

**ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ  
НА ДВИЖУЩИХСЯ НАКОВАЛЬНЯХ БРИДЖМЕНА*****Н. С. Ениколопан, А. А. Жаров, В. А. Жорин,  
А. Г. Казакевич, П. А. Ямпольский****(Москва)*

Исследовалось распределение давления на движущихся наковальнях Бриджмена, выполненных из стали ХВГ и твердого сплава ВК-6, в интервале давлений от 10 до 40 кбар при комнатной температуре. Распределение давления определялось при изучении реакции полимеризации акриламида при высоком давлении в сочетании с деформацией сдвига. Выход полимера увеличивается с увеличением давления при одном и том же угле поворота наковален. Исследовалась зависимость выхода полимера при различных давлениях по кольцевым зонам образца.

Было найдено, что распределение давления зависит от материала, из которого изготовлены наковальни, от номинального давления, геометрии образца. Существует интервал давлений, при котором распределение давления наиболее близко к равномерному.

Аппаратура типа наковален Бриджмена широко используется для исследований при высоких давлениях и для работ, связанных с высокими давлениями в сочетании с деформациями сдвига.

Одним из существенных недостатков аппаратуры является неравномерность распределения давления в образце во время опыта. В целях совершенствования экспериментальных методов, связанных с применением аппаратуры типа наковален Бриджмена, а также для введения поправок в результаты многих физических и химических экспериментов, например при изучении фазовых переходов и в исследовании кинетики и механизма реакций, требуется знать распределение давления и зависимость его от различных факторов (материала наковален, предварительной их обработки, геометрии образца и т. д.).

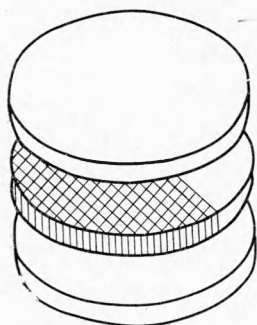
Данные о характере распределения давления на неподвижных наковальнях приводятся в [1-4]. При работе с алмазными наковальнями установлено [2], что давление в центральной части образца выше, чем на периферии, а при использовании наковален из карбида вольфрама, наоборот, давление на периферии образца выше, чем в центре [5]. Экспериментируя на наковальнях из закаленной стали, авторы [6] обнаружили, что если образец взят в виде тонкой пластины, то давление в центре его ниже среднего на 24-70%, а если в виде толстой пластины, то давление выше среднего на 20-55%.

О распределении давления в образце при движении наковален практически нет сведений. В [4] высказывается предположение о сглаживании неравномерностей распределения давления, т. е. оно должно быть иным, чем на неподвижных наковальнях. На основании измерения напряжения сдвига на наковальнях различного диаметра в [7] авторы приходят к выводу, что в центре образца давление ниже, чем на краях.

Задачей данного исследования явилось получение информации о характере распределения давления в образце и его зависимости от давления и материала наковален. Для этого в качестве образца был выбран акриламид. Глубина превращения акриламида в полимер не зависит от времени

поворота наковален и при постоянной температуре есть функция только координаты перемещения слоев вещества и давления [8]. Следовательно, если измерить константы скорости реакции полимеризации в зонах образца, выбранных на различном расстоянии от центра, и вместе с тем знать зависимость константы скорости от давления, то можно рассчитать давление в этих зонах.

Для исследования были взяты наковальни из стали ХВГ (твердость  $R_c = 62-64$ ) с рабочим диаметром 20 мм и наковальни из сплава ВК-6 (твердость  $R_A = 88$ ). Очищенный акриламид [8] перед опытом прессовался в таблетки диаметром 20 мм требуемой толщины с помощью прессформы на прессе с усилием 5 т. Толщина таблетки до и после опыта измерялась микрометрическим индикатором с точностью  $\pm 1$  мк. Образцы акриламида, подвергнутые воздействию высоких давлений в сочетании с деформациями сдвига, делились с помощью шаблона на три зоны с диаметрами 0—10, 10—15, 15—20 мм. Выход полимера определялся так же, как и в [8].



Фиг. 1

Чтобы использовать экспериментальные данные для оценки распределения давления, нужно быть уверенным, что движение вещества происходит равномерно по всей толщине, т. е. нет преимущественного движения по какому-нибудь небольшому количеству слоев и нет проскальзывания наковален по поверхности образца. Характер движения вещества изучался на таблетках, составленных из двух частей, одна из которых была окрашена. Окрашивание производилось добавкой в акриламид дифенилпикрилгидраза (0.05—0.1% вес.).

