

Termická analýza litin použitím systému AccuVo®

Thermal analysis of cast irons using the AccuVo® system

669.13 : 536.628
cast iron—thermal analysis

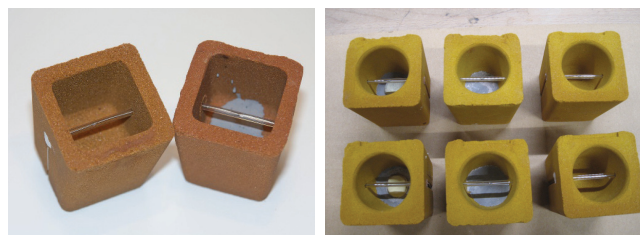
AccuVo® is a thermal analysis providing a picture of melt-metallurgical quality with distinctive operational accuracy and speed. This is not only occurring via analysis of solidification sample with a defined volume, which ensures exceptional reproducibility of results, but also parallel solidification of the sample influenced by defined additive in exact dosing. Thus, a comparative solidification measurement arises of 2 samples in different metallurgical processing at the same time. Further, the system uses analysis results to control the melt release and metallurgical additive dosage processes, obtains information about the true complex state of the melt as it reacts to inoculation material. AccuVo® is a significant contributor to digitalized casting processes, stabilization of melt quality and automation of dosing additives dependent on the real melt condition. Foundries using AccuVo® with such an implemented system for melting batch control significantly gain competitive advantage.

Úvod

Termická analýza se ve slévárnách litin používá od 60. let 20. století. Poměrně rozšířené byly přístroje vyrobené přímo pracovníky sléváren. Vždy se jednalo o otevřené kelímky, přičemž v posledních několika desetiletích se používá jako formovací materiál na kelímky obalovaná směs (croning). Tvar zkušebního odlitku je kónický hranolek, avšak ve snaze zkrátit dobu tuhnutí, a tím moci rychleji získat analýzu tekutého kovu, přišly na trh před krátkou dobou kelímky s dutinou kónického válce (**obr. 1**). Doba tuhnutí se tak zkrátila z přibližně 215 s na 155 s, což je přínosné, obzvláště když se vzorky odebírají po modifikaci nebo primárním očkování, případně na licím poli, a čekání způsobí ztrátu teploty taveniny. Zdánlivě překvapivé je zjištění, že některé slévárny, které i v minulosti termickou analýzu zavedly, ji dnes nepoužívají. Zjistily, že v podstatě stačí spektrometr a spalovací metoda, čekání 4 až 5 minut na její výsledky jsou odpovídající. Je také nutno uvažovat nákladnou údržbu zařízení na spalovací metodu a potřeba kvalifikovaného personálu pro její obsluhu na směně, správné složení vsázky, tavicí a licí teploty; modifikační a očkovací procesy jsou nastaveny konstantně na množství taveniny. Jako zpětná reakce slévárnám stačí metalografie, klínová zkouška, mechanické vlastnosti a hodnocení kvality odlitku včetně rtg. kontroly. Slévárny, které řídí metalurgii jen s použitím spektrometru, nemají ani spalovací metodu, ani termickou analýzu, nemohou odlévat odlitky s nejvyšší přidanou hodnotou nebo vyrábějí s vysokými náklady. Vysoké náklady způsobuje velký podíl surového železa, vysoké dávkování modifikátoru, značné dávkování očkovadla, náklady na opravu odlitků, náklady na kvalitativní



Dr. Ing. Marko Grzinčič
DETYCON Solutions s.r.o., Liberec



Obr. 1. Otevřené kelímky (zleva: hranatý standard, s telurem; kruhový s telurem a sírou, s telurem, standard)

Článek řetězce	chyba měření konvenční přístroj	chyba měření systém AccuVo®	způsob řešení
termočlánek	± 4,60 °C	± 0,50 °C	termočlánek
kompensační vedení	± 1,50 °C	± 0,05 °C	vedení signálu (krátké)
kompensace studeného spoje	± 1,80 °C	± 0,18 °C	Pt-100
A/D-převodník	± 2,00 °C	± 0,20 °C	kalibrační přístroj
suma	± 9,90 °C	± 0,93 °C	suma

Standardní odchylka 0,008 mV

zohledňující teplotu lití, resp. T_{max} na křivce tuhnutí [2]. To znamená, že pokud bude teplota identické taveniny v čase klesat a postupně se odlijí vzorky pro termickou analýzu, software vyhodnotí stále stejnou teplotu likvidu. Teplota zaznamenaná termočlánekem jako maximální musí být alespoň o 60 °C vyšší než teplota likvidu, jinak výsledky měření nejsou věrohodné. V zájmu metalurga je ovšem celá řada dalších bodů na křivce tuhnutí a zde žádné přepočty nelze provést. Komplikace způsobuje další faktor, a to objem vzorku. Větší objem vzorku akumuluje větší objem tepla a formička má teoreticky stále stejný odvod tepla – to znamená, že

Kelímek z anorganické směsi bez exotermického efektu na tuhnoucí vzorek



Ve středu koule je umístěn termočlánek, chráněný skleněnou trubičkou

Odlitek 2 koulí se zalitými termočlánci



Obr. 2. Kelímky AccuVo® pro odlití 2 koulí o průměru 30 mm a hmotnosti 120 g

neshodu, vysoké vývojové náklady a náklady spojené s kontrolou odlitků. Vzhledem k rozšířenosti exotermických obkladů a nástavců náliček již nelze tak intenzivně argumentovat stupněm využití tekutého kovu, ale spotřeba obkladů na náličky a apretační práce jsou závažnými hledisky.

Slévárny, které používají místo termické analýzy spalovací metodu, se rozhodly řídit metalurgii podle vypočtené teploty likvidu a CE. Ovšem při běžném eutektickém chemickém složení sdělí málo informací o skutečném charakteru tuhnutí (viz kapitola Využití termické analýzy AccuVo v provozní praxi – příklady). Slévárny, které používají termickou analýzu, musí počítat s nepřesnostmi, které konvenční metody představují. Jak již bylo uvedeno, nepřesnosti, resp. nesoulad mezi stavem kvality odlitků a výstupy termické analýzy vedly v minulosti k odklonu od termické analýzy. Především intenzivní náličkování ve spojení s počítačovou simulací tuhnutí poukázalo na nevyužitý potenciál metalurgické kvality taveniny.

