

УДК 532.593: 539.372

Ударное сжатие наноструктурных пористых материалов.

К.А. ТЕН¹, Э.Р. ПРУУЭЛ¹, Л.А. ЛУКЬЯНЧИКОВ¹, Б.П. ЕФРЕМОВ², Е.В. БЕСПАЛОВ², Б.П. ТОЛОЧКО³, В.В. ЖУЛАНОВ⁴, Л.И. ШЕХТМАН⁴

¹*Институт Гидродинамики им. М.А.Лаврентьева СО РАН*

²*Институт Высоких Температур РАН*

³*Институт Химии Твердого тела и Механохимии СО РАН*

⁴*Институт ядерной физики им. Будкера СО РАН*

Используя для диагностики синхротронное излучение от накопителя ВЭПП-3 проведены эксперименты по ударному сжатию SiO₂ аэрогелей (в продольном и поперечном направлении) с начальными плотностями аэрогеля от 0,07 до 0,25 г/см³. Получены ударные адиабаты аэрогеля при скоростях ударников до 4,0 км/с. Измерена динамика малоуглового рассеяния синхротронного излучения при ударном сжатии наноструктурного аэрогеля. В экспериментах использовано новое взрывное метательное устройство для получения скоростей металлических ударников до 4,0 км/с.

Ключевые слова: синхротронное излучение, малоугловое рассеяние, рентгеновский детектор, ударные волны, наноструктурные материалы

1. ВВЕДЕНИЕ

Аэрогели – пористые материалы, главными особенностями которых является прозрачность и возможность их изготовления в широком диапазоне плотностей (0.36-0.008 г/см³). Эти материалы представляют собой макроскопические кластеры, состоящие из жестко связанных кварцевых наночастиц. Характерный размер отдельных частиц – 3-4 нанометра. При небольших плотностях жесткий каркас составляет малую долю объема аэрогеля, то есть почти весь его объем (до 98-99 % и выше) приходится на поры. Из-за маленькой толщины стенок размеры пор не превышают нескольких диаметров частиц. Аэрогели обладают уникальными физическими свойствами, среди которых рекордно низкая теплопроводность в сочетании с высокой прозрачностью и малым весом [1]. Скорость распространения малых возмущений в аэрогелях степенным образом зависит от плотности и может быть ниже скорости звука в газах.

Аэрогели широко используются в детекторах элементарных частиц, а также в наполнителях головных обтекателей космических аппаратов. Поскольку в таких конструкциях аэрогель подвергается высокоинтенсивным внешним воздействиям, то представляет интерес изучение его свойств и поведения при динамических и ударно-волновых нагружениях. В литературе уже имеется ряд работ, посвященных построению ударных адиабат и уравнений состояния кремниевого аэрогеля [2-7].

В данной работе расширен диапазон ударно-волнового воздействия на SiO₂ аэрогель, а также для его исследования используются возможности синхротронного излучения (СИ) от ускорителя ВЭПП-3 Института ядерной физики СО РАН.

2. ПОСТАНОВКА УДАРНО-ВОЛНОВЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ.

Схема постановки экспериментов по исследованию детонационных и ударно-волновых процессов показана на рис.1 и детально описана в [7-9]. Ударная волна в образцах возбуждалась цилиндрическим плоским ударником, метаемым продуктами детонации взрывчатого вещества (ВВ) внутри охранного кольца (короткоствольная пушка). Скорости, приобретаемые ударником, в зависимости от толщины и материала ударника лежат в интервале 500-4000 м/с. Для измерения параметров ударно-сжатого аэрогеля использовался плоский пучок СИ. Сборка из исследуемого образца и нагружающего устройства располагалась горизонтально вдоль плоскости сформированного пучка СИ, имевшего высоту 0,4 мм и ширину ≈ 18 мм. Ударная волна в аэрогеле находилась в зоне пучка СИ в течении 3 – 4 мкс. За это время удавалось сделать 6 - 8 мгновенных (с экспозицией 1 нс) снимков распределения.

