



8. HOLEČKOVA KONFERENCE
20.3.2019

Rozvoj termické analýzy slévárenských slitin hliníku

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

OBSAH

- Historie
- Měření teploty – chyba měření
- Řešení AccuVo®
- Příklady vyhodnocování
- Závěr

MOTIVACE

Termická analýza se provozně používá pro určení stupně očkování a stupně modifikace. TA neřídí metalurgii Al-slitin, obvykle. To je dáno i schopnostmi konvenčních provozních přístrojů.

Odpovězte si, když máte TA zavedenou:

Kolikrát Vám v sérii **nevychází** výsledky TA?

Fyzikální veličina - TEPLOTA

130př. Kr. Hérón Alexandrijský – termoskop -
zařízení pracující na roztažnosti vzduchu

1596 Galilei, termoskop viz. obr.

1714 Daniel Fahrenheit

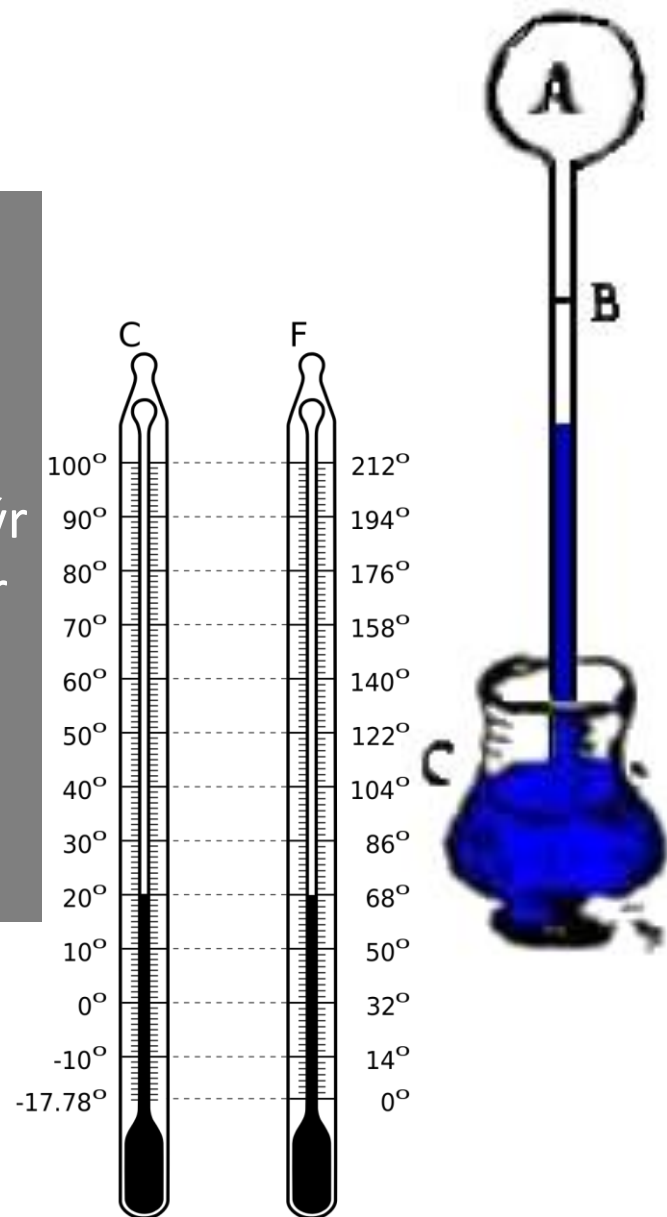
Polsko-německo-holandský fyzik, pionýr
exaktní termometrie; rtuťový teploměr

1742 Anders Celsius

Švédský astronom, nula=bod tání vody

1848 William Thomson Kelvin

Prof. teoretické fyziky v Glasgow



TEPLOTA – způsoby měření

Termická analýza

dotykový	bezdotykový
Bimetalový teploměr Tekutinový teploměr skl. kapilára Plynový teploměr Odporový teploměr (PT100) Termočlánky (K, J, S, R, B)	Optický způsob měření Pyrometr

Termoelektrický jev (Seebeckův jev) je schopnost daného materiálu generace elektrického napětí za přítomnosti teplotního gradientu.

Termočlánek je zdroj elektr. proudu, používaný především jako čidlo teploty.

Termická analýza

„Je skupina metod, kdy se měří fyzikální a chemické vlastnosti látky příp. reakční směsi jako funkce teploty nebo času, přičemž se látka podrobujeme řízenému teplotnímu programu.“

Měřicí řetězec při termické analýze

Odběr vzorku

Termočlánek + kelímek na vzorek

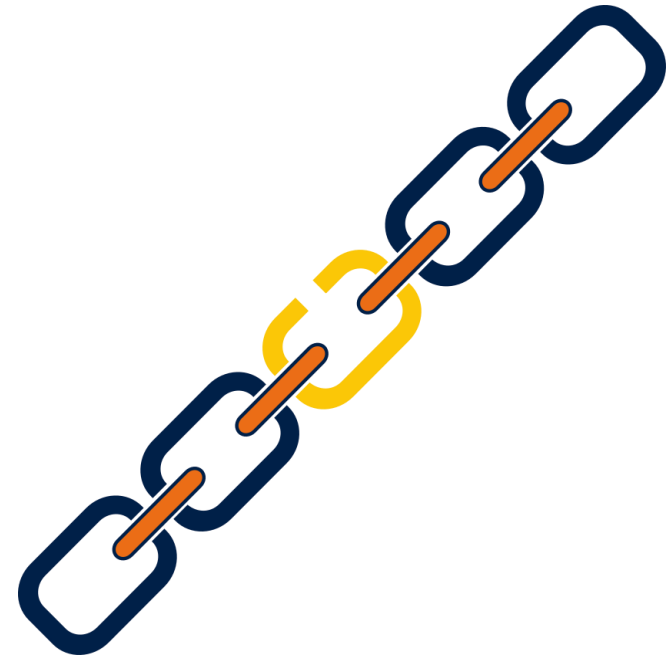
Měřící vedení

Kompenzace studeného spoje

Analogově-digitální převodník

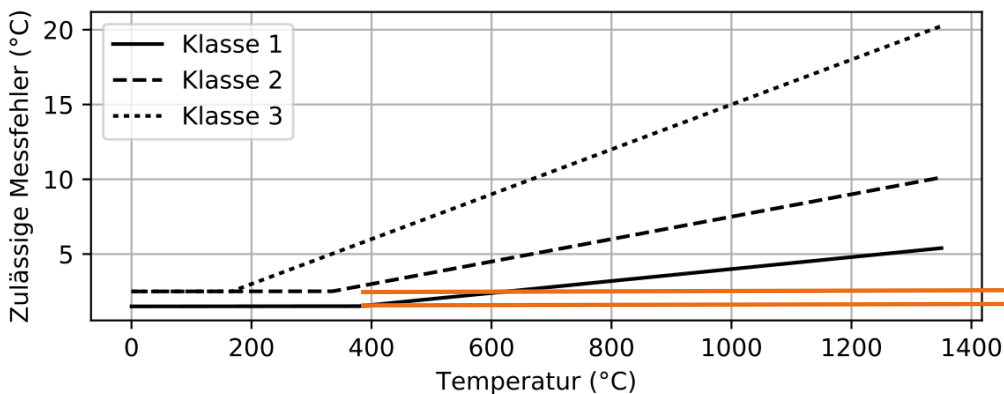
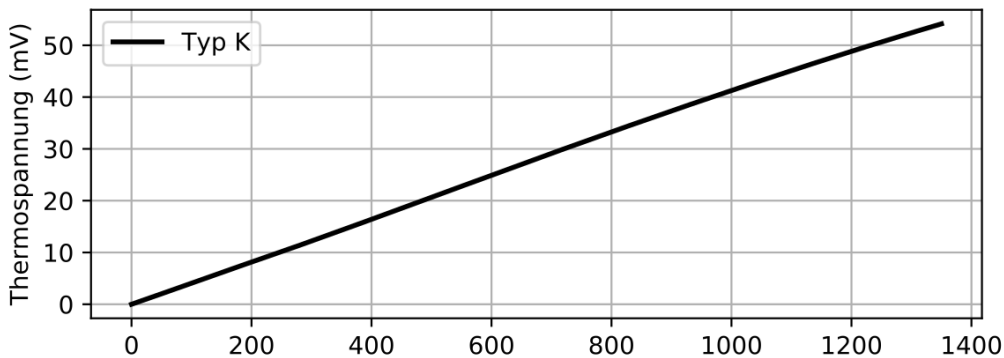
Řídící-/vyhodnocovací software

Jednotlivé chyby musí být minimální!!!



