

УДК 621.762.21+541.18.04

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗРЫВНОГО СИНТЕЗА
УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА Al_2O_3 Ж.-Ю. Ли¹, С. Цз. Ли², Х. Х. Янь²¹Китайский университет нефти, Циндао, 266555 Шаньдун, КНР, li-rui-yong@163.com²Далаянский технологический университет, Далянь, 116023 Liaoning, КНР

Исследовано влияние состава взрывчатого вещества (смесь $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ /гексоген/частицы вспененного полиэтилена) на фазовый состав и размеры ультрадисперсного Al_2O_3 . Показано, что при плотности смесового взрывчатого вещества 1.8 г/см^3 образуется высокотемпературная фаза α - Al_2O_3 , а при плотности 1.3 г/см^3 — ультрадисперсная смесь ($\alpha + \gamma$)- Al_2O_3 с преобладанием α -фазы. При плотности взрывчатого вещества 0.8 г/см^3 синтезируется низкотемпературная γ -фаза Al_2O_3 .

Ключевые слова: ультрадисперсный порошок Al_2O_3 , фаза, взрывной синтез, параметры взрыва.

При исследовании фаз и размеров ультрадисперсного порошка Al_2O_3 , а также при изучении агломерации частиц [1] возникает много технических и технологических вопросов. В данной работе экспериментально установлено, что размер частиц ультрадисперсного Al_2O_3 , синтезированного взрывом, зависит от параметров используемого смесового взрывчатого вещества (ВВ) [2–4].

В экспериментах использованы смесовые ВВ различной плотности (табл. 1). Смесовое ВВ плотностью 1.8 г/см^3 — водонаполненное взрывчатое вещество [5], называемое далее ВВ высокой плотности. Смесовое ВВ плотностью 0.8 г/см^3 — бинарная композиция порошков $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ и гексогена, полученная путем кондиционирования пульпы и последующего экструдирования. Оно называется ВВ плотностью ниже средней. Взрывчатое вещество плотностью 1.3 г/см^3 называется ВВ плотностью выше средней, а плотностью 0.4 г/см^3 — низкоплотным ВВ, приготовлены они путем добавления вспененных полиэтиленовых частиц в ВВ высокой плотности. Смеси помещали во взрывную камеру, и взрыв инициировался детонатором и небольшим количеством пластического ВВ. Проведен анализ продуктов взрыва.

На рис. 1 показана дифрактограмма ультрадисперсного Al_2O_3 . Кривые 1 и 2 соответствуют фазе α - Al_2O_3 (ASTM № 42-1468), которая получена в опытах со смесями № 1 и 2 (см. табл. 1), а кривые 4–8 — фазе γ - Al_2O_3 (ASTM № 10-425), полученной в случае смесей № 4–8. Кривые 3 и 10 соответствуют смеси фаз ($\alpha + \theta$)- Al_2O_3 (ASTM № 23-1009 и 42-1468) и ($\alpha + \gamma$)- Al_2O_3 (ASTM № 42-1468 и 10-425), полученных при использовании смеси № 3.

На рис. 2 показаны типичные фотографии ультрадисперсного Al_2O_3 . Видно, что его гранулы сферические и однородные, их размер варьируется от 10 до 40 нм.

Для удобства анализа экспериментальные данные сведены в табл. 2. Теоретическое значение среднего размера кристалла D ультрадисперсного Al_2O_3 рассчитывалось по формуле Шеррера [5], результаты также приведены в табл. 2.

Как видно из табл. 2 при взрыве ВВ высокой плотности в основном синтезировались высокотемпературные фазы (α или θ), (смеси № 1–3) и только в случае смеси № 4 появлялась низкотемпературная (γ) фаза Al_2O_3 . На дифракционной кривой 4 (см. рис. 1) прослеживается высокая интенсивность пиков в диапазоне углов $10 \div 30^\circ$.

