

• 工艺技术 Technology •

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2025.5031

超重力定向凝固熔铸炉的研制与实践

赵建江^{1,2}, 王 飞^{1,2}, 陈云敏^{1,2}, 韦 华^{1,2}

(1. 浙江大学 超重力研究中心, 浙江 杭州 310058; 2. 浙江大学 建筑工程学院, 浙江 杭州 310058)

摘 要:超重力定向凝固是一种有潜力的改善合金力学性能的技术。在足够高的离心加速度下,熔体从层流状态转变为湍流,然后再恢复为层流状态,这势必显著影响凝固前沿的稳定性,从而影响合金的微观结构和力学性能。为了在离心超重力方向上建立一个可控的温度梯度,将多区温度调节系统与坩埚底部的氩气冷却系统相结合,研发了一种超重力定向凝固炉,并在 1g 和 535g 条件下进行测试,验证了超重力定向凝固熔铸炉设计方案的可行性。实现了在超重力环境下对于温度梯度和冷却速率的调控。力学性能结果表明,535g 样品的力学性能显著优于 1g 样品,抗拉强度提高了约 18%,伸长率约提升 76%。证实其在优化合金微观结构及提升力学性能方面的显著优势,为高性能材料制备提供了新方法。

关键词:超重力;定向凝固;温度梯度;力学性能

中图分类号: TG113.25

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2025)05-0471-10

Development and Practice of Hypergravity Directional Solidification Furnace

ZHAO Jianjiang^{1,2}, WANG Fei^{1,2}, CHEN Yunmin^{1,2}, WEI Hua^{1,2}

(1. Center for Hypergravity Experimental and Interdisciplinary Research, Zhejiang University, Hangzhou 310058, China;
2. College of Civil Engineering and Architecture, Zhejiang University, Hangzhou 310058, China)

Abstract: Hypergravity-assisted directional solidification is a promising technique for enhancing the mechanical properties of alloys. Under sufficiently high centrifugal-induced hypergravity acceleration, the melt undergoes a transition from laminar to turbulent flow before reverting to laminar flow, significantly affecting the thermal stability of the solidification front and, consequently, the microstructural evolution and mechanical performance of the alloy. To establish a controllable temperature gradient along the direction of centrifugal hypergravity, a multizone temperature regulation system was combined with an argon gas cooling system at the bottom of the crucible. A hypergravity directional solidification furnace was developed and experimentally evaluated, with tests conducted under 1g and 535g conditions to verify the feasibility of the proposed design for the hypergravity directional solidification casting furnace. By coupling the multizone temperature control method with the crucible bottom cooling method, control over the temperature gradient and cooling rate was achieved under hypergravity conditions. The mechanical property results of the samples indicate that the 535g sample exhibits significantly superior mechanical properties compared with those of the 1g sample, with the tensile strength increasing by approximately 18% and elongation improving by approximately 76%. These results validate the feasibility and effectiveness of the proposed system, demonstrating its significant advantages in refining solidified structures, optimizing alloy microstructures, and enhancing mechanical properties, thereby providing a novel approach for the preparation of high-performance materials.

Key words: hypergravity; directional solidification; temperature gradient; mechanical property

凝固是制备材料最基本的成型技术之一^[1]。将各类物理场引入凝固过程备受凝固研究领域关注,由此出现了诸如电磁场凝固^[2-4]、超声波凝固^[5-7]、超

重力凝固^[8-10]等新技术。在超重力凝固中,由于密度差产生的强迫浮力对流,改变了凝固前沿的温度场、溶质场和流场,必然显著影响液-固界面宽度及凝固界

收稿日期: 2025-03-01

基金项目: 国家自然科学基金基础科学中心项目(51988101)

作者简介: 赵建江, 1982 年生, 硕士, 工程师, 研究方向为超重力凝固装备。Email: zjjang@zju.edu.cn

通信作者: 韦 华, 1974 年生, 博士, 教授, 研究方向为超重力凝固、超重力材料制备与评价、超重力电沉积及高温合金。
Email: huawei@zju.edu.cn

引用格式: 赵建江, 王飞, 陈云敏, 韦华. 超重力定向凝固熔铸炉的研制与实践[J]. 铸造技术, 2025, 46(5): 471-480.

ZHAO J J, WANG F, CHEN Y M, WEI H. Development and practice of hypergravity directional solidification furnace[J]. Foundry Technology, 2025, 46(5): 471-480.

面前沿的温度梯度,进而影响枝晶生长过程,为此通过调控离心力大小或转速、过冷度、冷却速率等工艺参数,优化合金微观组织,改善其力学性能^[11-12]。目前超重力凝固已经成为制备高性能材料的新技术手段之一。但随着超重力增加,熔体流态由层流转化为紊流,当超重力达到一定值后熔体又由紊流转化为层流,这种层流-紊流-再层流状态的变化,必然影响凝固界面前沿的热稳定性,从而影响合金的微观组织及其宏观力学性能^[13]。

为尽可能避免超重力凝固过程中层流-紊流-再层流状态的变化对凝固组织的影响,提出在超重力凝固过程中严格控制热流方向,使凝固界面沿着与热流相反的方向推进,最终得到具有特殊晶粒取向的柱状晶^[14-15],实现超重力定向凝固的目的。由于超重力定向凝固是一种平面凝固过程,可以有效减少偏析和疏松,消除横向晶界,加之借助超重力环境下的高速层流,增加凝固界面前沿温度梯度,改善液固界面的热稳定性,有望制备出高性能材料。本文旨在研究超重力定向凝固技术在制备高性能材料中的应用,探讨如何通过优化熔铸炉设计和工艺参数,克服超重力条件下流态转变(层流-紊流-再层流)对凝固组织的影响,从而实现高质量柱状晶的定向生长。聚焦超重力环境下熔体流态变化对凝固界面热稳定性及微观组织的影响,探索通过控制热流方向和工艺参数减少偏析、疏松等缺陷,改善合金组织;设计建造了国内首台超重力定向凝固熔铸炉,解决了热流方向控制与温度梯度优化难题,揭示了熔体流态对凝固组织的作用机制,并提出定向凝固新方法,为高性能材料制备提供理论和技术支持,尤其在高通量材料和复合材料领域具有重要应用价值。

1 超重力定向凝固熔铸炉设计原理

定向凝固是一种平面凝固,在晶体稳态生长条件下,晶体生长临界速率主要受温度梯度控制,凝固速率小于晶体生长临界速率时,凝固界面形貌和稳定性保持良好,能获得优异的凝固组织。根据经典定向凝固理论^[16],合金成分确定后,温度梯度 G_L 和凝固速率 R 是影响凝固界面形貌和稳定性的关键因素。传统定向凝固技术受限于重力场下的热-溶质耦合效应,存在温度梯度不足(通常 $<20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{cm}$)、溶质扩散速率低($D_L \approx 10^{-9}\text{ m}^2/\text{s}$)等问题,导致凝固界面易失稳、共晶相粗化。如何突破重力场的限制,实现高温温度梯度($G_L > 30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{cm}$)与定向对流协同调控,成为制备高性能单晶/柱晶材料的关键挑战。

