



УКРАЇНА

(19) UA (11) 14685 (13) C2

(51) 7 B01J3/06

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ СТВОРЕННЯ ВИСОКОГО ТИСКУ І ТЕМПЕРАТУРИ

(21) 95041995

(22) 26.04.1995

(24) 16.07.2001

(46) 16.07.2001, Бюл. № 6, 2001 р.

(72) Боримський Олександр Іванович, Нагорний
Петро Арсенійович(73) Інститут надтвердих матеріалів ім.
В.М. Бакуля НАН України, UA(56) 1. Патент US № 3790322, МПК B30B11/32,
05.02.1974.2. Патент FR № 2122772, МПК B30B11/00,
07.08.1972.3. Авторське свідоцтво № 312463, МПК B01J3/06,
30.01.1979(57) 1. Устройство для создания высокого давле-
ния и температуры, содержащее две соосно рас-
положенные и установленные в стальных кольцах
матрицы, на обращенных друг к другу поверхно-
стях которых выполнены центральные углубления
для размещения контейнера из тепло- и электро-
изоляционного материала с осевым отверстием

для заполнения обрабатываемым веществом и
встречно расположенные кольцевые выточки,
концентричные относительно центральных углуб-
лений, **отличающееся** тем, что объем кольцевых
выточек составляет 0,05-0,20 объема централь-
ных углублений.

2. Устройство по п. 1, **отличающееся** тем, что вы-
точки образованы двумя коническими поверхно-
стями.

3. Устройство по п. 1, **отличающееся** тем, что
диаметр, относящийся к точке максимальной глу-
бины наименее удаленной от центрального углуб-
ления выточки, составляет 1,20-1,40 диаметра
центрального углубления, а аналогичный диаметр
каждой последующей выточки возрастает в 1,05-
1,40 раза по сравнению с предыдущей.

4. Устройство по п. 1, **отличающееся** тем, что
объем каждой последующей выточки составляет
0,50-0,80 объема предыдущей.

5. Устройство по пп. 1-4, **отличающееся** тем, что
оно содержит две кольцевые выточки.

Изобретение относится к технике высоких давлений, а именно к устройствам для создания высоких давлений и температур, применяемым для синтеза алмаза и кубического нитрида бора, спекания поликристаллических и композиционных материалов, а также для физических исследований влияния высоких термодинамических параметров на вещество и может применяться в производстве сверхтвердых материалов и исследовательскими учреждениями.

Известно устройство для создания высокого давления и температуры, содержащее две соосно расположенные матрицы с центральными углублениями; между которыми установлен контейнер с отверстием для обрабатываемого образца [1].

В процессе создания давления часть материала контейнера вытекает в зазор между матрицами, образуя прокладку деформируемое уплотнение (ДУ) которое герметизирует полость высокого давления.

Недостатком указанного устройства является малое гидравлическое сопротивление вытеканию материала контейнера в процессе создания давления и нагрева образца, определяемое лишь коэффициентом внутреннего трения самого мате-

риала контейнера и трения между материалом контейнера и матрицей.

Это снижает надежность работы устройства, приводя к многочисленным случаям разгерметизации полости высокого давления как в процессе его создания, так и при нагреве, связанным с разрушением ДУ, следствием чего является снижение срока службы устройства до выхода его из строя.

Указанный недостаток частично устраняется в устройстве для создания высокого давления и температуры, в котором на обращенных друг к другу поверхностях матриц, установленных в остальных кольцах, вокруг центрального углубления для установки контейнера выполнены кольцевые выточки, концентричные относительно центрального углубления [2].

В этом случае за счет кольцевых выточек увеличивается сопротивление вытеканию материала контейнера, что приводит к некоторому повышению надежности, устройства при создании давления и увеличения его срока службы.

Однако значительная неопределенность характеристик выточек по их геометрии в сочетании с достаточно произвольными их размерами и рас-

положением относительно центральных углублений не дают возможности обеспечить равномерное распределение давления в ДУ, что снижает надежность работы устройства при нагреве, приводя к достаточно частым сколам как кромок центрального углубления, так и выточек, снижающим ресурс устройства, что является его недостатком.

