

11. Shatskiy A., Podborodnikov I.V., Arefiev A.V., et al. (2018). Revision of the CaCO<sub>3</sub>-MgCO<sub>3</sub> phase diagram at 3 and 6 GPa. *American Mineralogist*, Vol. 103, 3, 441–452.
12. Tarasevigh, B.N. (2012). *IK spektri osnovnih klassov organicheskikh soedineniy Spravochnie materialy [IR spectra of the main classes of organic compounds. Reference materials]*. Moskva: MGU [in Russian].
13. Miller, F.A., & Wilkins, C.H. (1952). Infrared Spectra and Characteristic Frequencies of Inorganic Ions Their Use in Qualitative Analysis. *Analytical Chemistry*, Vol. 24, 8, 1253–1294.
14. Gossorg, J. (1988). *Infrakrasnaya termographiya. Osnovi, tehnika, primenenie [Infrared thermography. Basics, technique, application]*. Moskva: Mir [in Russian].
15. Frost, R. & Musumeci, A. (2007). A spectroscopic and thermoanalytical study of the mineral Hoganite. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, Vol. 67, 1, 48–57.

УДК 62-987:621.921.34

DOI: 10.33839/2708-731X-23-1-254-260

**О.В. Бовсунівський**, асп.; **С.Б. Полотняк**, **В.В. Лисаковський**, кандидати технічних наук;  
**О.О. Лещук**, д-р техн. наук; **С.О. Івахненко**, член-кор. НАН України;  
**О. О. Заневський**, канд. хім. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,  
м. Київ, вул. Автозаводська 2, 0407, м. Київ, e-mail: olesbov@gmail.com*

## КОМП'ЮТЕРНЕ МОДЕЛЮВАННЯ РОЗПОДІЛУ ТИСКУ В РЕАКЦІЙНОМУ КОНТЕЙНЕРІ КОМІРКИ ШЕСТИПУАНСОННОГО АВТ

*Виконано математичне моделювання процесу стиснення пірофілітового контейнера пуансонами шестипуансонного апарату високого тиску (АВТ). Для розрахунків використано метод скінчених елементів; розрахунки проведені для АВТ з діаметром плунжера 560 мм; виходячи із симетрії, використано 1/48 частину системи стиснення.*

*Встановлено, що в залежності від розмірів контейнера і умов навантаження виникає складний напружено-деформований стан і неоднорідне розподілення тиску по об'єму контейнера з максимальним значенням осьового градієнту до 0,05 ГПа/мм.*

*Виконано оптимізацію розмірів контейнера, яка забезпечує найбільш сприятливі умови розподілу тисків і мінімальні значення напруг на границі з металевими натискними пуансонами.*

*Зроблено висновок, що використані методи моделювання і розрахунків можна застосовувати для аналізу умов стиснення обладнанням значно більшого розміру – з діаметром плунжера 750–1000 мм.*

**Ключові слова:** *високий тиск, напружений стан, комп'ютерне моделювання, градієнт тиску.*

Конструкції шестипуансонних апаратів високого тиску мають рекордно великі і перспективні для промислового застосування і виробництва об'єми реакційних комірок з можливістю використання високих квазігидростатичних тисків до 8 ГПа. За останні роки найбільшої популярності отримали шестипуансонні апарати високого тиску (АВТ) з діаметром плунжера 560–950 мм та дослідження з розробки для них конструкцій комірок стиснення. Найбільш значимими дослідженнями є розробка конфігурації пуансонів та конструкції контейнера з коміркою [1–4]. Найкраще себе проявляють натискні твердосплавні пуанسونи з боковою поверхнею у вигляді 4 пірамідальних площадок, послідовно розміщених зі змінням кутів натискання [4]. Таке вдосконалення дає змогу створення стабільних значень

квазігідростатичних тисків у ростових комірках шестипуансонних АВТ порядку 5,0–6,5 ГПа за температур до 2000 К з тривалістю циклів вирощування понад 300 годин і більше.

