

INSTITUTUL POLITEHNIC "TRAIAN VUIA" TIMIȘOARA
FACULTATEA DE TEHNOLOGIE CHIMICĂ

ING. LUDMILA IOVI

STUDII PRIVIND REACTOARELE DE PRESIUNE ÎNALȚĂ
CU FISTOANE CILINDRICE

CONDUCĂTOR ȘTIINȚIFIC

PROF. DR. ING. Z. GROȘSIANU

BIBLIOTECA CENTRALĂ
UNIVERSITATEA "POLITEHNICA"
TIMIȘOARA

T I M I Ș O A R A

1979

INSTITUTUL POLITEHNIC TIMIȘOARA
BIBLIOTECA CENTRALĂ
NUMER DE INV. 364.200
DATA 286
CLASĂ C

I N T R O D U C Ț I E

Cercetările inițiate de P. V. Bridgman în domeniul presiunilor înalte, au cunoscut o dezvoltare deosebită în ultimele decenii. Realizarea presiunilor înalte prezintă importanța mare, atât pentru cercetarea teoretică fundamentală, legată de rezolvarea unor probleme fundamentale ale fizicii, chimiei, geofizicii și geochemiei, cât și pentru cercetarea aplicativă. Presiuni de ordinul a 100 kbar au devenit obișnuite în unele procese industriale.

Obținerea unor noi materiale, perfecționarea aparaturii și a tehnicii de lucru, a permis în ultimul timp să se facă studii până la presiuni de 4500 kbar și pentru un domeniu larg de temperatură, de la 0,05°K până la 5000°K.

Tehnica presiunilor înalte permite să se studieze unele proprietăți fizice ale materialelor, care depind de presiune (viscozitatea, conductivitatea termică și electrică, compresibilitatea, ecuațiile de stare, transformări de fază), proprietăți magnetice, optice, precum și condiții de sinteză pentru diferite materiale (diamant sintetic, azotura de bor, diverși silicați, sinterizarea în metalurgia pulberilor, etc).

Prin presiuni înalte se înțeleg presiunile mai mari de 1000 ata (1 kbar) sau presiuni care necesită utilizarea unei aparaturi speciale. Domeniul presiunilor mai mari de 25 kbar, presupune construirea unei aparaturi specifice, care să permită efectuarea diferitelor studii într-un domeniu larg de temperatură. Aceste studii implică metode precise de măsurare a presiunii și temperaturii.

În cadrul facultății de Tehnologie Chimică a Institutului Politehnic "Traian Vuia" Timișoara, sub conducerea Prof. dr. ing. Z.

Gropșian, a luat ființă în 1955 laboratorul de presiuni înalte. În cadrul acestui laborator s-au efectuat cercetări privind construcția și funcționarea aparaturii de presiune înaltă, stabilirea unor metode pentru măsurarea temperaturii și presiunii, în vederea dezvoltării unor studii în acest domeniu.

În lucrarea de față se prezintă studii de laborator privind construcția și funcționarea unor reactoare de presiune înaltă cu pistoane cilindrice, utilizând materiale de construcție de proveniență indigenă, comportarea pistoanelor cilindrice consolidate în reactoarele de presiune înaltă, metode de măsurare a presiunii și temperaturii, precum și modelarea electrică a procesului de transfer de căldură, respectiv a câmpului de temperatură în reactoarele de presiune înaltă.

C A P I T O L U L I

REACTOARE DE PRESIUNE ÎNALTA

Cercetările experimentale la presiuni hidrostatice înalte și temperaturi ridicate au fost posibile în urma construirii aparaturii specifice pentru acest domeniu.

Instalația de presiune înaltă constă din presa hidraulică care asigură forța necesară creșterii presiunii și din reactorul de presiune în care se introduce proba de cercetat.

Reactoarele de presiune înaltă sînt dispozitive care permit închiderea unor volume relativ mici, în care cu ajutorul pistoanelor se realizează o comprimare a probei din interior, dezvoltîndu-se presiuni cu atît mai mari, cu cît secțiunea spațiului de comprimare este mai mică, iar forța de apăsare este mai mare. Reactorul trebuie să asigure pe lîngă rezistența mecanică și etanșarea volumului de comprimare, izolarea electrică și termică necesară în vederea încălzirii și asigurarea condițiilor de măsurare a presiunii și temperaturii. Pentru etanșarea reactoarelor de presiune înaltă, respectiv pentru izolarea lor electrică sau termică, se utilizează garnituri, iar pentru transmiterea presiunii asupra probei de cercetat se folosesc medii de transmitere a presiunii.

În țara noastră se fac cercetări în domeniul presiunilor înalte la Universitatea din Iași sub conducerea Prof.dr.doc. G. Borohan. În acest laborator au fost elaborate cercetări privind influența presiunii hidrostatice asupra proceselor de magnetizare în condițiile apariției efectului Jrocoyiu. În acest sens s-a proiectat și construit o instalație pentru presiuni înalte (3 kbar), care permite realizarea unor asemenea măsuratori magnetometrice [2].

1. Tipuri de reactoare

Din punct de vedere constructiv și funcțional reactoarele de

presiune înaltă se pot clasifica în reactoare de tip piston-cilindru, reactoare de tip "nicovală", reactoare de tip "centură", reactoare tetraedrice, reactoare hexaedrice și reactoare sferice.

a. Reactoare de tip piston-cilindru

Datorită faptului că pistoanele cilindrice drepte din oțel rezistă la o presiune maximă de aproximativ 25 kbar, iar cele din carburi metalice pînă la 60-70 kbar, pentru a realiza presiuni superioare este necesar ca atît pistoanele cilindrice cît și reactoarele să fie susținute. În literatură [2] se prezintă diferite moduri de realizare a susținerii pistoanelor și reactoarelor.

Din punct de vedere al modului de construcție și de susținere al pistoanelor cilindrice reactoarele se pot clasifica în reactoare cu piston într-o treaptă, reactoare cu piston în două trepte și reactoare cu piston în trei trepte.

-Reactoare cu piston cilindric într-o treaptă

În figura 1 se prezintă reactorul utilizat de Kennedy pentru cercetări la presiuni înalte [109, 165, 166]. Reactorul cilindric construit din carbură de wolfram este fretat succesiv în inele de

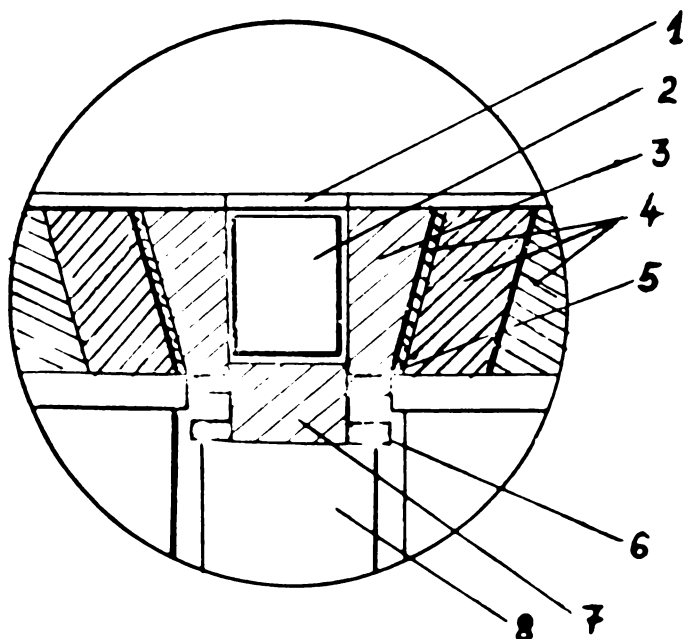


Figura 1. Reactor cu piston cilindric într-o treaptă [165].

1-placă de închidere; 2-probă;
3-reactor din carbură de wolfram;
4-inele (oțel) de susținere a reactorului;
5, 6-inele de susținere a pistonului;
7-piston cilindric din carbură;
8-pistonul mobil al presei hidraulice.

susținere din oțel înalt aliat. Pistonul cilindric de presiune înaltă, construit din carbură de wolfram, este susținut la cele două capete de inele de strângere, care măresc rezistența pistonului. Spațiul dintre pistonul cilindric și reactor este foarte mic și pentru a evita frecarea se folosește un lubrefiant (sulfură de molibden). Presiunea de lucru realizată cu asemenea reactoare este 50-70 kbar și se poate lucra la temperaturi pînă la 1400°C [165]. Acest tip de reactor s-a utilizat la sinteza diamantului [165], pentru studii asupra tranzițiilor de fază a unor metale [166] etc.

Un alt reactor cu piston cilindric într-o treaptă este redat în figura 2 [167]. Reactorul de presiune înaltă și pistonul cilindric

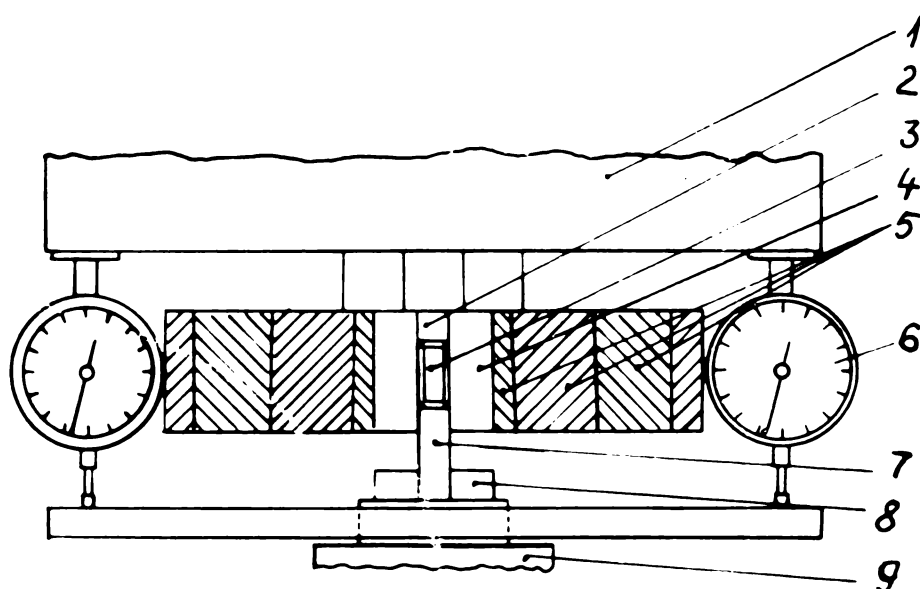


Figura 2. Reactor cu piston cilindric într-o treaptă

1-piston superior al presei hidraulice; 2-piston de închidere; 3-probă; 4-reactor; 5-inele (oțel) de susținere a reactorului; 6-instrumente pentru măsurarea înaintării pistonului; 7-piston de înaltă presiune; 8-inel de susținere a pistonului; 9-pistonul mobil al presei hidraulice

($d=12,7$ mm) sînt construite din carbură de wolfram. Reactorul este fretat în inele de susținere din oțel. Pistonul cilindric este susținut la un capăt de un inel de strângere, iar înaintarea lui în reactor s-a măsurat cu un instrument sensibil. Aceste reactoare red

lizează presiuni de lucru pînă la 30 kbar și se folosesc pentru măsurarea compresibilității materialelor folosite la cercetări la presiuni înalte.

-Reactoare cu piston cilindric în două trepte

În figura 3 se prezintă reactorul de tip piston-cilindru în două trepte cu susținere laterală cu ajutorul unui material cvasihidrostatic (NaCl, KCl, CsCl) [2,3,25]. În acest reactor s-au realizat

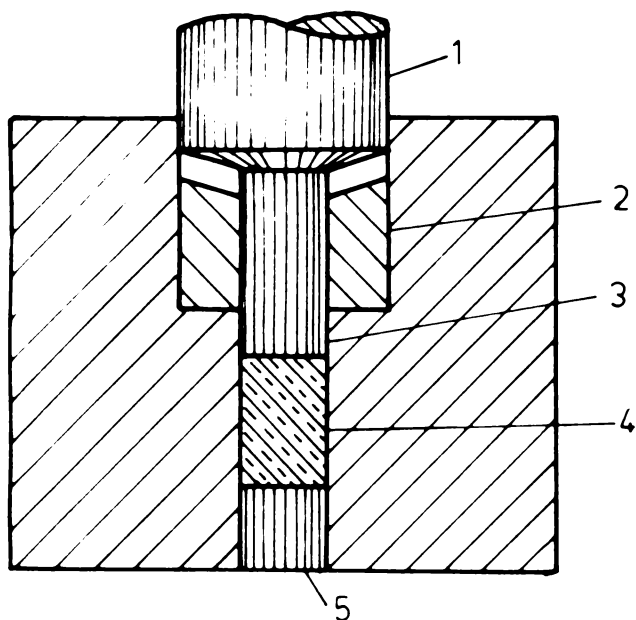


Figura 3. Reactor cu piston cilindric în două trepte [26].

1-piston de joasă presiune; 2-material cvasihidrostatic; 3-piston de presiune înaltă; 4-probă; 5-piston de închidere.

presiuni pînă la 50 kbar și temperaturi pînă la 1000°C, fiind folosiți pentru studii asupra transformărilor de fază ale fierului și aliajelor lui [25].

lor lui [25].

Presiuni pînă la 100 kbar și temperaturi pînă la 1700°C s-au realizat în reactoare de tip Boyd (figura 4) [27].

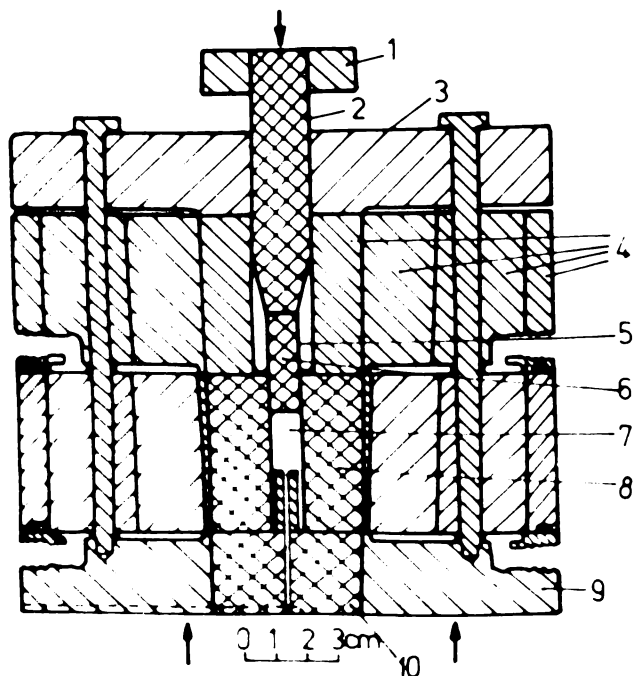


Figura 4. Reactor cu piston cilindric în două trepte [27].

1-inel de susținere; 2-piston de înaintare din carbură; 3-placă de susținere din oțel; 4-inele de susținere; 5-mediul hidrostatic; 6-piston de presiune înaltă (aliaj dur); 7-probă; 8-reactor din carbură; 9-placă de susținere; 10-piston de închidere din carbură.

Asupra pistonului de înaintare acționează o presă de 100 t, iar asupra plăcii de susținere o presă de 800 t. Pentru susținerea pistonului de presiune înaltă, s-a utilizat ca mediu hidrostatic KBr [27], pirofilit și bismut [28].

În literatură [29-32] se prezintă și alte variante de reactoare piston-cilindru în două trepte. Un reactor de acest tip cu volum de lucru $0,1 \text{ cm}^3$ permite realizarea unor presiuni 20-30 kbar la 2300°C și 100-150 kbar la 1500°C [33]. Un alt tip de reactor cu volum de lucru $1,5 \text{ cm}^3$, permite realizarea unor presiuni până la 40 kbar și temperaturi de 1,4-500°K [34].

Cu aceste tipuri de reactoare s-au studiat transformări de fază pentru diferite materiale [27,35].

În figura 5 se prezintă un reactor cu două pistoane cilindrice în două trepte [36].

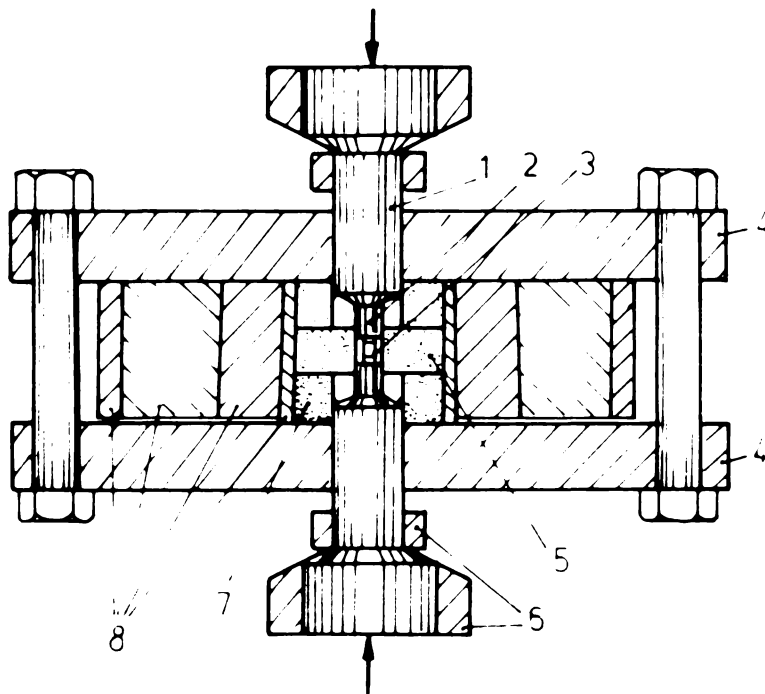


Figura 5. Reactor cu două pistoane cilindrice

1-piston de joasă presiune; 2-piston de presiune înaltă; 3-probă; 4-plăci de susținere; 5-reactor; 6-inele de susținere; 7-cilindru de ghidaj; 8-inele de susținere.

Acest reactor a permis realizarea presiunilor de ordinul 60 kbar și a fost utilizat în studiile efectuate asupra mediilor de transmitere a presiunii (pirofilite, talc, Bi, și clorura de argint).

-Reactoare cu piston cilindric în trei trepte

În figura 6 se prezintă reactorul realizat de Vaidya și Kennedy [2]. Pistonul cilindric construit din carbură de wolfram cu

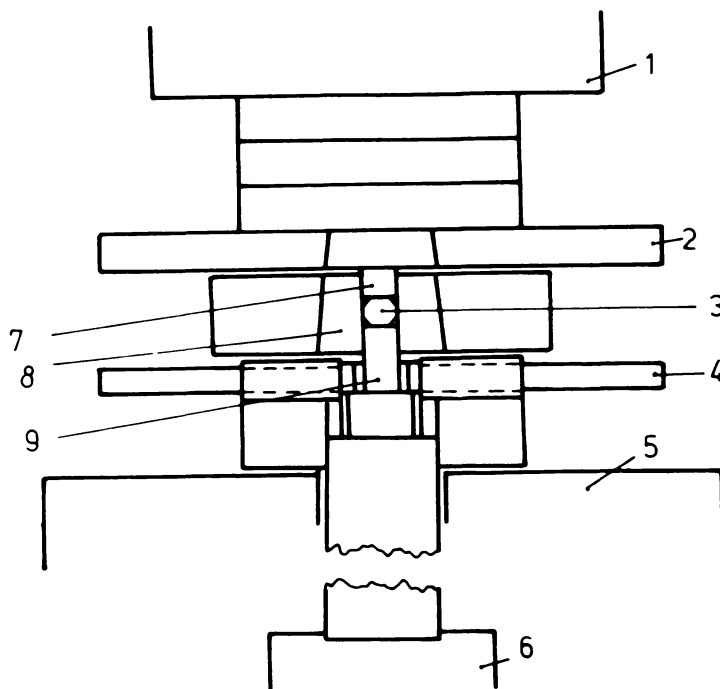


Figura 6. Reactor cu piston cilindric în trei trepte

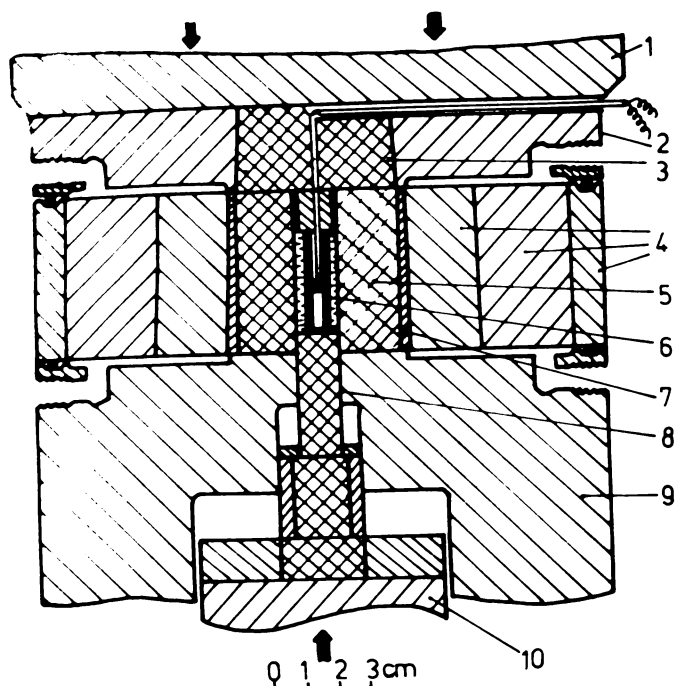
1,5-plăci de susținere a ansamblului; 2,4-inele de susținere; 3-probă; 6-pistonul preseii; 7-piston de închidere; 8-reactor din carbură; 9-piston de înaltă presiune din carbură.

3. Co are diametrul 12,7 mm și lungimea 38,1 mm. Reactorul cilindric din carbură de wolfram cu 6% Co este susținut de un cilindru de oțel ($H_{RC} 52$). Acesta permite să se realizeze presiuni până la 50 kbar [37,38]. Reactorul se utilizează pentru măsurarea compresibilității unor materiale [38,39].

Un alt reactor cu piston cilindric în trei trepte, prezentat de Boyd [27], utilizat pentru studii până la 50 kbar și temperaturi de $1750^{\circ}C$, este prezentat în figura 7. Reactorul din carbură metalică este susținut de inele din oțel (inelul exterior din oțel moale, următorul din oțel cu duritate $42H_{RC}$, al treilea inel din oțel cu duritate $55H_{RC}$ și garnitura din oțel cu duritatea $60H_{RC}$). Fiecare treaptă a pistonului cilindric este consolidată.

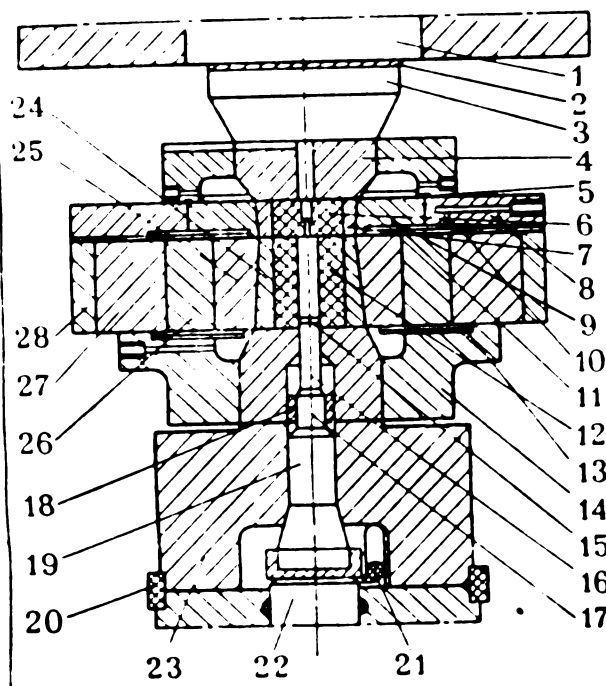
Reactorul de presiune înaltă construit de Godovicov [40] (figura 8) funcționează la presiuni de 40 kbar și temperaturi până la

Figura 7. Reactor cu piston cilindric în trei trepte.



1-pistonul preseii de 800 t; 2-inel de susținere (oțel); 3-piston de închidere; 4-inele de susținere; 5-reactor din carbură; 6-probă; 7-cilindru din oțel; 8-piston de presiune înaltă din carbură; 9-inel masiv de susținere (oțel); 10-pistonul preseii de 100 t.

Figura 8. Reactor cu piston cilindric în trei trepte



1-pistonul superior al preseii hidraulice; 2-conductor electric; 3-disc; 4-bloc intermediar; 5, 10, 13-garnituri cauciuc; 6-disc din oțel dur; 7, 8, 9-inele; 11-garnitura izolație; 12-reactor; 14-suport; 15, 25-cilindri de ghidaj; 16-pistonul de presiune înaltă; 17-treapta a doua a pistonului; 18-garnitură; 19-prima treaptă a pistonului; 20-inel; 21-conductor electric; 22-pistonul inferior al preseii; 24-inel intermediar; 25-inel segmentat; 26-28-inele de susținere.

1700°C. Reactorul cilindric din oțel dur este consolidat cu mai multe inele de susținere din oțel, și de asemenea fiind un inel segmentat. Reactorul răcindu-se cu apă, inelul segmentat permite o marire a intensității de răcire a reactorului și îmbunătățește condițiile lui de funcționare. Diametrul interior al reactorului este de 12 mm iar înălțimea de 45 mm. Pistonul cilindric în trei trepte este din oțel special, ultima treaptă de presiune înaltă este din oțel înalt aliat tratat termic (H₂C 58-62). Reactorul s-a utilizat pentru studii la

temperaturi și presiuni înalte.

Utilizarea diamantului sintetic pentru construcția ultimei trepte a pistonului permite să se realizeze presiuni mai mari de 220 kbar [41].

Reactoarele de tip piston cilindru se utilizează pentru studii de transformări de fază [27, 168-170], de difracție a neutronilor [42, 178], pentru sinteza diamantului (volum 10 cm^3 , presiune de lucru 80-100 kbar, temperatura 1400°C [43]), studii de compresibilitate

44, conductivitatea dielectricilor solizi (presiuni până la 35 kbar și temperaturi până la 1500°C [3, 75]), pentru măsurarea conductivității electrice (la presiuni până la 300 kbar și temperaturi $0,1-200^\circ\text{C}$ [76]), studii optice [87], analiză termică diferențială [172] etc.

b. Reactoare de tip "nicovală" [1-6]

Unul din aceste reactoare utilizat de Bridgman este prezentat în figura 9. Cu astfel de reactor Bridgman a realizat presiuni de ordinul a 400 kbar. În literatura de specialitate [2, 3, 173-175] se prezintă mai multe variante ale acestui reactor. Cel mai des utili-

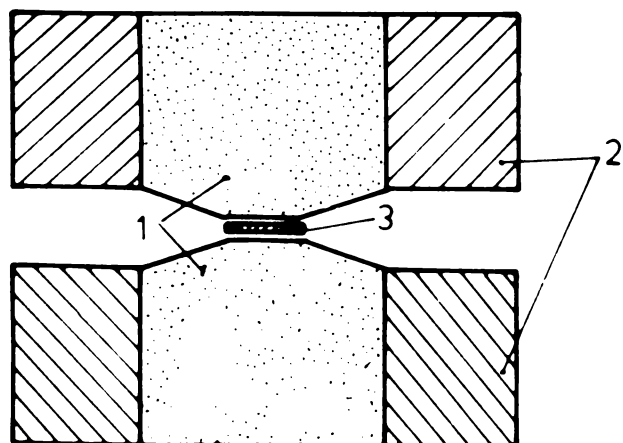


Figura 9. reactor Bridgman [1]

1-pistoane din carbură metalică;
2-inel de susținere; 3-proba în formă de disc.

sată este varianta Drickamer, reactor prevăzut cu susținere laterală a probei și pistonului, care permite realizarea unor presiuni până la 500 kbar [2, 10-13]. Cele mai recente reactoare de tip nicovală utilizează pistoane din diamant pentru studii speciale [2, 63-70, 89-91, 176-181].

Principiul de funcționare al acestui sistem constă în raportul mic

între grosimea și diametrul probei(1:50) și dificultăți la încălzirea probei[1,2].