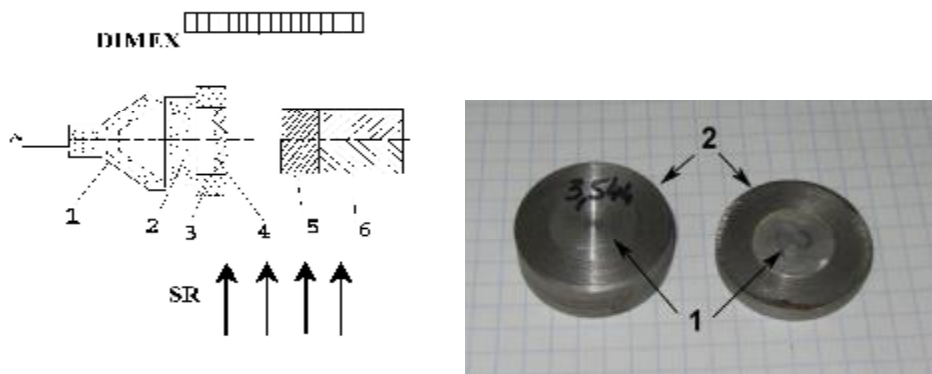


Рис. 1. Постановка экспериментов (слева). SR – плоский пучок синхротронного излучения, 1 – взрывная линза, 2 – заряд ВВ, 3 - метательное устройство (пушка), 4 – ударник, 5 – образец аэрогеля, 6 – стенка (сталь). DIMEX – детектор, 512 каналов (стрипов) по 0,1 мм каждый. Справа. Метательное устройство (пушка). 1 – ударник, 2 – охранное кольцо.

В данной работе (в отличии от работы [7]) коренным переделкам была подвергнута экспериментальная сборка. Разработана новая взрывная линза. Теперь в ней стали использовать более стабильное пластическое ВВ на основе тэна (скорость детонации 9 км/с). Масса заряда пластина при этом увеличилась до 5 г. Фотография деталей новой взрывной линзы приведена на рис. 2, на рис.3 приведена регистрограмма выхода ударной волны из линзы.

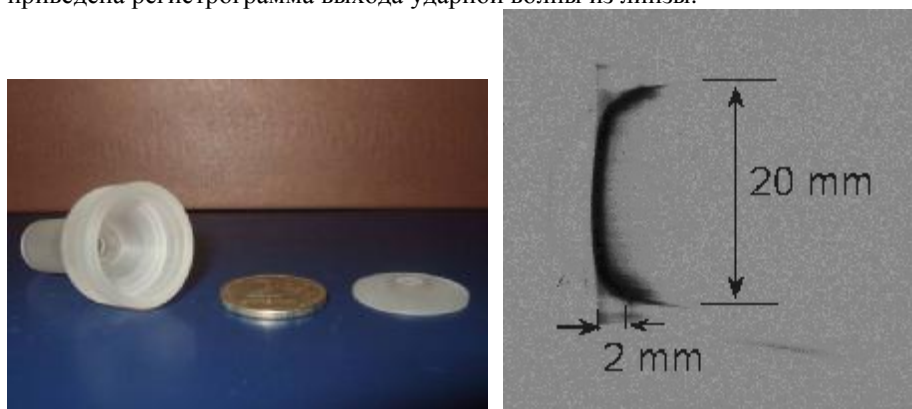


Рис. 2. Слева — Внешний вид деталей модифицированного генератора плоской волны. Справа — Фотохронограмма процесса выхода фронта ударной волны из взрывной линзы

Для получения точных межплоскостных расстояний взамен старой (деревянной) конструкции сборки была разработана и изготовлена новая конструкция из оргстекла. Новая сборка обеспечивает подгонку деталей со «скользящей посадкой» и позволяет устанавливать расстояния между деталями с помощью шлифованных пластин.

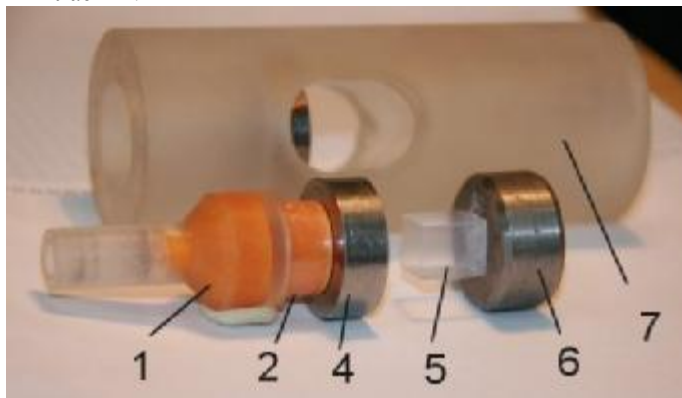


Рис.3. Взаимное расположение элементов (расположены снаружи) в сборке при проведении экспериментов по ударному сжатию аэрогеля. 1- взрывная линза, 2- основной заряд из НМХ, 4- охранный кольцо с ударником из алюминия, 5- образец аэрогеля, 6- основание (опора), 7 – корпус сборки.

