

Л.Ф. Жуков, д-р техн. наук, ст. науч. сотр., гл. науч. сотрудник

А.Л. Гончаров, канд. техн. наук, ст. науч. сотрудник

Д.А. Петренко, мл. науч. сотр., e-mail: dima-petrenko@meta.ua

З.В. Захарченко, канд. техн. наук, ст. науч. сотрудник

Е.А. Сиренко, мл. науч. сотрудник

Физико-технологический институт металлов и сплавов НАН Украины, г. Киев, Украина

Инновационные технологии экспрессного контроля температуры и химического состава железоуглеродистых сплавов

Выполнен анализ известных методов и средств экспрессного контроля температуры и химического состава сплавов в металлургии. Определены недостатки известных решений. Для устранения указанных недостатков созданы усовершенствованные технологии экспресс-контроля температуры и химического состава чугунов и углеродистых сталей. Методы и средства измерений температуры снижают время и стоимость температурного контроля, а также повышают его экспрессность в 1,5–4,0 раза. Установка термоэлектрического экспресс-анализа обеспечивает по ходу плавки контроль массового содержания C, Si и Mn в чугуне с абсолютной погрешностью не более 0,1 %. В установке термографического экспресс-анализа применена погружная пробница инновационной конструкции, а также реализован метод сравнения форм термограмм охлаждения, основанный на статистической обработке первичной термографической информации.

Ключевые слова: температура, химический состав, железоуглеродистые сплавы, термоэлектрический термометр, термоэлектрический сменный преобразователь, инструментальная погрешность, термоэлектрический и термографический экспресс-анализ.

Для стабильного производства металлопродукции с заданными свойствами при минимально возможных ресурсозатратах, необходимо, прежде всего, обеспечить оптимальные температурные режимы процессов получения, обработки и разлива жидкого металла. Поэтому не случайно термоконтроль в структуре метрологического обеспечения наиболее показательных японских литейных предприятий занимает около 30 % [1]. Кроме того, очень важно залить металл в форму не только, например, с требуемой температурой, а также и с регламентируемым стандартами химическим составом. Например, в случае отливок из серого чугуна обычных конструкционных марок необходимо выдерживать массовое содержание C, Si и Mn в соответствии с табл. 1.

Для обеспечения требуемого уровня качества выпускаемой металлопродукции и повышения эффективности производства также необходимо экспрессно контролировать ряд технологических характеристик и параметров, таких как степень модифицирования и пористость металла, количество неметаллических включений, объем усадочной раковины, протяженность границ зерен и т. д.

При этом контроль температуры и химического состава должен выполняться экспрессно по ходу плавки, что дает возможность управлять технологическими процессами в режиме реального времени. Чем меньше времени будет занимать контроль, тем он эффективнее.

Требованию экспрессности наиболее полно удовлетворяет непрерывный температурный контроль, обеспечивающий оперативное управление процессами плавки, обработки и разлива металлических сплавов. Так, непрерывный термоконтроль технически и экономически целесообразен на большегрузных металлургических печах и агрегатах. В свое время технологии непрерывного бесконтактного и световодного контроля температуры были внедрены на предприятиях Украины, стран СНГ, Германии, США, Японии, Ирана и Болгарии с высоким (около 2 млн USD) технико-экономическим эффектом [2].

Сейчас в отечественном литейном производстве доминируют печи и агрегаты малой емкости. Поэтому, в этих условиях наиболее экономически обоснован периодический контроль температуры переносными

Таблица 1

Требования ГОСТ 1412-85 к химическому составу чугуна

Марка чугуна	Массовая доля элементов, %				
	C	Si	Mn	P	S
СЧ25	3,2–3,4	1,4–2,2	0,7–1,0	≤ 0,2	≤ 0,15
СЧ30	3,0–3,2	1,3–1,9	0,7–1,0	≤ 0,2	≤ 0,12
СЧ35	2,9–3,0	1,2–1,5	0,7–1,1	≤ 0,2	≤ 0,12

термометрами с помощью термоэлектрических сменных преобразователей (ТСП) погружения.

В Украине серийно производятся термоэлектрические термометры СКТР-0597, ТТЦ-103 (НПО «Термоприбор»), предназначенные для работы с ТСП различных типов [3]. В состав СКТР-0597 входит погружной жезл с ТСП, вторичный измерительный преобразователь (ВИП) и устройство сигнализации, объединенные линией связи. ВИП и устройство сигнализации монтируются стационарно на объекте контроля. ТТЦ-103 является портативным прибором.

ООО «Техноцентрприбор» (Россия) выпускает портативные термометры ТЦП-1800П(С), ТЦП-1800В, с которыми поставляются ТСП собственного производства. К полустационарным термометрам этой же компании относятся СКТР-1ВР-RS485, СКТР-ПР(С), которые состоят из жезла с термоэлектрическим сменным преобразователем, соединительного кабеля, технологического измерителя-регулятора с интерфейсом RS-485, преобразователя интерфейса для подключения к ПК и четырехразрядного цифрового табло. Стационарными термометрическими системами являются КТ-5.2 и СКТР-П4к, причем последняя позволяет вести многоканальную регистрацию температуры [4].

Известен термометр ТП-А 212П (ОАО «Обнинская термоэлектрическая компания»), имеющий оригинальную (поплавокного типа) конструкцию погружной части термозонда. Такая конструкция предотвращает погружение ТСП в расплав на глубину, превышающую рабочую [5]. Компания Heraeus Electro-Nite International (Бельгия) выпускает два типа термоэлектрических термометров для периодического термоконтроля: портативный Digilance-4 и полустационарный DigiTemp [6].

Для измерений температуры металлических расплавов в комплекте с термоэлектрическими термометрами, в Украине выпускают ТСП разового погружения с картонной теплозащитной гильзой, в том числе типов ПТПП-0788, ПТПП-0290 и ПТВР-0688, а также ТСП многоразового погружения типа ПТВР-2 [3]. Картонные ТСП разового погружения также выпускаются рядом зарубежных фирм, в том числе Heraeus Electro Nite – типа PosiTerm, ОАО «Челябинский завод «Теплоприбор» – типа ТПР/ТВР-2075, ТПР-2085 [7]. Для многоразового применения Heraeus Electro Nite предлагает ТСП типа Maxi-Stik, Multi-Stik, XT, Multi-Tip и другие [6].

Время измерения температуры расплава определяется инерционностью ТСП, в комплекте с которым работает термометр. Значительное время измерения сокращает срок службы используемых ТСП. Повышается риск повреждения термозонда при погружении его в расплав на чрезмерную (превышающую рабочую) глубину. Следовательно, недостатком известных термометров является значительное время выдержки ТСП в расплаве. Термометры, в которых, благодаря малой термической инерции ТСП, время измерения незначительно, рассчитаны на ТСП одноразового погружения, что повышает стоимость измерений. Некоторые термометры конструктивно состоят из нескольких разнесенных в пространстве

модулей, что не всегда удобно в производственных условиях. Предпочтительно, чтобы термометр был выполнен в виде единого изделия, которое можно оперативно перемещать между объектами температурного контроля.