Для вирощування монокристалів алмазу в шестипуансонних АВТ використовуються контейнери кубічної форми. Такі контейнери виготовляють шляхом ізостатичного пресування; матеріалами контейнера служать порошки пірофіліту та доломіту фракцій 80–1000 мкм з додаванням зв'язуючого матеріалу на основі рідкого скла. Кубічний контейнер, що отримується з використанням таких матеріалів, забезпечує рівномірну передачу тиску у робочому об'ємі ростової комірки, теплоізоляцію ростового об'єму та здійснює бічну підтримку робочих поверхонь пуансонів. На сьогодні відомо про використання таких кубічних контейнерів з довжиною ребра до 95–110 мм.

Експерименти з вивчення розподілу тиску в реакційному об'ємі контейнерів комірок шестипуансонних АВТ достатньо складні та працезатратні, тому найкращим вирішенням проблеми з метою зменшення затрат часу є використання комп'ютерного моделювання процесу стискання пуансонів і контейнеру для визначення оптимальних характеристик.

Аналіз робіт з комп'ютерного моделювання розподілу тиску ростового контейнера АВТ [5–7] привів до висновку, що в процесі деформування контейнера виникає складний напружено-деформований стан. Показано, що розподіл тиску по всьому його об'єму не є однорідним, в ньому присутні градієнти розподілу тиску впродовж осей симетрії куба. В зоні контакту ребер пуансонів з краєм кубічного контейнера спостерігається найбільший градієнт тиску, який досягає порядку 0,04 – 0,05 ГПа/мм.

Для забезпечення високої стійкості пуансонів та покращення ефективності процесів стиснення важливим є визначення розподілу тиску і розрахунок областей найбільшої деформації в пірофілітовому контейнері, оптимізація значень довжини ребер контейнера для кожної з можливих модифікацій пуансонів та вибір необхідного об'єму ростового середовища для реакційної комірки.

В роботі виконано математичне моделювання процесу стиснення пірофілітового контейнера між пуансонами шестипуансонного АВТ шляхом використання методу скінченних елементів [18], яке проводилося для шестипуансонного АВТ з діаметром плунжерів 560 мм, що використовується для вирощування монокристалів алмазу методом температурного градієнту на затравці.

Для розрахункової моделі для цієї роботи було вибрано:

- пуанسونи з площадкою натиснення розміром 46×46 мм;
- кубічний контейнер з оптимізованим розміром ребра куба 58 мм;
- 1/48 частину системи стиснення пуансонів контейнера, яка є симетричною частиною даної системи (рис. 1).

Симетричність системи стиснення пуансон-контейнер дозволила використати розрахунки тільки 1/48 її частини, рис. 1, за умови заповнення зони розміщення комірки пірофілітом; такі спрощення дозволили скоротити об'єм розрахунків і значно прискорити час їх проведення.

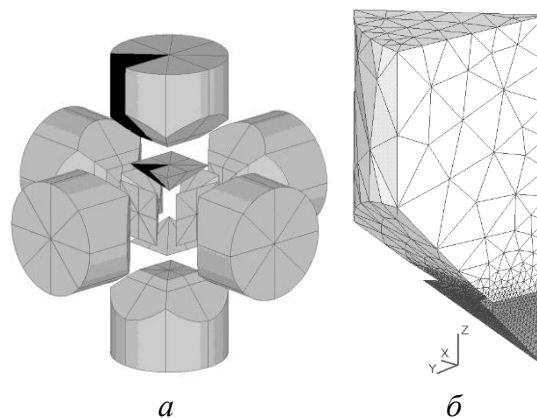


Рис. 1. Загальний вигляд АВТ системи стиснення, що складається з контейнера та шести стискаючих твердосплавних пуансонів: загальна розрахункова схема АВТ (а) та її 1/48 частина, що використана для моделювання (б)

Моделювання процесу навантаження пірофілітового контейнера було умовно поділено на дві частини:

- стиснення пірофілітового контейнера за навантаження до ~60–70 % від максимального значення і переміщенні пуансонів на 20 – 25% з утворенням при цьому між ними деформуючої прокладки довжиною 3 – 4 мм (перша стадія навантаження);
- стиснення зі збільшенням навантаження на контейнер, за якого довжина деформуючої прокладки досягає кінцевого значення в 11–13 мм за максимального навантаження зі створенням тиску на рівні 5,5 ГПа (друга стадія навантаження).

