

КМХ поточных ПП нефти с периодичностью раз в десять дней согласно требованиям [2] был установлен следующий факт, что после двадцати четырех КМХ все показания отклонились и их можно охарактеризовать как смещение, при этом наблюдались и скачки. Таким образом, результаты КМХ стали близки к отрицательным, что, в свою очередь, привело к метрологическому отказу уже на тридцатом КМХ поточного ПП нефти. Поэтому после двадцать девятого КМХ уже стало ясно, что показания поточного ПП нефти требуют корректировки, не дожидаясь окончания межповерочного интервала поточного ПП, равного одному году.

В настоящее время существует проблема закрепления критерия наступления метрологического отказа по результатам предыдущих КМХ поточного ПП нефти в применяемой нормативной и регламентирующей документации в области КМХ поточных ПП нефти, применяемых в составе БИК СИКН.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

- ГОСТ 2517 - 2012. Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб. [Электронный ресурс]. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200103869>
- МИ 3532 - 2015. Рекомендация по определению массы нефти при учетных операциях с применением СИКН [Электронный ресурс]. – URL: <http://gost.gtsever.ru/Index2/1/4293756/4293756631.htm>
- Официальный сайт компании Emerson [Электронный ресурс]. – URL: <http://www2.emersonprocess.com/ru-ru/brands/rosemount>
- Данилов, А.А. Методы установления и корректировки межповерочных и межкалибровочных интервалов средств измерений / А.А. Данилов // Главный метролог. – 2005. – № 6. – С. 29-36.

#### INVESTIGATION OF THE THERMAL EXPANSION OF METAL POWDERS USING THE DIL 402 EXPEDIS SELECT DILATOMETER

**Leushin I.**

*doctor of Technical Sciences, Professor, Head of the Department of Metallurgical Technologies and Equipment, Nizhny Novgorod State Technical University n.a. R.E. Alekseev, Nizhny Novgorod, Russia*

**Romanov A.**

*head of Laboratories, Department of Metallurgical Technologies and Equipment, Nizhny Novgorod State Technical University n.a. R.E. Alekseev, Nizhny Novgorod, Russia*

**Titov A.**

*senior Lecturer, Post-Graduate Student of the Department of Metallurgical Technologies and Equipment, Nizhny Novgorod State Technical University n.a. R.E. Alekseev, Nizhny Novgorod, Russia*

**Ryabtsev A.**

*Director of Scientific-Technical and Innovation Development Center, Public Joint Stock Company "RUSPOLIMET", Kulebaki, Russia*

**Yavtushenko P.**

*Head of Innovation and Technical Development Department, Public Joint Stock Company "RUSPOLIMET", Kulebaki, Russia*

#### ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО РАСШИРЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ С ПОМОЩЬЮ ДИЛАТОМЕТРА DIL 402 EXPEDIS SELECT

**Леушин И.О.**

*доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Металлургические технологии и оборудование», Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева, г. Нижний Новгород, Россия*

**Романов А.С.**

*заведующий лабораториями кафедры «Металлургические технологии и оборудование», Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева, г. Нижний Новгород, Россия*

**Титов А.В.**

*старший преподаватель, аспирант кафедры «Металлургические технологии и оборудование», Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева, г. Нижний Новгород, Россия*

**Рябцев А. Д.**

*директор центра научно-технического и инновационного развития, публичное акционерное общество «РУСПОЛИМЕТ», г. Кулебаки, Россия*

**Явтушенко П. М.**

*начальник управления инновационного и технического развития, публичное акционерное общество «РУСПОЛИМЕТ», г. Кулебаки, Россия*

**DOI: 10.24412/3453-9875-2021-72-1-47-53**

**Abstract**

The article discusses the results of dilatometric studies of the thermal expansion of metal powders with the aim of their further use for calculating parts manufactured by the method of hot isostatic pressing.

**Аннотация**

В статье рассмотрены результаты dilatометрических исследований термического расширения металлических порошков с целью их дальнейшего использования для расчётов деталей, изготавливаемых методом горячего изостатического прессования.

