

УДК 539.89

**С. А. Виноградов**, канд. техн. наук; **В. М. Доценко**

*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*

### **ОБОБЩЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ГОРНЫХ ПОРОД НА НАКОВАЛЬНЯХ БРИДЖМЕНА С ЦЕЛЬЮ ВЫБОРА МАТЕРИАЛА КОНТЕЙНЕРА АВД**

*On the basis of the dimensionless analysis there was shown that the squeezing process of different materials, partly, rocks, between flat Bridgman anvils turns out to have physical similarity to the squeezing process of a container in the HPA of the “anvil with recess” type. The received results allow to recommend the HPA with flat anvils as an instrument to fulfil modelling of the material’s behaviour in the HPA with profiled anvils to chose the materials for the container fabrication.*

#### **Введение и постановка задачи**

В аппаратах высокого давления (АВД) типа «наковальни с углублением», используемых в исследовательских и промышленных целях для получения сверхвысоких давлений в странах бывшего Советского Союза, а также типа «белт» и «гердл», применяемых в других странах, основным конструктивным элементом является деформируемое уплотнение. Уплотнение выполняет две функции, а именно, удерживает давление, создаваемое в полости высокого давления, и передает давление боковой поддержки на наковальни АВД.

АВД типа «наковальня с углублением» (будем называть их профилированными наковальнями) отличается от АВД типа «наковален Бриджмена» (будем называть их плоскими наковальнями) наличием обращенных друг к другу углублений, образующих полость, в которую помещается контейнер с реакционной смесью.

Роль уплотнения выполняет тонкий слой материала, сжимаемый в перпендикулярном к нему направлении (в осевом направлении АВД). В АВД с профилированными наковальнями уплотнение формируется из материала, вытесняемого из полости высокого давления при сжатии контейнера (аппараты типа «чечевица»), либо изготавливается отдельно (аппараты типа «тороид»). В этом случае такой тонкий слой материала способен выдерживать высокие радиальные напряжения без разрушения.

От распределения давления в контейнере и в уплотнении зависит, работоспособность АВД, а именно, эффективность создания и удержания давления. Наиболее полно расчетно-экспериментальными методами изучено в настоящее время деформируемое уплотнение.

Исследованию напряженно-деформированного состояния деформированного уплотнения посвящены отдельные работы отечественных и зарубежных исследователей [1–18]. Недостаток работ обусловлен с одной стороны значительными трудностями при экспериментальном исследовании, с другой – отсутствием к настоящему времени надежной, проверенной экспериментально, теории, связывающей большие упругопластические деформации с напряженным состоянием материалов типа горных пород при сверхвысоких давлениях, с целью получения расчетных результатов. Однако изучение процесса пластического формирования деформируемых прокладок и контейнеров АВД имеет большое прикладное значение. Оно обусловлено необходимостью более полно и адекватно описать механизм создания давления в твердофазовых АВД, который определяется упругопластическим деформированием материала, изучить влияние различных факторов, в том числе, различных конструктивных параметров АВД и контейнера (деформируемого уплотнения) и состояния их контактирующих поверхностей на характер течения сжимаемого материала.

Сложности, возникающие при экспериментальном исследовании деформируемого уплотнения и контейнера АВД, обуславливают необходимость разработки методов физическо-

го моделирования напряженно-деформированного состояния этих элементов АД. Основой моделирования является теория моделирования и теория подобия, лежащая в ее основе. Приближенное геометрическое подобие деформируемого уплотнения АД с профилированными и плоскими наковальнями, а также подобие их диаграмм сжатия позволяет предположить подобие поведения материала при сжатии в АД этого типа с поведением при сжатии на наковальнях Бриджмена.

Цель работы заключается в том, чтобы показать, что результаты испытаний материала на наковальнях Бриджмена могут быть представлены в таком обобщенном виде, чтобы они включали в себя сжатие контейнера как частный индивидуальный случай.

