

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
ИНСТИТУТ ГИДРОДИНАМИКИ ИМ. М.А. ЛАВРЕНТЬЕВА  
СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

*На правах рукописи*

РУБЦОВ Иван Андреевич

**ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИКИ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ  
КОНДЕНСИРОВАННОГО УГЛЕРОДА ПРИ ДЕТОНАЦИИ  
ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ МАЛОУГЛОВОГО  
РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕЙЯНИЯ**

1.3.17 – химическая физика, горение и взрыв,  
физика экстремальных состояний вещества

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:  
кандидат физико-математических наук  
Тен Константин Алексеевич

Новосибирск – 2021

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....	18
1.1 Конденсированный углерод при детонации ЭМ.....	18
1.1.1. Синтез НА.....	18
1.1.2. Структура конденсированного углерода.....	23
1.1.3. Уравнения состояния продуктов детонации.....	28
1.2. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ КОНДЕНСАЦИИ УГЛЕРОДА ВО ВРЕМЯ ДЕТОНАЦИИ ЭМ.....	30
1.3. СТАНЦИИ – АНАЛОГИ.....	38
ГЛАВА 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ.....	40
2.1. ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ СТАНЦИИ.....	40
2.2. ДЕТЕКТОР ДЛЯ СКОРОСТНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ DIMEX.....	43
2.3. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА.....	48
2.4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ.....	51
2.5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ К ГЛАВЕ.....	57
ГЛАВА 3. МЕТОДИКИ ОБРАБОТКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ.....	58
3.1. РАССЕЯНИЕ МОНОХРОМАТИЧЕСКОЙ ВОЛНЫ НА СФЕРИЧЕСКОЙ ЧАСТИЦЕ.....	58
3.2. МУРР НА СФЕРИЧЕСКОЙ ЧАСТИЦЕ ОТ РЕАЛЬНОГО СПЕКТРА НА СТАНЦИИ.....	62
3.2.1. Реальный спектр излучения на станции.....	62
3.2.2. МУРР от реального спектра.....	65
3.2.3. Газодинамический расчет разлета продуктов взрыва.....	67
3.3. ОБОСНОВАННОСТЬ ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ "РОЗОВОГО" СПЕКТРА ИЗЛУЧЕНИЯ.....	70
3.4. ИНТЕГРАЛЬНЫЙ СИГНАЛ МУРР.....	72
3.5. ВОССТАНОВЛЕНИЕ СРЕДНЕГО РАЗМЕРА РАССЕИВАЮЩИХ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ МЕТОДОМ ГИНЬЕ.....	73
3.6. ВОССТАНОВЛЕНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЧАСТИЦ ПО РАЗМЕРАМ.....	78

3.7. Восстановления динамики двухуровневой структуры конденсированного углерода (частицы и кластеры) .....	81
3.8. Методические ошибки .....	88
3.9. Заключение к главе .....	92
ГЛАВА 4. РЕЗУЛЬТАТЫ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ДИНАМИКИ РАЗМЕРОВ КОНДЕНСИРОВАННОЙ ФАЗЫ УГЛЕРОДА И ОБСУЖДЕНИЕ. ....	93
4.1 Длительная конденсация углерода. ....	93
4.2. Теоретические работы по длительной конденсации углерода. ....	94
4.3. Экспериментальные работы по длительной конденсации углерода. ....	94
4.4. На каких частицах происходит рассеяние. ....	95
4.5. Двухстадийный механизм конденсации углерода .....	96
4.6. Концепция экспериментальной станции по исследованию быстропротекающих процессов на источнике синхротронного излучения ЦКП «СКИФ».....	97
4.7. Заключение к главе .....	98
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	99
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СОКРАЩЕНИЙ.....	101
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ .....	103

## ВВЕДЕНИЕ

Впервые синтез наноалмаза (НА) из углерода молекул энергетических материалов (ЭМ) с отрицательным кислородным балансом был открыт в 1963 году во Всероссийском научно-исследовательском институте технической физики имени академика Е.И. Забабахина (ФГУП «РФЯЦ – ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», г. Снежинск) [1]. В 1982 году синтез НА был повторно открыт независимо в Институте гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН совместно с ФНПЦ «Алтай» и в Институте проблем материаловедения [2, 3].

С 1988 года в мире издано больше тысячи работ, посвященных изучению конденсации углерода (в основном в виде НА) при детонации ЭМ. Подавляющее число работ связано с изучением сохраненных продуктов взрыва. Основное усилие исследователей было направлено на увеличение выхода НА и технологию очистки шихты (сохраненного углеродного остатка) [4–7]. Динамических экспериментов с непосредственным измерением во время взрыва в то время проводить не могли, но в части работ было высказано мнение, что НА образуются в зоне химической реакции, например [8, 9].

Второй всплеск интереса к изучению процессов конденсации углерода при детонации ЭМ возник при изучении триаминотринитробензола (ТАТБ) в ядерных центрах России и США. Результаты [10] показали, что предположение о дополнительном выделении энергии (~30% в течении 300 нс за зоной химической реакции) лучше описывает экспериментальные данные по ускорению металлических фольг. Позднее в работе [11] предложена расчетная модель, учитывающая длительное энерговыделение не только для ТАТБ, но и для ряда остальных ЭМ с отрицательным кислородным балансом. Данная модель учитывает дополнительную энергию, выделяющуюся при экзотермической коагуляции углеродных частиц, и позволила объяснить результаты проведенных экспериментов.

В начале 2000-х годов были проведены первые эксперименты по динамической регистрации малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР), которые показали длительный рост интегрального сигнала МУРР при детонации ТГ (смесь тротила (ТНТ) и гексогена 50/50) [12, 13]. Более поздние работы [14, 15] свидетельствуют о том, что за зоной химической реакции продолжается рост размеров рассеивающих центров (до 15 – 20 нм).

Возможность использования коротких высоко-периодичных вспышек синхротронного излучения (СИ) от ускорителей высоких энергий позволяет проследивать временную эволюцию сигнала МУРР при детонации ЭМ, а анализ его распределения по углу позволяет восстановить динамику средних размеров частиц конденсированного углерода при детонации ЭМ [16].

При исследовании конденсации углерода в детонационной волне регистрируется сигнал МУРР от неоднородностей плотности в малые углы. В этом случае неоднородностями плотности выступают наночастицы конденсированного углерода [17].

МУРР часто используется для изучения внутренней структуры вещества, но в большинстве это статические измерения. Динамические измерения МУРР с высоким временным разрешением (время экспозиции уменьшилось до  $\approx 100$  пс) впервые начали регистрировать в Новосибирске [17] и в настоящее время регистрация МУРР является единственным (бесконтактным и невозмущающим) способом экспериментально зарегистрировать динамику размеров конденсированной фазы углерода во время детонационного процесса [18-20].

В данной работе исследуется процесс конденсации углерода при детонации ЭМ (литых цилиндрических зарядов ТГ диаметром 20, 30 и 40 мм, литых цилиндрических зарядов ТНТ диаметром 30 и 40 мм; прессованных зарядов на основе ТАТБ диаметром 30 и 40 мм), а также его зависимость от диаметра заряда. Интерес к изучению данных материалов связан с тем, что ТНТ и ТГ является основным компонентом смесевых составов для получения промышленных взрывных НА и все эти ЭМ являются основными компонентами спецхимии. Ранее на станции ускорительного комплекса ВЭПП-3, оснащенной взрывной камерой на

30 г ЭМ в тротиловом эквиваленте, исследовались заряды диаметром до 20 мм, а запуск в эксплуатацию новой экспериментальной станции «Экстремальное состояние вещества» (ранее – SYRAFEEMA (Synchrotron Radiation Facility for Exploring Energetic Materials) на 8-м канале ВЭПП-4М, оснащенной взрывной камерой на 200 г., позволил исследовать заряды до 40 мм в диаметре.

Исследования проводились при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований: проекты 20-33-90028 Аспиранты, 17-03-00251 А, 16-29-01050 офи-м, 14-03-00770 А; Министерства науки и высшего образования Российской Федерации проект № 075-15-2020-781, а также в рамках бюджетных проектов ИГиЛ СО РАН и ЦКП «СКИФ» ИК СО РАН.

### **Актуальность**

В настоящее время отсутствует понимание (не хватает экспериментальных данных) о физико-химических процессах, происходящих на фронте детонации (как и почему атомы углерода формируют структуру конденсированного углерода, в т.ч. алмаза).

В настоящее время большинство работ по изучению конденсации углерода при детонации ЭМ изучают сохраненный конденсированный углерод. При этом не учитывают, где он сформировался в зоне химической реакции, в процессе догорания в волне Тейлора или в процессе очистки. Так, в работах [21-23] показано, что размер НА после очистки больше его размера в неочищенных продуктах, и это еще один фактор необходимости проводить измерения прямо во время взрыва, желательно в зоне химической реакции.

Полученные прямые экспериментальные данные о параметрах вещества в зоне химической реакции позволят уточнить уравнения состояния продуктов взрыва, повысить эффективность и безопасность использования взрывчатых материалов, в том числе для боеприпасов; а также улучшить динамический синтез детонационного алмаза.

МУРР является эффективной динамической методикой измерения размеров частиц в нанометровом диапазоне, и реализация угловых распределений МУРР с

пикосекундной экспозицией в дальнейшем найдет применение и в изучении других динамических процессов (ударные волны, разрушение материалов).

### **Степень разработанности темы исследования**

Кинетика конденсации углерода в процессе детонации ЭМ на данный момент остается малоизученной (экспериментально). В основном все работы посвящены исследованию сохраненного углеродного остатка, собранного после взрыва.

Тот небольшой круг экспериментальных работ, ведущихся по изучению динамики конденсации углерода с помощью синхротронного излучения, посвящен зарядам диаметром менее 20 мм. Так до проведения данной работы в мире не было экспериментальных установок, позволяющих исследовать динамику конденсации углерода во время детонации зарядов ЭМ диаметром более 20 мм.

**Целью диссертационной работы** является исследование динамики размеров конденсированного углерода при детонации ЭМ разного диаметра по измеренным распределениям малоуглового рентгеновского рассеяния в зарядах ЭМ по диаметру близких к используемым на практике.

Для достижения поставленной цели были поставлены следующие **задачи**:

1. Разработать экспериментальный подход для регистрации динамики МУРР;
2. Провести экспериментальные исследования и измерить динамику угловых распределений МУРР при детонации зарядов ЭМ диаметром до 40 мм (с суб-наносекундной экспозицией);
3. Разработать численные модели обработки экспериментальных данных с учетом особенностей станции;
4. Восстановить динамику размеров конденсированного углерода (рассеивающих неоднородностей продуктов взрыва);
5. На основе анализа экспериментальных данных сделать выводы о кинетике процесса конденсации углерода и его структур.

### **Научная новизна**

Получены результаты по длительной динамике размеров рассеивающих структур (конденсированного углерода), показавшие что динамика размеров конденсированного углерода превышает зону химической реакции.

Продемонстрирована возможность, разработаны численные модели восстановления информации по угловым распределениям МУРР с высоким временным разрешением и предложен механизм формирования конденсированного углерода.

Полученные результаты являются уникальными для зарядов ЭМ массой около 200 грамм, так до проведения данной работы в мире не было экспериментальных установок, позволяющих исследовать динамику конденсации углерода во время детонации зарядов ЭМ диаметром более 20 мм.

### **Теоретическая и практическая значимость**

Экспериментальные данные, изложенные в диссертации, используются для построения моделей конденсации углерода и учета энергии формирования частиц углерода в зоне химической реакции и за ней. Они также важны для калибровки и верификации уравнений состояния продуктов детонации, учитывающих детальный химический состав газовых и конденсированных компонент. Также результаты работы могут быть полезны при детонационном синтезе углеродных наноматериалов, в т.ч. НА.

Полученные результаты используются для уточнения уравнений состояния продуктов детонации взрывчатых составов, используемых Российскими ядерными центрами (РФЯЦ-ВНИИТФ и РФЯЦ-ВНИИЭФ), также по результатам работы даны рекомендации АО "ГосНИИмаш" по синтезу НА.

### **Методология и методы исследования**

В качестве основного экспериментального метода в диссертации использован метод малоуглового рентгеновского рассеяния с высоким временным разрешением



в сочетании с разработанными программными алгоритмами для обработки экспериментальных данных.

**На защиту выносятся следующие основные результаты и положения:**

1. Экспериментальный подход, который позволяет регистрировать динамику угловых распределений малоуглового рентгеновского рассеяния (дифракционное кино) при детонации зарядов энергетических материалов диаметром до 40 мм.
2. Время формирования конденсированной фазы углерода (изменения угловых распределений малоуглового рентгеновского рассеяния) значительно превосходит длительность зоны химической реакции и составляет несколько микросекунд.
3. Численные модели обработки экспериментальных данных малоуглового рентгеновского рассеяния с высоким временным разрешением, учитывающие особенности регистрации быстропротекающих процессов, которые позволили восстановить динамику среднего размера рассеивающих неоднородностей методом Гинье, динамику распределения частиц по размерам и динамику двухуровневой структуры конденсированного углерода (размера частиц и кластеров).
4. Двухстадийный механизм формирования конденсированного углерода: существует два характерных времени формирования конденсированной фазы и изменения ее формы. В первой быстрой фазе, с учетом временного разрешения методики, за время не более 1 мкс в основном формируются частицы и начальные кластеры. Во второй фазе, на протяжении нескольких микросекунд происходит дальнейший рост кластеров, при этом, размер частиц практически не меняются.

### **Степень достоверности полученных результатов**

Достоверность представленных в работе результатов обусловлена использованием современных экспериментальных методик и подходов, а также воспроизводимостью полученных данных.

Вновь полученные результаты согласуются как с известными ранее, так и с данными аналогичных исследований зарубежных коллег, ведущихся параллельно.

Признание значимости результатов работы подтверждается публикациями в рецензируемых журналах и высокими оценками на конференциях.

### **Апробация работы**

Основные результаты диссертации докладывались на следующих конференциях:

- Семинар взрывных отделов ИГиЛ СО РАН от 17.06.2019 г., 28.06.2021г.
- Семинар ИЯФ СО РАН, ИГиЛ СО РАН, ИК СО РАН, Проектного офиса ЦКП "СКИФ" "Реализация методов малоуглового рентгеновского рассеяния с использованием СИ" 18.02.2019 г.
- 6th International Detonation Symposium, Кембридж, США, 2018 г.
- 5th International Symposium on Explosion, Shock Wave and High-strain-rate Phenomena, Пекин, 2016 г.
- Международная конференция "Харитоновские тематические научные чтения. Экстремальные состояния вещества. Детонация. Ударные волны", г. Саров, 2017, 2019 г.
- Международная конференция "Забабахинские научные чтения", г. Снежинск, 2017, 2021 г.
- Международная конференция "Современные углеродные наноструктуры" Санкт-Петербург, 2017, 2019 г.
- Международная конференция "Лаврентьевские чтения по математике, механике и физике", Новосибирск, 2020 г.

- Международная конференция "Синхротронное и терагерцовое излучение: генерация и применение" 2016, 2018 г.
- Международная конференция "Уравнения состояния вещества" Эльбрус, 2016, 2018 г.
- Научно-техническая конференция "Проектирование систем" Москва, 2017, 2020, 2021 г.
- Всероссийская научно-практическая конференция молодых ученых и специалистов "Материалы и технологии XXI века" Бийск, 2019 г.
- Всероссийская научно-техническая конференция молодых ученых "Перспективы создания и применения конденсированных высокоэнергетических материалов" Бийск, 2018, 2021 г.

### **Публикации**

Материалы диссертации опубликованы в 7 печатных работах:

из них 5 статей в рецензируемых международных журналах, входящих в международные реферативные базы данных Web of Science и Scopus (рекомендованных ВАК):

1. **Rubtsov, I. A.** Synchrotron radiation method for study the dynamics of nanoparticle sizes in trinitrotoluene during detonation / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, B. P. Tolochko, L. I. Shechtman, V. V. Zhulanov // *Physics Procedia*. – 2016. – V. 84. – P. 374–381.
2. **Rubtsov, I. A.** The growth of carbon nanoparticles during the detonation of tinitrotoluene / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2016. – V. 754. – P. 052004.
3. **Rubtsov, I. A.** Methods to restore the dynamics of carbon condensation during the detonation of high explosives / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, S. I. Kremenko, M. S. Voronin, L. I. Shekhtman, V. V. Zhulanov, B. P. Tolochko // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2019. – V. 1147. – P. 012038.

4. Satonkina, N. P. Elongated conductive structures in detonation soot of high explosives / N. P. Satonkina, A. P. Ershov, A. O. Kashkarov, **I. A. Rubtsov** // RSC Adv. – 2020. – V. 10. – P. 17620–17626.
5. **Rubtsov, I. A.** Restoring size of detonation nanodiamonds from small-angle X-Ray scattering of polychromatic synchrotron radiation beam / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Prueel, A. O. Kashkarov, Ya. V. Zubavichus, G. S. Peters, A. A. Veligzhanin // Journal of Physics: Conference Series. – 2021. – V. 1787, N 1. – P. 012029.

1 статья в журнале из Перечня ВАК:

6. **Рубцов, И. А.** Измерение малоуглового рентгеновского рассеяния от наночастиц углерода при детонации энергетических материалов / И. А. Рубцов, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, В. М. Титов, А. О. Кашкаров // Боеприпасы XXI век. – 2017. – № 1. – С. 221–223.

1 статья в трудах конференции:

7. **Rubtsov, I. A.** Carbon condensation during detonation of high explosives of various diameters / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, V. M. Titov, E. R. Prueel, A. O. Kashkarov, S. I. Kremenko, B. P. Tolochko // Proceedings Sixteenth International Detonation Symposium. Publication N ONR-43-5762-19. – 2019. – P. 735–739.

а также в 17 тезисах докладов:

1. Rubtsov, I. A. Dynamics of sizes of nanoparticles at trinitrotoluene detonation on the VEPP-4M synchrotron radiation / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Prueel, A. O. Kashkarov // Book of Abstracts XXXI International Conference on Equation of State for Matter, Elbrus, Russia. – 2016. – P. 168.
2. Rubtsov, I. A. Dynamics of nanoparticles sizes during trinitrotoluene detonation / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Prueel, A. O. Kashkarov, B. P. Tolochko, V. V. Zhulanov, L. I. Shechtman // Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application (SFR-2016), Book of Abstracts, Novosibirsk, Russia. – 2016. – P. 31.
3. Рубцов, И. А. Динамика размеров наночастиц при детонации тринитротолуола / И. А. Рубцов, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, Б. П. Толочко, В. В. Жуланов, Л. И. Шехтман // Теплофизика и физическая

- гидродинамика. Тезисы докладов Всероссийской научной конференции с элементами школы молодых ученых, Ялта, Россия. – 2016. – С. 106.
4. Rubtsov, I. A. Study of the dynamics of size of particles during trinitrotoluene detonation by VEPP-4M synchrotron radiation / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, V. M. Titov, B. P. Tolochko, V. V. Zhulanov, L. I. Shechtman // Fifth International Symposium on Explosion, Shock Wave and High-strain-rate Phenomena (ESHP 2016) Conference Proceedings, Beijing, China. – 2016. – P. 40-41.
  5. Rubtsov, I. A. Registration of the process of nanodiamonds formation of various sizes / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, V. M. Titov, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, S. I. Kremenko, V. V. Zhulanov, L. I. Shechtman // Book of Abstracts of 13th International Conference “Advanced Carbon NanoStructures” (ACNS'2017), Russia. – 2017. – P. 116.
  6. Рубцов, И. А. Динамика среднего размера наночастиц углерода при детонации тринитротолуола и его сплавов с гексогеном / И. А. Рубцов, К. А. Тен, В. М. Титов, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, Б. П. Толочко, В. В. Жуланов, Л. И. Шехтман // Экстремальные состояния вещества. Детонация. Ударные волны. Extreme states of substance. Detonation. Shock waves. Международная конференция XIX Харитоновские тематические научные чтения. International Conference XIX Khariton's Topical Scientific Readings. Сборник тезисов докладов. Abstracts, Саров. – 2017. – С. 68-70.
  7. Рубцов, И. А. Конденсации углерода при детонации зарядов ТГ разного диаметра / И. А. Рубцов, К. А. Тен, В. М. Титов, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, Б. П. Толочко, В. В. Жуланов, Л. И. Шехтман // Забабахинские научные чтения: сборник материалов XIII Международной конференции, Снежинск. – 2017. – С. 94–95.
  8. Рубцов, И. А. Изучение процесса конденсации углерода при детонации смеси тротил-гексоген / И. А. Рубцов, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, С. И. Кременко // Перспективы создания и применения конденсированных

высокоэнергетических материалов: материалы докладов VII Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых, Бийск. – 2018.

9. Rubtsov, I. A. The dynamics of carbon nanoparticles size at the detonation of TNT-RDX charges / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, V. M. Titov, E. R. Prueel, A. O. Kashkarov, S. I. Kremenko // Book of Abstracts XXXIII International Conference on Equations of State for Matter, Elbrus, Russia. – 2018. – P. 188.
10. Rubtsov, I. A. Dynamics of nanoparticles sizes during trinitrotoluene detonation / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Prueel, A. O. Kashkarov, S. I. Kremenko, B. P. Tolochko, V. V. Zhulanov, L. I. Shechtman // Book of abstracts of International Conference "Synchrotron and Free Electron Laser Radiation: Generation and Application", Novosibirsk, Russia. – 2018. – P. 53-54.
11. Рубцов, И. А. Образование алмазной фазы при детонации гексоген-графитовой смеси / И. А. Рубцов, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, С. И. Кременко, А. Е. Курепин, В. Б. Яшин // Экстремальные состояния вещества. Детонация. Ударные волны. Международная конференция XXI Харитоновские тематические научные чтения. Сборник тезисов докладов. Саров. – 2019.
12. Rubtsov, I. A. Dynamic and static investigation of explosion nanodiamonds / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, V. M. Titov, E. R. Prueel, A. O. Kashkarov, S. I. Kremenko, Ya. V. Zubavichus, G. S. Peters, A. A. Veligzhanin // Book of Abstracts of 14th International Conference "Advanced Carbon Nanostructures" (ACNS'2019), Saint-Petersburg. – 2019. – С. 125.
13. Рубцов, И. А. Станция исследования быстропротекающих процессов с помощью синхротронного излучения в ЦКП «СКИФ» / И. А. Рубцов, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, А. С. Аракчеев, Б. П. Толочко, А. И. Анчаров, Я. В. Зубавичус, Я. В. Ракшун, В. М. Аульченко, Л. И. Шехтман, В. В. Жуланов // Материалы и технологии XXI века: Доклады V Всероссийской научно-практической конференции молодых ученых и специалистов, Бийск. – 2019. – С. 122–123.

14. Рубцов, И. А. Динамика среднего размера углеродных структур при детонации зарядов ВВ разного диаметра / И. А. Рубцов, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, В. М. Титов, Б. П. Толочко, Л. И. Шехтман, В. В. Жуланов // IX Международная конференция, посвященная 120-летию со дня рождения академика Михаила Алексеевича Лаврентьева "Лаврентьевские чтения по математике, механике и физике". Тезисы докладов, Новосибирск. – 2020. – С. 206.
15. Rubtsov, I. A. Restoring size of detonation nanodiamonds from small angle X-Ray scattering of polychromatic synchrotron radiation beam / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Prueel, A. O. Kashkarov, Ya. V. Zubavichus, G. S. Peters, A. A. Veligzhanin // XXXV International Conference on Equations of State for Matter. Book of Abstracts 2020. – С. 183.
16. Рубцов, И. А. Восстановление динамики размеров наночастиц конденсированного углерода при детонации взрывчатых веществ методом малоуглового рентгеновского рассеяния / И. А. Рубцов, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров, Б. П. Толочко, Л. И. Шехтман // Перспективы создания и применения конденсированных высокоэнергетических материалов: материалы докладов VIII Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых, Бийск. – 2021. – С. 78-79.
17. Рубцов, И. А. Двухстадийная модель конденсации углерода // Забабахинские научные чтения: сборник материалов XV Международной конференции, Снежинск. – 2021. – С. 62.

#### **Личный вклад автора:**

- Провел математический расчет реального спектра излучения.
- Провел математический расчет МУРР.
- Осуществлял подготовку экспериментальныхборок.
- Участвовал в разработке концепции и реконструкции станции (постройке радиационной защиты, юстировке взрывной камеры).
- Проводил настройку станции (коллиматора и детектора) перед экспериментом.

- Лично проводил взрывные эксперименты совместно с соавторами основных публикаций согласно требованиям проведения работ на экспериментальной станции.
- Разработал и реализовал в виде программного кода модели восстановления структуры рассеивающих центров.
- Осуществлял интерпретацию экспериментальных данных и подготовку публикаций.
- Участвовал в разработке концепции экспериментальной станции «Быстропротекающие процессы» на источники СИ ЦКП «СКИФ».
- Все представленные к защите в диссертации результаты получены лично автором.

**Соответствие специальности 1.3.17 – химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества**

Диссертационная работа соответствует п.1 "экспериментальные методы исследования химической структуры и динамики химических превращений", п.7 "связь химической и физической природы веществ и систем с их термохимическими параметрами, характеристиками термического разложения, горения, взрывчатого превращения; термодинамика, термохимия и макрокинетика процессов горения и взрывчатого превращения" и п. 8 "взаимодействие волн горения и взрывчатого превращения со средой, объектами и веществами; явления, порождаемые горением и взрывчатым превращением" паспорта специальности 1.3.17 – химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества.

#### **Структура и объем диссертации.**

Диссертация состоит из введения, 4-х глав, заключения и библиографии.

Общий объем диссертации 119 страниц, из них 100 страниц текста, включая 53 рисунка. Библиография включает 138 наименований на 17 страницах.



## **Благодарности**

Автор выражает огромную благодарность своему научному руководителю Константину Алексеевичу Тену и заведующему лабораторией физики взрыва Эдуарду Рейновичу Прууэлу за руководство, полезные обсуждения и поддержку в ходе выполнения работы.

Выражаю глубокую признательность своим учителям: Александру Петровичу Ершову, Яну Витаутасовичу Зубавичусу, Борису Петровичу Толочко, Александру Леонидовичу Куперштоху и Наталье Петровне Сатонкиной.

Также автор благодарен Алексею Олеговичу Кашкарову, Марату Рашидовичу Шарафутдинову, Алексею Александровичу Велигжанину и Георгию Сергеевичу Петерсу за помощь в проведении экспериментов; Михаилу Сергеевичу Воронину за помощь в проведении расчетов; Льву Исаевичу Шехтману, Владимиру Викторовичу Жуланову и Владимиру Михайловичу Аульченко за разработку и совершенствование сверхбыстрого детектора DIMEX; Павлу Алексеевичу Пиминову и всему коллективу лаборатории 1-3 ИЯФ СО РАН за разработку специальных режимов работы ускорителя, и получения большого тока в накопителе; Марии Александровне Саввиных, Константину Эдуардовичу Куперу, Владимиру Федоровичу Анисичкину, Дмитрию Александровичу Медведеву, а также официальным оппонентам за ценные советы и замечания; и Марине Сергеевне Потехиной за помощь в поиске литературы.

## ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

### 1.1 Конденсированный углерод при детонации ЭМ

#### 1.1.1. Синтез НА

Попытки искусственного синтеза алмаза начались еще в XIX веке, однако до 1939 года нет подтвержденных фактов его синтеза [20]. В теоретической работе Лейпунского О. И. [24] подробно описаны все предыдущие попытки синтеза искусственного алмаза, а также обоснованы условия образования алмазов, которые были успешно реализованы компанией General Electric Company в 1955 г. [25].

Более дешевым методом синтеза синтетического алмаза стал динамический метод синтеза компании Du Pont [26] с использованием ЭМ для получения высоких давлений. В этом методе графит смешивается с порошком металла и размещается в цилиндрической стальной ампуле. Высокое давление в ампуле возникает в результате соударения с ампулой металлической трубы, разогнанной продуктами детонации ЭМ [2, 7, 26]. Подобные работы проводились и в Советском Союзе (ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН, Днепропетровский горный институт и др.) [2].

С появлением взрывных камер, способных полностью улавливать продукты взрыва, начались эксперименты по "безампульному" методу синтеза алмазов. Наибольших успехов в этом добились в Институте химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, где впервые был реализован синтез алмазов из смеси ЭМ-графит [2, 7]. Данный метод находит свое применение и в современном синтезе искусственных алмазов, когда нужно получить алмазы больших размеров (0.1-1 мкм), однако при этом они имеют поликристаллическую структуру [21, 27-31].

В Институте гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН совместно с ФНПЦ "Алтай" проводились эксперименты с целью получения алмазов из добавки углеводородов в заряд ЭМ [9, 32]. Данные эксперименты привели к обнаружению явления образования алмазов из углерода молекулы ЭМ [2, 3].

В [3] отмечено, что в Советском Союзе существуют разные подходы к задаче сохранения алмаза, полученного при химическом разложении ЭМ. Авторы утверждают, что поскольку время существования высоких температур и давлений, которые необходимы для образования фазы алмаза мало, первостепенное значение имеет кинетика образования зародышей алмазной фазы и их последующий рост. При взрывном разложении ТНТ выделяется максимальное количество свободного углерода, но при этом выход алмазной фазы очень маленький. Для увеличения выхода НА при взрывном разложении использовались более мощные составы, обладающие большими энергетическими характеристиками, например ТГ. Средний размер частиц НА, полученного авторами, составляет около 4 нм.

В работе [33] авторы получили НА при детонации смесей ТГ 40/60, ТНТ/ТАТБ 50/50, ТНТ/нитрогуанидин 50/50 во взрывной камере объемом 1500 л заполненной аргоном при давлении 1 атм. Наблюдаемые алмазы имеют размер 4 – 7 нм и составляют 25 % по массе от конденсированных продуктов детонации (сажи).

Хотя первые работы о создании метода синтеза НА из углерода молекул ЭМ были опубликованы в 1988 году, говорить о таком методе можно было по более ранним работам [34, 34].

Первый опыт, в котором выделен, сохранен и исследован алмаз из углерода продуктов детонации [1], был проведен в июле 1963 года. Далее авторы выполнили серию опытов, где исследовались заряды из ТНТ и ТГ (40/60, 30/70) массой 100 г разной формы. Взрывы проводились в атмосфере углекислого газа, воздуха, в водных оболочках, а также в оболочках из воды и Fe, Al, Pb. В [1] установлено, что наличие тонкой оболочки из воды увеличивает количество алмаза; добавление оболочек из Fe, Al, Pb к воде (комбинированные оболочки) не влияет на выход алмаза; % выхода алмаза из конденсированных продуктов детонации растет с увеличением содержания гексогена, с увеличением водной оболочки; форма заряда тоже влияет на выход алмазной фазы. Выход алмаза для ТНТ составляет 0.5 %, а для ТГ 40/60 составляет 8 – 12 % относительно массы взрываемого заряда. Размер полученных алмазов составил 4 – 6 нм [1]. Кроме этого, авторы утверждают, что

для синтеза алмаза целесообразнее всего использовать гетерогенные ЭМ типа ТГ, поскольку они имеют большую ширину химической реакции, а в продуктах детонации создаются микротурбулентности, обеспечивающие хорошее перемешивание, что необходимо для роста алмазов [1].