**Keywords:** dilatometer, thermal expansion, metal powders, sintering.

**Ключевые слова:** dilatометр, термическое расширение, металлические порошки, спекание.

В Нижегородском государственном техническом университете им. Р.Е. Алексеева на кафедре «Металлургические технологии и оборудование» в рамках сотрудничества с компанией ПАО «РУСПОЛИМЕТ» были проведены исследования металлических порошков с помощью dilatометра DIL 402 Expedis Select. Цель работы заключалась в определении зависимости изменения коэффициента термического расширения металлических порошков от температуры, в нахождении температур спекания и фазовых переходов.

Dilatометр DIL 402 Expedis Select производства фирмы Netzsch (Германия) – это высокоточный прибор для проведения измерений изменений размеров твёрдых, жидких, пастообразных и порошкообразных материалов. Прибор позволяет программно задавать температурный режим нагрева и охлаждения образцов. В отличие от классических моделей dilatометров данная модель снабжена новой измерительной системой NanoEye,

которая работает на основе оптико-электронного сенсора, измеряющего перемещение и контактную силу на образец. Одним из главных преимуществ новой измерительной ячейки является возможность проводить измерения с контролируемой нагрузкой на образец в диапазоне от 10 мН до 3 Н.

**Методика проведения исследований.**

Порция металлического порошка помещается в контейнер, представляющий собой корундовую трубку с двумя пробками, изготовленными из того же материала (рис. 1). Во время измерения металлический порошок находится в контейнере между пробками. Пробки могут перемещаться внутри контейнера свободно (скользящая посадка). С одной стороны пробка контейнера касается стенки прободержателя, с другой стороны в пробку закрытого контейнера упирается толкатель (рис. 2). Сила, действующая со стороны толкателя на пробку контейнера, составляет 0,2 Н.



Рис. 1. Контейнер для исследования порошкообразных материалов



Рис. 2. Контейнер с металлическим порошком установлен в прободержатель dilatометра

До начала каждого измерения металлический порошок заполняет всё пространство внутри контейнера. При нагревании порошок расширяется и через пробку оказывает давление на толкатель, который в свою очередь передаёт информацию о смещении в измерительный блок dilatометра. Для того чтобы исключить возможность окисления во время нагрева и охлаждения образцов, через измерительную ячейку и камеру с установленным образцом пропускается азот высокой чистоты (азот ОЧ сорт 1 (N<sub>2</sub>) 99,999%; расход азота – 100 мл/мин). Контроль температуры в камере с образцом осуществляется комплектной платиновой термопарой.

В работе проведено исследование металлических порошков марок 25Cr (ПР-03Х25Н7АМ4Д), ВЖ159 (ХН58МБЮ), ЭП914 (ХН65ВМБЮ).

**Исследование металлического порошка марки 25Cr**

Порция порошка в контейнере (размеры внутренней полости контейнера, заполненной порошком: диаметр 6,5 мм; длина 10,144 мм) плавно нагревалась от температуры 20°C до 1500°C со скоростью 5 К/мин, а затем плавно охлаждалась до 20°C с такой же скоростью. Измерение длилось 9 часов 51 минуту. В результате проведения эксперимента металлический порошок (рис. 3) превратился в однородную массу (рис. 4). Полученный образец имеет цилиндрическую форму. С одной стороны он полностью повторяет внутренние контуры контейнера, с другой стороны (со стороны толкателя) поверхность торца образца имеет форму выпуклого мениска (поверхность гладкая и ровная). Визуально на поверхности образца никаких дефектов усадочного или газового характера обнаружено не было.



Рис. 3. Металлический порошок 25Cr



Рис. 4. Образец 25Cr после проведения измерения

С помощью программного обеспечения дилатометра DIL 402 Expedis Select были получены следующие результаты.

Прибор регистрирует **dl-кривую**, которая отражает изменение длины образца в зависимости от изменений температуры (рис. 5, рис. 6.).