熔体凝固界面前沿的温度梯度 G_L 可表示为^[17-18]:

$$G_L = \frac{\lambda_s G_s - LV \rho_m}{\lambda_L} \quad (1)$$

式中, λ_s 、 λ_L 分别为晶体和熔体的导热系数; G_s 为固相温度梯度; V 为固-液界面向前推进的速度,即晶体生长速率; L 为结晶潜热; ρ_m 为熔体密度。通过式(1)可以看出,在合金成分一定的情况下,晶体导热系数 λ_s 、熔体导热系数 λ_L 、结晶潜热 L 、熔体密度 ρ_m 在凝固过程中变化不明显,提高温度梯度 G_L 的方法有:①降低固-液界面向前推进的速率 V ,即晶体生长速率;②通过增大固相温度梯度 G_s 来增强固相的散热强度。

合金凝固时的成分过冷判据方程为^[18]:

$$\frac{G_L}{R} \geq -\frac{m_L C_0 (1-k)}{D_L k} \quad (2)$$

式中, G_L 为凝固界面前沿的温度梯度; R 为凝固速率; m_L 为该合金系相图中的液相线斜率; C_0 为该合金溶质含量; k 为溶质分配系数; D_L 为溶质在液相中的扩散系数。对于简单的固溶体合金,只有保持式(2)成立,才能得到平界面生长的定向凝固组织。合金成分一旦选定,液相线斜率 m_L 、溶质含量 C_0 、溶质分配系数 k 在凝固过程中不会发现显著改变。假设温度梯度 G_L 固定,为了确保式(2)成立:①增加溶质在液相中的扩散系数 D_L ;②降低凝固速率 R 。结合式(1)可知,增加溶质在液相中的扩散系数 D_L 的同时,需要确保凝固速率 R 小于固-液界面向前推进的临界速率 V 。

凝固界面前沿的温度梯度 G_L 、固-液界面向前推进的速率 V 、固相温度梯度 G_s 、溶质在液相中的扩散系数 D_L 和凝固速率 R 是超重力定向凝固过程中的主要工艺参数。为此,在离心超重力条件下,耦合功率降低法和快速冷却法各自的工艺优势,降低加热功率的同时,通过在坩埚底部通冷却气体进行快速冷却,使晶体有控制地向着与热流方向相反的方向生长,形成取向平行于热流方向的柱状晶,消除横向晶界,实现超重力定向凝固。

2 超重力定向凝固熔铸炉研制

超重力离心装置是一种通过高速旋转产生离心加速度的设备,广泛应用于材料科学、地质工程、航空航天和生物医学等领域。其发展历史可追溯到19世纪末,并随着科学技术的进步不断演进。20世纪70年代至90年代,超重力离心装置飞速发展。1996年,日本熊本大学工程学院高能率实验室研发出了最高可提供 10^6g 的超重力离心装置,但其加热速度非常缓慢,需要数天方可加热至 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$,并且其最高

的超重力仅能适用于 200 ℃ 以下温度,应用范围较窄^[22]。进入 21 世纪后,超重力离心装置的应用范围进一步扩大,并与新兴技术深度融合,其被广泛应用于金属合金、复合材料和功能材料的制备与研究,通过调控超重力场实现微观结构优化和性能提升。北京物理所研发的超重力离心装置能够控制熔体冷却速率,并通过使用超重力诱导合成了一种三元 MnZnY 大块组合库,产生了具有成分和结构梯度的样品^[23]。凭借这些组合库,自然设计了高通量方法,探索了高通量方法用于快速开发多孔材料的前体合金的能力。但该装置无法实现对熔体温度梯度的控制,因此,本研究开发并通过实验评估了一种超重力定向凝固炉。

超重力定向凝固熔铸炉设计原理如图 1 所示。定向凝固熔铸炉安装在离心机转臂上,借助高速旋转产生离心加速度,营造超重力凝固环境^[19]。定向凝固熔铸炉包括高温加热子系统和坩埚及气冷系统,高温加热子系统固定于超重力试验舱中,坩埚及气冷系统置于高温加热子系统中。高温加热子系统包括上下炉体、保温层、加热丝等部分,在工作过程中依靠加热丝产生热量,通过辐射加热在中央形成高温区。由于分为上下炉体,因此该加热系统可以通过分批关闭上下炉体的加热丝的方法来产生温度梯度。气冷系统则包括进气管、冷却底座、冷速调节环等,置于坩埚支撑座上部,通过控制冷却气体温度和流量,从坩埚底部开始冷却,形成一个沿超重力方向的温度梯度。通过关闭下加热区,只使用上加热区工作的方式,可以使上下加热区产生温度梯度,同时在坩埚底部通入冷却气体,加大了该温度梯度并促使熔体从底部开始向上凝固,因此该超重力定向凝固熔铸炉成功耦合了多区温度调节法和坩埚底部冷却法的工艺优势,实现了在超重力环境下实现温度梯度和冷却速率的可控可调。

通过超重力作用下产生的浮力对流和增加熔体流速提高的溶质在液相中的扩散系数 D_L ,同时降低溶质原子在凝固界面前沿的富集,最大限度消除成分过冷或外来核心,使柱晶横向生长受到限制,借此使固-液界面前沿的熔体始终处于过热状态,结晶潜热只能通过生长着的晶体导出,从而实现了凝固界面的热稳定性。通过上下 2 区独立控温加热和底部冷却氩气冲击冷却,形成沿离心超重力方向的热流散热,以确保晶体有控制地向着与热流方向相反的方向生长。

超重力定向凝固熔铸炉安装在离心机的实验腔内连接熔铸炉加热系统、温控系统和冷却系统的各种电缆和管线固定在布线支架和供气支架上,其中供电电线通过安装在离心机空心轴上面的供电滑环与地面供电柜连接;测控系统的各种控制信号线通过安装在离心机空心轴上面的信号滑环与地面测控系统连接;冷却气管通过安装在离心机空心轴上面的供气滑环与地面冷却气管连接(图 2)。试验过程中,通过改变离心机转速、冷却气体压力或流量、时间、上/下区温度等,实现温度梯度和冷却速率的可控可调。安装在离心机上的超重力定向凝固熔铸炉见图 3 所示,其由挂杯、旋转轴、转盘、腔体和配重物所组成,挂杯置于转盘上,通过旋转轴的旋转施加超重力。

3 实验材料及方法

3.1 母合金熔炼

实验材料为 Cu-8%Ag(质量分数,下同)合金,以高纯铜块(99.99%,质量分数)和高纯银锭(99.99%,质量分数)为原料制备 Cu-Ag 合金。首先使用精确度为万分之一的分析天平,按合金的质量分数配比称取原料。将称取的质量比为 92:8 的 Cu 块和 Ag 块放入坩埚中,再加入 2 g B_2O_3 粉末防止氧化,通过感应加热将其熔化。待 Cu 块和 Ag 块完全熔化后,用

