

УДК 62-988

П. А. Балабанов, А. И. Боримский, кандидаты технических наук,
Т. Ю. Чипенко, В. Н. Крикун

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

КУБИЧЕСКИЕ МНОГОПУАНСОННЫЕ АППАРАТЫ ДЛЯ СОЗДАНИЯ ДАВЛЕНИЙ ВЫШЕ 10 ГПА

The literary review of designs and characteristics of cubic-anvil devices for creation of the pressure exceeding 10 GPa is submitted.

Техники высоких давлений и температур широко применяют в различных областях науки и производства. С увеличением плотности материалов изменяются их физические свойства, кристаллическая и электронная структуры, взаимное расположение атомов. Изучение этих явлений дает ценные сведения для развития представления о строении вещества. Исследования при высоких давлениях также важны для получения материалов с новыми свойствами. Последнее связано с получением фаз высокого давления, образующихся при необратимых полиморфных превращениях.

Диапазон достигаемых давлений и температур определяется возможностями применяемых аппаратов высокого давления (АВД). К настоящему времени освоены и широко применяют давление до 10 ГПа, создаваемое при температуре 2700 К. Особый интерес представляют АВД, позволяющие создавать более высокое давление, что значительно расширяет возможности для исследований.

Среди аппаратов, используемых для создания давления более 10 ГПа, широко применяют шестипуансонные АВД типа DIA с полостью высокого давления в форме куба [1]. Благодаря сравнительно большому объему исследуемых образцов и широкому диапазону создаваемых давлений, указанные АВД широко применяются для проведения различных исследований, включая синтез новых материалов, изучение фазовых равновесий, электропроводности и вязкости расплавов, в том числе с использованием ультразвуковых измерений и рентгеновских методов *in situ*.

АВД типа DIA состоит из двух симметрично расположенных (верхний и нижний) направляющих блоков 1, шести пуансонов 2 и четырех клиновидных упорных блоков 3 (рис. 1).

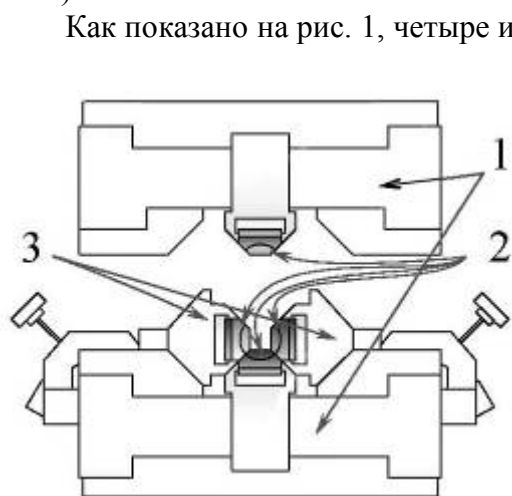


Рис. 1. Схема шестипуансонного АВД типа DIA

Как показано на рис. 1, четыре из шести пуансонов установлены на упорных блоках, а остальные два расположены на направляющих блоках вдоль вертикальной оси аппарата. Внутренние поверхности скольжения направляющих блоков, расположенные под углом 45° к вертикальной оси аппарата, формируют полость в форме правильного октаэдра, размеры которой изменяются с изменением расстояния между направляющими блоками. При сближении или при удалении направляющих блоков обеспечиваются симметричные перемещения всех пуансонов относительно центра аппарата. Квадратные рабочие грани пуансонов образуют в центре аппарата полость в форме куба. Усилие от гидравлического цилиндра, приложенное к аппарату вдоль его вертикальной оси, сближает

направляющие блоки и, таким образом, сжимает кубическую ячейку высокого давления с исследуемым образцом.

Обычно усилие главного цилиндра в АД типа DIA составляет 1 МН. Объем исследуемых образцов в таких аппаратах не превышает 2 мм^3 .