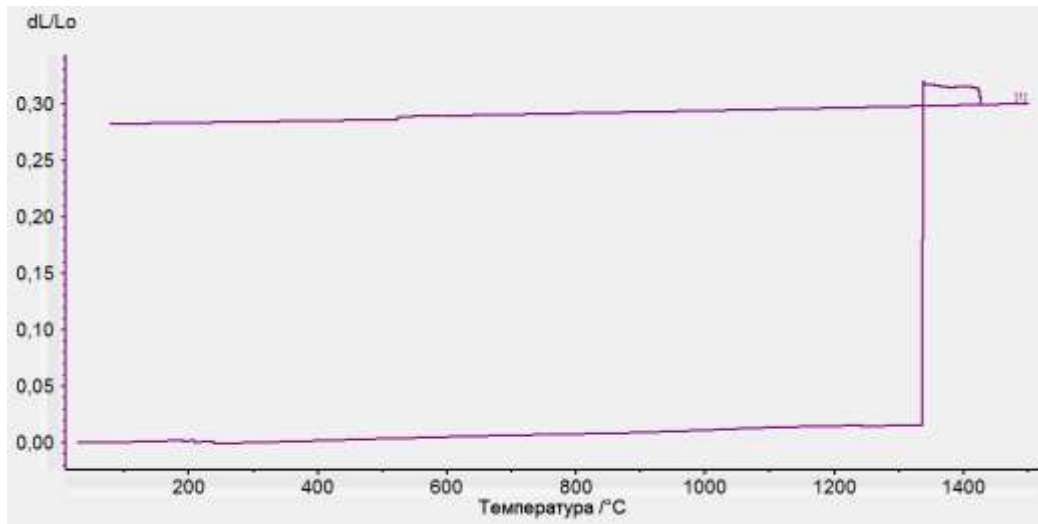


Рис. 5. Зависимость  $dL/L_0$  от температуры

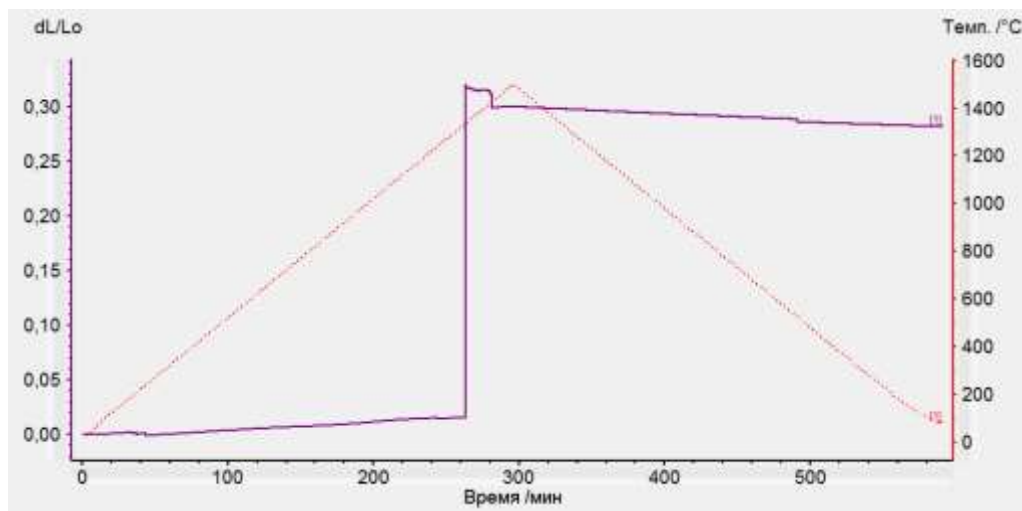


Рис. 6. Зависимость  $dL/L_0$  от времени

С помощью программного обеспечения дилатометра DIL 402 Expedis Select были автоматически определены шаги спекания порошка (рис. 7).

