[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl[7]
G01N 1/10
G01N 25/02

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 98811565.4

[45] 授权公告日 2004 年 10 月 27 日

[11] 授权公告号 CN 1173160C

[22] 申请日 1998.11.23 [21] 申请号 98811565.4
[30] 优先权
[32] 1997.11.28 [33] SE [31] 9704411 - 9
[86] 国际申请 PCT/SE1998/002122 1998.11.23
[87] 国际公布 WO1999/028726 英 1999.6.10
[85] 进入国家阶段日期 2000.5.26
[71] 专利权人 新特卡斯特有限公司
地址 瑞典斯德哥尔摩
[72] 发明人 帕特里克·波普拉
亨里克·尼斯特伦
审查员 田金涛

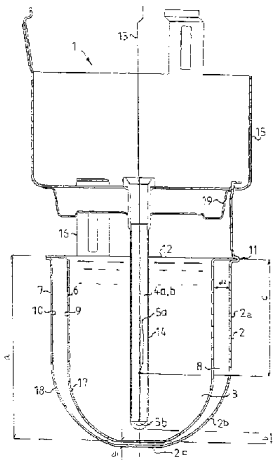
[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所
代理人 范 莉

权利要求书 3 页 说明书 8 页 附图 2 页

[54] 发明名称 用于热分析的取样装置

[57] 摘要

本发明公开了一种用于正在凝固的金属的热分析的取样装置，包括：一个基本上为圆柱形并且顶部敞开的容器(2)，该容器将被向下浸入到待分析的液态金属中并被充以该液态金属；至少一个对温度敏感的传感元件(4)；一个同轴地封装所述传感元件的保护管(14)，它设置在所述容器(2)内并由一个设置在所述容器上方且由腿(16)连接到容器(2)上的传感元件支承件(15)支承，在分析过程中，当将容器浸入正在凝固的金属试样(3)中时，该支承件引导传感元件(4)并将其保持就位；所述容器(2)包括一个在分析过程中与试样(3)接触的内表面(17)和一个与周围环境接触的外表面(18)，所述表面(17 和 18)在容器(2)的嘴部(12)处相连，并且以等距离隔开地形成一个封闭的绝热空间(8)，其中所述容器(2)具有一个基本上为半球形的底部(2b)，该底部具有一个同轴设置的扁平部分(2c)。



ISSN1008-4274

1.一种用于对凝固中的金属进行热分析的取样装置，包括：一个基本上为圆柱形的并且顶部敞开的容器（2），该容器将被向下浸入到待分析的液态金属中并被填充以该液态金属；至少一个对温度敏感的传感元件（4）；至少一个保护管（14），它同轴地封装所述传感元件（4），该保护管设置在所述容器（2）的内部并由一个设置在容器（2）上方的且由腿（16）固定到容器（2）上的传感元件支承件（15）支承，在分析过程中，当将容器（2）浸入到正在凝固的金属试样（3）中时，该支承件对传感元件（4）进行引导并将其保持在应有的位置上；所述容器（2）包括一个在分析过程中与试样（3）接触的内表面（17）和一个与周围环境接触的外表面（18），所述内表面（17）和外表面（18）在容器（2）的顶部（12）处连接起来，并且在容器（2）的圆柱形部分（2a）中相互以相等的间距隔开，以便在相应的与内表面（17）和外表面（18）相对的表面（9和10）之间形成一个封闭的绝热空间（8），其特征为，所述容器（2）具有一个基本上为半球形的底部（2b），该底部具有一个同轴设置的扁平部分（2c），该扁平部分的直径大于保护管（14）的直径，在扁平部分（2c）的与内表面（17）和外表面（18）相对的表面（9和10）之间的距离（d1）小于容器（2）的圆柱形部分（2a）的所述的与内表面（17）和外表面（18）相对的表面（9和10）之间的距离（d2）。

2.如权利要求1所述的取样装置，其特征在于，所述传感元件（4）为两个。

3.如权利要求1所述的取样装置，其特征在于，所述保护管（14）为一个。

4.如权利要求1所述的取样装置，其特征在于，在扁平部分（2c）上的与内表面（17）和外表面（18）相对的表面（9和10）之间的距离（d1）为容器（2）的圆柱形部分（2a）的与内表面（17）和外表面（18）相对的表面（9和10）之间的距离（d2）的10～50％，以

便在非球形取样装置（1）上产生一个球形冷却条件。

5.如权利要求 4 所述的取样装置，其特征在于，所述的在扁平部分（2c）上的与内表面（17）和外表面（18）相对的表面（9 和 10）之间的距离（d1）约为所述的圆柱形部分（2a）的与内表面（17）和外表面（18）相对的表面（9 和 10）之间的距离（d2）的 20％。

6.如权利要求 1 至 5 之一所述的取样装置，其特征在于，容器（2）的圆柱形部分（2a）的高度约为半圆形底部（2b）的高度的两倍，以便在非球形取样装置（1）上产生一个球形冷却条件。

7.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，传感元件（4）被可移出地插入到一个保护管（14）内，所述保护管由钢，陶瓷，玻璃的材料制成，该保护管距扁平部分（2c）的距离尽可能地小，并且没有气泡或孔隙，而且不与扁平部分（2c）接触。

8.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，保护管（14）由钢制成，并涂敷以一种保护性的耐高温试剂。

9.如权利要求 8 所述的取样装置，其特征在于，所述保护管（14）由不锈钢制成。

10.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，保护管（14）由石英玻璃制成。

11.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，容器（2）的内表面（17）和/或外表面（18）受到钢丝刷清理，浸蚀，喷砂或化学处理，而且保护管（14）被涂敷以保护性耐高温试剂。

12.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，容器（2）的内表面（17）被涂敷以惰性涂层。

13.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，容器（2）的内表面（17）被涂敷以活性涂层。

14.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，内表面（17）和/或外表面（18）和/或保护管（14）经等离子体喷镀或烧结施加以氧化铝、氧化镁、氧化锆、碳化硅、氮化硅、石墨、氮化硼或二氧化硅陶瓷材料而得到处理。

15.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，改变壁（6 和 7）的颜色和表面光洁度，以改善壁的辐射特性。

16.如权利要求 1～5 中任何一项所述的取样装置，其特征在于，在靠近容器壁处记录的冷却曲线是在所述容器（2）的基部的一个与液流分离开的区域中由传感元件（4b）的测量部分（5b）记录的，以便提高评价正在经受处理的与活性的壁涂层反应后的金属的分辨率。

用于热分析的取样装置

技术领域

本发明涉及一种用于对凝固中的金属进行热分析的取样装置，特别是涉及一种用于在生产铸铁件时进行热分析的取样装置。

背景技术

热分析是一种监测熔融物质在凝固过程中的温度变化的技术，以便能够确定物质在固体状态下的显微结构，从而确定其性能。这一技术通过以下方式来实现，即，从熔体中提取试样，将其移送到一个试样容器中，并借助于对温度敏感的传感器，例如热电偶或本领域中公知的其它装置，记录并评定试样在凝固过程中温度随时间的变化。

当利用热分析记录熔融金属例如致密石墨铸铁（CGI）的凝固时，十分重要的是在和铸件相同的几何条件和热状态下进行这种热分析。取样容器的作用是在熔融金属试样的凝固过程中控制冷却，从而使取样容器中的几何条件和热状态类似于铸件中的几何条件和热状态。可精确地测量熔融金属的凝固过程的能力使得铸造车间能够控制其工艺过程并确保高的产品质量。

已知用于热分析的取样容器有很多设计方案。这些容器可由石墨制成，以用于铝熔体，或者当用于熔融铸铁时，可由陶瓷材料制成。但是，它们不能用钢制造，这是因为会造成熔蚀和/或热不平衡。

很多取样容器的一个缺点是，它们是由难以进行机械加工的材料制成的。其另一个缺点是，由于要将它们浸入熔体中，当提取试样时，存在着因热冲击而破裂的危险，特别是当它们是用陶瓷材料制成时更是如此，因为陶瓷材料容易破裂。

WO-A1-96/23206（在这里引用为参考文献）描述了一种取样容器，该取样容器被浸入一个待分析的熔融金属池内。该文献公开的取样容器是一种双壁钢制容器，并且在两壁之间具有一个空间，而且该容器

具有低的辐射传热性。所述空间可被充以绝热气体，例如空气。容器的内壁很薄，因此也具有低的热容量，从而可以很容易地在一个短时间内获得稳态的热状态。此外，从内壁的外表面损失的热量不会进入周围环境，因为有起着辐射防护屏作用的外壁围绕着内壁以及在两壁之间的隔热空间。

WO-A1-96/23206中的上述取样容器由于其特有的性能而非常适于在CGI的生产中进行热分析。但是，其制造成本非常高，这从它仅可使用一次的角度来看，是它的一个缺点。热电偶位于适当的位置处，即，一个热电偶靠近内壁，另一个热电偶位于试图模拟具有均匀的单位面积热损失的熔融金属的虚拟球体中心的地方。事实上，底部的热损失比顶部低很多。这种不均匀状态的原因之一是敞开的顶部单位面积辐射出的热量比圆的底部每单位面积所辐射出来的热量大得多。另一个原因是，在上部连接部位处两个表面之间的接触可使热量绕过隔热的空气空间。这是一个很显著的缺点，因为不能总是获得正确的结果。

使冷却速度与将要受到控制的铸件的冷却速度相似是十分重要的。对于这种过程控制情况，例如对于CGI的生产而言，平衡冷却要花费太长的时间，因而没有任何实际价值，因为在铸造过程完成之前既不能获得任何结果，也不能形成一个类似的材料显微结构。

此外，十分关键的是，取样装置不能太昂贵，因为它只能使用一次。由于特别精确的测量元件，例如热电偶，是很昂贵的，因此优选的是可反复使用它们数次。对于很多已知的取样装置来说，一个重要的缺点是，相当昂贵的热电偶只能使用一次。

还有一个缺点是，很难以低成本制造大批量在几何条件及热学状态等方面具有相似特性的取样容器。

发明内容

本发明的目的是通过利用一种改进的取样装置来克服这些显著的缺点，所述取样装置具有一个取样容器，该容器具有受控的单位面积热损失，所述装置模拟一个熔融金属的球体，因为球体是最均匀的，

因而对于热分析而言球体是最可靠和最精确的形状。具有受控的单位面积热损失的这种取样装置模拟取样容器内熔融金属的球形凝固，但是例如由于制造上的限制等原因，它的形状并不是球形的。根据本发明的取样装置包括一个具有双层壁的容器，其上部安装有一个辐射防护屏，在两壁之间具有一个受控的空间，该装置具有受到极大控制的热损失，在高温下不会失效，而且价格便宜，可改进对温度敏感的传感器例如热电偶的定位，同时可将其很容易地取出并再次使用。

由本发明解决的另一个重要问题是熔融金属模拟球体的热中心的移动，一旦容器内试样的暴露上表面凝固时，该中心便向下移动。

所有这些要求通过提供具有在后附权利要求1中公开的特征的容器就可实现。在此之前，还没有这样的取样装置。

该取样装置将只用一次，其价格低廉，并给出了可复制的几何条件和热状态。

已经发现，由容器内壁的外表面辐射出的热量必须不能立即散发到周围环境中去，因为这样将使得极难获得可控制的缓慢且可重现的放热速度。因此，外壁的目的是与内壁一起限定出一个位于两壁之间的空间，该空间控制由正在凝固的金属的底部和侧部散失的热量。

因此，内壁和外壁之间的空间在控制由于辐射和热传导造成的热量散失时是一个很重要的参数。当该空间被抽成真空或被充以透明材料例如空气时，辐射将成为一个重要的热传导机制。当取样装置中正在凝固的金属的温度升高时，辐射将具有加大的重要性，因为其作用以绝对温度的四次方的方式增大。

通过选择适当的介质并将其部分或全部地填充到该空间中，并且/或者改变该空间的厚度，可以使取样装置的放热速度的几何形状与热分析所要求的数值相适应。所述介质可以是任何的已知的和适当的介质，例如砂，蛭石，云母，镁土，绿泥石，各种陶瓷，或者它们的组合物，但优选地为气体，例如空气，因为其成本低。在一个优选实施例中，在容器的扁平底部的壁之间的距离（d1）仅为容器侧壁之间的距离（d2）的5～50％，优选地约为20％，由此增大了因热传导而导

致的从底部的热损失。由于在容器的底部具有缩小的空间，使得底部因热传导而产生的热损失增大，与容器的敞开顶部散失的热量达到平衡，由此模拟在一个熔融金属球体的球形凝固时所产生的热损失。

另一个最重要的参数是容器的形状。为了能将封装在一个保护管内的用于热分析的对温度敏感的传感器定位在距内壁内表面某一距离处，该容器具有一个扁平的底面。由于在制造过程中的实际原因，两个壁，即内壁和外壁均被制成具有扁平的底部。内壁的扁平底部的区域至少要和装有传感器的保护管的区域一样大，以保证距所述管的端部一段恒定的距离。在一个优选实施例中，所述扁平底部区域的直径为保护管的区域的直径的两倍，最好是更大些。部分浸入容器中正在凝固的金属中的保护管具有其底面被封闭的端部。敞开的保护管不能使用，因为传感器很容易被损坏。

此外，容器的敞开的顶部（嘴部）是最重要的。如果不用罩盖遮盖起来，热损失通常将是很大的。因此，包含有一个辐射防护屏的支承件（见图 1，标号 15）被用作一个可降低金属试样顶部的热损失的罩盖，而且所述支承件用于对热电偶进行定位并由多个腿安装在容器上。否则，取样装置的顶部将会起着一个冷体的作用，从热的容器中吸收过多的辐射。这将模拟一个熔融金属球体在凝固中的热损失，因为它与容器底部的更缓慢的热损失相平衡。

在壁附近的区域中由片状石墨的开始形成而释放出的热量是非常少的，而且确实不足以靠它来作为一个控制参数。但是，如果容器的底部试样的形状基本上为球形；以及，如果取样装置经过预热（例如通过浸入熔融的铁中）而由此防止在壁附近的区域中形成凝固的铁的激冷层；以及，如果取样装置可被自由地悬挂起来，从而热量不会被抽入地板或安装台架内，则在盛装在取样装置中的熔融铁内将形成有利的对流液流。这些对流液流会将片状石墨从取样装置的容器的经过预热的上壁“冲洗”掉，并将片状石墨的生长有效地集中在位于基本上为球形的容器的底部的一个与液流分离开的区域内。

容器的内壁优选地被做得相当薄以及/或者由比热低的材料制成，

以便使内壁具有所需的低的总热容量。除此之外，内壁优选地具有一个高的总传热系数，以便使试样数量的温度与壁的温度达到平衡；同时，由于总的传热系数很高，传递热量所需的时间将会缩短。

内壁可由具有上述热学性质且在待取样的熔融金属中是热稳定的任何材料制成。典型地采用一种金属或合金。优选价格不贵且可确保可靠地批量生产的材料，尤其是钢。

也可以改变颜色和/或表面光洁度，以改善壁的辐射特性。

容器内壁的内表面最好涂敷有保护层，以便保护所述壁不被熔解到热的液态金属试样中或与之发生反应。也可将这样的保护涂层涂敷到外壁的外表面上，尤其是当在取样时准备把该容器浸入到热的液态金属中时。保护层不会影响热平衡，因为它非常薄。但是，该涂层在确定凝固过程时是很关键的。涂层可以是惰性的或者掺杂以消耗 Mg 并导致靠近底部对温度敏感的传感器地形成片状石墨的活性物质。这种涂层公开在瑞典专利申请 9704208-9（引用为参考文献）中，对于进一步的信息可查阅瑞典专利申请 9003289-7（引用为参考文献）。保护层可以是任何耐熔氧化物，如氧化铝，氧化镁，氧化锆，碳化硅等。

对温度敏感的传感器被安装在一个支承件上，该支承件用于引导传感器并将其固定就位。用于热分析的传感元件通常为热电偶，当然，本发明并不局限于此；可采用任何类型的适合于对凝固金属进行热分析的传感元件。参考瑞典专利申请 9600720-8 的红外线高温测定法（引用为参考文献）。

用于热分析的传感器（在下面的描述中为热电偶）被封装在一个同轴设置的保护管内，该保护管被部分地浸入容器中的正在凝固的金属中。具有一个封闭端的保护管由支承件及设置于支承件上的辐射防护屏定位并保持，即，在两个点上牢固地定位并保持。将一个热电偶（测量部分）以一种可被容易地移出的方式插入到所述管的闭合端。将第二个热电偶的测量点（测量部分）置于热中心以避免在测量过程中冷却曲线的漂移也是非常关键的。因此，将第二个也是可移出的热电偶（测量部分）插入到保护管中，位于熔融试样的热中心，优选地

位于为内容器总高度 a 的大约 2/3 的距离 c 处。由于这些热电偶是可移出的，它们可在多次测量中反复使用。将封装有两个热电偶的管定位在尽可能近地靠近容器的扁平的内底部表面的地方，但绝对不能与该底部表面接触。十分重要的是，一定要确保保护管完全被正在凝固的金属所包围，没有孔隙和气泡对测量造成干扰。此外，非常重要的是，要牢固地安装热传感器，从而使它们在分析过程中不能侧向移动。热电偶的不精确定位是一个显著的缺陷，它将极大地干扰测量结果。通过用支承件和设置于支承件上的辐射防护屏精确地定位热电偶，将包括传感器的保护管精确地固定就位来避免这一问题的发生。封闭的保护管到扁平底部的距离 b 是内容器总高度 a 的 1～10％，优选地约为 5％。

保护管可由诸如钢，优选地为不锈钢或石英玻璃的材料制成。钢管通常需要涂层。本发明不限于仅采用一个保护管或一对热电偶。可在不同距离处，即测量点处，采用所需要的多个保护管和热电偶。

附图说明

下面将参照附图对本发明进行更详细的描述，图中，

图 1 是根据本发明的一个实施例的设计用于 CGI 生产的取样装置的示意剖视图。

图 2 示出了正在凝固的熔融金属试样中的液流以及这些液流是如何影响通常在容器壁附近形成的片状石墨铸铁层的。

具体实施方式

图 1 表示根据本发明的取样装置 1，它包括一个具有双层壁的取样容器 2，该容器 2 基本上为圆柱形，在顶端是敞开的，并具有一个设有扁平部分 2c 的半球形底部 2b，在容器 2 中装有正在凝固的熔融金属的试样 3，使试样一直装到容器的嘴部 12，该取样装置 1 还包括用于热分析的对温度敏感的传感器 4a-b 以及一个传感器支承件 15，传感器支承件 15 包括一个由腿 16 固定到容器 2 上的辐射防护屏 19，所述支承件 15 和辐射防护屏 19 对封装有传感器 4a-b 的保护管 14 进行引导并将其牢固地固定就位。对温度敏感的传感器（即下面描述中的

热电偶）4a-b 的测量部分 5a-b 被浸入试样 3 中。其中，容器 2 的圆柱形部分 2a 的高度约为半圆形底部 2b 的高度的两倍，以便在非球形取样装置 1 上产生一个球形冷却条件。

容器包括一个内壁 6 和一个外壁 7，这两个壁均由薄钢板金属制成，在两壁之间有一个由内壁 6 的外表面 9 和外壁 7 的内表面 10 限定的空间 8。一个折叠部 11 在容器 2 的嘴部 12 处将壁 6 和 7 连接起来。折叠部 11 也可以是一个连续的焊缝或电焊部。空间 8 内被充以空气。将两个热电偶 4a-b 竖直地排成一行，安置在由钢、陶瓷、玻璃或任何其它适当的材料制成的保护管 14 内，其中第一个热电偶 4（测量部分 5b）被置于靠近内壁 6 的内表面 17 的地方，另一个热电偶 4（测量部分 5ba）则位于试样 3 的热中心处。设有一个传感器支承件 15，用于在分析过程中可移出地将封装有热电偶 4 的保护管 14 牢固地夹持就位。热电偶 4 通过电缆 13 与一个热分析评定设备（未示出）相连，通过该电缆将来自测量部分 5a-b 的测量信号传输给所述设备，以便进行分析。

容器的内表面和/或外表面受到钢丝刷清理，浸蚀，喷砂或化学处理，而且保护管被涂敷以保护性耐高温试剂。

或者，内表面和/或外表面和/或保护管经等离子体喷镀或烧结施加以氧化铝、氧化镁、氧化锆、碳化硅、氮化硅、石墨、氮化硼或二氧化硅陶瓷材料而得到处理。

保护管 14 的端部位于距容器 2 的扁平底部 2c 的距离为 b 处。

在分析过程中，当容器 2 浸入待分析的熔融金属中时，液态的熔融金属从腿 16 之间向下流入容器 2 内。

如图 1 所示，在分析过程中，容器 2 总是充入具有相同量的熔融金属。每份试样都应当具有相同量的熔融金属，以确定一致的热状态以及与活性涂层的一致的反应。对于传统的热分析容器而言，一致的试样体积是一个问题，因为这种传统的容器要求注入地填充熔融金属试样。本发明利用浸入的方式充入熔融金属并且具有一个大的空间令金属进入容器，从而使操作性的误差最小化并更便于取样。

在靠近容器壁处记录的冷却曲线是在所述容器的基部的一个与液流分离开的区域中由传感元件的测量部分记录的，以便提高评价正在经受处理的与活性的壁涂层反应后的金属的分辨率。

本发明并不局限于图中所示的实施例，相反地，本发明还可应用于其它实施例。应当理解，在熟悉本领域的技术人员的专业知识范围内，可以对所述取样装置做适当的改动，同时，所述装置不仅限于用在 CGI 或其它形式的铸铁的生产中，而且也可用于生产多种其它金属。

该取样装置优选地适宜于和 US-A-4,667,725 中所公开的 CGI 生产方法联合使用。

图 1

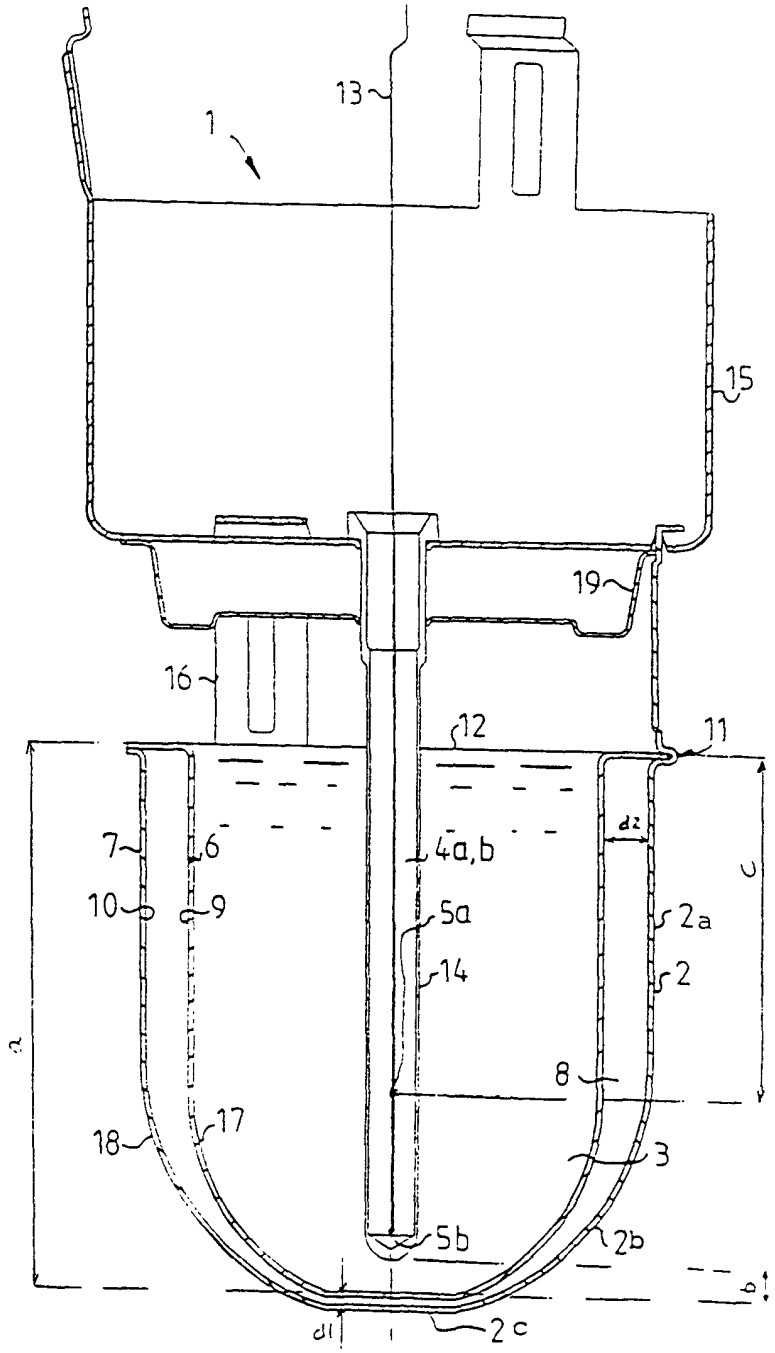


图 2

