

单晶高温合金及其显微孔洞的研究进展

简航岳*, 霍苗#, 陈楚玥, 赵惠

西安石油大学材料科学与工程学院, 陕西 西安

收稿日期: 2024年11月22日; 录用日期: 2024年12月17日; 发布日期: 2024年12月25日

摘要

在航空航天领域, 单晶高温合金是发动机和燃气轮机热端部件制备的关键材料, 然而其制备过程困难, 常伴有微观缺陷的产生。其中, 显微孔洞作为一类常见且危害较大的微观缺陷, 对叶片性能影响显著, 这一问题已成为科研人员关注的焦点。本文全面综述了单晶高温合金相关研究成果, 首先详细介绍了定向凝固法制备单晶高温合金的过程, 涵盖凝固原理、影响因素、常见技术以及单晶制备方法等方面; 深入分析了显微孔洞的形成机制及其影响因素, 着重探讨了固溶微孔和铸态微孔的形成过程与影响因素; 进而提出一系列优化单晶高温合金性能的有效策略, 包括凝固参数优化、热处理工艺改进以及合金成分设计等; 最后对未来研究方向进行了展望, 如探索新型制备技术(增材制造技术应用和微重力凝固技术研究)以及深化显微孔洞形成机制研究(多尺度模拟研究和原位表征技术应用)。本研究旨在为提升单晶高温合金性能、拓展其应用领域提供坚实的理论支撑, 助力航空航天等高温领域的进一步发展。

关键词

显微孔洞, 缺陷, 定向凝固, 高温合金

Research Progress of Single Crystal Superalloys and Their Micropores

Yuehang Jian*, Miao Huo#, Chuyue Chen, Hui Zhao

College of Materials Science and Engineering, Xi'an Shiyu University, Xi'an Shaanxi

Received: Nov. 22nd, 2024; accepted: Dec. 17th, 2024; published: Dec. 25th, 2024

Abstract

In the aerospace field, single crystal superalloys are crucial materials for the fabrication of hot-

*第一作者。

#通讯作者。

文章引用: 简航岳, 霍苗, 陈楚玥, 赵惠. 单晶高温合金及其显微孔洞的研究进展[J]. 材料科学, 2024, 14(12): 1750-1765. DOI: 10.12677/ms.2024.1412190

section components in engines and gas turbines. However, their manufacturing process is fraught with difficulties, often accompanied by the generation of microscopic defects. Among these, micropores, as a common and highly detrimental type of microscopic defect, have a significant impact on blade performance, which has become a focus of attention among researchers. This article comprehensively reviews the research findings related to single crystal superalloys. Firstly, it elaborates on the process of preparing single crystal superalloys using the directional solidification method, covering aspects such as the solidification principle, influencing factors, common techniques, and single crystal preparation methods. It then conducts an in-depth analysis of the formation mechanisms and influencing factors of micropores, with a particular emphasis on the formation processes and influencing factors of solution micropores and cast micropores. Subsequently, a series of effective strategies for optimizing the performance of single crystal superalloys are proposed, including the optimization of solidification parameters, improvement of heat treatment processes, and design of alloy compositions. Finally, future research directions are envisioned, such as the exploration of novel manufacturing techniques (application of additive manufacturing technology and research on microgravity solidification technology) and the in-depth study of the formation mechanisms of micropores (multi-scale simulation research and in-situ characterization technology application). The aim of this research is to provide a solid theoretical foundation for enhancing the performance and expanding the application fields of single crystal superalloys, thereby facilitating the further development of high-temperature fields such as aerospace.

Keywords

Micropores, Defect, Directional Solidification, Superalloy

Copyright © 2024 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

现如今, 随着科技的日益发达, 军事、航空等领域对航空发动机的性能要求不断提高, 众多科学家一直致力于探究提高其性能的方法和途径。在发动机中, 最重要的热端部件当属叶片, 叶片通过高速旋转为整个发动机提供动力支持。目前, 高温合金仍是叶片制备的主要材料。几十年来, 叶片组织从柱状晶发展为等轴晶, 最后发展为单晶。由于晶界的消除, 叶片的各项性能得到了大幅度提升。即便如此, 在制备单晶高温合金的过程中, 仍会出现各种缺陷, 这些缺陷一般在凝固的后半阶段形成, 主要包括铸态孔、固溶孔和变形孔三类[1], 可能会出现由晶体结构不完整导致的小角度晶界、条纹晶、显微孔洞以及选晶失败等多种凝固缺陷。

为了研究显微孔洞对高温合金的影响, 国内外专家已从多方面对其展开了深入研究与分析。目前的研究成果表明(见表 1): 单晶高温合金表面和次表面的微观组织不连续区(如显微孔洞、碳化物或共晶等)在循环加载条件下, 易引发不可逆的循环位错滑移, 进而致使局部塑性应变累积以及疲劳裂纹萌生[2]-[4]。在单晶高温合金中, 微观组织不连续区主要为显微孔洞。研究发现, 显微孔洞是疲劳裂纹萌生的主要部位, 原因在于其周围存在高应力集中。一般而言, 疲劳裂纹易起源于合金中尺寸最大的显微孔洞处[2] [5]-[7]。此外, 当合金中诱发疲劳裂纹的显微孔洞距离表面越近或者其不规则程度越高时, 显微孔洞对疲劳寿命的影响就更为显著[8] [9]。显微孔洞会诱发裂纹产生, 从而降低单晶高温合金的整体疲劳性能[10] [11]。对单晶高温合金进行热等静压处理后, 合金中的孔隙率将大幅降低, 此时疲劳裂纹可能会从合金中的碳化物或者共晶组织处萌生[12]。碳化物是单晶高温合金中的脆性相, 容易产生应力集中, 且碳化物通

常高温下易被氧化,对疲劳性能影响较大[9]。而显微孔洞本身也存在诸多影响因素,如固溶处理、定向凝固的方法(高速凝固法与液态金属冷却法对显微孔洞的影响不同)以及元素的偏析程度等。

Table 1. Effects of micropores on single crystal superalloys and related research

表 1. 显微孔洞对单晶高温合金的影响及相关研究

研究内容	研究发现
显微孔洞对高温合金疲劳行为的影响	显微孔洞等微观组织不连续区引发循环位错滑移,导致局部塑性应变累积及疲劳裂纹萌生[2]-[4]。
显微孔洞在疲劳裂纹萌生中的作用	显微孔洞是疲劳裂纹萌生的主要部位,高应力集中区域;裂纹多起源于尺寸最大的孔洞处[2] [5]-[7]。
显微孔洞与表面距离和形状对疲劳寿命的影响	显微孔洞离表面越近或形状越不规则,其对疲劳寿命的影响越显著[8] [9]。
显微孔洞形成的影响因素	受固溶处理、定向凝固方法(高速凝固法与液态金属冷却法)、元素偏析程度等因素影响[9]。

本文将从定向凝固制备单晶高温合金的过程、显微孔洞对性能的影响因素、显微孔洞的形成机制和影响因素、对单晶高温合金的性能影响以及研究展望进行综述。

2. 定向凝固法制备单晶高温合金

2.1. 定向凝固原理

定向凝固是材料科学中的一个关键过程,尤其在生产高性能合金和部件中具有重要意义。该过程涉及对糊状区的形成、枝晶生长以及凝固装置的设计进行精确控制,这些因素对于优化凝固材料的微观结构和性能至关重要。

(1) 糊状区的形成

在凝固过程中,随着材料由液态向固态转变,会出现糊状区,这一现象对于实现可控流动和成型至关重要。糊状区的形成阶段对于最大程度减少缺陷并确保最终产品的均匀性具有重要作用,因为它使得材料能够更好地适应模具的几何形状。通过精确控制冷却速率和其他参数,技术如混合熔模铸造和快速凝固能够优化冷却过程,从而影响合金的微观结构和力学性能[13]。