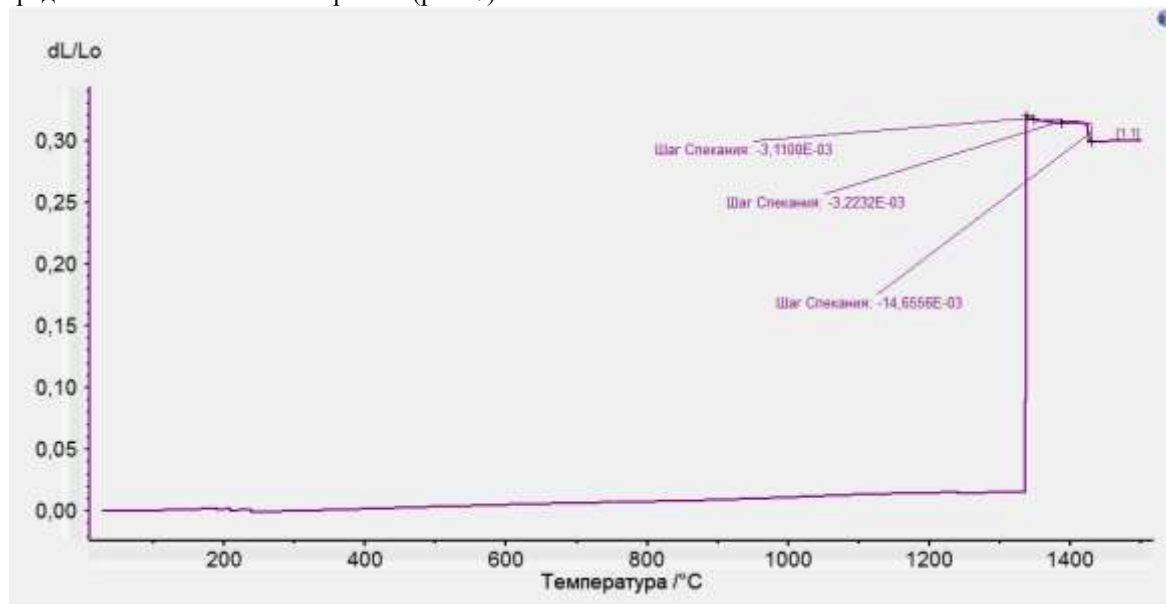


Рис. 7. Определение шагов спекания порошка

#### Исследование металлического порошка марки Вж159

Размеры внутренней полости контейнера, заполненной порошком: диаметр 6,5 мм; длина 14,825 мм. Контейнер с порошком нагревался от температуры 20°C до 1000°C со скоростью 10 К/мин, затем нагрев продолжился до температуры 1500°C со скоростью 5 К/мин. Далее контейнер плавно охлаждался до 1000°C со скоростью 5 К/мин, а затем охлаждение продолжилось до температуры 100°C со скоростью 10 К/мин. Далее был



Рис. 8. Металлический порошок Вж159

установлен режим неконтролируемого охлаждения. Измерение длилось 6 часов 28 минут.

В результате проведения эксперимента металлический порошок (рис. 8) превратился также как и в предыдущем случае в однородную массу (рис. 9). Контейнер, в котором находился порошок, после проведения эксперимента не был по сечению полностью заполнен металлом. На верхней стороне полученного образца видны мелкие кристаллики (зёрна) металла.



Рис. 9. Образец Вж159 после проведения измерения

На рис. 10 показана зависимость изменения длины образца от температуры, а на рис. 11 видно,

как изменяется длина образца в зависимости от времени.