Исследование таких образцов показало, что на наковальнях из стали ХВГ (чистота поверхности V8) при давлениях ниже 5 кбар граница окрашенной зоны не смещается при повороте наковален, т. е. наблюдается проскальзывание наковален по всей поверхности образца. При давлениях 6 кбар на наковальнях из стали ХВГ и 10 кбар на наковальнях из сплава ВК-6 краевая зона отстает при своем движении от центральной. Проскальзывание краевой зоны в этих опытах объясняется неравномерностью распределения давления (на границе образца давление ниже, чем в середине). При давлениях 10 кбар и выше на наковальнях из стали ХВГ и давлениях 20 кбар и выше на наковальнях из сплава ВК-6 граница окрашенной зоны смещается на угол, соответствующий углу поворота наковален. Применение трехслойных таблеток, составленных как показано на фиг. 1, а также изучение сечений образцов под микроскопом позволило установить, что перемещение вещества практически происходит по всей толщине таблетки и нет преимущественного движения по одному или нескольким слоям.

Для давления 10 кбар и наковален из стали ХВГ зависимость глубины превращения  $q$  акриламида в процентах от угла поворота наковален  $l$  и зависимость  $\sqrt{q}$  от  $l$  для разных участков наковален при конверсии 40—50% имеет линейный характер (фиг. 2) и описывается уравнением

$$(1) \quad \sqrt{q} = K' (l + l_0)$$

где  $l_0$  — эффективный угол, эквивалентный перемещению слоев вещества, вызванному растеканием образца при его сжатии на наковальнях;  $K'$  — константа, фиксированная для каждой зоны образца и не зависящая от угла поворота наковален.

Выведем уравнение, связывающее относительный выход полимера с радиусом выбранной зоны образца. Примем, что зависимость выхода  $q$  от угла  $l$  в слое шириной  $dr$  имеет вид (1). Переменной, имеющей физический смысл, является не угол поворота наковален, а величина относительного перемещения слоев вещества  $|x|$ , которая при деформации сдвига описывается уравнением

$$(2) \quad x = lr / h$$

где  $x$  — относительное перемещение слоев вещества,  $r$  — радиус элементарного кольцевого слоя,  $h$  — высота слоя.

С учетом (2) уравнение, аналогичное (1), можно записать в виде

$$(3) \quad q = K [(x + x_0) / h]^2$$

где  $K$  — константа, не зависящая от угла поворота наковален и от радиуса выбранной зоны.

В кольцевом слое шириной  $dr$  и радиусом  $r$  при постоянной высоте образца количество образовавшегося полимера  $g$  выразится следующим образом:

$$(4) \quad g = 2\pi rhqdr = 2\pi rhK [(x + x_0) / h]^2 dr = 2\pi r^3 K [(l + l_0)^2 / h] dr$$

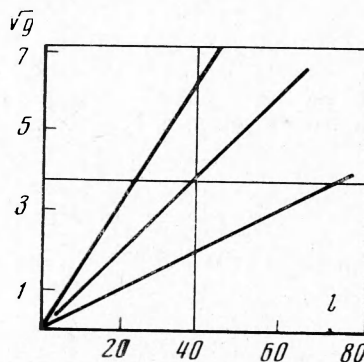
Общий вес полимера  $G$  в кольцевом слое шириной  $(r_2 - r_1)$  можно найти, интегрируя (4) при  $(l + l_0) = \text{const}$  и  $h = \text{const}$

$$(5) \quad G = \int_{r_1}^{r_2} 2\pi [(l + l_0)^2 / h] K r^3 dr = \frac{\pi}{2} K [(l + l_0)^2 / h] (r_2^4 - r_1^4)$$

Относительный выход полимера  $q = G / G_0$ , где  $G_0$  — общее количество вещества в слое

$$(6) \quad G_0 = \pi (r_2^2 - r_1^2) h, \quad q = G / \pi (r_2^2 - r_1^2) h = K (l + l_0)^2 \cdot (r_2^2 + r_1^2) / 2h$$

Пользуясь (6) и результатами, приведенными на фиг. 2, были рассчитаны константы  $K$  (таблица). Поскольку координата перемещения слоев вещества есть функция толщины образца, то в (6) введены поправки, учитывающие разницу в средних для каждой зоны толщинах образца. Толщины

