

8. Тихонов А.Н. О регуляризации некорректно поставленных задач // Доклады АН СССР. – 1963. – 153, № 1. – С. 49 – 52.

Одержано 29.11.10

Э. В. Приходько, Д. Н. Тогобицкая, А. С. Козачёк

Информационно-аналитическая система стабилизации свойств проката

Резюме

Рассмотрена методика оценки влияния примесных тугоплавких компонентов, попадающие в сталь с шихтой, в комплексе с легирующими элементами на механические свойства готового проката. Предложен новый подход к решению поставленной задачи путем построения карт поверхностей.

E. V. Prykhod'ko, D. N. Togobyskaya, A. S. Kozachek

Information-analytical system of stabilization properties of rolled steel

Summary

The method of assessment of the impact of refractory component impurities that have been trapped into the steel with charge, together with alloying elements to the mechanical properties of the rolled steel, has been considered. A new approach to the solution of the assigned task has been suggested by surface map generating.

УДК 669-154:543.226

Дослідження особливостей будови металевих розплавів методом циклічного синхронного термічного аналізу

О. А. Щерецький, доктор технічних наук

Фізико-технологічний інститут металів та сплавів НАН України, Київ

Для дослідження властивостей металевих розплавів запропоновано методику циклічного синхронного термічного аналізу, яка дозволяє досліджувати незначні зміни теплоємності розплавів залежно від температури. Встановлено області аномальної зміни теплоємності розплавів на основі алюмінію А99 та сплавів АК12, АК7.*

Як відомо з літературних джерел [1 – 4], вивчення будови рідких металів та сплавів проводиться прямими, як правило дифракційними, та непрямими, структурночутливими методами досліджень (вивчають зміну в'язкості, густини та електричного опору розплаву при зміні температури). Ці методи не дають повної

*Роботу виконано в рамках Державної цільової науково-технічної програми “Нанотехнології та наноматеріали”, проект №4.13.10.11/612

картини про будову рідкого металу, тому часто в публікаціях зустрічаються суперечливі результати. З іншої сторони, доведено [5 – 8], що металеві розплави у відповідному інтервалі температур вище температури ліквідус мають мікронеоднорідну (кластерну) будову, яка характеризується відповідною внутрішньою енергією та теплоємністю, тому кластерні перебудови при перегріві розплаву повинні відбуватися із зміною теплоємності системи.

Враховуючи викладене, для проведення досліджень рідкого стану металевих систем можна використати метод синхронного термічного аналізу (СТА). Це дає можливість поєднати два методи дослідження – термогравиметрію (ТГ) і диференціальну скануючу калориметрію (ДСК). Головна перевага СТА полягає в тому, що зміну маси і теплові ефекти вимірюють на одному зразку паралельно і одночасно. Метод забезпечує порівняність отриманих результатів за рахунок усунення впливу таких чинників як неоднорідність матеріалу, умови проведення експерименту, підготовка зразків, та інші. Крім того, поєднання ТГ і ДСК забезпечує більш точне визначення величин теплоємності та ентальпії, оскільки у будь-який момент експерименту відома фактична маса зразка. Метод СТА дозволяє не лише кількісно визначати теплові ефекти та відповідні їм температурні показники, але і порівнювати результати термічного аналізу із зміною маси зразка. Це дає можливість контролювати процеси сушки, окислення, розкладення і випаровування зразків в процесі експерименту та враховувати їх вплив на теплові ефекти.

В роботі використано термоаналізатор STA 449F1 Jupiter фірми NETZSCH (Німеччина), який дозволяє проводити дослідження при температурах до 1500 °С в інертному, окислювальному або відновлюваному середовищах. Точність вимірювання температур $\pm 0,5$ °С. Прилад забезпечений автоматичною системою вакуумування і вбудованим контролером газового потоку.

