

引用格式: 郝铭淞, 李金国, 卢楠楠, 等. 磁场作用下高温合金增材制造技术的研究进展[J]. 中国材料进展, 2024, 43(10): 879–890.

HAO M S, LI J G, LU N N, *et al.* Research Progress in Additive Manufacturing Technology of Superalloy under Magnetic Field[J]. Materials China, 2024, 43(10): 879–890.

特约专栏

磁场作用下高温合金增材制造技术的研究进展

郝铭淞^{1,2}, 李金国¹, 卢楠楠¹, 梁静静¹, 王 凯²

(1. 东北大学 材料电磁过程研究教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110167)

(2. 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心高温合金结构材料研究部, 辽宁 沈阳 110016)

摘 要: 相比传统的高温合金加工过程, 高温合金增材制造具有生产周期短、材料利用率高等优势, 但仍存在一些问题和瓶颈阻碍着该技术的发展。例如, 在成形过程中难以避免的气孔和裂纹缺陷、材料性能各向异性明显等诸多问题。新兴的磁场辅助增材制造技术凭借磁场的无接触式控制特点, 可以影响熔池对流和凝固动力学, 改变材料凝固组织, 并优化材料的力学性能。介绍了磁场对金属凝固过程熔体流动和组织凝固的影响机制, 具体综述了磁场在高温合金增材制造方面的研究进展, 分析了磁场对缺陷、微观凝固组织及力学性能的影响效果。

关键词: 磁场; 高温合金; 增材制造; 缺陷; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG132.3 文献标识码: A 文章编号: 1674-3962(2024)10-0879-12

Research Progress in Additive Manufacturing Technology of Superalloy under Magnetic Field

HAO Mingsong^{1,2}, LI Jinguo¹, LU Nannan¹, LIANG Jingjing¹, WANG Kai²

(1. Key Laboratory of Electromagnetic Processing of Materials (Ministry of Education), Northeastern University, Shenyang 110167, China)

(2. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Superalloys Division, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: Compared with the traditional processing of superalloys, additive manufacturing of superalloys has the advantages of short production cycle and high material utilization. However, there are still some problems and bottlenecks that hinder the development of additive manufacturing of superalloys. For example, it is difficult to avoid porosity and crack defects in the forming process, and the anisotropy of material properties is obvious. The emerging magnetic field-assisted additive manufacturing technology can affect the convection and solidification kinetics of the molten pool, change the solidification structure of the material, and optimize the mechanical properties of the material by virtue of the non-contact control characteristics of the magnetic field. Therefore, this paper introduces the influence mechanism of magnetic field on melt flow and microstructure solidification during metal solidification. The research progress of magnetic field on additive manufacturing of superalloys is reviewed in detail. The effects of magnetic field on defects, microstructure and mechanical properties are analyzed.

Key words: magnetic field; superalloy; additive manufacturing; defect; microstructure; mechanical property

收稿日期: 2023-12-08 修回日期: 2024-02-27

基金项目: 云南省材料基金工程 II 期项目(202302AB080020);
航空发动机及燃气轮机基础科学中心项目(P2022-C-IV-002-001)

第一作者: 郝铭淞, 男, 1995 年生, 博士研究生

通讯作者: 李金国, 男, 1975 年生, 教授, 博士生导师,
Email: jgli@imr.ac.cn

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.202312005

1 前 言

金属增材制造技术^[1]是一种新型的先进成形加工技术, 无需使用模具, 流程简短且数字化。它是通过计算机辅助三维建模设计立体模型, 并采用高能束喷射等方式逐层叠加材料来制造实物的加工工艺。该技术集设计与制造为一体, 能够突破传统工艺难以制备多孔、网格、

空心等复杂结构的技术瓶颈,实现结构复杂和轻量化产品的制备^[2-4]。采用激光、电子束等高能束作为热源的增材制造技术,凭借其极快的冷却速率能够获得细致且均匀的组织结构,从而生产出具有优异力学性能的产品。尽管近年来增材制造领域取得了一些进展,但对于高温合金的研究尚未建立起完整的体系,目前的研究主要集中在铝合金、不锈钢和多元合金非高温合金增材制造体系^[5-7]。增材制造高温合金面临的主要挑战在于其独特的组织结构特征与传统制造方法得到的高温合金组织不同,容易出现气孔和裂纹等缺陷^[8,9]。因为在增材制造技术的快速冷却过程中,高水平的热应力极易引发裂纹等缺陷^[10,11],同时也会形成大量柱状晶的微观组织^[12]。在凝固过程中,高温梯度下的自然对流和表面张力梯度下的 Marangoni 对流使得熔池内部的流动错综复杂^[13]。除了采用调整成分和工艺参数等传统方法来消除缺陷外,近年来利用外场辅助高温合金增材制造技术也成为研究热点。

磁场作为一种外加非接触物理场,可以非接触地通过力和能的形式影响材料的凝固过程^[14]。基于磁场产生的磁制动效应和热电磁效应,可以对熔体流动产生影响,进而影响金属的凝固组织和性能^[15,16],为提高材料的力学性能提供了一种新的外场无接触控制的方法。早在 20 世纪 60 年代,磁场就已经在冶金材料制备中得到应用。进入 21 世纪,国内外学者将磁场引入到高温合金的定向凝固中。近年来,包括上海大学在内的多家单位开展了磁场辅助金属增材制造技术的研究。然而,磁场对增材制造技术成形材料的影响机制和作用机理并未完全探究清楚。因此,开展相关研究具有重要意义。

本文结合近几年的研究,综述了磁场对金属凝固过程影响的基本原理,其中包括磁场对熔体流动的影响、凝固缺陷的控制以及凝固组织的影响。此外,还介绍了静磁场和动磁场对高温合金增材制造技术的影响,并阐述了 2 种磁场对增材制造缺陷、组织和性能的影响机制。最后,还讨论了磁场辅助高温合金增材制造技术面临的挑战以及未来的发展趋势,期望通过更多的研究来探明完整的影响机制,进一步推动磁场在高温合金增材制造领域的应用和推广。

2 磁场影响金属凝固过程的基本原理

2.1 磁场影响熔体流动

金属凝固是一个复杂的过程,涉及对流、传热和传质等过程,这些过程相互作用,影响着最终的凝固组织。磁场作为一种非接触物理能量场,可以对金属材料制备过程中的物理变化和化学反应产生影响。其中,磁场对熔体流动的控制是其最为显著的特点,熔体流动进而影响金属熔体中的溶质分布和温度变化^[17]。借鉴传统铸造领域

的研究,不同的磁感应强度会对熔体流动产生不同程度的抑制或者促进作用。最新研究表明^[16],外加磁场也会对金属增材制造过程中的流动现象产生显著的尺寸效应。

在金属凝固过程中,由于温度和溶质的梯度变化,熔体内不同区域的密度和表面张力存在差异。在重力或 Marangoni 效应的作用下,熔体内将会产生对流。熔体中的磁阻尼效应(磁制动效应)起源于金属熔体流动切割磁感线感生出的电流,磁场与感生电流交互作用产生与流动方向相反的力的作用,进而抑制熔体流动。磁阻尼效应的原理如图 1 所示^[18]。

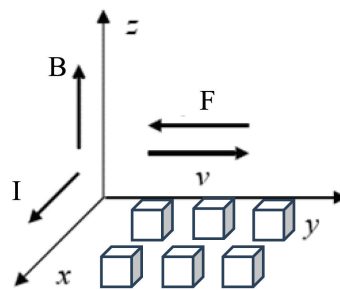


图 1 磁场对熔池流动的磁阻尼效应^[18]

Fig. 1 Magnetic damping effect of steady magnetic field on molten pool flow^[18]

如图 1,由于金属液相为导体,因此在磁场作用下会形成沿 x 轴正方向的感应电流,感应电流与磁场和金属液相的流动速率之间的关系可用欧姆定律表示^[19]:

$$I = \sigma(E + V \times B) \quad (1)$$

式中, I —感应电流密度, σ —熔体电导率, E —外加电场强度, V —金属熔体流速, B —磁感应强度。

当施加磁场后,流动的熔体切割磁感线,感应生成沿着 y 轴负方向的 Lorentz 力(F),可用式(2)表示:

$$F_{(\text{Lorentz})} = I \times B = \sigma(E + V \times B) \times B = -\sigma \mu V B^2 \quad (2)$$

式中, μ —磁导率。

Lorentz 力与对流方向相反,力的大小随着磁感应强度与熔体流速的增加而变大。因此,当磁感应强度足够大时,Lorentz 力会阻碍熔池内部的流动,这种现象被称为磁阻尼效应,亦可称为磁制动效应。20 世纪中期,Chandrasekhar^[20]就开始对磁场下流体的热对流抑制机理进行深入研究。Garandet 等^[21]研究表明,横向磁场对熔体对流的抑制效果最明显,纵向磁场的抑制效果最弱;不同凝固方式下磁阻尼效应的研究表明,强磁场不仅会抑制熔体对流,还会降低熔体热导率并最终引起熔体降温速率变缓;但在定向凝固过程中,磁场抑制熔体流动的同时,不影响熔体的热导率。