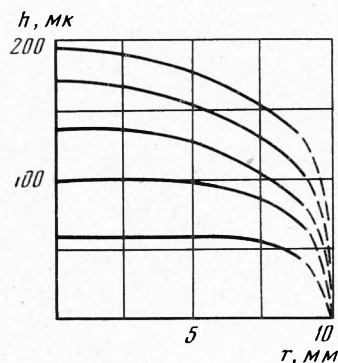


Фиг. 2

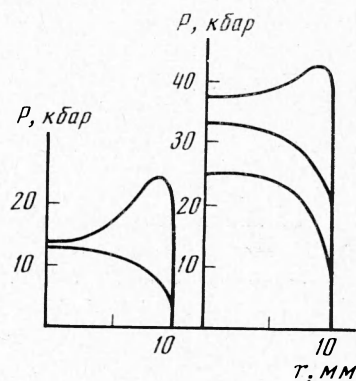
| Давление,<br>кбар | Материал<br>наковален | Средняя толщина<br>образца в зоне $\times 10^{-2}$ мм |       |       | Константа $K \cdot 10^6$ |       |       | Расчетные давления,<br>кбар |       |       |
|-------------------|-----------------------|-------------------------------------------------------|-------|-------|--------------------------|-------|-------|-----------------------------|-------|-------|
|                   |                       | диаметр зоны, мм                                      |       |       | диаметр зоны, мм         |       |       | диаметр зоны, мм            |       |       |
|                   |                       | 0—10                                                  | 10—15 | 15—20 | 0—10                     | 10—15 | 15—20 | 0—10                        | 10—15 | 15—20 |
| 10                | ст. ХВГ               | 1                                                     | 0.9   | 0.7   | 1.82                     | 1.67  | 1.44  | 12.7                        | 10.9  | 7.8   |
| 20                | ст. ХВГ               | 1                                                     | 0.9   | 0.7   | 3.24                     | 4.16  | 5.00  | 14.7                        | 19.8  | 23.8  |
| 20                | сплав<br>ВК-6         | 1                                                     | 0.9   | 0.7   | 3.80                     | 3.66  | 2.30  | 24.8                        | 24.0  | 14.3  |
| 30                | сплав<br>ВК-6         | 1                                                     | 0.9   | 0.7   | 4.96                     | 4.28  | 3.88  | 33.0                        | 30.0  | 27.9  |
| 40                | сплав<br>ВК-6         | 1                                                     | 0.9   | 0.7   | 6.00                     | 5.80  | 6.92  | 38.8                        | 38.1  | 41.8  |

зон были найдены как среднее из результатов измерения геометрии пятидесяти образцов после опытов при различных давлениях и углах поворота наковален (фиг. 3). Установлено, что форма таблетки слабо зависит от изменений давления в диапазоне от 10 до 40 кбар и углах поворота от 5 до 60°.

Из данных, приведенных в таблице, видно, что с ростом общего давления константы, рассчитанные для зоны диаметром 15—20 мм (а следовательно, и давление в этой зоне), увеличиваются быстрее, чем в центральной зоне. Эти данные можно выразить в величинах давления, если известна



Фиг. 3



Фиг. 4

зависимость константы скорости от давления. Для этого можно использовать зависимость интегральной скорости полимеризации для образца в целом от давления, которая описывается уравнением

$$(7) \quad \lg (K_P / K_{10}) = aP - b$$

где  $P$  — давление в кбар,  $a = 2 \cdot 10^{-2}$  кбар $^{-1}$ ,  $b = 0.2$ ,  $K_{10}$  — константа полимеризации при давлении 10 кбар.

С использованием (7) и относительных величин констант были сделаны оценки давлений, соответствующих разным зонам образца. Рассчитанные величины изображены на фиг. 4. Здесь же прочерчены вероятные профили распределения давления. Из графика видно, что максимум распределения давления перемещается от центра к периферии образца с ростом общего давления, а также при переходе от наковален из стали к наковальням из твердого сплава. Положение максимума давления в центре наковален — часто наблюдаемый факт на неподвижных наковальнях. Качественно это соответствует теоретическим расчетам [9, 10], сделанным при допущении недеформируемости наковален. В области низких давлений материал наковален мало деформируется и распределение давления обусловлено только вытеканием образца из-под наковален. Смещение максимума на периферию с ростом давления можно объяснить тем, что материал наковален деформируется в центре сильнее, чем на периферии, так как краевая зона имеет поддержку со стороны массы наковален, находящейся в нерабочей зоне. Это эквивалентно принципу массивной поддержки Бриджмена. Так же можно объяснить смещение максимума к центру наковален при переходе от стали ХВГ к сплаву ВК-6. Высокая величина модуля Юнга этого сплава приводит к тому, что при данном давлении (20 кбар) деформация наковален заметно не влияет на распределение давления.