Od roku 2002 je na trhu patentovaná technologie AccuVo® (zkratka pro Accurate Volume – přesný objem) [1], která si od začátku kladla za cíl snížit nepřesnosti měření teploty v tuhoucím vzorku na možné minimum. Takové minimum, které svou přesností nebude představovat příliš vysoké výrobní náklady a metodě zaručí tržní konkurenceschopnost. Zároveň poskytla slévárně přínosy diferenční termické analýzy.

Chyba měření teploty tuhajícího vzorku

Je snadno pochopitelné, že i když do speciální formičky odlijeme taveninu s teplotou 1420 °C (maximální přípustná teplota pro spolehlivé měření, tzn. vysoce legované litiny již nelze analyzovat), tak bude tuhnutí delší dobu než vzorek o teplotě 1300 °C na licím poli. Vyhodnocovacím softwarem, operací, tzv. normalizací, lze vypočítat křivku tuhnutí

dochází ke změně rychlosti tuhnutí, což má vliv na polohu charakteristických bodů na křivce tuhnutí. S kelímky typu „OpenCup“ není zaručený stále stejný objem vzorku. To je ovšem nesplnění základní podmínky pro reprodukovatelnost měření. Systém AccuVo® je navržen tak, aby tuhnul vždy stejný objem vzorku (obr. 2).

Při termické analýze se využívají termočlánci typu K. Od pájeného spoje termočláncových drátů ze slitiny Ni10%Cr a slitiny Ni2%Al2%Mn1%Si je termoelektrické napětí vedeno soustavou vodičů do převodníku a data lze zaznamenat. Chyba měření začíná v kvalitě vodičů, načítá se v kompenzačním vedení, vzniká na dalším studeném spoji soustavy, totiž na svorkovnici analogově digitálního převodníku. Vlastní převodník vykazuje samozřejmě také chybu měření.

Tab. I ukazuje běžnou chybu a potenciál zpřesnění měření. Pro termočlánek dle normy DIN EN 60584 třídy 1 se musí počítat s chybou ± 4,60 °C při 1150 °C – chyba senzoru na jedno použití se nedá ovlivnit kalibrací. Převodník National Instruments NI9211 má při 1150 °C chybu měření teploty



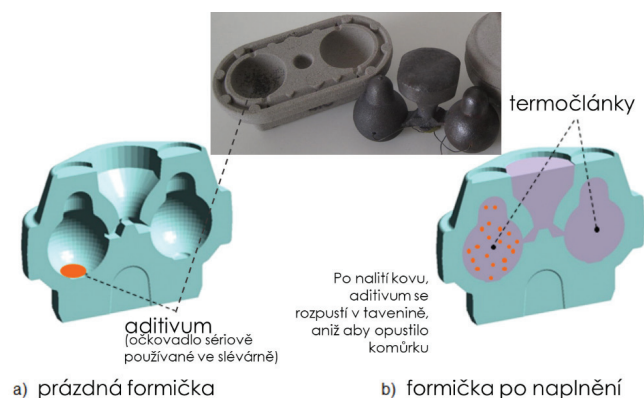
Obr. 3. Řada modifikací stativů pro měření: vlevo 2x AccuVo®, střed 2x OpenCup a jeden AccuVo®, vpravo kombinace (A-D převodník je integrován v těle stativu)

s typem termočlánku $K \approx 2 \text{ } ^\circ\text{C}$. Vliv kompenzačního vedení a převodníku lze řešit kalibrací – i tak zůstává chyba $\pm 6,4 \text{ } ^\circ\text{C}$. Další potenciál zvýšení přesnosti je vyřešení efektu studeného spoje na vstupu do převodníku měřením jeho teploty. Pouze AccuVo® měří teplotu průběžně během snímání křivky tuhnutí a software dané efekty zohledňuje při výpočtech [2]. AccuVo® nemá kompenzační vedení a převodník je chráněn jak tepelnou izolací, tak do určité úrovně proti rušení ze sítě nebo elektromagnetickým polem indukčních pecí (obr. 3). S takto optimalizovanými komponenty, resp. přístupem lze snížit celkovou chybu až na $\pm 0,93 \text{ } ^\circ\text{C}$, příp. $\pm 0,7 \text{ } ^\circ\text{C}$.

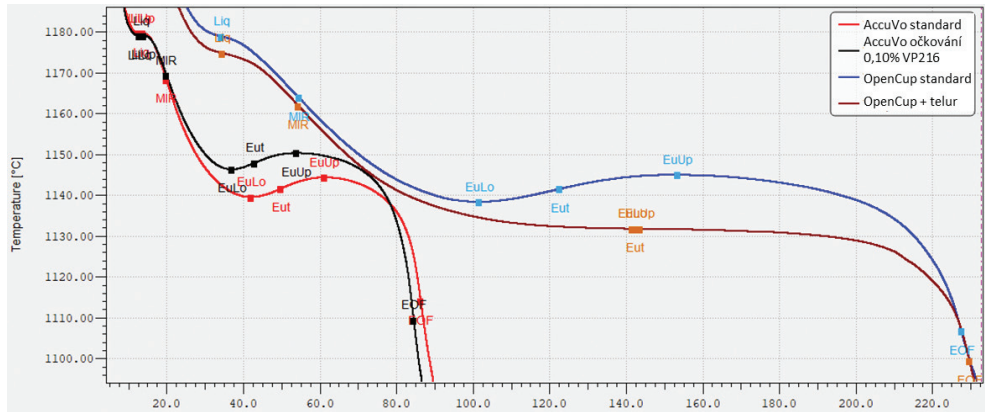
Vedle přesnosti měření ve $^\circ\text{C}$ je dalším zajímavým efektem rychlost měření. Termočlánek má schopnost reagovat na změnu teploty parametrem $^\circ\text{C s}^{-1}$. Kvalitní termočlánky, které používá AccuVo®, reagují s rychlostí $> 800 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$. Vhodné je používat co nejtenčí termočlánky, aby se dala použít i co nejtenčí ochranná skleněná trubička. Pro litinu s kuličkovým grafitem (LKG; evropské značení EN-GJS) využívá AccuVo® dráty průměru 0,50 mm, pro litinu s lupinkovým grafitem (LLG; evropské značení EN-GJL) zůstává konvenční průměr 0,65 mm. Rychlé snímání musí vykazovat i převodník. Konvenční přístroje mají efektivní rychlost snímání 3 Hz (max. 8 Hz); AccuVo® využívá A-D převodník originální vlastní konstrukce společnosti TSK GmbH s rychlostí 40 Hz. Smysluplné je právě spojení rychlého termočlánku s rychlým převodníkem.