Максимально достижимое давление при температуре до 2000 К зависит от размеров передней рабочей грани пуансонов и, соответственно, размеров ячейки. При использовании пуансонов, изготовленных из твердого сплава, максимально создаваемое в ячейке давление составляет: 7 ГПа при длине стороны рабочих граней пуансонов 6 мм и длине ребра ячейки с образцом 8 мм; 10 ГПа при длине стороны рабочей грани пуансонов 4 мм и длине ребра ячейки с образцом 6 мм; 13 ГПа при длине стороны рабочей грани пуансонов 3 мм и длине ребра ячейки с образцом 5 мм [2].

Долговечность пуансонов увеличивается при использовании для их изготовления поликристаллического кубического нитрида бора [3]. При изготовлении пуансонов из алмазного композиционного поликристаллического материала (АКПМ) достижимы давления до 18 ГПа при длине стороны рабочих граней пуансонов 3 мм и длине ребра ячейки с образцом 5 мм [4].

Аппараты типа DIA для работы при усилении одноосного сжатия до 15 МН используют также в качестве первой ступени при создании двухступенчатых АД [5]. В кубической полости таких АД расположены восемь кубических пуансонов второй ступени. Один угол каждого пуансона усечен, благодаря чему образована треугольная рабочая грань. В сборе восемь пуансонов образуют в центре восьмигранную полость высокого давления в форме октаэдра, в которой размещается контейнер с образцом (рис. 2).

Использование второй ступени позволяет значительно повысить уровень создаваемых давлений. Например, одноступенчатый аппарат модели МАХ80 способен создавать давления до 12 ГПа, используя пуансоны из твердого сплава [6], и давление до 15 ГПа, используя пуансоны из АКПМ [7]. Использование в этой модели изготовленных из АКПМ пуансонов второй ступени позволило создать давление более 30 ГПа [8]. В двухступенчатом аппарате модели МАХ200х, созданном на базе аппарата МАХ80, для увеличения размеров исследуемых образцов, содержащих в качестве второй ступени восемь пуансонов из твердого сплава с длиной ребра 32 мм, достигнуто давление 25 ГПа при максимальном усилении одноосного сжатия 17 МН [9].

Двухступенчатые аппараты типа DIA моделей SPEED 1500 и SPEED MkII также предназначены для работы при усилиях одноосного сжатия до 15 МН [7]. В модели SPEED 1500 для создания давления 30 ГПа при температуре до 2500 К в качестве второй ступени используют восемь пуансонов из твердого сплава с длиной ребра 26 мм. Аппарат SPEED MkII с пуансонами второй ступени, изготовленными из АКПМ, с длиной ребра 14 мм позволяет создавать давление, достигающее 60 ГПа при той же температуре. Максимальное давление, достигнутое в SPEED 1500, составляет 40 ГПа, в SPEED MkII – 63 ГПа [10].

При сжатии в аппарате DIA наковален Дрикамера, изготовленных из АКПМ, достигнуто давление 90 ГПа в образце диаметром 250 мкм и толщиной 100 мкм при усилении одноосного сжатия 1,4 МН [11]. Диаметр пуансонов из АКПМ составлял 4 мм, рабочей площадки наковальни – 0,7 мм.

На рис. 3 показана ячейка, которую использовали при проведении этих экспериментов.

Для изучения поведения материалов при больших пластических деформациях в условиях высокого давления и температуры требуется устройство, в котором уровни напряжения

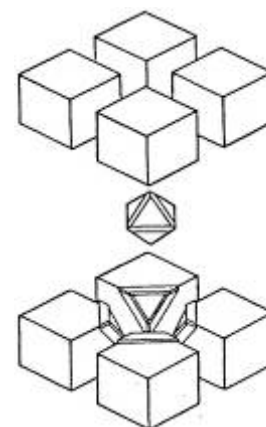


Рис. 2. Схема кубических пуансонов второй ступени с ячейкой высокого давления

и деформации может регулироваться в процессе экспериментов. Области применения таких экспериментов – изучение реологических свойств различных материалов, исследование деформационного упрочнения ОЦК металлов и др.