### Полученные результаты

Нами были проанализированы результаты исследования сжатия тонких дисков между плоскими наковальнями, опубликованные в работах [6-8], а также рассмотрены АД с профилированными наковальнями с профилем углубления типа «конус, сопряженный со сферой» и «тороид», различных типоразмеров. В таблице 1 приведены геометрические характеристики рассмотренных АД с профилированными наковальнями.

Таблица 1. Геометрические характеристики исследованных АД с профилированными наковальнями

Тип профиля	Диаметр углубления, м·10 <sup>-3</sup>	Глубина углубления, м·10 <sup>-3</sup>	Диаметр наковальни, м·10 <sup>-3</sup>	Отношение площади углубления к площади наковальни	Отношение площади реакционного отверстия к площади наковальни
Конус-сфера -1	27	10	51	0,28	0,04
Конус-сфера -2	35,2	10,4	62	0,32	0,06
Конус-сфера -3	55	8	95	0,34	0,10
Тороид – 1	20,5	4	52	0,16	0,04
Тороид – 2	30	5,73	80	0,14	0,04
Тороид – 3	40	10,7	95	0,18	0,04

Как видно из таблицы основная часть площади деформируемого контейнера приходится на уплотнение, причем собственно на реакционный объем, содержащий материал со свойствами, отличными от свойств материала контейнера, приходится менее 10 % общей площади. Такое соотношение площадей свидетельствует об определяющей роли деформируемого уплотнения в работе АД с профилированными наковальнями.

Такой подход позволяет расширить применимость наковален Бриджмена как инструмента исследования поведения материала при сверхвысоких давлениях. До сих пор плоские наковальни использовали для сравнительной характеристики различных материалов для изготовления контейнера по величине толщины диска из исследуемого материала, подвергаемого сжатию постоянной для всех исследуемых материалов нагрузкой [16]. Толщину диска на основе ряда допущений о поведении материала при высоких давлениях связывали с коэффициентом внутреннего трения, который характеризует сопротивление материала сдвигу при высоких давлениях [16-19].

Полученное значение коэффициента внутреннего трения использовали затем в численных расчетах напряженно-деформированного состояния контейнера АД с профилированными наковальнями [13,14]. Такой подход в своей основе предполагает подобие поведения материала при сжатии на АД с плоскими и профилированными наковальнями, в противном случае было бы неправомерным использовать результаты, полученные при испытаниях на АД с плоскими наковальнями, для расчетов применительно к АД с профилированными наковальнями.

В настоящей статье сделана попытка показать на основе экспериментальных данных существование приближенного подобия поведения материала при сжатии в АД с плоскими и профилированными наковальнями. Приближенное подобие понимается в том смысле, что отсутствует точное геометрическое подобие. В соответствии с 3-й теоремой подобия, необходимым и достаточным условием подобия является равенство определяющих критериев подобия [20]. Определяющие критерии подобия представляют собой безразмерные комплексы, составленные из существенных величин, характеризующих исследуемую физическую систему.

Приведенный выше анализ дает основание предположить, что поведение материала при сжатии на наковальнях Бриджмена являются приближенно подобным поведению материала при сжатии на АД с профилированными наковальнями.

В работе [23] были получены критерии подобия для случая сжатия диска между плоскими наковальнями Бриджмена:

$$\frac{E}{G}, \quad \frac{h}{R}, \quad \frac{F}{ER^2}, \quad \frac{E}{\sigma_0}, \quad \nu \quad (1)$$

где  $E$ ,  $G$  - соответственно модуль Юнга и модуль сдвига;  $\sigma_0$  – предел прочности сжимаемого материала при нормальных условиях;  $\nu$  - коэффициент Пуассона;  $h$ ,  $R$  - соответственно толщина и радиус уплотнения.

Будем считать, что эти критерии подобия описывают также поведение материала при сжатии между профилированными наковальнями. Проведем проверку этого утверждения.

