



(19) **UA** (11) **81 824** (13) **C2**
(51) МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: а200601220, 24.06.2004

(24) Дата начала действия патента: 11.02.2008

(30) Приоритет: 09.07.2003 DE 103 31 124.6

(46) Дата публикации: 11.02.2008 G01K 13/00
20060101CFI20070115RHUA G01J 5/04
20060101CLI20070115RHUA

(86) Заявка PCT:
PCT/EP2004/006830, 20040624

(72) Изобретатель:

Дамс Френсис, BE,
Плессер Жак, BE,
Верстрекен Паул Клемент, BE

(73) Патентовладелец:

ХЕРАУС ЭЛЕКТРО-НАЙТ ИНТЕРНЕСНЛ Н.В.,
BE

(54) СПОСОБ И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ КРИВОЙ ОХЛАЖДЕНИЯ РАСПЛАВОВ

(57) Реферат:

Изобретение касается способа измерения кривой охлаждения расплавов и/или кривой нагревания проб расплавов с помощью оптического волокна, причем погружаемый конец оптического волокна, который имеет по крайней мере частично свободную поверхность, с соблюдением расстояния окружен пробозаборником, погружаемый конец оптического волокна (2) погружают в расплав (3) и в пробозаборнике формируют пробу, причем после этого пробозаборник с пробой и оптическим волокном (2) вынимают из металлического расплава (3) и с помощью сигнала, полученного

оптическим волокном (2) и переданного измерительному прибору (9) измеряют кривую охлаждения и/или после предварительного охлаждения кривую нагревания. Кроме того, изобретение касается соответствующего устройства, а также его применения.

Официальный бюллетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2008, N 3, 11.02.2008. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **81 824** (13) **C2**
(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: a200601220, 24.06.2004

(24) Effective date for property rights: 11.02.2008

(30) Priority: 09.07.2003 DE 103 31 124.6

(46) Publication date: 11.02.2008 G01K 13/00
20060101CFI20070115RHUA G01J 5/04
20060101CLI20070115RHUA

(86) PCT application:
PCT/EP2004/006830, 20040624

(72) Inventor:

Dams Francis, BE,
Plessier Jacques, BE,
Verstreken Paul Clement, BE

(73) Proprietor:

HERAEUS ELECTRO-NITE INTERNATIONAL
N.V., BE

(54) **METHOD AND DEVICE FOR MEASUREMENT OF MELT COOLING CURVE**

(57) Abstract:

The invention relates to a method for measuring a melt cooling curve and/or a heating curve for a melt sample with the aid of an optical fibre, wherein the immersion end of an optical fibre provided at least partially with a free surface at a certain distance is encompassed with a theoretically heat-resistant reception space of the sample. Said immersion end of the optical fibre is immersed into the melt, thereby forming a sample in the sample reception space which is afterwards removed together with the sample and optical fibre from a molten metal and

afterwards, the sample cooling curve of the sample and/or the temperature profile during heating are measured after the sample prehardening with the aid of a signal which is received by said optical fibre and transmitted to a measuring device. A corresponding measuring device and the use thereof are also disclosed.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2008, N 3, 11.02.2008. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **81 824** (13) **C2**
(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВИНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
а200601220, 24.06.2004

(24) Дата набуття чинності: 11.02.2008

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької
конвенції : 09.07.2003 DE 103 31 124.6

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 11.02.2008 G01K 13/00
20060101CFI20070115RHUA G01J 5/04
20060101CLI20070115RHUA

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки
відповідно до договору РСТ:
РСТ/ЕР2004/006830, 20040624

(72) Винахідник(и):

Дамс Френсіс, БЕ,
Плессер Жак, БЕ,
Верстрекен Паул Клемент, БЕ

(73) Власник(и):

