

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОПРАВОК К ДАВЛЕНИЮ  
В ПЬЕЗОМЕТРАХ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ ДО 1250<sup>0</sup>С****А.Л.МАМЕДОВ**

*В квазигидростатических установках высокого давления приложенное давление на поршень, из-за потерь, отличается от давления на исследуемый образец. Эта разница в условиях комнатной температуры определяется посредством специальных реперов.*

*В условиях высоких температур, из-за возникновения температурного прироста давления, поправку к номинальному давлению, определенную при комнатной температуре, использовать не возможно. Для определения данной поправки в условиях высоких температур впервые использована зависимость эвтектической точки плавления бинарной системы NaCl-NaF от давления. Определены поправки для различных температурных диапазонов и предложена методика эксперимента, учитывающая эти поправки.*

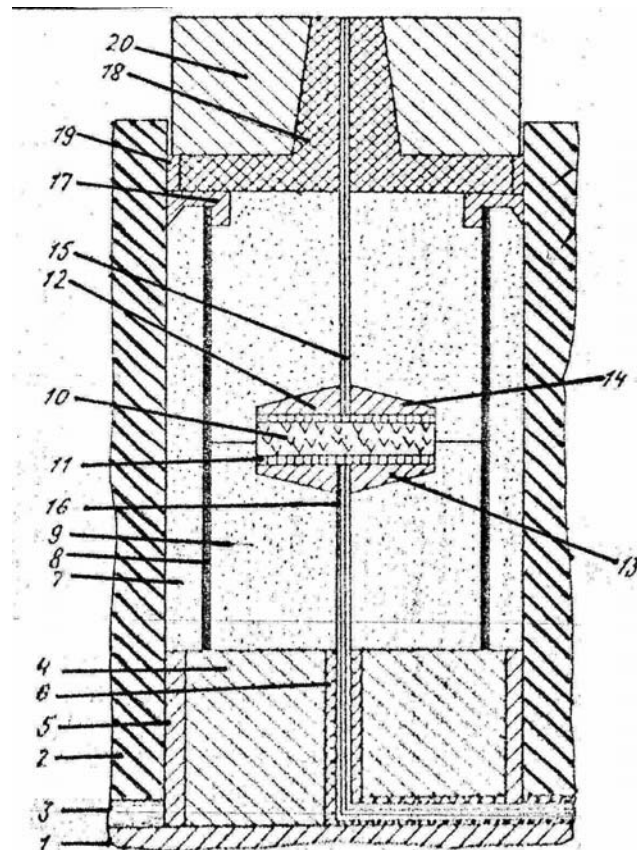
Использование твердофазовых аппаратов для моделирования термобарических условий глубинных зон Земли выдвинуло ряд методических задач, наиболее сложной из которых является определение истинного давления в камере при высоких температурах.

При комнатной температуре в аппаратах «поршень-цилиндр» (ПЦ) (см.рис.1) поправка к номинальному давлению  $p_n$  при однородной оснастке ячейки состоит из нескольких составляющих:

1. Потеря давления на трение ячейки и уплотнительных элементов о стенки камеры;
2. Потеря усилия на трения в прессе;
3. Перепад давления, обусловленный потерями усилия на преодоление трения сдвига, передающий давление среды [1].

В циклах нагрузка-разгрузка указанные поправки меняют знак.

При высоких температурах, вследствие изменения сжимаемости, вязкости и термического расширения, передающей давление среды, величина номинального давления приближается к величине истинного давления на тестируемый образец ( $p_{обр}$ ). Таким образом, при одинаковых значениях номинального давления при высоких температурах давление на образец будет выше, чем в условиях комнатной температуры.



**Рис.1.**Схема установки высокого давления типа ПЦ [3] для измерения электропроводности твердых материалов при давлениях до 2,0 ГПа и температурах до 1250°С: 1-опорная плита, 2-корпус камеры, 3-изолятор, 4-заглушка, 5-цилиндр, 6-изолированный канал, 7-тепло-и электроизолированный цилиндр, 8-графитовый нагреватель, 11,12- измерительные платиновые электроды, 13,14-терморadiаторы, 15,16-выводы, соответственно электродов и термопары, 17-металлическое кольцо, 18-изолятор, 19- кольцо, 20- подвижный поршень.

Указанная разница носит название термического прироста давления. Для модернизированных наковален Бриджмена (наковальня с лункой), в зависимости от материалов оснастки, указанная поправка может достигать при температурах до 1400°С 17-64% от исходного давления при комнатной температуре [2].

