



## Modelowanie zjawisk mechanicznych i ciepłych występujących podczas spiekania w toroidalnych kowadłach Bridgmana

### Modeling of mechanical and thermal issues occurring during sintering operation in the Bridgman-type toroidal anvils

GRZEGORZ GRABOWSKI  
PIOTR KLIMCZYK  
SŁAWOMIR CYGAN\*

Przedstawiono główne założenia, pozwalające na modelowy opis zagadnień mechanicznych i ciepłych występujących podczas spiekania z użyciem toroidalnych kowadeł Bridgmana. Na ich podstawie skonstruowano modele obliczeniowe, w których wykorzystano rzeczywistą geometrię kowadeł i wszystkich części składowych istotnych dla modelowanego procesu. Obliczenia wykonano metodą elementów skończonych, z zastosowaniem komercyjnego środowiska obliczeniowego ANSYS. Uzyskane wyniki porównano z wartościami zarejestrowanymi podczas pomiarów kontrolnych, co pozwoliło na potwierdzenie słuszności przedstawionych założeń w obszarze zjawisk ciepłych.

**SŁOWA KLUCZOWE:** toroidalne kowadło Bridgmana, metoda elementów skończonych, spiekanie

*The paper presents basic requirements providing for exemplary description of mechanical and thermal issues that occur during sintering operation in the Bridgman-type toroidal anvils. To meet these requirements, calculation models were developed, where actual geometry of the anvil and all components relevant to the modeled process were applied. The calculations were carried out to the finite element method using ANSYS commercial computing environment. Simulation results were compared with the values collected during control measurements, which confirmed the presented requirements in relation to the thermal phenomena scope.*

**KEYWORDS:** Bridgman-type toroidal anvil, finite element method, sintering

Toroidalna komora ciśnieniowa wyposażona w kowadła Bridgmana to typ urządzenia służącego do uzyskiwania materiałów w warunkach wysokiego ciśnienia i wysokiej temperatury (z ang. HPHT) [1,2]. Cechą charakterystyczną tej komory jest quasi-izostatyczny rozkład ciśnienia wewnątrz kontenera próbki, który jest zapewniany przez medium stałe, otaczające kontener – uszczelkę wykonaną zazwyczaj z materiału mineralnego [3].

Z uwagi na relatywnie dużą objętość wsadu reakcyjnego i prostą budowę kowadła te wykorzystuje się w przemyśle do produkcji materiałów supertwardych – syntetycznych diamentów, azotków, borków, węglików – oraz do otrzymywania materiałów kompozytowych [4÷6].

Specyfika procesu zachodzącego w urządzeniach HPHT (wysokie ciśnienie i temperatura) i sama konstrukcja kowa-

deł sprawiają, że wszelkie pomiary podstawowych parametrów dla spiekania są znacznie utrudnione (np. pomiar temperatury), a niekiedy wręcz niemożliwe do realizacji (np. bezpośredni pomiar ciśnienia i jego rozkładu wewnątrz komory ciśnieniowej). Dodatkowo kształt kowadeł i kontenera próbki oraz rodzaj materiału zastosowanego do uszczelnienia komory znacząco wpływają na parametry uzyskiwane w tego typu urządzeniach. Zmiana któregośkolwiek z tych czynników powoduje konieczność przeprowadzenia wielu czasochłonnych i kosztownych pomiarów testowych, na podstawie których weryfikuje się przydatność wprowadzanych modyfikacji oraz dokonuje się kalibracji aparatury [7,8]. Dlatego właśnie przy projektowaniu i modyfikacji urządzeń HPHT wykorzystywane jest często modelowanie matematyczne.

Publikowane prace dotyczą opisu oddziaływań występujących w wysokiej temperaturze i przy wysokim ciśnieniu [9,10], jak również przedstawiają rozbudowane modele odwzorowujące procesy zachodzące w urządzeniach HPHT – głównie związane z otrzymywaniem syntetycznych diamentów [11,12]. Część publikacji zawiera propozycje modeli materiałowych oraz ich weryfikację dla wybranych elementów konstrukcyjnych stosowanych w urządzeniach HPHT [13÷17], a także modele opisujące zjawisko zagęszczania pod wpływem wysokich ciśnień [18÷22] albo rozkładu temperatury wewnątrz próbek [23÷25].

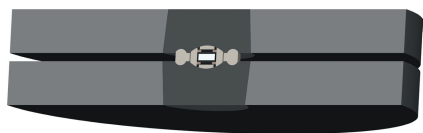
Zjawiska zachodzące podczas pracy urządzeń HPHT, związane z bardzo dużymi odkształceniami oraz sposobem generowania ciepła wewnątrz komory ciśnieniowej, mają złożony charakter, dlatego w literaturze brak jest modeli opisujących całościowo prezentowany problem. W niniejszej pracy podjęto więc próbę stworzenia założeń modelu pozwalającego na kompleksowy opis zagadnień mechanicznych i ciepłych występujących w kowadłach Bridgmana, będących częścią toroidalnej komory ciśnieniowej. Wykorzystano komercyjne oprogramowanie do symulacji metodą elementów skończonych – ANSYS w wersji 15. Wybór platformy obliczeniowej był podyktowany faktem, że jest ona dostępna i popularna w sieciach akademickich, co daje możliwość dalszego rozwoju modelu oraz jego weryfikacji.

