

ПРОБОВІДБІРНИКИ ДЛЯ ТЕРМІЧНОГО ЕКСПРЕСНАЛІЗУ ЗАЛІЗОВУГЛЕЦЕВИХ СПЛАВІВ

Анотація: Проаналізовано відомі методики і засоби здійснення експресного контролю температури і хімічного складу залізовуглецевих сплавів у ливарному виробництві. Показано, що на нинішньому етапі розвитку ливарного виробництва найбільш ефективним методом експресаналізу хімічного складу і властивостей чавуну, що виплавляють, є термічний деривативний аналіз, який передбачає одержання у цифровому форматі кривої охолодження відібраного зразка (проби) розплавленого чавуну і порівняння її з референтними кривими охолодження чавуну аналогічного типу із бази їх даних, в яких визначені хімічний склад і властивості виливків за результатами попередньо виконаних досліджень. Достовірність експресаналізу, чавуну, що виплавляють, рішучою мірою залежить від надійності процедури відбору проб розплаву металу із застосуванням спеціальних пробовідбірників. Виявлені переваги і недоліки пробовідбірників для відбору проб із розплаву чавуну з ванни індукційної печі. Детально представлена конструкція пробовідбірника занурення, розробленого Фізико-технологічним інститутом металів та сплавів НАН України, і його переваги перед пробовідбірниками такого ж призначення, які широко застосовують у практиці ливарних підприємств. Детально розглянуто створені та верифіковані систему і установку для проведення термічного деривативного аналізу, основним елементом якої є зазначений пробовідбірник занурення. Розглянуто перспективні напрями застосування і шляхи удосконалення методів термічного аналізу якості рідкого чавуну.

Ключові слова: ливарне виробництво, залізовуглецеві сплави, розплав, хімічний склад, термічний експресаналіз, пробовідбірники рідкого металу.

Посилання для цитування: Сіренко К. А. Пробовідбірники для термічного експресаналізу залізовуглецевих сплавів. *Фундаментальні та прикладні проблеми чорної металургії*. 2024. Вип. 38. С. 760-770. <https://doi.org/10.52150/2522-9117-2024-38-760-770>.

Типова технологія виготовлення виливків із чавуну та інших металів чи сплавів передбачає наступні етапи: підготовку шихти; розплавлення шихти у ванні плавильної печі; контроль хімічного

© Видавець Інститут чорної металургії ім. З. І. Некрасова НАН України, 2024



Це стаття відкритого доступу за ліцензією CC BY-NC-ND 4.0
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/legalcode.uk>

складу розплавленого металу; дошихтовку розплаву в разі неспівпадіння його хімічного складу із заданим; повторний контроль хімічного складу розплаву; контроль температури розплаву; розливу розплавленого металу у форми; отримання виливків; контроль властивостей готових виливків. Вищевикладене свідчить про актуальність розвитку теорії і технології ливарного виробництва у напрямі удосконалення засобів контролю хімічного складу та властивостей литва із залізовуглецевих сплавів.

Всі етапи зазначеного технологічного циклу є досить тривалими за часом. Зазвичай третину часу виготовлення виливків займає визначення хімічного складу металу та його властивостей. На отримання одного результату експресаналізу хімічного складу розплавленого металу необхідно витратити від 7 до 20 хвилин. І це у кращому випадку. Наразі на підприємствах України при виконанні цього дослідження застосовують спектральні методи [1]. До того ж, для проведення аналізу необхідно відлити спеціальну пробу, охолодити її, зашліфувати, а потім піддати дослідженню. Тривалість виконання даних операцій залежить виключно від вправності їх виконавця. А для визначення властивостей литих виробів, таких як тимчасовий опір при розриванні, необхідно виготовляти спеціальні зразки із тіла виливка, або із прилитих спеціальних проб, що потребує значних витрат часу та ресурсів. Альтернативою традиційним способам визначення хімічного складу і властивостей металів та сплавів є термічні методи аналізу, які базуються на інтерпретації кривих охолодження або нагріву проб металу. За інформативністю термічні методи аналізу суттєво перевищують інші методи досліджень.

