

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 614 197** ⁽¹³⁾ **C2**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(51) МПК

[G01L 9/00 \(2006.01\)](#)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**Статус: действует (последнее изменение статуса: 27.03.2017)
Пошлина: учтена за 3 год с 16.06.2017 по 15.06.2018(21)(22) Заявка: [2015123437](#), 15.06.2015(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.06.2015

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 15.06.2015

(43) Дата публикации заявки: 10.01.2017 Бюл. № 1

(45) Опубликовано: [23.03.2017](#) Бюл. № 9(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2349886 C1, 20.03.2009. RU
2304762 C1, 20.08.2007. SU 1474488 A1,
23.04.1989. RU 2031382 C1, 20.03.1995. US
6101883 A1, 15.08.2000. US 5343755 A1,
06.09.1994.

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19,
Уральский федеральный университет,
Центр интеллектуальной собственности,
Невраевой Н.П.

(72) Автор(ы):

**Мельникова Нина Владимировна (RU),
Бабушкин Алексей Николаевич (RU),
Зайкова Василиса Евгеньевна (RU)**

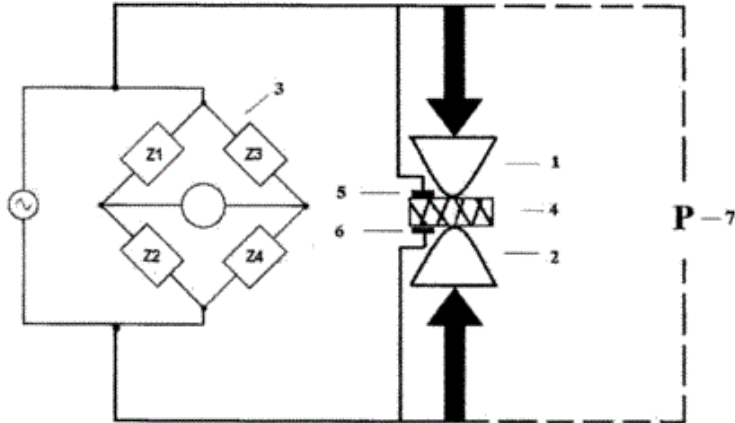
(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)****(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТАТИЧЕСКОГО ДАВЛЕНИЯ В НЕКАЛИБРОВАННОЙ
КАМЕРЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к измерительной технике и может быть использовано для определения величин давления (в том числе высоких и сверхвысоких) и интервалов давлений в камерах синтеза материалов, а также при проведении исследований конденсированных фаз в условиях высоких давлений. Для осуществления способа используется материал с существенными барическими зависимостями электрических параметров. Способ определения статического давления в некалиброванной камере высокого давления включает воздействие электрического поля на материал, измерение значений электрических параметров материала при начальных величинах нагрузки, поэтапное прикладывание к материалу постепенно возрастающей нагрузки и измерение на каждом этапе электрических параметров. По снятым значениям строятся зависимости электрических параметров от прикладываемой нагрузки. Далее нагрузке, при которой наблюдают ярко выраженные особенности поведения электрических свойств материала, сопоставляются величины давления, которое вызывает такие особенности и известно заранее. Данный способ отличается от

известных тем, что на материал воздействуют переменным электрическим полем, в качестве электрических параметров применяют вещественную и мнимую части импеданса, а также электропроводность и тангенс угла потерь, принимающий внутри исследуемого интервала давлений единичное значение, с экспоненциальными барическими зависимостями. При увеличении прикладываемой нагрузки определяют такое ее значение, при котором производная вещественной части импеданса по давлению обращается в ноль и одновременно производная мнимой части импеданса по давлению принимает максимальное значение, и сопоставляют нагрузке величину давления P_{max} , известную для калибровочного материала заранее, при которой производная вещественной части импеданса по давлению обращается в ноль и одновременно производная мнимой части импеданса по давлению принимает максимальное значение. Техническим результатом является обеспечение возможности определения границ интервала давлений, за счет линейной зависимости давления P_{max} от частоты переменного электрического поля, и величин давления из данного интервала, основываясь на свойствах одного калибровочного материала. 7 ил.