В [2] показано, что определяющее значение для получения алмазов при детонации ЭМ имеют характерные изменения давления от времени  $dP/dt$  и температуры от времени  $dT/dt$ . Наилучшие результаты по выходу алмазов получены в условиях нестационарной детонации. В случае прессованных зарядов по сравнению с литыми наблюдается уменьшение выхода алмазов. Охлаждение продуктов детонации связано с адиабатическим расширением и является определяющим для сохранения алмазов. В результате детонационного разложения ЭМ, образуются ультрадисперсные алмазы с размером частиц 4 – 10 нм, при этом размером частиц можно управлять [2]. Более детально зависимость сохранения алмаза от массы ВВ, теплоемкости и плотности окружающей среды рассмотрены в экспериментальной [36] и теоретической [37] работах.

Впервые промышленное производство НА было реализовано в ФНПЦ "Алтай" в 1983 году [2]. Наибольший выход алмазной фазы (9.37 % от массы ЭМ) получается при взрыве литого заряда тротил-гексоген (60/40). Именно поэтому системы типа ТГ до сих пор используются в промышленном синтезе НА и их исследование является актуальным и необходимым. Предложенный в [2] метод синтеза активно используется сегодня и находит применение в промышленности [3 – 7, 28, 38-40].

После открытия новой технологии синтеза и удешевления производства искусственных алмазов на несколько порядков началось массовое изучение их синтеза и свойств, однако однозначного ответа на вопрос, где образуется алмаз, какой механизм его роста, зависит ли размер полученных частиц от диаметра заряда еще нет.

Так, авторы [41] показали, что алмазная фаза при детонации ТГ в основном возникает из атомов углерода входящих в ТНТ, а добавление гексогена только обеспечивает повышение давления и температуры в зоне реакции, способствующее

образованию алмаза. Процесс синтеза НА завершается в зоне химической реакции и для исследованных ЭМ составляет 0.5 мкс [2].

В общем случае выход алмаза определяется наличием свободного углерода в продуктах детонации и давлением в детонационной волне. В работе [40] показано, что максимальное содержание алмаза в продуктах детонации достигается при давлении 22-24 ГПа. В [42] показано, что частицы алмаза увеличиваются в размерах с повышением температуры во фронте детонационной волны. В работах [40, 43] предложено учитывать кинетику разложения ЭМ, химические и структурные особенности молекул, в зависимости от типа ЭМ в экспериментах меняется выход, удельная поверхность и размеры частиц конденсированного углерода.

Методом меченых атомов показано, что в сплавах ТГ основной вклад в конденсированный углерод дает молекулы тротила [44–46].

Высказанная в [47] гипотеза о существенном снижении электропроводности с появлением алмазной фазы была подтверждена в более поздних работах [48, 49].

В 1992 г. опубликована работа сотрудников РФЯЦ-ВНИИЭФ о влиянии размера заряда на синтез алмаза. Были исследованы заряды с массой от 200 г. до 140 кг. Получено, что размеры основной массы алмаза не зависят от размеров заряда и составляют 4 – 20 нм, но имеются и более крупные частицы [7, 50]. Это также подтверждается в [21], где показано что в равных условиях эксперимента при изменении массы ЭМ от 100 г до 2 кг размеры микрокристаллитов, параметры решетки и содержание кристаллической фазы не меняются.

В 1993 г. в Институте гидродинамики им М.А. Лаврентьева был детально изучен синтез НА при детонации зарядов тротила с гексогеном, октогеном, тэном массой до 2 кг [51]. При этом с ростом массы заряда более чем на порядок заметного изменения среднего размера частиц не наблюдалось, а повышение температуры синтеза (при прочих равных условиях) способствует росту частиц до больших размеров. Авторы [51] считают, что основной механизм роста – это быстрая коагуляция, являющаяся сильно экзотермической реакцией. Т.е. дисперсность образующихся частиц алмаза определяется термодинамическими

параметрами синтеза, что необходимо учитывать в термодинамических расчетах детонации [51].

В [52] изложены результаты по синтезу алмаза при детонации высокотемпературного, безводородного ЭМ бензотрифуроксана (БТФ). Параметры в точке Чепмена-Жуге находятся в области жидкой фазы углерода [52], соответственно образование алмаза происходит путем кристаллизации углеродных капель. Образующие частицы по данным ОКР (области когерентного рассеяния) составляют  $\sim 30$  нм, а по изображениям с электронного микроскопа частицы имеют рыхлую структуру размером  $0.1 - 1$  мкм с внутренней структурой размером  $20 - 40$  нм, что подтверждает выводы [51].

В работе [9] отмечено, что образование алмазной фазы есть общая закономерность для всех органических веществ, в процессе разрушения молекулярной структуры при динамическом нагружении которых обеспечивается наличие свободного углерода. Кроме этого отмечено, что синтез практически завершается в зоне химической реакции, а рост частиц как в случае ЭМ, так и органических добавок происходит путем коагуляции алмазных кластеров, образовавшихся в результате деструкции исходных веществ. Распределение частиц по размерам не зависит от размера заряда при изменении его на порядок (как при синтезе из ЭМ, так и из органических добавок) [9]. Также на процесс зарождения и роста влияют как особенности молекулярного строения добавки, так и условия нагружения. Из предельных и ароматических углеводородов формируются разные углеродные частицы. С увеличением вклада (-ОН) содержание НА возрастает, а увеличение плотности добавок приводит к существенному уменьшению размеров образующихся частиц [32].

Кроме этого, сегодня активно развиваются методики синтеза НА путем обжаривания медных трубок с графитом импульсом тока [53, 54]. При этом весь графит, содержащийся в трубке, удалось перевести в алмазную фазу с размером кристаллов  $5 - 25$  нм [53, 54]. Также новым методом синтеза НА является метод лазерного синтеза [55], который по механизму образования алмазной фазы аналогичен методу детонационного синтеза.

В последнее время все чаще находят применение изолированные НА [56–61], а детонационные НА всегда агрегируют и переплетаются с другими нежелательными фазами углерода (например графитом). Поэтому сейчас активно развиваются методики очистки и деагрегации [5–7, 30, 59–63].

### 1.1.2. Структура конденсированного углерода

Конденсированные продукты детонации исследуемых ЭМ содержат большое количество различных форм углерода, кроме того, продукты детонации различных ЭМ имеют отличительные особенности [64].

Так, в тротиле детонационная сажа характеризуется наличием НА размером около 10 нм и углеродные волокна размером до десятков нанометров. В смеси тротила с гексогеном продукты содержат более мелкие НА диаметром несколько нанометров, луковичного углерода такого же размера и углеродные волокна длиной до нескольких десятков нанометров. Детонационный углерод ТАТБ состоит в основном из углеродных волокон длиной до десятков нанометров и слегка разделенных частиц, а также аморфный углерод размером до десятков нанометров (Рисунки 1-3). Для БТФ характерны наличие крупных сферических углеродных частиц диаметром до нескольких сотен нанометров. Разнообразие форм углерода в продуктах детонации взрывчатых веществ указывает на значительные различия в процессе детонации, при этом для одного и того же взрывчатого вещества продукты детонации могут быть существенно разными в разных экспериментальных установках [64, 65].

Фотографии с просвечивающего электронного микроскопа продуктов взрыва ТНТ, ТГ и ТАТБ представлены на рисунках 1, 2 и 3. Видно, что конденсированный углерод имеет сложную структуру: это не отдельные частицы, а конгломераты из этих частиц (исходные данные микроскопии доступны в сети Интернет: <http://ancient.hydro.nsc.ru/detcarbon>) [4 – 7, 64 – 67].

Также в работе [21] отмечено, что в обогащенных продуктах детонации пористых ЭМ обнаружены также фуллерены и углеродные структуры с

параметрами решетки близкими к алмазу и размерами микрокристаллитов на порядок больше, чем для алмаза.

Таким образом, одной из проблем количественного описания конденсированного углерода в продуктах детонации взрывчатых веществ является его сложная структура. Формируются частицы разного размера, объединяющиеся в конгломераты. Одним из возможных способов описания является двухуровневая структура конденсированного углерода в сохранных продуктах взрыва, которая состоит из частиц и кластеров, формируемых этими частицами [4 – 7, 64–74].



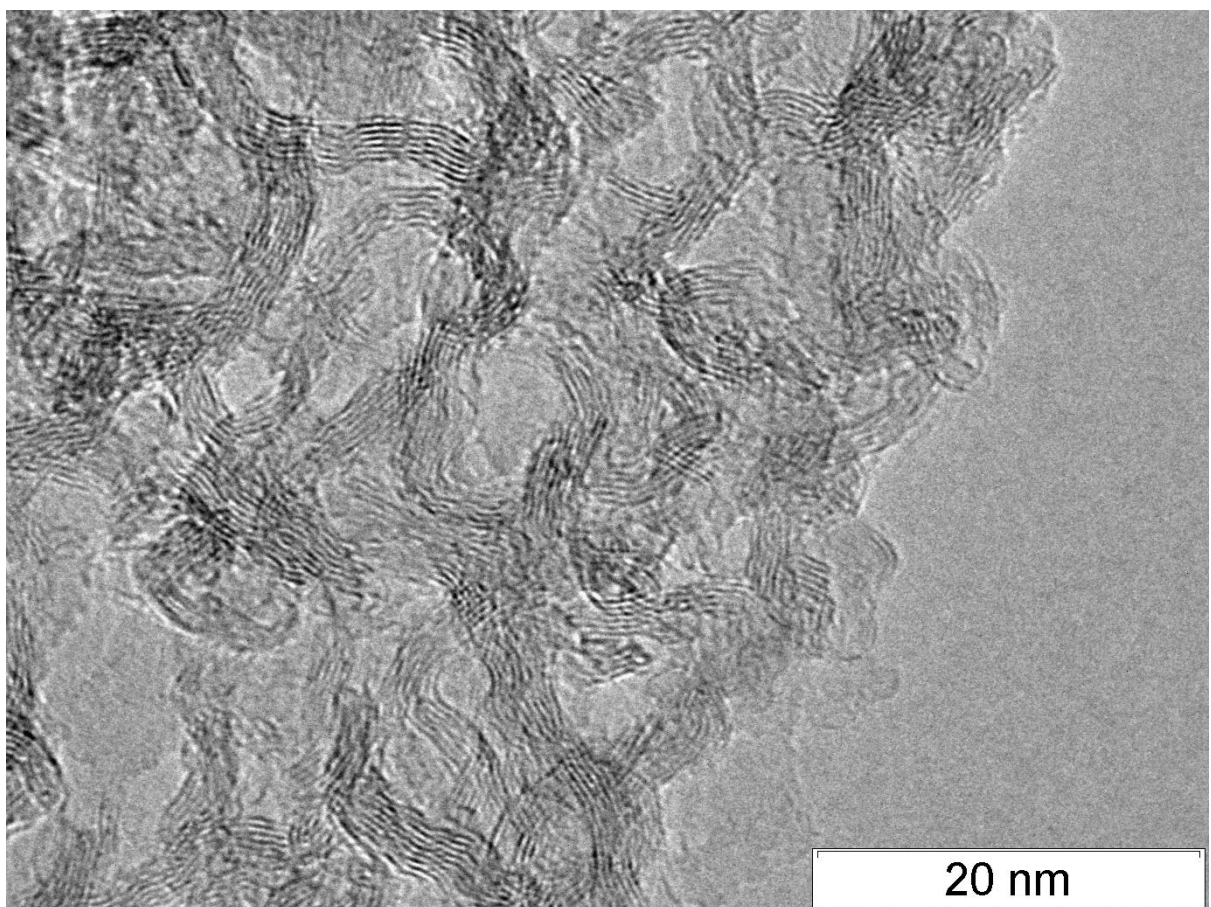
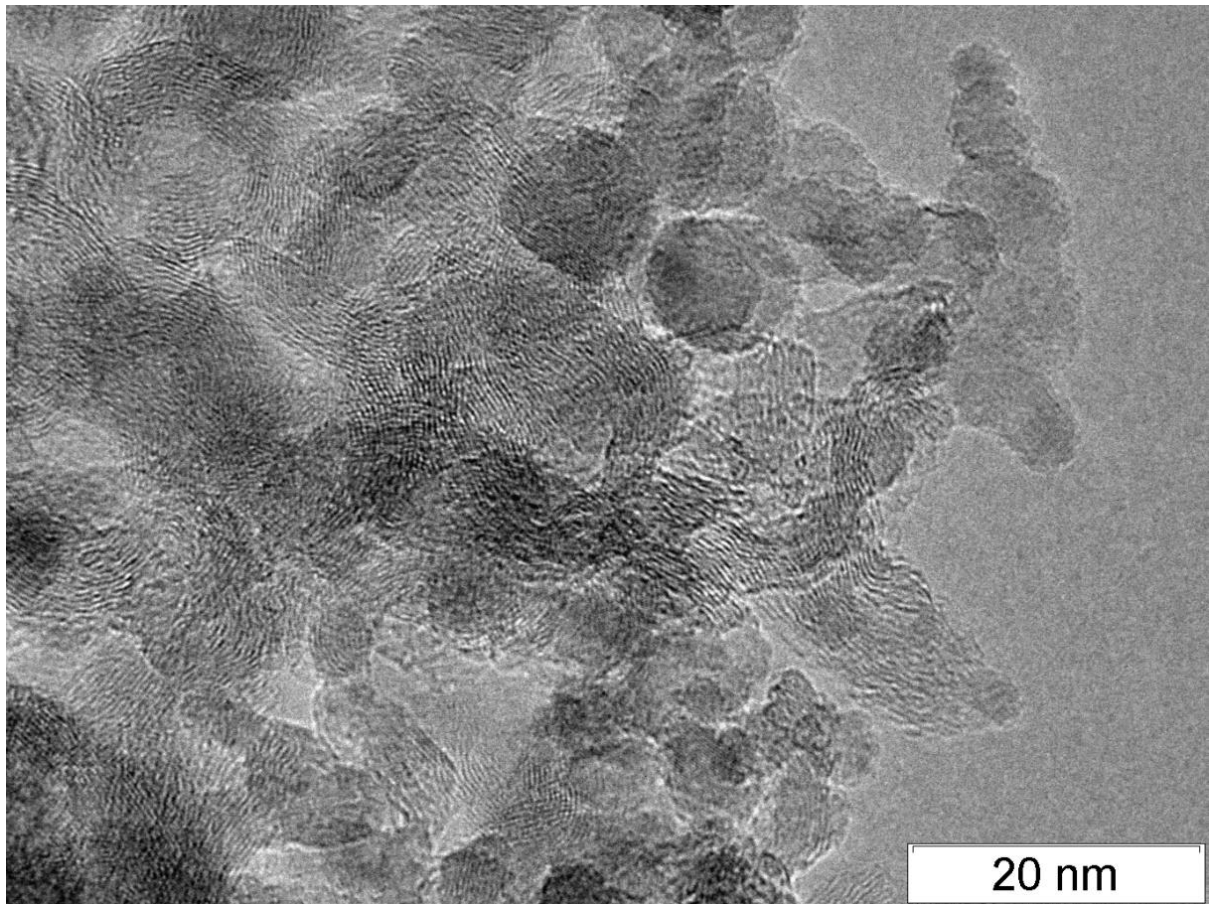


Рисунок 1 – Фотография с просвечивающего электронного микроскопа сохраненных продуктов взрыва ТНТ.

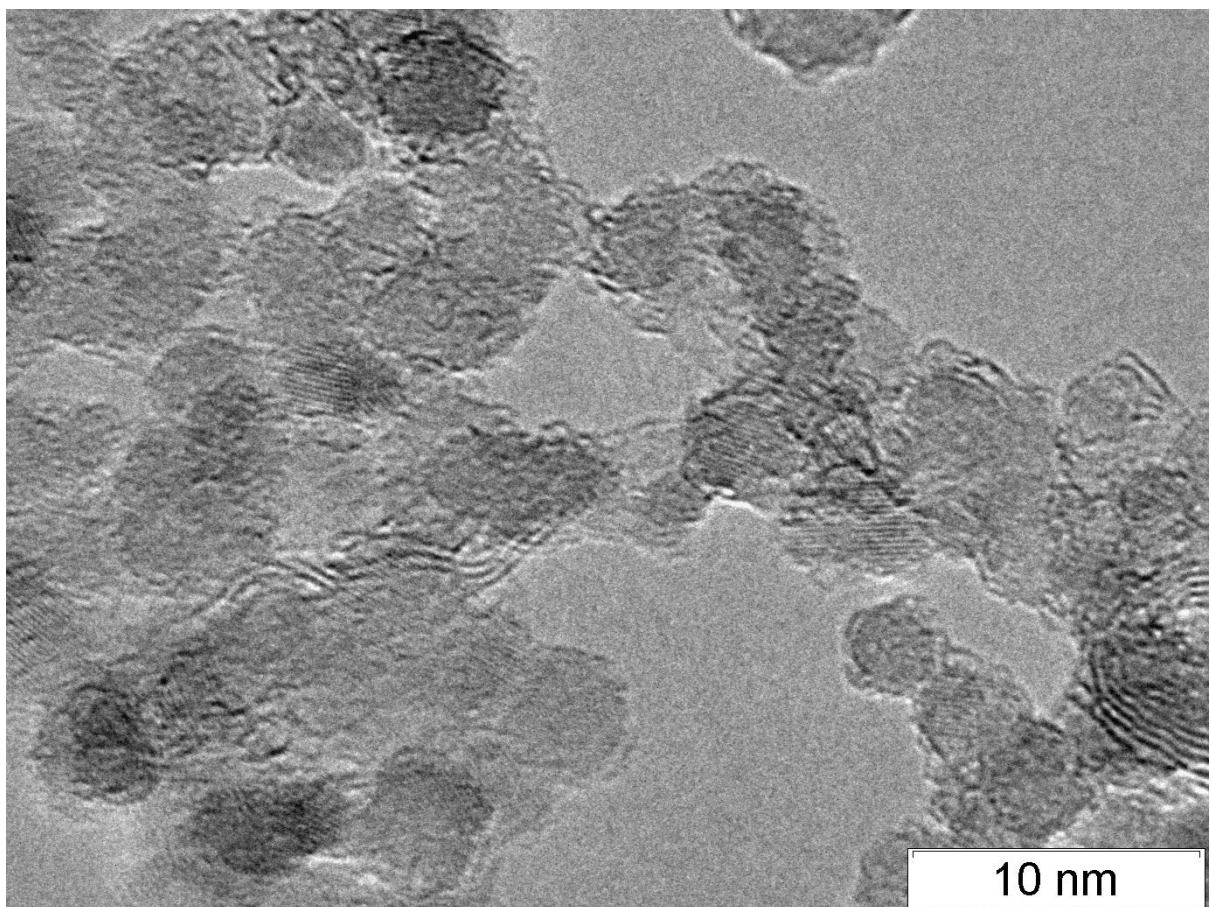
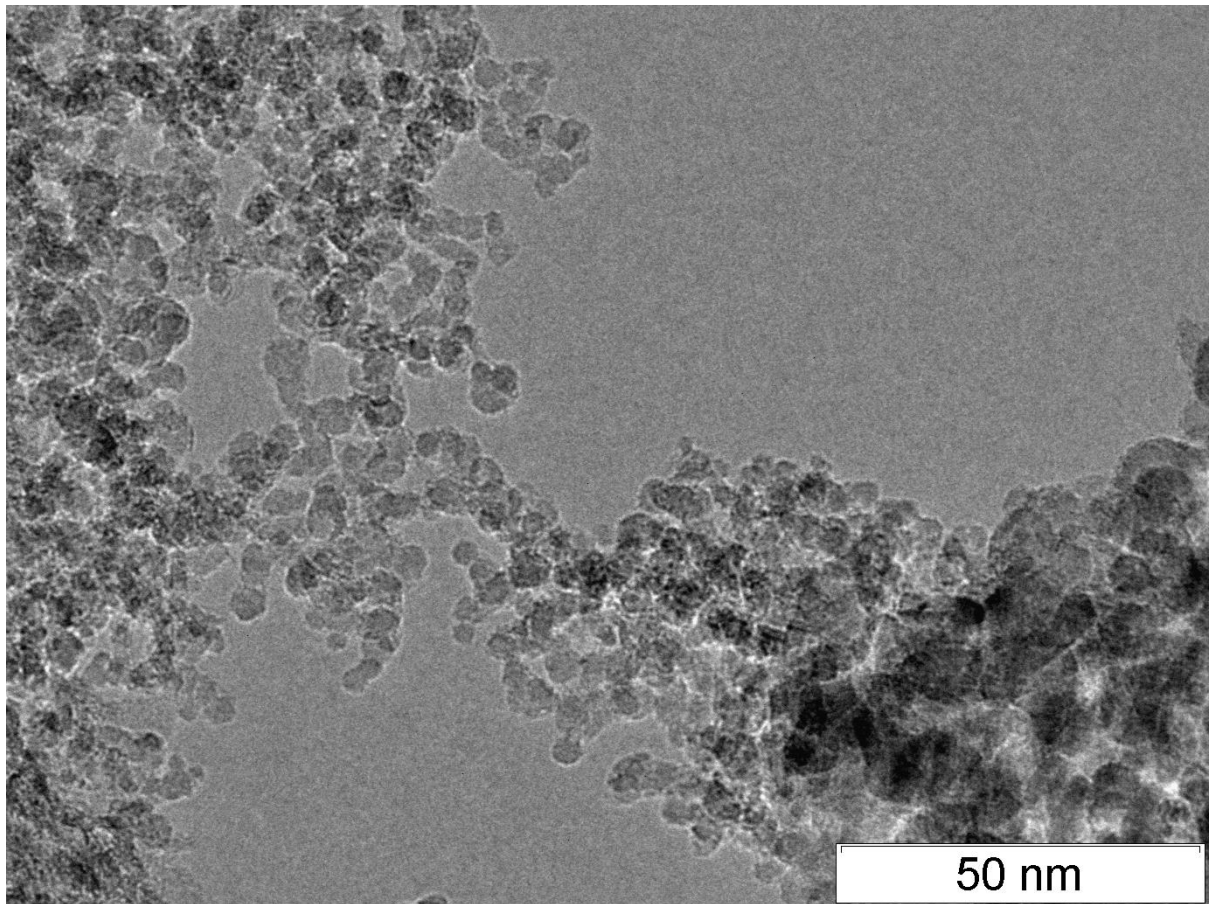


Рисунок 2 – Фотография с просвечивающего электронного микроскопа сохраненных продуктов взрыва ТГ.

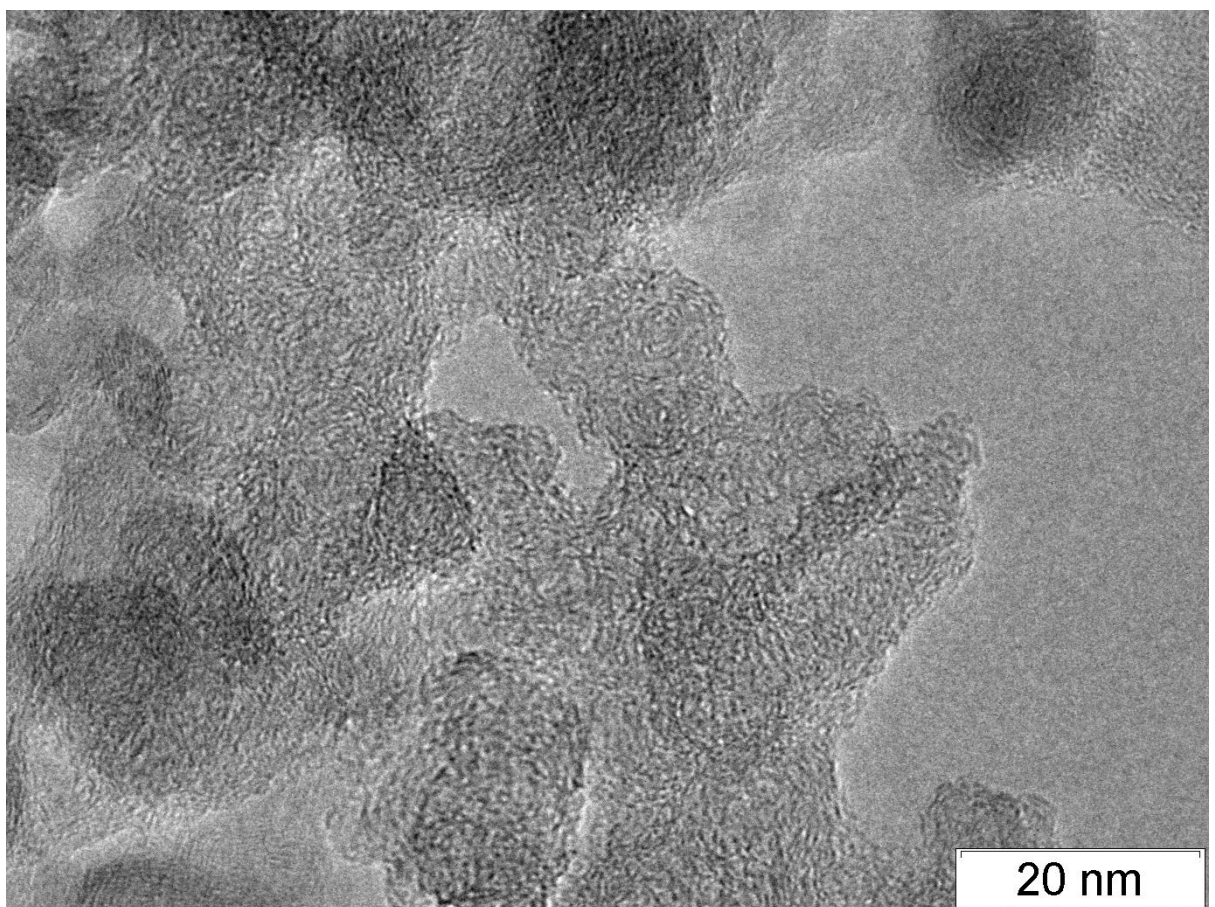
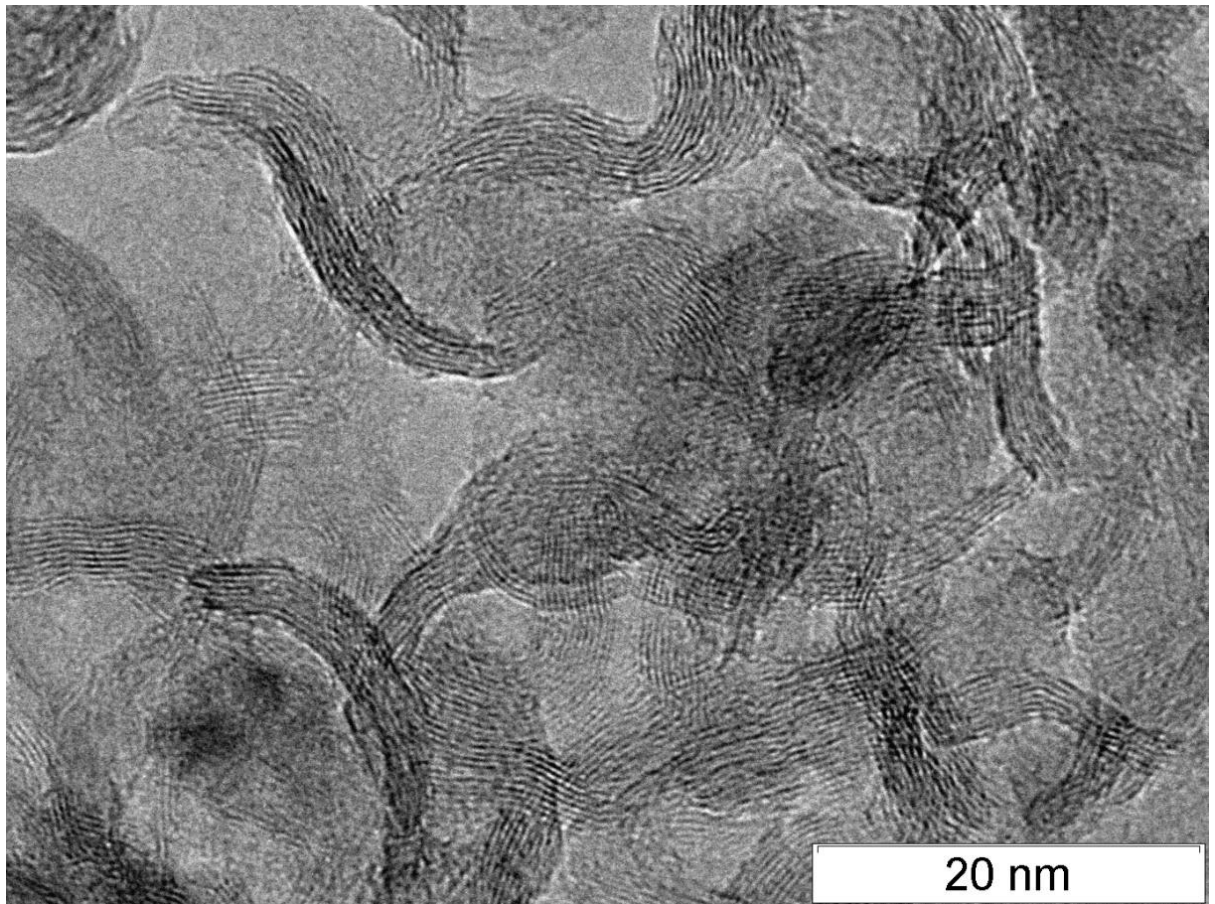


Рисунок 3 – Фотография с просвечивающего электронного микроскопа сохраненных продуктов взрыва ТАТБ.

### 1.1.3. Уравнения состояния продуктов детонации

С точки зрения фундаментальной науки, изучение процесса конденсации углерода обеспечивает экспериментальный вклад в разработку кинетических моделей детонации взрывчатых веществ [69, 75].

Кроме этого, конденсация углерода и его последующая агрегация являются экзотермическими реакциями, что безусловно нужно учитывать при проведении расчетов и построении моделей. Было показано что для ЭМ богатых углеродом, таких как ТНТ и ТАТБ, расчетная скорость метаемых объектов (без учета энерговыделения за зоной химической реакции) ниже экспериментальной, и сделано предположение о дополнительном выделении энергии при конденсации углерода во время детонации [76].

Таким образом, высококачественные данные уравнения состояния, с учетом конденсации углерода, являются необходимым шагом на пути к моделированию поведения ЭМ в различных условиях и системах [10, 11, 69, 77].

Рассчитанные в работе [78] на основе уравнения состояния Беккера-Кистяковского-Вильсона (ВКВ) параметры детонации в точке Чепмена-Жуге – давление и температура, а также доля конденсированного углерода в зависимости от плотности для ТНТ, гексогена, состава "Б" (64 % гексогена + 36 % ТНТ) и ТАТБ представлены на рисунке 4.

Сопоставив фазовую диаграмму углерода, приведенную в работе [71] (Рисунок 5), с давлением и температурой при детонации зарядов ЭМ [78] видно, что параметры в точке Чепмена-Жуге попадают в область алмазного состояния. Кроме этого, доля конденсированного углерода в продуктах детонации ТНТ составляет 27 %, именно поэтому поиск НА все исследователи начинали с ТНТ и его сплавов [1–3, 33]. При этом алмазная фаза образуется из атомов углерода ТНТ, а гексоген обеспечивает необходимую добавку давления и температуры.