Основным недостатком ТСП с картонной теплозащитной гильзой является ограниченное количество погружений (как правило, одно погружение). Это делает экономически нецелесообразным их использование на печах малой емкости. Кроме того, конструкция этих ТСП предполагает и допускает погружение защищенного картонной теплозащитной гильзой терморазъема в жидкий металл. При погружении в жидкий металл терморазъем нагревается до высоких температур, которые значительно повышают погрешность измерений. Например, после последовательных 3 погружений в жидкий металл с температурой 1600 °С абсолютная погрешность измерений достигает 120 °С. Погрешность измерений также прямо пропорционально возрастает за счет неизотермического размещения контактов ТСП вдоль его оси [7].

К достоинствам ТСП типа ПТПП-2075 можно отнести низкую инструментальную погрешность термоэлектрического преобразователя типа ТПР (В). Но это будет справедливо только при точном соблюдении технологии изготовления ТСП, так как малейшие отклонения в геометрических размерах функциональных элементов приводят к потере однозначности измерений температуры, а в худшем случае – к безвозвратной порче ТСП [8]. К тому же, каждое измерение сопровождается потерей драгоценных металлов, что значительно удорожает эксплуатацию таких ТСП.

В ТСП многоразового погружения типа ПТВР-2 (также как и в одноразовом типа ПТВР-0688) для защиты его термоэлектрического термометра использована U-образная, ограничивающая верхний предел измерений до 1550 °С и количество погружений до 3–5, тонкостенная кварцевая трубка. Кроме того, в конструкции ТСП использованы выполненные из полимерных низкотемпературных материалов элементы [7]. При излишней неконтролируемой выдержке полимерные детали плавятся, ТСП выходит из строя и зачастую вместе с терморазъемом. При этом в процессе измерений исключается изотермичность размещенных по продольной оси контактов и свободных концов термоэлектрического термометра ТСП, что приводит к дополнительной погрешности измерений. Тонкостенная с малым диаметром кварцевая трубка ограничивает верхний предел измерений и не допускает, даже незначительное, наличие шлака на поверхности термометрируемого расплава.

Указанные недостатки известных решений существенно ограничивают применение серийно производимых средств экспрессного контроля температуры металлических расплавов. Это приводит к росту погрешностей и стоимости измерений.

Для устранения перечисленных недостатков ФТИМС НАН Украины был выполнен комплекс исследований:

– влияния материалов и конструкции ТСП на воспроизводимость нагрева его рабочего контакта в регулируемом тепловом режиме I рода;

– алгоритмов математической обработки результатов измерений термо-ЭДС ТСП в регулярном тепловом режиме I рода;

– метрологических характеристик разработанных средств экспрессного температурного контроля.

В результате выполненных исследований разработаны средства экспрессного контроля температуры металлических расплавов – переносной контактный термометр ТПК-05 (рис. 1) и термоэлектрический сменный преобразователь штыревой ТСП-Ш [9].

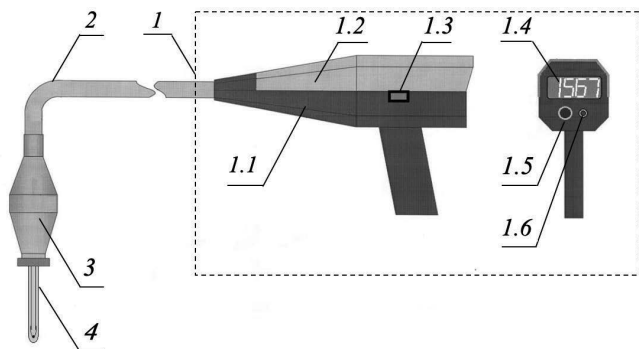


Рис. 1. Конструкция термометра ТПК-05

Термометр включает ВИП (1), удлинительную штангу (2), терморазъем (3) и ТСП (4). ВИП состоит из корпуса (1.1), с размещенной в нем электронной платой и крышки (1.2). Клеммы для подсоединения удлинительной штанги находятся под крышкой корпуса на электронной плате. В корпусе также размещены выключатель питания (1.3), 4-разрядное светодиодное цифровое табло для отображения результатов измерений и информационных сообщений (1.4), кнопка формирования диалоговых команд (1.5) и универсальный разъем для подключения ПК и телефонной гарнитуры (1.6). Технические характеристики термометра ТПК-05 приведены в табл. 2.

Терморазъем ТПК-05 предназначен для работы с термоэлектрическими сменными преобразователями ТСП-Ш.

Главным элементом электронной платы ВИП является микроконтроллер MSC1210Y4 производства

Texas Instruments, оснащенный 24-разрядным аналого-цифровым преобразователем (АЦП) [10].

Рассмотрим процедуру измерения температуры ВИП. После усиления аналогового сигнала ТСП и окончания аналого-цифрового преобразования результат измерения термо-ЭДС записывается в регистр памяти микроконтроллера. Затем к АЦП подключается встроенный в микроконтроллер полупроводниковый (диодный) сенсор температуры свободных концов термоэлектрического термометра ТСП (то есть клемм, к которым подключены провода от ТСП). Полупроводниковый первичный измерительный преобразователь имеет линейную характеристику преобразования, чувствительность 375 мкВ/°С и при температуре 25 °С генерирует напряжение 115 мВ [10]. Сигнал с диодного сенсора оцифровывается АЦП и записывается в регистр памяти. По собственной НСХ диодного сенсора вычисляется его температура, которая принимается равной температуре свободных концов термоэлектрического термометра. Затем эта температура, в соответствии с заданной НСХ термоэлектрического термометра, пересчитывается в термо-ЭДС. Компенсация температуры свободных концов выполняется путем программного суммирования термо-ЭДС, соответствующей температуре диодного сенсора, и термо-ЭДС термоэлектрического термометра. Затем микроконтроллер, в соответствии с заданной обратной НСХ термоэлектрического термометра, вычисляет результат измерения температуры и передает его на индикацию. Для отображения результатов измерений использовано табло из 4 семисегментных светодиодных индикаторов, работающих в режиме динамической индикации.

Передача измерительной информации в ПК осуществляется с помощью последовательного интерфейса RS-232C. Выход для подключения соединительного кабеля интерфейса совмещен с выходом для телефонной гарнитуры. Телефонная гарнитура предназначена для звуковой сигнализации пользователя о процессе измерения температуры.

Пользователь управляет ВИП с помощью кнопки, длительность нажатия которой соответственно интерпретируется микроконтроллером с целью выполнения нужной команды.