Если эти два случая сжатия подобны, то они представляют собой индивидуальный обобщенный случай, включающий бесконечное множество различных случаев, объединенных некоторой общностью свойств – физической сущностью процесса [22]. Это означает, что зависимость между критериями подобия, определенными для сжатия на плоских и профилированных наковальнях должны описываться одной и той же зависимостью, т.е. при графическом представлении зависимости между критериями подобия экспериментальные значения должны ложиться на одну кривую.

Наиболее надежно, т.е. непосредственно, измеряемыми величинами при сжатии АД обоих типов являются действующее на АД усилие и толщина деформируемого уплотнения (профилированные наковальни) или толщина сжимаемого диска (наковальни Бриджмена). Эти величины могут быть измерены с высокой точностью, и имеется достаточно широкая база экспериментальных данных.

Нами были использованы экспериментальные результаты, полученные при сжатии диска из прессованного литографского камня на наковальнях Бриджмена и представленные в работе [8]. С другой стороны нами были проведены измерения толщины деформируемого уплотнения контейнера и соответствующая величина сжимающего усилия при использовании АД различных типоразмеров (см. табл.1). Рассмотрим три критерия подобия из группы (1):

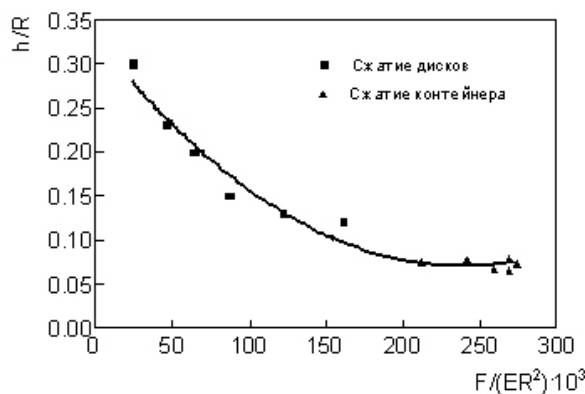
$$\frac{h}{R}, \quad \frac{F}{ER^2}, \quad \nu \quad (2)$$

Так как рассматриваем один и тот же материал – прессованный известняк, то коэффициент Пуансона можно исключить. Тогда остается рассмотреть зависимость между двумя первыми критериями группы (2). В табл.2 приведены измеренные величины толщины и наружного диаметра уплотнения (после разгрузки) и величины действующего усилия, при котором были сформированы соответствующие уплотнения. Результаты, приведенные в работе [8], были получены на наковальнях диаметром 21 мм и также представлены в табл.2.

По этим экспериментальным величинам были вычислены соответствующие значения критериев подобия (2). Зависимость между критериями для плоских и профилированных наковален были нанесены на один график (рисунок). Внешний диаметр уплотнения считали равным диаметру вставки блок-матрицы.

Таблица 2. Результаты сжатия прессованного известняка в АД с плоскими и профилированными наковальнями

Наковальни Бриджмена			Профилированные наковальни			
Диаметр уплотнения, $\text{м} \cdot 10^{-3}$	Толщина уплотнения, $\text{м} \cdot 10^{-3}$	Усилие сжатия, кН	Тип профиля	Диаметр уплотнения, $\text{м} \cdot 10^{-3}$	Толщина уплотнения, $\text{м} \cdot 10^{-3}$	Усилие сжатия, кН
21	3,2	970	Конус-сфера -1	51	2,0	6300
21	2,4	1840	Конус-сфера -2	62	2,4	8330
21	2,1	2560	Конус-сфера -3	95	3,2	21000
21	1,6	3460	Тороид – 1	55	1,8	7330
21	1,4	4850	Тороид – 2	83	3,0	17000
21	1,2	6440	Тороид – 3	95	3,5	17200



Зависимость между критериями подобия, определенная при использовании блочного литографского камня (связка – бакелитовый лак)

Как видно на рисунке, все значения ложатся на одну непрерывную кривую, т.е. подчиняются одной зависимости и могут быть аппроксимированы полиномом второй степени.