У зв'язку зі складністю описання процесу протікання першої стадії навантаження, обумовленої досить значними деформаціями пірофілітового контейнера в момент початкового стиснення під час його руйнування та складного механізму пластичної течії в цей момент, моделювання процесу стиснення починали із другої стадії. Тобто, вихідний варіант моделі для розрахунків методом скінчених елементів відповідав початку другої стадії процесу навантаження.

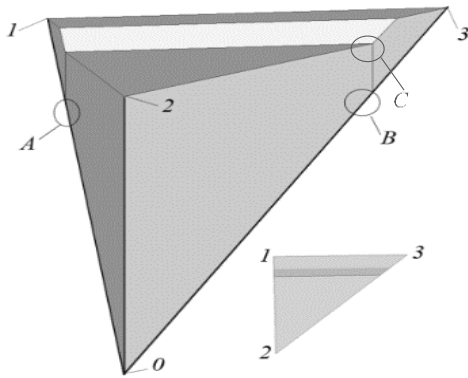


Рис. 2. Розподіл тиску в 1/48 частині пірофілітового контейнера; пояснення у тексті

Для виконання роботи було використане програмне забезпечення для скінченно-елементного розв'язання контактних термопружнопластичних задач за скінчених деформацій [11–13]; значення механічних властивостей матеріалів (пірофіліту і твердого сплаву) прийнято з урахуванням їх залежності від тиску [4, 13–17].

Результати моделювання розподілу тиску в об'ємі кубічного контейнеру шестипуансонного АВТ при зміні довжини ребра куба представлені на рис. 2, 3. Точкою зупинки моделювання процесу стиснення контейнера, для всіх випадків, було прийнято переміщення твёрдосплавних пуансонів на відстань в 2,5 мм. Для ілюстрації отриманих даних на рис. 2 приведено схему частини пірофілітового контейнера з ключовими точками.

Проаналізувавши отримані дані, можна помітити, що при збільшенні ребра контейнера відбувається зменшення тиску в його центрі від 5,9 до 5,34 ГПа (точка 0 на рис. 2). Тобто збільшення розмірів кубічного контейнера призводить до ситуації, що для досягнення необхідних значень тиску в середині контейнера потрібно задавати більше осьове переміщення пуансонів, тобто збільшувати зусилля преса.

Окіл точки С, рис. 2, є зоною з найбільшими напруженнями; вона визначає місце сходження трьох пуансонів під час навантаження. Практичні результати підтверджують, що ця ділянка в кубічному контейнері шестипуансонного АВТ є найбільш небезпечною відносно перевищення допустимих значень напружень. В реальних експериментах саме у цій точці найчастіше починається руйнування пуансонів та розгерметизація ростової комірки.

В кубічних контейнерах, рис. 3, області зі стабільним значенням тиску впродовж осі симетрії мають перепад тиску менше  $10^{-3}$  ГПа. Ця зона кубічних контейнерів використовується для розміщення ростового об'єму під час використання шестипуансонних апаратів для одержання монокристалів алмазу методом температурного градієнту. Визначення конфігурації такої зони стабільного тиску є дуже важливим показником вибору розмірів компонентів ростової комірки. Результати розрахунків показали також, що всередині зони стабільного тиску спостерігається область зниження тиску, рис. 3, яка, ймовірно, виникає за рахунок течії матеріалу контейнера при створенні прокладки стиснення.