在金属凝固过程中,动磁场(如交变磁场和脉冲磁场)产生的 Lorentz 力能够促进熔体流动,进而实现电磁

搅拌。这种搅拌作用可以细化凝固组织, 减少宏观偏析, 防止裂纹和杂质的产生, 从而提升凝固组织的力学性能。在凝固过程中, 感应线圈生成的交变磁场会在金属熔体中引起感应涡流, 熔体在感应涡流和旋转磁场的共同作用下流动, 细化凝固组织, 减少宏观偏析, 避免裂纹的产生和杂质的引入, 提高凝固组织的力学性能。在凝固过程中, 由感应线圈产生的交变磁场引起金属熔体中的感应涡流。熔体在感应涡流和旋转磁场的相互作用下, 产生轴向(F_y)和径向(F_z)两个 Lorentz 力, 可用式(3)和式(4)表示^[22]:

$$F_y = J \times B_\theta = \frac{1}{\mu} (\nabla \times B_\theta) \times B_\theta \quad (3)$$

$$F_z = J \times B_z = \frac{1}{\mu} (\nabla \times B_z) \times B_z \quad (4)$$

式中, J —感应涡流, ∇ —哈密顿算子。2 个方向的 Lorentz 力促进熔体发生水平二维运动。西北工业大学刘承林等^[23]研究了 DD90 单晶高温合金在交变磁场下凝固组织以及熔体内磁场和流场的分布, 发现随着磁场强度的减小, 熔体内部的磁场强度和熔体流动速率均逐渐减

弱, 导致各元素的偏析逐渐加重。李丹等^[24]在电弧增材成形过程中耦合横向交变磁场制备了铝合金熔覆层, 结果表明, 在磁场作用下凝固组织中粗大柱状晶数量减少, 等轴晶数量增多, 晶粒尺寸细化。

Zhang 等^[25]研究了脉冲磁场对 K4169 高温合金晶粒细化的影响。结果表明, 晶粒细化可归因于电磁振动和强制对流使枝晶碎化, 提高了形核率, 使得熔体温度均匀化。Gong 等^[26]利用脉冲磁致振荡 (pulse magneto-oscillation, PMO) 作为一种新型的纯铝凝固组织细化技术, 该技术的原理是增加凝固熔体中的晶核, 即当在凝固过程中施加 PMO 时, 晶核会从模壁脱落并在熔体中漂移。由于 PMO 独特的再强化效果和灵活性, 它在控制金属的凝固过程方面具有潜在的应用前景。图 2 为在不同凝固阶段应用 PMO 技术获得的凝固组织。郭连平^[27]对低压脉冲磁场对 Mg-Gd-Zn-Zr 合金的影响进行了研究。研究结果显示, 由于脉冲磁场引起的强制对流作用, 合金的凝固起始温度和终止温度升高, 使得在熔体凝固过程中形成了磁过冷区。这种现象增加了熔体内部的形核概率和数量, 不仅提高了成核率, 而且显著细化了晶粒。

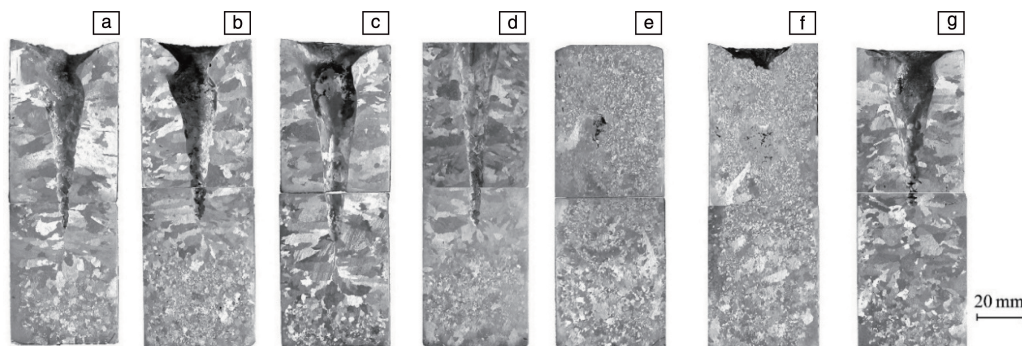


图 2 不同凝固阶段应用脉冲磁致振荡 (PMO) 技术获得的凝固组织^[26]: (a) 未处理, (b) 施加 PMO 至形核完成, (c) 熔体冷却至 958 K 施加 PMO, (d) 最大形核率施加 PMO, (e) 在晶粒生长阶段施加 PMO, (f) 晶粒生长前期施加 PMO, (g) 晶粒生长后期施加 PMO

Fig. 2 Solidification structure by applying the PMO technique at different solidification stages^[26]: (a) untreated, (b) apply PMO until the nucleation is finished, (c) apply PMO until the molten metal is cooled down to 958 K, (d) apply PMO for a period of 10 s around the maximal nucleation rate, (e) apply PMO for the whole stage of crystal growth, (f) after nucleation apply PMO in the first half of the time taken for crystal growth, (g) apply PMO in the last half of the time taken for crystal growth

另一方面, 在凝固过程中, 由于熔体固/液界面前沿存在温度梯度, 会引发 Seeback 效应在闭环中产生热电流, 从而通过电流与施加的磁场相互作用产生热电磁力 (thermoelectric magnetic force, TEMF), 促进枝晶间熔体流动。图 3 展示了熔体中热电流流动和热电对流效果^[28]。

Sn-Bi 合金^[29]和 Al-Si 合金^[30]在弱稳恒磁场下凝固时, 随着磁感应强度升高, 热电对流增强, 导致熔池内部出现定向流动, 驱动熔体内胞状枝晶碎片移动, 从而减小胞状枝晶间距。研究发现, 在旋转磁场的辅助下, Al-Si 合金凝固组织中 Si 元素分布更加均匀, 晶体生长方向发生变化^[31]。Li 等^[32]对强磁场下 Al-Cu 合金定向凝固

过程中产生的热电磁对流进行研究, 重点考察了合金尺寸、磁感应强度及热电磁对流作用效果之间的关系。实验表明, 在 Al-Cu 合金定向凝固过程中施加磁场降低了固/液界面的稳定性。

2.2 磁场影响凝固温度场

在金属凝固过程中, 磁场可以影响传热过程并对形核和长大过程产生重要影响。过冷度通常是衡量形核能力的标准, 因此磁场对形核的影响可以从过冷度着手。Ren 等先后测量了不同磁性的纯 Al 和纯 Sn^[33], 以及不同成分的 Al-Cu 合金^[34]在不同强度的均匀磁场下的形核过冷度。结果表明, 纯 Al, Sn 及 3 种成分的 Al-Cu 合金

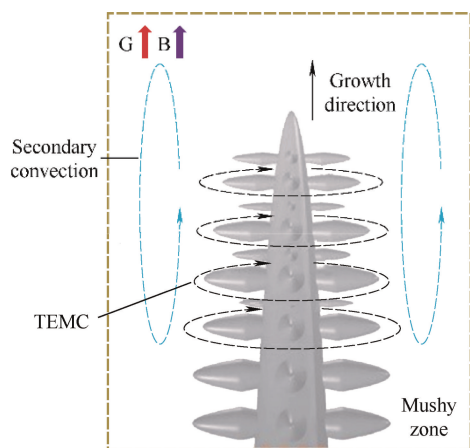


图 3 热电电流流动和热电电磁对流效果示意图^[28]

Fig. 3 Effect diagram of thermoelectric current flow and thermoelectric magnetic convection^[28]

的过冷度随着磁场强度的增大而增大。另外, Gatos 等^[35]首次将横向磁场应用于 InSb 的 Czochralski 晶体生长过程, 在 0.4 T 的磁场下, 温度振荡振幅减小, 但附加了更高阶的波动。该结果证明了磁场在平息晶体生长系统中振荡对流的有效性。

张建伟等^[36]研究了脉冲磁场对不同抽拉速率条件下 H13 钢定向凝固组织的影响。结果表明, 在定向凝固过程中, 施加脉冲磁场可以使高温熔体向凝固前沿流动, 提高了凝固前沿附近的液相温度, 并导致凝固前沿温度梯度升高, 从而使枝晶间距减小。图 4 为施加脉冲磁场前后熔体内部温度梯度的变化。Li 等^[37]通过对 1Cr18Ni9Ti 不锈钢凝固过程施加脉冲磁场的研究发现, 施加脉冲磁场可以显著缩短凝固时间, 并使得凝固起始和结束温度升高(图 5 和图 6)。Wang 等^[38]在强磁场中研究了不同熔化-凝固循环次数下纯 Cu 的形核行为, 发现磁场不能改变 Cu 析出饱和时的最大过冷度。高静磁场首先会增强 Cu 的过冷度, 随着加热循环次数的增加, 这种

