

Міністерство освіти і науки України
Дніпровський державний технічний університет

Кафедра металургії чорних металів
ім. професора В.І. Логінова

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторної роботи
«Дослідження фазових переходів
у металургійних процесах»

дисципліна «Техніка високотемпературного експерименту»

для здобувачів третього ступеня вищої освіти
за спеціальністю 136 Металургія
галузі знань 13 Механічна інженерія

Затверджено
редакційно-видавничою
секцією науково-методичної ради ДДТУ,
«09» вересня 2016 протокол № 8

Кам'янське, 2016

Розповсюдження і тиражування без офіційного дозволу Дніпровського державного технічного університету заборонено.

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи «Дослідження фазових переходів у металургійних процесах» (дисципліна «Техніка високотемпературного експерименту») для здобувачів третього рівня вищої освіти за спеціальністю 136 Металургія / Укладачі: М.М. Недбайло, Є.М. Сігарьов, - Кам'янське, ДДТУ, 2016. - 19с.

Укладачі: аспірант Недбайло Микола Миколайович
докт. техн. наук, професор Сігарьов Є.М.

Відповідальний за випуск: канд. техн. наук, доцент Полетаєв В.П.

Рецензент: канд. техн. наук, доцент кафедри ОМТ
Самохвал В.М.

Затверджено на засіданні кафедри металургії чорних металів
18.05.2015 р.

Ці вказівки – короткий огляд основних методів і пристроїв для визначення умов та особливостей фазових переходів першого роду (плавлення та кристалізації сировини та матеріалів) у металургійних процесах. Наведені опис установки й методики визначення температури плавлення матеріалів із застосуванням прецизійного оптичного пірометра (ЕОП-66).

Вказівки призначені для здобувачів вищої освіти спеціальності 136 Металургія. Вони можуть стати у нагоді також навчально-допоміжному персоналу, інженерам-дослідникам, що займаються вивченням фізико-хімічних властивостей речовин та фазових переходів у металургійних системах.

ЗМІСТ

	стор.
1. Вступ.....	4
2. Вимірювання температури.....	4
2.1 Методи й пристрої для визначення температури матеріалів	4
2.2 Методи визначення температури плавлення тіл.	7
3. Загальна схема установки	8
4. Лабораторний оптичний пірометр ЕОП-66.....	9
4.1 Призначення приладу	9
4.2 Технічні дані.....	9
4.3 Пристрій і принцип дії	10
4.4 Оптична схема	10
4.5 Опис конструкції.....	11
5 Підготовка установки до роботи.	13
5.1 Підготовка печі та зразка	13
5.2 Підготовка пірометра	14
6 Порядок виконання роботи	15
7 Заходи безпеки при роботі на установці	15
Література	17
Додаток.....	18

1 ВСТУП

Металургійні процеси незалежно від сутності передбачає використання металевих і неметалевих твердих матеріалів складного складу. Оскільки продуктами цього процесу є нагріті до високих температур рідкі метал і шлаки, технолога-металурга завжди цікавить крім інших фізико-хімічних властивостей (в'язкості, щільності, густини й ін.) температура плавлення цих матеріалів. Остання, у значній мірі, визначає швидкість фізико-хімічних процесів, що протікають у металургійних системах. Знання даної властивості необхідно також і в багатьох інших випадках, коли мова йде про створення нових способів виплавки чавуну, виробництва сталі, нанесення шлакового гарнісажу на вогнетриви та т.ін., вибору раціонального складу шлакоутворюючих матеріалів, вирішенні завдань теплопередачі та ін..

Ці методичні вказівки є посібником з визначення температури нагрівання й плавлення тих або інших речовин. Вирішується поставлене завдання із застосуванням лабораторного оптичного пірометра ЕОП-66, що дозволяє без прямого контакту з досліджуваним об'єктом визначати вказаний параметр.

У роботі наведені опис установки, докладно викладені методичні особливості підготовки до експериментів і вивчення температури нагрівання й плавлення твердих тел. Дані також основні рекомендації зі складання програми експериментів, математичній обробці отриманих даних і складанню звіту.

2 Вимірювання температури*

2.1 Методи та пристрої для визначення температури металів

Більшість застосовуваних у процесах чорної металургії матеріалів плавляться при температурах більше 1000°C , тому в цьому випадку обмежимося розглядом тих методів, які пов'язані з виміром температур вище 1000°C . Докладна інформація про ці методи є в роботах [1, 2].

Методи виміру температури можна розділити [2] на прямі, здійснювані за допомогою термометрів, термоелектричних пірометрів і термометрів опору (датчик вимірювального інструмента міститься в безпосередній близькості до вимірюваного об'єкту, що нагрівається) і непрямі оптичні, при яких вимірюється або інтенсивність монохроматичного випромінювання, або зміна загальної кількості випромінюваної енергії, або зміна спектрального розподілу випромінювання у функції температури.

2.1.1 Термоелектричні пірометри-термопари

При нагріванні спаю двох різнорідних металевих дротів з'являється електрорушійна сила (ЕРС), яка є сумою ЕРС Пелт'є, що виникає в спаї, і ЕРС Томпсона, що виникає внаслідок градієнту температури в кожному дроті. Сумарна ЕРС є функцією температури для даної пари металів і її величина може бути використана для точного визначення температури в області розташування спаю, якщо точно відома температура холодного спаю.