Враховуючи незначну зміну теплоємності при кластерних перебудовах в металевих розплавах, була розроблена спеціальна методика досліджень для досягнення максимальної чутливості вимірювання. Сутність її полягає в циклічному плавленні та

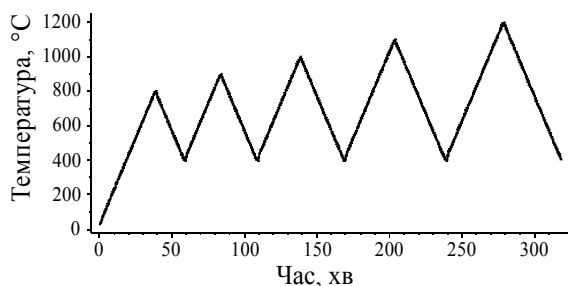


Рис. 1. Температурні режими проведення циклічного термічного аналізу.

кристалізації зразка, при цьому від циклу до циклу збільшується температура перегріву розплаву, а нижня температура залишається сталою (рис. 1). При цьому, ведеться постійний контроль маси зразка. Методика дає можливість проводити цілий комплекс досліджень залежності теплоємності від температури на одному зразку.

Якщо для кожної температури перегріву використовувати новий зразок, навіть виготовлений з однієї

заготовки, не можливо забезпечити абсолютно однакові умов проведення експерименту. Це обумовлене тим, що необхідно вимірювати незначні зміни теплоємності, які можуть маскуватись впливом таких факторів: різним розташуванням зразків в тиглі, різною їх масою та формою, розташуванням тигля та іншими чинниками.

Для досліджень розплаву обрано сплави: А99, АК12, Д16. Хімічний склад сплавів визначали спектральним методом (табл. 1). Сплави переплавляли в графітовому тиглі, перегрівали до 800 °С та розливали на металеву плиту. Циклічний синхронний термічний аналіз (ЦСТА) проводили в атмосфері високоочищеного аргону при швидкості нагрівання та охолодження 20 К/хв.

Методи дослідження та контролю якості металів

Таблиця 1

Хімічний склад дослідних сплавів

Сплав	Основні компоненти (масова частка, %)					Домішки (масова частка, %)					
	Mg	Si	Mn	Cu	Al	Fe	Mn	Cu	Zn	Si	Ti
A95	-	-	-	-	осн.	0,03				0,05	
AK12	-	12,1	-	-	осн.	0,2	0,3	0,1	0,3	-	-
D16	1,4	-	0,6	4,2	осн.	0,5	-	-	0,3	0,5	0,1

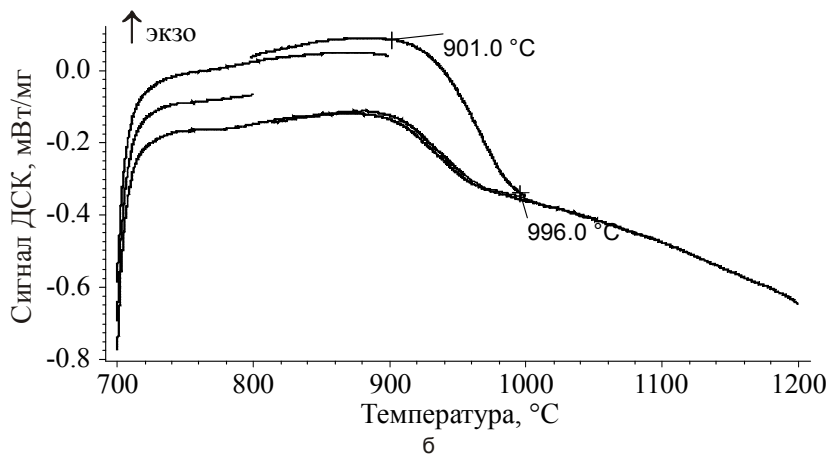
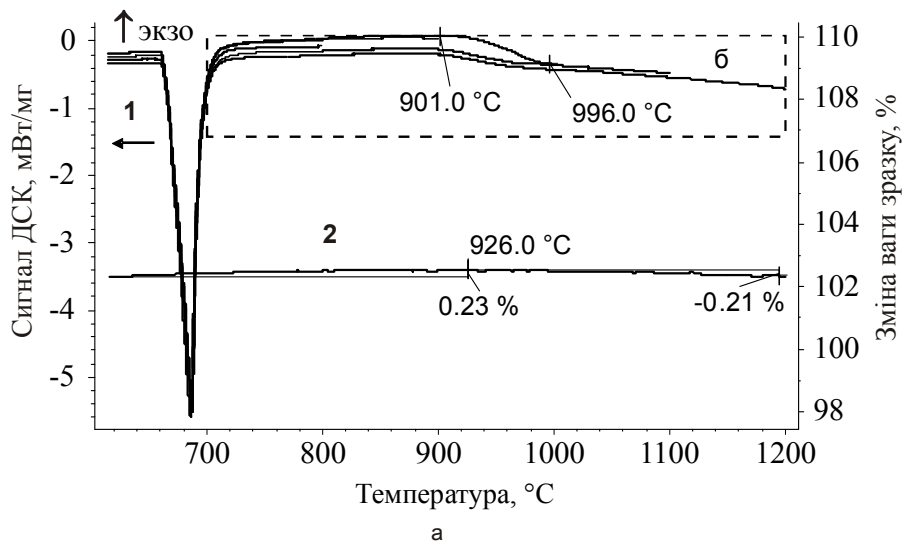