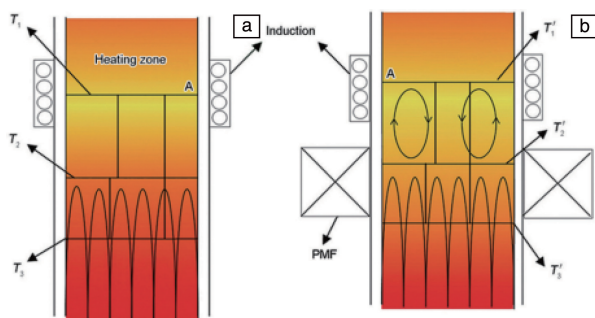


图 4 凝固前沿熔体流动对温度梯度影响示意图^[36]: (a) 未施加脉冲磁场, (a) 施加脉冲磁场

Fig. 4 Schematic illustration of the effect of melt flow on the temperature gradient at solidification front^[36]: (a) without pulsed magnetic field, (a) with pulsed magnetic field

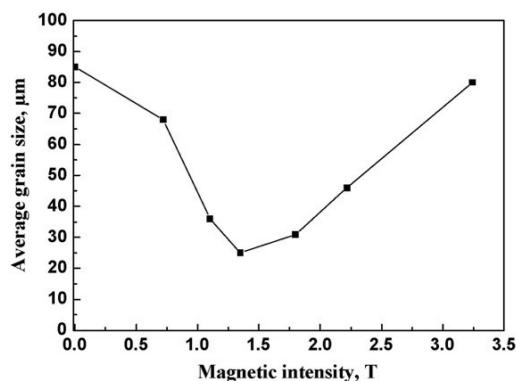


图 5 1Cr18Ni9Ti 平均晶粒尺寸与磁场强度的关系^[37]

Fig. 5 Average grain size of 1Cr18Ni9Ti alloy as a function of magnetic intensity^[37]

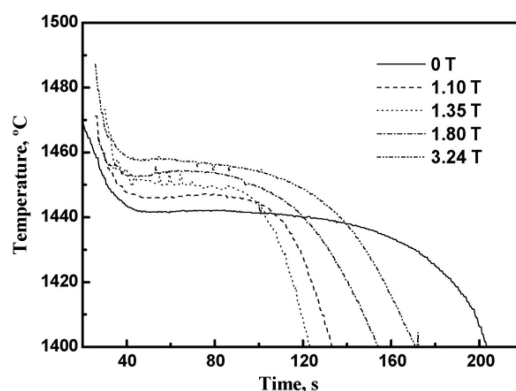


图 6 部分样品在不同磁场强度下的冷却曲线^[37]

Fig. 6 Cooling curves of some samples under different magnetic intensities^[37]

作用逐渐减弱。经过一定次数的加热循环后, 无论有无磁场, 过冷 Cu 的过冷度均在 250 K 左右达到最大值。

2.3 磁场影响凝固溶质场

凝固是一个复杂的过程, 每一个阶段材料所处的状态, 如合金形核前熔体中溶质元素的分布情况、自由凝固时凝固界面前沿固相在液相内的运动状态、液相流动等, 均会对后续阶段产生显著影响, 从而影响最终的凝固结果。通过施加磁场可以控制金属凝固过程中溶质、初生相及夹杂物的分布。

Youdelis 等^[39]研究发现, Al-Cu 合金在 3.4 T 磁场下定向凝固时, 施加磁场可以降低溶质的有效分配系数, 表明磁场强化了熔体中溶质的传输过程。Dong 等^[40]通过对称分布的梯度磁场下进行凝固和等温退火, 原位制备了形貌和成分均呈对称分布的 MnSb/Sb(共晶)-MnSb(初生相)-MnSb/Sb(共晶)复合结构。由于施加对称梯度强磁场产生的正、负阿基米德磁化力使富 Mn 区或 MnSb 溶质向试样中心移动, 使得 MnSb 初生枝晶和合金溶质沿试样中部呈对称梯度分布。图 7 展示了不同磁场强度下 Mn-89.7% Sb 合金定向凝固初生相 MnSb 的体积分

同时 Shen 等^[41]对 Sn-10%Bi (质量分数) 合金在磁场下的定向凝固过程进行了研究, 发现随着磁场强度的增加, 固/液界面形貌倾斜角度增大(图 8), 因为磁场强度的增

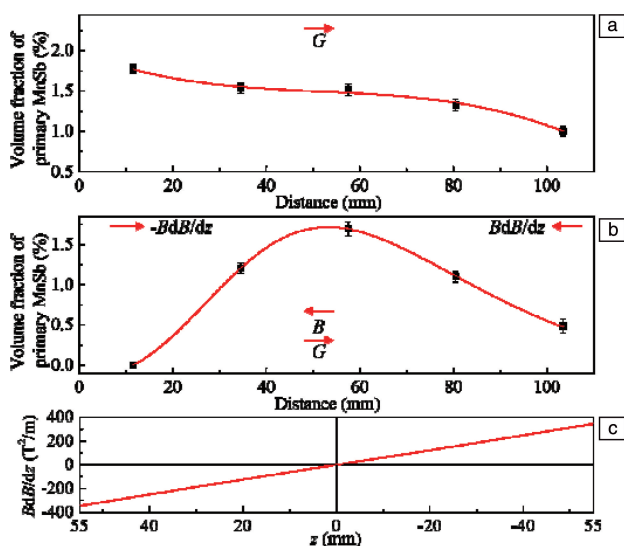


图 7 不同磁场强度下 Mn-89.7% Sb 合金定向凝固初生相 MnSb 的体积分数^[40]: (a) 无磁场, (b) 12 T 对称梯度磁场, (c) 图 7b 中的磁场梯度分布曲线

Fig. 7 Volume fraction of primary phase MnSb in directional solidification of Mn-89.7% Sb alloy under different magnetic field intensities^[40]: (a) without magnetic field, (b) with a symmetrically graded magnetic field of 12 T, (c) magnetic-field gradient distribution curve of Fig. 7b

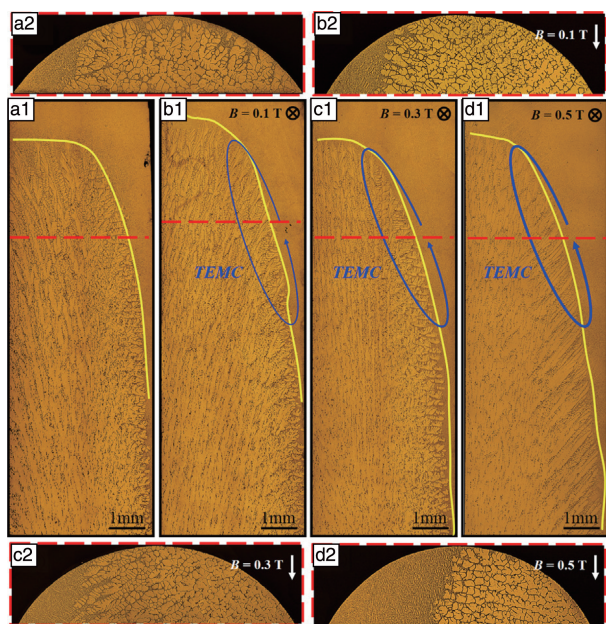


图 8 不同磁场强度下样品定向凝固组织^[41]: (a1, a2) 0 T, (b1, b2) 0.1 T, (c1, c2) 0.3 T, (d1, d2) 0.5 T

Fig. 8 Directional solidification microstructure of samples under different magnetic field intensities^[41]: (a1, a2) 0 T, (b1, b2) 0.1 T, (c1, c2) 0.3 T, (d1, d2) 0.5 T

加使得 Bi 溶质由样品左侧向右侧的输运速率增强, 从而使固/液界面形貌发生变化。Wu 等^[42]研究了高梯度磁场对过共晶 Al-8%Fe (质量分数) 合金定向凝固的影响。在梯度磁场的作用下, 初生 Al_3Fe 相发生了扭曲和断裂, 定向凝固过程中, 磁化力使液态基体中的富铁区向下移动到样品底部。在固/液界面前沿 TEMF 引起交叉对流, 而 Lorentz 力则抑制了对流以维持磁化力引起的富铁区的运动, 同时抵消 TEMF 效应以保持磁化力诱导的富铁区的运动。这 3 种力的耦合效应导致初生 Al_3Fe 相变形和断裂, 使共晶区和初生 Al_3Fe 相之间界面形态不稳定, 导致初生 Al_3Fe 相呈随机分布。

