

### Литература

1. Аппарат высокого давления, работающий при давлении ~80 кбар и температуре ~1500 °С / А. А. Семерчан, Н. Н. Кузин, Т. Н. Давыдова, К. Х. Бибиев // Сверхтвердые матер. – 1983. – № 4. – С. 8–11.
2. Францевич И. Н., Воронов Ф. Ф., Бакута С. А. Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов. – К.: Наук. думка, 1982. – 286 с.

Поступила 24.05.13

УДК 539.89

**С. А. Виноградов**, канд. техн. наук<sup>1</sup>; **С. F. M. Casanova**, PhD<sup>2</sup>;  
**J. A.H da Jornada**, Dr. Sci (Eng)<sup>3</sup>; **G.M.Machado**<sup>3</sup>, eng.

<sup>1</sup>Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

<sup>2</sup>Depto. de Mat. E Construcao - FURG - Rio Grange, Бразилия

<sup>3</sup>Instituto de Fisica-UFRGS - Porto Alegre, Бразилия

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ВЫСОКОМОДУЛЬНЫХ ДОБАВОК В МАТЕРИАЛЕ КОНТЕЙНЕРА НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ГЕНЕРИРОВАНИЯ ДАВЛЕНИЯ В АППАРАТЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ ТИПА «ТОРОИД»

*Исследовано влияние высокомодульных добавок окиси алюминия и доломита к известняку, используемому для изготовления контейнера аппарата высокого давления типа «тороид», на эффективность генерирования давления. Установлено, что зависимость эффективности генерирования давления от содержания добавки носит экстремальный характер, экстремум соответствует содержанию добавок 25–35%. Это явление связано с увеличением предела текучести и уменьшением сжимаемости материала контейнера в результате внесения добавок.*

**Ключевые слова:** аппарат высокого давления, тороид, эффективность контейнера, высокомодульные добавки, эффективность генерирования давления.

### Введение

Аппараты высокого давления (АВД) с профилированными наковальнями широко используют для создания высокого давления. Наиболее широко применяют АВД с профилем углубления в виде «чечевицы» и «тороида». С помощью последнего получают давление до 9 ГПа в объеме до 17 см<sup>2</sup> [1], он простой по конструкции и легкий в обслуживании.

Множество работ посвящены вопросам конструирования элементов АВД и выбору конструкционных материалов. Однако, контейнер является наименее изученным конструктивным элементом, хотя генерируемое давление и допустимый предел температуры нагревания реакционной смеси зависят от механических и теплофизических свойств материала контейнера, содержащего реакционную смесь и сжимаемого между наковальнями.

Конструкция и материал контейнера преимущественно влияют на эффективность генерирования давления и надежность его удержания в АВД. Материалы для изготовления контейнера АВД, выбирают экспериментально, в основном из горных пород и тугоплавких окислов. Контейнер изготавливают либо точением из заготовки горной породы, либо прессованием порошка исходного материала. В последнем случае для получения прочного изделия в исходный порошок добавляют связующий материал. Изготовление контейнера прессованием наиболее перспективно, так как позволяет добиться стабильности физико-

механических свойств контейнера. Кроме того, появляется возможность целенаправленно изменять свойства материала контейнера путем внесения добавок в основной материал.

Известно, что материал контейнера должен иметь низкую сжимаемость и низкое сопротивление сдвигу во внутренней части (области уплотнения) и в то же время высокую сжимаемость и высокое сопротивление сдвигу во внешней его части (области уплотнения). Трудно найти природный материал, удовлетворяющий одновременно этим противоположным требованиям. В этой связи удовлетворить эти требования можно либо при использовании составного контейнера, когда внутренняя и внешняя части изготавливают из различных материалов, либо подбором материала с оптимальным сочетанием указанных свойств в целях изготовления цельного контейнера. При любом подходе к конструированию контейнера необходимо знать сжимаемость и сопротивление сдвигу материалов сборки и их влияние на эффективность и интенсивность генерирования давления в реакционном объеме АД.

В настоящей работе приведены результаты экспериментального исследования возможности изменения эффективности генерирования давления в АД при использовании цельного контейнера путем внесения добавок с высоким модулем упругости в основной материал.