Přínosy metody AccuVo® s odlitím dvou vzorků současně, každý tuhnoucí za jiných podmínek

AccuVo® nejenže přináší reprodukovatelné výsledky naměřené s vyšší přesností, ale především tavenina odlévávaná keramickou naběračkou (nutné pro snížení tepelné



Obr. 4. Princip porovnávací analýzy tuhnutí taveniny originální kondice a ovlivněné aditivem – obvykle očkovačem



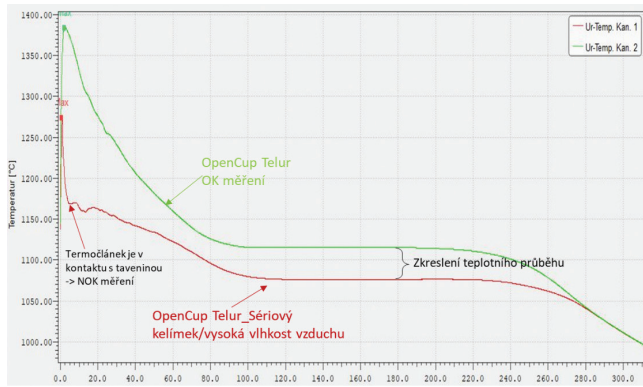
Obr. 5. Křivky tuhnutí běžné taveniny zřetelně podeutektického složení v AccuVo® a otevřeném kelímku (OpenCup)

ztráty a eliminaci kontaminace vzorku) vyplní dutinu kelímku AccuVo® připravenou na odlití jedné a druhé koule (obr. 4). Na stěně dutiny kelímku je připravené očkovačlo vhodné granulometrie v přesném dávkování (obvykle 0,01; 0,04 nebo 0,1 %), které rozplaví tekutý kov po celém objemu dutiny. Tangenciální připojení vtoku dutiny kelímku podporuje homogenní distribuci očkovačla v tavenině, což bylo při zavádění metody ověřeno rozsáhlým testováním. Praxe s ručním dávkováním naváženého očkovačla při systému otevřeného kelímku OpenCup je zcela nevhodná pro svou nepřesnost a nereprodukovatelnost výsledků měření.

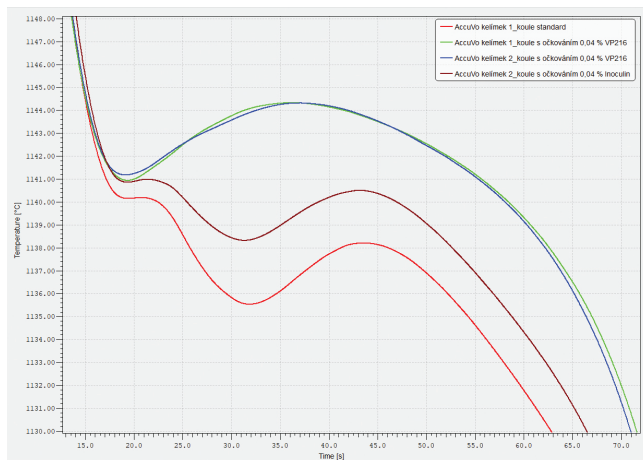
Odlitím jediného vzorku získá metalurg za přibližně 90 s informace, jak tavenina reaguje na očkovačlo. V případě LLG se takový vzorek odlévá přímo v tavně, v případě LKG se vzorek odlévá v tavně a následně i po ukončení modifikace.

Obr. 5 znázorňuje rozdíl doby tuhnutí standardního kelímku a AccuVo®. V reálných podmínkách tavič získá informaci pro nastavení ideálního množství očkovačla, resp. v automatizovaném provozu jde signál do dávkovače očkovačla do proudu kovu nebo do podavače plněného profilu. Velmi často je zcela dostačující množství očkovačla 0,04 %. Často diskutované odeznívání očkovačlo účinku lze přesnou termickou analýzou AccuVo® velmi snadno kvantifikovat. **Obr. 5** přehledně znázorňuje rozdíly průběhů červené a černé křivky v AccuVo® dutině bez jakékoliv úpravy a v dutině s očkovačlem, a jestli má tavenina dostatek volného kyslíku (a síry) pro tvorbu zárodků typů oxidů a sulfidů již před očkováním, a jak se stav změní (zlepší) určitým dávkováním očkovačla. Efekt se kvantifikuje navýšením teploty eutektického tuhnutí, změnou eutektické rekalescence, sklonem křivky mezi $T_{\text{eut min}}$ a $T_{\text{eut max}}$ a průběhem celé eutektické reakce. Typ očkovačla implementovaný do AccuVo® kelímků může být dle přání zákazníka zcela identický se sériovou dodávkou. Velmi snadné je takto testování různých typů očkovačel. Během hodinového provozního testu lze otestovat například 10 typů očkovačel, každé ve dvou variantách dávkování. Zajímavá je kombinace očkovačla se sírou, která přednostně váže zbytečný hořčík po modifikaci, pak lze přesněji posoudit schopnost taveniny reagovat na přídavek očkovačla.

Moderními přístroji lze zjistit i chyby měření z důvodu prasknuté ochranné trubičky na termočlánek či jiné odchylky. To se může stát nalitím taveniny o vyšší teplotě než $1400 \text{ } ^\circ\text{C}$ přímo na skleněnou trubičku, nebo když je kelímek skladován



Obr. 6. Příklad nekorektního měření z důvodu vadného záznamu teploty a vizualizace rozdílu proti OK měření



Obr. 7. Křivky tuhnutí po odlití 2 kelímků AccuVo® z jedné naběračky (po 2 termočláncích na 1 kelímek)

ve vlhkém prostředí. Opět je to důvod pro použití systému AccuVo®, kde z principu plnění dutiny kelímku skrze vtokový systém a tangenciálního vtoku do dutiny koule nejsou termočláncové a jejich ochrana tolik zatížená. Ne vždy totiž dojde k přerušení signálu, jak demonstruje **obr. 6**. Křivka je dál vykreslována, ale s chybou 40 °C. Do databázového systému by takové záznamy vůbec neměly být přijaty.