(2) 枝晶生长

枝晶生长是合金凝固中的关键机制之一,受温度梯度和溶质分布的影响。通过可控凝固技术,可以有效减小微观偏析和内部缺陷的形成,从而提高材料的整体质量和性能[14]。

(3) 凝固装置的设计

凝固装置的有效设计对于在凝固过程中精确控制温度梯度和溶质流动至关重要。诸如分段温度控制和坩埚轴向旋转等创新技术,已被证明能够改善微观结构的均匀性并减少偏析[13]。

定向凝固过程通常在真空环境下进行。首先,将熔融的合金金属液体倒入陶瓷型壳中,并将陶瓷型壳放置在冷却板上。与冷却板接触的金属熔溶液层会迅速凝固,形成细小的晶粒组织。随着凝固过程的持续进行,冷却板上层为合金熔溶液体,下层为凝固组织。在持续的正向温度梯度作用下,<001>方向上的枝晶生长速度最快,因此与热流方向一致的<001>取向晶粒会优先长大。而与此晶向偏差较大的晶粒则会逐渐被淘汰,直至<001>取向的晶粒填满整个陶瓷型壳[15]。

2.2. 定向凝固影响因素

单晶高温合金的定向凝固过程受温度梯度(GL)、凝固速率(R)及其比值(GL/R)等参数的显著影响,这

些参数在决定材料的微观结构和力学性能方面发挥着关键作用。

(1) 温度梯度(GL)

较高的温度梯度对单晶高温合金的定向凝固具有积极影响，能够促进更精细的微观结构形成，并减少杂晶、小角度晶界、条纹晶和显微孔洞等微观缺陷，从而提升力学性能。许多学者的研究重点在于优化定向凝固技术，其根本目标是获得较大且稳定的温度梯度。因为温度梯度越大，晶粒越小，一次枝晶间距和二次枝晶间距也越小，这对于提升材料质量具有重大意义。

(2) 凝固速率(R)

凝固速率(即固液界面的推进速度)在单晶高温合金定向凝固过程中同样至关重要。提高凝固速率可以形成超细胞状结构，最小化一次枝晶臂间距和二次枝晶臂间距。最佳的抽拉速度与高温温度梯度相结合，能够产生优越的微观结构特征。图 1 为温度梯度和凝固速率对凝固界面结晶形式的影响示意[16]-[18]。

(3) GL 与 R 的比值

GL 与 R 的比值在定向凝固过程中尤为重要。平衡的比值能够优化凝固过程，形成理想的微观结构特征。不同的 GL/R 比值会产生不同的晶粒形态，例如，较小的比值会形成树枝状晶和等轴晶；随着比值增大，固液界面会出现胞状结构，从而形成胞状晶；当比值增大至某一临界值时，固液界面将变得非常平滑，进而形成平面结晶。需要注意的是，尽管较高的 GL 和 R 具有一定的优势，但过快的凝固速率可能引发热应力，从而导致潜在缺陷。因此，仔细平衡这些参数对于获得最佳材料性能至关重要。

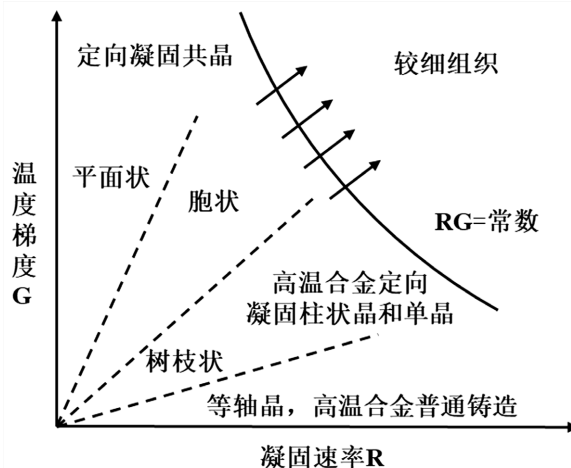


Figure 1. The effects of temperature gradient and solidification rate on the crystallization form of the solidification interface [16]-[18]

图 1. 温度梯度和凝固速率对凝固界面结晶形式的影响 [16]-[18]

2.3. 常见的定向凝固技术

现今，单晶高温合金的制备常用方法包括高速凝固法(HRS)和液态金属冷却法(LMC)。图 2 为高速凝固法和液态金属冷却法的示意图。

(1) 高速凝固法

单晶高温合金，尤其是通过高速凝固法制备的合金，因其优异的力学性能以及出色的抗蠕变和抗疲劳性能，在涡轮叶片等高温应用中具有重要意义。高速凝固法通过精确控制温度梯度和冷却速度，优化合金的凝固过程。然而，在制备复杂结构、含有难熔元素且体积较大的单晶合金时，随着凝固过程的推

进, 散热方式单一的问题逐渐显现, 温度梯度和凝固速率逐渐降低, 导致枝晶组织粗化、元素偏析严重, 甚至出现雀斑、杂晶等微观缺陷[20]。

此外, 定向凝固技术在高速凝固法中的应用进一步影响了枝晶微观结构的发展。研究表明, 较高的抽拉速度能够生成更精细的枝晶组织和更小的 γ 析出相, 这对于提升合金的力学性能至关重要[21]。然而, 凝固过程中面临的晶体学取向和微观偏析控制依然是技术挑战, 过大的偏差将直接影响合金的高温性能[22]。尽管高速凝固技术在提升合金性能方面表现优异, 但仍需应对微观结构控制及凝固裂纹等问题, 以进一步优化其在极端环境中的应用。

(2) 液态金属冷却法

液态金属冷却法(LMC)在制备结构复杂、含多种难熔元素的单晶高温合金时, 展现出优异的散热效果和微观组织优化能力[23]。与高速凝固法不同, LMC 通过将型壳直接浸入具有高导热系数和大热容量的液态金属池中, 实现更高效的热传导和热对流散热[24]。这种方法能够维持较大且稳定的温度梯度, 从而减少晶体缺陷, 细化枝晶结构, 降低元素偏析及孔洞的大小和体积分数[25]。LMC 法在高温梯度下能有效减小枝晶间距, 使得材料组织更加均匀, 并且在复杂几何形状的铸件上表现出良好的抗杂晶生成效果。

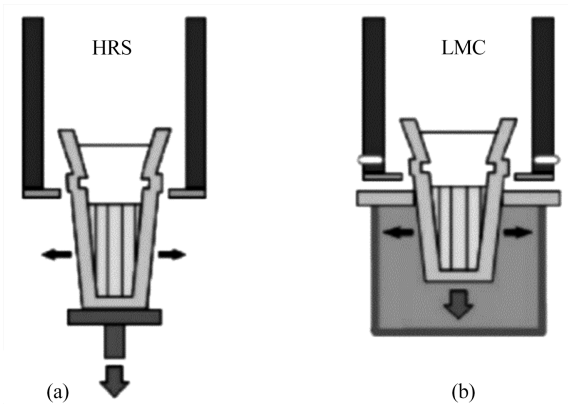


Figure 2. Directional solidification technology: (a) HRS; (b) LMC [19]

图 2. 定向凝固技术; (a) HRS; (b) LMC [19]

2.4. 单晶的制备方法

由于单晶由单一晶向的晶体组成, 在制备过程中需要淘汰与其晶向相差较大的晶体。目前常用的制备方法主要有籽晶法和螺旋选晶法[26]。

(1) 籽晶法

籽晶法是通过将具有特定取向的籽晶置于型壳底部, 向其中注入适度过热的金属熔液, 使籽晶部分熔化, 再通过控制固液界面的温度梯度和凝固速率, 从而获得与籽晶取向相同的晶体。这种方法常用于制备高质量的大尺寸单晶, 但在回熔区容易产生杂晶, 增加了工艺的复杂性。为提高晶体质量和取向控制, 常在籽晶法中结合几何设计优化, 如将籽晶嵌入螺旋选晶器结构中, 这一设计显著提高了单晶质量。通常, 籽晶法适用于制备特定二次取向的晶体, 但由于回熔区与型壳接触处可能生成与籽晶取向不同的杂晶, 使操作难度增加。