#### Model geometryczny urządzenia HPHT

Modelowane urządzenie wysokotemperaturowo-wysoko-ciśnieniowe to konstrukcja będąca rozwinięciem klasycznych kowadeł Bridgmana, w których zastosowano toroidalną

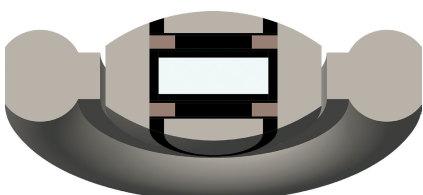
\* Dr Grzegorz Grabowski, dr inż. Piotr Klimczyk, mgr inż. Sławomir Cygan (ios@ios.krakow.pl) – Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania

komorę ciśnieniową [26]. Urządzenie składa się ze stalowych obręczy z centralnie umieszczonymi wkładkami węglowymi (rys. 1).



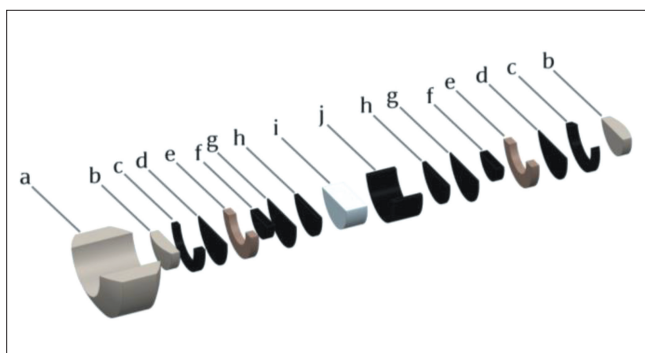
Rys. 1. Przekrój toroidalnej komory ciśnieniowej wyposażonej w kowadła Bridgmana

Pomiędzy wkładkami umieszczony jest kontener próbek otoczony mineralnymi uszczelkami, które pełnią funkcję izolatora cieplnego oraz zapewniają równomierny rozkład ciśnienia w próbce (rys. 2).



Rys. 2. Kontener próbki wraz z otaczającymi go mineralnymi uszczelkami

Kontener próbki jest elementem, który na skutek przepływu prądu elektrycznego ogrzewa próbkę. Składa się on z grafitowej tulejki, wewnątrz której umieszczony jest spiekany materiał, oraz szeregu elementów grafitowych i mineralno-polimerowych, których rozmieszczenie i wymiary decydują o efektywności ogrzewania (rys. 3).



Rys. 3. Przekrój wewnętrznego pierścienia uszczelniającego i kontenera próbki: a) wewnętrzna mineralna uszczelka, b) zatyczka mineralno-polimerowa, c) pierścień grafitowy, d) folia grafitowa, e) pierścień izolujący, f) pokrywa grafitowa, g) folia grafitowa, h) denko grafitowe, i) próbka, j) tulejka grafitowa

Model geometryczny toroidalnej komory ciśnieniowej wyposażonej w kowadła Bridgmana został przygotowany na podstawie dokumentacji technicznej urządzenia oraz pomiarów wykonanych dla grafitowego elementu grzejnego i otaczających go mineralnych uszczelk, za pomocą oprogramowania CAD – PTC Creo Parametric.

### Główne założenia modelu obliczeniowego

Modelowany proces zachodzący podczas pracy urządzenia HPHT można podzielić na trzy etapy.

Na **pierwszym etapie**, trwającym zwykle od kilku do kilkunastu sekund, dochodzi do znacznego odkształcenia kontenera próbki i otaczających go uszczelk, wywołanego przemieszczeniem kowadeł na skutek wzrostu ciśnienia w układzie prasy hydraulicznej. Ciśnienie to dobierane jest na podstawie krzywej kalibracyjnej tak, aby wewnątrz kontenera próbki uzyskać żądaną wartość ciśnienia. Na tym etapie oprócz odkształceń występuje również nieznaczny wzrost temperatury wywołany tarciami wewnętrznymi.

Na **drugim etapie**, który dla procesów spiekania trwa przeciętnie od kilkudziesięciu sekund do kilku minut, dochodzi do właściwego ogrzewania, wywołanego przepływem prądu elektrycznego przez kontener próbki. Na skutek rezystancji układu generowane jest ciepło Joule'a, które powoduje lokalny wzrost temperatury. Moc przepływającego prądu również dobierana jest na podstawie krzywych kalibracyjnych, co zapewnia osiągnięcie oczekiwanej temperatury w próbce. W tej fazie dochodzi też do dalszych, niewielkich odkształceń, związanych głównie z zagęszczaniem spiekane materiału, jak również z rozszerzalnością cieplną czy zmianą właściwości sprężystych i plastycznych spowodowanych wzrostem temperatury.

**Trzeci etap** to chłodzenie i odprężanie spowodowane zanikiem przepływu prądu oraz stopniowym zmniejszaniem ciśnienia prasy.

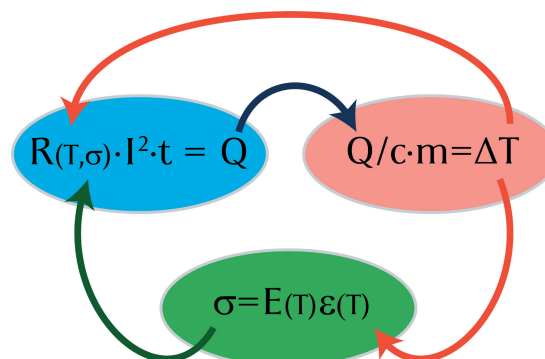
Ta krótka analiza procesu spiekania pokazuje, że zjawiska zachodzące w jego trakcie mają charakter sprzężony. Zbliżające się do siebie kowadła wywołują odkształcenia i wzrost ciśnienia w układzie, co modyfikuje właściwości elektryczne materiałów (ich rezystywność) czy kontaktów między częściami składowymi przewodzącego prąd kontenera próbki – skutkuje to zmianami w ilości generowanego ciepła, powodującego wzrost temperatury. Z kolei rosnąca temperatura, od której zależą właściwości mechaniczne i elektryczne, bezpośrednio wpływa na wartości naprężeń i przepływający w układzie prąd (rys. 4).

