



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 031 382** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) МПК⁶ **G 01 L 11/00**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 4953910/10, 28.06.1991

(46) Дата публикации: 20.03.1995

(56) Ссылки: 1. accurate characterization of High Pressure Enviroment N.-Y.: National Bureau of Standarts, Special Publication 1971, N - 386, p.290. 2. У.Ф.Н., 1978, Т. 124, N 2, с.241-279.

(71) Заявитель:

Институт проблем машиноведения РАН

(72) Изобретатель: Степанов Н.Н.,

Кудельский А.И., Голубков А.В., Прокофьев А.В.

(73) Патентообладатель:

Институт проблем машиноведения РАН

(54) РЕПЕРНОЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ДАТЧИКОВ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ

(57) Реферат:

Использование: изобретение относится к веществам, применяемым в качестве датчиков высокого давления, и может быть использовано в камерах синтеза твердых материалов, а также при проведении исследований конденсированных фаз в условиях высоких давлений. Изобретение направлено на создание реперного вещества для датчиков высокого давления,

обеспечивающего возможность точной фиксации давления в диапазоне 0,71 - 0,82 ГПа в комплекте последовательно соединенных реперов. Сущность изобретения заключается в том, что реперное вещество на основе моносulfида самария выполнено в виде поликристаллов нестехиометрического моносulfида самария при следующем соотношении компонентов, а т. %: самарий 50,2 - 53,75; сера 46,25 - 49,8. 1 ил., 1 табл.

RU 2 0 3 1 3 8 2 C 1

RU 2 0 3 1 3 8 2 C 1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 031 382** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **G 01 L 11/00**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 4953910/10, 28.06.1991

(46) Date of publication: 20.03.1995

(71) Applicant:
Institut problem mashinovedenija RAN

(72) Inventor: Stepanov N.N.,
Kudel'skij A.I., Golubkov A.V., Prokofev A.V.

(73) Proprietor:
Institut problem mashinovedenija RAN

(54) REFERENCE SUBSTANCE FOR HIGH-PRESSURE TRANSDUCERS

(57) Abstract:

FIELD: measurement technology.
SUBSTANCE: invention is aimed at creation of reference substance for high-pressure transducers which provides for accurate registration of pressure within 0.71-0.82 GPa in set of reference devices assembled in series. Essence of invention lies in that

reference substance is based on samarium monosulfide and produced in the form of polycrystals of nonstoichiometric samarium monosulfide with following proportion of components, atomic per cent: samarium 50.2-53.75; sulfur 46.25-49.8. EFFECT: expanded application field. 1dwg, 1 tbl

RU 2 031 382 C1

RU 2 031 382 C1

Изобретение относится к веществам, применяемым в качестве датчиков высокого давления, и может быть использовано в камерах синтеза твердых материалов, а также при проведении исследований конденсированных фаз в условиях высоких давлений.

Известно, что в качестве реперного вещества в низкобарической области (до 1 ГПа) используется металлический церий (Ce) [1]. С помощью Ce можно определить величину давления P , соответствующую фазовому переходу в этом веществе $P = 0,678$ ГПа, при температуре $T = 300$ К, по изменению его электрических свойств под действием давления.

К числу недостатков Ce как реперного вещества следует отнести высокое сродство к кислороду, низкое удельное электросопротивление $\rho = 75,1 \cdot 10^{-8}$ Ом·м при $T = 300$ К, которое затрудняет его использование в комплекте последовательно соединенных реперов из полупроводниковых материалов на основе халькогенидов свинца, например из сплава системы BbSe-SnSe для фиксации реперных точек, служащих для построения нагрузочной характеристики аппаратов высокого давления.

Известно также полупроводниковое соединение - моносульфид самария (SmS) стехиометрического состава, взятое авторами за прототип, которое претерпевает фазовое превращение под давлением $P = 0,65$ ГПа при $T = 300$ К [2]. Моносульфид самария устойчив по отношению к кислороду воздуха и имеет более высокое по сравнению с металлами удельное электросопротивление при $T = 300$ К - $\rho = 5 \cdot 10^{-4} - 2 \cdot 10^{-5}$ Ом·м. Указанные свойства позволяют применять его в качестве репера в комплекте последовательно соединенных полупроводниковых реперов на основе халькогенидов свинца.

Однако использование моносulfида самария в качестве реперного вещества затруднено вследствие присущего ему большого по абсолютной величине отрицательного коэффициента пьезосопротивления всестороннего сжатия $\Pi = \partial R/R \cdot \partial P \approx -5 \cdot 10^{-3}$ МПа⁻¹ при $T = 300$ К. Это свойство SmS обуславливает сильное уменьшение (более чем на порядок) его электросопротивления под давлением, вплоть до точки фазового перехода, которое затрудняет обнаружение фазового перехода резистометрическим методом по скачкообразному уменьшению электросопротивления в момент фазового перехода.