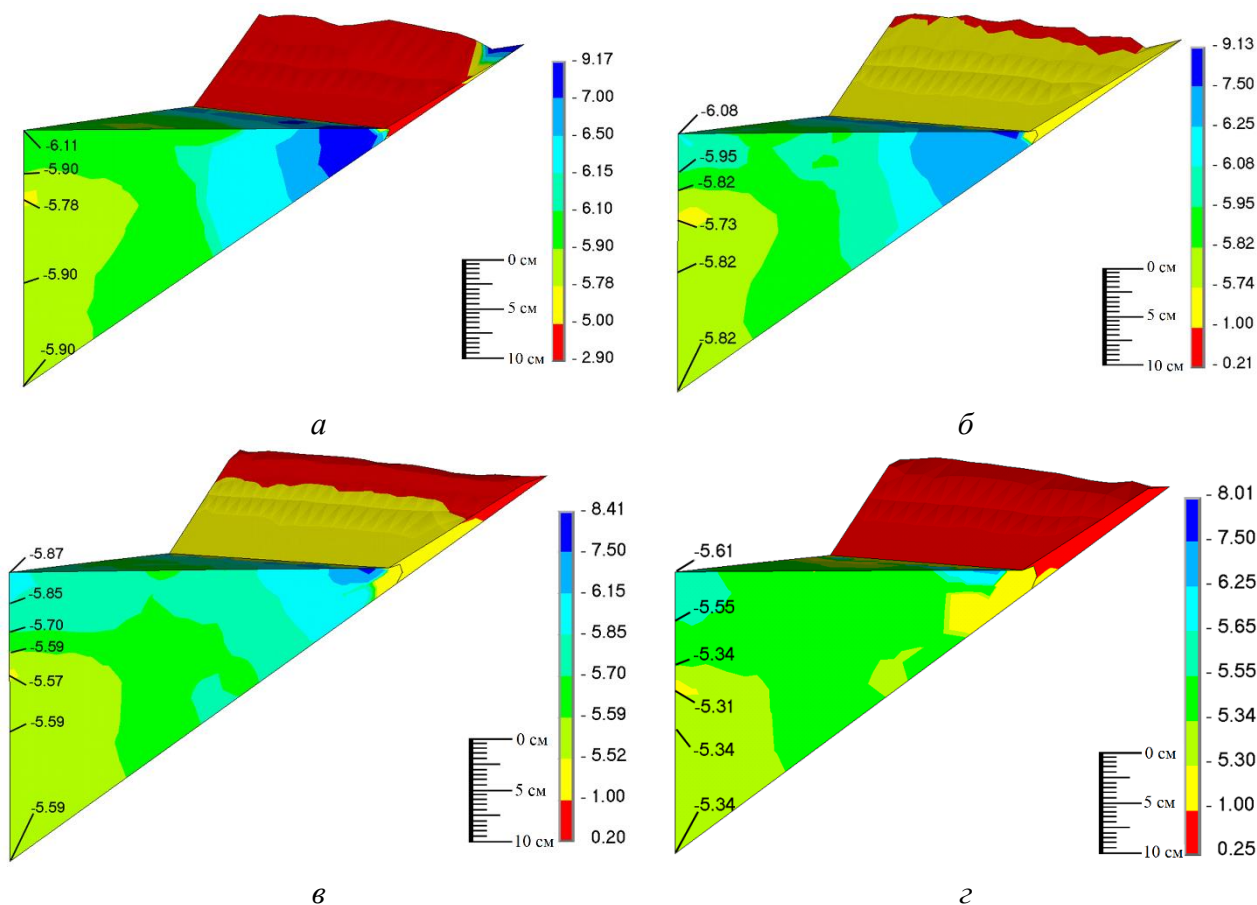


Рис. 3. Розподіл тиску в 1/48 частині пірофілітового контейнера при збільшенні його розмірів у послідовності: 56 мм (а), 57 мм (б), 58 мм (в) та 59 мм (г) під час стиснення в шестипуансонному АВТ; переміщення пуансонів у кожному випадку відповідає 2,5 мм; шкали з цифрами біля зображень характеризують значення тиску у ГПа

Аналіз розподілу тиску, рис. 3, показує, що один із чотирьох представлених варіантів для контейнера з довжиною ребра 58 мм, рис. 3в, забезпечує найбільш сприятливі умови розподілу тисків. Використання контейнерів меншого розміру (56 і 57 мм), рис. 3 а і 3 б, має суттєві недоліки, які полягають в меншому значенні центральної зони навантаження та недостатній кількості матеріалу в зоні навантаження прокладки стиснення. Остання обставина означає, що подальша генерація тисків при збільшенні переміщення пуансонів понад 2,5 мм обумовлює неможливість витікання матеріалу квазігдростатичного середовища. Як було показано раніше, кількість матеріалу для створення прокладки стиснення зменшується зі зменшенням довжини ребра куба [18]; так, для досягнення тиску 5,0 ГПа необхідне осьове переміщення  $u_z = 2,38; 2,25; 2,13$  і  $2,09$  мм для ребер довжиною 59, 58, 57 і 56 мм, відповідно. При цьому, як видно з розрахунків, представлених на рис. 3, бокова підтримка на пірамідальних гранях пуансона буде ефективнішою для варіанта 3 в.