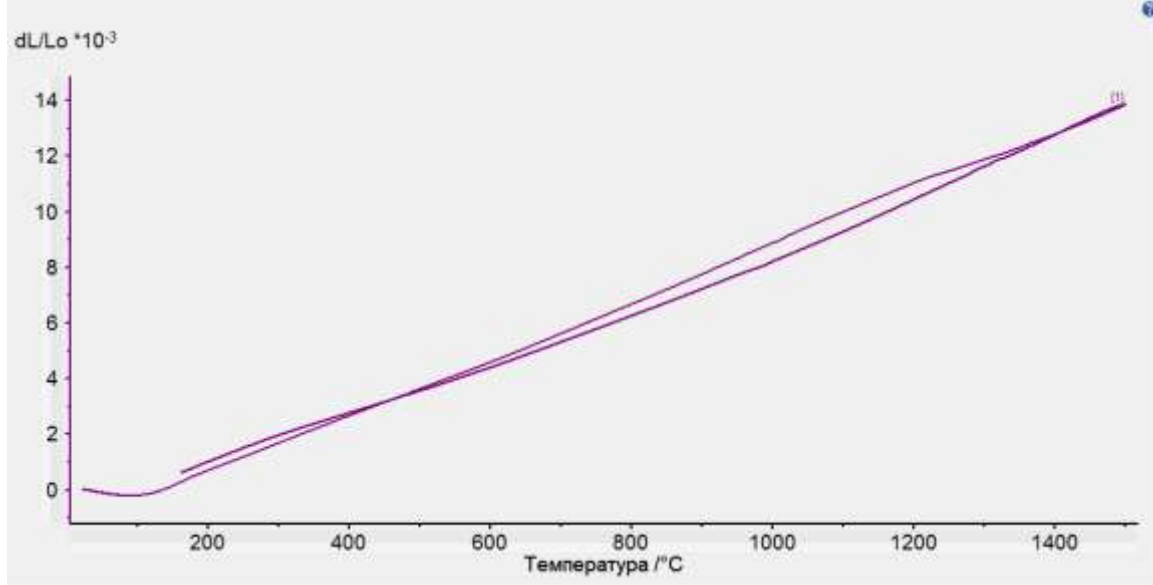


Рис. 10. Зависимость  $dL/L_0$  от температуры

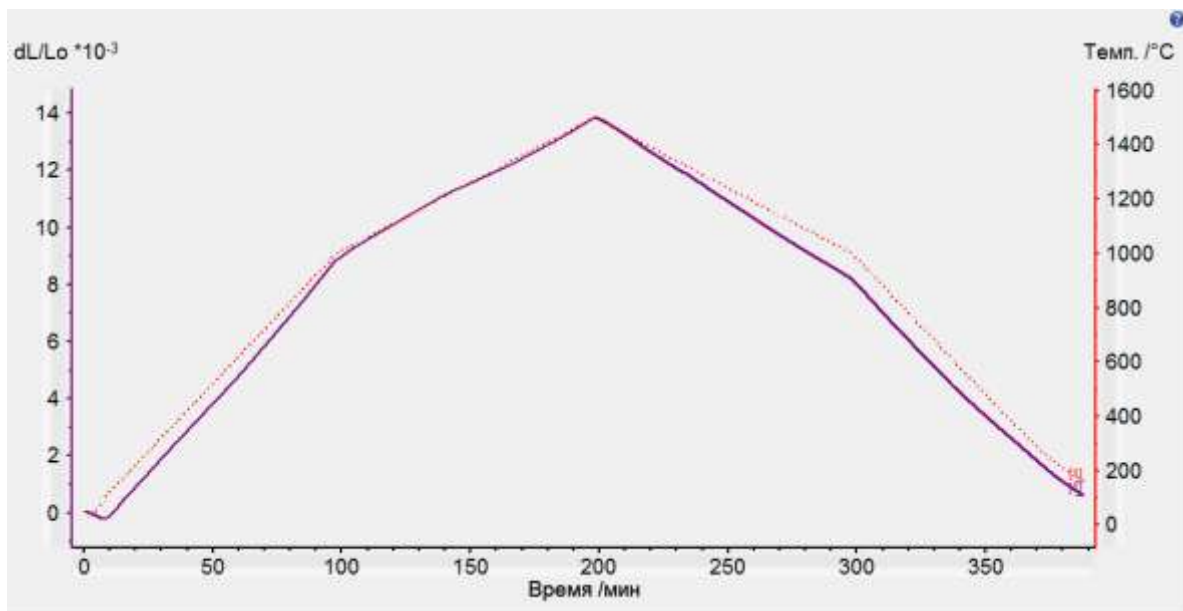


Рис. 11. Зависимости  $dL/L_0$  и температуры от времени

#### Исследование металлического порошка марки ЭП914

Порция порошка в контейнере (размеры внутренней полости контейнера, заполненной порошком: диаметр 6,5 мм; длина 13,749 мм) плавно нагревалась от температуры 20°C до 1500°C со скоростью 5 К/мин, а затем плавно охлаждалась до 20°C с такой же скоростью. Измерение длилось 9 часов 52 минуты.

Как и в двух предыдущих случаях исследуемая порция металлического порошка (рис. 12) превратилась в однородную массу (рис. 13). Полученный образец имеет цилиндрическую форму. Однако в отличие от первого исследования торцы образца имеют неровный косой срез. Визуально на поверхности образца видны газовые раковины.



