

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **045881**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2024.01.12

(21) Номер заявки
202290384

(22) Дата подачи заявки
2022.02.02

(51) Int. Cl. **B22F 1/142** (2006.01)
B22F 3/14 (2006.01)
C21D 1/773 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНОГО КОЛИЧЕСТВА ГАЗА В ПОРОШКОВЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ**

(43) **2024.01.11**

(96) **2022000008 (RU) 2022.02.02**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**ПУБЛИЧНОЕ АКЦИОНЕРНОЕ
ОБЩЕСТВО "РУСПОЛИМЕТ" (ПАО
"РУСПОЛИМЕТ") (RU)**

(56) RU-C1-2650375
RU-C1-2720008
CN-A-107457400
JPS-A-61262499

(72) Изобретатель:
**Хлыбов Александр Анатольевич,
Беляев Евгений Сергеевич, Рябцев
Анатолий Данилович, Гетмановский
Юрий Андреевич, Беляева Сульгун
Сабуровна, Явтушенко Павел
Михайлович (RU)**

(57) Изобретение относится к порошковой металлургии, а именно к использованию в технологии ГИП. Решаемая задача - совершенствование процесса дегазации порошковых материалов при использовании технологии ГИП. Технический результат, на который направлено данное изобретение, заключается в изготовлении установки для дегазации порошка, предназначенной для применения в составе технологического процесса при изготовлении изделий из порошков и гранул различных материалов методом горячего изостатического прессования. Установка предназначена: для отработки режимов термической дегазации в вакууме порошков из сплавов на основе никеля или железа, а также других металлов и сплавов, обеспечивая при этом полноценную дегазацию с учетом физико-химических особенностей этого материала. Установка для изучения процесса дегазации состоит из контейнера для загрузки порошковой навески, помещаемой в контейнер (печь), подключения к вакуумной системе. После достижения рабочего высокого вакуума ($5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.) включают обогреватели печи и со скоростью не более $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ начинают нагрев с одновременным фиксированием глубины вакуума с помощью ионизационного датчика вакуума (ПМИ-1) с построением диаграммы. При появлении эмиссии нагрев следует прекратить и дождаться восстановления прежнего уровня вакуума. Далее нагрев продолжают до следующего начала десорбции хемосорбированных газов. Нагрев продолжают до температуры $500-600^\circ\text{C}$, чтобы зафиксировать другие выделения хемосорбированных или абсорбированных газов или убедиться в отсутствии дальнейших выделений. Фиксирование состава выделяющихся газов из навески порошка осуществляется масс-спектрометром STANFORD RESEARCH SYSTEMS RGA100. Полученный температурно-временной режим газовой выделений для данной партии порошка используют для дегазации капсул.

B1

045881

045881

B1

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к установкам для определения остаточного количества газа в порошковых металлических материалах.

Технология горячего изостатического прессования (далее ГИП) состоит из ряда этапов: заполнение капсулы порошковым материалом, вакуумная термическая дегазация порошка в капсуле, герметизация капсулы путем заварки загрузочного отверстия и последующее горячее уплотнение в условиях всестороннего сжатия.

Порошковые материалы, обладающие большой удельной поверхностью, склонны к адсорбции газов, с которыми они соприкасаются. Скорость процесса адсорбции очень большая и измеряется долями секунды. Поглощение газов возможно, как на стадии изготовления порошков, так и на этапе хранения и заполнения капсул. Очевидно, что при контакте порошка с воздухом основные газы, которые адсорбируются на поверхности это азот, кислород и водяной пар. Незначительное количество аргона также сорбируется поверхностью в связи со способом получения порошка.

Адсорбированные газы на поверхности порошка при выполнении цикла ГИП переходят в структуру получаемого изделия повышают уровень неметаллических включений. Наличие на поверхности гранул химических активных газов приводит к образованию на ней при повышенных температурах тонкой пленки окислов, пор и других структурных дефектов. В конечном итоге это приводит к ухудшению физико-механических характеристик.

Процесс сорбции и десорбции газов поверхностью порошка находится в равновесии при постоянных давлении и температуре. Увеличение температуры, уменьшение давления приводит к эмиссии газов. Получение данных о эмиссии порошком газов при различной температуре в вакууме это необходимая информация для назначения адекватных режимов дегазации порошков в капсуле перед ГИП. Научно-обоснованные режимы дегазации (температура и время) - это основа получения качественного компакта после ГИП.

Таким образом целью изобретения является повышение эффективности дегазации порошковых материалов за счет точного определения остаточного количества газа при различных температурах и временах дегазации. Для разработки оптимальных режимов дегазации необходимо изучить процессы десорбции газов при их термовакуумной обработке порошковых материалов.