На рис. 2,2 видно, что гранул сферической формы очень мало, в основном наблюдается аморфный или неидентифицируемый углерод. Цвет порошков (см. табл. 2) менялся от темно-серого до черного для смесей № 1–4 соответственно, что также свидетельствует о по-

© Rui Yong Li¹, Xiao Jie Li², Hong Hao Yan², 2012.

¹Department of Engineering Mechanics, China University of Petroleum (East China), Qingdao, 266555 Shandong, P. R. China. ²Department of Engineering Mechanics, Dalian University of Technology, State Key Laboratory of Structural Analysis for Industrial Equipment, Dalian, 116023 Liaoning, P. R. China.

Таблица 1

Параметры использованных смесевых ВВ

Номер смеси	ρ , г/см ³	Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O, г	Гексоген, г	Карбамид, г	Вспененные частицы, г
1	1.8	500	500	64	—
2	1.8	600	400	132	—
3	1.8	700	300	199	—
4	1.8	800	200	266	—
5	0.8	500	500	—	—
6	0.8	600	400	—	—
7	0.8	700	300	—	—
8	0.8	800	200	—	—
9	0.4	424	282	94	44.8
10	1.3	500	500	30.75	8.87

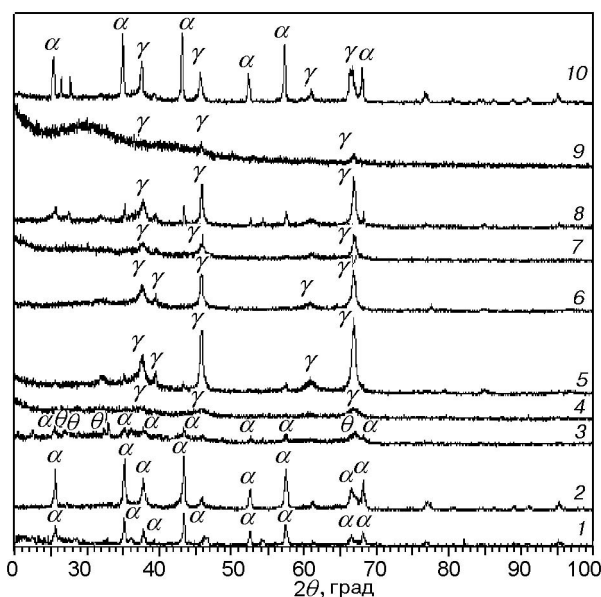


Рис. 1. Дифрактограмма продуктов взрыва: номера кривых соответствуют номерам смеси в табл. 1

степенном возрастании количества углерода в порошке. Все это указывает на то, что в смеси № 4 реакция проходит не полностью. Поэтому при использовании ВВ высокой плотности для получения высокотемпературных фаз (α или θ) ультрадисперсного Al₂O₃ массовая доля гексогена в смеси должна быть больше, чем в смеси № 4.

Из данных табл. 2 следует, что ультрадисперсный порошок ($\alpha + \gamma$)-Al₂O₃ синтези-

ровался при взрыве смеси плотностью выше средней (смесь № 10). Дифракционная кривая 10 на рис. 1 показывает, что доля фазы α -Al₂O₃ больше, чем γ -Al₂O₃, а выход аморфного или неидентифицируемого углерода мал, что можно заключить из слабой интенсивности дифракционных пиков при углах рассеяния $10 \div 30^\circ$. На рис. 2, к видно, что сферических гранул много и они однородны. Все эти факты свидетельствуют о полном протекании реакции при взрыве смеси № 10.

Из табл. 2 вытекает, что низкотемпературная фаза γ -Al₂O₃ синтезировалась при взрыве ВВ плотностью ниже средней (смеси № 5–8).