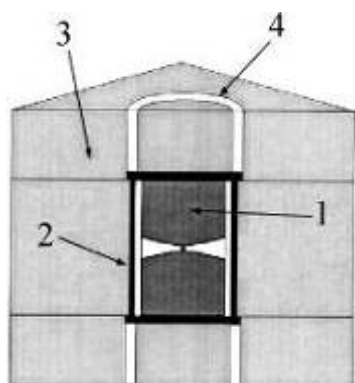


Рис. 3. Схема кубической ячейки с установленными в ней наковальнями Дрикамера в качестве второй ступени: 1 – наковальни Дрикамера; 2 – нагреватель; 3 – контейнер; 4 – токоподвод

Для создания гидростатического давления в ячейке с образцом аппарат D-DIA сжимают с помощью главного цилиндра. При этом верхний и нижний пуансоны находятся в исходном положении. После создания требуемых давления и температуры, верхний и нижний пуансоны перемещаются с помощью вспомогательных гидравлических цилиндров по направлению к центру аппарата. Одновременно посредством оттока жидкости из главного цилиндра четыре боковых пуансона перемещаются в направлении от центра аппарата для того, чтобы общее гидростатическое давление в ячейке с образцом поддерживалось постоянным. Поскольку направление движения всех пуансонов может быть реверсировано, в D-DIA возможна как сжимающая, так и растягивающая деформация образцов. Перемещения всех пуансонов регулируются и контролируются компьютером.

Устройство D-DIA предназначено для использования синхротронного рентгеновского излучения, позволяющего измерять деформацию < 1 мкм, напряжение ~ 10 МПа соответственно.

Выводы

1. К настоящему времени созданы и успешно применяют в исследованиях гамма-кубические многопуансонные аппараты, позволяющие создавать давление более 10 ГПа с одновременным нагревом исследуемых образцов до высокой температуры. Объем образцов в таких аппаратах составляет около 2 мм^3 .

2. Одноступенчатые кубические аппараты с пуансонами из твердого сплава позволяют создавать давление до 13 ГПа при температуре до 2000 К, а пуансоны из АКПМ – до 18 ГПа.

Для исследований был создан аппарат D-DIA, представляющий собой модификацию обычного аппарата DIA, который позволяет пластически деформировать материалы при давлении до 15 ГПа и температуре до 2300 К [12].

Аппарат D-DIA дополнительно оснащен двумя вспомогательными гидравлическими цилиндрами, расположенными внутри направляющих блоков, позволяющими верхнему и нижнему пуансонам перемещаться вдоль оси аппарата независимо от усилия, создаваемого главным цилиндром (рис. 4).

Независимое управление этими пуансонами позволяет деформировать образец без одновременного изменения общего гидростатического давления (что являлось недостатком многопуансонных аппаратов и алмазных наковален как деформирующих устройств).

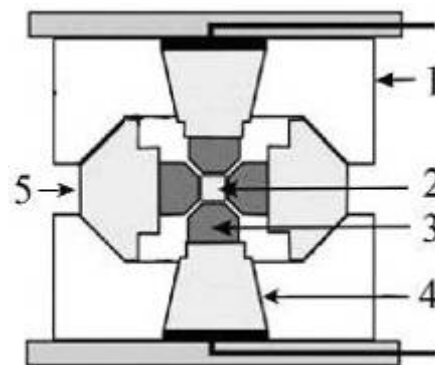


Рис. 4. Схема деформационного аппарата D-DIA: 1 – направляющие блоки; 2 – ячейка высокого давления; 3 – пуансоны; 4 – вспомогательные гидравлические цилиндры; 5 – упорные блоки

3. Применение в кубическом аппарате дополнительно второй ступени, состоящей из восьми пуансонов из твердого сплава, сжимающих восьмигранную ячейку высокого давления в форме октаэдра, позволило повысить создаваемое давление до 30 ГПа при температуре до 2500 К, а при использовании пуансонов второй ступени из АКПМ – до 60 ГПа при той же температуре. Применение в качестве второй ступени наковален Дрикамера, изготовленных из АКПМ, позволяет создать давление 90 ГПа в образце диаметром 250 мкм и толщиной 100 мкм.