Комплекс проведенных усовершенствований (новые взрывная линза, ВВ, сборочный корпус) позволяют теперь проводить эксперименты по ударному сжатию аэрогеля на максимально возможном техническом уровне. Тестирование параллельности полета ударника проводилось путем замыкания игольчатых датчиков, установленных по краям образца, диаметром 12 мм на расстоянии 16 мм от пушки. Запись на осциллограмме показывает разброс времени срабатывания менее 30 нс.

Регистрация излучения велась новым детектором DIMEX-3 [9], который располагался также параллельно оси сборки на расстоянии 980 мм от нее. Размеры одного канала регистрации составляли 0,4 мм в высоту и 0,1 мм вдоль оси заряда, общее число каналов составляло 512 шт. Изменение интенсивности проходящего через образец пучка дает информацию о распределении плотности в области измерения.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Характер изменения интенсивности проходящего излучения по мере распространения ударной волны по аэрогелю дает рисунок 5. Экспериментальные точки получены в образце аэрогеля плотностью $0,25 \text{ г/см}^3$ с помощью алюминиевого ударника толщиной 3 мм, разогнанного до скорости 1,5 км/с. Видно, что фронт нагружающего импульса заметно размазан, что связано с высокой пористостью материала. В каждом опыте измеряются скорость ударной волны в мишени D , массовая скорость за её фронтом, которая равна текущей скорости полета ударника U и первоначальная скорость ударника. Экспериментальная $x-t$ диаграмма процесса соударения медного ударника с аэрогелем с плотностью $0,25 \text{ г/см}^3$ приведена на рис. 4.

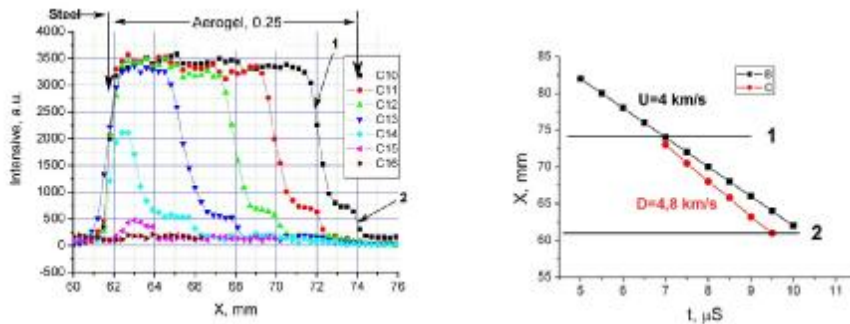


Рис. 4. Слева - динамика распределения прошедшего излучения. По горизонтальной оси отложено расстояние в мм. Время между кадрами 0,5 мкс. 1 – фронт волны в аэрогеле, 2 – положение ударника (алюминий). Справа. X-t диаграмма положения Al ударника (B) и фронта волны (C). 1,2 – границы аэрогеля..

Скорость ударной волны составила $D = 4,8$ км/с, при скорости ударника $U = 4,0$ км/с. Перед каждым экспериментом проводилась калибровка детектора DIMEX-3, путем измерения проходящего излучения от разных по толщине пластин аэрогеля. Такая процедура позволяет вычислить увеличение массы вдоль луча СИ. По данным на рис.4 увеличение массы за фронтом ударной волны в аэрогеле (m_1) составляет $m_1/m_0 = 5,13$. Увеличение плотности за фронтом (при скоростях $D = 1,83$ км/с и $U = 1,5$ км/с в одномерном приближении) составляет 5,54. Это несовпадение, скорее всего, связано с расширением аэрогеля в стороны при ударном сжатии. Поскольку наш детектор одномерный, были сделаны специальные эксперименты по регистрации бокового расширения аэрогеля. Детектор ставился перпендикулярно движению ударника около жесткой стенки (рис. 5). Кадр В – исходное состояние геля, кадры С, D, E – после ударного сжатия. После первого сжатия расширение составляет $\sim 6\%$, что хорошо объясняет полученные расхождения. После сжатия в отраженной волне расширение достигает 16,6%..