* Від лат. *temperature* – належне змішання, домірність, нормальний стан [6]

Термопары виконують з благородних або тугоплавких металів, або з неметалевих матеріалів. До першої групи належать термопары платинової групи. Вони можуть працювати в окисному середовищі, у вакуумі, в атмосфері нейтрального газу. Найбільш стійкі показання дає термопара ПР 30/6 (чисельник дробі – це відсоток родію в сплаві із платиною в позитивному термоелемроді, знаменник – відсоток родію в негативному термоелемроді). Однак вона (як і інші – ПР 10/0,13/1,20/5, 30/13, 40/20, 100/20) має короткий термін служби (через механічну неміцність елемрода ПР 30). Погрішність цієї термопары при 1000°С – ±4,0°С, при 1300°С – ±4,3°, при 1500 – ±4,7°, при 1800°С – ±5,4° (тобто досить стабільні показання). Достоїнство цієї термопары також у тому, що можна не термостатувати її холодні спаї (якщо їх температура перебуває в області 0...100°С, то при вимірах в області 1800°С зазначені коливання приведуть до погрішності ±4°). Верхня межа виміру температури термопары даної групи 1550...1600°С.

Другу групу термопар становлять термопары із застосуванням вольфраму. Однією з розповсюджених є термопара вольфрам-молібден. Вона має невелику ЕРС і, отже, низьку чутливість – близько $7 \cdot 10^{-6}$ В/град. Вище 1300°С термопара стає тендітною, при підвищенні температури полярність термопары змінюється. Під впливом високих температур у ній ідуть процеси перекристалізації та окислювання, що є причиною утворення паразитних ЕРС і в підсумку середня погрішність зростає при цьому до ±20°. Для температур аж до 2500°С застосовують термопары зі сплавів вольфраму з ренієм (ВР 5/20, ВГ 10/20 – для ренію в одному й іншому елемродах). Ці термопары мають потребу в компенсаційних провадах, для кожної термопары необхідна індивідуальна характеристика (неоднорідність елемродів), спай має відносну крихкість. Однак, ці термопары мають плавні характеристики від 0 до 2000°С та зміна ЕРС від 0 до 20...30 мВ (тобто високочутливі).

Термопары з неметалевих матеріалів відрізняються високим значенням ЕРС (до 500 і більше мВ), гарною чутливістю, лінійною характеристикою в області температур 100...2000°С і гарною відтворюваністю. Вітчизняна промисловість випускає термопары даної групи наступних трьох типів:

1. Термопара ТМСВ-340М. Позитивний елемрод у неї – силіцид молібдену, негативний – силіцид вольфраму. Межі виміру 300...1650°С.
2. Термопара ТГБЦ-350М. Позитивний елемрод – спектрально чистий графіт, а негативний – борід цирконію. Межі виміру – 300...1650°С.
3. Термопара ТГКТ-60М складається із графіту та карбіду титана. Межі виміру 800...2500°С. Ці термопары важко конструктивно пристосувати до умов вимірів у металургійній практиці й вони мають велику теплову інерцію.

2.1.2 Оптичні методи вимірювання температур. Вони засновані на вимірюванні інтенсивності випромінювання нагрітого тіла, що відповідає температурі тіла, або на вимірюванні кількості енергії, одержуваної тілом.

Фундаментальним законом, що визначає інтенсивність випромінювання абсолютно чорного тіла, є закон Планка:

$$I_{\lambda,T}^0 = C_1 \lambda^{-5} \left(e \frac{C_2}{\lambda T} - 1 \right)^{-1} \Delta \lambda, \text{ Вт/м}^2$$

де $I_{\lambda,T}^O$ – спектральна або монохроматична інтенсивність випромінювання абсолютно чорного тіла при довжині хвилі λ і температурі T ;

$$C_1 = 2\pi h c^2 = (3,7413 \pm 0,0002) \cdot 10^{-16}, \text{ Вт/м}^2;$$

$$\tilde{N}_2 = \frac{hc}{K} = (1,438 \pm 0,0001) \cdot 10^{-2} \text{ м.град};$$

C – швидкість світла,

h – постійна Планка,

K – постійна Больцмана,

$\Delta\lambda$ – спектральний інтервал, середина якого відповідає довжині хвилі.

Окремими випадками цього закону є закон зсуву Віна (інтенсивність випромінювання поблизу максимуму кривій розподілу пропорційного п'ятого ступеня абс. температури):

$$I_{\lambda_m,T}^O = AT^5 \Delta\lambda,$$

де A – постійна.

Закон Стефана-Больцмана (сумарна інтенсивність випромінювання абсолютно чорного тіла по всіх довжинах хвиль пропорційна четвертого ступеня абс. температури):

$$I_T^O = \delta T^4,$$

де $\delta = (5,6687 \pm 0,001) \cdot 10^{-8} \text{ Вт/(м}^2 \cdot \text{град)}^4$.

Оптичні (яскравісні) пірметри вимірюють енергія монохроматичного випромінювання тіла при певній довжині хвилі, що вирізається зі спектра за допомогою червоного фільтра, що пропускає довжину хвилі 0,65 мкм. Тобто в оптичній пірметрії для виміру температури тіл використовується зміна з температурою яскравості, інтенсивності випромінювання тіла при даній довжині хвилі [1]. Яскравісною температурою тіла в променях з довжиною хвилі λ називається така температура абсолютно чорного тіла S , при якій інтенсивності випромінювання обох тіл рівні між собою. На цьому положенні заснований вимір температури пірметрами зі зникаючою ниткою, шляхом порівняння яскравості досліджуваного тіла з яскравістю нитки фотометричної лампи, проградуєваної по абс. чорному тілу при довжині хвилі 0,65 мкм. За допомогою оптичної системи зображення розпеченого тіла проектується в площину нитки лампи накаливання. Реостатом струм розжарення нитки регулюється таким чином, щоб яскравість лампи зрівнялася з яскравістю вимірюваного тіла. Температура визначається по струму розжарення нитки в момент її зникнення на фоні розпеченого тіла. Діапазон вимірюваних температур для пірметрів серії ЕОП 900...10000°C, погрішність становить 0,1% до 2000°C, 0,2% до 3000°C, 1,0...1,5% до 1000°C.