Model opisujący zmiany zachodzące w trakcie prowadzonego procesu wymagał więc uwzględnienia zjawisk mechaniczno-elektryczno-cieplnych. Aby jednak efektywnie rozwiązać przedstawiony problem, zagadnienie początkowo rozdzielono i konstruowano niezależnie model opisujący sprzężenie elektryczno-cieplne oraz model opisujący zjawiska wynikające z obciążeń mechanicznych. Takie podejście dawało możliwość optymalizacji częściowych obliczeń i wstępnej weryfikacji uzyskiwanych danych. Oba modele musiały jednak pozwalać na ich połączenie w końcowej fazie realizacji zadania, aby można było wykonać obliczenia z zastosowaniem jednocześnie obciążeń mechanicznych, elektrycznych i cieplnych.

W celu uproszczenia modelu i tym samym wydatnego skrócenia czasu obliczeń uwzględniono symetrię osiową, która wynikała wprost z kształtu kowadeł w toroidalnej komorze ciśnieniowej.

Do dyskretyzacji zastosowano elementy typu PLANE223, pozwalające na wykonanie zgodnej z wcześniejszymi założeniami sprzężonej analizy mechaniczno-elektryczno-cieplnej w symetrii osiowej.

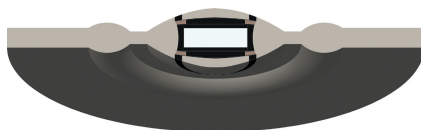
Jak wspomniano we wstępie, prace związane z przygotowaniem modelu obliczeniowego (na które składały się: import modelu geometrycznego, wprowadzenie założeń dotyczących symetrii, określenie właściwości materiałowych, generacja siatki elementów skończonych oraz wprowadzenie obciążeń) wykonano w środowisku ANSYS Workbench 15, a wszelkie dodatkowe modyfikacje modelu (związane ze sprzężeniem) oraz obliczenia – w środowisku ANSYS Mechanical APDL 15.



Rys. 4. Diagram sprzężenia mechaniczno-elektryczno-cieplnego

## Model elektryczno-ciepły

Ze względu na dwutorowy przebieg prac w sprzężonym modelu elektryczno-ciepłym, opisującym wyłącznie zjawisko ogrzewania próbki, na drugim etapie procesu zastosowano zmodyfikowaną geometrię analizowanego układu. Uwzględniła ona silne odkształcenie części znajdujących się wewnątrz toroidalnej komory ciśnieniowej po wstępnym prasowaniu (na pierwszym etapie). Geometrię odwzorowano na podstawie pomiarów wykonanych dla kontenera i mineralnych uszczelek po procesie spiekania (rys. 5).

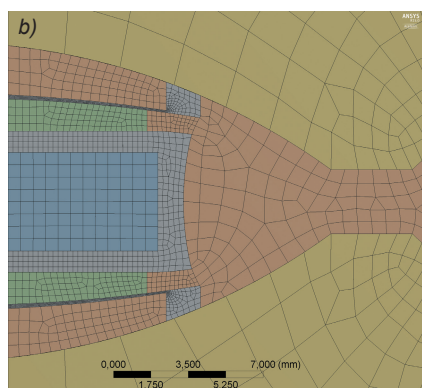
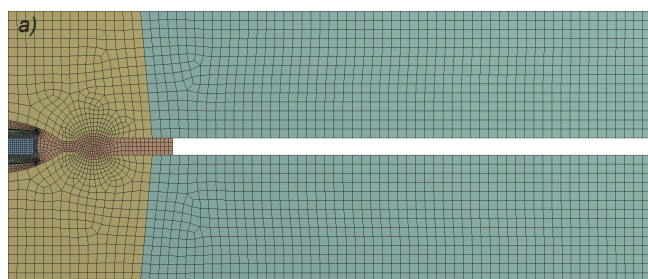


Rys. 5. Kontener próbki i mineralne uszczelki odkształcone po spiekaniu

Z uwagi na stosunkowo krótki czas procesów spiekania, realizowanych w modelowanym urządzeniu HPHT, oraz dużą pojemność cieplną urządzenia (stalowe obręcze kowadła i stemple prasy hydraulicznej) obserwowany wzrost temperatury na jego zewnętrznych powierzchniach jest niewielki. Przepływ ciepła modelowano zatem dla stanu nieustalonego oraz pominięto wymianę ciepła z otoczeniem na drodze konwekcji czy promieniowania.

Nagrzewanie próbki w modelowanej aparaturze HPHT odbywa się za pośrednictwem jednostki sterującej, która utrzymuje zadaną moc zgodnie z założonym programem dla prowadzonego procesu spiekania, a rejestrowane są chwilowe wartości napięcia i natężenia prądu. W modelu jako obciążenia elektryczne wykorzystano więc zarejestrowane wartości natężenia prądu w zależności od czasu.

Ponieważ modelowany układ, a zwłaszcza kontener próbki, składa się z wielu części grafitowych i mineralnych, istotne są parametry opisujące transport ciepła i przewodzenie prądu przez powierzchnie kontaktu. Parametry te zależą jednak silnie od stanu powierzchni oraz ciśnienia. W związku z tym przyjęto założenie, że nie będą one uwzględnione bezpośrednio jako parametry opisujące model elektryczno-ciepły, lecz zostaną poddane kalibracji łącznie z pozostałymi właściwościami materiałowymi.