Цвет порошка, соответствующего смеси № 8, темнее, чем у порошков, полученных из смесей № 5–7, это указывает на большее содержание углерода в порошке из смеси № 8. Следовательно, для получения ультрадисперсной низкотемпературной фазы γ -Al₂O₃ можно использовать ВВ плотностью ниже средней, но массовая доля гексогена в них должна быть больше, чем в смеси № 8.

Низкотемпературная фаза γ -Al₂O₃ синтезировалась также и при взрыве ВВ низкой плотности (смесь № 9), но, как видно из рис. 1 (кривая 9), реакция этой смеси проходит не полностью. Поскольку плотность смеси № 9 очень низкая (0.4 г/см³) и расстояние между частицами в ВВ велико, тепло от прореагировавшего ВВ плохо передается к еще непрореагировавшему, что и приводит к неполноте реакции. Кроме того, технология подготовки сме-

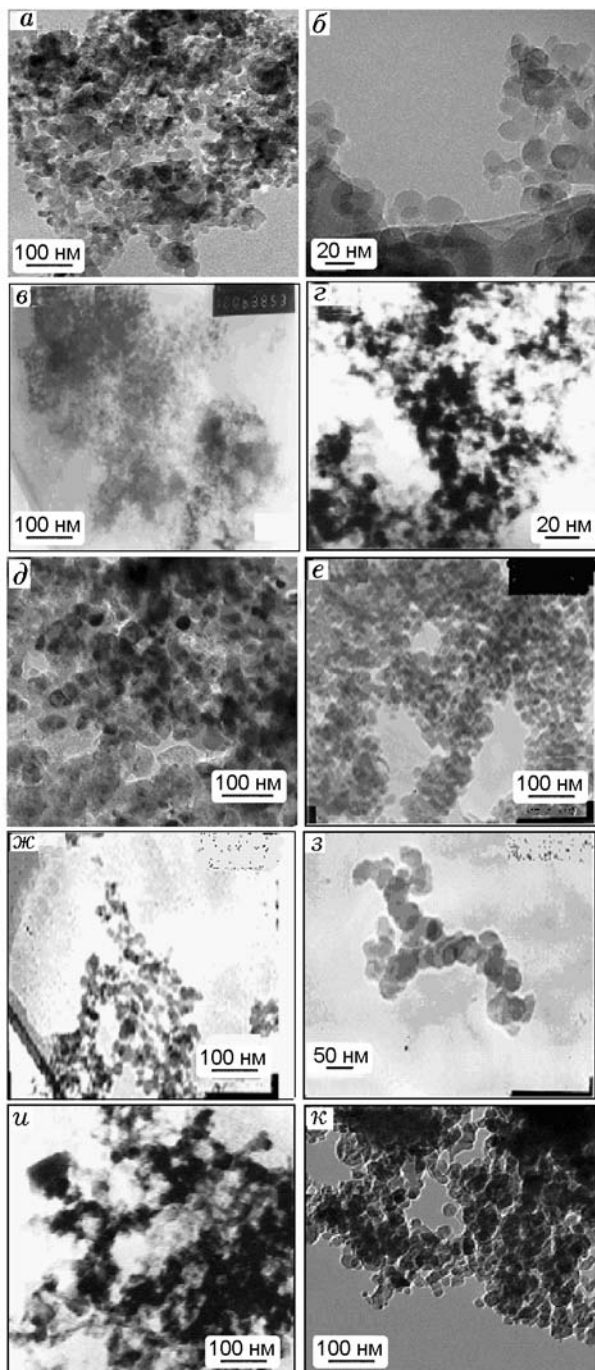


Рис. 2. Типичные фотографии ультрадисперсного Al_2O_3 , полученного при взрыве смесей № 1 (а), 2 (б), 3 (в), 4 (г), 5 (д), 6 (е), 7 (ж), 8 (з), 9 (и), 10 (к) (см. табл. 1)