Таблица 2

Технические характеристики термометра ТПК-05

Параметр	Значение
Диапазон измерений, °С / тип номинальной статической характеристики (НСХ) термоэлектрического преобразователя	0–800 / ХК (L);
	0–1300 / ХА (K)
	0–1600 / ПП (S)
	300–1800 / ПР (B)
	0–1800 / ВР (A)-1, ВР (A)-2, ВР (A)-3
Рабочие условия эксплуатации:	– температура 0–50 °С; – массовая доля влаги 80 % при 50 °С
Количество хранимых в памяти ВИП измерений	110
Электропитание, В	4,5; постоянное напряжение
Масса ВИП без штанги, кг	1

ВИП имеет два вида работы: «Измерения» и «Сервис». Вид работы «Измерения» предполагает два режима: автоматический и ручной. Автоматический режим применяется только для ТСП-Ш. ВИП по специальному алгоритму прогнозирует температуру термодинамического равновесия рабочего контакта термоэлектрического термометра и термометрируемого расплава [9]. Ручной режим предназначен для любых других ТСП. При этом время измерения температуры будет определяться термической инерцией применяемого ТСП.

Вид работы «Сервис» позволяет просмотреть 10 последних результатов измерений температуры, сформировать протокол измерений, объемом до 110 отсчетов, передать на ПК протокол измерений, задать режим измерений, а также НСХ термоэлектрического преобразователя применяемого ТСП.

К преимуществам термометра ТПК-05 можно отнести портативную и эргономичную конструкцию, минимизированное, благодаря алгоритму прогнозирования, время измерения температуры расплава, возможность работы с ТСП многократного погружения, наличие интерфейса для связи с ПК, а также простоту управления с помощью одной кнопки.

Выполнены исследования инструментальной погрешности термометра ТПК-05 при различной температуре электронной платы его ВИП [9]. Основной вклад в состав инструментальной погрешности вносит полупроводниковый первичный измерительный преобразователь температуры, измеряющий температуру свободных концов термоэлектрического термометра. При этом влияние погрешности первичного измерительного преобразователя температуры на инструментальную погрешность ТПК-05 будет различным для сигналов ТСП, соответствующим различным измеряемым температурам. Исследования выполнены в диапазоне изменений термо-ЭДС, соответствующем НСХ ВР (А)-1 (табл. 3), так как термоэлектрические термометры, применяемые в ТСП-Ш, чаще всего имеют эту НСХ.

В соответствии с указанными в табл. 3 температурами определены значения термо-ЭДС, подаваемые на ВИП вместо реальных сигналов ТСП. Поскольку входные сигналы были фиксированными, а измерялась только температура окружающей ВИП среды, вследствие термокомпенсации реальные проверяемые температурные точки не соответствовали указанным в табл. 3. Для точного соответствия нужно было бы, в зависимости от температуры окружающей среды, подбирать входной сигнал, который, с учетом термокомпенсации, соответствовал бы указанным в табл. 3 температурным точкам $T_{пр}$. Это внесло бы дополнительное усложнение в эксперимент. Диапазон температур окружающей среды выбран с учетом рабочих условий ТПК-05.

Исследования выполнялись на установке, включающей термостат с эталонным средством измерений

температуры (медный термометр сопротивления) и источник постоянного напряжения, имитирующий сигнал ТСП. Электронная плата ВИП помещалась в термостат, после достижения термодинамического равновесия между средой и платой эталонным средством измерений измерялась температура среды T_{cp} в термостате. Затем на плату подавался входной сигнал $U(T_{пр}, 0)$, и фиксировались показания табло. Таким образом, перебирались все 5 проверяемых точек по термо-ЭДС (см. табл. 3), после чего переходили к следующей температуре среды T_{cp} в термостате. Исследования выполнены при 7 значениях T_{cp} .

Инструментальная погрешность термометра ТПК-05 определялась в соответствии с выражением:

$$\Delta T_{и} = T_{изм} - T_{д} = T_{изм} - f(U(T_{с.к.}, 0) + U(T_{ТЭТ}, T_{с.к.})),$$

где $T_{изм}$ – измеренное термометром значение температуры; $T_{д}$ – действительное значение температуры; $U(T_{с.к.}, 0)$ – термо-ЭДС по НСХ ВР(А)-1, соответствующая действительной температуре $T_{с.к.}$ свободных концов термоэлектрического термометра, измеренной эталонным средством измерений; в условиях термодинамического равновесия в термостате $T_{с.к.} = T_{cp}$; $U(T_{ТЭТ}, T_{с.к.}) = U(T_{пр}, 0)$ – термо-ЭДС термоэлектрического термометра, генерируемая при температуре $T_{ТЭТ}$ его рабочего контакта и температуре $T_{с.к.}$ его свободных концов; в условиях эксперимента равна фиксированному входному сигналу в соответствии с табл. 3.

Зависимости инструментальной погрешности термометра ТПК-05 от температуры среды в термостате для различных входных сигналов приведены на рис. 2.

Как видно из рис. 2, в точках -3,9, 20,4 и 30,5 °С инструментальные погрешности близки для всех входных сигналов. В остальных точках они существенно отличаются, причем в крайних точках заметен рост погрешности с возрастанием входного сигнала. Встроенный в микроконтроллер первичный измерительный преобразователь температуры свободных концов термоэлектрического термометра имеет наименьшую погрешность в диапазоне температур от 20 до 30 °С. Влияние погрешности измерения температуры

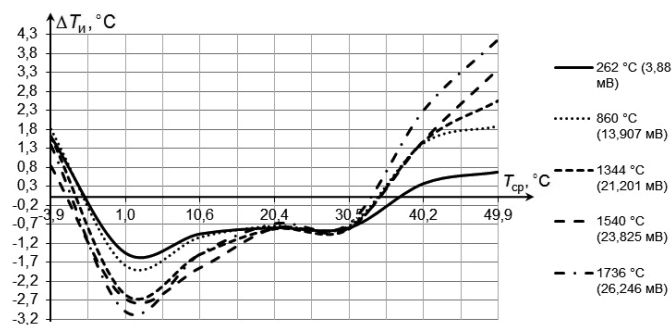


Рис. 2. Зависимости инструментальной погрешности термометра ТПК-05 от температуры среды в термостате для различных входных сигналов

Таблица 3

Входные сигналы, подаваемые на ВИП

Температура, $T_{пр}$, °C	262	860	1344	1540	1736
Термо-ЭДС $U(T_{пр}, 0)$, мВ	3,880	13,207	21,201	23,825	26,246

встроенным сенсором увеличивается с возрастанием уровня входного сигнала. Это обусловлено уменьшением чувствительности термоэлектрического преобразователя с НСХ ВР (А)-1 при росте температуры.

Для работы в комплекте с термометром ТПК-05 предназначен термоэлектрический сменный преобразователь штыревой ТСП-Ш (рис. 3) [11, 12].