4. Создан шестипуансонный (кубический) аппарат для исследования материалов при больших пластических деформациях при давлении до 15 ГПа и температуре до 2300 К, в котором два пуансона могут перемещаться независимо от остальных, что позволяет пластически деформировать образцы без изменения общего гидростатического давления.

Литература

1. A compact cubic anvil high pressure apparatus / J. Osugi, K. Shimizu, K. Inoue, K. Yasunami // *Rev. Phys. Chem. J.* – 1964. – **34**. – P. 1–6.
2. High-pressure research: Application to Earth and planetary sciences / O. Shimomura, W. Utsumi, T. Taniguchi et al. – Washington: Terra Scientific, 1992. – P. 3–11.
3. Symmetric and asymmetric interferometric method for ultrasonic compressional and shear wave velocity measurements in piston-cylinder and multi-anvil high-pressure apparatus / H. J. Mueller, J. Lauterjung, F.R. Schilling et al. // *European Journ. of Mineralogy.* – 2002. – **14**. – P. 581–589.
4. High pressure and high temperature generation using sintered diamond anvils / W. Utsumi, T. Yagi, K. Leinenweber et al. // *High-pressure research: Application to Earth and planetary sciences.* – Washington: Terra Scientific, 1992. – P. 37–42.
5. A large-volume high-pressure and high-temperature apparatus for in situ X-ray observation / T. Katsura, K. I. Funakoshi, A. Kubo et al. // *Phys. Earth Planet. Inter.* – 2004. – **143** – **144**. – P. 497–506.
6. Hinze E., Kremmler J., Lauterjung J. Mehrstempel Hochdruck apparatur für Pulverdiffraktometrie unter geowissenschaftlich relevanten Bedingungen, MAX-80. Förderung der Grundlagenforschung durch den Bundesminister für Forschung und Technologie, Ergebnisberichte 1989–1992 // *Erforschung kondensierter Materie und Atomphysik im Verbund mit Großgeräten: Physik-Chemie-Biologie, Band II, Festkörperphysik und Materialforschung.* – 1992. – P. 84–88.
7. The phase boundary between α - and β - Mg_2SiO_4 determined by in situ X-ray observation / H. Morishima, T. Kato, M. Suto et al. // *Science.* – 1994. – **265**. – P. 1202–1203.
8. Thermoelastic properties of $MgSiO_3$ perovskite determined by in-situ X-ray observations up to 30 GPa and 2000 K / N. Funamori, T. Yagi, W. Utsumi et al. // *Journ. of Geophys. Research, B, Solid Earth and Planets.* – 1996. – **101**. – P. 8257–8269.
9. Mueller H. J., Schilling F. R., Lathe C. Multianvil techniques in conjunction with synchrotron radiation at Deutsches Elektronen SYNchrotron (DESY) // *Geolog. Soc. of Amer. Spec. Paper.* – 2007. – **421**. – P. 207–226.
10. High-pressure generation in the Kawai-type apparatus equipped with sintered diamond anvils / E. Ito, T. Katsura, Y. Aizawa et al. // *Advances in High Pressure Technology for Geophysical Application.* – Amsterdam: Elsevier Besloten Vennootschap, 2005. – P. 451–460.
11. X-ray diffraction under ultrahigh pressure generated with sintered diamond anvils / W. Utsumi, N. Toyama, S. Endo et al. // *J. Appl. Phys.* – 1986. – **60**. – P. 2201–2204.
12. The deformation-DIA: a new apparatus for high temperature triaxial deformation to pressures up to 15 GPa / Y. Wang, W. B. Durham, I. C. Getting, D. J. Weidner // *Rev. Sci. Instrum.* – 2003. – **74**. – P. 3002–3011.

Поступила 15.06.09