Фиг.1

Изобретение относится к измерительной технике, а именно к способам измерения давления, и может быть использовано для определения величин давления (в том числе высоких и сверхвысоких) и интервалов давлений в камерах синтеза материалов, а также при проведении исследований конденсированных фаз в условиях высоких давлений.

Одной из особенностей халькогенидных материалов является их способность значительно изменять электрические параметры под действием приложенных давлений в широком интервале частот электрического поля. Это обстоятельство позволяет использовать данные материалы в качестве рабочих тел датчиков давления. Известно применение халькогенидов в качестве реперного вещества для датчиков высоких давлений в условиях приложения постоянной разности потенциалов [Патент СССР №1638679, МПК G01L 11/00, G01L 11/00, опубликовано 30.03.1991, бюл. №12].

Известны способы измерения давления, основанные на использовании датчиков (преобразователей), которые под воздействием давления вырабатывают электрический сигнал или изменяют свои электрические характеристики [Иванова Г.М. Теплотехнические измерения и приборы: Учебник для вузов, Изд. МЭИ, 2005, с. 199-210].

Можно отметить, что большинство из этих способов определения давления, а также использование на их основе датчиков давления, разработаны для жидких и газообразных сред [Патент РФ №2523754, МПК G01L 9/04, опубликован 20.07.2014, бюл. №20, патент РФ №2349886, МПК G01L 9/08, опубликован 20.03.2009, бюл. №8].

Недостаток этих способов состоит в том, что электрические приборы давления имеют весьма ограниченное применение вследствие малой чувствительности и зависимости характеристик от температуры, что делает невозможным использовать их в условиях конденсированных сред при высоких давлениях.

Также известен способ калибровки камеры высокого давления с наковальнями из спеченных алмазов, предназначенной для измерения электрического сопротивления материалов при давлениях до 50 ГПа [Y. Akahama, M. Kobayashi, H. Kawamura, «Sintered diamond anvil high-pressure cell for electrical resistance measurements at low temperatures up to 50 GPa» Review of scientific instruments, 1993 год, том 64, №7, с. 1979-1983].

Этот способ заключается в использовании зависимостей электросопротивления R_i , R_b и сплавов Fe-V, с известными термодинамическими условиями перехода в

сверхпроводящее состояние, от прикладываемой нагрузки и температуры. При этом для калибровки некалиброванных устройств используются заранее известные параметры реперных материалов - температура и давление, соответствующие переходу этих материалов в сверхпроводящую фазу,

Недостатком данного способа является необходимость создания низких температур и контроля температуры в процессе определения давления или использование набора различных материалов для калибровки камеры при комнатной температуре (один материал позволяет определить одну точку).

Наиболее близким к заявленному техническому решению является способ калибровки камер высокого давления, основанный на использовании особенностей поведения электрических характеристик материалов (элементов или соединений), таких как резкое изменение величины электропроводности или электросопротивления при фазовых переходах полупроводник - металл или кристаллических фазовых переходах, в постоянном электрическом поле при постепенном увеличении давления, т.е. материалов с существенными барическими зависимостями электрических параметров [Babushkin, A.N. (1992) «Electrical conductivity and thermal emf of CsI at high pressures», High Pressure Research, 1992 год, №6, с. 349-356].

Этот способ заключается в приложении нагрузки к калибровочному материалу, помещенному в некалиброванную камеру высокого давления, воздействию на него постоянным электрическим полем, измерении значений электрических параметров при начальных величинах нагрузки, поэтапном прикладывании к материалу постепенно возрастающей нагрузки и измерении на каждом этапе электрических параметров, построении по снятым значениям зависимости электрических параметров от прикладываемой нагрузки, сопоставлении нагрузке, при которой наблюдают ярко выраженные особенности поведения электрических свойств материала, соответствующие, например, фазовому переходу полупроводник - металл, сопровождающемуся существенными изменениями в значениях электрических параметров, величины давления, которое вызывает такие особенности и которое известно заранее.

Преимуществом данного способа является возможность использовать тот факт, что электросопротивление материалов резко изменяет величину при барических фазовых переходах, происходящих при известных величинах давлений.