(2) 螺旋选晶法

螺旋选晶法在型壳设计上通过在铸件底部增设螺旋选晶器, 主要作用是确保取向为 $\langle 001 \rangle$ 方向或轻微

偏离该方向的晶粒通过通道进入选晶段[27]。螺旋段的限制作用仅允许取向为<001>方向的晶粒进入并占据整个区域，从而形成单晶铸件。这种方法效率较高，特别适用于快速铸造工艺，能够缩短制造周期，并在<001>方向上具有良好的选晶效果[28]。螺旋选晶器的几何参数优化，如起始块的高度和螺旋通道的设计，对晶粒的竞争和选择过程起到关键作用。研究表明，较小直径的起始块能够优化晶粒取向，减少杂晶生成。

从效率和质量角度来看，螺旋选晶法具有较高的生产效率，尤其在快速铸造工艺中表现优异[29][30]，而籽晶法更适合生产大尺寸、高质量的单晶，但操作复杂[31]。因此，在生产过程中，往往根据实际需求选择或结合这两种方法，以达到最佳的生产效果。图3为螺旋选晶法模拟示意图。

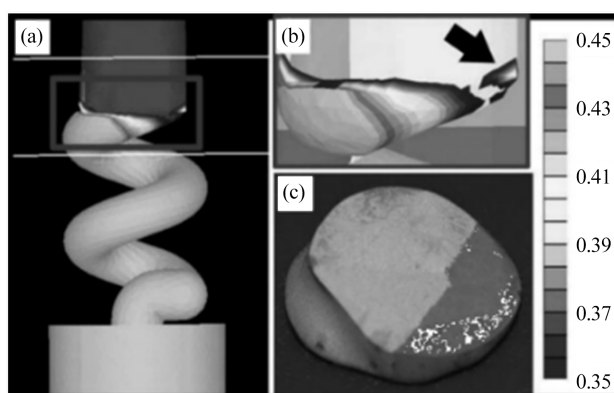


Figure 3. Spiral crystal selection simulation results [39]
图3. 螺旋选晶法模拟图[39]

3. 显微孔洞的形成机制及其影响因素

3.1. 显微孔洞对性能的影响

在单晶高温合金中，显微孔洞作为常见微观缺陷之一，对材料的多项性能，尤其是机械和热物理性能，具有显著影响。

以下将从机械性能、热物理性能及其他潜在性能影响的角度，详细探讨显微孔洞的作用机制及其影响。

3.1.1. 机械性能的影响

显微孔洞作为应力集中源，对单晶高温合金的强度、硬度和断裂韧性等机械性能产生负面影响，尤其在航空发动机和燃气轮机热端部件的应用中，其作用尤为关键。首先是强度，显微孔洞会导致应力分布不均，形成局部应力集中区域，从而削弱材料的有效承载面积，降低抗拉强度和屈服强度[32]。在高温环境下，孔洞加剧蠕变过程，降低材料的长期稳定性和使用寿命[33]。例如，在疲劳负荷下，孔洞成为裂纹萌生点，显著降低疲劳强度和寿命[32]。然后是硬度，孔洞引起的材料密度下降导致硬度分布不均，孔洞区域硬度降低[32]。这种不均匀性在高应力条件下可能导致抗形变能力的减弱，尤其在发动机叶片等复杂几何结构中，局部硬度下降可能引发磨损和材料破坏[32]。最后是断裂韧性，孔洞显著影响材料的断裂韧性，尤其在高温应力条件下，孔洞易成为裂纹萌生区，降低材料抵抗裂纹扩展的能力。在高温循环载荷下，孔洞的增长和合并加速裂纹扩展，导致脆性断裂，缩短叶片的服役寿命。

3.1.2. 热物理性能的影响

在高温条件下，显微孔洞不仅影响机械性能，还对材料的热物理性能产生重要影响。孔洞改变了热

传导路径和膨胀特性，进而影响整体性能。

(1) 导热系数

显微孔洞破坏了材料的连续性，降低热传导效率。孔洞中通常充满空气或气体，热导率显著低于基体材料，导致热量传输受阻。当孔洞分布密集时，材料的整体导热系数显著下降，可能引发局部过热，导致热疲劳和失效。

(2) 热膨胀系数

显微孔洞会导致热膨胀系数的异常变化，尤其在复杂应力场中，孔洞周围的应力集中效应加剧。这种效应在高温加热过程中可能导致局部变形或裂纹的形成，从而影响材料的热膨胀行为，特别是在要求精确尺寸稳定性的部件中至关重要[34]。

3.1.3. 显微孔洞的分类

显微孔洞可能影响材料的导电性能，尤其是在高电导率要求较高的应用中。孔洞会导致局部电阻增加，影响整体电导率。此外，孔洞引发的应力集中和化学不均匀性可能加速电化学腐蚀，从而影响材料的电性能。例如，立方氧化锆(ZrO_2)中的点缺陷被证明会同时影响其电学和光学性能，反映了结构缺陷与性能之间的复杂关系[35]。

显微孔洞是单晶高温合金中的常见缺陷，尤其在定向凝固过程中，虽然宏观孔洞得到显著减少，但微观孔洞仍难以完全消除。这些孔洞通常是疲劳和断裂的潜在源头，对材料的力学性能造成严重不利影响。根据其形成机制，显微孔洞可分为铸态微孔、固溶微孔和蠕变微孔三类。

(1) 铸态微孔

铸态微孔根据其成因可进一步细分为缩松、缩孔和气孔。缩松是由于合金凝固过程中，金属液无法及时补充，导致枝晶间隙中的液态金属无法完全充填，从而形成微孔。缩孔则因一次枝晶的生长阻碍了合金液的流动，导致枝晶间隙中的液体无法得到充分补充，形成更大的孔洞。气孔主要来源于合金液中溶解气体的析出，型壳在高温下释放气体，或合金液中产生化学反应气体[36]。

(2) 固溶微孔

固溶微孔是在固溶热处理过程中，由于合金元素的扩散以及局部区域体积收缩而形成。若热处理过程中温度控制不当，也可能导致固溶微孔的产生。这种微孔对材料的蠕变性能和疲劳寿命有明显的负面影响，优化固溶工艺可以有效减少此类缺陷的产生[36]。

(3) 蠕变微孔

蠕变微孔主要在材料长期服役期间，由蠕变应力引发。其孔洞的大小与蠕变温度和时间密切相关。随着蠕变应力的持续作用，材料内部逐渐生成孔洞并不断扩展，最终导致材料在高温下的失效。

尽管定向凝固技术能够显著减少宏观孔洞，但微观孔洞的形成仍然是高温合金面临的主要挑战之一。未来研究可以通过改进工艺条件、优化铸造参数以及开发新型合金材料，进一步减少微孔的生成。

3.2. 固溶微孔的形成机制和影响因素

3.2.1. 在共晶 - 基体界面上由非可视化裂纹演化而来的孔洞

在 Xiao-Dai Yue 等[19]的研究中，他们对新一代单晶高温合金进行了不同温度、不同加热时间的均质化固溶处理，其中包括在 1328°C 下分别加热 2 h、6 h、9 h，以及在 1350°C 下加热 2 h、6 h、9 h。在单晶高温合金的凝固过程中，枝晶比枝晶间区域更早凝固。因此，共晶组织和基体间会存在未被压紧的部分。在进行均质化处理前，均未在合金上发现裂状型孔隙。但在 1328°C 加热处理 2 小时后，在基体和共晶组织界面上发现较小的孔隙，且随着加热时间的增长，孔隙逐渐变大，并且孔隙距共晶组织的距离越来越远，但在基体和共晶界面上没有孔隙的形成。这说明在合金的铸态时，在基体和共晶组织之间存在

