

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ РФ  
НАБЕРЕЖНОЧЕЛНИНСКИЙ ИНСТИТУТ (ФИЛИАЛ)  
ГОСУДАРСТВЕННОГО АВТОНОМНОГО  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ «КАЗАНСКИЙ (ПРИВОЛЖСКИЙ) ФЕДЕРАЛЬНЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

**ИССЛЕДОВАНИЕ**  
**ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ РАСПЛАВОВ**  
**МЕТОДОМ ПОСТРОЕНИЯ И АНАЛИЗА**  
**ПОЛИТЕРМ НАГРЕВА И ОХЛАЖДЕНИЯ ЕГО ВЯЗКОСТИ**

*Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу  
«Методы исследования, контроля и испытания материалов»*

Набережные Челны  
2019

УДК 532.13.082.2:669-154 (076.5)

**Исследование процессов структурообразования расплавов методом построения и анализа политерм нагрева и охлаждения его вязкости:** Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Методы исследования материалов и процессов» / сост. А.Г. Панов, И.Ф. Шаехова, С.А. Рыжкова - Набережные Челны: НЧИ (ф) КФУ, 2019, 28 с.

Методические указания предназначены студентам и слушателям специальности 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов» и 15.03.01 Машиностроение для выполнения лабораторной работы по общепрофессиональной дисциплине «Методы исследования, контроля и испытания материалов». В работе дано краткое описание метода крутильных колебаний, применяемого для измерения кинематической вязкости расплавов, приведены схема и описание экспериментальной установки (вискозиметра), примеры применения метода для исследования процессов структурообразования литейных расплавов, порядок выполнения лабораторных работ и формы отчёта по ним.

Библиогр.: 17 назв. Рис.5. Прил.3.

Рецензент: к.т.н., доцент, доцент кафедры «Материалы, технологии и качества» НЧИ КФУ Шафигуллин Л.Н.

@ НЧИ (ф) КФУ  
2019 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ .....	4
1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ .....	5
2. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ .....	18
3. ЛИТЕРАТУРА .....	18
4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1	
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТАТИСТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ИЗО- ТЕРМИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ РАСПЛАВА МЕТОДОМ КРУТИЛЬ- НЫХ КОЛЕБАНИЙ.....	20
5. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2	
ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБ- РАЗОВАНИЯ РАСПЛАВОВ .....	22
ПРИЛОЖЕНИЯ .....	24

## ВВЕДЕНИЕ

Лабораторные работы «Определение статистических характеристик изотермической вязкости расплава методом крутильных колебаний» и «Исследование процесса структурообразования расплава анализом поведения его вязкости» предназначены для закрепления студентами (слушателями) техники статистической обработки результатов измерений случайных величин, а также лекционного материала по применению методов исследования структурно-чувствительных характеристик для решения задач материаловедения. Она также предназначена для развития практических навыков работы студентов (слушателей) с прикладными программами на персональных компьютерах.

Работы выполняются в условиях измерительной лаборатории кафедры материалов, технологий и качества. К проведению лабораторных работ допускаются студенты, прошедшие инструктаж по охране труда и технике безопасности, а также обучение безопасным методам труда на соответствующем оборудовании, используемом при выполнении работ.

Студенты знакомятся с целью, содержанием и порядком работы по настоящим методическим указаниям, изучают рекомендуемую литературу.

Перед началом работы преподаватель проводит собеседование с каждым студентом и допускает к работе, если студент показал достаточные знания теоретического материала, цели, порядка выполнения и правил техники безопасности.

По выполненной работе студент составляет индивидуальный отчет в соответствии с требованиями данных методических указаний.

# 1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

## 1.1. Вязкостные характеристики жидких металлов.

Важнейшим физическим свойством жидкостей, в том числе расплавленных металлов, шлаков и штейнов является их вязкость или текучесть. Вязкость жидкости связана с её структурой и определяется межчастичным взаимодействием. Изучение вязкости, наряду с другими физико-химическими свойствами, позволяет оценить строение металлических и шлаковых расплавов, природу и силу взаимодействия между компонентами в сплавах, а также связь между твёрдым и жидким состоянием.

Для характеристики вязкости жидкости принят коэффициент вязкости  $\eta$ , называемый динамической вязкостью. Этот коэффициент определяется как изменение силы внутреннего трения между двумя слоями несжимаемой жидкости, перемещающимися с различной скоростью друг относительно друга.

Коэффициент динамической вязкости определяет быстроту передачи импульса от одного места стационарного потока в другое. Поскольку скорость равна импульсу, делённому на массу, то быстрота выравнивания скорости потока определяется отношением  $\eta/d$  ( $d$  - плотность, т. е. масса единицы объёма жидкости).

Величину

$$\nu = \eta/d \quad (1)$$

называют **коэффициентом кинематической вязкости**. В системе СИ единицей измерения кинематической вязкости является  $\text{м}^2/\text{с}$ .

Я. И. Френкель на основе предположения о структурной близости жидкого и твёрдого тела и вакансионной модели теплового движения атомов установил уравнение температурной зависимости вязкости [1]

$$\eta = A \exp(E_\eta/RT), \quad (2)$$

где  $A$  – постоянная, не зависящая от температуры,  $E_\eta$  - энергия активации вязкого течения (энергия, необходимая для перехода частицы или группы частиц из одного положения равновесия в другое).

Экспоненциальный характер температурной зависимости (2) является наиболее точной физической закономерностью. Для коэффициента  $\nu$  в исследовании вязкости жидких металлов при обработке экспериментальных данных используется формула

$$\nu = A \exp(E_\nu/RT). \quad (3)$$

## 1.2. Методы измерения вязкости

Методы измерения вязкости жидкостей основаны на регистрации в процессе измерения различных параметров, функционально связанных с вязкостью. При построении теории методов исходят из рассмотрения сис-

темы, в которой происходит движение жидкости или же движение тела, сопряжённого с жидкостью. Далее решение гидродинамической задачи подобного рода сводится к нахождению взаимосвязи величин динамической или кинематической вязкости с экспериментально определяемыми значениями параметров, характеризующих движение жидкости или движение системы, сопряжённой с жидкостью. При выводе расчётных формул принимают во внимание следующие положения: 1) скольжение на поверхности соприкосновения жидкость – твёрдое тело полностью отсутствует; 2) движение жидкости с достаточной точностью описывает уравнение Навье-Стокса для несжимаемой жидкости; 3) система рассматривается при установившемся регулярном движении жидкости или твёрдого тела в жидкости.

Первое условие лежит в основе всех методов измерения вязкости. Поэтому в расчётах относительная скорость движения жидкости на границе жидкость – твёрдое тело принимается равной нулю. Предполагается, что это условие выполняется независимо от степени смачивания жидкостью твёрдого тела и даже при отсутствии смачивания нет проскальзывания между жидкостью и твёрдым телом.

Второе положение относится к жидкостям, плотность которых не меняется во времени при движении, т. е. к несжимаемым жидкостям. Вязкостные свойства последних достаточно полно характеризуются коэффициентом сдвиговой, динамической вязкости.

Третье условие также является обязательным при проведении эксперимента. В расчётах должны приниматься только те величины измеряемых параметров, которые отвечают установившемуся режиму движения жидкости или движение системы сопряжённого с жидкостью.

Существующие методы позволяют проводить измерения вязкости расплавленных металлов и шлаков в широком диапазоне величин вязкости, однако одни методы используются преимущественно для определения вязкости слабвязких расплавов (например, жидких металлов), другие наоборот, для более вязких (например, шлаковых расплавов).

В соответствии с принятой классификацией методы измерения вязкости принято подразделять на две основные группы: стационарные и нестационарные.