Таким образом, даже у однотипных аппаратов величина термического прироста давления меняется в широких пределах. Поэтому прецизионные измерения требуют учета термического прироста во всех вновь разрабатываемых аппаратах.

Задачей данного исследования является определение поправок на трение при различных температурах в разработанном автором пьезометре,

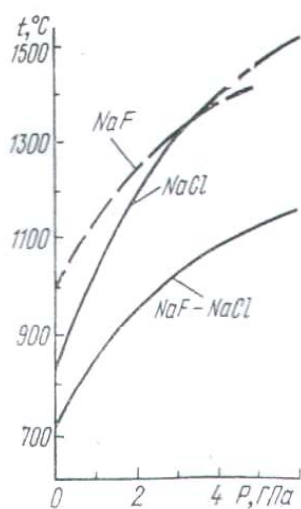
предназначенного для исследования электрических свойств горных пород при температурах до  $1250^{\circ}\text{C}$  и давлениях до  $2\text{ ГПа}$  [3], а также оценка величины термического прироста давления с использованием оптимальной методики тарировки.

В настоящее время существуют различные методы калибровки пьезометров при высоких температурах. Л.Ф.Верещагин и соавторы [4] для данных целей использовали метод «свободного поршня». В работе [5] приводится метод «пережима», требующий наличия двух совмещенных прессов.

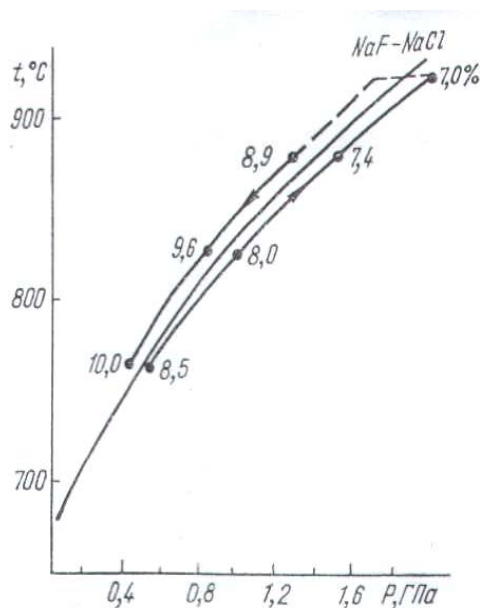
Наряду с «механическими» методами, большое распространение получили «реперные» методы тарировки горячих камер, отличающиеся относительной точностью.

Наиболее изученной в этом отношении является температурная зависимость равновесий  $\alpha$ -кварц-коэзит и коэзит-стишовит [6,7]. Поскольку переход кварца в другие полиморфные модификации происходит при давлениях, превышающих диапазон наших исследований, использование его в данном случае оказалось нецелесообразным.

Наиболее приемлемым явилось использование в качестве репера зависимости эвтектической температуры плавления бинарной системы NaF-NaCl от давления (рис.2) [8]. Более детально экспериментальный процесс описан в работе [9].



**Рис.2.** Зависимость эвтектической температуры плавления бинарной системы NaF-NaCl от давления.



**Рис.3.** Зависимость температуры плавления смеси NaF-NaCl от давления, полученного экспериментальным путем, в циклах «нагрузка-разгрузка» и величина поправок к номинальному давлению.

В температурном диапазоне 1100<sup>0</sup>-1250<sup>0</sup>С имело смысл использовать данные по плавлению при высоких давлениях хлористого натрия [8].

Тарировочные опыты проводились в два этапа. Первый этап состоял из приготовления механической смеси порошков NaF и NaCl в пропорции 3,45:6,55. Путем плавления и последующей закалки была получена указанная выше эвтектическая смесь. Температура плавления ее при атмосферном давлении определялась методом электросопротивления. При этом отличие от искомой (675<sup>0</sup>С) составляло не более ±2,5<sup>0</sup>С. Подобную сходимость результатов можно считать удовлетворительной.

Следующий этап состоял в непосредственном определении давления при высоких температурах. Температура плавления смеси определялась кондуктометрическим методом при значениях номинального давления – 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 ГПа.

Опыты проводились по следующей методике. После сборки ячейки и уплотнения всей системы при предельных нагрузках (при комнатной температуре) давление понижалось до 0,1ГПа. Затем осуществлялся медленный нагрев до момента плавления с последующим понижением температуры на несколько десятков градусов и одновременным увеличением давления на 0,6-0,7ГПа для кристаллизации расплава и получения данных в цикле разгрузки.