Рис. 12. Металлический порошок ЭП914



Рис. 13. Образец ЭП914 после проведения измерения

Кривые зависимостей изменения длины образца от температуры и от времени показаны на рис. 14 и рис. 15.

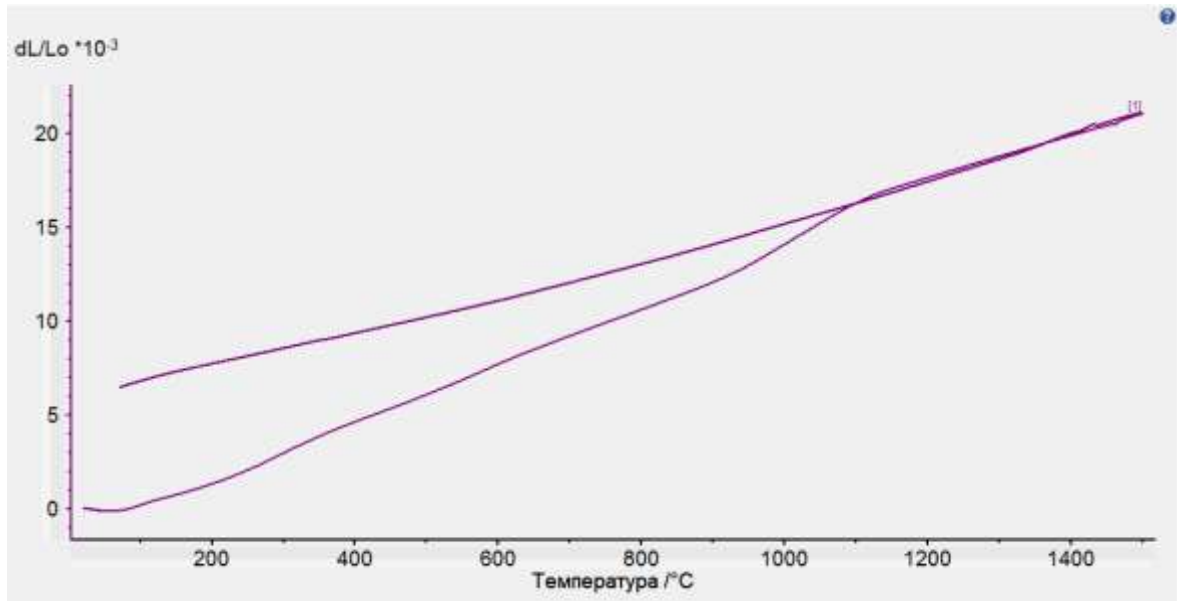


Рис. 14. Зависимость  $dL/L_0$  от температуры

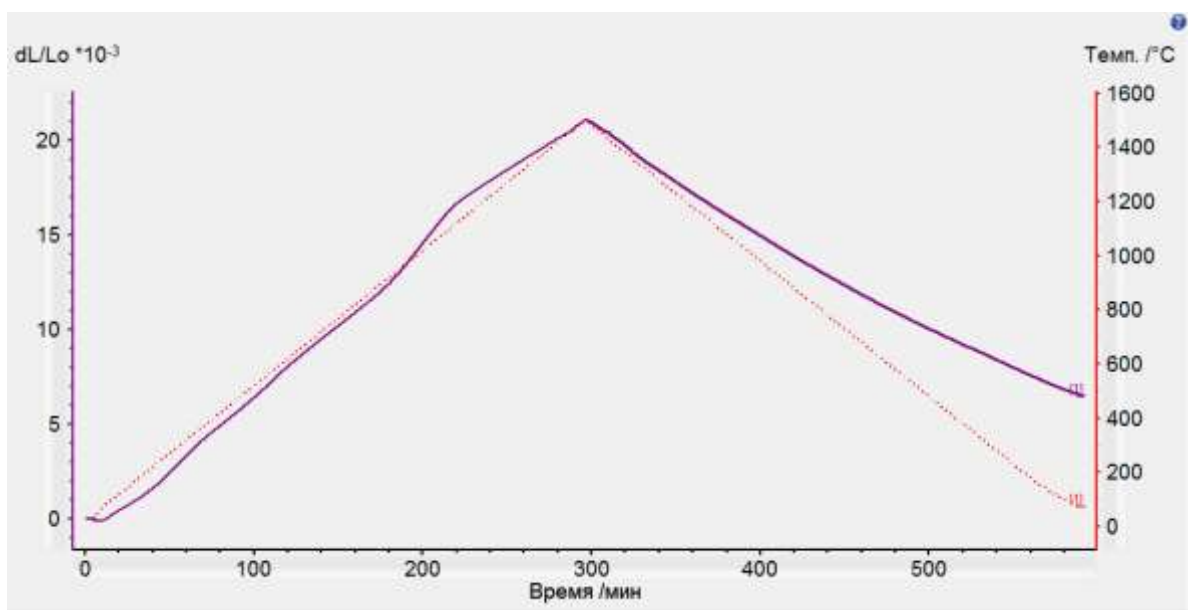


Рис. 15. Зависимости  $dL/L_0$  и температуры от времени

**Обсуждение результатов и выводы.**

Результаты исследования металлического порошка 25Cr (ПР-03Х25Н7АМ4Д) показывают, что в диапазоне температур  $1330 \div 1340^\circ\text{C}$  наблюдается быстрое расширение образца. При дальнейшем нагреве в интервале температур  $1340 \div 1420^\circ\text{C}$  происходит спекание порошка. Далее после нагрева до  $1500^\circ\text{C}$  и плавного охлаждения до  $20^\circ\text{C}$  никаких резких изменений длины образца не наблюдается. Резкое расширение образца можно объяснить вытеснением воздуха, содержащегося между частичками порошка (гранулами) в объём между образцом и пробкой контейнера в тот момент, когда давление воздуха в пространстве между гранулами возросло. Косвенно на это указывает и форма поверхности одного из торцов полученного образца. Повышенное давление воздуха в контейнере перемещает пробку, оказывая силовое воздействие на толкатель, который в свою очередь передаёт сигнал в измерительный блок дилатометра и в результате на графике (рис. 6) мы можем наблюдать резкое увеличение объёма внутри контейнера.

В отличие от первого случая при исследовании порошка ВЖ159 (ХН58МБЮ) никаких резких изменений длины образца не наблюдалось. Вероятно причина в том, что дисперсность порошка была намного выше, чем в случае с порошком 25Cr и общий объём воздуха, содержащегося между частичками порошка, был значительно меньше, вследствие чего давление воздуха внутри контейнера не хватило для перемещения пробки. Программа не обнаружила точек спекания порошка. Возможно, спекание происходит при температуре нагрева выше  $1500^\circ\text{C}$ .