Крім оптичного, застосовуються радіаційні, що вимірюють всю випромінювану тілом енергію (закон Стефана-Больцмана) і колірні (в основі методу лежить залежність між температурою тіла та спектральним розподілом енергії випромінювання) пірметри. Діапазон вимірюваних температур для радіаційних пірметрів 100...4500°C [1] (погрішність у діапазоні 1200...2500°C – $\pm 20...30^\circ\text{C}$ [2]). Для колірних пірметрів вимірюваний діапазон температур 1400...2600°C (пірметр типу ЦЕП-3М, погрішність $\pm 1\%$ від верхньої межі для

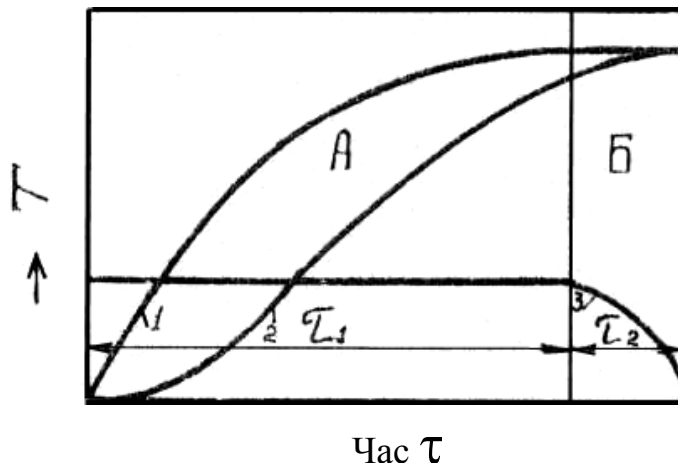
кожного з піддіапазонів [2]. Є також фотоелектричні пірометри [1], у яких око спостерігача замінене фотоелементом, що робить прилад практично безінерційним і дозволяє легко включати до різних його різні схеми автоматичного керування й регулювання. Більш докладний опис пірометрів всіх систем наведено в роботах [1,2].

У нашому випадку для визначення температури використовується еталонний оптичний пірометр ЕОП-66.

2.2 Методи визначення температури плавлення тіл

Згідно [3] під температурою плавлення мається на увазі температура рівноважного фазового переходу кристалічного (твердого) тіла в рідке при постійному зовнішньому тиску (фазовий перехід першого роду).

Для встановлення температур фазових перетворень, у тому числі й температури плавлення, як відомо [4], застосовують один з основних методів фізико-хімічного аналізу – термографічний. При цьому для прозорих об'єктів використовується візуальне спостереження розчинів або сплавів при їхньому охолодженні або нагріванні. Більш досконалим є спосіб, відповідно до якого роблять запис через певні проміжки часу температури об'єкта та потім будують криву в координатах температура-час. Зміна швидкості підйому або спаду температури вказує на фазове перетворення, що протікає з поглинанням або виділенням теплоти. Ілюстрацією до вказаного є рисунок 2.1, на якому показані схематичні зміни в часі температури на поверхні та у середині реального шматка шихти, який нагрівають в атмосфері печі. Діаграма ділиться на дві області – область нагрівання (А) і область плавлення (Б). Перша характеризується сталістю розміру зразку, інша – сталістю температури поверхні (наявність "полички" на кривій 1), рівній температурі плавлення даного матеріалу. Це справедливо для тіл, які мають певну крапку плавлення (чисті метали, хімічні сполуки, чавун зі вмістом 4,2% вуглецю й т.д.). Практично в умовах печі застосовується шихта, плавлення якої характеризується не певною температурою, а інтервалом температур. Так, для вуглецевого заліза при 1,5% С цей інтервал становить близько 280°C, для сталі при 0,5% С – близько 130°C и т.д. Наявність у залізі, крім вуглецю, інших домішок – марганцю, кремнію, фосфору у свою чергу змінює згаданий вище інтервал.



А – область нагрівання; Б – область плавлення.

Рисунок 2.1 – Схема зміни температури на поверхні (1) і в центрі шматка шихти (2) і зміна товщини зразку (3)

Таким чином, при використанні термографічного методу основним завданням є нагрівання речовини та безперервно або періодичне вимірювання його температури. Побудована за отриманими даними крива (наявність на ній "плічки") дозволяє встановити температуру плавлення (або кристалізації) хімічно чистої речовини [6, с.179].

У тих випадках, коли мова йде про речовини складного хімічного складу, що містять ті або інші домішки, визначають так звану температуру початку плавлення цих речовин, що встановлюють по температурі початку оплавлення гострих країв досліджуваного зразка невеликих розмірів, спостережуваного під мікроскопом. Так, наприклад, роблять при вивченні силікатних систем [7].

Апаратне оформлення установки може бути різним. Воно визначається насамперед застосовуваним методом виміру температури, її величиною й т.д.

У цьому випадку застосована установка, що може бути використана як для вивчення чистих компонентів, так і складних речовин, що містять домішки. Її головними елементами є піч опору (Тамана), лабораторний оптичний пірометр, що дозволяє досить точно фіксувати зміну в часі температури досліджуваного зразка й спостерігати процес переходу із твердого в рідкий стан, починаючи з моменту оплавлення його загострених виступів.