Складним завданням, проблемою у ливарному виробництві є прогнозування якості виливків чавуну заздалегідь, а саме до заливки розплаву у ливарні форми. Цю задачу також можна вирішувати на підставі результатів аналізу кривих охолодження розплаву, які всебічно відображають кінетику процесу утворення фазового складу та формування графітних включень у структурі чавуну. Методом такого контролю якості розплаву є термічний експресаналіз [2–4 та ін.]. Одним із найперспективніших у цій темі напрямів дослідження методик є спосіб інтерпретації кривих охолодження металевих розплавів, запропонований китайськими вченими та розвинений у Фізико-технологічному інституті металів та сплавів (ФТІМС) НАН України [4–10].

Для забезпечення достовірного прогнозування хімічного складу і властивостей металевих розплавів методом термічного експресаналізу потрібно забезпечити максимальну інформативність їх кривих охолодження. Криві охолодження повинні бути безперервно гладкі без

шумового спотворення, якісної розподільної здатності (достатньої довжини), з чітко вираженими конфігуративними точками – перегинами. А похибка контролю температури має бути мінімальною. Ці вимоги забезпечуються завдяки якісно відібраним пробам рідкого металу. Швидкість виконання процедури визначення хімічного складу розплавленого металу і властивостей виливків з нього та достовірність отриманих результатів рішучим чином залежить від методики відбору проби розплаву і досконалості застосованого пробовідбірника.

Пробовідбірники для відбору проб розплаву з ванни плавильної печі, необхідних для проведення його термічного аналізу, за принципом відбору проби поділяються на наливні та занурення (рис. 1 та 2).

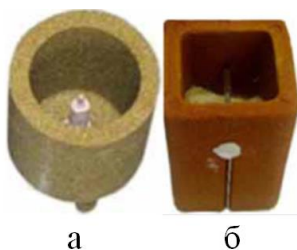


Рисунок 1 – Відомі пробовідбірники для відбору проб розплаву при застосуванні термічного аналізу: а, б – пробовідбірники наливного типу; в – пробовідбірник занурення із подвійною тонкою сталеву стінкою (посудина Дьюара); г – графітовий пробовідбірник занурення (розроблений Смульським А.А. [5])

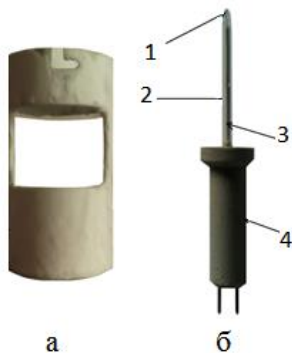


Рисунок 2 – Пробовідбірник занурення (а), розроблений у ФТІМС НАН України, та термопарний пакет для термічного експресаналізу чавунів: 1 – термопара типу К; 2 – кварцовий ковпачок \varnothing 4 мм і товщиною стінки $\sim 0,3 \pm 0,05$ мм; 3 – алунодова двоканальна соломка \varnothing 2,8 мм; 4 – корпус термопарного пакета

Суттєві недоліки наливних пробовідбірників полягають у наступному.

При заливанні порожнини пробовідбірника розливною ложкою метал у ванні печі повинен бути перегрітий мінімально на 50 °С у зв'язку із тим, що його температура буде знижатися у розливальному ковші та під час заливання проби. Крім того, при заливанні проби розплав може захоплювати гази із атмосфери. Недоліком такого способу відбору проб розплаву також є нестабільність рівня заповнення проби, що в свою чергу відображається на загальному об'ємі проби та впливає на похибку у подальших розрахунках показників якості металу, який досліджується. Важливо підкреслити, що до складу внутрішнього покриття пробовідбірника входить токсичний телур (Te), який впливає на температуру евтектики чавуну. Покриття, що містить у своєму складі телур, застосовують для отримання білого чавуну. Зазвичай пробовідбірники з покриттям, що містить телур, виготовляють із піщано-смоляної суміші. Такі пробовідбірники є одноразовими. Об'єм пробовідбірника впливає на визначення величини вуглецевого еквівалента та вмісту кремнію у чавунах через вплив на темп охолодження зразка та, як наслідок, на його мікроструктуру. Чим менший об'єм відібраної проби, тим більша схильність зразка чавуну, що досліджується, до відбілювання. Зі зменшенням об'єму проби, що відбирається, збільшується швидкість охолодження чавунного зразка, а це в свою чергу погіршує дозвільну здатність кривої охолодження [6, 7]. Результати виконаних досліджень засвідчили, що на точність визначення вуглецевого еквівалента та вмісту кремнію у чавуні також впливає місце розташування у пробовідбірнику гарячого спаю термопари.