Рис. 2. Термограма циклічного синхронного термічного аналізу алюмінію А99.
а – криві ДСК (1), крива гравіметрії (2), б – збільшений фрагмент кривих ДСК.

Результати циклічного синхронного термічного аналізу алюмінію марки А99 наведено на рис. 2 та в табл. 2. Як показали дослідження, температура та теплота плавлення при всіх температурах перегріву розплаву залишались практично однаковими, що вказує на те, що хімічний склад розплаву практично не змінювався. З підвищенням температури перегріву розплаву до 1000 °С температура початку

Таблиця 2

Термофізичні параметри плавки та кристалізації алюмінію А95

Номер переплаву	$T_{пер.}, ^\circ C$	$T_{пл.}, ^\circ C$	$-\Delta H_{пл.}, кДж/г$	$T_{п.к.}, ^\circ C$	$\Delta T, ^\circ C$
1	800	665,2	277,2	648,0	17,2
2	900	665,3	277,1	637,4	26,9
3	1000	666,3	271,3	635,0	31,3
4	1100	666,7	270,7	627,9	38,8
5	1200	665,5	276,2	626,2	38,3

$T_{пер.}, ^\circ C$ – температура перегріву розплаву, $T_{пл.}, ^\circ C$ – температура плавлення, $\Delta H_{пл.}, кДж/г$ – теплота плавлення, $T_{п.к.}, ^\circ C$ – температура початку кристалізації, $\Delta T, ^\circ C$ – температура переохолодження при кристалізації

кристалізації зменшувалась, а переохолодження збільшувалось. На кривій ДСК (рис. 2) при перегріві до 1000 °С спостерігається перегин, який розпочинається при температурі 901 °С, а закінчується при 996 °С. При перегріві до 1100 °С теплоємність розплаву знижується, температура початку кристалізації різко зменшується, а переохолодження значно зростає; перегин на кривій ДСК залишається, але його величина (зміна теплоємності) зменшується. При збільшенні температури перегріву до 1200 °С, перегин на кривій ДСК, температура початку кристалізації та величина переохолодження залишаються практично такими ж, як і при перегріві розплаву до 1100 °С. Таким чином в інтервалі температур 901 – 996 °С відбувається зміна теплофізичних властивостей алюмінієвого розплаву. Крива втрати ваги також фіксує зміну властивостей розплаву в даному інтервалі температур (рис. 2, крива 2). До температури 926 °С, спостерігається незначне збільшення ваги зразка, при більш високій температурі відбувається незначна втрата ваги зразка. Одержані результати підтверджуються дослідженнями в'язкості [9] та густини [10] розплавів на основі алюмінію.