不可见孔隙，这些孔隙随着均质化时间的累计离共晶组织越来越远，孔径越来越大，在均质化处理的过程中演变为可见孔洞。

3.2.2. 由初熔演变而来的孔洞

当单晶高温合金含有大量难熔元素时，产生高强度元素偏析的几率会显著提高。与此同时， γ' 的溶液温度、固相温度和液相温度都会有明显差异。在这种情况下，如果将铸态合金保持在略高于铸态合金枝晶间固相温度，但低于均质合金初熔点的温度，就会发生初熔现象。首先，初期融化发生；随后，低熔点元素从枝晶间向枝晶扩散，难熔元素沿相反方向扩散。若初熔现象严重，液态熔池将会崩塌，由此形成孔洞。随着固溶过程的进行，枝晶间固相温度逐渐升高，因此，熔化区域被重新凝固，并逐渐转变为与基体相同的组织[1]。

3.2.3. 由柯肯达尔效应造成的显微孔洞

由柯肯达尔效应引起的显微孔洞是最为常见且被研究最多的一类孔洞。其主要原因是各个难熔元素的扩散系数不同，导致空缺从而生成显微孔洞。在固溶过程中，在不同的扩散方向上分别有两类扩散元素，W、Re、Cr和Co是由枝晶向枝晶间扩散，Al、Nb和Ta是由枝晶间向枝晶扩散。但是由于前者的扩散系数远远低于后者元素，因此这是一种非平衡扩散。枝晶间始终会有大量的空隙，而这些孔隙的逐渐累积便形成了显微孔洞[37]。图4为柯肯达尔效应的微观动态图。

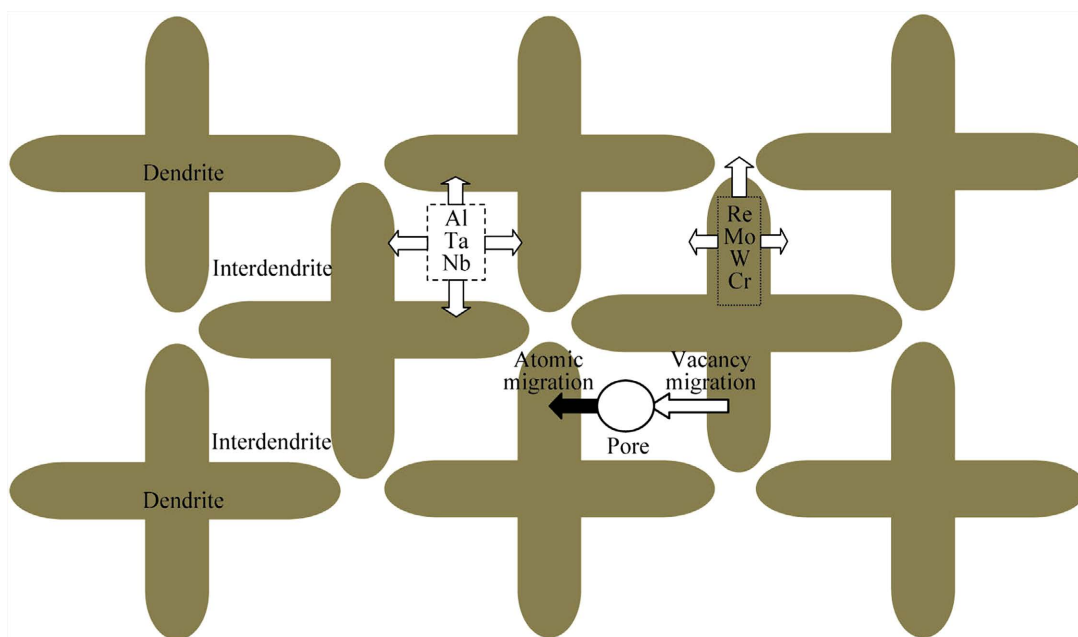


Figure 4. Microscopic dynamics of Kirkendal effect

图4. 柯肯达尔效应微观动态图

3.2.4. 固溶微孔的影响因素

(1) 热处理的时间

在固溶热处理开始时，依据上述的柯肯达尔效应，Al元素在扩散中起到主要作用，而其他难熔元素由于扩散系数过低，在枝晶间隙会有大量空隙聚集，这些孔隙汇集在一起形成固溶孔洞。随着固溶处理的继续，Al元素等扩散系数高的元素浓度迅速达到枝晶间隙和枝晶之间的平衡态。随后，扩散系数低的难熔元素在扩散中开始占主导地位，因此，之前形成的孔洞逐渐被填满，固溶孔洞开始减少。

(2) 枝晶间的精细度

枝晶间的精细度越低,意味着枝晶间距越大,此时元素之间的扩散距离便越长;反之,枝晶间距越小的合金,其枝晶间隙和枝晶间的元素浓度能够以更快的速度达到平衡。依据上述提到的扩散机理,难熔元素也可以更快的速率将之前留下的孔洞占满。总之,枝晶间距越小,扩散速率越快,固溶孔的体积分数越小,元素偏析含量也越低。

3.3. 铸态孔洞的形成机制和影响因素

3.3.1. 形成机制

铸态孔的形成机制在黄敏等人[18]之前的研究中进行过完整总结,其主要包括固缩微孔和气孔。固缩微孔主要是在定向凝固过程中,最先形成的枝晶干不断相互连接,导致枝晶之间的残余液相形成近乎封闭的液态池。而在这些液态金属凝固过程中,会不断引起体积收缩,使得凝固的液态金属得不到补充,进而形成固缩微孔[38]。一般来说,这种固缩微孔会呈现出无规则形状。与此同时,在定向凝固过程中,合金液会溶解一小部分气体从而形成气孔,一般这些气孔呈规则球状[39],如图5所示。

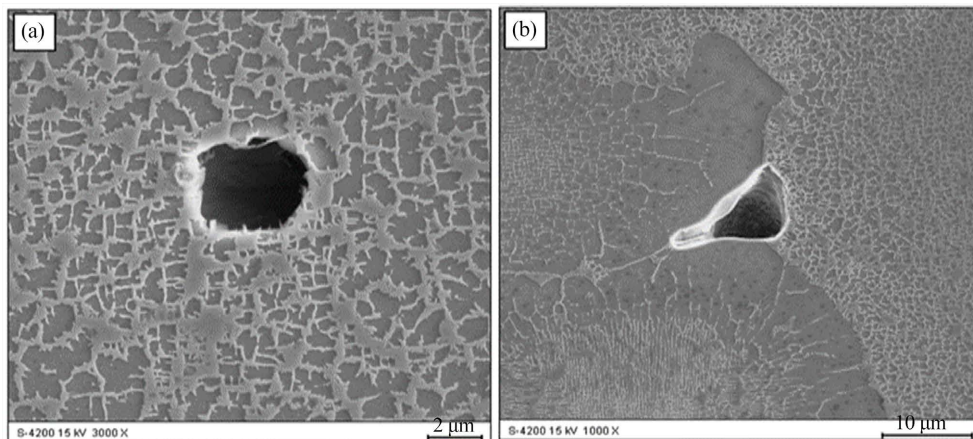


Figure 5. (a) Stomata; (b) solid micropores [39]

图 5. (a) 气孔; (b) 固缩微孔[39]

3.3.2. 影响因素

根据达西准则以及一系列的公式推导,糊状区的压力降 ΔP^* , 可以表示为:

$$\Delta P^* = \frac{24\mu\beta'n\tau^3}{\rho_L g} \left(\frac{\Delta T}{G} \right)^2 \left(\frac{df_s}{dt} \right) \quad (1)$$