ХЕРАУС ЕЛЕКТРО-НАЙТ ІНТЕРНЕТНЛ Н.В.,
БЕ

(54) СПОСІБ І ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИМІРЮВАННЯ КРИВОЇ ОХОЛОДЖЕННЯ РОЗПЛАВІВ

(57) Реферат:

Винахід стосується способу вимірювання кривої охолодження розплавів і/або кривої нагрівання проб розплавів за допомогою оптичного волокна, причому занурюваний кінець оптичного волокна, що має принаймні частково вільну поверхню, з дотриманням відстані оточений пробозабірником, занурюваний кінець оптичного волокна (2) занурюють у розплав (3) і у пробозабірнику

утворюють пробу, причому після цього пробозабірник із пробкою і оптичним волокном (2) виймають із металевого розплаву (3) і за допомогою сигналу, отриманого оптичним волокном (2) і переданого вимірювальному приладові (9) вимірюють криву охолодження і/або після попереднього охолодження криву нагрівання. Крім того, винахід стосується відповідного пристрою, а також його застосування.

Опис винаходу

Винахід стосується способу вимірювання кривої охолодження розплавів і/або кривої нагрівання проб розплавів за допомогою оптичного волокна, причому занурюваний кінець оптичного волокна, що має принаймні частково вільну поверхню, з дотриманням відстані оточений пробозабірником, занурюваний кінець оптичного волокна занурюють у розплав і у пробозабірнику утворюють пробу, причому після цього пробозабірник із пробой і оптичним волокном виймають із металевого розплаву і за допомогою сигналу, отриманого оптичним волокном і переданого вимірювальному приладові вимірюють криву охолодження і/або після попереднього охолодження криву нагрівання. Крім того, винахід стосується відповідного пристрою, а також його застосування. При цьому під розплавами маються на увазі як розплави чистих металів, таких як залізо, мідь або сталь чи сплави, так і розплави кріоліту, солей чи скла.

Способи і пристрої, якими за допомогою оптичних волокон вимірюють високі температури рідин, відомі, крім іншого, із [EP 646 778 B1]. Інші пристрої відомі із [US 4,355,907]. Тут описується занурюваний датчик, за допомогою якого беруть пробу металевого розплаву. При цьому проба утримується у порожнині. Між порожниною і оптичним волокном, що сприймає вимірювані величини, встановлена графітова шайба.

Пробозабірник, у який заливають металевий розплав, а потім за допомогою оптичного волокна вимірюють температуру металевого розплаву, відомий із [DE 36 31 645 A1]. Інші пристрої для вимірювання температури металевих розплавів відомі із [JP 62-185129 і JP 62-185130]. Крім того, способи вимірювання температури розплаву у плавильному тиглі за допомогою оптичного випромінювання відомі із [US 6,106,150, US 6,004,031] або із [EP 802 401 A1].

Задача винаходу полягає у покращенні відомих способів і пристроїв.

Згідно з винаходом задача вирішена ознаками незалежних пунктів формули винаходу. Завдяки тому, що як торець, так і частина бічної стінки занурюваного кінця оптичного волокна мають вільні поверхні і вводяться у безпосередній контакт з розплавом, можуть бути значно покращені точність вимірювання і час реагування. Переважні форми виконання винаходу відображені у додаткових пунктах формули винаходу. Зокрема доцільним виявилось, що довжина частини бічної стінки оптичного волокна, що перебуває у безпосередньому контакті з розплавом, принаймні у 10 разів, переважно принаймні у 30 разів перевищує діаметр вільної поверхні торця оптичного волокна, що при здійсненні вимірювання вводиться у безпосередній контакт з розплавом.

