the aluminide coating treated at 950 °C, oxide layer was not formed after corrosion, and the corrosion depth of the aluminide coating along the grain boundary was about 54 μm , which showed poorer corrosion resistance. However, the surface of the aluminide coating on the 310S steel thermally treated at 900 °C in molten chloride salt showed best corrosion resistance, due to the formation of a dense and continuous Al_2O_3 layer in the corrosion environment.

KEY WORDS: 310S stainless steel; Fe-Al aluminide coating; pack cementation; thermal diffusion treatment; chloride corrosion

近年来,随着国家“双碳”目标战略的实施,新能源的开发和利用受到各级政府的重视。太阳能光热发电技术(Concentrating Solar Power, 简称 CSP)因其连续、稳定,输出电力品质高,与热能储存结合满足夜间发电需求,被认为最有可能替代火力发电,实现光伏、风电等多能互补运行,在大规模新能源开发利用中显示出独特的优势^[1]。但光热电站建造成本是风电的 3~4 倍、光伏的 4~5 倍,度电成本为 1 元/kWh,也远高于风电和光伏发电^[2]。因此,较高的投入成本,成为影响光热发电规模化发展的关键。光热电站建设成本中储热系统投入占 1/5,是整个电站投入中最有可能降低的部分^[3]。目前,光热发电主要采用碱式硝酸盐(60% NaNO_3 +40% KNO_3 (质量分数))作为储热介质,但受其热稳定性和运行温度的限制,光热电站发电效率难以进一步提升^[4]。氯化盐具有更优的热稳定性、较宽的运行温度范围,以及较高的比热容和较低的黏度,能够在 800 °C 及以上保持稳定,并且我国储量大、成本低廉,成为光热发电理想的高效储热介质^[5]。然而,氯化盐对合金材料具有强烈的腐蚀性,

限制了其在光热电站储热系统中的应用。

为探索耐氯化盐腐蚀合金及表面防护材料,研究人员对镍基合金、不锈钢等高温结构材料在氯化盐中的腐蚀行为进行了广泛的研究^[6-8]。Sun 等^[9]利用静态浸泡实验,研究了 316 不锈钢和 7 种镍基合金在 700 °C 氯化熔盐中的腐蚀行为,发现合金表面均发生了 Cr 的选择性溶解,形成了孔洞结构。在镍基合金中,溶质元素铁、钼、钨对合金的腐蚀性有明显的影响,且钼在提高镍基合金的耐腐蚀性方面比钨更好。同时研究了镍基合金在 600~800 °C 氯化盐中的腐蚀行为,发现合金腐蚀归因于 Cr 的溶解,形成挥发性氯化铬盐,随着温度的升高,腐蚀加速,晶间腐蚀特征变得更加明显^[10]。Wang 等^[11]研究了纯 Ni、GH4033 和 GH4169 在 793K 共晶 NaCl- MgCl_2 熔盐中的腐蚀行为,发现纯 Ni 和 GH4033 表面形成大量片壳状 MgO 相,使试样质量增加;腐蚀 40 h 后,所有试样表面均形成多孔疏松形貌,附着在疏松微结构表面的 MgO 相随着微结构的脱落而脱落,导致试样质量不断下降;Al 和 Ti 在 GH4033 表面优先氧化并形成稳

定氧化层,抑制了腐蚀过程;GH4169 表面富含 Nb 相、腐蚀速率最高,且相界优先被腐蚀。Ding 等^[12]研究了 SS310、In800H 和 C-276 合金在 700 °C 氯化共晶盐中的腐蚀行为,其中 C-276 表现出了较好的腐蚀行为。在腐蚀过程中,Cr 比 Fe 和 Ni 优先溶解,形成了具有多孔结构的腐蚀层,腐蚀产物(如 MgO、MgCr₂O₄ 等)沉淀在样品表面及贫 Cr 腐蚀孔中。Liu 等^[13]研究了 In625、HX 和 HB-3 在 NaCl-CaCl₂-MgCl₂ 熔盐中的腐蚀行为,试验在 600 °C 浸泡 3 周。结果表明 In625 合金的抗腐蚀性优于 HX 和 HB-3 合金,MgCr₂O₄ 附着在 Inconel 625 和 HX 合金试样表面,形成了一层致密的保护层,提高了耐腐蚀性。李东阳^[14]研究了 310S 钢在 800 °C 33%NaCl+21.6%KCl+45.4% MgCl₂ (质量分数)三元氯盐中的腐蚀动力学,发现试样表面腐蚀产物主要为 MgO 和富 Cr 相,腐蚀发生在晶界和晶界交汇处,表面形成了多孔组织,孔内充满以 MgSiO₃ 为主的腐蚀产物。当前,对高温结构材料表面进行铝涂覆使其表面形成一层致密的氧化膜,从而保护基体在高温腐蚀环境中免受侵蚀,成为提升其耐高温腐蚀性能的重要手段^[15]。赵小军等^[16]使用 15%Al+84%Al₂O₃+1%NH₄Cl (质量分数)渗剂在 CLAM 钢表面制备渗铝层,发现 600 °C 静态氧化 120 h 后,渗层氧化增重比 CLAM 钢降低了 1 个数量级;550 °C 铅液腐蚀 600、1 800 h 后,铝化物渗层腐蚀增重仅为 CLAM 钢的 1/120,表明铝化物涂层具有良好的抗氧化性能及铅液相容性,能够有效抑制铅液体对 CLAM 的腐蚀。李成龙^[17]研究了 Si 低合金化 FeAl 合金的抗腐蚀性能,发现添加 Si 后经热扩散处理在合金表面生成一层 100 nm 左右的 Al₂O₃ 保护层,在保护层与基体之间形成了一层厚度约为 10 nm 的 SiO₂ 过渡层,并阻止了基体中 Al 的内氧化,提升了 FeAl 合金的抗高温氧化和电化学腐蚀性能。渗层质量对其在高温氧化和腐蚀环境中形成致密 Al₂O₃ 层具有重要的影响,通过热扩散处理可提高渗铝层的致密性,改善渗层物相组成,有助于具有保护作用氧化层的形成^[18]。赵文君等^[19]研究了热扩散处理对镍基合金表面渗铝层组织性能的影响,发现热扩散处理有利于涂层进一步生长,物相从 ε-NiAl₃ 相转变为 β-NiAl 相,涂层硬度从 450HV0.01 降低至 350HV0.01,在涂层与基体之间形成了一层紧密的互扩散区,增强了涂层与基体的界面结合力。

目前,对钢基体表面 Fe-Al 渗层的制备及 Al₂O₃/Fe-Al 复合涂层阻氧性能的研究较多^[20-21],但对 Fe-Al 渗层热扩散处理及其在熔融氯化盐中腐蚀行为的研究未见报道,热扩散处理温度对渗层质量的影响和腐蚀机理尚不明确。为此,本实验利用包埋渗铝技术在 310S 钢表面制备 Fe-Al 基金属间化合物层,研究热扩散温度对渗层形貌、物相组成、硬度的影响,以期在钢基体表面形成一定厚度、均匀致密的 Fe-Al 相渗层,

并在熔融氯化盐腐蚀环境中氧化形成一层致密的 Al₂O₃ 层,阻止氯化盐中腐蚀杂质(Cl、O、H 等)原子向基体进一步扩散,从而提高基体的耐高温氧化和耐熔融氯化盐的腐蚀性能,为 310S 钢在下一代光热发电氯化熔盐储热装置领域的应用提供技术方案。

1 实验

1.1 样品制备

选用商用 310S 钢作为基体材料,其化学成分(以质量分数计)为:Cr 25.51%、Ni 20.22%、Mn 1.02%、Si 0.56%、C 0.11%、P 0.011%、S 0.003%、Fe 余量。依次用 400、600、800、1200、2000 目的金相砂纸对基体表面进行机械打磨,增强表面活性,然后切割成 20 mm×20 mm×2 mm 的正方块,放入丙酮溶剂中超声清洗,随后利用蒸馏水清洗烘干。将试样埋入一定比例配制并混合均匀的渗铝剂(77%Al₂O₃+20%Al+3%AlCl₃ (质量分数))中,装入陶瓷坩埚,利用磷酸二铝作为黏结剂,填充坩埚盖与坩埚之间的缝隙;随后将装样坩埚放入干燥箱中 80 °C 保温 1 h,冷却至室温放入真空气氛炉中,在氩气气氛下 800 °C 保温 15 h 制备 Fe-Al 渗层。试样分别在空气气氛下 750、800、850、900、950 °C 热扩散处理 30 h 后,使用 24.5%NaCl+20.5%KCl+54%MgCl₂ (质量分数)混合氯化盐在 800 °C 保温 30 h 进行腐蚀;将试样埋入混合氯化盐坩埚放入气氛炉中,氩气气氛下分别在 120 °C 保温 1 h、200 °C 保温 1 h 后干燥处理,再升至 800 °C 保温腐蚀。

1.2 性能表征

使用德国布鲁克(D8 Advance)X 射线衍射仪(XRD, Cu 靶、40 kV、250 mA、10 (°)/min)对渗层进行物相分析;利用电子扫描电镜(Axia Chemi SEM)及背散射电子成像(BSEI)表征渗层表面和截面形貌、微观组织,以及 EDS 分析元素分布。采用 HV-1000 型显微硬度仪测量渗层显微硬度,测试条件为 0.3 千克力加载 10 s,并从渗层表面一端开始每隔 30 μm 测量一次,一直测量到试样硬度值不变处。