К стационарным относятся методы капиллярного истечения, падающего шарика, вращающихся цилиндров и вибрационные методы.

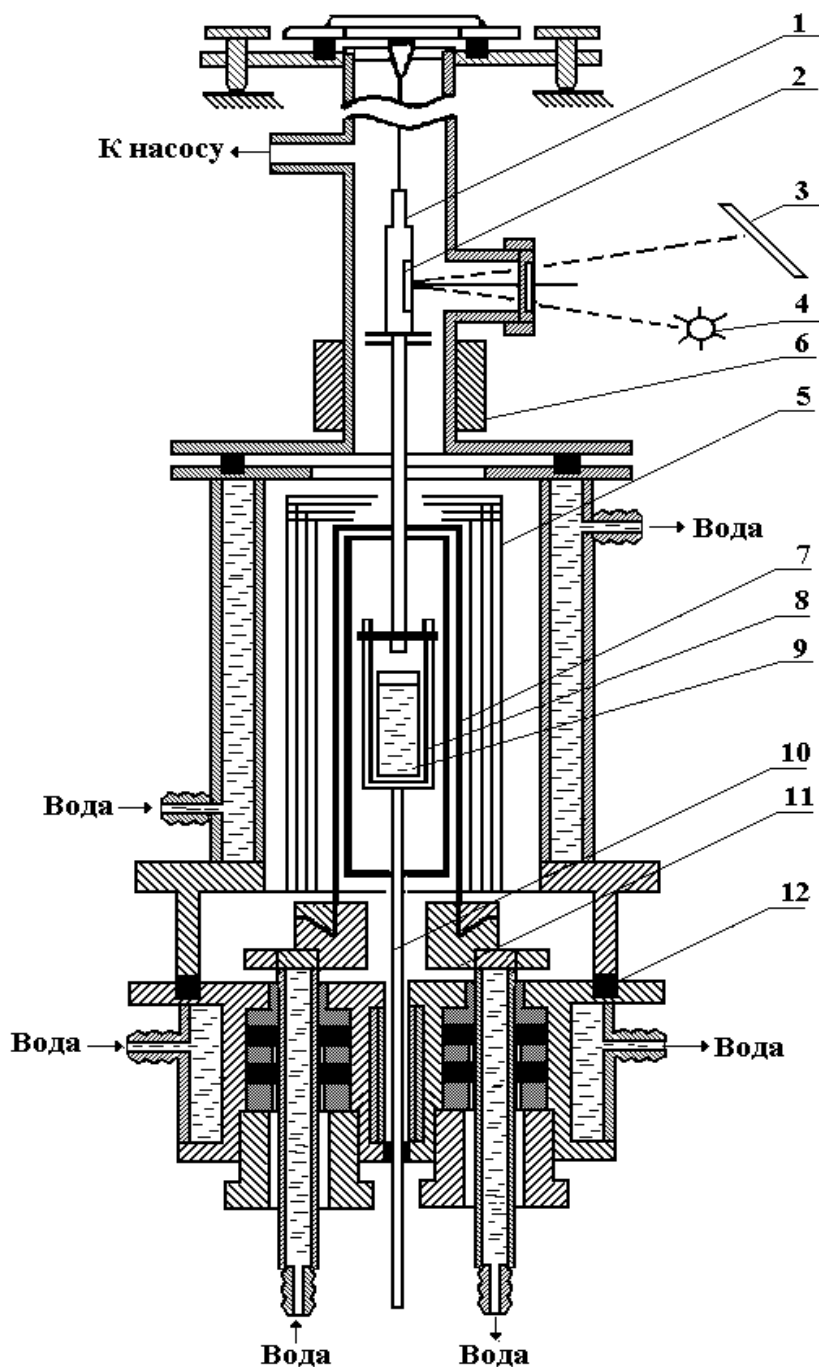
К нестационарным относятся методы, основанные на наблюдении крутильных колебаний системы, сопряженной с исследуемой жидкостью.

### **1.3. Измерение вязкости методом крутильных колебаний тигля с расплавом**

Измерение кинематической вязкости  $\nu$  методом крутильных колебаний основано на наблюдении затухающих крутильных колебаний ведёрка

(тигля), наполненного исследуемой жидкостью и подвешенного на упругой нити, совпадающей с осью ведёрка.

Установка по измерению кинематической вязкости жидких металлов состоит из высокотемпературного вискозиметра и электронной системы автоматического сбора данных. Установка по измерению кинематической вязкости  $\nu$  расплавов включает в себя высокотемпературный вискозиметр, электронную систему сбора данных и вспомогательные приборы и оборудование (рисунок 1).



**Рисунок 1.** Схема высокотемпературного вискозиметра для измерения вязкости расплавов

Вискозиметр представляет собой вакуумную камеру (12) с нагревателем (7) и загруженной подвесной системой (1). Подвесная система служит для создания свободных затухающих крутильных колебаний тигля (8) с расплавом (9). Свободные колебания возникают за счёт раскручивания упругой металлической нити, к которой прикреплен тигель с образцом, а затухают за счёт вязкого течения (вязкости) расплава. Для закручивания подвески служит статор (6).

Колебания подвесной системы фиксируются с помощью осветителя (4), зеркала на подвеске (2) и полупрозрачной шкалы (3).

Для защиты от перегрева камера вискозиметра и токоподводы (11) охлаждаются водой, а между нагревателем и стенками камеры помещаются теплозащитные экраны (5). Температура в зоне образца фиксируется термопарой (10).

Вспомогательное оборудование служит для создания вакуума в камере (форвакуумный и диффузионный насосы), для нагрева образца (силовой трансформатор, система регулировки температуры ВРТ-3) и контроля за ходом эксперимента по показательным приборам (вакуумметр, манометры, амперметр, вольтметры).

Электронная система автоматического сбора данных позволяет фиксировать период колебаний  $\tau$  подвесной системы и определять  $\delta$  путём изменения движения скоростной системы [3].

Логарифмический декремент затухания амплитуды колебаний тигля с расплавом вычисляется по формуле

$$\delta = (1/N)\ln(Z_n/Z_0) = (1/N)\ln(1+\Delta Z/Z_0) \quad (4)$$

где:  $\Delta Z$  и  $Z_0$  - показания счётчиков электронной системы, а  $\Delta Z = Z_n - Z_0$ . Причём выражение (4) составлено из предположения о неизменности отношения

$$A_n/A_0 \approx V_n/V_0 \approx t_n/t_0 \approx Z_n/Z_0 \quad (5)$$

Логарифмический декремент затухания  $\delta$  иногда используют как самостоятельную характеристику вязкости расплава. Однако наиболее широкое распространение получил метод расчёта кинематической вязкости расплава  $\nu$  по результатам измерения  $\delta$  методом крутильных колебаний, разработанный В. Г. Швидковским. Автор, вводя ряд приближений, значительно упростил уравнение расчёта движения жидкости и представил расчётный аппарат, позволяющий определять абсолютные значения кинематической вязкости ( $\nu$ ) жидкостей [2]. При этом расчёт вязкости  $\nu$  осуществляется по формуле:

$$\nu = (1/\pi)(I/MR)^2((\delta - \delta_0 (\tau/\tau_0))^2/\tau\sigma^2) \quad (6)$$

где  $I$  – момент инерции подвесной системы, кг/м<sup>2</sup>;  
 $M$  – масса жидкости, кг;  
 $R$  – радиус образца, м;



$\delta$  и  $\delta_0$  - логарифмические декременты затухания наполненной и пустой системы;

$\sigma$  - коэффициент, зависящий от R и H образца, логарифмического декремента затухающих колебаний;

$\tau$  и  $\tau_0$  - период колебаний наполненной и пустой системы, с.

