

УДАРНО-ВОЛНОВОЕ КОМПАКТИРОВАНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ

Д. С. Долгушин, В. Ф. Анисичкин, В. Ф. Комаров*

Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН, 630090 Новосибирск
* НПО «Алтай», 659322 Бийск

Рассмотрены особенности получения компактов из ультрадисперсных алмазов. Предложены методы предварительной очистки образцов от примесей и способы ударно-волнового компактирования, позволяющие получать компакты, соответствующие по прочности синтетическим алмазам марки АС2.

При компактировании ультрадисперсного алмаза (УДА), образующегося из углерода, входящего в состав молекул взрывчатых веществ (ВВ) [1], из-за малого размера частиц ($4 \div 6$ нм) можно ожидать образования более мелкозернистой и однородной структуры, чем в случае обычно используемых алмазных порошков с размером зерен $1 \div 100$ мкм [2]. Возможность образования компактов из нанометрических алмазов показана в [3], где представлены результаты компактирования порошков бимодального распределения частиц по размерам (смесь фракций $50 \div 60$ нм и $0,4 \div 0,5$ мкм). Однако использование при этом методов и параметров нагружения, характерных для компактирования более крупных алмазных частиц, приводило к существенной графитизации образцов.

В [4, 5] сообщается, что при давлении в ударной волне (УВ) амплитудой $8 \div 20$ ГПа из УДА получены поликристаллы размеров $1 \div 300$ мкм, но их прочностные характеристики не приведены. В данной работе рассматривается влияние особенностей УДА на процесс ударно-волнового компактирования.

Отличие свойств УДА от более крупнозернистых алмазных порошков определяется малыми размерами частиц. Прежде всего, это высокая пористость образцов (предварительным статическим прессованием при давлении до 10^4 кг/см² начальную плотность не удается поднять выше 1 г/см³) и большое содержание поверхностных примесей. Кроме того, частицы УДА из-за малого размера успевают полностью прогреться за время нарастания давления в УВ [3], т. е. не могут компактироваться через плавление поверхности, как более крупные алмазные частицы.

Низкая начальная плотность порошков УДА определяет высокую температуру ударного сжатия. При этом необходимо учитывать, что температура компакта после прохождения УВ практически совпадает с остаточной температурой и поэтому должна быть не выше ~ 2000 К [2, 3], чтобы не произошло существенной графитизации образцов. Оценки показывают, что при начальной плотности УДА ≈ 1 г/см³ давление в УВ не должно превышать $10 \div 15$ ГПа.

При размере частиц УДА ≈ 5 нм примерно каждый третий атом углерода находится на поверхности кристалла. Поэтому массовое содержание примесей очень велико и для УДА, прошедшего кислотную очистку, по данным элементного анализа составляет $15 \div 20$ % (состав использованного в экспериментах УДА до термовакuumной очистки: углерод — 84 % (по массе), водород — 1,5 %, азот — 1,6 %, нестораемые примеси — 1 %, кислород — остальное). По-видимому, это остатки используемых при очистке кислот, а также вода. Основную часть примесей не удается удалить просушиванием образца на воздухе или вакуумированием при комнатной температуре, требуется нагрев в вакууме до температуры $\approx 800 \div 1000$ К. Так, при вакуумировании без нагрева образец теряет ~ 2 %, при повышении температуры до максимальной потеря массы возрастает до $10 \div 12$ %. В настоящих экспериментах температура постепенно повышалась в течение 3 ч, что было необходимо для избежания «вскипания» алмазного порошка и увлечения его в вакуумный насос. Оставленный после очистки на открытом воздухе УДА постепенно набирает $1,5 \div 2$ % массы, т. е. то, что удаляется при вакуумировании без нагрева (по-видимому, ад-

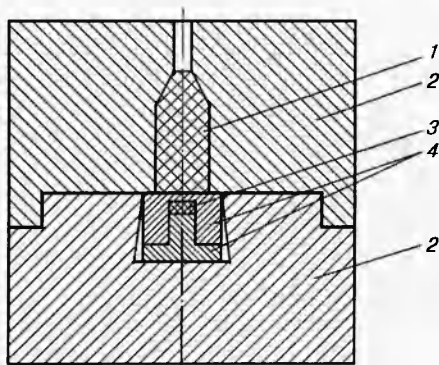


Рис. 1. Сборка для компактирования УДА:

1 — окфол (флегматизированный октоген, прессованный), 2 — металлическая оболочка, 3 — образец УДА, 4 — металлическая ампула

сорбированная из воздуха вода). Такую термовакуумную предварительную очистку проводили для всех использованных для компактирования образцов.

Для проведения экспериментов выбрана схема прямого контакта ВВ и ампулы с УДА (рис. 1). В целях более длительного удержания высокого давления и плавной разгрузки заряд ВВ и ампулу заключали в массивную металлическую оболочку. Такая постановка эксперимента обеспечивала многократное отражение УВ возрастающей амплитуды от внутренних поверхностей ампулы в образец УДА и, следовательно, возможность достижения высокого давления компактирования при температуре, меньшей, чем при однократном ударном сжатии до того же давления. После взрыва верхнюю часть ампулы удаляли, чтобы извлечь образец. В результате экспериментов получены обломки компакта размером от нескольких микрон до 1 мм (рис. 2). Поверхность частиц ровная, без пор и трещин, сколы остроугольные, при большом увеличении на сколах иногда видна слоистая структура, образующаяся, по-видимому, из-за однонаправленного действия и неоднородности УВ по поверхности образца. На оптическом микроскопе частицы слабо просвечивают красноватым светом. Средняя плотность частиц, измеренная на гелиевом пикнометре, составляет $\approx 3,05 \text{ г/см}^3$, что практически совпадает с плотностью частиц исходного УДА, измеренной этим же методом. По прочности при статическом сжатии фрагменты компакта в среднем соответствуют алмазам марки АС2. Следов графитизации в образцах не обнаружено.