Reactoarele de tip "nicovală" se utilizează pentru studii la temperaturi joase [7-9], obișnuite și nuzii în unele cazuri la temperaturi de pînă la 600°C [1]. Aceste reactoare modificate corespunzător se utilizează pentru cercetări roentgenografice[2,3,6,45,58-70,179,180], cercetări spectrale în infraroșu[71-74,181], studiul proprietăților optice[2,3,13,77-86,88-91], al proprietăților electrice și magnetice[2], al efectului Mossbauer[2,92,94], al spectrelor de rezonanță electronică[95,96], pentru obținerea hidrogenului metallic (1000-3000 kbar și $4,2^{\circ}\text{K}$)[7].

c. Reactoare de tip "centură"

În literatura de specialitate se prezintă două tipuri din aceste reactoare : tip "belt" și tip "girdle"

-reactoare tip "belt"

Reactoarele de acest tip constau din două pistoane conice cu profil specific, susținute de inele de strîngere și reactorul cu inele multiple de susținere (figurile 10a și 10b), etanșarea probei realizîndu-se cu ajutorul garniturilor.

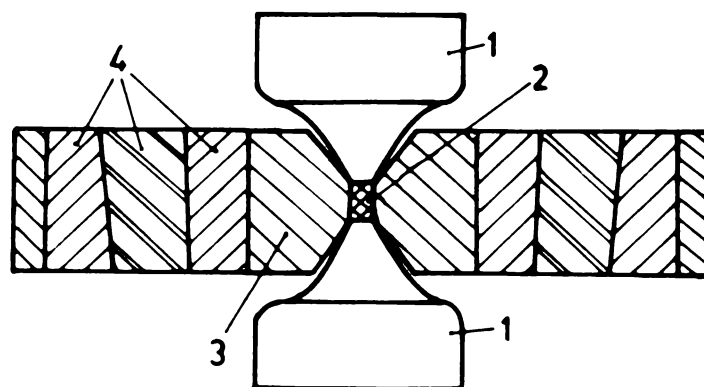


Figura 10 a. Reactor de tip "belt"-Vereschiaghin [15]

1-piston; 2-proba; 3-reactor; 4-inele de susținere.

În aceste tipuri de reactoare s-au obținut presiuni peste 100 kbar[1] și temperaturi ridicate (2000°C [15]). Ele se utilizează pentru studiul sintezei diamantului[1] și azotului de bor[16,17],

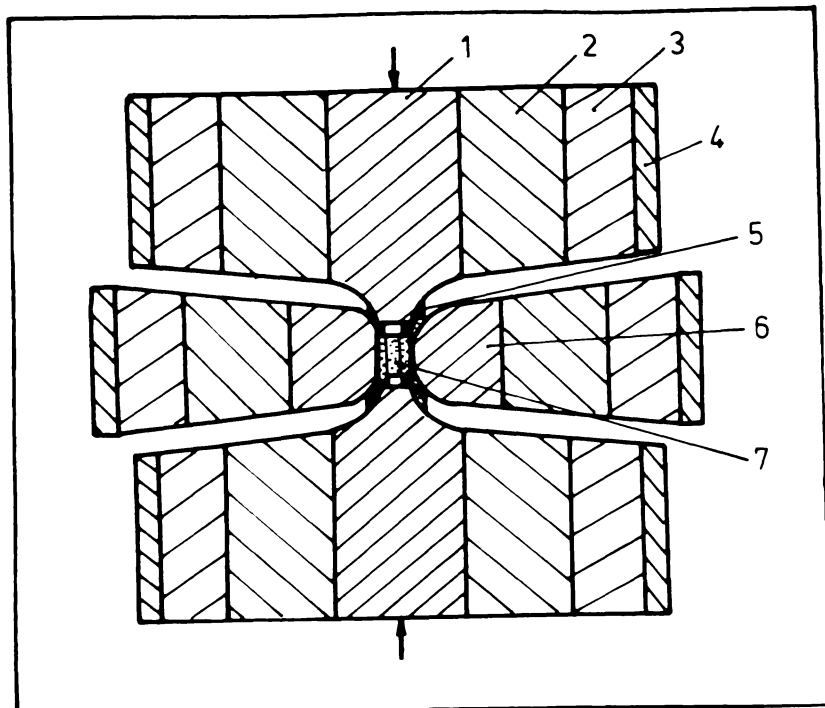


Figura 10 b. Reactor tip "belt"-Hall [14]

1-piston din oțel dur; 2, 3, 4-inele de strângere a pistoanelor (oțel); 5-garnituri; 6-reactor din oțel dur; 7-probă.

pentru studii de compresibilitate și transformări de fază la 2-400°K [18], pentru determinarea caldurii specifice a solidelor [19, 18]. S-au construit mai multe variante ale reactorului de tip "belt", care sînt prezentate în literatură [2-4, 18, 20].

-reactoare de tip "girdle"

Aceste reactoare reprezintă o variantă constructivă a tipului "belt" (figurile 11a și 11b).

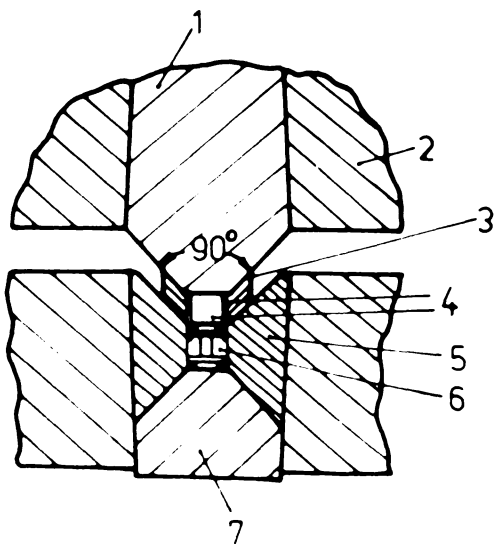


Figura 11 a. Reactor Strong [1, 3]

1-piston conic din carbura metalică; 2-inele de susținere din oțel; 3-garnitura; 4-piston cilindric din carbura; 5-reactor din carbura metalică; 6-probă; 7-piston conic inferior din carbura metalică.

Reactoarele de tip Strong sînt constituite din două pistoane conice, din care numai unul înaintează, iar celălalt realizează închiderea reactorului cilindric de presiune. Ie tonul conic de

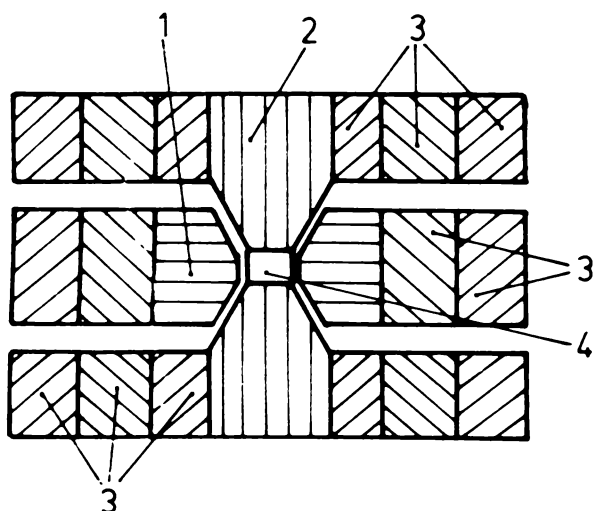


Figura 11b. Reactor Wilson [2, 21]

1-reactor; 2-pistoane din carbură metalică; 3-inele de susținere din oțel; 4-probă.

Înaintare superior acționează asupra unui piston cilindric, al cărui raport L/D este subunitar, care înaintează în camera.

Reactorul Wilson are două pistoane conice de înaintare. Reactorul de presiune are o parte cilindrică ($1/3$ din înălțimea totală) care se termină cu trunchiuri de con de aceeași conicitate cu ale pistoanelor.

La ambele tipuri de reactoare stanșarea se realizează cu garnituri conice.

În aceste reactoare s-a obținut presiuni de 100 kbar și temperaturi până la 3000°C [2]. În literatura de prezintă și alte variante ale reactorului de tip "girdle" [4, 22-24].

Aceste reactoare se utilizează pentru determinarea unor transformări de fază [183], pentru sinteze de materiale dure (diamant, asotura de bor) [2, 3].

d. Reactoare tetraedrice (figura 12a) [1-4, 45-50]

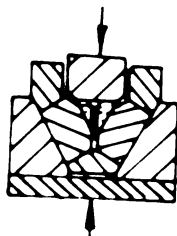


Figura 12a. Reactor tetraedric

Aceste reactoare sînt formate din patru pistoane din carbură metalică. La capătul fiecărui piston se află o suprafață triunghiulară. La apropierea celor patru suprafețe se formează o cavitate tetraedrică, care constituie reactorul de presiune înaltă.

Aceste reactoare realizează presiuni până la 100 kbar și temperaturi până la 2000°C . Ele se utilizează pentru studii roentgenografice, pentru sinteze etc. [2].

e. Reactoare hexaedrice (figura 12b) [1-4, 51-57]

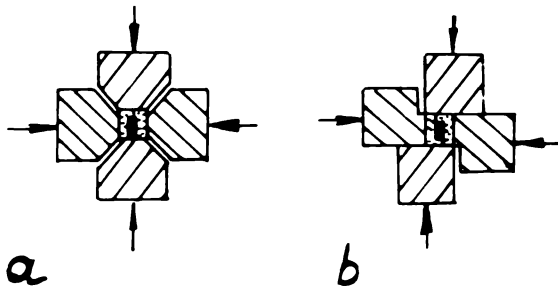


Figura 12b. Reactoare hexaedrice

a-pistoane piramidale;

b-pistoane cubice.

Volumul de reacție în formă cubică este delimitat de șase pistoane. Fiecare piston are capătul în formă de trunchi de piramidă patrată (figura 12b-a) sau de formă cubică (figura 12b-b). Între marginile pistonului și suportului probei există un spațiu mic, liber care asigură avansarea pistoanelor.

Aceste reactoare permit să se realizeze presiuni pînă la 120 kbar, la un volum de lucru de pînă la 400 cm^3 și temperaturi de 4000°. Se pot folosi pentru studii de tranziții de fază [57], optice [2] etc

f. Reactoare sferice

În literatură se prezintă cîteva tipuri de reactoare sferice [3, 97, 98, 184, 185]. Un astfel de reactor sferic este format din două piese, una superioară și una inferioară, care realizează o presiune de pînă la 1000 kbar și funcționează la temperaturi de cîteva mii de grade. Pentru realizarea presiunii se utilizează o presă de 1500 [97]. În alte reactoare s-au realizat presiuni pînă la 4500 kbar [98]

2. Stanșarea reactoarelor de presiune înaltă

Stanșarea reactoarelor de presiune înaltă se realizează cu ajutorul garniturilor din diferite materiale.

Garniturile trebuie să îndeplinească o serie de condiții. Ele trebuie să cedese sub acțiunea părților reactorului în mișcare,

fie prin simpla comprimare sau curgere, fie prin comprimare și curgere. Gradul de cedare al garniturii trebuie să fie relativ mare, pentru ca părțile în mișcare ale reactorului să se poată apropia la o distanță suficientă pentru a comprima proba. Ele trebuie să susțină proba supusa comprimării, evitând astfel extruderea. Garniturile trebuie de asemenea să susțină diferitele părți ale reactorului, fără însă a absorbi o parte prea mare din forța aplicată.

Materialele pentru garnituri trebuie să fie comprimabile, respectiv să aibă un coeficient de frecare scăzut, pentru ca să cedeze ușor, în timp ce pentru susținere este necesar să fie puțin comprimabile, respectiv să aibă un coeficient de frecare cât mai ridicat. Materialele care să corespundă acestor condiții contradictorii trebuie să aibă valori intermediare ale compresibilității și frecării interne.

Pentru realizarea garniturilor de etanșare s-au studiat o serie de materiale [99, 100]: bor, carbon, pirofilit [58, 75, 101], oxid feric, amestec de oxid feric și magnetita [102], talc, hidrura de litiu, sulf, azotură de bor [103], politetrafluoretilena, oțel [20] etc. Rezultatele cele mai bune le dau pirofilitul și talcul. Pirofilitul întruște cele mai bune calități. Pentru a realiza o deplasare relativă mai mare a pistoanelor se folosește etanșarea în mai multe straturi de materiale diferite [22, 104].

3. Medii de transmitere a presiunii

Mediile solide de transmitere a presiunii trebuie să îndeplinească anumite condiții [100]. Să transmită hidrostatic presiunea, să aibă o compresibilitate foarte mică, să aibă o conductivitate termică și electrică scăzută, să aibă punct de topire ridicat, să fie chimic inert, să fie termostabil. Aceste cerințe trebuie să îndeplinite atât la temperatura camerei, cât și la temperaturi înalte. În anumite cazuri trebuie îndeplinite cerințe suplimentare, de exemplu transpa-

rență pentru raze X. Nici unul din mediile de transmitere a presiunii cercetate, nu corespund tuturor cerințelor.

Uneori transmiterea efectivă a presiunii este îngreunată datorită suprafeței mari de frecare dintre părțile în mișcare ale reactorului și mediul de transmitere a presiunii. În unele reactoare această problemă s-a rezolvat prin așezarea unei pelicule de material cu coeficient de frecare mic între mediul de transmitere a presiunii și părțile reactorului.

Drept medii de transmitere a presiunii, în prezent, se utilizează clorura de argint [20, 21, 36, 105-107], pirofilit [1, 20, 34, 104-108], talc [27, 28, 109, 110], azotura de bor [35, 103, 106], clorură de sodiu [110], plumb [44], boronapoxi [62], teflon [34] etc. Pentru temperaturi înalte cele mai bune medii de transmitere a presiunii sînt azotura de bor și talcul [99].

4. Măsurarea presiunii

În reactoarele de presiune înaltă raportul forței la suprafață nu determină presiunea reală pe suprafața de lucru a pistonului sau în centrul probei aflate în reactor, datorită pierderilor de presiune ce apar prin frecarea părților în mișcare ale reactorului. Prin urmare este necesar să se etaloneze reactoarele de presiune ridicată în vederea determinării presiunii reale în funcție de forța aplicată pistonului.

Măsurarea exactă a presiunii se poate efectua prin mai multe metode [111].

Metoda măsurării directe a presiunii se realizează cu manometre cu piston liber (fără etansare), caruia i se imprimă o mișcare de rotație [112-114].

Metoda indirectă de măsurare a presiunii se bazează pe fenomene care apar sub influența presiunilor înalte și anume:

-deformarea volumului unor reactoare supuse la presiuni inte-

rioare sau exteriore, fără depășirea limitei de elasticitate, metoda aplicabilă pînă la 10 kbar, pentru cele mai bune oțeluri cunoscute [115];

-variația rezistenței electrice a unor elemente sau aliaje cu presiunea (manometrul cu manganină etc) [87,116,117];

-modificarea bruscă a volumului sau a rezistenței electrice la transformări de faza ale unor elemente la anumite presiuni.

Metoda de etalonare cea mai des utilizată în cercetările efectuate la presiuni înalte se bazează pe modificarea bruscă a volumului (figura 13) [1,2] sau a rezistenței electrice (figura 14) [1,2] a unor substanțe, odată cu creșterea presiunii și determinarea forței aplicate reactorului la care apar aceste transformări.

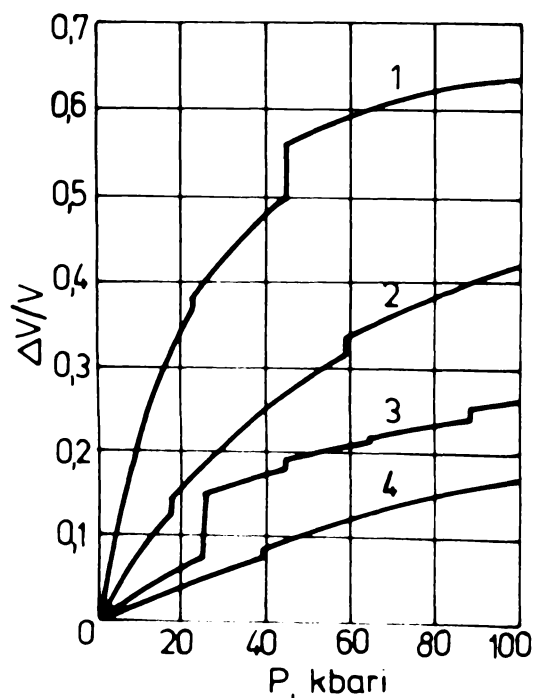


Figura 13. Dependența modificării relative a volumului unor metale (după Bridgman)
1-Cu; 2-Sn; 3-Bi; 4-Tl.

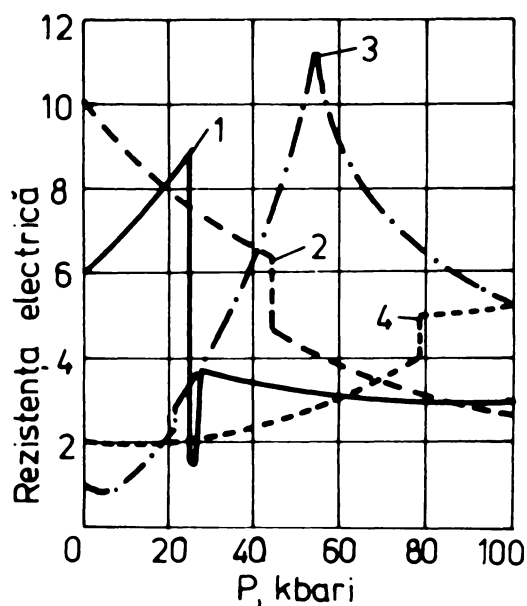


Figura 14. Dependența rezistenței electrice a unor metale de presiune (după Bridgman)
1-Bi; 2-Tl; 3-Cu; 4-Sn.

Concordanța acestor transformări, a volumului și a rezistenței electrice a metalelor prezentate, l-a determinat pe Bridgman să folosească pentru tunurile corespunzătoare transformărilor drept punct de

364 200

reper pentru etalonarea reactoarelor de presiune înaltă.

Datele obținute de Bridgman, privind punctele de reper, au fost corectate și completate de alți cercetători [1, 9, 20, 28, 30, 57, 61, 81, 109, 118-129].

Punctele de reper pentru etalonarea aparatelor de presiune înaltă, diferă de la autor la autor, într-o măsură mai mare sau mai mică, în primul rând datorită purității diferite a metalelor utilizate și în al doilea rând datorită aparaturii și tehnicii de lucru.

În 1968 s-a stabilit scala internațională a presiunilor transformărilor polimorfe (tabela 1) [125].

Tabela 1. Scala internațională a presiunilor corespunzătoare transformărilor polimorfe ale unor metale

metale	Transformarea	Presiunea, kbar
Bi	I - II	25,5
Tl	II - III	35,7 ± 0,3
Cs	II - III	42,5 ± 1
Cs	III - IV	43 ± 1
Ba	I - II	55 ± 2
Bi	III - V	77 ± 3
Sn	rezistență	100 ± 6
Fe	α - ϵ	126 ± 6
Ea	rezistență	130 ± 10
Pb	rezistență	120-160

Bundy [130, 131] recomandă pentru etalonarea reactoarelor de presiune înaltă tranzițiile de fază ale unor metale și aliaje, prezentate în tabela 2.

Pe baza acestor puncte de reper se poate stabili curba de etalonare pentru orice tip de reactor de presiune înaltă. Un exemplu de curba de etalonare pentru un reactor de presiune înaltă este prezentată în figura 15 [1].

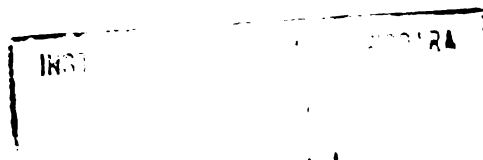


Tabela 2. Scala presiunilor corespunzătoare unor tranziții de fază a unor metale și aliaje [31]

Metale și aliaje	Transformarea	Presiune, kbar	Metale și aliaje	Transformarea	Presiune, kbar
Bi	I - II	25	Fe-20Co	$\alpha' - \epsilon$	~ 190
Ba	I - II	53	Fe-5V	$\alpha' - \epsilon$	~ 190
Bi	V - VI	74	Gal	-	~ 225
Fe	$\alpha' - \epsilon$	112	Fe-12V	$\alpha' - \epsilon$	~ 250
Ba	II - III	120	Fe-16V	$\alpha' - \epsilon$	~ 385
Pb	I - II	130	Fe-20V	$\alpha' - \epsilon$	~ 510

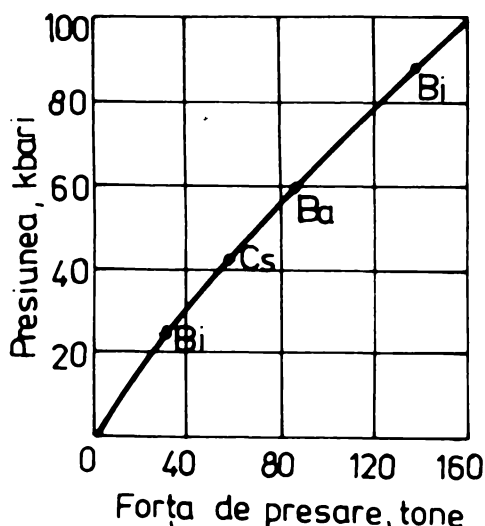


Figura 15. Dependența presiunii din reactor de forța de presare.

5. Măsurarea temperaturii

În reactoarele de presiune înaltă temperatura poate fi măsurată cu ajutorul termocuplelor, prin puterea electrică consumată pentru încălzire, cu ajutorul impulsului electric, prin utilizarea punctelor de topire ale unor metale etc.

a. măsurarea temperaturii cu ajutorul termocuplelor

Măsurarea temperaturii cu ajutorul termocuplelor este o metodă directă de determinare a temperaturii în interiorul reactorului de presiune înaltă. Termocuplele cele mai frecvent utilizate sînt Pt - Pt+10%Rh [132, 133] sau Pt - Pt+15%Rh [50], Cromel-Alumel [134-136] etc. Forța electromotoare a termocuplelor depinde însă de presiune și prin urmare este necesar să se cunoască corecția corespunzătoare. Bridgman a arătat că corecțiile aduse indicațiilor termocuplelor, datorită influenței presiunii, sînt o sumă algebrică a corecțiilor

lor individuale pentru fi care material al termocuplelor [106].

Sai tîrziu Bundy [137] cercetînd influența presiunii asupra forței electromotoare a termocuplelor pîna la 100 kbar și 100°C a stabilit corecția de temperatură pentru diferite termocuple. În figura 16 se dau corecțiile de temperatură pentru diferite termocuple, la $\Delta t = 100^\circ\text{C}$. Rezultatele măsurărilor lui Bundy concordă cu datele lui Briegman pentru intervalul de presiune dat.

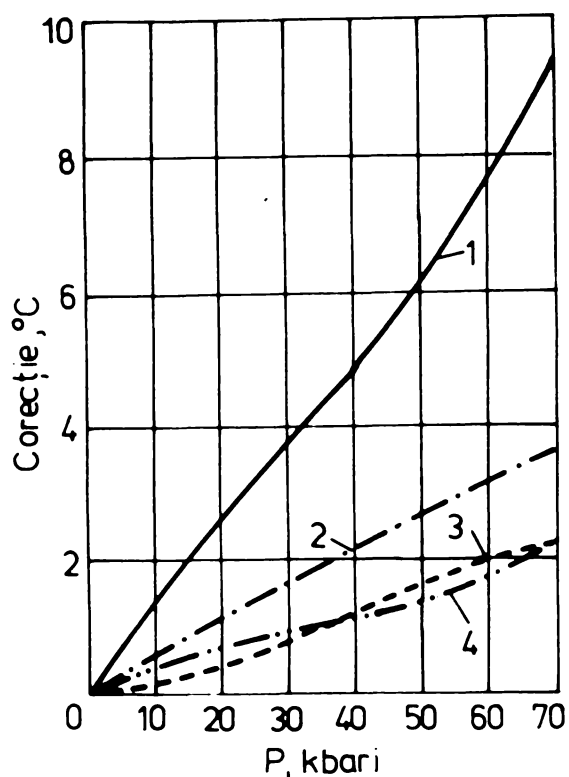


Figura 16. Corecția de temperatură pentru diferite termocuple în funcție de presiune la 100°C [106].

- 1- Pt-Rh
- 2- Cu-Constantan
- 3- Ni-Ni+Mo
- 4- Cromel-Alumel.

Lanneman și Strong au studiat influența presiunii pîna la 50 kbar și 1500°C pentru diferite termocuple : Pt - Rh, Pt - Rh, Cromel - Alumel, Fe - Constantan (figurile 17 și 18) [13].

Sondiliani și Veresciaghin [134, 136] utilizează pentru măsurarea temperaturii pîna la 1100°C și presiuni pîna la 100 kbar termocuplul Cromel-Alumel.

Hilliard și Cahn [135] folosesc termocuple de Cromel-Alumel pentru studiile efectuate asupra unor aliaje la presiuni pîna la 50 kbar și temperaturi pîna la 800°C.

Illiam și Burger [138] au extins studiile pîna la 1700°C la 50 kbar, folosind ca o ramură a termocuplului chiar tubul de încălzire din platină și un fir scurt din Pt + Rh.

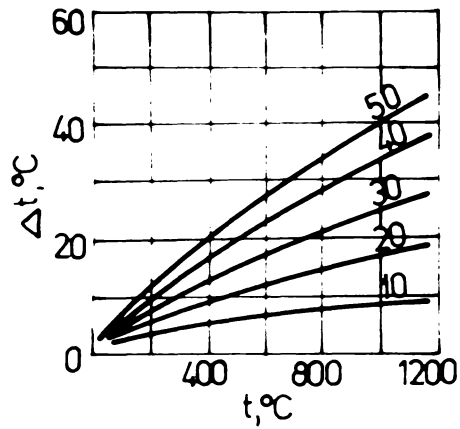


Figura 17. Corecția de temperatură în funcție de temperatura indicată de termocuplul Pt - Pt+10%Rh la diferite presiuni (cifrele de pe curbe, kbar).

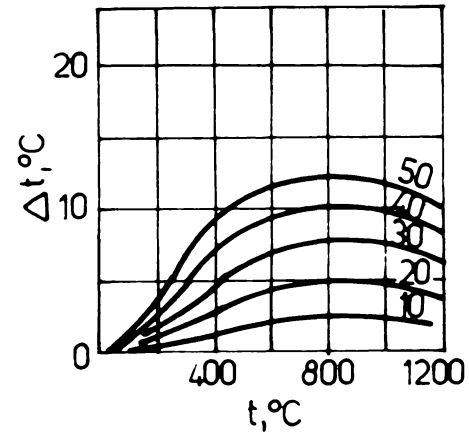


Figura 18. Corecția de temperatură în funcție de temperatura indicată de termocuplul Cromel-Alumel la diferite presiuni (cifrele de pe curbe, kbar).

Sennedy și Newton [35] utilizează termocuple diferențiale pentru sesizarea transformărilor de fază a unor metale la presiuni până la 80 kbar și temperaturi până la 2400°C.

Corecțiile de temperatură pentru toate termocuplele sînt proporționale cu presiunea pentru o temperatură dată. Mărimea corecției absolute depinde atât de presiune cît și de temperatură și este caracteristică fiecărui termocuplu. Introducerea termocuplului în reactorul de presiune înaltă este dificilă, iar măsurarea necesită un montaj complex.

b. Măsurarea temperaturii prin puterea electrică consumată [106]

Temperaturile din interiorul reactorilor de presiune înaltă se poate măsura și controla cu ajutorul mării puterii electrice consumate pentru încălzirea probei. Dacă s-a stabilit scala de temperatură pe cea a comparării puterii necesare cu indicațiile termocuplelor sau cu anumite puncte de topire cunoscute pentru un metal, atunci temperatura în reactorul de presiune înaltă poate fi stabilită cu exactitate de 1 - 2%. Pentru aplicarea acestei metode este necesar ca elementele circuitului de încălzire să fie dimensionat corect, atât din punct de vedere geometric, cît și din punct de vedere electric.

c. Măsurarea temperaturii cu ajutorul impulsului electric [19, 10]

Încalzirea probelor în reactoarele de presiune ridicată, se poate realiza și printr-un impuls puternic de curent cu ajutorul unui condensator mare. În acest caz temperatura maximă a probei se determină după forma impulsului, care se poate observa cu ajutorul unui oscilograf, luând în considerare durata acestuia și dispersia de căldură în materialul izolator. Cu ajutorul acestei metode s-au obținut temperaturi pînă la 4000°C la presiuni de circa 80 kbar.

d. Măsurarea temperaturii prin puncte de topire ale unor metale [105, 106, 149]

Punctele de topire ale unor metale pot fi folosite la măsurarea temperaturii în reactoarele de presiune înaltă. Temperaturile de topire depind de presiune și prin urmare pot fi folosite numai acolo metale la care se cunoaște dependența între temperatura de topire și presiune (figura 19 și tabelul 3) [106].