#### Методика эксперимента и полученные результаты

Для исследования использовали широко применяемый аппарат типа «тороид» с центральным углублением диаметром 13,6 мм. Контейнер изготавливали прессованием с применением в качестве связующего 10% – ного водного раствора поливинилового спирта (ПВС). В качестве материала наполнителя использовали известняк марки «Aransul» (Бразилия). Химический состав последнего следующий: кальцит – 86%, доломит – 10%, окись алюминия – 4%. Размер зерен – 10–15 мкм. В качестве высокомолекулярных добавок использовали кварц (окись алюминия) и доломит. Зернистость порошка окиси алюминия и доломита составляла соответственно 2–4 и –45 мкм. Механические характеристики указанных материалов приведены в таблице [2].

Таблица 1. Характеристики механических свойств использованных материалов.

Материал	Химическая формула	Плотность, Г/см <sup>3</sup>	Модуль упругости, ГПа	Твердость по Моосу
Кальцит	Ca(CO <sub>3</sub> )	2,6–2,8	81,5	3
Кварц	SiO <sub>2</sub>	2,6–2,8	101	7
Доломит	CaMg(CO <sub>3</sub> )	2,8–2,9	91	4

Контейнер изготавливали прессованием с применением в качестве связующего 10%-ного водного раствора ПВС. Количество добавок к основному материалу варьировали в пределах 0–50 % мас. Порошок известняка с добавкой высокомолекулярного материала затворяли 10%-ным водным раствором ПВС концентрации 15% мас. Такую концентрацию определили экспериментально как оптимальную для изготовления контейнеров. После прессования при давлении 250 МПа контейнер сушили при температуре 100 °С в течение часа.

Эффективность генерирования давления оценивали по усилию пресса, необходимому для создания заданного давления в реакционном объеме. Для измерения давления в реакционном объеме использовали известную методику фиксирования фазовых переходов в реперном материале. В качестве реперного материала использовали висмут, в качестве реперных точек – переходы соответствующие давлению 25,5 ГПа (BiI-II), 2,68 ГПа (BiII-III) и 7,7 ГПа (BiV-VI). Висмут использовали в виде проволоочки диаметром 0,3 мм и длиной 4 мм. Датчик с проволоочкой висмута устанавливали между двумя графитовыми дисками в центральное отверстие контейнера. Опыты проводили с использованием одной и той же пары блок-матриц

при комнатной температуре с рандомизацией во времени. Зависимости эффективности генерирования давления в АД от содержания окиси алюминия показаны на рис. 1, доломита – на рис. 2. Приведенные значения усилия пресса были получены усреднением по 5–8 экспериментам, доверительные интервалы вычисляли по критерию Стьюдента с вероятностью 95%. Оценивали также интенсивность генерирования давления в реакционном объеме на основе безразмерного параметра  $K$ , который рассчитывается по формуле:

$$K = \frac{F_{7,7}}{F_{2,55}}$$

где  $F_{2,55}$ ,  $F_{7,7}$  – усилие пресса, при котором фиксировали переходы соответственно ViI-II и ViV-VI. Все эксперименты проводили при комнатной температуре.

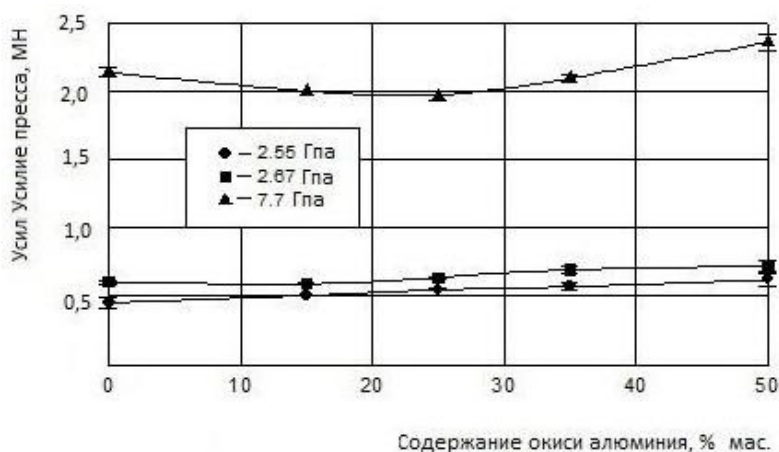


Рис. 1. Зависимости эффективности генерирования давления в АД типа «тороид» от содержания добавок окиси алюминия

