

УДК 62-988

П. А. Балабанов, канд. техн. наук

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

ДВУХСТУПЕНЧАТЫЕ МНОГОПУАНСОННЫЕ АППАРАТЫ ТИПА «ОКТАЭДР В КУБЕ» ДЛЯ СОЗДАНИЯ ДАВЛЕНИЙ БОЛЕЕ 10 ГПА

The literary review of designs and characteristics of multianvil devices with «octahedron within cubes» geometry for creation of the pressure exceeding 10 Gpa is submitted.

Под воздействием высокого давления и температуры могут существенно изменяться структура и свойства материалов. Изучение этих явлений дает ценные сведения для развития представления о строении вещества. Круг изучаемых явлений определяется возможностями техники высоких давлений. Применяемые для создания требуемых параметров аппараты высокого давления (АВД) характеризуются диапазоном рабочего давления, температуры и величиной рабочего объема. В настоящее время освоены и широко применяются на практике давления до 10 ГПа, создаваемые при температурах, достигающих 2700 К. Особый интерес представляют АВД, позволяющие создавать более высокие давления, значительно расширяющие возможности исследований.

Среди АВД, используемых для создания давлений более 10 ГПа широко применяют многопуансонные аппараты – двухступенчатые аппараты типа «октаэдр в кубе», известные как АВД типа МА6/8, и кубические шестипуансонные аппараты. Благодаря сравнительно большому объему исследуемых образцов и широкому диапазону создаваемых давлений, указанные АВД широко применяют для 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*. Обзор кубических аппаратов приведен в [1]. В данной статье рассмотрены конструкции и технические характеристики АВД типа МА6/8. В этой конструкции передающая давление керамическая среда (контейнер) в форме октаэдра сжимается восемью кубическими пуансонами второй ступени (рис. 1, а). Одна вершина каждого кубического пуансона усечена, формируя треугольную рабочую грань. Когда все восемь пуансонов собраны, в центре получается восьмигранная полость, в которую и помещают контейнер с исследуемым образцом.

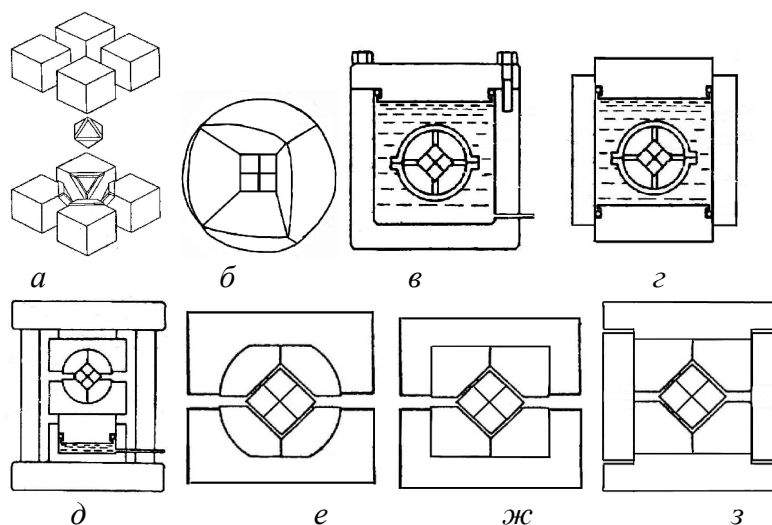


Рис. 1. Эволюция двухступенчатого АВД типа «октаэдр в кубе» (МА6/8)

Эти восемь пуансонов второй ступени, в свою очередь, располагаются в кубической полости, которую образуют шесть пуансонов первой ступени из инструментальной стали с квадратными рабочими гранями.

В первых конструкциях АВД типа МА6/8 [2] наружная поверхность пуансонов первой ступени представляла собой сегмент сферы (рис. 1, б). Для создания высокого давления шар, образованный в результате сборки пуансонов первой и второй ступеней, помещали в герметичную резиновую оболочку и сжимали в резервуаре с маслом, которое либо нагнетают в резервуар под давлением (рис. 1, в), либо сжимают прессом одноосного сжатия (рис. 1, з).

В АВД, разработанном в дальнейшем [3], сферические внешние пуансоны устанавливали в двух подвижных направляющих блоках, которые при создании высокого давления сжимались прессом одноосного сжатия (рис. 1, д). Такой аппарат имел более простую конструкцию и, благодаря отсутствию резервуара с маслом, был удобнее в эксплуатации, что способствовало его широкому распространению.

Так как пуансоны первой ступени могут вращаться в направляющих блоках и в результате этого терять центровку, их обычно приклеивают к стальному блоку. Однако это не устраняет их возможное смещение при внезапной разгерметизации и, кроме того, значительно затрудняет перецентрировку пуансонов. Для устранения этих недостатков в следующей разработанной конструкции [4] основание сборки пуансонов первой ступени было усечено (рис. 1, е).

Дальнейшим развитием этого типа аппарата была конструкция [5], в которой сборка пуансонов первой ступени имела цилиндрическую наружную поверхность и была запрессована в направляющий блок (рис. 1, ж). Это явилось значительным упрощением, так как механическая обработка такой сборки легче, чем сферической и не требует перецентрировки пуансонов.

Создание устройства [6], в котором шесть пуансонов первой ступени не были скреплены и могли свободно перемещаться во внешнем цилиндрическом корпусе (рис. 1, з), позволило радикально упростить конструкцию и изготовление аппарата, а также уменьшить его массу и снизить стоимость. При создании давления пуансоны обеих ступеней центрируются самостоятельно. При этом их способность самоцентрироваться исключает необходимость проведения специальных начальных или периодических процедур центровки.

Следует отметить, что АВД типа МА6/8 всех рассмотренных модификаций используют для исследований в лабораториях многих стран. При этом во всех аппаратах применяют взаимозаменяемые кубические пуансоны с гранями стандартной длины 14, 25 и 32 мм.

В одном из последних разработанных АВД типа МА6/8 объем исследуемого образца значительно увеличен [7]. Особенность этого аппарата заключается в том, что запрессованные в направляющие блоки пуансоны первой ступени разделены специальными клиньями, что позволило снизить напряжения в корпусе, где они находятся (рис. 2). В кубической полости АВД с гранями длиной 100 мм установлены восемь твердосплавных кубических пуансонов второй ступени с гранями длиной 54 мм. Это позволило существенно повысить нагрузку, так как при использовании кубов с увеличенной длиной грани, т. е. с большей площадью поверхности, напряжения на внутренней поверхности пуансонов первой ступени снижаются и не превышают прочности закаленной стали. При сжатии аппарата усилием 20 МН в нем можно создавать давление более 20 ГПа и температуру до 1900 °С. При этом объем исследуемого образца составляет около 20 мм³, в то время как в ранее созданных конструкциях при тех же условиях он не превышает 3 мм³.

Еще одна разновидность АВД типа МА6/8 – устройство «Г-сир», разработанное для использования в экспериментах с применением синхротронного излучения [8]. Это уменьшенная модификация аппарата, в которой пуансоны второй ступени имеют грани длиной 10 мм. Будучи небольшого размера и легким, этот аппарат легко ориентируется в направлении прохождения рентгеновского луча. Кроме того, благодаря небольшим сборкам с образцом, поглощение рентгеновского излучения средой, передающей давление, минимизировано.

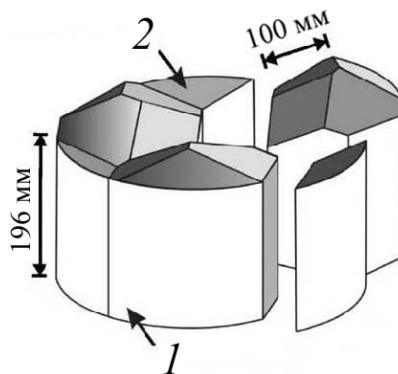


Рис. 2. Схема сборки трех пуансонов первой ступени АДВ типа МА6/8 с увеличенным рабочим объемом: 1 – пуансоны первой ступени; 2 – поддерживающие клинья

Для поддержания пуансонов и герметизации области, где создается давление, между пуансонами размещают деформируемые уплотнения из пирофиллита или смеси порошка Al_2O_3 со связующим – эпоксидной смолой. Изменяя длину ребер рабочих поверхностей кубических пуансонов и октаэдрических контейнеров, создают различное давление. Например, при усилии пресса 10 МН в полости высокого давления АДВ можно создать давление 20 ГПа в образце диаметром 1,6 мм и длиной 2 мм при длине ребра рабочей поверхности пуансона 5 мм и длине ребра контейнера 10 мм. В то же время в АДВ можно создать давление 24 ГПа в образце диаметром 1,2 мм и длиной 1,2 мм при длине ребра рабочей поверхности пуансона 4 мм, и длине ребра контейнера 10 мм.

Максимальное давление, достижимое в АДВ типа МА6/8, ограничено пределом текучести пуансонов. При использовании пуансонов второй ступени из твердого сплава в таких аппаратах можно создавать давление более 30 ГПа. Более высокие давления достижимы при использовании пуансонов из алмазного композиционного поликристаллического материала (АКПМ): давление до 48 ГПа было измерено *in situ* при комнатной температуре [9] и до 44 ГПа – при температуре 1850 °С [10].

В экспериментах при высокой температуре в АДВ типа МА6/8 часто используют также гибридную систему пуансонов второй ступени, в которой четыре пуансона из АКПМ заменены пуансонами из твердого сплава. Последние используют в качестве контактов для подвода электрического тока к нагревателю. При такой системе пуансонов в АДВ достигается более высокое давление, чем при использовании только пуансонов из твердого сплава, а также возможно создание температуры до 1500 °С без существенных изменений сборки ячейки высокого давления [11].

На величину создаваемого в АДВ типа МА6/8 давления также влияет конструкция пуансонов второй ступени. Результаты анализа трех конструкций пуансонов – без дополнительных сужений (рис. 3, а): стандартная конфигурация кубических пуансонов; с «положительными» сужениями (рис. 3, б): поверхность пуансона сточена под малым углом (4°) перед усечением; с «отрицательными» сужениями (рис. 3, в): поверхность пуансона сточена так, что промежуток между ними расширяется по мере удаления от усечения – показали, что наиболее высокое давление достигается при использовании пуансонов с «отрицательными» сужениями. Так, при усилии, необходимом для создания давления 20 ГПа при использовании стандартных пуансонов, с применением пуансонов с «отрицательными» сужениями было получено давление на 1,5 ГПа больше [8].

В качестве среды, передающей давление, в АДВ типа МА6/8 используют контейнеры из MgO или керамики на основе MgO (95 % MgO и 5 % Cr_2O_3) пористостью 20–30 % [6]. Материалом для нагревателей служит графит, металлическая фольга (инконель, платина, рений), $LaCrO_3$, TiC. Применение нагревателей из $LaCrO_3$ – полупроводниковой керамики, у которой с повышением температуры снижается сопротивление, – способствует равномерному распределению температуры вдоль нагревателя [12].

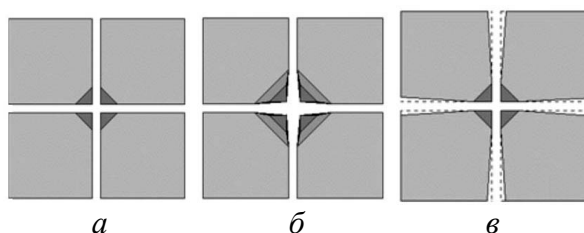


Рис. 3. Конструкции пуансонов второй ступени АД типа МА6/8: а – без дополнительных сужений; б – с «положительными» сужениями; в – с «отрицательными» сужениями

Для дополнительного снижения градиентов температуры в области образца используют ступенчатые нагреватели с утолщенной стенкой в центральной части. Для предотвращения чрезмерной теплопередачи к пуансонам вокруг нагревателя размещают теплоизоляционный материал (например, ZrO_2). Образец размещают в центре ячейки в капсуле и отделяют от нагревателя втулкой из MgO . Широко используют капсулы из рениевой фольги, так как рений прочный и температура его плавления высокая. Также используют рениевые прутки, эродированные искровым методом в целях создания нескольких камер для образцов. При этом одну из камер иногда используют для размещения датчика давления. Типичная конструкция октаэдрической ячейки показана на рис. 4.

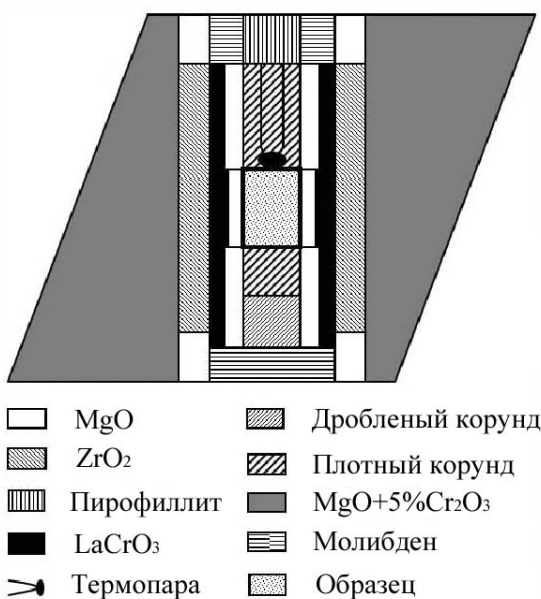


Рис. 4. Типичная конструкция октаэдрической ячейки высокого давления, используемой в АД типа МА6/8

Несмотря на то что в многопуансонных аппаратах образец деформируется практически изотропно, АД типа МА6/8 можно использовать также для экспериментов с наложением дополнительной пластической деформации, отличающейся от равномерного объемного сжатия, в целях изучения реологии материалов при высоком давлении. Располагая с обоих концов образца прочные стержни из плотного корунда так, что ячейка высокого давления становится механически анизотропной, в контейнере с образцом можно создать области негидростатических напряжений в дополнение к гидростатическому давлению, при котором находится образец (см. рис. 4).

Образец начинает деформироваться уже на стадии холодного сжатия. При повышении температуры напряжения в ячейке перераспределяются и наступает этап пластической деформации образца при высоких давлении и температуре. Таким образом, процесс деформа-

ции образца при описанной технологии является следствием перераспределения и релаксации напряжений [13].

Длина перемещения стержней при рассматриваемой технологии ограничена и, следовательно, ограничена также и деформация. Пластическая деформация ячейки высокого давления происходит прежде всего на ранних стадиях сжатия, поэтому деформация образца, которой можно достичь при высоких p , T – параметрах, очень мала.

Для достижения большей деформации (100 – 200 %) была предложена конструкция ячейки, при которой образец деформируется сдвигом [14]. В этом случае образец представляет собой тонкий диск (обычно толщиной 200 мкм), который размещают между стержнями, срезанными под углом 45° к их продольной оси (рис. 5). Как и в предыдущем случае, деформация сдвигом является следствием перераспределения и релаксации напряжений, созданных в процессе холодного сжатия.

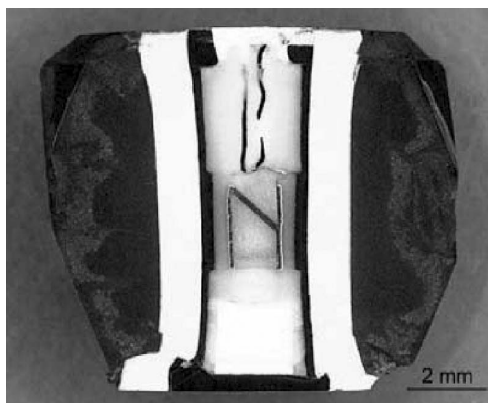


Рис. 5. Сечение ячейки высокого давления, которая была использована для экспериментов с применением деформации сдвигом в АД типа МА6/8

Мягкие торцевые заглушки из дробленого корунда, расположенные на концах стержней в целях поглощения ранней (при низком давлении) деформации, позволяют образцу сжиматься до давления более 15 ГПа при комнатной температуре без значительной доли той дополнительной деформации, влияние которой на образец должно быть исследовано. Геометрия сдвига под углом 45° подразумевает также то, что при низком давлении на поверхностях между стержнями и образцом может произойти скольжение. Это также помогает избежать нежелательной ранней деформации. Таким образом, образец сжимается при комнатной температуре без значительной пластической деформации, которая начинается только при нагревании образца до высокой температуры.

Описанная методика деформации с помощью многопуансонных аппаратов применима при давлениях до 25 ГПа и температурах до 2000 К при размерах образца диаметром около 1–2 мм и высотой около 2–4 мм, или тонкого (толщиной около 0,2 мм) образца в виде диска диаметром 1–2 мм. Деформацию измеряют после эксперимента, а напряжения оценивают по плотности дислокаций или размерам рекристаллизованных зерен.

Однако описанной методике присущи два больших ограничения. Во-первых, объемное сжатие и пластическую деформацию невозможно полностью разделить. В этой связи оценивать экспериментально полученные значения напряжений и деформаций во время таких экспериментов можно только качественно. Во-вторых, так как величина напряжений в течение эксперимента изменяется, доминирующие механизмы деформации также могут изменяться, что создает трудности при интерпретации полученных данных [13, 14].

Таким образом, двухступенчатые АД типа «октаэдр в кубе» позволяют создавать давления более 30 ГПа при использовании пуансонов второй ступени из твердого сплава и до 50 ГПа – при использовании пуансонов из алмазного композиционного поликристалличе-

ского материала с одновременным нагреванием исследуемых образцов до высокой температуры. Объем образцов в таких аппаратах достигает 20 мм³.

Литература

1. Балабанов П. А., Боримский А. И., Чипенко Т. Ю. Кубические многопуансонные аппараты для создания давлений выше 10 ГПа // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр.– К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 183–186.
2. Kawai N., Endo S. The generation of ultrahigh hydrostatic pressures by a split sphere apparatus // *Rev. Sci. Instrum.* – 1970. – 41. – P. 1178–1181.
3. Kawai N., Togaya M., Onodera A. A new device for pressure vessels // *Proc. Jpn. Acad.* – 1973. – 49. – 623–626.
4. Modified split-sphere guide block for practical operation of a multiple-anvil apparatus / E. Ohtani, T. Irifune, W. O. Hibberson, A. E. Ringwood // *High Temp. High Press.* – 1987. – 19. – P. 523–529.
5. Onodera A. Octahedral-anvil high-pressure devices // *High Temp. High Press.* – 1987. – 19. – P. 579–609.
6. Walker D., Carpenter M. A., Hitch C. M. Some simplifications to multianvil devices for high pressure experiments // *Am. Mineral.* – 1990. – 75. – P. 1020–1028.
7. A new large-volume multianvil system. *Phys. / D. J. Frost, B. T. Poe, R. G. Tronnes et al. // Earth Planet. Inter.* – 2004. – N 143-144. – P. 507–514.
8. T-cup: A new high-pressure apparatus for X-ray studies / M. T. Vaughan, D. J. Weidner, Y. B. Wang et al. // *Rev. High Press. Sci. Technol.* – 1998. – 7. – P. 1520–1522.
9. Olivine-wadsleyite transition in the system (Mg, Fe)₂SiO₄ / T. Katsura, H. Yamada, O. Nishikawa et al. // *J. Geophys. Res.* – 2004. – 109. – P. B02209–B02220.
10. In situ X-ray observation of iron using Kawai-type apparatus equipped with sintered diamond: absence of β phase up to 44 GPa and 2100K / A. Kubo, E. Ito, T. Katsura et al. // *Geophys. Res. Lett.* – 2003. – 30. – P. 1126–1129.
11. Irifune T., Utsumi W., Yagi T. Use of a new diamond composite for Multianvil High-pressure Apparatus // *Proc. Jpn. Acad.* – 1992. – 68. – P. 161–166.
12. Takahashi E. Melting of a dry peridotite KLB-1 up to 14 GPa: implications on the origin of peridotite upper mantle // *J. Geophys. Res.* – 1986. – 91. – P. 9367–9382.
13. Durham W. B., Rubie D. C. Can the multianvil apparatus really be used for high pressure deformation experiments? // *Earth and Planetary Materials at High Pres. and Temp.: Geophys. Monogr. 56 / ed. by M. Manghnani, T. Yagi.* – AGU, Washington, D. C., 1998. – P. 62–70.
14. Karato S., Rubie D.C. Toward an experimental study of plastic deformation under deep mantle conditions: A new sample assembly for deformation experiments under high pressures and temperatures // *J. Geophys. Res.* – 1997. – 102. P. 20111–20122.

Поступила 17.06. 10