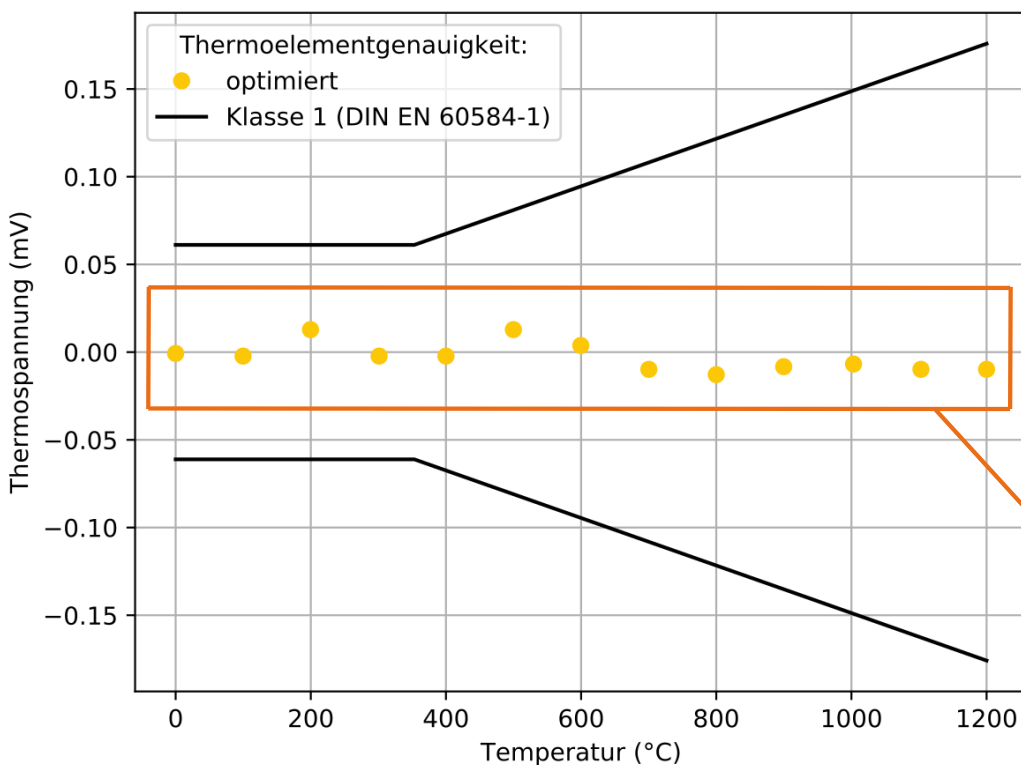
Termočlánek - chyba termočláňku dle DIN EN 60584-1

Typ termočláňku	Třída 1	Třída 2
Typ K	1,5°C nebo $0,004 * t $	2,5°C nebo $0,0075 * t $
Rozsah použití	-40°C do 1000°C	-40°C do 1200°C



2,5°C
1,5°C

Termočlánek - optimalizovaná přesnost termočláнку



Chybu vznikající použitím jednoduchých senzorů (mimo kalibraci) lze minimalizovat použitím precizních termočláneků (typu K).

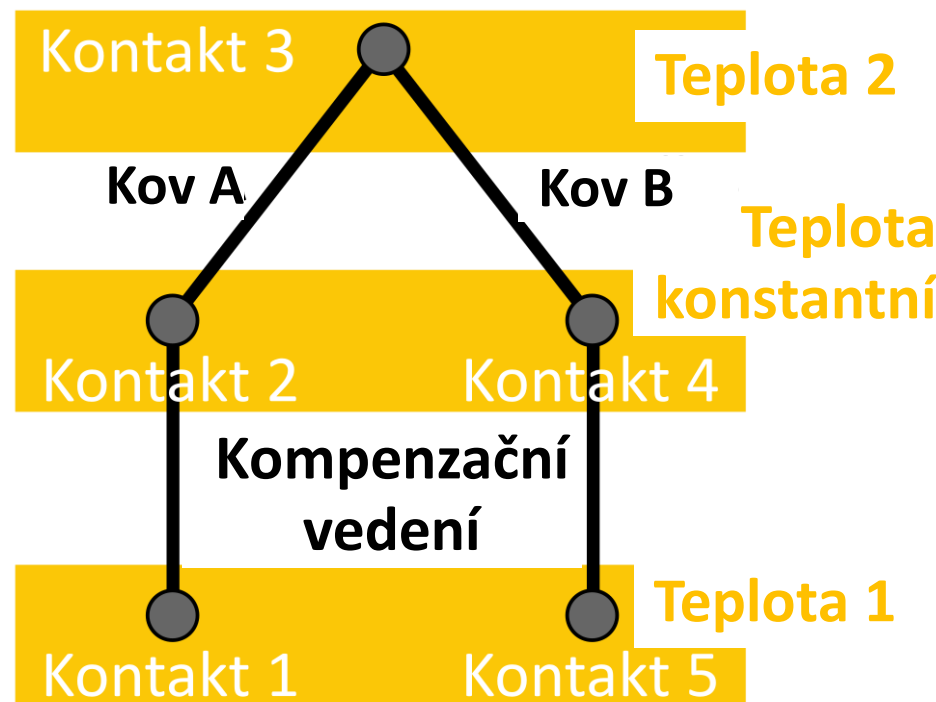
Vyšší přesnost se dá v takovém případě garantovat v i vně DIN-normované oblasti.

Standardní odchylka 0,008 mV

Měřicí vedení

Přesnost při využití kompenzačního vedení (DIN EN 60584-3)

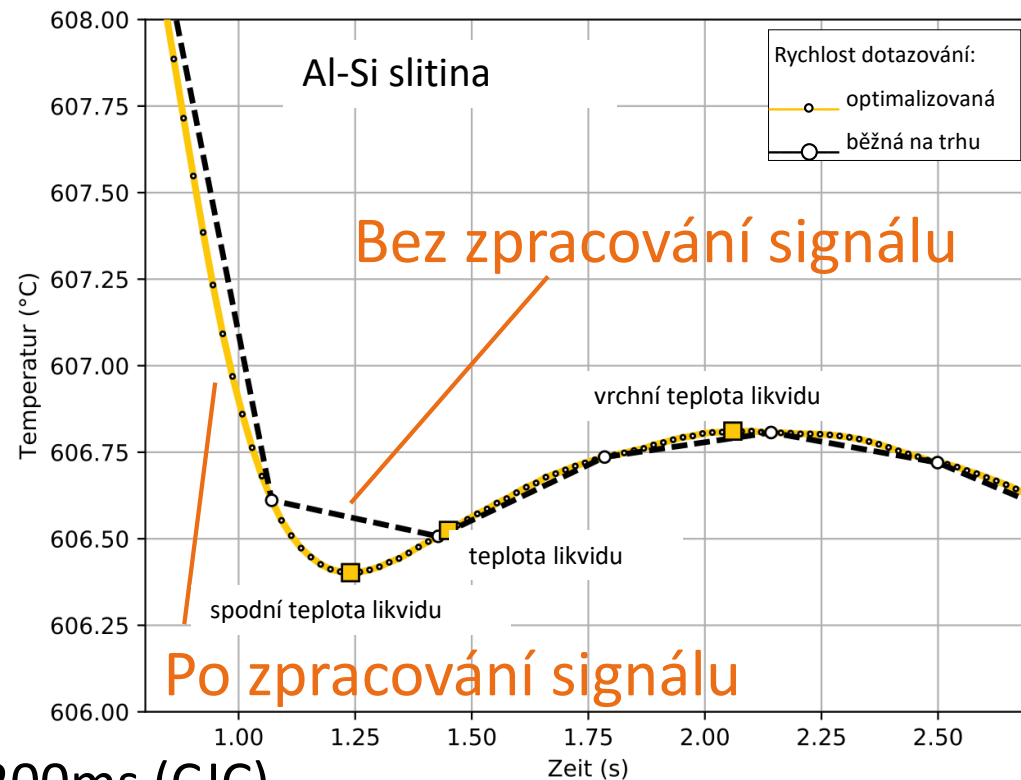
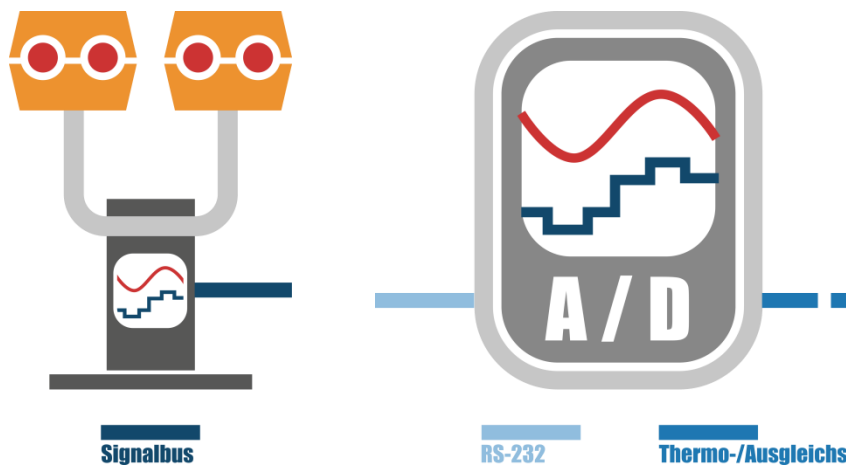
Typ vyrovnávacího vedení	KX
Třída přesnosti 1	$\pm 1,5^{\circ}\text{C}$
Třída přesnosti 2	$\pm 2,5^{\circ}\text{C}$
Teplotní oblast použití	-25°C do 200°C
Teplota měřicího místa	700°C