Недостатками данного способа являются необходимость использования нескольких различных эталонных материалов для определения нескольких реперных точек и невозможность точного определения интервала давлений на основе данных, полученных с использованием свойств одного материала [Тонков Е.Ю. Фазовые превращения соединений при высоком давлении. Справочник в 2-х книгах под редакцией д. ф. м. н. Е.Г. Понятовского. - М.: Металлургия. - 1988. -464 с, (Т. 1), 358 с. (Т.2)]

Задача изобретения состоит в обеспечении возможности определения статических давлений, в том числе и высоких, в измерительных приборах при проведении исследований конденсированных фаз непосредственно в процессе деформации, используя в качестве эталонного материала один материал (соединение, элемент), барические зависимости электрических свойств которого в широком интервале частот электрического поля позволяют определить сразу несколько величин давлений из определенного интервала давлений и определить границы самого интервала давлений.

Поставленная задача достигается за счет того, что в способе определения статического давления P в некалиброванной камере высокого давления с использованием в качестве рабочего элемента датчика давления материала с существенными барическими зависимостями электрических параметров, включающем воздействие электрического поля на материал, измерение значений электрических параметров материала при начальных величинах нагрузки, поэтапное прикладывание к материалу постепенно возрастающей нагрузки и измерение на каждом этапе электрических параметров, построение по снятым значениям зависимости электрических параметров от прикладываемой нагрузки, сопоставление нагрузке, при которой наблюдают ярко выраженные особенности поведения электрических свойств материала, величины давления, которое вызывает такие особенности и известное заранее, на материал воздействуют переменным электрическим полем, в качестве электрических параметров материала используют вещественную (ReZ) и мнимую части (ImZ) полного комплексного сопротивления, а также электропроводность и тангенс угла потерь ($tg\delta$), принимающий внутри исследуемого интервала давлений единичное значение, с экспоненциальными барическими зависимостями, при постепенном увеличении прикладываемой нагрузки

определяют нагрузку F_{\max} , при которой производная вещественной части импеданса по давлению обращается в ноль и одновременно производная мнимой части импеданса по давлению принимает максимальное значение, и сопоставляют нагрузке F_{\max} величину давления P_{\max} , известную для материала заранее, при которой производная вещественной части импеданса по давлению обращается в ноль и одновременно производная мнимой части импеданса по давлению принимает максимальное значение.

Изобретение поясняется следующими чертежами:

фиг. 1 - структурная схема для калибровки устройства,

фиг. 2 - общий вид графиков функций $\text{Re}Z(P)$ (вещественной части импеданса) и $-\text{Im}Z(P)$ (мнимой части импеданса) для ячейки с материалом, используемым в качестве рабочего тела датчика давления, при фиксированном значении частоты f электрического поля,

фиг. 3 - общий вид графиков функций $\text{Re}Z(P)$ (эксперимент - черные точки, аппроксимация - сплошные линии) и $-\text{Im}Z(P)$ (эксперимент - светлые точки, аппроксимация - пунктирные линии) для ячейки с материалом, используемым в качестве рабочего тела датчика давления, при разных фиксированных значениях частоты электрического поля - $f_1(1)$, $f_2(2)$, $f_3(3)$, где $f_1 < f_2 < f_3$,

фиг. 4 - общий вид зависимости давления P_{\max} (см. Фиг. 2), при котором достигается максимум $\text{Re}Z$, от частоты электрического поля f для ячейки с материалом, используемым в качестве рабочего тела датчика давления,

фиг. 5 - зависимости вещественной части комплексной проводимости ($\text{Re}Y$) и тангенса угла потерь ($\text{tg}\delta$) от давления для образца $\text{Cu}_{1-x}\text{Ag}_x\text{GeAsSe}_3$, $x=0.5$; частота электрического поля $f=44.444$ кГц,

фиг. 6 - зависимости действительной и мнимой частей импеданса ячейки с образцом $\text{Cu}_{1-x}\text{Ag}_x\text{GeAsSe}_3$, $x=0.5$ от давления (точки - эксперимент, сплошные линии - аппроксимации из оцененных $\text{Re}Y$ и $\text{tg}\delta$), частота электрического поля $f=44.444$ кГц,

фиг. 7 - зависимость давления P_{\max} (см. Фиг. 2), при котором достигается максимум $\text{Re}Z$, от частоты электрического поля для ячейки с $\text{Cu}_{1-x}\text{Ag}_x\text{GeAsSe}_3$, $x=0.5$, используемым в качестве рабочего материала датчика давления.