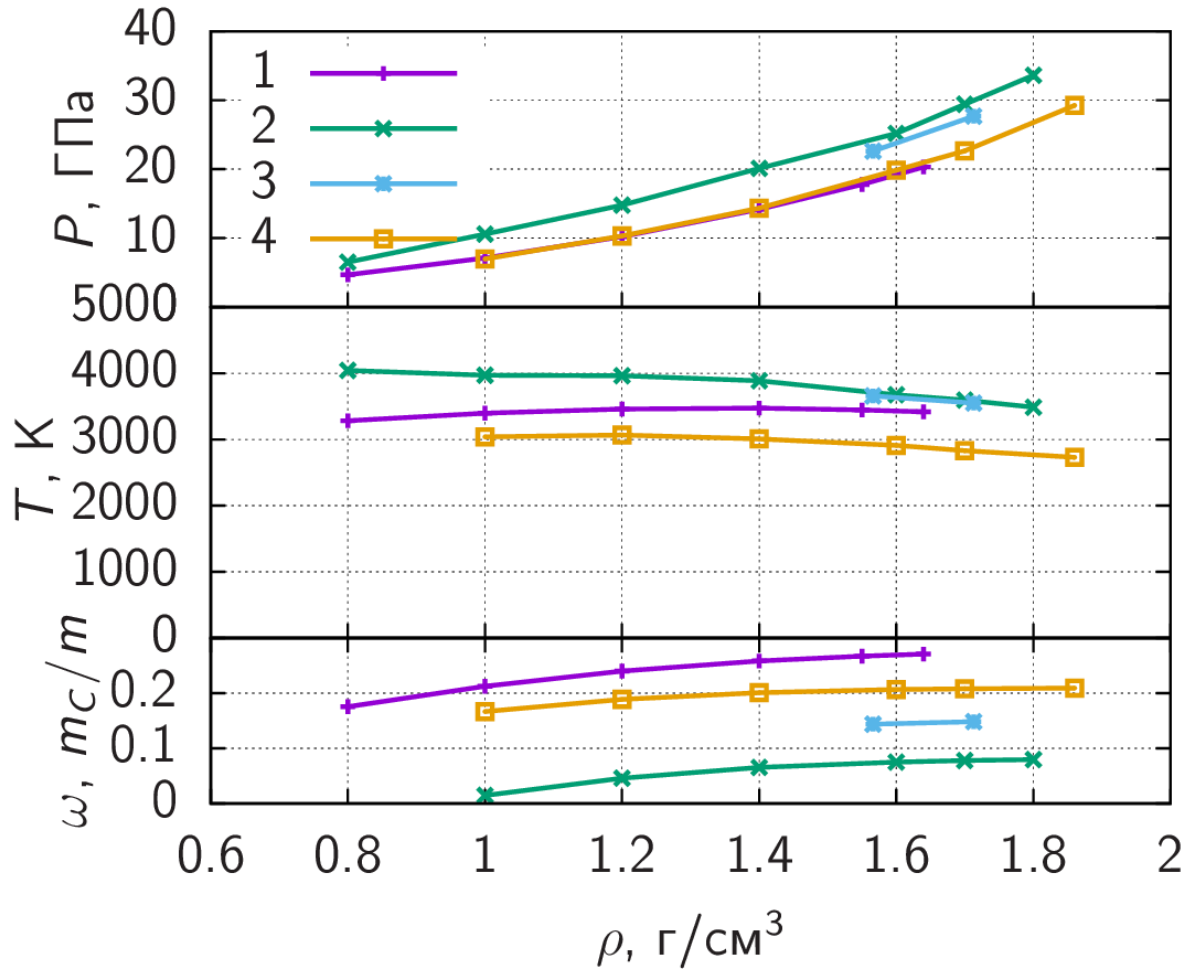


Рисунок 4 – Давление, температура и массовая доля конденсированного углерода в точке Чепмена-Жуге для ТНТ (1), гексогена (2), состава "Б" (3) и ТАТБ (4) от начальной плотности заряда, рассчитанные в работе [78].

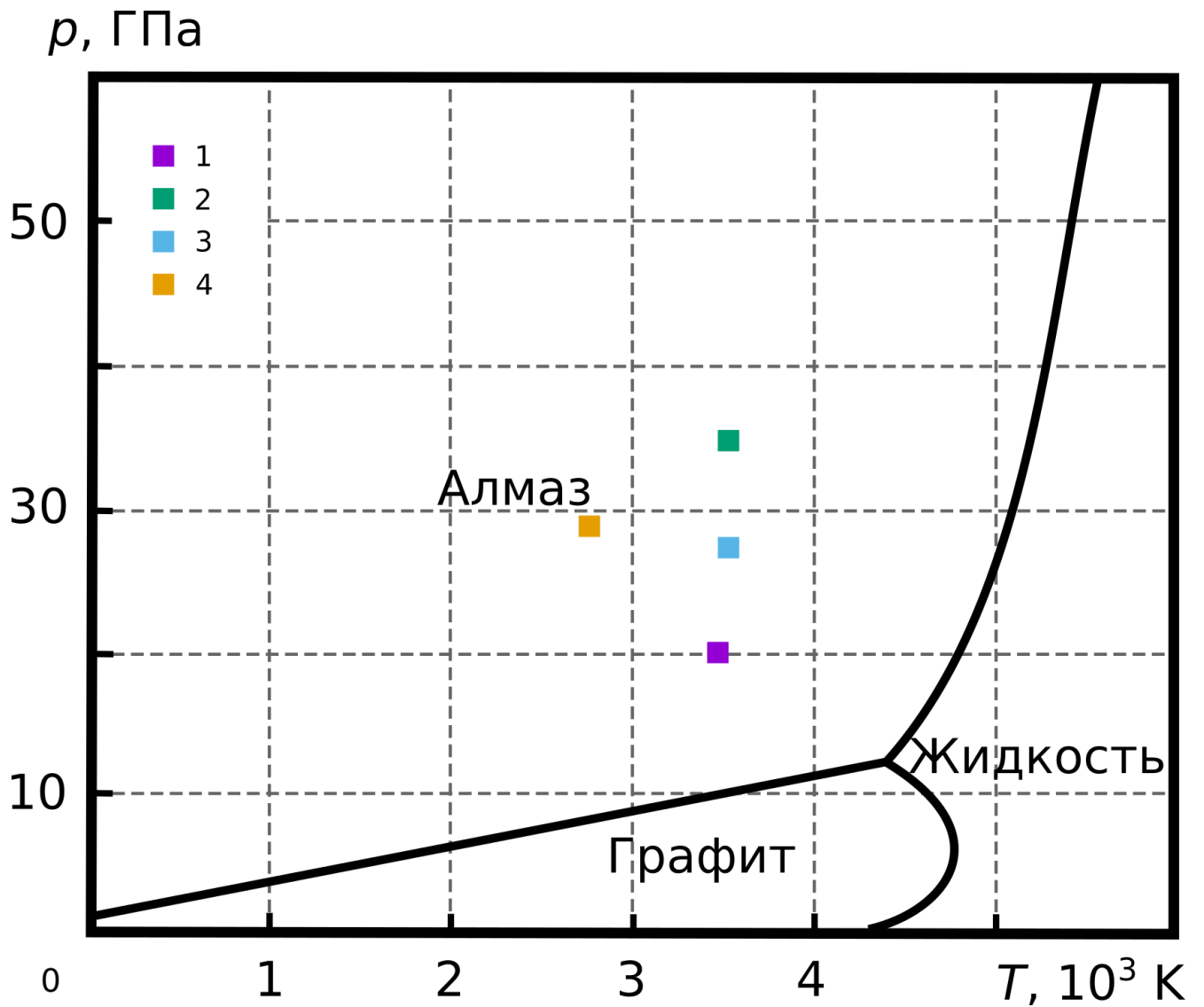


Рисунок 5 – Фазовая диаграмма углерода [71], на которой обозначены параметры в точке Чепмена-Жуге для ТНТ (1), гексогена (2), состава "Б" (3) и ТАТБ (4), рассчитанные в работе [78].

## 1.2. Использование синхротронного излучения для изучения конденсации углерода во время детонации ЭМ

Возможности рентгеновских методик значительно продвинулись вперед с появлением принципиально нового источника электромагнитного излучения – синхротронного излучения (СИ). СИ образуется при движении в магнитном поле (ускорении) заряженных частиц (например, электронов). Спектр излучения находится в широком диапазоне длин волн.

СИ генерируется при любом ускорении электронов, например в поворотных магнитах; тем не менее для генерации СИ высокой интенсивности на существующих накопителях используются специальные вставные устройства, устанавливаемые в прямолинейные промежутки накопительного кольца, такие как вигглеры и ондуляторы. Такие устройства не являются обязательными элементами ускорителя, но позволяют получить СИ с значительно лучшими характеристиками и большей интенсивностью, по сравнению с излучением от поворотного магнита [13, 78 – 81].

Энергетический спектр СИ из 7-полюсного вигглера с индукцией магнитного поля 1.3 Тл на ВЭПП-4М с энергией пучка 4 ГэВ рассчитанный с использованием программы ХОР [82, 83] представлен на рисунке 6 – 1.

Для увеличения интенсивности СИ (повышения качества дифракционных сигналов) в 2018 году на ускорительном комплексе ВЭПП-4М была увеличена энергия электронов (до 4.5 ГэВ) и установлен новый 9-полюсный вигглер с индукцией 1.9 Тл, расчетный энергетический спектр которого представлен на рисунке 6 – 2.

Электроны двигаются по накопительному кольцу отдельными сгустками (банчами), на ускорительном комплексе ВЭПП-4 банчи имеют длину около 3 см. Таким образом, излучение состоит из периодических вспышек длительностью  $\approx 0.1$  нс с одинаковым интервалом между ними, который зависит от количества банчей в накопительном кольце. Сегодня для экспериментов на станции «Экстремальное состояние вещества» используется 2-ух банчевый режим, когда электронные сгустки находятся в диаметрально-противоположных точках орбиты, таким образом интервал между банчами и время между вспышками СИ составляет 611 нс.

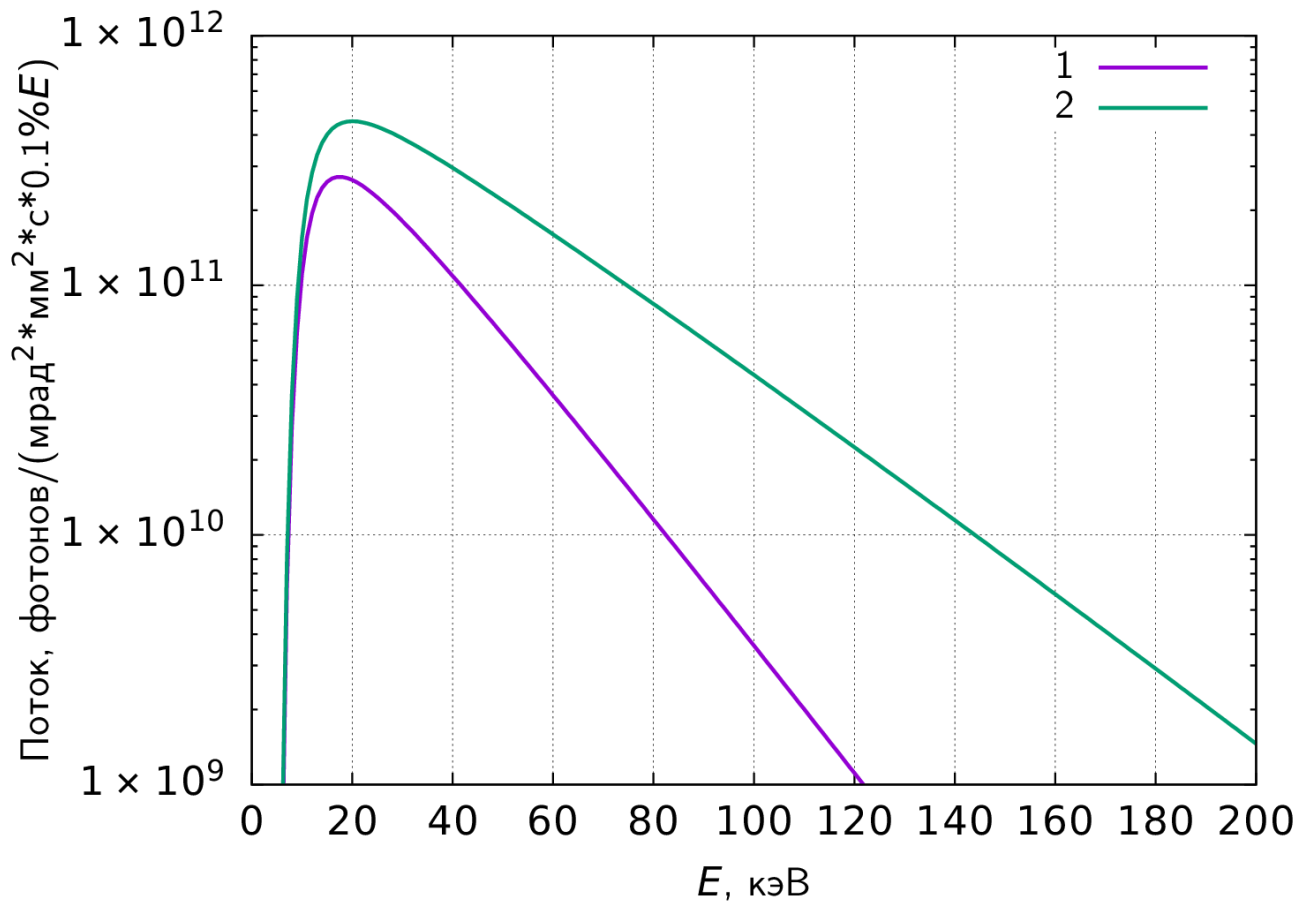


Рисунок 6 – Спектр излучения СИ вигглера на ВЭПП-4М (с учётом поглощения в выходных окнах накопительного кольца), 1 – до июля 2017 г., 2 – с января 2018 г.

Таким образом основные отличия СИ от рентгеновских трубок заключаются в следующем [13]:

- значительно большая мощность (3-5 порядка);
- генерация идентичных импульсов излучения, которые следуют друг за другом, со стабильным временным интервалом;
- малая длительность импульса излучения;
- малая угловая расходимость.

Эти свойства СИ позволяют использовать его для изучения детонационных процессов, в том числе для исследования динамики образования НА, а также реализации новых методик со сверхбыстрым временным разрешением. Результаты взаимодействия излучения с веществом могут фиксироваться детектором последовательно, через одинаковые промежутки времени, что позволяет



сформировать кино из последовательно зарегистрированных детектором кадров. Один кадр – это одно экспериментально зарегистрированное детектором взаимодействие излучения с веществом, в большинстве случаев при исследовании быстропротекающих процессов время экспозиции кадра равно времени высвечивания одного банча, но иногда для повышения интенсивности время экспозиции увеличивают и захватывают (интегрируют взаимодействие) одновременно несколько сгустков, в статических же условиях на классических станциях набирают большую статистику за счет длительной экспозиции и интегрировании излучения от миллионов банчей. Последовательность таких кадров называют фильмом.

При падении излучения на исследуемый образец, часть излучения поглощается веществом. Прошедшее и ослабленное излучение несет информацию о «массе» вещества на луче СИ [79–81]. Лучи, отклоненные на малый угол (МУРР), имеют интенсивность на 2 – 3 порядка меньше прошедшего излучения и несут информацию о флуктуации электронной плотности [79–81], которая при детонации ЭМ с отрицательным кислородным балансом связана с процессом конденсации углерода (Рисунок 7) [17, 79–81]. Лучи, рассеянные в большие углы, имеют еще более низкую интенсивность и несут информацию о периодической структуре кристаллической решетки, т.е. позволяют определять фазовый состав [13, 79–81].

Ученые Института гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН впервые начали исследование динамического измерения МУРР при детонации ЭМ с использованием синхротронного излучения от ускорительного комплекса ВЭПП-3 в начале 2000-х годов [12, 13, 84, 85]. В 2014 году была запущена новая экспериментальная станция «Экстремальное состояние вещества», использующая СИ от ускорительного комплекса ВЭПП-4М, которая позволила использовать заряды большего диаметра – до 40 мм (увеличить вес заряда ЭМ до 200 г.), за счет большей интенсивности излучения [86, 87].

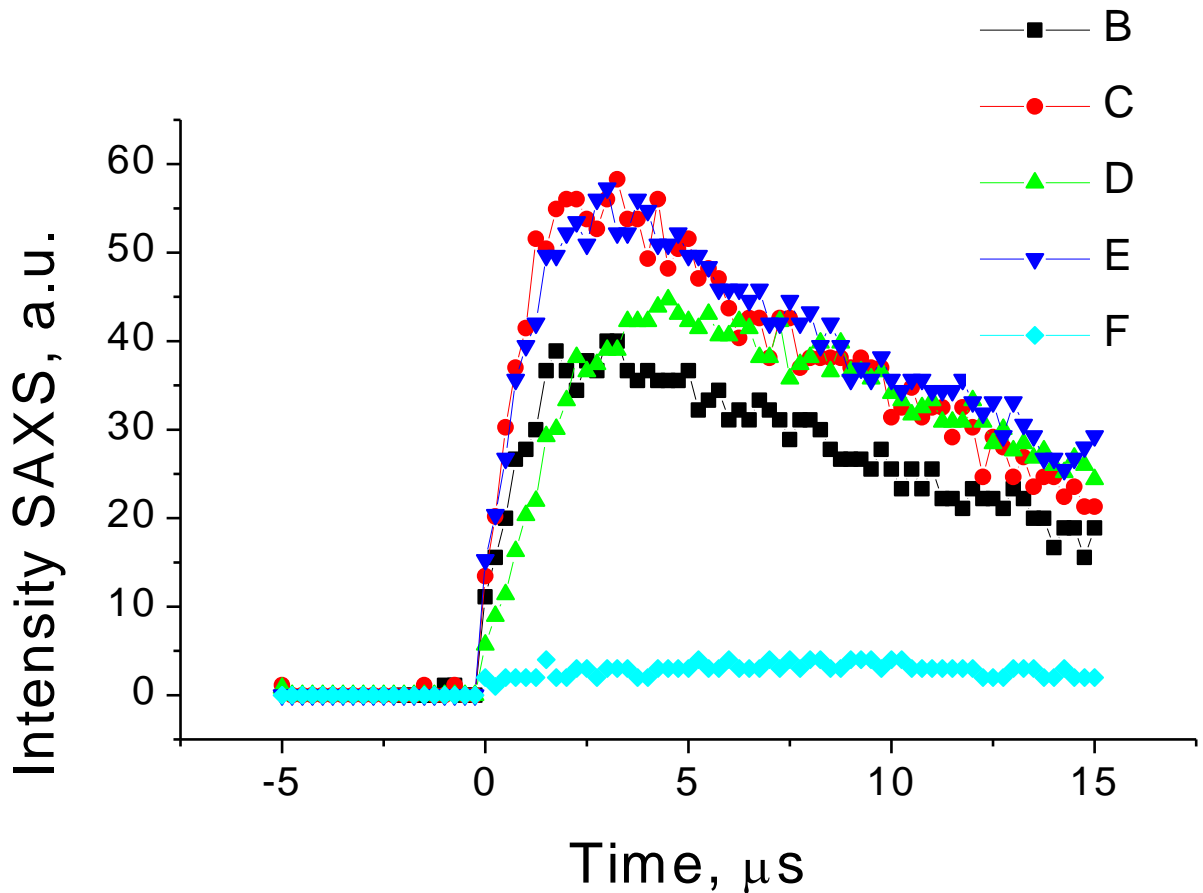


Рисунок 7 – Интегральный сигнал МУРР при детонации разных ЭМ, приведенный в работе [17]: В, С, Е – смеси тротила с гексогеном в разной пропорции; D – тротил; F – гексоген.

В первых экспериментах был установлен факт относительно длительного роста сигнала МУРР  $\approx 2$  мкс и авторами было предположено, что образование и рост углеродных частиц происходит и за зоной химической реакции [12-17]. При этом, ранее считалось, что алмазы образуются в узкой зоне химической реакции за время  $\approx 0.1$  мкс [2, 41] (исследовались сохраненные продукты взрыва). В работе [88] авторы, исследуя заряды ЭМ с добавлением 8 % по массе НА и заряды без НА, предположили, что конденсация углерода начинается за зоной химической реакции (с точностью до временного разрешения методики).

В работах [16, 18, 89] на экспериментальной станции «Субмикросекундная диагностика» в приближении Гинье восстановлена динамика среднего размера рассеивающих структур конденсированного углерода от времени при детонации

ТНТ, ТГ, ТАТБ и БТФ малого диаметра. Качественно для всех ЭМ наблюдается одинаковая зависимость: начальный размер частиц составляет  $\approx 2$  нм, далее наблюдается рост и средний размер рассеивающих неоднородностей выходит на постоянную величину.

Первые работы по изучению влияния размера заряда на размер образующихся частиц были проведены на литых зарядах ТНТ диаметром 30 и 40 мм. При этом наблюдалось различия во времени роста углеродных наночастиц: с 2 до 5 – 6 нм в течении 3 мкс для зарядов 30 мм, и 6 – 10 мкс для зарядов 40 мм в диаметре [86, 87]. Т.е. для зарядов ТНТ разного диаметра наблюдалось различие во времени роста углеродных структур. В более поздней работе, проведенной на зарядах ТГ [90], значительной зависимости размера рассеивающих неоднородностей от диаметра заряда не наблюдается, что объясняется совершенствованием методик обработки экспериментальных данных.

После работы [89] представленной на 15-м международном детонационном симпозиуме в г. Сан-Франциско (штат Калифорния, США) на источнике СИ Advanced Photon Source (APS, США) менее чем за год были проведены аналогичные эксперименты по измерению динамики МУРР при детонации гексанитростильбена (ГНС) диаметром 6.3 мм [20].

Для данной станции ондулятор выдает монохроматический пучок СИ (размером 200 x 50 мкм) с возможностью работать на разных энергиях (23.6, 14.7, 14.3 кэВ, ширина спектра на полувысоте – 600 эВ). Кроме этого, ускоритель может работать в многобанчевом режиме (до 324 банчей, с интервалом между ними 11.4 нс), длительность вспышки излучения составляет 52 – 79 пс. Рассеянное излучение падает на сцинтиллятор (люминофор) и регистрируется четырьмя камерами PI-MAX4 ICCD. Станция оснащена взрывной камерой, в которой можно проводить взрывные эксперименты с массой заряда до 3 г. Эксперименты проводятся с вакуумированием камеры до 200 мТорр (0.00026 атм) [20].

Первые результаты коллег (опубликованные в 2015 году) показали, что при детонации исследованных зарядов ГНС диаметром 6.3 мм и длиной  $\sim 8$  мм ( $m=0.4$  г) образуются частицы с радиусом гирации  $R_g=2.7$  нм ( $D=7$  нм), которые

регистрируются через 400 нс и остаются одного размера в течение последующих нескольких микросекунд [20]. При этом использовался 324-банчевый режим и сигнал интегрировался за 22 банча ( $\approx 250$  нс). Несмотря на то, что они утверждают об отсутствии динамики роста углеродных наночастиц, по представленным данным четко прослеживается один кадр (через 160 нс) за фронтом реакции, отличающийся от остальных. Однако его анализ в работе не приведен.

Следующий цикл работ американских исследователей вышел в 2017 году [91 – 94] проведен на зарядах диаметром 10 мм, массой около 2 г в 24-банчевом режиме с экспозицией в 1 банч (80 пс). Так, в [91] они впервые обнаружили динамику сигнала МУРР в первые 260 нс за фронтом детонации при детонации состава "Б" и на основании собранных характеристик рассеяния предложили модель фрактальной многослойной конденсации углерода. В следующей работе, посвященной сравнению состава "Б" и ГНС, показано что форма сигнала МУРР меняется в течении первых 300 нс, а после этого остается постоянной. Сравнение сигнала МУРР для этих двух составов в двойном логарифмическом масштабе показало у ГНС  $sp^2$  гибридизацию углерода, а у состава "Б" –  $sp^3$  [92]. В работе [93] получена динамика конденсации углеродных частиц (кластеров) при детонации РВХ9502 (95 % ТАТБ + 5 % связующего) в первые 200 нс (Рисунок 8). Кроме этого, анализ интенсивностей рассеяния косвенно показал состав углеродных кластеров как 4:1 (графит-алмаз), а проведенное моделирование по модели кластерной кинетики показало, что задержка в конденсации углерода на 75 нс лучше описывает экспериментальные данные.

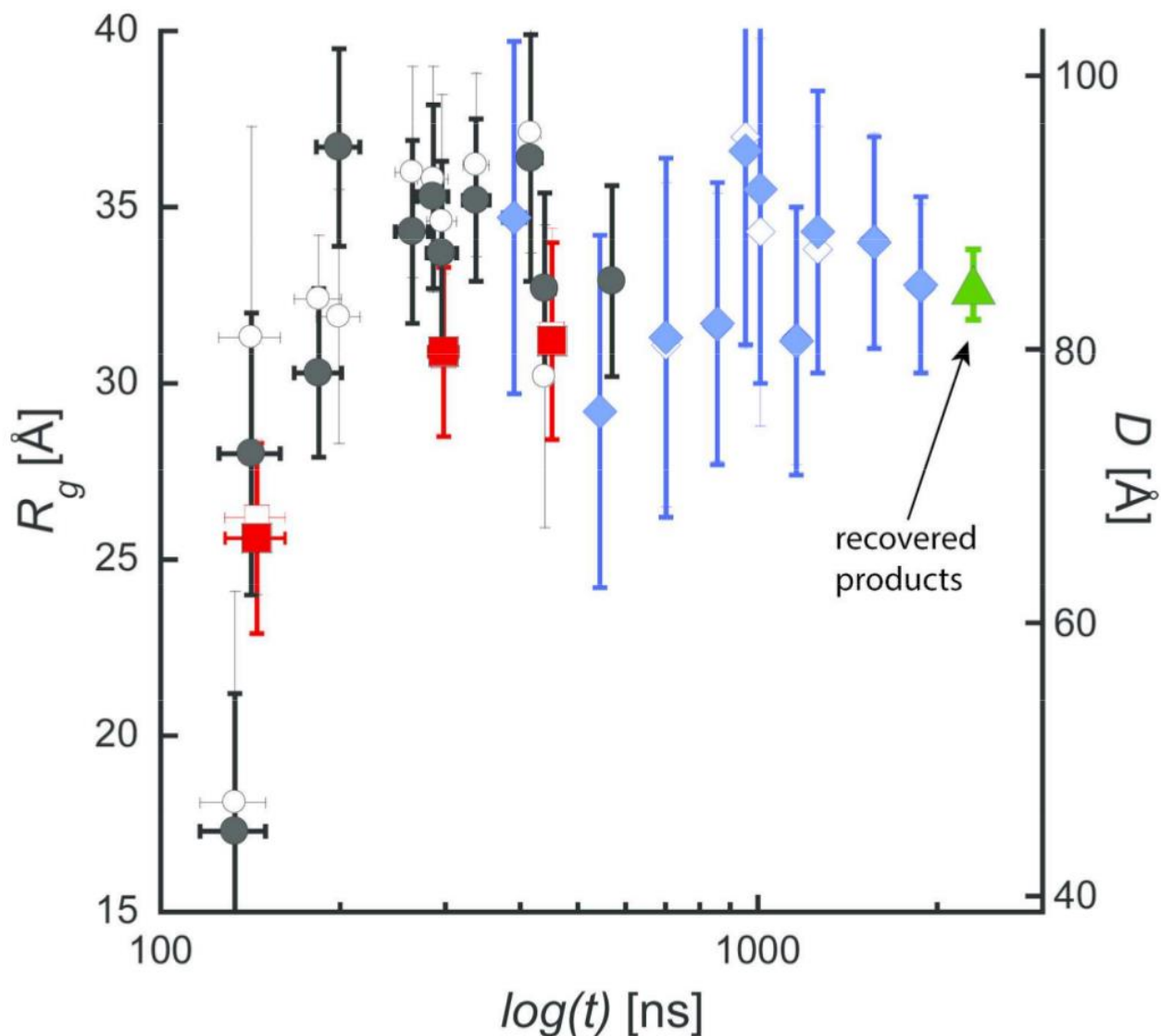


Рисунок 8 – Динамика конденсации углерода при детонации состава PBX9502, представленная в работе [93].

В последних работах, посвященных конденсации углерода в APS при обработке экспериментальных данных, использовалось термодимическое моделирование процесса образования углеродных наночастиц и наноструктур и анализ сохраненного углеродного остатка [65, 69, 95]. В работе [95] показана зависимость размеров конденсированного углерода от параметров детонации (давления и температуры). А работа [65] посвящена сравнению ГНС, состава "Б" и безводородного ЭМ динитрофуранофураксана (ДНТФ). На основе анализа экспериментальных данных сделан вывод о том, что в случае ДНТФ образуется жидкая фаза углерода сразу за детонационным фронтом, которая преобразуется в

слоистую структуру примерно через 200 нс после детонационного фронта. В работе [69] благодаря введению в модель обработки экспериментальных данных анализа сохраненных продуктов взрыва и термохимического моделирования, показано что нанодиамазы размером  $\sim 3$  нм образуются через 100 нс после детонационного фронта (сравнивая с термохимическим моделированием внутри детонационного фронта), что меньше чем было показано в предыдущих работах, а затем размер алмаза увеличивается до 4 нм к 300 нс.

Следует отметить, что не смотря на увеличение диаметра заряда почти в 2 раза, американские коллеги исследуют малые заряды, при этом динамика конденсации углерода в крупных зарядах остается актуальной задачей.

### 1.3. Станции – аналоги

Сегодня активно развивается направление по изучению быстропротекающих процессов с использованием синхротронного излучения. Это направление начало развиваться за счет совершенствования техники ускорителей частиц, а также развития специальных вставных устройств (вигглеров и ондуляторов). Следует отметить, что методики, связанные с использованием синхротронного излучения, являются невозмущающими, а по сравнению с обычным рентгеном обладают на несколько порядков большей яркостью.

Исследование быстропротекающих процессов с помощью синхротронного излучения началось в 1999 году (первый эксперимент был проведен 17 ноября 1999 г.) объединением усилий трех институтов СО РАН – это ИГиЛ СО РАН, ИЯФ СО РАН, и ИХТТМ СО РАН. Тогда в ИЯФ СО РАН на ускорительном комплексе ВЭПП-3 была построена экспериментальная станция по регистрации взрывных процессов [12, 13]. Спустя некоторое время был разработан специальный одномерный детектор DIMEX [96]. Основной методикой на этой станции, работающей и по сей день является радиография (регистрация прошедшего рентгеновского излучения).

В 2014 году была запущена экспериментальная станция на ускорительном комплексе ВЭПП-4, где основной методикой является малоугловое рентгеновское рассеяние. В настоящее время здесь ведутся активные работы по развитию методик радиографии и дифракции [97].