Оптимальная скорость нагрева при температурах, близких к точке плавления, составляла не более 1 гр/мин. Затем температура снова повышалась до первоначальной, а точка плавления фиксировалась уже в цикле понижения давления.

Данным методом были определены температура плавления смеси для остальных значений  $p_n$ .

Отличительной особенностью методики является то, что она позволяет определить величину поправки к номинальному давлению для нескольких значений  $T$  в одном эксперименте. При этом исключаются погрешности, связанные с воспроизводимостью условий эксперимента, а также значительно упрощается процесс калибровки. При этом предъявляются повышенные требования к качеству монтажа измерительной ячейки.

На рис.3 и в таблице приведены экспериментальные значения поправок к номинальному давлению при различных температурах ( $\Delta p_n$ ) для циклов нагрузка-разгрузка (поправка при  $t=1144^0$ С определена по плавлению NaCl) [8].

Видно, что термический прирост давления при повышении температуры от 760<sup>0</sup>С до 1144<sup>0</sup>С в цикле нагрузки составляет 3,2%. При этом прирост на каждые 100<sup>0</sup>С составляет 0,83%. Посредством экстраполяции полученных данных до комнатной температуры получаем для  $\Delta p_n$  величину, равную ~15%, которая считается средней для установок типа ПЦ [10]. Отсюда следует, что характер изменения  $\Delta p_n$  при температурах до 1250<sup>0</sup>С подчиняется линейному закону.

Таблица

**Средние значения давления на уровне образца ( $p_{cp}$ ) и величина поправок ( $\Delta p_n$ ) к номинальному давлению ( $p_n$ ) при различных температурах в циклах «нагрузка-разгрузка»**

T, °C	$p_{cp}$ , ГПа	Цикл нагрузки		Цикл разгрузки	
		$p_n$ , ГПа	$\Delta p_n$ , %	$p_n$ , ГПа	$p_n$ , %
760±5	0,46	0,5	8,5	0,42	10,0
825±10	0,92	1,0	8,0	0,84	9,6
880±10	1,39	1,5	7,4	1,28	8,9
923±10	1,86	2,0	7,0		
1144±15	1,89	2,0	5,3		

Из приведенных в таблице данных видно, что величина поправки в каждой экспериментальной точке для случаев нагружения и разгрузки не одинакова. Однако, тарировка давления аппаратов ПЦ основана на допущении, что потери на преодоление трения в циклах «нагрузка-разгрузка» равны. Следовательно, разность между номинальными давлениями обоих циклов должна представлять собой двойную величину поправки на трение, т.е.  $|\Delta p_{нагр}| = |\Delta p_{разг}|$ . Но, по представленным экспериментальным данным видно, что это условие не выполняется.

Это может быть связано или с температурной неустойчивостью в опытах, или проявлением «анвильного» эффекта. Этот эффект впервые был исследован Беллом [11]. Суть его заключается в том, что при оснастке ячейки материалами с различными реологическими свойствами возникает радиальный градиент давления, т.е. происходит неравномерное распределение усилия плоского поршня на материал с различной сжимаемостью.

Влияние данного эффекта более вероятно, т.к. величина «ошибок» имеет одинаковый знак во всех точках. Это дает основание предположить, что мы имеем дело с проявлением отрицательного «анвильного» эффекта.

Так как без учета указанного эффекта точность определения давления удовлетворительна и составляет 1%, то дополнительных исследований в данном направлении не проводилось.

В связи с этим, после внесения поправок по термическому приросту давления, получено не истинное давление на тестируемый образец, а его среднее значение на уровне расположения образца в реакционной зоне пьезометра.

В изобарическом режиме исследований поправка равна среднему значению величины термического прироста давления в диапазоне 700-1250°С. При этом максимальная погрешность в определении давления на образец составляет не более 2%, что при  $p_n=2,0$  ГПа составляет 40 МПа.

В заключение необходимо отметить, что существуют способы устранения влияния термического прироста давления непосредственно во время эксперимента, без предварительной градуировки установки.

Одним из них является метод двухстадийного сжатия [1]. Однако, он наиболее эффективен в том случае, если в каждом опыте необходимо точное определение термодинамических параметров в одной точке, т.е. для одной пары значений  $p$  и  $T$ . Такая необходимость возникает при решении задач экспериментальной петрологии.