Результати циклічного синхронного термічного дослідження сплаву АК12 наведено на рис. 3. На відміну від чистого алюмінію на кривих циклічного ДСК спостерігається дві аномальні області зміни теплоємності розплаву (рис. 3). Перша в інтервалі температур 740 – 789 °С та друга в межах 891 – 973 °С. Згідно кривої втрати ваги до температури 742 °С спостерігається збільшення ваги зразка, в інтервалі температур 742 – 920 °С вага не змінюється. Вище вказаної температури спостерігається незначне зменшення ваги; аналогічно чистому алюмінію, що вказує на зміну властивостей розплаву при даних температурах (рис. 3, крива 2). Причому, перший перегин на кривій ДСК спостерігається тільки при першому перегріві розплаву вище температури 800 °С, при повторному перегріві до даної або вищої температури, він відсутній. Термограма циклічного синхронного термічного аналізу для сплаву Д16 наведена на рис. 4. Спостерігається також дві аномалії зміни теплоємності розплаву – перша в інтервалі температур 784 – 893 °С, друга – 915 – 999,6 °С. Перший перегин на кривій ДСК, аналогічно як і для сплаву АК12, також зникає після першого перегріву вище 800 °С.

Таким чином за допомогою розробленої методики циклічного синхронного термічного аналізу встановлено, що розплави на основі алюмінію мають аномальну залежність теплоємності від температури. Алюміній високої чистоти (А99) має одну аномальну область в інтервалі температур 901 – 996 °С. Для алюмінієвих сплавів АК12 та Д16 спостерігається дві аномальні області зміни теплоємності розплаву від температури: АК12 – перша – 740 – 789 °С, друга – 891 – 973 °С. Д16 – перша –

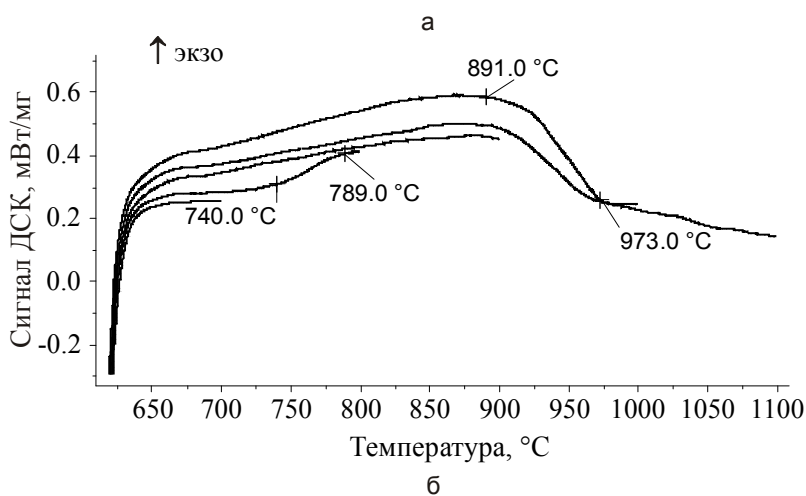
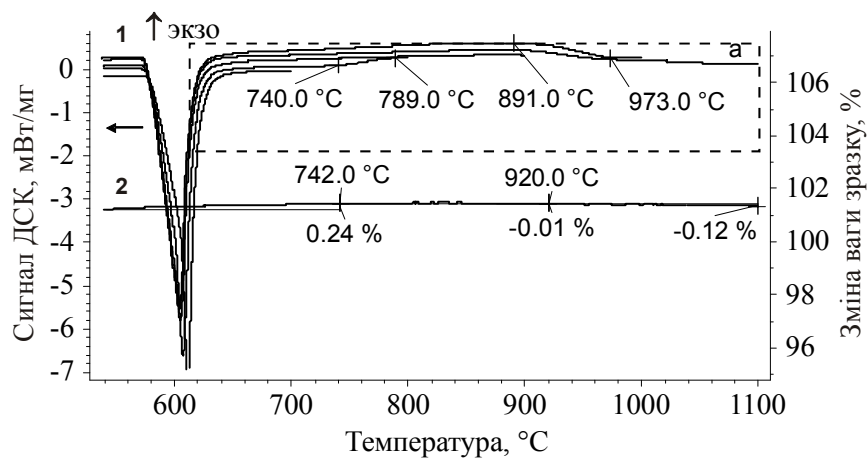


Рис. 3. Термограма циклічного синхронного термічного аналізу для сплаву АК12. а – криві ДСК (1), крива гравіметрії (2), б – збільшений фрагмент кривих ДСК.