Технічні рішення, застосовані у відомих пробовідбірниках занурення (рис. 1, в і г), усувають недоліки пробовідбірників наливного типу. Такі пробовідбірники сконструйовані за типом посудини Дьюара (рис. 1, в). Через складність їх виготовлення вони мають велику вартість. У таких пробовідбірниках гарячий спай термопари розташований біля донної стінки.

Графітові тонкостінні пробовідбірники (рис. 1, 2) позбавлені названих вище недоліків. Але використовують графітові пробовідбірники в основному при дослідженнях алюмінієвих сплавів. Застосування їх при дослідженнях хімічного складу і властивостей чавунів не здобуло поширення. Недоліком їх є відносно висока вартість виготовлення графітового тонкостінного ковпачка, а також невеликий об'єм проби і, як наслідок, недостатня роздільна здатність кривої охолодження розплаву металу.

Ряд переваг у порівнянні з аналогами, відомими із літературних джерел і виробничої практики, має пробовідбірник (рис. 2), розроблений¹ у ФТІМС НАН України [8]. Цей пробовідбірник усуває названі недоліки. Для проведення аналізу розплавленого металу використовується термопара типу К діаметром 0,3 мм. Гарячий спай термопари у термопарному пакеті (рис. 2, б) захищений кварцовим ковпачком діаметром 4 мм, який є оптично прозорим для теплового випромінювання розплаву при високих температурах. Він не містить шкідливих елементів. Для забезпечення рівномірного тепловідводу пробовідбірник ФТІМС (рис. 2, а) покривають ззовні та всередині спеціальним протипригарним роздільним покриттям з низькою теплопровідністю. Внутрішню поверхню пробовідбірника фарбують шаром товщиною $\sim 0,2 \pm 0,05$ мм, а зовнішню – товщиною $\sim 1,5 \pm 0,05$ мм.

Адитивність методу дослідження якості розплавленого металу забезпечує сталість об'єму проб, які відбираються з розплаву. Зазначене було підтверджено при моделюванні занурення пробовідбірника у розплав та кристалізації розплаву (рис. 3). Встановлено, що стабільність об'єму відібраних проб дозволяє отримувати криві охолодження розплаву необхідної дозвільної здатності без втрати інформативності.

Тонкостінний пробовідбірник занурення (рис. 1, в) виготовляють зі сталі, що дає можливість використовувати його багаторазово та безпечно утилізувати шляхом переплаву. Зазначене скорочує витрати на виготовлення пробовідбірників конструкції ФТІМС порівняно із витратами на аналоги та на їх утилізацію після відпрацювання. Застосування пробовідбірників ФТІМС забезпечує достовірність експресаналізу розплаву чавуну, що нерідко має місце на практиці при використанні пробовідбірників інших конструкцій.

Швидкість охолодження рідкого металу в процесі його експресаналізу повинна бути такою, щоб конфігуративні точки на кривій охолодження можна було виявити без спотворення. Завдяки тому, що пробовідбірник ФТІМС занурюється у розплав, кожний наступний забір проб відбувається з похибкою не більше ± 5 грам, яка при загальній вазі проби 400 грам суттєво не впливає на кінетику затвердіння проби металевого розплаву. Конфігурація розробленого ФТІМС пробовідбірника (рис. 2) виконана таким чином, щоб кількість тепла, яке випромінюється з поверхні розплаву у пробі під час охолодження, та кількість тепла, що поглинається при контакті металу

¹Розроблений разом із співробітниками ФТІМС НАН України Е.В. Захарченком, О.Л. Гончаровим та О.В.Богданом.

із сталевим дном пробовідбірника, зрівнювались, а тепловий центр збігався із геометричним. Зазначене було наочно доведено при моделюванні² процесу кристалізації проб розплаву у програмі ProCAST (рис. 2 і 4).