2.4 磁场影响凝固缺陷

在凝固过程中, 常常因为温度梯度差异等因素而产生成分偏析等缺陷^[43, 44], 可以通过调整合金成分等来解决上述问题。然而, 研究表明在解决上述某个缺陷的同时会导致其他缺陷的形成。引入磁场后, 外场会对凝固过程中的扩散及凝固界面产生影响, 进而影响金属的组织 and 性能。利用磁场来改善金属材料的组织和性能产生的效果优于常规方法^[45]。

Xuan 等^[46]研究表明, 横向磁场有效抑制了一次枝晶偏离结晶壁一侧杂晶的形成。根据杂晶形成理论^[47], 糊状晶区的破碎枝晶和固/液界面前沿的异质形核是影响杂晶形成的主要因素。当施加横向磁场后, 电磁制动效应和热电磁流体动力学的影响, 会改变凝固过程中熔体流动方向。另外, 当磁场强度大于 3.8 T 且电磁制动效应达到 105 N/m^3 时, 不会导致枝晶的变形和断裂, 从而可以获得有序的枝晶组织。图 9 展示了有无磁场下 PWA1483 高温合金定向凝固试样的纵向显微组织。上海大学任忠鸣团队^[48]开展了磁场下高温合金单晶生长的研究。他们利用磁场抑制形核的作用, 并通过加装差热分析装置分析得出: 纯 Bi 的凝固受到磁场的影响。这是因为在磁场作用下, 成核的动力学势能降低, 从而使成核率提高。实验发现, 磁场增加了固/液界面前沿的温度梯度, 增大了高温合金熔体的临界形核过冷度, 这是抑制杂晶形成的主要原因。该方法为控制单晶高温合金中的杂晶缺陷提供了一种新的途径。

Li 等^[49]研究了稳恒磁场 (steady magnetic field, SMF) 对 DZ483 合金显微组织和力学性能的影响, 如图 10 所示。研究结果显示, 稳恒磁场可以降低合金元素的扩散速率, 减缓析出相的粗化速率, 使得析出相的平均尺寸减小。这主要是因为电磁制动作用大于热电磁对流, 使得液体流动性减小, 从而抑制了元素偏析。玄伟东^[50]研究了磁场对高温合金 DZ417G 定向凝固组织的影响,

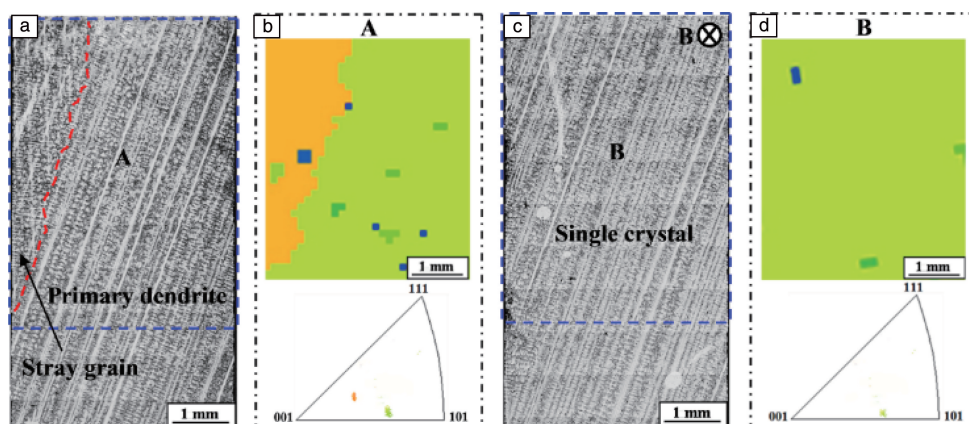


图 9 有无磁场条件下 PWA1483 高温合金定向凝固试样纵向显微组织(a, c)及 EBSD 取向和反极图(b, d)^[46]: (a, b) 0 T, (c, d) 0.7 T
 Fig. 9 Longitudinal microstructure (a, c) and EBSD orientation image maps and inverse pole figures (b, d) of directionally solidified specimens of PWA1483 superalloy with and without magnetic field^[46]: (a, b) 0 T, (c, d) 0.7 T

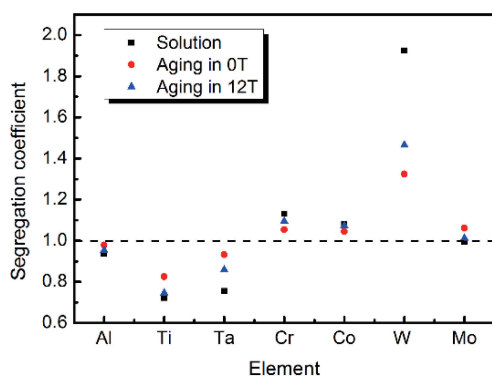


图 10 不同磁场强度对合金元素偏析系数的影响^[49]

Fig. 10 The effect of different magnetic field intensities on the segregation coefficient of alloy elements^[49]

发现施加强磁场时合金内部的柱状晶被破坏并向中心发展,形成了等轴晶组织,并伴有“雀斑”组织出现。余建波等^[51]以 Co 基高温合金为例,考察了不同磁场强度对

合金凝固组织形貌和偏析的影响。结果表明,在相同磁场强度下,样品边缘区域的游离碎晶和“雀斑”组织随着抽拉速率的增加而减少,图 11 展示了不同抽拉速率下 Co 基高温合金固/液界面的微观组织。同时,施加强磁场可以降低合金中气孔的大小和体积分数,从而提高合金力学性能。Xuan 等^[52]研究发现,在 980 °C/250 MPa 条件下,施加 5 T 强磁场后单晶高温合金的蠕变寿命由无磁场的 231 提高到 313.8 h。目前,尽管人们对于磁场对高温合金性能的影响进行一些了研究,但其机制仍需进一步探索。

2.5 磁场影响凝固组织

在凝固过程中,磁场的作用会改变材料体系的热力学状态、动力学状态及晶体取向。因此,磁场对熔体流动的影响最终会反映在凝固组织中。磁制动效应、热电磁效应及磁-质交互影响着溶质分布、枝晶形貌以及枝晶间距。Zhang 等^[53]研究了磁场对定向凝固高温合金 DZ417G

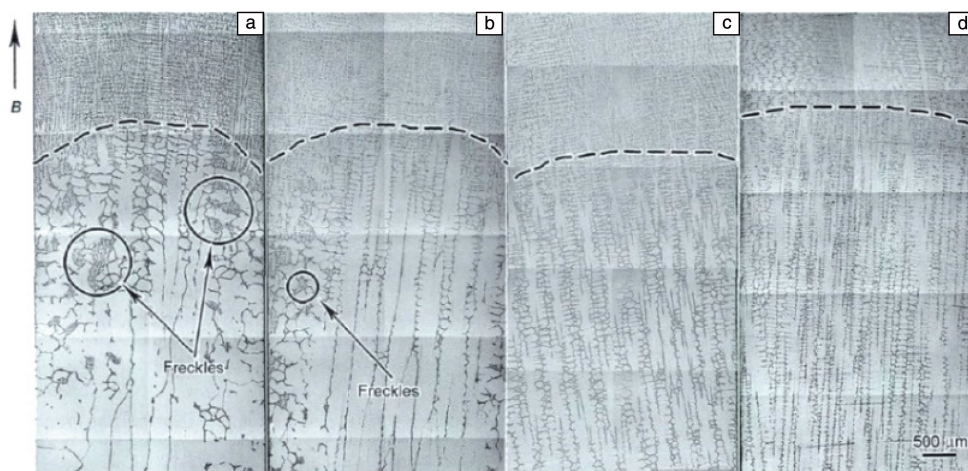


图 11 不同抽拉速率下 Co 基高温合金固/液界面微观组织($B=2$ T)^[51]: (a) 5 $\mu\text{m/s}$, (b) 10 $\mu\text{m/s}$, (c) 50 $\mu\text{m/s}$, (d) 100 $\mu\text{m/s}$

Fig. 11 Microstructure of solid/liquid interface of Co-based superalloy at different withdrawal rates ($B=2$ T)^[51]: (a) 5 $\mu\text{m/s}$, (b) 10 $\mu\text{m/s}$, (c) 50 $\mu\text{m/s}$, (d) 100 $\mu\text{m/s}$

一次枝晶臂间距及偏析的影响。研究指出, 由于电磁阻力和热电磁对流之间的竞争, 随着磁场强度的增加, 一次枝晶的臂间距会先减小后增大。在凝固过程中, 磁场对枝晶的 TEMF 会明显改变枝晶形态。随着磁场强度的增大和晶粒生长速率的减小, 枝晶和 CET 在磁场作用下

的断裂增强。这些结果与李旭等^[54]和董建文等^[55]的研究结果一致。Yu 等^[56]研究表明, 当施加弱磁场 ($B < 0.5 \text{ T}$) 时, 一次枝晶间距随着磁场强度增加而减小; 而在强磁场 ($B \geq 2 \text{ T}$) 下, 一次枝晶间距随磁场强度的增大而增大 (如图 12 所示)。