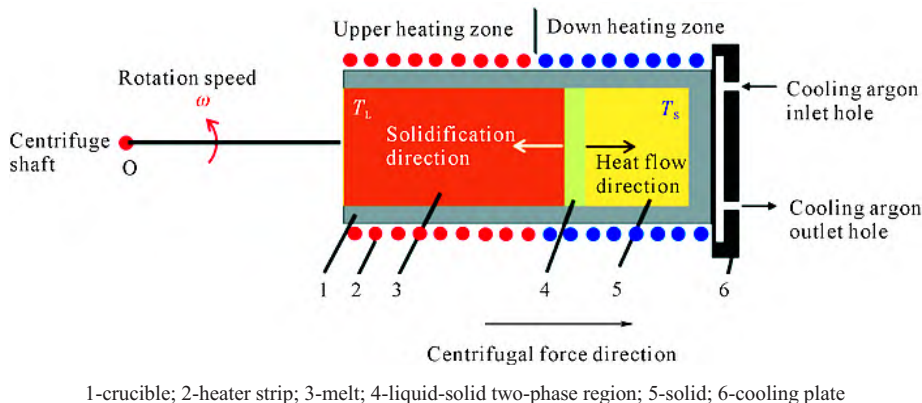


图 1 超重力定向凝固熔铸炉原理
Fig.1 Schematic diagram of the hypergravity directional solidification furnace

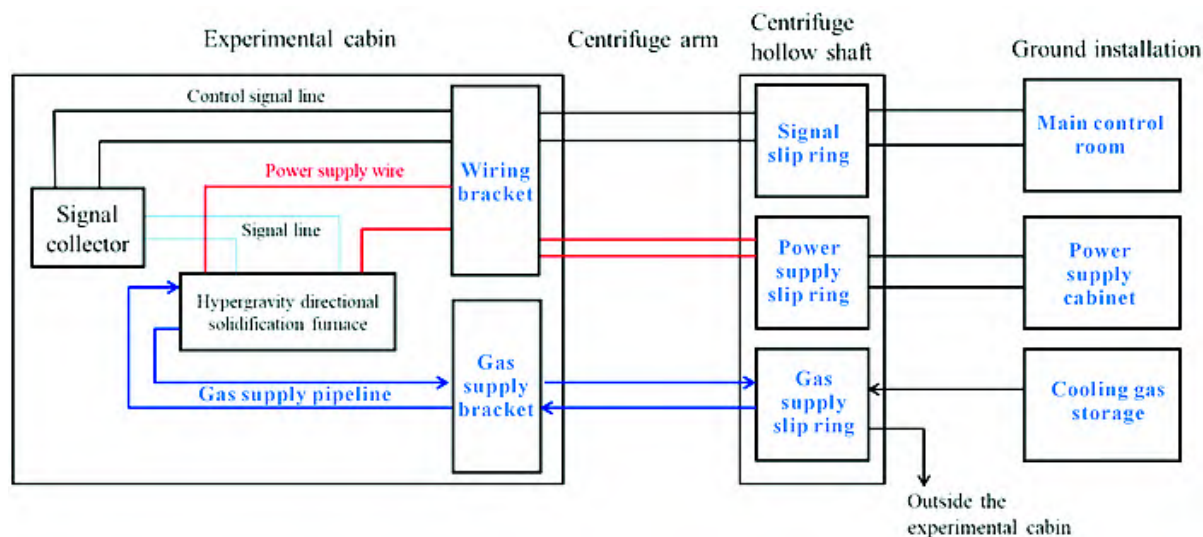
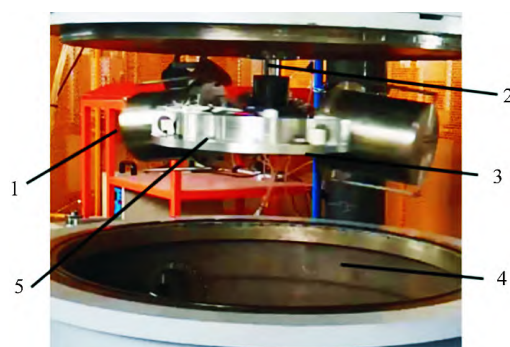


图2 超重力定向凝固熔铸炉在离心机上的安装示意

Fig.2 Schematic diagram of the installation of a hypergravity directional solidification furnace on a centrifuge



1-hanging cup; 2-rotating shaft; 3-turnstile; 4-chamber 5-counterweight

图3 安装在离心机上的超重力定向凝固熔铸炉

Fig.3 Hypergravity directional solidification furnace installed on a centrifuge

电磁搅拌约 5 min,使熔体成分均匀,关闭感应加热,将熔体倒入方槽坩埚中,得到成分均匀的 Cu-8%Ag 母合金。

3.2 超重力定向凝固

从制备的母合金上切割适量试样放入坩埚。根据 Cu-Ag 二元相图可知,Cu-8%Ag 合金的熔化温度为 1 050 ℃,共晶相温度为 780 ℃。实验工艺路线见图4。

先启动真空系统,使实验舱内的真空度小于 5 Pa,保持较高的真空度。再启动定向凝固炉的加热系统,使炉温达到 1 130 ℃,确保合金熔化。保温 30 min,启动离心机,使高温熔体在离心超重力条件下再保温 30 min。关闭下加热区,并通入冷却气体,使上下加热区出现温度梯度,但此时熔体温度仍高于凝固温度,尚未开始凝固。通过上加热区温控程序,使上加热区以 2 ℃/min 的速率降温,开始超重力定向凝固。凝固过程中,离心机转速保持不变,直到炉温为 730 ℃时停止加热,确保凝固完成。

为了测试研制的超重力定向凝固熔铸炉是否达到设计目的,分别进行了离心机转速为 0(下文记作 1g 实验, $g=9.8 \text{ m/s}^2$)和 1 250 r/min 时(坩埚底部离心加速度为 535g,下文记作 535g 实验)的 2 组实验,具体实验参数见表 1。

为了准确确定超重力定向凝固熔铸炉的温度梯度、冷却速率和凝固速率,沿坩埚高度方向布置了 7 个热电偶,其位置和编号见图 5。试棒为 $\phi 18 \text{ mm}$ 的圆棒。实验过程中,实时采集温度随时间的变化曲线,温

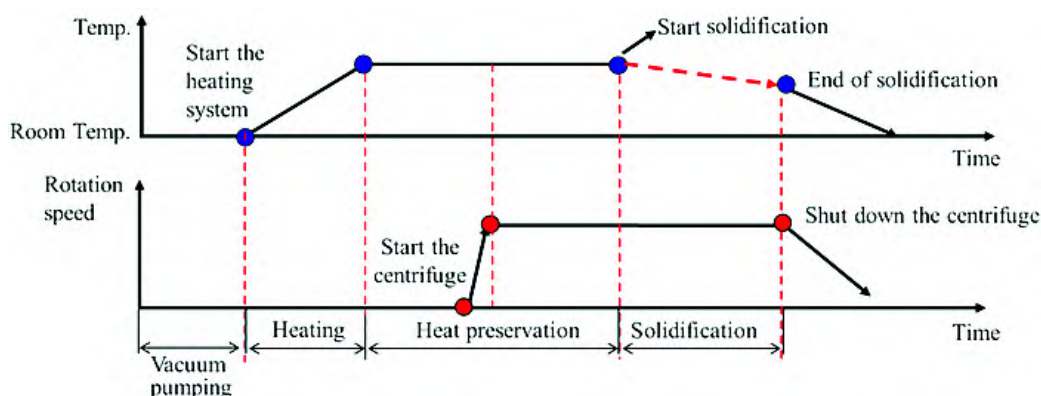


图4 超重力定向凝固工艺路线

Fig.4 Schematic diagram of the hypergravity directional solidification process

表 1 定向凝固过程中的实验参数
Tab.1 Experimental parameters of the directional solidification process