При исследовании порошка ЭП914 (ХН65ВМБЮ) также как и во втором случае резких изменений длины образца обнаружено не было. В отличие от двух предыдущих испытаний на поверхности полученного образца видны газовые дефекты – раковины. Наиболее вероятной причиной их образования может быть недостаточная подвижность частиц порошка при нагреве, не позволившая воздуху полностью вытисниться из пространства между частицами порошка. Также как и во втором случае точки спекания порошка обнаружены не были.

Во время проведения всех трёх испытаний фазовых переходов программа не зафиксировала.

Таким образом, по полученным в результате проведенных измерений графикам с помощью программного обеспечения дилатометра DIL 402 Expedis Select можно автоматически рассчитать физический коэффициент расширения  $\alpha(T)$  при определённой температуре и определить технический коэффициент расширения  $\alpha(\Delta T)$  в выбранном температурном интервале. Возможно, также получить графики зависимости изменения плотности образцов от температуры отдельно для сегмента нагрева и сегмента охлаждения.

Работа выполнялась при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках проекта «Создание высокотехнологичного производства материалов, изделий и оборудования с использованием аддитивных технологий и технологий газостатирования на базе ПАО «РУСПОЛИМЕТ» по Соглашению № 075-11-2019-084 от 18.12.2019 (постановление Правительства Российской Федерации от 09 апреля 2010 года №218).