Начиная примерно с 2010х годов направление по исследованию быстропротекающих процессов с использованием синхротронного излучения развивается в мировых центрах, таких как European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) (Франция) [98, 99], Diamond Light Source (Великобритания) [100], Advanced Photon Source (APS, США) [20, 101, 102], European X-Ray Free-Electron Laser Facility (Германия) [103, 104] и других.

Стоит отметить, что станция на APS (Рисунок 9) является единственной станцией в мире, где кроме нас, исследуются взрывчатые вещества и на сегодняшний день они являются мировым лидером в области исследования быстропротекающих процессов с использованием СИ, где реализуются все возможные методики и способы воздействия на материалы [105–109].

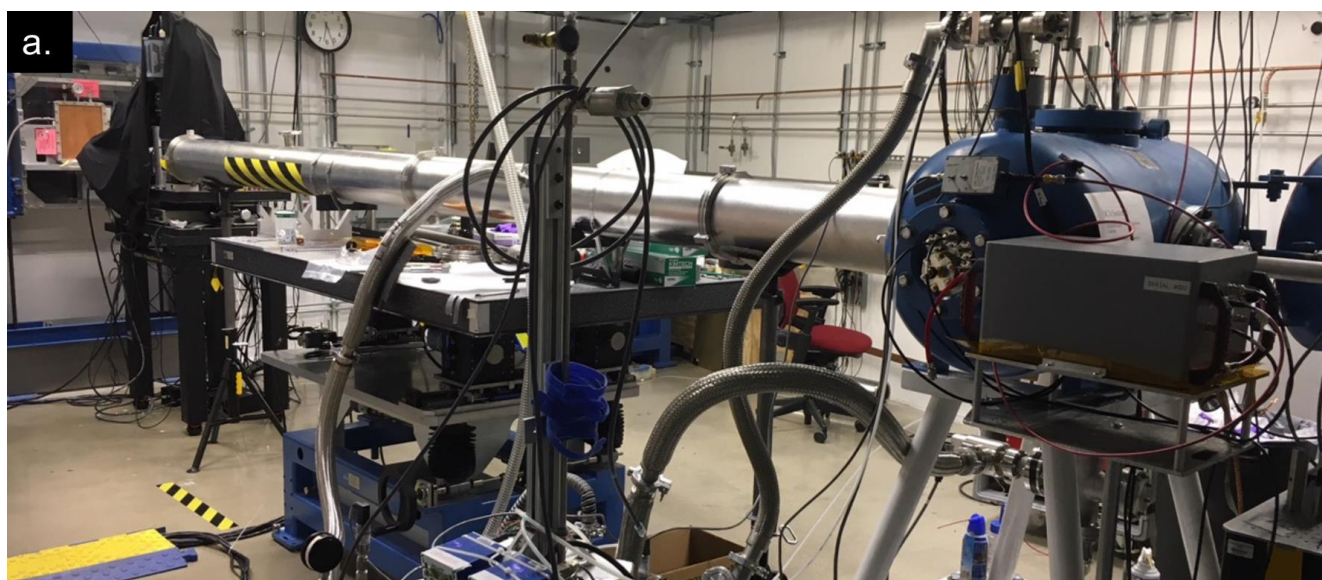


Рисунок 9 – Фотография станции на APS, приведенная в работе [109].

## ГЛАВА 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

### 2.1. Основные характеристики экспериментальной станции

Общая схема экспериментальной станции «Экстремальное состояние вещества» представлена на рисунке 10, а ее фотография на рисунке 11. Станция предназначена для исследования быстропротекающих процессов с использованием СИ. В качестве источника излучения используется вивглер с индукцией магнитного поля 1.9 Тл (энергия электронов в накопителе составляет 4.5 Тл), спектральная характеристика которого представлена на рисунке 6 – 2. Станция нацелена преимущественно на методику МУРР с высоким временным разрешением.

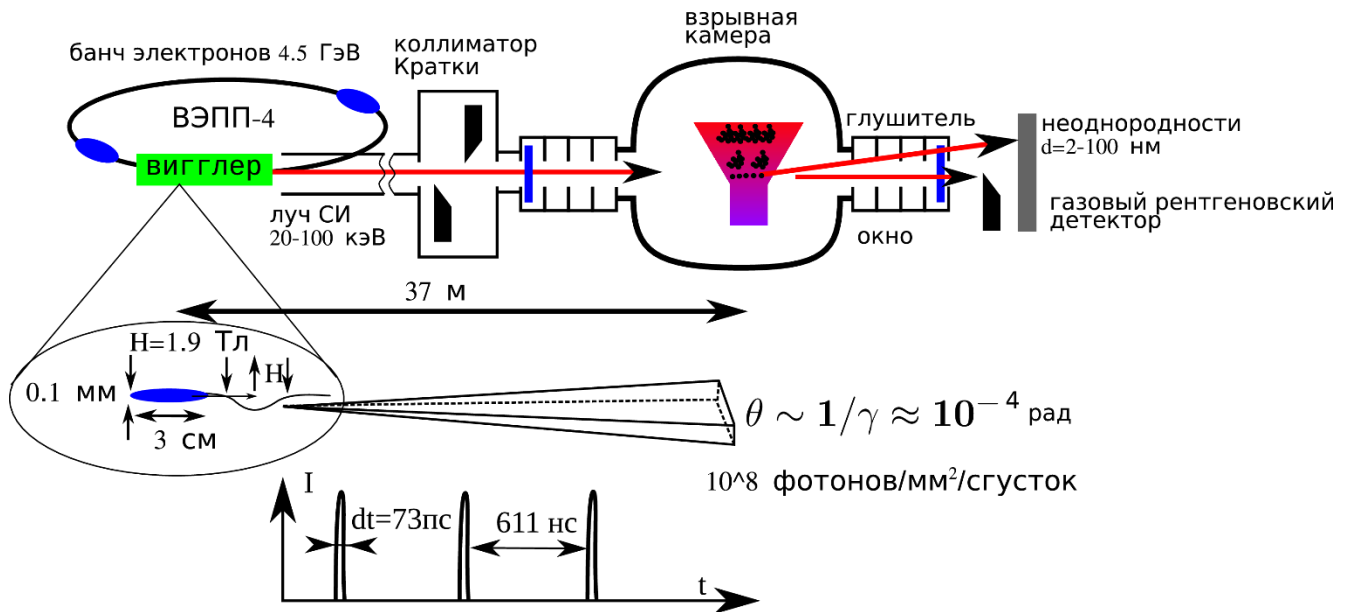


Рисунок 10 – Общая схема станции «Экстремальное состояние вещества».

Время экспозиции одного экспериментального кадра составляет 73 пс (длительность свечения от одного сгустка электронов), что на 12 порядков меньше, чем на стандартной станции по исследованию статического МУРР (где время экспозиции составляет от нескольких минут до суток). Соответственно использовать монохроматическое излучение для данной постановки не



представляется возможным, ввиду маленького количества фотонов (недостатка статистики), поэтому здесь используется весь спектральный диапазон.



Рисунок 11 – Фотография станции «Экстремальное состояние вещества».

Детальная схема станции представлена на рисунке 12. Перед взрывной камерой установлен коллиматор Кратки, состоящий из нижнего  $K_1$  и верхнего  $K_2$  ножей формирующих пучок СИ. Прямой пучок отсекался перед детектором ножом  $K_3$ . Рассеянные лучи регистрировались детектором DIMEX, установленным перпендикулярно плоскости падения луча (каналы детектора направлены снизу вверх). Расстояние от центра заряда до детектора составляло  $L = 3432$  мм, соответственно 1 канал детектора (высота = 0.1 мм) соответствует углу рассеяния  $2\theta = 0.02914$  мрад (Рисунок 12). Изменение положения всех трех ножей осуществляется микроподвижками с точностью 3 мкм, управляемых контролерами КШД-485. После настройки пучок СИ имел размеры  $\approx 1-2$  мм в высоту

(Рисунок 18 – 1) и  $\approx 4$  мм в ширину. Расстояние от ножей  $K_2$  и  $K_3$  до детектора составляло 4660 и 231 мм соответственно.

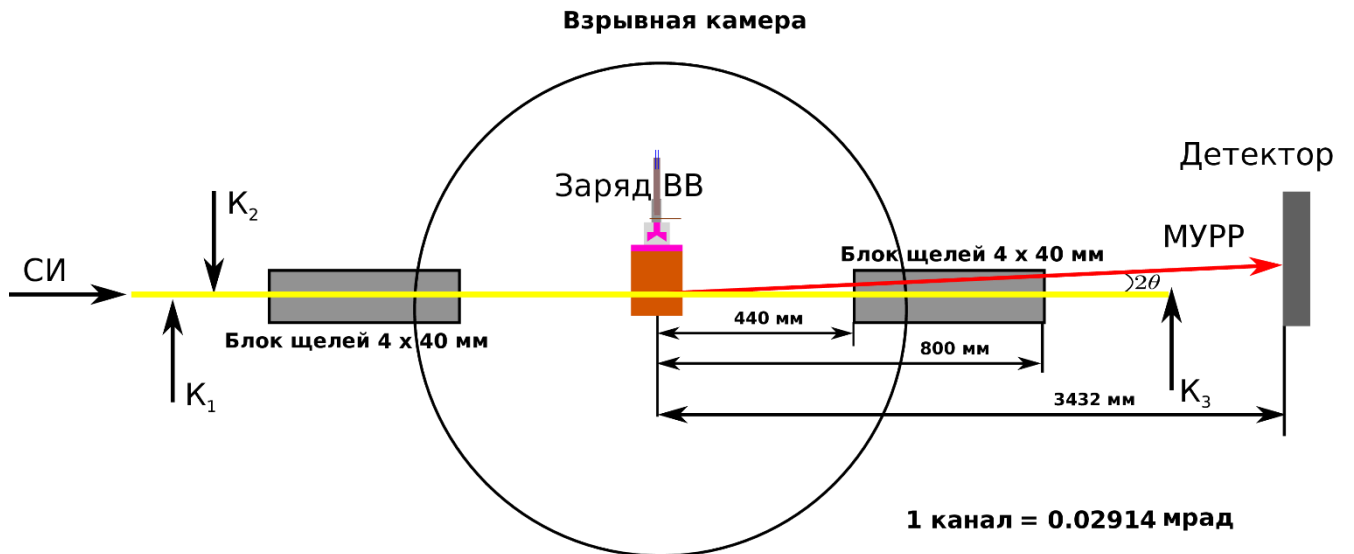


Рисунок 12 – Схема экспериментов по измерению МУРР на станции «Экстремальное состояние вещества».

Положение ножа  $K_3$  выбиралось таким, чтобы угловой диапазон измерений ( $2\theta$ ) составлял примерно от 10 – 20 до 200 каналов детектора (0.1 – 5.8 мрад). Данный диапазон измерений МУРР позволяет регистрировать частицы с диаметром  $D$ :

$$d_{min} \leq D \leq d_{max}$$

$$d_{min} = \frac{\pi}{q_{max}} = \frac{\lambda}{4 \sin \theta_{max}}$$

$$d_{max} = \frac{\pi}{q_{min}} = \frac{\lambda}{4 \sin \theta_{min}}$$

Таким образом на данной станции возможно определять размеры наночастиц в диапазоне от  $\approx 2$ -4 нм до  $\approx 100$  нм.

Ключевой особенностью станции является использование взрывной камеры ДВЖ-324.02.00.000 на 200 г ЭМ в тротиловом эквиваленте (Рисунок 11). Данная взрывная камера изготовлена специально для проведения взрывных экспериментов с регистрацией дифракционных рефлексов. Для того чтобы ввести излучение внутрь камеры, а затем вывести из нее, использовалась специальная система глушителей (6-ть глушителей ударной волны на входе и 6-ть глушителей на выходе, каждый глушитель имеет диаметр 60 мм и узкую щель 4 мм на 40 мм). В последней секции глушителя установлено бериллиевое окно толщиной 2 мм. Использование данной взрывной камеры позволяет проводить взрывные эксперименты с зарядами ЭМ диаметром до 40 мм. При этом камера имеет специальную систему юстировки, которая позволяет провести плоскость луча СИ через 12 щелей высотой 4 мм.

## 2.2. Детектор для скоростных рентгеновских измерений DIMEX

В ИЯФ СО РАН был разработан специальный однокоординатный детектор DIMEX (Detector for Imaging of Explosions) для изучения быстропротекающих процессов [110-116]. Фотография детектора представлена на рисунке 13. Сегодня ведутся разработки двухкоординатного сверхбыстрого детектора такого же типа для источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП "СКИФ".

В данной работе использовался газовый одномерный детектор DIMEX-3. Схема его устройства описана в [113] и представлена на рисунке 14. Пучок СИ попадает в газовый объем заполненный смесью Xe-CO<sub>2</sub> (75:25) под давлением в 7 атм между параллельными электродами: высоковольтным дрейфовым электродом и полосковой считывающей структурой, полосы которой нанесены с шагом в 0.1 мм и расположены параллельно направлению пучка.

Фотоны СИ поглощаются в рабочем газе, образуя при этом первичную ионизацию. Электроны первичной ионизации двигаются к считывающей полосковой структуре, а положительные ионы дрейфуют к отрицательному электроду. На пути электронов располагается газовый электронный усилитель (ГЭУ), экранирующий считывающую структуру от поля положительных ионов.

После прохождения ГЭУ электроны продолжают движение к полосковой структуре.

Регистрирующая структура детектора состоит из 512 прямых (длиной 30 мм) каналов (стрипов), расположенных на полосковой структуре (Рисунок 14 – 5) вдоль распространения СИ. Расстояние между стрипами детектора составляет 0.1 мм, которое и определяет его пространственное разрешение.

За время импульса СИ (менее 1 нс) наводящийся на каждом стрипе заряд, поступает в свою аналоговую память через малошумящие интеграторы. Таким образом, параллельно записываются 512 ячеек памяти, которые образуют кадр (frame). Во время следующего импульса СИ записываются следующие 512 ячеек памяти детектора. Детектор DIMEX позволяет запоминать 100 кадров с минимальным временем между кадрами в 100 нс, при этом время между кадрами определяется периодом обращения электронных сгустков в накопителе. В части экспериментов использовалась предыдущая версия детектора, способная регистрировать 32 кадра. Тем не менее, при таком интервале между кадрами общее время регистрации составляло  $\approx 20$  мкс, что вполне достаточно для исследуемого процесса. Кадры детектора записываются последовательно, циклически (101 кадр записывается поверх 1 кадра) [112]. Остановка записи производится внешним сигналом (от проволочного датчика).

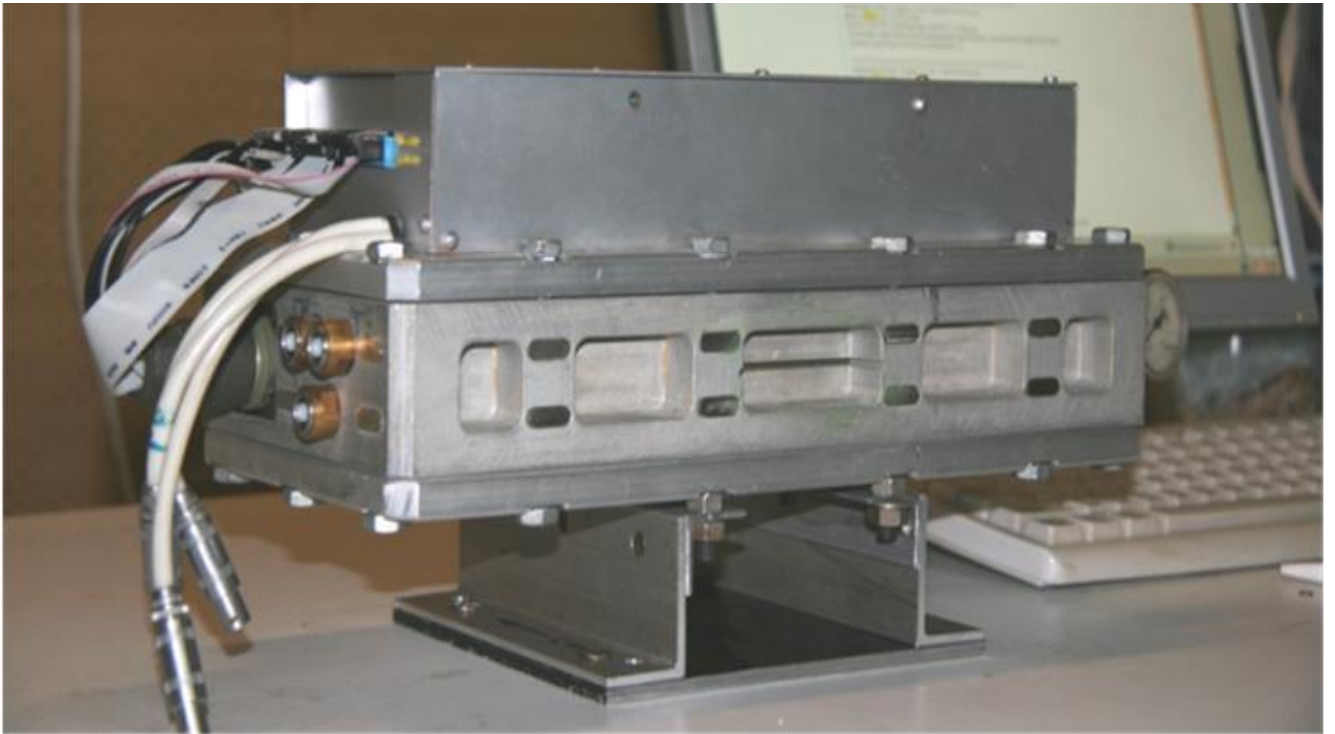


Рисунок 13 – Фотография детектора DIMEX.

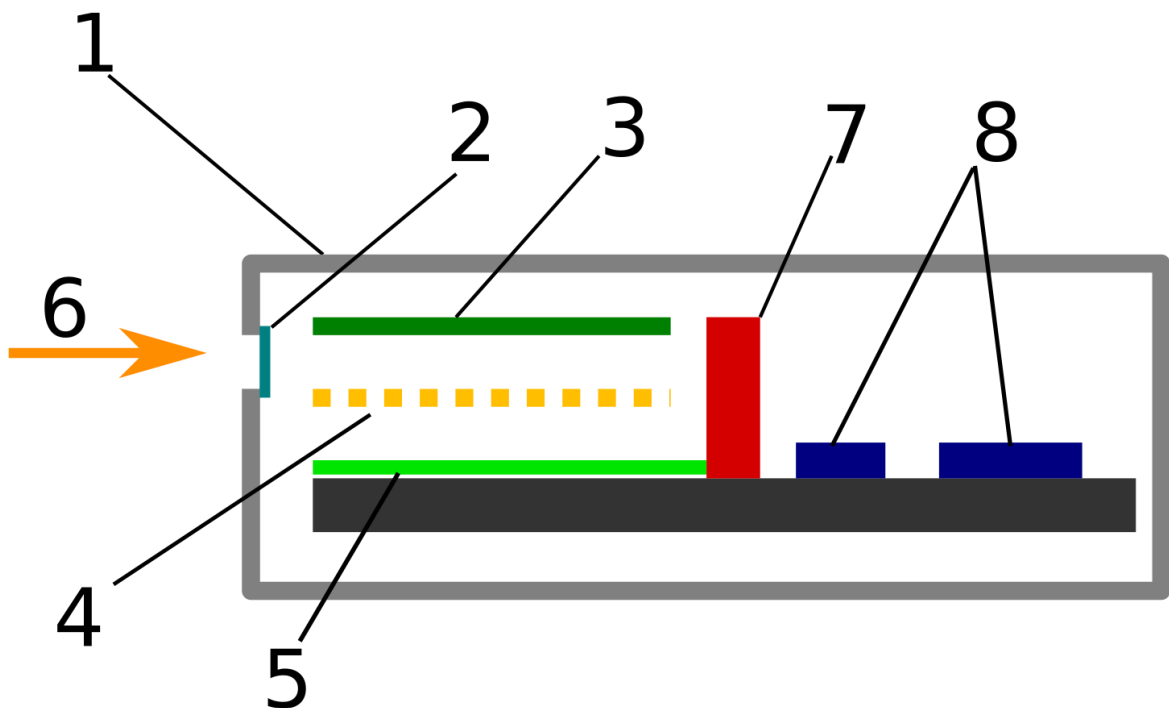


Рисунок 14 – Схема устройства детектора. 1 - алюминиевый корпус; 2 - бериллиевое окно; 3 - дрейфовый электрод; 4 - газовый электронный усилитель; 5 - полосковая структура; 6 - пучок СИ; 7 - защита электронных компонентов от излучения; 8 - электронные компоненты.

Для уменьшения объемного заряда положительно заряженных ионов, которые накапливаются в дрейфовом промежутке, используется быстрый затвор, который открывает поток СИ только на время эксперимента. Затвор представляет собой два диска с узкими щелями: один вращающийся диск, а второй неподвижный. Период вращения диска равен  $\approx 40$  мс. Импульс СИ проходит быстрый затвор во время совпадения щелей. Это время (время открытия затвора) составляет  $\approx 120$  мкс), что достаточно для проведения эксперимента [111]. Время открытия и период обращения могут регулироваться и определяются скоростью вращения диска и размерами щелей.

Поскольку исследуемый процесс является быстропротекающим – скорость детонации для исследуемых зарядов составляет  $\sim 8$  мм/мкс, а детектор способен зарегистрировать 100 кадров, что составляет 60 мкс (на ускорительном комплексе ВЭПП-4М, где частота обращения одного сгустка – 818.924 кГц, что соответствует времени между банчами 611 нс, в двух банчевом режиме), необходимо обеспечить синхронизацию детектора с протекающим процессом. На рисунке 15 показана блок-схема синхронизации детектора. Одним из важнейших элементов является контрольный блок, который осуществляет синхронизацию. В настоящее время контрольный блок интегрирован с детектором, а в первом варианте он представлял собой отдельный специализированный блок в стандарте КАМАК [111].

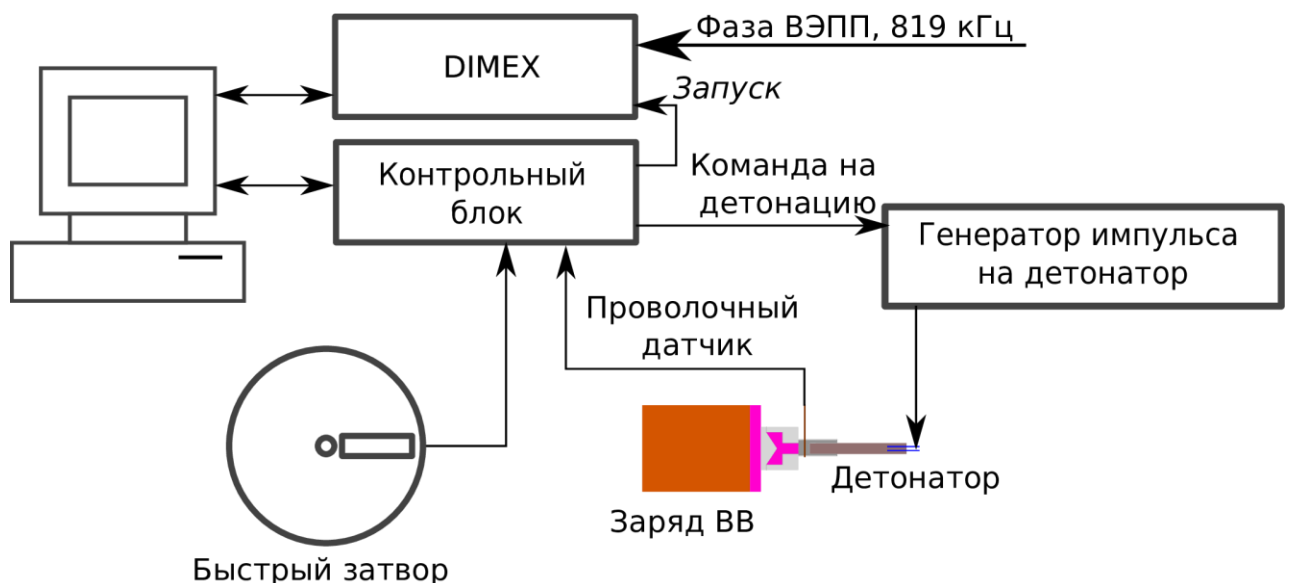


Рисунок 15 – Блок-схема синхронизации детектора.

Сигнал на контрольный блок подается оператором с компьютера, в контрольном блоке программа ожидает заданную последовательность команд и формирует сигнал на запуск генератора импульса для подрыва детонатора. Разброс времени между командой на генератор и формированием детонационной волны в образце может быть достаточно большим (более 10 мкс), за счет нестабильного времени срабатывания детонатора. Для более точной синхронизации используется проволочный датчик (две скрученные в витую пару проволочки). Датчик замыкается при прохождении через него ионизированной плазмы в детонационной волне и подает сигнал «Запуск». Предварительная установка числа  $F_n$  (целое число  $\geq 0$ , устанавливаемое в кадрах) позволяет выставить задержку запуска детектора, для синхронизации старта записи с моментом прихода детонационной волны в область наблюдения. При  $F_n=0$  детектор останавливает цикл записи сразу после прихода сигнала «Запуск» (замыкания контактного датчика), сохраняя в памяти и передавая на компьютер информацию об интенсивности в последних 100 кадрах (Рисунок 16) [111].

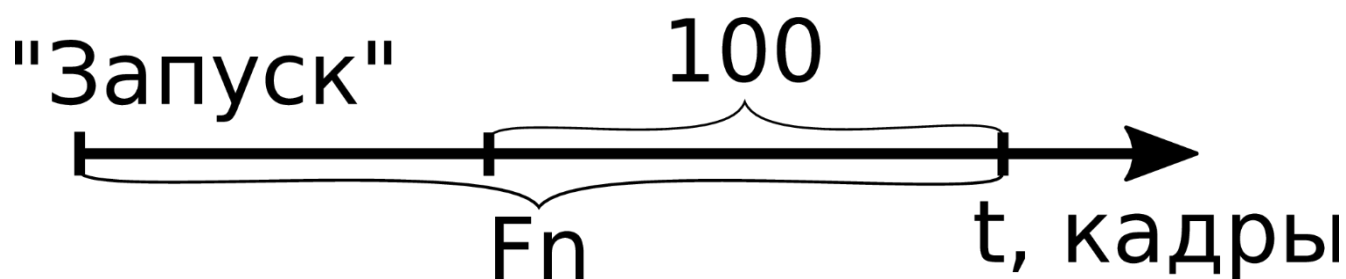


Рисунок 16 – Схема алгоритма остановки записи детектора.

Рассчитанная с использованием программы ХОР [82, 83] зависимость эффективности детектора или доли потока фотонов, которые поглощены в чувствительной зоне, в зависимости от энергии фотонов представлена на рисунке 17.

Сегодня детектор DIMEX активно используется на ускорительном комплексе ВЭПП-4М для регистрации МУРР во взрывных экспериментах, а также на ускорительном комплексе ВЭПП-3 для регистрации распределения плотности во взрывных экспериментах, исследовании ударных волн и процессов пыления.

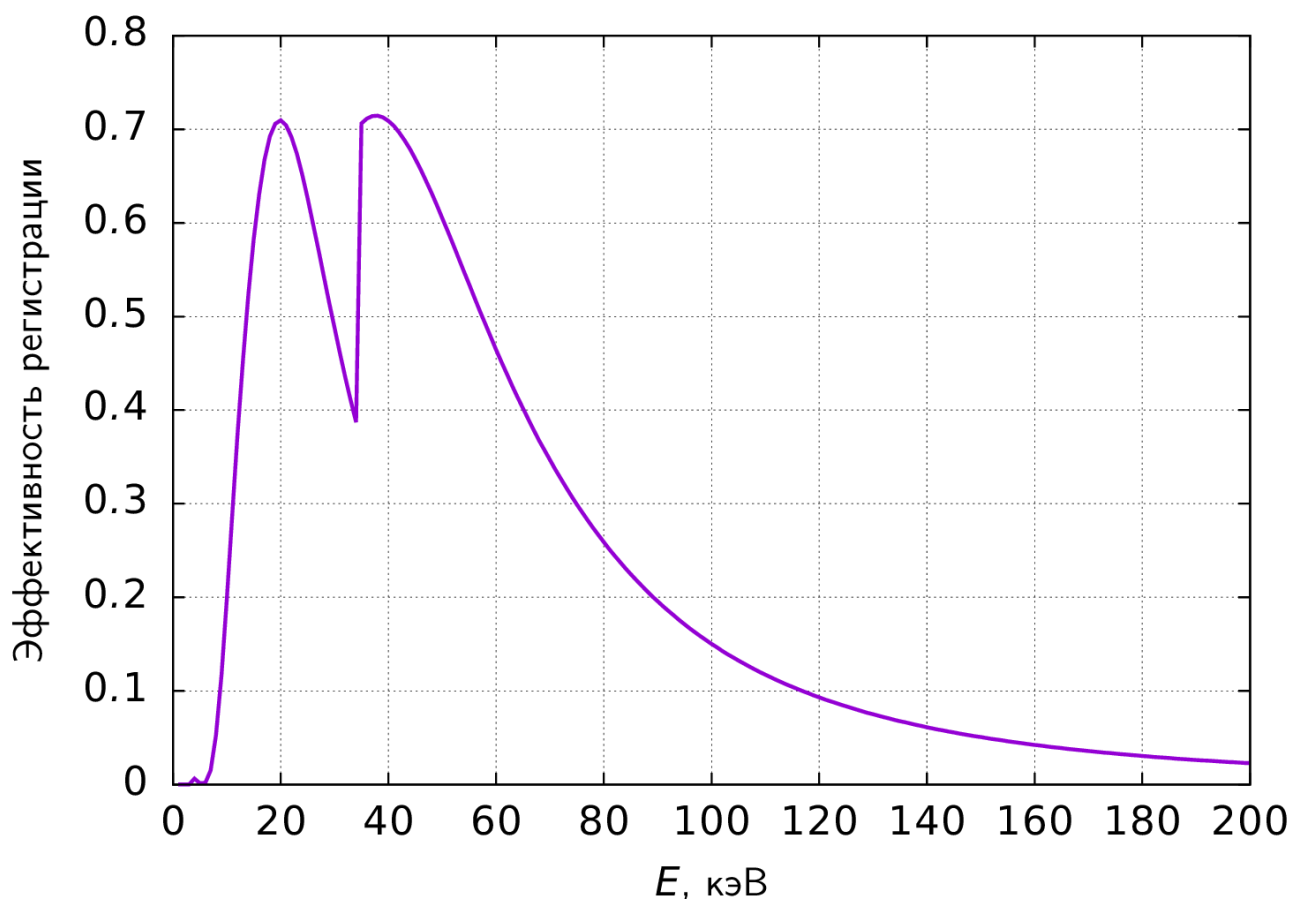


Рисунок 17 – Зависимость эффективности регистрации детектором фотонов различной энергии.