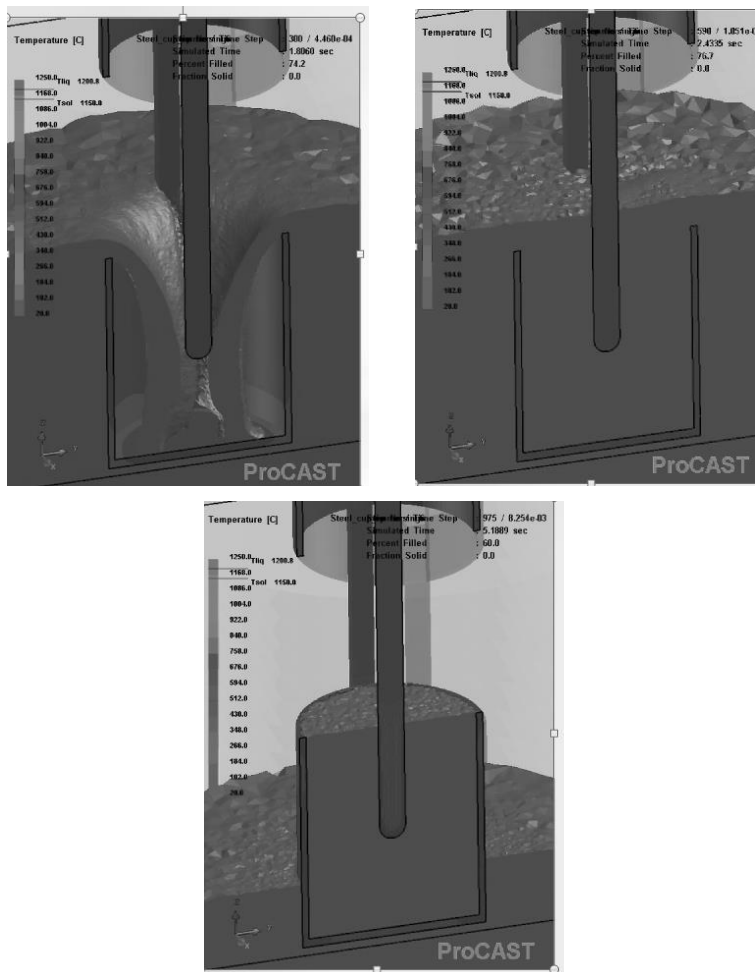


Рисунок 3 – Моделювання відбору проб у системі ProCAST (AGH University, м. Краків, Польща)

² Досліди виконані під керівництвом і за участю професора Бурбелка А.А. із AGH University, м. Краків, Польща.

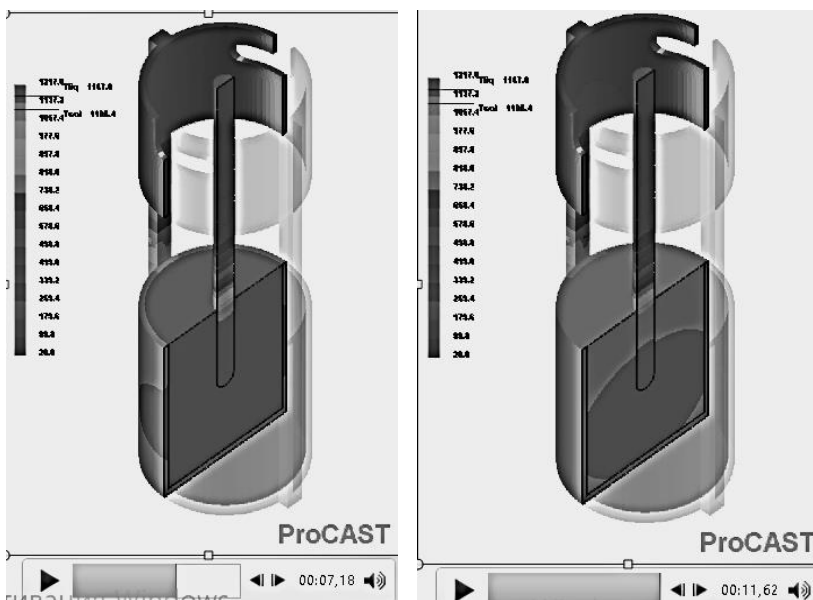


Рисунок 4 – Моделювання процесу охолодження проби розливу у системі ProCAST (AGH University, м. Краків, Польща)