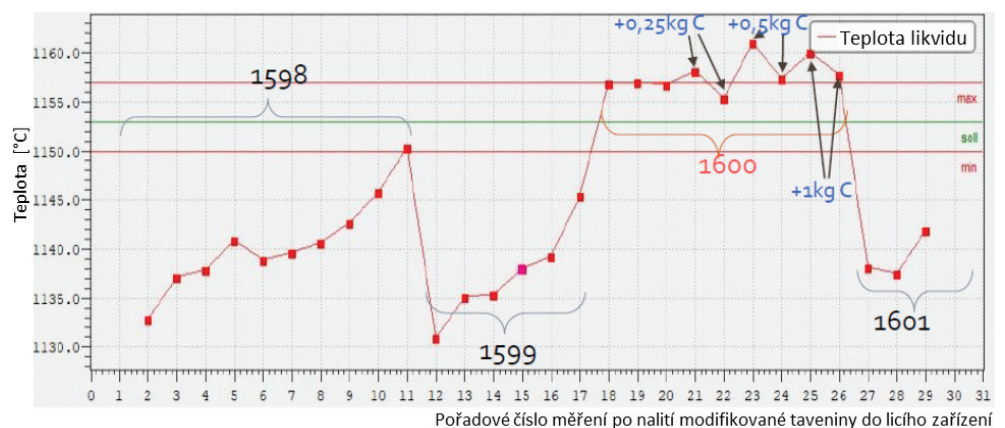
Je vhodné prokázat provozní reprodukovatelnost měření, protože termická analýza s horšími hodnotami reprodukovatelnosti než rozdíly mezi jednotlivými tavbami není věrohodná. Velmi důležité je, jak je AccuVo® spolehlivé pro případ posuzování očkovaní v dutině kelímku, když např. do dvou kelímků po sobě je naběračkou nadávkovaný totožný kov (úplně totožné vlastnosti nemá, protože tavenina chladne) – efekt ukazuje **obr. 7**. Tavenina tuhne eutekticky a zajímá nás, jak dvě různá očkovaďla ovlivní

tuhnutí. Červená křivka charakterizuje stav modifikované a primárně očkované taveniny, tzn. materiálový vstup např. pro automatické licií zařízení. Další tři křivky jsou nasnímané ve vzorcích očkovaných přímo v kelímku AccuVo®; zelená křivka prezentuje účinek Inoculin 90 (na bázi Zr); křivky hnědá a modrá prezentují účinek VP216 (na bázi Al) – obě křivky jsou téměř totožné, přestože šlo o 2 kelímky a 2 dutiny s nadávkovaným očkovaďlem o hmotnosti 48 mg (výrobní přesnost ± 2 mg). Srovnáním lze konstatovat, že očkovaďlo VP216 v tomto případě reagovalo lépe – grafitická krystalizace je spontánní, plynulá.

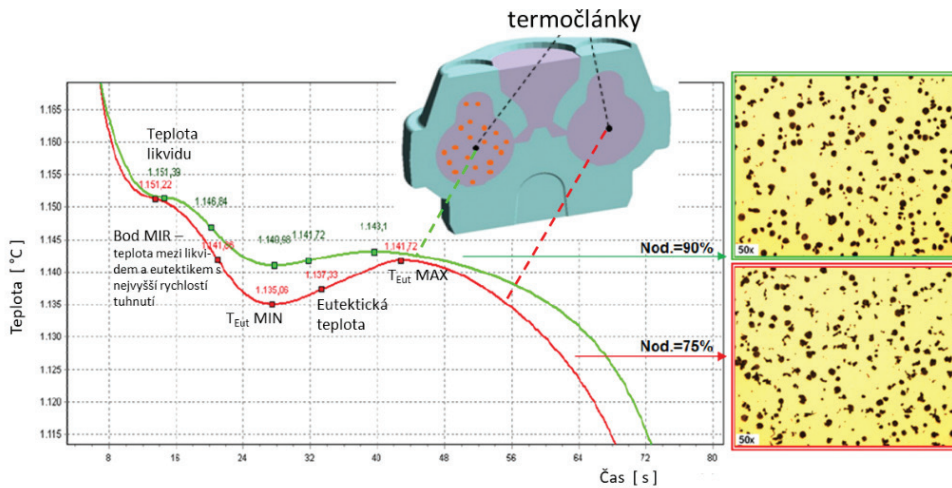
Využití termické analýzy AccuVo® v provozní praxi – příklady

Struktura materiálu a samozřejmě charakter tuhnutí a tím i sklon k tvorbě materiálových vad závisí na třech parametrech: chemickém složení, rychlosti tuhnutí (vliv tloušťky stěny), na stavu taveniny a především na hustotě a velikosti krystalizačních zárodků. Lze tak získat dvě různé mikrostruktury na odlitku, se dvěma tavbami stejného složení, ale s různým stavem taveniny: více či méně dlouhá doba držení v peci nebo pánvi, vyšší teplota přehřátí nebo nižší, více či méně účinné očkování při konstantním dávkování. Pokud zohledníme jako variabilní parametr chemické složení, jsou zde prvky Si, Mn, Cu, Mg, P, ale i Ni, Co, Mo, W, Sn a Sb, které eutektickou teplotu snižují, a naproti tomu Al, Ti, Cr a V, které eutektickou teplotu zvyšují. Komplex těchto vlivů lze ověřit termickou analýzou AccuVo®.

V úvodu praktické části příspěvku věnované výhodám termické analýzy AccuVo® uvádíme, že provozní praxe ve slévárnách spočívá v dávkování modifikátoru až na obsah hořčíku 0,06 %, praktikuje se většinou dvoustupňové očkování, přičemž v prvním stupni se dávkuje 0,1 % a v druhém minimálně 0,2 %. Spotřeba modifikátoru a očkovaďla je nejen ekonomicky náročná, ale vyšší dávkování může způsobovat vady. Hasse [3] v kapitolách věnovaných oxidickým vměstkům doporučuje dávkovat nejnižší nutné množství přísad. Stav tekutého kovu není konstantní a termická analýza AccuVo® umí stav kvantifikovat v celé šíři, počínaje první reakcí taveniny na očkovaďlo ještě před oblastí likvidu až po eutektoidní přeměnu.



Obr. 8. Záznam hodnot charakteristických pro začátek tuhnutí vzorků z liciího zařízení pro 4 po sobě následující tavby



Obr. 9. Využití termické analýzy pro predikci nodularity grafitu, materiál podeutektická LKG

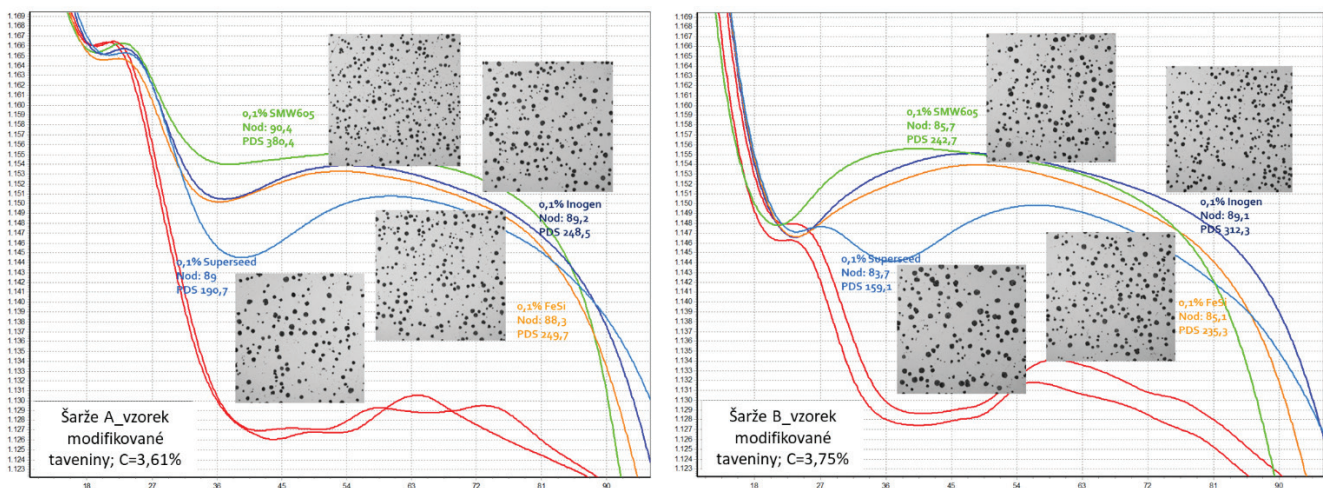
Základem úvah o řízení metalurgie termickou analýzou je stabilita teploty likvidu. **Obr. 8** ukazuje realitu ve slévárně tavící kov ve 12t indukční peci, která řídí termickou analýzou AccuVo® automatické dávkování očkovačů do proudu kovu na licím zařízení. Tavby 1598, 1599 a 1601 tuhnou eutekticky, to znamená, že začátek tuhnutí se pohybuje v pásmu 1131–1151 °C. Z tavby 1598 bylo odebráno 9 pánví k modifikaci a po každém vylití obsahu pánve do licího zařízení byl odebrán vzorek pro termickou analýzu. Test s podeutektickým tuhnutím na zkušební tavbě 1600, který primárně sloužil k realizaci testu technologie výroby odlitků částečně bez náliček, ukazuje možnosti řídit velmi stabilně a trvale teplotu likvidu v rozmezí ± 2 °C. Provozně je vhodné po natažení kovu v peci provést první analýzu v otevřeném kelímku (při eutektickém složení použít kelímek s telurem). Jakmile je hodnota teploty likvidu v nastavených mezích, tak odlít vzorek AccuVo® pro zpřesnění hodnot termické analýzy a nastavení modifikace (ideálně automatický signál na dávkovač plněného profilu). U první pánve z pece provést ještě měření AccuVo® z modifikované taveniny a získat tak data pro řízení očkování (ideálně podavačem nebo automatickým dávkovačem granulátu do proudu kovu). Postup opakovat

v polovině odebraného množství kovu z tavicí pece, resp. podle doby výdrže taveniny na teplotě v tavicí či udržovací peci.

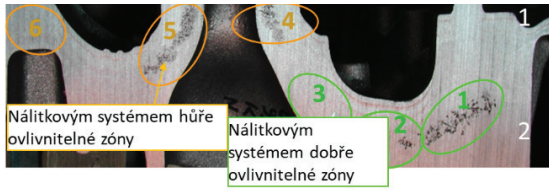
Na **obr. 9** je záznam křivek tuhnutí z obou termočlánků umístěných v dutině kelímku AccuVo® vzorku podeutekticky tuhnoucí taveniny. Na křivce jsou vyznačeny charakteristické body tuhnutí, přičemž naměřené teploty solidu jsou mimo oblast grafu. Z termické analýzy lze predikovat strukturu materiálu – konkrétně na **obr. 9** nodularitu grafitu. K tomu, aby se z termické analýzy

získaly přesné údaje, je potřebné provést korelační analýzy mezi naměřenými hodnotami na reálných metalografických vzorcích definovaných zákazníkem a daty z termické analýzy taveb, kterými se odlitky pro výřez metalografických vzorků odlily.

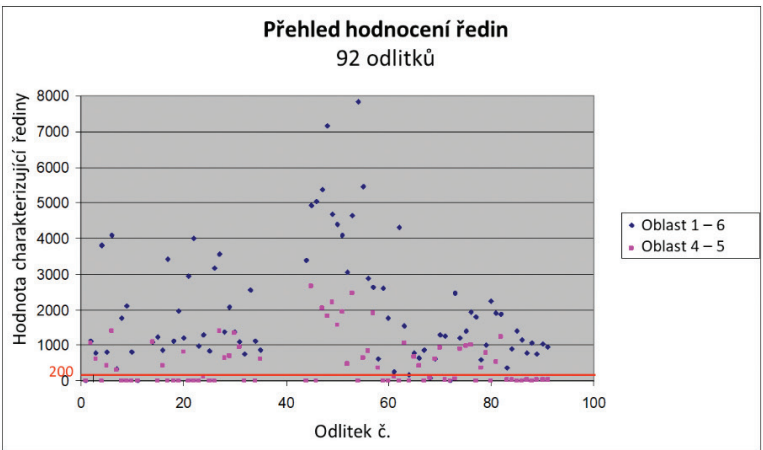
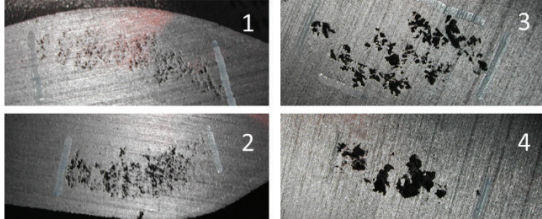
Optimalizace očkování ve vztahu ke struktuře materiálu LKG je znázorněna na **obr. 10**. Na čtyři typy očkovačů (Superseed, Inogen, SMW605 a FeSi) reaguje tavenina různě při podeutektickém a eutektickém tuhnutí (světle modrá křivka v grafu vpravo pro Superseed je pro mírně podeutektický tuhnutí). Tavba B (C 3,75 %) vznikla douhličením tavby A (C 3,61 %). Hodnocena je nodularita a počet kuliček grafitu. Příklad demonstruje, jak důležité je metalografické hodnocení struktury vzorků při optimalizaci technologie. Z příkladu nelze odvozovat žádné univerzální závěry ohledně funkčnosti jednotlivých očkovačů. Celosvětově se prodává přes 300 očkovačů pod vlastním originálním označením, přičemž chemicky by se daly zařadit maximálně do 25 kategorií. Se systémem AccuVo® lze jednoduše posoudit účinek očkovačů mezi sebou, nebo posuzovat stabilitu dodávaných očkovačů.



Obr. 10. Vliv 4 typů očkovačů na strukturu materiálu LKG tuhnoucího podeutekticky (graf vlevo) a eutekticky



Intenzita výskytu vnitřních vad



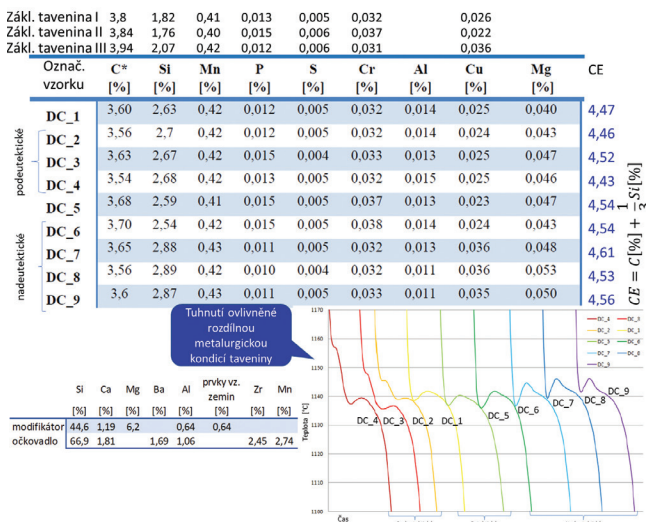
Obr. 11. Využití termické analýzy AccuVo® při vývoji technologie a kontrola při výrobě odlitků bez nálitků

Na obr. 11 je řez odlitkem z LKG s oblastmi rozdílně náchylnými na vznik ředin. Výrobce zjišťoval, zda lze vyrábět odlitek **bez nálitků**. Graf ukazuje objem vnitřních materiálových vad na 92 po sobě vyrobených odlitcích, přičemž se hodnotila celková plocha vad (modré body) a zvláště byly hodnoceny oblasti 4–5. Přípustný limit plochy vad byl 200. Pro korelační analýzy byla rovněž posuzována kvalita odlitků vyrobených s nálitkem. Z grafu je vidět, že odlitky lze odlít bez nálitku, aniž by vznikly vnitřní vady v oblastech 4 a 5, ale jen 3 % odlitků bez nálitků vyhovělo limitu pro velikost vad v oblastech 1 až 6. Korelační analýzy prokázaly největší vliv teploty likvidu již očkované taveniny na vznik vad v oblastech 4–5, ale i celkově 1–6. Dokonce váha parametru teplota likvidu byla vyšší než použitý nálitku. Ale pro oblasti 1–3 byly identifikovány odlišné metalurgické důvody vzniku staženin – korelační analýza zjistila vliv oblasti tuhnutí eutektika. Dále byl určen matematický vztah pro výpočet meze pevnosti materiálu R_m z hodnot termické analýzy ($R^2 = 0,74$). Hlavním úkolem je výroba odlitků s minimálním objemem materiálových vad a pro tento účel se volí typ tuhnutí. Jak dalece se lze spolehnout na chemické složení tavby? Má očkování vliv na typ tuhnutí? Tyto otázky jsou

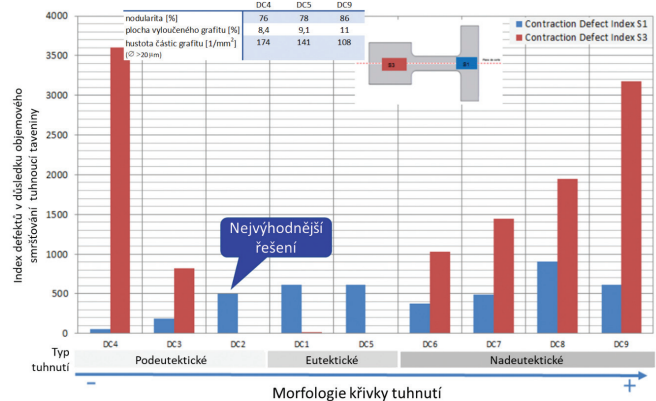
řešeny v příspěvku [4]. Celkem 9 taveb z materiálu LKG (EN-GJS-400-15) bylo testováno na sklon k tvorbě ředin a staženin. Experiment probíhal tak, že základní kov tří složení natavený ve středofrekvenční indukční peci byl následně při teplotě cca 1440 °C metodou sandwich modifikován v tunové pánvi a očkován konstantním množstvím na hmotnostní jednotku taveniny (v případě očkovačla přibližně 0,04 %). Tavby DC1 až DC4 vznikly zpracováním kovu I, tavby DC5 a DC6 kovu II a tavby DC7 až DC9 kovu III. Chemické složení taveb a naměřené křivky termické analýzy jsou uvedeny na obr. 12; uhlík byl rovněž změřen optickým emisním spektrometrem. Chyba spektrometru vůči spalovací metodě může dosáhnout 0,1 hmot. %.

Je evidentní, že chemické složení samo o sobě neurčuje typ tuhnutí, např. tavby DC5 a DC6 vznikly zpracováním „shodné“ taveniny z jedné tavicí pece, mají stejný uhlíkový ekvivalent, byly „shodně“ zpracovány a jedna tavba tuhne eutekticky a druhá nadeutekticky. Bližším studiem se dá zjistit, že tavba DC6 byla očkovaná množstvím 0,055 %, kdežto tavba DC5 množstvím 0,035 %. I takto malé rozdíly v dávkování mohou být významné, ale především jsou důvody rozdílů ve stavu taveniny. S AccuVo® má slévárna možnost vyrábět taveninu stabilních vlastností.