Целью изобретения является создание реперного вещества для датчиков высокого давления, обеспечивающего возможность точной фиксации давления в диапазоне 0,71-0,82 ГПа в комплекте последовательно соединенных реперов.

Цель достигается тем, что реперное вещество на основе моносulfида самария выполнено в виде поликристаллов нестехиометрического моносulfида самария при следующем соотношении компонентов, ат. %: Самарий 50,2-53,75 Сера 46,25-49,8

Нижний предел содержания самария в предлагаемой области составов нестехиометрического моносulfида самария определяется тем, что при указанном

процентном содержании самария (50,2 ат. %) абсолютная величина коэффициента пьезосопротивления всестороннего сжатия образцов нестехиометрического моносulfида самария уменьшается настолько, что уже не превосходит абсолютных величин коэффициентов пьезосопротивления всестороннего сжатия реперных материалов на основе халькогенидов свинца

($|\Pi| \approx (1,0-1,5) \cdot 10^{-3}$ МПа⁻¹). Верхний же предел содержания самария в системе нестехиометрических составов моносulfида самария (53,75 ат. %) является естественной границей области гомогенности SmS.

Удельное электросопротивление нестехиометрических образцов составляет $\rho \approx 10^{-5}$ Ом·м при $T = 300$ К. Эта величина ρ примерно в 100 раз превосходит удельное электросопротивление Ce и по порядку величины равно удельным электросопротивлениям реперных материалов на основе халькогенидов свинца при $T = 300$ К.

На чертеже представлены барические зависимости приведенного электросопротивления образцов SmS с различным отклонением от стехиометрии. На чертеже: 1 - SmS; 2 - Sm_{50,2}S_{49,8}; 3 - Sm_{53,75}S_{46,25} видно, что нестехиометрические образцы SmS имеют более слабую барическую зависимость электросопротивления по сравнению с аналогичной зависимостью стехиометрического SmS; нестехиометрические образцы SmS имеют более сильный скачок электросопротивления в точке фазового перехода по сравнению со стехиометрическим SmS.

Образцы моносulfида самария с различным отклонением от стехиометрии синтезируются из металла (Sm) чистотой не хуже 99,98% и серы марки ОЧ. Металл нарезается в виде мелкой стружки в камере с аргоном. Стружка металла и сера в виде порошка крупностью 20 мкм загружаются в кварцевую ампулу. Металл и сера разделяются при этом по разным концам ампулы. Ампула заполняется водородом и опаивается. Синтез проводится в двухзонной печи. Температура одной из зон задает давление пара серы, другой - температуру реакции металла с парами серы.

После исчезновения элементарной серы порошок, представляющий собой смесь фаз разного состава, отжигается в кварцевой ампуле в печи сопротивления при температуре $t = 700^\circ\text{C}$. После отжига порошок выгружается из ампулы и брикетуруется в пресс-форме под давлением $P \approx 1$ ГПа. Полученные таблетки закладываются в тигли из тугоплавкого металла (молибден, вольфрам). Тигли герметизируются завариванием в специальной ВЧ-установке в вакууме 10^{-7} МПа. Затем они помещаются в индукционную печь, представляющую собой цилиндр из танталовой жести с радиальным экраном (для предотвращения потерь тепла излучения). Индукционная печь с тиглем помещается в индуктор высокочастотной установки. После отжига при температуре $t = 1300-1450^\circ\text{C}$ в течение 8 ч содержимое тигля гомогенизируется. После гомогенизирующего отжига образцы выгружаются из тигля и

проходят рентгеноструктурный и фазовый анализы. Образцы, содержащие менее 50 ат.% самария, всегда двухфазны. При отклонении в сторону избытка самария до ≈ 54 ат.% образцы однофазны, а выше 54 ат.% самария опять становятся двухфазными.

П р и м е р. Получение состава, содержащего 53,50 ат.% самария, атомный вес Sm - 150,36 г, атомный вес S - 32,066 г. Состав Sm (53,5 ат.%) и S (46,5 ат.%) имеет молекулярный вес 190,706 г. На аналитических весах с точностью $\pm 0,001$ г отвешивается соответственно 16,089 г предварительно размолотого в стружку крупностью 0,5-1 мм в аргоновой среде поликристаллического самария и 2,982 г серы в виде порошка крупностью 20 мкм. Стружка металла и порошок серы загружаются в кварцевую ампулу. Металл и сера разделяются при этом по разным концам ампулы. Ампула заполняется водородом и отпаивается. Синтез проводится в двухзонной печи. Температура одной из зон задает давление пара серы, другой - температуру реакции металла с парами серы.