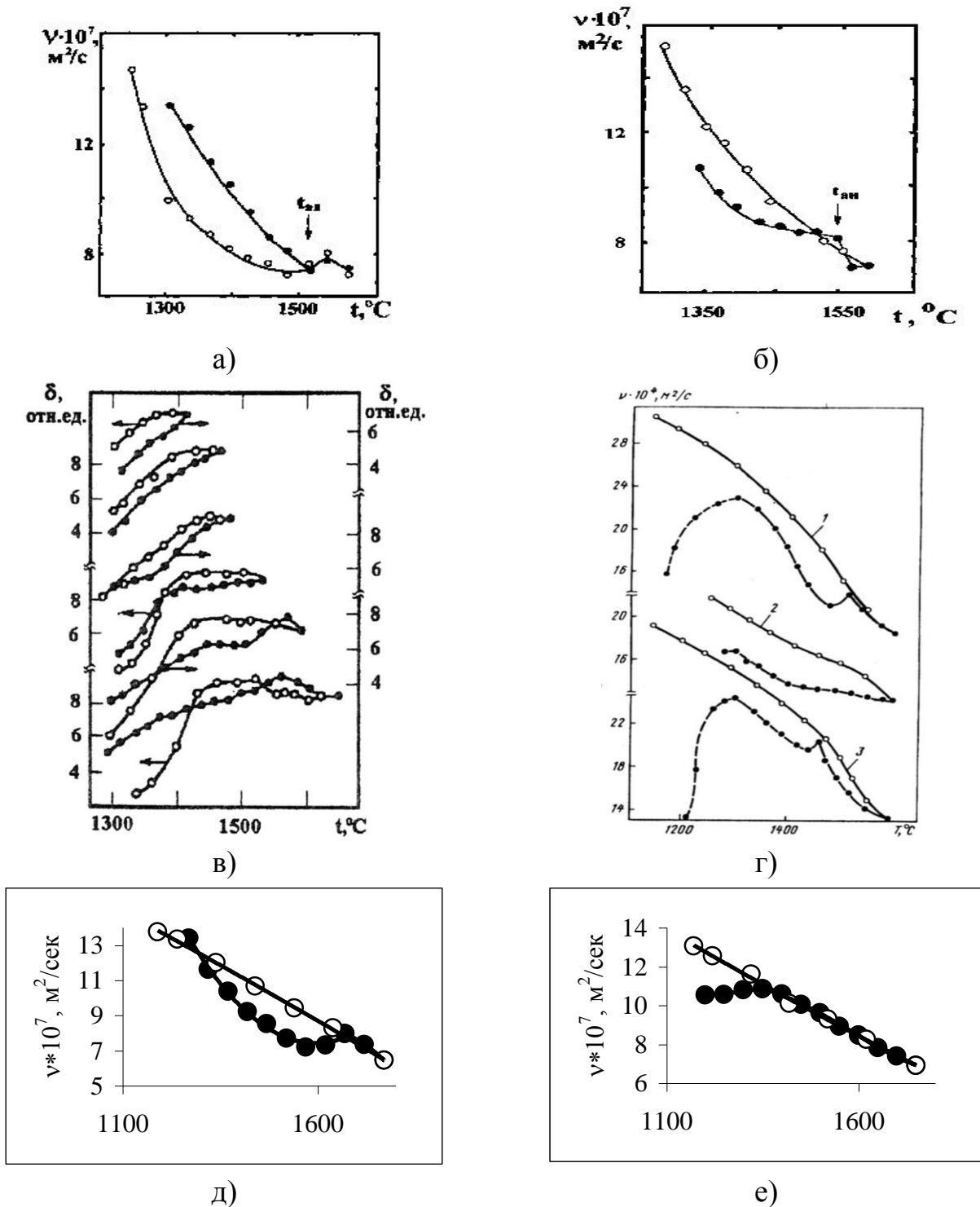
#### **1.4. Вязкость промышленных и модельных расплавов.**

Создание воспроизводимого технологического процесса изготовления отливок сопряжено с рядом трудностей. Одну из таких трудностей может вызывать влияние на кристаллизацию расплава его наследственного состояния [5,6]. Наследственное состояние расплава при одном и том же заданном составе, регламентируемом нормативной документацией, связано со структурой шихты и технологией приготовления расплава.

В научной литературе активно обсуждается вопрос о наличии взаимосвязи между расплавленным и твёрдым состояниями, а также о структурных переходах в металлических расплавах при изменении температуры [7-9]. Однако для многих промышленно значимых материалов исследования не достаточны. Так, например, анализ имеющейся в печати информации по вязкости расплавов чугунов показывает, что она является весьма ограниченной, несмотря на встречающиеся фразы «многочисленные исследования вязкости расплавов чугунов» и «типичная температурная зависимость вязкости расплавов чугунов». Обзор информации по чугунным расплавам представлен на рисунке 2.

В диссертации Савиной Л.Г. [10] приводятся следующие данные по исследованию вязкости модельных сплавов: двухкомпонентного Fe-C сплава, содержащего 3,5 % углерода и трёхкомпонентного Fe-C-Si сплава, содержащего 3,23 % углерода и 0,73 % кремния. Исследование заключалось в последовательном повышении максимальной температуры нагрева расплава во время циклов нагрев-охлаждение расплавов и определении зависимостей их вязкостей от температуры при нагреве и охлаждении (рисунки 2,а и 2,б). В работе отмечается отсутствие необратимой структурной перестройки расплава Fe-C (совпадение кривых вязкостей нагрева и охлаждения) при перегреве его до температур не более 1400 °С. При дальнейшем повышении температуры перегрева расплава обнаружили, что при температуре 1510 °С на политерме кинематической вязкости нагрева наблюдается перегиб (аномалия) – отклонение от классической экспоненциальной зависимости. После перегрева расплава до температур выше 1540 °С (критическая температура) обнаружен гистерезис, то есть несовпадение политерм вязкости нагрева и охлаждения, причём значения вязкости при нагреве выше значений при охлаждении. Для сплава Fe-C-Si в работе обнаружены аналогичные закономерности, но при существенном отличии – значения вязкостей при нагреве ниже значений при охлаждении, причём

температура аномалии составила 1550 °С, а критическая температура – 1580 °С.



**Рисунок 2.** Температурные зависимости кинематической вязкости (а,б,г) и логарифмического декремента затуханий колебаний тигля с расплавом (в):

а) расплава Fe-C [10], б) расплава Fe-C-Si [10], в) медистого заэвтектического чугуна [11], г) 1 – ЧШГ (Fe-C-Si), 2 – ЧВГ (Fe-C-Si), 3 – ЧШГ (Fe-C-Al) [12], д) расплава ВЧ50 [13], е) СЧ20 [13]

• – нагрев, ° – охлаждение

В диссертации Барышева Е.Е. [11] зависимость, представленная на рисунке 2,а, называется «типичной зависимостью вязкости железоуглеродистого сплава». Далее в этой работе приводятся температурные зависимости логарифмического декремента затуханий колебаний тигля с расплавом при исследовании вязкости медистого заэвтектического чугуна состава 4,5% С, 2,07% Si, 2,62% Cu, 0,4% Ti, 0,3% Cr, представленная на рисунке 2,в. Температурные зависимости имеют немонотонный характер: по характеру поведения вязкости автор разбивает политерму на две части. В первой части при нагреве до 1550-1570 °С вязкость при нагреве возрастает. По мнению автора, при этих температурах расплав находится в гетерогенном состоянии, то есть в нём присутствуют частицы твёрдых тугоплавких фаз, размер которых с повышением температуры уменьшается. Расплав находится в этом случае в сильновязком состоянии. Во второй области, когда температура нагрева превышает 1570 °С, расплав является гомогенным и находится в слабвязком состоянии.