Предлагаемый способ определения давления может быть реализован в камере высокого давления (фиг 1), включающей в себя верхнюю 1 и нижнюю 2 наковальни, с помощью устройства, состоящего из моста переменного тока 3 и датчика давления, включающего халькогенидный материал 4, первый 5 и второй 6 электроды, снабженного преобразователем 7, предоставляющим возможность сканирования величины сопротивления в окрестности определенного давления, аналитической аппроксимации зависимости $\text{Re}Z(P)$ и дифференцирования в точке с целью определения давления P_{\max} , при котором производная по давлению вещественной части импеданса обращается в ноль $\frac{d\text{Re}Z(P)}{dP} = 0$, тангенс угла потерь равен 1, а

производная по давлению мнимой части импеданса принимает максимальное значение, и в качестве рабочего элемента датчика давления используется материал 4 с экспоненциальными зависимостями тангенса угла потерь и электропроводности от давления. Совместно с датчиком, работа которого основана на изменении активного и реактивного сопротивлений, применена мостовая схема.

Материал, используемый в качестве рабочего элемента датчика давления, характеризуется тем, что с ростом давления, при фиксированной частоте электрического поля, экспоненциально растут тангенс угла потерь и вещественная часть проводимости, и на барической зависимости вещественной части импеданса наблюдается максимум, график $-\text{Im}Z(P)$ пересекается с графиком $\text{Re}Z(P)$ при $\text{tg}\delta=1$. Появление максимума на графике $\text{Re}Z(P)$ можно объяснить, составив систему, связывающую вещественные части импеданса ($\text{Re}Z$), адмиттанса ($\text{Re}Y$), мнимую часть импеданса ($\text{Im}Z$), тангенс угла потерь ($\text{tg}\delta$), и решив ее относительно $\text{Re}Z$ и $\text{Im}Z$, выразив их через $\text{Re}Y=q(P)$ и $\text{tg}\delta=f(P)$.

$$\begin{cases} \frac{\text{Re}Z(P)}{(\text{Re}Z(P))^2 + (\text{Im}Z(P))^2} = \text{Re}Y(P) \\ \frac{\text{Re}Z(P)}{\text{Im}Z(P)} = -\text{tg}\delta(P) \end{cases}$$

$$-\operatorname{Im} Z(P) = \frac{\operatorname{tg} \delta(P)}{\operatorname{Re} Y(P)(\operatorname{tg}^2 \delta(P) + 1)} \quad \text{и} \quad \operatorname{Re} Z(P) = \frac{\operatorname{tg}^2 \delta(P)}{\operatorname{Re} Y(P)(\operatorname{tg}^2 \delta(P) + 1)}$$

Графики функций, заданных аналитически такими выражениями, с учетом экспоненциальных функций

$$\operatorname{Re} Y(P) = y_0 + A e^{\frac{P}{P_0}} \quad \operatorname{tg} \delta(P) = t_0 + B e^{\frac{P}{P_0}}$$

вид, который представлен на Фиг. 2. Давление P_{\max} , при котором наблюдается максимум на кривой $\operatorname{Re} Z(P)$, зависит от частоты электрического поля (фиг. 3). При этом, изменяя частоту f электрического поля в определенных пределах рабочих частот, оцененных при аттестации материалов для датчиков, можно обеспечить величину давления из определенного интервала (фиг. 4).

Пример выполнения способа определения давления

В качестве примера выполнения способа определения давления рассмотрим аттестацию самого материала для датчика давления, а затем - определение давления в неоткалиброванном устройстве.

Материал, используемый в качестве рабочего элемента в датчике давления, аттестуется в откалиброванной камере высокого давления с известными барическими параметрами, соответствующими реперным точкам и пр. Устанавливаются соотношения между электрическими характеристиками материала и величинами давлений, которые воздействуют на материал. Материал датчика помещают в неоткалиброванное по давлению устройство, проводят его калибровку и используют проведенную калибровку в дальнейшем при испытаниях образцов.