Rys. 6. Model dyskretny toroidalnej komory ciśnieniowej z kowadłami Bridgmana uwzględniający sprzężenie elektryczno-ciepne: a) siatka elementów skończonych, b) zagęszczenie siatki w obszarze kontenera próbki

Model geometryczny poddano dyskretyzacji z wykorzystaniem elementów typu PLANE223 i – dla obszarów kontaktu – elementów typu CONTA172 i TARGET169. Uzyskana siatka składała się z 7700 elementów (rys. 6a) i została selektywnie zagęszczona dla kontenera próbki (rys. 6b).

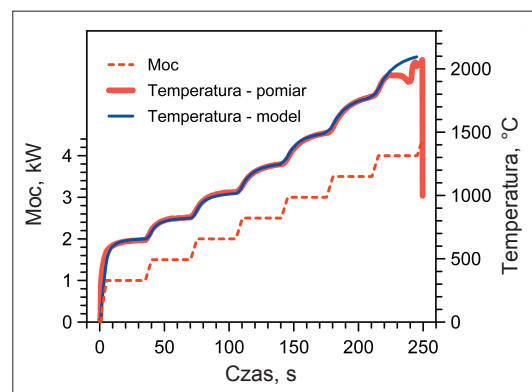
■ **Właściwości materiałowe.** Stałe materiałowe, wykorzystywane w modelu elektryczno-ciepłym podano w tabelicy. Wartości rezystywności dla grafitu w zależności od temperatury przyjęto na podstawie danych literaturowych [27], jednak ze względu na fakt, że zależą one od ciśnienia [28], poddano je kalibracji. Z uwagi na niewielkie zmiany temperatury w obrębie wkładek, dla węgla wolframu przyjęto stałą wartość, niezależną od temperatury, wynoszącą  $2,2 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$  [29]. Pozostałe materiały charakteryzują się wartościami rezystywności o wiele rzędów większymi (niezależnie od temperatury), dlatego w modelu również dla nich przyjęto stałe wartości.

TABLICA. Stałe materiałowe wykorzystywane w modelu elektryczno-ciepłym

Materiał	Rezystywność $\Omega \cdot m$	Przewodność cieplna $W/(m \cdot K)$	Ciepło właściwe $J/(kg \cdot K)$	Gęstość $kg/m^3$
Grafit [27]	–	24	710	1700
Materiał mineralno-polimerowy [30, 31]	$10^{13}$	2	920	2740
Węgiel wolframu [29]	$2,2 \cdot 10^{-7}$	63	398	15800
Stal [32]	$1,7 \cdot 10^{-7}$	60	430	7850
Azotek boru [29]	$10^{15}$	30	885	2250

■ **Kalibracja.** Biorąc pod uwagę przyjęte założenia, dotyczące właściwości kontaktów pomiędzy częściami składowymi oraz wpływem ciśnienia na rezystywność grafitu, niezbędne było przeprowadzenie kalibracji modelu. Dokonano jej na podstawie pomiaru kalibracyjnego, podczas którego zastosowano wielostopniowy wzrost mocy (rys. 7). Do kalibracji wykorzystano temperaturę, którą w trakcie tego pomiaru rejestrowano dzięki termoparze umieszczonej w centrum próbki. Aby umożliwić porównywanie temperatury, w modelu umieszczono punkt kontrolny, którego współrzędne odpowiadały położeniu końcówki termopary. Następnie, na podstawie wartości temperatury uzyskanych w kolejnych analizach, modyfikowano wartości rezystywności grafitu w funkcji temperatury – tak by uzyskać zadowalającą zgodność między danymi pomiarowymi a wartościami obliczonymi na podstawie modelu.

Na rys. 7 przedstawiono zależności temperatury od czasu dla pomiaru kalibracyjnego i dla skalibrowanego modelu. Można zauważyć, że podczas pomiaru kalibracyjnego termopara uległa uszkodzeniu powyżej temperatury  $1900 \text{ }^\circ\text{C}$ , co zostało zarejestrowane jako seria nagłych spadków i wzrostów wartości temperatury.



Rys. 7. Zależność mocy od czasu w pomiarze kalibracyjnym oraz zależność temperatury od czasu dla pomiaru kalibracyjnego i dla modelu



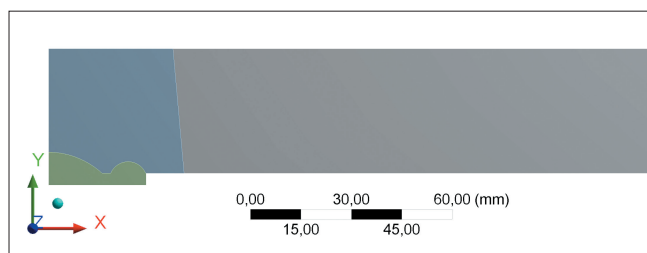
Skalibrowane wartości rezystywności dla grafitu, wykorzystane w dalszej analizie, zostały dopasowane równaniem:

$$\rho_{\text{kal}}(T) [\Omega \cdot \text{m}] = 1,508 \cdot 10^{-9} T[\text{K}] - 2,355 \cdot 10^{-3} (T[\text{K}])^{-1} + 7,055 (T[\text{K}])^{-2}$$

gdzie:  $T$  – temperatura w kelwinach.