В монографии Кузнецова Б.Л. [12] (позже те же данные приводятся в работе [5]) в качестве справки по «второй проблеме литейного металлостроения чугуна» приводятся со ссылкой на работы Баума Б.А. и Тягунова Г.В. данные, представленные на рисунке 2,г. В работе отмечается, что на политермах кинематической вязкости многих типов чугунов наблюдаются «пороговые эффекты» (переломы либо перемена знака первой производной зависимости вязкости от температуры) в интервале температур 1550 ... 1570 °С. Далее отмечается, что «У многих чугунов наблюдается пороговый эффект при перегреве их выше температуры 1710...1720 °С. Выше этой температуры отсутствует гистерезис ... вязкости ... ».

Нами ранее [13] опубликованы результаты исследований вязкости расплавов чугунов с шаровидным графитом (ВЧ50) и с пластинчатым графитом (СЧ20), полученных с помощью различного модифицирования из единого базового расплава. Результаты приведены на рисунках 2,д и 2,е.

Как видно из рисунка 2, характеры и абсолютные значения вязкостей расплавов, представленные в перечисленных работах, имеют ряд отличий. Отличия характера и абсолютных значений вязкостей наблюдаются не только для различных типов чугунов (например, нелегированных конструкционных от легированных, или нелегированных с пластинчатым от нелегированных с шаровидным графитом), но и для чугунов одного типа (например, характеристические температуры на политермах вязкостей чугунов с пластинчатым графитом Fe-C-Si, рисунки 2,б и 2,е).

Для выявления причин наблюдаемых различий ООО «ИЦМ» (г. Набережные Челны) совместно с ГОУ ВПО ИНЭКА (г. Набережные Челны) и Институтом физики металлических жидкостей ГОУ ВПО УГТУ-УПИ (г. Екатеринбург) выполнены исследования процесса структурообразования расплавов чугуна с вермикулярным графитом (ЧВГ) при его высокотемпературной обработке.

Закономерности структурообразования расплава изучали методом исследования его кинематической вязкости  $\nu$  при высокотемпературной термовременной обработке. Для исследований вязкости из тела отливки, не имеющей дефектов, вытачивались цилиндрические образцы диаметром 13 мм и высотой 23 мм. У подготовленных таким образом образцов до проведения экспериментов по исследованию вязкости на торцах цилиндров исследовали исходную микроструктуру.

Микроструктуру нетравленных и травленных образцов при увеличении на  $\times 100$  исследовали с помощью оптического микроскопа МТ7500 фирмы Meiji Techno (Япония) с использованием для получения цифрового изображения пакета прикладных программ анализа изображения Thixomet.

Травление образцов для исследования микроструктуры матрицы чугуна осуществляли 4%-ой азотной кислотой.

Измерение кинематической вязкости  $\nu$  расплавов образцов чугуна с вермикулярным графитом осуществляли методом крутильных колебаний в варианте Швидковского. Расплавление, нагрев и охлаждение исследуемых образцов осуществлялось в индивидуальных тиглях из оксида бериллия. Во время эксперимента система с тиглем и нагревателем вакуумировалась для удаления воздуха, а затем заполнялась гелием. Нагрев и охлаждение расплава осуществлялись в атмосфере гелия при небольшом избытке давления относительно атмосферного. Измерения вязкости начинали при достижении температуры в системе порядка 1300 °С (термопару для измерения температуры в системе располагали на расстоянии порядка 1 мм от дна тигля с расплавом). Измерения вязкости проводили каждые 2 минуты. Изменение температуры осуществляли с шагом 50 °С. Температура на заданном уровне достигалась и поддерживалась автоматически, регулируясь мощностью нагревателя. При каждой заданной температуре проводили не менее 10 измерений (в течение не менее 20 минут).

В качестве объекта исследования использовался чугун, полученный из базового расплава следующего химического состава: С - 4,03%; S- 0,012%; Si - 1,9%; Mn - 0,39%; Cr -0,094%; Ni - 0,06%; Cu - 0,15%; Ti - 0,027%; P- 0,037%. Расплав модифицировали ковшевым методом комплексным Fe-Si-Mg-PЗМ модификатором «CompactMag» фр.3-25мм в количестве 0,45% и ферросилицием ФС75-6 в количестве 0,55% от массы жидкого металла в ковше. Результаты спектрального анализа химического состава модифицированного расплава чугуна представлены в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав материала отливки из ЧВГ 40

С,%	S,%	Si,%	Mn,%	Cr,%	Ni,%	Cu,%	Ti,%	P,%	Mg,%	РЗМ,%
3,89	0,011	2,58	0,39	0,09	0,06	0,15	0,027	0,034	0,013	0,02

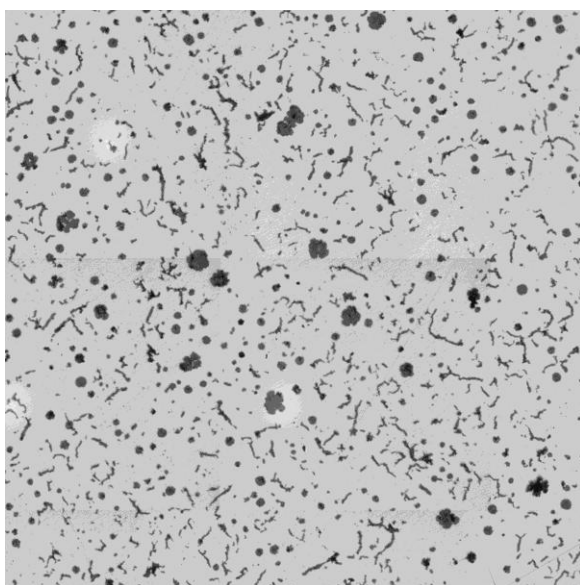
Результаты испытаний физико-механических свойств материала и описание микроструктуры в соответствии с ГОСТ 3443-87 сведены в таблицу 2.

Таблица 2

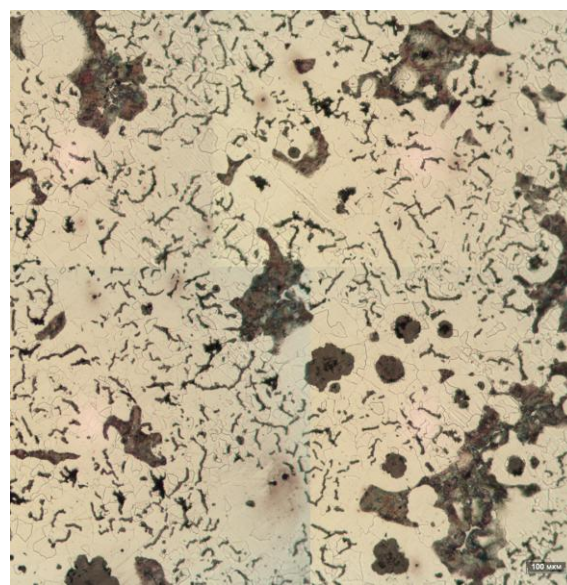
Микроструктура материала образцов ЧВГ40

Образец	$\sigma_{\text{в}}$ , МПа	$\delta$ , %	НВ, 5/750/10	Микроструктура, ГОСТ 3443-87		
				Перлит (Феррит), Шкала №6-В	Цементит	Графит, Шкала №2-В
отливка	420,0	4,0	164	П 20 (Ф 80)	нет	ВГ < 70
прибыль	-	-	173	П 45 (Ф 55)	нет	ВГ < 70

Примеры сжатых в 2 раза изображений микроструктуры нетравленных и травленных образцов представлены на рисунке 3. Из приведённой информации следует, что свойства и микроструктура образцов отливки, соответствует марке чугуна ЧВГ40 по ГОСТ 28394 – 89.