Способ оценивания величины давления в некалиброванном устройстве

При испытаниях в откалиброванной камере высокого давления с наковальнями из алмазов типа «карбонадо» использовали порошкообразный образец аморфного материала $\text{Cu}_{1-x}\text{Ag}_x\text{GeAsSe}_3$, $x=0.5$. Для исключения электрического пробоя напряжение не превышало 20 мВ. Экспериментально полученные и аппроксимированные барические зависимости электропроводности, оцененной по вещественной части полной проводимости (адмиттанса), и тангенса угла потерь (фиг. 5) и вещественной и мнимой частей импеданса ячейки с материалом $\text{Cu}_{1-x}\text{Ag}_x\text{GeAsSe}_3$, $x=0.5$ (фиг. 6), представлены при частоте электрического поля 44444 Гц.

Для материала характерен экспоненциальный рост вещественной части адмиттанса и тангенса угла диэлектрических потерь при увеличении давления от 20 ГПа до 45 ГПа (фиг. 5). Экспоненциальные барические зависимости вещественной части адмиттанса $\operatorname{Re} Y$ (величина $\operatorname{Re} Y$ характеризует потери энергии) и тангенса угла потерь для материала $\text{Cu}_{1-x}\text{Ag}_x\text{GeAsSe}_3$, $x=0.5$, в случае частоты 44.444 кГц, аппроксимируются следующими функциями (P в ГПа):

$$\operatorname{Re} Y = q(P) = 1.48 \cdot 10^{-12} e^{\frac{P}{2.67}} + 2.63 \cdot 10^{-7}$$

$$\operatorname{tg} \delta = f(P) = 5.94 \cdot 10^{-7} e^{\frac{P}{2.74}} + 0.0855$$

Тогда экспериментально полученные зависимости $\operatorname{Re} Z$ и $-\operatorname{Im} Z$ аппроксимируются функциями:

$$-\operatorname{Im} Z(P) = \frac{\operatorname{tg} \delta(P)}{\operatorname{Re} Y(P)(\operatorname{tg}^2 \delta(P) + 1)} = \frac{5.94 \cdot 10^{-7} e^{\frac{P}{2.74}} + 0.0855}{(1.48 \cdot 10^{-12} e^{\frac{P}{2.67}} + 2.63 \cdot 10^{-7}) \left((5.94 \cdot 10^{-7} e^{\frac{P}{2.74}} + 0.0855)^2 + 1 \right)}$$

$$\text{и} \quad \operatorname{Re} Z = \frac{\operatorname{tg}^2 \delta(P)}{\operatorname{Re} Y(P)(\operatorname{tg}^2 \delta(P) + 1)} = \frac{(5.94 \cdot 10^{-7} e^{\frac{P}{2.74}} + 0.0855)^2}{(1.48 \cdot 10^{-12} e^{\frac{P}{2.67}} + 2.63 \cdot 10^{-7}) \left((5.94 \cdot 10^{-7} e^{\frac{P}{2.74}} + 0.0855)^2 + 1 \right)}$$

На барических зависимостях вещественных частей импеданса при фиксированных частотах электрического поля из интервала 6 кГц-200 кГц наблюдали максимумы, модули мнимых частей импеданса сначала медленно, а затем быстро убывали с ростом давления (аналогично наблюдаемым зависимостям при частоте 44.444 кГц, фиг. 6). Особенности барического поведения $\operatorname{Re} Z$ и $\operatorname{Im} Z$, как было показано, объясняются поведением вещественной части адмиттанса ($\operatorname{Re} Y$) и тангенса угла потерь.