Полученный результат свидетельствует о том, что сжатие материала между плоскими и между профилированными наковальнями является одним и тем же физическим процессом, который подчиняется одной и той же закономерности. Уравнение, описывающее процесс сжатия материала, в частности горных пород, между плоскими и профилированными наковальнями, представленное в безразмерном виде одинаково для одного и того же материала или материала с тем же значение коэффициента Пуансона.

### Выводы

Было показано, что используя критерии подобия, составленные из величин, существенных для процесса сжатия материала между плоскими наковальнями, процессы сжатия материалов, в частности горных пород, между плоскими и профилированными наковальнями можно представить как обобщенный индивидуальный случай сжатия материала между наковальнями с образованием деформируемых уплотнений.

Использование методов теории подобия позволяет развить в дальнейшем методику моделирования на плоских наковальнях Бриджмена процесса сжатия материалов контейнера между профилированными наковальнями.

Зависимость, представленная на рисунке, была построена по результатам испытаний только одного материала. Представляется целесообразным проведение целенаправленных экспериментов с другими материалами для уточнения этой зависимости, а также с целью получения зависимостей между другими критериями подобия.

Полученные зависимости между безразмерными комплексами могут быть использованы как характеристика материала, при использовании в аппаратах высокого давления с противоположно направленными наковальнями.

### Литература

1. Прихна А.В., Боримский А.И., Нагорный П.А. Экспериментальное изучение напряженного состояния в ячейках твердофазовых аппаратов // Пробл. эксперимента в твердофазовой и гидротермальной аппаратуре высокого давления. – М.: Наука, 1982. – С. 66–71.
2. Прихна А. И., Масленко Ю. С., Мясников Е. П. О влиянии высокого давления на э.д.с. термодинамики в камерах типа наковальни с углублением // Влияние высоких давлений на вещество. – К.: Наук. думка, 1977. – С. 67–74.
3. Ю. Г. Риттель, А. А. Шульженко, Г. В. Чипенко, А. Ф. Гетьман Особенности создания высокого давления в камере типа «тороид» // Влияние высоких давлений на вещество. – К.: Наук. думка, 1977. – С. 109–112.
4. Герасимович А. В. Расчет допустимого давления в заусенце камеры с углублениями на торцах матрицы // Влияние высоких давлений на вещество. – К.: Наук. думка, 1977. – С. 161–166.
5. Герасимович А. В. Расчет распределения давления в заусенце наковален Дрикамера // Сверхтвердые материалы для промышленности. – Киев: Наук. думка, 1973. – С. 24–28.
6. Новиков Н. В., Герасимович А. В.. Исследование деформируемых уплотнений АВД типа наковальни с углублениями // Сверхтвердые матер. – 1983. – № 4. – С. 3–7.
7. Бакуль В. Н., Герасимович А. В., Ивахненко С. А. Зависимость напряжений сдвига литографского камня и пирофиллита от давления // Синтетические алмазы. – 1976. – Вып. 2. – С. 25–30.
8. Герасимович А. В., Кулемза В. В., Крикун В. Н. Исследование материалов деформируемых уплотнений АВД // Сверхтвердые матер. – 1982. – № 4. – С. 9–11.
9. Герасимович А. В. Влияние толщины заусенца на характеристики сжатия и прочность камер высокого давления // Синтетические алмазы. – 1975. – Вып. 2. – С. 15–18.
10. Герасимович А. В., Риттель Ю. Г., Мазур К. И. Исследование напряжений в рабочих элементах камер высокого давления при синтезе алмазов // Влияние высоких давлений на вещество. – К.: Наук. думка, 1976. – С. 144–147.
11. Герасимович А. В. Исследование распределения контактных давлений под плоскими торцами деталей камер высокого давления // Влияние высоких давлений на вещество. – К.: Наук. думка, 1976. – С. 175–177.
12. Ишбулатов Р. А., Литвин Ю. А. Распределение давления твердофазового аппарата «наковальня с лункой» до 3 ГПа // ПТЭ. – 1975. – № 3. – С. 218–220.
13. Миринский Д. С. К определению градуировочных кривых установок высокого давления // ПМТФ. – 1964. – № 2. – С. 106–111.
14. Кузин Н. Н., Садков Ю. А., Семерчан А. А. К расчету градуировочных кривых аппаратов высокого давления с профилированными наковальнями // ПМТФ. – 1976. – № 3. – С. 149–154.
15. Шестопап О. Я., Шурин Я. И.. Экспериментальное определение распределения давления в тонкой пластине, сжатой между плоскими наковальнями // ПМТФ. – 1963. – № 6. – С. 174–176.
16. Wakatsuki M., Ichinose K., Aoki T. Notes on compressible gasket and Bridgman-anvil type high pressure apparatus // Jap. J. of Applied Phys. – 1972. – V. 11. – N 4. – P. 578–590.
17. Sigalas I., Clark J. B, Hart S. Shear strength measurements at high temperature and pressures // High Temperature–high pressures. – 1983. – V.15. – P. 553–564.
18. Камарад И. Распределение давления в прокладках аппаратов высокого давления // Приборы для научных исследований. – 1980. – № 6. – С. 161–162.