Известно, (SU 15609358 A1) что повышение эффективности контроля дегазации достигается за счет точности определения остаточного количества газа и внутрипорового давления в заготовке. Для этого после засыпки порошка и установки пуансонов в полость матрицы последнюю закрывают крышками с резиновыми уплотнениями, после чего крышки поджимают к матрице гайками, в результате чего происходит герметизация полости матрицы. На стадии прессования производят непрерывное измерение высоты прессуемой заготовки и количества газа (воздуха), вытесненного из порошка. Степень дегазации получают при помощи пересчетных формул.

Недостатками вышеуказанного устройства является необходимость визуального контроля за положением высоты прессуемой заготовки; увеличения габаритов капсулы из-за установки дополнительных средств контроля за процессом дегазации;

Из уровня техники известна установка для заполнения и герметизации капсул с металлическим порошком SU 788539. Она снабжена обогреваемым желобом из газопоглощающего материала, в частности титана. Это исключает возможность обратного взаимодействия десорбируемых газов с поверхностью гранул.

Также из уровня техники известна установка для получения герметичных капсул с металлическим порошком для горячего изостатического прессования изделий и способ получения герметичных капсул с металлическим порошком для ГИП изделий RU 2650375 C1. Такое устройство имеет дополнительную камеру с инертным газом, которым заполняют капсулу для засыпки порошка. После проводят вакуумирование и нагрев капсулы. Это значительно усложняет процесс дегазации капсулы.

Решаемая задача - совершенствование процесса дегазации порошковых материалов при использовании технологии ГИП.

Технический результат, на который направленно данное изобретение, заключается в изготовлении установки для дегазации порошка предназначенной для применения в составе технологического оборудования технологического процесса при изготовлении изделий из порошков и гранул различных материалов методом горячего изостатического прессования.

Технический результат достигается тем, что в стенде для определения режима дегазации порошковых металлических материалов содержащем контейнеры для загрузки порошковой навески, вакуумной печи, обеспечивающей нагрев со скоростью не более $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ с одновременным фиксированием глубины вакуума ($5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.), при появлении эмиссии газов нагрев следует прекратить, дождаться восстановления прежнего уровня вакуума, масса навески порошка составляет 1-2 кг, далее нагрев, продолжают до следующего начала выделения газов и восстановления прежнего уровня вакуума, нагрев продолжают до температуры 700-1000 $^{\circ}\text{C}$, чтобы зафиксировать другие выделения хемосорбированных или абсорбированных газов или убедиться в отсутствии дальнейших выделений, фиксирование состава выделяющихся газов из навески порошка осуществляется масс-спектрометром STANFORD RESEARCH

SYSTEMS RGA100.

Установка предназначена для термической дегазации в вакууме порошков из сплавов на основе никеля или железа, а также других металлов и сплавов с температурой самовоспламенения на воздухе не более 650°C, обеспечивая при этом полноценную дегазацию с учетом физико-химических особенностей этого материала.

Для изучения процесса дегазации капсул с порошком для последующего горячего изостатического прессования предлагается использовать установку, принципиальная схема которой приводится на фиг. 1.

Установка состоит из контейнера (СТ1) для загрузки порошковой навески массой 1-2 кг, контейнер представляет собой трубу из жаропрочного сплава диаметром 80 мм, который оснащен водоохлаждаемым фланцевым соединением для подключения к вакуумной системе.

Контейнер с порошком размещается в печи с карборундовыми нагревателями мощностью 15 кВт, обеспечивающей температуру нагрева до 1250°C. Скорость нагрева печи задается программным ПИД-регулятором ТРМ251. Регистрация температуры производится в двух точках внутри испытательного объема, т.е. в навеске порошка и на поверхности вакуумной камеры.

Вакуумирование системы обеспечивается двумя золотниковыми насосами марки АВЗ. Получение высокого вакуума обеспечивается вакуумным паромасляным насосом НВДМ-100. Выход паромасляного насоса отделен от рабочего объема водоохлаждаемым отражателем для уменьшения загрязнения рабочего объема продуктами пиролиза вакуумного масла.

Измерение вакуума производится с помощью теплоэлектрического термопарного датчика (ПМТ-2) и ионизационного датчика с горячим катодом (ПМИ-1). Интерпретация, оцифровка и документирование данных с датчиков производится с помощью прибора ВИТ19ИТ2.

Фиксирование состава выделяющихся газов из навески порошка осуществляется масс-спектрометром STANFORD RESEARCH SYSTEMS RGA100.

Фиг. 1 - принципиальная схема установки: 1 - термоэлектрический преобразователь; 2 - печь электрическая; 3 - испытуемая навеска порошка; 4 - карборундовый нагреватель; Н1 - вакуумный механический плунжерный одноступенчатый насос; РА - вакуумметр ионизационный с горячим катодом (ПМИ-1); РТ - вакуумметр теплоэлектрический термопарный (ПМТ-2); VP - клапан проходной с ручным приводом; VP - затвор вакуумный; BL - отражатель водоохлаждаемый; ND - диффузионный паромаслянный насос; СТ1 - подогреваемая часть вакуумной системы; S - масс-спектрометр.

После загрузки навески порошка в контейнер СТ1 он посредством фланцевого соединения объединяется с основной вакуумной системой. Далее включают насос Н1 и открывают вакуумный кран VP1, тем самым проводят вакуумирование рабочего объема.

После достижения необходимого вакуума открывают кран VP2 и вакуумную заслонку VP1, а кран VP1 перекрывают и включают обогрев диффузионного паромасляного насоса и контролируют достижение вакуума необходимого для работы масс-спектрометра, не менее 10^{-6} Торр.

После достижения рабочего высокого вакуума ($5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.) включают обогреватели печи 2 и со скоростью не более 10°C/мин начинают нагрев с одновременным фиксированием глубины вакуума с помощью ионизационного датчика вакуума (ПМИ-1) с построением диаграммы.

При достижении температуры 100-150°C ожидается эмиссия кислорода и водяного пара, сорбированных поверхностью. При появлении эмиссии нагрев следует прекратить и дождаться восстановления прежнего уровня вакуума.

Далее нагрев продолжают до температуры 350-450°C и ожидают начала десорбции хемосорбированных газов: кислорода, водорода, азота, угарного газа. При появлении эмиссии нагрев следует прекратить и дождаться восстановления прежнего уровня вакуума.

Нагрев продолжают до температуры 700-1000°C, чтобы зафиксировать другие выделения хемосорбированных или абсорбированных газов или убедиться в отсутствии дальнейших выделений. На стальных порошках возможна эмиссия угарного газа вследствие химической реакции восстановления на поверхности частиц порошка.

При уменьшении вакуума нагрев останавливают, с фиксацией температуры остановки и качественного состава остаточных газов в объеме СТ1, до восстановления исходной глубины вакуума.

Выделение газов протоколируется с получением зависимостей вида, представленного на фиг. 2 - зависимость концентрации десорбированных газов из ультрадисперсного порошка железа.

По зависимости также определяют следующие параметры:

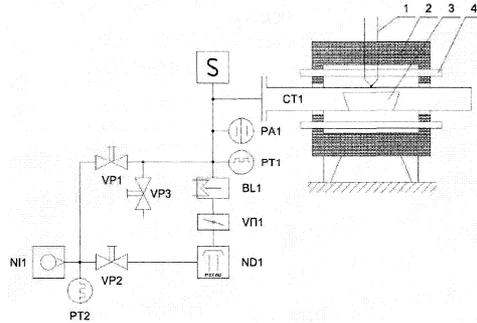
Общее количество выделившегося газа: 0,013 л;

Удельное газовыделение: 0,85 л/кг; 0,061 л/м²; Скорость нагрева в диапазоне температур: 3,16°C/с; Состав выделившегося газа, мас. %:

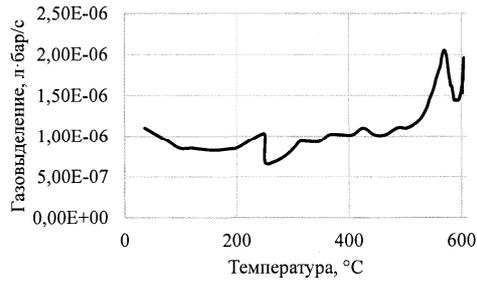
CO/N ₂	O ₂	H ₂	Ar
84,2	8,4	6,9	0,5

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ определения остаточного количества газа в порошковых металлических материалах, в котором используют стенд для определения режима дегазации порошковых металлических материалов содержащий контейнер для загрузки порошковой навески, вакуумной печи, обеспечивающей нагрев со скоростью не более $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ с одновременным фиксированием глубины вакуума ($5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.), отличающийся тем, что при появлении эмиссии газов нагрев прекращают, до восстановления прежнего уровня вакуума, причем масса навески порошка составляет 1-2 кг, далее нагрев продолжают до следующего начала выделения газов и восстановления прежнего уровня вакуума, нагрев продолжают до температуры $700-1000^{\circ}\text{C}$, чтобы зафиксировать другие выделения хемосорбированных или абсорбированных газов или убедиться в отсутствии дальнейших выделений, при этом фиксирование состава выделяющихся газов из навески порошка осуществляют масс-спектрометром STANFORD RESEARCH SYSTEMS RGA100.



Фиг. 1



Фиг. 2



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2