

[文章编号] 1004- 0609(2001)S2- 0135- 04

稀土 La 和 Y 在 FeCrAl 合金中的存在形式^①

陈 颖, 聂祚仁, 周美玲, 左铁镛

(北京工业大学 材料科学与工程学院, 教育部新型功能材料重点实验室, 北京 100022)

[摘 要] 采用真空感应熔炼的方法制备了稀土质量分数为 0.15% 的 FeCr₂₀Al₅-La 和 FeCr₂₀Al₅-Y 合金, 经由锻造、热轧、冷轧等工序, 最终制得厚度为 60 μm 的合金箔材, 通过 TEM 和 EDAX 能谱分析方法研究了稀土元素在合金中的存在形式。实验结果表明: 制备的 FeCrAl-RE 合金中稀土 La 主要以单质 La 和少量固溶的形式存在, 稀土 Y 则主要有 Fe₂₃Y₆、单质 Y 和少量固溶等存在形式。

[关键词] 稀土; La; Y; FeCrAl

[中图分类号] TG 14

[文献标识码] A

近年来, 以 FeCrAl 合金箔材或丝材为基体的汽车尾气净化器用金属载体得到很多材料工作者的广泛关注^[1, 2]。为提高合金的抗高温氧化性能, 对于不同种类稀土元素的影响已经有很多研究报道^[3~ 16], 其中稀土 La, Y 和 Ce 是研究最多的 3 种元素。对于 La 和 Y 比较一致的结论是能明显提高合金的抗高温氧化性能, 而对于 Ce 的研究结果却存在不同的结论。对稀土的作用机制, 很多文献从不同方面提出了解释。然而, 这些研究工作忽略了对稀土在 FeCrAl 合金中的存在形式的实验研究, 而这正是提出各种机理的前提条件。作者对合金锻造后及最终轧制箔材退火后的显微组织进行 TEM 观察, 并结合 EDAX 能谱分析和选区电子衍射, 确定稀土 La 和 Y 在 FeCrAl 合金中的存在形式。

1 试样制备及实验方法

通过真空感应熔炼的方法制备稀土质量分数为 0.15% 的 FeCr₂₀Al₅-La 和 FeCr₂₀Al₅-Y 合金, 经均匀化处理后经由锻造、热轧、冷轧等工序, 最终制得厚度为 60 μm 的合金箔材。表 1 是合金的成分。

锻造样品观察面平行于锻面, 箔材经 800 ℃, 1 h 退火后取平行于轧面试样进行 TEM 样品制备, 减薄采用 10% 高氯酸乙醇溶液进行电解双喷的方法。TEM 观察在配有 EDAX 能谱仪的 H800 透射电镜上进行。

2 结果及讨论

图 1 所示是 D_{L5} 样品的观察和分析结果。图 1

(c) 所示 EDAX 能谱分析结果表明图 1(a) 中试样表面有许多微孔的椭球型颗粒含稀土 La, 电子衍射分析(图 1(b)) 表明其为多晶体的单质 La。

表 1 试样成分(质量分数)

Table 1 Specimen and components (%)

Specimen	Fe	Cr	Al	C	S
D _{L5} , T _{L5}	73.326	22.63	4.85	0.013	0.011
D _{Y5} , T _{Y5}	73.326	22.63	4.85	0.013	0.011
Specimen	Si	Mn	Ni	RE	
D _{L5} , T _{L5}	0.11	0.02	0.04	0.15(La)	
D _{Y5} , T _{Y5}	0.11	0.02	0.04	0.15(Y)	

D_{L5} and D_{Y5}—specimen after forging;
T_{L5} and T_{Y5}—foils after annealing