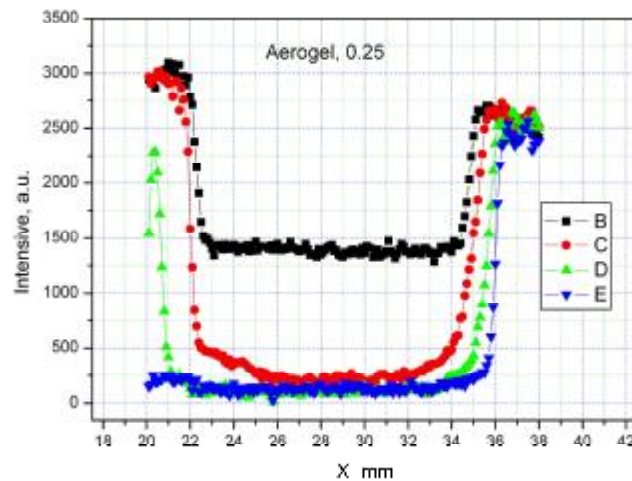


Рис. 5. Динамика распределения прошедшего излучения при поперечном расположении детектора. Начальное расположение аэрогеля (кадр В) между 222 и 344 каналами. Время между кадрами 0,5 мкс.

На рис.7 приведены полученные ударные адиабаты для аэрогеля с начальной плотностью $0,15 \text{ г/см}^3$ и $0,25 \text{ г/см}^3$ при скоростях взаимодействия до 4 км/с . Зависимость между D и U для данных плотностей практически одинакова и равна

$$D = 1.22 U - 0.25.$$

Полученных таким образом данных достаточно для полного определения параметров сжатого вещества. При этом знание значений первоначальной скорости ударника и волны позволяют также применить для расчета параметров сжатия аэрогеля метод торможения [2], поскольку ударные адиабаты материалов ударников хорошо известны. В итоге были определены ударная адиабата аэрогеля с начальной плотностью $0,25 \text{ г/см}^3$, каждая экспериментальная точка на которой строилась двумя способами, что позволило повысить точность получаемых данных. Следует отметить, что данные, получаемые этими способами, практически совпадают. Построенная для различных скоростей и материалов ударника P - U диаграмма аэрогеля приведена на рис. 7.

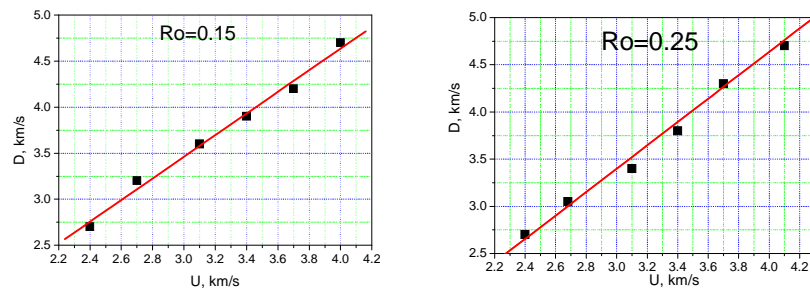


Рис.6. Зависимость между D и U при ударном сжатии аэрогеля. Слева для начальной плотности $0,15 \text{ г/см}^3$, справа для плотности $0,25 \text{ г/см}^3$.

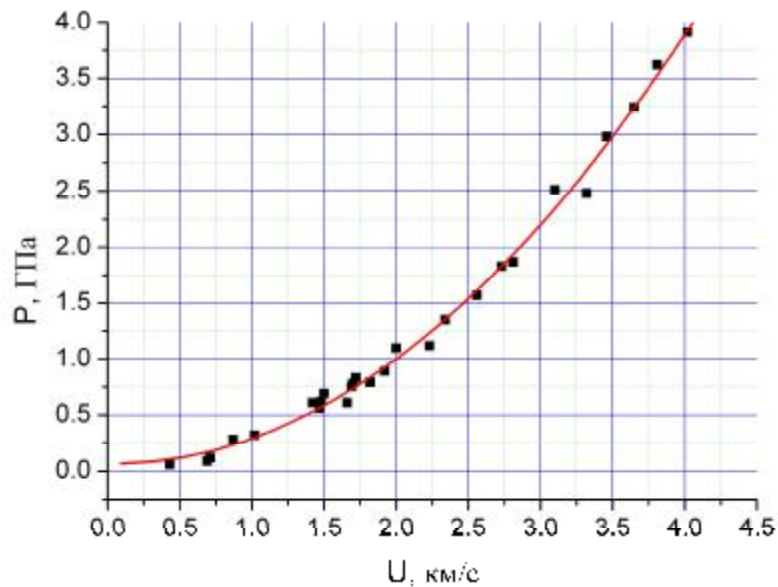


Рис.7. P - U диаграмма аэрогеля с начальной плотностью $0,25 \text{ г/см}^3$

Анализ полученных данных показал, что при данной постановке экспериментов зполучить сжатие аэрогеля больше, чем $6,2$ раза не удается. Это