Для точного определения давления, соответствующего максимуму $\operatorname{Re} Z$ и точке перегиба на кривой $-\operatorname{Im} Z(P)$, т.е. для определения значения давления P_{\max} , при котором производная по давлению от $\operatorname{Re} Z(P)$ обратится в 0, а производная по давлению от $-\operatorname{Im} Z(P)$ вблизи этой же точки будет резко возрастать до некоторого

максимального значения, используют программное обеспечение датчика давления. Для определения интервала давлений, внутри которого необходимо провести измерения или выполнить какие-либо действия, используют зависимость давления, при котором достигается максимум ReZ , от частоты электрического поля $P_{max}(f)$ (фиг. 7). В данном примере давление P_{max} , при котором производная по давлению от $ReZ(P)$ обратится в 0, будет меняться от 34 ГПа до 45 ГПа при изменении частоты электрического поля от 6667 Гц до 200 кГц. Рассматриваемый в примере материал позволит определить область давлений 34-45 ГПа и отдельные значения давлений из этой области.

Для определения давления из интервала от 34 ГПа до 45 ГПа или интервала давлений (34-45) ГПа в неоткалиброванное устройство или камеру высокого давления (ячейку) устанавливают калибровочный образец $Cu_{1-x}Ag_xGeAsSe_3$, $x=0.5$. С помощью моста переменного тока или импедансометра и программного обеспечения получают экспериментальные и рассчитанные барические зависимости вещественной и мнимой частей импеданса ячейки с материалом $Cu_{1-x}Ag_xGeAsSe_3$, $x=0.5$, при фиксированной частоте электрического поля, например 44444 Гц, принадлежащей интервалу рабочих частот 6667 Гц - 200 кГц. При постепенном нагружении ячейки фиксируют на шкале прибора показания числового параметра, характеризующего нагрузку, например число оборотов, или число рисок, или число меток на шкале усилий и т.д. Показание шкалы прибора, при котором достигается максимум на кривой $ReZ(P)$, соответствует давлению, равному $P_{max}(44444)=39$ ГПа (см. фиг. 6). Зафиксировав другую частоту f электрического поля из рабочего интервала частот, находят соответствующее значение $P_{max}(f)$. Задавая границы f_1 и f_2 области частот $[f_1, f_2]$, принадлежащей рабочему интервалу частот, и определяя давления $P_{max}(f_1)$ и $P_{max}(f_2)$, можно откалибровать ячейку для определения интервалов давления. Например, при показаниях шкалы прибора, изменяющихся от n_1 (соответствующего давлению $P_{max}(f_1)$), до n_2 (соответствующего давлению $P_{max}(f_2)$), давление меняется от $P_{max}(f_1)$ до $P_{max}(f_2)$. Таким образом, при любом показании шкалы прибора из интервала (n_1, n_2) значение давления будет лежать в интервале ($P_{max}(f_1), P_{max}(f_2)$). Таким образом, предложенный способ обеспечивает возможность определения интервала давлений за счет линейной зависимости давления P_{max} от частоты переменного электрического поля.

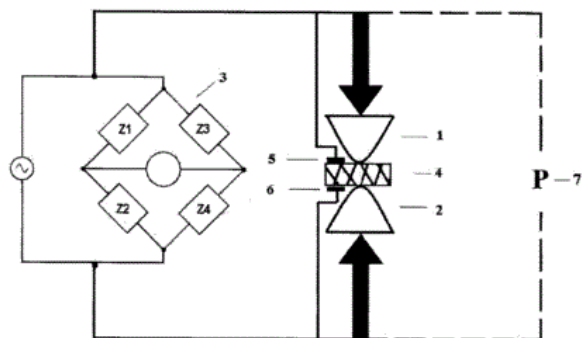
Преимуществом предлагаемого способа является то, что он основан на использовании особенностей электрических свойств в широком интервале частот электрического поля материалов, обладающих высокой чувствительностью к воздействию градиенту давления. Предложенный способ обеспечивает возможность определения границ интервала давлений и величин давления из данного интервала, основываясь на свойствах одного калибровочного материала.