3 Загальна схема установки

На рисунку 3.1 наведена принципова схема установки. Вона складається із двох самостійних частин. Перша, вимірювальна частина – це власне лабораторний оптичний пірометр 4, підключений через реостат 2 до блоку живлення 1. Струм у лампі накаливання пірометра вимірюється за допомогою дзеркального міліамперметра високого класу точності (0,5).

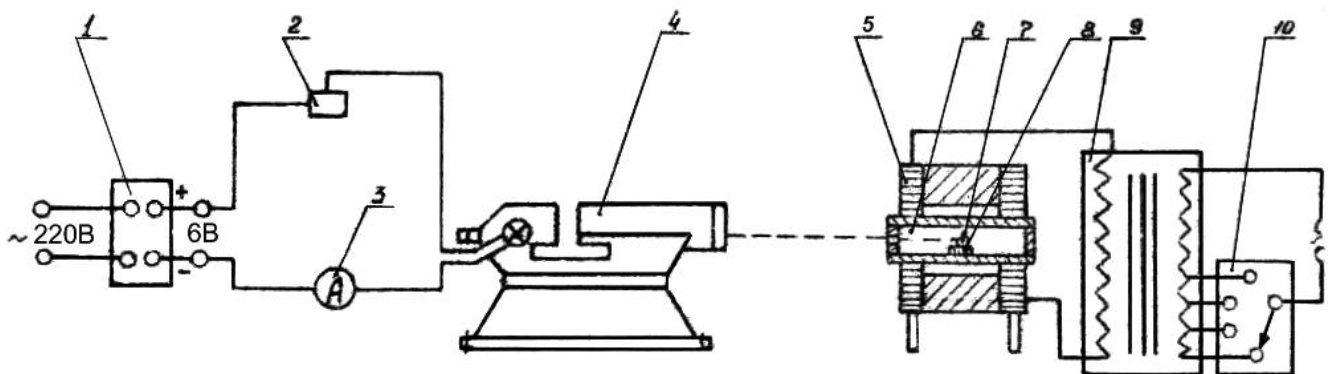


Рисунок 3.1 – Принципова схема установки для вивчення температури плавлення: 1 – блок живлення; 2 – реостат; 3 – міліамперметр; 4 – пірометр ЕОП-66; 5 – піч опору (Тамана); 6 – графітова трубка (нагрівальний елемент); 7 – досліджуваний зразок; 8 – підставка для зразка; 9 – трансформатор печі; 10 – регулятор потужності.

Друга частина складається з печі Тамана 5 і трансформатора 9 з вимірювальною й регулюючою апаратурами 10. У графітову трубку 6 печі 5, вводиться досліджуваний зразок 7 на вогнетривкій підставці 8.

Попередньо роблять суміщення горизонтальних вісей пірометра й

печі, встановлюють зразок на підставці в піч, включають її та нагрівають зразок (поступово підвищуючи потужність печі) до необхідних температур, реєструючи його температуру та момент плавлення за допомогою пірометра. Методика виконання всього дослідження наведена нижче.

4 Лабораторний оптичний пірометр ЕОП-66

4.1 Призначення приладу

Пірометр побудований за класичною схемою монохроматичного пірометра зі зникаючою ниткою розжарення. Він призначений для точного визначення яскравісних температур нагрітих тіл по їхньому тепловому випромінюванню у видимій області спектра у світлі ефективної довжини хвилі 0,65...0,01 мкм (монохроматизація світлового потоку здійснюється червоними світлофільтрами).

ЕОП-66 може бути використаний при проведенні науково-дослідних робіт і для перевірочних робіт після відповідної атестації за вимогами Держстандарту.

4.2 Технічні дані

4.2. 1 Діапазон вимірюваних температур 900...1000°C розподіляються на 5 піддіапазонів, °C:

перший	–	900...1400
другий	–	1400...2000
третій	–	2000...3000
четвертий	–	3000...6000
п'ятий	–	6000...10000

Вимірювання температур вище 1400°C, здійснюється шляхом застосування поглинаючого скла.

4.2.2 Ціна дільниць шкали пірометра наступна (залежно від температури), °C:

межі вимірювання	ціна поділки
900...3000	10
3000...6000	50
6000...10000	100

4.2.3 Погрішність відтворення температурної шкали від верхньої межі вимірів при температурі навколишнього повітря $20 \pm 5^\circ\text{C}$ и відносної його вологості не більше 80% не перевищує наступних величин:

межі вимірювання, °C	погрішність гранична, %
900...1400	$\pm 0,2$
1400...2000	$\pm 0,2$
2000...3000	$\pm 0,4$
3000...6000	$\pm 2,0$
6000...10000	$\pm 3,0$

4.2.4 Оптико-механічна система пірометра забезпечує чітке візування об'єктів, розташованих перед об'єктивом пірометра на відстані від 0,7 і до опти-

чної нескінченності.

4.2.5 Розміри об'єкта, температура якого підлягає вимірюванню, не менш 1×1 мм (при відстані до нього 700...1000 мм).

4.2.6 Поглинач, що забезпечує підвищення верхньої межі виміру до 2000°C , має пірометричне ослаблення: $(190 \pm 10) \cdot 10^{-6}$ град $^{-1}$, до 3000°C – $(320 \pm 10) \cdot 10^{-6}$ град $^{-1}$, до 6000°C – $(425 \pm 5) \cdot 10^{-6}$ град $^{-1}$, до 10000°C – $(100 \pm 5) \cdot 10^{-6}$ град $^{-1}$.