2 结果与讨论

2.1 处理前渗层的组成结构

图 1 为 800 °C 保温 15 h 制备 Fe-Al 渗层的表面、截面形貌及表面 XRD 图谱。如图 1a 所示,渗层表面大部分区域致密平整,局部区域析出条状、颗粒状聚集物相。图 1c 为图 1a 中颗粒状物相放大区域 O 元素分布图,表明渗层表面析出物相中 O 元素含量较高。EDS 分析图 1a 中 1 区域各元素原子数分数分别为

O 50.5%、Al 43.4%、Fe 3.0%、Cr 1.7%、Ni 1.4%；点 2 区域各元素原子数分数分别为 Al 79.2%、Fe 9.1%、Cr 6.4%、Ni 5.3%。结合图 1e XRD 分析结果, 确定渗层表面局部析出条状、颗粒状物相为 Al_2O_3 相, 平整区域主要为 Al 层和 FeAl_3 相。图 1b 为渗层截面形貌, 观察到渗层整体致密均匀、无裂纹孔洞、与基体结合紧密, 质量较好, 厚度约为 140 μm 。从图 1b 放大区域观察到, 在渗层与基体界面处形成厚度约为 10.7 μm 的过渡层, 过渡层和邻近过渡层区域析出大量的白色颗粒状物相。图 1d 为渗层截面 Al 元素分布图, 表明 Al 均匀分布在渗层中, 且过渡层 Al 元素含量降低。图 1f 为渗层从表面至基体各元素的 EDS 点扫分布曲线, 表明从外层至过渡层界面 Al 元素含量基本不变, 而过渡层 Al 含量下降趋势明显, 直至基体 Al 含量变为零; Fe 元素含量在一定范围内

呈波动性上升趋势, 而 Cr 和 Ni 元素含量保持相对平稳。根据 Fe-Al 二元相图, 在包埋渗铝过程中, 形成的 Fe_2Al_5 相中 Al 元素含量 (原子数分数) 为 72%~73%, 且当渗剂中 Al 含量越高, 渗铝温度在 700~900 $^{\circ}\text{C}$ 范围内, Fe_2Al_5 相生长速率远大于 FeAl 相^[22]。结合渗层表面 XRD 分析结果, 推断渗层主要为 Fe_2Al_5 相, 过渡层为 FeAl 相及其 Cr、Ni 固溶体, 且外层厚度远大于过渡层厚度。研究发现, 在 Fe-Al 固态扩散过程中, Fe_2Al_5 最容易生成, 虽然反应初期在基体表面形成 FeAl_3 相, 一旦 Fe_2Al_5 相形成, 则 Fe_2Al_5 相的生长速率要远大于 FeAl_3 , 进而快速生长来抑制 FeAl_3 相的长大^[23]。因此, 沿渗层深度方向 FeAl_3 相含量逐渐降低, Fe_2Al_5 为主要成分。过渡层 Al 含量降低、Fe 含量增大, 主要生成 FeAl 相。图 1b 放大区域箭头所指白色点处, EDS 分析各元素原子数分数

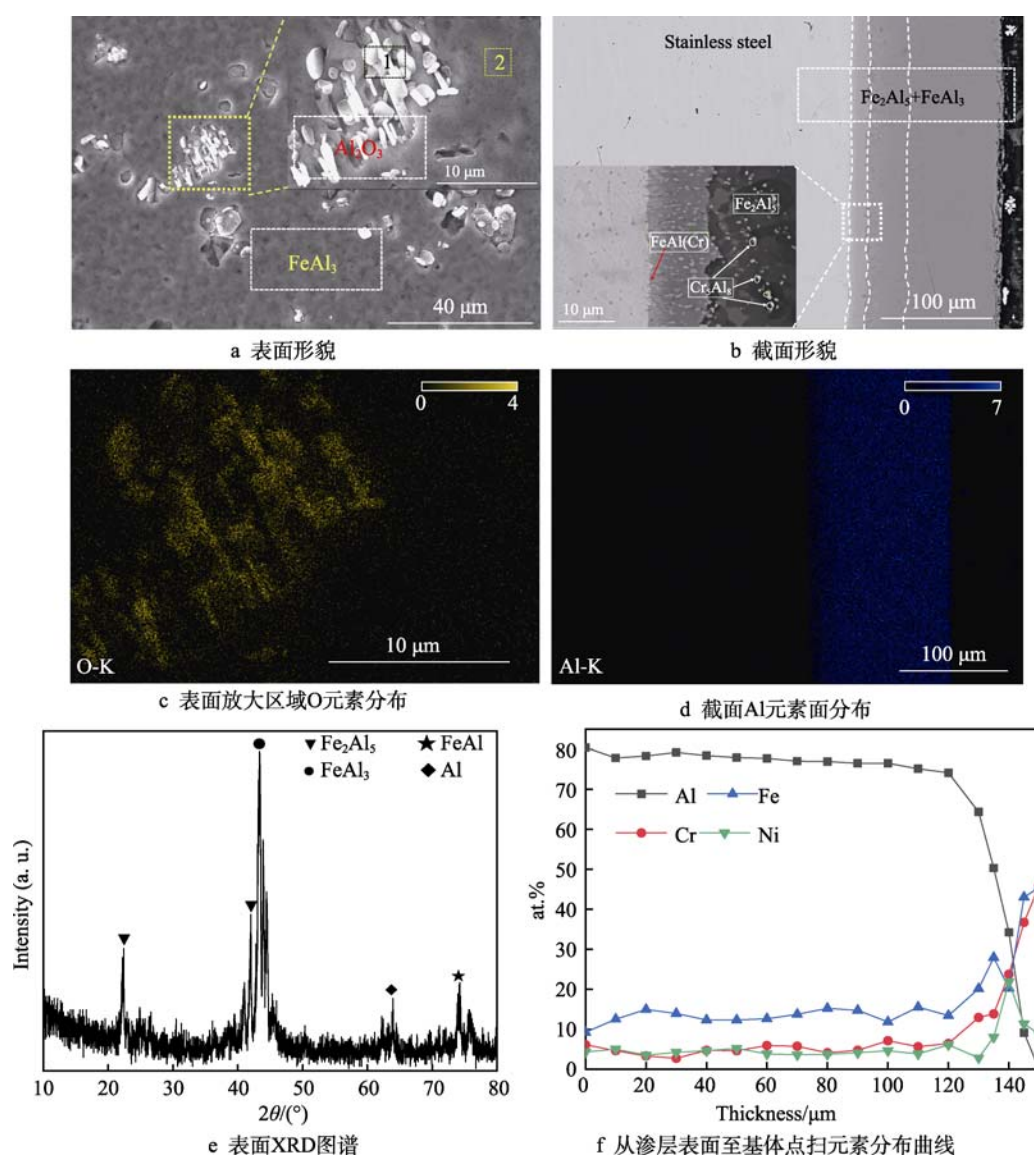


图 1 使用 20%Al+3% AlCl_3 +77% Al_2O_3 (质量分数) 渗剂 800 $^{\circ}\text{C}$ 渗铝 15 h 制备的 Fe-Al 渗层
 Fig.1 Fe-Al layer fabricated by aluminizing 20wt.% Al + 3wt.% AlCl_3 + 77wt.% Al_2O_3 for 15 h at 800 $^{\circ}\text{C}$: a) surface morphology; b) cross-section morphology; c) O distribution of the surface amplification area; d) Al distribution of the cross-section; e) XRD pattern of aluminized surface; f) element distribution curve from the surface to matrix

为 Cr 25%~32%、Fe 15.4%~13.5%、Al 56.1%~54.9%，并且 Cr 元素含量升高与 Fe 元素含量下降相对应。根据 Fe-Cr-Al 相图，在富 Al 侧 Fe_2Al_5 相中可溶解 4.1%~6.2% (原子数分数) 的 Cr 元素，Cr 含量越高，越容易形成 Fe_2Al_5 和 Cr_5Al_8 相^[24-25]，故推断邻近过渡层析出白色物为 Cr_5Al_8 相。与 Fe_2Al_5 相比， Cr_5Al_8 析出物颜色较亮，文献[26]使用 10%Al+88% Al_2O_3 +2% NH_4Cl (质量分数) 渗剂在 SS316L 钢表面 900 °C 渗铝 6 h 制备渗层也得到类似的结果。

2.2 热扩散处理对渗层组成结构的影响

图 2 为空气气氛下 750~900 °C 热扩散处理 30 h 渗层表面的 XRD 图谱。可以看出，热扩散处理温度对渗层表面物相组成的影响较大。处理温度为 750 °C 时，试样表面物相为 FeAl_2 相和少量 Al_3FeSi 相；800 °C

和 850 °C 时，试样表面以 Fe_2Al_5 相为主，并析出 $\text{Cr}_9\text{Al}_{17}$ 相。随着热处理温度升高至 900 °C，试样表面物相基本全部转化为 FeAl 相，而合金中 Cr、Ni、Si 等元素固溶于渗层中。热处理前渗层表面主要由 Fe_2Al_5 和 FeAl_3 相组成 (图 1e)，但在热扩散处理过程中，试样表面 Al 原子从 Fe_2Al_5 层向内部扩散，Fe 原子从钢基体向渗层外部扩展，原子扩散达到一定平衡，最终形成稳定的 FeAl 相。