Формула изобретения

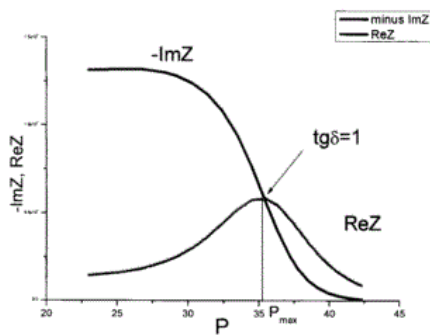
Способ определения статического давления в некалиброванной камере высокого давления с использованием в качестве рабочего элемента датчика давления материала с существенными барическими зависимостями электрических параметров, включающий воздействие электрического поля на материал, измерение значений электрических параметров материала при начальных величинах нагрузки, поэтапное прикладывание к материалу постепенно возрастающей нагрузки и измерение на каждом этапе электрических параметров, построение по снятым значениям зависимости электрических параметров от прикладываемой нагрузки, сопоставление нагрузке, при которой наблюдают ярко выраженные особенности поведения электрических свойств материала, величины давления, которое вызывает такие особенности и известное заранее, отличающийся тем, что на материал воздействуют переменным электрическим полем, в качестве электрических параметров материала используют вещественную и мнимую части полного комплексного сопротивления, а также электропроводность и тангенс угла потерь, принимающий внутри исследуемого интервала давлений единичное значение, с экспоненциальными барическими зависимостями, при постепенном увеличении прикладываемой нагрузки определяют нагрузку F_{max} , при которой производная вещественной части импеданса по давлению обращается в ноль и одновременно производная мнимой части импеданса по давлению принимает максимальное значение, и сопоставляют нагрузке F_{max} величину давления P_{max} , известную для материала заранее, при которой производная

вещественной части импеданса по давлению обращается в ноль и одновременно производная мнимой части импеданса по давлению принимает максимальное значение.

Способ определения статического давления в некалиброванной камере высокого давления



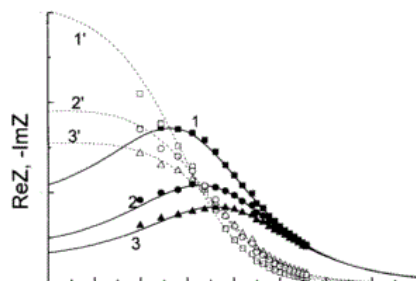
Фиг.1



Фиг.2

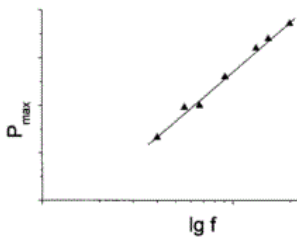
1

Способ определения статического давления в некалиброванной камере высокого давления

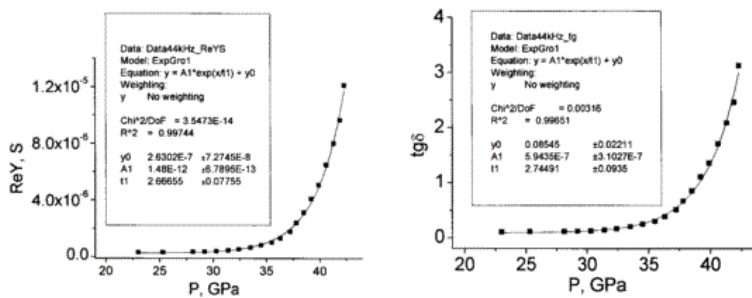


P

Фиг.3

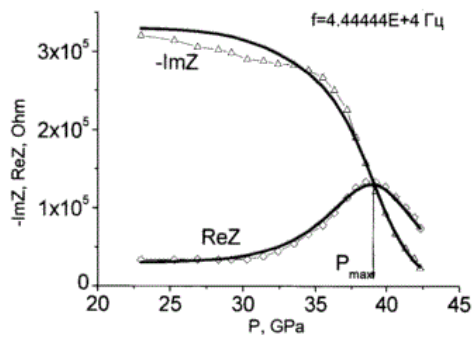


Фиг.4

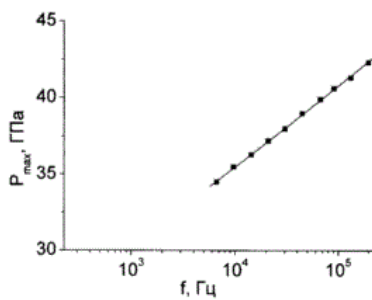


Фиг.5

Способ определения статического давления в некалиброванной камере высокого давления



Фиг.6



Фиг.7