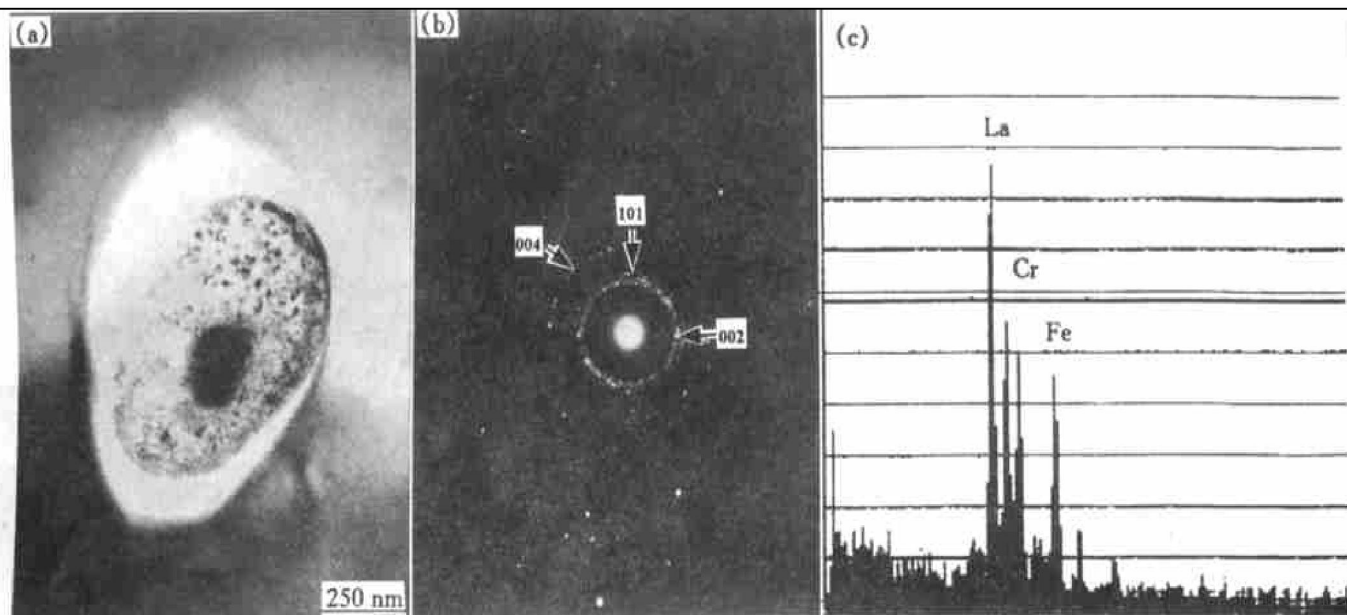
图 2 所示为 D_{Y5} 的实验观察和分析结果。图 2(b) EDAX 分析结果表明图 2(a) 中长条状粒子为含 Y 的颗粒。为得到该颗粒的相结构, 在图 1 视场进行了多个角度的电子衍射分析(图 2(c), (d), (e)), 结果表明该长条状颗粒为 Fe₂₃Y₆ 化合物。

箔材退火后试样 T_{L5} 中发现部分断开的长条状物相(图 3(a)), 中间断开可能是因为在材料加工过程中随变形加大而断裂的缘故。EDAX 能谱分析(图 3(b)) 表明长条状物相里含有 La。图 3(c) 所示是典型的长条状物相整体, 对图 3(c) 中局部放大(图 3(d)) 可以看出长条状物相是由很多小晶粒组成的多晶体, 选区衍射分析(图 3(e)) 结果表明该长条状物相为单质 La。