После исчезновения элементарной серы порошок, представляющий смесь фаз разного состава, отжигается в кварцевой ампуле в печи сопротивления при температуре $t = 700$ °С. После отжига порошок выгружается из ампулы и брикетуется в пресс-форме под давлением $P \cong 1$ ГПа. Полученные таблетки закладываются в тигли из вольфрама. Тигли герметизируются завариванием в специальной ВЧ-установке в вакууме 10^{-7} МПа. Затем они помещаются в

индукционную печь, представляющую собой цилиндр из танталовой жести с радиальным экраном (для предотвращения тепла излучением). Индукционная печь с тиглем помещается в индуктор высокочастотной установки. После отжига при температуре $t = 1300-1450$ °С в течение 8 ч содержимое тигля гомогенизируется. После гомогенизирующего отжига образцы выгружаются из тигля и проходят рентгеноструктурный и фазовый анализы. В таблицу сведены данные о зависимости параметра решетки нестехиометрических образцов моносульфида самария от содержания самария (ат.%).

Таким образом, предлагаемое реперное вещество позволяет точно определить величину давления в диапазоне 0,71-0,82 ГПа при соответствии удельного электросопротивления заявляемого вещества удельным электросопротивлениям реперных веществ, применяемых в тарировочных комплектах аппаратов высокого давления.

Формула изобретения:

РЕПЕРНОЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ДАТЧИКОВ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ на основе моносульфида самария, отличающееся тем, что, с целью обеспечения возможности точной фиксации давления в диапазоне 0,71-0,82 ГПа в комплекте последовательно соединенных реперов, оно выполнено в виде поликристаллов нестехиометрического моносульфида самария при следующем соотношении компонентов, ат.%:

Самарий - 50,2 - 53,75
Сера - 46,25 - 49,8

5

10

15

20

25

30

35

40

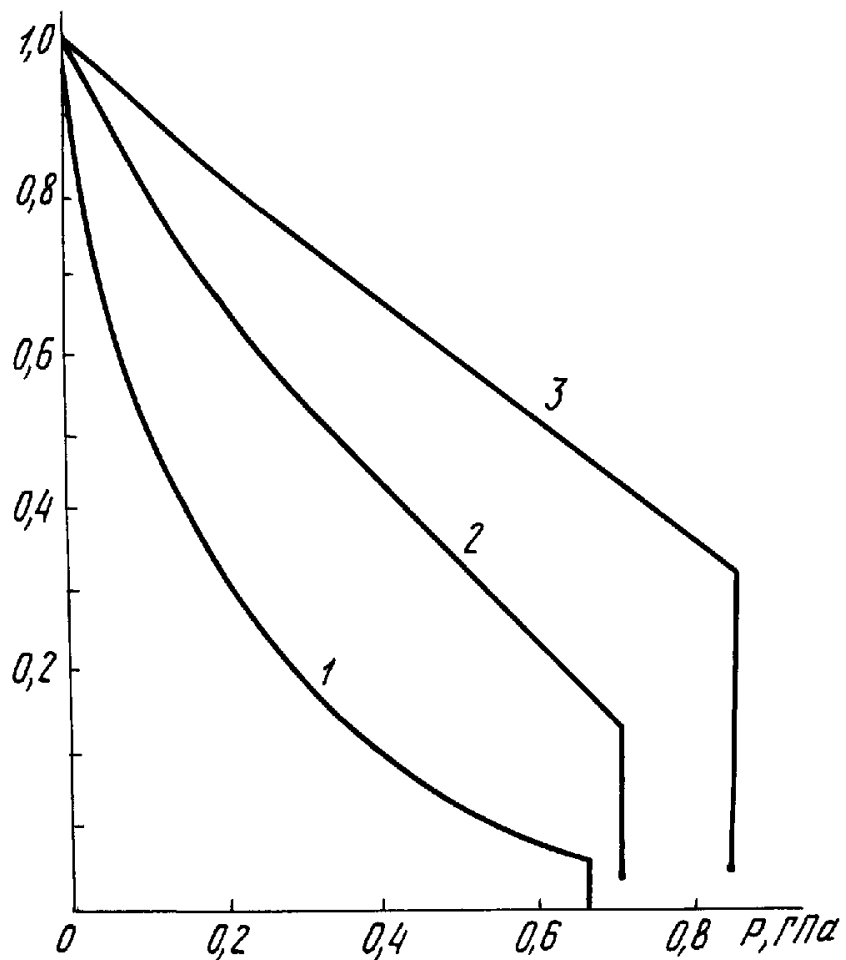
45

50

55

60

Содержание Sm, ат. %	Период решетки, Å	Наличие второй фазы (Sm ₃ S ₄)
50,50	5,9694 ± 3	Отсутствует
50,90	5,9693 ± 5	—"
53,50	5,9709 ± 3	—"
53,75	5,9714 ± 3	—"
54,31	5,9718 ± 3	Смесь фаз



RU 2031382 C1

RU 2031382 C1