### Model mechaniczny

W modelu opisującym odkształcenie wywołane ciśnieniem wywieranym przez prasę hydrauliczną zastosowano dalsze uproszczenie geometrii, umożliwiające taki dobór parametrów numerycznych, by zapewnić uzyskanie zbieżności obliczeń. Wszystkie części kontenera próbki oraz mineralne uszczelki – znajdujące się pomiędzy węglowymi wkładkami (będącymi częścią kowadeł Bridgmana), mające zbliżoną sprężystość i ulegające w trakcie procesu dużym odkształceniom – połączono, a nowej części przypisano jednorodne właściwości mechaniczne. Ponieważ model mechaniczny był symetryczny względem osi  $X$ , dokonano kolejnego uproszczenia geometrii (rys. 8).



Rys. 8. Geometria wykorzystana w modelu mechanicznym

W modelowanym urządzeniu HPHT nacisk wywierany na węglową wkładkę przez tłoki prasy jest dobierany na podstawie pomiarów kalibracyjnych. Bezpośrednie wykorzystanie – w roli obciążenia – wartości ciśnienia hydrostatycznego cieczy roboczej, rejestrowanych przez urządzenie, nie było więc możliwe i należało się posłużyć – również na potrzeby modelu – kalibracją ciśnieniową. We wstępnych obliczeniach przyjęto jednak, że obciążenia będą wywołane przesunięciem węglowej wkładki o odległość odpowiadającą rzeczywistemu przesunięciu stempla w prasie – dla przyjętych uproszczeń geometrii pozwalało to na symulację rzeczywistych obciążeń z wystarczającą dokładnością i ułatwiało uzyskanie zbieżności obliczeń.

Model mechaniczny oparty na uproszczonej geometrii wymagał uwzględnienia tarcia pomiędzy węglowymi wkładkami a mineralną uszczelką. Tradycyjnie uważa się, że wpływ współczynnika tarcia pomiędzy tymi elementami na ciśnienie uzyskiwane wewnątrz kontenera próbki jest szczególnie istotny [33]. Podawana w literaturze wartość współczynnika tarcia dla tego typu kontaktów zawiera się w przedziale  $0,07 \div 0,36$  – w zależności od stosowanego materiału mineralnego. Przyjęto stałą wartość współczynnika tarcia równą  $0,16$  [34].

Model poddano dyskretyzacji z wykorzystaniem elementów typu PLANE223 oraz CONTA172 i TARGET169 (takich samych jak dla modelu elektryczno-cieplnego), a na kolejnych etapach pracy nad modelem siatkę elementów skończonych stopniowo modyfikowano – tak aby uzyskać zbieżność obliczeń.

W modelu mechanicznym przyjęto następujące stałe materiałowe (moduł Younga  $E$  oraz współczynnik Poissona  $\nu$ ):

- dla węglowej wkładki kowadeł Bridgmana [22]:  $E = 680 \text{ GPa}$ ,  $\nu = 0,24$ ,
- dla stalowych obręczy [32]:  $E = 200 \text{ GPa}$ ,  $\nu = 0,3$ .

Dla mineralnej uszczelki, która po uproszczeniu geometrii wypełniała całą przestrzeń toroidalnej komory ciśnieniowej, przyjęto model ciała sprężysto-plastycznego. W modelach mechanicznych opisujących urządzenia HPHT uwzględnia

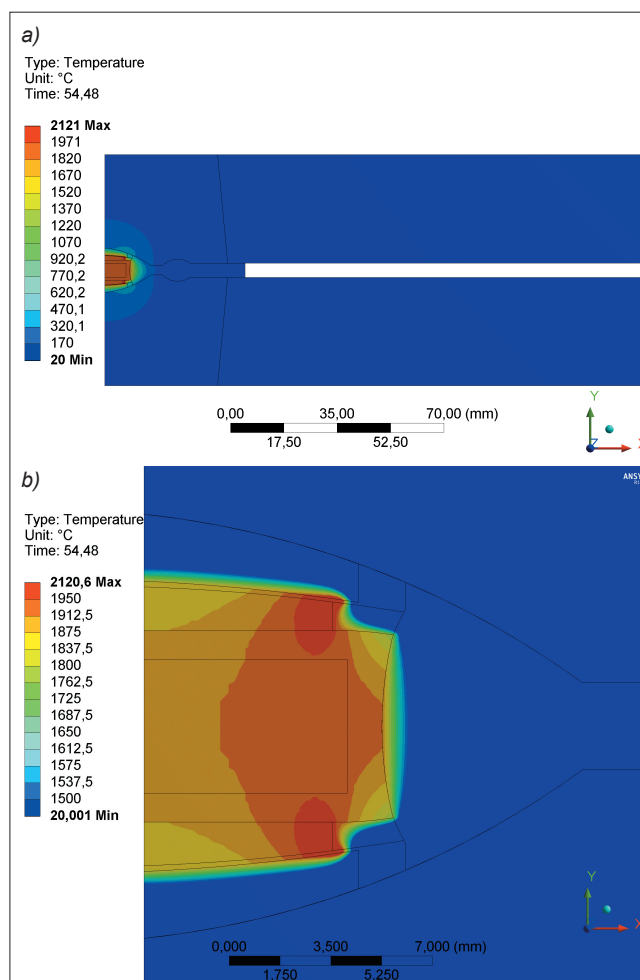
się dodatkowo zależność wartości granicy plastyczności od ciśnienia [18, 33, 35], jednak na potrzeby optymalizacji siatki i parametrów numerycznych przyjęto wartość granicy plastyczności równą  $500 \text{ MPa}$  oraz  $E = 30 \text{ GPa}$  i  $\nu = 0,3$  [35].