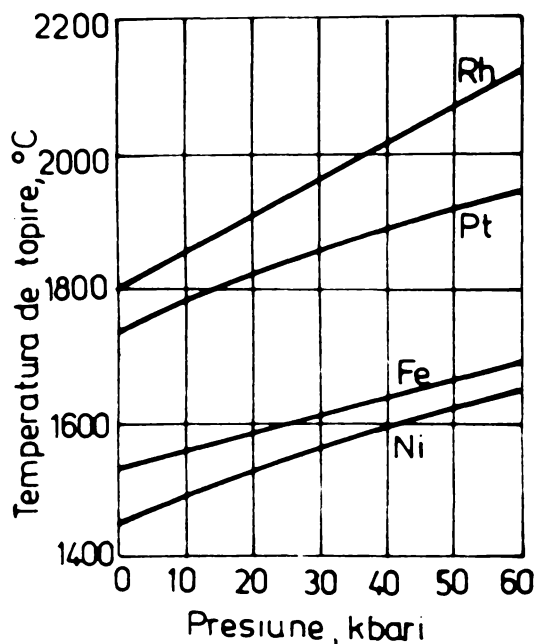


Figura 19 - Dependența temperaturii de topire a unor metale de presiune

e. Determinarea câmpului de temperatura

Studiul la temperaturi și presiuni înalte, privind sinteza unor materiale dure, necesită cunoașterea câmpului de temperatură, realizat în reactorul de presiune înaltă. Presiunea și temperatura înalte determină reacția de formare a acestor substanțe, influențând cinetica creșterii, forma și cantitatea cristalelor obținute.

Tabela 3. Temperatura de topire a indiului și staniului

Presiunea, kbar	Temperatura de topire, °C	
	Indiu	Staniu
0	150	232
10	202	268
20	242	294
30	275	317
40	325	368
50	360	414
75	410	494

Cunoașterea câmpului de temperatură este necesară pentru menținerea regimului optim de temperatură al sintezei [140-142].

Pentru determinarea câmpului de temperatură în reactoarele de presiune înaltă se utilizează de obicei termocuple introduse în diferite puncte ale reactorului [140]. Introducerea termocuplelor în volumul de reacție mărește transferul de căldură din zona de lucru, ceea ce determină o perturbare a câmpului de temperatură. De asemenea folosirea acestei metode pentru măsurarea concomitentă a temperaturii în mai multe puncte ale reactorului este o problemă foarte complicată din punct de vedere al realizării. Având în vedere și complexitatea celulei din reactor, este foarte greu să se caracterizeze câmpul de temperatură în întregul volum.

O altă metodă de determinare a câmpului de temperatură în reactoarele de presiune înaltă [140] utilizează minerale (bazalt) introduse în reactor, cu transformări de fază cunoscute în funcție de presiune și temperatură, care corespund cu parametrii procesului studiat. Cu ajutorul acestei metode se poate determina într-o singură experiență repartiția câtorva suprafețe izoterme în reactoarele de presiune înaltă, care corespund transformărilor de fază determinate (suprafața solidus și lichidus sau alte transformări în funcție de condițiile de presiune și temperatură). La măsurări trebuie avut în vedere însă conținutul în apă al mineralului, conduc-

tivitatea termică a mineralului și materialul supus studiului. Pentru a evita erorile mari în timpul experiențelor trebuie controlată temperatura și cu ajutorul termocuplilor.

Aceste metode permit caracterizarea parțială a câmpului de temperatură în regiile staționare din reactorul de presiune înaltă.

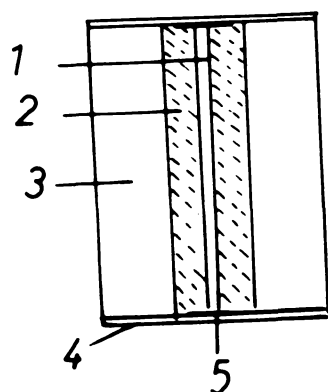
Câmpul de temperatură trebuie determinat pentru fiecare tip de reactor de presiune înaltă și condiții de lucru.

6. Celule utilizate în reactoarele de presiuni înalte

a. Celule pentru etalonarea presiunii

Pentru etalonarea reactoarelor de presiune înaltă, respectiv pentru determinarea dependenței presiunii din interiorul reactorului de forța aplicată, se utilizează celule de presiune înaltă introduse în reactor, a căror construcție este prezentată în figura 20[1].

Figura 20. Celulă de presiune înaltă



cu rezistență electrică

- 1-fir metalic (Bi, Tl, Ba etc);
- 2-cilindru-mediu cvasihidrostatic (AgCl, NaCl, BN etc);
- 3-cilindru suport (talc, pirofilit, teflon etc);
- 4-placă de nichel;
- 5-foaie de aur.

Pentru a putea măsura variația rezistenței electrice a firului metalic în funcție de presiune, acesta este introdus într-un circuit electric de măsurare. Cilindrul din mediul cvasihidrostatic înconjoară firul metalic, asigurând o repartiție uniformă a presiunii pe toată lungimea lui. Cilindrul de susținere asigură totodată și izolarea electrică față de reactorul de presiune înaltă. Plăcile de aur și de nichel realizează un contact electric bun cu circuitul exterior de măsurare a rezistenței.

La o anumită forță aplicată asupra celulei, apare variația brusca a rezistenței electrice a firului metalic. Având valoarea forței aplicate, pentru fiecare tranziție a rezistențelor electrice (figura 14), respectiv presiunea corespunzătoare acestor tranziții, se trasează curba de etalonare pentru reactorul de presiune înaltă, presiunea interioară funcție de forța aplicată (vezi figura 15).

Etalonarea se poate face introducând pe rând firele din metale diferite [1, 20, 22, 28, 104, 106, 107, 143], introducând simultan în celulă două fire metalice diferite legate în serie [28, 117] sau în paralel [44] și cu trei fire metalice legate în serie [36]. Se pot utiliza de asemenea pentru etalonare metalele (Bi, Tl) în forma de foițe foarte subțiri [145].

b. Celule pentru presiuni și temperaturi înalte

Încălzirea probelor de studiat se realizează cu ajutorul curentului electric. Aceasta permite ca încălzirea probei să se realizeze în condiții controlate pentru o perioadă de timp dată. Pentru realizarea temperaturilor înalte celulele de presiune înaltă trebuie prevăzute cu elemente de încălzire. Elementul de încălzire trebuie să aibă o rezistență mult mai mare decât conductorii electrice, el trebuie să fie termoizolat față de pistoane și reactor, pentru a preveni distrugerea acestora. Există mai multe posibilități de realizare a încălzirii [106]:

- încălzirea prin proba;
- încălzirea prin intermediul unei spirale de platina care înconjoară proba;
- încălzirea cu ajutorul unui tub (grafit [16, 17, 25, 27, 30, 31, 35, 40, 105, 135, 136, 146-148], oțel inoxidabil [135], tantal, platina [20, 22, 50, 138], titan [17], wolfram [133] etc.).

În figura 21 se prezintă modul de realizare a încălzirii în

reactoarele de presiune înaltă.

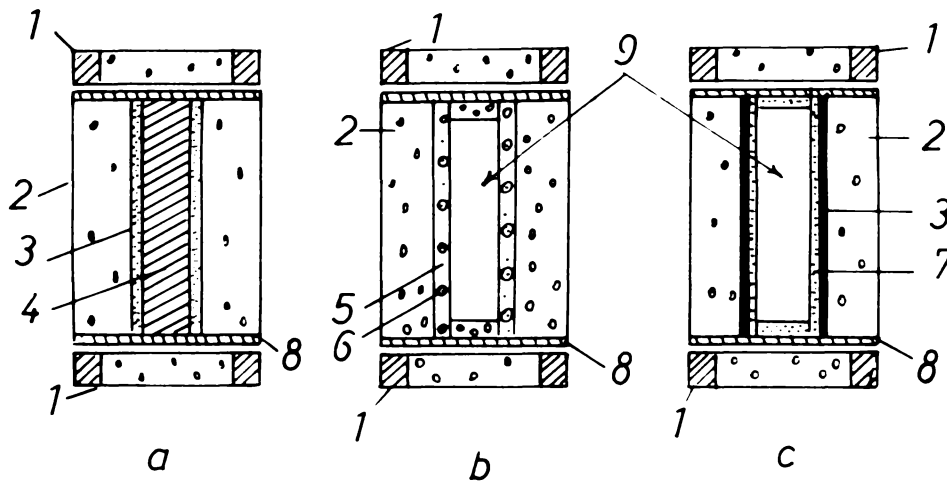


Figura 21. metode de încălzire la presiune înaltă [106]

- a. încălzire prin probă; b. încălzire prin spirală;
- c. încălzire prin tub.

1-inel de contact; 2-tub izolator (pirofilit); 3-tub de grafit; 4-rezistența; 5-tub de pirofilit cu rezistența spirală; 6-spirala de încălzire (Pt); 7-tub ceramic; 8-disc de contact; 9-spațiul ocupat de probă.

Pentru încălzirea probei din reactoarele de presiune înaltă este necesar un curent de alimentare de intensitate ridicată, datorită rezistenței scăzute a elementului de încălzire și a transferului de căldură bun de la probă la reactorul de presiune înaltă. Sistemul de încălzire trebuie să reziste la un curent de la 500 la 1500 A și o tensiune de la 1 la 3 V [106].

Cea mai bună metodă de lucru la presiuni înalte și temperaturi ridicate constă în realizarea și măsurarea presiunii dorite în reactor la temperatura obișnuită, urmată de încălzirea probei la temperatura dată [140].

C A P I T O L U L II

STUDII DE LABORATOR ASUPRA CONSTRUCTIEI SI FUNCTIONARII APARATURII DE PRESIUNI ÎNALTE

1. Aparatura pentru realizarea presiunii înalte

Aparatura pentru realizarea presiunii înalte în cadrul studiilor de laborator efectuate, a constat din două prese hidraulice de 400 t ,respectiv 1000 t.

În cadrul laboratorului de presiuni înalte s-a recondiționat prima presă hidraulică de 400 t [149,150] cu un piston superior fix și cu unul inferior mobil, asupra cărui a acționat presiunea uleiului. Pentru mărirea presiunii uleiului s-au folosit două pompe, prima cu roți dințate cu un debit mare, utilizată pentru deplasări rapide ale pistonului, cea de a doua ,o pompa de injecție care a asigurat presiunea uleiului de $400 \cdot 10^5 \text{ N/m}^2$ [151].

Pentru mărirea forței de presare în cadrul laboratorului s-a proiectat și realizat o a doua presă hidraulică cu o forță de apăsare de 1000 t, Studiul efectuat asupra mai multor variante, au condus la realizarea unei prese hidraulice originale de 1000 t (figura 22 a și b).

Presă hidraulică constituie un ansamblu format din trei cadre metalice construite din oțel, dintr-un cilindru din oțel OL 60, pistonul inferior mobil, care glisează în cilindru și pistonul superior fix.

Asupra pistonului inferior acționează presiunea uleiului . Pentru alimentarea cu ulei sub presiune (până la $1800 \cdot 10^5 \text{ N/m}^2$), se utilizează un intensificator în două etaje (figura 23).

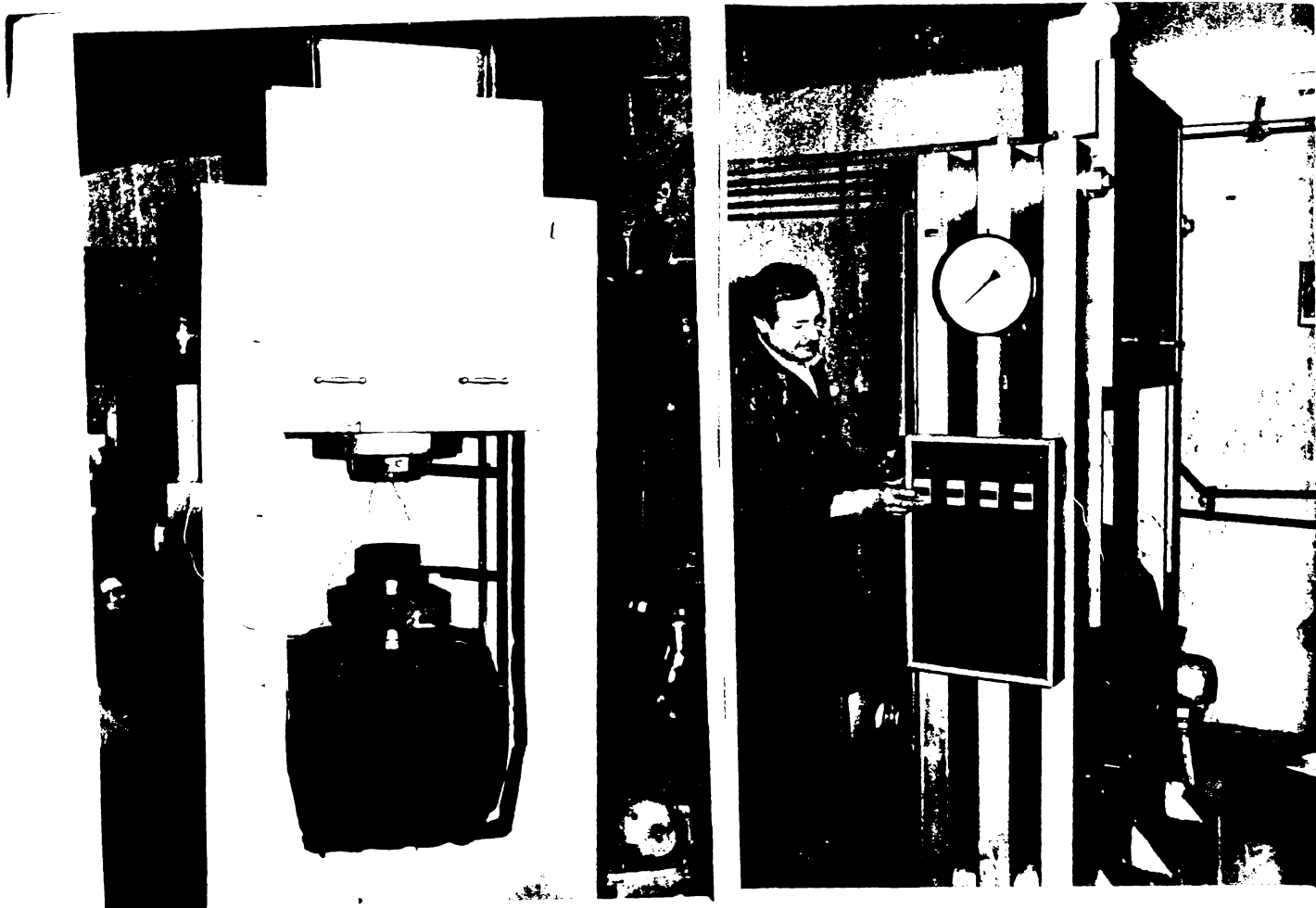


Figura 21. Aparatura de lucru
-v. a. - in fata; b - v. a. - in spate.

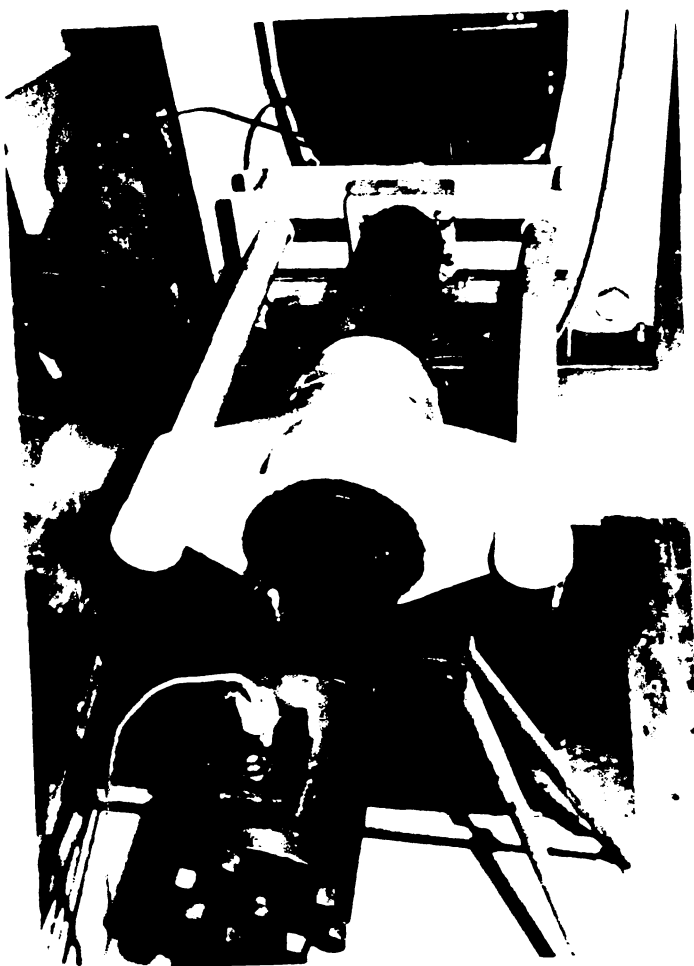


Figura 22. Interfața de lucru
cu sistemul

2. Studiul reactoarelor de presiune înaltă cu pistoane cilindrice

În cadrul cercetărilor de laborator s-au studiat mai multe variante constructive de reactoare cu pistoane cilindrice, în vederea utilizării materialelor de construcție indigene, a măririi volumului de reacție și a randamentului de utilizare a forței de presare.

Tipurile de reactoare studiate pot fi clasificate în reactoare cu un singur piston de înaintare și cu două pistoane de înaintare sau reactoare simple și duble.

a. Reactoare cu un singur piston de înaintare

În figura 24 se prezintă reactorul de presiune înaltă cu piston cilindric în două trepte. Atât pistoanele de joasă presiune

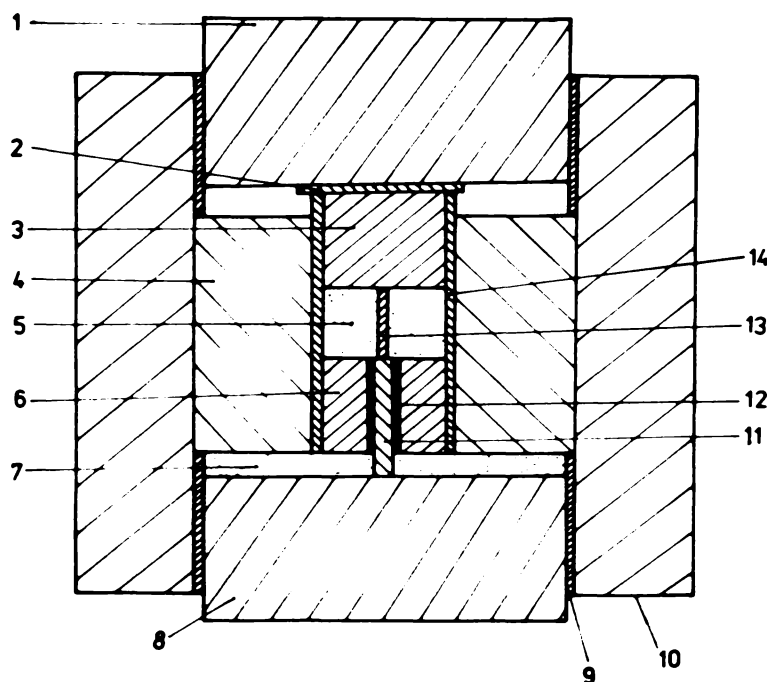


Figura 24. Reactor de presiune înaltă

1-piston de joasă presiune (oțel C-120); 2-disc din oțel moale (OL 38); 3-piston de înaltă presiune (C-120); 4-reactor; 5-medie hidrostatică (NaCl); 6-piston fix inferior (C-120); 7-izolator (talc); 8-piston inferior; 9-izolator; 10-inel de susținere; 11-conductor electric (Cu $d=4$ mm); 12-tub izolator (sticlă $d=5$ mm); 13-fir metalic (Al, Sa $d=1$ mm); 14-manșon (OL 38).

cît și pistoanele de înaltă presiune ($d=20 \text{ mm}$, $h=20 \text{ mm}$), sînt construite din oțel C-120 (2% C, 12% Cr), tratate termic la 950°C și revenire la 250°C în baie de ulei (duritate 60 H_{RC}). În vederea evitării distrugerii pistonului de înaltă presiune, între pistonul de joasă presiune și cel de înaltă presiune s-a intercalat un disc din oțel moale OL 38. Reactorul ($d_e=100 \text{ mm}$, $h=60 \text{ mm}$) este construit din oțel C-120, tratat termic și fretat într-un inel de susținere din oțel special (limita de elasticitate $9 \cdot 10^8 \text{ N/m}^2$ [151, 152]) cu duritate mai mică decît a reactorului de presiune înaltă. Pentru a reduce frecările dintre piston și reactor s-a montat un manșon din oțel moale OL-38 (0,2% C, 0,4% Mn, grosimea peretelui 1 mm). În vederea măsurării presiunii maxime realizate în interiorul reactorului, respectiv forța la care rezistă pistonul de înaltă presiune, s-a utilizat o celulă de etalonare, formată dintr-un cilindru de clorură de sodiu drept a diu hidrostatic, în care s-a montat axial un fir metalic (Ni, Ba). Transformarea netă a $\Delta I_{\text{I-II}}$ la o forță de apăsare de aproximativ 100 t (figura 25), arată că pistonul cilindric asi-

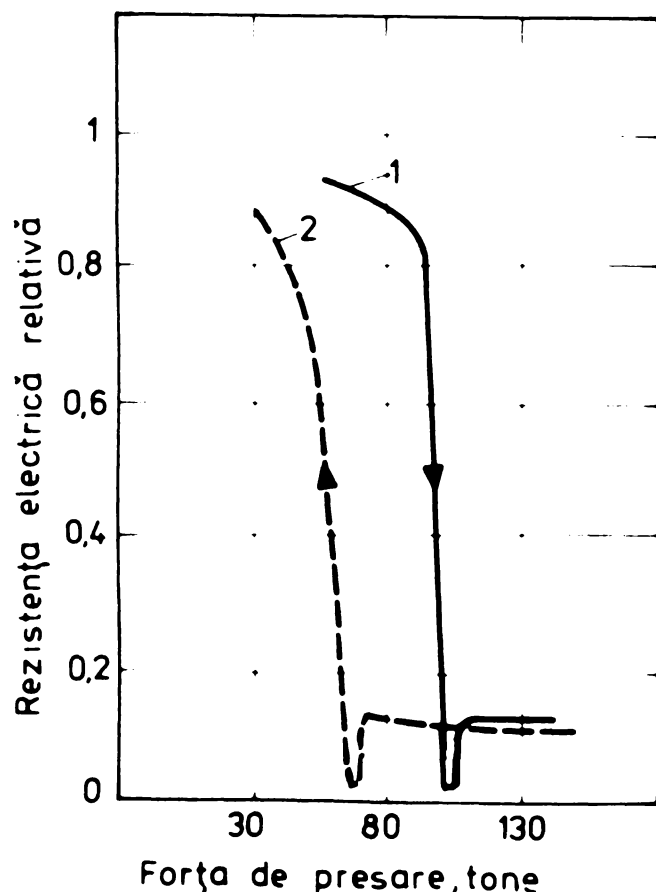


Figura 25. Variația rezistenței electrice a bismutului în funcție de forța de presare ($\Delta I_{\text{I-II}}$)
1 - comprimare;
2 - decomprimare.

gura o repartiție uniformă a forței pe secțiunea celulei, cu un randament bun de utilizare a forței (1,05-1,2). Acest lucru este ilustrat și de domeniul foarte îngust de presiune în care apare tranziția Bi_{I-II} . Tranziția Ba_{I-II} nu s-a putut atinge cu acest reactor deoarece la forțe de presare mai mari s-a produs sfărâmarea pistonului cilindric de înaltă presiune. Aceasta s-a datorat sprijinirii pistonului numai la un singur capăt de către reactorul de presiune înaltă. Acest reactor poate fi utilizat pentru studii la presiuni înalte de pînă la 30 kbar.

În vederea măririi rezistenței pistonului de înaltă presiune acesta a fost prevăzut la partea superioară cu un inel de susținere ($d = 40$ mm, $n = 5$ mm), din oțel C-120 (figura 26).

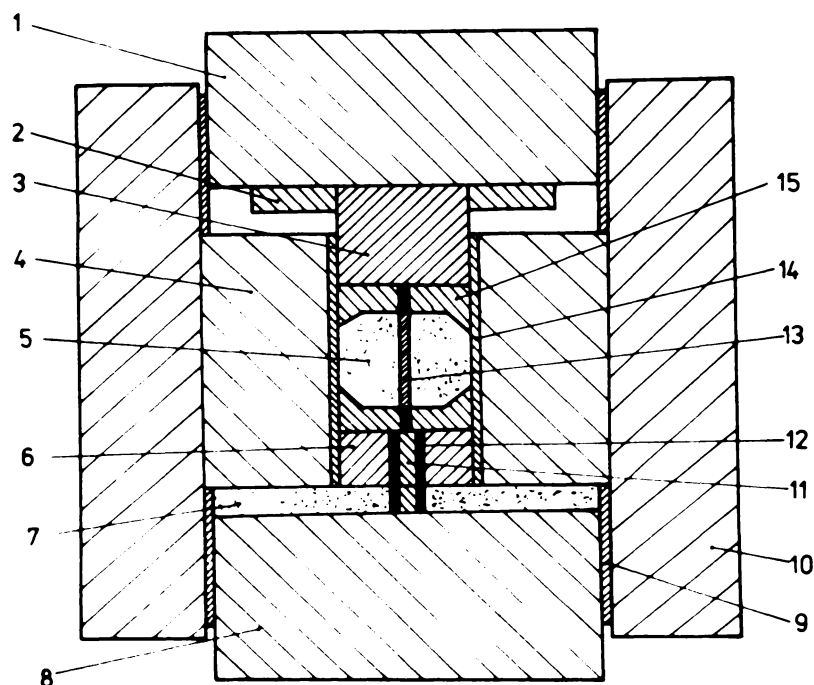


Figura 26. reactor de presiune înaltă

1-piston de joasă presiune (C-120); 2-inel de susținere (C-120); 3-14 semnificații identice cu cele din figura 24; 15-pastile antiextruzive.

De asemenea pentru a asigura o etanșare mai bună a celulei de etalonare s-a utilizat două pastile antiextruzive din talc comprimat. Este de remarcat că nici cu acest sistem nu s-a obținut tranziția bariului, întrucât la o forță de presare de circa 200 t, atât

pistonul de joasa presiune, cît și cel de presiune înaltă s-au sfărîmat.

În continuarea cercetărilor, pentru a depăși limita de rezistență atinsă de oțelurile obișnuite, s-a trecut la utilizarea în construcția reactoarelor a carburii de wolfram (oțel widia-carbură de wolfram cu 6% Co), produs indigen.