4.2.7 Діоптрийність окуляра пірометра (мікроскопа) ± 5 ДПТР.

4.2.8 Живлення пірометра здійснюється від блоку живлення з напругою 6,0 В.

4.2.9 Маса пірометра 27 кг, габаритні розміри – $70 \times 235 \times 400$ мм.

4.3 Пристрій та принцип дії

4.3.1 Дія пірометра заснована на вимірюванні квазімоно-хроматичній яскравості випромінювання нагрітого об'єкта шляхом порівняння її з яскравістю еталону.

4.3.2 Як еталон яскравості в пірометрі ЕОП-66 використовується спеціальна пірометрична лампа, для якої дана залежність температури нитки від струму, що протікає по ній.

4.3.3 Зображення джерела випромінювання, температуру якого бажають виміряти, за допомогою об'єктиву проектується в площині нитки пірометричної лампи. Спостерігач, що дивиться в окулярний мікроскоп, бачить нитку пірометричної лампи на фоні зображення джерела випромінювання. Змінюючи силу струму в пірометричній лампі, зрівнюють яскравість нитки лампи з яскравістю вимірюваного об'єкту.

4.3.4 Температура об'єкту визначається згідно "Свідченню про державну перевірку" на пірометр за величині струму, що протікає по нитці лампи в момент зрівняння яскравості нитки та об'єкту (див. додаток).

4.4 Оптична схема

Оптична схема представлена на рисунку 4.1.

4.4.1 У оптичну схему приладу входить трьохлінзовий об'єктив 5, мікроскоп 1, що є окуляром приладу й пірометрична лампа 3.

4.4.2 Об'єктив 5 пірометра має фокусну відстань 240 мм і світлосилу 1:3.

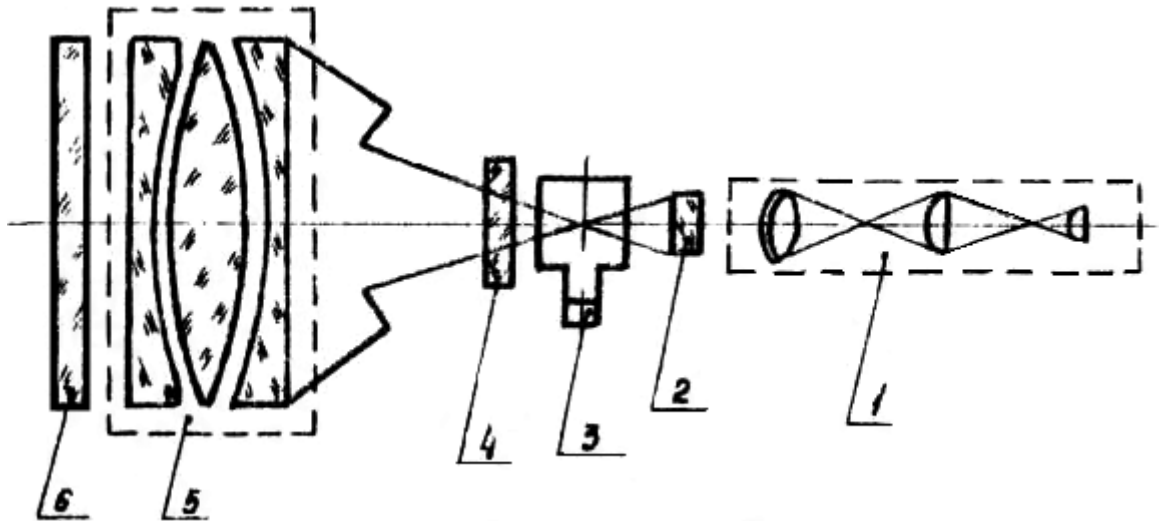
4.4.3 Окулярний 30-кратний мікроскоп забезпечує діоптрийне налаштування в межах ± 5 діоптрій.

4.4.4 Балон лампи має скошені торці для усунення впливу пофарбованого світла при фотометруванні. Дугоподібна вольфрамова нитка пірометричної лампи діаметром 100 мк із однієї сторони (зверненої до спостерігача) зшліфована на половину діаметру.

4.4.5 Поглинаюче скло 4 встановлено на шляху світлового потоку й призначено для розширення діапазону вимірюваних температур.

4.4.6 Червоні світлофільтри 2 служать для монохроматизації світлового

потоку.



1 – мікроскоп; 2 – червоні світлофільтри; 3 – пірометрична лампа;
4 – поглиначе скло; 5 – трьохлінзовий об'єктив; 6 – виносний поглинач
Рисунок 4.1 – Оптична схема приладу

4.5 Опис конструкції

Загальний вид пірометра показаний на рисунку 4.2.

4.5.1 Еталонний оптичний пірометр ЕОП-66 (заводський №437 відповідає держстандарту 5.278-73, випущений 23.09.1975 заводом "Прилад", м. Харків) являє собою телескоп, що складається з об'єктива 2 і окулярного мікроскопу 8, оправи яких закріплені в кронштейні.

4.5.2 До кронштейна (корпусу) кріпиться блок ламп 4, у якому розміщені три патрони з лампами 6 (№№ 693, 696 і 690).

4.5.3 Телескоп пірометра встановлюється на підставі 7.

4.5.4 За допомогою ручки черв'яка 15 при затягнутому стопорі 13 телескоп плавно повертається на кут 25° у горизонтальній площині, а ручкою 14 фіксується в обраному положенні.