### 2.3. Методика проведения эксперимента

Перед каждой серией экспериментов осуществляется юстировка и настройка станции. При выключенном излучении проводилась запись пьедестала (нуля) детектора (ped), затем перед детектором устанавливалась стальная пластинка и с помощью коллиматора Кратки (ножи  $K_1$  и  $K_2$ , см. Рисунок 12) и боковых ножей устанавливаются размеры пучка, а с помощью детектора регистрируется его положение и ширина (beam, Рисунок 18 – 1). Далее прямой пучок зарезался ножом  $K_3$  (см. Рисунок 12) и регистрируется остаточный сигнал (knife, Рисунок 18 – 2).

Для настройки детектора еще требуется привязка времени начала записи по отношению к импульсу СИ (установка «фазы ускорителя») и сдвиг по времени к началу открытия быстрого затвора (установка «Тх»).



Далее производится калибровка методик измерения МУРР. Для этого проводятся статические эксперименты (но время экспозиции в статических измерениях соответствует времени экспозиции в реальном эксперименте) по рассеянию на НА (очищенные продукты взрыва при детонации ТГ (Рисунок 18 – 3) и  $\text{SiO}_2$  аэрогеле (Рисунок 18 – 4).

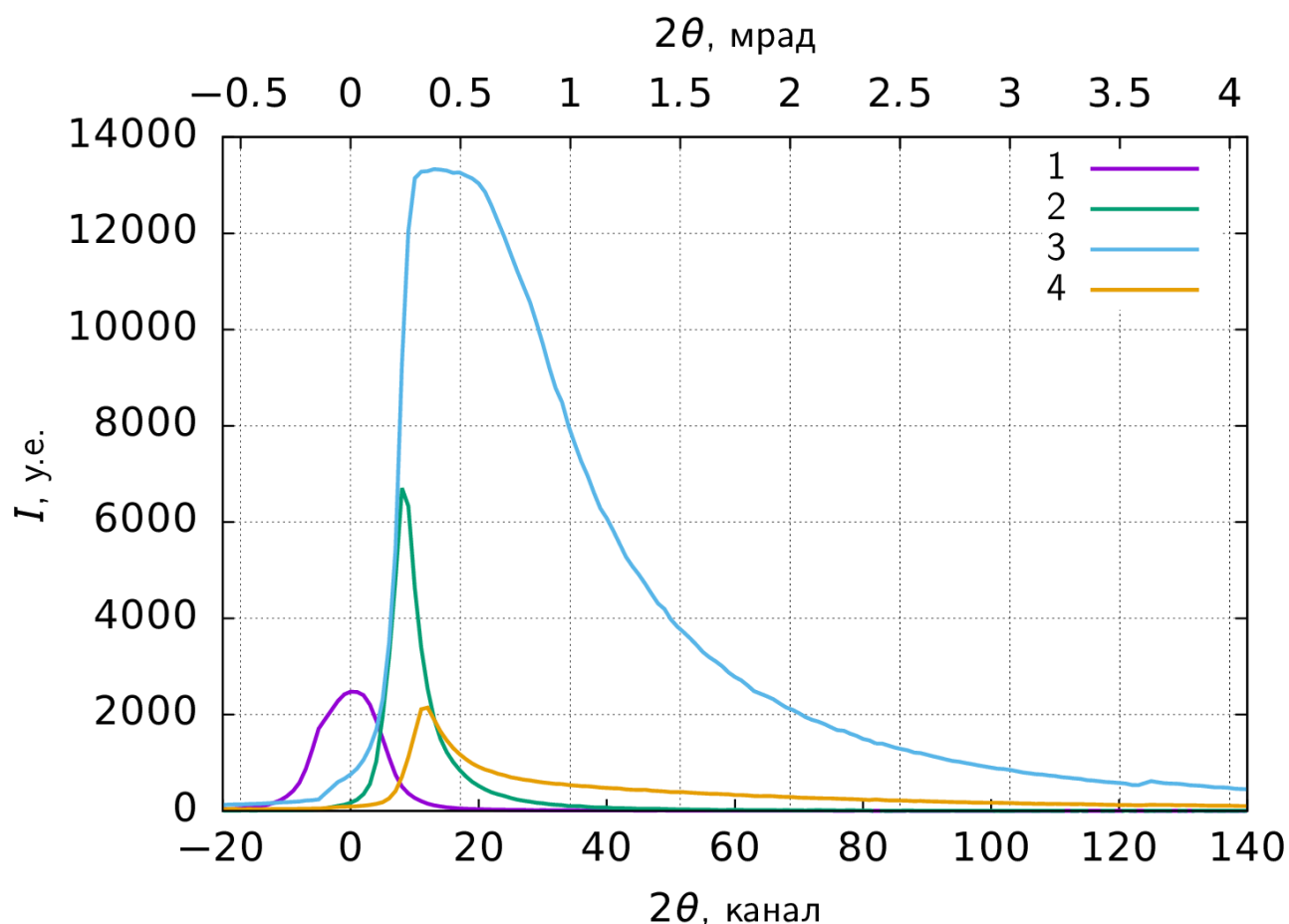


Рисунок 18 – Настройка: 1 – ослабленный прямой пучок, 2 – остатки прямого пучка, после закрытия ножом, 3 – рассеяние на алмазной шихте, 4 – рассеяние на аэрогеле.

В качестве исследуемых зарядов ЭМ использовались:

- литые образцы ТГ ( $\rho \approx 1.7 \text{ г/см}^3$ ) диаметром 20 и длиной 30 мм; диаметром 30, 40 и длиной 55 мм;
- литые образцы ТНТ ( $\rho \approx 1.6 \text{ г/см}^3$ ) по размерам идентичные образцам ТГ;

- прессованные образцы ЭМ на основе ТАТБ диаметром 30 и 40 и длиной 30 мм (общая длина заряда составляла 60 мм – для этого использовалось два образца).

Инициирование производилось электродетонатором ЭДВ-1 через генератор плоской волны и промежуточный заряд из пластичного ЭМ. После электродетонатора устанавливался электроконтактный датчик, для остановки записи детектора. Для данных экспериментов расчетное значение числа  $F_n$  составляло  $F_n=100$  (или 36 для предыдущей версии детектора), при данном значении ожидается что фронт детонационной волны придет в плоскость наблюдения в 12 – 14 (либо в 8 – 10 для предыдущей версии детектора) кадре. Образец (заряд ЭМ) помещался в сборку (Рисунок 19), где зажимался винтами, затем сборка устанавливалась в центре взрывной камеры с помощью специальной регулируемой подставки.

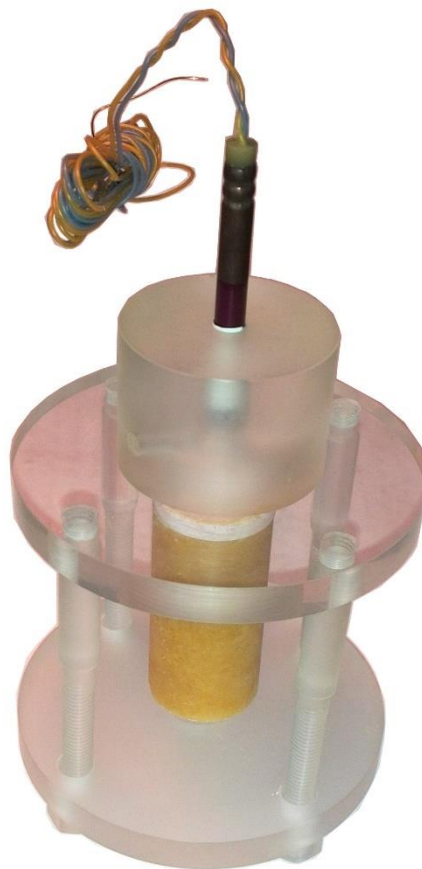


Рисунок 19 – Фотография экспериментальной сборки.

Во время взрыва детектор записывает файл `expl.dat` (100 кадров по 512 каналов). После поканального вычета пьедестала получается 100 кадров с угловыми распределениями МУРР.

## 2.4. Экспериментальные результаты

За время импульса СИ ( $\approx 100$  пс) детектор DIMEX записывает в свою память угловое распределение интенсивности МУРР (в дальнейшем это распределение МУРР будет называться кадром), а последовательность таких кадров, снятых с шагом в 611 нс, образует фильм (дифракционное кино).

### Тротил-гексоген

На рисунке 20 представлено несколько кадров (через 6 микросекунд) первичных экспериментальных данных углового распределения МУРР при детонации смеси тротил-гексоген 50/50 диаметром 20 мм. Угол рассеяния  $2\theta$  измеряется в каналах детектора или миллирадианах (1 канал = 0.02914 мрад). Нулевой кадр по времени совмещен с прохождением фронта детонации. На кадрах видно увеличение интенсивности МУРР в течении 6 мкс, а также увеличение наклона кривых МУРР. Наклон углового распределения МУРР связан с размерами рассеивающих центров. В полном виде экспериментальные данные представлены на рисунке 21, где цветом обозначена интенсивность, по оси  $x$  отложен угол рассеяния, а по оси  $y$  – время. Аналогичные результаты для заряда диаметром 30 мм приведены на рисунке 22, а диаметром 40 мм - на рисунке 23. На представленных угловых распределениях МУРР видна продолжительная динамика роста в течении  $\sim 6$  мкс.

## Тротил

На рисунке 24 представлены первичные экспериментальные данные углового распределения МУРР при детонации ТНТ диаметром 30 мм, а на рисунке 25 – диаметром 40 мм.

## Взрывчатое вещество на основе триаминотринитробензола

На рисунке 26 представлены первичные экспериментальные данные углового распределения МУРР при детонации взрывчатого вещества на основе триаминотринитробензола (ТАТБ) диаметром 30 мм, а на рисунке 27 – диаметром 40 мм.

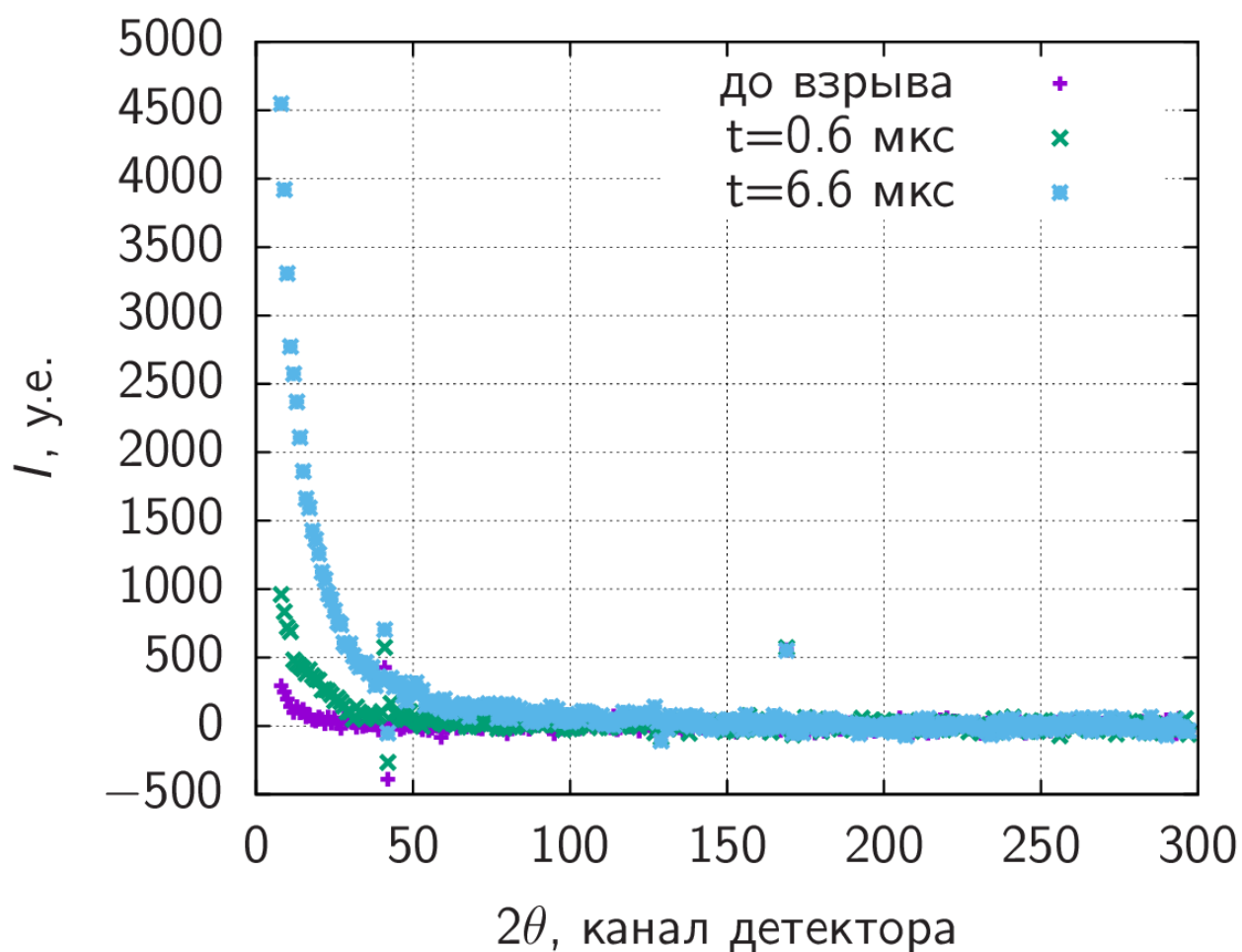


Рисунок 20 – Угловое распределение МУРР при детонации заряда тротил-гексоген диаметром 20 мм в разные моменты времени.

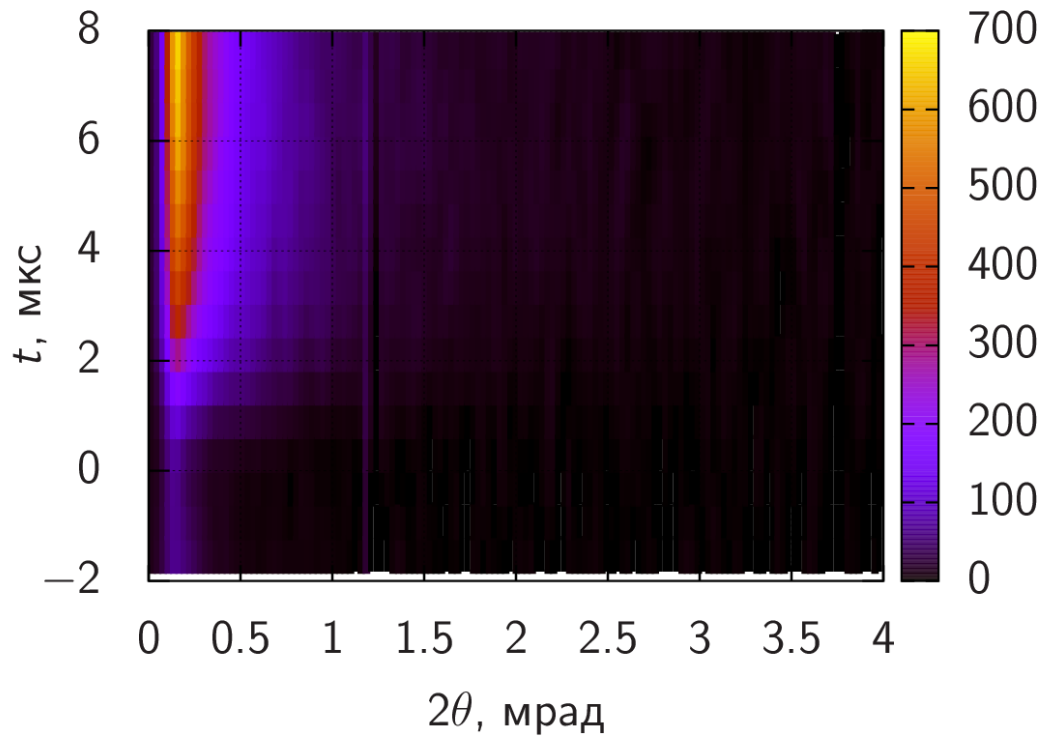


Рисунок 21 – МУРР при детонации ТГ диаметром 20 мм.

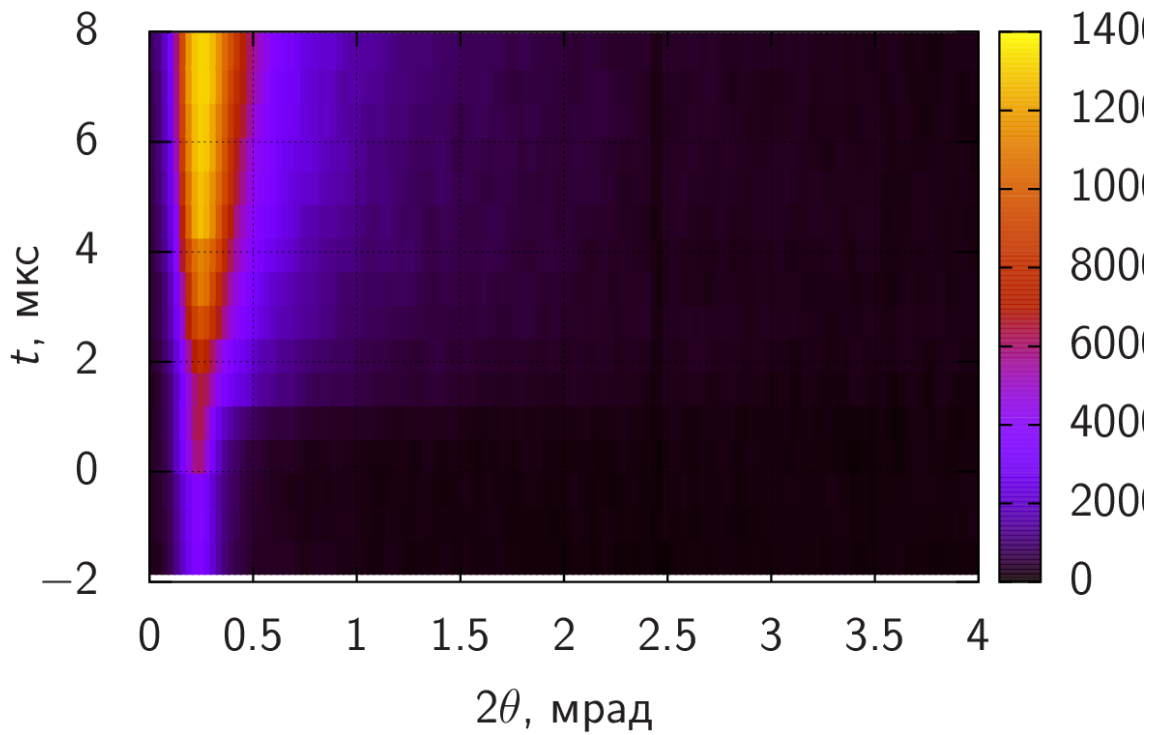


Рисунок 22 – МУРР при детонации ТГ диаметром 30 мм.

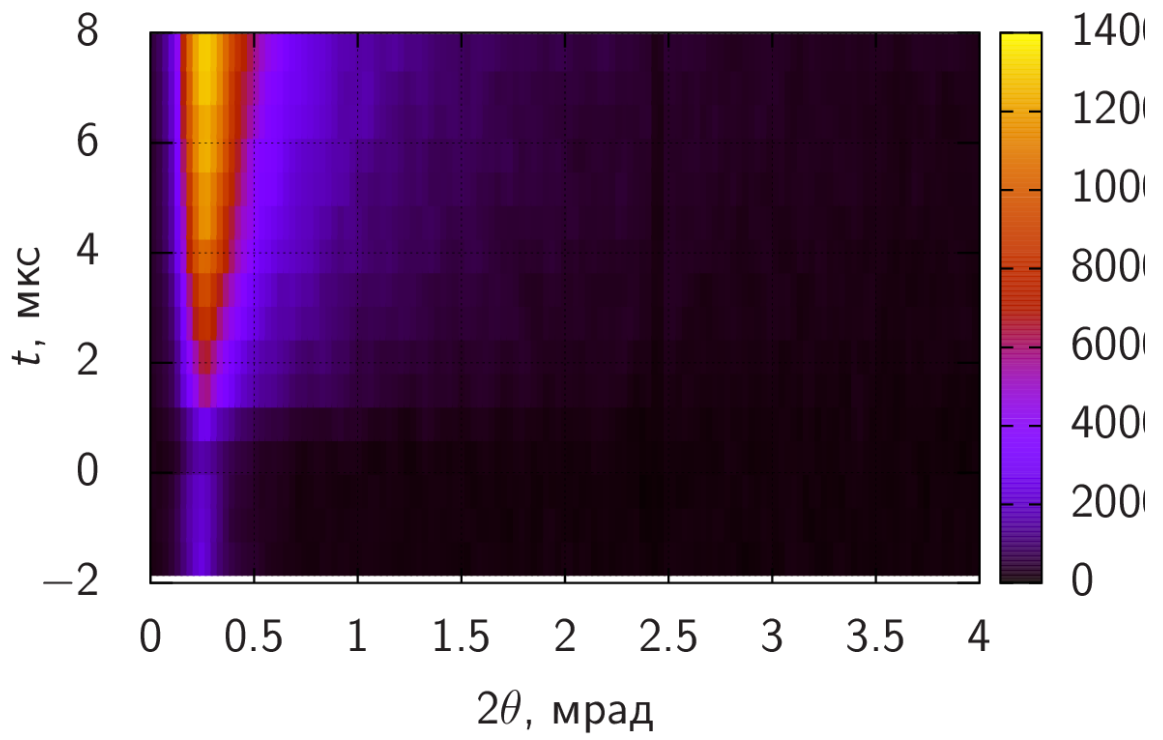


Рисунок 23 – МУРР при детонации ТГ диаметром 40 мм.

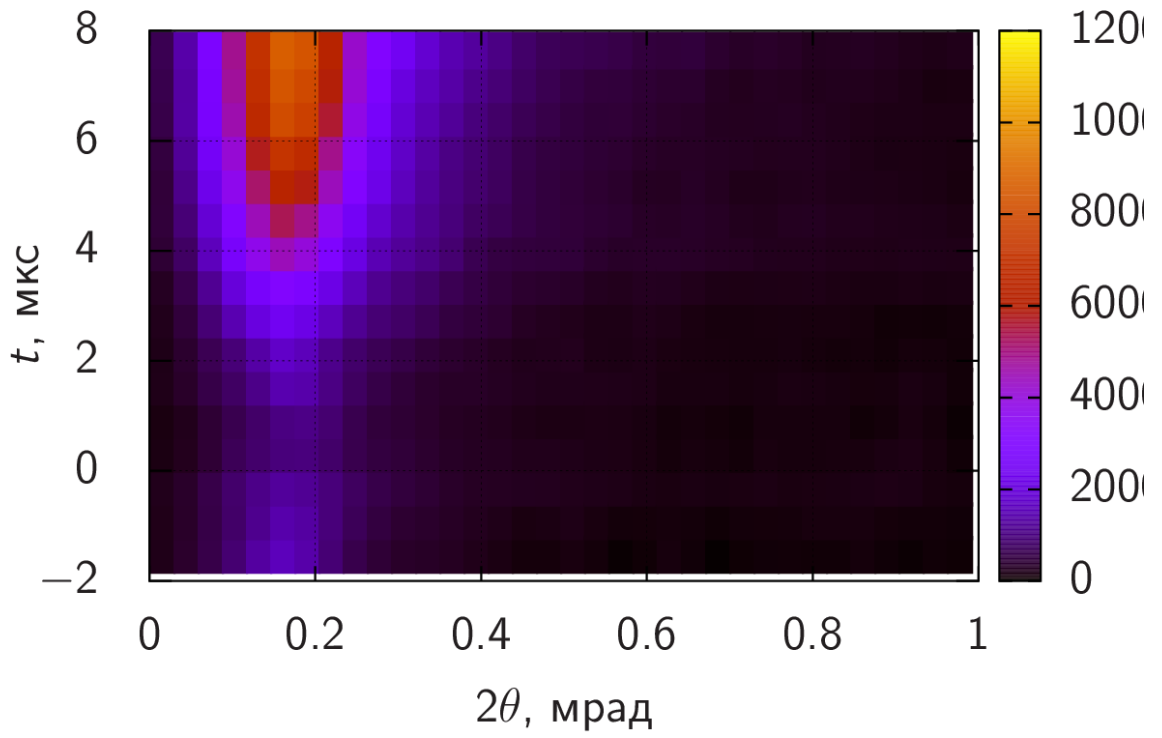


Рисунок 24 – МУРР при детонации ТНТ диаметром 30 мм.

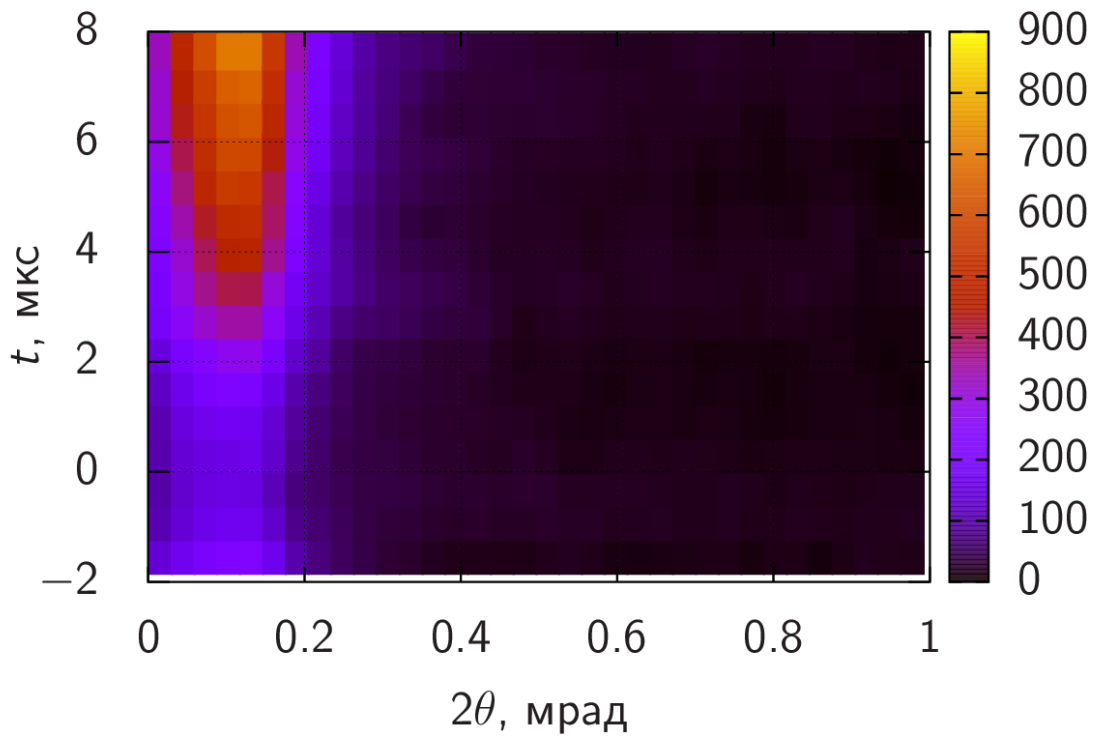


Рисунок 25 – МУРР при детонации ТНТ диаметром 40 мм.

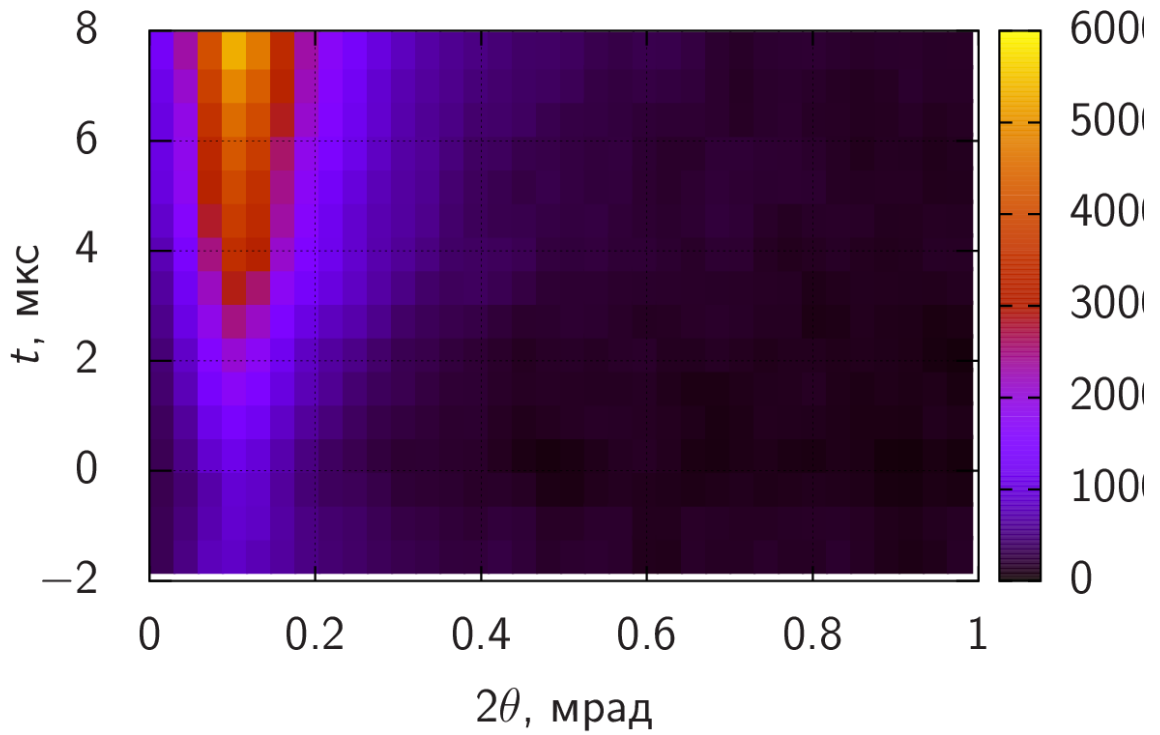


Рисунок 26 – МУРР при детонации ЭМ на основе ТАТБ диаметром 30 мм.