сжатие достигается при скорости ударника $U = 3,2$ км/с. На рис. 8 показана мишень (стальная шайба, на которой находился образец) после удара по ней ударника со скоростью 3,8 км/с. Видно углубление (1) глубиной 1,92 мм. Поскольку наш детектор находится сбоку (рис.1), то он не может зарегистрировать максимальное сжатие. В части экспериментов, мишень была изготовлена с угловой выемкой (2). Угол изменялся от 5 до 15 градусов (от плоской поверхности). При угле 10 градусов глубина выемки составила около 2 мм. Такая выемка решала две задачи. Во-первых, она уменьшала боковой разлет, и, во-вторых, – позволяла вести регистрацию максимального сжатия.

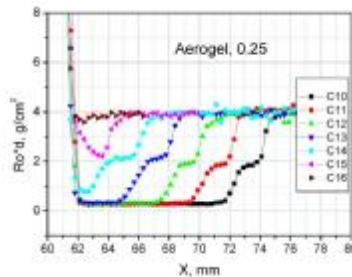
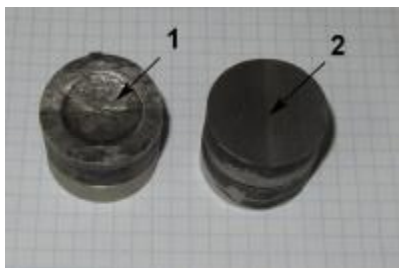


Рис. 8. Слева. Вид мишени после соударения с алюминиевым ударником (скорость 3,8 км/с). Глубина выемки (1) – 1,9 мм. 2 – начальное угловое углубление в мишени. Справа. Динамика зависимости распределения массы на луче при ударном сжатии аэрогеля. Время между кадрами – 0,5 мкс.

Кроме углубления в мишени, в экспериментах использовалось ВВ со скоростью детонации 9 км/с (масса ВВ – 15 г), и взрывная камера откачивалась до форвакуума (давление 30 - 50 Па). Полученное распределение массы на луче СИ (интеграл плотности на длину) от времени приведено на рис.8. В кадрах С10 – С15 видно движение ударника по образцу, в кадре С16 ударник достигает стенки. Максимальная измеренная масса на луче достигает величины $3,7$ г/см². Это значение состоит из дважды сжатого ядра (диаметр ~ 8-10 мм) и размазанного кольца (диаметром 14- 16 мм). Учитывая, что в кольце сжатие составляет ~ 6, то в центре плотность достигает $2,2 - 2,3$ г/см³, что составляет плотность наночастиц SiO₂.

4. ИЗМЕРЕНИЕ МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ

Для динамических экспериментов с регистрацией мало-углового рентгеновского рассеяния (МУРР) использовалась схема измерения, описанная в [7, 9] и показанная на рис. 9. Из пучка СИ с помощью нижнего (К1) и верхнего (К2) ножей (коллиматор Кратки) на центральной части образца формировалось плоское пятно размером 0,4-0,8 мм высотой и 10 - 14 мм шириной. Перед детектором прямой пучок зарезался еще одним нижним ножом (К3). Отклоненные лучи МУРР регистрировались детектором DIMEX. Угловой диапазон измерений МУРР составлял $\sim 4 \cdot 10^{-4} - 10^{-2}$ рад.

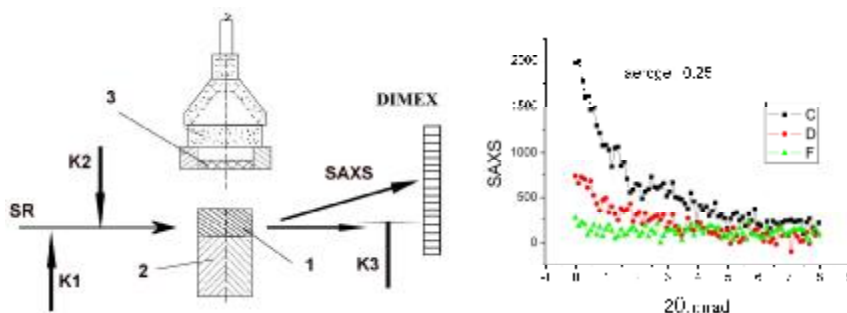


Рис. 9. Схема постановки экспериментов по измерению МУРР при ударном сжатии аэрогеля. SR – луч СИ, K1 и K2 ножи, формирующие плоский луч, 1 – образец аэрогеля, 2 – жесткая стенка (сталь), 3 – ударник. K3 – нож, перекрывающий прямой луч СИ, SAXS – отклоненные лучи СИ, DIMEX – детектор. Справа. Динамика распределения МУРР при ударном сжатии аэрогеля. С – исходный МУРР, D – после однократного сжатия, F – образец перекрыт ударником.