- Kontakty 2 a 4 nutně na stejné teplotě jinak hrozí dodatečné chyby
- Na kontaktech 1 a 5 kontinuálně měřit teplotu studeného spoje

Analogově/digitální převodník

(maximalní) rychlost dotazování vs. frekvence převodníku:



optimalizovaný
40Hz vs. 40Hz
→ vždy T+CJC

běžný na trhu

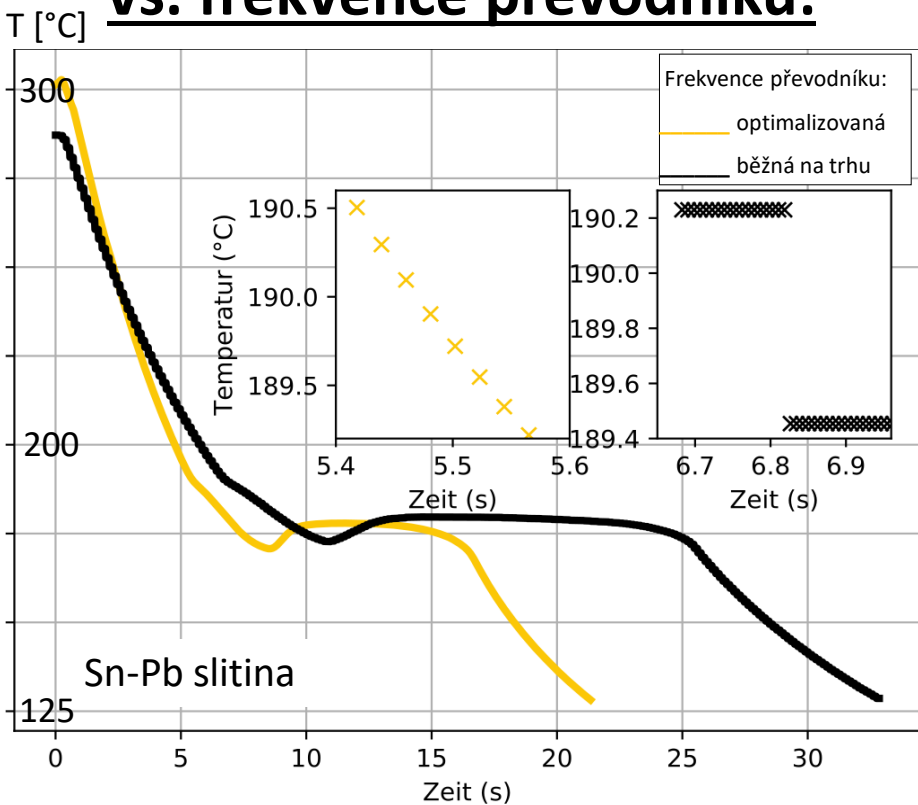
8Hz_125ms (T) + 200ms (CJC)

Pozor: 8Hz vyjma dotazování teploty studeného spoje (200ms)

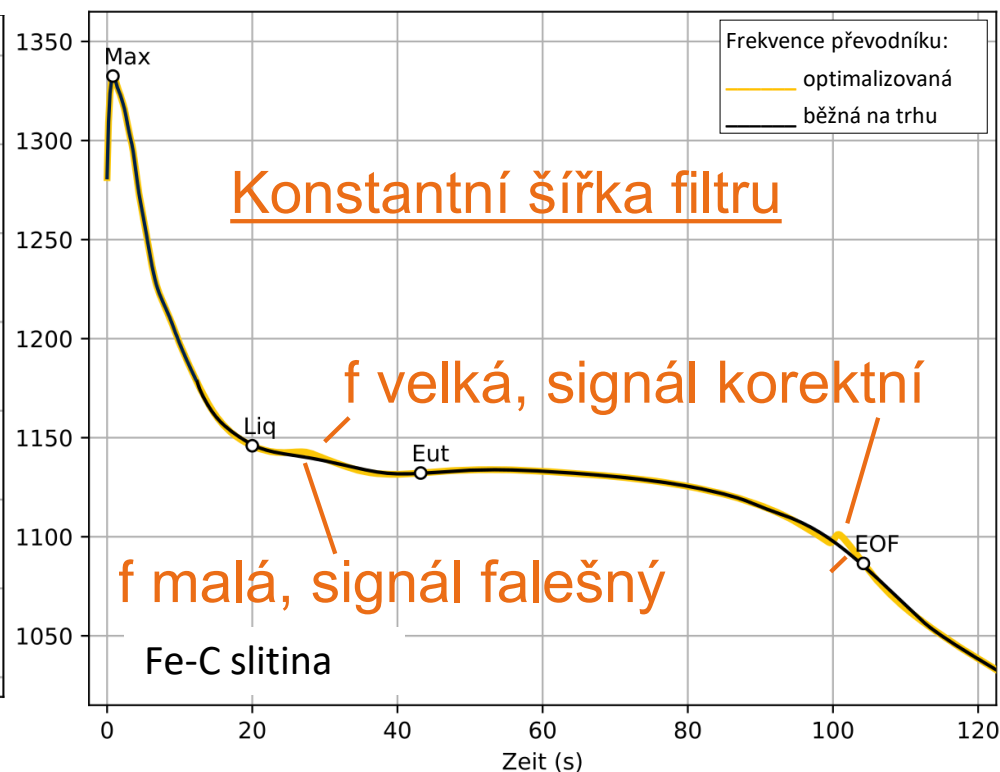
→ efektivní: ≈3Hz (325ms)

Analogově/digitální převodník

Rychlost dotazování vs. frekvence převodníku:

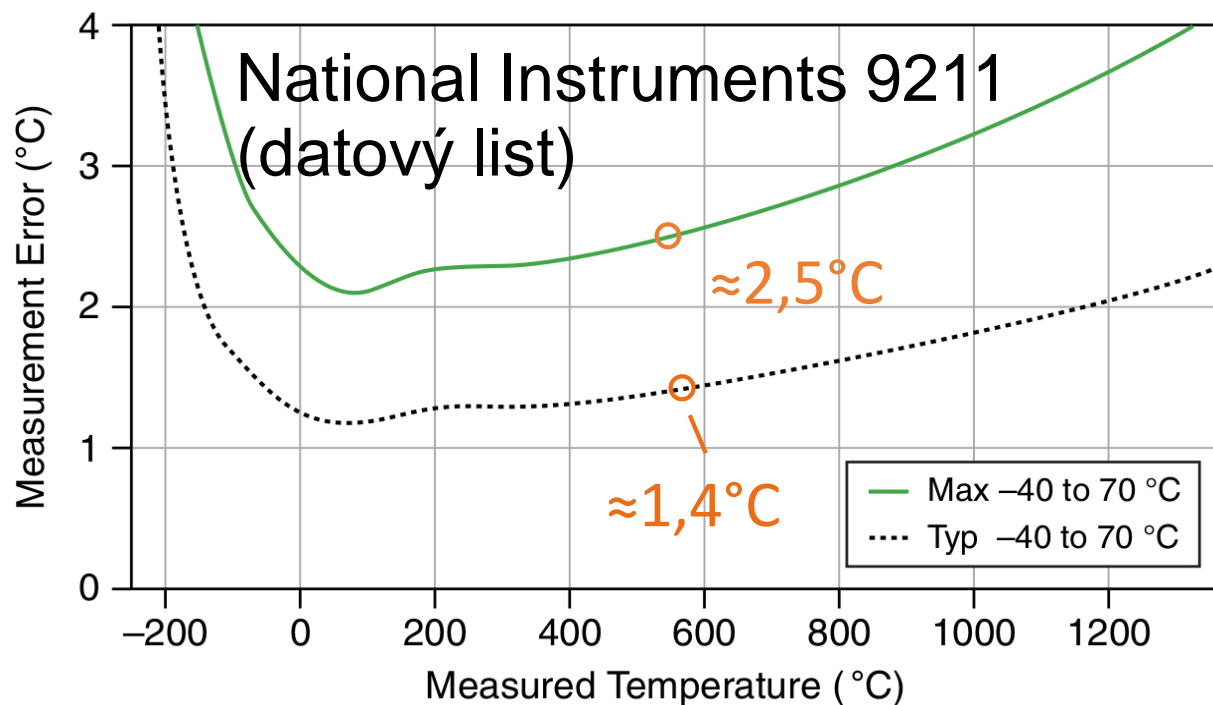


Filtrace vs. frekvence převodníku:

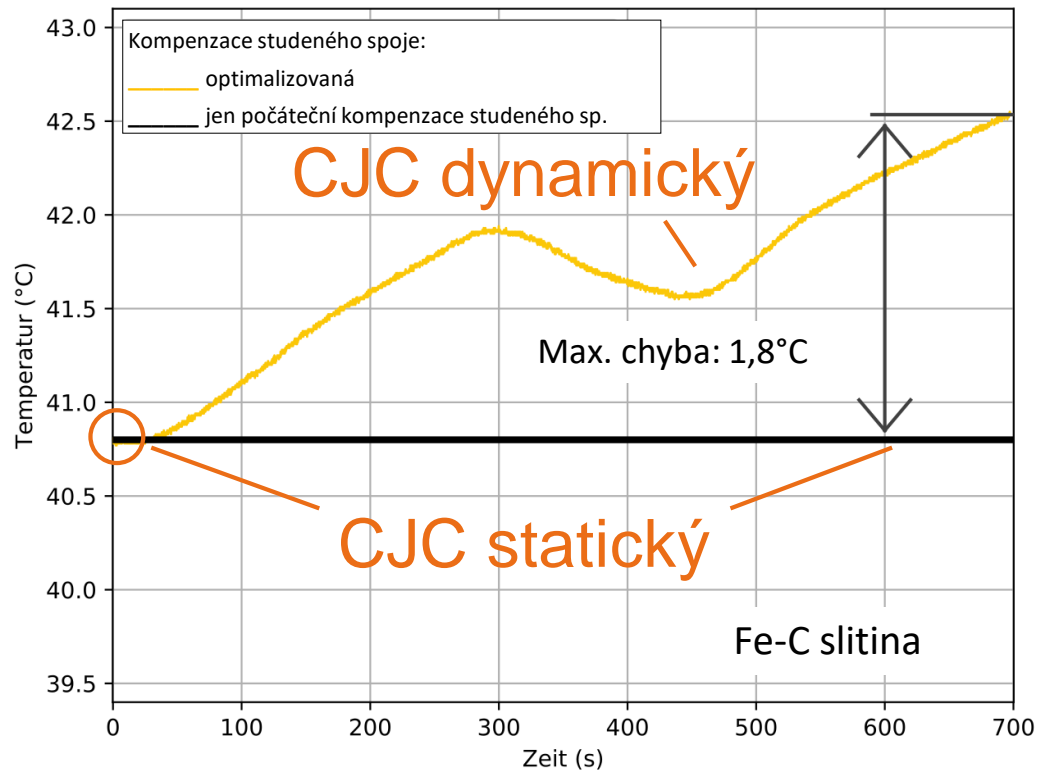


Analogově/digitální převodník - chyba vlastního převodníku

Obr.: Termočlánek typu K chyby



Analogově/digitální převodník - Kompenzace studeného spoje



optimalizovaný
40Hz vs. 40Hz
→ vždy T+CJC

běžný na trhu
Žádné CJC-dotazování
Statické dotazování

Měřicí řetězec – potenciální chyby

<i>KONVENČNÍ ŘEŠENÍ</i>		<i>OPTIMALIZOVANÉ ŘEŠENÍ</i>	
Článek řetězce	Chyba měření	Chyba měření	Způsob řešení
Termočlánek	$\pm 1,3 \text{ }^\circ\text{C}$	$\pm 0,50 \text{ }^\circ\text{C}$	Termočlánek
Kompenzační vedení	$\pm 1,5 \text{ }^\circ\text{C}$	$\pm 0,05 \text{ }^\circ\text{C}$	Vedení signálu (krátké)
Komp. studený spoj	$\pm 1,8 \text{ }^\circ\text{C}$	$\pm 0,18 \text{ }^\circ\text{C}$	Pt-100
A/D-převodník	$\pm 1,3 \text{ }^\circ\text{C}$	$\pm 0,20 \text{ }^\circ\text{C}$	Kalibrační přístroj
Suma	$\pm 5,90 \text{ }^\circ\text{C}$	$\pm 0,93 \text{ }^\circ\text{C}$	Suma

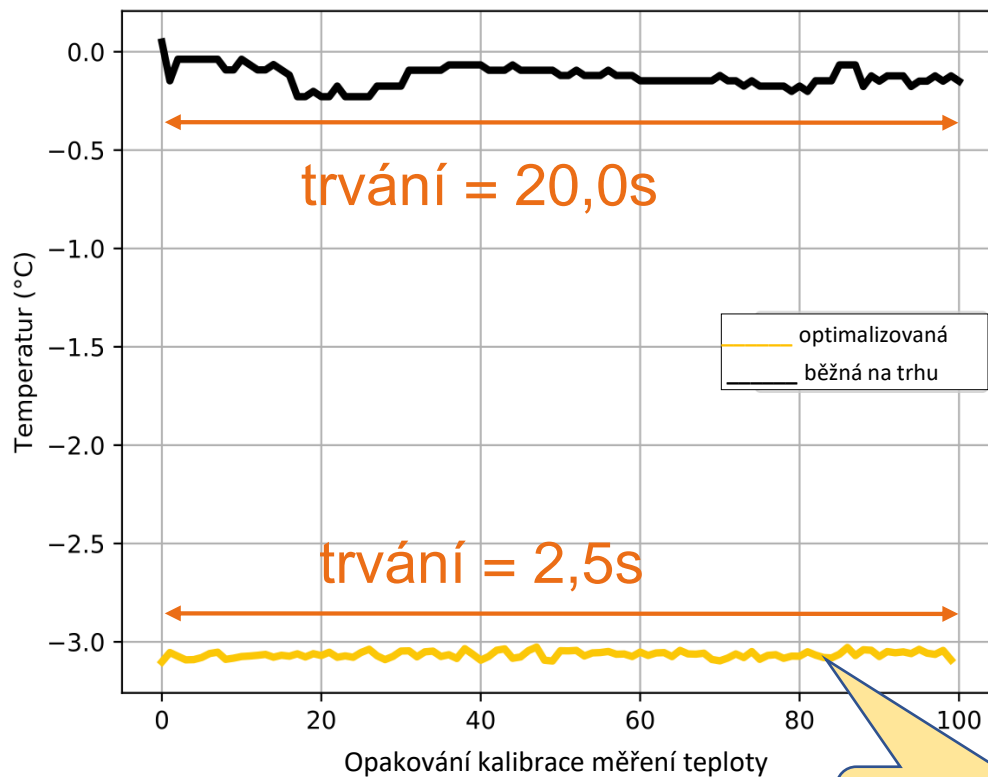
Lze částečně řešit kalibrací měřicího systému.