З іншого боку, використання контейнерів з довжиною ребра понад 58 мм не дає можливості збільшення центральної ізостатичної зони тиску для розміщення ростової комірки; із рис. 3 г видно, що об'єм цієї зони на 5–10 % менше, ніж об'єм у контейнері з оптимізованим розміром ребра  $l = 58$  мм.

Таким чином, проведено моделювання процесу стиснення кубічних контейнерів шестипуансонного АВТ з діаметром плунжера 560 мм дає вихідні дані для значень діаметру

та висоти ростових комірок та оцінки ступеню бокової підтримки твердосплавних елементів навантаження.

Виконані дослідження показали, що запропонована раніше модель [18] процесу стиснення та розрахунки методом скінчених елементів, експериментальні та табличні вихідні дані використаних матеріалів для середовища стиснення і теплоізоляції дозволяють достатньо правильно відтворити реальні процеси навантаження шестипуансонного преса з діаметром плунжера 560 мм. Тому розроблені раніше [18] методи моделювання і розрахунків можна застосовувати також для аналізу стиснення контейнерів пресового обладнання значно більшого розміру – з діаметром плунжера 750–1000 мм.

**O.V. Bovsunivskiy, S. B. Polotniak, V.V. Lysakovskiy,  
O.O. Lyeshchuk, S.O. Ivakhnenko, O.O. Zanevskiy**

*Bakul Institute for Superhard Materials of NAS of Ukraine*

### **COMPUTER-AIDED SIMULATION OF PRESSURE DISTRIBUTION IN THE REACTION CONTAINER OF A SIX-PUNCH HIGH-PRESSURE APPARATUS**

*Mathematical modeling of the process of compression of a pyrophyllite container by punches of a six-punch high-pressure apparatus (HPA) has been carried out. The finite element method was used for calculations; the calculations were carried out for HPA with a plunger diameter of 560 mm; based on symmetry, 1/48 of the compression system is used.*

*It was found that, depending on the size of the container and the loading conditions, a complex stress-strain state and an inhomogeneous distribution of pressure over the volume of the container with a maximum axial gradient of up to 0.05 GPa / mm occur.*

*The optimization of the container dimensions has been carried out, which ensures the most favorable conditions for the distribution of pressures and the minimum values of stresses at the border with metal pressure punches.*

*It is concluded that the used modeling and calculation methods can be used to analyze the compression conditions for equipment of a much larger size - with a plunger diameter of 750 –1000 mm.*

**Key words:** *high pressure, stress state, computer simulation, pressure gradient.*

**О.В. Бовсуновский, С.Б. Полотняк, В.В. Лисаковский,  
А.А. Лещук, С.А. Ивахненко, О.А. Заневский**

*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины*

### **КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ В РЕАКЦИОННОМ КОНТЕЙНЕРЕ ЯЧЕЙКИ ШЕСТИПУАНСОННОГО АВТ**

*Выполнено математическое моделирование процесса сжатия пирофиллитового контейнера пуансонами шестипуансонного аппарата высокого давления (АВД). Для расчетов использован метод конечных элементов; расчеты проведены для АВД с диаметром плунжера 560 мм; исходя из симметрии, использована 1/48 часть системы сжатия.*

*Установлено, что в зависимости от размеров контейнера и условий нагружения возникает сложное напряженно-деформированное состояние и неоднородное распределение давления по объему контейнера с максимальным значением осевого градиента до 0,05 ГПа/мм.*

*Выполнена оптимизация размеров контейнера, которая обеспечивает наиболее благоприятные условия распределения давлений и минимальные значения напряжений на границе с металлическими нажимными пуансонами.*

*Сделано заключение, что использованные методы моделирования и расчетов можно применять для анализа условий сжатия для оборудования значительно большего размера – с диаметром плунжера 750 –1000 мм.*