### Wyniki i dyskusja

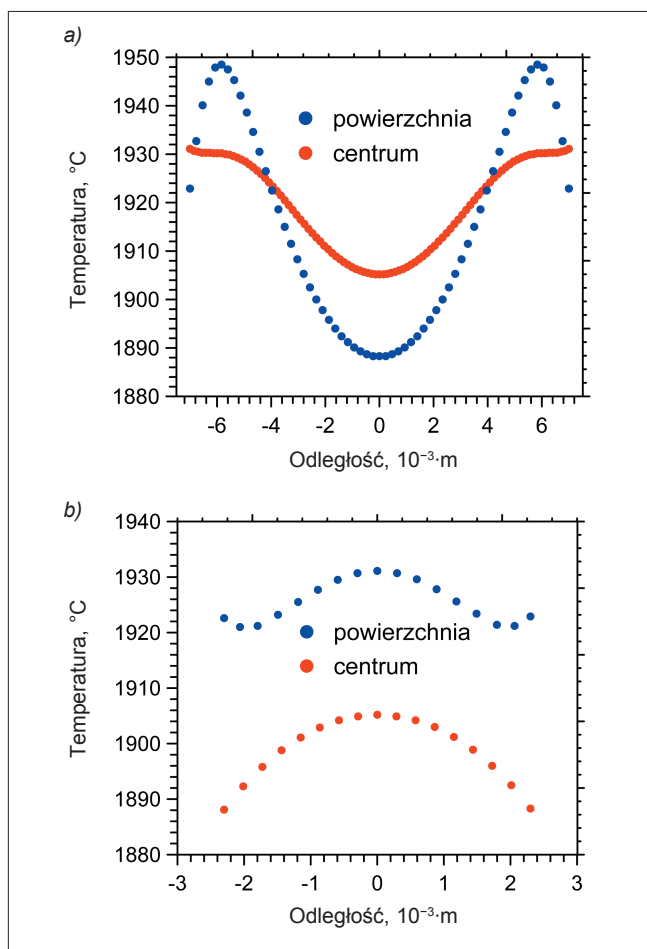
Wyniki uzyskane dla modelu uwzględniającego sprzężenie elektryczno-ciepne przedstawiono w postaci rozkładu temperatury w kowadłach Bridgmana po 55 s ogrzewania prądem o mocy  $3,5 \text{ kW}$  (rys. 9).

Wartości temperatury obliczone dla powierzchni zewnętrznych (stalowych obręczy kowadeł i mineralnej uszczelki), będących w kontakcie z otoczeniem, zgadzają się z danymi empirycznymi. Nie można stwierdzić istotnego wzrostu temperatury dla tych powierzchni, co potwierdza słuszność zastosowanych założeń dotyczących zaniedbania wymiany ciepła z otoczeniem na drodze konwekcji czy promieniowania. Ponadto obserwowany w modelu gradient temperatury nie zostaje ustalony w czasie typowym dla spiekania, więc zasadne było przeprowadzenie analizy dla stanu niustalowanego.

Na rys. 9b oraz rys. 10 przedstawiono rozkład temperatury w kontenerze próbki. Widoczny gradient temperatury w spiekającym materiale dochodzi do  $15^\circ\text{C}$  wzdłuż osi pionowej próbki i do ponad  $20^\circ\text{C}$  wzdłuż promienia. Wynika to z właściwości samego materiału – głównie przewodności cieplnej – oraz krótkiego czasu procesu, ale przede wszystkim jest związane z geometrią elementów składowych kontenera próbki. Ich rozmieszczenie oraz wymiary decydują o całkowitej rezystancji, a więc także o ilości wytwarzanego w nich ciepła Joule'a. Potwierdza to również fakt, że w modelowanym



Rys. 9. Wyniki dla modelu elektryczno-cieplnego po 55 s ogrzewania: a) rozkład temperatury w kowadłach Bridgmana, b) rozkład temperatury w kontenerze próbki



Rys. 10. Rozkład temperatury w próbce po 55 s ogrzewania: a) wzdłuż promienia próbki – osi X, b) wzdłuż osi pionowej próbki – osi Y

układzie powierzchnia boczna próbki jest znacznie silniej nagrzewana niż powierzchnie górna i dolna, a różnica temperatury pomiędzy tymi powierzchniami dochodzi do 40 °C. Obserwacje takie pozwalają na wykorzystanie modelu elektryczno-cieplnego do optymalizacji kształtu oraz rozmieszczenia elementów wpływających na efektywność ogrzewania. Przez modyfikację geometrii i właściwości materiałowych w modelu można próbować wstępnie przewidzieć efekt planowanych zmian.

Model mechaniczny, który miał opisywać odkształcenia kontenera próbki – będące skutkiem nacisku kowadeł oraz zjawisk ciepłno-mechanicznych zachodzących w trakcie analizowanego procesu – został silnie ograniczony przez przyjęte wspólne założenia. Elementy użyte do dyskretyzacji musiały „obsługiwać” sprzężenie mechaniczno-elektryczno-cieplne w symetrii osiowej dla nieustalonego stanu przepływu ciepła. W zastosowanym pakiecie obliczeniowym wymaganie to spełniały wyłącznie elementy typu PLANE223. Ograniczało to możliwość zastosowania metod *explicit* (ANSYS Explicit STR, ANSYS Autodyn czy ANSYS LS-DYNA), które są wykorzystywane w analizie problemów związanych z bardzo dużymi odkształceniami w układach nieliniowych. Odkształcenia takie występowały w modelu mechanicznym w obszarze mineralnej uszczelki zwłaszcza w pobliżu kontaktu z wkładkami węglowymi. To powodowało dystorsję siatki elementów skończonych i uniemożliwiało zarazem ukończenie obliczeń dla założonego przemieszczenia kowadeł. Elementy typu PLANE223 wykluczały też zastosowanie techniki *rezoning*, pozwalającej na naprawę dystorsji siatki. Właśnie dlatego dla modelu mechanicznego nie uzyskano wyników, które można by wykorzystać do połączenia z odrębnie przygotowanym, skalibrowanym i zoptymalizowanym modelem elektryczno-cieplnym.

