



УДК 53.083:532.13

DOI 10.17073/0368-0797-2026-1-59-66



Оригинальная статья

Original article

ОСОБЕННОСТИ ВИСКОЗИМЕТРИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА МЕТОДОМ КРУТИЛЬНЫХ КОЛЕБАНИЙ*

А. Л. Бельтюков[✉], Н. В. Олянина

Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН (Россия, 426067, Удмуртская Республика, ул. им. Татьяны Барамзиной, 34)

✉ albeltyukov@udman.ru

Аннотация. Метод крутильных колебаний является наиболее распространенным методом изучения вязкости металлических расплавов при высоких температурах. Между тем, данные различных авторов, полученные этим методом, могут отличаться на несколько десятков процентов. Причины такого расхождения заключаются в особенностях метода, которые влияют на результаты измерений условий эксперимента. В настоящей работе рассмотрено влияние граничных условий на верхней границе расплава и способов предварительной подготовки образца на результаты измерений вязкости. Показано, что при определенных условиях эксперимента на политермах могут возникать аномалии, имеющие методическую природу. Рассмотренные особенности эксперимента являются следствием пленочных эффектов, явлений смачивания и необратимых процессов в системе расплав – тигель. Предложены методические приемы, позволяющие выявить и исключить их влияние на результаты вискозиметрии. Пленочные эффекты обусловлены изменением состояния поверхности расплава в результате образования вязкой пленки. Для их исключения измерения вязкости следует проводить с применением различных граничных условий на верхней границе расплава. Влияние явлений смачивания вызвано образованием мениска верхней границы расплава. При измерении вязкости в тиглях с крышкой на расплаве исключение влияния смачивания возможно подбором режимов предварительного переплава, либо подбором массы крышки. Необратимые процессы в системе расплав – тигель связаны с постепенным разрушением тигля при охлаждении образца ниже температуры кристаллизации из-за высокой адгезии сплава к стенкам тигля и различий коэффициентов теплового расширения. Для их исключения предложен режим переплава образца с перегревом расплава до максимальной температуры, предполагаемой в последующем цикле измерений, и охлаждением до температуры на 100 °С ниже температуры затвердевания.

Ключевые слова: расплав, вязкость, метод крутильных колебаний, декремент затухания, аномалии политерм, вязкая пленка, мениск, адгезия

Для цитирования: Бельтюков А.Л., Олянина Н.В. Особенности вискозиметрического эксперимента методом крутильных колебаний.

Известия вузов. Черная металлургия. 2026;69(1):59–66. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2026-1-59-66>

* По материалам XVI Международной научной конференции «Физико-химические основы металлургических процессов» имени академика А.М. Самарина.

FEATURES OF VISCOSIMETRIC EXPERIMENT BY THE OSCILLATING-CUP METHOD*

A. L. Belyukov[✉], N. V. Olyanina

Udmurt Federal Research Center of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (34 Tat'yany Baramzinoi Str., Izhevsk, Udmurtian Republic 426067, Russian Federation)

✉ albeltyukov@udman.ru

Abstract. The oscillating-cup method is the most common method for studying the metallic melts viscosity at high temperatures. However, the data obtained by different authors using this method may differ by several tens of percent. The reasons for this lie in the features of the method which lead to the influence of experimental conditions on the measurement results. In this paper, the boundary conditions influence at the melt upper boundary and processes of preliminary sample preparation on the viscosity measurements results is considered. It is shown that under certain experimental conditions, anomalies of a methodological nature can occur on polytherms. The considered features of the experiment are a consequence of film effects, wetting phenomena and irreversible processes in the melt-crucible system. Methodological processes are proposed that allow us to identify and eliminate their influence on the viscosimetry results. Film effects are caused by changes in the melt surface condition as a result of formation of a viscous film. To eliminate them, viscosity measurements should be carried out using different boundary conditions

at the melt upper boundary. The wetting phenomena influence is caused by the meniscus formation at the upper boundary of the melt. When measuring viscosity in crucibles with a lid on the melt, the wetting influence can be eliminated by selecting the modes of preliminary remelting or by selecting the lid mass. Irreversible processes in the melt-crucible system are associated with the crucible gradual destruction when the sample is cooled below the crystallization temperature due to the high adhesion of the alloy to the crucible walls and differences in their thermal expansion coefficients. To eliminate them, the authors proposed a mode of the sample remelting with overheating of the melt to the maximum temperature expected in the subsequent measurement cycle and cooling to a temperature 100 °C below its solidification temperature.

Keywords: melt, viscosity, oscillating-cup method, damping decrement, anomalies on the polytherm, viscous film, meniscus, adhesion

For citation: Beltyukov A.L., Olyanina N.V. Features of viscosimetric experiment by the oscillating-cup method. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2026;69(1):59–66. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2026-1-59-66>

* Based on the materials of the 16th International Scientific Conference “Physicochemical Foundations of Metallurgical Processes” named after Academician A.M. Samarin.