Можно предсказать изменение распределения давления при изменении толщины таблетки. С увеличением толщины таблетки оно будет в большей



степени зависеть от свойств образца, а вклад деформации самих наковален будет оказывать меньшее влияние. Поэтому максимум давления должен перемещаться к центру наковален. Для проверки этого предположения были проведены опыты с таблетками разной толщины. Определялся выход полимера в центральной и периферийной зонах и одновременно проводилось измерение размеров образца. Ниже приведены отношения величин выходов полимера центральной и периферийной зон. Видно, что это отношение увеличивается с толщиной таблетки. Введение поправки на разницу в толщине зон усиливает эту зависимость. При исходных толщинах таблетки 60, 100, 150, 200, 250 мк отношения приведенного выхода полимера в центральной зоне к выходу в периферийной зоне ( $\alpha = 20^\circ$ ,  $P = 10$  кбар) соответственно равны 0.32, 0.36, 0.44, 0.80, 1.10.

Суммируя отметим, что профиль давления изменяется при одних и тех же размерах образца с ростом давления, при этом на низких давлениях максимум давления находится в центре. При высоком давлении максимум давления перемещается в периферийную зону. При постоянном давлении максимум распределения давления смещается к центру с увеличением толщины образца.

При переходе от стали ХВГ к твердому сплаву ВК-6 интервал давлений, при котором происходит переход максимума давления от центра к периферии, смещается в область более высоких давлений. Существует интервал нагрузки для данной пары наковален и конкретного образца, при котором распределение давления наиболее близко к равномерному. Это дает возможность подбором материала наковален и геометрии образца добиваться более равномерного распределения давления на аппаратуре типа наковален Бриджмена. Характер распределения давления в образце при 20 кбар на наковальных из стали ХВГ похож на распределение, найденное с использованием неподвижных наковален из конструкционной стали. Такое соответствие дает основание предполагать, что характер распределения давления качественно не зависит от движения наковален.

Поступила 5 VI 1973

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Van Valkenburg A. Visual observations of high pressure transition. Rev. Sci. Instrum., 1962, vol. 33, No. 12.
2. Lippincott E. R., Duecker H. C. Pressure distribution measurements in fixed-anvil high-pressure cells, Science, 1964, vol. 144, No. 3622, p. 1119.
3. Myers M. B., Dachtler F., Roy R. Pressure multiplication effect in opposed-anvil configurations. Rev. Sci. Instrum., 1963, vol. 4, No. 4.
4. Towle L. C., Riecker R. E. Some consequences of the pressure gradients in Bridgman anvil devices. J. Geophys. Res., 1966, vol. 71, No. 10.
5. Montgomery P. W., Stromberg H., Jura G. H., Jura G. Calibration of Bridgman anvils a pressure scale to 125 kb. In: High-pressure measurement. Washington, Butterworths, 1963.
6. Шестопал О. Я., Шурин Я. И. Экспериментальное определение распределения давления в тонкой круговой пластине, сжатой между плоскими наковальнями, ПМТФ, 1963, № 6.
7. Верецагин Л. Ф., Зубова Е. В., Апарников Г. Л. Изучение распределения нормального давления на установке типа наковален Бриджмена методом измерения напряжения сдвига. Докл. АН СССР, 1971, т. 196, № 5.
8. Казакевич А. Г., Жаров А. А., Ямпольский П. А., Ениколопян Н. С., Гольданский В. И. Полимеризация акриламида в условиях сверхвысоких давлений и деформаций сдвига. Докл. АН СССР, 1969, т. 186, № 6.
9. Jackson J. W., Waxman M. An analysis of pressure and stress distribution under rigid Bridgman-type anvils. In: High-pressure measurement. Washington, Butterworths, 1963.
10. Перлин П. И. К определению градуировочной кривой в наковальных Бриджмена. ПМТФ, 1972, № 3.