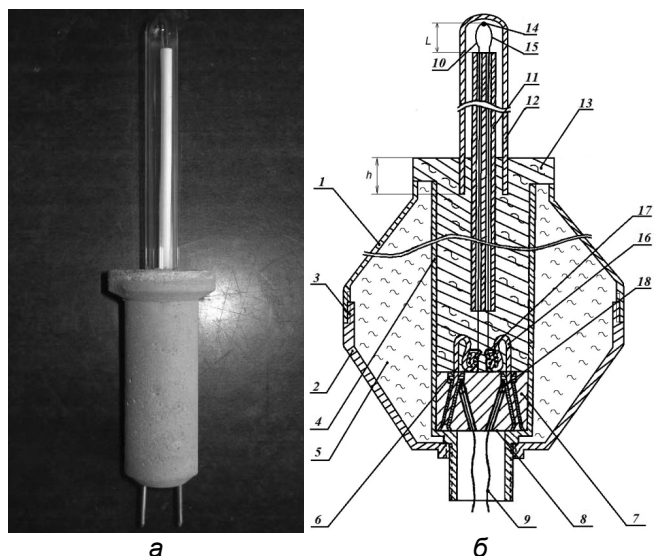


Рис. 3. Термоэлектрический сменный преобразователь штыревой ТСП-Ш: а – внешний вид; б – конструкция ТСП-Ш и терморазъема термометра ТПК-05

Терморазъем является элементом, обеспечивающим передачу первичной измерительной информации от ТСП-Ш к ВИП и механическую фиксацию ТСП-Ш на удлинительной штанге термометра. Наружная стенка терморазъема состоит из тонкостенных стальных крышки 1 и корпуса 2, соединяющихся посредством резьбового соединения 3. Внутренняя стенка 4 терморазъема представляет собой стальной цилиндр. С целью теплоизоляции от рабочей среды кольцевой зазор между наружной и внутренней стенками терморазъема заполнен каолиновой ватой 5. Также в терморазъеме расположены матрицы штыревого разъема 6, электроизоляционная втулка 7, узел штыревых матриц 8 и удлинительные (компенсационные) провода 9. Термоэлектрический термометр 10 электроизолирован трубкой 11 и размещен в защитном наконечнике 12, который герметично связан с корпусом 13 и установлен в нем на глубине h , равной 1,5–2,5 наружным диаметрам защитного наконечника. Рабочий контакт 14 термоэлек-

трического термометра удален от торца электроизолирующей трубки 11 на расстояние L , равное 10–50 диаметров его термоэлектродов. Термоэлектроды и рабочий спай термометра 10 окислены или снабжены специальным покрытием 15. Соединения штыревых контактов 16 с термоэлектродами термометра 10 имеют клеевое покрытие 17. В рабочем состоянии штыревые контакты 16 размещены в матрицах штыревого разъема 6, которые запрессованы в электроизоляционную втулку 7 узла штыревых матриц 8. Данный узел жестко закреплен между корпусом 2 и внутренней стенкой 4 терморазъема. Соединения удлинительных (компенсационных) проводов 9 с матрицами штыревого разъема 6 снабжены клеевым покрытием 18.

Процесс изготовления ТСП-Ш включает следующие этапы [9]:

- изготовление термоэлектрической вставки;
- формовку защитного корпуса;
- сушку;
- проверку работоспособности и определение полярности штыревых контактов.

Перечень материалов, применяемых при изготовлении ТСП-Ш, приведен в табл. 4. В качестве термоэлектродов допускается применять проволоку, соответствующую термоэлектрическим преобразователям, НСХ которых указаны в табл. 2.

Термоэлектрическая вставка собирается в следующей последовательности:

1. Изготавливается рабочий конец термоэлектрического преобразователя путем скручивания (5–7 витков) термоэлектродов.
2. Рабочему концу придается форма эллипса, большой диаметр которого равен 10 мм, а малый – 3 мм.
3. Свободные концы термоэлектродов продеваются в электроизолятор.
4. Вышедшие из электроизолятора термоэлектроды присоединяются к медным штыревым контактам. Длина заготовки для штыревого контакта составляет 40 мм, причем один ее конец затачивается под конус, а другой, длиной 5 мм, загибается на 180°, образуя зажим для термоэлектрода.
5. После присоединения термоэлектродов к медным штыревым контактам и обжарки соединения, это соединение покрывается электропроводным лаком и термостойким клеем.

Формовка защитного корпуса ТСП-Ш выполняется в специальной стальной пресс-форме, рассчитанной на 10 преобразователей [9]. При этом необходимо

Таблица 4

Материалы, применяемые при изготовлении ТСП-Ш

№ п/п	Наименование
1.	Наконечник из кварцевого стекла, диаметром 9 мм, длиной 100 мм (ГОСТ 19908-90)
2.	Термоэлектрическая проволока диаметром 0,1; 0,15; 0,2 мм, длиной 160 мм
3.	Муллитокремнеземистый двухканальный электроизолятор (соломка) диаметром 3,0–3,5 мм, длиной 115 мм
4.	Медная проволока диаметром 1,8 мм, длиной 80 мм
5.	Цемент М500
6.	Песок речной просеянный
7.	Термостойкий, электропроводный лак
8.	Термостойкий, влагостойкий клей (например, КЛ А35 или КМХ-2)

соблюдать следующую последовательность действий:

1. Приготовить формовочную смесь (1 часть песка; 2 части цемента).

2. После тщательного перемешивания смеси залить ее водой, перемешать и дать отстояться 15 минут (в течение этого времени рабочие поверхности деталей пресс-формы протирают машинным маслом).

3. В отверстия фишек вложить медные штыревые контакты, затем соединить одна с другой половинки пресс-формы путем затягивания соответствующих болтовых соединений.

4. Формовочную смесь после выдержки перемешать, при необходимости добавить воды.

5. Уложить формовочную смесь в пресс-форму до верхнего среза.

6. Рабочий конец термоэлектрического преобразователя и электроизолятор, выступающие над верхним срезом пресс-формы, закрыть кварцевым наконечником. После частичного затвердевания, смесь утрамбовать. В пресс-форме ТСП-Ш должны находиться 20–30 часов.

Сушка вынутых из пресс-формы ТСП-Ш предполагает выдержку их во влажной атмосфере в течение 48 часов, выдержку при комнатных условиях в течение 24 часов, а также выдержку в сушильном шкафу (муфельной печи) при температуре 120–150 °С в течение 20–30 часов. После этого, с помощью мультиметра, проводится контроль работоспособности ТСП-Ш и определение полярности их штыревых контактов.

Инструментальная погрешность ТСП-Ш определяется погрешностью применяемого в нем термоэлектрического преобразователя и соответствует требованиям ДСТУ EN 60584-1:2016.