式中: μ 是枝晶间液体的黏度; β' 是凝固收缩系数; n 是单位面积枝晶间通道的个数,可近似为单位面积的枝晶个数,与一次枝晶间距成反比; τ 是枝晶的曲折程度,枝晶分支越复杂,曲折程度越大; ρ_L 是液相密度; g 是重力加速度,为常数; ΔT 是凝固温度区间,由 DSC 实验测得; G 是糊状区的温度梯度; df_s/dt 是凝固末期的平均凝固速率。一般来说,糊状区的压力降越大,孔洞的体积分数越大,因此,糊状区的压力降也被称作显微孔洞指数。根据相关研究指出,影响压力降的主要参数分别是温度梯度、枝晶间的通道个数以及枝晶间的曲折程度。由上式可知,温度梯度越大,压力降越小,形成的铸态孔越少。在影响枝晶间距的因素中,最有效的就是控制抽拉速率。在刘林、杨文超的研究中提到[40]-[42],枝晶间距的数量随抽拉速率的提高先降低后增加,显微孔洞的数量随抽拉速率的升高先减少后增加,并在抽拉速率为 $125 \mu\text{m/s}$ 时达到最小值。其变化趋势如图 6 所示。

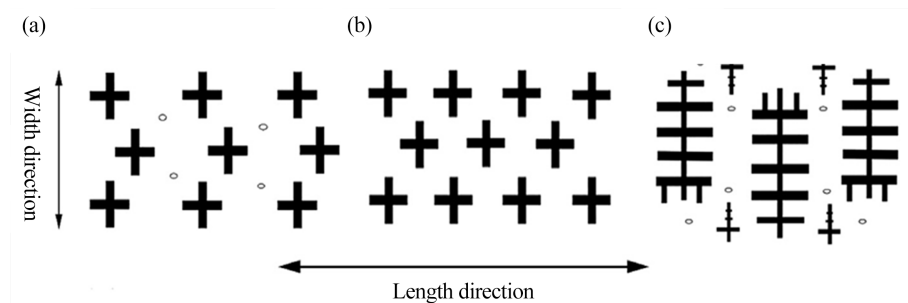


Figure 6. Variation of dendrite spacing and micropores with the pulping rate; (a) The pull-out rate is less than $100 \mu\text{m/s}$; (b) The pull-out rate is between $100 \mu\text{m/s}$ and $125 \mu\text{m/s}$; (c) A pull-out rate greater than $150 \mu\text{m/s}$

图 6. 枝晶间距和显微孔洞随抽拉速率的变化图。(a)的抽拉速率小于 $100 \mu\text{m/s}$; (b)的抽拉速率在 $100 \mu\text{m/s} \sim 125 \mu\text{m/s}$ 之间; (c)的抽拉速率大于 $150 \mu\text{m/s}$

而枝晶结构在确定凝固过程中液体的流动方面至关重要。枝晶错综复杂的分支会限制液体的移动，导致微液池中液体的流动性变差。此外，枝晶间的曲折程度越高，微液池中用于补充合金液体的通道就越窄，在微液池中补充合金液体就越困难，凝固缩孔的含量也就越高[43]。

4. 单晶高温合金性能优化策略

4.1. 凝固参数优化

(1) 温度梯度控制

温度梯度是单晶高温合金凝固过程中显微结构与力学性能优化的关键因素。通过精确控制温度梯度，能够有效抑制杂晶的生成、细化枝晶结构，并减少微孔等缺陷，从而显著提升合金的综合性能。为此，现代定向凝固设备通常采用高效的加热与冷却系统，确保温度梯度的稳定性和均匀性[44]。例如，液态金属冷却技术能够通过精确调节温度分布，优化温度梯度，从而改善合金的微观结构及性能[44]。研究表明高温度梯度可以消除籽晶原始组织对一次枝晶间距的影响，抑制籽晶回熔区杂晶的形成[45]。图 7 所示为温度梯度对单晶初始凝固阶段一次枝晶间距的影响。

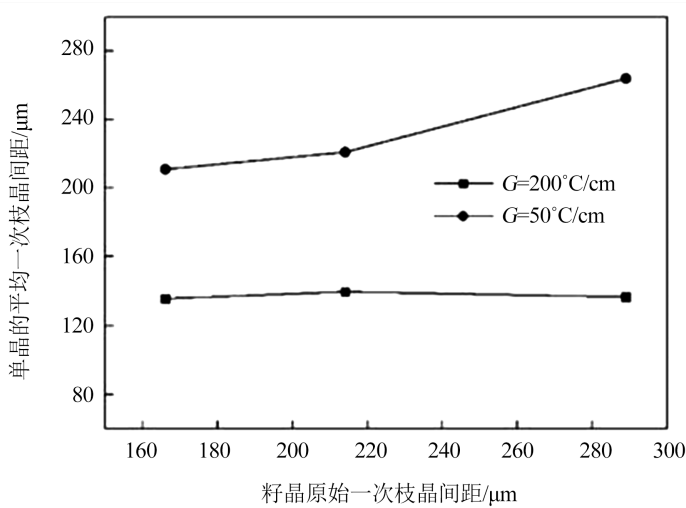


Figure 7. Effect of temperature gradient on primary dendrite spacing at initial solidification stage [45]

图 7. 温度梯度对单晶初始凝固阶段一次枝晶间距的影响[45]

在工艺参数方面,提高模具拔出速度可有效减小温度梯度,进而影响凝固速度及显微结构的均匀性。此外,成核过程及合金与模具之间的热传导系数也是重要的调整参数,它们对晶粒生长及凝固特性具有显著影响[46]。模拟与实验研究表明,综合模拟模型能够为温度场和晶粒生长的优化提供有效指导,实验验证也进一步证明了温度梯度在显微结构演变中的重要作用[47]。

然而,优化温度梯度的过程中需注意可能引发的潜在问题。例如,在某些情况下,过大的温度梯度可能增加凝固开裂的敏感性。因此,实际操作中应综合考虑各种工艺参数,以实现最佳温度分布,从而最大化合金的性能。

(2) 凝固速度调节

凝固速度的调节对单晶高温合金的微观结构和性能具有重要影响。合理的凝固速度有助于减少元素偏析和热应力,进而促使更加均匀的微观结构形成。对于一些高性能单晶合金,适当的凝固速度不仅能优化组织结构,还能显著提高合金的强度与韧性。在实际生产过程中,通过精确控制抽拉速度、加热速度和冷却速率等工艺参数,可以有效调节凝固速度,从而在不降低生产效率的前提下,优化合金的最终性能[48]。

4.2. 热处理工艺改进

(1) 固溶热处理优化

固溶热处理是优化单晶高温合金微观结构和性能的关键工艺步骤。通过精确调节固溶温度、处理时间及冷却速率,可以显著改善合金的晶粒组织以及强化相的分布[48]。在固溶处理过程中,固溶微孔的形成机制需要特别关注。研究表明,固溶温度与时间的选择直接影响元素扩散速率及其在基体中的分布,进而影响合金的性能。此外,适当提高固溶温度可以加速原子扩散,但若温度过高,则可能导致晶粒长大,进而降低合金的强度。因此,温度范围的精确控制对于优化合金性能至关重要。冷却速率方面,适中的冷却速率有助于抑制有害相的析出,但过快的冷却速率则可能引发热应力,因此必须综合考虑合金成分和生产工艺,以确定最佳的冷却速率。