а)



б)

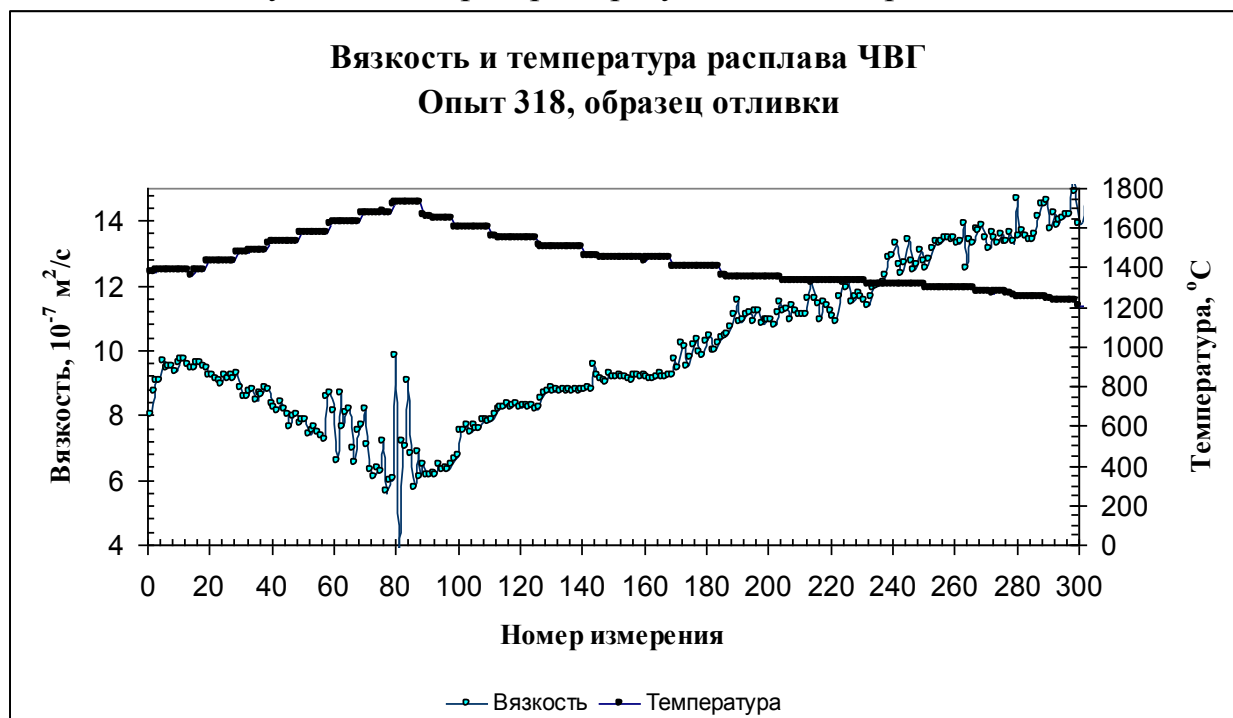
**Рисунок 3.** Примеры микроструктуры образцов ЧВГ,  $\times 50$

а) не травлено, б) травлено

Результаты всех измерений, выполненных при нагреве и охлаждении расплава, представлены в графическом виде на рисунке 4. По оси категорий (горизонтальной оси) на графиках отложены порядковые номера измерений. По основной оси значений (вертикальной оси) отложены результаты измерений кинематических вязкостей расплавов, по вспомогательной оси значений отложены результаты измерений температуры системы.

Как видно на рисунке 4, поведение вязкости различно при нагреве и охлаждении. При нагреве практически не наблюдается горизонтальных площадок результатов измерения вязкости при любой температуре выдержки при значительном разбросе значений вязкости. При охлаждении

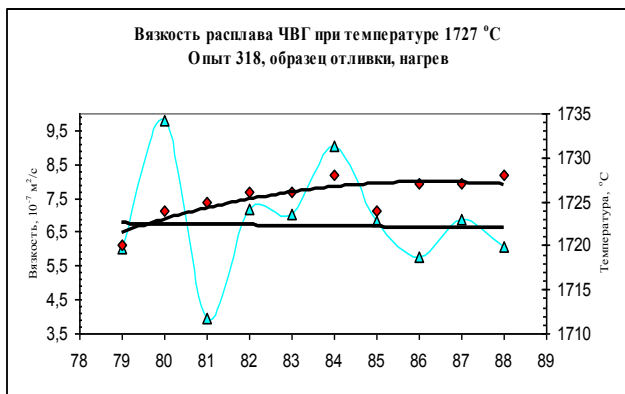
наблюдаются достаточно чёткие горизонтальные площадки практически с первой температуры выдержки 1600 °С. Горизонтальной площадки при охлаждении не наблюдается только в области температур 1400 °С. Однако разброс значений вязкости при охлаждении носит не постоянный характер. Очень маленький разброс данных наблюдается при температурах выдержки от 1600 °С до 1450 °С. При более низких температурах наблюдается значительное увеличение разброса результатов измерения.



**Рисунок 4.** Все результаты измерений вязкости и температуры расплава ЧВГ

Обычно для построения политерм вида, изображённого на рисунке 2, для каждого заданного значения температур эксперимента без учёта фактора времени рассчитывают среднее арифметическое результатов измерения вязкости, то есть математическое ожидание случайной величины вязкости в соответствии с правилами математической статистики. Иногда на графиках политерм указывают доверительные интервалы математического ожидания случайной величины вязкости, которые самостоятельно не характеризуют разброс единичных значений вязкости [9,14]. Для оценки справедливости такого подхода исследовали полученные результаты измерений отдельно при каждой температуре выдержки. Примеры графических результатов таких исследований представлены на рисунке 5.

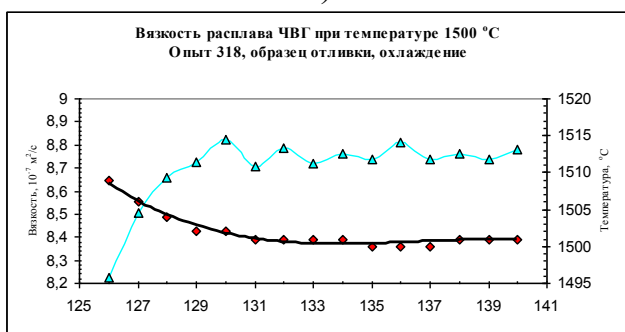
На рисунке 5,а-б представлены в одинаковом масштабе результаты измерений вязкости при заданной температуре выдержки расплава: 5,а – при 1727 °С во время нагрева (максимальная температура эксперимента); 5,б – при 1500 °С во время охлаждения. Результаты измерений соединены последовательно сглаженной линией и имеют экспоненциальную линию тренда.