Наиболее близким по технической сущности к изобретению является устройство для создания высокого давления и температуры, содержащее две соосно расположенные и установленные в стальных кольцах матрицы, на обращенных друг к другу поверхностях которых выполнены центральные углубления для размещения контейнера из тепло- и электроизоляционного материала с осевым отверстием для заполнения обрабатываемым веществом и встречно расположенные кольцевые выточки, концентричные относительно центральных углублений, причем выточек выполняется большое количество, а их объем по мере удаления от центральных углублений возрастает [3].

Указанное устройство обеспечивает равномерное снижение давления в направлении от центральных углублений к периферии за счет увеличения объема кольцевых выточек. Но при этом радиальные градиенты давления в ДУ очень велики, поэтому указанное устройство, имея достаточно высокую надежность при создании давления, значительно ухудшает этот показатель при нагреве, когда уменьшается коэффициент внутреннего трения материала ДУ.

Кроме того, во всех применяемых на практике устройствах такого типа суммарный объем кольцевых выточек составляет не менее 0,30-0,40 объема центральных углублений, что заметно ослабляет тело матрицы, создает локальные экстремумы напряжений в ней, значительно ухудшая общее напряжение состояние матрицы. Последнее приводит к зарождению в матрице трещин и значительному снижению ее срока службы, которое определяется как количество рабочих циклов устройства до разрушения матриц.

Низкая надежность работы устройства при нагреве в сочетании с малым сроком службы являются недостатком указанного устройства, существенно снижающим его технико-экономические показатели и эффективность применения сложного и дорогого технологического оборудования.

В основу изобретения поставлена задача такого совершенствования конструкции устройства для создания высокого давления и температуры, при котором за счет выбора заявляемых размеров и геометрии выточек обеспечивается схема наиболее равномерного всестороннего обжатия матрицы в процессе создания и поддержания давления, уменьшение уровня и более равномерное изменение радиальной составляющей напряжений в ДУ при нагреве, снижение локальных напряжений в матрице и, как следствие, повышение надежности и срока службы устройства, а также расширение технологических возможностей применяемого оборудования, так как на оборудовании той же мощности представляется возможным использовать контейнеры со значительно большим полезным объемом, занимаемым обрабатываемым материалом.

Эта задача решается тем, что в устройстве для создания высокого давления и температуры, содержащем две соосно расположенные и установленные в стальные кольца матрицы, на обращенных друг к другу поверхностях которых выполнены центральные углубления для размещения контейнера из тепло- и электроизоляционного материала с осевым отверстием для заполнения обрабатываемым веществом и кольцевые выточки, концентричные относительно центральных углублений, согласно изобретению объем кольцевых выточек составляет 0,05-0,20 объема центральных углублений.

Указанные выточки могут быть образованы двумя коническими поверхностями.

Наиболее предпочтительным является такое расположение выточек на поверхности матрицы, когда диаметр наименее удаленной от центрального углубления выточки, относящийся к точке максимальной ее глубины, составляет 1,20-1,40 диаметра центрального углубления, а аналогичный диаметр каждой последующей выточки возрастает в 1,05-1,40 раз по сравнению с предыдущей.

Оптимальным является также вариант, при котором объем каждой последующей выточки составляет 0,50-0,80 объема предыдущей.

Минимальное количество выточек в устройстве для решения поставленной задачи составляет две.

Научной основой изобретения является выполненное нами моделирование и экспериментальные испытания устройств для создания высокого давления и температуры различных конструкций.

Так как матрица устройства работает при давлениях в центральном углублении, превышающих предел прочности материала, из которого она изготовлена, то основополагающим фактором повышения ее срока службы является обеспечение максимально возможного равномерного всестороннего обжатия матрицы и отсутствие значительных локальных экстремумов напряжений на ее поверхности.

Как показали наши исследования, при указанных выше соотношениях объемов центральных углублений и выточек обеспечивается оптимальное наиболее равномерное обжатие матрицы, благодаря чему снижается уровень не скомпенсированных механических напряжений в ней при создании высокого давления в устройстве и нагреве, что и приводит к увеличению срока службы матриц, а значит, и устройства в целом, так как препятствует зарождению трещин в теле матрицы.