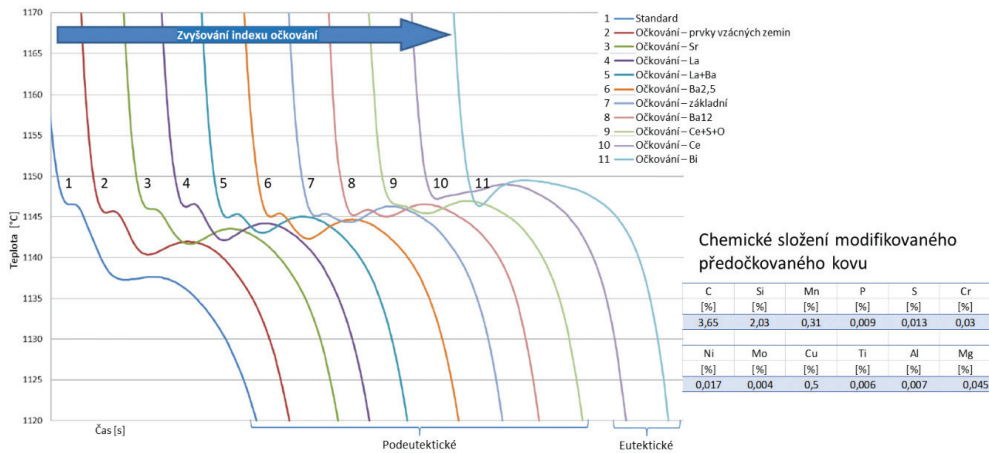
Cílem experimentu bylo především ověření vlivu typu tuhnutí taveniny na vznik slévárenských vad. Vnitřní vady jsou rozdělené na 2 typy – tepelný uzel tvořený křížením stěn



Obr. 12. Charakteristika 9 zkušebních taveb pro posouzení sklonu k tvorbě staženin a ředin



Obr. 13. Dva typy vnitřních vad a nalezení nejvýhodnějšího typu tuhnutí



Obr. 14. Vliv 10 typů očkovačů na typ tuhnutí litiny EN-GJS-500-7

(S1 – modré sloupce) – a tepelný uzel v místě koncentrace masivní hmoty (S3 – červené sloupce), obr. 13. Staženiny se samozřejmě vyskytly jen v oblasti S3 a jen u taveb DC4, DC7, DC8 a DC9, otevřené staženiny se vyskytly jen v případě tavy DC4. Oblast S3 měla řediny ještě u taveb DC6, DC3 a zanedbatelně u DC1. Potvrzuje se, že na výskyt vnitřních vad v odlitku je výhodná oblast eutektického tuhnutí. Jenže experiment prokázal, že k výrobě „nejzdravějších“ odlitků je nejvhodnější mírně podeutektické tuhnutí. To souhlasí se závěry z obr. 10, kde se dosahuje právě při podeutektickém složení při vhodném očkování jemně vyloučený grafit s vysokou nodularitou.

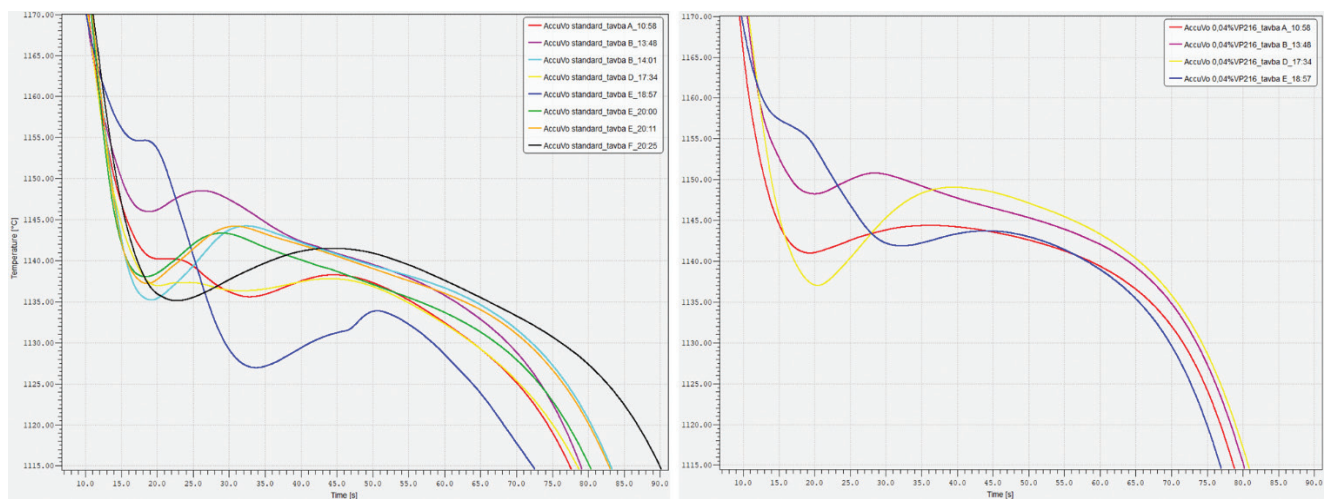
Zajímavý je efekt různých očkovačů při konstantní tavenině chemického složení uvedeného rovněž v obr. 14. Křivky v obrázku a popis jsou řazeny shodně. Základní očkovač obsahuje 68–73 % Si, 3,2–4,5 % Al a 0,3–1,5 % Ca. Měření probíhalo tak, že z pánve s modifikovaným a předočkováním kovem byly postupně keramickou lžící odebrány vzorky taveniny a v kelímku AccuVo® bylo vždy příslušné očkovačové množství 0,04 %. Termická analýza identifikuje základní tuhnutí, ale i tuhnutí s dalšími 8 očkovači jako podeutektické. Pouze poslední 2 očkovače mají průběh eutektického tuhnutí. Křivka „standard“ leží teplotně proto tak nízko,

protože hořčík „tlačí“ teplotu tuhnutí dolů. Očkování opět vrací teplotu nahoru. Mohou vzniknout diskuze především ve vztahu k teplotě tuhnutí a chemickému složení kovu, co je již eutektické tuhnutí a co ještě je podeutektické tuhnutí. Obr. 14 [4] striktně oddělené tuhnutí austenitu a grafitu pro všechny křivky 1 až 9 označuje jako podeutektické tuhnutí. V literatuře [5] se uvádí pro křivky typu 10 nebo 11 pojem jedno-
stupňové eutektické tuhnutí, kdy z eutektické minimální