Для верифікації способу відбору проб вченими із Краківської Гірничо-металургійної академії було проведено порівняння якості кривих охолодження рідкого металу, отриманих при застосуванні пробовідбірника занурення ФТМС (рис. 2) та пробовідбірника наливного типу відомої конструкції (рис 1, б) в умовах однакових температур відбору проб. Результати показано на рис. 5.

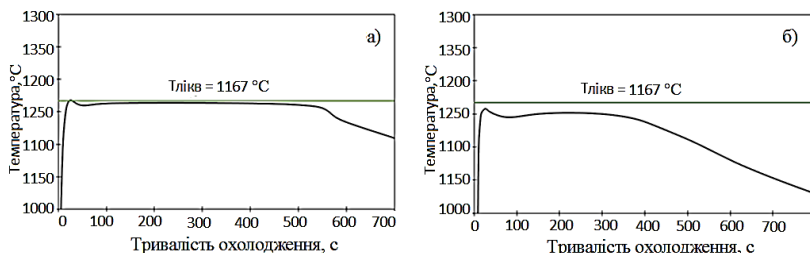


Рисунок 5 – Криві охолодження рідкого металу, перегрітого вище температури ліквідусу на ~ 50 °С, при застосуванні пробовідбірника занурення ФТМС (а) та пробовідбірника наливного типу Elektronite (б)

Загальний вигляд схеми дослідної установки для термічного деривативного аналізу, розробленої³ у ФТІМС, представлено на рис. 6.

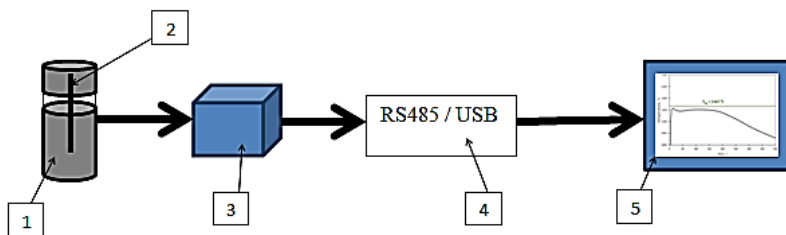


Рисунок 6 – Структурна схема установки для виконання термічного деривативного експресаналізу якості рідких чавунів: 1 – пробовідбірник занурення; 2 – пакет із термопарою типу К; 3 – вторинний вимірювальний перетворювач (АЦП) WAD-AIK-BUS; 4 – модуль перетворення інтерфейсу RS485 USB; 5 – персональний комп'ютер з програмним забезпеченням та електронною базою термічних кривих охолодження

В загальному вигляді процедура роботи системи (рис. 6) виконання термічного експресаналізу рідкого металу полягає у наступному. Оператор занурює пробовідбірник (1) у розплав чавуну (попередньо прогрівши пробовідбірник протягом 1–2 с над дзеркалом металу) так, щоб рідкий метал заповнив його об'єм, а термопара (2) була розташована у геометричному і тепловому центрі проби рідкого металу. Після заповнення розплавленим металом пробовідбірник виймається із розплаву та встановлюється разом зі штангою на фіксатор для повного затвердіння проби у стані спокою. Під час затвердіння проби металу за допомогою термопари типу К (2) через АЦП (3) виконується фіксація температури у часовому інтервалі від початку до кінця кристалізації (приблизно протягом 300секунд). Значення температури записуються в комп'ютері (5) у вигляді двовірних часових масивів за допомогою програми ThermoEX. Програма виконує обробку термічних кривих охолодження. Результати вносить до бази даних для подальшого застосування згідно зі спеціальним[2] алгоритмом.

Висновки

Фізико-технологічним інститутом металів та сплавів(ФТІМС) НАН України розроблено пробовідбірник занурення для відбору проб рідкого металу, який відповідає всім необхідним критеріям щодо

³ Разом із дослідниками ФТІМС НАН України к.т.н., с.н.с. Е.В. Захарченком та к.т.н., с.н.с. О.Л. Гончаровим.

екологічно безпечного, економічно вигідного та максимально ефективного відбору проб розплаву. Пробовідбірник занурення конструкції ФТІМС призначений для відбору проб розплавленого металу, необхідних для отримання експресної інформації відносно хімічного сплаву, властивостей тощо майбутніх виливків. Розроблений апробований на практиці пробовідбірник ФТІМС і система виконання термічного деривативного експресаналізу якості чавунів має перспективи для впровадження у промисловості.

Перелік посилань

1. Москаленко О. В., Циганков С. А., Янченко В. О., Циганков А. С. Спектральні методи аналізу. Навчальний посібник. Ніжин, вид.: НДУ ім. М. Гоголя, 2022. 276 с.
2. Zakharchenko E., Sirenko E., Goncharov A., Bogdan A. New Computer Method of Derivative Thermal Express Analysis of Cast Iron for Operational Prediction of Quality of Melts and Castings. *Journal of Casting and Materials Engineering*. 2019. Vol. 3. Iss. 2. P. 31-42. <https://doi.org/10.7494/jcme.2019.3.2.31>.
3. Новый метод компьютерного термического экспресс-анализа качества жидких чугунов с предсказанием микроструктуры и свойств отливок при комнатных температурах / Э. В. Захарченко, А. А. Бурбелко, Е. А. Сиренко, А. Л. Гончаров, А. В. Богдан, М. Кавалец // *Процеси лиття*. 2019. № 3. С. 46–58.
4. Сиренко К. А. Шляхи удосконалення методики термічного аналізу якості рідкого чавуну. *Процеси лиття*. 2022. № 2 (148). С. 50–55.
5. Жуков Л. Ф., Смутьский А. А., Аношенко Д. Н., Смутьская Е. А., Фролов А. А. Современное состояние и перспективы развития теплофизического экспрессного контроля металлических сплавов. *Сборник тезисов IV Международной конференции «Проблемы промышленной теплотехники»*. Институт технической теплофизики. г. Киев, 2005.
6. Доній О. М. Докторська дисертація. Комп'ютерні моделі для вивчення процесів формування структури у ливарних алюмінієвих сплавах при їх кристалізації. НТУУ «КПІ ім. І. Сікорського», 2021. 392с.
7. WO 2014/094805 A1. International Publication Date 26.06.2014; International Filing Date 21.12.2012. A Method of Analysing An Iron Melt. Volvo Truck Corporation, Sweden. Inventors: Hoseini Hooshyar, Schmid Pal.
8. Усовершенствование универсального метода термического экспресс-анализа жидких чугунов, основанного на распознавании формы кривых охлаждения / Э. В. Захарченко, Л. Д. Жуков, Е. А. Сиренко, А. В. Богдан, А. Л. Гончаров, Е. В. Кравченко. *Процессы литья*. 2015. № 2. С. 3–9.
9. Патент України на винахід № 113333. Спосіб термічного аналізу рідкого чавуну / Э.В. Захарченко, Е. А. Сиренко, А. Л. Гончаров, А. В. Богдан. Опуб. 10.01.2017. Бюл. № 1.
10. Chen, Li. (2011). Current situation and development of thermal analysis technology and sample cup / Li Chen, Li Dayong, Shi Dequan, LuBoshi // *The 6-th International Forum on Strategic Technology*, August 22–24, 108-111. <https://doi.org/10.1109/IFOST.2011.6020978>.