а)



б)



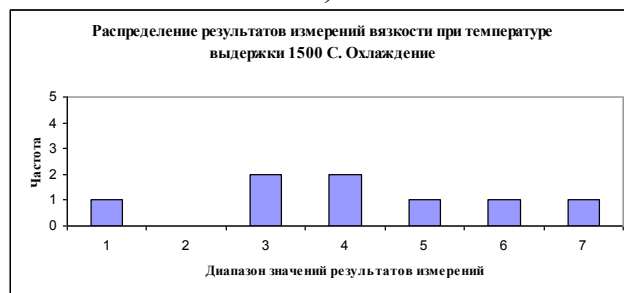
в)



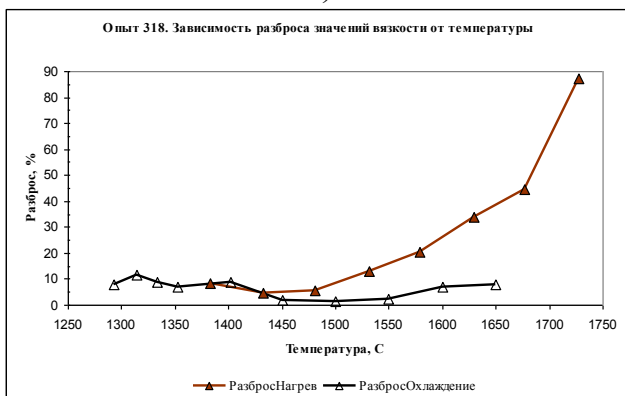
г)



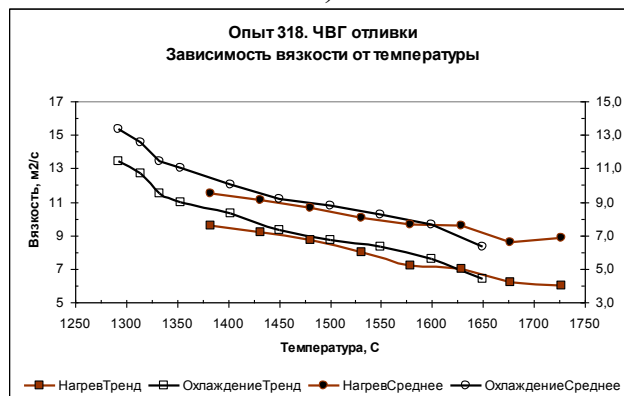
д)



е)



ж)



з)

**Рисунок 5.** Динамика вязкости расплава 1 ЧВГ

На рисунке 5,в показаны вторые результаты в более мелком масштабе. Видно, что зависимости вязкости от времени имеют осциллирующий характер. Как уже отмечалось ранее [15-17], такое поведение структурно-чувствительных характеристик многокомпонентных расплавов ЧВГ связано с наличием и эволюцией устойчивых во времени двух или более атом-

ных координаций во время перехода термодинамической системы из существенно неравновесного состояния в равновесное. На рисунке 5,г-д представлены распределения частот для первых 10 результатов измерений, то есть времени выдержки расплава при заданной температуре более 20 минут. Проверка этих результатов по критерию Ирвина для доверительной вероятности 95% показала, что для температуры 1727 °С все они не являются выбросами и должны быть учтены при статистической обработке. Для температуры 1500 °С по критерию Ирвина выбросами выборки являются два левых значения (рисунок 5,д). На рисунке 5,е представлены распределения частот восьми результатов измерений, оставшихся после последовательного отбрасывания выбросов. Анализ распределений показал, что их характер соответствует нормальному. Проверка эксцесса (0,72 и 0,25 соответственно для 1727 °С и 1500 °С) и асимметрии (соответственно 0,29 и 0,18) распределений показала, что оба распределения имеют схожесть не только характера, но и плосковершинности и симметричности с нормальным распределением. Поэтому применение аппарата математической статистики нормального распределения для описания случайной величины вязкости достаточно корректно и с его помощью можно построить политермы по обычной методике, которая уже указывалась выше (политермы «Нагрев Среднее» и «Охлаждение Среднее» на рисунке 5,з, по вспомогательной шкале).

Однако характеристикой вязкости расплава при определённой температуре является не только её среднее арифметическое измеренное значение, но и разброс этих значений. Такая характеристика для рассматриваемых температур представлена на рисунке 5,ж. Как видно из рисунка, стабильность (разброс значений) вязкости для рассматриваемого случая имеет ярко выраженные тенденции.

Процесс нагрева по стабильности параметра вязкости расплава можно условно разбить на 2 участка. Первый участок – нагрев до температур порядка 1500 °С – характеризуется «умеренной» структурной стабильностью расплава и «умеренным» процессом структурной перестройки расплава, связанным с вводом энергии в термодинамическую систему. Разброс значений вязкости на этом участке составляет от 5% до 10%, а время релаксации – до 10-20 минут. Второй участок – дальнейший нагрев до максимальных температур эксперимента – характеризуется монотонным сильным увеличением разброса значений вязкости (до 90%) и, что самое интересное – увеличением времени релаксации. В ходе эксперимента выдержка расплава более 20 минут при всех температурах второго участка не обеспечила достижения термодинамического равновесия расплава. Судя по значениям вязкости, максимально бурные процессы структурообразования в расплаве 1 ЧВГ протекали в области температур 1575...1730 °С. Наличие в этой области температур изломов (перегибов) на политерме «НагревСреднее» соответствует такому выводу.



Температурную зависимость разброса значений вязкости в процессе охлаждения можно условно разбить на три участка. В начале охлаждения от максимальной температуры нагрева до температур порядка 1600 °С (первый участок процесса охлаждения) и охлаждение ниже температур порядка 1450 °С (третий участок) характеризуются «умеренной» структурной стабильностью расплава и «умеренным» процессом структурной перестройки расплава. Причём, низкотемпературные участки нагрева и охлаждения по разбросу значений вязкости и по времени релаксации практически совпадают. В то же время, высокотемпературные участки процессов нагрева и охлаждения резко отличаются не только по разбросу значений вязкости, но и по времени её релаксации. При охлаждении на первом участке расплав при всех исследуемых температурах приходил в равновесное состояние в течение не более 10 минут. На втором промежуточном участке наблюдается значительное повышение стабильности структурного состояния расплава (разброс значений вязкости составляет от 1% до 3%). Время релаксации на этом участке составляет также менее 10 минут.

Анализ разброса данных, вида точечных графиков «вязкость – время (номер измерения)» и времени релаксации приводит к выводу, что получение политерм вязкости ЧВГ на основе среднего арифметического всех первых представительных результатов измерений при длительности выдержки даже порядка 20 минут для температур второго участка нагрева приводит к большим погрешностям. В такой ситуации требуется увеличение времени выдержки для достижения термодинамического равновесия системы, что приводит к большой длительности эксперимента. Для получения максимально достоверных результатов, по всей видимости, такой подход является единственно верным, однако он требует очень большой длительности эксперимента (в разы превышающей рассматриваемый пример, то есть порядка суток и более). В то же время, набор не менее 10 результатов измерений для всех исследуемых температур второго участка нагрева позволил оценить с помощью аппроксимации на бесконечность равновесное значение вязкости со значительно меньшей погрешностью (не более 20%). Политермы, построенные с помощью линий тренда (по второй методике), «Нагрев Тренд» и «Охлаждение Тренд» построены на рисунке 5,3 по основной шкале. Политерма «Нагрев Тренд» также имеет изломы в области температур 1575...1730 °С. Однако сочетания политерм нагрева и охлаждения в этой области, построенных по разным методикам, отличается. Причиной выявленной аномальности поведения расплава, описываемой политермой «НагревСреднее», лежащей выше политермы «Охлаждение Среднее» в области температур 1600...1700 °С, по всей видимости, является некорректная методика обработки результатов эксперимента (полученная при таком подходе аномальность похожа, например, на аномалию, показанную на рисунке 2,б).

## 2. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ.

1. В чём различие динамической и кинематической вязкости.
2. Перечислите методы измерения вязкости.
3. Чем вызвана необходимость изучения такого физического свойства жидкостей, как вязкость?
4. Объясните принцип работы высокотемпературного вискозиметра.
5. Назовите основные методы представления информации о случайной величине.
6. Назовите основные статистические характеристики случайной величины.
7. Опишите порядок выполнения работы.