图 3 为空气气氛下 750~900 °C 热扩散处理 30 h 渗层表面形貌。可以观察到，不同热处理温度下渗层表面形貌差别较大。750 °C 下处理渗层表面由白色颗粒状、深色花状相组成 (图 3a)，渗层表面相对致密、无明显孔洞出现。结合表 1 EDS 和图 2 XRD 分析结果可知，白色颗粒相仍为渗层制备过程中形成的 Al_2O_3 相，深色花状物相为热扩散处理过程中新形成的 Al_2O_3 层，并镶嵌在浅色 FeAl 相中，是由于热扩散处理温度较低， Al_2O_3 形核后未长成连续的氧化层，消耗了部分 Al 元素，渗层表面 FeAl_3 相转化为 FeAl 相，从而形成这种镶嵌结构。800 °C 下处理渗层表面仍保留少量颗粒状白色 Al_2O_3 相 (图 3b)，深色花状物相长大形成 Al_2O_3 层，部分 Al_2O_3 脱落露出内层针状、片状 Fe_2Al_5 和 $\text{Cr}_9\text{Al}_{17}$ 相。随着热扩散处理温度持续升高至 850 °C，如图 3c 所示，渗层表面由不规则凸起与凹坑相间形成凹凸不平表面，凹坑底部出现了大量不规则孔洞。由 EDS 分析可知，凸起部分 O 含量较高，结合 XRD 分析结果，推断凸起部分由 Al_2O_3 和 Fe_2Al_5 相组成，凹坑部分由 $\text{Cr}_9\text{Al}_{17}$ 和 FeAl 相组成。渗层凹凸不平表面是由于热扩散过程中形成的 Al_2O_3 层长大增厚从渗层表面脱落形成的，未脱落部位为凸

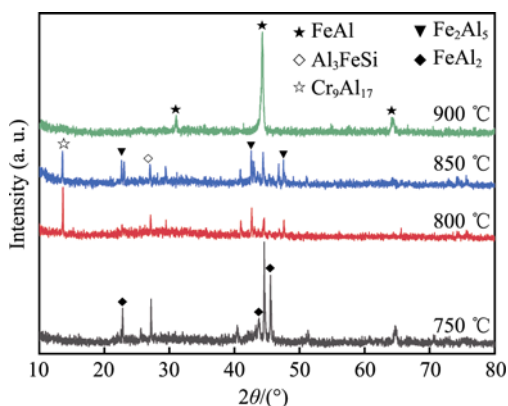


图 2 不同温度下热扩散处理 30 h 渗层表面 XRD 图谱
Fig.2 XRD pattern of the aluminized coating treated by thermal diffusion for 30 h at different temperatures

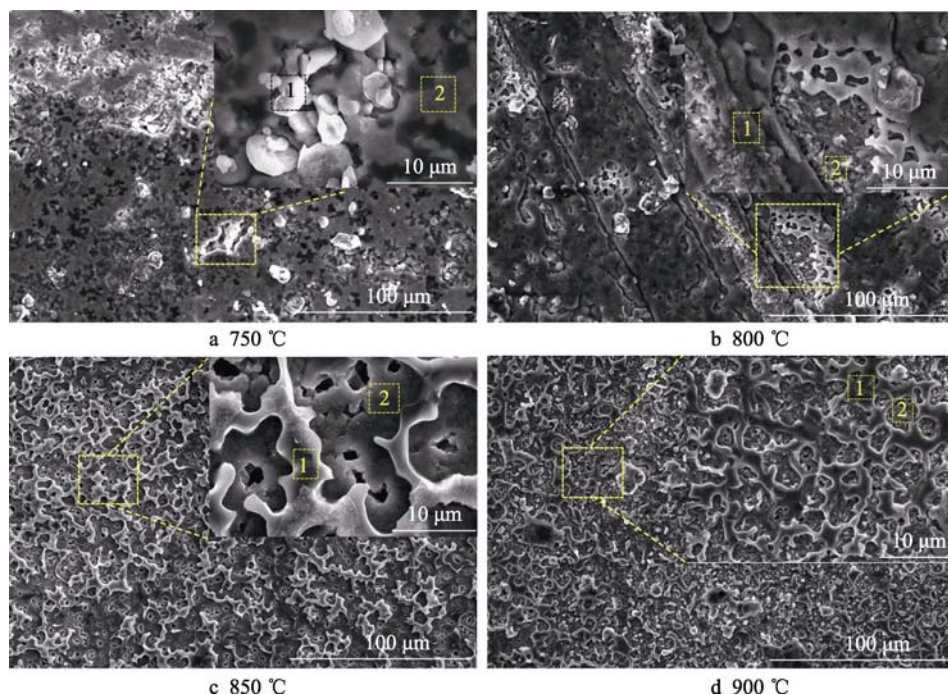


图 3 不同温度下热扩散处理 30 h 渗层的表面形貌

Fig.3 Surface morphology of the aluminized coating treated by thermal diffusion for 30 h at different temperatures

表 1 图 3 中不同位置的 EDS 分析结果
Tab.1 EDS results of different positions in Fig.3
at. %

Location	Al	Fe	Cr	Ni	O	Phase
a1	38.9	5.2	3.3	1.3	51.2	Al ₂ O ₃
a2	36.9	11.5	6.5	2.7	42.2	Al ₂ O ₃ +FeAl
b1	37.3	1.6	1.3	0.4	59.5	Al ₂ O ₃
b2	71.9	9.1	16.8	2.2	0	Cr ₉ Al ₁₇ +Fe ₂ Al ₅
c1	48.2	16.5	5.4	1.6	28.3	Al ₂ O ₃ +FeAl
c2	37.9	17.1	31.6	13.4	0	Cr ₉ Al ₁₇ +FeAl
d1	45.5	14.8	9.1	4.3	26	Al ₂ O ₃ +FeAl
d2	45.8	26.8	9.4	18	0	Fe(Ni)Al

起部分, 脱落部位为凹坑部分; 凹坑底部不规则孔洞是由于渗层 Fe₂Al₅ 相转化为 FeAl 相, 在 B2 结构 FeAl 相中产生较高浓度的 Fe 空位聚集而形成的^[27]。热扩散温度升高至 900 ℃, 如 3d 所示, 渗层表面形貌与 850 ℃ 基本相似, 但凸起部分明显减少, 凹坑部分面积增大, 不规则孔洞数量减少。结合 EDS 和 XRD 分析结果可知, 凸起部分由 Al₂O₃ 相和 Fe(Ni)Al 相组成。凹坑部分面积增大是由于热扩展温度升高, 原子扩散充分, Al₂O₃ 层进一步长大变厚从渗层表面脱落形成的; 孔洞数量减少与 Fe、Ni 原子扩散充分有关, 温度越高, 基体中 Fe、Ni 原子向渗层外层扩散越充分, 在 Fe₂Al₅ 相转变为 Fe(Ni)Al 相过程中, 形成的空位越少, 从而减少了孔洞数量。

图 4a 为 750 ℃ 热扩散处理 30 h 渗层截面形貌, 观察到涂层整体均匀、致密、无孔洞, 与钢基体结合较好, 并在渗层表面出现少量孔洞。渗层结构与处理前相似 (如图 1b 所示), 可分为过渡层和外层, 渗层厚度从处理前的 140 μm 增加到 144.7 μm, 过渡层厚度从 10.7 μm 增加到 14.7 μm, 渗层厚度增大幅度较小。与处理前相比, 观察到图 4a 放大区域过渡层和邻近过渡层区域析出白色颗粒相明显减少。图 4b 为渗

层各元素沿厚度方向分布曲线, 可以看出, 外层 Al 元素分布较均匀, 稳定在 70%~75% (原子数分数) 范围内, 结合图 3a 分析结果, 推断外层主要以 Fe₂Al₅ 相为主; 过渡层 Al 元素含量迅速下降, 并在 50% (原子数分数) 处出现台阶, 随后下降至基体处 Al 含量为 0%, 推断过渡层为 FeAl 相。

图 5a 为 800 ℃ 热扩散处理 30 h 渗层截面形貌, 与 750 ℃ 处理渗层截面形貌特性相似, 也可分为过渡层和外层, 但外表层稀疏多孔、不致密。渗层厚度从处理前的 140 μm 增大到 163.9 μm, 过渡层从 10.9 μm 增大到 29.2 μm, 厚度增大幅度变大。与 750 ℃ 处理相比, 图 5a 放大区域过渡层及邻近过渡层白色颗粒相消失, 消失的白色颗粒 Cr₅Al₈ 相固溶于 FeAl 相中形成 FeAl(Cr) 固溶体。图 5b 为 800 ℃ 处理渗层各元素沿厚度方向分布曲线, 观察到各元素含量与 750 ℃ 下渗层元素分布相似, 外层 Al 含量仍保持在 70% (原子数分数) 以上, 但外表层 Al 含量波动较大, 渗层内部 Al 含量稍有降低, 推断外层仍以 Fe₂Al₅ 相为主, 过渡层主要为 FeAl 相。由于热扩散处理在空气环境中, 表层 Al 元素被氧化形成不连续氧化膜, 氧化膜脱落形成疏松多孔的形貌, 造成 Al 含量上下波动。向军淮^[28]研究发现 600~800 ℃ 热扩散处理涂层物相均以 Fe₂Al₅ 相为主, 并随着热扩散处理温度的升高, 结晶度进一步增强, 主要是由于热扩散处理过程中, Fe₂Al₅ 相成核及生长速率均大于 FeAl₂、FeAl、Fe₃Al 相^[29]。