**Ключевые слова:** *высокое давление, напряженное состояние, компьютерное моделирование, градиент давления.*

### Література

1. Chien-Min J. Sung. Optimised cell design for high-pressure synthesis of diamond // High Temp. – High Press. – 2001. – Vol. 33. – P. 489–501.
2. Han Q. G., Yang W. K., Zhu P. W. et al. Design and performance of tapered cubic anvil used for achieving higher pressure and larger sample cell // Rev. Sci. Instrum. – 2013. – Vol. 84. – P. 073902-1–073902-5.
3. Wang H. K., He D. W. A hybrid pressure cell of pyrophyllite and magnesium oxide to extend the pressure range for large volume cubic presses // High Press. Res. – 2012. – Vol. 32. – P. 186–194.
4. Han Q. G., Jia X. P., Qin J. M. et al. FEM study on a double-beveled anvil and its application to synthetic diamonds // Ibid. – 2009. – Vol. 29. – P. 449–456.
5. Wang H. K., He D. W., Yan X. Z. et al. Quantitative measurements of pressure gradients for the pyrophyllite and magnesium oxide pressure-transmitting mediums to 8 GPa in a large-volume cubic cell // Ibid. – 2011. – Vol. 31. – P. 581–591.
6. Rui Li, Bojing Xu, Qingchao Zhang et al. Finite-element analysis on pressure transfer mechanism in large-volume cubic press // Ibid. – 2016. – Vol. 36. – P. 575–584.
7. Lia R., Maa H. A., Hana Q. G. et al. Simulation of pressure distribution in a pyrophyllite high-pressure cell by finite-element analysis // Ibid. – 2007. – Vol. 27. – P. 249–257.
8. Lavrykov S.A. FEM Tools software system for finite element simulation of 3D mechanical and technology processes on PC // Proc. 4-th Conf. Numeric. Methods in Mech. of Continua. – 1992. – Vol. 38. – P. 91–102.
9. Idesman A. V., Levitas V. I. Finite element procedure for solving contact thermoplastic problems at large strain, normal and high pressures // Comp. Meth. Appl. Mech. Eng. – 1995. – Vol. 126. – P. 39–66.
10. Polotnyak S. B., Idesman A. V. Numerical modelling of the mechanical state of deformable gaskets in diamond anvil cell // J. Mater. Process. Technol. – 1996. – Vol. 60. – P. 685–690.
11. Левитас В. И., Полотняк С. Б., Идесман А. В. Большие упруго-пластические деформации и напряженное состояние деформируемой прокладки аппарата высокого давления с алмазными наковальнями // Пробл. прочности. – 1996. – № 3. – С. 78–88.
12. Полотняк С.Б. Методика чисельного моделювання процесів мартенситних фазових перетворень у малих обсягах матеріалів при деформуванні на алмазних ковадлах // Сверхтв. материалы. – 2008. – № 2. – С. 13–28.
13. Sherman W. F., Stadtmuller A. A. Experimental techniques in high pressure research. – London: John Wiley & Sons Ltd, 1987. – 471 p.
14. Бакуль В. Н., Герасимович А. В., Ивахненко С. А. Зависимость напряжений сдвига литографского камня и пирофиллита от давления // Синт. алмазы. – 1976. – Вып. 2. – С. 25–30.
15. Edmont J. M., Paterson M. S. Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus // Contributions to Mineralogy and Petrology. – 1971. – Vol. 30, N 2. – P. 141–160.
16. Sachse W., Ruoff A. L. Elastic moduli of precompressed pyrophyllite used in ultrahigh pressure research // J. Appl. Phys. – 1975. – Vol. 46, N 9. – P. 3725–3730.
17. Герасимович А. В., Григорьев Н. М. Сопротивление сдвигу материалов деформируемых уплотнений твердофазовых аппаратов высокого давления // Сверхтв. материалы. – 1996. – № 1. – С. 36–43.