References

1. Moskalenko, O. V., Tsygankov, S. A., Yanchenko, V. O., & Tsygankov, A. S. (2022). *Spectral methods of analysis. Textbook*. Nizhyn, Nizhyn Gogol State University. 276 p
2. Zakharchenko, E., Sirenko, E., Goncharov, A., & Bogdan, A. (2019). New Computer Method of Derivative Thermal Express Analysis of Cast Iron for Operational Prediction of Quality of Melts and Castings. *Journal of Casting and Materials Engineering*, 3 (2), 31-42. <http://dx.doi.org/10.7494/jcme.2019.3.2.31>
3. Zakharchenko, E. V., Burbelko, A. A., Sirenko, E. A., Goncharov, A. L., Bogdan, A. V., & Kavalets, M. (2019). New Computer Method Thermal Express-Analysis of the Quality of Liquid Iron with the Prediction of the Microstructure and Properties of Castings at Room Temperatures. *Casting processes*, 3, 46-58. <http://jnas.nbuv.gov.ua/article/UJRN-0001046421>
4. Sirenko, K. A. (2022). Ways to improve the methodology for thermal analysis of the quality of liquid cast iron. *Casting processes*, 2 (148), 50-55
5. Zhukov, L. F., Smulskiy, A. A., Anoshenko, D. N., Smulskaya, E. A., & Frolov, A. A. (2005). Modern state and prospects of development of thermophysical express control of metal alloys. *Collection of theses of IV International Conference "Problems of Industrial Heat Engineering", Institute of Technical Thermodynamics*. Kiev
6. Donii, O. M. (2021). Doctoral dissertation. Computer models for studying the processes of structure formation in aluminium alloys during their crystallisation. NTUU "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute". 392 p.
7. WO 2014/094805 A1. International Publication Date 26.06.2014; International Filing Date 21.12.2012. A Method of Analysing An Iron Melt. Volvo Truck Corporation, Sweden. Inventors: Hoseini Hooshyar, Schmid Pal.
8. Zakharchenko, E.V., Zhukov, L. D., Sirenko, E. A., Bogdan, A. V., Goncharov, A. L., & Kravchenko, E. V. (2015). Improvement of the universal method of thermal express-analysis of liquid cast irons based on the recognition of the shape of cooling curves. *Casting Processes*, 2, 3-9
9. Patent of Ukraine for invention No 113333. Method for thermal analysis of liquid cast iron. [Zakharchenko, E. V., Sirenko, E. A., Goncharov, A. L., & Bogdan, A. V.] Published. 10.01.2017. Bulletin No. 1.
10. Li, C., Li, D., Shi, D., & Lu, B. (2011). Current situation and development of thermal analysis technology and sample cup. *The 6-th International Forum on Strategic Technology*, August 22–24, 108-111. <https://doi.org/10.1109/IFOST.2011.6020978>

K. A. Sirenko¹, Ph. D. (Tech.), Researcher, ORCID 0000-0003-2613-8094

¹ *Physico-technological Institute of Metals and Alloys of the National Academy of Sciences of Ukraine*

SAMPLERS FOR THERMAL EXPRESS ANALYSIS OF IRON-CARBON ALLOYS

Abstract. The article analyses known methods and means of express control of temperature and chemical composition of iron-carbon alloys in foundry production. It is shown that at the current stage of development of foundry production, the most effective method for express analysis of the chemical composition and properties of molten iron is thermal derivative analysis, which involves obtaining a digital cooling curve of a selected sample (test) of molten iron and comparing it with reference cooling curves of similar type of iron from their database, which defines the chemical composition and properties of castings based on the results of previous studies. The reliability of the express analysis of smelted cast iron depends to a large extent on the reliability of the procedure for sampling the metal melt using special samplers. The advantages and disadvantages of samplers for taking samples from the induction furnace melt are identified. The design of an immersion sampler developed by the Physical and Technological Institute of Metals and Alloys of the National Academy of Sciences of Ukraine and its advantages over samplers of the same purpose, which are widely used in the practice of foundries, are presented in detail. The created and verified system and installation for thermal derivative analysis, the main element of which is the mentioned immersion sampler, are considered in detail. Promising areas of application and ways to improve the methods of thermal analysis of liquid cast iron quality are considered.

Keywords: foundry, iron-carbon alloys, melt, chemical composition, thermal express analysis, liquid metal samplers.

For citation: Sirenko, K. A. (2024). Samplers for thermal express analysis of iron-carbon alloys. *Fundamental and applied problems of ferrous metallurgy*, 38, 760-770. <https://doi.org/10.52150/2522-9117-2024-38-760-770>

*Стаття надійшла до редакції збірника 15.11.2024 р.
Рекомендовано до друку редколегією збірника (Протокол № 12 від 19.12.2024 р.)*