При испытаниях в производственных условиях установлено, что ТСП-Ш с термоэлектрическим преобразователем типа ТВР обеспечивает измерение температуры железоуглеродистых расплавов в диапазоне от 600 до 1650 °С. Доказано, что на сталях Гадфильда количество погружений на глубину 73–75 мм, при длительности измерений 7–10 с, достигает 15–20 [7]. Предложенная конструкция и материалы ТСП-Ш, а также терморазъема существенно уменьшают время установления термодинамического равновесия между рабочим контактом и термометрируемым расплавом и, следовательно, продолжительность каждого измерения температуры. За счет этого увеличивается количество измерений одним преобразователем и снижается их стоимость. При этом за счет ускорения установления термодинамического равновесия, исключения проникновения воздуха в полость защитного наконечника, повышения изотермичности соединений термоэлектродов термоэлектрического термометра со штыревыми контактами и матриц штыревого разъема с удлинительными (компенсационными) проводами, а также обеспечения герметичности и влагостойкости этих соединений, снижается погрешность измерений температуры.

При получении, обработке и разливке жидкого металла, кроме температуры, также необходимо экспрессно контролировать и выдерживать в требуемых пределах его химический состав и связанные с ним па-

раметры. В структуре метрологического обеспечения металлургических предприятий с высокой культурой производства контроль химического состава составляет 5–6 % [1]. Для анализа химического состава металлических сплавов в лабораторных и производственных условиях применяются химические, термографические, микрорентгеноспектральные и спектральные технологии, перечисленные в порядке снижения точности измерений [13]. Наиболее перспективными для экспрессного контроля химического состава металлических сплавов являются термоэлектрические и термографические технологии. ФТИМС НАН Украины накоплен многолетний опыт по их усовершенствованию с целью повышения точности измерений, а также расширения области применения этих технологий.

Основными производителями термоэлектрических технологий экспресс-контроля являются «Тамис» (Россия) и «Netzsch» (Германия). Технологии основаны на зависимостях термоэлектрических характеристик железоуглеродистых сплавов в контакте с медным горячим электродом от химического состава сплавов. К наиболее существенным недостаткам этих технологий относят использование медных горячих электродов, разовые, без статистической обработки, измерения термо-ЭДС, что снижает метрологические характеристики экспресс-анализа. Существующие решения не обеспечивают надежный контроль содержания Mn в чугунах и сталях.

Для экспресс-контроля химического состава также широко используются термографические технологии «Heraeus Electro-Nite International» (Бельгия), «L&N Metallurgical products Co.», «Metlab Systems & Foundry Information Systems», «Minco», «Elkem Metals» (США), «ITACA Thermal Analysis» и «ProService Technologies» (Италия), «Nova Cast» (Швеция), «Toshiba» (Япония). Термографический регрессионный анализ железоуглеродистых сплавов проводится только по кривым охлаждения образцов, то есть по температурам фазовых превращений «ликвидус» и «солидус». Он обычно ограничивается определением содержания С и Mn, а также расчетом углеродного эквивалента. При этом точность измерений содержания С не достижима для других известных методов экспресс-анализа, а по Si не удовлетворяют требованиям производства. Поэтому на практике термографические установки перечисленных производителей используются только для определения содержания С. Стоимость одного анализа составляет около 10 USD. Значительные погрешности контроля содержания Mn в железоуглеродистых сплавах стимулируют разработку новых алгоритмов обработки первичной измерительной информации в термографии. В 2013 году появились публикации из КНР об успешном использовании термографического анализа для контроля химического состава сплавов методом сравнения [9].

Для повышения метрологических характеристик и экспрессности, а также снижения стоимости контроля химического состава чугунов и углеродистых сталей, был выполнен комплекс исследований:

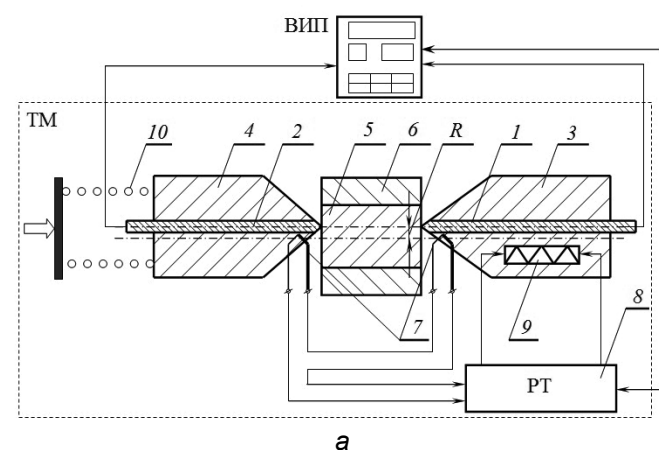
– термоэлектрических характеристик железоуглеродистых сплавов в контакте с другими металлическими материалами при различных температурах;

– влияния условий изготовления образцов для термоэлектрического анализа на воспроизводимость и однородность их металлографической и термоэлектрической структуры;

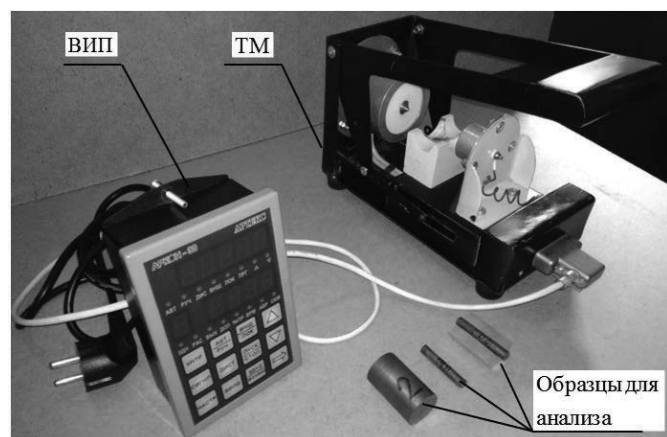
– влияния условий термографического экспресс-анализа железоуглеродистых сплавов методом сравнения на критерий распознавания их термограмм охлаждения.

В результате проведенных исследований разработаны алгоритмы, методы и средства термоэлектрического и термографического экспресс-анализа химического состава чугуна.

Устройство установки УТЭА-Ч для термоэлектрического экспресс-анализа химического состава чугунов представлено на рис. 4 [14].



а



б

Рис. 4. Установка УТЭА-Ч для термоэлектрического экспресс-анализа химического состава чугунов: б – внешний вид; а – функциональная схема

Принцип работы установки основан на зависимости термо-ЭДС образцов серого, белого и пестрого чугуна в контакте с горячим термоэлектродом от массового содержания в них С, Si и Mn.

Установка состоит из термоэлектрического модуля (ТМ) и ВИП. ТМ включает горячий 1 и холодный 2 электроды, размещенные в термостатах 3 и 4 соответственно повышенной и комнатной температур. Между электродами находится образец 5 в подложке 6. В контактирующие с образцом части электродов установлен дифференциальный термоэлектрический термометр 7, подключенный ко входу регулятора температуры 8, выход которого подключен к на-

гревателю термостата 9. Подвижный электрод снабжен пружинным регулятором усилия прижатия 10. Измерительная термоэлектрическая цепь «горячий электрод – образец – холодный электрод» замыкается через входную цепь ВИП.