图 6b 为 850 ℃ 热扩散处理 30 h 渗层截面形貌, 可以观察到渗层结构发生了明显变化, 可分为外层、中间层和过渡层, 在中间层出现了大量的不规则孔洞, 孔洞最长口径达 43.3 μm。渗层厚度从处理前的 140 μm 增加到 187.8 μm, 过渡层厚度从 10.7 μm 增加到 52.9 μm, 增幅较大。图 6b 为渗层截面 Al 元素分布 (蓝色区域), 可以看出, 渗层 Al 元素分布均匀, 相较于外层, 过渡层 Al 元素含量下降; 在中间层明显观察到孔洞形状 Al 元素缺失形貌。经 EDS 分析可

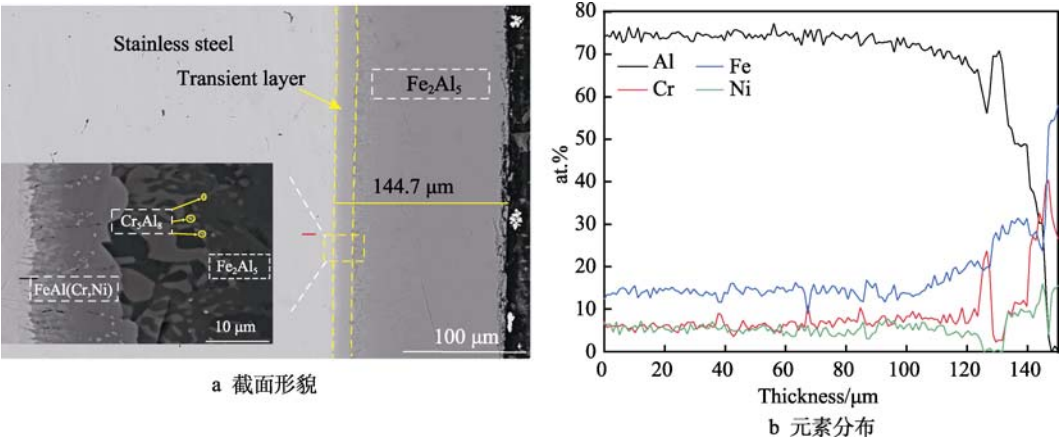


图 4 750 ℃ 热扩散处理 30 h 渗层
Fig.4 Aluminized coating treated by thermal diffusion for 30 h at 750 ℃: a) cross-section morphology; b) element distribution

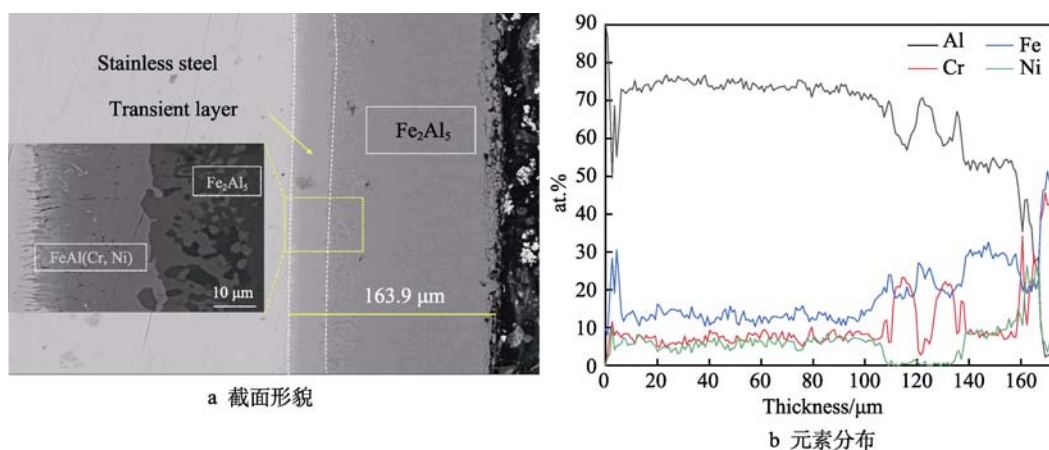


图 5 800 °C 热扩散处理 30 h 渗层

Fig.5 Aluminized coating treated by thermal diffusion for 30 h at 800 °C: a) cross-section morphology; b) element distribution

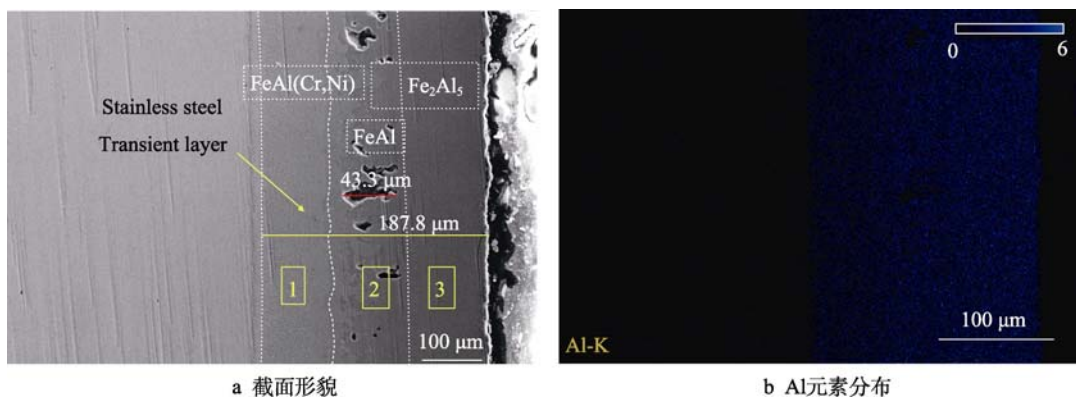


图 6 850 °C 热扩散处理 30 h 渗层

Fig.6 Aluminized coating treated by thermal diffusion for 30 h at 850 °C: a) cross-section morphology; b) Al distribution

知, 图 6a 中 1 区域各元素原子数分数为 Al 45.0%、Fe 27.2%、Cr 11.1%、Ni 16.7%; 2 区域各元素原子数分数为 Al 53.1%、Fe 27.7%、Cr 11.5%、Ni 7.7%; 3 区域各元素原子数分数为 Al 70.4%、Fe 14.7%、Cr 6.7%、Ni 8.2%, 结合图 2 分析结果, 推断过渡层仍

为 FeAl 相及 Ni、Cr 固溶体, 中间层以 FeAl 相为主, 外层主要为 Fe₂Al₅ 相。

图 7 为 900 °C 热扩散处理 30 h 渗层截面形貌及各元素分布曲线。从图 7a 观察到, 渗层整体致密、均匀、无孔洞, 且与钢基体结合紧密; 渗层结构发生

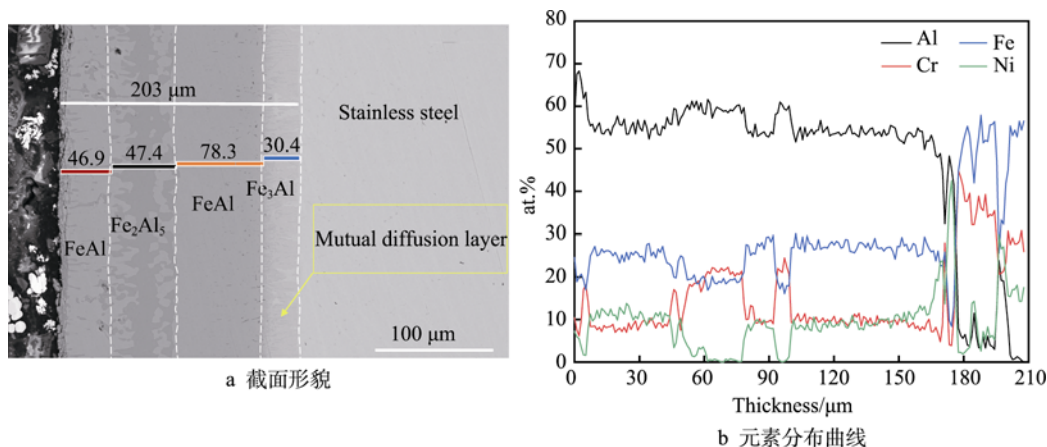


图 7 900 °C 热扩散处理 30 h 渗层

Fig.7 Aluminized coating treated by thermal diffusion for 30 h at 900 °C: a) cross-section morphology; b) element distribution

了明显的变化, 呈多层结构, 可分为外层、中间层、内层及互扩散层, 互扩散区存在针状弥散相嵌入钢基体内部, 中间层保留部分深色物相。从外层至互扩散层各层厚度分别为 46.9、47.4、78.3、30.4 μm , 渗层总厚度从处理前的 140 μm 增大到 203 μm 。从图 7b EDS 分析结果可知, 外层和内层 Al 元素含量在 55% (原子数分数) 左右, Fe、Cr、Ni 元素含量之和约为 45% (原子数分数), 表明涂层主要以 FeAl 相及其 Cr、Ni 固溶体为主。中间层深色区域 Cr 含量升高、Fe 含量降低, 相对应的 Al 含量增大, 主要是由于 Fe_2Al_5 相向 FeAl 相转化, Cr 在 FeAl 相中的溶解度降低, 在中间层以 Cr_5Al_8 相形式存在^[24]。互扩散层 Al 含量迅速降低, 并在 4%~10% (原子数分数) 范围内波动, 推断形成针状 Fe_3Al 相嵌入钢基体内部。900 $^{\circ}\text{C}$ 热扩散处理涂层多层结构表明, 外层 Al 原子向渗层表面迁移与氧气形成 Al_2O_3 层, Al 原子含量降低 Fe_2Al_5 相转化为致密的 FeAl 相, 并随着 Al 原子不断迁移, 外层相界面不断向中间层推移; 钢基体 Fe 原子向内层扩散, 内层 FeAl 相与中间层 Fe_2Al_5 相界面向中间层推移, 最终全部转化为 FeAl 相及其固溶体。

综上, 热扩散处理温度对渗层结构及物相组成具有较大的影响, 在 750~800 $^{\circ}\text{C}$, 渗层结构基本没有变化, 厚度增长幅度较小, FeAl_3 相全部转变为 Fe_2Al_5 相。随着温度升高至 850 $^{\circ}\text{C}$, 过渡层 FeAl 相厚度迅速增大, 在外层 Fe_2Al_5 相界面处大量 Fe 空位聚集形成无规则的孔洞。温度持续升高至 900 $^{\circ}\text{C}$, 基体中的 Fe、Ni、Cr 原子向渗层界面扩散充分, Fe_2Al_5 相向 FeAl 相转变产生的 Fe 空位, 被扩散金属元素及时填补, 渗层 FeAl 相与 Fe_2Al_5 相界面处孔洞消失。若热扩散处理温度进一步升高, 过渡层将持续增大, 外层铝含量降低, 将影响渗层耐腐蚀性能。因此, 900 $^{\circ}\text{C}$ 热扩散处理 30 h 在 310S 钢表面可得到致密、均匀、质量较好的 FeAl 相渗层。

2.3 热扩散处理对渗层硬度的影响

硬度是材料力学性能的重要指标之一, 通过硬度测试可以判断渗层的物相组成及其塑韧性。图 8 为不同温度热扩散处理 30 h 渗层截面硬度的变化曲线。可以观察到, 不同热扩散温度下, 渗层截面硬度曲线均呈先增大后降低的趋势, 且具有较大的变化。渗层硬度变化的主要原因是渗层物相随厚度发生改变, 文献^[30]研究表明 Fe_3Al 、FeAl、 Fe_2Al_5 相平均硬度分别为 320、660、1 000HV0.1。图 8 中 0 μm 处表示渗层表面硬度, 处理前渗层表面硬度为 680HV0.3, 经扩散处理表面硬度均有所提高, 750 $^{\circ}\text{C}$ 下处理表面硬度最大为 752HV0.3, 这与表面物相组成有关, 经热扩散处理, 表面形成一层较薄的 Al_2O_3 膜, 渗层主要为 Fe_2Al_5 相; 但热扩散温度高于 800 $^{\circ}\text{C}$, 渗层表面 Al_2O_3 膜层脱落, 其表面硬度有所下降, 所以在 750 $^{\circ}\text{C}$ 扩散

处理表面硬度最大。渗层厚度为 90 μm 时, 处理前、750 $^{\circ}\text{C}$ 、800 $^{\circ}\text{C}$ 渗层截面硬度达到最大值, 分别为 806、804、800HV0.3, 其值基本相同, 是由于该层物相均为 Fe_2Al_5 相。虽然, 850 $^{\circ}\text{C}$ 处理渗层在 90 μm 处物相为 Fe_2Al_5 , 但由于存在大量孔洞, 其硬度值降低。900 $^{\circ}\text{C}$ 处理渗层物相全部转化为 FeAl 相, 其硬度值降低, 最大为 774HV0.3。各曲线最后一点处表示钢基体硬度值, 表明硬度值随着热扩散处理温度的升高而降低, 硬度从处理前的 240HV0.3 降低到 900 $^{\circ}\text{C}$ 处理的 190HV0.3。李宁宁等^[23]在 Q235 钢表面 650 $^{\circ}\text{C}$ 渗铝, 渗层物相只有 Fe_2Al_5 相, 其显微硬度为 820HV0.1; 750 $^{\circ}\text{C}$ 渗铝物相为 FeAl₃ 和 Fe_2Al_5 相, 其平均硬度为 740HV0.1, 本研究结果与其基本符合。

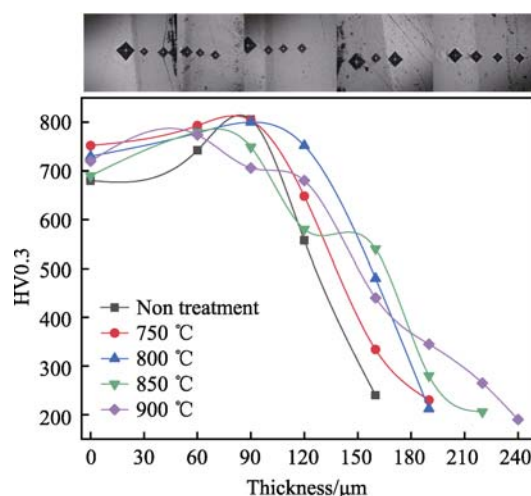


图 8 不同温度热扩散处理 30 h 渗层截面硬度曲线
Fig.8 Cross-section hardness curve of the aluminized coating treated by thermal diffusion for 30 h at different temperatures

2.4 热处理对渗层腐蚀性的影响

图 9 为不同试样在 800 $^{\circ}\text{C}$ 氯化熔融盐腐蚀 30 h 表面 XRD 图谱。从图 9 可以看出, 310S 钢在熔融氯

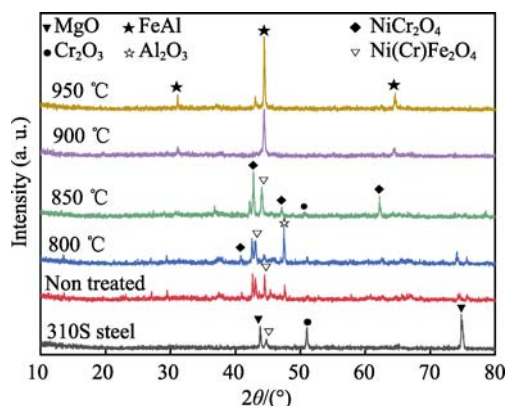


图 9 不同试样在 800 $^{\circ}\text{C}$ 氯化熔融盐中腐蚀 30 h 表面 XRD 图谱
Fig.9 XRD patterns of the different samples corroded in chlorinated molten salt for 30 h at 800 $^{\circ}\text{C}$

化盐中的腐蚀产物主要是 MgO 和 Cr_2O_3 相, 处理前渗层和 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 下热扩散处理渗层表面腐蚀产物基本相同, 主要是 Al_2O_3 层和 $\text{Ni}(\text{Cr})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 相; $850\text{ }^\circ\text{C}$ 下处理渗层表面腐蚀产物主要是 NiCr_2O_4 和 FeAl 相。 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $950\text{ }^\circ\text{C}$ 下处理渗层表面均为 FeAl 相, 未发现其他腐蚀产物, 主要是由于热扩散处理温度超过 $900\text{ }^\circ\text{C}$, 渗层表面 Fe_2Al_5 相全部转化为 FeAl 相, 在腐蚀过程中易形成 Al_2O_3 层, Al_2O_3 层在制样切割过程中脱落, 露出渗层物相, 所以在试样表面仅检测到 FeAl 相衍射峰。

图 10 为不同试样在 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 熔融氯化盐中腐蚀 30 h 的表面形貌, 表 2 为图 10 中不同点位置的 EDS 分析结果。从图 10a 观察到 310S 钢在熔融氯化盐中

腐蚀表面疏松不平整, 不同区域分布着团聚絮状、分散颗粒状、块状腐蚀产物。结合表 2 EDS 和 XRD 分析结果, 推断图 10a 中点 1 位置团聚絮状腐蚀产物为 $\text{Ni}(\text{Cr})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 相, 点 2 位置分散颗粒状腐蚀产物为 Cr_2O_3 和少量 MgO 相, 点 3 位置块状腐蚀产物为 MgO 相。因此, 推断 310S 钢在熔融氯化盐腐蚀产物主要为 MgO 、 Cr_2O_3 和 NiFe_2O_4 相。从图 10b 观察到处理前渗层腐蚀表面粗糙、凹凸不平, 且出现孔洞和连续的裂缝(黄色箭头所指), 腐蚀产物疏松呈颗粒状凸起分散在表面。EDS 分析结果表明, 图 10b 中处理前渗层表面点 1 位置腐蚀产物是 $\text{Ni}(\text{Cr})\text{Fe}_2\text{O}_4$, 点 2 位置分散颗粒状产物是 Al_2O_3 层。从图 10c 观察到 $850\text{ }^\circ\text{C}$ 处理渗层腐蚀表面疏松多层, EDS 分析点 1 位置团聚颗粒主要是