## 3. СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.

1. Исследование вязкости жидких металлов./ Э.Э.Шпильрайн, В.А.Фомин, С.Н. Сковородько, Г.Ф.Сокол. М.: Наука, 1983. С.243.
2. Швидковский Е.Г. Некоторые вопросы вязкости расплавленных металлов. М.: Гостехиздат, 1995. С.206.
3. Установка для измерения кинематической вязкости металлических расплавов /Г.В.Тягунов, В.С.Цепелев, М.М. Кушнир, Г.П. Яковлев, В.Б.Мальцев.// Заводская лаборатория. 1980. №10. С. 919-920.
4. ГОСТ 11.004-74 (СТСЭВ 876-78) Прикладная статистика. Правила определения оценок и доверительных границ для параметров нормального распределения. М.: Переиздат, 1980.
5. Никитин В.И., Никитин К.В. Наследственность в литых сплавах. – М.: Машиностроение-1, 2005. – 475 с.
6. Панов А.Г. Роль и место модифицирования расплавов чугунов с точки зрения наследственности сплавов // М: Metallurgia Машиностроения, 2006, № 5. – С. 23-27.
7. Баум Б.А., Клименков Е.А., Тягунов Г.В., Базин Ю.А. Взаимовлияние жидкого и твёрдого состояний сплавов // Свойства металлических расплавов: сборник В 2 ч., Ч.1.: Екатеринбург, Изд-во УГТУ-УПИ, 2008, С. 34-44.
8. Баум Б.А. О взаимосвязи жидкого и твёрдого металлических состояний // Свойства металлических расплавов: сборник В 2 ч., Ч.1.: Екатеринбург, Изд-во УГТУ-УПИ, 2008, С. 45-74.
9. Чикова О.А. О структурных переходах в жидких металлах и сплавах // Расплавы, 2009, №1. – С.18-30.
10. Савина Л.Г. Влияние высокотемпературной обработки расплавов на структуру и свойства высокоуглеродистых сплавов железа: Дис. ... канд. тех. наук 05.16.01. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2003. 129 с. ил.
11. Барышев Е.Е. Исследование и разработка технологических процессов повышения качества металлургической продукции на основе ана-

лиза взаимосвязи жидкого и твёрдого состояний: Дис. ... докт. тех. наук 05.16.01. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2007. 324 с. ил.

12. Кузнецов Б.Л. Введение в литейное металловедение чугуна. – М.: Машиностроение, 1995. – 168 с. ил.

13. Панов А.Г., Фарисов Р.Д. Особенности технологии получения машиностроительных отливок переплавом стружки СЧ и ВЧШГ // М: Литейщик России, 2008, № 8. – с. 32-35.

14. Гмурман В.Е. Теория вероятностей и математическая статистика / В.Е. Гмурман. – 11 –е изд., стер. – М.: Высш. шк., 2005. – 479 с.: ил.

15. Баум Б.А., Игошин И.Н., Шульгин Д.Б и др. О колебательном характере процесса релаксации неравновесных металлических расплавов / Расплавы, 1988, Том 2, вып. 5. – с. 102-105.

16. Баум Б.А., Шульгин Д.Б, Булер Т.П. Осциллирующий характер процесса релаксации металлической жидкости / Металлофизика, 1989. Том 11, №5.

17. Седельников В.В. Структурообразование кристаллизующихся систем при модифицировании их ультрадисперсными порошками. Часть 1 // Литейное производство. – 2005. - №1. – С. 2-5.

#### 4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

### **ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТАТИСТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ РАСПЛАВА МЕТОДОМ КРУТИЛЬНЫХ КОЛЕБАНИЙ**

#### 4.1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Цели лабораторной работы:

- развить практические навыки работы по определению характеристик структурночувствительного свойства материалов кинематическая вязкость расплава,
- закрепить технику статистической обработки результатов измерений случайных величин,
- развить практические навыки работы с прикладными программами на персональных компьютерах (Microsoft Office Excel и Microsoft Office Word).

Задачи лабораторной работы:

- подробно изучить метод крутильных колебаний определения вязкости расплавов,
- определить значение вязкости расплава для заданной постоянной температуры выдержки двумя методами: методом статистической обработки результатов измерения и методом аппроксимации результатов измерения.

#### 4.2. ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ПРИБОРЫ, ИНСТРУМЕНТЫ И МАТЕРИАЛЫ

В работе используются образцы, прошедшие испытания вязкости расплава, персональные компьютеры с пакетом прикладных программ Microsoft Office Excel и Microsoft Office Word.

#### 4.3. СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Лабораторная работа рассчитана на 4 часа и включает следующие этапы:

- 1) Теоретико-методологический анализ исследуемой области – 1 час.
- 2) Изучение распределения и построение графиков случайной величины вязкости и случайной величины температуры от времени при заданной температуре выдержки эксперимента – 1 час.
- 3) Расчёт статистических характеристик случайных величин вязкости и температуры. Проверка нормальности распределения случайных величин – 1, 75 часа.

- 4) Подготовка отчёта по лабораторной работе – 0,15 часа.
- 5) Защита лабораторной работы – 0,1 часа.

#### 4.4. ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

Перед началом экспериментальной работы в качестве персонального задания преподаватель выдаёт студентам (слушателям) индивидуальные задания в виде массива результатов измерения вязкости и температуры, ранее полученные при исследованиях сотрудниками кафедры «КМиТ». Пример такого массива данных представлен в приложении 1. Причём для всех студентов одной группы выдаются данные одного эксперимента, но для каждого студента персональные данные для конкретной температуры выдержки.

После проведения теоретико-методологического анализа методов измерения вязкости расплавов и применения методов математической статистики в материаловедении приступить к выполнению обработки результатов испытаний на персональных компьютерах с помощью программы Microsoft Office Excel:

- в единых координатах времени построить точечные графики зависимостей температуры и вязкости от времени выдержки, подобрать к ним наиболее подходящие линии тренда с определением коэффициентов корреляции, оценить с помощью линий тренда, к каким средним значениям стремятся температура и вязкость при бесконечной выдержке;
- рассчитать средние значения и погрешности измерения (разброс значений) для температуры и вязкости с доверительной вероятностью 95%, построить их на точечных графиках;
- сравнить значения температуры и вязкости, определённые разными методами.

Провести анализ полученных результатов и на персональных компьютерах составить отчёт по приложению 2 с помощью программы Microsoft Office Word.

## 5. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

### **ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ РАСПЛАВОВ**

#### 5.1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Цели лабораторной работы:

- развить практические навыки применения метода определения кинематическая вязкость для исследования процессов структурообразования расплавов,
- закрепить технику статистической обработки результатов измерений случайных величин,
- развить практические навыки работы с прикладными программами на персональных компьютерах (Microsoft Office Excel и Microsoft Office Word),
- получить навыки коллективной работы над решением общей задачи.

#### 5.2. ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ПРИБОРЫ, ИНСТРУМЕНТЫ И МАТЕРИАЛЫ

В работе используются образцы, прошедшие испытания вязкости расплава, персональные компьютеры с пакетом прикладных программ Microsoft Office Excel и Microsoft Office Word.

#### 5.3. СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Лабораторная работа рассчитана на 6 часов и включает следующие этапы:

- 1) Теоретико-методологический анализ исследуемой области – 1 час.
- 2) Изучение распределения и построение графиков случайной величины вязкости от случайной величины температуры для всех температур (не менее 10) эксперимента по двум методам – 4 часа.
- 3) Подготовка отчёта по лабораторной работе – 0,5 часа.
- 4) Защита лабораторной работы – 0,5 часа.