(2) 时效热处理调整

时效热处理通过调控析出相的尺寸、形态和分布,进一步增强单晶高温合金的性能。适当调整时效温度和处理时间,可显著提高合金的强度和硬度。研究发现,延长时效时间有助于析出相的均匀分布,这对于提高沉淀强化效果至关重要。然而,时效温度对析出相的形态及尺寸影响较大。较低的时效温度有助于细小且均匀析出相的形成,这些析出相能够显著提升合金的强度和抗蠕变性能;而较高的时效温度则可能导致析出相的粗化,从而降低合金的高温性能。因此,合理选择时效温度范围和控制时效时间是优化单晶高温合金性能的重要手段。在实际生产中,根据合金成分和具体应用需求,时效工艺需精确设计,以确保析出相的均匀性和稳定性。例如,结合阶梯加热与连续加热的工艺已被证明能够改善微观结构,并减少孔隙,从而提升合金的耐用性[49]。

4.3. 合金成分设计

(1) 元素选择与优化

单晶高温合金的合金元素选择和优化对其机械性能及高温稳定性至关重要。耐火元素如铼(Re)和钨(W)通过固溶强化以及稳定相的形成,显著提高了合金的高温强度和蠕变抗性。铝(Al)和钛(Ti)则通过调节 γ 相的体积分数,影响合金的强度和热稳定性。此外,微量元素如硼(B)和锆(Zr)通过改善晶界性能,降低晶界能量并抑制裂纹扩展,从而提升抗疲劳性能[50]。在工艺优化方面,通过优化制造技术能够减少树枝晶分离,改善微观结构的稳定性,并最大限度地减少不良析出物[51]。例如,采用双模态微观结构的创

新方法,如快速淬火技术,可以增强超细 γ 颗粒的稳定性,进而提升材料在不同温度下的综合性能[52]。

(2) 成分均匀性控制

单晶高温合金中组分的均匀性控制对于优化其机械性能具有重要意义,尤其是在熔炼和凝固过程中,减少元素偏析至关重要。真空感应熔炼(VIM)和真空电弧重熔(VAR)等熔炼技术能够有效减少合金中的污染物,并更精确地控制合金成分,从而降低微观偏析的发生[53]。其中,VAR通过重熔过程进一步精炼合金,有助于成分均匀化并减少夹杂物[53]。在凝固过程中,较大的温度梯度可显著减少树枝晶间的元素偏析,从而提高合金的均匀性[54]。同时,优化的凝固速率有助于元素的均匀分布,避免较慢凝固速率导致的偏析[55]。此外,施加纵向磁场(LMF)能够通过增加初级树枝晶的间距,减少宏观偏析,进一步稳定凝固过程[55]。尽管这些技术已有效改善合金的均匀性,但在复杂的多组分体系中,溶质间的相互作用仍可能导致局部偏析,因此,完全实现合金的同质性仍然面临一定的挑战[55]。

单晶高温合金的性能优化是一个系统的工程,涉及凝固参数、热处理工艺、合金成分等多个方面。通过精确控制温度梯度、凝固速度、固溶与时效热处理工艺,以及优化合金成分设计,能够显著提升单晶高温合金的力学性能和高温稳定性。未来的研究应进一步聚焦于新型成分设计、更加精确的热处理控制技术以及高效的生产工艺,以实现单晶高温合金在极端条件下的优异性能。

5. 展望

5.1. 新型制备技术探索

(1) 增材制造技术应用

增材制造(AM)技术,尤其是选择性激光熔化(SLM)和电子束熔化(EBM),在单晶高温合金的制备中展现出显著潜力。与传统制造方法相比,增材制造能够实现复杂几何形状的近净成形,减少材料浪费,并降低生产成本。此外,AM技术的逐层制造方式还支持快速原型设计和定制化应用,特别适用于高性能航空航天零部件的制备。

未来的研究方向应深入探讨增材制造工艺与单晶合金生长机制之间的关系,开发更加精细的工艺参数和后处理方法,以提高零件的力学性能和可靠性。这将有助于克服当前增材制造技术在单晶高温合金制备中的限制,推动其在高性能应用中的广泛使用。

(2) 微重力凝固技术研究

微重力凝固技术在单晶高温合金的制备中展现出显著优势,尤其是在提高微观结构均匀性和性能方面。微重力环境能够最大限度地减少由重力引起的对流和元素偏析,使枝晶生长更加可控。具体来说,微重力条件抑制了横向枝晶的生长,促进了更为均匀的轴向生长,形成更加纤细的枝晶结构,同时次级枝晶臂间距(SDAS)显著缩小,从而提升了材料的机械性能[56]。

5.2. 显微孔洞形成机制深化

(1) 多尺度模拟研究

微观孔洞形成机制的研究通过多尺度模拟方法得到了深入的理解,这一方法有效结合了原子尺度、微观尺度和宏观尺度的不同视角。首先,在原子尺度上,分子动力学模拟揭示了局部应力集中导致位错的产生,这是微孔发育的关键因素[57],同时,原子间的扩散行为与相互作用为理解微孔形核提供了基础[57]。尽管这些模拟方法为理解微孔形成提供了强有力的工具,但在提高模型的准确性和可靠性方面仍存在挑战,未来的研究需进一步优化这些模型,以更好地指导实验研究和工程应用。

(2) 原位表征技术应用

原位表征技术(如原位SEM、XRD和中子衍射)在研究单晶高温合金的微观结构演化和微孔形成过程

中发挥了重要作用。这些技术能够提供实时的洞察,揭示枝晶生长、孔洞形核及相变等关键现象,对于优化材料性能至关重要。通过原位 SEM,可以直接观察凝固过程中的枝晶生长和孔洞形核,获取微观结构变化的动态数据,并将其与材料的机械性能关联起来[58]。原位 XRD 则可实时监测相变和应力演变,帮助揭示微孔形成与这些变化之间的关系,同时对应力腐蚀与孔洞生长的机制提供了宝贵的见解,有助于开发抑制孔洞粗化的策略[59]。然而,当前这些技术面临着空间和时间分辨率的限制以及实验条件的约束[60],未来的研究应着眼于提高分辨率,并结合先进的数据分析方法,以实现微观过程的更全面理解[61]。

综上所述,单晶高温合金的研究在制备技术、显微孔洞控制等方面仍面临诸多挑战和机遇。通过不断深入研究和创新,有望进一步提高单晶高温合金的性能,拓展其应用领域,为航空航天等高温领域的发展提供更强大的材料支撑。

基金项目

国家自然科学基金(5210011310);陕西省自然科学基金计划(2021JM-403);陕西省教育厅科研计划(21JC027);西安市科技计划(2020KJRC0100),西安市科技计划项目——高校院所科技人员服务企业项目(24XGFW0073)。