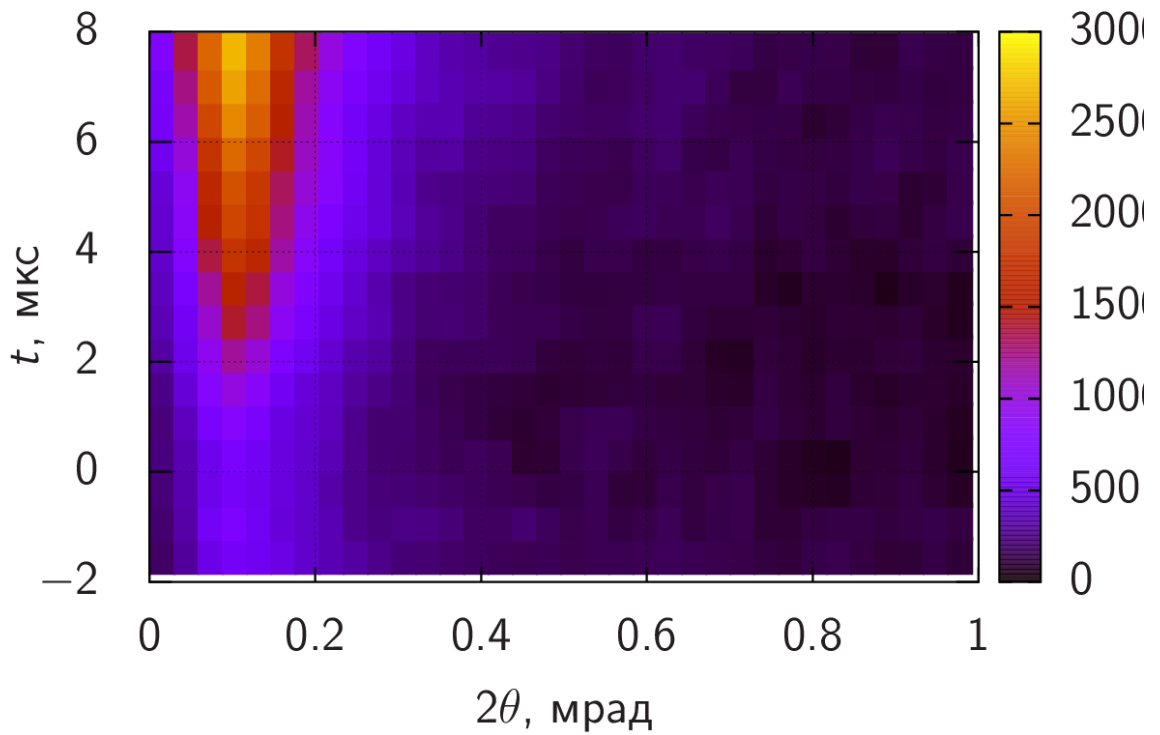


Рисунок 27 – МУРР при детонации ЭМ на основе ТАТБ диаметром 40 мм.



## 2.5. Заключение к главе

В данном разделе описаны основные характеристики экспериментальной станции «Экстремальное состояние вещества», описан скоростной рентгеновский детектор DIMEX, а также методика проведения эксперимента по измерению малоуглового рентгеновского рассеяния и приведены экспериментальные результаты.

Разработан экспериментальный подход, который с помощью развития методики динамической регистрации угловых распределений МУРР, который в результате проделанной экспериментальной работы позволил исследовать динамику процесса конденсации углерода при детонации зарядов ЭМ диаметром до 40 мм. Получены экспериментальные кривые динамики углового рассеяния во время детонации ЭМ (смеси тротила с гексогеном, тротила и ЭМ на основе триаминотринитробензола) диаметром до 40 мм. Всего было проведено порядка 60 взрывных экспериментов для трех разных составов.

Экспериментально показано что время, изменения угловых распределений МУРР, что соответствует динамике размеров рассеивающих структур (конденсированного углерода продуктов детонации), составляет несколько (4–6) микросекунд.

Амплитуда сигнала МУРР при детонации ТНТ и ТАТБ очень маленькая и сложно поддается анализу, это можно объяснить тем, что в конденсированном углероде этих ЭМ мало алмаза или они очень малы (по сравнению с ТГ), что подтверждается литературными данными, например [21, 117].

Так в работах [1, 2] показано, что выход алмаза для чистого тротила в несколько раз меньше, чем для смеси тротила с гексогеном. А в [21, 117] при исследовании конденсированного углерода продуктов взрыва ТАТБ показана большая удельная поверхность, что говорит о маленьком размере частиц  $\approx 1-3$  нм [21, 117], что меньше разрешающей способности станции.

### ГЛАВА 3. МЕТОДИКИ ОБРАБОТКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

#### 3.1. Рассеяние монохроматической волны на сферической частице

Вычислим аналитически амплитуду упругого рассеяния монохроматического излучения на сфере (Рисунок 28).

Если рассеяние происходит на изотропных системах, т.е. когда функция распределения плотности электронов зависит только от радиуса  $\varphi(\vec{r}) = n(r)$ , амплитуду упругого рассеяния можно вычислить аналитически. Перейдя в сферическую систему координат относительно вектора рассеяния  $\vec{q}$  (Рисунок 29) величина элемента объема равна  $d\vec{r} = r^2 \sin \beta dr d\beta d\varphi$ .

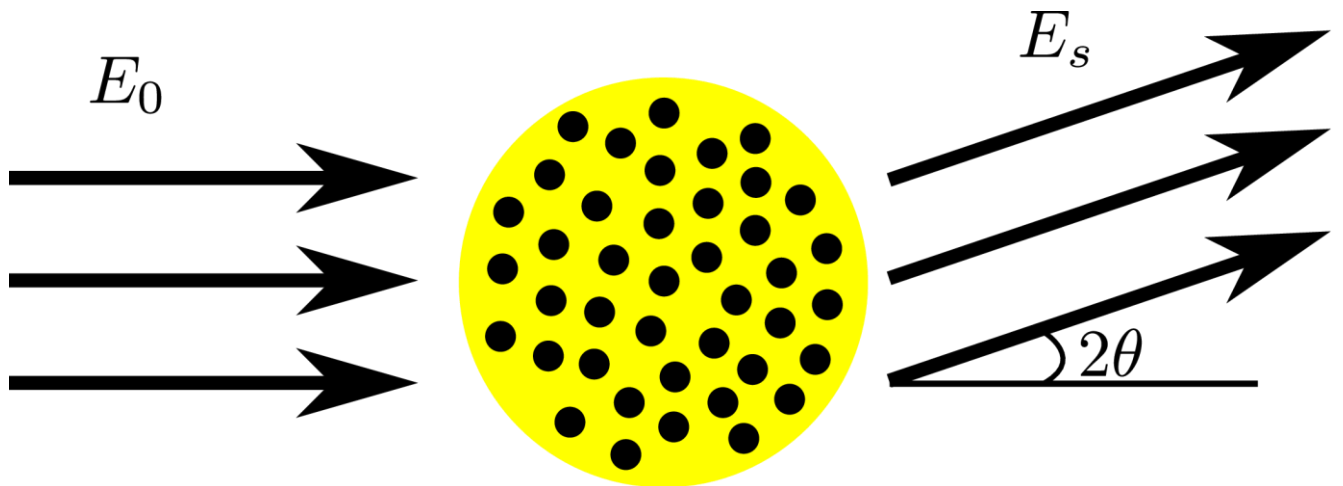


Рисунок 28 – Рассеяние монохроматического излучения на однородной сферической частице.

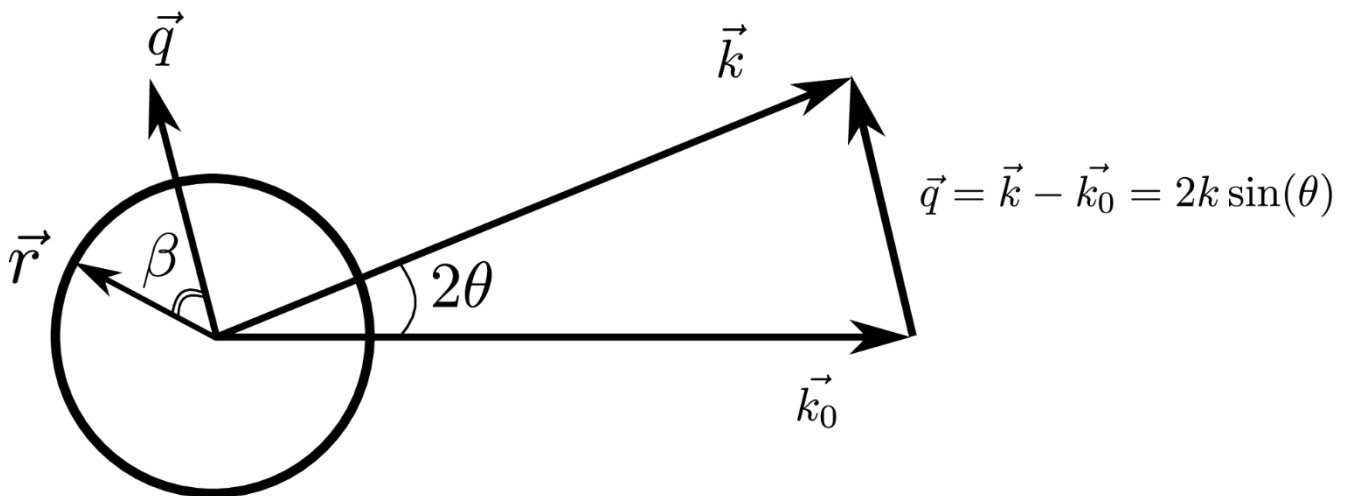


Рисунок 29 – Рассеяние плоской монохроматической волны на сфере.

При осевой симметрии интегрирование по углу  $\varphi$  дает величину  $2\pi$ .

$$\begin{aligned}
 f(\vec{q}) &= \frac{1}{4\pi} \int n(r) \exp(i\vec{q}\vec{r}) d\vec{r} = \langle \vec{q}\vec{r} = qr \cos \beta \rangle = \\
 &= \frac{1}{4\pi} \int n(r) \exp(iqr \cos \beta) r^2 \sin \beta dr d\beta d\varphi = \\
 &= \frac{2\pi}{4\pi} \int n(r) \cos(qr \cos \beta) \frac{r}{q} d(qr \cos \beta) dr = \\
 &= \frac{2}{2} \int \frac{n(r)r}{q} \cos(qr) dr = \int \frac{n(r)r}{q} \cos(qr) dr
 \end{aligned}$$

Если шар заряжен равномерно  $n(r) = n$  (т.е.  $n$  не зависит от  $r$ ), тогда плотность  $n$  можно вынести за знак интеграла, а оставшееся выражение проинтегрировать по частям:

$$\begin{aligned}
 f(\vec{q}) &= n \int \frac{r}{q} \cos(qr) dr = n \int \frac{qr}{q^3} \cos(qr) d(qr) = \\
 &= \frac{n}{q^3} \left[ -(qR) \cos(qR) + \int \cos(qR) d(qR) \right] = \frac{n}{q^3} [-(qR) \cos(qR) + \sin(qR)] = \\
 &= nR^3 \frac{\sin(qR) - qR \cos(qR)}{(qR)^3} = nR^3 \sqrt{P(q, R)}.
 \end{aligned}$$

Полученная формула определяет рассеяние от шара радиуса  $R$ , где  $n$  – плотность электронов, а  $P(q, R) = \left[ \frac{\sin(qR) - qR \cos(qR)}{(qR)^3} \right]^2$  – форм-фактор (Рисунок 30) – функция в которой собраны зависимости от вектора рассеяния  $q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(\theta)$ .

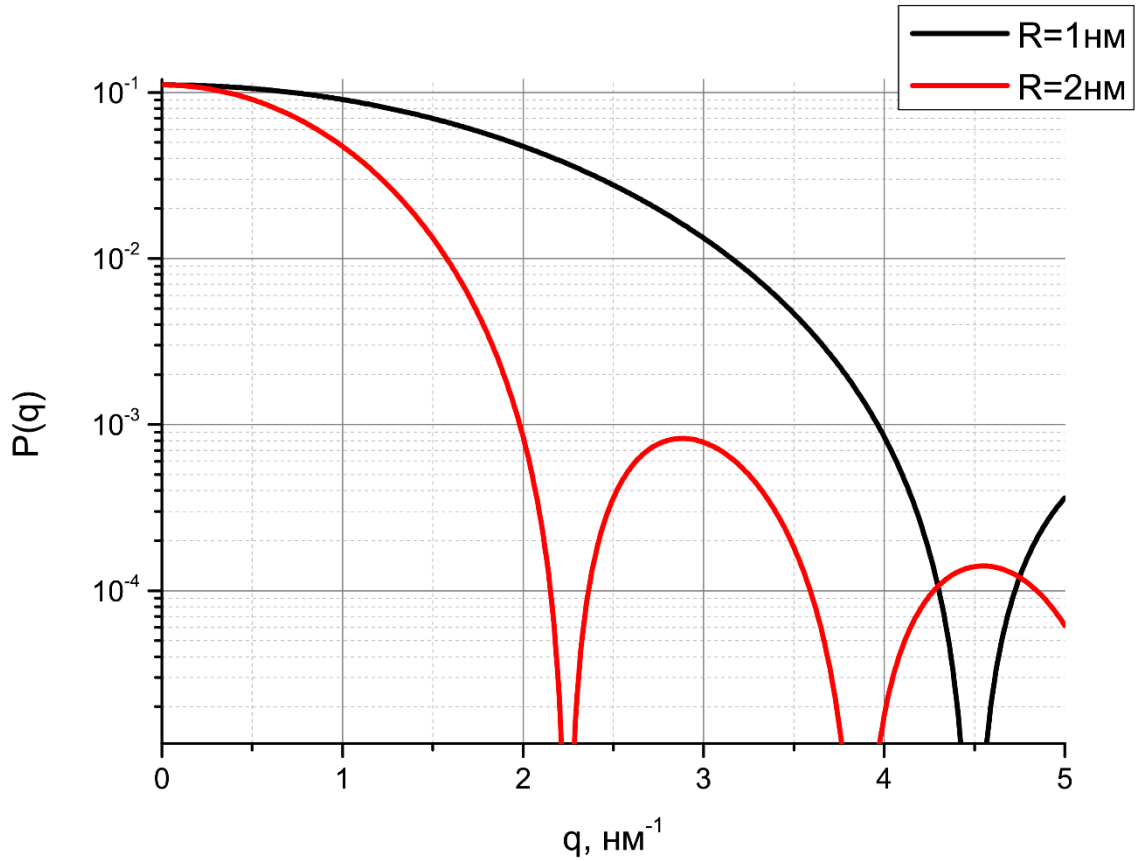


Рисунок 30 – Форм-фактор рассеяния на сферической частице диаметром 1 и 2 нм.

Для интенсивности рассеянного излучения получим

$$I(q, R) = i_0 [E(q, R)]^2 = i_0 (R^3 n)^2 P(q, R).$$

Если рассеивающий шар находится в среде с электронной плотностью  $n_0$ , то амплитуда рассеянного излучения будет пропорциональна  $(n - n_0)$ , а интенсивность  $(n - n_0)^2$ , или, как говорят, флуктуации электронной плотности. В случае нейтрального (незаряженного) шара электронная плотность  $n \sim \rho$  – плотности рассеивающего шара.

$$I_0 = i_0 (R^3 n)^2 \approx R^6 (\rho - \rho_0)^2.$$

Частицы могут быть газообразными, жидкими или твердыми, необходимо только чтобы их электронная плотность отличалась от плотности среды, поскольку метод чувствителен к флуктуации электронной плотности.

Формула Гинье [118, 119]

$$I = I_0 \exp\left(-\frac{(qR_g)^2}{3}\right),$$

дает информацию о более общем виде несимметричной частицы. Гинье вводит понятие радиуса гирации

$$R_g^2 = \frac{\sum m_i r_i^2}{\sum m_i},$$

который позволяет описать рассеяние от частиц с различной симметрией, при этом для сферической частицы имеется соотношение  $R = \sqrt{5/3} R_g$ .

Прологарифмировав формулу Гинье получим:

$$\ln(I(q, R)) = \ln(I_0) - \frac{(qR_g)^2}{3} = -\frac{(qR)^2}{5},$$

т.е. в координатах  $\ln(I)$  от  $q^2$  получим линейно спадающую функцию, по наклону которой  $k$  можно восстановить размеры рассеивающих частиц

$$D = 2R = 2\sqrt{5|k|}.$$

Таким образом, угловая зависимость форм-фактора  $P(q, R)$  позволяет получить информацию о размере рассеивающей частицы  $D$  [16, 119]. При вычислении МУРР от одной частицы, которая состоит из большого количества

атомов считается интерференция от всех электронов внутри этой частицы. В дальнейшем, при расчетах сигнала МУРР считалось, что частица имеет сферическую форму радиуса  $R$ , а электроны внутри частицы расположены равномерно.

### 3.2. МУРР на сферической частице от реального спектра на станции

Существующей интенсивности пучка СИ (даже после повышения потока фотонов в 3 раза) недостаточно для использования монохроматического излучения в измерениях МУРР, т.к. интенсивность рассеянного излучения на несколько порядков меньше, чем в прямом пучке. Поэтому в экспериментах использовалось излучение с реальным (сквозным) спектром.

#### 3.2.1. Реальный спектр излучения на станции

На спектральную характеристику излучения СИ на станции влияют несколько факторов: во-первых, это спектральная характеристика самого источника, представленная на рисунке 6; во-вторых, это зависимость эффективности регистрации детектора от энергии фотонов, представленная на рисунке 17; и, в-третьих, это поглощение в образце.

#### **Поглощение в образце**

При взаимодействии излучения с веществом, часть излучения будет поглощаться, при этом интенсивность прошедшего излучения определяется формулой

$$I = I_0 \exp\left(-\frac{\mu}{\rho} \rho d\right),$$

где  $\mu/\rho$  – массовый коэффициент поглощения.

Поглощение рентгеновских лучей является атомным свойством, т.е. зависит от атомного номера каждого элемента и количества этого элемента в веществе. Молекулярный коэффициент поглощения складывается из коэффициентов атомов, входящих в состав молекулы. Поэтому для вычисления любых молекулярных коэффициентов достаточно знать атомные коэффициенты поглощения элементов [79].

В одном и том же веществе коэффициент поглощения падает с уменьшением длины волны рентгеновского излучения, но при некоторой длине волны происходит резкое увеличение коэффициента поглощения, после чего продолжается его уменьшение. Возникновение скачка поглощения связано с возбуждением характеристического рентгеновского излучения облучаемого вещества, что резко увеличивает потери энергии при прохождении излучения [79]. На рисунке 31 представлена зависимость массового коэффициента поглощения от энергии фотонов для смеси тротила с гексогеном, рассчитанная в программе XCOM свободно распространяемой National Institute of Standards and Technology, Physical Measurement Laboratory [120].

Таким образом, реальный (сквозной) спектр излучения на станции – это спектральная характеристика канала с учетом источника излучения, поглощения во всех окнах, фильтрах, образце, а также эффективности регистрации детектора фотонов с различными энергиями (Рисунок 32) [87].

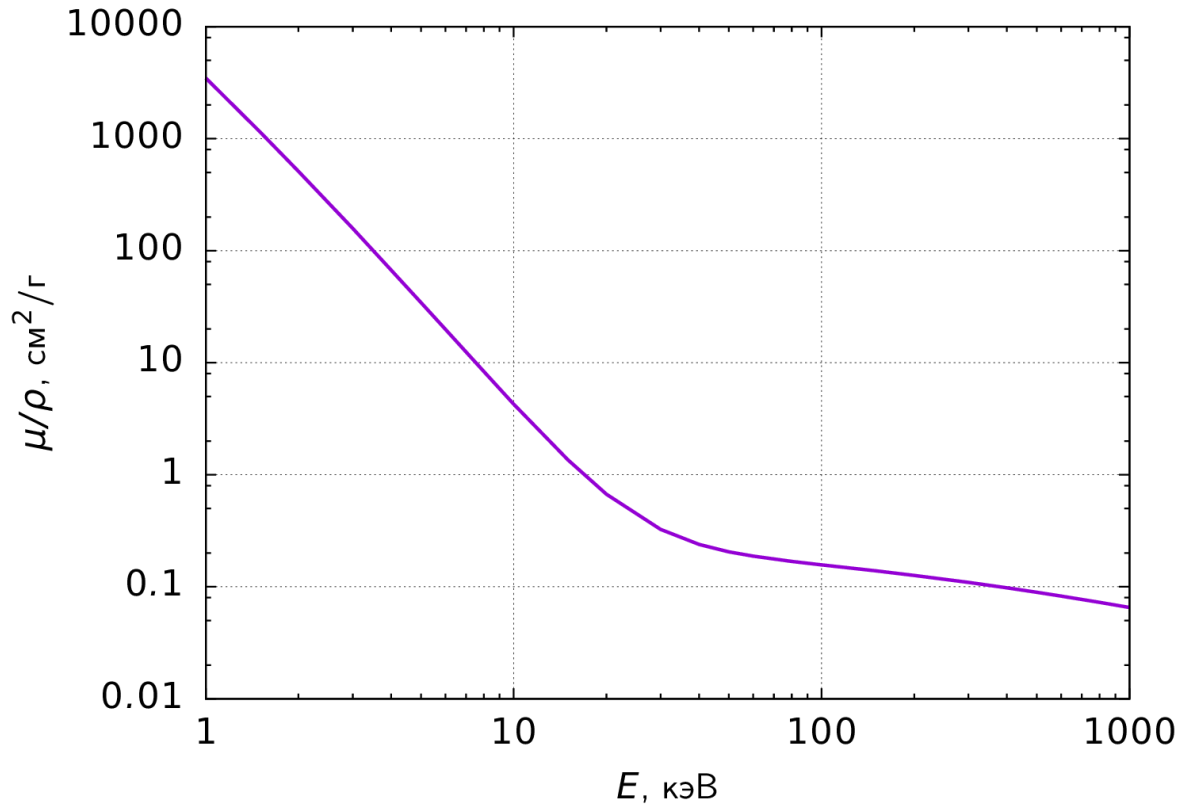


Рисунок 31 – Массовый коэффициент поглощения для ТГ.

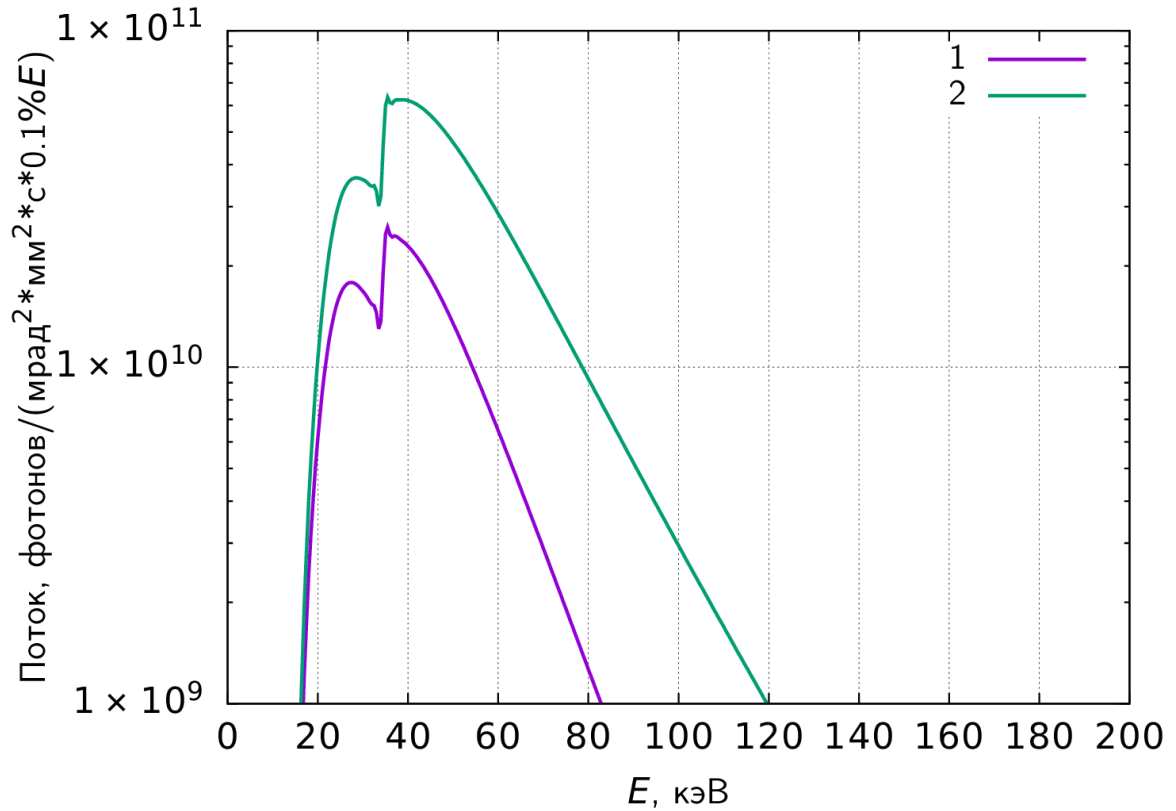


Рисунок 32 – Реальный спектр излучения на станции «Экстремальное состояние вещества» (30 мм ТГ; 1 – до июля 2017 г., 2 – с января 2018 г.).



## 3.2.2. МУРР от реального спектра

Проведя математические расчеты интенсивности сигнала МУРР для реального спектра от сферических частиц разного диаметра обнаружено, что разным частицам соответствует разный наклон сигнала МУРР (Рисунок 33) [87].

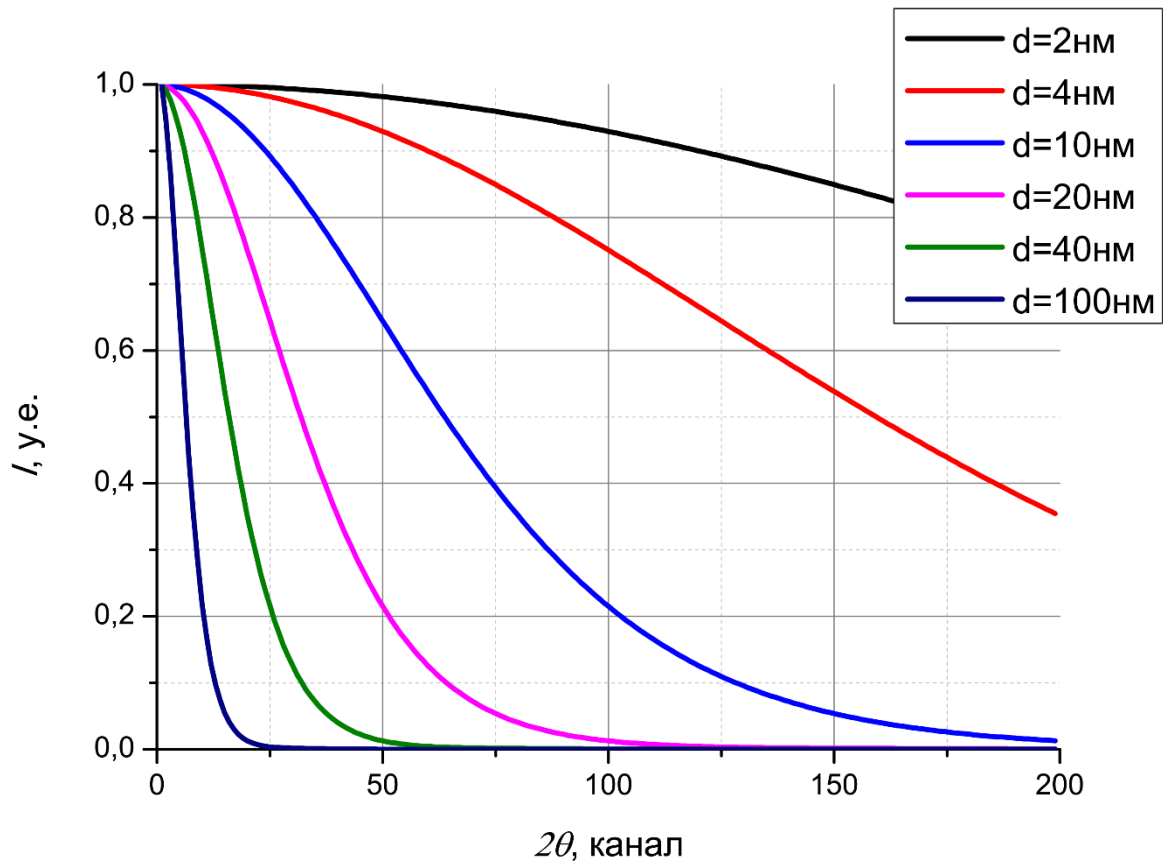


Рисунок 33 – МУРР на реальном спектре излучения от сферических частиц разного диаметра.

Затем методом наименьших квадратов была определена эффективная энергия фотонов, такая чтобы отклонение между сигналом МУРР от реального спектра излучения на станции и сигналом МУРР от эффективной энергии было минимальным. Проведя математические расчеты для частиц различного размера, получена эффективная энергия рентгеновского излучения в 38 кэВ (Рисунок 34), при этом длина волны СИ составляет:

$$E = h\nu = h\frac{c}{\lambda} \Rightarrow \lambda = h\frac{c}{E} = 0.0326 \text{ нм}$$

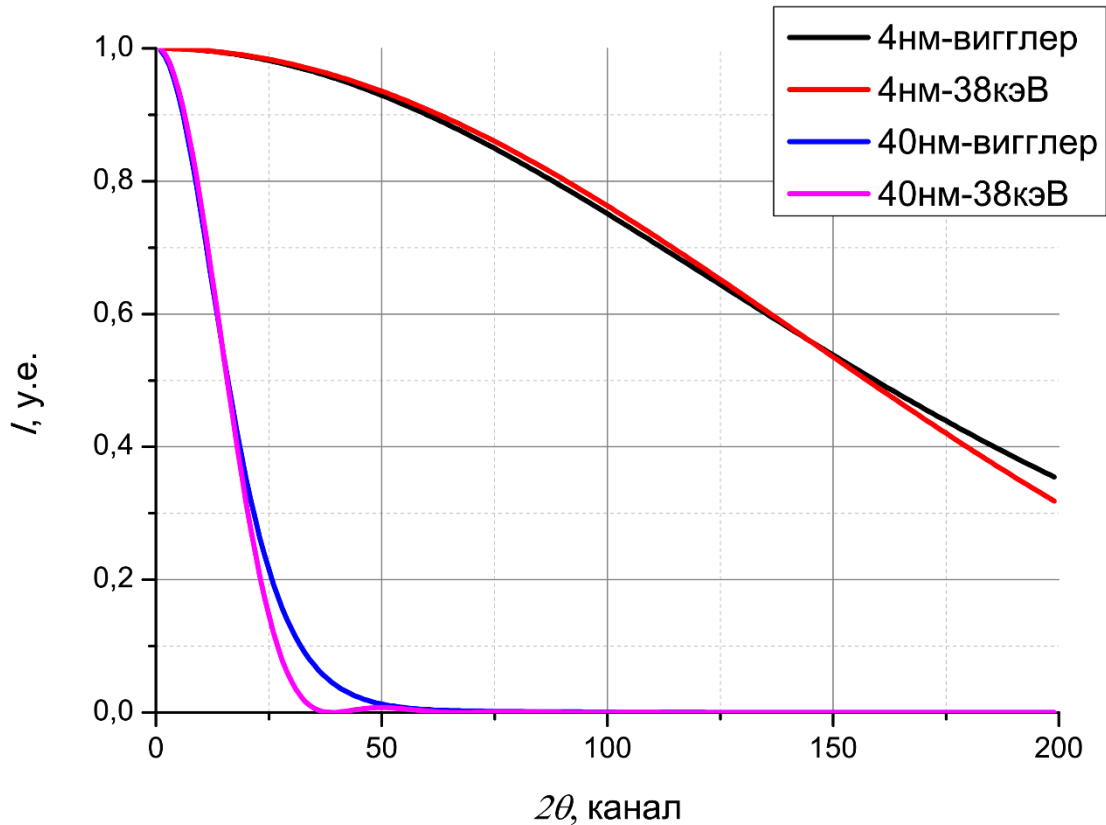


Рисунок 34 – МУРР с учетом реального спектра и для эффективной энергии.

Получив эффективную длину волны, можно ввести понятие вектора рассеяния  $q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(\theta)$  для реального спектра излучения и восстановить размеры частиц (рассеивающих неоднородностей) применяя формулу Гинье.

На рисунке 34 приведены вычисленные кривые МУРР от наночастиц диаметром 4 и 40 нм для реального спектра (черная и синяя линии) и кривые МУРР для эффективной энергии 38 кэВ (красная и фиолетовая линии). Видно, что на первых 70 % спада интенсивности МУРР и в обрабатываемом диапазоне углов (для искомым частиц) расчеты совпадают, что позволяет использовать формулу Гинье для реального спектра на станции.

### 3.2.3. Газодинамический расчет разлета продуктов взрыва

При прохождении пучка СИ через заряд ЭМ часть излучения будет поглощаться. При детонации ЭМ происходит разлет продуктов взрыва, соответственно изменяется просвечиваемая "масса" и, как следствие, происходит изменение реального спектра (эффективной энергии). Для определения динамики реального спектра излучения и эффективной энергии (нахождения зависимости поглощения образца  $\rho d$  от времени) необходимо учитывать разлет продуктов детонации. Для этого был выполнен газодинамический расчет разлета продуктов взрыва.

Расчет выполнялся с использованием пакета ANSYS Autodyn и уравнения состояния Джонса-Уилкинса-Ли (Jones-Wilkins-Lee, JWL). Расчет был произведен для состава "Б" начальной плотности  $1.717 \text{ г/см}^3$  в цилиндрической симметрии, с определением параметров течения в плоскости наблюдения (Рисунок 35). Результаты расчетов представлены на рисунке 36.

Проинтегрировав полученные распределения плотности по радиусу, получим зависимость поглощения образца  $\rho d$  от времени (Рисунок 37). Таким образом, для каждого кадра получим свой реальный спектр излучения и эффективную энергию (Рисунок 38) [121].

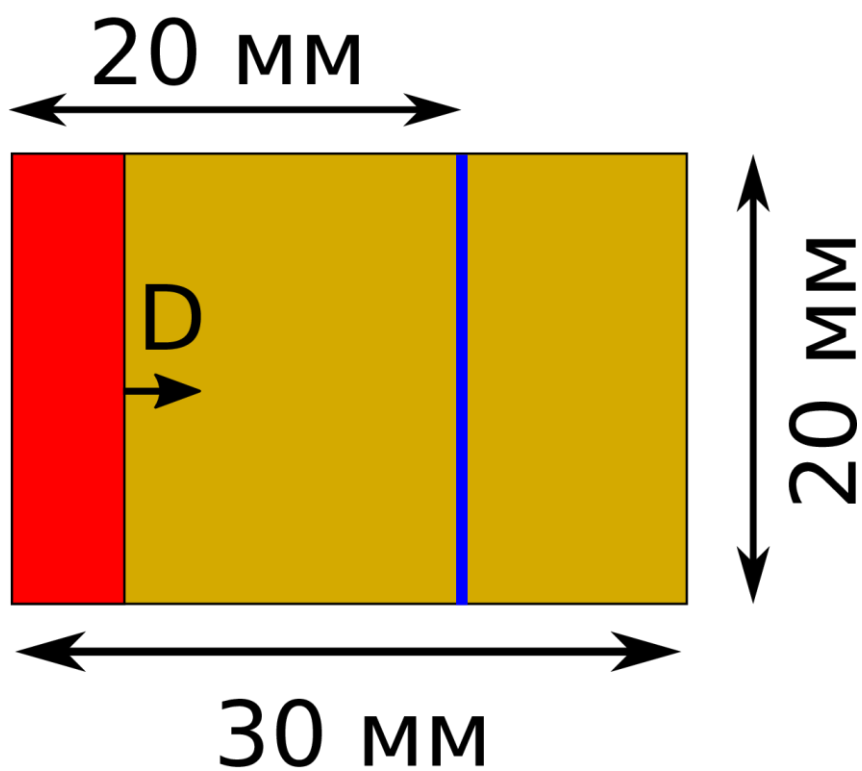


Рисунок 35 – Схема постановки расчетов. Синим показана плоскость наблюдения.

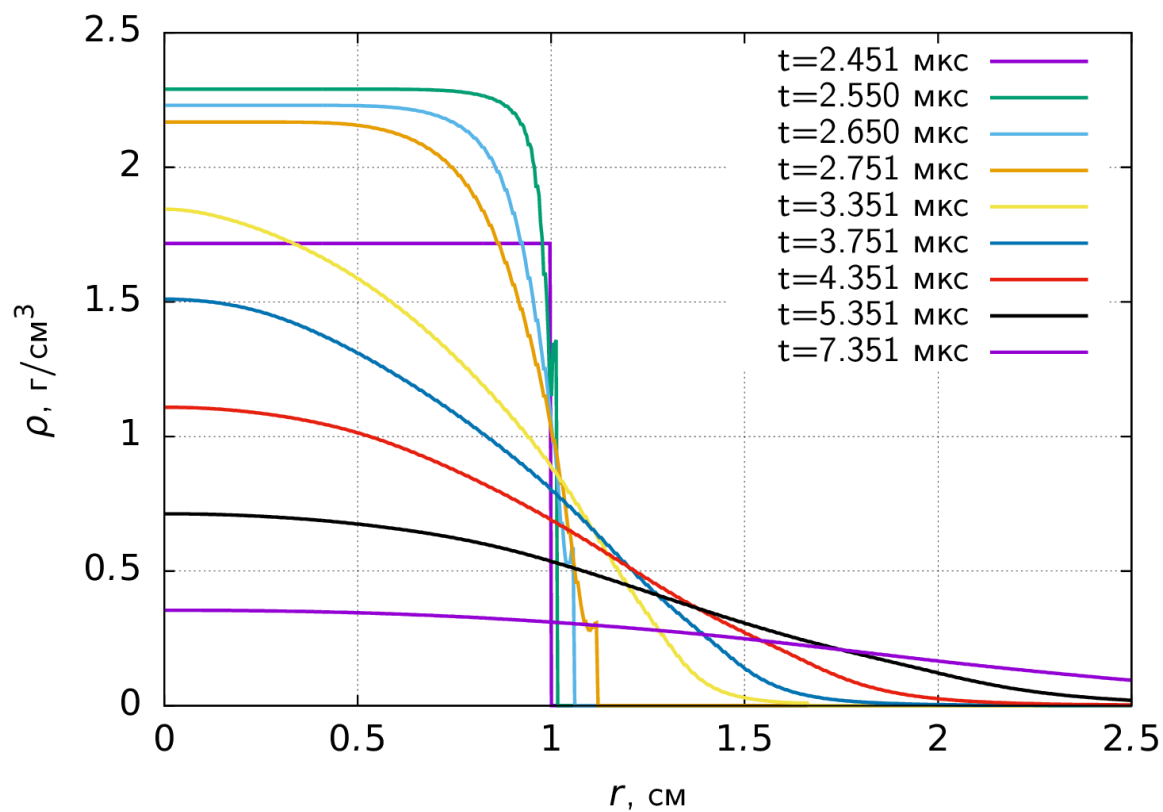


Рисунок 36 – Динамика распределения плотности при детонации состава "Б".

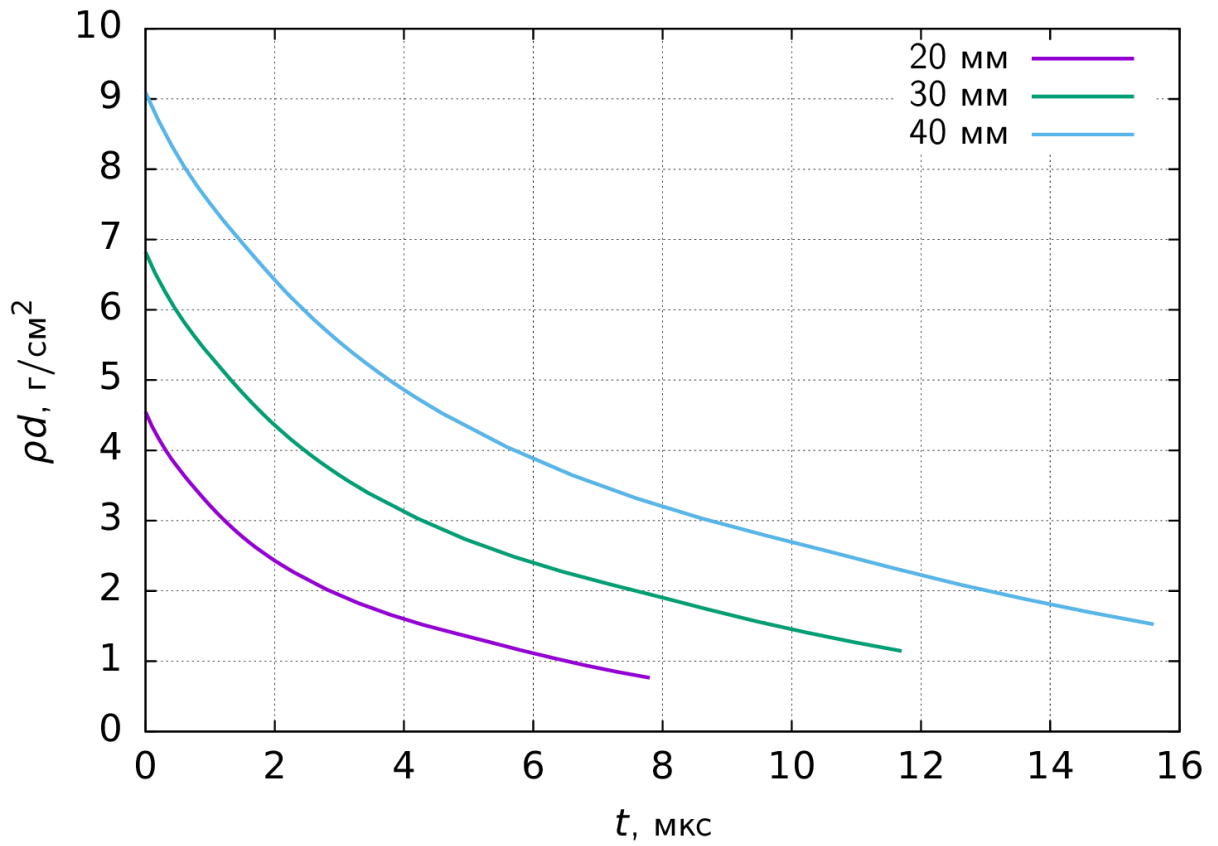


Рисунок 37 – Зависимость "массы на луче" образца от времени.

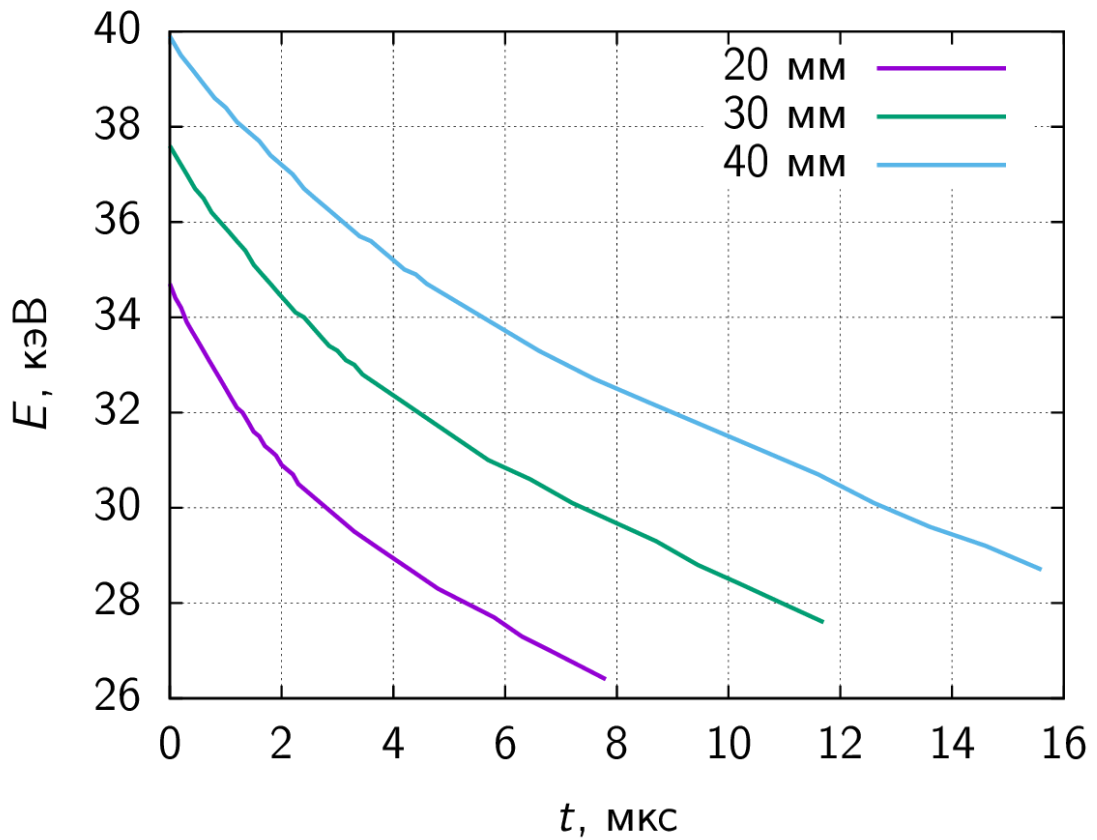


Рисунок 38 – Зависимость эффективной энергии от времени.

### 3.3. Обоснованность возможности использования "розового" спектра излучения

Для экспериментального подтверждения обоснованности замены реального спектра излучения эффективной энергией, а также использовании такого спектра в восстановлении информации по сигналу МУРР, были проведены статические измерения на специализированной станции по измерению МУРР – БиоМУР [122] Национального исследовательского центра "Курчатовский институт" уникальная научная установка "Курчатовский центр синхротронного излучения КИСИ". Эти экспериментальные данные в дальнейшем сравнивались с данными, полученными в статике на станции Экстремальное состояние вещества в условиях приближенных к реальному эксперименту (Рисунки 39 и 40).

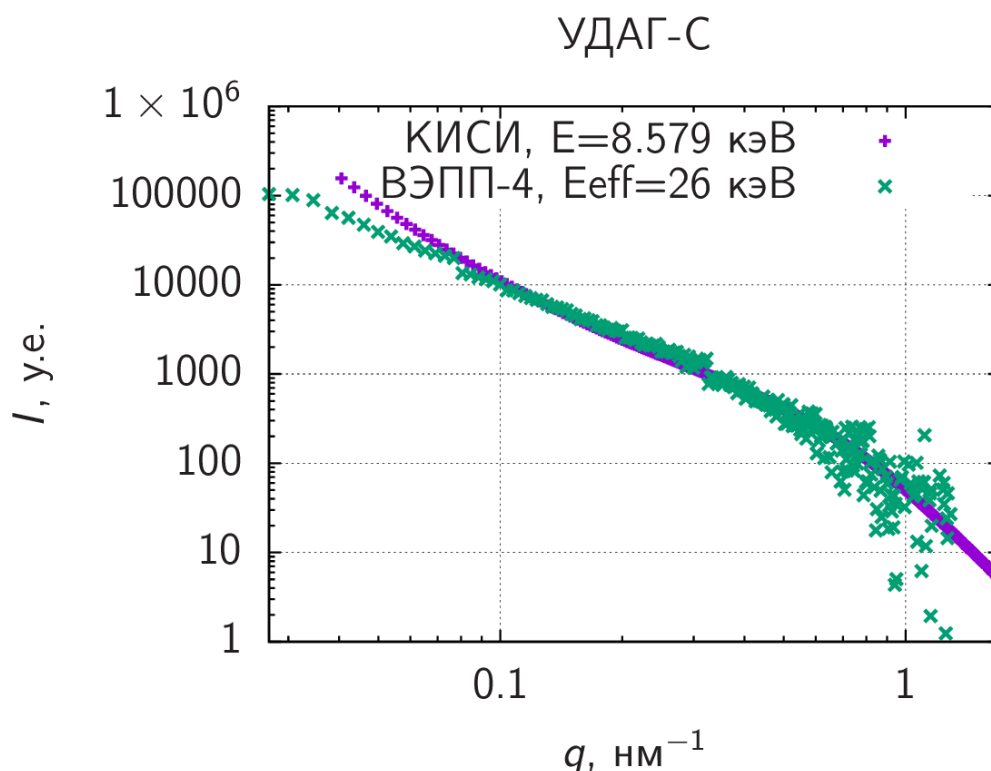


Рисунок 39 – Сравнение сигналов МУРР от сохраненных продуктов взрыва (УДАГ-С), полученных на КИСИ и ВЭПП-4.

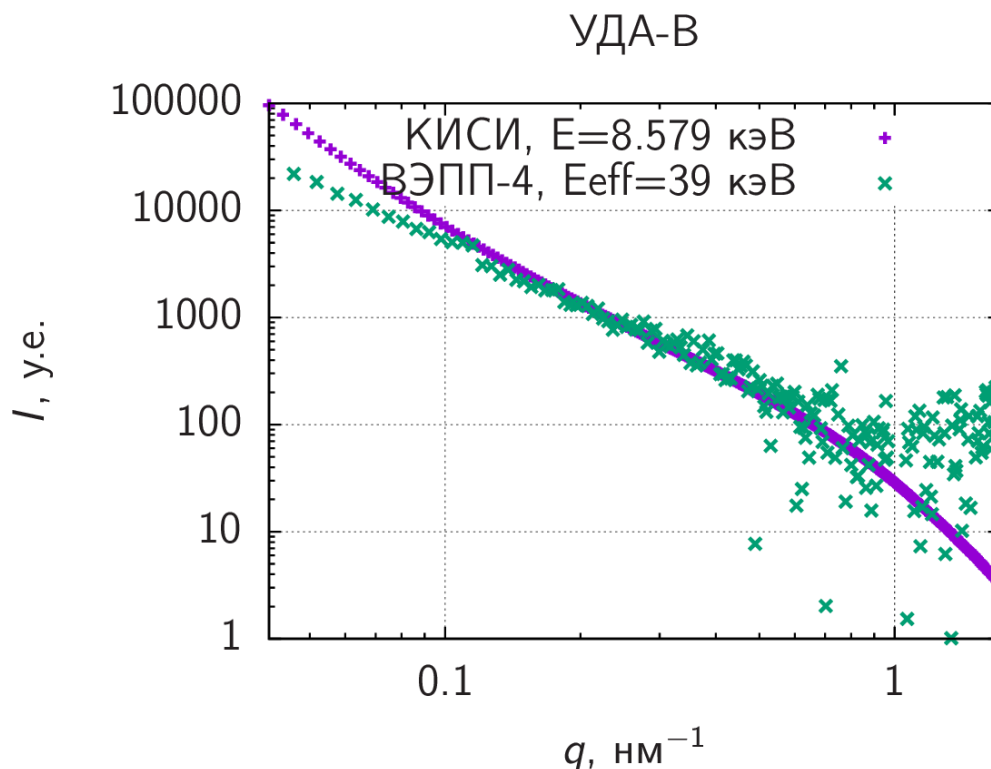


Рисунок 40 – Сравнение сигналов МУРР от сохраненных продуктов взрыва (УДА-В), полученных на КИСИ и ВЭПП-4.

Для этого исследовались два образца сохраненных продуктов взрыва – УДАГ-С (неочищенные продукты взрыва, содержащие как НА, так и графит) и УДА-В (водная суспензия очищенного детонационного НА) произведенные в Федеральном научно-производственном центре «Алтай» (г. Бийск).

На станции БиоМУР образцы для измерений загружались в стеклянные капилляры, расстояние от образца до детектора составляла 2500 мм, а длина волны  $\lambda = 1.445 \text{ \AA}$ , что позволило получить надежные данные МУРР в диапазоне  $q$  от 0.04 до 2  $\text{нм}^{-1}$  для обоих образцов (Рисунки 39, 40). Время интегрирования составляло около 2 мин, при этом сигнал регистрировался с помощью двумерного гибридно-пиксельного детектора PILATUS 1M (Dectris, Швейцария). Далее диаграмма двумерного МУРР усреднялась по азимутальным направлениям с помощью программы FIT2D [123]. Для вычитания фонового вклада от пустого капилляра применялась программа ПРИМУС [124].

На станции «Экстремальное состояние вещества» исследуемые образцы помещались в полипропиленовые баночки диаметром 40 мм. При расчете

«реального» спектра учитывалось поглощение рентгеновских лучей по описанной выше методике, а для обработки экспериментальных данных использовалось собственное программное обеспечение.

Таким образом, сравнив сигнал МУРР двух образцов НА детонационного синтеза, измеренные на Станции Экстремальное состояние вещества с полихроматическим пучком и на классической станции БиоМУР с традиционным монохроматическим излучением, показана их эквивалентность. Это оправдывает применимость "розового" спектра излучения на станции «Экстремальное состояние вещества» ускорительного комплекса ВЭПП-4 для анализа данных малоуглового рентгеновского рассеяния. Восстановленный средний размер рассеивающих неоднородностей по методу Гинье для обоих распределений дал одинаковый результат, т.е. эти эксперименты продемонстрировали возможность определения размеров рассеивающих неоднородностей в динамических экспериментах с экспозицией в один сгусток электронов на полихроматическом пучке СИ [125].

### 3.4. Интегральный сигнал МУРР

Самым простым способом анализа экспериментальных данных угловых распределений МУРР является определение наличия самого факта рассеяния в область малых углов (есть рассеяние или нет). Для этого считается интеграл от полученного экспериментального сигнала в интересующей нас области. Данная методика не требует никаких допущений, предположений и дополнительной информации при обработке экспериментального сигнала. В отличие от всех остальных методик, о которых пойдет речь далее, данная методика чувствительна к количеству конденсированного углерода (при условии одинаковой постановки экспериментов – падающей интенсивности и т.д.).

Интегральный сигнал МУРР при детонации смеси тротила с гексогеном представлен на рисунке 41. Для всех трех зарядов наблюдается наличие рассеянного излучения. Чтобы анализировать интенсивность рассеянного излучения необходимо проводить эксперименты с одинаковым (или близким) током



в накопителе (падающей интенсивности), а также иметь калибровочные образцы – для того, чтобы можно было сопоставить амплитуду сигнала с количеством рассеивающих частиц. Однако это не является предметом настоящей работы и будет решено в последующих экспериментах.

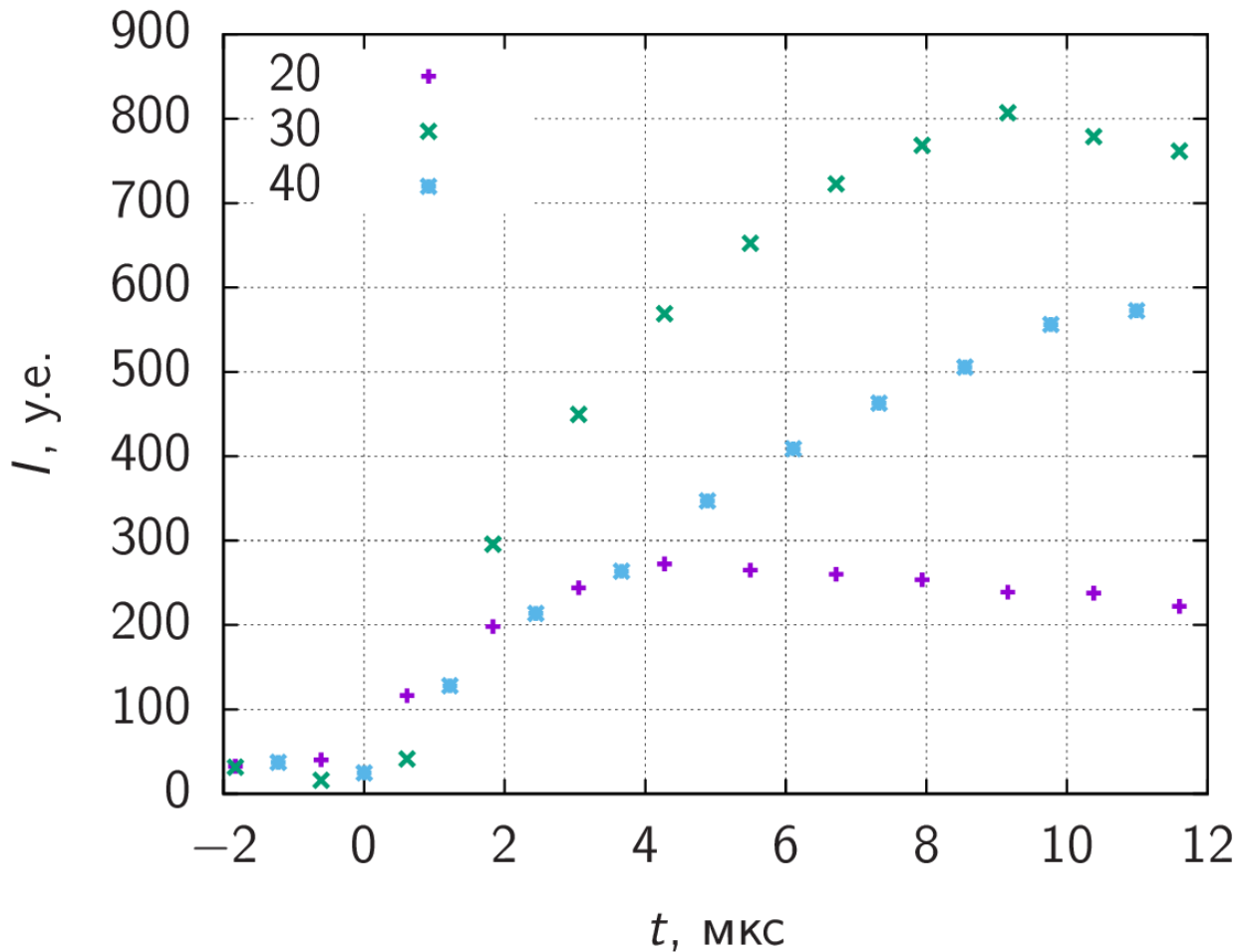


Рисунок 41 – Интегральный сигнал МУРР при детонации смеси тротила с гексогеном.

### 3.5. Восстановление среднего размера рассеивающих неоднородностей методом Гинье

В данном методе обработки экспериментального сигнала [87], размер рассеивающих неоднородностей восстанавливался в приближении Гинье для сферической формы частиц

$$I = I_0 \exp\left(-\frac{(qR)^2}{5}\right),$$

по наклону сигнала МУРР в координатах  $\ln(I)$  от  $q^2$ .

Сначала производилась подготовка файла для его последующей обработки программой в приближении Гинье.

При обработке в программу задаются значения  $i_0$  – положение центра прямого пучка (номер канала);  $i_l$ ,  $i_r$  – номера каналов, между которыми строится прямая и определяется ее наклон.

Эффективная энергия вычисляется отдельно для каждого кадра с учетом рассчитанного разлета продуктов взрыва по имеющимся спектрам вигглера, детектора и массового коэффициента поглощения материала.

В заданном диапазоне методом наименьших квадратов определяется наклон прямой  $Y = kX + b$  и ее ошибка  $\sigma_k$ :

$$k = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2},$$

$$b = \frac{\sum y_i - k \sum x_i}{n},$$

$$\sigma_k = \frac{\sum (y_i - (kx_i + b))^2}{n^2 \left( \frac{\sum x_i^2}{n} - \left( \frac{\sum x_i}{n} \right)^2 \right)},$$

где  $x_i$ ,  $y_i$  – координаты точки в аппроксимируемой области (по  $x$  –  $q^2$ , по  $y$  –  $\ln(I)$ ),  $n$  – количество точек в этой области.

Из полученных значений угла наклона и его ошибки восстанавливается средний размер рассеивающих частиц (неоднородностей)  $D$  и его ошибка  $\sigma_D$ :

$$D = 2\sqrt{5|k|},$$

$$\sigma_D = \frac{\partial D}{\partial k} \sigma_k = \sqrt{\frac{5}{|k|}} \sigma_k.$$

Средний размер рассеивающих неоднородностей на статических объектах (НА, Рисунок 42 и аэрогеле, Рисунок 43) при различном выборе области рассеяния, по которой аппроксимируется сигнал (Таблица 1).

Поскольку исследуемый объект имеет сложную структуру и не монодисперсное распределение по размерам, сигнал МУРР в координатах  $\ln(I)$  от  $q^2$  будет отличаться от прямой линии (Рисунок 42). Соответственно встает вопрос в каком диапазоне измерять наклон линии. Нами был выбран диапазон  $2\theta=0.9-4.1$  мрад (Рисунок 42-4), который позволяет извлекать информацию о некотором среднем размере рассеивающих неоднородностей.

Динамика среднего размера рассеивающих неоднородностей при детонации смеси тротила с гексогеном представлена на рисунке 45.

Таблица 1. Выбор диапазона аппроксимации.

	$2\theta = 0.9-2.6$ мрад	$2\theta = 2.6-5.5$ мрад	$2\theta = 0.9-4.1$ мрад
НА (Рисунок 42)	$D = 13$ нм	$D = 6.2$ нм	$D = 9.5$ нм
Аэрогель (Рисунок 43)	$D = 9.9$ нм	$D = 6.6$ нм	$D = 8.1$ нм

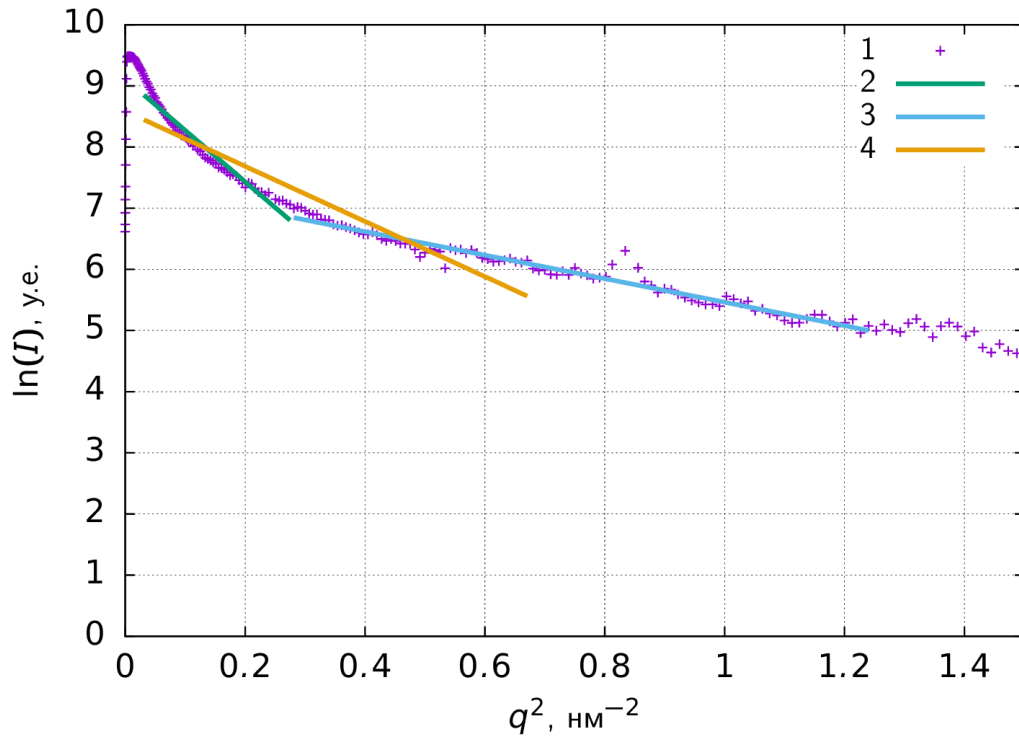


Рисунок 42 – Выбор диапазона аппроксимации. 1 – экспериментальные данные рассеяния на НА; 2 – аппроксимация в малых углах; 3 – аппроксимация в больших углах; 4 – используемый диапазон аппроксимации.