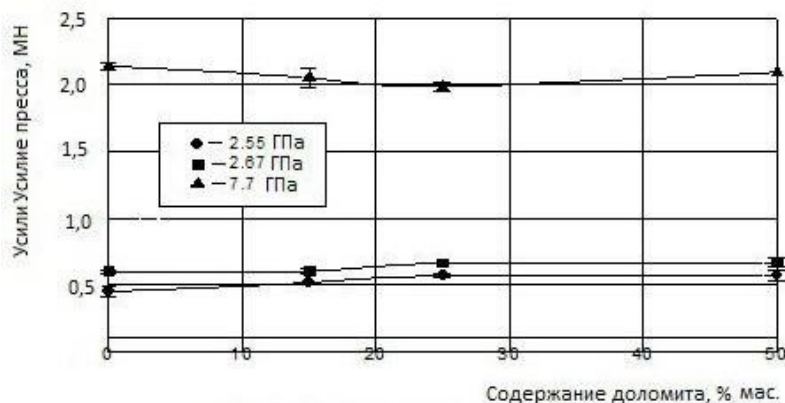


Рис. 2. Зависимости эффективности генерирования давления в АД типа «тороид» от содержания добавок доломита

Как видно на рис. 1, 2, в обоих случаях эффективность генерирования давления в АД зависит от содержания высокомодульной добавки. Характер влияния добавки зависит от давления в реакционном объеме и более выражен при давлении 7,7 ГПа. Кроме того, влияние окиси алюминия (добавки с более высоким модулем упругости) выражено больше, хотя качественно это влияние для обоих видов добавки одинаково для соответствующего давления в реакционном объеме. При давлении 7,7 ГПа влияние добавок носит экстремальный характер с минимумом (эффективность генерирования давления имеет максимум) при содержании добавок около 25%. Однако при давлении 2,55 и 2,68 ГПа это

влияние носит монотонный характер – эффективность генерирования давления монотонно снижается.

Как видно на рис. 3 зависимость интенсивности генерирования давления  $K$  от содержания добавок также носит экстремальный характер с минимумом (интенсивность

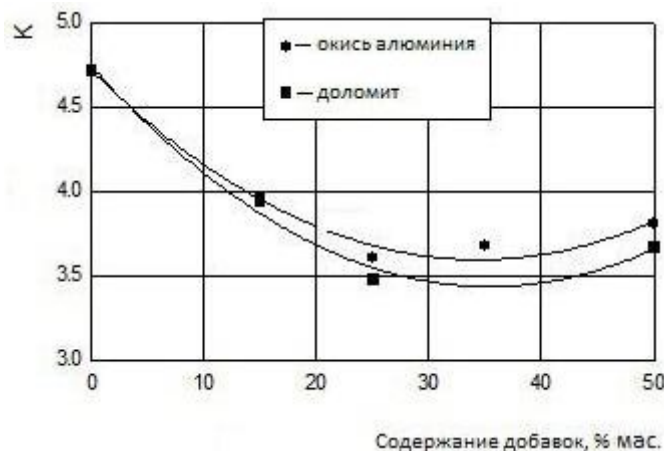


Рис. 3. Зависимости интенсивности генерирования давления в АД типа «тороид» от содержания высокомолекулярных добавок

наблюдалась разгерметизация АД в 25% экспериментов при содержании доломита 25% и в 60% экспериментов при содержании доломита 50%. При этом усилие пресса, при котором происходила разгерметизация, повышалось со 115 до 160 тс.