#### 5.4. ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

Перед началом экспериментальной работы в качестве персонального задания преподаватель выдаёт студентам (слушателям) на подгруппу количеством порядка 5 человек задания в виде массива результатов измерения вязкости и температуры одного эксперимента с нагревом и охлаждением расплава и изотермической выдержкой при не менее 15 температу-

рах, ранее полученные при исследованиях сотрудниками кафедры «КМиТ». Пример такого массива данных представлен в приложении 1.

После проведения теоретико-методологического анализа методов измерения вязкости расплавов и применения методов математической статистики в материаловедении студентам в рамках подгруппы с одним заданием приступить к выполнению обработки результатов испытаний на персональных компьютерах с помощью программы Microsoft Office Excel:

- распределить между собой поровну температуры выдержки, при которых требуется определить характеристики случайных величин температура и кинематическая вязкость,
- с помощью умения и навыков, приобретённых в лабораторной работе №1 студентам для каждой закреплённой температуры определить двумя методами средние значения и погрешности измерения (разброс значений) температуры и кинематической вязкости, а также характер (степень стабильности структурного состояния) расплава при изотермических выдержках,
- объединить все данные расчётов в единый массив и построить график функции зависимости  $\nu=f(T)$  в единых координатах отдельно для режима нагрева и для режима охлаждения с указанием на графике границ разброса результатов измерений (погрешностей измерения),
- провести анализ полученных зависимостей с оценкой процессов структурообразования расплавов.

Провести анализ полученных результатов и на персональных компьютерах составить отчёт согласно приложения 3 с помощью программы Microsoft Office Word.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Результаты определения температуры и вязкости при охлаждение расплава образца лигатуры ФСМг5

№ п/п	Температура, °С	Результаты расчёта кинематической вязкости $\nu$ , м <sup>2</sup> /с		
		Методика УдМО УРО РАН	Методика Роско	Методика Швидковского
1	1566.00	3.9216e-007	4.86662e-007	4.04965e-007
2	1566.00	4.13989e-007	5.12295e-007	4.27917e-007
3	1566.00	4.1228e-007	5.103e-007	4.26147e-007
4	1566.00	3.87759e-007	4.81233e-007	4.00299e-007
5	1566.00	4.23657e-007	5.23792e-007	4.38099e-007
6	1566.00	4.13745e-007	5.12286e-007	4.27714e-007
7	1539.00	3.76053e-007	4.67673e-007	3.88014e-007
8	1539.00	3.5311e-007	4.40746e-007	3.63863e-007
9	1539.00	3.64304e-007	4.54094e-007	3.75688e-007
10	1539.00	3.62424e-007	4.51495e-007	3.73652e-007
11	1539.00	3.64774e-007	4.54441e-007	3.76154e-007
12	1539.00	3.64175e-007	4.53736e-007	3.75521e-007
13	1499.00	3.30316e-007	4.13883e-007	3.40018e-007
14	1499.00	3.24091e-007	4.06466e-007	3.33512e-007
15	1499.00	3.33502e-007	4.17657e-007	3.43335e-007
16	1499.00	3.20978e-007	4.02728e-007	3.30239e-007
17	1499.00	3.32843e-007	4.16894e-007	3.42666e-007
18	1499.00	3.33905e-007	4.18148e-007	3.43767e-007
19	1459.00	3.11493e-007	3.91433e-007	3.20368e-007
20	1459.00	3.14569e-007	3.95302e-007	3.23585e-007
21	1459.00	3.21527e-007	4.03382e-007	3.30808e-007
22	1459.00	3.17719e-007	3.98836e-007	3.26831e-007
23	1459.00	3.13434e-007	3.93931e-007	3.22387e-007
24	1459.00	3.32074e-007	4.15939e-007	3.41825e-007
25	1419.00	3.13617e-007	3.94163e-007	3.22593e-007
26	1419.00	3.15192e-007	3.96016e-007	3.24209e-007
27	1419.00	3.09222e-007	3.88901e-007	3.18004e-007
28	1419.00	3.01532e-007	3.7953e-007	3.10016e-007
29	1419.00	3.23322e-007	4.05543e-007	3.32704e-007
30	1419.00	3.1618e-007	3.97207e-007	3.2525e-007
31	1378.00	3.09406e-007	3.89116e-007	3.18192e-007
32	1378.00	3.08636e-007	3.88224e-007	3.17412e-007
33	1378.00	3.12811e-007	3.93189e-007	3.21741e-007
34	1378.00	2.95255e-007	3.72031e-007	3.03517e-007
35	1378.00	3.20648e-007	4.02567e-007	3.29936e-007
36	1378.00	3.15155e-007	3.95997e-007	3.24191e-007



**ОТЧЁТ**

по лабораторной работе «Определение статистических характеристик изотермической вязкости расплава методом крутильных колебаний»

Кафедра: материалов, технологий и качества

Дисциплина: ОПД.08 МИМиП

Цели работы:

- развить практические навыки работы по определению характеристик структурно-чувствительного свойства материалов кинематическая вязкость расплава.
- закрепить технику статистической обработки результатов измерений случайных величин,
- развить практические навыки работы с прикладными программами на персональных компьютерах (Microsoft Office Excel и Microsoft Office Word)

Оборудование и инструменты: Персональный компьютер, прикладные программы Microsoft Office Excel, Microsoft Office Word.

Температура изотермической выдержки: \_\_\_\_\_ °С.

Результаты измерений вязкости:

№ п/п	Температура, °С	Результаты расчёта кинематической вязкости $\nu$ , м <sup>2</sup> /с		
		Методика УдМО УРО РАН	Методика Роско	Методика Швидковского
1	...	...	...	...
2	...	...	...	...

Графические результаты определения с помощью Microsoft Office Excel характеристик температуры и кинематической вязкости при изотермической выдержке расплава при T = \_\_\_\_\_ °С:

*(графическое представление результатов)*

ПРИЛОЖЕНИЕ 2  
(Продолжение)

Анализ графических результатов:

*(описание и объяснение полученных результатов)*

Выводы по работе:

1. ...
2. ...

Работу выполнил:

Работу принял:

**ОТЧЁТ**

по лабораторной работе «Применение метода определения кинематической вязкости при исследовании процессов структурообразования расплавов»

Кафедра: материалов, технологий и качества

Дисциплина: ОПД.08 МИМиП

Цели работы:

- развить практические навыки применения метода определения кинематическая вязкость для исследования процессов структурообразования расплавов,
- закрепить технику статистической обработки результатов измерений случайных величин,
- развить практические навыки работы с прикладными программами на персональных компьютерах (Microsoft Office Excel и Microsoft Office Word),
- получить навыки коллективной работы над решением единой задачи.

Оборудование и инструменты: Персональный компьютер, прикладные программы Microsoft Office Excel, Microsoft Office Word.

Материал расплава: \_\_\_\_\_ .

Результаты измерений вязкости:

№ п/п	Температура, °С	Результаты расчёта кинематической вязкости $\nu$ , м <sup>2</sup> /с		
		Методика УдМО УРО РАН	Методика Роско	Методика Швидковского
1	...	...	...	...
2	...	...	...	...

Пример графических результатов определения с помощью Microsoft Office Excel характеристик температуры и кинематической вязкости при изотермической выдержке расплава при  $T = \underline{\hspace{2cm}}$  °С:

*(графическое представление результатов)*

ПРИЛОЖЕНИЕ 3  
(Продолжение)

Графические результаты определения с помощью Microsoft Office Excel зависимостей  $v=f(T)$

*(графическое представление результатов)*

Анализ графических результатов:

*(описание и объяснение полученных результатов)*

Выводы по работе:

1. ...
2. ...

Работу выполнили:

1. ...
2. ...

Работу принял: