

7. Виноградов С.А., Доценко В.М. Обобщение результатов испытаний горных пород на наковальнях Бриджмена с целью выбора материала контейнера АВД // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр. – Вып. 13. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2010. – С. 352–357.
8. Новиков Н.В., Герасимович А.В. Исследование деформируемых уплотнений АВД типа наковальни с углублениями // Сверхтвердые матер. – 1983. – № 4. – С. 3–7.
9. 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.
10. Герасимович А.В., Кулемза В.В., Крикун В.Н. Исследование материалов деформируемых уплотнений АВД // Сверхтвердые матер. – 1982. – № 4. – С. 9–11.
11. Шестопал О.Я., Шурин Я.И. Экспериментальное определение распределения давления в тонкой пластине, сжатой между плоскими наковальнями // ПМТФ. – 1963. – № 6. – С. 174–176.
12. Okai D., Yoshimoto J. Large Bridgman anvils and mechanical properties of pyrophyllite // High temp.– high pres. – 1973. – 5. – P. 675–678.
13. Nishikawa N., Akimoto S. Bridgman anvil with an internal heating system for phase transformation // High temp. – high pres. – 1971. – 3. – P. 161–176.
14. Виноградов С.А. Критерии подобия для моделирования процесса сжатия тонкого диска между плоскими наковальнями Бриджмена // Сверхтвердые матер. – 2003. – Вып. 2. – С. 18–25.

*Поступила 24.05.11*

УДК 539.89

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

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

### **ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ НА РАЗГЕРМЕТИЗАЦИЮ КОНТЕЙНЕРА АВД**

*С использованием условной твердости на основе планирования эксперимента при поиске оптимальных условий получена интерполяционная зависимость вероятности взрывного разрушения (разгерметизации) контейнера АВД от содержания нерастворимого остатка, влажности смеси порошка литографского камня и температуры обработки прессованного контейнера. Установлено, что в выбранных пределах варьирования факторов на разгерметизацию влияют также их парное взаимодействие. Полученная зависимость позволяет численно оценить влияние каждого фактора и, следовательно, целенаправленно изменять параметры технологического процесса изготовления контейнеров в целях уменьшения случаев разгерметизации.*

**Ключевые слова:** *аппарат высокого давления, контейнер, вероятность разрушения, планирование эксперимента, метод индентирования.*

Качество сверхтвердых материалов (СТМ) непосредственно зависит от уровня технологии их производства. К условиям совершенствования технологии производства СТМ относятся и дальнейшее усовершенствование аппаратов высокого давления (АВД), в частности, повышение их эффективности и надежности. Одним из основных вопросов при разработке АВД для обеспечения оптимальных эксплуатационных характеристик является выбор материала контейнера. Механические свойства материала контейнера – одни из основных факторов, определяющих эффективность создания и удержания давления в реакционном объеме АВД. Однако до настоящего времени остается открытым вопрос о том, какие характеристики механических свойств или их совокупность определяют эффективность создания и надежность удержания давления в реакционном объеме, а также об оптимальных значениях этих характеристик, соответствующих минимальному значению вероятности взрывного разрушения (разгерметизации) контейнера. Под вероятностью разрушения

понимается отношение количества контейнеров, разрушившихся при нагружении АД, к общему количеству контейнеров в исследуемой партии. В промышленном производстве широко применяют метод изготовления контейнеров прессованием из порошка исходного сырья с использованием различных связующих и последующей термообработкой прессованного изделия.

Как показывает многолетний опыт эксплуатации АД типа «наковальня с углублением», вероятность разрушения (ВР) контейнера зависит от многих факторов, например, химического состава исходного сырья, физико-химических характеристик связующего, температуры и продолжительности термообработки прессованного контейнера, содержания влаги как в исходном сырье, так и в готовом изделии. Естественно предположить, что указанные факторы влияют не только изолированно, но и в совокупности. До настоящего времени целенаправленных исследований указанной зависимости не проводили.

Цель настоящей работы – экспериментально исследовать зависимость ВР от наиболее существенных факторов, а именно: химического состава исходного сырья, влажности смеси перед прессованием и температуры термообработки прессованного контейнера.

Исходным сырьем являлся известняк (литографский камень) Алгетского месторождения, основной контролируемой характеристикой сырья – содержание веществ, не растворимых в соляной кислоте, и массовое содержание влаги в порошке литографского камня. Нерастворимый остаток представлен в основном мелкозернистым порошком окиси кремния. В качестве связки использовали бакелитовый лак марки ЛБС–1, для снижения вязкости которого в целях получения гомогенной смеси для прессования контейнеров добавляли растворитель – ацетон. Содержание бакелитового лака составляло 10 % массы литографского камня. Контейнеры прессовали из приготовленной смеси производят на прессах под давлением 300–400 МПа. Затем производили термообработку контейнеров в течение 35–45 мин. при температуре 160–180 оС.

Описанные факторы контролируются в рамках технологического процесса и, кроме того, ими легко управлять. Зависимость ВР от указанных факторов установлена опытным путем на качественном уровне. Степень влияния каждого фактора и их совокупности позволяет целенаправленно управлять качеством готового изделия. До настоящего времени такие исследования не проводились.

#### **Постановка эксперимента**

Для получения численной зависимости ВР от содержания нерастворимого остатка, исходной влажности смеси литографского камня и температуры термообработки выбрали метод планирования эксперимента при поиске оптимальных условий [1].

Для решения поставленной задачи необходимо было выбрать функцию оптимизации, коррелирующую с ВР контейнера. Ранее экспериментально показано, что такой характеристикой можно выбрать условную твердость  $H_y$  [2]. Эту характеристику легко определить методом индентирования с помощью обычного прибора для определения микротвердости по методу Роквелл. Метод планирования эксперимента позволяет установить зависимость параметра оптимизации от влияющих на него факторов, не вникая в сущность их связи. Такой подход для исследования процессов, физическая сущность которых не поддается математической формализации ввиду недостаточной их изученности, наиболее приемлем.

Таким образом, задача состояла в построении функции оптимизации, т. е. зависимости параметра оптимизации от следующих определяющих факторов: содержания нерастворимого остатка  $p$ , исходной влажности смеси порошка литографского камня  $w$  и температуры термообработки прессованного изделия  $T$ . Необходимо было определить функцию отклика параметра оптимизации на воздействие указанных факторов:

$$H_y = f(p, w, T) \quad (1)$$

Функция отклика является математической моделью объекта исследования, в данном случае материала контейнера.

Функцию отклика задавали в виде полинома первой степени. Использовали план полного факторного эксперимента типа  $2^3$ , т. е. каждый из трех факторов –  $p$ ,  $w$ ,  $T$  – принимает значения на двух уровнях [1]. Основным уровнем фактора  $T$  выбирали равным 160 °С, что соответствует температуре термообработки согласно технологии изготовления контейнеров. Основным уровнем фактора  $p$  выбрали равным 11,3 %. Это обусловлено тем, что исходная смесь порошка литографского камня содержала 9,3 % нерастворимого остатка. Основным уровнем фактора  $w$  выбрали равным половине значения полного влагонасыщения смеси порошка, которое определили экспериментально, т. е.  $w = 12,2$  %. Таким образом, основным уровнем выбрали равным 6 %. Затем выбрали интервалы варьирования каждого фактора относительно выбранного значения соответствующего основного уровня.

Исходя из возможностей и в целях получения наиболее полной модели исследуемого процесса выбрали интервалы варьирования факторов  $I_p$ ,  $I_w$  и  $I_T$  соответственно  $\pm 6\%$ ,  $\pm 2\%$  и  $\pm 30^\circ$ . В соответствии с методикой эксперимента и обработки экспериментальных результатов натуральные значения факторов преобразовывали так, чтобы верхнему уровню соответствовало кодированное значение +1, нижнему – -1, а основному – 0. Уровни варьирования указанных факторов приведены в табл. 1.

**Таблица 1. Уровни варьирования факторов**

Фактор	Значения факторов на уровне					
	Нижнем		Верхнем		Основном	
	Натур.	Кодир.	Натур.	Кодир.	Натур.	Кодир.
$p$	9,3 %	-1	13,3 %	+1	11,3 %	0
$w$	0	-1	12 %	+1	6 %	0
$T$	130 °С	-1	190 °С	+1	160 °С	0

Для экспериментов выбрали матрицу планирования с учетом эффектов взаимодействия. При решении поставленной задачи следовало учесть влияние не только каждого фактора, но также и их взаимодействия, т. е. случай, когда эффект одного фактора зависит от уровня, на котором находится другой фактор. Такой эксперимент называется полным факторным экспериментом [1]. Матрица планирования такого эксперимента применительно к задаче настоящего исследования приведена в табл. 2. Математическая модель, соответствующая такому плану эксперимента, представляется интерполяционным полиномом:

$$H_y = b_0 + b_1w + b_2p + b_3T + b_{12}wp + b_{13}wT + b_{23}pT + b_{123}wpT, \quad (2)$$

где  $b_0, b_1, b_2, b_3, b_{12}, b_{13}, b_{23}, b_{123}$  – коэффициенты рассчитываемые по данным эксперимента.

**Таблица 2. Матрица планирования эксперимента типа  $2^3$  с эффектами взаимодействия**

Номер опыта	$b_0$	$w$	$p$	$T$	$wp$	$wT$	$pT$	$wpT$	$H_y$
1	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	$H_{y1}$
2	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	$H_{y2}$
3	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	$H_{y3}$
4	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	$H_{y4}$
5	+1	-1	-1	+1	+1	+1	+1	-1	$H_{y5}$
6	+1	+1	-1	-1	-1	+1	-1	-1	$H_{y6}$
7	+1	-1	+1	-1	-1	-1	+1	-1	$H_{y7}$
8	+1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	$H_{y8}$

В соответствии с планом эксперимента, представленным в табл. 2, подготовили два вида смеси порошка литографского камня с содержанием нерастворимого остатка соответственно 9,3 и 13,3 %. Смесь каждого вида поделили на четыре части, две из которых доводили до полного влагонасыщения путем кипячения в воде в течение 4 ч, а две другие высушивали при температуре 120 °С до постоянной массы. Затем в полученные 8 партий добавляли бакелитовый лак (10 % по массе) с добавлением ацетона (40 % массы лака).

Затем смесь тщательно перемешивали и сушили в соответствии с принятой технологией сушки смеси перед прессованием контейнеров. Из подготовленных таким образом восьми типов смесей порошка литографского камня прессовали образцы в виде дисков диаметром 20 мм и высотой 7 мм. Соответственно подготовили 8 партий образцов по 10 в каждой партии. Четыре партии в соответствии с матрицей планирования (см. табл. 2) термообработали при температуре 130 °С в течение 45 мин, остальные 4 партии – при температуре 190 °С в течение 45 мин. После выдержки термообработанных образцов на воздухе в течение 48 ч измерили условную твердость  $H_y$  каждого образца. Каждое значение  $H_y$  представлялось в виде среднего из десяти измерений. Статистически обработали полученные результаты, а именно с помощью критерия Кокрена проверили гипотезу однородности дисперсий, выполнение которой является необходимым условием осуществления регрессионного анализа [1]. Определили дисперсию воспроизводимости и значимость коэффициентов регрессии. Было показано, что все коэффициенты полинома (2), за исключением коэффициента при произведении факторов  $wp$ , значимы при выбранных интервалах варьирования

факторов. Другими словами, в интерполяционном уравнении эффект взаимодействия факторов  $wр$  не влияет существенно при данных интервалах варьирования и ошибке воспроизводимости на параметр оптимизации  $H_y$ , поэтому его можно исключить из полинома. Окончательно после подстановки числовых значений коэффициентов, интерполяционный полином имеет вид

$$H_y = 11,5 - 1,65w + 0,18p + 0,38t + 0,38wt + 1,0pt - 0,6wpt. \quad (3)$$

Коэффициенты регрессии позволяют оценить степень влияния каждого фактора и их взаимодействие на параметр оптимизации, так как абсолютное значение коэффициента регрессии является количественной мерой этого влияния. Чем больше этот коэффициент, тем сильнее влияние соответствующего фактора или взаимодействие факторов. Направление влияния факторов или их взаимодействий характеризует знак при коэффициенте. Знак «+» свидетельствует о том, что с увеличением абсолютного значения фактора или их взаимодействия возрастает и параметр оптимизации, а при знаке минус «-» – снижается. Факторы и их взаимодействия по степени снижения их влияния на величину параметра оптимизации приведены в табл. 3.

**Таблица 3. Значения и характер влияния коэффициентов регрессии**

Фактор	Коэффициент	Характер влияния на параметр оптимизации, $H_y$
$w$	-1,65	Снижает
$wрT$	-0,6	Снижает
$wT$	0,38	Повышает
$T$	0,38	Повышает
$p$	0,18	Повышает
$pt$	1,0	Повышает

Из анализа уравнения регрессии (3) следует, что на величину  $H_y$  или ВР контейнера наиболее существенно влияют (в сторону уменьшения) исходная влажность шихты ( $w$ ) и совместное влияние факторов  $w, p, T$ . Раздельное и совместное влияние факторов  $p$  и  $T$  оказывают обратное влияние на  $H_y$ . Однако, исходная влажность и температура термообработки вместе положительно влияют на величину  $H_y$ . Следует отметить, что если характер влияния каждого из исследованных факторов известен на качественном уровне из практики, характер их совместного влияния установлен впервые.