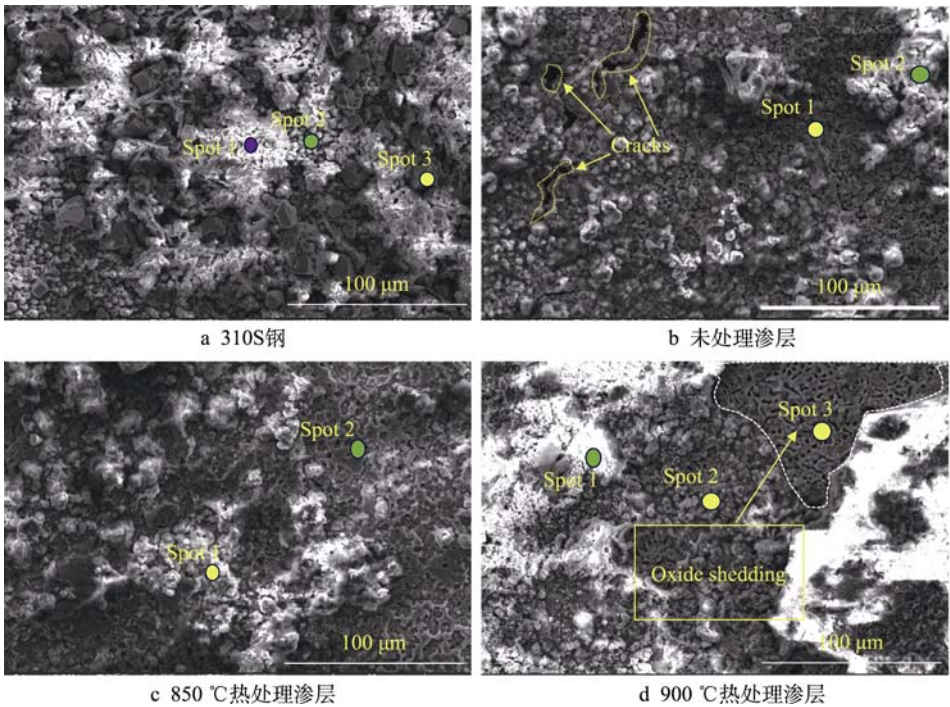


图 10 不同试样在 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 熔融氯化盐中腐蚀 30 h 的表面形貌

Fig.10 Surface morphology of the different samples corroded in chlorinated molten salt for 30 h at $800\text{ }^\circ\text{C}$: a) 310S steel; b) aluminized coating not treated; c) thermal diffusion treatment at $850\text{ }^\circ\text{C}$; d) thermal diffusion treatment at $900\text{ }^\circ\text{C}$

表 2 图 10 中不同位置的 EDS 分析结果

Tab.2 EDS results of different positions in Fig.10

Location							at. %
	Al	Fe	Cr	Ni	Mg	O	Phase
a1	—	34.9	7.4	7.4	2.4	45.8	$\text{Ni}(\text{Cr})\text{Fe}_2\text{O}_4$
a2	—	0.9	31.2	1.5	15.3	51.1	$\text{Cr}_2\text{O}_3+\text{MgO}$
a3	—	0.7	0.8	1.0	48.2	49.2	MgO
b1	16.5	19.1	5.2	7.7	—	51.2	$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Ni}(\text{Cr})\text{Fe}_2\text{O}_4$
b2	31.2	5.3	2.0	2.1	—	59.4	Al_2O_3
c1	30.9	2.6	1.3	1.4	—	63.7	Al_2O_3
c2	23.7	17.2	1.0	1.7	—	56.4	$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Fe}_3\text{O}_4$
d1	32.4	0.3	0.6	0.3	—	65.2	Al_2O_3
d2	37.3	0.7	0.8	1.8	—	59.1	Al_2O_3
d3	36.2	19.6	6.6	9.3	—	28.1	$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{FeAl}$

Al_2O_3 相, 点 2 位置多层结构为 Al_2O_3 和 Fe_3O_4 相。从图 10d 观察到 900 °C 热扩散处理渗层腐蚀表面粗糙多孔, 可明显观察到氧化层脱落区域。EDS 分析点 1 和点 2 位置均为 Al_2O_3 相, 点 3 区域为 FeAl 相, 表明腐蚀形成的氧化层脱落, 露出多孔结构的渗铝层。氧化层脱落呈多孔结构主要是由于腐蚀过程中 Fe_2Al_5 相转化为 FeAl 相, 在 B2 结构 FeAl 相中产生较高浓度的 Fe 空位聚集形成不同尺寸的孔洞^[27]。

310S 钢和 750~800 °C 热扩散处理渗层在 800 °C 熔融氯化盐腐蚀 30 h 截面形貌见图 11, 表 3 为图 11 中不同位置 EDS 分析结果。从图 11a 可明显观察到 310S 钢在熔融氯化盐中沿晶界腐蚀的形貌特征, 表面腐蚀呈锯齿状, 腐蚀深度约为 37.4 μm 。从图 11b 观察到 750 °C 热扩散处理渗层腐蚀截面中间位置出现了连贯的裂缝, 腐蚀层疏松多孔, 深度约为 30 μm ; 表面形成约 11 μm 厚的 Al_2O_3 层, 与渗层表面结合不紧密, 出现裂纹, 部分氧化层脱落形成孔洞; 过渡层厚度约为 25 μm , 与腐蚀前相比增大 10 μm , 渗层总厚度基本没变。从图 11c 观察到 800 °C 处理渗层腐蚀

截面疏松多孔, 腐蚀深度贯穿整个外层, 形成的氧化层易脱落; 渗层厚度从腐蚀前的 164 μm 减小到 135 μm , 过渡层厚度保持不变。从图 11d 观察到 850 °C 处理渗层腐蚀截面呈多层形貌, 外层形成一层厚度约为 15 μm 连续的 Al_2O_3 层, 但与渗层结合不紧密, 界面处出现了明显的裂缝, 且靠近氧化层的渗层也出现了连贯的裂纹。与腐蚀前相比, 渗层厚度从 187.8 μm 减小到 181 μm , 过渡层厚度没有变化; 中间层不规则孔洞变小, 或者基本愈合, 渗层内部整体致密, 主要是由于热处理过程中, 涂层残余应力释放、扁平离子变形等均能促进渗层内部孔隙移动、融合, 最终消失^[22]。根据表 3 EDS 分析结果, 可知图 11d 中过渡层 1 点位置主要是 FeAl 相, 靠近过渡层的 2 点位置主要是 FeAl 和 Fe_2Al_5 相, 中间层 3 点位置以 Fe_2Al_5 相为主, 氧化层是 Al_2O_3 相。从图 11e 观察到 900 °C 处理渗层腐蚀截面致密、光滑无孔洞, 整体质量较好; 与基体界面形成厚度约为 43 μm 的互扩散区, 较深色物相呈针状镶嵌在基体内部, 与基体无明显结合界面; 外层形成厚度约为 32 μm 的氧化层,

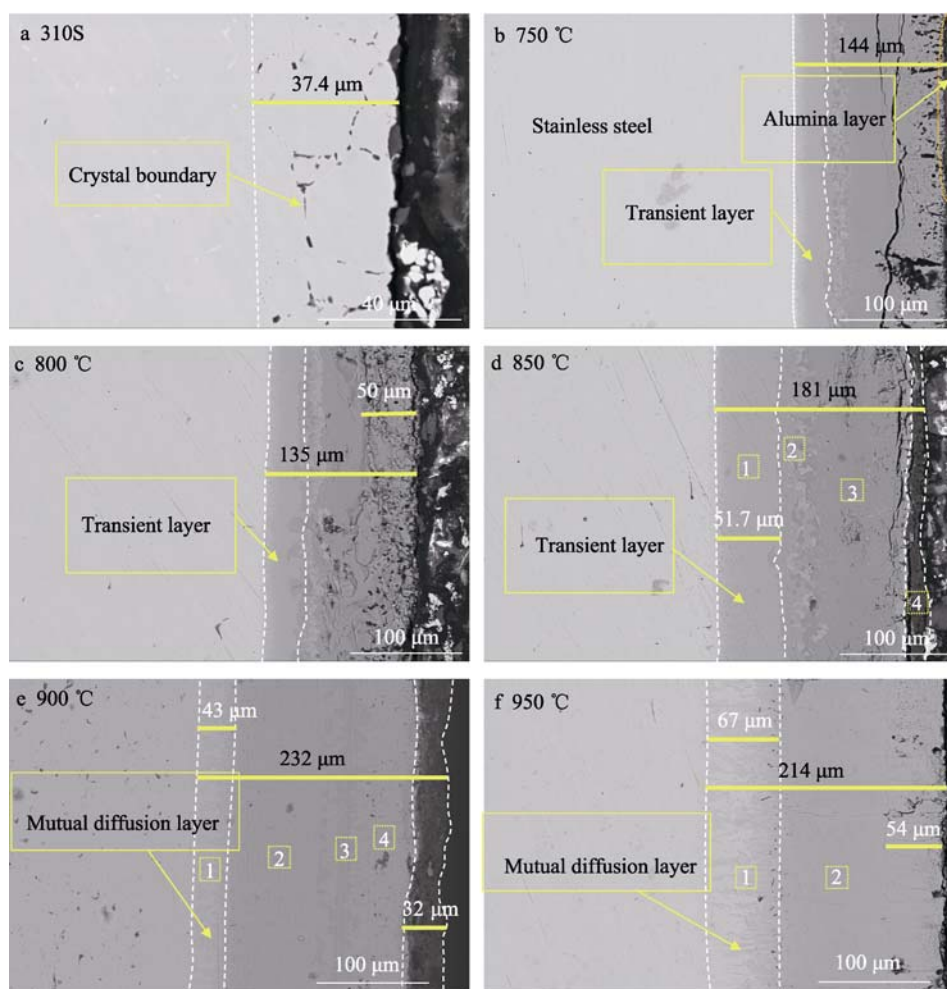


图 11 310S 钢及 750~800 °C 热扩散处理渗层在 800 °C 熔融氯化盐腐蚀 30 h 截面形貌
Fig.11 Cross-section morphology of the 310S and the aluminized coatings by thermal diffusion treatment at 750~800 °C after corrosion in chlorinated molten salt for 30 h at 800 °C

表 3 图 11 中不同位置的 EDS 分析结果
Tab.3 EDS results of different positions in Fig.11
at. %