Горячий электрод нагревается до рабочей температуры, которая измеряется дифференциальным термоэлектрическим термометром и поддерживается регулятором температуры. Регулятор температуры реализован в ВИП. Подготовленный для измерений образец устанавливается в подложку, и к его противоположным торцам прижимаются горячий и холодный электроды, постоянство усилия прижатия которых обеспечивается пружинным регулятором. Термо-ЭДС образца измеряется и сохраняется в памяти ВИП. Затем образец проворачивается в подложке вокруг своей оси на некоторый угол и операция измерения повторяется. Количество повторов составляет 7–14. Поскольку оси термостатов электродов и подложки смещены относительно друг друга, то точки измерений будут располагаться на окружности радиуса R , который равен величине смещения. Из-за использования специальных термоэлектродов установка УТЭА-Ч имеет высокую чувствительность при измерениях термо-ЭДС. Это, а также неоднородность сплава образца, приводят к сильному разбросу в результатах измерений. Поэтому, результаты измерений обрабатываются ВИП по специальному алгоритму с целью проверки их достоверности, после чего исключаются промахи и, по отобранным результатам, вычисляется массовое содержание С, Si и Mn в образце.

В результате сравнительных исследований подтверждена более высокая, по сравнению с другими методами, в том числе спектральным и термографическим, точность термоэлектрического экспресс-анализа химического состава чугунов. Установлено, что абсолютная погрешность измерений УТЭА-Ч не превышает 0,1 %.

Одним из преимуществ УТЭА-Ч является то, что холодный и горячий электроды выполнены из материала, стойкого к окислению, механически твердого и развивающего в контакте с контролируемым образцом высокую термо-ЭДС [14]. Этим требованиям наиболее полно удовлетворяет копель (сплав Cu-Ni-Mn). Высокая термо-ЭДС (в 1,5 раза выше, чем у электродов из Ag или Cu) повышает чувствительность установки и уменьшает влияние температуры окружающей среды и холодного электрода на разность температур между горячим и холодным электродами. Указанные характеристики электродов стабилизируют теплофизические параметры их контактов с образцом и снижают погрешность измерений химического состава чугуна.

Другое преимущество УТЭА-Ч по сравнению с известными решениями заключается в статистической обработке результатов измерений, предназначенной для обнаружения и исключения промахов [14]. Смещение образца относительно оси соосных электродов на величину, не превышающую радиус наиболее термоэлектрически однородной осевой части образца и возможность его вращения в подложке вокруг продольной оси, обеспечивает многократные

измерения термо-ЭДС в размещенных вокруг оси образца наиболее термически однородных точках.

Основным условием получения достоверных результатов измерений для УТЭА-Ч является воспроизводимость контактной температуры в локальных областях контакта электродов с контролируемым образцом, а также строгое соблюдение методики получения и подготовки образцов для анализа [9].

Для термографического экспресс-анализа химического состава чугунов разработана установка УТГЭА-Ч (рис. 5).

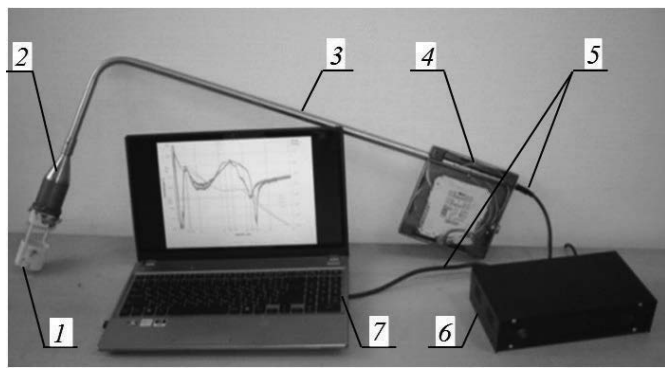


Рис. 5. Установка УТГЭА-Ч для термографического экспресс-анализа химического состава чугунов

В этой установке реализован метод термографического экспресс-анализа на основе сравнения форм термограмм охлаждения [9]. Установка включает погружную пробницу 1, терморазъем 2, удлинительную штангу 3, модуль АЦП 4, кабели 5 для связи модуля АЦП с интерфейсным блоком (ИБ) 6 и ИБ с ПК 7. При соответствующей адаптации программного обеспечения УТГЭА-Ч может использоваться для определения массового содержания С в сталях; Al и Cu – в цинковых сплавах; Fe, Al и Zn – в медных сплавах; Si, Fe, Mg, Ni, Cu, Mn, Zn и Ti – в алюминиевых сплавах, а также следующих технологических характеристик: степени модифицирования; количества неметаллических включений; пористости; объема усадочной раковины; протяженности границ зерен с последующей оценкой связанных с ней параметров.

Основным элементом УТГЭА-Ч, определяющим ее метрологические характеристики, является погружная пробница. При отборе проб необходимо обеспечить:

- одинаковую температуру жидкого металла в тигле печи при отборе проб;
- одинаковый стабильный объем пробы металла;
- равномерный теплообмен с окружающей средой;
- расположение рабочего контакта термоэлектрического преобразователя на оси тепловой симметрии в геометрическом центре пробницы.

В качестве погружной пробницы авторами статьи предложено использовать тонкостенный стальной стаканчик-пробоотборник, покрытый огнеупорной теплоизолирующей краской (толщина покрытия – 1 мм) с вмонтированным ТСП-Ш [9]. Для фиксации ТСП-Ш используется терморазъем, аналогичный применяемому в термометре ТПК-05. В ТСП-Ш предложено использовать термоэлектрический преобразователь типа ТХА (К) с диаметром термоэлектродов 0,3 мм.

Для защиты рабочего контакта термоэлектрического преобразователя используется кварцевый наконечник диаметром 3 мм с толщиной стенки 0,3 мм. Пробоотборник предназначен для отбора проб жидкого металла в условиях реального производства в индукционной среднечастотной печи (160 кг), в транспортно-заливочном ковше, а также в небольшой лабораторной печи (2,5 кг).

Для преобразования сигнала с ТСП-Ш в цифровую форму применен 4-канальный модуль аналого-цифрового преобразования WAD-AIK-BUS. Он оснащен 24-разрядным АЦП, интерфейсом RS-485 и обеспечивает надежную регистрацию и запись кривых охлаждения металлических расплавов. Интерфейсный блок предназначен для согласования интерфейса RS-485, с помощью которого передает сигнал модуль АЦП, и интерфейса USB, который есть у ПК.