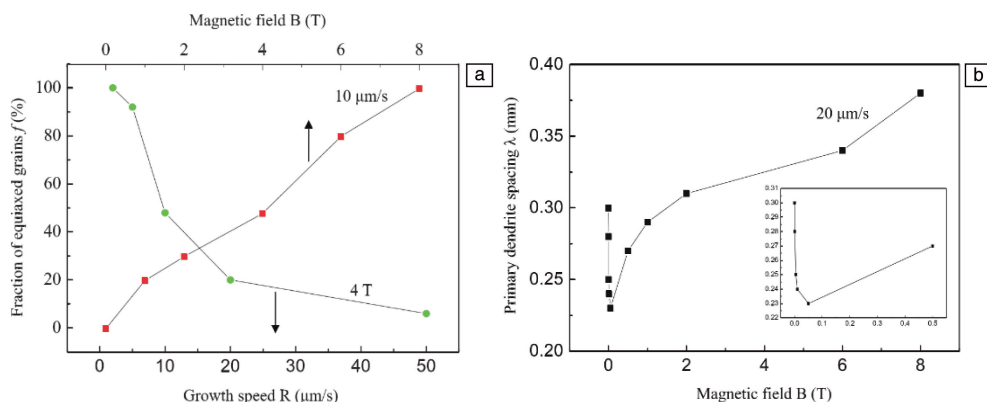


图 12 定向凝固等轴晶比例随晶粒生长速率或磁场强度的变化(a), 定向凝固过程中一次枝晶间距随磁场强度的变化(b)^[56]

Fig. 12 Variation of the proportion of isometric crystals with growth speed or magnetic field intensity during directional solidification process(a), variation of primary dendrite spacing with magnetic field intensity during directional solidification (b)^[56]

以上学者大多研究了静磁场对高温合金凝固组织的影响, 但在研究过程中发现, 动磁场同样会影响金属的凝固过程。南昌航空大学谢小华等^[57]尝试采用脉冲磁场-机械振动相结合的方法来细化 K4169 高温合金的凝固组织。研究结果显示, 经过脉冲磁场-机械振动处理后, 晶粒尺寸由 45 细化至 0.98 mm, 等轴晶数量比例增加了近 3 倍, 且细化效果优于单一脉冲磁场或者机械振动处理, 图 13 展示了不同工艺下 K4169 高温合金的枝晶形貌。Li 等^[58]研究了低压脉冲磁场对 Inconel 718 高温合金的

晶粒细化效果。结果表明, 在低压脉冲磁场的影响下, Inconel 718 高温合金获得了细小的等轴晶组织。通过对凝固过程中的磁力和熔体对流进行模拟, 揭示了脉冲磁场引起的熔体对流以及冷却速率和过热度对晶粒细化的影响机制。

3 磁场下高温合金增材制造技术

在高温合金增材制造过程中, 外加磁场的存在会影响熔池的动态行为和凝固机制。本节将从磁场对增材制造产生的冶金缺陷的优化、凝固组织的影响及力学性能的提升 3 个方面介绍其在高温合金增材制造领域的研究进展。

3.1 磁场对增材制造典型缺陷的影响

增材制造过程伴随着强非平衡凝固行为, 其高温梯度、高冷却速率以及循环加热-冷却效应导致合金发生元素偏析、相变以及残余应力的累积, 因此, 金属零件中普遍存在着凝固材料的缺陷, 如气孔和裂纹。在成形过程中, 施加磁场对凝固过程进行优化, 以实现降低孔隙率、抑制开裂并提高致密度的作用。

Filimonov 等^[59]研究了叠加磁场对 Inconel 718 组织和性能的影响。结果表明, 在 0.2 T 垂直磁场下, 利用定向能量沉积制备的 Inconel 718 合金的平均平面孔隙率从 0.3%降低到 0.2% (图 14)。然而, 施加磁场后该合金平均孔径由 36 增大到 41 μm , 且球形孔隙占比最多。这是因为磁场对熔体流速的影响间接导致了孔隙率的变化。

然而, Smith 等^[60]发现施加纵向磁场会导致激光熔

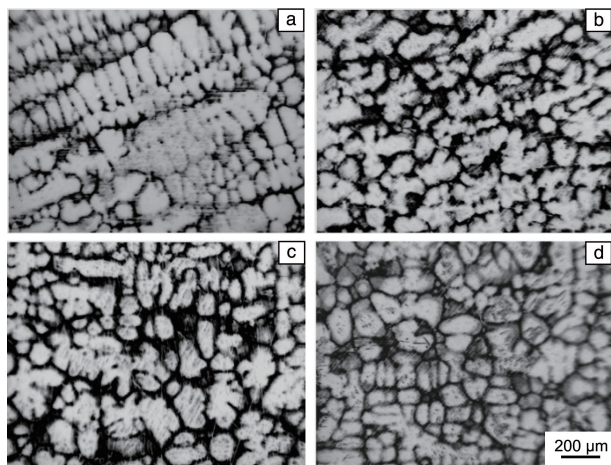


图 13 不同工艺下 K4169 高温合金的枝晶形貌^[57]: (a) 未处理, (b) 机械振动处理, (c) 脉冲磁场处理, (d) 复合处理

Fig. 13 Dendrite morphology of K4169 superalloy under different processes^[57]: (a) without treatment, (b) mechanical vibration treatment, (c) PMF treatment, (d) compound treatment

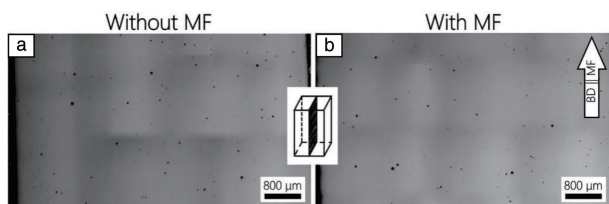


图 14 定向能量沉积成形 Inconel 718 合金无(a)和叠加(b)垂直磁场下的孔隙率^[59]

Fig. 14 The porosity of Inconel 718 alloy formed by directional energy deposition without (a) and superimposed (b) vertical magnetic field^[59]

化沉积的镍基三元合金的孔隙率增加 12.9%。研究人员推测, 磁场捕获等离子体可能在孔隙形成过程中起到关键作用, 需要通过进一步研究来揭示更多的控制机制。因此, 应结合增材制造工艺参数对磁场进行优化, 以实现合金致密度的提高。

为了避免增材制造中零件开裂的问题, 除了采用改变合金成分、优化工艺参数等传统方法外, 磁场由于可以改变熔池的凝固行为, 故也被引入作为一种新的手段来抑制零件开裂。Seidel 等^[61]通过磁场控制 Marangoni 对流, 以抑制热裂纹的生成。研究表明, 在磁场影响下热裂纹的数量显著减少。因为热裂纹通常与熔合区和未完全熔合区沿晶界存在的液膜有关, 而磁场能够影响熔体对流, 从而影响热裂纹的生成。然而, 液化裂纹仍然存在

在。上海大学王江团队^[62]在 Inconel 718 高温合金的激光重熔过程中引入了横向静磁场。研究发现, 在重熔区域, 残余应力从无磁场下的 392.5 降低至 315.45 MPa。这主要是因为, 在重熔过程中施加的电磁力可以降低熔池的流动性, 抑制热量传递, 减缓冷却速率, 从而降低残余应力, 减少开裂。除了静磁场外, 动磁场同样可以减少缺陷。南昌航空大学 Liu 等^[63]利用电磁搅拌 (electromagnetic stirring, EMS) 技术对激光立体成形 Inconel 718 进行控制。研究发现, 磁场可以通过影响液态金属中的强对流来有效地影响固/液界面前沿的晶体生长模式。随着磁场强度的增加, 残余应力分布更均匀 (图 15), 从而避免构件开裂。基于以上研究, 施加磁场可以作为一种潜在的避免激光增材制造构件开裂的方法。

在成形过程中, 合金由于元素偏析导致成分不均匀, 产生缺陷, 最终影响其力学性能。在镍基高温合金 Inconel 718 中, Nb 元素偏析不仅影响凝固组织, 还影响强化相的析出。通过激光熔化沉积成形的 Inconel 718 高温合金中, 在 0.2 T 的静磁场下, 糊状区的热电磁对流 (thermoelectric magnetic convection, TEMC) 起主导作用, 使得沉淀中 Nb 含量从 14.1% 减少到 9.1% (质量分数)^[59]。Nie 等^[62]表征了有无磁场下的枝晶元素偏析, Roi (元素含量的无量纲变量) 在图 16 中被用来表示枝晶间 Nb 元素含量的变化。结果显示, 在施加 0.55 T 横向磁场后, 枝晶间区域的 Nb 元素偏析小于无磁场状态。