Ранее была исследована зависимость коэффициента мультипликации от отношения исходной толщины диска к радиусу наковальни при сжатии различных материалов между плоскими наковальнями Бриджмена [3]. Эта зависимость также носит экстремальный характер. Кроме того, хорошо известна экстремальная зависимость эффективности генерирования давления в АД с профилированными наковальнями от исходной высоты контейнера. Анализируя в совокупности полученные данные и опубликованные ранее, можно предположить, что экстремальный характер зависимости эффективности генерирования давления от определяющих факторов является характерной особенностью АД с деформируемым уплотнением и, в частности, АД с профилированными наковальнями. Это свидетельствует о механическом подобии процессов, происходящих в АД этого типа, т. е. АД, основным конструктивным элементом которого является деформированное уплотнение, образующееся при сжатии контейнера.

#### Выводы

1. Эффективность генерирования давления в АД типа «тороид» может изменяться путем введения высокомолекулярных добавок в основной материал контейнера.

2. Зависимость эффективности генерирования давления от содержания высокомолекулярных добавок носит экстремальный характер, однако для различных материалов их влияние различно, в частности при содержании доломита более 25% количество «разгерметизаций» увеличивается.

3. Экстремальный характер зависимости эффективности генерирования давления от содержания высокомолекулярной добавки является проявлением механического подобия процессов генерирования давления в АД с деформируемым уплотнением.

4. Оптимальным подходом к проектированию контейнера АД с деформируемым уплотнением является разделение функций внутренней и внешней частей контейнера, а именно, изготовление контейнера составным из материалов, свойства которого удовлетворяют требованиям к этой части контейнера АД.

Досліджено вплив високомодульних домішок окису алюмінію та доломіту до вапняка, який використовують для виготовлення контейнера апарату високого тиску типу «тороїд», на ефективність генерування тиску. Встановлено, що залежність ефективності генерування тиску від вмісту домішки має екстремальний характер екстремум відповідає кількості домішки 25–35%. Це пов'язано зі збільшенням межі текучості та зниженням стисливості матеріалу контейнера внаслідок внесення домішок.

**Ключові слова:** апарат високого тиску, тороїд, ефективність контейнера, високо модульні домішки, ефективність генерування тиску.

*Effect of alumina and dolomite additives with high elastic modulus to the limestone used to fabricate gaskets for “toroid” type high pressure apparatus on its pressure generation power was investigated. It was found that the effect of additives on the pressure generation power has the extremum character with the maximum corresponding to the 25-35 % of the content of additives . This phenomena was connected with the increase of the shear strength and decrease of compressibility of the gasket material due to additives content.*

**Key words:** high pressure apparatus, toroid, container performance, high elastic modulus additive, pressure generation power.

### Литература

1. Аппарат высокого давления, работающий при давлении ~80 кбар и температуре ~1500 °С / А. А. Семерчан, Н. Н. Кузин, Т. Н. Давыдова, К. Х Бибиев // Сверхтвердые матер.– 1983. – № 4.– С. 8–11.
2. Францевич И. Н., Воронов Ф. Ф., Бакута С. А. Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов. – К.: Наук. думка, 1982. – 286 с.
3. Виноградов С. А. Анализ результатов сжатия дисков плоскими наковальнями Бриджмена в рамках безразмерного анализа // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2011. – Вып. 14.– С. 235–239.

*Поступила 24.05.13*

УДК 541.64:535.5

**Д. А. Савченко**

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

### **ГИБРИДНЫЕ ОРГАНО-НЕОРГАНИЧЕСКИЕ ПОЛИМЕРЫ КАК НОВЫЙ КЛАСС ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ. ОПТИМИЗАЦИЯ СИНТЕЗА И МЕХАНИЗМ РЕАКЦИИ**

*Рассмотрены синтез олигомеров для гибридных органо-неорганических материалов, используемых как связующее для абразивного инструмента, влияние условий синтеза на структуру полученных олигомеров.*

*Приведены данные об оптимизации синтеза – влиянии агрегатного состояния исходных реагентов, температуры, модифицирующей добавки. Предложен механизм формирования структуры олигомеров.*

**Ключевые слова:** полифенолят, ванадий, железо, медь, синтез, механизм.

### **Введение**

Гибридные органо-неорганические полимеры – особый класс полимеров, основные цепи которых состоят из фрагментов органической и неорганической природы. Благодаря этой особенности они объединяют свойства обоих типов компонентов, входящих в их состав. Это