19. Prins J. F. A semiempirical description of pressure generation between Bridgman anvils//High temperature–high pressure. – 1984. – V.16. – P. 657–664.
20. Кирпичев М. В., Конаков П. К.. Математические основы теории подобия. – М.;–Л., 1949. – 104 с.
21. Виноградов С. А. Критерии подобия для моделирования процесса сжатия тонкого диска между плоскими наковальнями Бриджмена//Сверхтвердые матер. – 2003. – Вып. 2. – С. 18–25.
22. Гухман А. А. Введение в теорию подобия. – М.: Высш. шк., 1963. – 238 с.

Поступила 03.06.10

УДК 621.762

**О. Н. Кайдаш**, канд. техн. наук

*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*

### **СПЕКАНИЕ НАНОДИСПЕРСНОЙ КЕРАМИКИ ГЕНЕТИЧЕСКОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ (ОБЗОР)**

*Numerous studies to obtain materials with the grains size of less than 1  $\mu\text{m}$  for substantial improvement of their properties have been investigated. Most efforts were directed to use pressure during sintering: hot pressing [1; 2], hot isostatic pressing [1; 3] or spark plasma sintering [4; 5]. In the last decade has developed an efficient innovation method of sintering without pressure named two-step sintering [6; 7].*

В последние годы нанокристаллическая керамика вызывает все больший интерес ввиду возможности открытия новых механических, оптических, электрических, магнитных и других свойств, чувствительных к размеру кристаллитов. Эти свойства связаны с высокой плотностью границ зерен и поверхностей раздела в наноразмерных структурах (со структурными элементами размером порядка 100 нм). Нанокристаллические оксиды и другие порошки высокой чистоты стали доступными благодаря таким процессам, как взаимное осаждение, золь-гель, конденсация в инертном газе, химическое осаждение из пара, высокоэнергетический размол, гидротермальные реакции. В результате был достигнут значительный прогресс в изготовлении нанокристаллической керамики генетического происхождения.

Изготовление наноразмерной керамики логически следовало из доступности наноразмерных порошков, но переход от нанодисперсных порошков к плотной керамике с наноразмерной микроструктурой усложнялся по нескольким причинам.

1. Агломерация порошков усиливается с уменьшением размера частиц, и размер агломератов более, чем размер нанопорошка, определяет характеристический размер и при спекании, и в окончательной микроструктуре [8].

2. Повышение плотности на заключительной стадии спекания всегда сопровождается быстрым увеличением размеров зерен, что затрудняет сохранение нанодисперсной микроструктуры.

3. Обычные методы производства керамики также предусматривают ускорение кинетики уплотнения и подавление роста зерен, однако это зависит либо от добавок, которые могут негативно влиять на физические свойства изделий, либо от необходимости использования высокого давления, в результате чего повышается стоимость и ограничивается форма изделий.

4. Значительно увеличивается количество хемоадсорбированного кислорода и оксидов на поверхности при уменьшении размеров нанопорошков и продлении срока их хране-