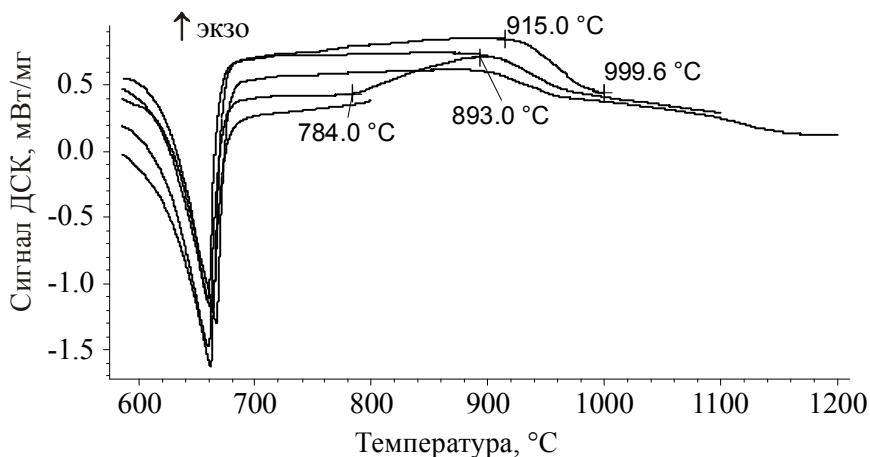


Рис.4. Термограма циклічного синхронного термічного аналізу для сплаву Д16.

784 – 893 °С, – друга – 915 – 999,6 °С. Перша аномалія зміни теплоємності розплаву для АК12 та Д16 спостерігається тільки для першого перегріву вище 800 °С.

Встановлені аномалії теплоємності свідчать про різку зміну властивостей алюмінієвого розплаву в даному температурному інтервалі, які, на нашу думку, пов'язані з кластерними перебудовами рідкого стану, а розроблена методика дає можливість досліджувати енергетичні параметри (зміну теплоємності) цих процесів.

Література

1. Вилсон Д.Р. Структура жидких металлов. – М.: Металлургия, 1972. – 247 с.
2. Уббеллоде А.Р. Расплавленное состояние вещества. – М.: Металлургия, 1982. – 376 с.
3. Ватолин Н.А., Пастухов Э.А., Дифракционные исследования строения высокотемпературных расплавов, – М.: Металлургия, 1980. – 355 с.
4. Белашенко Д.К. Структура жидких и аморфных металлов. – М.: Металлургия, 1985. – 193 с.
5. Филиппов Л.П. Свойства жидких металлов. – М.: Металлургия 1988. – 273 с.
6. Бакай А.С. Фрактальные структуры гетерофазных состояний жидкости // Материаловедение. – 2009. – 6. – С. 2 – 7.
7. Бакай А.С. Фрактальные структуры гетерофазных состояний жидкости // Материаловедение. – 2009. – 7. – С. 2 – 8.
8. Бакай А.С. Фрактальные структуры гетерофазных состояний жидкости // Материаловедение. – 2009. – 8. – С. 2 – 7.
9. Базин Ю.А., Замятин В.М., Насыров Я.А. О структурных превращениях в жидком алюминии // Известия вузов. Черн. металлургия. – 1985. – 5. – С. 28 – 33.
10. Кисунько В.З., Новохатский И.А., Погорело А.Н. Влияние структурных превращений в алюминиевых расплавах на их свойства // Литейн. пр – во. – 1986. – 11. – С. 10 – 12.

Одержано 01.12.10

А. А. Щерецкий

Исследование особенностей строения металлических расплавов методом циклического синхронного термического анализа

Резюме

Для исследования свойств металлических расплавов предложена методика циклического синхронного термического анализа, которая позволяет исследовать незначительные изменения теплоемкости расплавов в зависимости от температуры. Установлены области аномального изменения теплоемкости расплавов на основе алюминия (А99, АК12, АК7).

A. A. Shcheretsky

Structure features examination of the metal melts by cyclic synchronous thermal analysis method

Summary

The cyclic synchronous thermal analysis procedure for exploration of minor alterations of a heat capacity of melts depending on temperature is proposed. By means of the developed procedure abnormal changes of a heat capacity for aluminum based melts (A99, AK12, AK7) were observed.