ВВЕДЕНИЕ

Измерения вязкости в связи с высокой её чувствительностью к изменениям структуры часто используются при изучении строения и физико-химическом анализе жидких систем [1; 2]. Высокая эффективность вискозиметрии, как способа физико-химического анализа жидкостей, была отмечена ещё Н.С. Курнаковым. Наряду с другими структурно-чувствительными свойствами, измерения вязкости заложены в основу концепции экспериментальной физикохимии металлических расплавов, развитой в работах М.А. Самарина и его школы [3]. Особое внимание в проблеме изучения физико-химических свойств уделялось методическим задачам [4], направленным на повышение достоверности результатов экспериментальных исследований. Эти задачи не теряют своей актуальности в связи с постоянно возрастающими требованиями к эксперименту по причине интенсивного развития теории жидкого состояния, методов и возможностей моделирования и прогнозирования, в том числе с применением машинного обучения [5], а также развитием технологических процессов получения материалов.

Наиболее распространенным и надежным методом определения вязкости металлических расплавов при высоких температурах (1000 – 1800 °C) является метод крутильных колебаний цилиндрического стаканчика с расплавом. На базе этого метода созданы экспериментальные установки [6 – 9], в основном различающиеся способами регистрации параметров колебаний и обработки экспериментальных данных. Наиболее часто вычисления вязкости производятся с использованием математического аппарата, разработанного Е.Г. Швидковским [10] и R. Roscoe [11]. По данным разных авторов, расчетная общая относительная погрешность определения абсолютных значений вязкости составляет от 0,7 до 15 %. Несмотря на столь высокую заявляемую точность измерений, данные разных исследований вязкости расплавов, особенно чистых жидких металлов, могут различаться на несколько десятков процентов [12; 13]. Причиной этого может быть следствие сильного влияния на вязкость как малых неконтролируемых концентраций

примесей, так и условий проведения эксперимента и способа обработки данных.

Применительно к результатам вискозиметрии дискуссионным остается вопрос природы аномального поведения температурных зависимостей вязкости, которое проявляется в виде резких изменений (скачков) значений свойств в режиме нагрева и/или охлаждения расплава, изломов, перегибов, гистерезисе политерм и др. Часто аномалии связываются с изменениями структуры расплава. Дискуссия о возможности и природе структурных переходов в металлических расплавах была проведена на страницах журнала «Известия вузов. Черная металлургия» еще в 1985 г. [14 – 17]. При этом большинство сторонников идеи структурных переходов основывались на аномальном поведении различных физико-химических свойств расплавов, в том числе и вязкости. Сообщения об аномальном поведении политерм вязкости, связанным с изменениями структуры расплава, регулярно появляются и в настоящее время [18 – 20], но единого мнения об их природе по-прежнему нет. В большей степени это связано с противоречивостью данных, получаемых разными авторами [21].

В работах [21; 22] показано, что аномалии температурных зависимостей вязкости могут быть вызваны методическими особенностями вискозиметрического эксперимента. Выявление и исключение последних имеет важное значение как для экспериментальной физикохимии расплавов, так и дальнейшего развития теории жидкого состояния.

В настоящей работе рассмотрены методические приемы, позволяющие выявить и исключить непосредственно в эксперименте влияние на полученные результаты таких явлений, как пленочные эффекты, явление смачивания, взаимодействие расплава с материалом тигля (высокая адгезия). Описанные подходы апробированы на ряде чистых металлов, бинарных и многокомпонентных систем.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Вязкость расплавов определяли методом крутильных колебаний в варианте Е.Г. Швидковского [10] на

автоматизированной установке [23] с оптической системой регистрации. Все измерения проводили в защитной атмосфере гелия. В качестве тиглей использовали цилиндрические стаканчики из Al_2O_3 внутренним диаметром ~ 17 мм и высотой 42 мм. Все тигли проверяли на отсутствие эллиптичности и конусности измерением внутреннего диаметра вблизи дна и на полувысоте тигля. Температурные зависимости вязкости измеряли в режиме нагрева и последующего охлаждения со ступенчатым изменением температуры. С целью достижения расплавом равновесного состояния перед измерениями на каждой температуре проводились изотермические выдержки не менее 10 мин.

При расчете вязкости с помощью численных методов решали уравнение [10; 23]

$$f(v) = \text{Re}(L) + \frac{\delta}{2\pi} \text{Im}(L) - 2I \left(\frac{\delta}{\tau} - \frac{\delta_0}{\tau_0} \right) = 0,$$

где I – момент инерции подвесной системы; δ , τ , δ_0 , τ_0 – декремент затухания и период колебаний подвесной системы с расплавом и без расплава соответственно; $\text{Re}(L)$ и $\text{Im}(L)$ – действительная и мнимая части функции трения; v – кинематическая вязкость жидкости. Для исключения влияния на результаты измерения внешнего трения подвесной системы в инертном газе, δ_0 и τ_0 определяли экспериментально при тех же условиях, при которых проводились измерения δ и τ . Высоту расплава в тигле вычисляли по формуле

$$H = \frac{m}{\pi R^2 \rho},$$

где m , R – масса и радиус образца; ρ – плотность расплава. Радиус и высоту образца определяли с учетом

термического коэффициента расширения материала тигля.

При измерениях вязкости выполнялись условия: $H > 2R$ и $\xi = R \sqrt{\frac{2\pi}{\tau v}} > 8$. Выполнение первого условия

позволяет исключить влияние вторичных течений в расплаве на крутильные колебания [10]. Выполнение второго условия обеспечивает минимальную погрешность определения вязкости, связанную с погрешностью измерения декремента затухания [23].