Полученные записи МУРР (скорость ударника 2,2 км/с) показаны на рис. 9. Кадр С показывает угловое распределение до удара, D – после сжатия, F – после перекрытия ударником луча СИ. Полученные распределения обрабатывались программным кодом GNOM [11]. Начальное распределение МУРР соответствует рассеиванию от исходных наночастиц SiO₂. После ударного сжатия уровень сигналов МУРР падает (из-за увеличения плотности), распределение частиц SiO₂ по размерам не изменяется.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ.

Проведенные эксперименты показали хорошую возможность измерения сжатия аэрогеля методами с использованием СИ. Отличительной особенностью наших экспериментов является возможность измерять скорости и плотности в аэрогеле одновременно. Полученные результаты дополняют данные [2-6], полученные для больших скоростей ударного сжатия, и известные данные для меньших скоростей [7]. При начальной плотности 0,25 г/см³ аэрогель был сжат до максимальной возможной плотности (до плотности шариков SiO₂, 2,2 г/см³).

Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП СЦСТИ и финансовой поддержке Минобрнауки России и гранта РФФИ № 10-08-00859.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.

- [1] **Rabie R., Dick J.J.** Equation of state and crushing dynamics of low-density silica aerogels. Shock Compression of Condensed Matter – 1991. Proceedings of the American Physical Society Williamsburg, Va, Usa, 1991, p. 87 – 90.
- [2] **Демидов Б.А., Ефремов В.П., Ивкин М.В.** и др. Формирование ударной волны в аэрогеле, облученном сильноточным импульсным электронным пучком. Журнал технической физики, 1999. Т. 69. Вып. 12. С. 18-25.
- [3] **Ефремов В.П., Пикуз С.А., Фаенов А.Я.** и др. Исследования зоны энерговыделения потока тяжелых ионов методами рентгеновской спектроскопии многозарядных ионов. Письма ЖЭТФ. Т.81. Вып.8, 2005. С. 468-473.
- [4] **Holmes N.C., See E.F.** Shock compression of low-density microcellular materials. Shock Compression of Condensed Matter – 1991. Proceedings of the American Physical Society Williamsburg, Va, Usa, 1991, p. 91 – 94.
- [5] **Fortov V.E., Filimonov A.S., Gryaznov V.K.** et al. The generation of a non-ideal plasma by shock compression of high-porosity SiO₂-aerogel. //Modern Physics Letters A, 2003, v. 18, No. 26, p. 1835 – 1840.

- [6] **Zhernokletov M.V., Lebedeva T.S., Medvedev A.B. et al. Thermodynamic parameters and equation of state of low-density SiO₂ aerogel.** // Shock Compression of Condensed Matter - 2001: Proceedings of the American Physical Society, Atlanta, Georgia, USA, 2001, p. 763 – 766.
- [7] **Merzhievsky L.A., Lukianchikov L.A., Prueel E.R. et al.** Synchrotron diagnostics of shock-wave compression of aerogel. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A, 2007, Vol. 575, Issue 1, p. 121-125
- [8] **Тен К. А., Евдоков О. В., Жогин И. Л.И.** др. Распределение плотности во фронте детонации цилиндрических зарядов малого диаметра. Физика горения и взрыва, 2007, № 2, т. 43, с. 91-99
- [9] **Титов В. М., Пруэл Э.Р., Тен К.А.** и др. Опыт применения синхротронного излучения для исследования детонационных процессов. Физика горения и взрыва, 2011, т.47, № 6, стр. 3-16.
- [10] **Aulchenko V.M., Baru S.E., Evdokov O.V. et al.** Fast high resolution gaseous detectors for diffraction experiments and imaging at synchrotron radiation beam. //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, A 623 (2010), pp. 600-602
- [11] **Svergun D., Semenyuk A.** Program Package GNOM. Small-Angle Scattering Data Processing by Means of the Regularization Technique. DESY, Hamburg, Germany, 2011