În figura 27 se prezintă un reactor de presiune ridicată, care

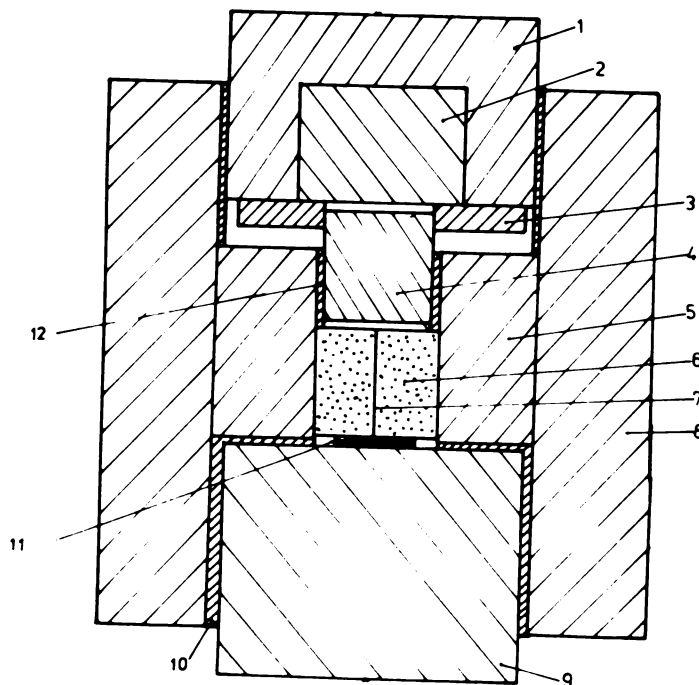


Figura 27. reactor de presiune ridicată

1,9-pistoane de joasă presiune;2-piston din carbură de wolfram;3-inel de susținere;4-piston de înaltă presiune;5-reactor(C-120 tratat termic);6-mediul cvasihidrostatic(NaCl);7-fir metalic(Bi, Ba);8-cilindru fretat de susținere și ghidare(oțel special);9-piston de joasă presiune;10-izolație;11-contact electric;12-manșon(OL 38) se caracterizează prin faptul că în pistonul de joasă presiune(C-120) se află încastrat un piston cilindric din carbură de wolfram. Pistonul de înaltă presiune(C-120) este susținut de un inel, iar celula de etalonare se sprijină pe pistonul inferior de joasă presiune. Și în acest caz sistemul de pistoane a rezistat la o forță mai mare(180 t) decît cea corespunzătoare tranziției bismutului. În acest caz s-a

produs sfărâmarea pistonului superior de joasă presiune și anume partea din oțel C-120.

În vederea măririi rezistenței la sfărâmare a pistoanelor de înaltă presiune s-a trecut la construirea acestora din carbură de wolfram. Reactorul prezentat în figura 28 constă din două pistoane cilindrice din carbură de wolfram și reactorul din oțel C-120

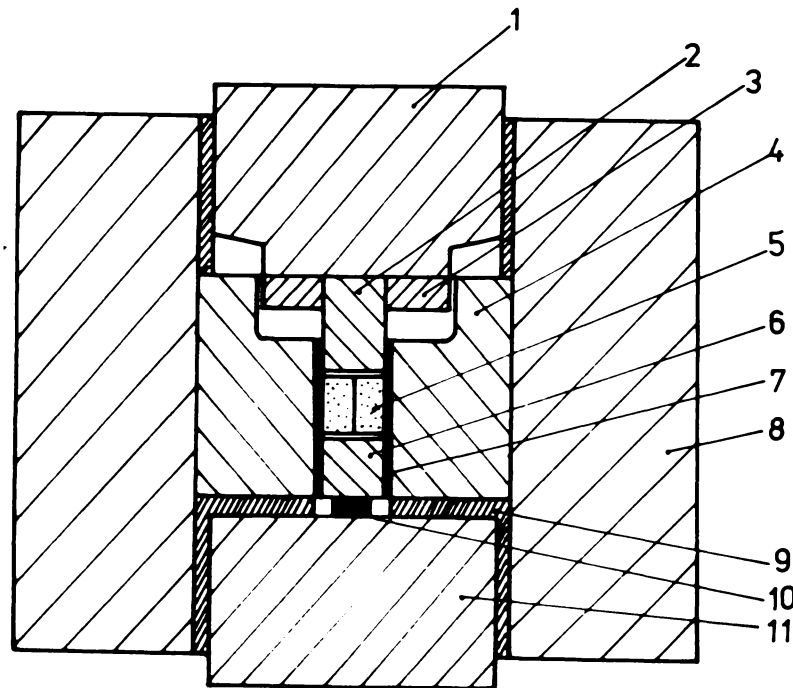


Figura 28. Reactor de presiune înaltă

1, 11-pistoane de joasă presiune; 2-piston de înaintare de înaltă presiune; 3-inel de susținere; 4-reactor; 5-celula de etalonare; 6-piston fix inferior de înaltă presiune; 7-manșon (Ø1 38); 8-cilindru de susținere; 9-izolație (talc); 10-contact de cupru.

prelucrat termic și fretat într-un cilindru de susținere din oțel special. Pistonul superior de înaltă presiune ($d=21,5 \text{ mm}$, $h=20 \text{ mm}$) este prevăzut la partea superioară cu un inel de susținere (C-120) care este ghidat de partea superioară a reactorului. La acest reactor transformarea bismutului ($\text{Bi}_{\text{I-II}}$) a apărut la aproximativ 100 kbar prin comprimări repetate, la forțe mai mari de 100 t, pistonul de înaltă presiune s-a distrus longitudinal.

În concluzie, reactoarele cu un singur piston cilindric de

Înaintare permit realizarea unor presiuni în interiorul reactorului de cel mult 40 kbar. Pistioanele cilindrice, atât cele din oțel C-120, cât și cele din carburi metalice, rezistă mai bine dacă sînt susținute la cele două capete.

b. Reactoare cu două pistoane de înaintare

Pentru a realiza un volum al reactorului mai mare, respectiv o comprimare mai avansată a probei, s-au construit cîteva variante de reactoare cu două pistoane de înaintare. În figura 29 se prezintă un asemenea reactor.

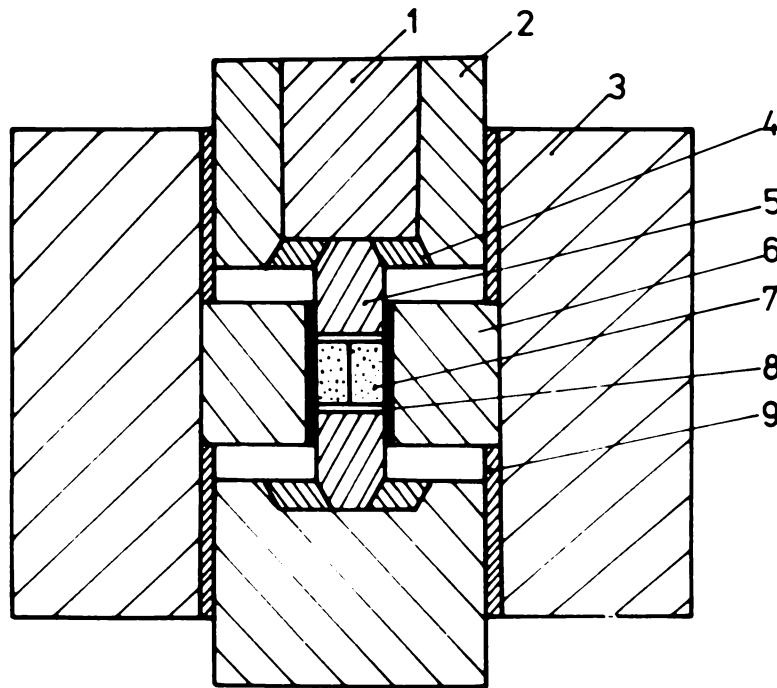


Figura 29. Reactor de presiune înaltă

1-piston din carbură, de wolfram; 2-cilindru de susținere (C-120); 3-cilindru fretat de susținere și ghidaj (oțel special); 4-inel încastrat de susținere (C-120); 5-piston de înaltă presiune (C-120); 6-reactor; 7-celulă de etalonare; 8, 9-izolație.

Pistoanele de înaltă presiune (C-120) sînt susținute la un capăt de inele încastrate în pistoanele de joasă presiune. Pistonul superior de joasă presiune este format dintr-un piston central din carbură de wolfram și un cilindru de susținere din C-120.

Aceste reactoare permit realizarea unor presiuni pînă la 40 kbar, pistoanele se distrug însă la locul de încastrare în pistoanele de joasă presiune. Ele sînt mai complete din punct de vedere constructiv decît reactoarele cu un singur piston de înaintare.

c. Reactoare duble

La reactoarele cu unul și cu două pistoane de înaintare prezentate s-a observat pentru prima dată deformarea reversibilă a reactoarelor construite din oțel C-120 tratat termic. Acest lucru determină micșorarea randamentului de utilizare a forței, respectiv o presiune mai mică în interiorul reactorului. Pentru înlăturarea acestor deformări reversibile a reactorului, pentru mărirea rezistenței pistoanelor cilindrice și avolumului de lucru s-a construit reactorul dublu de presiune în altă (figura 30). Acesta constă din două reactoare, consolidate cu doi cilindri concentrici fretați la rece, din două pistoane de închidere și un piston central cu înaintare dubla. Pistonul de înaintare (carbura de wolfram) este susținut pe toată lungimea lui, la cele două capete de reactorul dublu, iar la mijloc de un inel deformabil (Ol 58). Prin acțiunea forței de presare asupra celor două reactoare, inelul de susținere se deformează, iar pistonul central înaintea în cele două reactoare, realizînd presiunea corespunzătoare în interiorul acestuia. Atît pistoanele cît și reactorul au rezistat la o forță de presare de circa 700 t și s-a realizat realizarea unor presiuni în interiorul reactorului de circa 60 kbar (tranziția Ba_{I-II}).

Din studiile efectuate asupra diferitelor tipuri de reactoare rezulta că rezistența cea mai bună și realizarea presiunilor celor mai ridicate s-a obținut în reactoarele multiplu susținute în cilindri fretați, respectiv cu pistoane sprijinite pe toată lungimea lor.

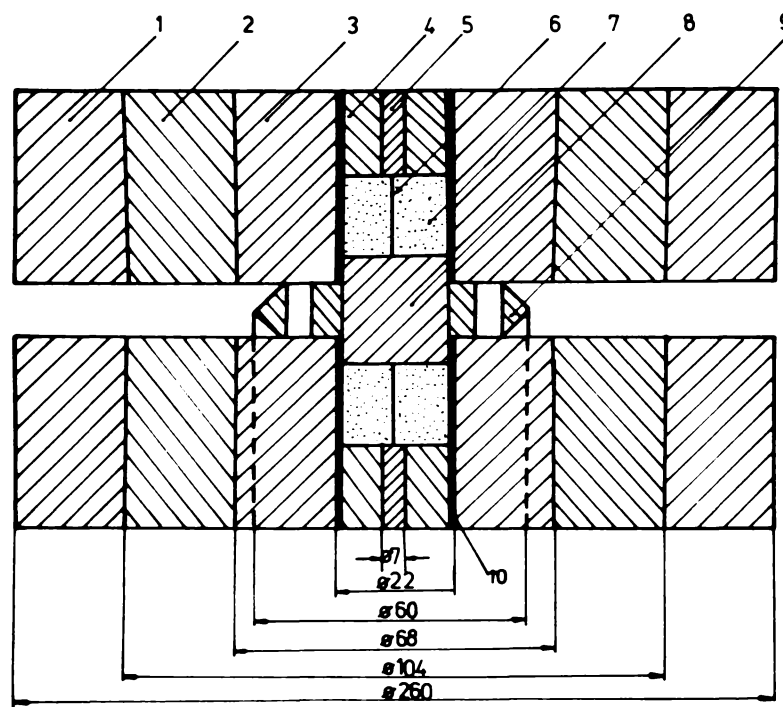


Figura 30. Reactor dublu de presiune înalta [149]

- 1-cilindru de susținere fretat(oțel special);
- 2-cilindru de susținere fretat(C-120);
- 3-reactor (C-120);
- 4-piston de închidere(C-120);
- 5-conductor din cupru izolat;
- 6-fir metalic(Bi, Pt, Pa);
- 7-mediu cvasihidrostatic(NaCl);
- 8-piston de înalta presiune (carbura de wolfram);
- 9-inel de susținere;
- 10-izolație

3. Materiale utilizate pentru construcția celulelor de presiune și temperatură înaltă

În studiile de laborator pentru construcția celulelor de presiune și temperatură înaltă s-au utilizat în întregime materiale indigene.

Ca mediu cvasihidrostatic s-a utilizat clorura de sodiu, clorura de argint, hexametafosfatul de sodiu, tripolifosfatul de sodiu, talcul etc. Dintre acestea cele mai corespunzătoare s-au dovedit a fi clorura de sodiu și clorura de argint. În majoritatea studiilor s-a folosit clorura de sodiu, ea dând rezultatele cele mai bune, este mai ieftină și mai ușor accesibilă. Pentru a asigura condiții optime de transmitere a presiunii clorura de sodiu s-a uscat în

etuva la 105°C , pînă la masă constantă și s-a presat în matrițe speciale [150] în formă de cilindri, corespunzător dimensiunilor reactoarelor de presiune înaltă studiate.

Drept materiale pentru realizarea izolării termice și electrice, s-au întrebuințat talcul, sticla, porțelanul, azbocimentul, hîrtia, mase plastice etc. Cele mai bune rezultate le-au dat talcul și sticla.

Talcul s-a folosit sub formă de rocă sau pulbere. Rocă de talc a fost prelucrată la strung [150] în formă de cilindri, inele, pastile etc, în funcție de necesități. Talcul sub formă de pulbere, după ce i s-a adăugat oxid de fier sau aluminiu (în proporție de 5%) și un liant organic (5% rezol), s-a prelucrat prin presare în matrițe speciale [150] în formă de cilindri, inele, pastile etc (figura 30 a), la dimensiunile corespunzătoare reactoarelor de presiune studiate.

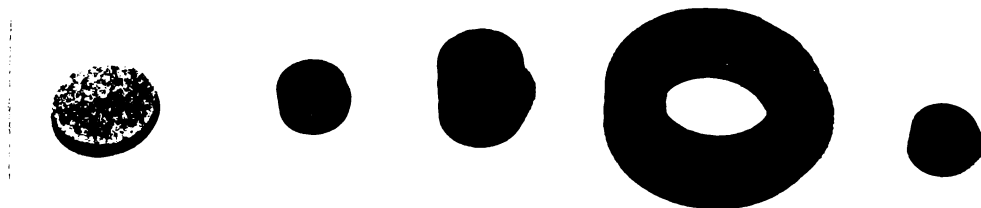


Figura 30 a. Piese presate din talc

Sticla s-a utilizat sub formă de tuburi izolatoare.

Pentru realizarea montajului electric în reactoarele de presiune înaltă s-au folosit diverse materiale metalice (cupru, nichel, tantal, oțel OL 38, oțel inoxidabil, argint etc).

Pentru a micșora frecările dintre reactor și pistoane, respectiv reactor și celulă, s-au utilizat menșoane din oțel OL 38, materiale plastice etc.

Că rezistența de încălzire a probelor s-au folosit grafitul, nichelul și tantalul, în formă de tuburi [153] sau tije [154].

Toate materialele indigene utilizate în studiile de laborator privind construcția și funcționarea aparaturii de presiune înaltă, au dat rezultate bune, comparabile cu cele indicate în literatura de specialitate.

C A P I T O L U L III

COMPORTAREA PISTOANELOR CILINDRICE CONSOLIDATE CU INELE DE SUSTINERE IN REACTOARE DE PRESIUNE INALT [149]

La construcția reactoarelor de presiune înalta o importanță esențială o prezintă materialul din care se construiesc reactoarele și pistoanele de presare. Materialele trebuie să prezinte duritate mare, deformare redusă și elasticitate suficientă pentru a nu se sparge în timpul comprimării. Aceste cerințe au dus la utilizarea oțelurilor dure, tratate termic și a carburilor metalice. Întrucât efortul de comprimare este limitat de natura materialului și modul de tratament termic, în lucrare s-au studiat unele procedee de susținere a elementelor supuse comprimării, în vederea măririi rezistenței la compresiune.

1. Susținerea pistoanelor din oțeluri aliate [155]

În vederea utilizării oțelurilor aliate la confecționarea pistoanelor, s-a studiat dependența rezistenței la compresiune în funcție de valoarea raportului L/D (lungimea nesrijinită a pistonului raportată la diametru), a pistoanelor confecționate din oțel C-120 și H-12, calite la 950°C și revenite la 250°C (duritate de $62 H_{RC}$).

Schema aparatului utilizat este prezentată în figura 31, iar pistonul cu inelele de susținere este redat în figura 32.

Pistoanele cilindrice din oțel supuse comprimării au fost susținute la capete de inele de strângere. Sarcina axială a fost realizată cu ajutorul unei prese hidraulice de 400 t. Suprafețele de presare au fost menținute paralele la toate probele.

Maygarth și Kennedy [156] au arătat că rezistența pistoanelor la sfârșire crește cu micșorarea raportului L/D și cu încastrarea

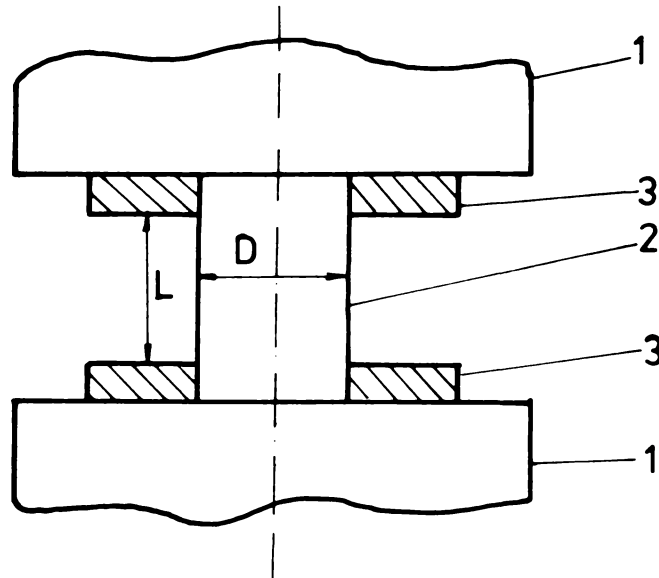


Figura 31. schema aparatului experimental

1-pistoane de presare; 2-piston din oțel aliat;
3-inele de strângere.



Figura 32. Piston cilindric
cu inele de strângere

pistoanelor la capete în inele de strângere, rezistența fiind mult mai mare la valori ale raportului $L/D < 1$.

În studiile efectuate s-au utilizat pistoane cilindrice cu diametrul 20 mm și raport variabil L/D între 1 și 0,1. Inelele de susținere au fost construite din același material cu al pistoanelor, având diametrul exterior 60 mm și grosimea 10 mm. Rezultatele încercărilor experimentale sînt prezentate în figura 33. Aceste determinări confirmă rezultatele din literatura [156].

Datele experimentale arată că prin reducerea lungimii necrijinite a pistoanelor are loc o creștere substanțială a rezistenței la sfărîmarea.

Acest sistem de susținere a pistoanelor din oțel cu diametrul

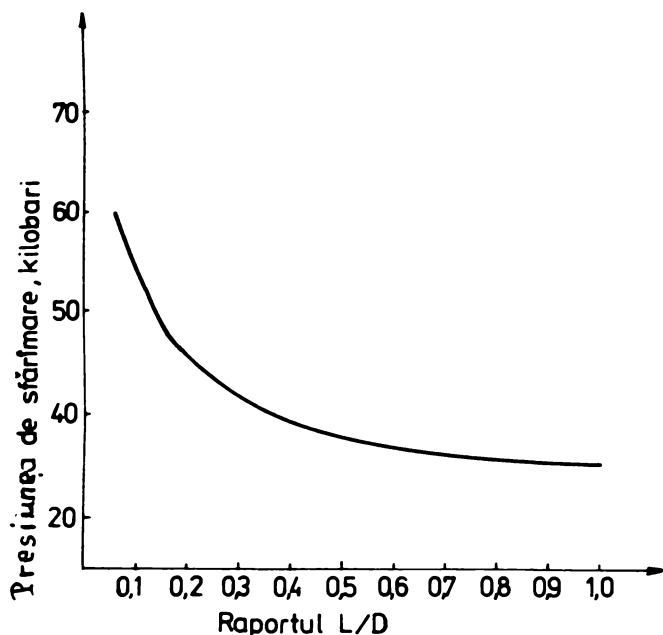


Figura 33. Dependenta dintre presiunea de sfărîmare și raportul L/D.

de 20 mm a permis să se realizeze în reactorul de presiune înaltă presiuni de ordinul 60 kbar, pusă în evidență prin transformarea de fază a bariului (Ba_{I-II} : 59^o la 1 kbar [111]) (figura 34).

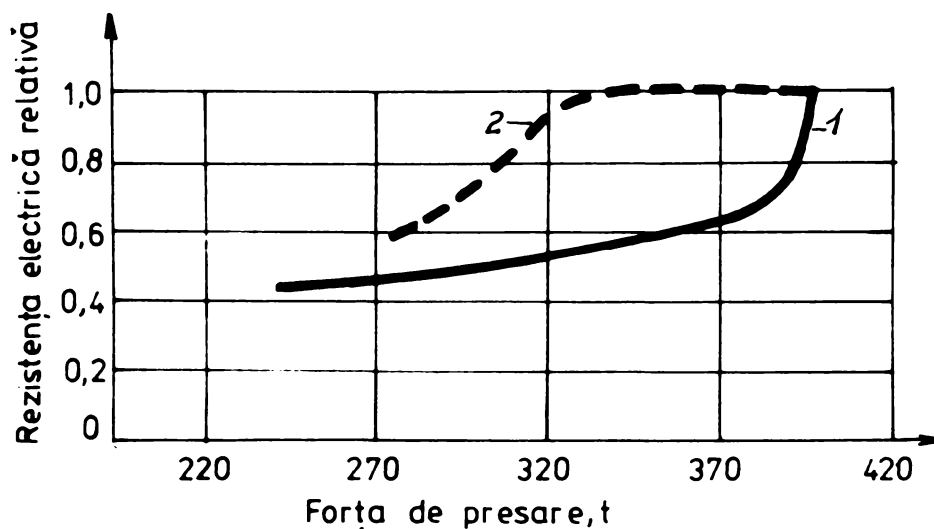


Figura 34. Variația rezistenței electrice a bariului în funcție de forța de presare (tranzitia Ba_{I-II})
1-comprimare; 2-decomprimare

2. Susținerea pistoanelor din carburi metalice

Pistoanele experimentate au fost confecționate din carbură de wolfram cu cobalt. Sarcina axială a fost realizată cu ajutorul unei prese hidraulice de 1000 t.

Așa cum s-a aratat mai sus, rezistența la sfărâmare a pistoanelor crește odată cu reducerea lungimii nesrijinite. In cazul reactorului dublu cu piston cilindric, porțiunea nesrijinită poate fi redusă complet, utilizând un inel de strângere metalic sau din talc între cele două sisteme de susținere a reactorului (figura 35).

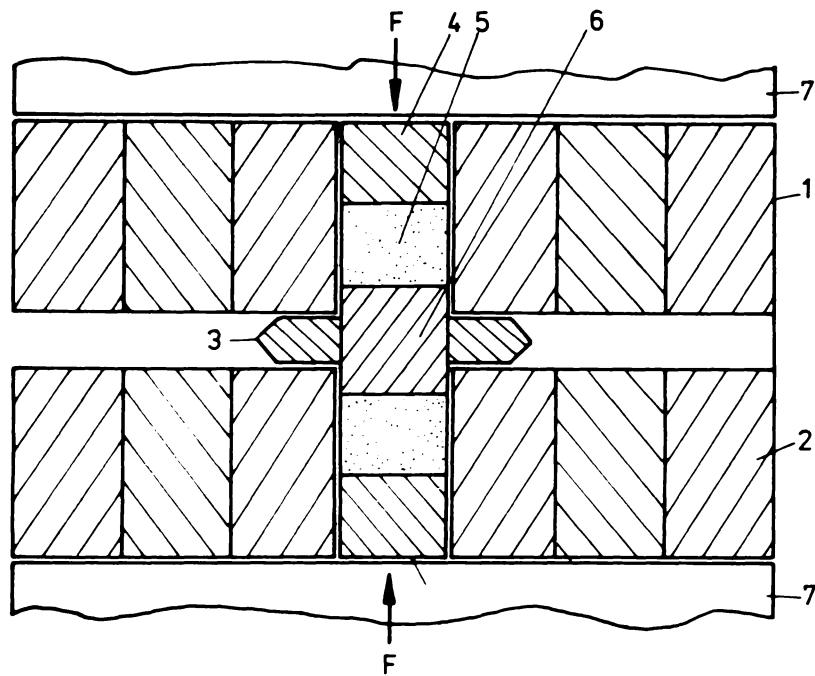


Figura 35. schema reactorului dublu de presiune înaltă

1-2 sisteme de susținere; 3-inel de susținere; 4-pistoane de închidere; 5-mediul de transmiter a presiunii (NaCl); 6-piston din carbură metalică; 7-pistoane de apăsare.

Studiul efectuat a urmarit înaintarea cât mai avansată a pistonului 6 în ambele părți ale reactorului în vederea realizării unei presiuni înalte și susținerii pistonului pentru a mari rezistența acestuia la compresiune. După cum rezultă din schemă (figura 35) pistonul 6 este strâns la capete de reactorul dublu, iar central de inelul de susținere 3.

Pentru a stabili condițiile optime de funcționare a reactorului dublu de presiune înaltă, respectiv a sistemului de întărire a pistoanelor cilindrice din carburi, s-a determinat experimental variația grosimii diferitelor tipuri de inele de susținere (ceace co-

respunde distanței de înaintare a pistonului în reactor), în funcție de forța de presare.

Rezultatele experimentale și caracteristicile inelelor de susținere sînt prezentate în tabelele 4-8 și figurile 35-38.

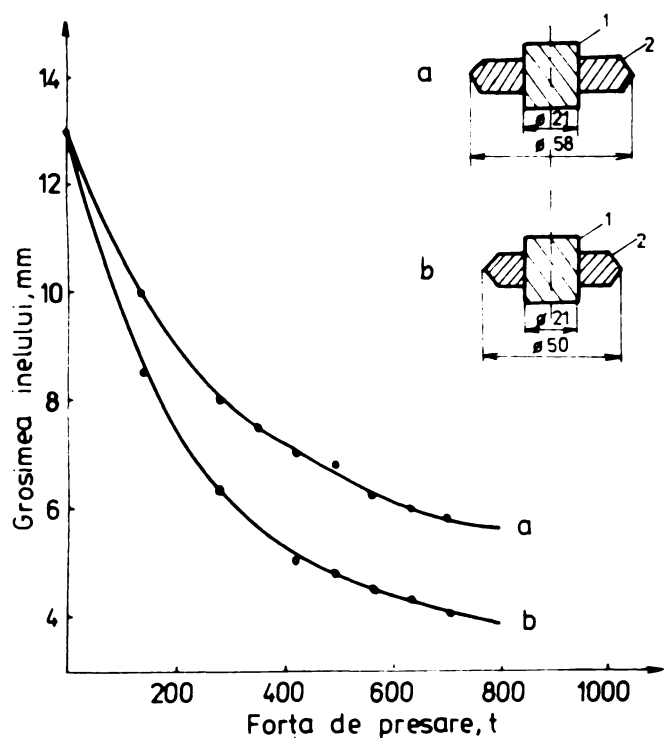


Figura 36. Variația grosimii inelelor de susținere (OL 38), de diametre diferite, în funcție de forța de presare.

a- $\phi = 58$ mm; b- $\phi = 50$ mm;

1-piston; 2-inel.