*Надійшла 04.08.20*

## References

1. Chien-Min, J. Sung. (2001). Optimised cell design for high-pressure synthesis of diamond. *High Temp. – High Press*, Vol. 33, 489–501.
2. Han, Q. G., Yang, W. K., Zhu, P. W. et al. (2013). Design and performance of tapered cubic anvil used for achieving higher pressure and larger sample cell. *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 84, 073902-1–073902-5.
3. Wang, H. K., & He, D. W. (2012). A hybrid pressure cell of pyrophyllite and magnesium oxide to extend the pressure range for large volume cubic presses. *High Press. Res.*, Vol. 32, 186–194.
4. Han, Q. G., Jia, X. P., Qin, J. M. et al. (2009). FEM study on a double-beveled anvil and its application to synthetic diamonds. *High Press. Res.*, Vol. 29, 449–456.
5. Wang, H. K., He, D. W., Yan, X. Z. et al. (2011). Quantitative measurements of pressure gradients for the pyrophyllite and magnesium oxide pressure-transmitting mediums to 8 GPa in a large-volume cubic cell. *High Press. Res.*, Vol. 31, 581–591.
6. Rui, Li, Bojing, Xu, Qingchao, Zhang et al. (2016). Finite-element analysis on pressure transfer mechanism in large-volume cubic press. *High Press. Res.*, Vol. 36, 575–584.
7. Lia, R., Maa, H. A., Hana, Q. G. et al. 2007. Simulation of pressure distribution in a pyrophyllite high-pressure cell by finite-element analysis. *High Press. Res.*, Vol. 27, 249–257.
8. Lavrykov, S.A. (1992). FEM Tools software system for finite element simulation of 3D mechanical and technology processes on PC. *Proc. 4-th Conf. Numeric. Methods in Mech. of Continua*, Vol. 38, 91–102.
9. Idesman, A. V., & Levitas, V. I. (1995). Finite element procedure for solving contact thermoplastic problems at large strain, normal and high pressures. *Comp. Meth. Appl. Mech. Eng.*, Vol. 126, 39–66.
10. Polotnyak, S. B., & Idesman, A. V. (1996). Numerical modelling of the mechanical state of deformable gaskets in diamond anvil cell. *J. Mater. Process. Technol.*, Vol. 60, 685–690.
11. Levitas, V. I., Polotnyak, S. B., & Idesman, A. V. (1996). Bolshie uprugo-plasticheskie deformaczii i napryazhennoe sostoyanie deformiruemoj prokladki apparata vysokogo davleniya s almaznymi nakovalnyami [Large elastic-plastic deformations and stress state of the deformable gasket of a high-pressure apparatus with diamond anvils]. *Probl. Prochnosti – Strength problems*, 3, 78–88 (in Russian).
12. Polotnyak, S. B. (2008). Metodika chiselnogo modelyuvannya procesiv martensitnikh fazovikh peretvoren u malikh obsyagakh materialiv pri deformuvanni na almaznikh kovadlakh [Method of numerical modeling of martensitic phase transformations in small volumes of materials during deformation on diamond anvils]. *Sverkhtv. Materialy – Superhard materials*, 2, 13–28 (in Ukrainian).
13. Sherman, W. F., Stadtmuller A. A. (1987). *Experimental techniques in high pressure research*. London: John Wiley & Sons Ltd.
14. Bakul, V. N., Gerasimovich, A. V., Ivakhnenko, S. A. (1976). Zavisimost napryazhenij sdviga litografskogo kamnya i pirofillita ot davleniya [Dependence of shear stresses of lithographic stone and pyrophyllite on pressure]. *Sint. Almazy – Synthetic diamonds*, Vol. 2, 25–30.
15. Edmont, J. M., & Paterson, M. S. (1971). Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, Vol. 30, 2, 141–160.
16. Sachse, W., & Ruoff A. L. (1975). Elastic moduli of precompressed pyrophyllite used in ultrahigh pressure research. *J. Appl. Phys.*, Vol. 46, 9, 3725–3730.
17. Gerasimovich, A. V., & Grigorev, N. M. (1996). Soprotivlenie sdvigu materialov deformiruemyykh uplotnenij tverdofazovykh apparatov vysokogo davleniya [Shear resistance of materials of deformable seals of solid-phase high-pressure vessels]. *Sverkhtv. Materialy – Superhard materials*, 1, 36–43 (in Russian).