Rotation speed /(r·min ⁻¹)	Centrifugal acceleration	Melt temperature /°C	Cooling rate of the upper zone/(°C·min ⁻¹)	Cooling rate of the down zone/(°C·min ⁻¹)	Cooling gas flux /(L·min ⁻¹)
0	1g	1 130	2	Furnace cooling after power off	15 30 45 30
1 250	535g				

度采集周期为 1 s。由于样品处于高速旋转中,无法通过实时成像技术(如 X 射线透视、高速摄像)跟踪固-液界面位置随时间的变化,因此采用温度梯度和冷却速率法来计算其凝固速率,依据文献^[14]中的数据处理方法,获得凝固过程中温度梯度随时间的变化规律。其中凝固速率通过下式计算获得:

$$R = \frac{V}{G_L} \quad (3)$$

式中, V 为冷却速率; G_L 为温度梯度。

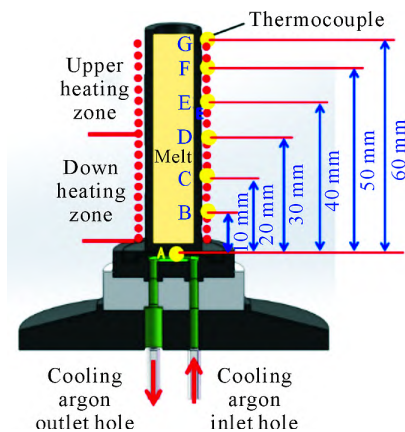


图 5 超重力定向凝固过程中热电偶分布
Fig.5 Distribution of thermocouples during the hypergravity direction solidification process

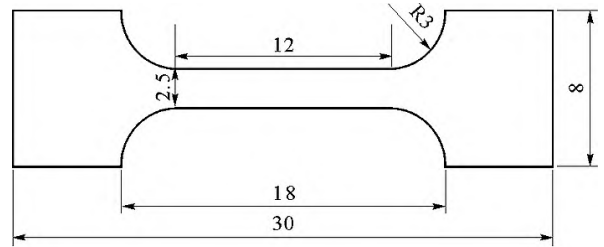
3.3 分析方法

使用 Hitachi SU-70 型场发射扫描电镜观察样品微观形貌,并利用其配套能谱(EDS)点扫描分析析出相成分,利用面扫描分析不同区域成分。使用长春新特试验机有限公司电子万能试验机测试样品室温拉伸性能。拉伸样经线切割、打磨后的尺寸如图 6 所示^[15],厚度为 2 mm。各样品均取 2 个拉伸样,测试 2 次取平均值。

4 实验结果及讨论

4.1 1g 时通气流量对凝固过程的影响

定向凝固过程中温度-时间曲线如图 7 所示。对比图 7a~c 不难发现,在凝固阶段,由于采用上区控温冷却与底部通气冷却,在熔体中形成了一个自上而下的温度梯度,并随通气流量的增加,冷却速率明显加快。在上区降温速率固定的情况下,温度



Unit: mm

图 6 拉伸样尺寸
Fig.6 Tensile sample size

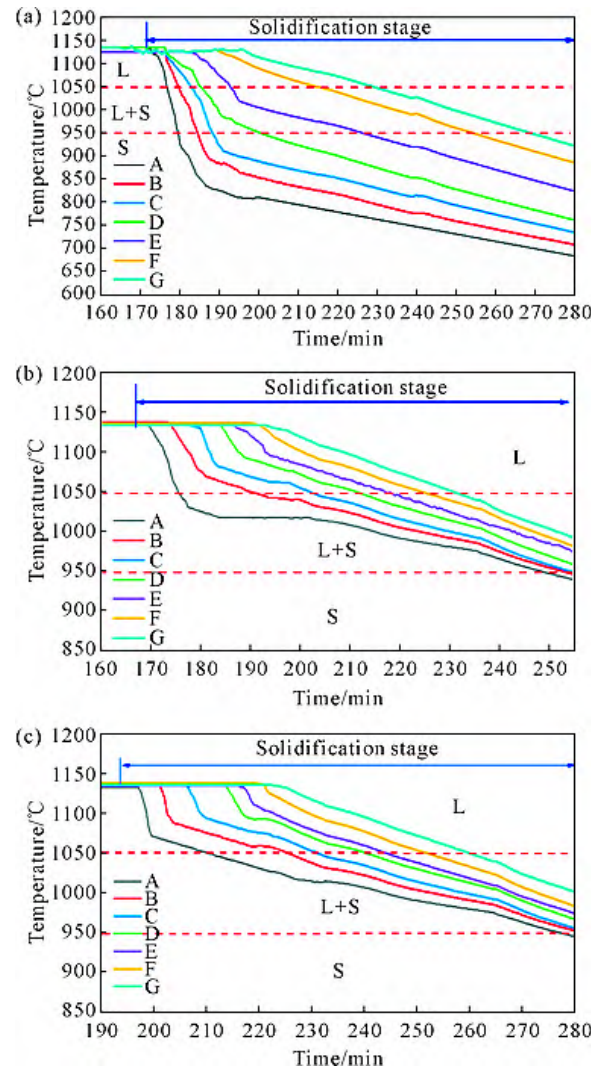


图 7 不同通气流量下定向凝固过程中温度-时间曲线:
(a) 15 L/min; (b) 30 L/min; (c) 45 L/min
Fig.7 Temperature-time curves during the directional solidification process with different cooling gas fluxes:
(a) 15 L/min; (b) 30 L/min; (c) 45 L/min

梯度 G_L 、凝固速率 R 、冷速速率 V 随通气流量的变化规律如图 8 所示。

从图 8a 可以看出,通气流量为 15 L/min 时,温度梯度 G_L 随时间逐渐降低,在 200 min 之前降低比较快,之后逐渐趋于平稳,基本保持在 15~20 °C/cm 之间(图 8a1);冷却速率 V 随时间逐渐降低,在 200 min 之前降低比较快,220 min 之后趋于平稳,基本保持在 1.0 °C/min 附近(图 8a1);凝固速率 R 就是枝晶生长速率,随温度变化趋势与温度梯度类似,在 220 min 后基本保持在 0.32 mm/min(图 8a3)。当通量流量增加到 30 L/min 时,温度梯度 G_L 随时间缓慢降低,在 190 min 之前降低比较快,之后缓慢从 18 °C/cm 降低到 10 °C/cm,未形成一个稳定的温度梯度区间(图 8b1);冷却速率 V 随时间逐渐降低,在 210 min 之前降低比较快,240 min 之后趋于平稳,基本保持在 0.32 °C/min 附近(图 8b2);凝固速率