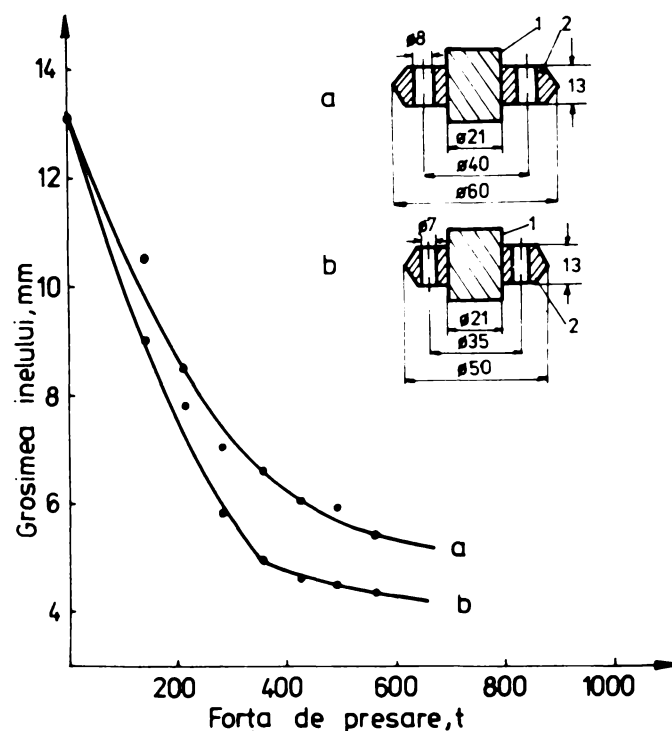


Figura 37. Variația grosimii inelelor de susținere (OL 38), de diferite diametre, prevăzute cu orificii, în funcție de forța de presare.

a- $\phi = 60$ mm; b- $\phi = 50$ mm;

1-piston; 2-inel.

Studiile efectuate cu inele pline (figura 36) arată că odată cu creșterea forței aplicate, grosimea inelului se reduce mai accentuat pînă la o forță de circa 400 t, după care reducerea grosimii are loc mult mai lent (curba își micșorează panta). La aceeași forță aplicată, cu cît diametrul inelului este mai mic, cu atît reducerea grosi-

Tabela 4 .Variatia grosimii inelului de sustinere(OL 38) cu diametru ϕ 58mm , în functie de forta de presare (tone).

Fora Presi,t	0	141,2	282,4	353	423,6	494,2	564,8	635,4	706
Grosimea inel,mm	13	10	8	7,5	7	6,8	6,2	6	5,8

Tabela 5 .Variatia grosimii inelului de sustinere(OL 38)cu diametru ϕ 50 mm, în functie de forta de presare (tone).

Fora Presi,t	0	141,2	282,4	423,6	494,2	564,8	635,4	706
Grosimea inel,mm	13	8,5	6,3	5	4,8	4,5	4,2	4

Tabela 6 .Variatia grosimii inelului de sustinere (OL 38) cu diametru ϕ 60mm avind 8 orificii(ϕ 8 mm) în functie de forta de presare (tone)

Fora Presi,t	0	141,2	211,8	282,4	353	423,6	494,2	564,8
Grosimea inel,mm	13	10,5	8,5	7	6,5	6	5,9	5,4

Tabela 7 .Variatia grosimii inelului de sustinere (OL 38) cu diametru de ϕ 50 mm , avind 8 orificii(ϕ 7 mm), în functie de forta de presare (tone).

Fora Presi,t	0	141,2	211,8	282,4	353	423,6	494,2	564,8
Grosimea inel,mm	13	9	7,8	5,8	4,9	4,6	4,5	4,3

Tabela 8 .Variatia grosimii inelului de sustinere(OL 38) cu diametrul ϕ 32,5 mm și talc cu diametru ϕ 60,5 mm în functie de forta de presare (tone)

Fora Presi,t	0	70,6	141,2	211,8	282,4	353	423,6	494,2	564,8	635,4
Grosimea inel,mm	13	12,8	8,8	7	5,8	5,1	4,5	3,8	3,6	3,6

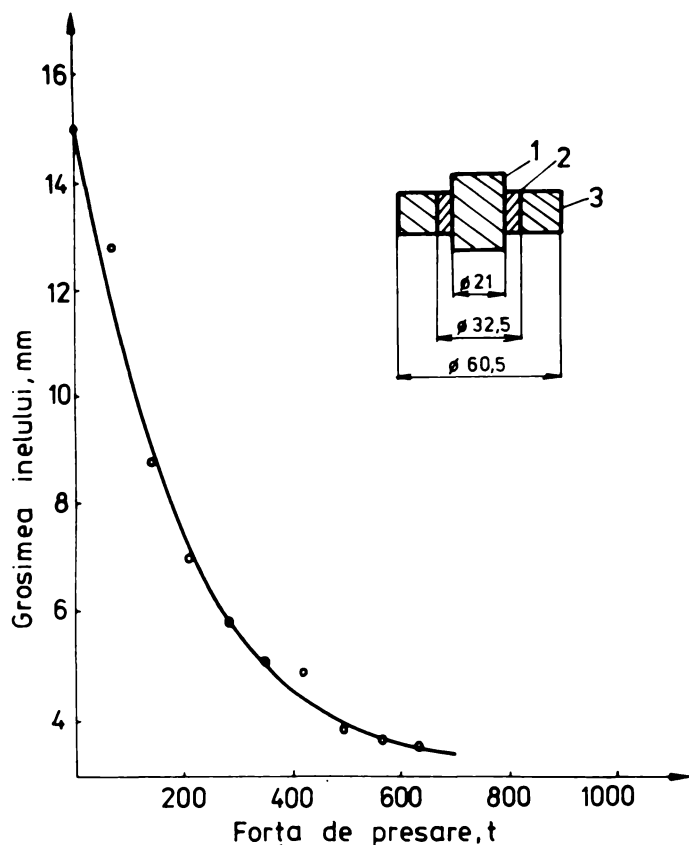


Figura 38. Variația grosimii inelelor de susținere (OL 38 și talc) în funcție de forța de presare.

1-piston; 2-inel OL 38;
3-inel talc.

mi este mai avansată.

este foarte important ca în timpul procesului de presare să se asigure un paralelism al tuturor suprafețelor reactorului cu ale pistonului. În caz contrar are loc o deformare a pistonului (figura 39 a) și deci la o mărire în continuare a forței de apăsare acesta se distruge.

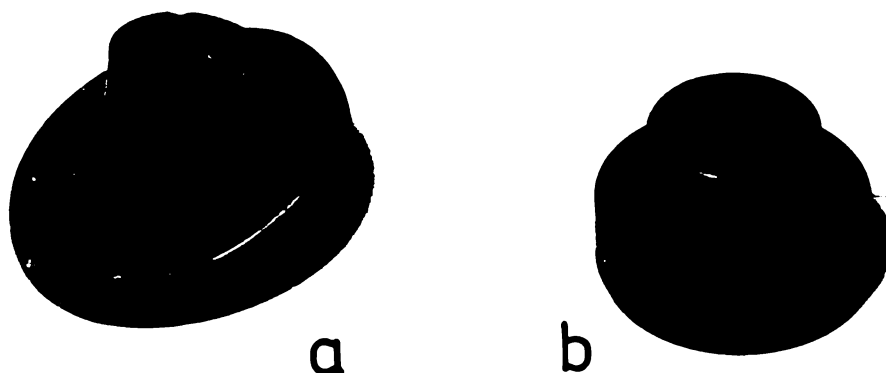


Figura 39. Piston cilindric cu inel de susținere

a-piston deformat; b-piston înainte de experimentare.

Cercetările efectuate asupra inelelor de susținere prevăzute cu orificii (figura 37), pentru a permite o tasare mai ușoară, au

aratat deasemenea că odata cu creșterea forței de presare reducerea grosimii inelului de susținere a pistonului este mai accentuată pînă la o forță de aproximativ 400 t, după care panta curbei scade mult. Se constată că la diametre mai mici ale inelului de susținere reducerea grosimii este mai mare, ceea ce permite o înaintare mai avansată a pistonului în reactorul de presiune înaltă.

Comparativ cu inelele cu profil plin, cu același diametru (figura 36), inelele prevăzute cu orificii (figura 37) permit o înaintare mai bună a pistonului în reactorul de presiune înaltă.

În procesul de comprimare are loc, numai o deformare radială a inelului de susținere, ceea ce asigură pe tot parcursul procesului de comprimare o întărire a pistonului, fără ca acesta să se distrugă (figura 40).

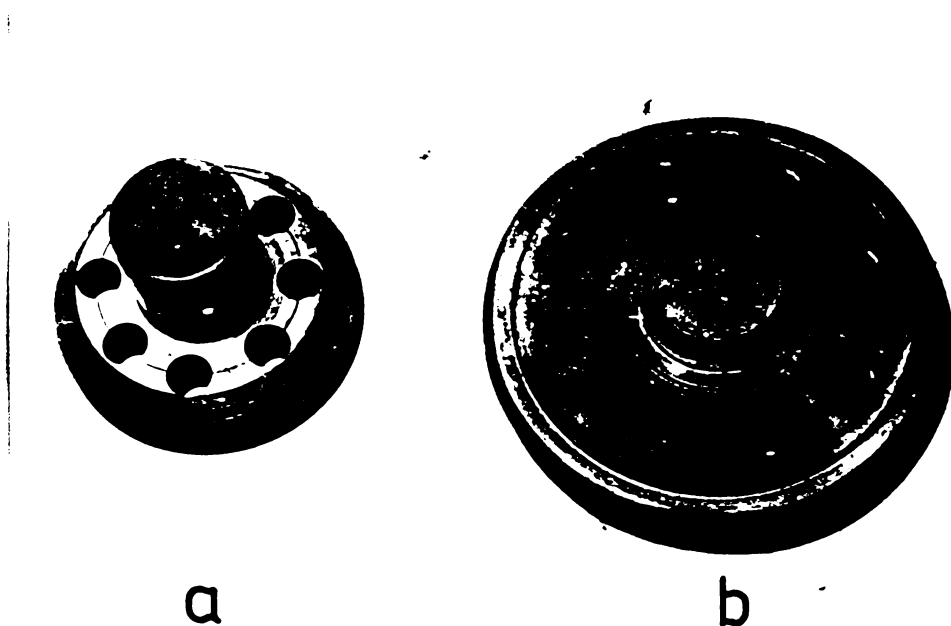


Figura 40. Piston cilindric cu inel de susținere prevăzut cu orificii

a-înainte de presare; b-după presare.

Susținerea pistonului cu inel dublu, format din oțel moale (OL 38) și talc, de grosime 15 mm și diametru exterior 30,5 mm, respectiv 60,5 mm (figura 38), a asigurat cea mai bună înaintare a pistonului în reactorul de presiune înaltă. Reducerea grosimii inelurilor de susținere în funcție de forța de presare are același alura cu a curbelor prezentate anterior, pentru celelalte tipuri de inel.

de susținere. Odata cu creșterea forței de apăsare, în cazul inelului dublu de susținere, grosimea lui se micșorează mai mult, decât în cazul celorlalte tipuri de inele de același diametru (curbele a din figurile 36 și 37).

Compararea datelor obținute cu inele diferite de susținere a pistonului cilindric din carburi metalice arată că înaintarea cea mai avansată a pistonului s-a obținut în cazul utilizării inelului dublu de susținere. În studiile efectuate în reactorul dublu de presiune înaltă s-a utilizat acest sistem de susținere a pistonului, care a rezistat fără deformări la forțe de presare pînă la circa 700 t, repartizate pe inel și pe pistonul cu diametrul de 20 mm, obținîndu-se presiuni interioare corespunzătoare tranziției bariului (Ba_{I-II} : $59 \frac{1}{2}$ kbar).

C A P I T O L U L IV

STUDII EXPERIMENTALE PRIVIND MĂSURAREA PRESIUNII ȘI TEMPERATURII ÎN REACTOARELE DE PRESIUNE ÎNALTA

O etapă importantă în cercetarea reactoarelor de presiune înaltă, realizate în laborator a constituit-o studiul privind măsurarea presiunilor și temperaturilor realizate în aceste reactoare.

1. Măsurarea presiunii

Pentru măsurarea presiunii, realizată în reactoarele studiate, s-a ales metoda indirectă, bazată pe modificarea bruscă a rezistenței electrice la transformările de fază ale unor metale (Bi, Tl, Ba) în funcție de presiune. Aceste tranziții au fost puse în evidență prin înregistrarea variației rezistenței electrice a firului metalic în funcție de presiune, respectiv de forța de presare. La o anumită forță de presare, rezistența electrică a firului prezintă o discontinuitate bruscă, ceace corespunde transformării de fază, la care se cunoaște din literatură valoarea presiunii la care aceasta are loc.

Dependența rezistenței electrice a firului metalic de forța de presare a fost măsurată continuu, fiind înregistrată de un potențiomtru [111, 150] (figura 41). Pentru sesizarea tranzițiilor de fază, caracterizate prin modificări ale rezistenței electrice, firul metalic a fost introdus în interiorul reactorului de presiune înaltă și cuprins într-un circuit electric (figura 42). Variația rezistenței firului metalic este înregistrată în mod continuu de potențiomtrul, cărui i s-a adaptat un traductor de presiune, ceea ce determină înregistrarea concomitentă a rezistenței funcție de presiune (proporțională cu forța preseii), într-un sistem X-Y continuu [111].

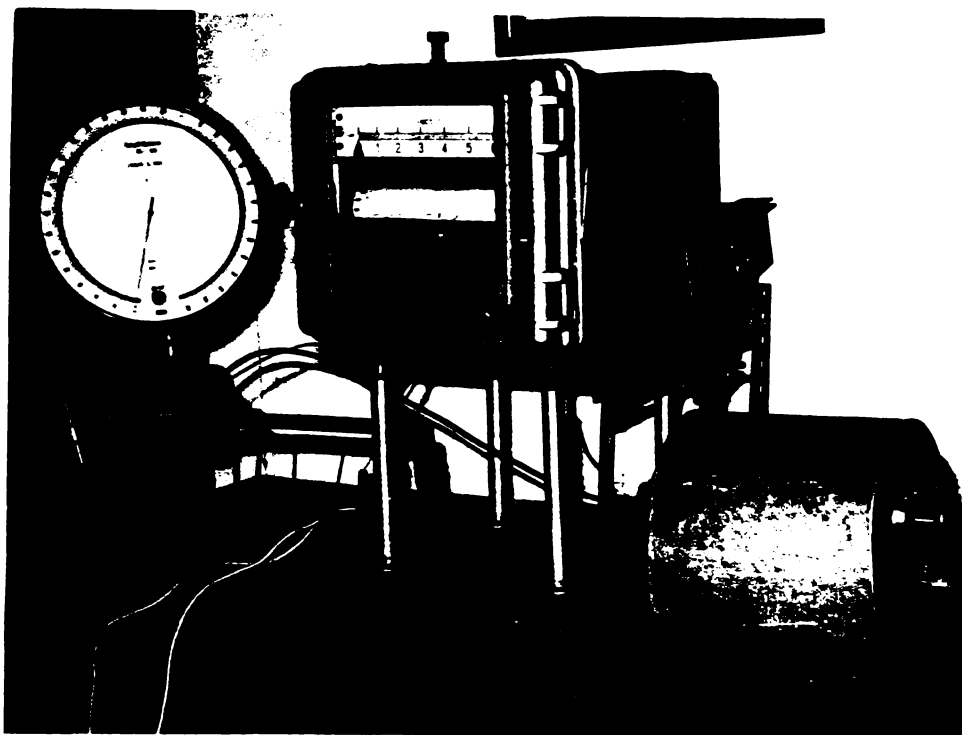


Figura 41. Ansamblul de înregistrare a rezistenței electrice în funcție de presiune

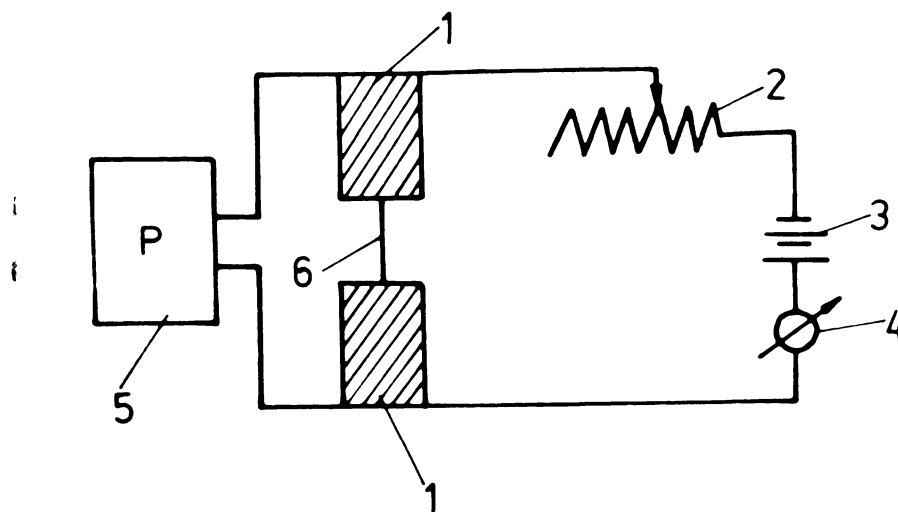


Figura 42. Schema montajului pentru măsurarea presiunii

1-pistoane; 2-rezistență reglabilă; 3-sursa de curent continuu (2V); 4-ampmetru; 5-potențiomtru înregistrator; 6-fir metalic.

Pentru repartiția uniformă a presiunii pe întreaga suprafață laterală a firului metalic, acesta s-a introdus axial într-un cilindru de clorură de sodiu (mediu cvasihidrostatic) și montat în reactorul de presiune înaltă (figura 43).

Pentru obținerea firelor metalice de diametre mici ($d=0,8-1 \text{ mm}$),

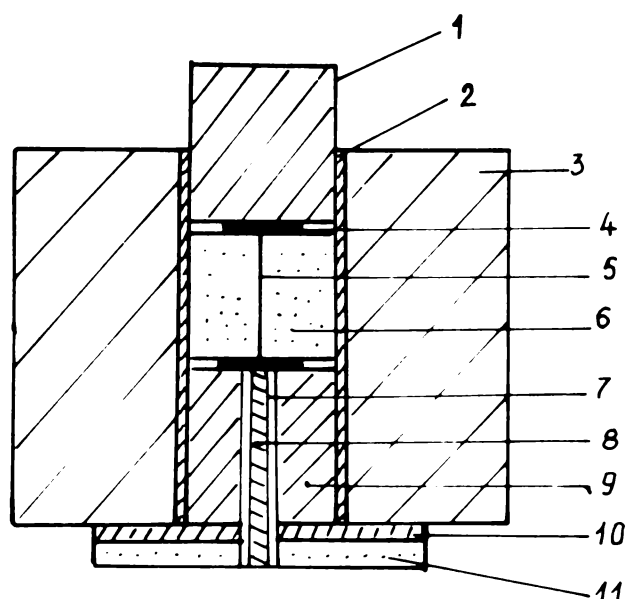


Figura 43. Reactor de presiune înaltă

1,9-pistoane;2-manșon oțel OB 38;3-reactor;4-disc de contact-cupru;5-fir metalic;6-mediu cvasihidrostatic;7-tub izolator(sticlă);8-conductor de oțel ($d=3$ mm);10-inel de oțel;11-inel izolator(talc).

s-a utilizat o tehnică pusă la punct în cadrul laboratorului. Firele de bismut s-au obținut prin injectarea în tuburi capilare de sticlă a bismutului topit, iar firele de bariu și taliiu s-au obținut prin presare în filiere calibrate. Datorită faptului că bariu și taliiu se oxidează rapid în prezența aerului, obținerea și păstrarea lor s-a făcut într-un mediu protector(ulei).

În figurile 44-46 se prezintă curbe înregistrate pentru tranzițiile $\text{Bi}_{\text{I-II}}$, $\text{Bi}_{\text{II-III}}$, $\text{Tl}_{\text{II-III}}$ și $\text{Ba}_{\text{I-II}}$, realizate într-un reactor de presiune înaltă cu diametrul 20 mm. Pe baza acestor tranziții s-a trasat curba de etalonare(figura 47), care permite aprecierea presiunii reale realizate în interiorul reactorului în funcție de forța de presare.

Curba de etalonare exprimă dependența dintre presiunea realizată în interiorul reactorului și presiunea teoretică, calculată din

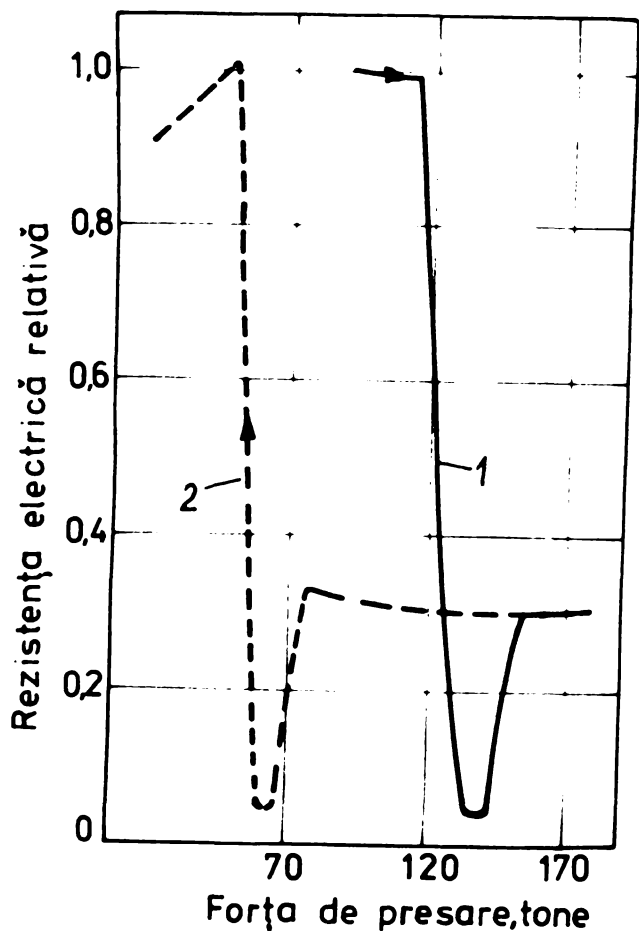


Figura 44. Variația rezistenței electrice a bismutului în funcție de forța de presare (B_{I-II} : 25,5 kbar, B_{II-III} : 26,7 kbar [125]).
1-comprimare; 2-decomprimare.

Figura 46. Variația rezistenței electrice a bariului în funcție de forța de presare (B_{I-II} : 59 kbar [111]).
1-comprimare; 2-decomprimare.

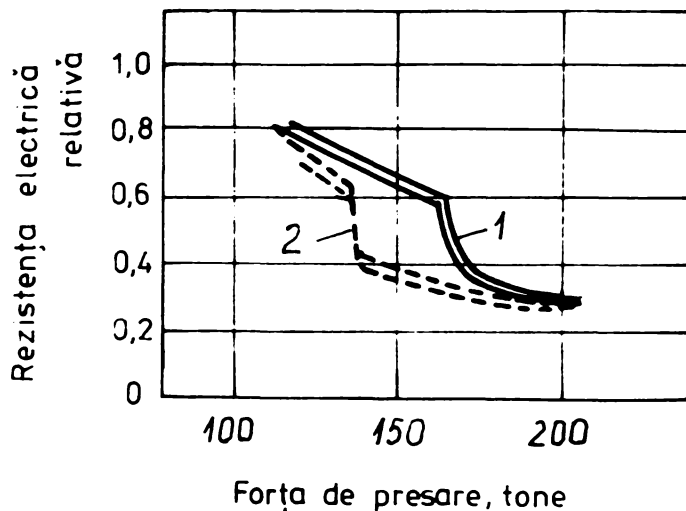
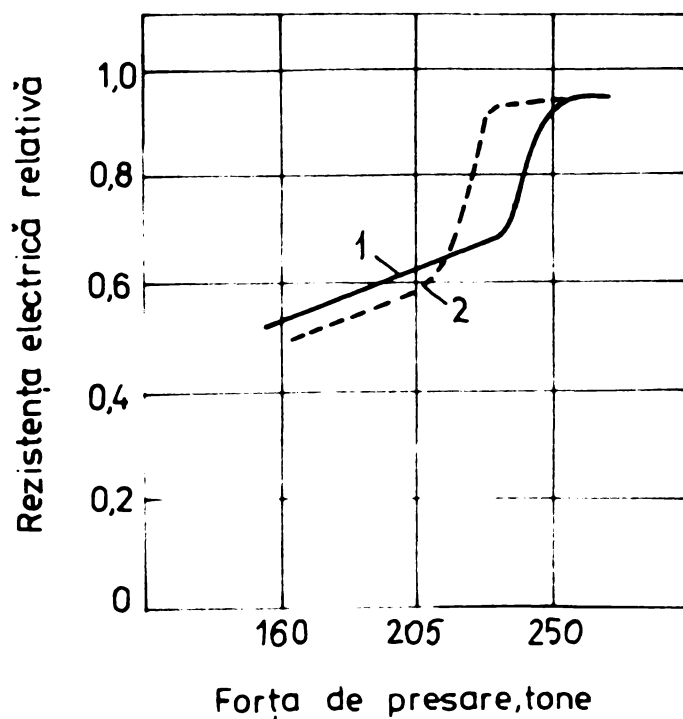


Figura 45. Variația rezistenței electrice a taliului în funcție de forța de presare (T_{II-III} : $36,7 \pm 0,3$ kbar [125]).
1-comprimare; 2-decomprimare.



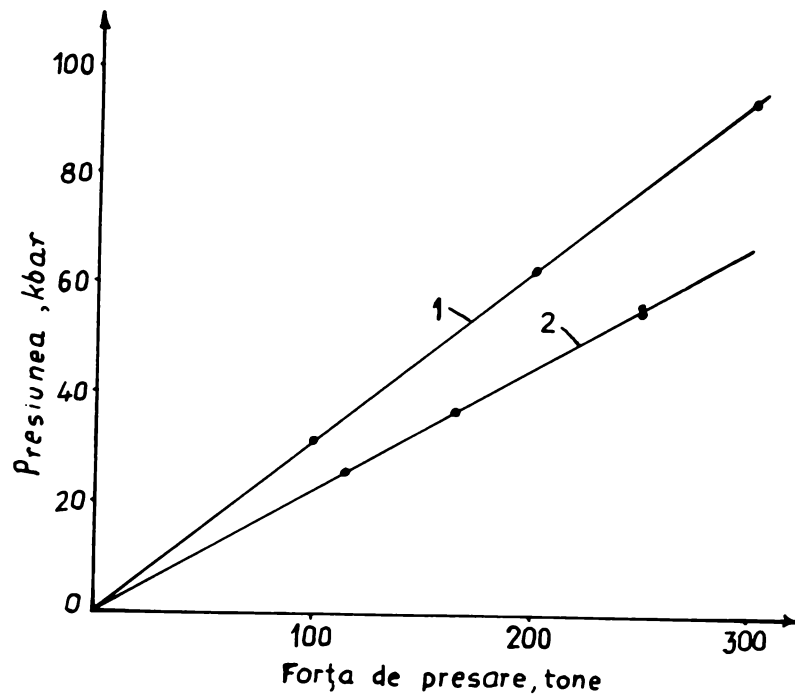


Figura 47. Dependența presiunii din reactor de forța de presare
1-curba teoretică; 2-curba reală.

forța de presare și secțiunea interioară a reactorului, curbă care depinde de forma și dimensiunile geometrice ale ansamblului reactor pistoane. Ca stare este absolut necesară etalonarea fiecărui reactor de presiune înaltă utilizat.

2. Măsurarea temperaturii

Pentru realizarea unor studii, respectiv sinteze la presiuni înalte, este necesară acțiunea combinată a presiunii și temperaturii. Temperatura înaltă se realizează de obicei prin încălzire cu ajutorul curentului electric de intensitate ridicată.

După cum s-a mai arătat (cap. I, 5), în reactoarele de presiune înaltă temperatura poate fi măsurată cu ajutorul termocuplelor, prin controlul puterii electrice consumate pentru încălzire, prin utilizarea punctelor de topire ale unor metale etc.

Studiile efectuate în prezenta lucrare asupra posibilității de măsurare a temperaturii în reactoare de presiune înaltă se referă la reactoarele în care încălzirea cu ajutorul curentului electric s-a realizat prin rezistența tubulară și rezistența de tip termocuplu.

a. Încălzire prin rezistențe tubulare [151]

În aceste studii s-au utilizat tuburi de grafit, tantal sau nichel, drept rezistențe de încălzire. În figura 48 este prezentată celula de încălzire și măsurare a temperaturii.