Location	Al	Fe	Cr	Ni	O	Phase
d1	48.4	29	10.9	16.4	—	FeAl
d2	60.8	24.9	10.6	3.7	—	FeAl+Fe ₂ Al ₅
d3	69.6	14.8	6.7	8.9	—	Fe ₂ Al ₅
d4	38.1	0.4	0.7	0.5	60.4	Al ₂ O ₃
e1	25.4	35.2	18.9	20.5	—	Fe ₃ Al
e2	52.2	24.6	12.3	10.9	—	FeAl
e3	57.4	18.9	22.8	0.8	—	FeAl+Fe ₂ Al ₅
e4	54.2	25.1	10.7	10	—	FeAl
f1	23.6	30.8	19.1	26.5	—	Fe ₃ Al
f2	46.2	33.3	11.1	9.4	—	FeAl

与渗层结合紧密,无明显裂纹和孔洞。与腐蚀前相比,渗层厚度从 203 μm 增大到 232 μm,过渡层从 30 μm 增大到 43 μm,中间层结构相似,但较深色区域减少。EDS 分析图 11e 中互扩散区 1 点位置以 Fe₃Al 相为主,中间层点 2 和点 4 位置均为 FeAl 相,点 3 较深色区域主要是 Fe₂Al₅ 相。从图 11f 观察到 950 °C 处理渗层腐蚀截面结构与 900 °C 处理渗层相似,但表面未形成氧化层,且腐蚀表面多孔不平;外层沿晶界腐蚀深度约为 54 μm,呈柱状晶分布;互扩散层厚约为 67 μm,相较 900 °C 处理互扩散区宽化,中间层较深色物相区域消完全失。EDS 分析图 11f 中互扩散区点 1 位置主要为 Fe₃Al 相,外层点 2 区域为 FeAl 相,与 900 °C 处理渗层物相相似,但渗层 Al 含量整体降低。

实验表明,小于 800 °C 热扩散处理渗层表面疏松多孔,在腐蚀过程中未形成连续、致密的 Al₂O₃ 保护层,熔盐中腐蚀杂质进入渗层内部形成较严重的腐蚀层,主要是由于热扩散温度较低,原子扩散不充分,渗层仍以 Al 含量较高的 Fe₂Al₅ 和 FeAl₂ 相为主,其硬度高、塑韧性低,容易产生裂纹;并且在高温腐蚀过程中,Fe₂Al₅ 相向 FeAl 相转变形成大量 Fe 空位聚集成孔洞,导致腐蚀杂质更容易沿孔洞进入渗层内部产生挥发性腐蚀产物,使腐蚀层变得疏松多孔,且表层形成的氧化层不连续,易于脱落,渗层不断被腐蚀,厚度减小明显。850 °C 处理渗层腐蚀表面形成了连续的 Al₂O₃ 层,对渗层起到了一定的保护作用,且渗层厚度腐蚀损失较小,但由于氧化层与渗层结合不紧密,产生裂缝,导致氧化层易于脱落。900 °C 处理渗层表面形成连续、致密的 Al₂O₃ 层,与渗层结合紧密、无裂纹,渗层内部质量较好,且渗层厚度较大,主要是由于该温度下热扩散处理渗层外层为 FeAl 相,相较于 Fe₂Al₅ 相 Al 含量较低、韧性较好,不易出现裂纹,在高温环境腐蚀环境中有利于形成连续、致密,具有保护性的 Al₂O₃ 层^[31]。950 °C 处理渗层在腐蚀过程中未形成氧化层,且腐蚀深度较大,主要是由于热扩散处理温度较高,渗层中的 Al 在高铝活性梯度的

驱动下向内扩散,在渗层与基体间形成较宽的互扩散区,基体中的 Fe、Cr、Ni 等也向外扩散到渗层中,导致渗层中 Al 元素含量降低,影响了腐蚀过程中渗层表面 Al₂O₃ 氧化层的形成。因此,900 °C 下热扩散处理渗层形成的 FeAl 相,有助于熔融氯化盐腐蚀过程中形成连续、致密的 Al₂O₃ 层,对基体起到了良好的保护作用。

3 结论

使用 77%Al₂O₃+20%Al+3%AlCl₃ (质量分数) 渗铝剂在 310S 钢表面制备了 Fe-Al 基涂层,研究发现不同热扩散处理温度对渗层物相组成、组织结构,以及耐熔融氯化盐腐蚀性能具有较大的影响,900 °C 处理渗层表现出了较好的耐氯化熔盐腐蚀性能。

1) 800 °C 下渗铝 15 h 在 310S 钢表面获得 140 μm 厚的渗铝层,渗层致密均匀,与基体结合良好并呈双层结构,其中过渡层主要为 FeAl 相,外层以 Fe₂Al₅ 相为主,表面主要是 FeAl₃ 相,硬度为 680HV0.3。

2) 热扩散处理温度低于 800 °C 时,渗层结构及物相组成基本不变,渗层厚度增幅较小;850 °C 处理渗层,内层 Fe₂Al₅ 相向 FeAl 相转变,中间层出现了大量不规则孔洞,渗层厚度明显增大;900 °C 处理渗层呈多层结构,渗层中 Fe₂Al₅ 相均转化为 FeAl 相,在基体界面处形成厚度约为 30.4 μm 的互扩散区,增强了界面结合力;中间层未出现孔洞,渗层质量整体较好。

3) 经 800 °C 熔融氯化盐腐蚀 30 h 后,未渗铝 310S 钢表层出现了厚度约为 34.7 μm 的沿晶界腐蚀区,腐蚀较严重。渗铝后,低于 800 °C 处理渗层腐蚀后表面未形成连续的氧化层,其腐蚀损失量较大,且腐蚀区内形成了大量的孔洞。850 °C 处理渗层腐蚀后表面虽然形成了约为 15 μm 的 Al₂O₃ 层,但与渗层结合不紧密,界面处出现了裂缝,容易脱落。900 °C 处理渗层腐蚀后表面形成了均匀、致密的 Al₂O₃ 层,且与渗铝层结合紧密,质量较好,对渗层和基体起到了良好的保护作用。950 °C 处理渗层经腐蚀后表面未形成氧化层,沿晶界腐蚀深度约为 54 μm,渗层腐蚀严重。

参考文献:

[1] LUO J, TARIQ N U H, LIU H H, et al. Robust Corrosion Performance of Cold Sprayed Aluminide Coating in Ternary Molten Carbonate Salt for Concentrated Solar Power Plants[J]. Solar Energy Materials and Solar Cells, 2022, 237: 111573.

[2] 方宇晨, 杜尔顺, 余扬昊, 等. 太阳能光热发电并网的综合效益量化评估方法[J]. 中国电机工程学报, 2024, 44(13): 5135-5147.