Установка УТГЭА-Ч работает следующим образом [9]. Оператор погружает пробницу в расплав чугуна таким образом, чтобы жидкий металл заполнил весь ее объем, при этом ТСП-Ш оказывается погруженным в расплав внутри пробницы. После заполнения расплавом пробница извлекается из расплава и устанавливается с удлинительной штангой в фиксатор для остывания в состоянии покоя. Модуль АЦП оцифровывает значения термо-ЭДС рабочего контакта ТСП-Ш с частотой дискретизации 10 Гц, а также рассчитывает соответствующие значения температуры в соответствии с обратной НСХ термоэлектрического преобразователя типа ТХА (К). Полученные значения температуры записываются в ПК в виде двумерных временных массивов с помощью программы ThermoEX и представляют собой термограмму охлаждения. В ПК также содержится база данных с референсными (образцовыми) термограммами охлаждения и соответствующими им химическими составами и другими показателями качества жидкого металла. Референсные термограммы охлаждения должны быть получены при работе с расплавами, химический состав которых заранее известен. Программа ThermoEX проводит обработку термограмм охлаждения, которая заключается в сравнении записанной термограммы с референсными из базы данных. Сравнение осуществляется путем расчета критерия соответствия [9]. После выбора, по критерию соответствия, наиболее близкой референсной термограммы, химический состав анализируемого чугуна считается идентичным химическому составу, соответствующему выбранной референсной кривой.

Экспериментально установлено, что абсолютная погрешность измерений содержания С с помощью УТГЭА-Ч не превышает 0,1 %. Метрологические характеристики УТГЭА-Ч по Si оказались ниже характеристик УТЭА-Ч.

Преимуществом УТГЭА-Ч по сравнению с известными решениями является усовершенствованный материал покрытия погружной пробницы. Сейчас крупнейшими мировыми производителями средств термографического экспресс-анализа широко используется Те-покрытие для пробниц, опасное для человека и окружающей среды. Авторами статьи предложено использовать для покрытия пробниц

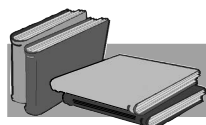
огнеупорную краску с такими же характеристиками и ценой, но экологически безопасную. Также на данный момент в промышленности применяются только одноразовые песчаные пробники. В ходе исследований разработаны многоразовые (до 1000 проб) металлические окрашиваемые пробники, позволяющие повысить воспроизводимость измерений и экономическую эффективность экспресс-контроля. Алгоритм статистической обработки термограмм охлаждения и разработанный критерий соответствия зарегистрированной и референсной термограмм охлаждения также повышают точность термографического экспресс-анализа химического состава железоуглеродистых сплавов.

Таким образом, в результате теоретических и экспериментальных исследований, значительно усовершенствованы технологии экспрессного контроля температуры и химического состава чугунов и углеродистых сталей. Разработаны новые средства экспрессного контроля, включающие переносной контактный термометр ТПК-05, термоэлектрический сменный преобразователь ТСП-Ш, установки УТЭА-Ч и УТГЭА-Ч соответственно для термоэлектрического и термографического экспресс-анализа химического состава железоуглеродистых сплавов. Термометр ТПК-05 имеет портативную и эргономичную конструкцию, минимизированное, за счет алгоритма прогнозирования, время измерения температуры, а также прост в эксплуатации. Установлено, что

инструментальная погрешность ТПК-05 в рабочих условиях не превышает 4 °С. ТСП-Ш обеспечивает многоразовые (до 20 погружений) измерения температуры железоуглеродистых расплавов в диапазоне от 600 до 1650 °С. Разработанные методы и средства измерений температуры снижают время и стоимость температурного контроля, а также повышают его экспрессность в 1,5–4,0 раза.

Установка термоэлектрического экспресс-анализа химического состава чугунов УТЭА-Ч обеспечивает экспрессный, по ходу плавки, контроль массового содержания в чугуне С, Si и Mn. Установлено, что абсолютная погрешность УТЭА-Ч не превышает 0,1 %. В УТЭА-Ч устранены такие недостатки налогов, как применение медных горячих электродов, а также отсутствие статистической обработки первичной измерительной информации. Специальная методика получения и подготовки образцов для анализа позволяет свести к минимуму случайные погрешности.

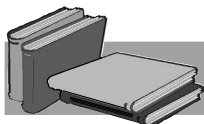
Для термографического экспресс-анализа химического состава чугунов методом сравнения форм термограмм охлаждения разработана установка УТГЭА-Ч. Преимуществом ее является инновационная конструкция погружной пробницы, а также применение алгоритма статистической обработки термограмм охлаждения и разработанного критерия соответствия зарегистрированной и референсной термограмм охлаждения.



ЛИТЕРАТУРА

1. Жуков Л.Ф., Петренко Д.А., Корниенко А.Л. История, состояние и перспективы развития температурных измерений в металлургии // *Металл и литье Украины*. – 2012. – № 7. – С. 27–34.
2. Винахідники України – еліта держави. Винаходи та інновації / Автор-упорядник М. Серб. – Київ: ТОВ «Видавничий центр «Логос Україна», 2016. – 148 с.
3. НПО Термоприлад: Прилади контролю температури в металургії. URL: <http://thermo.lviv.ua/index.php/uk/produksiia%3Fid=24.html>
4. Техноцентрприбор: Каталог продукции для измерений температуры чугуна. URL: <http://www.tcpribor.ru/izmerenie-temperature-chuguna>
5. Улановский А., Куракин А. Вольфрамениевые термозонды в литейном и металлургическом производствах, 2006. URL: <http://otc.obninsk.com/publications.php>
6. Heraeus Electro-Nite International: Каталог продукции для контроля температуры чугуна. URL: https://www.heraeus.com/ru/hen/products_and_solutions_hen/foundry/temperature_control_iron/temperature_control.aspx
7. Жуков Л.Ф., Петренко Д.А., Гончаров А.Л., Корниенко А.Л. Термоэлектрический сменный преобразователь погружения для периодических измерений температуры металлических расплавов // *Металл и литье Украины*. – 2014. – № 10. – С. 29–33.
8. Температурные измерения: Справочник / Под ред. О.А. Геращенко. – Киев: Наукова думка, 1989. – 704 с.
9. Исследовать и разработать методы и средства экспрессного комплексного контроля температуры и химического состава чугунов и углеродистых сталей: Отчет о НИР / Рук. темы д-р техн. наук Л.Ф. Жуков. – Киев: ФТИМС НАН Украины, 2014. – 177 с.
10. MSC1210 precision analog to digital converter with 8051 microcontroller and flash memory. URL: <https://www.ti.com/lit/ug/sbau077/sbau077.pdf>
11. Патент № 14740А Україна, МПК G01K13/12, G01K7/02. Пристрій для вимірювань температури розплавів / Жуков Л.Ф., Коновалов І.О., Смірнов М.І. Опубл. 30.06.1997, Бюл. № 3.
12. Патент № 95334U Україна, МПК G01K13/12, G01K7/02. Пристрій для вимірювання температури рідких і газоподібних середовищ / Жуков Л.Ф., Петренко Д.О., Гончаров О.Л., Корнієнко А.Л. Опубл. 25.12.2014, Бюл. № 24.
13. 50 лет в Академии наук Украины: ИЛП, ИПЛ, ФТИМС / Найдек В.Л., Гаврилюк В.П., Евлаш К.Ф. и др. – Киев: Редакция журнала «Процессы литья», 2008 – 500 с.
14. Патент № 37573А Україна, МПК G01N25/30. Пристрій для термоелектричного контролю сплавів / Жуков Л.Ф., Гончаров О.Л., Штіфзон О.Й. Опубл. 15.05.2001, Бюл. № 4.