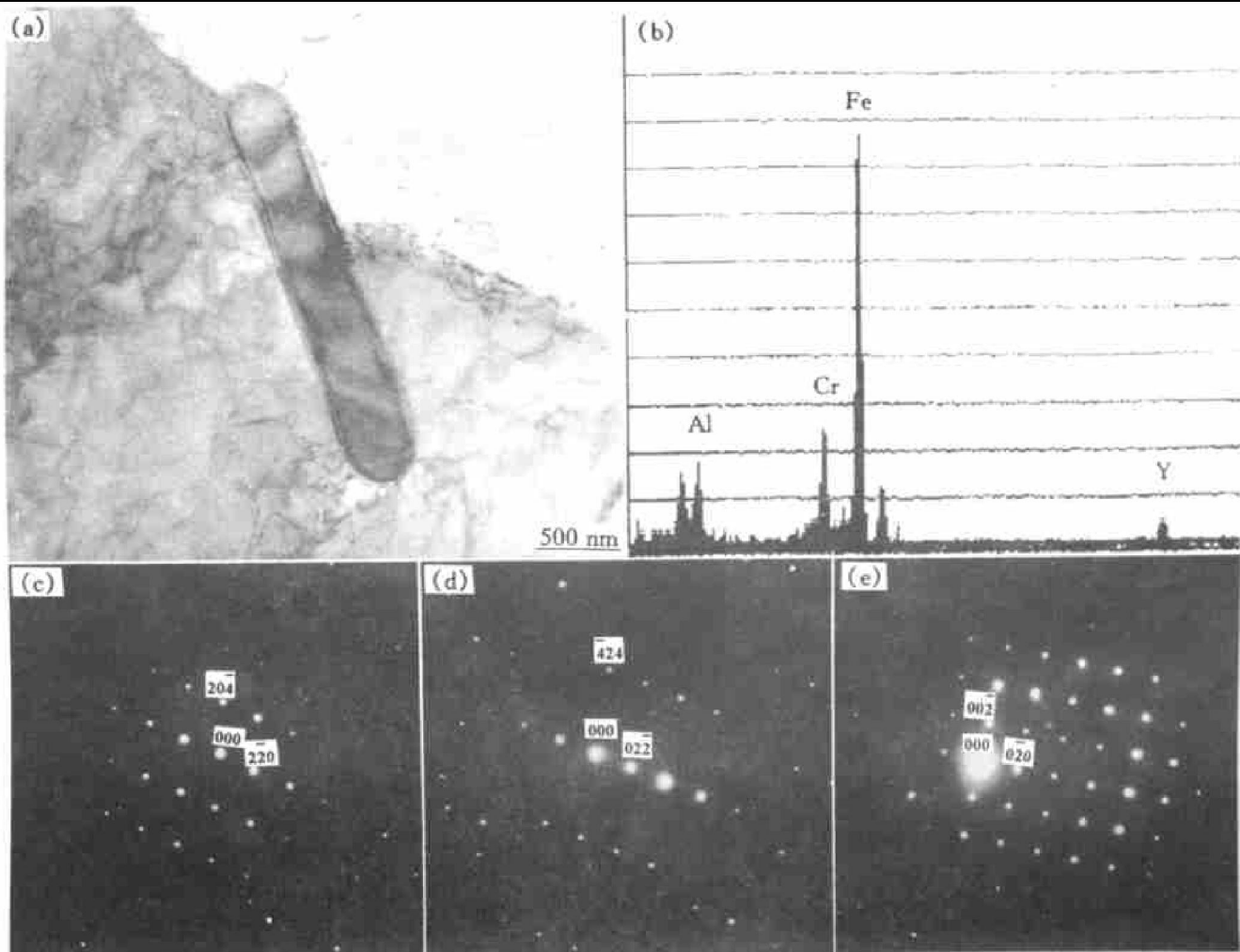
在 T_{Y5} 中发现 Y 有两种形式存在, 图 4(a) 所示是单质 Y 颗粒, 在加工中由于变形大而产生裂纹, 图 4(b) 所示为典型的由于变形而破碎的条状多晶