Після занурення занурюваного кінця оптичного волокна у розплав у пробозабірнику створюють розрідження і всмоктують розплав до пробозабірника, оскільки завдяки цьому значно покращується взяття проби як таке. Можна також поміщати пробу до пробозабірника з використанням феростатичного друку. Крім того, доцільним виявилось, що після вимірювання кривої охолодження оптичне волокно знову занурюють у розплав, у пробозабірнику створюють тиск і розплав витісняють із пробозабірника. Витиснення розплаву можна здійснювати після вимірювання кривої нагрівання. Може бути доцільним також, що після вимірювання кривої охолодження і/або кривої нагрівання занурюваний кінець волокна і заповнений розплавом кінець пробозабірника відрізають, щоб усунути можливо пошкоджений чи використаний матеріал.

Поряд із вимірюванням кривої охолодження розплаву чи кривої нагрівання попередньо застиглої проби розплаву і здійснення аналізу властивостей матеріалу можна також вимірювати температуру розплаву у ванні. Занурюваний кінець оптичного волокна принаймні час від часу може піддаватися вібрації, щоб уникнути переохолодження проби. Спосіб може бути застосований переважно для вимірювання температури початку кристалізації і/або температури фазового перетворення. Перевагою є те, що для покращення приймання сигналу торець оптичного волокна має вільну поверхню. Для забезпечення високої теплостійкості оптичне волокно може бути виготовлене зокрема із сапфіру чи із кварцового скла.

Пробозабірник виготовлений переважно у формі трубки, виготовленої зокрема із кварцового скла, або із металу чи кераміки. На занурюваному кінці пробозабірника може бути встановлений шлаковий ковпачок для усунення потрапляння до пробозабірника матеріалу, розміщеного поверх аналізованого розплаву. Шлаковий ковпачок зазвичай виготовляють із матеріалу, який розплавляється або розчиняється під час проходження шару, розміщеного поверх розплаву, або у розплаві.

Пробозабірник пневматично зв'язаний з пристроєм для створення тиску або розрідження, виконаного зі здатністю точного встановлення і регулювання тиску. Крім того, у переважній формі виконання оптичне волокно зв'язане з вібратором. Вібратор може бути встановлений на носії для волокна і шляхом передачі вібрації на волокно і на пробозабірник усуває переохолодження аналізованого розплаву. З цієї причини слід забезпечити надійний зв'язок вібратора також із пробозабірником.

Відповідний винаходові пристрій може бути застосований як для вимірювання температури розплаву у ванні, так і для вимірювання температури початку кристалізації і/або температури фазового переходу розплаву.

Нижче приклади виконання винаходу детальніше пояснюється з використанням фігур. На них схематично зображено:

Фіг.1. Вимірювальний пристрій з несучою трубою,

Фіг.2. інша форма виконання вимірювального пристрою.

Представлена на фіг.1 форма виконання містить змінну несучу трубку 1, крізь яку пропущено оптичне волокно 2. Несуча трубка після використання у металевому розплаві 3 може бути замінена. Для цього її відокремлюють від приєднувальної трубки 4 корпусу 5 і за допомогою герметичного з'єднувального елемента 6 насаджують на приєднувальну трубку 4. У корпусі 5 розміщена система транспортувальних роликів 7, за допомогою яких оптичне волокно 2 змотують із котушки 8 і подають до металевого розплаву 3. Занурюваний

кінець волокна 2 як на торці, так і на прилеглій до нього частині бічної стінки має вільну поверхню. Решта волокна може мати покриття, наприклад, із пластмаси, яке може бути видалене внаслідок вигорання, інший кінець оптичного волокна зв'язаний з вимірювальним приладом 9, який служить для приймання і обробки сигналу.

Крім того, корпус 5 має штуцер 10 підведення газу, до якого приєднаний блок 11 тиску/розрідження.

Представлена на фіг.2 форма виконання має кабельну коробку 12. Оптичне волокно 2 намотане на котушку 13. Оптичне волокно 2 оточене покривною трубкою 14, яка намотана разом із волокном 2 і подається до металевого розплаву 3 транспортувальними роликками 7. Протилежний металевому розплаву 3 кінець оптичного волокна 2 зв'язаний з вимірювальним приладом 9. Як і корпус 5 у формі виконання згідно з фіг.1, кабельна коробка 12 виконана герметичною і має штуцер 10 підведення газу. До нього приєднаний блок 11 тиску/розрідження.

Оптичне волокно 2 на оберненому до металевого розплаву 3 кінці має вільну поверхню як на торці, так і на бічній стінці, причому довжина вільної поверхні, виміряна від торця у поздовжньому напрямку, у понад 30 разів перевищує діаметр кінця волокна 2, призначеного для занурення у металевий розплав 3. Для здійснення вимірювання оптичне волокно 2 занурювальним кінцем занурюють у розплав 3. При цьому у несучій трубці 1 чи у покривній трубці 14 створюють розрідження і частку 15 розплаву всмоктують до трубки. Ця нижня частина несучої трубки 1 чи покривної трубки 14 утворює пробозабірник.

Пробозабірник із пробєю всередині (всмоктана частка 15 металевого розплаву 3) виймають із металевого розплаву 3. За межами металевого розплаву 3 температура значно нижча, ніж у ньому, тому проба охолоджується; за допомогою оптичного волокна 2 знімають криву охолодження і переданий до вимірювального приладу 9 сигнал випромінювання записують. При цьому використовують відомий ефект "чорного випромінювача".

Після застигання/охолодження проба може бути нагріта/розплавлена, наприклад шляхом занурення пробозабірника у розплав, і замість кривої охолодження або додатково до неї може бути записана і оброблена також крива нагрівання у вигляді діаграми "Температура-час".

Криві охолодження/нагрівання дають дані про температуру ліквідусу (температура початку кристалізації) і/або температуру солідусу (температура переходу до твердого стану), оскільки при цій температурі на діаграмі "температура-час" за короткий час реєструється поличка температури. Так сам розпізнаються фазові перетворення всередині охолоджуваного металевого розплаву за допомогою поличок на діаграмі. Поки занурюваний кінець оптичного волокна перебуває у металевому розплаві 3, може бути виміряна його поточна температура.

Після вимірювання кривої охолодження оптичне волокно 2 знову може бути занурене у металевий розплав 3. При цьому проба розплавляється. Під час розплавлення може бути визначена крива нагрівання. Після цього через штуцер 10 підведення газу у вимірювальному пристрої, зокрема всередині несучої трубки 1 чи покривної трубки 14 створюють надлишковий тиск, внаслідок чого рідка проба розплаву витісняється із пробозабірника. При необхідності у разі використання форми виконання згідно з фіг.1 несучу трубку 1 замінюють і оптичне волокно 2 вставляють у нову трубку 1. У разі використання форми виконання згідно з фіг.2 занурюваний кінець покривної трубки 14 разом із оптичним волокном 2, а також можливо наявним у трубці 14 залишком розплаву, відрізають, коли занурюваний кінець стає непридатним для використання. Потім оптичне волокно 2 разом із покривною трубкою 14 відмотують з котушки 13.

Крім того, оптичне волокно зв'язане з не показаним на фігурах вібратором. Вібратор може бути встановлений на носії 1 для волокна 2 і шляхом передачі вібрації на волокно 2 і на пробозабірник перешкоджає переохолодженню досліджуваного розплаву. З огляду на це доцільним є жорсткий зв'язок вібратора з пробозабірником.

Формула винаходу

1. Спосіб вимірювання кривої охолодження розплавів і/або кривої нагрівання проб розплавів за допомогою оптичного волокна, причому занурюваний кінець оптичного волокна, що має принаймні частково вільну поверхню, з дотриманням відстані оточений пробозабірником, згідно з яким занурюваний кінець оптичного волокна (2) занурюють у розплав (3) і у пробозабірнику утворюють пробу, причому після цього пробозабірник із пробєю і оптичним волокном (2) виймають із металевого розплаву (3) і за допомогою сигналу, отриманого від оптичного волокна (2) і переданого вимірювальному приладові (9), вимірюють криву охолодження і/або після попереднього охолодження криву нагрівання, причому як торцеву поверхню, так і частину бічної поверхні занурюваного кінця оптичного волокна (2) вводять у безпосередній контакт з розплавом (3).

2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що довжина частини бічної поверхні оптичного волокна (2), що перебуває у безпосередньому контакті з розплавом (3), принаймні у 10 разів, переважно принаймні у 30 разів, більша від діаметра торцевої поверхні оптичного волокна (2), що перебуває у безпосередньому контакті з розплавом (3).

3. Спосіб за п. 1 або 2, який відрізняється тим, що після занурення занурюваного кінця оптичного волокна (2) у розплав (3) у пробозабірнику створюють розрідження і всмоктують розплав до пробозабірника.

4. Спосіб за п. 3, який відрізняється тим, що після вимірювання кривої охолодження оптичне волокно (2) знову занурюють у розплав (3), у пробозабірнику створюють тиск і розплав витискають із пробозабірника.

5. Спосіб за п. 3, який відрізняється тим, що після вимірювання кривої охолодження і/або кривої нагрівання

занурюваний кінець волокна (2) і заповнений розплавом кінець пробозабірника відрізають.

6. Спосіб за одним із пп. 1-5, який відрізняється тим, що вимірюють також температуру розплаву (3) у ванні.

7. Спосіб за одним із пп. 1-6, який відрізняється тим, що занурюваний кінець оптичного волокна (2) принаймні час від часу піддають вібрації.

8. Спосіб за одним із пп. 1-7, який відрізняється тим, що визначають температуру початку кристалізації і/або температуру переходу до твердого стану і/або температуру фазового перетворення.

9. Пристрій для вимірювання кривої охолодження розплавів і/або кривої нагрівання проб розплавів, що містить оптичне волокно (2), один кінець якого зв'язаний з вимірювальним приладом (9) для реєстрації і обробки отриманого від волокна (2) сигналу, а також носій (1) для волокна (2), причому оптичне волокно (2) має занурюваний кінець, занурюваний кінець волокна (2) з дотриманням відстані оточений теплостійким пробозабірником, і причому як торець, так і частина бічної стінки занурюваного кінця оптичного волокна (2) мають вільну поверхню.

10. Пристрій за п. 9, який відрізняється тим, що довжина вільної поверхні бічної стінки оптичного волокна (2) принаймні у 10 разів, переважно принаймні у 30 разів, більша від діаметра вільної торцевої поверхні оптичного волокна (2).

11. Пристрій за п. 9 або 10, який відрізняється тим, що торець оптичного волокна (2) має вільну поверхню.

12. Пристрій за одним із пунктів 9-11, який відрізняється тим, що оптичне волокно (2) виготовлене із кварцового скла або сапфіру.

13. Пристрій за одним із пунктів 9-12, який відрізняється тим, що пробозабірник виконаний у формі трубки.

14. Пристрій за одним із пунктів 9-13, який відрізняється тим, що пробозабірник виготовлений із кварцового скла.

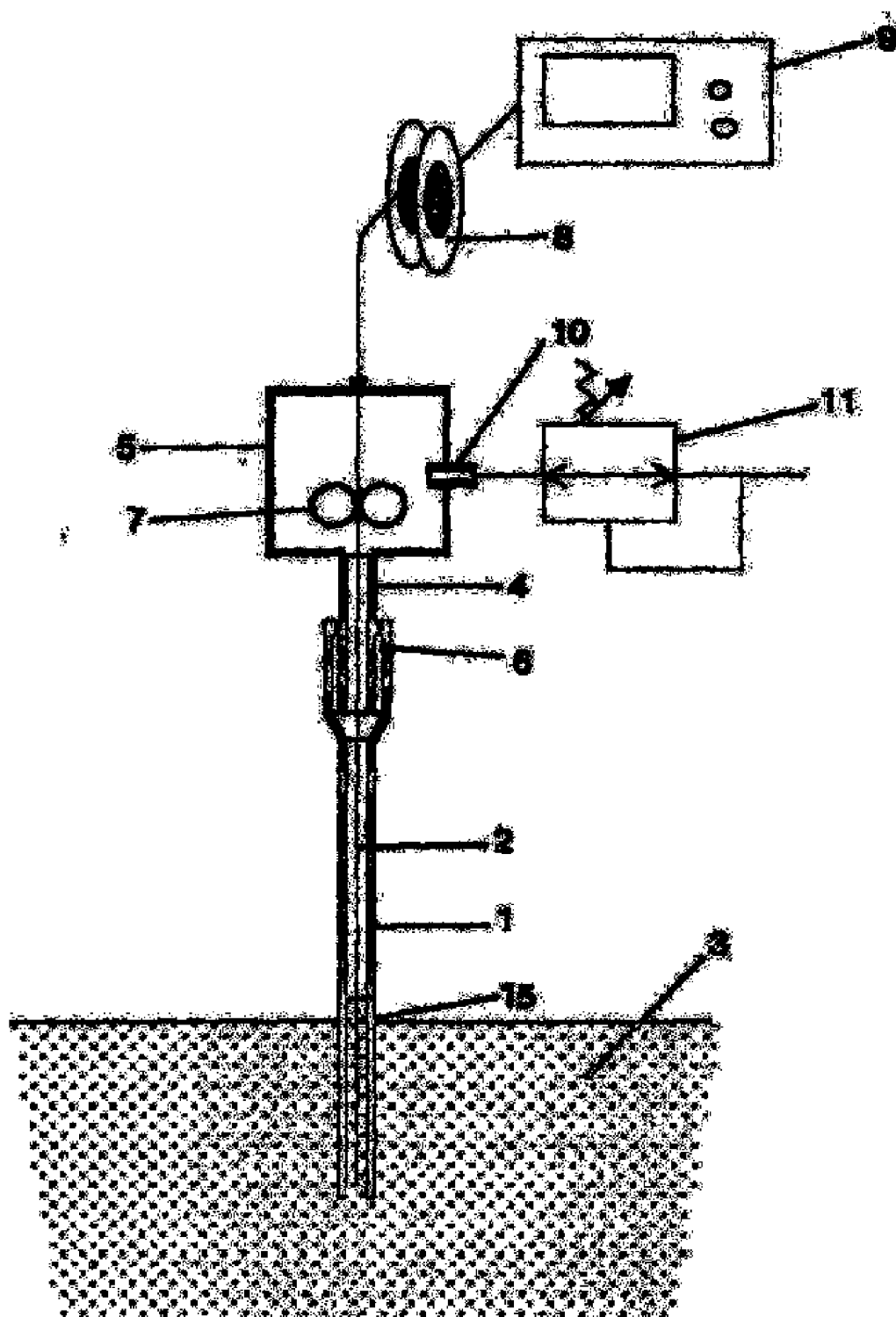
15. Пристрій за одним із пунктів 9-13, який відрізняється тим, що пробозабірник виготовлений із металу або кераміки.

16. Пристрій за одним із пунктів 9-15, який відрізняється тим, що на занурюваному кінці пробозабірника встановлений шлаковий ковпачок.