R 随温度变化趋势与冷却速率类似,在 240 min 后基本保持在 0.30 mm/min(图 8b3)。当通量流量增加到 45 L/min 时,温度梯度 G_L 随时间缓慢降低,在 220 min 之前降低略快,之后缓慢从 12 °C/cm 降低到 8.5 °C/cm,随后形成一个稳定的温度梯度区间(图 8c1);冷却速率 V 随时间缓慢降低,在 235 min 之前降低略快,250 min 之后趋于平稳,基本保持在 0.24 °C/min 附近(图 8c2);凝固速率随温度变化趋势与冷却速率类似,在 260 min 后基本保持在 0.25 mm/min(图 8c3)。温度梯度的变化与气体流量对熔体热传导和对流换热密切相关。低流量(15 L/min)时,热量传递以传导为主,熔体底部与上部温差显著,形成较高温度梯度;随着流量增加(30~45 L/min),气体对流增强了熔体整体散热,热量分布趋于均匀,导致温度梯度降低。此外,根据边界层理论,气体流量增加会减薄热边界进一步削弱局部温差,这与实

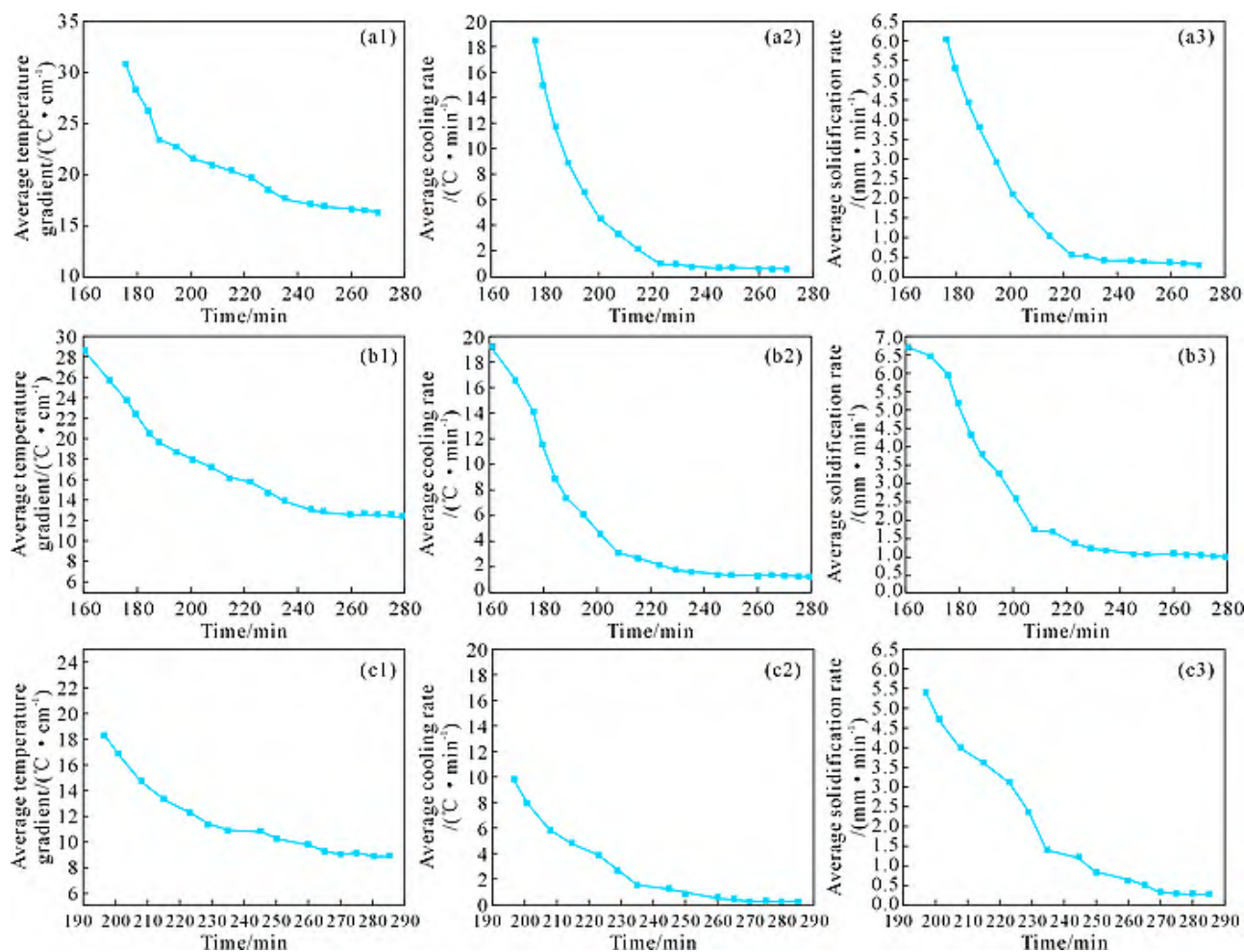


图 8 不同通气流量下定向凝固过程中温度梯度、冷却速率和凝固速率随时间变化曲线:(a1) 15 L/min, 温度梯度;(a2) 15 L/min, 冷却速率;(a3) 15 L/min, 凝固速率;(b1) 30 L/min, 温度梯度;(b2) 30 L/min, 冷却速率;(b3) 30 L/min, 凝固速率;(c1) 45 L/min, 温度梯度;(c2) 45 L/min, 冷却速率;(c3) 45 L/min, 凝固速率

Fig.8 Changes in the temperature gradient, cooling rate and solidification rate with time during the directional solidification process with different cooling gas fluxes: (a1) 15 L/min, temperature gradient; (a2) 15 L/min, cooling rate; (a3) 15 L/min, solidification rate; (b1) 30 L/min, temperature gradient; (b2) 30 L/min, cooling rate; (b3) 30 L/min, solidification rate; (c1) 45 L/min, temperature gradient; (c2) 45 L/min, cooling rate; (c3) 45 L/min, solidification rate

验中高流量下温度梯度更低的现象一致。

从图9可以看出,通气流量不同,定向凝固过程中温度梯度 G_L 、凝固速率 R 、冷速速率 V 随时间变化规律相似,但变化速率不同。图9a表明,温度梯度 G_L 均随时间缓慢降低,随后到达一个相对稳定的温度梯度区间;最高温度梯度 G_L 和稳定后的温度梯度 G_L 均随气体流量的增加而降低。其中,冷却氩气流量为15、30和45 L/min时,最高温度梯度 G_L 依次为30.7、22.0和18.2 °C/cm,稳定后,对应的温度梯度区间分别为(16.5~20.0) °C/cm、(10.1~15.3) °C/cm和(8.8~11.4) °C/cm。显然稳定后,冷却氩气流量15 L/min时,温度梯度 G_L 最高。