## Podsumowanie

Wyniki otrzymane dla przedstawionego modelu kowadeł Bridgmana, będących częścią toroidalnej komory ciśnieniowej, potwierdzają poprawność przyjętych założeń odnośnie do sprzężenia elektryczno-cieplnego. Model wykorzystujący osiową symetrię w nieustalonym stanie wymiany ciepła pozwolił uzyskać dobrą zgodność wyników symulacji z zarejestrowanymi danymi doświadczalnymi. Wyznaczony rozkład temperatury w toroidalnej komorze Bridgmana, zależny od mocy prądu i czasu ogrzewania, będzie mógł stanowić podstawę prac związanych z optymalizacją kształtu i doбором materiałów konstrukcyjnych dla kontenera próbki w celu zmniejszenia niekorzystnego gradientu temperatury oraz zwiększenia efektywności ogrzewania.

Przyjęcie silnych ograniczeń co do doboru elementów w modelu mechanicznym nie pozwoliło na uzyskanie wyników, które mogłyby zostać wykorzystane do sprzężenia z analizą elektryczno-cieplną i tym samym do kompleksowego rozwiązania problemu, uwzględniającego wszystkie rodzaje obciążeń występujące podczas spiekania w kowadłach Bridgmana.

**Praca została wykonana w ramach projektu FP7-REG-POT-2012-2-13-1 SINTERCER „Development of a sintering centre and know-how exchange for non equilibrium sintering methods of advanced ceramic composite materials”.**

## LITERATURA

- Eremets M.I. *“High Pressure Experimental Methods”*. Oxford University Press, 1996.
- Sung C.M. “A century of progress in the development of very high pressure apparatus for scientific research and diamond synthesis”. *High Temperatures-High Pressures*. Vol. 29. 3 (1997): pp. 253-293. DOI: 10.1068/htrt111.
- King J.H. “Choice of materials for use in compressible-gasket high-pressure apparatus”. *Journal of Scientific Instruments*. Vol. 42. No. 6 (1965): pp. 374-380.
- Prikhna A. “High-pressure apparatuses in production of synthetic diamonds (Review)”. *Journal of Superhard Materials*. Vol. 30. Iss. 1 (2008): pp. 1-15. DOI: 10.3103/S1063457608010012.
- Klimczyk P. “Silicon Carbide – Materials, Processing and Applications in Electronic Devices”. In: Mukherjee M., ed. *cdn.intechweb.org, InTech*; 2011, pp. 309-334. DOI: 10.5772/852.
- Dutkiewicz J., Maziarz W., Jaworska L., Zapala K. “Ultra High Pressure Consolidation of Ball Milled Nanocrystalline TiTaNb Alloys”. *Materials Transactions*. Vol. 48. No. 5 (2007): pp. 909-914. DOI: 10.2320/matertrans.48.909.
- Onodera A., Ohtani A. “Fixed points for pressure calibration above 100 kbars related to semiconductor-metal transitions”. *Journal of Applied Physics*. Vol. 51. Iss. 5 (1980): pp. 2581-2585. DOI: 10.1063/1.327984.
- Turkin A. “Lead selenide as a continuous internal indicator of pressure in solid-media cells of high-pressure apparatus in the range of 4-6.8 GPa”. *High Temperatures-High Pressures*. Vol. 35/36(3) (2003): pp. 371-376. DOI: 10.1068/htrj12.
- Idesman A.V., Levitas V.I. “Finite element procedure for solving contact thermoelastoplastic problems at large strains, normal and high pressures”. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. Vol. 126. No. 1 (1995): pp. 39-66. DOI: 10.1016/0045-7825(95)00757-R.
- Zhilyaev A.P., Gálvez F., Sharafutdinov A., Pérez-Prado M.T. “Influence of the high pressure torsion die geometry on the allotropic phase transformations in pure Zr”. *Materials Science and Engineering: A*. Vol. 527. Iss. 16-17 (2010): pp. 3918-3928. DOI: 10.1016/j.msea.2010.02.066.
- Leshchuk A.A., Novikov N.V., Levitas V.I. “Computer Simulation of Physical and Mechanical Processes Running in the Reaction Cells of High-Pressure Installations in the Course of Synthesis of Diamonds”. *Strength of Materials*. Vol. 33. Iss. 3 (2001): pp. 277-292. DOI: 10.1023/A:1010472414042.
- Li Z.C., Jia X.P., Huang G.F., Hu M.H., Li Y., Yan B.M. et al. “FEM simulations and experimental studies of the temperature field in a large diamond crystal growth cell”. *Chinese Physics B*. Vol. 22. No. 1 (2013). DOI: 10.1088/1674-1056/22/1/014701.