Общая относительная погрешность определения значений кинематической вязкости, рассчитанная по методике, изложенной в работе [23], не превышает 4 % при погрешности единичного эксперимента не более 2 %.

РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Измерения вязкости в тиглях с крышкой на верхней границе расплава

При измерении вязкости методом крутильных колебаний в стандартных условиях эксперимента жидкий образец находится внутри цилиндрического тигля и имеет свободную верхнюю границу (рис. 1, а). В ходе опыта расплав контактирует с боковой стенкой тигля и его дном, т. е. реализуются боковая и одна торцевая поверхности трения. Однако в ходе эксперимента на поверхности расплава может образоваться вязкая пленка (например, оксидная). Поскольку вязкость такой пленки много выше вязкости самого расплава, она будет выполнять роль второй торцевой поверхности трения. Наличие вязкой пленки приведет к дополнительной диссипации механической энергии крутильных колеба-

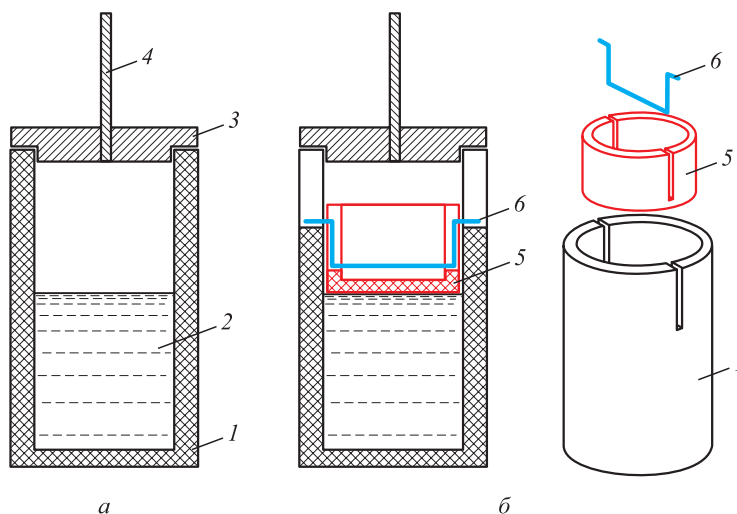


Рис. 1. Схема тигля с расплавом в опытах без крышки (а) и с крышкой (б) на верхней границе расплава: 1 – тигель, 2 – расплав, 3 – держатель тигля, 4 – шток, 5 – крышка, 6 – скоба

Fig. 1. Scheme of a crucible with the melt in experiments without (a) and with a lid (b) at the melt upper boundary: 1 – crucible, 2 – melt, 3 – crucible holder, 4 – rod, 5 – lid, 6 – clamp

ний подвесной системы вискозиметра и, следовательно, завышению значений логарифмического декремента затухания и, соответственно, получаемой вязкости [24].

Для выявления пленочных эффектов при измерении вязкости использовали тигли с крышкой, плавающей на расплаве (рис. 1, б). Крышки изготавливали из цилиндрических стаканчиков из Al_2O_3 внешним диаметром на 0,5 – 0,8 мм меньшим внутреннего диаметра тигля. Крышка может свободно перемещаться вдоль вертикальной оси тигля, компенсируя тепловое расширение расплава. Возможность вращения крышки относительно тигля исключена. В опытах с крышкой на расплаве реализуются граничные условия с боковой и двумя торцевыми поверхностями трения [10].

Влияние пленочных эффектов на результаты измерения вязкости продемонстрировано на рис. 2 на примере жидкого сплава $Fe_{70}Si_{15}B_{15}$. В опыте без крышки (рис. 2, а) на полтермах декремента затухания наблюдаются anomalно резкие изменения значений вблизи 1550 °С при нагреве и ниже 1370 °С при охлаждении расплава. В опыте с крышкой на верхней границе расплава (рис. 2, б) температурные зависимости декремента затухания имеют монотонный вид без каких-либо особенностей. В опыте с одной торцевой поверхностью трения (верхняя граница расплава предполагается свободной) на поверхности образца присутствует вязкая пленка, что и приводит к завышенным значениям

декремента затухания. Резкое снижение декремента при нагреве расплава обусловлено сменой граничных условий на верхней границе расплава, т. е. переходом от двух торцевых поверхностей трения к одной. Смена граничных условий вызвана разрушением поверхностной пленки при нагреве и её восстановлением при охлаждении расплава. В предельном случае, когда вязкая пленка неподвижна относительно тигля, её наличие можно учесть при вычислении вязкости, вводя вторую торцевую поверхность трения [10; 23]. По зависимости $\delta(t)$, приведенной на рис. 2, а, рассчитана полтерма вязкости в предположении изменяющихся в ходе эксперимента граничных условий на верхней границе расплава: при нагреве от ликвидуса до 1550 °С – две торцевых поверхности трения; от 1550 до 1680 °С – одна торцевая поверхность; при охлаждении от 1680 до 1370 °С – одна торцевая поверхность; ниже 1300 °С – две торцевых поверхности трения. Полученная по такой схеме расчетная температурная зависимость кинематической вязкости (рис. 3, кривая 1) имеет монотонный вид и хорошо согласуется с зависимостью $\nu(t)$, полученной в опыте с крышкой на верхней границе расплава (рис. 3, кривая 2).

Таким образом, измерения вязкости в опытах с различными граничными условиями на верхней границе расплава (без крышки и с крышкой) позволяют выявить и исключить влияние на результаты измерений

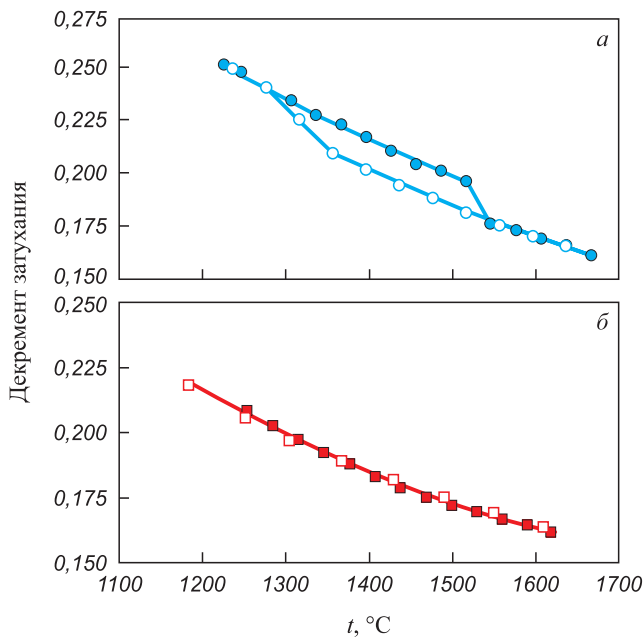


Рис. 2. Температурные зависимости декремента затухания тигля с жидким сплавом $Fe_{70}Si_{15}B_{15}$ в опытах без крышки (а) и с крышкой (б) на верхней границе расплава.

Закрашенными символами обозначены точки, полученные в режиме нагрева, не закрашенными – в режиме охлаждения

Fig. 2. Temperature dependences of the damping decrement of a crucible with liquid $Fe_{70}Si_{15}B_{15}$ alloy in experiments without (a) and with a lid (b) at the melt upper boundary. Filled symbols indicate points obtained in heating mode, unfilled symbols – in cooling mode

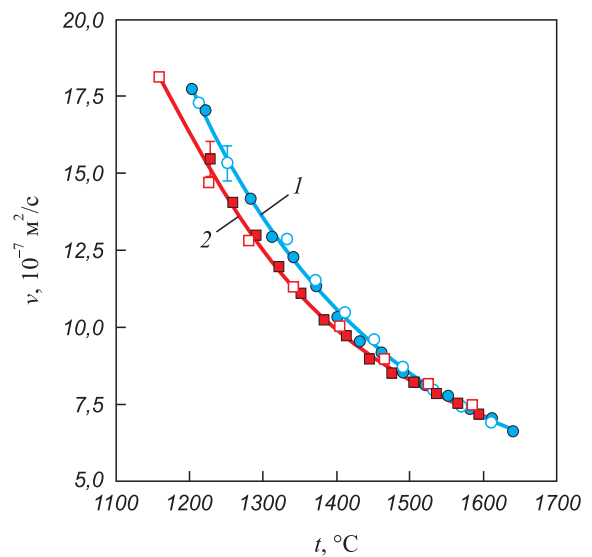


Рис. 3. Температурные зависимости вязкости расплава $Fe_{70}Si_{15}B_{15}$: 1 – рассчитана по данным декремента затухания, полученным в опыте без крышки (рис. 2, а) с учетом изменяющихся в ходе опыта граничных условий на верхней границе расплава; 2 – рассчитана по данным декремента, полученным в опыте с крышкой на расплаве (рис. 2, б)

Fig. 3. Temperature dependences of $Fe_{70}Si_{15}B_{15}$ melt viscosity: 1 – calculated using the damping decrement data obtained in the experiment without a lid (Fig. 2, a) taking into account the boundary conditions at the melt upper boundary changing during the experiment; 2 – calculated using the damping decrement data obtained in the experiment with a lid on the melt (Fig. 2, б)

пленочных эффектов. Для более корректного определения значений вязкости измерения следует проводить без крышки и с крышкой на верхней границе расплава. Совпадение полученных данных подтвердит их достоверность.

Влияние на результаты измерений вязкости явлений смачивания

Явления смачивания в наибольшей степени проявляются при исследовании расплавов, обладающих низким либо высоким смачиванием материала тигля за счет образования мениска на границе расплава и боковой стенки тигля [25; 26].

Влияние явлений смачивания на результаты измерения вязкости показано на рис. 4, где приведены температурные зависимости вязкости расплава $Co_{81}B_{10}Si_9$, полученные в режиме термоциклирования с многократным повторением циклов нагрев – охлаждение на одном образце. Измерения проводили в тиглях с крышкой на расплаве. При термоциклировании на политермах, полученных в режиме нагрева образца от комнатной температуры, наблюдается аномалия в виде перегиба с последующим гистерезисом политермы в режиме охлаждения (рис. 4, кривые 1 и 2).

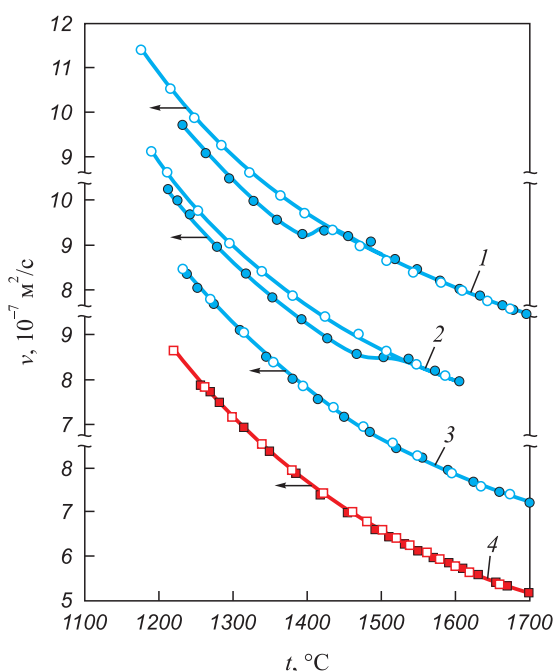


Рис. 4. Зависимости вязкости жидкого сплава $Co_{81}B_{10}Si_9$ от температуры при термоциклировании: 1, 2, 3 – первый, второй и пятый циклы измерений на одном образце с его охлаждением между циклами до комнатной температуры; 4 – цикл измерений после охлаждения до 1000 °C

Fig. 4. Temperature dependences of liquid $Co_{81}B_{10}Si_9$ alloy viscosity during thermal cycling: 1, 2, 3 – first, second and fifth measurement cycles on one sample with its cooling between cycles to room temperature; 4 – measurement cycle after cooling to 1000 °C

В повторных циклах измерений, проводимых в одинаковых условиях эксперимента, аномалия смещается в область более высоких температур, а величина эффекта уменьшается вплоть до полного исчезновения (рис. 4, кривая 3). Политермы вязкости, полученные в циклах измерений после охлаждения образца до температур 700 – 1100 °C, имеют монотонный характер без каких-либо особенностей (рис. 4, кривая 4).

На рис. 5 приведены фотографии слитков сплавов, полученных в тигле с крышкой после различного перегрева расплава. На слитке, полученном после нагрева до температуры 1380 °C (ниже температуры перегиба политермы), видна зона, не контактирующая со стенками тигля и крышки. При небольшом перегреве выше температуры ликвидуса в результате плохого смачивания расплав не имеет контакта с боковой стенкой вблизи крышки и частично крышкой по её периметру, образуя мениск в этой зоне. Слиток, полученный охлаждением расплава, нагретого до 1600 °C (выше температуры перегиба политермы вязкости), имеет цилиндрическую форму, следовательно, в данном опыте вся поверхность образца находилась в контакте со стенками тигля и крышки. Математическая модель, заложенная в метод крутильных колебаний [10], предполагает цилиндрическую форму жидкого образца и отсутствие проскальзывания расплава в зоне его контакта со стенками тигля в процессе измерений. Образование мениска при низкой степени смачивания приводит к уменьшению площади контакта расплава и боковой стенки тигля и, соответственно, занижению получаемых значений вязкости. Перегиб температурных зависимостей вязкости, приведенных на рис. 4, является следствием увеличения площади зоны контакта расплавом стенок тигля и крышки.

При измерении вязкости в тиглях с крышкой на верхней границе расплава исключение влияния смачивания возможно за счет подбора режимов предварительного переплава расплава или подбора массы крышки. При подборе массы крышки последняя должна быть достаточна для придания верхней границе расплава плоской

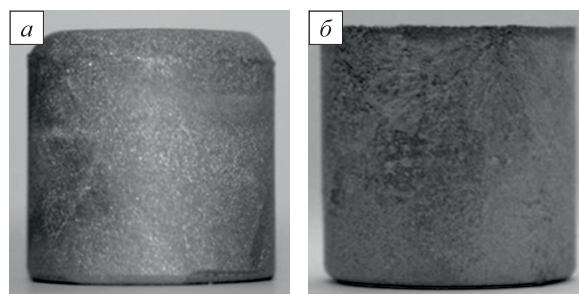


Рис. 5. Фотографии слитков сплава $Co_{81}B_{10}Si_9$, полученных охлаждением расплава после нагрева до температур 1380 °C (а) и 1700 °C (б)

Fig. 5. Photographs of $Co_{81}B_{10}Si_9$ alloy ingots obtained by cooling the melt after heating to 1380 °C (a) and 1700 °C (b)

формы и расплав не должен выдавливаться между боковыми стенками тигля и крышки.

Исследования расплавов с высокой адгезией к стенкам тигля

Обычно перед измерением вязкости проводится гомогенизирующий переплав образца при существенном перегреве выше ликвидуса сплава с последующим охлаждением до комнатной температуры. Далее проводится несколько циклов измерений. Каждый цикл начинается и завершается комнатной температурой. Применительно к некоторым системам описанную схему эксперимента реализовать не удается в связи с разрушением тигля при первых циклах нагрев – охлаждение. В таких случаях измерения свойств обычно проводят только в режиме охлаждения после нагрева расплава до максимальной температуры. В частности, данная проблема возникает при изучении расплавов системы Co–Si. Используемые в работе тигли не выдерживали больше двух циклов измерений. После третьего цикла

на стенках тигля наблюдались трещины, иногда разрушение тигля происходило в ходе измерений.

На рис. 6 приведены температурные зависимости декремента затухания тигля с жидким сплавом $\text{Co}_{68}\text{Si}_{32}$, полученные при двух циклах нагрев – охлаждение без предварительного переплава сплава. В первом цикле измерений (рис. 6, кривая 1) на температурной зависимости декремента затухания в режиме нагрева наблюдается перегиб в области 1450 – 1480 °С и гистерезис политерм при последующем охлаждении ниже 1480 °С. При повторном нагреве (рис. 6, кривая 2) температурная зависимость декремента имеет монотонный характер и наблюдается лишь незначительный гистерезис политерм. После этого эксперимента при визуальном осмотре на стенках тигля выявлено наличие трещин. После механического разрушения тигля на поверхности слитка присутствовали трудноотделимые частицы материала тигля. На основе этих наблюдений сделано заключение, что разрушение тигля начинается уже после первого цикла измерений и происходит преимущественно при охлаждении образца ниже температуры кристаллизации из-за высокой адгезии расплава к стенкам тигля и существенной разницы коэффициентов теплового расширения твердого сплава и материала тигля. Начало разрушения тигля является причиной небольшого гистерезиса политерм при втором цикле измерений (рис. 6, кривая 2). Гистерезис политерм нагрева и охлаждения, полученных в первом цикле измерений (рис. 6, кривая 1), свидетельствует о необратимых процессах, происходящих в расплаве. В частности, может быть следствием неомогенности расплава после плавления, связанной с металлургической наследственностью исходных шихтовых материалов [27]. В данном опыте первый цикл измерений фактически является предварительным переплавом образца.

Для исключения разрушения тигля применена схема эксперимента, по которой переплав образца в тигле производится с нагревом до максимальной температуры, предполагаемой в последующем цикле измерений, и охлаждением до температуры на 100 °С ниже температуры затвердевания расплава. Далее проводятся измерения в режиме нагрев – охлаждение. Агрегатное состояние образца контролируется по значениям декремента затухания. На рис. 6 приведена температурная зависимость декремента затухания тигля с расплавом $\text{Co}_{68}\text{Si}_{32}$, полученная после переплава образца в течение 10 мин при 1650 °С с охлаждением перед циклом измерений до 1150 °С. В этих условиях экспериментальные политермы декремента затухания, полученные при нагреве и последующем охлаждении, совпадают и имеют монотонный характер без каких-либо особенностей.

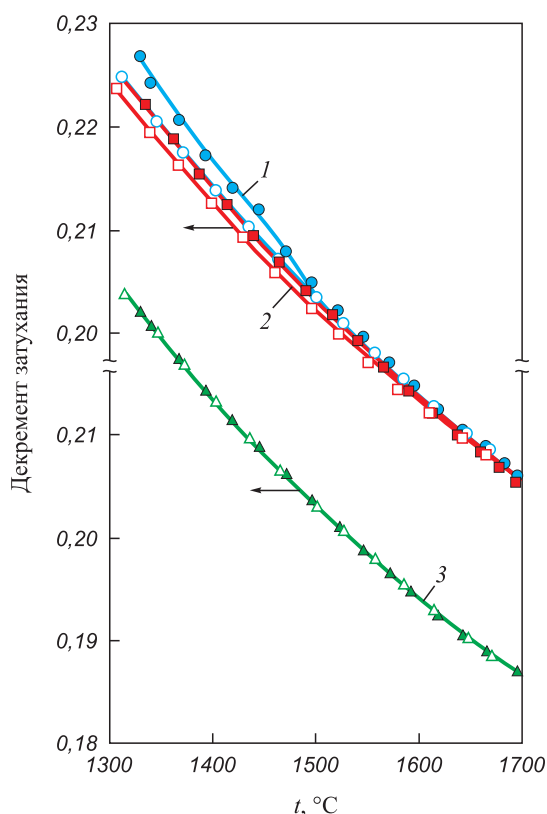


Рис. 6. Температурные зависимости декремента затухания тигля с жидким сплавом $\text{Co}_{68}\text{Si}_{32}$: 1, 2 – получены при первом и втором циклах нагрев – охлаждение без предварительного переплава; 3 – получена после переплава по предложенной схеме

Fig. 6. Temperature dependences of the damping decrement of a crucible with liquid $\text{Co}_{68}\text{Si}_{32}$ alloy: 1, 2 – obtained during the first and second heating-cooling cycles without preliminary remelting; 3 – obtained after remelting according to the proposed scheme

Выводы

Показано влияние граничных условий на верхней границе расплава и способов предварительной под-

готовки образца на результаты измерений вязкости металлических расплавов методом крутильных колебаний. При определенных условиях эксперимента на политермах могут возникать аномалии, имеющие методическую природу. Рассмотренные особенности эксперимента являются следствием пленочных эффектов, явлений смачивания и необратимых процессов, происходящих в расплаве или системе расплав – тигель.

Пленочные эффекты обусловлены изменением состояния поверхности расплава в результате образования либо разрушения вязкой пленки. Для их выявления и исключения в процессе опыта измерения вязкости следует проводить с применением различных граничных условий на верхней границе расплава (без крышки и с крышкой на расплаве).

Влияние явлений смачивания на результаты измерения вязкости вызвано искривлением верхней границы расплава в результате образования мениска при низкой либо высокой степени смачивания расплавом стенок тигля и, соответственно, изменением площади контакта жидкости с боковой стенкой тигля. При измерении вязкости в тиглях с крышкой на верхней границе расплава исключение влияния смачивания возможно подбором режимов предварительного переплава расплава либо подбором массы крышки.

Высокая адгезия сплава к стенкам тигля и существенное различие их коэффициентов теплового расширения ведут к разрушению тигля при охлаждении образца ниже температуры кристаллизации. Начало разрушения тигля приводит к необратимым процессам в системе расплав – тигель и отражается на гистерезисе политерм вязкости. Для исключения этих процессов предложен режим предварительного переплава образца с перегревом расплава до максимальной температуры, предполагаемой в последующем цикле измерений, и охлаждением до температуры на 100 °С ниже температуры его затвердевания.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Фиалков Ю.Я. Физико-химический анализ жидких систем и растворов. Киев: Наукова думка; 1992:245.
2. Шешуков О.Ю., Невидимов В.Н., Некрасов И.В., Метелкин А.А., Цепелев В.С. Развитие исследований физико-химических свойств оксидных и металлических расплавов. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2025;68(1):76–83. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2025-1-76-83>
Sheshukov O.Yu., Nevidimov V.N., Nekrasov I.V., Metelkin A.A., Tsepelev V.S. Development of research on the physico-chemical properties of oxide and metal melts. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2025;68(1):76–83. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2025-1-76-83>
3. Вертман А.А., Самарин А.М. Свойства расплавов железа. Москва: Наука; 1969:260.
4. Вертман А.А., Самарин А.М. Методы исследования свойств металлических расплавов. Москва: Наука; 1969:197.
5. Kondratyuk N., Ryltsev R., Ankudinov V., Chtchelkatchev N. First-principles calculations of the viscosity in multicomponent metallic melts: Al-Cu-Ni as a test case. *Journal of Molecular Liquids*. 2023;380:121751. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.121751>
6. Brooks R.F., Dinsdale A.T., Quedsted P.N. The measurement of viscosity of alloys – A review of methods, data and models. *Measurement Science and Technology*. 2005;16:354–362. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/16/2/005>
7. Kehr M., Hoyer W., Egly I. A New high-temperature oscillating cup viscometer. *International Journal of Thermophysics*. 2007;28:1017–1025. <https://doi.org/10.1007/s10765-007-0216-9>
8. Sato Y. Representation of the viscosity of molten alloy as a function of the composition and temperature. *Japanese Journal of Applied Physics*. 2011;50(11S):11RD01. <https://doi.org/10.1143/JJAP.50.11RD01>
9. Коначков В.В., Цепелев В.С., Вьюхин В.В., Поводатор А.М., Подольская А.И. Автоматизированная установка для изучения кинематической вязкости высокотемпературных металлических расплавов. *Приборы и техника эксперимента*. 2011;(2):149–150.
Konashkov V.V., Tsepelev V.S., V'yukhin V.V., Povodator A.M., Podol'skaya A.I. A computer-aided plant for studying the kinematic viscosity of high-temperature metallic melts. *Instruments and Experimental Techniques*. 2011;54(2):284–285. <https://doi.org/10.1134/S0020441211020187>
10. Швидковский Е.Г. Некоторые вопросы вязкости жидких металлов. Москва: Гостехиздат; 1955:208.
11. Roscoe R. Viscosity determination by the oscillating vessel method I: Theoretical considerations. *Proceedings of the Physical Society*. 1958;72(4):576–584. <http://iopscience.iop.org/0370-1328/72/4/312>
12. Assael M.J., Kakosimos K., Banish R.M., Brillo J., Egly I., Brooks R., Quedsted P.N., Mills K.C., Nagashima A., Sato Y., Wakeham W.A. Reference data for the density and viscosity of liquid aluminum and liquid iron. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*. 2006;35(1):285–300. <https://doi.org/10.1063/1.2149380>
13. Assael M.J., Armyra I.J., Brillo J., Stankus S.V., Wu J., Wakeham W.A. Reference data for the density and viscosity of liquid cadmium, cobalt, gallium, indium, mercury, silicon, thallium, and zinc. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*. 2012;41(3):033101. <http://dx.doi.org/10.1063/1.4729873>
14. Островский О.И., Григорян В.А. О структурных превращениях в металлических расплавах. *Известия вузов. Черная металлургия*. 1985;28(5):1–12.
Ostrovskii O.I., Grigoryan V.A. On structural transformations in metallic melts. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1985;28(5):1–12. (In Russ.).
15. Клименков Е.А., Баум Б.А. О возможности скачкообразных изменений структуры расплавов железа. *Известия вузов. Черная металлургия*. 1985;28(5):12–17.
Klimenkov E.A., Baum B.A. On the possibility of leap changes in structure of iron melts. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1985;28(5):12–17. (In Russ.).
16. Базин Ю.А., Замятин В.М., Насыров Я.А., Емельянов А.В. О структурных превращениях в жидком алюминии. *Известия вузов. Черная металлургия*. 1985;28(5):28–33.

- Bazin Yu.A., Zamyatin V.M., Nasyirov Ya.A., Emel'yanov A.V. On structural transformations in liquid aluminum. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1985;28(5):28–33. (In Russ.).
17. Новохатский И.А., Кисунько В.З., Ладьянов В.И. Особенности проявлений различных типов структурных превращений в металлических расплавах. *Известия вузов. Черная металлургия*. 1985;28(9):1–9.
- Novokhatskii I.A., Kisun'ko V.Z., Lad'yanov V.I. Features of demonstration of various types of structural transformations in metal melts. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1985;28(9): 1–9. (In Russ.).
18. Chu W., Shang J., Yin K., Ren N., Hu L., Zhao Y., Dong B. Generality of abnormal viscosity drop on cooling of CuZr alloy melts and its structural origin. *Acta Materialia*. 2020;196:690–703.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.07.018>
19. Тягунов А.Г., Барышев Е.Е., Тягунов Г.В., Мушников В.С., Цепелев В.С. Систематизация политерма физических свойств металлических расплавов. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2017;60(4):310–317.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-4-310-317>
- Tyagunov A.G., Baryshev E.E., Tyagunov G.V., Mushnikov V.S., Tsepelev V.S. Systematization of physical properties polytherms of metallic melts. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2017;60(4):310–317. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-4-310-317>
20. Bai Y., Hu L., Qin J., Wang Z., Song K. General role of rare earth elements in dynamic characteristic of series of FeB-based bulk-glass-forming liquids. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2021;572:121119.
<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2021.121119>
21. Бельтюков А.Л., Гончаров О.Ю., Ладьянов В.И. Особенности политерма вязкости расплавов Fe-B. *Журнал физической химии*. 2017;91(10):1706–1711.
- Bel'tyukov A.L., Goncharov O.Yu., Lad'yanov V.I. Features of polytherms of the viscosity of Fe–B melts. *Russian Journal of Physical Chemistry A*. 2017;91(10):1919–1924.
<https://doi.org/10.1134/S0036024417100065>
22. Олянина Н.В., Бельтюков А.Л., Гончаров О.Ю., Ладьянов В.И. Влияние поверхностной пленки на результаты измерения вязкости расплава $Co_{83}B_{17}$ методом крутильных колебаний. *Расплавы*. 2012;(2):83–90.
- Olyanina N.V., Beltyukov A.L., Goncharov O.Yu., Lad'yanov V.I. Influence of the surface film on the measurement results of viscosity of $Co_{83}B_{17}$ melt by method of torsional vibrations. *Rasplavy*. 2012;(2):83–90. (In Russ.).
23. Бельтюков А.Л., Ладьянов В.И. Автоматизированная установка для определения кинематической вязкости металлических расплавов. *Приборы и техника эксперимента*. 2008;(2):155–161.
- Bel'tyukov A.L., Lad'yanov V.I. An automated setup for determining the kinematic viscosity of metal melts. *Instruments and Experimental Techniques*. 2008;51(2):304–310.
<https://doi.org/10.1134/S0020441208020279>
24. Бескачко В.П., Вяткин Г.П., Писарев Н.М., Щека А.И. Влияние поверхностных пленок на результаты измерения вязкости по методу Швидковского I. Теория. *Расплавы*. 1990;(6):3–8.
- Beskachko V.P., Vyatkin G.P., Pisarev N.M., Shcheka A.I. Influence of surface films on the results of viscosity measurements by the Shvidkovsky method I. Theory. *Rasplavy*. 1990;(6):3–8. (In Russ.).
25. Nunes V.M.B., Lourenco M.J.V., Santos F.J.V., Nieto de Castro C.A. The meniscus effect in viscosity determinations by the oscillating cup method. *High Temperatures – High Pressures*. 2003;35-6(1):75–80.
<https://doi.org/10.1068/htjr083>
26. Бельтюков А.Л., Олянина Н.В., Ладьянов В.И. Особенности измерения вязкости металлических расплавов методом крутильных колебаний. *Расплавы*. 2016;2:176–184.
- Bel'tyukov A.L., Olyanina N.V., Lad'yanov V.I. Torsional vibration measurement of the viscosity of a metallic melt. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2016;2016(2):156–161.
<https://doi.org/10.1134/S0036029516020026>
27. Баум Б.А., Хасин Г.А., Тягунов Г.В. и др. Жидкая сталь. Москва: Металлургия; 1984:208.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Анатолий Леонидович Бельтюков, к.ф.-м.н., ведущий научный сотрудник, Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-5764-454X
E-mail: albeltyukov@udman.ru

Наталья Владимировна Олянина, к.ф.-м.н., научный сотрудник, Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-5344-4815
E-mail: oljanina@mail.ru

Anatolii L. Beltyukov, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Leading Researcher, Udmurt Federal Research Center of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-5764-454X
E-mail: albeltyukov@udman.ru

Natalia V. Olyanina, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Research Associate, Udmurt Federal Research Center of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-5344-4815
E-mail: oljanina@mail.ru

Поступила в редакцию 24.04.2025
 После доработки 20.05.2025
 Принята к публикации 20.11.2025

Received 24.04.2025
 Revised 20.05.2025
 Accepted 20.11.2025