При образовании кольцевых выточек коническими поверхностями обеспечивается скольжение материала ДУ при его перемещении в радиальном направлении в процессе сжатия контейнера именно вдоль поверхностей матриц. При этом в кольцевых выточках отсутствуют зоны, в которых материал контейнера не перемещается относительно матриц, поэтому гидравлическое сопротивление перемещению материала контейнера достигает максимальной величины, вследствие чего повышается общий уровень давления в ДУ, что, оказывает благоприятное влияние на напряжен-

ное состояние матрицы, улучшая ее всестороннее обжатие.

Как показали эксперименты, лучшие результаты по надежности устройства в работе при нагреве достигаются, в случаях, когда диаметр первой (наименее удаленной от центрального углубления) выточки составляет 1,20-1,40 диаметра центрального углубления, а диаметр каждой последующей - в 1,05-1,40 больше диаметра предыдущей, аналогично объем каждой последующей выточки составляет 0,50-0,80 объема предыдущей.

Наличие двух выточек способствует устранению неравномерностей создаваемого в ДУ давления, связанных с неоднородностями материала контейнера и другими случайными факторами.

Последовательное уменьшение объемов выточек приводит к тому, что при вытекании части материала контейнера в процессе создания давления и образования ДУ материал контейнера последовательно выдавливается из полостей большего объема в полость меньшего объема, что сопровождается повышением давления в последней. Благодаря этому и снижается радиальный градиент давления в ДУ по сравнению с известными аппаратами. Так как эта величина является одной из главных причин разрушения ДУ и разгерметизации полости высокого давления при создании высокого давления и особенно при нагреве, то становится понятным механизм повышения надежности устройства в работе.

Нами установлено, что при объеме кольцевых выточек, составляющем 0,05-0,20 объема центральных углублений обеспечивается наилучшее всестороннее обжатие матрицы в процессе работы устройства, что обеспечивает повышение срока службы матрицы, а значит, устройства в целом.

При объеме выточек менее 0,05 объема центральных углублений скачкообразно снижается гидравлическое сопротивление вытеканию материала контейнера, что, как показано выше, влечет за собой значительное снижение надежности устройства при создании давления. Многочисленные случаи разгерметизации полости высокого давления, которые сопровождаются значительными ударными нагрузками на матрицу, вызывают зарождение трещин в ней и значительное снижение срока службы устройства.

При объеме выточек более 0,20 объема центральных углублений гидравлическое сопротивление вытеканию материала контейнера становится значительным, но на сжатие большого объема материала в выточках начинает расходоваться значительная доля усилия пресса, способствуя образованию локальных максимумов давления в ДУ, что в сочетании с фактором ослабления тела матрицы приводит к значительному снижению ее срока службы.

Образование выточек двумя коническими поверхностями дополнительно к изложенному выше позволяет избежать резко выраженных концентраторов напряжений. Кроме того, такие выточки технологичны в исполнении.

Взаимное расположение выточек и соотношение их объемов решающим образом влияют на величину и характер изменения радиальной составляющей напряжений в материале ДУ, и как следствие, на надежность работы, устройства,

особенно при нагреве, когда коэффициент внутреннего трения материала контейнера уменьшается.

Нами экспериментально установлено, что диаметр первой выточки должен составлять 1,20-1,40 диаметра центрального углубления. При его меньшем значении ослабляется наиболее нагруженная область кромки центральных углублений. При этом на них значительно возрастают радиальные градиенты напряжений, что может привести к преждевременной деформации кромок, снижающей срок службы устройства, и даже их сколу, немедленно выводящему устройство из строя. При большем значении диаметра снижается эффективность действия выточек на начальном этапе создания давления, что приводит к снижению надежности создания давления в устройстве.

Условие для диаметра каждой последующей выточки, равного 1,05-1,40 диаметра предыдущей, создает наиболее благоприятные условия для торможения истечения материала контейнера на завершающем этапе создания давления и равномерного снижения давления от центра к периферии. Кроме того, если диаметр последующей выточки составляет менее 1,05 диаметра предыдущей, то перемычки между выточками оказываются чересчур ослабленными, что может привести к их разрушению в процессе эксплуатации устройства под действием радиальных градиентов напряжений в ДУ, и тем самым к снижению его срока службы. При превышении диаметра последующей выточки диаметра предыдущей более чем в 1,40 раза нарушается равномерность распределения давления в ДУ, что приводит к снижению надежности работы устройства при нагреве.