Таблица 2
Параметры полученных частиц

Номер смеси	Фаза	Форма	Цвет порошка	D , нм
1	α	Сферическая	Темно-серый	35.07
2	α	—//—	Темно-серый	27.58
3	$\alpha + \theta$	—//—	Темно-серый	22.50
4	γ	—//—	Черный	10.81
5	γ	—//—	Светло-серый	15.43
6	γ	—//—	Белый	17.36
7	γ	—//—	Светло-серый	19.48
8	γ	—//—	Темно-серый	23.24
9	γ	—//—	Черный	22.66
10	$\alpha + \gamma$	—//—	Темно-серый	34.91

си № 9 сложная, поэтому использовать ее для получения ультрадисперсного Al_2O_3 нецелесообразно.

Как показывают результаты (см. табл. 2), между плотностью смесевых ВВ, использованных для получения ультрадисперсного γ - Al_2O_3 , и размером его частиц существует линейная зависимость (рис. 3): чем больше плотность ВВ, тем меньше средний размер монокристаллов.

Итак, для получения высокотемпературного Al_2O_3 , особенно ультрадисперсного α - Al_2O_3 , подходят ВВ высокой плотности. Ультрадисперсный $(\alpha + \gamma)$ - Al_2O_3 смешанного типа синтезировался при взрыве ВВ плотностью выше средней, в то время, как ВВ плотностью ниже средней пригоден для

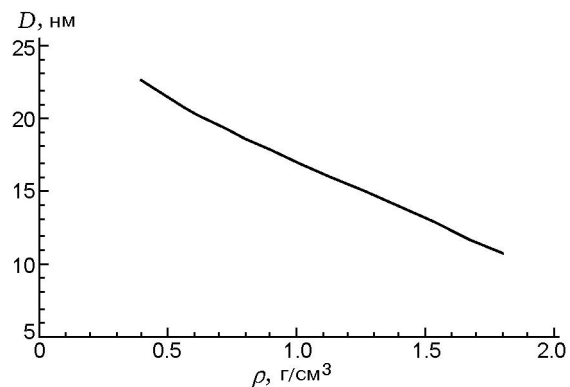


Рис. 3. Зависимость среднего размера кристалла от плотности ВВ

получения низкотемпературного γ - Al_2O_3 . ВВ низкой плотности не образуют ультрадисперсного Al_2O_3 . С ростом плотности ВВ размер нанокристаллов ультрадисперсного γ - Al_2O_3 уменьшается и эта зависимость линейная.

Работа поддержана Национальным фондом естественных наук и Фондом естественных наук провинции Shandong КНР (гранты № 10902126 и ZR2010EL016).

ЛИТЕРАТУРА

1. **Dong Hai-Feng, Xia Hai-Ping, Ding Ma-Tai, et al.** The effect of heating time and desalting process on the diameters of nano-alumina and their polydispersity // J. Function. Mater. — 2005. — V. 36, N 4. — P. 583–587.
2. **Li Xiao-Jie, Li Rui-Yong, Zhao Zheng, et al.** Ultrafine aluminum oxide production by detonation // Explosion and Shock Waves. — 2005. — V. 25, N 2. — P. 145–150.
3. **Li Xiao-Jie, Li Rui-Yong, Qu Yan-Dong, et al.** Detonation Synthesis of Nanometer α - Al_2O_3 // Journal of Materials Science & Engineering. — 2005. — V. 23, N 3. — P. 451–452.
4. **Li Xiao-Jie, Li Rui-Yong, Qu Yan-Dong, et al.** Detonation synthesis of nanometer α - Al_2O_3 powder // Engineering Blasting. — 2006. — V. 12, N 1. — P. 19–21.
5. **Ли Ж.-Ю., Ли С.-Ц., Се С.-Х.** Взрывной синтез ультрадисперсного оксида алюминия и влияние температуры взрыва // Физика горения и взрыва. — 2006. — Т. 42, № 5. — С. 127–131.

*Поступила в редакцию 7/X 2011 г.,
в окончательном варианте — 2/VII 2012 г.*