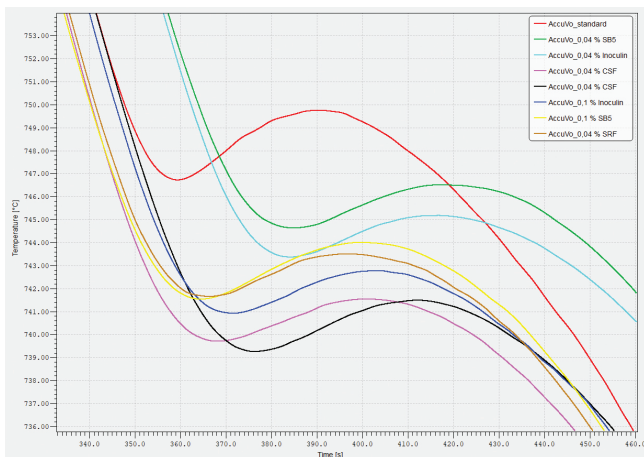
teploty min jen roste, a pro křivky typu 5 až 9 dvoustupňové blízké eutektické tuhnutí, kdy rekalescence likvidu je menší nebo větší než rekalescence eutektická. V grafu je rovněž prezentován index očkování, který stoupá z hodnoty 3,6 na 7,2, tzn. určité očkování je schopné jej zdvojnásobit. Index se počítá podle vzorce:

$$\text{index očkování} = \frac{\text{hustota částic}}{100} + 0,51 \cdot \text{velikost částic}$$

Měření reálné provozní kvality přesnou termickou analýzou odhaluje nestabilní projevy tuhnutí taveniny svým chemickým složením nastavené na eutektické tuhnutí (obr. 15). Takový rozptyl se při podeutektickém nastavení neobjevuje. V určitém časovém úseku byla 8x analyzována kvalita tekutého kovu v automatickém licím zařízení ještě před realizací sekundárního očkování do proudu kovu a zjištěno 5 charakterů tuhnutí zařaditelných do podeutektického, eutektického a nadeutektického typu tuhnutí. Zároveň ve 4 případech bylo systémem AccuVo® použito identické dávkování 0,04 % očkovačů VP216 na bázi hliníku a rozptyl charakterů tuhnutí se jen potvrdil (modrá křivka podeutektické tuhnutí; fialová křivka nadeutektické tuhnutí). Pokud měla být dodržena určitá stabilita procesů, tak nebylo naplněno zadání.



Obr. 15. Provozní průběh sériové kvality tekutého kovu na 5 tavných při nastavené jedné receptuře a vliv očkování na vybrané 4 vzorky



Obr. 16. Posouzení vlivu očkovačů a rozdílného dávkování na eutektoidní přeměnu materiálu LLG

Argumentace, že systém OpenCup s telurem tavby kovu s chemickým složením nastaveným na eutektické tuhnutí vyhodnocuje procesně stabilně, neobstojí. Kelímky s telurem jsou ještě náchylnější na konstantní objem taveniny a odlitek jako metastabilní systém ve formě netuhne. Měření termickou analýzou je vždy nutné potvrdit vyhodnocením struktury materiálu z metalografického výbrusu a změřením mechanických vlastností na normovaných vzorcích.

Systém AccuVo® je schopen registrovat rozdílné efekty očkovačů vůči základnímu kovu při eutektoidní přeměně. Na příkladu litiny s lupínkovým grafitem s obsahem uhlíku 3,4 % a křemíku 2,6 % lze identifikovat stav před očkováním (červená křivka) a 2 odlišných reakcí očkovačů SB5 a Inoculim při dávkování 0,04 % proti všem ostatním variantám (**obr. 16**). Hodnotí se standardně rekaescence a teploty; z toho lze určit množství perlitu a predikovat mechanické vlastnosti. Růžová a černá křivka demonstrují reprodukovatelnost měření, která je i po téměř 400 s tuhnutí a chladnutí přesvědčivá. Z korelačních analýz lze vytvořit matematický aparát pro predikci mechanických vlastností a charakteristiku matrice struktury.

Závěr

V příspěvku jsou uvedeny výsledky dosažené při kontrole vlastností taveniny systémem termické analýzy AccuVo®. Tento systém ověřuje skutečný stav nataveného kovu a umožňuje řídit teplotu likvidu v rozsahu ± 2 °C. Systém

velmi precizně a v krátkém čase do 90 s, v případě tuhnutí až po eutektoidní přeměnu do 500 s, ověřuje skutečný stav modifikovaného kovu a současně sděluje chování shodné taveniny, která je očkována určitým množstvím očkovačů. Zjistilo se, že v provozní praxi slévárny množství očkovačů značně překračují, běžně stačí množství 0,04 %. Použití optimálního množství vhodného očkovačů má vliv na kvalitu vyráběných odlitků, u litinových odlitků lze snížit zmetkovitost v oblasti ředin a povrchových vad. V příspěvku se upozorňuje na skutečnost, že očkovač může zásadně změnit charakter tuhnutí kovu a tím i strukturní charakteristiku materiálu.

Představená termická analýza pomáhá maximálně vytěžit potenciál tekutého kovu jak při vývoji technologie nových odlitků, tak v zavedené sériové výrobě. Nakupované suroviny se takto využijí s maximální hospodárností a na odchylky v procesu tavení ve spojení s chemickým složením taveniny ideálně reaguje řízení modifikace a očkování. Potenciál termické analýzy jakožto unikátního „otisku prstu“ metalurgického stavu taveniny se dá využít jen propojením se všemi potřebnými dalšími informacemi, ideálně v databázovém prostředí, a vzniká tak účinný nástroj řízení kvality výroby.

Literatura

- [1] Giessereitechnik Kuehn. Thermoanalyse-sensor AccuVo-Cup®. Dostupné z: <https://tsk-web.eu/de/produkte/sensoren/artikel-thermoanalyse.html>
- [2] Apromace TA. Thermal analysis in the foundry. Dostupné z: <http://ta.apromace.de/en/thermal-analysis-in-the-foundry/>
- [3] HASSE, S.: *Guss- und Gefügefehler – Erkennung, Deutung und Vermeidung von Guss- und Gefügefehlern bei der Erzeugung von gegossenen Komponenten*. 2. vydání. Berlin, Schiele & Schön, 2003, 356 s.
- [4] ANJOS, V. E. A.: Use of Thermal Analysis to Control the Solidification Morphology of Nodular Cast Irons and Reduce Feeding Needs. Dizertace, Universität Duisburg-Essen, 2015, 187 s.
- [5] ETTINGER, C. J.; W. BAUMGART: *Thermal Analysis, an Unique Fingerprint of a Melt*. 14 s.

Recenze | Peer-review

doc. Ing. Antonín Mores, CSc.