V souhrnu zůstává přesto **chyba 3,1°C!**

Odhad chyby měření při teplotě 600°C.

Měřicí systém s optimalizovanými komponenty nabízí možnost snížit **celkovou chybu pod 1°C.**

Kalibrace



Střední hodnota	Chyba
-0,126°C	0,053°C
-3,065°C	0,017°C

Perfektní stabilita 100 naměřených hodnot

Z porovnání:

Odkaz na rozdílnou kvalitu A/D-převodníků

Odkaz nanesmírný vliv odclonění A/D-převodníku, jakož i vodičů signálu

Originální řešení AccuVo®

Formička z anorganické směsi obsahuje dutinu pro 2 vzorky osazené termočlánky. V případě



2 příklady možností nastavení rozdílného tuhnutí vzorků:

- menší a větší koule
- rozdílné moduly



Originální řešení AccuVo® - 10 oblastí inovací

Stupeň naplnění
reprodukovatelný

Jednotný vtok pro
2 komůrky

Anorganické
pojivo



Komůrka A

Průměr drátu
0,5 mm

Komůrka B

Metalurgická přísada

Očkovadlo

Modifikátor

Kvalita drátu

Chyba $\pm 0,50$ °C

>800 °C/s

Termočlánkový
spoj/čelní spojení
drátů v délce
0,5mm

Průměr
trubičky
1,6 mm

Tangenciální
zavtokování komůrky

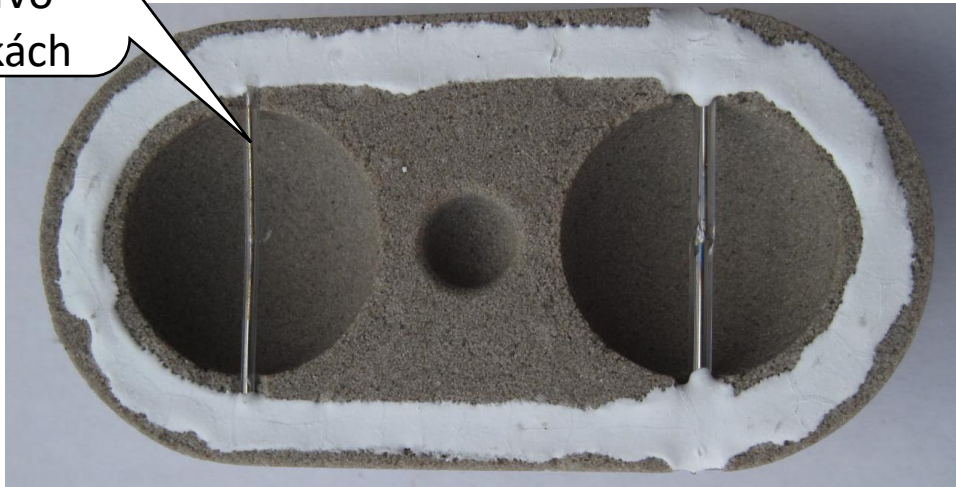


Koule \varnothing
30 mm

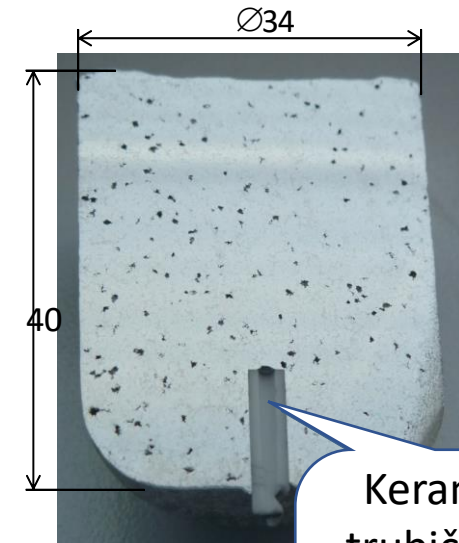
Měření teploty ovlivňuje termočlánek

Použití obou typů termočláneků v jedné formičce naráz vytváří ideální srovnávací prostředí – jedna tavenina, stejný objem tuhnoucího vzorku

Tenký termočlánek v AccuVo formičkách



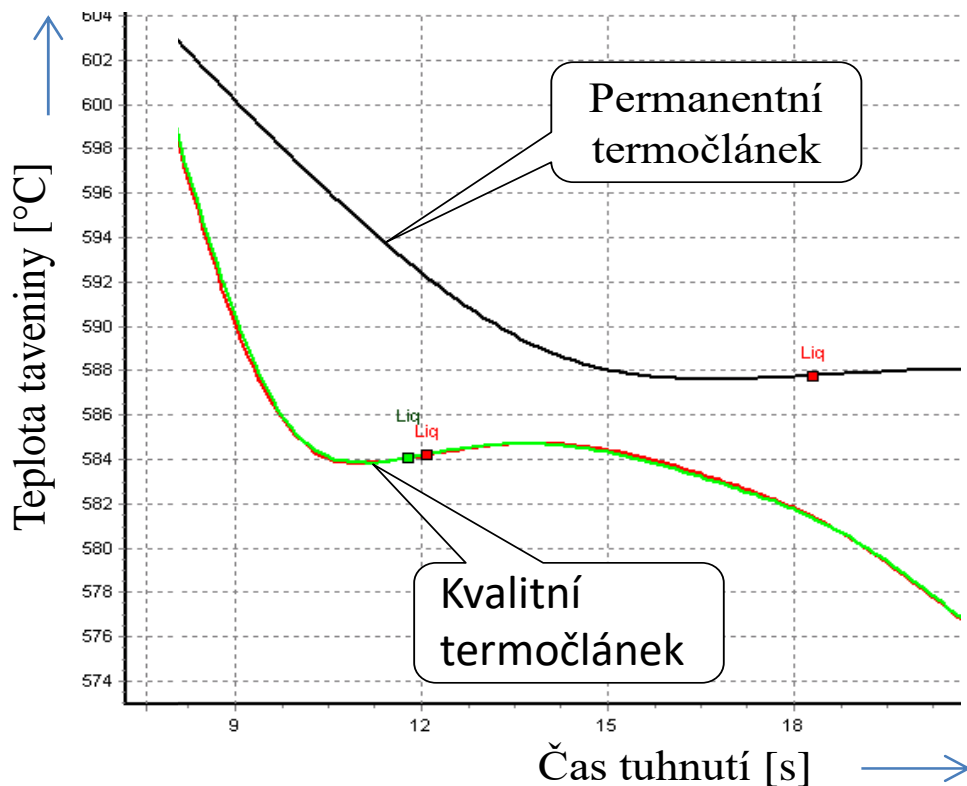
Konvenční řešení



Keramická trubička pro ochranu stabilního termočláneků snímajícího křivku tuhnutí slitiny

	komůrka 1	komůrka 2
Ø ochr. trubička:	sklo 1.6mm	sklo 2.5 mm
Ø drát termočl.:	0.5mm	0.64 mm
citlivost	>800 °C/sec	400-500 °C/sec
komůrka	koule 30mm	koule 30mm

Přesnost měření s přesným tenkým nebo konvenčním permanentním silným termočlánkem