FANG Y C, DU E S, YU Y H, et al. Comprehensive

- Benefit Analytical Evaluation of Gird-Connected Concentrating Solar Power[J]. *Proceedings of the CSEE*, 2024, 44(13): 5135-5147.
- [3] 张金平, 周强, 王定美, 等. 太阳能光热发电技术及其发展综述[J]. *综合智慧能源*, 2023, 45(2): 44-52.
ZHANG J P, ZHOU Q, WANG D M, et al. Review on Solar Thermal Power Generation Technologies and Their Development[J]. *Integrated Intelligent Energy*, 2023, 45(2): 44-52.
- [4] 胡国武, 陈维铅. 太阳能光热发电技术及其发展现状研究[J]. *甘肃科技纵横*, 2023, 52(11): 20-25.
HU G W, CHEN W Q. Research on Concentrating Solar Power and Its Development Status[J]. *Scientific & Technical Information of Gansu*, 2023, 52(11): 20-25.
- [5] CHEN C M, LIU S Y, LIN Z Z, et al. Optimal Coordinative Operation Strategy of the Electric-Thermal-Gas Integrated Energy System Considering CSP Plant[J]. *IET Energy Systems Integration*, 2020, 2(3): 187-195.
- [6] 罗婧. 光热电站中 316L 不锈钢在碳酸熔盐中的腐蚀及 FeAl 防护涂层研究[D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2022.
LUO J. Study on Corrosion of 316L Stainless Steel in Carbonate Molten Salt and FeAl Protective Coating in Thermal Power Station[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2022.
- [7] 赵峥峥, 王遥, 刘斌, 等. 三元混合氯化盐 NaCl-KCl-MgCl₂ 对合金的腐蚀特性实验研究[J]. *发电技术*, 2018, 39(6): 561-565.
ZHAO Z Z, WANG Y, LIU B, et al. Experimental Study on Corrosion Characteristics of Ternary Mixed Chloride Salt NaCl-KCl-MgCl₂[J]. *Power Generation Technology*, 2018, 39(6): 561-565.
- [8] JIANG C Y, FENG M, CHEN M H, et al. Corrosion Behaviour of Iron and Nickel Aluminide Coatings under the Synergistic Effect of NaCl and Water Vapour[J]. *Corrosion Science*, 2021, 187: 109484.
- [9] SUN H, WANG J Q, LI Z J, et al. Corrosion Behavior of 316SS and Ni-Based Alloys in a Ternary NaCl-KCl-MgCl₂ Molten Salt[J]. *Solar Energy*, 2018, 171: 320-329.
- [10] SUN H, ZHANG P, WANG J Q. Effects of Alloying Elements on the Corrosion Behavior of Ni-Based Alloys in Molten NaCl-KCl-MgCl₂ Salt at Different Temperatures[J]. *Corrosion Science*, 2018, 143: 187-199.
- [11] WANG J W, ZHANG C Z, LI Z H, et al. Corrosion Behavior of Nickel-Based Superalloys in Thermal Storage Medium of Molten Eutectic NaCl-MgCl₂ in Atmosphere[J]. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2017, 164: 146-155.
- [12] DING W J, SHI H, XIU Y L, et al. Hot Corrosion Behavior of Commercial Alloys in Thermal Energy Storage Material of Molten MgCl₂/KCl/NaCl under Inert Atmosphere[J]. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2018, 184: 22-30.
- [13] LIU B, WEI X L, WANG W L, et al. Corrosion Behavior of Ni-Based Alloys in Molten NaCl-CaCl₂-MgCl₂ Eutectic Salt for Concentrating Solar Power[J]. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2017, 170: 77-86.
- [14] 李东阳. 310S 不锈钢耐热钢高温蠕变及耐熔盐腐蚀行为的研究[D]. 兰州: 兰州交通大学, 2022.
LI D Y. Study on High Temperature Creep and Molten Salt Corrosion Resistance of 310S Stainless Heat-resistant Steel[D]. Lanzhou: Lanzhou Jiatong University, 2022.
- [15] 张桂凯. α -Al₂O₃ 阻氚涂层材料中氢行为的理论研究[D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2014.
ZHANG G K. Theoretical Study of Hydrogen Behavior in α -Al₂O₃ Antitritium Coating Materials[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2022.
- [16] 赵小军, 梁晓, 刘少军, 等. CLAM 钢表面铝化物涂层的制备与铅液相容性研究[J]. *表面技术*, 2022, 51(2): 276-283.
ZHAO X J, LIANG X, LIU S J, et al. Preparation of Aluminide Coating on CLAM Steel Surface and Compatibility with Liquid Lead[J]. *Surface Technology*, 2022, 51(2): 276-283.
- [17] 李成龙. 预热处理条件下少量 Si 对低合金化 FeAl 合金抗腐蚀性能的影响[D]. 长春: 吉林大学, 2023.
LI C L. Effect of Small Amount of Si on Corrosion Resistance of Low Alloyed FeAl Alloy under Preheating Treatment[D]. Changchun: Jilin University, 2023.
- [18] SI X Q, LI C, BO Y F, et al. The Role of Al Diffusion Behavior in the Process of Forming a Super-Reliable Al₂O₃ Protective Layer during Reactive Air Aluminization[J]. *Applied Surface Science*, 2020, 518: 146242.
- [19] 赵文君, 刘玉琢, 蔡妍, 等. 扩散处理对低温粉末渗铝涂层组织及硬度的影响研究[J]. *真空*, 2023, 60(2): 30-33.
ZHAO W J, LIU Y Z, CAI Y, et al. Effect of Diffusion Treatment on Structure and Hardness of Low Temperature Pack Cementation Aluminizing Coatings[J]. *Vacuum*, 2023, 60(2): 30-33.
- [20] DONG J, SUN Y H, HE F Y. Formation Mechanism of Multilayer Aluminide Coating on 316L Stainless Steel by Low-Temperature Pack Cementation[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2019, 375: 833-838.
- [21] 胡立, 张桂凯, 唐涛. FeAl/Al₂O₃阻氚涂层表面 Al₂O₃ 薄膜形成机制与低温制备技术的研究进展[J]. *机械工程材料*, 2019, 43(6): 1-7.
HU L, ZHANG G K, TANG T. Research Progress on Formation Mechanism and Low Temperature Preparation Technology of Al₂O₃ Film on Surface of FeAl/Al₂O₃ Tritium Permeation Barrier[J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2019, 43(6): 1-7.
- [22] NAOI D, KAJIHARA M. Growth Behavior of Fe₂Al₃ during Reactive Diffusion between Fe and Al at Solid-State Temperatures[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 459(1/2): 375-382.
- [23] 李宁宁, 陈旸, 陈希, 等. 包埋渗铝法制备 Fe-Al 渗层及其扩散机制[J]. *材料研究学报*, 2021, 35(8): 572-582.

- LI N N, CHEN Y, CHEN X, et al. Preparation Method and Diffusion Mechanism of Fe-Al Coating on Q235 Low Carbon Steel by Pack Aluminizing[J]. Chinese Journal of Materials Research, 2021, 35(8): 572-582.
- [24] PAVLYUCHKOV D, PRZEPIÓRZYŃSKI B, KOWALSKI W, et al. Al-Cr-Fe Phase Diagram. Isothermal Sections in the Region above 50 At% Al[J]. Calphad, 2014, 45: 194-203.
- [25] SPRINGER H, KOSTKA A, PAYTON E J, et al. On the Formation and Growth of Intermetallic Phases during Interdiffusion between Low-Carbon Steel and Aluminum Alloys[J]. Acta Materialia, 2011, 59(4): 1586-1600.
- [26] MAJUMDAR S, PAUL B, KAIN V, et al. Formation of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe-Al}$ Layers on SS 316 Surface by Pack Aluminizing and Heat Treatment[J]. Materials Chemistry and Physics, 2017, 190: 31-37.
- [27] DE DIEGO N, PLAZAOLA F, JIMÉNEZ J A, et al. A Positron Study of the Defect Structures in the D03 and B2 Phases in the Fe-Al System[J]. Acta Materialia, 2005, 53(1): 163-172.
- [28] 向军淮, 吴志诚, 彭文屹, 等. 热处理对超音速火焰喷涂 FeAl-Al 涂层组织结构的影响[J]. 表面技术, 2020, 49(5): 98-102.
- XIANG J H, WU Z C, PENG W Y, et al. Effect of Heat Treatment on the Structure of HVOF-Sprayed FeAl-Al Coating[J]. Surface Technology, 2020, 49(5): 98-102.
- [29] 刘红兵, 陶杰, 张平则, 等. 316L 不锈钢基材功能梯度 Al 涂层残余热应力分析[J]. 核技术, 2008, 31(2): 105-110.
- LIU H B, TAO J, ZHANG P Z, et al. Stimulation of Residual Stresses in Functionally Gradient Al Coatings on 316L Substrate[J]. Nuclear Techniques, 2008, 31(2): 105-110.
- [30] KOBAYASHI S, YAKOU T. Control of Intermetallic Compound Layers at Interface between Steel and Aluminum by Diffusion-Treatment[J]. Materials Science and Engineering: A, 2002, 338(1/2): 44-53.
- [31] 邵宗明, 杨浩, 柳伟平, 等. CLAM 钢表面 Fe-Al/ Al_2O_3 涂层的制备及其耐腐蚀性能研究[J]. 现代化工, 2023, 43(8): 149-155.
- SHAO Z M, YANG H, LIU W P, et al. Preparation of Fe-Al/ Al_2O_3 Coating on CLAM Steel Surface and Study on Its Corrosion Resistance[J]. Modern Chemical Industry, 2023, 43(8): 149-155.

(上接第 105 页)

- [35] 罗兰, 彭振军, 周健松, 等. NH_4F 浓度对镁合金表面微弧氧化制备氟化物膜层结构和性能的影响[J]. 表面技术, 2023, 52(6): 70-79.
- LUO L, PENG Z J, ZHOU J S, et al. Effect of NH_4F Concentration on Microstructure and Properties of Fluoride Coatings on Magnesium Alloy by Plasma Electrolytic Oxidation[J]. Surface Technology, 2023, 52(6): 70-79.
- [36] 王帅柯, 孟建兵, 关庆义, 等. 铜锌合金表面 CeO_2 颗粒掺杂微弧氧化复合膜层的制备及性能分析[J]. 表面技术, 2023, 52(1): 152-161.
- WANG S K, MENG J B, GUAN Q Y, et al. Fabrication and Performance of Micro-Arc Oxidized Composite Film Doped with CeO_2 Particles[J]. Surface Technology, 2023, 52(1): 152-161.
- [37] 曲尧, 关浩浩, 王兴平, 等. Zr-0.39Sn-0.32Nb 合金微弧氧化膜变温介电性能研究[J]. 表面技术, 2021, 50(11): 121-128.
- QU Y, GUAN H H, WANG X P, et al. Temperature Dependence of Dielectric Properties of Microarc Oxidation Coatings on Zr-0.39Sn-0.32Nb Alloy[J]. Surface Technology, 2021, 50(11): 121-128.
- [38] 邵明增, 武宏, 杨洪波, 等. 阴极电流密度对 6061 铝合金在含 Na_2WO_4 电解液中微弧氧化膜结构和耐磨性能的影响[J]. 表面技术, 2024, 53(1): 87-95.
- SHAO M Z, WU H, YANG H B, et al. Effect of Cathodic Current Density on the Structure and Wear Resistance of PEO Film on 6061 Aluminum Alloy Formed in Electrolyte Containing Na_2WO_4 [J]. Surface Technology, 2024, 53(1): 87-95.
- [39] CHANG L M. Growth Regularity of Ceramic Coating on Magnesium Alloy by Plasma Electrolytic Oxidation[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 468(1/2): 462-465.
- [40] 安凌云. 电参数、电解液及其交互作用对微弧氧化膜微观结构及耐蚀性的影响[D]. 兰州: 兰州理工大学, 2019.
- AN L Y. Effects of Electrical Parameters, Electrolyte and Their Interaction on Microstructure and Corrosion Resistance of Micro-arc Oxidation Film[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2019.
- [41] XI F Q, ZHANG X W, JIANG X Y, et al. Growth Mechanism of Oxide Layer on Ti-6Al-4 V Substrate with Different Surface Topographies during the Early Stage of Micro-Arc OXIDATION[J]. Surface and Coatings Technology, 2023, 467: 129685.