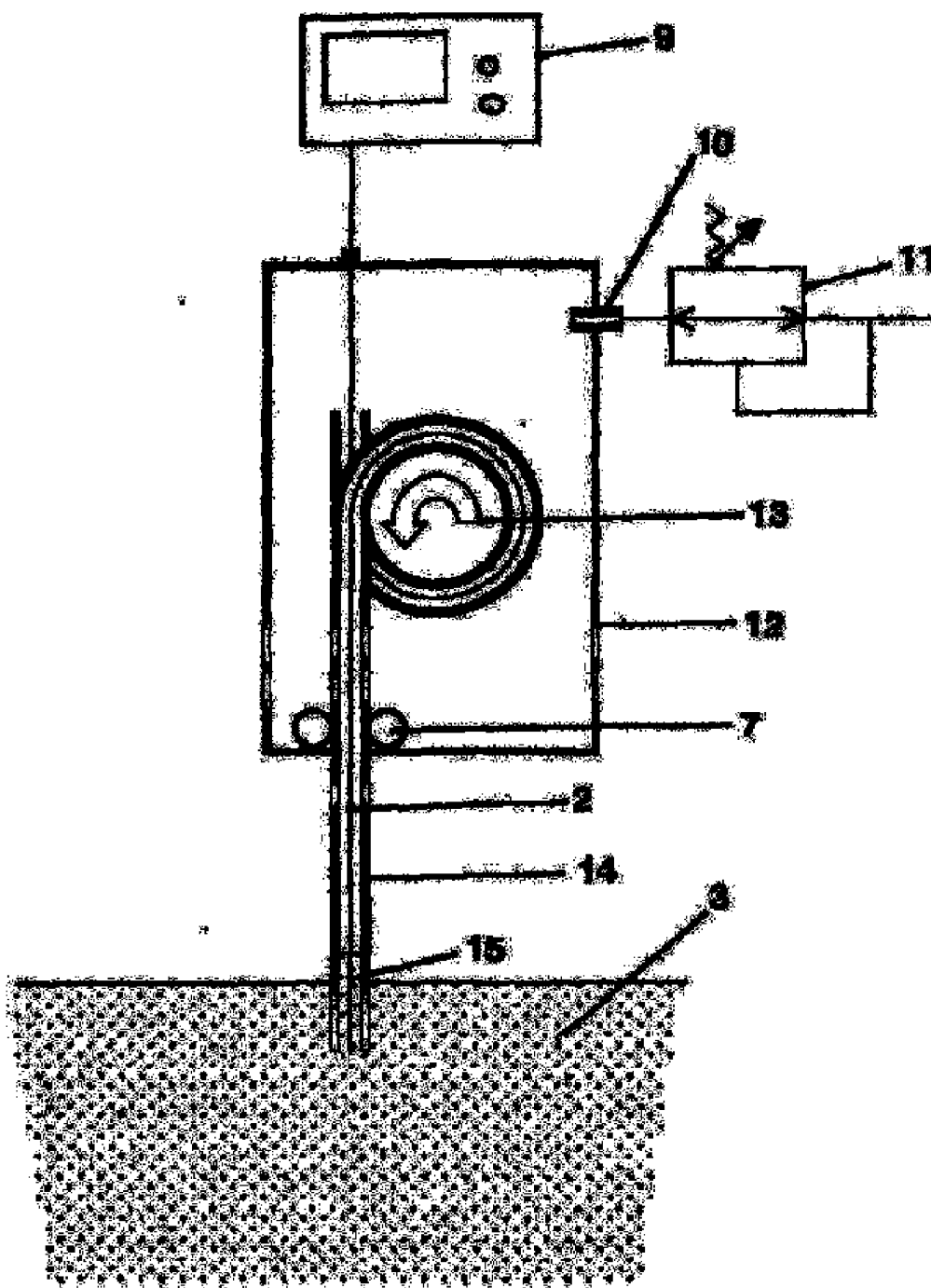
17. Пристрій за одним із пунктів 9-16, який відрізняється тим, що пробозабірник зв'язаний із пристроєм (11) для створення тиску або розрідження.

18. Пристрій за одним із пунктів 9-17, який відрізняється тим, що оптичне волокно (2) зв'язане з вібратором.

19. Застосування пристрою за одним із пунктів 9-18 для визначення температури початку кристалізації і/або температури переходу до твердого стану, і/або температури фазового перетворення.



Фиг. 1



Фіг. 2

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2008, N 3, 11.02.2008. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.