参考文献

- [1] 姜文,姚卫星,王英玉. 铸件中显微孔洞特征及其对疲劳寿命影响的研究进展[J]. 航空工程进展, 2019, 10(4): 445, 455, 486.
- [2] Cervellon, A., Hémerly, S., Kürnstener, P., Gault, B., Kontis, P. and Cormier, J. (2020) Crack Initiation Mechanisms during Very High Cycle Fatigue of Ni-Based Single Crystal Superalloys at High Temperature. *Acta Materialia*, **188**, 131-144. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.02.012>
- [3] Rutttert, B., Meid, C., Mujica Roncery, L., Lopez-Galilea, I., Bartsch, M. and Theisen, W. (2018) Effect of Porosity and Eutectics on the High-Temperature Low-Cycle Fatigue Performance of a Nickel-Base Single-Crystal Superalloy. *Scripta Materialia*, **155**, 139-143. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.06.036>
- [4] Han, G., Zhang, Z., Li, J., Jin, T., Sun, X. and Hu, Z. (2013) High Cycle Fatigue Behavior of a Nickel—Based Single Crystal Superalloy DD98M at 900°C. *Acta Metallurgica Sinica*, **48**, 170-175. <https://doi.org/10.3724/sp.j.1037.2011.00433>
- [5] Bortoluci Ormastroni, L.M., Mataveli Suave, L., Cervellon, A., Villechaise, P. and Cormier, J. (2020) LCF, HCF and VHCF Life Sensitivity to Solution Heat Treatment of a Third-Generation Ni-Based Single Crystal Superalloy. *International Journal of Fatigue*, **130**, Article ID: 105247. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.105247>
- [6] Cervellon, A., Cormier, J., Mauget, F. and Hervier, Z. (2017) VHCF Life Evolution after Microstructure Degradation of a Ni-Based Single Crystal Superalloy. *International Journal of Fatigue*, **104**, 251-262. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.07.021>
- [7] Hong, H.U., Choi, B.G., Kim, I.S., Yoo, Y.S. and Jo, C.Y. (2011) Characterization of Deformation Mechanisms during Low Cycle Fatigue of a Single Crystal Nickel-Based Superalloy. *Journal of Materials Science*, **46**, 5245-5251. <https://doi.org/10.1007/s10853-011-5462-3>
- [8] Jiang, R., Bull, D.J., Evangelou, A., Harte, A., Pierron, F., Sinclair, I., et al. (2018) Strain Accumulation and Fatigue Crack Initiation at Pores and Carbides in a SX Superalloy at Room Temperature. *International Journal of Fatigue*, **114**, 22-33. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.05.003>
- [9] Liu, Y., Kang, M., Wu, Y., Wang, M., Gao, H. and Wang, J. (2017) Effects of Microporosity and Precipitates on the Cracking Behavior in Polycrystalline Superalloy Inconel 718. *Materials Characterization*, **132**, 175-186. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.08.012>
- [10] Chen, Q.Z., Jones, N. and Knowles, D.M. (2002) The Microstructures of Base/Modified RR2072 SX Superalloys and Their Effects on Creep Properties at Elevated Temperatures. *Acta Materialia*, **50**, 1095-1112. [https://doi.org/10.1016/s1359-6454\(01\)00410-4](https://doi.org/10.1016/s1359-6454(01)00410-4)
- [11] MacLachlan, D.W. and Knowles, D.M. (2001) Modelling and Prediction of the Stress Rupture Behaviour of Single Crystal Superalloys. *Materials Science and Engineering: A*, **302**, 275-285. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(00\)01829-3](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(00)01829-3)

- [12] Yi, J.Z., Torbet, C.J., Feng, Q., Pollock, T.M. and Jones, J.W. (2007) Ultrasonic Fatigue of a Single Crystal Ni-Base Superalloy at 1000°C. *Materials Science and Engineering: A*, **443**, 142-149. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.08.028>
- [13] Bogno, A.A., Valloton, J., Rappaz, M., Qureshi, A. and Henein, H. (2024) Tailored Solidification Microstructures for Innovative Use of High-Density Materials in Lightweight Products. *Journal of Alloys and Metallurgical Systems*, **5**, Article ID: 100061. <https://doi.org/10.1016/j.jalmes.2024.100061>
- [14] Hu, N., Huang, Y., Wang, K., Hu, W., Chen, J. and Deng, H. (2022) Solidification of Undercooled Liquid under Supergravity Field by Phase-Field Crystal Approach. *Metals*, **12**, Article 232. <https://doi.org/10.3390/met12020232>
- [15] 周伟, 刘林, 介子奇, 等. 硼对 K4169 高温合金流动性及缩松的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2014, 43(12): 3082-3088.
- [16] 黄乾尧, 李汉康. 高温合金[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000.
- [17] 胡汉起. 金属凝固原理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2010.
- [18] 黄敏, 张功, 王栋, 等. 复杂镍基单晶铸件显微孔洞的形成机理[J]. 材料工程, 2020, 48(2): 123-132.
- [19] 邹碧康. 服役破损叶片顶端磨损区域的曲面重构技术研究[D]: [硕士学位论文]. 武汉: 华中科技大学, 2017.
- [20] 刘林, 张军, 沈军, 等. 高温合金定向凝固技术研究进展[J]. 中国材料进展, 2010, 29(7): 1-9.
- [21] Xue, Y., Wang, X., Zhao, J., Shi, Z., Liu, S. and Li, J. (2023) Effect of Withdrawal Rate on Solidification Microstructures of DD9 Single Crystal Turbine Blade. *Materials*, **16**, Article 3409. <https://doi.org/10.3390/ma16093409>
- [22] Jeong, J.J., Lee, H., Yun, D.W., Jeong, H.W., Yoo, Y., Seo, S., et al. (2023) Analysis of a Single Crystal Solidification Process of an Ni-Based Superalloy Using a CAFE Model. *Korean Journal of Metals and Materials*, **61**, 126-136. <https://doi.org/10.3365/kjmm.2023.61.2.126>
- [23] Zhang, X., He, Y., Zhao, S., Ding, H. and Hu, Y. (2023) Innovative Liquid Metal Strategy for Real-Time Thermal Control in Additive Manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*, **322**, Article ID: 118166. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2023.118166>
- [24] 南晓斌, 材料工程. Pt 元素扩散行为对 DD5 单晶高温合金组织和性能的影响[D]: [硕士学位论文]. 太原: 太原理工大学, 2022.
- [25] 王雷, 奚运涛, 王世清, 等. TWIP 钢在高温 ECAP 过程中的微观组织及孪晶行为研究[J]. 材料导报, 2018, 32(z1): 432-438.
- [26] 殷克勤. 我国航空涡轮高温材料及工艺进展[J]. 材料工程, 1997(9): 3-5, 12.
- [27] 杜旭博. 涡轮叶片孔槽结构的气膜冷却特性研究[D]: [硕士学位论文]. 天津: 中国民航大学, 2020.
- [28] Wang, B., Zeng, L. and Li, J. (2022) A Geometry Optimization of Spiral Grain Selector during Directional Solidification of Nickel-Based Superalloy. *Crystal Research and Technology*, **57**, Article ID: 2100257. <https://doi.org/10.1002/crat.202100257>
- [29] Zhang, H. and Xu, Q. (2017) Simulation and Experimental Studies on Grain Selection and Structure Design of the Spiral Selector for Casting Single Crystal Ni-Based Superalloy. *Materials*, **10**, Article 1236. <https://doi.org/10.3390/ma10111236>
- [30] Dai, H.J., D'Souza, N. and Dong, H.B. (2011) Grain Selection in Spiral Selectors during Investment Casting of Single-Crystal Turbine Blades: Part I. Experimental Investigation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **42**, 3430-3438. <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0760-6>
- [31] (2018) Novel Seed Crystal Paving Method during Cast Single Crystal Production. <https://eureka.patsnap.com/patent-CN108754598A>
- [32] Zheng, M., Bian, Z., Qu, D., Zhang, S., Ren, X., Chen, W., et al. (2024) Void-induced Mechanisms in Tensile Behavior of Nickel-Based Single Crystal Superalloys. *Physica Scripta*, **99**, Article ID: 095947. <https://doi.org/10.1088/1402-4896/ad6bff>
- [33] Zhang, S. and Meng, L. (2012) Single Crystal Alloy on the Creep Behavior of Holes in Three-Dimensional Finite Element Simulation. *Advanced Materials Research*, **462**, 61-64. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.462.61>
- [34] Sato, Y. and Taira, T. (2022) Comprehensive Thermal Parameters of YAG Single Crystal from 160 K to 500 K. *Optica Advanced Photonics Congress 2022*, Barcelona, 11-15 December 2022. <https://doi.org/10.1364/assl.2022.ath1a.8>
- [35] Boujnah, M., Ennaceri, H., El Kenz, A., Benyoussef, A., Chavira, E., Loulidi, M., et al. (2020) The Impact of Point Defects on the Optical and Electrical Properties of Cubic ZrO₂. *Journal of Computational Electronics*, **19**, 940-946. <https://doi.org/10.1007/s10825-020-01520-7>
- [36] Wang, B., Zeng, L., Xia, M., Ren, N. and Li, J. (2022) Substrate Stimulating Technique for Ni-Based Single Crystal Superalloy Preparation during Direction Solidification. *Materials & Design*, **224**, Article ID: 111334. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.111334>