Также экспериментально установлено, что оптимальным является случай, когда объем каждой последующей выточки составляет 0,50-0,80 объема предыдущей. В соответствии с описанным выше, в этом случае в процессе создания давления происходит наиболее эффективное торможение вытекания материала контейнера при создании давления, а после нагружения устройства распределение давления от центра устройства к периферии является наиболее благоприятным для устойчивой работы устройства при нагреве.

Если соотношение указанных объемов составляет менее 0,50, то снижается сопротивление вытеканию материала на заключительном этапе создания давления, что влечет за собой снижение надежности работы устройства на этом этапе. Если же соотношение указанных объемов превышает 0,80, то, как показано выше, могут возникнуть нежелательные значительные градиенты напряжений, приводящие к снижению надежности работы устройства, особенно при нагреве.

Удовлетворение указанным выше условиям приводит к тому, что устройство для создания высокого давления и температуры с двумя кольцевыми выточками при заданном усилии прессовой установки позволяет на 15-20% увеличить объем полости, в которой размещается обрабатываемое вещество, а, следовательно, примерно на ту же величину повысить производительность работы технологического оборудования.

На фиг. 1 показан общий вид заявляемого устройства в разрезе, на фиг. 2 выделен участок матрицы, где расположены кольцевые выточки.

Устройство (фиг. 1-2) содержит две соосно расположенные матрицы 1, находящиеся в блоках колец 2. Матрицы имеют центральные углубления 3 диаметром D и объемом V_0 каждое, которые образуют полость высокого давления. В полости установлен контейнер 4 из тепло- и электроизоляционного материала, например, литографского камня. В контейнере выполнено осевое отверстие 5, где находится обрабатываемое вещество.

Вокруг центральных углублений 3 выполнены кольцевые выточки 6 и 7, объемы которых составляют соответственно V_1 и V_2 , а диаметры – D_1 и D_2 , причем согласно изобретению $D_1=(1,20-1,40)$, $D_2=(1,05-1,40)D_1$, $V_1+V_2=(0,05-0,20)V_0$, $V_2=(0,50-0,80)V_1$.

Устройство работает следующим образом.

Для создания давления его помещают под пресс (на чертеже не показан) и нагружают осевым усилием P .

В начальный момент сжатия часть материала контейнера 4 вытекает из центральных углублений 3 в зазор между матрицами и заполняет полости выточек 6, после чего движение материала в зазоре между матрицами замедляется. По мере роста усилия P заполняются полости выточек 7 и т.д. Сформированное таким образом деформируемое уплотнение 8, как показано выше, надежно герметизирует полость высокого давления, образованную центральными углублениями, обеспечивая надежность устройства в работе и значительный срок службы матриц.

После достижения необходимого давления в устройстве обрабатываемое вещество нагревают, пропуская через него электрический ток. Если вещество не электропроводно, то используют специальные трубчатые нагреватели. После отключения нагрева снижают давление в устройстве и извлекают обработанное вещество.

Сравнительные испытания устройства для создания высокого давления и температуры проводили при синтезе алмазов. Во всех случаях применяли матрицы с диаметром центрального углубления $D=55$ мм. При испытаниях оценивали надежность работы устройства при создании давления и его поддержании в процессе нагрева по доле циклов, в которых происходила разгерметизация

полости высокого давления, а также срок службы устройства по среднему количеству рабочих циклов до выхода устройства из строя. Во всех случаях в полости высокого давления создавали давление 5,0 ГПа, температура нагрева составляла 1250-1270°C, а его длительность – 10 мин.

Пример 1. Испытаниям подвергали устройство со следующими характеристиками (фиг. 1-2): $D_1=1,35D$, $D_2=1,15D_1$, $V_1+V_2=0,11V_0$, $V_2=0,65V_1$.

При испытаниях установлено, что доля циклов, в которых происходила разгерметизация полости высокого давления при создании давления и его поддержании в процессе нагрева составляла соответственно 2,5 и 3,2%, а среднее количество рабочих циклов до выхода устройства из строя – 95.