4.5.5 При необхідності швидкого повороту в горизонтальній площині варто послабити стопор 13 ручку 14, після чого вручну повернути кронштейн.

4.5.6 Підстава приладу 7 має гвинтові опори 16, що дозволяють нахилити його оптичну вісь у межах $\pm 3^\circ$.

4.5.7 Для одержання чіткого зображення об'єктів, розташованих на різних відстанях від приладу, об'єктив пірометра за допомогою ручки 3 переміщується уздовж оптичної осі.

4.5.8 Переміщення окуляра мікроскопа уздовж оптичної осі забезпечує необхідне діоптрійне наведення.

4.5.9 Ручка 9 служить для уведення в поле зору окуляра необхідної лампи.

4.5.10 Юстувальні шарніри дозволяють при юстуванні повертати лампи й нахилити їх у будь-яких напрямках.

4.5.11 Регулювальні гвинти 11 забезпечують переміщення ламп у вертикальному напрямку.

4.5.12 Стопорний гвинт 10 служить для фіксації ламп в обраному положенні.

4.5.13 Підведення напруги до лампи здійснюється за допомогою контактів, що ковзають по контактних дошках. При цьому забезпечується підключення напруги тільки до лампи, що перебуває в полі зору окуляра пірметра.

4.5.14 Градування пірметричних ламп виробляється заводом-виготовлювачем після їхнього старіння.

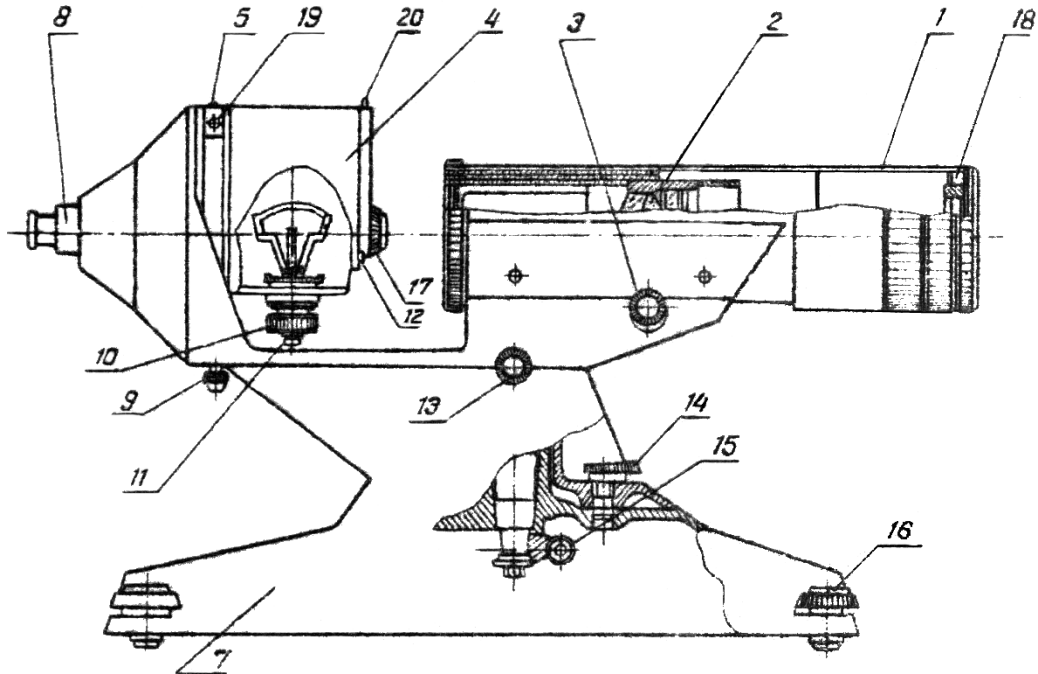


Рисунок 4.2 – Загальний вид пірметра

4.5.15 Для розширення температурної шкали пірметр споряджений касетою 12 зі скляними поглинаючими стеклами й виносним поглиначем 18. Касета 12 виймається з коробки блоку ламп 4 за допомогою штовхача 20.

4.5.16 Для монохроматизації світлового потоку пірметр постачаний касетою 5 зі світлофільтрами. Вона кріпиться до коробки блоку ламп двома гвинтами 19.

4.5.17 Поворотний механізм касети поглиначів 12 і касети світлофільтрів 5 забезпечує введення відповідних стекл у поле зору окуляра пірметра. Положення касет 12 і 5 позначається індексами (чорними крапками) по їхніх окружностях.

4.5.18. У двох вікнах касети встановлені червоні фільтри зі скла КС-15 однакової товщини, один із яких установлюється разом з діафрагмою, що призначена для зменшення яскравості вимірюваного об'єкта при незмінному спектральному складі світлового потоку; у третьому вікні встановлюються світлофільтри будь-яких марок при проведенні НДР. При випуску приладу завод-виготовлювач установлює в цьому вікні зелене скло ЗС-2.