13. Novikov N.V., Levitas V.I., Shestakov S.I. "Study of the stress state of the mechanical elements of high-pressure equipment". *Strength of Materials*. Vol. 16. Iss. 11 (1984): pp. 1550+1556. DOI: 10.1007/BF01529504.
14. Fukunaga O., Yamaoka S., Akaishi M., Kanda H., Osawa T., Shimomura O. et al. „Large-Volume Flat Belt Apparatus”. In: Manghnani M.H., Syono Y., eds. *High-Pressure Res. Miner. Phys. A*. Vol. Honor Syun-iti Akimoto. Vol. 39, Washington, D. C.: American Geophysical Union, 1987: pp. 17+28. DOI: 10.1029/GM039.
15. Novikov N.V., Levitas V.I., Polotnyak S.B., Potemkin M.M. "Numerical method for optimizing the design of a high-pressure apparatus with diamond anvils". *Strength of Materials*. Vol. 26. Iss. 4 (1994): pp. 294+302.
16. Fontanari V., Bellin F., Visintainer M., Ischia G. "Study of Pressure Sensitive Plastic Flow Behaviour of Gasket Materials". *Experimental Mechanics*. Vol. 46. Iss. 3 (2006): pp. 313+323. DOI: 10.1007/s11340-006-7105-1.
17. Turbinsky S., Urbanovich V., Antonovich V. "Simulation of stress-deformed states of apparatus for high pressure sintering of nanomaterials". *Reviews on Advanced Materials Science*. Vol. 20. No. 2 (2009): pp. 136+142.
18. Li R., Ma H.A., Han Q.G., Liang Z.Z., Yin B.H., Liu W.Q. et al. "Simulation of pressure distribution in a pyrophyllite high-pressure cell by finite-element analysis". *High Pressure Research*. Vol. 27. Iss. 2 (2007): pp. 249+257. DOI: 10.1080/08957950701385819.
19. Figueiredo R.B., Cetlin P.R., Langdon T.G. "Using finite element modeling to examine the flow processes in quasi-constrained high-pressure torsion". *Materials Science and Engineering: A*. Vol. 528. Iss. 28 (2011): pp. 8198+8204. DOI: 10.1016/j.msea.2011.07.040.
20. Berg S., Jonsén P., Häggblad H.Å. "Experimental characterization of CaCO<sub>3</sub> powder for use in compressible gaskets up to ultra-high pressure". *Powder Technology*. Vol. 215–216 (2012): pp. 124+131. DOI: 10.1016/j.powtec.2011.09.035.
21. Jonsén P., Häggblad H., Berg S. "Modelling Ultra High Pressure Compaction of Powder". *Technische Mechanik*. Vol. 32. Iss. 2+5 (2012): pp. 287+302.
22. Fang J., Bull C.L., Loveday J.S., Nelmes R.J., Kamenev K.V. "Strength analysis and optimisation of double-toroidal anvils for high-pressure research". *Review of Scientific Instruments*. Vol. 83. Iss. 9 (2012): pp. 093902-0+093902-10. DOI: 10.1063/1.4746993.
23. Debord R., Leguillon D., Syfosse G., Fischer M. "A finite element study of a high-pressure/high-temperature cell for simultaneous X-ray and ultrasonic measurement". *High Pressure Research*. Vol. 23. Iss. 4 (2003): pp. 451+463. DOI: 10.1080/08957950310001609421.
24. Rangel J.J. de A., Monteiro S.N., Bobrovnichii G.S. "Mathematical Modeling for Computational Simulation of the Temperature Distribution during the Synthesis of Polycrystalline Diamond". *Matéria*. Vol. 11. No. 1 (2006): pp.: 48+59.
25. Gu X., Li R., Tian Y. "Finite element simulation of the temperature field in the large volume cubic high pressure apparatus cavity". *Journal of Crystal Growth*. Vol. 390 (2014): pp. 109+113. DOI: 10.1016/j.jcrysgr.2013.12.044.
26. Koichin A.V., Vepintsev V.I., Klyachko L.I., Novgorodov A.S., Zubkov V.M., Vereschagin L.F. et al. *Device for building-up high pressure*. US Patent 4,290,741, 1981.
27. Pierson H.O. "*Handbook of Carbon, Graphite, Diamonds and Fullerenes*". Oxford: Elsevier, 1993. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-8155-1339-1.50001-3>.
28. Li X., Mao H. "Solid carbon at high pressure: Electrical resistivity and phase transition". *Physics and Chemistry of Minerals*. Vol. 21. Iss. 1–2 (1994): pp. 1+5.
29. Pierson H.O. "*Handbook of refractory carbides and nitrides*". Westwood, NJ: William Andrew Publishing, 1996.
30. Carte A.E. "Thermal constants of pyrophyllite and their change on heating". *British Journal of Applied Physics*. Vol. 6. Iss. 9 (1955): pp. 326+328. DOI: 10.1088/0508-3443/6/9/307.
31. Chen W., Decker D.L. "Pressure dependence of the thermal conductivity of pyrophyllite to 40 kbar". *Journal of Applied Physics*. Vol. 71. Iss. 6 (1992): pp. 2624+2627. DOI: 10.1063/1.351056.
32. Fatigue Data at zero mean stress comes from 1998 ASME BPV Code, Section 8, Div 2, Table 5-110.1 1998.
33. Levitas V.I., Polotnyak S.B., Idesman A.V. "Large elastoplastic strains and the stressed state of a deformable gasket in high pressure equipment with diamond anvils". *Strength of Materials*. Vol. 28. Iss. 3 (1996): pp. 221+227.
34. Mii H., Fujishiro I., Kuwabara M. "Radial Pressure Variation in Pyrophyllite Discs Compressed by Bridgman-Type Anvils". *Bulletin of the Japan Society of Precision Engineering*. Vol. 3. No. 4 (1970): pp. 79+83.
35. Polotnyak S.B., Idesman A.V. "Numerical modelling of the mechanical state of deformable gaskets in diamond anvil cell". *Journal of Materials Processing Technology*. Vol. 60. Iss. 1+4 (1996): pp. 685+690. DOI: 10.1016/0924-0136(96)02405-3.