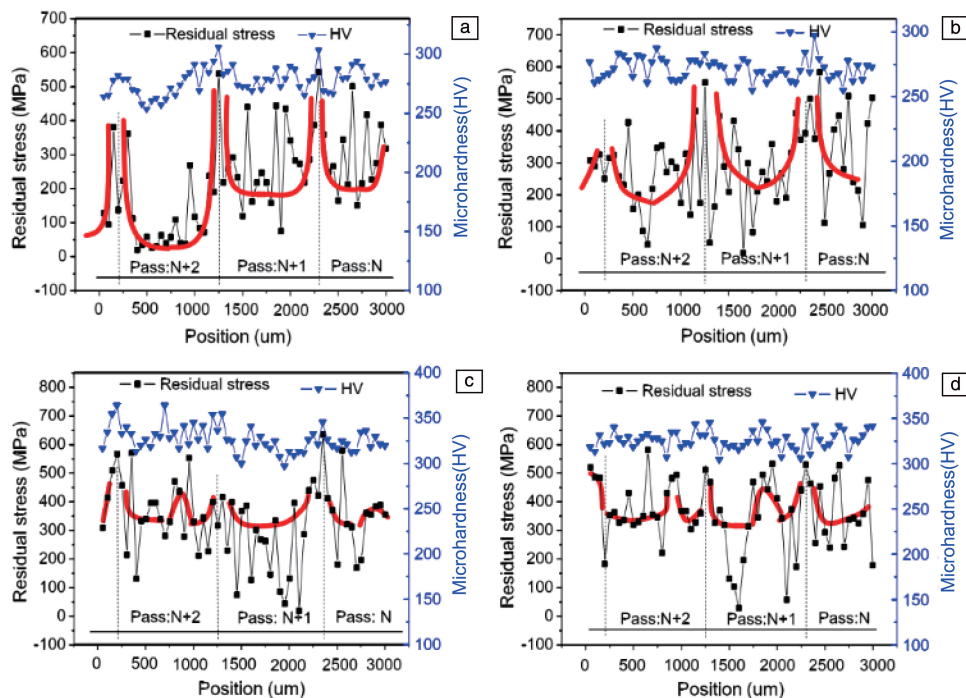


图 15 不同磁场强度下制备的激光立体成形 Inconel 718 高温合金残余应力^[63]: (a) 0 mT, (b) 30 mT, (c) 50 mT, (d) 80 mT

Fig. 15 Residual stress of Inconel 718 superalloy prepared by laser solid forming under different magnetic field intensities^[63]: (a) 0 mT, (b) 30 mT, (c) 50 mT, (d) 80 mT

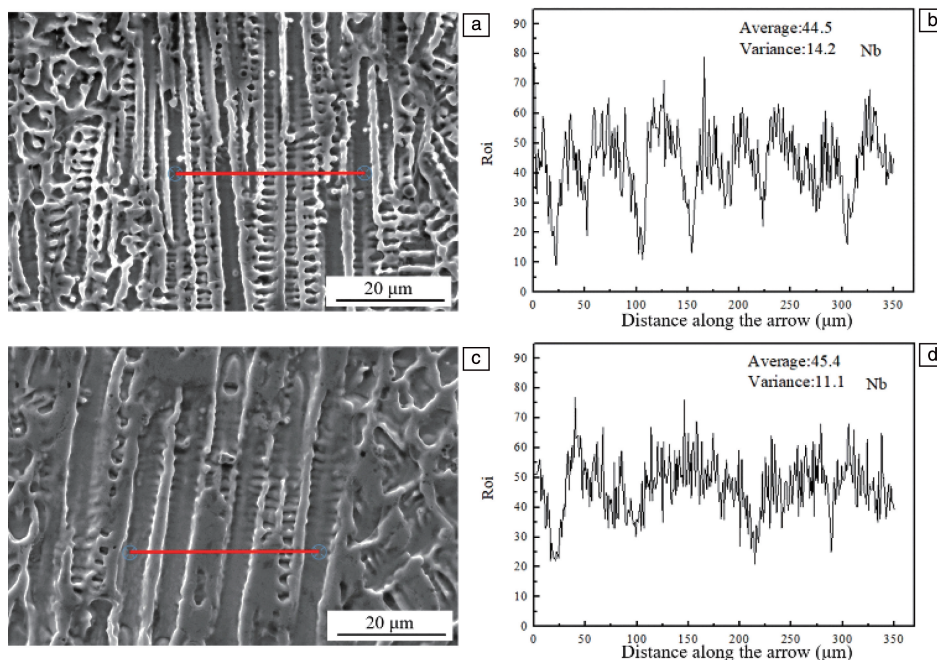


图 16 不同磁场下激光重熔 Inconel 718 基板内部区域的 SEM-EDS 线扫结果^[62]: (a, b) 0 T, (c, d) 0.55 T

Fig. 16 SEM-EDS line scanning of the region within the laser remelted Inconel 718 substrate under different magnetic fields^[62]: (a, b) 0 T, (c, d) 0.55 T

3.2 磁场对增材制造微观组织的影响

由于增材制造技术在成形过程中熔池冷却速率较快, 与传统工艺制备的合金相比, 其材料组织具有更细小的晶粒和亚晶结构, 这最终会对合金的性能产生影响。为了优化合金力学性能, 可以通过施加辅助磁场来改变材料的微观组织, 包括进一步细化凝固组织、柱状晶向等轴晶转变以及改变枝晶间距等等。

Du 等^[64]研究了静磁场对激光直接能量沉积 Inconel 718 合金成形过程中微观组织结构演变的影响。研究结果表明, 随着磁感应强度的增加, 枝晶间距增大。此外, EBSD 检测结果显示, 施加磁场后合金内部的晶粒变粗, 并且促进了柱状晶的外延生长。由 2.1 节可知, 磁场通过热电磁效应和磁阻尼效应控制熔体流动, 并且随着磁场的交替变化, 穿过多个熔池的柱状晶被打断, 晶粒生长方向

发生显著变化(图 17)。同样, Wang 等^[65]研究发现, 在激光立体成形 Inconel 718 时施加磁场, 在特定的工艺参数下可以显著改变材料的组织结构。

南昌航空大学 Liu 等^[63]将 EMS 技术运用到 Inconel 718 合金激光立体成形中。结果表明, 电磁搅拌并不能完全消除外延生长的柱状晶。由于液态金属的强对流可以影响固/液界面形态, 合金元素的偏析得到抑制, 成分过冷逐渐降低。此外, 随着磁场强度的增加, 枝晶间的 γ +Laves 共晶相尺寸和数量减少, 元素分布更加均匀。同样, 大连理工大学于群等^[66]将 EMS 技术运用在激光立体成形 Ni45 合金中。结果表明, 外加磁场加剧了由表面张力梯度(图 18)和浮力耦合产生的熔池内部强制性对流, 使凝固速率增大, 最终获得逐渐细化的合金凝固组织(图 19)。

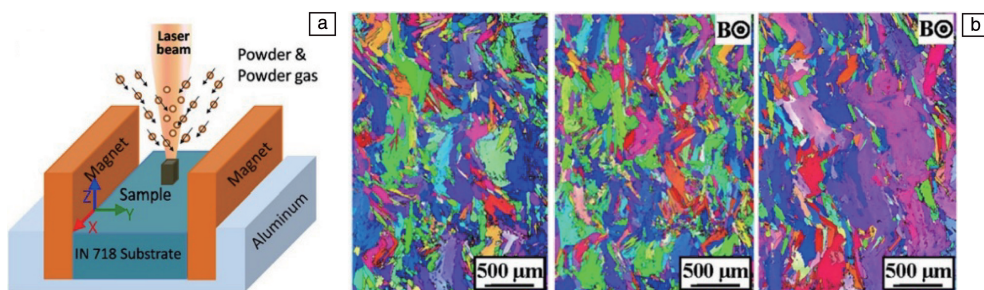


图 17 激光能量直接沉积装置示意图(a), 激光能量直接沉积制备 Inconel 718 在 $B=400$ T 的 EBSD 图谱(b)^[64]

Fig. 17 Schematic representation of the setup for the laser directed energy deposition process (a), EBSD maps of laser directed energy deposition fabricated Inconel 718 samples with varied magnetic field intensities at $B=400$ T (b)^[64]

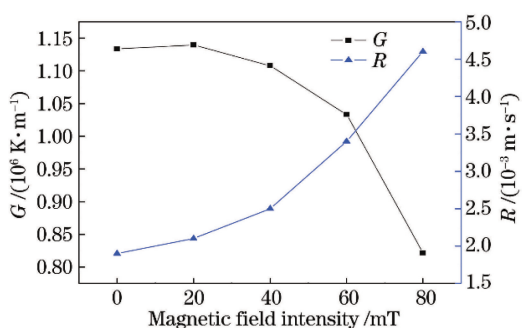


图 18 熔池温度梯度和凝固速率随磁场强度的变化曲线^[66]

Fig. 18 Temperature gradient and solidification rate versus magnetic field intensity in molten pools^[66]