图9b表明,冷却速率随时间的变化趋势与温度梯度 G_L 相似,但不同的是,前20 min以内,冷却速率 V 均随时间快速降低,且降低速率随通气流量增加

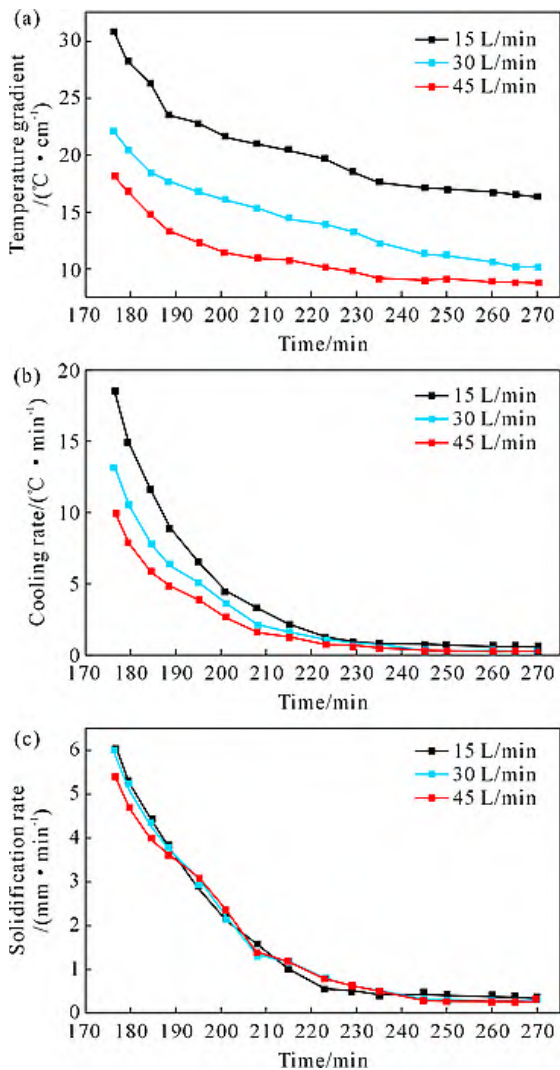


图9 定向凝固过程中温度梯度、冷却速率和凝固速率随时间变化:(a) 温度梯度;(b) 冷却速率;(c) 凝固速率

Fig.9 Changes in the temperature gradient, cooling rate and solidification rate with time during the directional solidification process: (a) temperature gradient; (b) cooling rate; (c) solidification rate

而降低,同时最高冷却速率 V 和稳定后的冷却速率 V 均随气体流量的增加而降低;在随后的20 min内,冷却速率 V 缓慢降低,并在开始凝固的50 min以后进入一个相对稳定的冷却速率。其中,冷却氩气流量为15、30和45 L/min时,最高冷却速率 V 依次为18.4、13.1和9.8 °C/min,稳定后,对应的冷却速率 V 分别为0.71、0.38和0.28 °C/min。从传热动力学角度分析,高流量气体显著提高了换热系数(h),但同时也因温差(ΔT)快速缩小,导致冷却速率迅速衰减。稳态阶段冷却速率趋于稳定,此时热量散失速率与熔体内部热扩散达到平衡,符合准稳态传热模型。图9c表明,凝固速率 R 随时间的变化趋势与温度梯度 G_L 和冷却速率 V 不同,即凝固速率 R 随时间的降低速率与通气流量相关性不明显,总体趋势一致,凝固速率 R 均随时间缓慢降低,随后到达一个相对稳定的凝固速率,其中,前20 min以内,凝固速率 R 均随时间快速降低,且在3种通气流量情况下降低速率相当;冷却氩气流量为15、30和45 L/min时,最高凝固速率 R 依次为6.0、5.9和5.3 mm/min。在随后的20 min内,凝固速率 R 缓慢降低,并在开始凝固的50 min以后进入一个相对稳定的凝固速率 R ,稳定后,对应的凝固速率 R 分别为0.41、0.32和0.26 mm/min。显然,最高凝固速率和稳定后的凝固速率均随气体流量的增加变化不明显。

4.2 535g-30 L/min 对凝固过程的影响

535g-30 L/min 时定向凝固过程中温度-时间曲线见图10。对比图10和图7不难发现,在凝固阶段温度随时间的变化趋势与1g下类似,在熔体中形成了一个自上而下的温度梯度。其中温度梯度 G_L 、凝固速率 R 、冷速速率 V 随时间变化规律见图11。总体上,1g和535g下温度梯度 G_L 、凝固速率 R 、冷速速率 V 随时间延长均在减小,且变化规律与1g相似。如图11所示,535g样品在平均温度梯度、平均冷却速率及平均凝固速度上均高于1g样品。根据凝固理

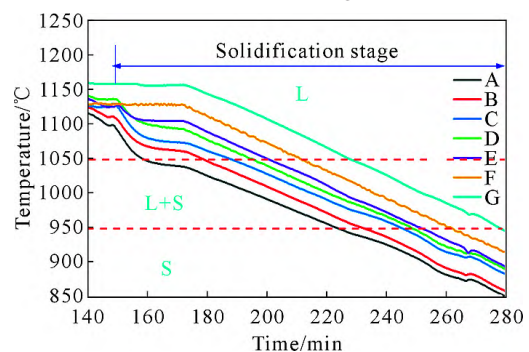


图10 535g-30 L/min 时定向凝固过程中温度-时间曲线
Fig.10 Temperature-time curves during directional solidification process with the 535g centrifugal hypergravity and the cooling gas flux of 30 L/min

论,凝固前沿温度梯度决定了凝固过程中晶粒的生长方式。同时,通过对比图 12 的柱状晶可以发现,535g 样品晶粒更细,因此 535g 样品的凝固前沿温度梯度更高,超重力有助于提升凝固前沿的温度梯度。在 535g 下,温度梯度随 G_L 时间缓慢降低,在 185 min 之前降低比较快,之后缓慢从 18 °C/cm 降低到 12 °C/cm,并形成稳定的温度梯度区间;冷却速率随时间迅速降低,在 210 min 之前降低比较快,之后趋于平稳,基本保持在 1.21 °C/min 附近;535g 下温度梯度 G_L 均高于 1g,温度梯度均随时间缓慢降低,随后到达一个相对稳定的温度梯度区间(图 11a)。冷却速率随时间迅速降低,在 210 min 之前降低比较快,之后趋于平稳,基本保持在 1.21 °C/min 附近,增加 Ng ,均增加了最高凝固速率和稳定后的凝固速率(图 11b);凝固速率随温度变化趋势与冷却速率类似,在 210 min 后基本保持在 1.05 mm/min 附近;增加 Ng ,增加了最高凝固速率和稳定后的凝固速率,其中稳定后的 535g 的凝固速率明显高于 1g(图 11c)。

表 2 为 1g 与 535g 时温度梯度、冷却速率和凝固速率的对比,可以看出,超重力为 535g 时,温度梯度、冷却速率和凝固速率的最大值均高于 1g,稳定后的温度梯度、冷却速率和凝固速率也均大于 1g。分析表明,535g 下通过对坩埚底部的冲击冷却,可以使坩埚底部首先凝固,随后液-固界面沿热量相反方向以一定的速率轴向上移,且液-固界面与热量方向基本垂直,更重要的是,535g 下凝固过程中,熔体沿坩埚壁面旋转流动,且在液-固界面流速最大,导致液-固两相区宽度变窄,导致其温度梯度高于 1g,同时 535g 下熔体始终处于流动状态,有利于通过对流散热,增加其冷却速率。

4.3 535g-30 L/min 下 Cu-Ag 合金的超重力定向凝固及其性能

在上述分析的基础上,为了验证研制设备的可行性,分别进行了 1g-30 L/min 和 535g-30 L/min 条件下 Cu-8%Ag 合金定向凝固实验,获得纵剖面微观柱晶组织,如图 12 所示。可以看到,无论 1g 还是 535g,定向凝固过程平稳,枝晶生长均匀,一次枝晶干和二次枝晶干清晰可辨。与 1g-30 L/min 定向凝固组织相比(图 12a),535g-30 L/min 定向凝固组织(图