Были изготовлены и испытаны устройства для создания, высокого давления и температуры (примеры 2-11) при граничных и при выходе за граничные значения характеристик кольцевых выточек. Результаты испытаний сведены в таблицу.

Пример 12 (по прототипу). Характеристики устройства: $D_1=1,35D$, $D_2=1,15D_1$, $V_1+V_2=0,30V_0$, $V_2=1,25V_1$.

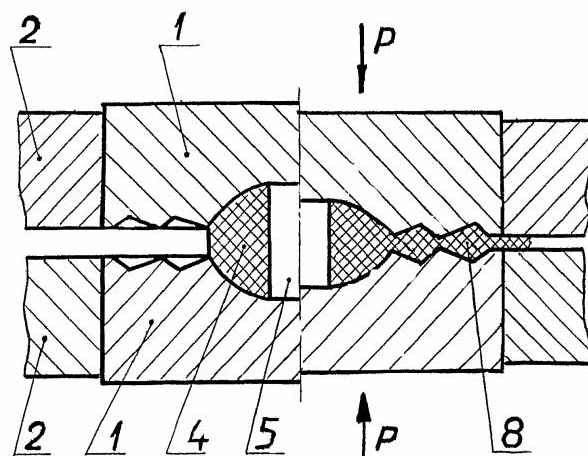
Доля циклов, в которых происходила разгерметизация полости высокого давления в процессе его создания и поддержания при нагреве составляла соответственно 3,5 и 10,6%, а средний срок службы устройство до выхода из строя – 62 рабочих цикла.

Таким образом, как показали сравнительные испытания устройства при синтезе алмазов, когда обрабатываемым веществом являлась реакционная шихта, предлагаемое устройство повышает надежность при создании давления не менее чем на 30%, а при его поддержании в процессе нагрева более чем в два раза, при этом его срок службы в 1,4-1,5 раза выше по сравнению с известным устройством. Это способствует значительной экономии применяемых дорогостоящих материалов и существенно повышает технико-экономические показатели применяемых технологий.

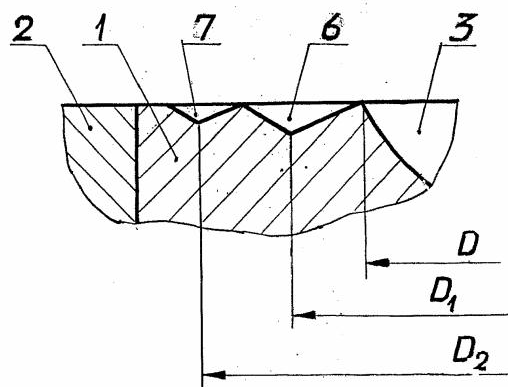
Кроме того, высокая надежность устройства в работе позволяет на 15-20% увеличивать долю объема контейнера, заполняемого обрабатываемым веществом, чем значительно расширяются технологические возможности применяемого гидропрессового оборудования.

Влияние характеристик кольцевых выточек на эксплуатационные показатели устройства
для создания высокого давления и температуры

Название объекта	№ п/п	Характеристики кольцевых выточек				Эксплуатационные показатели устройства		
						Количество разгерметизаций полости высокого давления, %		Среднее количе- ство ра- бочих циклов до раз- рушения
						При соз- дании давления	При на- греве	
Устройство согласно изо- бретению	1	0,11	1,35	1,15	0,65	2,5	3,2	95
	2	0,05	1,20	1,40	0,50	3,1	4,1	84
	3	0,20	1,40	1,05	0,80	2,8	5,5	79
	4	0,02	1,35	1,15	0,65	5,9	11,2	55
	5	0,25	1,35	1,15	0,65	3,8	10,8	60
	6	0,11	1,10	1,15	0,65	3,3	6,9	68
	7	0,11	1,50	1,15	0,65	3,3	7,0	69
	8	0,11	1,35	1,03	0,65	3,4	8,5	66
	9	0,11	1,35	1,45	0,65	2,9	6,0	74
	10	0,11	1,35	1,15	0,40	3,4	6,2	70
	11	0,11	1,35	1,15	0,90	3,2	8,1	66
По прототипу	12	0,30	1,35	1,15	1,25	3,5	10,6	62



Фиг. 1



Фиг. 2

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60х84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22