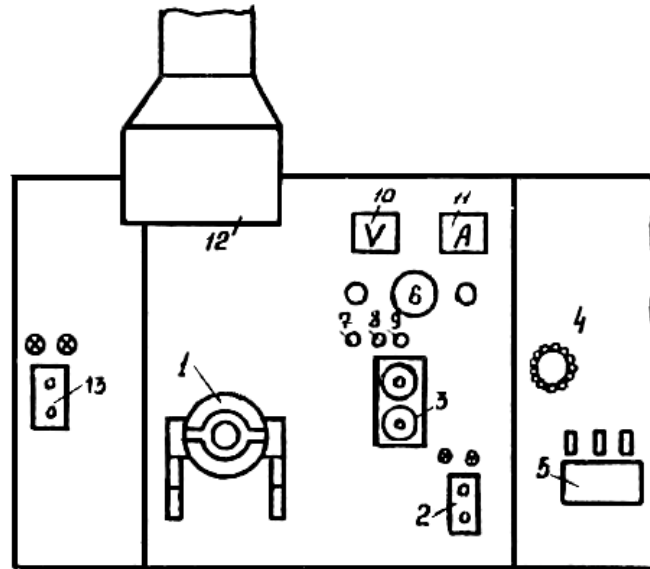
4.5.19. Реостат забезпечений секціями грубого й точного регулювання розжарення пірметричних ламп. Опір реостату секції грубого регулювання становить 28 ± 2 Ом. Опір секції тонкого регулювання становить $1 \pm 0,5$ Ом. Реостат дозволяє встановлювати струм в інтервалі від 0,3 до 0,6 А з точністю 10 мкА.

5 Підготовка установки до роботи

5.1 Підготовка печі й зразка

Схема розташування на щиті печі й іншого встаткування (крім пірометра) і приладів представлена на рис. 5.1.

5.1. 1. Підготувати зразок матеріалу для вимірів. Його розміри повинні бути не меншими ніж $1 \times 1 \times 1$ мм і не більшими ніж $15 \times 10 \times 10$ мм.



1 – піч опору; 2 – вимикач печі; 3 – пульт керування піччю; 4 – вентиль подачі води для охолодження печі; 5 – злив води; 6 – годинники; 7 – включення секундоміру; 8 – колонка скидання; 9 – хід секундоміру; 10 і 11 – вольтметр і амперметр; 12 – розтруб витяжної вентиляції; 13 – кнопка керування витяжною

Рисунок 5.1 – Схема розташування печі й іншого встаткування та приладів установки на лабораторному щиті

5.1.2 Подати воду для охолодження печі (за пультом).

5.1.3 Перевірити роботу витяжної вентиляції (включити верхню кнопку позиції 13).

5.1.4 Переконалися в справності печі Тамана. Із цією метою:

а) поставити в положення "вкл" рукоятку автоматичного вимикача, що знаходиться за щитом (на щиті при цьому загоряються червоні лампочки позицій 2 і 13);

б) подати напругу на трансформатор, включенням верхньої кнопки позицій 2;

в) за допомогою регулятора 3 підняти навантаження печі, спостерігаючи за показниками вольтметра й амперметра (позиції відповідно 10 і 11), при цьому струм повинен бути в межах 20...30 А;

г) оглянути нагрівальний елемент печі – нагрівання в центральній частині графітової трубки повинно бути рівномірним, тріщини й відколи повинні бути відсутні.

5.1.5 Переконалися в наявності балона з інертним газом. Підведення газу в піч забезпечується з її тильної сторони за допомогою металевої трубки (із

внутрішнім діаметром 6...8 мм). Подачу газу здійснюють, використовуючи наявний на балоні редуктор (інертний газ при виконанні навчальних лабораторних робіт у піч не подавати).

5.2 Підготовка пірометра

5.2.1 Зняти захисні кришки з об'єктива, окуляра й блоку ламп.

5.2.2 Установити за допомогою ручки 9 (рисунок 4.2) потрібну для роботи пірометричну лампу (згідно "Свідченню держживвіру на пірометр").

5.2.3 Перевірити стекла касет поглиначів і світлофільтрів. При наявності на поверхні оптичних деталей забруднень необхідно видалити їхнім пензликом або тампоном з гігроскопічної вати держстандарт 5556-66, змоченим спиртом-ректифікатом.

5.2.4. Перевірити правильність підключення до пірометра блоку живлення, реостата й міліамперметра відповідно до вимірювальної схеми (рисунок 3.1).

5.2.5 Збільшенням струму в ланцюзі забезпечити видиме світіння нитки лампи. Переміщенням окуляра мікроскопа 8 домогтися чіткого зображення нитки лампи.

5.2.6 Переконалися в правильності розташування вершини нитки лампи щодо отвору димчастої діафрагми, розміщеної в окулярі пірометра. Вершина нитки повинна перебувати в центрі отвору діафрагми, у випадку неправильного розташування нитки варто провести юстуванню лампи (рисунок 4.2) – відвернути ковпак лампи й, послабивши стопорний гвинт (рисунок 4.2), за допомогою шарніру та регульовального гвинта 11 виставити вершину нитки. Зафіксувати це положення лампи стопорним гвинтом 10, притримуючи рукою регульовальний гвинт 11, і надягти захисний ковпак.

5.2.7 Установити касету світлофільтрів 5 у положення "*", а касету поглиначів 12 відповідно до нижченаведеної таблиці:

№№ шкали	Піддіпазони вимірюваних температур, °С	Положення касети поглиначів 12	Положення оправ з виносним поглиначем 18
1	900...1400	*	зняті
2	1400...2000	* *	зняті
3	2000...3000	* * *	зняті
4	3000...6000	*	нагвинчена
5	6000...10000	* * * *	нагвинчена

5.2.8. Навести пірометр на досліджуваний зразок у печі. Затягнувши стопорний гвинт 13 і плавно повертаючи телескоп пірометра рукою черв'яка 15 і змінюючи нахил його опорами 16, домогтися положення, щоб зображення об'єкту перекривало отвір димчастої діафрагми або розташовувалося у його центрі. Зафіксувати знайдене положення рукою 14.