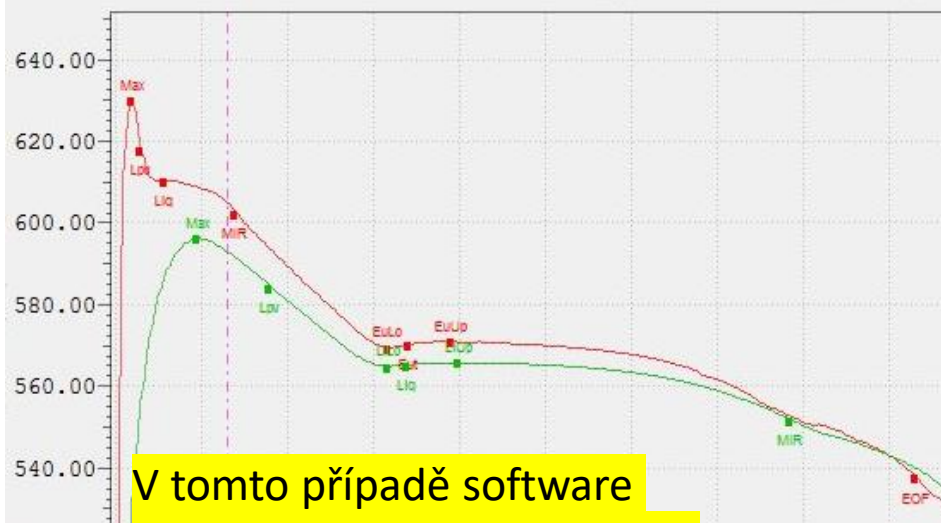


Označení konvenční zařízení pro TA	Označení	Teplota [°C]		
		Konvenční přístroj	Laboratoř/AccuVo	Zjištěný rozdíl
Likvidus teoretický	T_{liq}	607,4	608,5	1,07
Primární podchlazení	T_{amin}	604,8	606,6	1,83
nehodnocuje	T_{amax}	604,9	606,8	1,87
Teoretická eutektická teplota	$T_{AlSi eu}$	562,5	559,1	3,4
Eutektické podchlazení	$T_{AlSi eu, min}$	548,3	549,8	1,54
Eutektická teplota	T_{platau}	550,8	553	2,21
nehodnocuje	$T_{AlSiCu eu}$		511,1	
nehodnocuje	T_{sol}		488,9	

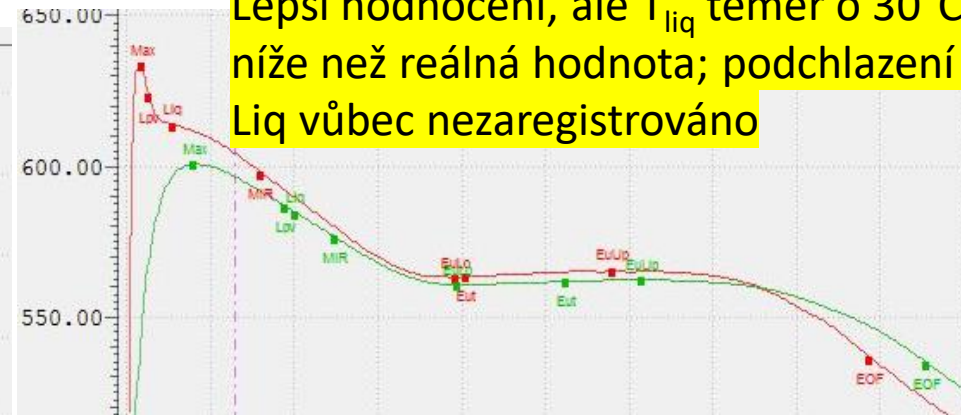
Posuzovat lze přesnost měření danou termočlánkem, ale pro provozní měření je důležitější **reprodukovatelnost**. Vzorek musí mít stále stejný objem – to OpenCup řešení neumí!

Accu-Vo díky formičce z pískové anorganické směsi stabilizuje rychlost tuhnutí.

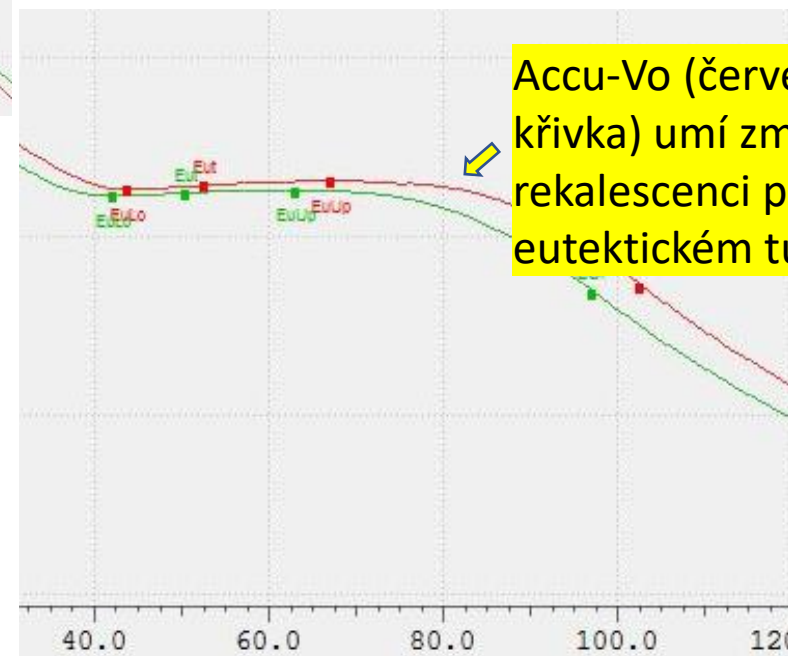
Křivky tuhnutí AccuVo versus termočlánek pro permanentní použití



V tomto případě software zaměnil fázi Liq s Eutekt – na zelené křivce nelze odečíst $T_{\text{eutekt.}}$



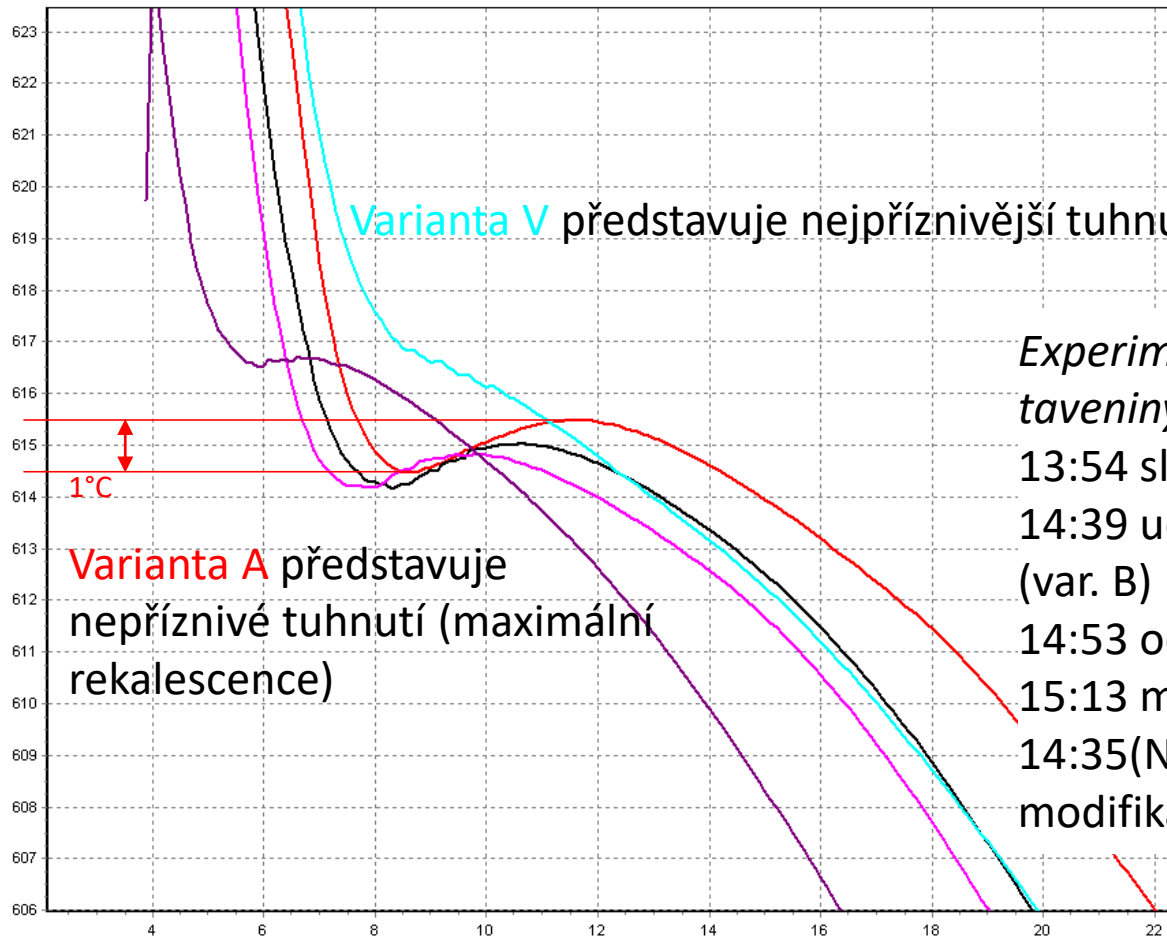
Lepší hodnocení, ale T_{liq} téměř o 30°C níže než reálná hodnota; podchlazení Liq vůbec nezaregistrováno