Анализируя уравнение (3) приходим к выводу, что для всех исследованных значений исходной влажности значение  $H_y$  снижается при увеличении  $p$  в диапазоне  $T = 130-150$  °С, причем степень снижения тем меньше, чем выше температура термообработки. При дальнейшем повышении температуры значение  $H_y$  повышается при увеличении содержания нерастворимого остатка  $p$ . На характер этой зависимости исходная влажность смеси не влияет. Физическая сущность обнаруженного влияния температуры термообработки на  $H_y$  в зависимости от содержания нерастворимого остатка остается неизвестной. До сих пор считается, что увеличение содержания нерастворимого остатка однозначно приводит к росту вероятности разрушения контейнера.

Результаты анализ зависимости  $H_y$  от температуры термообработки  $T$  при заданных значениях  $p$  и  $w$  также показывают ее неоднозначность, а именно: при влажности  $p = 9,3-11$  % значение  $H_y$  снижается при повышении  $T$ . Степень снижения зависит от содержания нерастворимого остатка. При  $p = 12-13,3$  %  $H_y$  повышается с ростом температуры термообработки. В области температуры  $150-155$  °С значение  $H_y$  зависит не от содержания нерастворимого остатка, а от исходной влажности смеси литографского камня и снижается при ее повышении. Причина такой зависимости также пока не известна.

Необходимо отметить, что полученные результаты, а следовательно, и сделанные на их основе выводы справедливы для варьирования факторов в принятых пределах. Для значений факторов, выходящих за эти пределы экстраполирование полученных результатов будет неправомерным, хотя следует ожидать, что характер влияния факторов при расширении интервала их варьирования не изменится. При этом лишь увеличатся абсолютные значения коэффициентов при факторах в уравнении (3). Тем не менее, любое увеличение интервалов варьирования требует новой серии экспериментов.

#### **Выводы**

1. Использование предложенной характеристики условной твердости для определения качества материала контейнера позволило впервые получить в виде интерполяционного полинома зависимость

вероятности взрывного разрушения контейнера от содержания нерастворимого остатка в смеси литографского камня, его исходной влажности, а также температуры термообработки готового изделия.

2. Установлено, что содержание нерастворимого остатка и температуры термообработки, взаимодействуя, определяют неоднозначный характер зависимости качества материала контейнера от значений этих факторов в пределах их варьирования.

3. В исследованных пределах варьирования факторов существует оптимальная температура термообработки, при которой  $H_y$  не зависит от содержания нерастворимого остатка и изменяется только при изменении исходной влажности порошка литографского камня. Это значение температуры можно рекомендовать в качестве оптимальной температуры обработки прессованных контейнеров при содержании нерастворимого остатка 9,3–13,3 %.

*З використанням умовної твердості на основі планування експерименту при пошуку оптимальних умов було отримано інтерполяційну залежність ймовірності вибухового руйнування (розгерметизації) контейнера АВТ від вмісту нерозчинного залишку, вологості суміші порошку літографського каменю та температури оброблення пресованого контейнера. Встановлено, що у вибраних межах варіювання чинників на розгерметизацію впливають також їх парна взаємодія. Отримана залежність дає змогу чисельно оцінити вплив кожного чинника і, відповідно, цілеспрямовано змінювати параметри технологічного процесу виготовлення контейнерів з метою зменшення випадків розгерметизації.*

**Ключові слова:** апарат високого тиску, контейнер, ймовірність руйнування, планування експерименту, метод індентування.

*On the basis of the method of experimental design and conditional hardness as an optimization parameter the interpolation relation between probability of an explosive damage of the container (loss of pressure) of HPA and insoluble residue quantity, water content in powder of the limestone and temperature of heat treatment of the pressed container has been found. There was ascertained that in the chosen limits of the factors variation the probability of the pressure loss depends on the pair interaction of the factors too. This relation offers to make numerical assessment of each factor's influence and, consequently, change the parameters of the technological process of the containers fabrication to decrease the quantity of the pressure losses.*

**Key words:** high pressure apparatus, container, probability of the damage, experimental design, indentation method.

#### Литература

1. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. – М.: Наука, 1976. – 279 с.
2. Виноградов С.А., Доценко В.М., Сороченко Т.А. Определение методом индентирования пригодности известняков для изготовления контейнеров аппаратов высокого давления // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. –К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – Вып. 13 – С. 349–351.

*Поступила 17.06.11*