5.2.9 Поворотом ручки 3 домогтися в полі зору окуляра чіткого зображення зразка, що візується.

5.2.10 Установити касету світлофільтрів 5 у положення "* *" при цьому положення зображення об'єкта не повинне змінюватися або зміщатися.

6 Порядок виконання роботи

Після виконання всіх вказівок попереднього розділу визначення температури нагрівання й наступного плавлення зразка проводити в такий спосіб:

6.1 Регулюючи розжарення нитки пірометричної лампи за допомогою реостатів грубого й тонкого регулювання, домогтися зникнення робочої ділянки нитки на фоні зображення об'єкта виміру (тобто зробити фотометрування);

6.2 За допомогою амперметра (для навчальних робіт) або потенціометричної установки виміряти силу струму, що протікає по нитці пірометричної лампи;

6.3 Виконати 5...6 фотометрування, зрівнюючи яскравості нитки й об'єкта, підходячи те з боку більшої, то з боку меншої яскравості нитки пірометричної лампи стосовно яскравості об'єкта.

6.4 При визначенні температури плавлення за допомогою реостата поступово підвищувати струм у нитці лампи в міру нагрівання досліджуваного зразка й спостерігати за його поведінкою. Момент плавлення фіксується по зникненню гострих кутів на зразку, появі в окремих його місцях крапок, що рухаються, або іншим ознакам. Виконати 5...6 фотометрирувань, як зазначено в пункті 6.3.

6.5 Обчислити середнє значення струму й по даним "Свідчення про держперевірку" або за графіком, побудованим за цим даними, визначити температуру об'єкту.

6.6 Повторити процедуру визначення температури плавлення не менш ніж на трьох зразках (краще на п'ятьох-шести), розрахувати її середнє значення й середньоквадратичну помилку її визначення.

6.7 Після закінчення вимірів установити реостат у положення "відкл" і закрити оптичну систему пірометра кришками. Відключити витяжну вентиляцію. Подачу вода на піч припинити після її охолодження до 30... 40°C. Відключити автоматичний вимикач уведення трансформатора в мережу.

7 Заходи безпеки при роботі на установці

До роботи на установці приступати тільки з дозволу ведучого викладача або завідувача лабораторією.

Перед початком роботи студенти проходять вступний інструктаж з правил техніки безпеки при проведенні лабораторних робіт на кафедрі металургії чорних металів, про що робиться відповідний запис у журналі, розпис у журналі про проходження інструктажу обов'язковий.

Необхідно дотримуватися наступних заходів безпеки:

1. Ретельно вивчити дані методичні вказівки й прийоми роботи на установці.

2. Перевірити наявність на підлозі під піччю гумового килиму.

3. Перевірити справність заземлення установки.

4. Стежити за подачею води для охолодження пічної установки. При температурі води вище 50...60°C відключити установку й довести до відома керівника роботи.

5. Перевірити наявність клейма про дату останньої перевірки балонів з інертними газами (перевірка здійснюється один раз у п'ять років).
6. Перевірити наявність металевої підставки для допоміжного устаткування.
7. Установку підставки зі зразком, її видалення й ін. операції робити із застосуванням бавовняних або сукняних рукавиць.
8. Не вводити в піч матеріалів, які вогкі і швидко згорають або легко випарюються.
9. Перевірити справність застосовуваних інструментів і встаткування.
10. Перед пуском печі включити вентиляційну установку.
11. До включення трансформатора перевірити кріплення печі до токоведучих шин.
12. При виході з ладу графітової трубки або інших елементів печі відключити установку й довести до відома керівника роботи.
13. Не дозволяється вигвинчувати пірометричні лампи, розбирати мікроскоп і об'єктив пірометра. Не дозволяється виймати поглиначі й світлофільтри з касет.

ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАНЬ

1. Філіппов С.И., Арсент'єв П.П., Яковлев В.В., Крашенінников М.Г. Фізико-хімічні методи дослідження металургійних процесів. М., "Металургія", 1968, с.552 з іл.
2. Лінчевський Б.В. Техніка металургійного експерименту, М., "Металургія", 1964, с.344.
3. Велика радянська енциклопедія, т.25, третє видання, М., "Сов.енциклопедія", 1976, с.600.
4. Політехнічний словник, М., "Сов.енциклопедія", 1976, с.607.
5. Філатов И.Г., Ще один рідкий метал. Хімія й життя, № 5, 1979, с.93.
6. Стрелов К.Я. Технічний контроль виробництва вогнетривів, М., "Металургія", 1970, с.280 з іл.
7. Ващенко К.І., Дорошенко С.П., Сьомін А.П. Мікроелектропіч для визначення температури плавлення силікатних систем. Ливарне виробництво, №1, 1971, с.40 з іл.

НАВЧАЛЬНЕ ВИДАННЯ

Розповсюдження і тиражування без офіційного дозволу Дніпровського державного технічного університету заборонено.

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи «Дослідження фазових переходів у металургійних процесах» (дисципліна «Техніка високотемпературного експерименту») для здобувачів третього рівня вищої освіти за спеціальністю 136 Металургія / Укладачі: М.М. Недбайло, Є.М. Сігарьов, - Кам'янське, ДДТУ, 2016. – 19 с.

Укладачі: аспірант Недбайло Микола Миколайович
докт. техн. наук, професор Сігарьов Є.М.

Підписано до друку ____ 09 ____ 2016 р.
Формат 60x84 1/16. Обсяг 0,85 др. арк.
Тираж 50 прим. Замовлення № ____
51918, м. Кам'янське, вул. Дніпробудівська, 2
Видавник ДДТУ