Accu-Vo (červená křivka) umí změřit vyšší recalescenci při eutektickém tuhnutí

Méně kvalitní termočláanky většího průměru jsou nepřesné. Již pro fakt fyzikální schopnosti takového termočláanky je nutné vzorky odlévat z vyšší teploty resp. vzorky musí mít větší objem – delší doba vyhodnocování.

Možnosti AccuVo při hodnocení oblasti likvidu



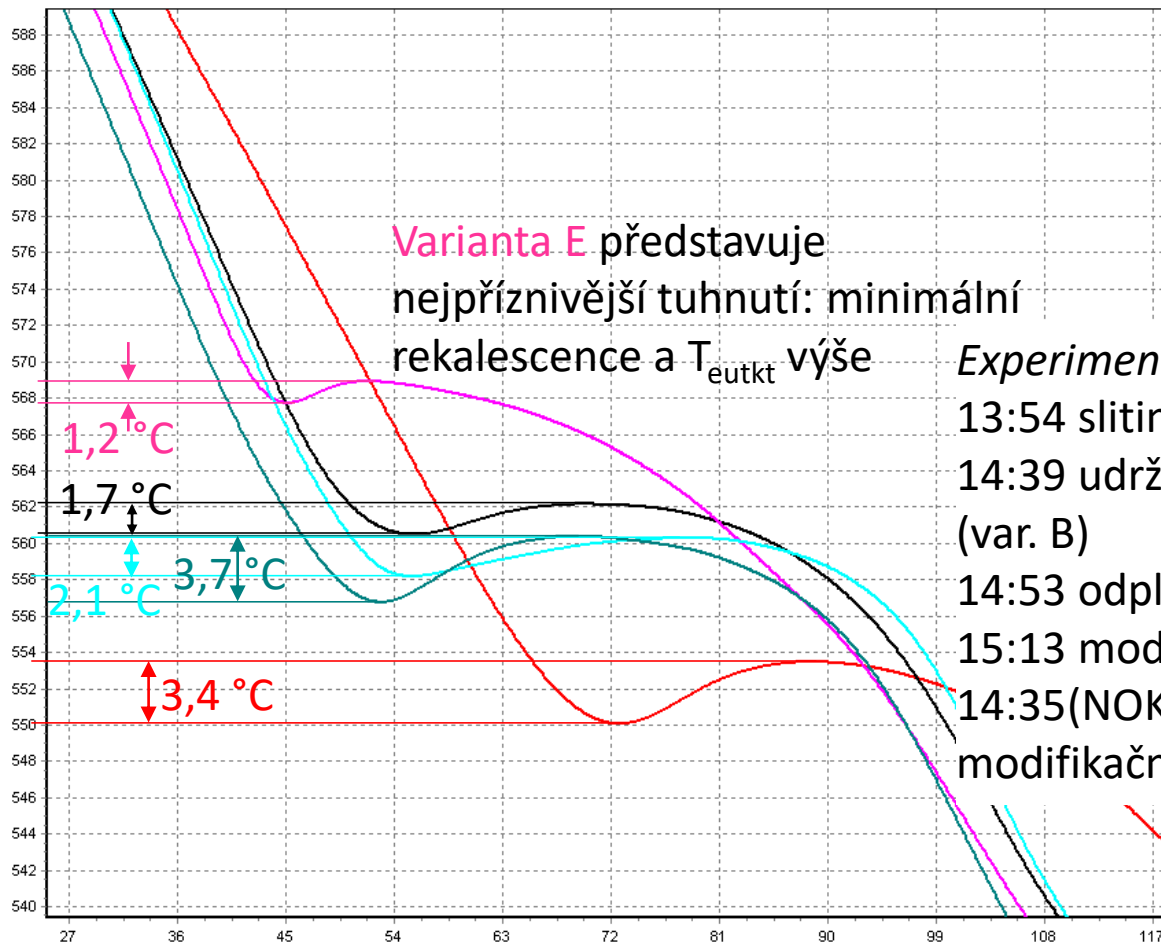
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante A-2 2014-03-20 O.B. 20.3.14 13:54 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante A-2 2014-03-20 O.B. 20.3.14 13:54 g
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante B-2 2014-04-23 HY 23.4.14 14:39 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante B-2 2014-04-23 HY 23.4.14 14:39 g
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante E-3 2014-04-23 Nitr 23.4.14 14:53 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante E-3 2014-04-23 Nitr 23.4.14 14:53 g
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante V-4Ver 2014-04-23 Vere 23.4.14 15:13 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante V-4Ver 2014-04-23 Vere 23.4.14 15:13 g
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante2W30min 14-04-24 wart2 24.4.14 14:35 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante2W30min 14-04-24 wart2 24.4.14 14:35 g

Varianta V představuje nejprůznivější tuhnutí

Varianta A představuje nepříznivé tuhnutí (maximální rekalescence)

- Experiment sledoval vliv zpracování taveniny
- 13:54 slitina právě natavená (var. A)
 - 14:39 udržování, homogenizace na 740°C (var. B)
 - 14:53 odplynění a vyčištění dusíkem (var. E)
 - 15:13 modifikace sodíkem (var. V)
 - 14:35(NOK záznam času) výdrž, ztráta modifikačního účinku (var. 2W)

Možnosti AccuVo při hodnocení oblasti eutektika



<input checked="" type="checkbox"/>	Variante A-2 2014-03-20 O.B. 20.3.14 13:54 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante A-2 2014-03-20 O.B. 20.3.14 13:54 g
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante B-2 2014-04-23 HY 23.4.14 14:39 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante B-2 2014-04-23 HY 23.4.14 14:39 g
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante E-3 2014-04-23 Nitr 23.4.14 14:53 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante E-3 2014-04-23 Nitr 23.4.14 14:53 g
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante V-4Ver 2014-04-23 Vere 23.4.14 15:13 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante V-4Ver 2014-04-23 Vere 23.4.14 15:13 g
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante2W30min 14-04-24 wart2 24.4.14 14:35 r
<input checked="" type="checkbox"/>	Variante2W30min 14-04-24 wart2 24.4.14 14:35 g