- [37] 张卫国, 刘林, 赵新宝, 等. 定向凝固高温合金的研究进展[J]. 铸造, 2009, 58(1): 1-6.
- [38] Miller, J.D. (2011) Heat Extraction and Dendritic Growth during Directional Solidification of Single-Crystal Nickel-base Superalloys. <http://deepblue.lib.umich.edu/handle/2027.42/84495>
- [39] 王安东, 马亚硕, 施轶超, 等. 热处理对低 Re 镍基单晶高温合金组织的影响[J]. 热加工工艺, 2020, 49(12): 113-118.
- [40] 葛丙明, 刘林, 张胜霞, 等. 抽拉速率对定向凝固叶片状 DZ125 高温合金微观组织的影响[J]. 金属学报, 2011, 47(11): 1470-1476.
- [41] 刘刚, 刘林, 赵新宝, 等. 一种镍基单晶高温合金的高温度梯度定向凝固组织及枝晶偏析[J]. 金属学报, 2010, 46(1): 77-83.
- [42] 杨初斌, 刘林, 赵新宝, 等. <001>和<011>取向 DD407 单晶高温合金枝晶间距和微观偏析[J]. 金属学报, 2011, 47(10): 1246-1250.
- [43] Domeij, B. and Diószegi, A. (2024) A Review of Dendritic Austenite in Cast Irons. *International Journal of Metalcasting*, **18**, 1968-1981. <https://doi.org/10.1007/s40962-023-01239-8>
- [44] Szeliga, D. (2018) Effect of Processing Parameters and Shape of Blade on the Solidification of Single-Crystal CMSX-4 Ni-Based Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions B*, **49**, 2550-2570. <https://doi.org/10.1007/s11663-018-1347-z>
- [45] 刘晓功, 饶洋, 刘培元, 等. 温度梯度对籽晶法制备镍基单晶高温合金 DD6 凝固组织的影响[J]. 铸造, 2022, 71(4): 415-419.
- [46] Torfeh, M., Mirbagheri, S.M.H., Nakhodchi, S. and Aghazadeh Mohandesi, J. (2021) Experimental and Numerical Analysis of Microstructure and High-Temperature Tensile Behavior of a Directionally Solidified Superalloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **30**, 862-875. <https://doi.org/10.1007/s11665-020-05383-8>
- [47] Liang, X., Bos, C., Hermans, M. and Richardson, I. (2023) Influence of the Temperature Gradient and the Pulling Velocity on Solidification Cracking Susceptibility during Welding: A Phase Field Study. *Materials & Design*, **235**, Article ID: 112424. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.112424>
- [48] Li, J., Qiao, D., Li, J., Luo, X., Peng, P., Yan, X., *et al.* (2024) Effects of Cooling Rate on Microstructure and Microhardness of Directionally Solidified Galvalume Alloy. *China Foundry*, **21**, 213-220. <https://doi.org/10.1007/s41230-024-3093-y>
- [49] Song, Y., Fan, J., Li, J., Yang, H., Yuan, R., Yu, J., *et al.* (2024) New Insights into the Optimisation of the Solution Heat Treatment Process and Properties of CMSX-4 Superalloys. *Materials Science and Engineering: A*, **890**, Article ID: 145947. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145947>
- [50] Lin, Y., Yu, W., Wang, G., Li, Z., Jiang, Y., Feng, J., *et al.* (2024) Exploring the Effect of Alloying Elements on the Thermoelasticity and Strength of Bcc Fe-Based Alloys by First-Principles Phonon Calculations. *Journal of Materials Research and Technology*, **30**, 954-965. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.03.101>
- [51] Yue, X.D., Wang, R., Zhao, J.Q., Shi, Z.X., Yang, W.P. and Li, J.R. (2023) Process Optimization Method for Inhibiting TCP Precipitation in a Nickel-Based Single Crystal Superalloy with High Refractory Element Content. *Journal of Physics: Conference Series*, **2639**, Article ID: 012018. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2639/1/012018>
- [52] Xia, W., Zhao, X., Wang, J., Yue, Q., Cheng, Y., Kong, L., *et al.* (2023) New Strategy to Improve the Overall Performance of Single-Crystal Superalloys by Designing a Bimodal γ' Precipitation Microstructure. *Acta Materialia*, **257**, Article ID: 119200. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.119200>
- [53] Wang, Y., Zhang, X., Tian, H., Hao, L., Tian, Z., Meng, J., *et al.* (2024) Effect of Purity on Solidification Structure and Micro-Segregation in a Nickel-Based Single Crystal Superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, **999**, 174929. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.174929>
- [54] Okugawa, M., Saito, K., Yoshima, H., Sawaizumi, K., Nomoto, S., Watanabe, M., *et al.* (2024) Solute Segregation in a Rapidly Solidified Hastelloy-X Ni-Based Superalloy during Laser Powder Bed Fusion Investigated by Phase-Field and Computational Thermal-Fluid Dynamics Simulations. *Additive Manufacturing*, **84**, Article ID: 104079. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2024.104079>
- [55] Zhang, C., Zhou, Y., Shen, C., Ren, W., Yuan, X., Ding, B., *et al.* (2024) Effects of Longitudinal Magnetic Field on Primary Dendrite Spacing and Segregation of Directionally Solidified Single Crystal Superalloy. *Progress in Natural Science: Materials International*, **34**, 26-36. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2024.01.007>
- [56] Roósz, A., Rónaföldi, A., Li, Y., Manginck-Noël, N., Zimmermann, G., Nguyen-Thi, H., *et al.* (2022) Influence of Solidification Parameters on the Amount of Eutectic and Secondary Arm Spacing of Al-7wt% Si Alloy Solidified under Microgravity. *Crystals*, **12**, Article 414. <https://doi.org/10.3390/cryst12030414>
- [57] Che, J., Shi, G., Meng, S., Zou, C., Yao, D. and Cao, G. (2023) Molecular Dynamics Simulation and Experimental Study on Formation Mechanism of Micro-Hole and Cracks in Nano-Imprinting Diamond. *Proceedings of the Institution of*

Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, **238**, 1374-1385.

<https://doi.org/10.1177/09544054231191639>

- [58] Lumper, L.A., Schaffar, G.J.K., Sommerauer, M. and Maier-Kiener, V. (2023) In-Situ Microscopy Methods for Imaging High-Temperature Microstructural Processes—Exploring the Differences and Gaining New Potentials. *Materials Science and Engineering: A*, **887**, Article ID: 145738. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145738>
- [59] Niu, H., Zheng, F., Wang, H., Liu, C., Li, R., Li, X., *et al.* (2022) An *in Situ* X-Ray Tomography Study on the Stress Corrosion Behavior of a Ni-Based Single-Crystal Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **54**, 777-782. <https://doi.org/10.1007/s11661-022-06925-6>
- [60] Feng, S., Liotti, E. and Grant, P.S. (2022) X-ray Imaging of Alloy Solidification: Crystal Formation, Growth, Instability and Defects. *Materials*, **15**, Article 1319. <https://doi.org/10.3390/ma15041319>
- [61] Becker, C.G., Tourret, D., Smith, D., Rodgers, B., Imhoff, S., Gibbs, J., *et al.* (2021) Integrating *in Situ* X-Ray Imaging, Energy Dispersive Spectroscopy, and Calculated Phase Diagram Analysis of Solute Segregation during Solidification of an Al-Ag Alloy. *JOM*, **73**, 3291-3300. <https://doi.org/10.1007/s11837-021-04884-8>