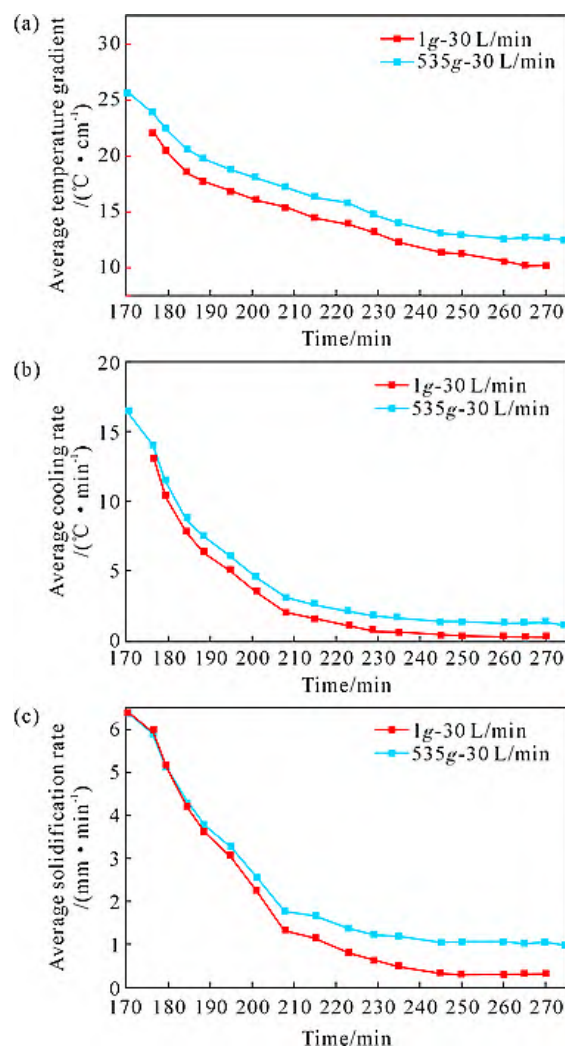


图 11 535g-30 L/min 时定向凝固过程中温度梯度、冷却速率和凝固速率随时间的变化:(a) 温度梯度;(b) 冷却速率;(c) 凝固速率

Fig.11 Changes of temperature gradient, cooling rate and solidification rate with time during directional solidification process with the 535g centrifugal hypergravity and the cooling gas flux of 30 L/min: (a) temperature gradient; (b) cooling rate; (c) solidification rate

12b)枝晶发生稍微倾斜,这可能是由于 535g 下熔体的流动是非轴对称的,导致液-固界面与热流方向呈夹角,从而影响枝晶生长方向。具体而言,在超重力条件下,离心力场会显著改变熔体的流动模式,使得温度梯度分布不再严格沿热流方向,进而导致枝晶生长方向发生偏移。此外,离心力作用下的溶质重新分布以及液-固界面前沿的微小扰动也可能加剧枝晶倾斜的程度。枝晶生长均匀,一次枝晶干和二次枝晶干清晰可辨,枝晶间有共晶相析出,但

表2 1g与535g时温度梯度、冷却速率和凝固速率对比

Tab.2 Comparison of temperature gradient, cooling rate and solidification rate of 1g and 535g samples

Sample	Temperature gradient/(°C·cm ⁻¹)		Cooling rate/(°C·min ⁻¹)		Solidification rate/(mm·min ⁻¹)	
	Maximum	Value after stability	Maximum	Value after stability	Maximum	Value after stability
1g	22.0	10.1~15.3	13.1	0.38	5.9	0.32
535g	25.7	12.6~17.9	16.5	1.35	6.4	1.05

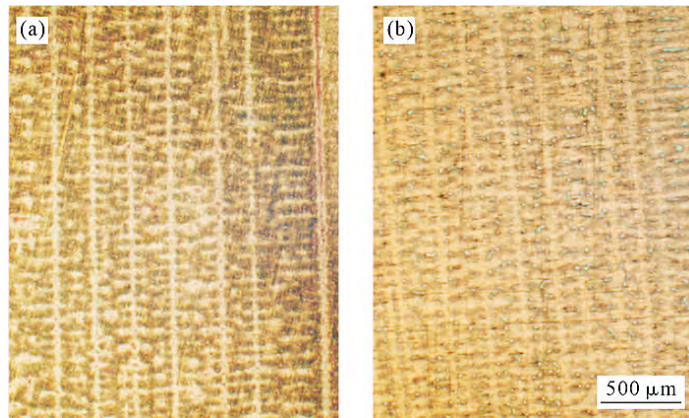
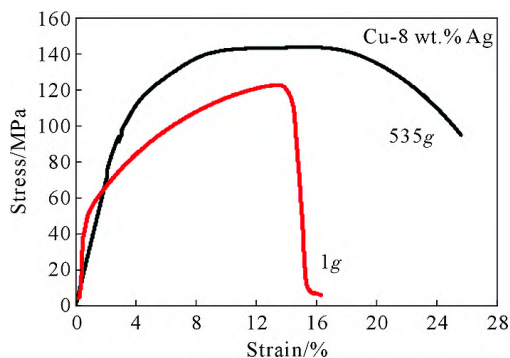


图 12 Cu-8%Ag 合金的定向凝固组织:(a) 1g-30 L/min; (b) 535g-30 L/min

Fig.12 Directionally solidified structure of Cu-8 wt.% Ag Alloy: (a)1g-30 L/min; (b) 535g-30 L/min

其尺寸明显小于 1g 样品。

如图 13 所示,535g-30 L/min 条件下 Cu-8%Ag 定向凝固试样的强度和塑性明显优于 1g。535g 下的凝固样品的屈服强度为 118 MPa,1g 下样品的屈服强度为 53 MPa,屈服强度提升了 122.6%;535g 样品的抗拉强度约为 140 MPa,1g 样品抗拉强度约为 118 MPa,其抗拉强度提升了约 18%;535g 样品伸长率为 25.5%,而 1g 样品在延伸 14.5%后发生了断裂,其伸长率提升了 76%。力学性能测试表明,超重力样品在强度和伸长率上均显著优于常重力样品,这主要是因为高速层流和离心力场的作用使枝晶细化,增加了材料的强度。说明,研制的超重力定向凝固熔铸炉具备开展超重力液固相变研究的条件和能力。

图 13 定向凝固 Cu-8%Ag 合金的应力-应变曲线
Fig.13 Stress-strain curve of directionally solidified Cu-8 wt.% Ag alloy

5 结论

(1)研制出了超重力定向凝固熔铸炉,在 1g-30 L/min 和 535g-30 L/min 条件下成功制备出具有定向柱晶组织的 Cu-8%Ag 合金,验证超重力定向凝固熔铸炉设计方案可行。

(2)耦合了多区温度调节法和坩埚底部冷却法的工艺优势,可以在超重力环境下实现温度梯度和

冷却速率的可控可调,且上区降温速率和通气流量固定的情况下,施加超重力可增加定向凝固过程中的温度梯度和凝固速率。

(3)535g-30 L/min 条件下 Cu-8%Ag 定向凝固试样的强度和塑性明显优于 1g,意味着超重力定向技术在改善合金性能方面具有一定的潜力。

参考文献:

- [1] LAVERNIA E J, SRIVATSAN T S. The rapid solidification processing of materials: science, principles, technology, advances, and applications[J]. Journal of Materials Science, 2010, 45(2): 287-325.
- [2] WANG J, LIN X, FAUTRELLE Y, NGUYEN-THI H, REN Z M. Motion of solid grains during magnetic field-assisted directional solidification[J]. Metallurgical and Materials Transactions B, 2018, 49(3): 861-865.
- [3] REN W L, NIU C L, DING B, ZHONG Y B, YU J B, REN Z M, LIU W Q, REN L P, LIAW P K. Improvement in creep life of a nickel-based single-crystal super alloy via composition homogeneity on the multiscales by magnetic-field-assisted directional solidification [J]. Scientific Reports, 2018, 8(1): 1452.
- [4] YANG Y H, CHEN R R, GUO J J, DING H S, SU Y Q. Numerical analysis for electromagnetic field influence on heat transfer behaviors in cold crucible used for directional solidification [J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2018, 122: 1128-1137.
- [5] TANGSOPA W, THONGSRI J. A dual frequency ultrasonic cleaning tank developed by transient dynamic analysis [J]. Applied Sciences, 2021, 11(2): 699.
- [6] 董雄博,郭永春,李建平,夏峰,马志军,杨伟,王建利,胥涛,梁民宪. 超声振动对近共晶 Al-Si 活塞合金凝固组织的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2022, 51(1): 11-17.
- [7] DONG X B, GUO Y C, LI J P, XIA F, MA Z J, YANG W, WANG J L, XU T, LIANG M X. Effect of ultrasonic vibration on solidification microstructure in near-eutectic Al-Si piston alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2022, 51(1): 11-17.
- [8] BALASUBRAMANI N, VENEZUELA J, YANG N, WANG G, STJOHN D, DARGUSCH M. An overview and critical assessment of the mechanisms of microstructural refinement during ultrasonic

- solidification of metals[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2022, 89: 106151.
- [8] 闫昊, 韦华, 林伟岸, 张泽, 陈云敏. Cu-8%Ag 合金的超重力凝固: 微观组织[J]. *电子显微学报*, 2022, 41(1): 1-7.
- YAN H, WEI H, LIN W A, ZHANG Z, CHEN Y M. The effect of hypergravity on the solidification structure and properties of Cu-8%Ag alloy[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2022, 41(1): 1-7.
- [9] 陈玮炫, 闫昊, 赵建江, 韦华, 张泽, 陈云敏. 超重力下 CuAg 合金熔体在石墨多孔介质中的非线性渗流[J]. *中国有色金属学报*, 2023, 33(2): 425-434.
- CHEN W X, YAN H, ZHAO J J, WEI H, ZHANG Z, CHEN Y M. Nonlinear seepage of CuAg alloy melt in graphite porous media under hypergravity conditions[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2023, 33(2): 425-434.
- [10] YOU F J, ZHAO X B, YUE Q Z, GU Y F, WANG J H, BEI H B, ZHANG Z. A review on solidification of alloys under hypergravity [J]. *Progress in Natural Science: Materials International*, 2023, 33 (3): 279-294.
- [11] SHEN S, WU C D, LI Y Y, HUANG Y Y, HUANG W M, ZHANG P H, ZHONG S Q, LU Y H, LUO G Q, GAN Z H, LIU J. Refining mechanism and elevated-temperature mechanical properties of Al-Ce alloys solidified under super gravity field [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2023, 879: 145191.
- [12] GAN Z H, LI Y Y, ZHANG P H, WU C D, SHEN S, HUANG Y Y, ZHONG S Q, YANG T, LUO G Q, LIU J. Achieving enhanced strength retention at elevated temperatures in ultrafine-fibrous interconnected Al-Ce-Ni eutectic alloy solidified under super-gravity field[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, 30: 5300-5311.
- [13] 王路. 高导电性铜、铝材料的超重力净化与凝固技术基础研究 [D]. 北京: 北京科技大学, 2023.
- WANG L. Fundamental research on purification and solidification of highly conductive copper/aluminum materials by Supergravity technology[D]. Beijing: University of Science and Technology Beijing, 2023.
- [14] 王昕, 王建元, 翟薇. 正负温度梯度条件下 Al-4.5%Cu 合金枝晶组织生长机制对比研究[J]. *中国科学: 技术科学*, 2025, 55(3): 475-490.
- WANG X, WANG J Y, ZHAI W. Dendrite growth mechanism comparison of Al-4.5%Cu alloy under positive and negative temperature gradients[J]. *Scientia Sinica(Technologica)*, 2025, 55(3): 475-490.
- [15] ISENSEE T, TOURRET D. Convective effects on columnar dendritic solidification - A multiscale dendritic needle network study [J]. *Acta Materialia*, 2022, 234: 118035.
- [16] TILLER W A, JACKSON K A, RUTTER J W, RUTTER J W, CHALMERS B. The redistribution of solute atoms during the solidification of metals[J]. *Acta Metallurgica*, 1953, 1: 428-437.
- [17] MULLINS W W, SEKERKA R F. Stability of a planar interface during solidification of a dilute binary alloy[M]//PELCEĆ P. *Dynamics of Curved Fronts*. San Diego: Academic Press, 1988.
- [18] KURZ W, FISHER D J. Dendrite growth at the limit of stability: tip radius and spacing[J]. *Acta Metallurgica*, 1981, 29(1): 11-20.
- [19] 韦华, 谢亚丹, 王江伟, 林伟岸, 张泽, 陈云敏. 搭载于超重力离心机的定向凝固熔铸系统: CN201910853044.1[P]. 2019-09-10.
- WEI H, XIE Y D, WANG J W, LIN W A, ZHANG Z, CHEN Y M. The directional solidification casting system mounted on a supergravity centrifuge: CN201910853044.1[P]. 2019-09-10.
- [20] 李金国, 金涛, 赵乃仁, 王震, 孙晓峰, 管恒荣, 胡壮麒. 单晶高温合金 HRS 定向凝固过程凝固参数的计算机检测与分析[J]. *稀有金属材料与工程*, 2002(3): 196-199.
- LI J G, JIN T, ZHAO N R, WANG Z, SUN X F, GUAN H R, HU Z Q. Computer detection and analysis of solidification parameters during HRS directional solidification of single crystal superalloys [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2002(3): 196-199.
- [21] 闫昊. 超重力调控 Cu-Ag 合金凝固组织与性能的微观机制[D]. 杭州: 浙江大学, 2022.
- YAN H. Mechanism of controlling solidified structure and properties of Cu-Ag alloy by hypergravity[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2022.
- [22] TSUTOMU M, SATOUR O, SHIROU S. Ultracentrifuge apparatus to generate a strong acceleration field of over 1 000 000 g at a high temperature in condensed matter[J]. *Review of Scientific Instruments*, 1996, 67: 6170-3174.
- [23] FENG X R, LIU M, LI J, ZHANG A, ZHANG J, LIANG Y W, ZHANG Y Z, LU Z, WANG W H. Binary ZnY porous materials through integrated high-throughput approach[J]. *Acta Materialia*, 2024, 275: 120048.

(责任编辑: 李亚敏)