3.3 磁场对增材制造力学性能的影响

正如前文所提到的, 磁场在消除增材制造过程中出

现的冶金缺陷和调控微观组织方面起到积极作用。同时, 一些学者还研究了在增材制造过程中外加磁场后, 显微组织和力学性能之间的关系。Wang 等^[67]通过研究静磁场对电弧增材制造 Inconel 625 的辅助作用时发现, 磁场能够在成形过程中细化晶粒尺寸, 抑制元素偏析, 使得 Inconel 625 的力学性能得到有效提高(图 20)。另外, Huan 等^[68]的研究表明, 交变磁场能够改变电弧增材制造 Inconel 718 熔池的最大温度梯度方向, 达到细化晶粒的效果。在搅拌磁场的作用下, Laves 相的体积分数从 2.4%减少到了 1.3%, 形貌由长条状变为颗粒状, 这不仅提高了合金的抗拉强度, 而且降低了其各向异性。研究结果还显示, EMS 技术有利于再结晶后的晶粒细化, 可以将 Inconel 718 合金的抗拉强度提高 100 MPa, 伸长率提高 22%, 并成倍提高其疲劳性能。

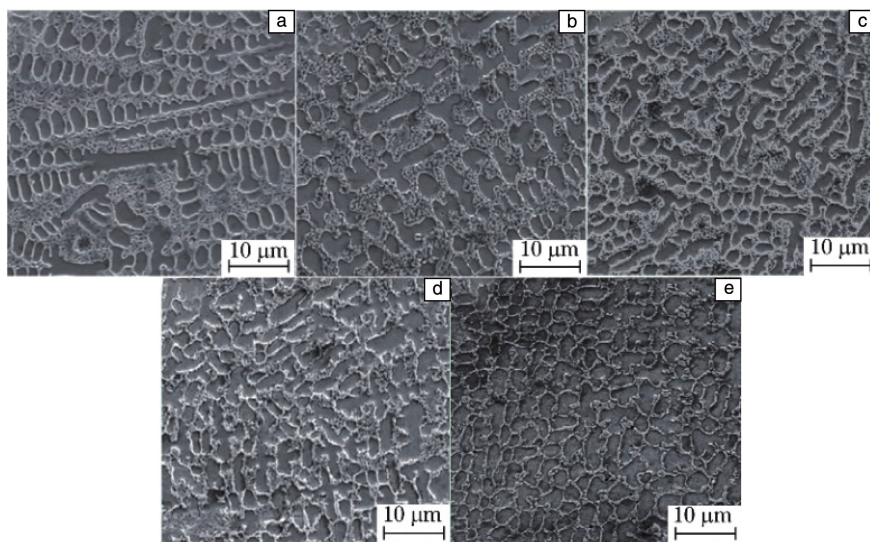


图 19 不同磁场强度下合金成形体典型的 SEM 照片^[66]: (a) 0 mT, (b) 20 mT, (c) 40 mT, (d) 60 mT, (e) 80 mT

Fig. 19 Typical SEM images of alloy forming parts obtained under different magnetic field intensities^[66]: (a) 0 mT, (b) 20 mT, (c) 40 mT, (d) 60 mT, (e) 80 mT

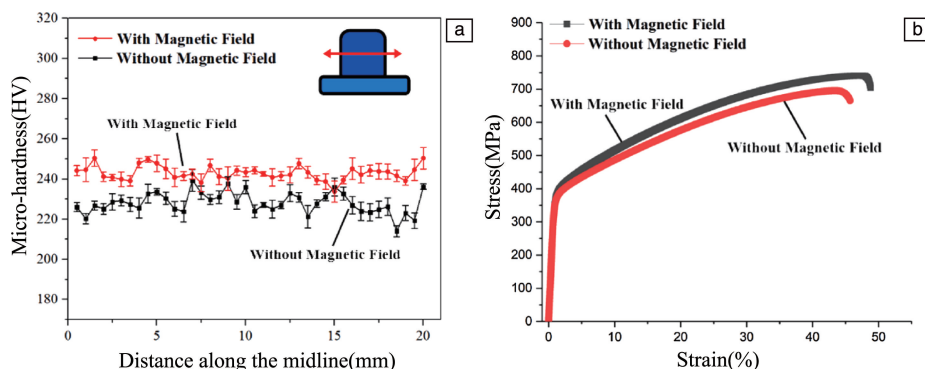


图 20 有无磁场条件下沉积 Inconel 625 合金沿中心线方向的显微硬度(a)和室温拉伸应力-应变曲线(b)^[67]

Fig. 20 Microhardness along the midline (a) and room temperature tensile stress-strain curves (b) of Inconel 625 alloy deposited with and without magnetic field^[67]

4 结 语

本文综述了磁场对金属凝固过程的影响, 包括对熔体流动、缺陷控制及凝固组织的作用, 特别介绍了磁场在高温合金增材制造技术中的应用。增材制造技术具有快速熔化和快速凝固的特点, 但传统方法难以消除其缺陷并改善内部组织结构, 磁场可通过热电磁效应和磁阻尼效应进一步影响合金的组织 and 性能。

然而, 增材制造技术展现出显著的非平衡快速凝固特性以及复杂的热循环机制。相比之下, 磁场对金属定向凝固过程的影响机制已经较为成熟, 但对于磁场辅助金属增材制造的研究仍不够深入。此外, 迫切需要开发适用于增材制造设备的磁场发生装置, 以推动磁场辅助增材制造技术的应用与发展。未来, 还需深入揭示磁场对冶金行为的内在作用机制, 进一步研究磁场对增材制造技术中的快速熔化-快速凝固过程及复杂热循环的影响机制, 优化冶金缺陷, 建立综合性能提升的机制, 从而进一步促进磁场技术在增材制造领域的应用和推广。

参考文献 References

- [1] 卢秉恒, 李涤尘. 机械制造与自动化[J], 2013, 42(4): 1-4.
LU B H, LI D C. Machine Building & Automation[J], 2013, 42(1): 1-4.
- [2] 第14届全国特种加工学术会议[C]. 苏州: 中国机械学会, 2011: 34-36.
Proceedings of the Fourteenth Session of the Conference of Nation Academic[C]. Suzhou: Chinese Mechanical Society, 2011: 34-36.
- [3] 杨继全. 先进制造技术 II[M]. 北京: 化学工业出版社, 2013: 290.
YANG J Q. Advanced Manufacturing Technology II[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2013: 290.
- [4] MIRELES J, KIM H, LEE H, *et al.* Journal of Electronic Packaging[J], 2013, 135(5): 18-26.
- [5] ZHAO J X, WANG G, WANG X Y, *et al.* International Journal of Heat and Mass Transfer[J], 2020, 148: 118990.
- [6] ESKIN D G, KATGERMAN L. Progress in Materials Science[J], 2004, 49(5): 629-711.
- [7] JIA Q B, ROMETSCH P, KÜRNSTEINER P, *et al.* Acta Materialia[J], 2019, 171: 108-118.
- [8] 王楠, 李金国, 刘纪德, 等. 稀有金属材料与工程[J], 2024, 53(1): 257-269.
WANG N, LI J G, LIU J D, *et al.* Rare Metal Materials and Engineering[J], 2024, 53(1): 257-269.
- [9] 任庆国, 姚志浩, 董建新, 等. 稀有金属材料与工程[J], 2023, 52(10): 3617-3629.
REN Q G, YAO Z H, DONG J X, *et al.* Rare Metal Materials and Engineering[J], 2023, 52(10): 3617-3629.
- [10] CHEN B, MOON S K, YAO X, *et al.* Scripta Materialia[J], 2017, 141: 45-49.
- [11] KING W, ANDERSON A T, FERENCZ R M, *et al.* Materials Science and Technology[J], 2015, 31(8): 957-968.
- [12] 赵志国, 柏林, 李黎, 等. 航空制造技术[J], 2014, 57(19): 46-49.
ZHAO Z G, BO L, LI L, *et al.* Aeronautical Manufacturing Technology[J], 2014, 57(19): 46-49.
- [13] KHAIRALLAH S A, ANDERSON A. Journal of Materials Processing Technology[J], 2014, 214(11): 2627-2636.
- [14] 王强. 强磁场材料科学[M]. 北京: 科学出版社, 2014: 153.
WANG Q. Strong Magnetic Field Materials Science[M]. Beijing: Science Press, 2014: 153.
- [15] 陈超越, 王江, 任忠鸣. 铸造技术[J], 2022, 43(8): 585-599.
CHEN C Y, WANG J, REN Z M. Foundry Technology[J], 2022, 43(8): 585-599.
- [16] 杜大帆, 董安平, 祝国梁, 等. 中国材料进展[J], 2024, 43(4): 311-322.
DU D F, DONG A P, ZHU G L, *et al.* Materials China[J], 2024, 43(4): 311-322.
- [17] 任忠鸣, 雷作胜, 李传军, 等. 金属学报[J], 2020, 56(1): 583-600.
REN Z M, LEI Z S, LI C J, *et al.* Acta Metallurgica Sinica[J], 2020, 56(1): 583-600.
- [18] 卢楠楠. CMSX-10 高温合金激光熔化沉积单晶生长控制[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2022.
LU N N. Single Crystal Growth Controlling of CMSX-10 Superalloy via Laser Melting Deposition[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2022.
- [19] MOREAU R. Magnetohydrodynamics [M]. Dordrecht: Springer, 1990: 9-11.
- [20] CHANDRASEKHAR S. Philosophical Magazine and Journal of Science[J], 1954, 45(370): 1177-1191.
- [21] GARANDET J P, ALBOUSSIÈRE T, MOREAU R. International Journal of Heat and Mass Transfer[J], 1992, 35(4): 741-748.
- [22] 李子全, 吴炳尧. 铸造[J], 1997(10): 3-7.
LI Z Q, WU B Y. Foundry[J], 1997(10): 3-7.
- [23] 刘承林, 苏海军, 张军, 等. 金属学报[J], 2018, 54(10): 1428-1434.
LIU C L, SU H J, ZHANG J, *et al.* Acta Metallurgica Sinica[J], 2018, 54(10): 1428-1434.
- [24] 李丹, 王启伟, 韩国峰, 等. 材料导报[J], 2023, 37(4): 130-135.
LI D, WANG Q W, HAN G F, *et al.* Materials Reports[J], 2023, 37(4): 130-135.
- [25] ZHANG K, LI Y, YANG Y. Acta Metallurgica Sinica (English Letters)[J], 2020, 33: 1442-1454.
- [26] GONG Y Y, LUO J, JING J X, *et al.* Materials Science and Engineering: A[J], 2008, 497(1/2): 147-152.
- [27] 郭连平. 脉冲磁场对 Mg-Gd-Zn-(Zr) 合金组织和力学性能的影响[D]. 南昌: 南昌航空大学, 2013.
GUO L P. Effect of the Pulsed Magnetic Field on the Microstructures and Mechanical Properties of Mg-Gd-Zn-(Zr) Alloys[D]. Nanchang: Nanchang Hangkong University, 2013.