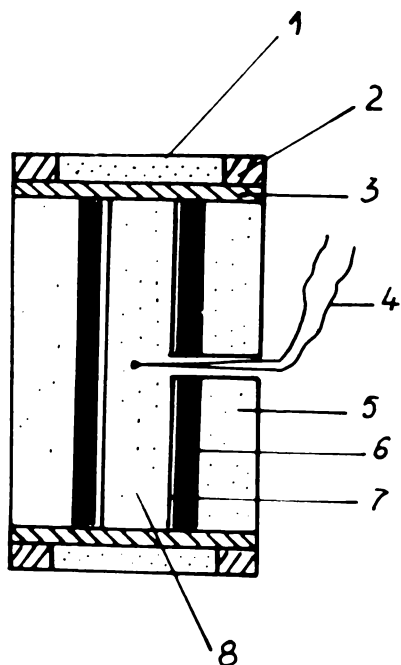


Figura 48. Celula pentru presiuni și temperaturi înalte.

1-izolator(talc);2-inele de contact(cupru);3-disc de contact(cupru);4-termocuplu Ni-CrNi;5-cilindru izolator(talc);6-tub încălzitor(grafit);7-tub metalic(Ni);8-proba.

În studiile experimentale s-a utilizat un curent electric de încălzire pînă la 1000 A, realizat cu ajutorul unui dispozitiv de transformare în două trepte prezentat în figura 49.

Un mijloc de măsurare și control al temperaturii în reactoarele de presiune înaltă cu încălzire interioară este controlul valorii puterii electrice.

Aprecierea temperaturii în cadrul studiului efectuat s-a făcut cu ajutorul termocuplului de Ni-CrNi, montat în proba comprimată și încălzită. S-a urmărit temperatura realizată în interiorul reactorului în funcția de puterea electrică de încălzire la diferite presiuni.

Rezultatele experimentale sînt prezentate în figura 50.

După cum rezultă din datele experimentale, pentru realizarea unei anumite temperaturi în reactorul de presiune înaltă este necesară o putere electrică consumată bine definită, pentru o pre-



Figura 49. Ansamblul de transformare a curentului electric

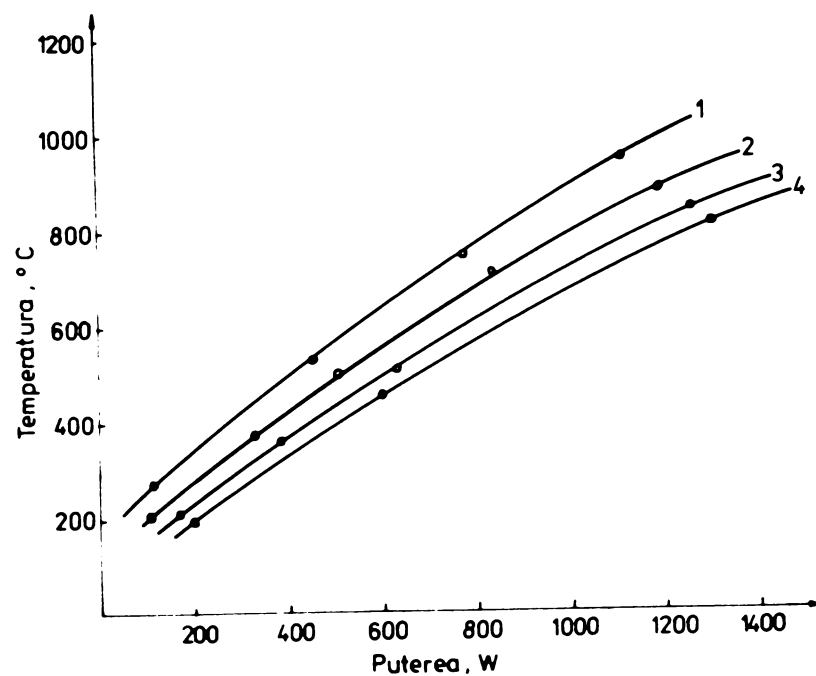


Figura 50. Dependenta temperaturii de puterea electrica consumata, la diferite presiuni (kbar)

1-10; 2-20; 3-30; 4-40.

siune data. Cu cit presiunea este mai ridicata, cu atat este necesara o putere electrica mai mare, pentru a realiza una si aceiasi tempe-

ratura.

Avind stabilită dependența dintre temperatura și puterea electrică consumată pentru un reactor dat, se poate utiliza valoarea puterii electrice pentru aprecierea temperaturii în interiorul acestui reactor de presiune înaltă.

b. încălzire prin rezistența de tip termocuplu [154]

În interiorul reactoarelor de presiune înaltă se creează în mod obișnuit cupluri generatoare de forțe termoelectromotoare: grafit-fier, grafit-nichel etc. Aceste cupluri fac parte din compunerea probei aflate în interiorul reactorului de presiune înaltă, cum ar fi în sinteza diamantului [148]. Avind în vedere aceasta s-au efectuat studii asupra posibilității măsurării temperaturii într-un reactor de presiune înaltă, în care elementul de încălzire este constituit dintr-o tijă de grafit și una de fier (rezistență tip termocuplu).

Instalația de laborator este prezentată în figura 51.

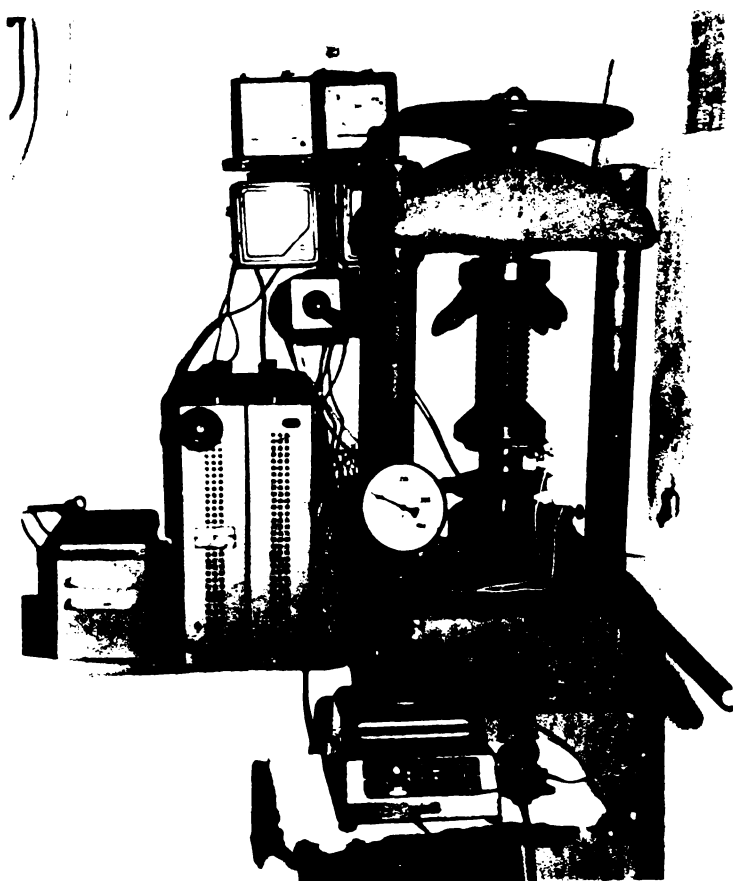


Figura 51. Instalația de laborator.

Aparatul experimental (figura 52) este format dintr-un reactor

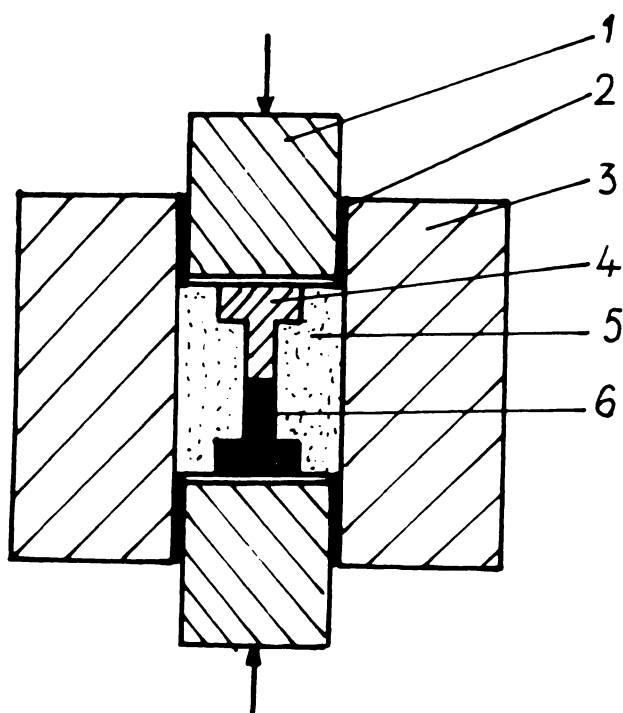


Figura 52. Reactor de presiune înaltă.

de presiune înaltă 3, prevăzut cu pistoanele cilindrice 1, izolate electric 2. Elementele de încălzire 4 și 6 sînt formate din tije de fier, respectiv grafit, izolate termic în cilindrul de talc 5. După încălzirea tijelor cu un curent electric de intensități variabile, la un anumit timp se decuplează curentul de încălzire și se cuplează tijele la un instrument sensibil de măsură.

Circuitele de încălzire și de măsură (figura 53), sînt formate

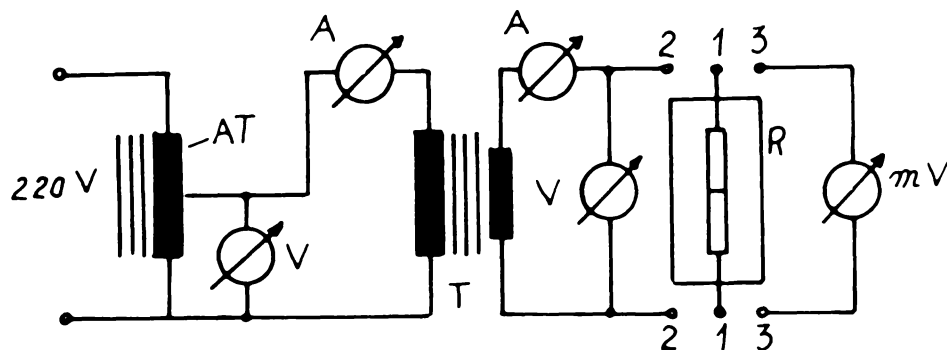


Figura 53. Circuitele de încălzire și de măsurare

din autotransformatorul AT, transformatorul coborîtor de tensiune T și ampermetrele A, respectiv voltmetrele V, care măsoară curenții și tensiunile în primar și secundar. Rezistența de încălzire R, formată din cele două tije de fier, respectiv grafit, poate fi cuplată rapid

la circuitul de încălzire prin contactele 1 și 2, respectiv la circuitul de măsură prin contactele 1 și 3. Tensiunea electromotoare este înregistrată de milivoltmetrul mV.

Pentru corelarea între tensiunea electromotoare și temperatură s-a determinat tensiunea electromotoare a termocuplului, folosit ca element de încălzire, menținând unul din capete la 100°C , iar celălalt la 20°C . La această diferență de temperatură corespunde o tensiune electromotoare de $\mu 160\text{ V}$.

Scăderea temperaturii la contactul celor două tije, de fier și grafit (micșorarea tensiunii electromotoare), este înregistrată în funcție de timp și permite extrapolarea valorilor pentru momentul întreruperii încălzirii, respectiv determinarea temperaturii realizate în interiorul reactorului de presiune înaltă.

Rezultatele experimentale sînt prezentate în figura 54.

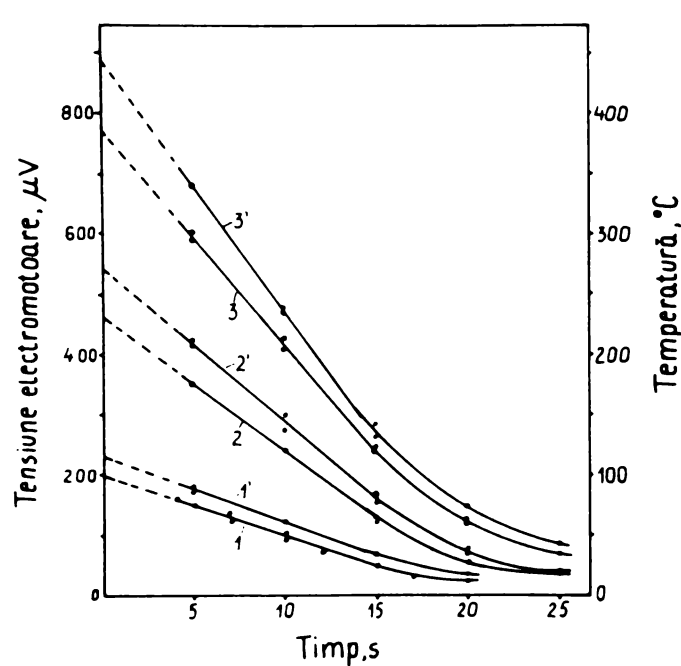


Figura 54. Dependența tensiunii electromotoare, respectiv a temperaturii din interiorul reactorului de presiune înaltă de timpul de răcire, la diferite presiuni și intensități ale curentului de încălzire.

1, 2, 3 - $p=4350\text{ bar}$; 1', 2', 3' - $p=1450\text{ bar}$;

1, 1' - 20 A ; 2, 2' - 30 A ; 3, 3' - 40 A .

din datele experimentale se observă, în prima parte a procesului

de răcire, o dependență liniară a tensiunii electromotoare, respectiv a temperaturii de timpul de răcire, pîna la aproximativ 10-15 secunde. In perioada următoare a răcirii dependența este semilogaritmică (figurile 55 și 56).

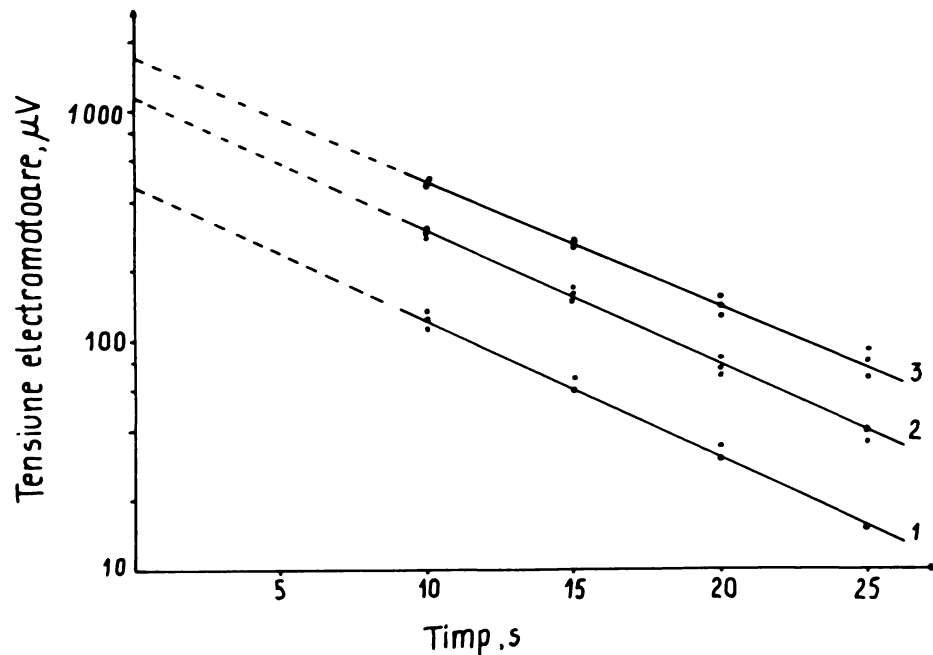


Figura 55. Dependența tensiunii electromotoare de timpul de răcire (a doua perioadă de răcire), la presiunea de 1450 bar și diferite intensități ale curentului electric de încălzire.

1-20 A; 2-30 A; 3-40 A.

Pentru porțiunea liniară a curbelor experimentale (prima perioadă de răcire) se obțin relații între temperatura t și timpul de răcire τ , de forma:

$$t = a - b \tau$$

în care a și b sînt constante.

Valorile constantelor a și b depind de curentul de încălzire și de presiune (tabela 9). Constanta a reprezintă temperatura (extrapolată) realizată în interiorul reactorului de presiune înaltă, la o anumită presiune și intensitate a curentului electric.

La un timp de răcire mai mare de 10 secunde (a doua perioadă de răcire), apare un regim regulat de răcire, cunoscut din transferul de căldură [157, 158] și dependența semilogaritmică dintre tempera

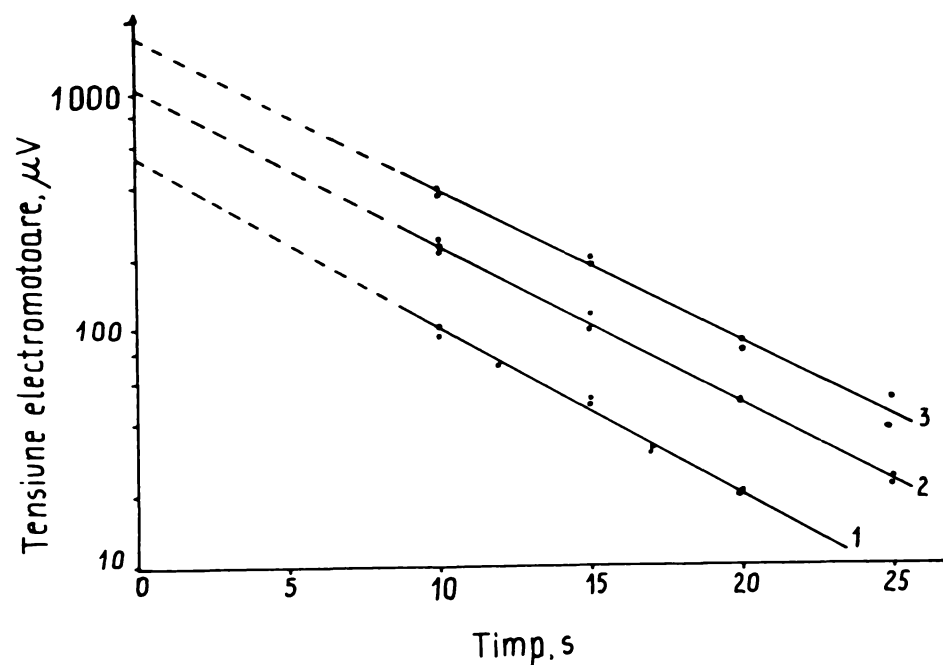


Figura 56. Dependența tensiunii electromotoare de timpul de răcire (a doua perioadă de răcire), la presiunea de 4350 bar și diferite intensități ale curentului electric de încălzire.

1-20A; 2-30A; 3-40 A.

Tabela 9. Valorile constantelor a și b

Presiunea, bar	Intensitatea curentului electric, A	a	b
1450	20	115	5,50
	30	272,5	12,75
	40	445	21
4350	20	100	5
	30	232,5	11,25
	40	387,5	18

tură și timpul de răcire, poate fi exprimată prin relații de forma:

$$t = C_1 e^{-C_2 T}$$

în care C_1 și C_2 sînt constante.

Valorile constantelor C_1 și C_2 depind de curentul de încălzire și presiune, pentru un anumit tip constructiv al reactorului de presiune înaltă (tabela 10).

Tabela 10. Valorile constantelor C_1 și C_2

Presiunea, bar	Intensitatea curentului electric, A	C_1	$\frac{C_2}{2,303}$
1450	20	235	16,5
	30	575	42,5
	40	850	61
4350	20	265	21,5
	30	525	41,25
	40	850	65,5

In concluzie, în cazul în care rezistența de încălzire este formată din două tije din materiale diferite (grafit-fier, tip termocuplu), după întreruperea încălzirii se poate determina scăderea tensiunii electromotoare (temperaturii) în timp și prin extrapolare temperatura realizată în interiorul reactorului de presiune înaltă.

C A P I T O L U L V

MODELAREA ELECTRICĂ A PROCESULUI DE TRANSFER DE CALDURĂ PRIN CONDUCTIVITATE ÎN REACTOARE DE PRESIUNE ÎNALTA [153]

Pentru realizarea temperaturilor ridicate în reactoarele de presiune înaltă, una din metodele utilizate constă în încălzirea electrică a unui tub din grafit, aflat în interiorul reactorului. În acest caz se pune problema studierii transferului de căldură prin conducție, respectiv cunoașterea câmpului de temperatură în reactorul de presiune înaltă.

Transferul de căldură prin conducție, la tuburile încălzite electric prin capete, constituie o problemă complexă, întrucât pe lângă transferul căldurii în lungul tubului, mai are loc un transfer de căldură radial spre exteriorul și interiorul tubului încălzit electric (figura 57).

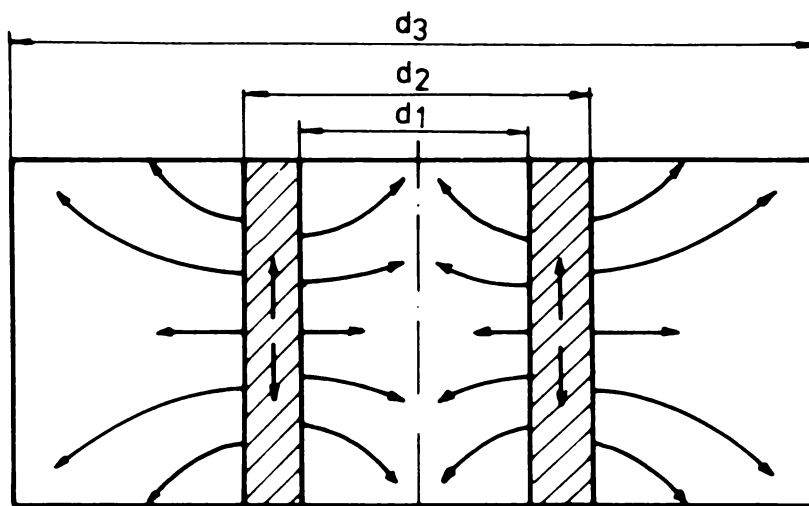


Figura 57. Schema procesului de transfer de căldură la un tub încălzit electric.

d_1 - diametrul interior al tubului;

d_2 - diametrul exterior al tubului;

d_3 - diametrul reactorului de presiune înaltă.

Transferul de căldură prin conducție în regim staționar poate

fi exprinat prin ecuația diferențială a lui Fourier în forma:

$$\left(\frac{\partial^2 t}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} \right) + \frac{q_v}{\lambda_t} = 0$$

unde:

t -temperatura, grd;

x, y, z -coordonatele spațiale, m ;

q_v -energia calorică pe unitatea de volum dezvoltată de cilindrul încălzit electric, W/m³ ;

λ_t -conductivitatea termică a cilindrilor încălzit electric, W/m.grd.

Rezolvarea analitică a ecuației lui Fourier duce la soluții complexe [159, 160]. Pentru rezolvarea ei s-a recurs la o analogie electro-termică, utilizând metoda modelării electrice în băi de electroliți.

1. Modelarea în băi de electroliți [161, 162]

Metoda modelării în băi de electroliți se bazează pe utilizarea conductivității ionice a electrolitului. Avantajele acestei modelări, în comparație cu modelarea în solid, constau într-o mare uniformitate a mediului lichid în comparație cu semiconductorii solizi în posibilitatea de executare a modelelor de dimensiuni mari, ceea ce dă o exactitate mare a modelării și patrunderea ușoară în lichid la punctele interioare ale domeniului, la modelarea câmpurilor în volum. De asemenea marimile termice se deduc din cele electrice, care se măsoară cu o precizie mai mare și care sînt mai ușor de studiat și măsurat experimental.

Analogia electro-termică stabilită este următoarea [163]:

-temperatura θ corespunde tensiunii U ;

-diferența de temperatură $\Delta\theta$, corespunde diferenței de potențial ΔU ;

- conductivitatea termică λ corespunde conductivității electrice \mathcal{L} ;
- încarcarea termică q corespunde intensității curentului electric I .

Din figura 57 se observă ca fenomenul de transfer de caldura este simetric în desfășurarea lui, de la mijlocul tubului încălzit electric, unde temperatura este maximă, spre capete unde temperatura este minimă. Prin urmare se poate modela jumătate din reactorul de presiune înaltă.

a. modelul termic

În figura 58 este prezentat modelul termic simplificat

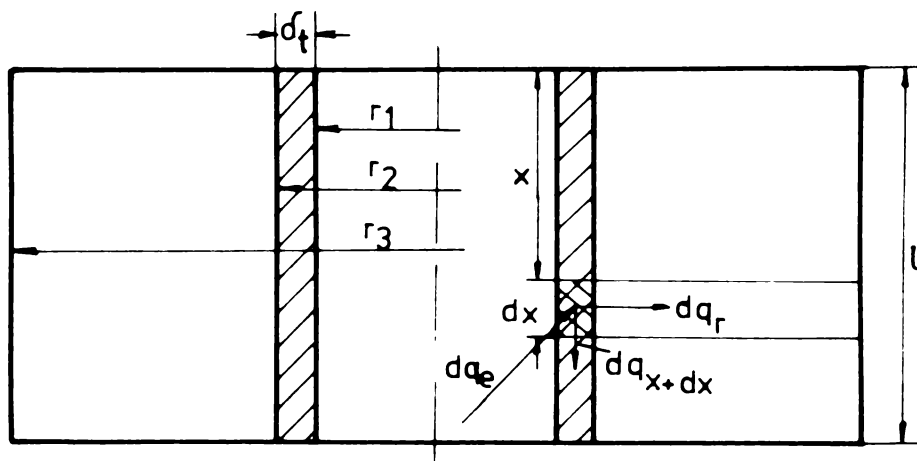


Figura 58. Modelul termic simplificat

- r_1 - raza interioară a tubului încălzitor, m ;
- r_2 - raza exterioară a tubului încălzitor, m ;
- r_3 - raza exterioară a izolației, m ;
- q_x - încărcarea termică transmisă longitudinal, W/m^2 ;
- q_e - încărcarea termică degajată, W/m^2 ;
- q_r - încărcarea termică transmisă radial prin izolație, W/m^2 ;
- δ_t - grosimea peretelui tubului încălzitor, m ;
- l - lungimea tubului încălzitor, m.

Ecuația bilanțului termic pentru un element infinitesimal de tub și material izolant înconjurător este:

$$dq_e = dq_{x+dx} + dq_r \quad (1)$$

unde:

$$dq_e = R_t I^2 = I^2 \rho_t \frac{dx}{2\pi r_m \delta_t} \quad (2)$$

unde:

R_t - rezistența electrică, Ω ;

I - intensitatea curentului de încălzire, A ;

ρ_t - rezistivitatea electrică a tubului încălzitor, $\Omega \cdot m$;

r_m - raza medie a tubului încălzitor, ($r_m = 0,5(r_1 + r_2)$), m ;

$$dq_{x+dx} = -\lambda_t \frac{d^2\theta}{dx^2} dx \cdot 2\pi r_m \delta_t \quad (3)$$

unde:

λ_t - conductivitatea termică a tubului încălzitor, W/m.grd ;

δ_t - grosimea peretelui tubului încălzitor ($\delta_t = r_2 - r_1$), m ;

$$dq_r = \lambda_{iz} \frac{d\theta}{dr} dx \cdot 2\pi r_{miz}$$

$$dq_r = \lambda_{iz} \frac{\theta}{1,3 r_3 - r_2} dx \cdot 2\pi r_{miz} \quad (4)$$

unde:

λ_{iz} - conductivitatea termică a izolației, W/m.grd ;

r_{miz} - raza medie a izolației ($r_{miz} = \frac{r_3 - r_2}{2,3 \lg \frac{r_3}{r_2}}$), m ;

În urma înlocuirii marilor stabilite (ecuațiile 2,3,4) și rezolvării ecuației 1, rezultă:

$$\frac{d^2\theta}{dx^2} - c_1 \theta = -c_2 \quad (5)$$

această ecuație admite soluția:

$$\theta = \frac{c_2}{c_1} \left(1 - \frac{\text{ch} \sqrt{c_1} \cdot x}{\text{ch} \sqrt{c_1} \cdot l} \right) \quad (6)$$

În cazul limitelor de integrare:

$$x = 0 ; \theta = \theta_0 ; \quad \frac{d\theta}{dx} = 0 ; \quad x = l ; \theta = 0$$

constantele c_1 și c_2 au forma:

$$c_1 = \frac{\lambda_{1z}}{\lambda_t} \cdot \frac{r_{m1z}}{r_m \delta_t (r_3 - r_2)} \quad (7)$$

$$c_2 = \frac{I^2 \rho_t}{4\pi^2 r_m^2 \delta_t^2 \lambda_t} \quad (8)$$

b. Modelul electric

In figura 59 se prezintă modelul electric simplificat.