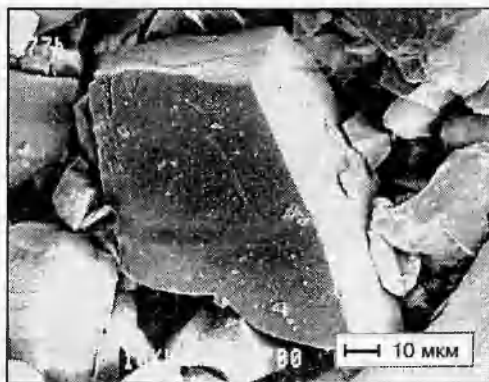


Рис. 2. Фрагменты компакта УДА, полученного при детонации сборки, показанной на рис. 1

Для изучения влияния профиля нарастания и продолжительности удержания высокого давления были проведены эксперименты, когда в сборке, показанной на рис. 1, отсутствовала верхняя металлическая часть, предохраняющая ВВ от разлета. При этом время до прихода волны разгрузки уменьшается от нескольких десятков (для сборки, показанной на рис. 1) до нескольких микросекунд, уменьшается и число отраженных УВ в образце. Полученные обломки компакта сильно пористые и существенной прочностью не обладают (рис. 3).

При введении прессованного порошка УДА (плотность $\approx 1 \text{ г/см}^3$, размер кусочков $0,01 \div 0,1 \text{ мм}$) в прессованные заряды окфола образования компакта также не происходило (рис. 4), что, по-видимому, связано с однократностью ударного сжатия и непосредственным воздействием продуктов взрыва. Однако при

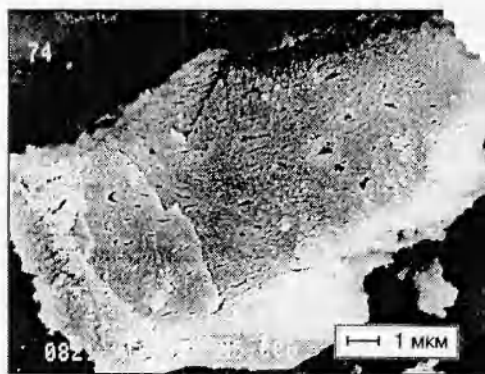


Рис. 3. Фрагменты компакта УДА, полученного в сборке, представленной на рис. 1, но без верхней части металлической оболочки

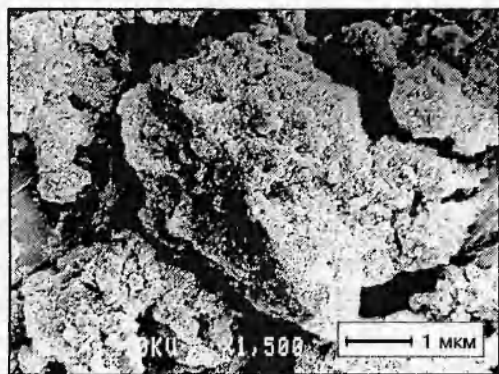


Рис. 4. Очищенные продукты детонации прессованной смеси окфол/УДА 93/7.

изучении образцов методом рентгеноструктурного анализа на установке ДРОН-3М отмечено уменьшение ширины дифракционного пика [111] алмаза в 1,5–1,6 раза, что может быть вызвано перекристаллизацией УДА до размеров области когерентного рассеяния рентгеновских лучей ($\approx 20 \div 30$ нм).

Полученные результаты свидетельствуют о том, что в ударно-волновых процессах получение компактов из нанометрических алмазных кластеров возможно без образования жидкой фазы. При этом из-за малых размеров частиц не возникает областей повышенной температуры на границах зерен и их локального плавления, на чем обычно основывается компактирование порошковых материалов. В этом смысле исследуемый процесс можно назвать вы-

сокоскоростным импульсным «спеканием» алмазного порошка, в котором температура и давление создаются динамически серией УВ. При этом механизм образования компакта может заключаться в разрыве связей С—О, С—Н и других на поверхности частиц и последующей рекомбинации углеродных связей в алмазные.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Титов В. М., Анисичкин В. Ф., Мальков И. Ю.** Исследование процесса синтеза ультрадисперсного алмаза в детонационных волнах // *Физика горения и взрыва*. 1989. Т. 25, № 3. С. 117–126.
2. **Ahrens Th. J. and Potter D. K.** Dynamic consolidation of initial diamond single crystal powders and diamond-graphite into fused polycrystalline diamond // *Shock Waves in Condensed Matter* 1987. Amsterdam: Elsevier Sci. Publ. B. V., 1988.
3. **Kondo K., Sawai S.** Fabricating nanocrystalline diamond ceramics by a shock compaction method // *J. Amer. Ceram. Soc.* 1990. V. 73, N 3. P. 1983–1991.
4. **Лин Э. Э., Новиков С. А., Куропаткин В. Г. и др.** Динамическое компактирование ультрадисперсных алмазов // *Физика горения и взрыва*. 1995. Т. 31, № 5. С. 136–138.
5. **Скоков В. И., Лин Э. Э., Медведкин В. А., Новиков С. А.** О характере ударной нагрузки при динамическом компактировании ультрадисперсных алмазов // *Физика горения и взрыва*. 1998. Т. 34, № 3. С. 105–106.

Поступила в редакцию 16/XI 1998 г.