- [28] WANG P, SHUAI S, HUANG C, *et al.* Journal of Materials Science & Technology[J], 2021, 88: 226–232.
- [29] SHEN Z, PENG M, ZHU D, *et al.* Journal of Materials Science & Technology[J], 2019, 35(4): 568–577.
- [30] DU D, HALEY J C, DONG A, *et al.* Materials & Design[J], 2019, 181: 107923.
- [31] LI Y Z, MANGELINCK-NOËL N, ZIMMERMANN G, *et al.* Journal of Alloys and Compounds[J], 2020, 836: 155458.
- [32] LI X, GAGNOUD A, REN Z M, *et al.* Acta Materialia[J], 2009, 57(7): 2180–2197.
- [33] GUO R, LI C I, HE S Y, *et al.* Japanese Journal of Applied Physics[J], 2018, 57: 080301.
- [34] GUO R, LI C I, HE S Y, *et al.* Europhysics Letters[J], 2019, 126(4): 46001.
- [35] GATOS H C, HERMAN C J, WITT A F. Journal of Materials Science[J], 1970, 5: 822–824.
- [36] 张建伟, 李应举, 杨院生. 材料研究学报[J], 2017, 31(10): 721–727.
ZHANG J W, LI Y J, YANG Y S. Chinese Journal of Materials Research[J], 2017, 31(10): 721–727.
- [37] LI Q S, SONG C J, LI H, *et al.* Materials Science and Engineering: A[J], 2007, 466(1/2): 101–105.
- [38] WANG J, HE Y X, LI J S, *et al.* Japanese Journal of Applied Physics[J], 2016, 55: 105601.
- [39] YODELIS W V, DORWARD R C. Canadian Journal of Physics[J], 1966, 44: 139–150.
- [40] DONG M, LIU T, LIAO J, *et al.* Journal of Alloys and Compounds[J], 2016, 689: 1020–1027.
- [41] SHEN Z, ZHOU B, ZHONG Y, *et al.* Journal of Crystal Growth[J], 2019, 517: 54–58.
- [42] WU M, LIU T, DONG M, *et al.* Journal of Applied Physics[J], 2017, 121(6): 064901.
- [43] COLLINI L, PIRONDI A. International Journal of Fatigue[J], 2014, 62: 258–265.
- [44] ROBERTS A P, GARBOCZI E J. Journal of the American Ceramic Society[J], 2000, 83(12): 3041–3048.
- [45] 刘艳明, 勾靖国. 山西大同大学学报(自然科学版)[J], 2016, 32(5): 58–60.
LIU Y M, GOU J G. Journal of Shanxi Datong University (Natural Science Edition)[J], 2016, 32(5): 58–60.
- [46] XUAN W D, LIU H, LAN J, *et al.* Metallurgical and Materials Transactions B[J], 2016, 47: 3231–3236.
- [47] DSOUZA N, JENNINGS P A, YANG X L, *et al.* Metallurgical and Materials Transactions B[J], 2005, 36: 657–666.
- [48] LI C, REN Z, REN W. Materials Letters[J], 2009, 63(2): 269–271.
- [49] LI C, YUAN Z, FAN Y, *et al.* Journal of Materials Processing Technology[J], 2017, 246: 176–184.
- [50] 玄伟东. 高温合金定向凝固杂晶形成规律及其控制研究[D]. 上海: 上海大学, 2013.
XUAN W D. Investigation on Formation and Control of Stray Grains in Directionally Solidified Ni-Based Superalloy[D]. Shanghai: Shanghai University, 2013.
- [51] 余建波, 侯渊, 张超, 等. 金属学报[J], 2017, 53(12): 1620–1626.
YU J B, HOU Y, ZHANG C, *et al.* Acta Metallurgica Sinica[J], 2017, 53(12): 1620–1626.
- [52] XUAN W D, SONG G, DUAN F M, *et al.* Materials Science and Engineering: A[J], 2021, 803: 140729.
- [53] ZHANG T, REN W, DONG J, *et al.* Journal of Alloys and Compounds[J], 2009, 487(1/2): 612–617.
- [54] 李旭, 任忠鸣, 任维丽, 等. 中国有色金属学报[J], 2010, 20(10): 1913–1921.
LI X, REN Z M, REN W L, *et al.* The Chinese Journal of Nonferrous Metals[J], 2010, 20(10): 1913–1921.
- [55] 董建文, 任忠鸣, 任维丽, 等. 金属学报[J], 2010, 46(1): 71–76.
DONG J W, REN Z M, REN W L, *et al.* Acta Metallurgica Sinica[J], 2010, 46(1): 71–76.
- [56] YU J, DU D, REN Z, *et al.* ISIJ International[J], 2017, 57(2): 337–342.
- [57] 谢小华, 周全, 陈乐平, 等. 稀有金属材料与工程[J], 2015, 44(12): 3166–3172.
XIE X H, ZHOU Q, CHEN L P, *et al.* Rare Metal Materials and Engineering[J], 2015, 44(12): 3166–3172.
- [58] LI Y J, YANG Y. Transactions of Nonferrous Metals Society of China[J], 2011, 21(6): 1277–1282.
- [59] FILIMONOV A M, ROGOZIN O A, DUBININ O N, *et al.* Materials[J], 2021, 14(18): 5190.
- [60] SMITH P H, MURRAY J W, JACKSON-CRISP A, *et al.* Journal of Materials Processing Technology[J], 2021, 299: 117342.
- [61] SEIDEL A, DEGENER L, SCHNEIDER J, *et al.* Novel Approach for Suppressing of Hot Cracking Via Magneto-Fluid Dynamic Modification of the Laser-Induced Marangoni Convection [C]//Superalloys 2020: Proceedings of the 14th International Symposium on Superalloys. Pennsylvania, USA: Springer International Publishing, 2020: 972–981.
- [62] NIE J, CHEN C, SHUAI S, *et al.* Journal of Thermal Spray Technology[J], 2020, 29: 1410–1423.
- [63] LIU F, CHENG H, YU X, *et al.* Optics & Laser Technology[J], 2018, 99: 342–350.
- [64] DU D F, DONG A P, SHU D, *et al.* Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2020, 51: 3354–3359.
- [65] WANG Y, SHI J. Journal of Materials Science[J], 2019, 54: 9809–9823.
- [66] 于群, 王存山. 中国激光[J], 2018, 45(4): 154–164.
YU Q, WANG C S. Chinese Journal of Lasers[J], 2018, 45(4): 154–164.
- [67] WANG Y, CHEN X, SHEN Q, *et al.* Journal of Manufacturing Processes[J], 2021, 64: 10–19.
- [68] HUAN P, WEI X, WANG X, *et al.* Materials Science and Engineering: A[J], 2022, 854: 143845.