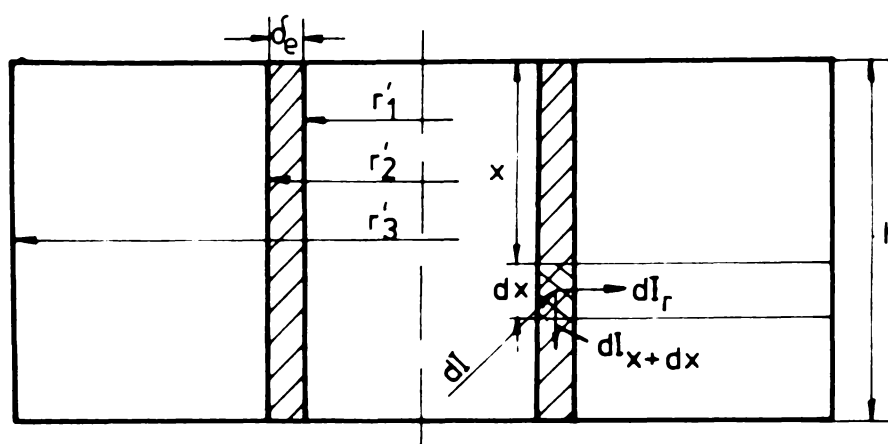


Figura 59. Modelul electric simplificat

r_1' - raza interioara a electrodului interior, m ;

r_2' - raza exterioara a electrodului interior, m ;

r_3' - raza exterioara a electrodului exterior, m ;

δ_e - grosimea electrodului interior, m ;

h - înalțimea electrodului interior, m ;

I - intensitatea totala a curentului ce trece prin modelul electric, A ;

I_r - intensitatea curentului ce trece radial prin electrolit, A ;

I_x - intensitatea curentului ce trece longitudinal prin electrodul interior, A.

Se admite o ecuație de bilanț electric, analoaga ecuației de bilanț termic, scrisa pentru un element infinitesimal de electrod și electrolit:

$$dI = dI_{x+dx} + dI_r \quad (9)$$

unde:

$$dI = \frac{I}{h} dx \quad (10)$$

$$dI_{x+dx} = -\mathcal{X}_e \frac{d^2U}{dx^2} dx \cdot 2\pi r_{me} \cdot \delta_e \quad (11)$$

unde:

\mathcal{X}_e - conductivitatea electrica a electrodului interior, $\Omega^{-1} \cdot m^{-1}$;

r_{me} - raza medie a electrodului interior, $r_{me} = 0,5(r_1' + r_2')$, m.

$$dI_r = -\mathcal{X}_{el} \frac{dU}{dr} \cdot 2\pi r_{mel} \cdot dx = \mathcal{X}_{el} \frac{U}{r_3' - r_2'} dx \cdot 2\pi r_{mel} \quad (12)$$

unde:

\mathcal{X}_{el} - conductivitatea electrica a electrolitului, $\Omega^{-1} \cdot m^{-1}$;

r_{mel} - raza medie a electrolitului, $r_{mel} = \frac{r_3' - r_2'}{2,3 \lg \frac{r_3'}{r_2'}}$, m :

In urma rezolvarii ecuației (9) rezultă:

$$\frac{d^2U}{dx^2} - K_1 U = -K_2 \quad (13)$$

ecuație care admite soluția:

$$U = \frac{K_2}{K_1} \left(1 - \frac{\text{ch} \sqrt{K_1} \cdot x}{\text{ch} \sqrt{K_1} \cdot h} \right) \quad (14)$$

Pentru aceleași limite de integrare expresiile constantelor

sînt:

$$K_1 = \frac{\mathcal{X}_{el}}{\mathcal{X}_e} \cdot \frac{r_{mel}}{r_{me} \cdot \delta_e (r_2' - r_1')}, \quad K_2 = \frac{I}{\mathcal{X}_e \cdot 2\pi r_{me} \delta_e \cdot h} \quad (15)$$

Ecuațiile modelului termic (6) și a modelului electric (14) similare, reprezentate grafic în coordonate $\theta = f(x)$ și $U = f(x)$, dau două curbe identice ca formă (figura 60).

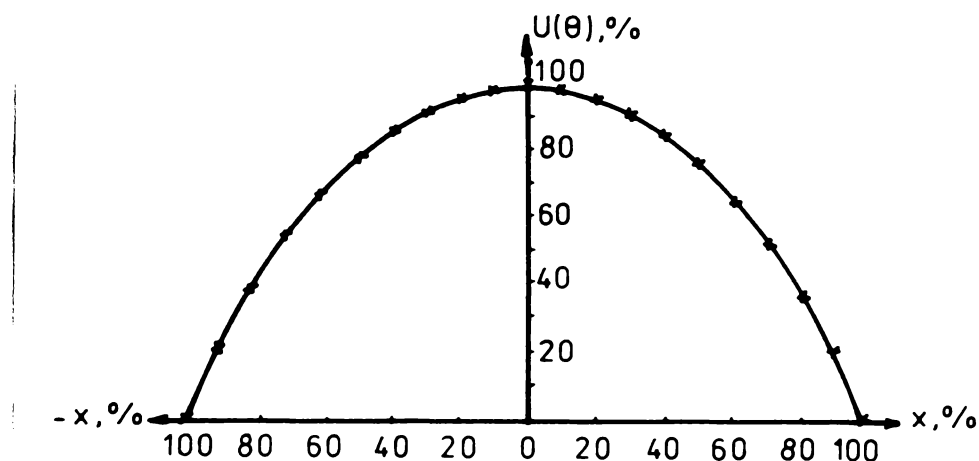


Figura 60. Dependența $\theta = f(x)$ și $U = f(x)$

c. Condiții de similitudine

Considerentele teoretice stabilite asupra modelelor termic și electric, permit să se construiască modelul electric, similar modelului termic. Astfel s-a ales pentru studii experimentale un model electric cu băi de electroliți.

Construcția modelului electric cu băi de electroliți necesită respectarea următoarelor condiții:

- similitudine geometrică și electro-termică ;
- utilizarea unor electrozi corespunzători electrolitului ales;
- alimentarea cu curent alternativ pentru evitarea polarizării electrozilor ;
- utilizarea unei căderi de potențial mai mare decât potențialul de electrod.

Pentru realizarea similitudinii geometrice este necesar să se asigure egalitățile:

$$A = \frac{d_3'}{d_3} = \frac{d_1'}{d_1} = \frac{h}{l} \quad (16)$$

unde:

- d_3' -diametrul electrodului exterior, m ;
- d_3 -diametrul exterior al izolației (model termic), m ;
- d_1' -diametrul electrodului interior, m ;
- d_1 -diametrul tubului încălzitor, m ;

h -înălțimea electrodului interior, m;

l -lungimea tubului încălzitor, m ;

Pentru realizarea similitudinii electro-termice este necesar să se asigure următoarele egalități:

$$\frac{R_t}{R_e} = \frac{\rho_{iz}}{\rho_{el}} \quad (17)$$

unde:

R_t - rezistența termică a tubului încălzitor, grad/W ;

R_e - rezistența electrică a electrodului interior, Ω ;

ρ_{iz} - rezistivitatea termică a izolației, $\text{m}\cdot\text{grad}/\text{W}$;

ρ_{el} - rezistivitatea electrică a electrolitului, $\Omega\cdot\text{m}$.

d. Instalația de laborator și modul de lucru

Ținând seama de condițiile de similitudine geometrică și electro-termică, pentru modelarea transferului de căldură din reactorul de presiune ridicată, s-a construit instalația experimentală prezentată în figurile 61 și 62.

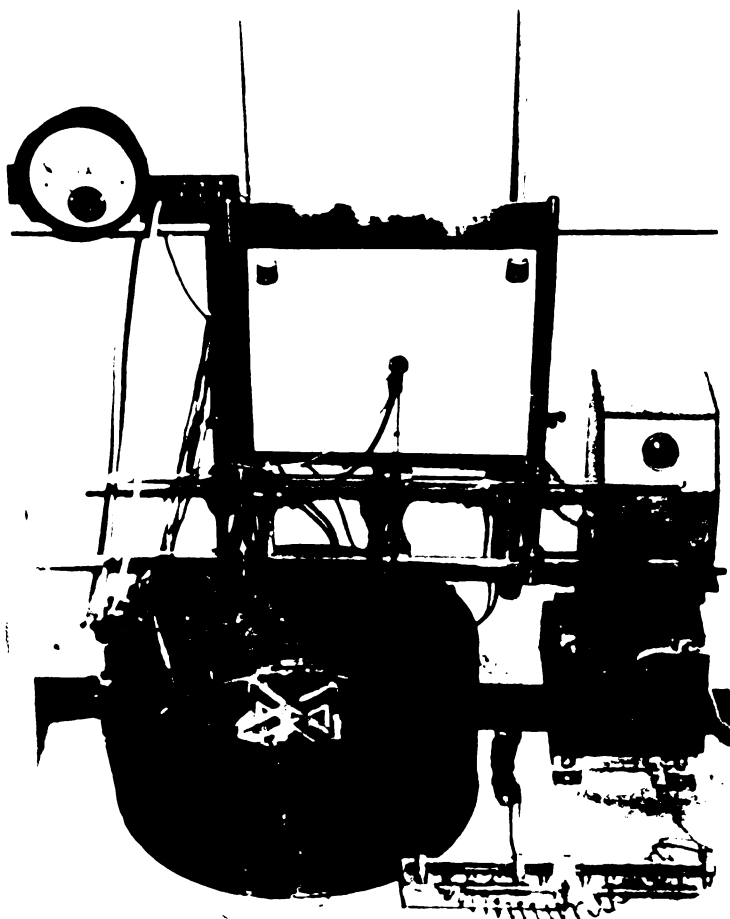


Figura 61. Instalația experimentală pentru modelarea electrică a transferului de căldură din reactorul de presiune înaltă.



Figura 62. Electrozi spirală din bandă Cr-Ni

Principiul și schema de funcționare a modelului electric sînt prezentate în figura 63.

Instalația de modelare electrică este formată dintr-un vas cilindric din material izolant (polietilena) , în care se găsește electrodul circular exterior (cupru), electrolitul (soluție de sulfat de cupru 0,438 g/l), electrodul spiral, care modelează tubul de încălzire, electrodul placă (cupru), și sonda cu fir de platină. În exteriorul vasului se află rezistențele aditive, utilizate pentru realizarea aceluiași valori ale curentului la intrarea în spirală, cutia cu rezistențe cu ajutorul căreia se dezechilibrează puntea. Întreaga instalație se alimentează cu curent electric de la rețea, prin intermediul unui transformator. Instalația este prevăzută cu un miliampermetru pentru verificarea curenților pe circuite și cu o placă panou pe care se fixează hîrtia pentru înregistrarea curbe-

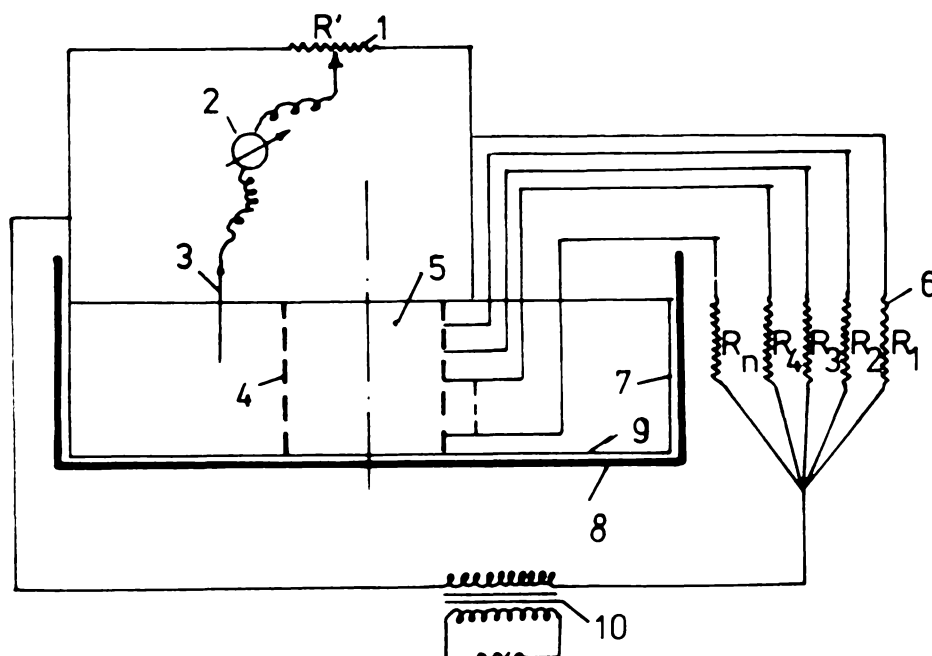


Figura 63. Schema de funcționare a modelului electric

- 1- cutie cu rezistențe; 2- instrument de nul;
- 3- sondă cu fir de platină; 4- electrod spiral;
- 5- electrolit; 6- rezistențe aditive; 7- electrod circular exterior; 8- vas cilindric izolant;
- 9- electrod placă; 10- transformator.

lor echipotențiale (figura 61).

Din motive constructive și funcționale, electrodul cilindric interior este format dintr-o spirală subțire, iar alimentarea cu curent a spirei se realizează prin puncte. Pentru a obține curenți egali la intrările pe spira se folosesc rezistențele aditive exterioare (figura 63).

Întregul montaj electric este conceput sub forma unui circuit în punte. Diagonala punții este formată din sonda cu fir de platină cu ajutorul căreia se determină punctele cu același potențial și un instrument de măsură, care este indicator de zero cu ochi magic. Cutia de rezistențe prezintă nouă poziții fixe pentru diverse valori ale rezistențelor astfel alese încât să se realizeze desechilibrări ale punții de 10, 20, ..., 90 % din diferența totală de poten-

țial aplicată între capetele electrodului interior și între electrodul interior și cel exterior. Reechilibrând puntea, prin schimbarea poziției sondei în masa de electrolit și înregistrând punctele astfel obținute, se obțin curbele, care reprezintă 10, 20, ... 90% din diferența totală de potențial. Datele experimentale sînt înregistrate pe o hîrtie milimetrică fixată pe panoul de înregistrare.

Modul de lucru a fost următorul. S-a închis circuitul electric al instalației aplicîndu-se în acest mod între capetele electrodului interior și între electrodul interior și electrodul exterior o diferență de potențial proporțională cu diferența de temperatură similară, existentă în modelul termic. Pentru o poziție oarecare a diagonalei punții pe cutia cu rezistențe se caută cu ajutorul sondei toate punctele de potențial constant din masa de electrolit. Poziția acestor puncte se înregistrează pe hîrtia milimetrică, Unind printr-o curbă punctele rezultă curba izopotențială. Operația se repetă pentru fiecare din cele nouă poziții ale cutiei cu rezistențe. Se obțin astfel curbele izopotențiale de 10, 20, ... 90% din diferența totală de potențial, aplicată asupra electrodului interior și asupra electrodului exterior.

Curbele echipotențiale corespund curbelor izoterme din modelul termic. Pe baza datelor experimentale s-a stabilit variația căderii de potențial pe înălțimea spirei, respectiv variația temperaturii pe înălțimea tubului încălzitor.

e. Exemplu de calcul pentru repartiția temperaturii în interiorul unui reactor de presiune înaltă

Calculul s-a efectuat pentru un reactor de presiune înaltă, a cărui schiță este prezentată în figura 64.

Dimensiunile geometrice, constantele termice și electrice ale modelului termic respectiv electric, sînt prezentate în tabela 11.

Pe baza relației 16 și a figurii 64 s-au stabilit rapoartele

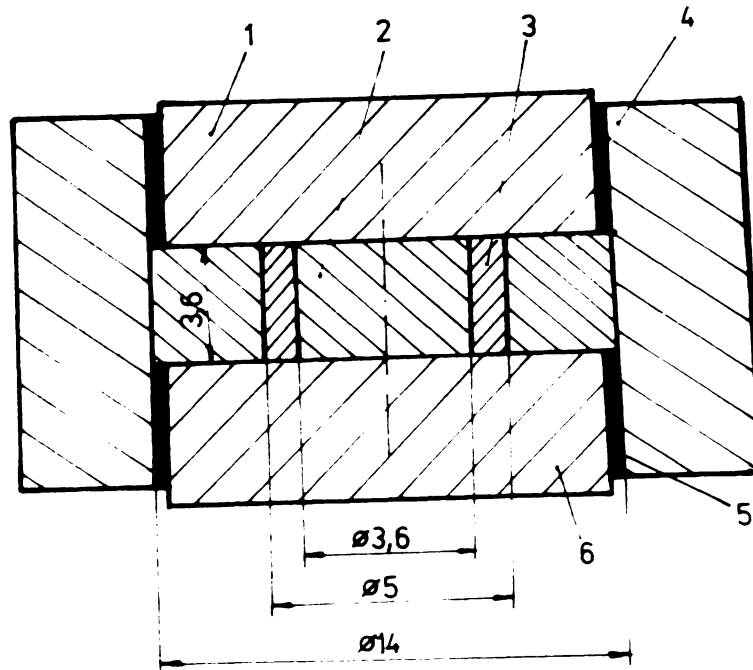


Figura 54. Schema reactorului de presiune înaltă

1,6- pistoane cilindrice; 2- material izolator (talc);
3- tub încălzitor (grafit); 4- reactor; 5- izolație
electrică.

Tabela 11. Dimensiunile geometrice și constantele termo-electrice

Dimensiuni și constante	Unitate de masură	Model termic	Model electric
r_1, r_1'	m	$1,8 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2}$
r_2, r_2'	m	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$5,04 \cdot 10^{-2}$
r_3, r_3'	m	$7 \cdot 10^{-3}$	$19,5 \cdot 10^{-2}$
l, h	m	$1,8 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2}$
λ_r (grafit) [10^4]	W/m.grd.	110,5	
λ_{iz} (talc) [10^4]	W/m.grd.	5,20	
ρ_{tub} (grafit)	$\Omega \cdot m$	$2,13 \cdot 10^{-5}$	
I	A	1000	
λ_e	Ω		10

de similitudine geometrică. Cu ajutorul relației 17 s-a stabilit raportul de similitudine electro-termică, din care a rezultat rezistivitatea electrică a electrolitului. Avînd valoarea rezistivității e-

lectrice a electrolitului s-a stabilit concentrația necesară a electrolitului. Cu ajutorul modelului electric s-au determinat curbele echipotențiale similare cu curbele izoterme din modelul termic. Datele experimentale sînt prezentate în figura 65.

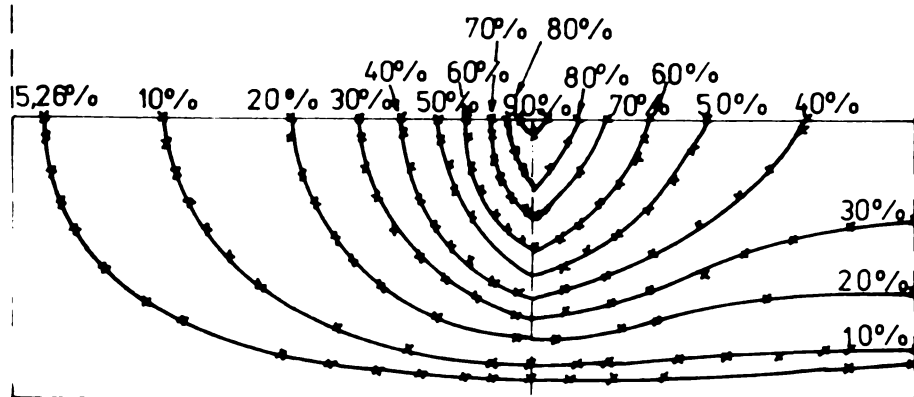


Figura 65. Diagrama curbelor echipotențiale

Cu ajutorul relației 6 și datelor din tabela 11 se determină temperatura maximă în mijlocul cilindrului încălzitor: $\theta_{\max} = 3510^{\circ}\text{C}$. Folosind această valoare și valorile de pe curbele echipotențiale (izoterme) determinate experimental (figura 65), se calculează variația reală a temperaturii în lungul tubului încălzitor. Datele obținute sînt prezentate în tabela 12 și figura 66 (curba 2).

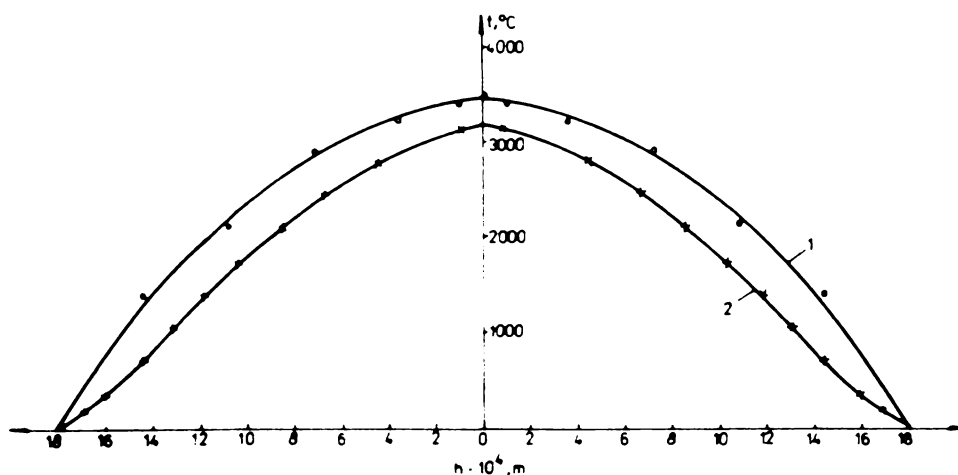


Figura 66. Repartiția temperaturii dealungul tubului încălzitor

1- curba calculată ; 2- curba experimentală.

Datele calculate analitic cu ajutorul relației 6, privind repartiția temperaturii în lungul tubului încălzitor, sînt prezentate

Tabela 12. Variația reală a temperaturii în lungul tubului încălzitor, determinată pe baza izotermelor experimentale (figura 65).

Temperatura		Înălțimea h	
x	°C	x	m.10 ⁴
0	0	100	18
5	175	94	16,9
10	351	89	16
20	702	80	14,4
30	1053	73	13,1
40	1404	66	11,9
50	1755	57	10,3
60	2106	47	8,5
70	2457	37	6,7
80	2808	25	4,5
90	3159	5	0,9
100	3200	0	0

în tabela 13 și figura 66 (curba 1). Comparând cele două curbe (figura 66), se constată o concordanță bună între datele calculate și cele

Tabela 13. Repartiția temperaturii în lungul tubului încălzitor determinată analitic (relația 6).

x.10 ⁴ ,m	ch $\sqrt{C_1} \cdot x$	$1 - \frac{ch \sqrt{C_1} \cdot x}{ch \sqrt{C_1} \cdot l}$	e, °C
0	1	0,03	3510
1	1,00067	0,029	3400
3,6	1,00241	0,027	3210
7,2	1,00481	0,0249	2910
10,8	1,0118	0,018	2110
14,4	1,019	0,012	1400
18	1,34	0,0	0

Constantele C_1 și C_2 au valorile: $C_1 = 1,8 \cdot 10^4$ și $C_2 = 2,11 \cdot 10^9$

le experimentale, privind repartiția temperaturii în lungul tubului încălzitor. Se constată că temperatura maximă reală este ceva mai mică decât temperatura calculată analitic (aproximativ cu 10%), dato-

rită construcției simplificate a modelului electric, cît și datorită faptului că la calculul analitic s-a neglijat transferul de căldură către interiorul tubului încălzitor.

Curbele echipotențiale, respectiv izotermele, determinate experimental pentru întreg reactorul de presiune înaltă (figura 67) corespund suprafețelor izoterme formate în volumul reactorului, care permit determinarea câmpului de temperatură în întreg reactorul de presiune înaltă. Această repartiție a suprafețelor izoterme, respectiv a câmpului de temperatură, a fost confirmată ulterior și de alți cercetători [140].

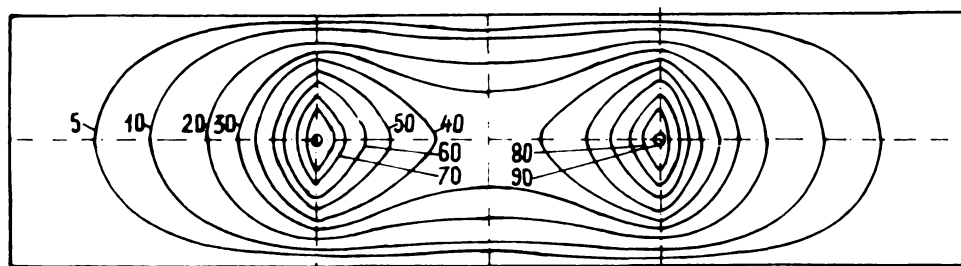


Figura 67. Izotermele pentru întreg reactorul de presiune înaltă (cifrele reprezintă procente din temperatura maximă la mijlocul tubului încălzitor).

În concluzie se poate preciza că pe baza similitudinii geometrice și electro-termice se pot construi modele electrice, care să redea bine procesul de transfer de căldură în reactoarele de presiune înaltă. Cu ajutorul curbelor echipotențiale (izoterme), se poate stabili temperatura în orice punct al reactorului, dacă se cunoaște temperatura într-un punct anumit (de exemplu în centrul tubului încălzitor), temperatura ce poate fi calculată analitic cu relația 6. Deasemenea se poate cunoaște câmpul de temperatură în întreg reactorul de presiune înaltă.

C A P I T O L U VI

CONCLUZII

În laborator s-au efectuat studii privind reactoarele de presiune înaltă cu pistoane cilindrice.

Rezultatele lucrării sînt următoarele:

1. S-au studiat mai multe variante constructive de reactoare de presiune înaltă cu pistoane cilindrice: reactoare cu un singur piston de înaintare, reactoare cu două pistoane de înaintare, reactoare duble, folosind pentru acestea materiale indigene de construcție.

2. Reactorul cu un singur piston de înaintare, construit din oțel C120, tratat termic și fretat într-un inel de susținere, asigură o repartiție uniformă a forței pe secțiunea celulei, un randament bun de utilizare a acesteia și poate fi utilizat pentru studii la presiuni pînă la 30 kbar.

3. Utilizarea pistoanelor cilindrice de presiune înaltă din carburi metalice, în cazul reactoarelor cu un singur piston de înaintare, asigură realizarea presiunilor pînă la 40 kbar și pot fi utilizate pentru un ciclu mai mare de experiențe.

4. Pistoanele cilindrice atît cele din oțel C-120 cît și cele din carburi metalice, rezistă mai bine dacã sînt susținute la ambele capete.

5. Reactoarele de presiune înaltă cu două pistoane cilindrice de înaintare (din carburi metalice) permit realizarea unui volum de lucru mai mare și a presiunilor pînă la 40 kbar, ele sînt însă mai complexe din punct de vedere constructiv decît reactoarele cu un singur piston de înaintare.

6. Reactorul dublu de presiune înaltă, multiplu susținut în cilindrii fretați, cu piston de înaintare (carbura de wolfram) susți-

nut pe toata lungimea permite realizarea unui volum de lucru mai mare și a unor presiuni de circa 60 kbar.

7. Materialele indigene utilizate în studiile de laborator au dat rezultate bune, comparabile cu cele indicate de literatura de specialitate.

8. Studiile efectuate asupra susținerii pistoanelor cilindrice din oțeluri aliate au arătat că prin reducerea lungimii nesprinjinite a pistoanelor ($d = 20 \text{ mm}$), are loc o creștere substanțială a rezistenței la sfârșire și se pot realiza în reactorul de presiune înalta presiuni pînă la 60 kbar .