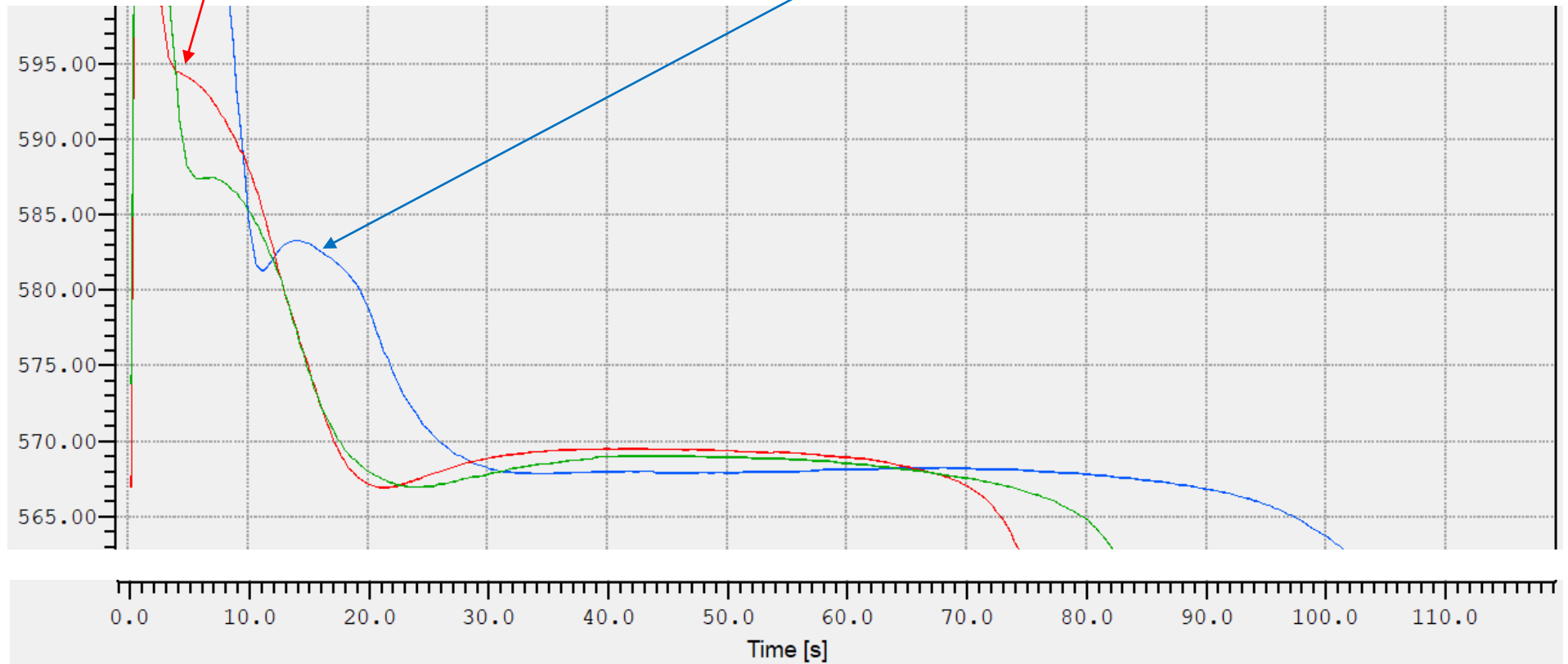
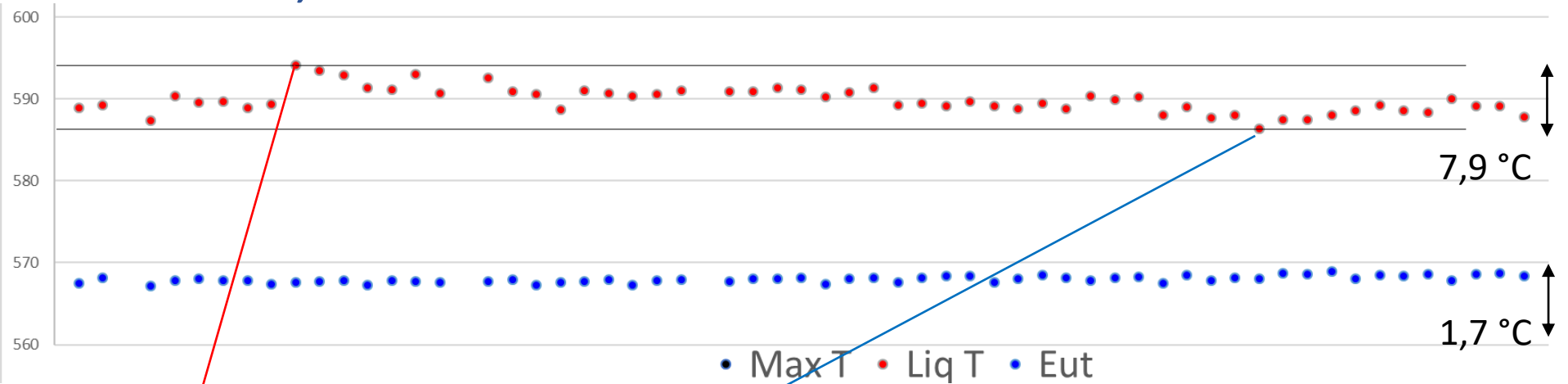
Experiment sledoval vliv zpracování taveniny

- 13:54 slitina právě natavená (var. A)
- 14:39 udržování, homogenizace na 740°C (var. B)
- 14:53 odplynění a vyčištění dusíkem (var. E)
- 15:13 modifikace sodíkem (var. V)
- 14:35(NOK záznam času) výdrž, ztráta modifikačního účinku (var. 2W)

Variante A je i v eutektické oblasti nejméně příznivá (vysoká rekalescence a T_{eutkt} velmi nízko, tzn. největší interval tuhnutí)

Praktické provozní měření – AlSi11Mg

23.11.-14.12., 4 měření denně



Typické nasazení termické analýzy

Procesní tok

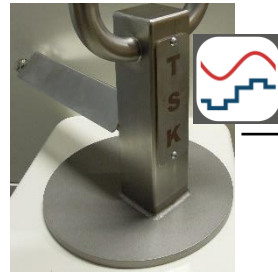
II Testovací formička



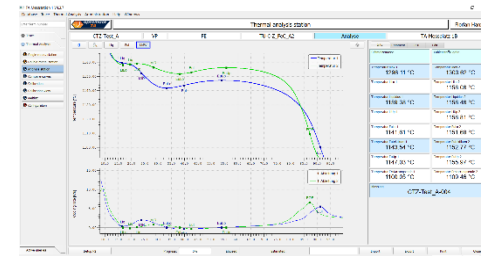
III Termočlávkový drát, konektor



IV A/D převodník



PC



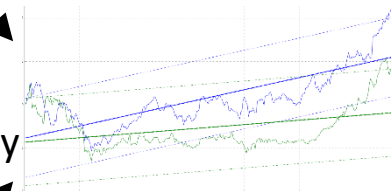
V Vyhodnocení křivky
VI Model
VII Uživatelské rozhraní

I Odběr vzorku na tavárně



XII Kalibrace systému

XIII Korelační a regresní analýzy



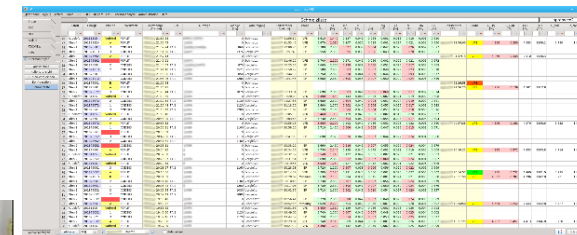
VIII



X Odlitky/kvalita



IX Labák



Sample ID	Temperature	Weight	Quality Score
TSK_01	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_02	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_03	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_04	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_05	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_06	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_07	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_08	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_09	1435.40 °C	1.4354 g	95
TSK_10	1435.40 °C	1.4354 g	95

XI Slévárenský informační systém

Kam pokročila termická analýza

Maximum přesnosti měření a rychlosti měření prostřednictvím optimalizace jednotlivých prvků řetězce.

Termočlánek: nejvyšší preciznost a reakční schopnosti prostřednictvím použití vysoce čistých materiálů (typ K: Nikl+Chrom | Nikl) a optimální tvar senzorů.

Vodiče: Minimalizace délky vodičů signálu jakož i zřeknutí se kompenzačního vedení minimalizuje výskyt rušivých signálů a redukuje počet kontaktních míst u různých materiálů (jedná se o dodatečné, v řadě zapojené termočlánky).

Analogově/digitalní převodník: speciální převodník nabízí vyšší přesnost při maximální rychlosti načítání a garantuje detekci a znázornění nejslabších přeměn i při nejkompexnější fyzikální metalurgii.

Není dostačující měřit jen v rámci hranic norem (DIN) nýbrž v detailu precizněji!

Na měřeních termické analýzy je důležité:

- vždy je vzorek stejného objemu,
- plnění kelímku/formičky je shodné vzorek od vzorku,
- odvod tepla je totožný,
- přesné měření teploty,
- matematický model vyhodnocení,
- propojení výsledků s dalšími parametry taveniny a technologií na kvalitu odlitků \Rightarrow řídit metalurgii

Děkuji za pozornost