В экспериментах же, сопровождающихся измерением физических параметров вещества, в каждом опыте имеется несколько десятков подобных точек и естественно, применение отмеченного метода сильно осложнит экспериментальный процесс. Поэтому учет термического прироста давления проводился простым введением указанной поправки к величине номинального давления, соответственно температурной ступени.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Ишбулатов Р.А. Проблемы измерения давления при высокой температуре в твердофазовых ячейках аппаратов высокого давления. - В кн: Эксперимент и техника высоких газовых и твердофазовых давлений М., Наука, 1987, с.177- 184.
2. Литвин Ю.А., Ишбулатов Р.А. Давление при высоких температурах в твердофазовом аппарате «наковальня с лункой». - Приборы и техника эксперимента, 1975, №4, с. 36-38.
3. Мамедов А.Л. и др. Устройство для измерения электропроводности материалов при высоких давлениях и температурах. (ав.ср.№1203422). Б.И. №1, 1986 г.
4. Верещагин Л.Ф. и др. Измерение высокого давления в горячих камерах. - Приборы и техника эксперимента, 1969, №6, с.185-187.
5. Слуцкий А.Б. Исследование электропроводности минералов и горных пород в условиях высоких температур и давлений. - Автореф. дис. .... канд. ф.-м. Наук-1967, 19с.
6. Kitohara S., Kennedy G.C. The quartz-coesite transition.-j. Geophys. Res., 1964. 69. №24. p.13-19.
7. Островский И.А. Расчет высокотемпературных равновесий плотных модификаций кремнекислоты и выводы для геологии и сейсмологии. Изв. АН СССР, Геология, 1981 г., №10, с.12-16.
8. Ki-Tae-Kim, Vaidya S.N., Kennedy G.C. Effect of pressure on the temperature of the eutectic minimums in two-binary systems: NaF-NaCl and CsCl-NaCl.-j. Geophys.Res., 1982, 7, №35, p. 6984-6989.
9. KI-Tay-Kim. Analisis pressures generated in a pistoncylinder type apparatus.- j. Geophys. Res. 1984, 79, p.3325-3333.
10. Бредли К. Применение техники высоких давлений при исследованиях твердого тела.-М., Мир, 1972, 231 с.
11. Bell P.M., Mao H.K., England J.L. A discussion of pressure distribution in modern-solid-pressuremedia apparatus.-Carnegie inst., 1991, 70p.

**PYEZOMETRLƏRDƏ 1250°C TEMPERATURA QƏDƏR TƏZYİQƏ  
VERİLƏN DÜZƏLİŞLƏRİN MÜƏYYƏN EDİLMƏSİ**

**Ə.L.MƏMMƏDOV**

**XÜLASƏ**

Kvazihidrostatik yüksək təzyiqli qurğularında tətbiq olunan təzyiqli ilə tədqiq olunan süxur nümunəsinə təsir edən təzyiqli arasında itkilərlə nəticəsində fərqli yaranır ki, onlar otaqlı temperaturu şəraitində xüsusi reperlərlə vasitəsilə qiymətləndirilir.

Yüksək temperatur şəraitində kamerada təzyiqlin temperatur artımı yarandığından otaqlı temperaturu şəraitində müəyyən edilmiş düzəlişin istifadəsi mümkün olmur.

Yüksək temperatur şəraitində kamerada təzyiqlin nominal qiymətinə düzəliş müəyyən etmək üçün ilk dəfə NaCl-NaF binar sistemin eutektik ərimə nöqtəsinin təzyiqləndən asılılığı istifadə olunur. Temperaturun müxtəlif diapazonunda bu düzəlişlər təyin edilib və onları nəzərə alan eksperimental metodika təklif olunur.

**DETERMINATION OF THE CORRECTION TO PRESSURE  
IN PIEZOMETERS AT TEMPERATURES UP TO 1250 C<sup>0</sup>**

**A.L.MAMMADOV**

**SUMMARY**

In quasi-hydrostatic devices of high pressure, the pressure on the piston due to losses differs from the pressure on the examined sample.

This difference in terms of indoor temperature is measured by means of special bench marks.

In terms of high temperatures, due to the temperature increase of the pressure, the correction of the nominal pressure, determined at the indoor temperature can not be used. To determine this correction in terms of high temperatures, for the first time the dependence has been applied.

Eutectic melting point of the binary system NaCl-NaF of the pressure. There have been determined corrections for different temperature ranges and methodics of experiment with account of these corrections has been proposed.