9. Susținerea pistonului cilindric pe toata lungimea lui (în cazul reactorului dublu) cu inel dublu (talc și oțel OL 38), a permis înaintarea cea mai avansată a pistonului în cele două spații de lucru ale reactorului, întreg sistemul a rezistat fără deformări la forțe de presare de circa 700 t, obținîndu-se presiuni interioare de circa 60 kbar.

10. S-a stabilit o metoda de masurare a presiunii, bazată pe modificare bruscă a rezistenței electrice la transformările de fază ale unor metale în funcție de presiune, prin înregistrare continuă.

11. S-au stabilit metode de masurare a temperaturii în interiorul reactoarelor de presiune înalta în cazurile în care încălzirea se realizează prin rezistențe tubulare sau prin rezistențe de tip termocuplu.

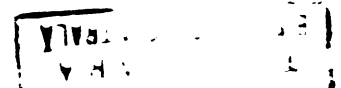
12. Modelarea electrică a procesului de transfer de căldură în reactoarele de presiune înalta, realizată cu ajutorul bailor de electroliți, permite stabilirea temperaturii în orice punct, respectiv determinarea câmpului de temperatură în întreg reactorul de presiune înalta.

B I B L I O G R A F I E

1. Bundy F.F., în "Sovremenaia tehnica sverhvisochih davlenii", Izd. Mir, Moscva, 1964, p.16 .
2. Sorohan A., Introducere în fizica și tehnica presiunilor înalte, Ed. tehnica, București, 1977 .
3. Ticlis D.S., Tehnica fizico-himiceschih isledovanii pri visochih i sverhvisochih davleniah, Izd. Himia, Moscva, 1976 .
4. Spain I.L., High pressure technol., nr.1, 395(1977), C.A., 88, nr.12, 75629n(1978) .
5. Ando Shoichi, Ho Keisuke, Kawai Naoto, Jpn. J. Appl. Phys., 15, nr.11, 2287(1976), C.A., 86, nr.12, 123362c(1977) .
6. Diujeva T.I., Cabalchina S.S., Novicicov V.P., J. Exp. i teor. fiz., 74, nr.5, 1784(1978) .
7. Iacovlev G.N., Priroda, nr.4, 66(1976), C.A., 85, 68435f(1976) .
8. Webb A.P., Gubser D.U., Fowle L.C., Rev. Sci. Instrum., 47, nr.1, 59(1976)
9. Davidson T.L., Kendall D.F., Homan C.G., Frankel J., Rich F.J., Gov. Rep., Announce Index, 76, nr.17, 163(1976), C.A. 85, 198352n(1976) .
10. Morris C.L., Jamieson J.C., Yarger F.L., J. Appl. Phys., 47, nr.9, 3979(1976) .
11. Kouff A.L., Managel J., Rev. Sci. Instrum., 46, nr.9, 1294(1975) .
12. Kendall D.F., Dembrowski F.V., Davidson T.L., Rev. Sci. Instrum., 46, nr.5, 629(1975) .
13. Huber G., Syassen K., Holzapfel W.B., Phys. Rev., 15, nr.11, 5123(1977).
14. Hall H.T., Rev. sci. Instrum., 31, nr.2, 125(1960) .
15. Versciaghin L.F., z. a., DAN SSSR, 132, nr.5, 1059(1960) .
16. Wentorf K.H., în "Swenson A.C., Fizica visochih davlenii", Izd. Inost. Lit. Moscva, 1963, p.194 .
17. Wentorf K.H., în "Progress in very high pressure research", New-York-London, 1961, p.82 .

18. Alimov A.V., Leuhin V.N., Rabincin A.G., Smirnova S.A., *Frib. teh. exp.* nr.1,185(1972) .
19. Lories-Susse C., Bastide J.P., *Rev. Sci. Instrum.*, 44, nr.9, 1344(1973)
20. Sclar C.B., Carrison L.C., Schwatz C.M., in "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p.286 .
21. Wilson W.B., *Rev. Sci. Instrum.*, 31, nr.3, 331(1960) .
22. Young A.F., Robbins F.B., Schwartz C.M., in "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p.262 .
23. Ostrogovich G., Cipau R., Gropșian Z., *Tetrahedron*, 25, 3123(1969) .
24. Nichols S., *J. Sci. Instrum.*, 3, nr.6, 455 (1970) .
25. Kaufman L., Leyenaar A., Harvey J.S., in "Swenson C.A., *Fizica vîsochii davlenii*", Izd. Inos. Lit., Moscva, 1963, p.204 .
26. Kaufman L., Leyenaar A., Harvey J.S., in "Progress in very high pressure research", New-York-London, 1961, p.90 .
27. Boyd F., in "Sovremenaia tehnica sverhvisochih davlenii", Izd. Mir, Moscva, 1964, p.238 .
28. La Mori F. N., *High pressure measurement*, Washington, Butterworths, 1963, p.321 .
29. Faureau J., *J. Sci. Instrum.*, 10, nr.11, 1093(1977) .
30. Brouha M., Rijnbeek A.G., *Rev. Sci. Instrum.*, 44, nr.7, 852, (1973) .
31. Tamayama M., Syring H., *Rev. Sci. Instrum.*, 38, nr.8, 1009(1967) .
32. Reshanwala A.S., Bameah T.G., *J. Sci. Instrum.*, 7, nr.2, 133(1974) .
33. Boganov A.G., Popov S.A., Macarov L.F., *Frib. teh. exp.* nr.4, 205(1972).
34. Delaplace R., Malfait G., Jerome D., *Rev. Phys. Appl.*, 11, nr.2, 327(1976)
C.A., 85, 96197y(1976) .
35. Kennedy G.C., Newton R.C., in "Slids under pressure", Mc Graw-Hill Book Company, Inc., New-York, 1963, p.163 .
36. Tydings J.L., Giardini A.A., in "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p.200 .
37. Vaidya S.N., Kennedy G.C., *J. Phys. Chem. Solids*, 32, nr.10, 2301(1971) .
38. Singh A.K., Kennedy G.C., *J. Appl. Phys.*, 46, nr.9, 3861(1975) .

39. Vaidya S.N., Getting I.C., Kennedy G.C., J. Phys. Chem. Solids, 32, nr. 11, 2545 (1971) .
40. Godovicov A.A., z.a., Frib. teh. exp., nr. 5, 159 (1971) .
41. Ito Keisuke, Ando Shoichi, Jpn. J. Appl. Phys., 16, nr. 7, 1279 (1977), C.A., 87, nr. 24, 186462b (1977) .
42. Mc Whan, D.B., Rev. Sci. Instrum., 45, nr. 5, 643 (1974) .
43. Buzin V.I., Alihanov R.A., Cuzin N.N., Fiz. tvjord. tel., 19, nr. 1, 165 (1977) .
44. Aptecar I.L., Raşciupchin V.I., Toncov L.I., Golubcov A.V., Fiz. tvjord. tel., 19, nr. 11, 3180 (1977) .
45. Barnett J.D., Hall H.T., Rev. Sci. Instrum., 35, nr. 2, 175 (1964) .
46. Faquin R.A., Gregory E., in "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p. 274 .
47. Houck J.C., Hutton U.O., in "High pressure measurement", Washington Butterworths, 1963, p. 221 .
48. King J.H., J. Sci. Instrum., 42, nr. 2, 102 (1964) .
49. Clark C.D., Medlake R.J., J. Sci. Instrum., 6, nr. 1, 43 (1973) .
50. Jasuhiko Syono, Syun-iti Akinoto, Yasuo Andoh, J. Phys. Chem. Solids, 32, nr. 1, 243 (1971) .
51. Barnett J.D., Bosco C.D., Rev. Sci. Instrum., 38, nr. 7, 957 (1967) .
52. Zeitlin A., Bryman I., in "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p. 301 .
53. Bobrovnicii G.S., Maximov L.I., Frib. teh. exp., nr. 2, 220 (1974) .
54. Frihna A.I., Borinschi A.I., Sinteticeschie almasi, nr. 3, 6 (1974) .
55. Hall T.A., Rev. Sci. Instrum., 46, nr. 4, 436 (1975) .
56. Zeto R.J., Hryckowian L., Vanfleet H.B., Rev. Sci. Instrum., 43, nr. 1, 132 (1972) .
57. Schaufelberger L., J. Appl. Phys., 47, nr. 6, 2364 (1976) .
58. Freud P.J., Sclar C.B., J. Sci. Instrum., 40, nr. 3, 434 (1969) .
59. Troiţcaia Z.V., Veresciaghin L.P., Sabalchina S.S., Frib. teh. exp., nr. 4, 184 (1969) .



60. Veres̄ciaghin L.F., in "Swenson, Fizica v̄sochih davlenii", Izd. Inos. Lit., Moscva, 1963, p. 325 .
61. Yagi T., Akinoto S., Jpn. J. Appl. Phys., 47, nr. 7, 3350 (1976), C. A., 85, 99364m (1976) .
62. Singh A.K., Kennedy G.C., J. Appl. Phys., 48, nr. 8, 3362 (1977) .
63. Chien-min Sung, Rev. Sci. Instrum., 47, nr. 11, 1343 (1976) .
64. Keller K., Hlozapfel W.B., Rev. Sci. Instrum., 48, nr. 5, 517 (1977) .
65. Kinsland G.L., Bassett W.A., Rev. Sci. Instrum., 47, nr. 1, 130 (1976) .
66. Schiferl D., Jamieson J.C., Lenko J., Rev. Sci. Instrum., 49, nr. 3, 359 (1978) .
67. Schiferl D., Rev. Sci. Instrum., 48, nr. 1, 24 (1977) .
68. Aliamovschi V.M., Circhinschi V.A., Fursenco B.A., Frib. teh. exp., nr. 6, 166 (1971) .
69. Kinsland G.L., Bassett W.A., J. Appl. Phys., 48, nr. 3, 978 (1977) .
70. Dimosthenis Papantonis, Bassett W.A., J. Appl. Phys., 48, nr. 8, 3374 (1977) .
71. Cluev I.A., Bor̄sagovscaia L.S., Frib. teh. exp., nr. 2, 190 (1969) .
72. Scherman H.F., J. Sci. Instrum., 43, 462 (1966) .
73. Adams D.K., Sharma S.K., J. Sci. Instrum., 10, nr. 8, 838 (1977) .
74. Solovieva A.B., Jorin V.A., Anicopolian M.S., DAN SSSR, 240, nr. 1, 125 (1978) .
75. Sluțchi A.B., Frib. teh. exp., nr. 6, 183 (1969) .
76. Brandt M.B., Berman I.V., Curchin I.I., Sidorov V.I., Frib. teh. exp. nr. 1, 204 (1975) .
77. Offen H.W., J. Appl. Phys., 38, nr. 13, 5245 (1967) .
78. Aspandiarov S.B., Veres̄ciaghin L.F., DAN SSSR, 187, nr. 6, 1271 (1969)
79. Swenson C.A., Fizica v̄sochih davlenii, Izd. Inos. Lit., Moscva, 1963 p. 109 .
80. Drickamer H.G., in "Swenson, Fizica v̄sochih davlenii", Izd. Inos. Lit., Moscva, 1963, p. 158 .

81. Drickamer H.G., Balchan A.S., în "Sovremenaia tehnica sverhvisochih davlenii", Izd. Mir, Moscva, 1964, p. 51 .
82. Weir C.E., Van Valkenburg A., Lippincott L.R., în "Sovremenaia tehnica sverhvisochih davlenii", Izd. Mir, Moscva, 1964, p. 90 .
83. Van Valkenburg A., în "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p. 87 .
84. Drickamer H.G., în "Progress in very high pressure research", New-York-London, 1961, p. 16 .
85. Offen H.W., Rev. Sci. Instrum., 39, nr. 12, 1961 (1968) .
86. Owen M.S., J. Sci. Instrum., 43, nr. 10, 765 (1966) .
87. Anzin V.B., Glusov M.V., Prib. teh. exp., nr. 2, 208 (1978) .
88. Scianov M.F., Subotin S.I., Prib. teh. exp., nr. 2, 226 (1974) .
89. Whalley A., Lavergne A., Wong F.T., Rev. Sci. Instrum., 47, nr. 7, 845 (1976) .
90. Webber B., Rev. Sci. Instrum., 47, nr. 2, 183 (1976) .
91. Piermarini G.H., Block S., Rev. Sci. Instrum., 46, nr. 8, 973 (1975) .
92. Capitanov L.V., Panuschin V.M., Prib. teh. exp., nr. 3, 203 (1976) .
93. Williamson D.L., Bukshpan S., Ingalls R., Shechter H., Rev. Sci. Instrum., 43, nr. 2, 194 (1972) .
94. Stepanov G.M., Panuschin V.M., Prib. teh. exp., nr. 4, 235 (1976) .
95. Alaeva T.I., Vereschiaghin L.P., Prib. teh. exp., nr. 5, 206 (1972) .
96. Nelson H.M., Larson D.B., Gardner J.H., J. Chem. Phys., 47, nr. 6, 1994 (1967) .
97. Toyota Ajiro, Fujitani Takekuni, Hiramatsu Tadahiko, .
Sumitomo Jukikai Giho, 23, nr. 69, 39 (1975), C. A., 88, nr. 16, 107172b (1978) .
98. Fadeenco I.I., J. Prikl. Mec. Tehn. Fiz., nr. 5, 159 (1975), C. A., 84, 183639s (1976) .
99. King J.H., J. Sci. Instrum., 42, nr. 6, 374 (1965) .
100. Hall H.T., în "Swenson C.A., Fizica visochih davlenii", Izd. Inos. Lit., Moscva, 1963, p. 145.

101. Bradley K.S., Munro D.C., Whitfield M., J. Sci. Instrum., 42, nr. 9, 714 (1965) .
102. Alecseev C.A., Trib. teh. exp., nr. 1, 216 (1966) .
103. Brophy R.G., Hering C.A., Keating K.L., Mc Lwan K.S., Rev. Sci. Instrum., 38, nr. 1, 135 (1967) .
104. Bradbury L.J., in "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p. 186 .
105. Strong H.M., in "Swenson C.A., Fizica vîsochih davlenii", Izd. Inos. Lit., Moscva, 1963, p. 263 .
106. Strong H.M., in "Sovremenaia tehnica sverhvîsochih davlenii", Izd. Mir, Moscva, 1963, p. 154 .
107. Adler F., Margolin H., in "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p. 95 .
108. Vaidya S.K., Joshi D.K., Karuna Karan C., Indian J. Technol., 14, nr. 12, 679 (1976), C.A., 87, nr. 12, 86761e (1977) .
109. Kennedy G.C., La Mori F.M., in "Swenson C.A., Fizica vîsochih davlenii", Izd. Inos. Lit., Moscva, 1963, p. 313 .
110. Akella J., Energy Res. Abstr., 2 (1977), C.A., 88, nr. 18, 122956s (1978)
111. Gropşian Z., Iovi Ludmila, Jişcanu V., Minea R., Revista de chimie, 25, nr. 6, 453 (1974) .
112. Vereşciaghin L.F., Zubova L.V., Stupnicov V.A., Jucovschi I.C., Trib. teh. exp., nr. 2, 205 (1973) .
113. Vereşciaghin L.F., Zubova L.V., DAN SSSR, 169, nr. 1, 74 (1966) .
114. Vereşciaghin L.F., Zubova L.V., Trib. teh. exp., nr. 6, 185 (1969) .
115. Bradley K.S., High pressure physics and chemistry, vol. 1, Acad. press, London-New-York, 1963, p. 40 .
116. Bendeliani M.A., Vereşciaghin L.F., Trib. teh. exp., nr. 4, 21 (1970) .
117. Friha A.I., Vişinevschi A.B., Sinteticeschie almazî, nr. 5, 6 (1974)
118. Drickamer H.G., in "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p. 34 .

119. Bundy F.P., J. Appl. Phys., 38, nr. 6, 2446 (1967) .
120. Loree T.R., Fowler C.M., Zukas L.G., Minshall F.S., J. Appl. Phys. 37, 1918 (1966) .
121. Veres̄ciaghin L.F., Zubova L.V., Muimova I.P., Burdina C.A., DAN SSSR, 169, nr. 1, 74 (1966).
122. Veres̄ciaghin L.F., Semercian A.A., Cuzin M.N., Sadcov I.A., DAN SSSR, 185, nr. 4, 785 (1969) .
123. Veres̄ciaghin L.F., Semercian A.A., Cuzin M.N., Sadcov I.A., DAN SSSR, 183, nr. 3, 565 (1968) .
124. Veres̄ciaghin L.F., Semercian A.A., Cuzin M.N., Sadcov I.A., DAN SSSR, 186, nr. 5, 1045 (1969) .
125. Veres̄ciaghin L.F., Semercian A.A., Cuzin M.N., Sadcov I.A., DAN SSSR, 191, nr. 3, 557 (1970) .
126. Veres̄ciaghin L.F., Zubova L.V., Stubnicov V.A., Jucovschi I.C., Trib. teh. exp., nr. 2, 205 (1973) .
127. Lorent K.L., Rev. Sci. Instrum., 44, nr. 12, 1691 (1973) .
128. Drickamer H.G., Rev. Sci. Instrum., 41, nr. 11, 1667 (1970) .
129. Decker D.L., Exp. thermodyn., nr. 2, 133 (1975), C.A., 85, 162375h (1976)
130. Bundy F.P., Rev. Sci. Instrum., 46, nr. 10, 1318 (1975) .
131. Dunn A.J., Bundy F.P., Rev. Sci. Instrum., 49, nr. 3, 365 (1978) .
132. Hanneman R.E., Strong H.M., J. Appl. Phys., 36, nr. 2, 523 (1965) .
133. Ignatieva I.I., Stîlnenco A.C., Bendeliani M.A., DAN SSSR, 214, nr. 4 791 (1974) .
134. Bendeliani M.A., Veres̄ciaghin L.F., J. fiz. him., 43, nr. 6, 1631 (1969)
135. Hilliard J.W., Cahn J.W., in "Progress in very high pressure research", New-York-London, 1961, p. 109 .
136. Diujeva T.I., Cabalchina S.S., Veres̄ciaghin L.F., DAN SSSR, 228, nr. 5, 1073 (1976) .
137. Bundy F.P., in "Swenson, Fizica vîsochih davlenii", Izd. Inos. Lit., Moscva, 1963, p. 298 .
138. Silhelmi K.A., Burger H., Acta Chem. Scand., 23, nr. 2, 414 (1969) .

139. Cuznețov G. L., DAN SSSR, 184, nr. 1, 129 (1969) .
140. Bochiț G. B., Semenova Tian-Sanscaia A. S., DAN SSSR, 236, nr. 4, 850 (1977) .
141. Semenova Tian-Sanscaia A. S., Fedoseev D. V., Bochiț G. B., DAN SSSR, 240, nr. 3, 582 (1978) .
142. Solomîchin V. A., Rotner I. M., Mazurenco V. S., Sinteticeschie almazî, nr. 4, 13 (1975) .
143. Zeitlin A., Brayman J., în "High pressure measurement", Washington, Butterworths, 1963, p. 301 .
144. Vereșciaghin L. F., Semercian A. A., Cuzin N. N., Scladov I. A., DAN SSSR, 202, nr. 1, 74 (1972) .
145. Clebanov I. D., Rozanov F. V., Sumarocov V. N., Sinteticeschie almazî, nr. 1, 7 (1972) .
146. Kentorf K. H., Advances in high pressure research, vol. 4, Academic Press, London-New-York, 1974, p. 249 .
147. Tanayama M., Lyring H., Rev. Sci. Instrum., 38, nr. 11, 1666 (1967) .
148. Genschafț I. S., Borzunov V. A., Tabanetș M. N., Exp. Issled. Obl. Glub. Petrog., 163 (1986), Moscova, C. A., 88, nr. 12, 75650m (1978) .
149. Gropșianu Z., Iovi Ludmila, Jișcanu V., Bul. șt. și teh. al I. P. T. V. Timișoara. seria chimie, nr. 1, (1978) .
150. Ivan Elisabeta, Iovi Ludmila, Minea Romulus, Prima sesiune a tinerilor ingineri și cercetători studenți din Timișoara, secția chimie industrială, 1971, p. 63-72 .
151. Gropșianu Z., Iovi Ludmila, Minea R. "Contribuții în domeniul presiunilor foarte înalte", Conferința II-a de Chimie fizică, generală și aplicată, București, 1970, p. 214.
152. Gropșianu Z., Birdeanu V., Cipău R., Iovi Ludmila, Minea R., "Studii în tehnica presiunilor înalte", Conferința Republicană de Chimie fizică, generală și aplicată, București, 1968, p. 81 .
153. Gropșianu Z., Iovi Ludmila., Jișcanu V., Bul. șt. și teh. al I. P. T. seria chimie, 15 (30), nr. 1, 99 (1971) .

154. Gropșianu Z., Iovi Ludmila, Bul. șt. și teh. al I.P.T.V. Timișoara, seria chimie, nr. 2, (1978) .
155. Gropșianu Z., Iovi Ludmila, Jișcanu V., "Studii în domeniul presiunilor înalte", Sesiunea științifică dedicată celei de a XXX-a aniversare a eliberării patriei și Congresului XI al PCR, Timișoara, 1974, p. 2 .
156. Haygarth J.C., Kennedy G.C., Rev. Sci. Instrum., 38, nr. 11, 1590 (1967).
157. Condratiev G.M., Teplovîe izmerenia, Izd. mașin. lit., Moscva-Leningrad, 1957, p. 80 .
158. Petuhov B.S., Studiul experimental al proceselor de transmitere a căldurii, (trad. din l. rusă), Ed. tehnică, București, 1956, p. 143 .
159. Caralow H.S., Jaeger J.C., Conduction of Heat in Solid, Oxford Clarendon Press, Oxford, 1947 .
160. Freckshot W.G., Gorman W.J., Ind. Eng. Chem., 50, 837 (1958) .
161. Cuzmin F.M., Electromodelirovanie necatorih nestacionarnih teplovih proțessov, Izd. energhia, Moscva-Leningrad, 1964, p. 35 .
162. Tetelbaum I.M., Electricescie modelirovanie, Izd. Fiz. Mat. Lit. Moscva, 1959.
163. Ivernel A., Alder R., Bonnet C., Cahen D., Domez A., Morillon X., Steinberg N., Représentations analogiques et homologiques dans les techniques de la chaleur, Dunod, Paris, 1965, p. 53 .
164. x x x Manualul inginerului chimist, vol. 2, Ed. tehnică, București, 1952 .
165. Kennedy G.C., Patent german, nr. 2137742, 23.6.1971
166. Haygarth J.C., Getting I.C., Kennedy G.C., J. Appl. Phys., 38, nr. 12, 4557 (1967).
167. King J.H., J. Sci. Instr., 42, nr. 6, 374 (1965)
168. Richter P.W., Fistorius C.W., High Temp.-High Pressures, 8, nr. 1, 53 (1976)
169. Leca A., Peyreneau J., High Temp.-High Pressures, 8, nr. 6 (1976)

170. Corunscala I. A., Comenetscala D. S., Ursova T. P., High Temp.-High Pressures, 8, nr. 6, 663 (1976)
171. Rault G., Buevos J. L., High Temp.-High Pressures, 8, nr. 6, 696 (1976)
172. Wolbarst A. B., Clark J. B., Richter F. W., High Temp.-High Pressures, 8, nr. 3, 267 (1976)
173. Brandt N. B., Berman I. V., Yu. P. Gurchin, Sidorov V. I., High Temp.-High Pressures, 8, nr. 6, 660 (1976)
174. Boehler R., Getting I. C., Kennedy G. C., High Temp.-High Pressures, 9, nr. 3, 233 (1977)
175. Ando S., Mitsui T., Rev. Sci. Instr., 47, nr. 10, 1275 (1976)
176. Lauer J. L., Peterchin M. S., Can. J. Spectrosc., 21, nr. 5, 153 (1976)
P. A., 80, nr. 1062, 26321 (1977)
177. Chien-Min Sung, Rev. Sci. Instr., 48, nr. 11, 1386 (1977)
178. Wilburn D. R., Bassett W. A., High Temp.-High Pressures, 8, nr. 3, 343 (1976)
179. Ohtani A., Mizukani S., Katayama M., Onodera A., Kawai N., Jpn. J. Appl. Phys., 16, nr. 10, 1843 (1977), P. A., 81, nr. 1079, 1950 (1978)
180. Veijo P. Meisalo, Martti Kalliomäki, High Temp.-High Pressures, 8, nr. 1, 95 (1976)
181. Hamann S. D., High Temp.-High Pressures, 8, nr. 3, 317 (1976)
182. Bastide J. B., Leliers C., High Temp.-High Pressures, 7, nr. 6, 669 (1975)
183. Akaishi M., Kanda H., Setaka N., Fukunaga O., Jpn. J. Appl. Phys., 16, nr. 6, 1077 (1977), P. A., 80, nr. 1072, 65043 (1977)
184. Le Meindre B., Kaichi Suito, Maoto Kawai, High Temp.-High Pressures, 8, nr. 1, 1 (1976)
185. Yukio Matsu, Tadashi Nakajima, Maoto Kawai, High Temp.-High Pressures, 9, nr. 4, 423 (1977)

T A B L A D E C O N T I N U T A

	Pag.
Introducere	1
Capitolul I. Reactoare de presiune înaltă	3
1. Tipuri de reactoare	3
a. Reactoare de tip piston - cilindru	4
- Reactoare cu piston cilindric într-o treaptă	4
- Reactoare cu piston cilindric în două trepte	6
- Reactoare cu piston cilindric în trei trepte	8
b. Reactoare de tip "microvală".	10
c. Reactoare de tip "centură"	11
- Reactoare de tip "belt"	11
- Reactoare de tip "girdle"	12
d. Reactoare tetraedrice	13
e. Reactoare hexaedrice	13a
f. Reactoare sferice	13a
2. Etanșarea reactoarelor de presiune înaltă	13a
3. Medii de transmitere a presiunii	14
4. Măsurarea presiunii	15
5. Măsurarea temperaturii	18
a. Măsurarea temperaturii cu ajutorul termocuplelor	18
b. Măsurarea temperaturii prin puterea electrică consumată	20
c. Măsurarea temperaturii cu ajutorul impulsului electric	21
d. Măsurarea temperaturii prin puncte de topire ale unor metale	21
e. Determinarea câmpului de temperatură	21

	Pag.
6. Celule utilizate în reactoarele de presiune	
Înaltă	23
a. Celule pentru etalonarea presiunii	23
b. Celule pentru presiuni și temperaturi înalte	24
Capitolul II. Studii de laborator asupra construcției și	
funcționării aparaturii de presiune înaltă .	26
1. Aparatura pentru realizarea presiunii înalte	26
2. Studiul reactoarelor de presiune înaltă cu	
pistoane cilindrice	28
a. Reactoare cu un singur piston de înaintare.	28
b. Reactoare cu două pistoane de înaintare .	33
c. Reactoare duble	34
3. Materiale utilizate pentru construcția celu-	
lelor de presiune și temperatură înaltă . .	35
Capitolul III. Comportarea pistoanelor cilindrice consoli-	
date cu inele de susținere în reactoarele	
de presiune înaltă	38
1. Susținerea pistoanelor din oțeluri aliate .	38
2. Susținerea pistoanelor din carburi metalice	40
Capitolul IV. Studii experimentale privind măsurarea pre-	
siunii și temperaturii în reactoarele de	
presiune înaltă	47
1. Măsurarea presiunii	47
2. Măsurarea temperaturii	51
a. Încălzire prin rezistență tubulară . . .	52
b. Încălzire prin rezistență de tip termocuplu	54
Capitolul V. Modelarea electrică a procesului de transfer	
de căldură prin conductivitate în reactoare	
de presiune înaltă.	60
1. Modelarea în bai de electroliți	61

	Pag.
a. Modelul termic	62
b. Modelul electric	64
c. Condiții de similitudine	66
d. Instalația de laborator și modul de lucru	67
e. Exemplu de calcul pentru repartiția tempe- raturii în interiorul unui reactor de pre- siune înaltă	70
Capitolul VI. Concluzii	75
Bibliografie	77
Tabla de materii	87