① [收稿日期] 2001- 05- 18; [修订日期] 2001- 07- 20

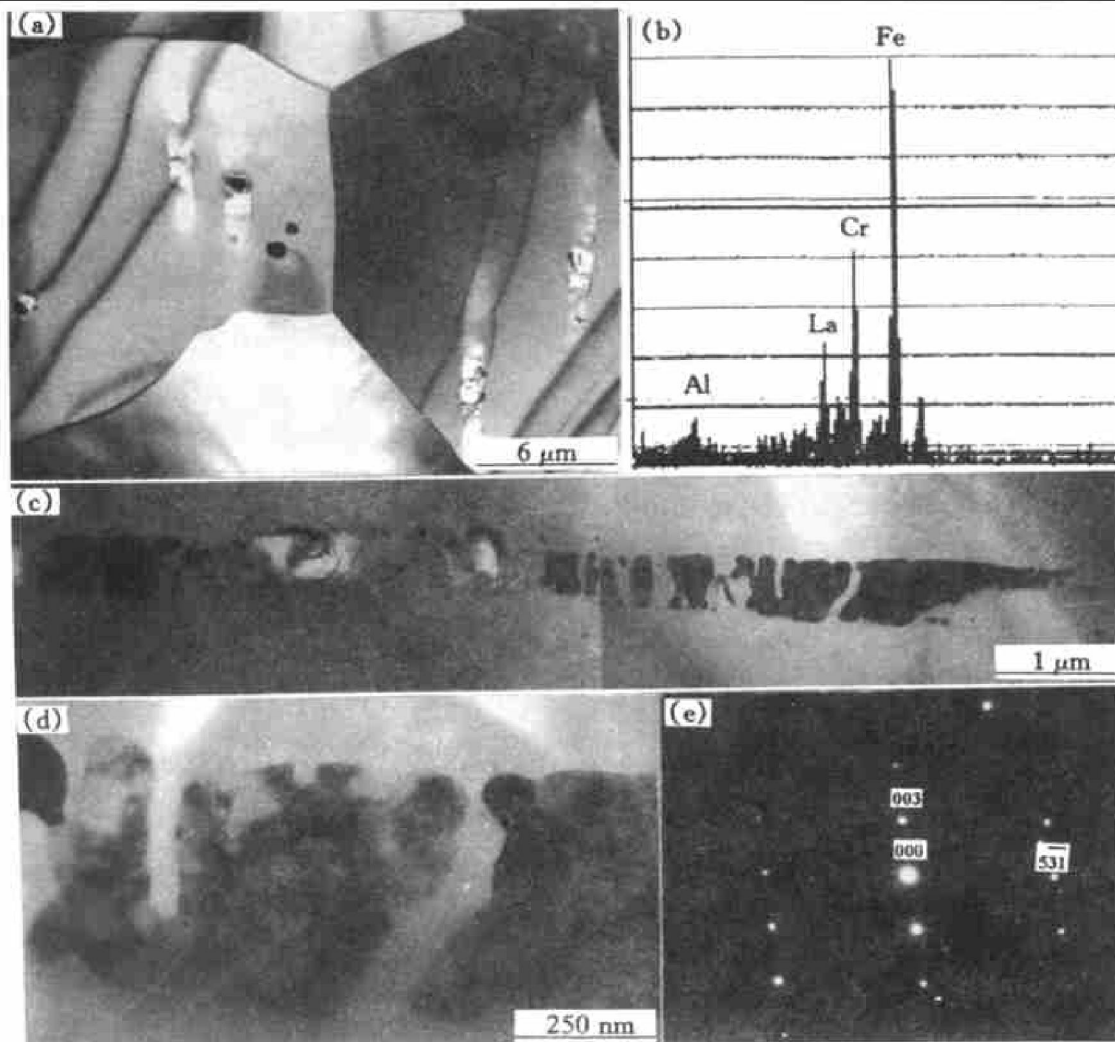
[作者简介] 陈 颖(1972-), 男, 博士研究生。

图 1 D_{L5} 中稀土 La 分析**Fig. 1** Analysis of rare earth element La in D_{L5}

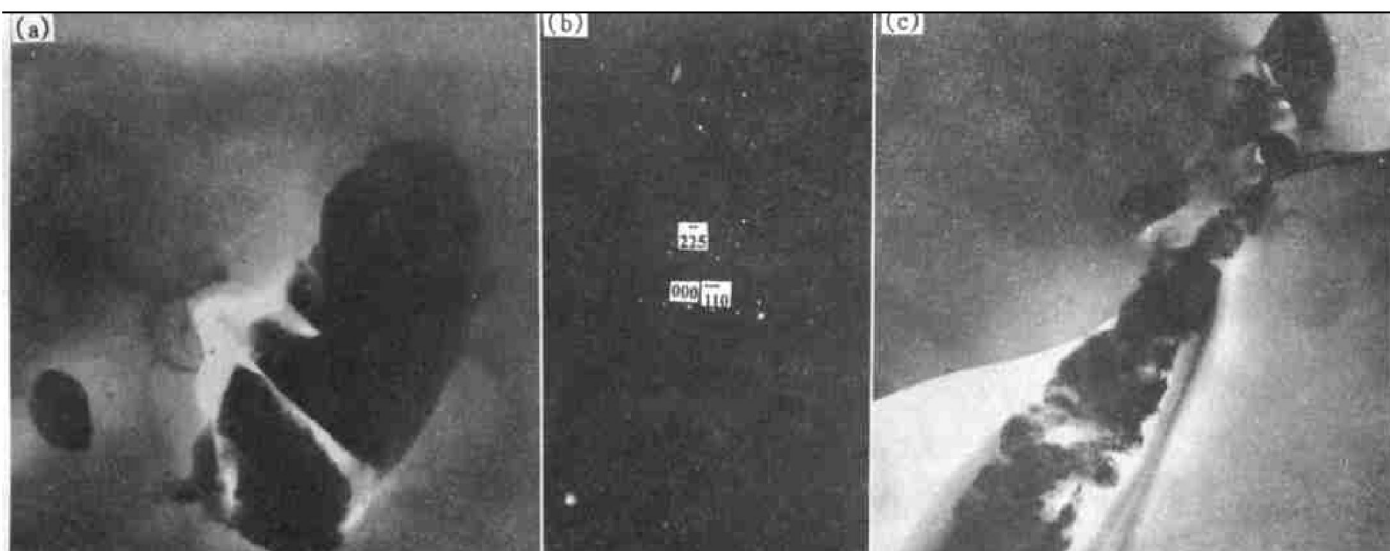
(a) —TEM bright field image; (b) —Electron diffraction pattern of particle in (a); (c) —EDAX analysis of particle in (a)

图 2 D_{Y5} 中稀土 Y 分析**Fig. 2** Analysis of rare earth element Y in D_{Y5}

(a) —TEM bright field image; (b) —EDAX analysis of particle in (a); (c), (d), (e) —Electron diffraction patterns of particle in (a) along $[221]^*$, $[322]^*$, $[100]^*$ zone axes respectively

图 3 T_{L5} 中稀土 La 分析**Fig. 3** Analysis of rare earth element La in T_{L5}

(a) —TEM bright field image; (b) —EDAX analysis of strip in (a); (c) —Typical strip including La;
 (d) —Magnified image of part of strip in (c); (e) —Electron diffraction pattern of strip (zone axis $[332]^*$)



体 Fe_{23}Y_6 化合物。EDAX 分析表明上述试样的部分晶粒中存在稀土 La 或 Y, 说明 La 和 Y 有部分发生固溶。在对以上各种成分和状态的多个样品观察均未发现稀土碳化物和硫化物的存在。

[REFERENCES]