Поступила 30.10.2018



REFERENCES

1. Zhukov, L.F., Petrenko, D.A., Kornienko, A.L. (2012). History, state and development perspectives of temperature measurements in metallurgy. *Metall i lit'o Ukrainy*, no. 7, pp. 27–34 [in Russian].
2. Serb, M. et al. (2016). Inventors of Ukraine – state elite. Inventions and innovations. Kiev: LLC “Publishing center “Logos Ukraina”, 148 p. [in Ukrainian].
3. SPA Thermopribor: Devices of temperature control in metallurgy. URL: <http://thermo.lviv.ua/index.php/uk/produksiia%3Fid=24.html> [in Ukrainian].
4. Technocentrpribor: Catalogue of products for cast iron temperature measurements. URL: <http://www.tcprbor.ru/izmerenie-temperatury-chuguna> [in Russian].
5. Ulanovskiy, A., Kurakin, A. (2006). Tungsten-rhenium thermoprobes in foundry and metallurgical productions. URL: <http://otc.obninsk.com/publications.php> [in Russian].
6. Heraeus Electro-Nite International: Catalogue of products for cast iron temperature control. URL: https://www.heraeus.com/ru/hen/products_and_solutions_hen/foundry/temperature_control_iron/temperature_control.aspx [in Russian].
7. Zhukov, L.F., Petrenko, D.A., Goncharov, O.L., Kornienko, A.L. (2014). Thermoelectrical changeable immersion transducer for periodical temperature measurements of metal melts. *Metall i lit'o Ukrainy*, no. 10, pp. 29–33 [in Russian].
8. Gerashchenko, O.A et al. (1989). Temperature measurements: Handbook. Kiev: Naukova dumka, 704 p. [in Russian].
9. To research and develop methods and means of express complex control of cast irons and carbon steels temperature and chemical composition: Report about scientific-research work (2014). Supervisor Prof. L.F. Zhukov. Kiev: PTIMA NAS of Ukraine, 177 p. [in Russian].
10. MSC1210 precision analog to digital converter with 8051 microcontroller and flash memory. URL: <http://www.ti.com/lit/ug/sbau077/sbau077.pdf> [in English].
11. Patent no. 14740A Ukraine, IPC G01K13/12, G01K7/02. Device for temperature measurements of melts. Zhukov L.F., Konovalov I.A., Smirnov M.I. Published 30.06.1997, Bull. no. 3 [in Ukrainian].
12. Patent no. 95334U Ukraine, IPC G01K13/12, G01K7/02. Device for temperature measurement of liquid and gaseous media. Zhukov L.F., Petrenko D.O., Goncharov O.L., Kornienko A.L. Published 25.12.2014, Bull. no. 24 [in Ukrainian].
13. Naidek, V.L., Gavriiliuk, V.P., Evlash, K.F. et al. (2008). 50 years in Academy of sciences of Ukraine: ILP, IPL, FTIMS. Kiev: Editorial office of journal “Protsessy lit'ia”, 500 p. [in Russian].
14. Patent no. 37573A Ukraine, IPC G01N25/30. Device for thermoelectrical control of alloys. Zhukov L.F., Goncharov O.L., Shtifzon O.I. Published 15.05.2001, Bull. no. 4 [in Ukrainian].

Received 30.10.2018

Анотація

Л.Ф. Жуков, д-р техн. наук, ст. наук. співр., гол. наук. співробітник;
О.Л. Гончаров, канд. техн. наук, ст. наук. співробітник; **Д.О. Петренко**,
мол. наук. співр., e-mail: dima-petrenko@meta.ua; **Е.В. Захарченко**, канд.
техн. наук, ст. наук. співробітник; **К.А. Сіренко**, мол. наук. співробітник

*Фізико-технологічний інститут металів та сплавів НАН України,
м. Київ, Україна*

Інноваційні технології експресного контролю температури і хімічного складу залізовуглецевих сплавів

Виконано аналіз відомих методів та засобів експресного контролю температури і хімічного складу сплавів у металургії. Визначено недоліки відомих рішень. Для усунення вказаних недоліків створено удосконалені технології експрес-контролю температури і хімічного складу чавунів та вуглецевих сталей. Методи і засоби вимірювань температури знижують час та вартість температурного контролю, а також підвищують його експресність в 1,5–4,0 рази. Установка термоелектричного експрес-аналізу забезпечує по ходу плавки контроль масового вмісту C, Si та Mn в чавуні з абсолютною похибкою не більше 0,1%. В установці термографічного експрес-аналізу застосовано заглибну пробницю інноваційної конструкції, а також реалізовано метод порівняння форм термограм охолодження, який ґрунтується на статистичній обробці первинної термографічної інформації.

Ключові слова

Температура, хімічний склад, залізовуглецеві сплави, термоелектричний термометр, термоелектричний змінний перетворювач, інструментальна похибка, термоелектричний і термографічний експрес-аналіз.

Summary

L.F. Zhukov, Doctor of Engineering Sciences, Senior Researcher, Chief Researcher; **A.L. Goncharov**, Candidate of Engineering Sciences, Senior Researcher; **D.A. Petrenko**, Junior Researcher, e-mail: dima-petrenko@meta.ua; **E.V. Zakharchenko**, Candidate of Engineering Sciences, Senior Researcher; **K.A. Sirenko**, Junior Researcher

Physico-technological Institute of Metals and Alloys of the NAS of Ukraine, Kyiv, Ukraine

Innovative technologies of express control of ferrous-carbon alloys temperature and chemical composition

The analysis of known methods and means of temperature and chemical composition express control in metallurgy is performed. Disadvantages of known solutions are determined. To exclude mentioned disadvantages improved technologies for express-control of cast irons and steels temperature and chemical composition are created. The methods and means of temperature measurements decrease time and cost of temperature control, as well as increase its expressivity in 1.5–4.0 times. The set of thermoelectric express-analysis provides control of C, Si and Mn weight content in cast iron, during melting, with absolute error not bigger than 0.1 %. In the set for thermographic express-analysis new immersion probe device is applied. Also in this set the method of cooling thermal curves form comparison is implemented. The method is based on statistical processing of primary thermographic information.

Keywords

Temperature, chemical composition, ferrous-carbon alloys, thermoelectric thermometer, thermoelectric changeable transducer, instrumental error, thermoelectric and thermographic express analysis.