- [1] Nonnenmann M. Metal supports for exhaust gas catalysts [Z]. SAE Paper 850131, 1985.
- [2] Nishizawa K, Masuda K, Horie H, et al. Development of improved metal-supported catalyst [Z]. SAE Paper 890188, 1989.
- [3] Emmerich. The use of rapidly solidified ribbons in automotive exhaust gas catalyst substrate [J]. Materials Science and Engineering, 1991, A134: 1016– 1020.
- [4] Okabe S, Kohno M, Ishii K, et al. Oxidation resistance of rapidly solidified Fe-Cr-Al ribbons at high temperature [J]. Materials Science Engineering, 1994, A181/A182: 1104– 1108.
- [5] Andoh A, Taniguchi S, Shibata T. High temperature oxidation of Al-deposited stainless-steel foils [J]. Oxidation of Metals, 1996, 45(5/6): 481– 502.
- [6] Andoh A, Taniguchi S, Shibata T. Transient oxidation of Al-deposited Fe-Cr-Al alloy foil [J]. Materials Science Forum, 1997, 251– 254: 785– 792.
- [7] Andoh A, Taniguchi S, Shibata T. Phase transformation of Al_2O_3 scales formed on Al-deposited Fe-Cr-Al alloy foil [J]. Iron and Steel(in Japanese), 1997, 83(3): 37– 42.
- [8] Aries L, Roy J. Second ion mass spectrometry and multireflection infrared analyses of conversion coatings on Fe-Cr-Al stainless steels for catalysis: study of thermal stability [J]. Materials Science and Technology, 1994, 10(5): 359– 363.
- [9] Hollatz M, Bodeth M, Pompe W. Local analysis of the stress development in alumina scales on NiAl and FeCrAl [J]. Materials Science Forum, 1997, 251– 254: 373– 380.
- [10] Andrieu E, Germidis A, Molins R. High temperature oxidation of thin FeCrAl strips [J]. Materials Science Forum, 1997, 251– 254: 357– 364.
- [11] Herbelin J M, Mantel M. Stresses in thin FeCrAl foils related to oxidation [J]. Materials Science Forum, 1997, 251– 254: 349– 356.
- [12] Messaoudi K, Huntz A M, Lesage B. Diffusion and growth mechanism of Al_2O_3 scales on ferritic Fe-Cr-Al alloys [J]. Materials Science and Engineering, 1998, A247: 248– 262.
- [13] Tjong S C, Zhu S M. Creep and low-cycle fatigue behavior of ferritic Fe-24Cr-4Al alloy in the dynamic strain aging regime: effect of aluminum addition [J]. Metallurgy and Materials Transactions A, 1997, 28A(7): 1347– 1355.
- [14] Molins R, Germidis A, Andrieu E. Oxidation of thin FeCrAl strips: kinetic and microstructural studies [A]. Proc Conf Cambridge UK [C]. 1997. 3– 11.
- [15] Göbel M, Glazkov A, Konopka M, et al. Influence of start-up oxidation procedure on the composition of oxide scales of high temperature alloys during the initial oxidation [A]. Proc Conf Cambridge UK [C]. 1997. 12– 18.
- [16] Sarioglu, Blachere J R, Pettit F S, et al. Room temperature and in-situ high temperature strain or stress measurements by XRD techniques [A]. Proc Conf Cambridge UK [C]. 1997. 41– 51.

Form of rare earth elements of La and Y in FeCrAl-RE alloys

CHEN Ying, NIE Zuo-ren, ZHOU Mei-ling, ZUO Tie-yong

(The Key Laboratory of Advanced Functional Materials, Ministry of Education,
School of Materials Science and Engineering, Beijing Polytechnic University,
Beijing 100022, P. R. China)

[Abstract] $\text{FeCr}_{20}\text{Al}_{15}$ -La and $\text{FeCr}_{20}\text{Al}_{15}$ -Y alloys added with rare earth metal of mass fraction 0.15% were prepared in a vacuum induction furnace. The ingots were rolled to foils with a thickness of 60 μm through forging, hot rolling and cold rolling. TEM and EDAX were used to research the form of the rare earth elements of La and Y in as-prepared alloys. The results suggest that metal La and a small quantity of solid solution of La be the most form of La in as-prepared $\text{FeCr}_{20}\text{Al}_{15}$ -La alloy, and Fe_{23}Y_6 compound, metal Y as well as a small quantity of solid solution of Y be the most form of Y in as-prepared $\text{FeCr}_{20}\text{Al}_{15}$ -Y alloy.

[Key words] rare earth; La; Y; FeCrAl

(编辑 吴家泉)