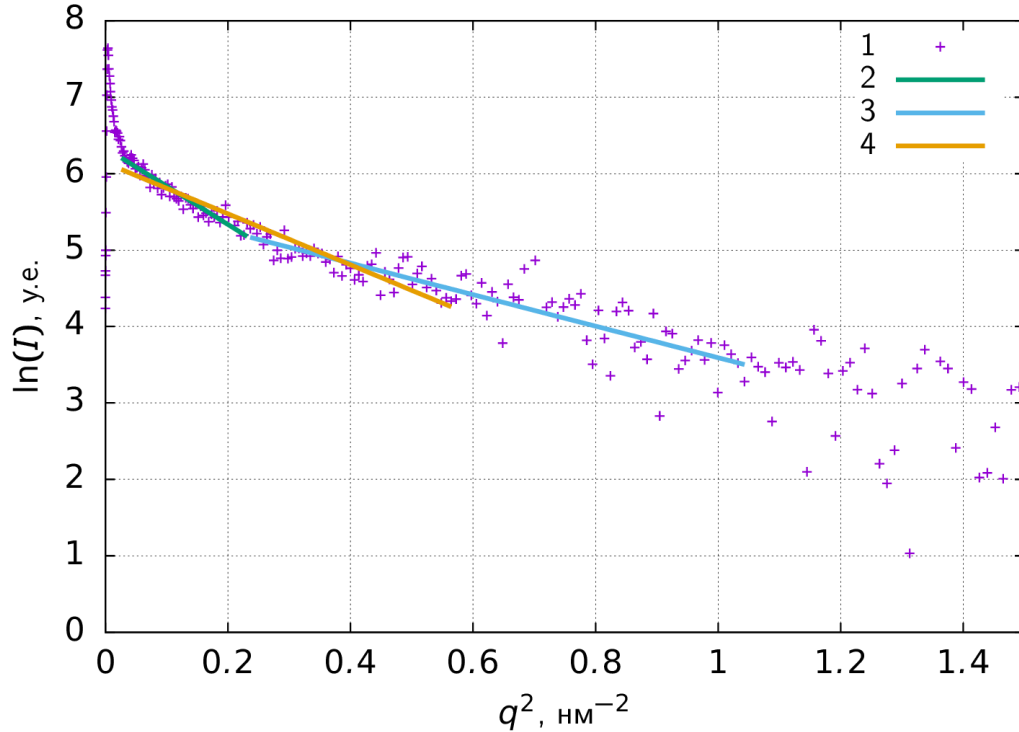


Рисунок 43 – Выбор диапазона аппроксимации. 1 – экспериментальные данные рассеяния на аэрогеле; 2 – аппроксимация в малых углах; 3 – аппроксимация в больших углах; 4 – используемый диапазон аппроксимации.

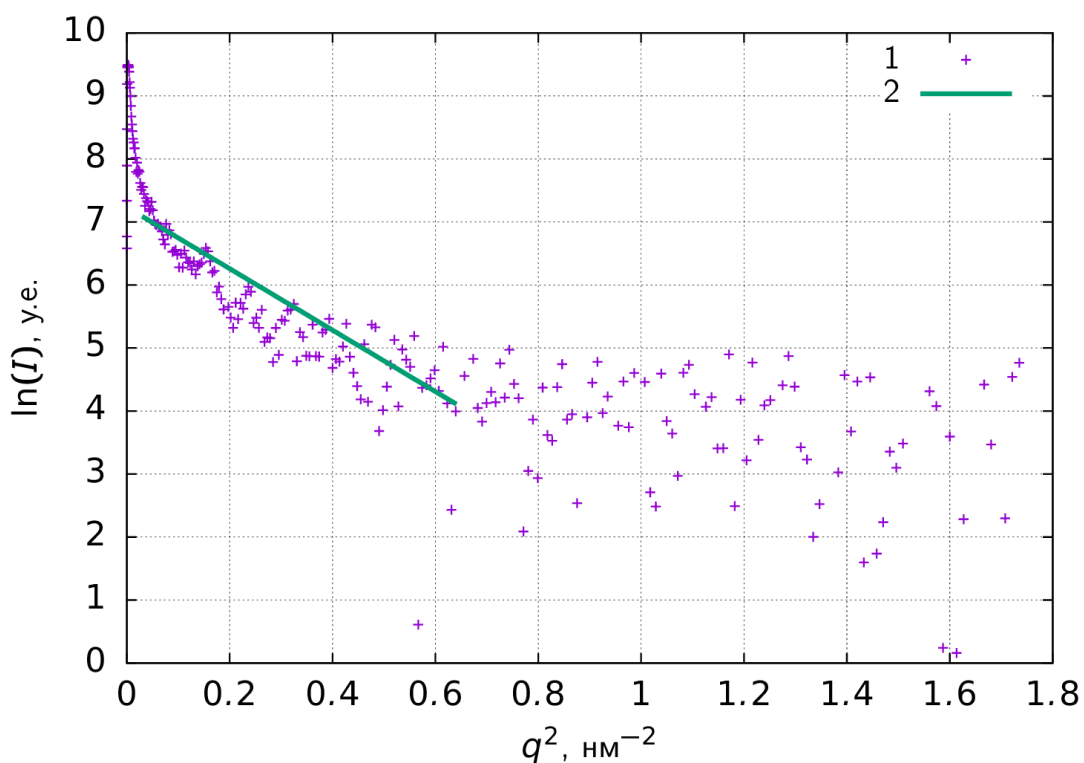


Рисунок 44 – Зависимость  $\ln(I)$  от  $q^2$  при детонации ТГ (20 кадр): 1 –  $\ln(I)$ , 2 – линейное приближение,  $k=-4.88$ .

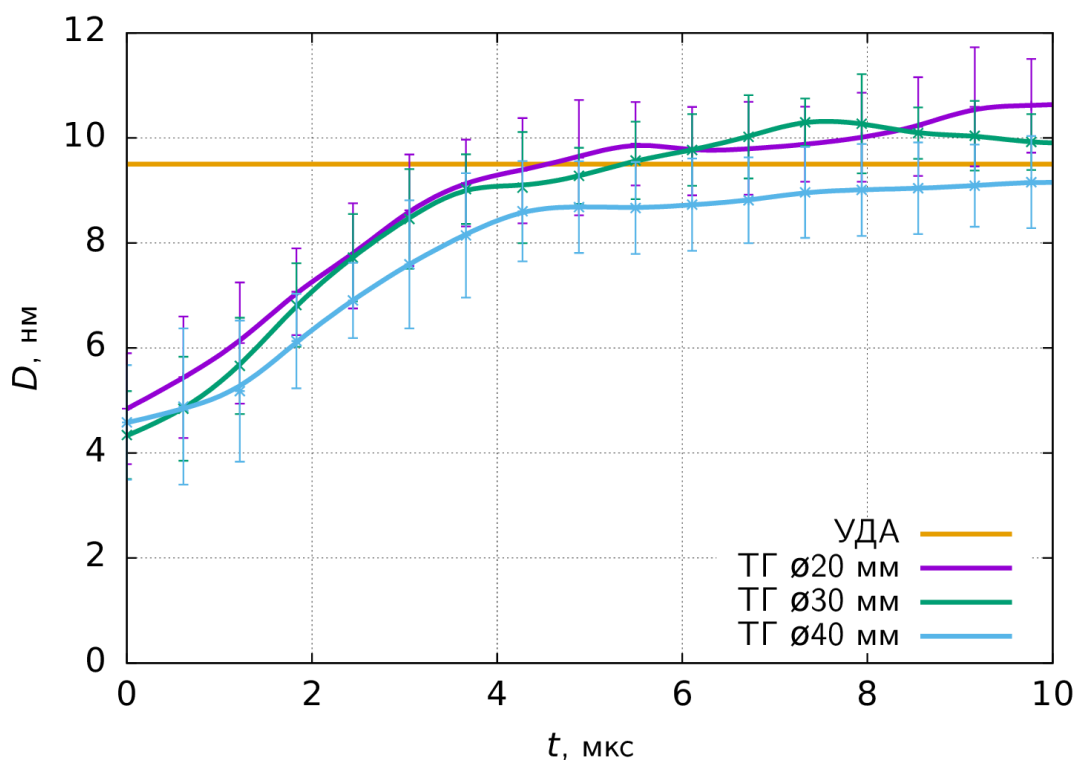


Рисунок 45 – Динамика размеров рассеивающих неоднородностей конденсированного углерода при детонации зарядов ТГ диаметром 20, 30 и 40 мм полученная методом Гинье в диапазоне углов рассеяния  $2\theta=0.9-4.1$  мрад.

### 3.6. Восстановление распределения частиц по размерам

При восстановлении размеров частиц методом Гинье можно получить только средний размер рассеивающих частиц. Для получения более полной картины о рассеивающем объекте, например распределения частиц по размерам, необходимо решать обратную задачу. Для этого был разработан метод SMD (SAXS multi diameter), который заключается в аппроксимации экспериментальной интенсивности рассеяния суперпозицией расчетных, учитывающих реальный спектр излучения [121].

Интенсивность сигнала МУРР однородной сферической частицы определяется формулой [118, 119]:

$$I(q, R) = \left(\frac{4}{3}\pi R^3\right)^2 \left[3 \frac{\sin(qR) - (qR)\cos(qR)}{(qR)^3}\right]^2.$$

Выражая здесь  $q$  через угол рассеяния  $2\theta$  и интегрируя по спектру (Рисунок 32), получим зависимость интенсивности рассеяния от угла  $I(2\theta, R)$ .

Расчетный сигнал МУРР  $I_{calc}(2\theta)$  получается, как суперпозиция полученных зависимостей  $I(2\theta, R)$ :

$$I_{calc}(2\theta) = \sum_i N_i I(2\theta, R_i),$$

где  $N_i$  количество частиц соответствующего размера в рассеивающем объеме. Для построения  $I_{calc}$ , использовался фиксированный набор из набора одиночных частиц с диаметром от 1 до 200 нм. В мелких частицах (до 15 нм) использовался мелкий шаг (1 нм), далее использовался более крупный шаг по размеру частиц.

Значение  $N_i$  определялось численно из условия наилучшего соответствия экспериментального и расчетного сигнала МУРР. Для этого определялся минимум функционала [126]

$$\sum_j (I_{exp}(2\theta_j) - I_{calc}(2\theta_j))^2$$

где  $I_{exp}(2\theta_j)$  экспериментальная интенсивность рассеяния МУРР, измеренная в  $j$ -м канале детектора.

Восстановленное распределение по размерам по МУРР на НА (Рисунок 18 – 3) представлено на рисунке 46. Средний размер рассеивающих центров ( $\langle D \rangle = 12.6$  нм) в этом методе определялся как арифметическое среднее диаметров с весом  $D^3$ :

$$\langle D \rangle = \frac{\sum N_i D_i^3 D_i}{\sum N_i D_i^3}$$

Динамика среднего размера рассеивающих неоднородностей при детонации смеси тротила с гексогеном представлена на рисунке 47.

Несмотря на то, что эта методика использует меньшее количество допущений, она далеко не идеальна и требует доработки. Основным недостатком методики является то, что такую сложную структуру конденсированного углерода пытаются описать только набором одиночных частиц. Таким образом, необходимо совершенствование данного метода путем его тестирования и внедрением моделей конденсации и структуры конденсированного углерода в методику обработки данных.

Полученное распределение по размерам для НА удовлетворительно согласуется с данными других авторов [7], а средний размер полученных частиц со средним размером рассеивающих неоднородностей, полученных методом Гинье [121]. При этом нужно учитывать, что на размер конечного продукта влияет множество факторов, например, такие, как условия синтеза (размер заряда ЭМ,

окружающая среда и т.п.), а также условия очистки [21-23]. Кроме этого, следует отметить, что размеры нанодiamondов, получаемые разными авторами – разные [7, 127].

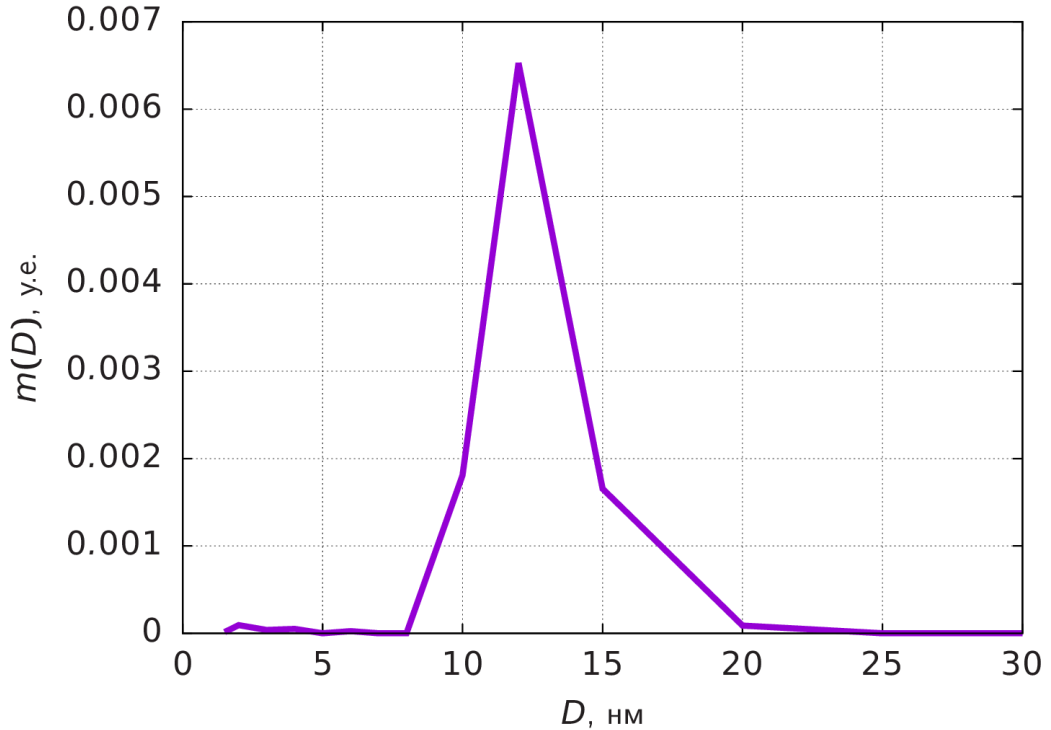


Рисунок 46. Распределение по размерам для НА ( $\langle D \rangle = 12.6$  нм).

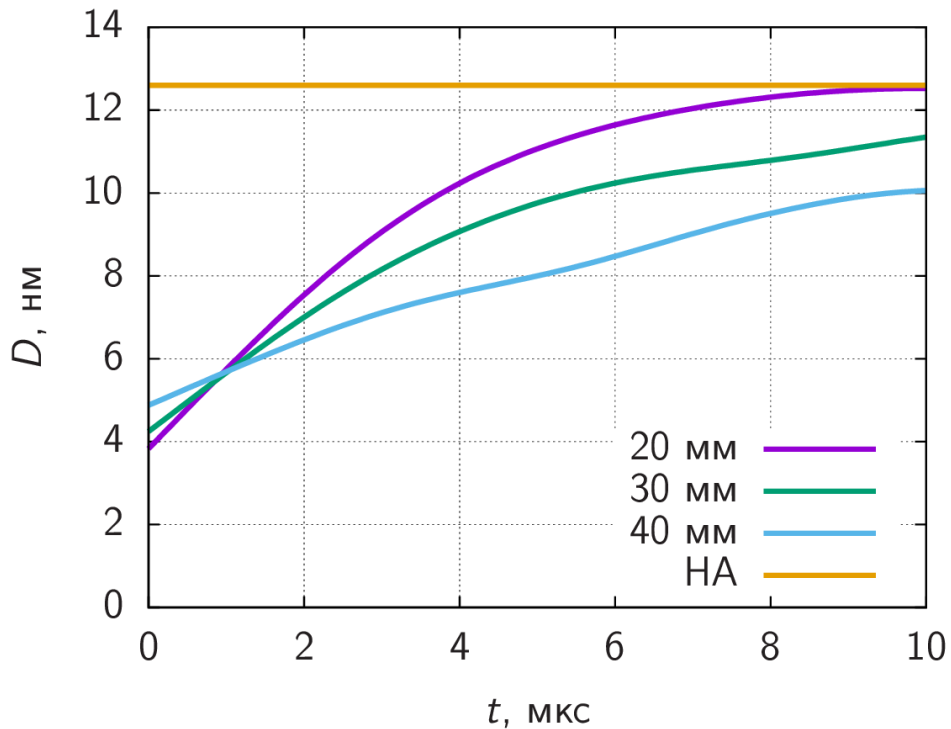


Рисунок 47. Динамика размеров рассеивающих неоднородностей конденсированного углерода при детонации зарядов ТГ диаметром 20, 30 и 40 мм полученная методом SMD.



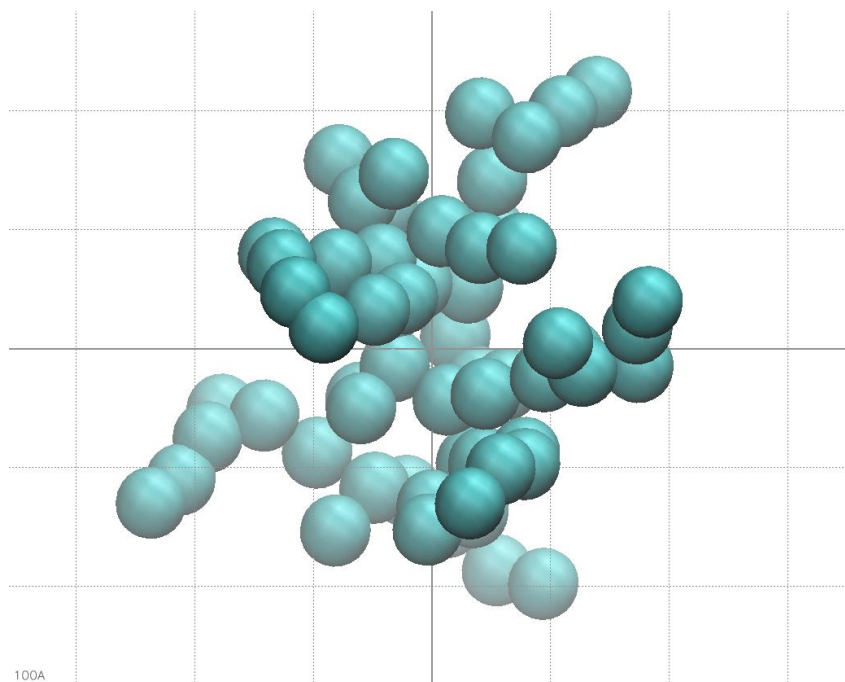
### 3.7. Восстановления динамики двухуровневой структуры конденсированного углерода (частицы и кластеры)

Предыдущие методы обработки не учитывали сложную структуру конденсированного углерода и ее двухуровневость (есть частицы, есть конгломераты из этих частиц) (см. Рисунки 1-3). Для построения более адекватной модели рассеивающих центров был разработан метод обработки экспериментальных данных, который учитывает два уровня – частицы и структуры этих частиц [128]. При этом, измеренное в эксперименте распределение излучения по углам аппроксимировалось расчетным.

Для обработки экспериментальных данных, заранее была сгенерирована база данных, состоящая из 7300 кластеров. При генерации кластеров варьировался средний размер частиц ( $d$ ) и их количество в кластере ( $N$ ). Для одного и того же количества частиц с одинаковым средним размером (с нормальным распределением,  $\sigma=0.4 \cdot d$ ) было сгенерировано 10 различных кластеров, для получения средней характеристики, поскольку каждый кластер уникальный и имеет свои геометрические размеры (радиус гирации  $R_g$  и максимальный размер (радиус)  $R_{max}$ ).

Каждый кластер характеризовался двумя параметрами (средний размер частиц и удвоенный радиус гирации (количество частиц в кластере)). Трехмерные кластеры генерировались численно из сферических частиц по модели диффузионно-ограниченной коагуляции [129]. На рисунке 48 представлены 2 разных сгенерированных кластера с размером частиц 5 нм, состоящий из 64 (Рисунок 48 – а) и 128 (Рисунок 48 – б) частиц.

a)



б)

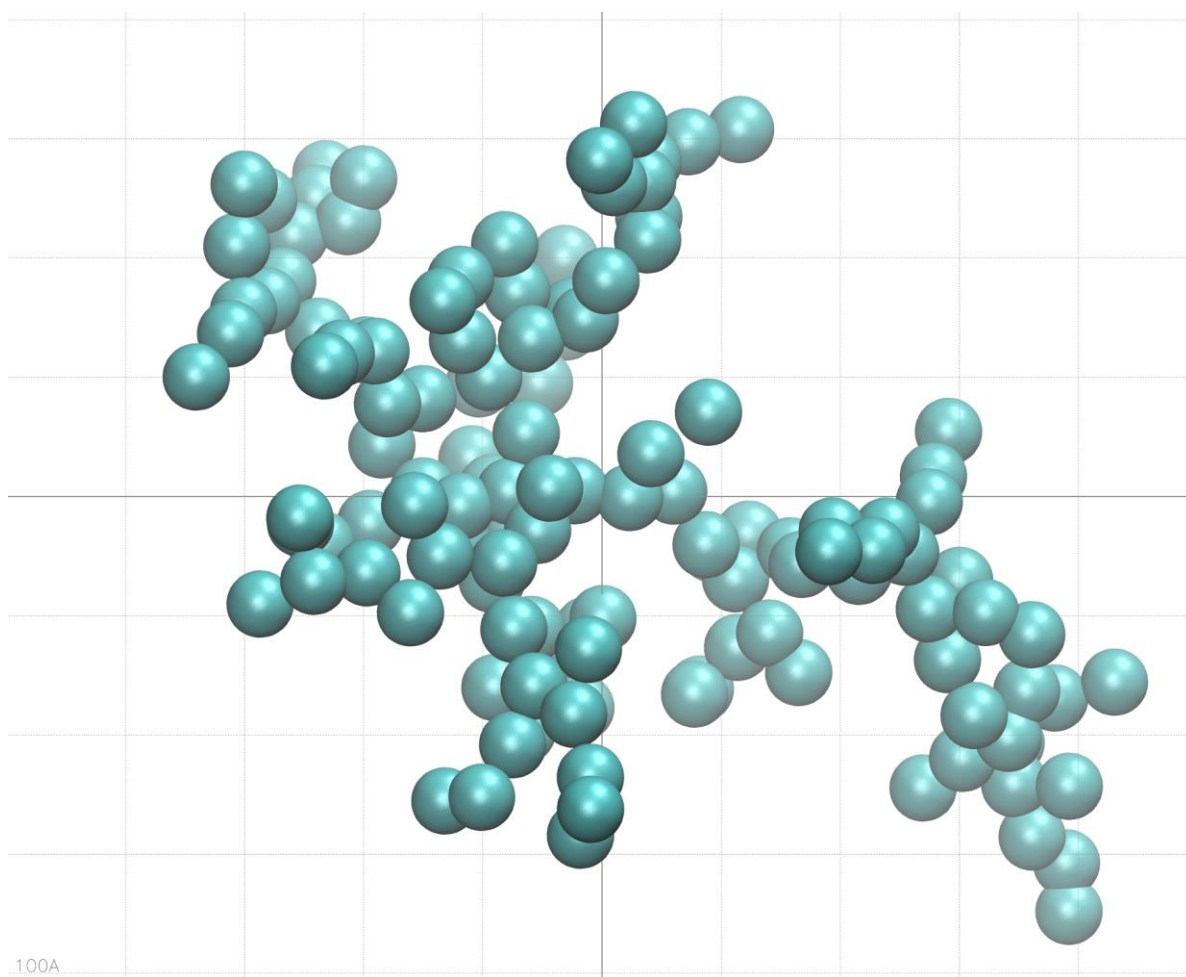


Рисунок 48 – Структура кластера, состоящего из 64 сферических частиц со средним размером 5 нм. Параметры кластера  $N=64$ ,  $\langle d \rangle = 5$  нм,  $D=2\langle R_g \rangle = 17$  нм,  $\langle R_{\max} \rangle = 27$  нм (а) и  $N=128$ ,  $\langle d \rangle = 5$  нм,  $D=2\langle R_g \rangle = 26$  нм,  $\langle R_{\max} \rangle = 54$  нм (б).

Опишем алгоритм вычисления интенсивности рассеянного излучения от кластера. В каждом кластере содержится набор сферических частиц с радиусом  $R_i$  и координатами  $x_i$ ,  $y_i$  и  $z_i$ . Для падающего излучения с длиной волны  $\lambda$  (энергия фотонов  $E = h \frac{c}{\lambda}$ ) введем волновое число  $k = 2\pi/\lambda$ , вектор рассеяния  $q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(\theta)$  и формфактор рассеяния излучения на одиночной сферической частице [118, 119]

$$f(R, \lambda, 2\theta) = 3 \Delta\rho \left( \frac{4}{3} \pi R^3 \right) \left( \frac{\sin(qR) - (qR) \cos(qR)}{(qR)^3} \right),$$

где  $R$  – радиус частицы,  $\Delta\rho$  – отличие ее плотности от средней,  $2\theta$  – угол рассеяния. Для определенности будем считать  $2\theta$  лежащим в плоскости  $xz$  (Рисунок 49).

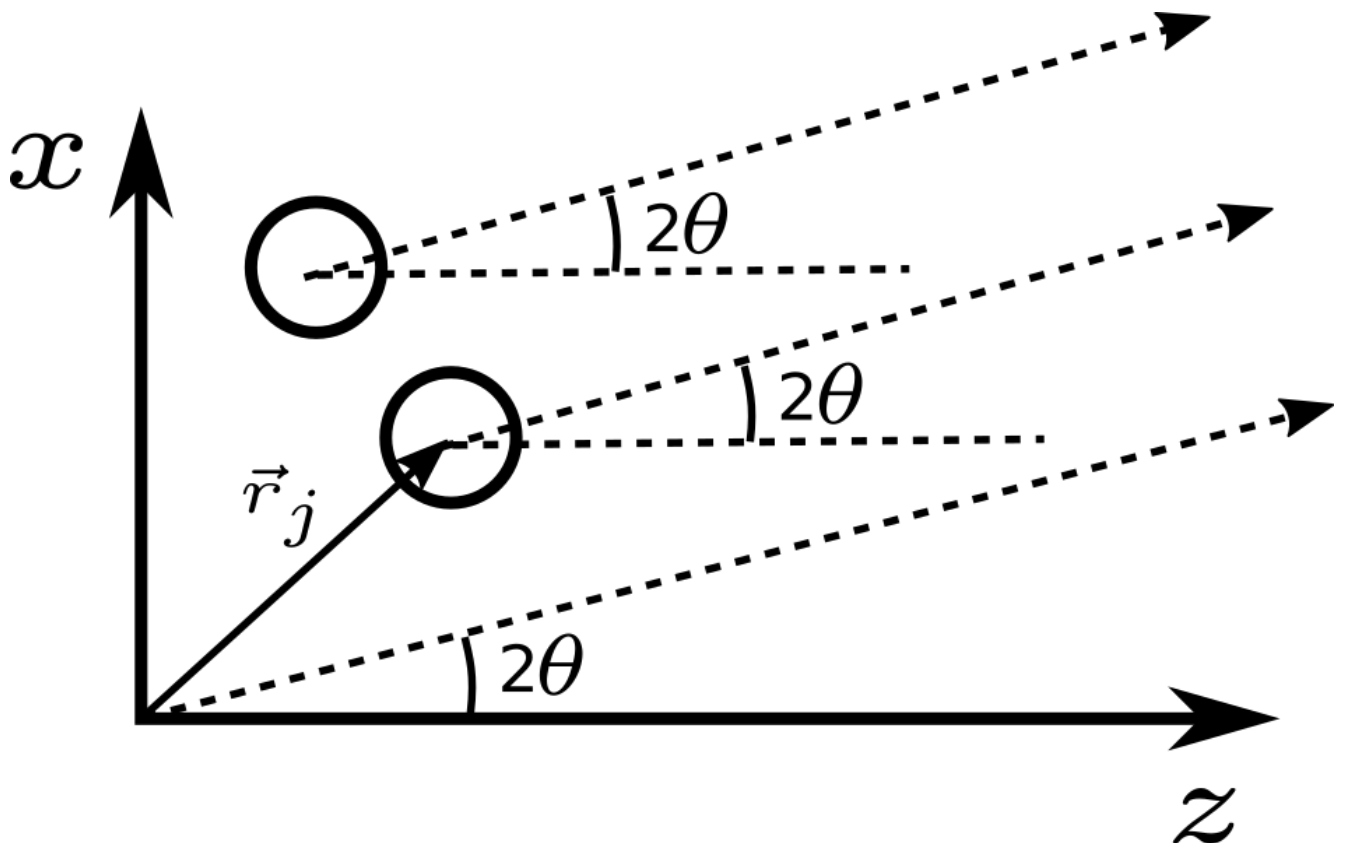


Рисунок 49 – Схема вычисления рассеянного сигнала на кластере.

Амплитуду рассеяния в направлении угла  $2\theta$  от всего кластера, вычислим как сумму вкладов от каждой  $j$ -й частицы, при этом считаем

$$E(2\theta) = \sum_j e^{ikz_j} e^{-i\vec{k}, \vec{r}_j} f(R_j, \lambda, 2\theta) = \sum_j e^{ikz_j - k \cos 2\theta z_j - k \sin 2\theta x_j} e^{i\vec{k}, \vec{r}_j} f(R_j, \lambda, 2\theta),$$

где  $x_j$  и  $z_j$  соответствующие координаты  $j$ -й частицы.

Для усреднения вкладов рассеяния по всем ориентациям кластера относительно направления падающего излучения, вычислялась сумма интенсивностей от одного кластера, последовательно повернутого вокруг осей  $x$ ,  $y$  и  $z$  на случайные углы  $\varphi_x$ ,  $\varphi_y$  и  $\varphi_z$  в диапазоне от 0 до  $2\pi$ . При этом использовался следующий алгоритм преобразования координат:

поворот вокруг оси  $x$  на угол  $\varphi_x$ :

$$\begin{aligned} x_1 &= x, & y_1 &= y \cos \varphi_x - z \sin \varphi_x, & z_1 &= y \sin \varphi_x - z \cos \varphi_x, \\ x &= x_1, & y &= y_1, & z &= z_1, \end{aligned}$$

поворот вокруг оси  $y$  на угол  $\varphi_y$ :

$$\begin{aligned} x_1 &= x \cos \varphi_y + z \sin \varphi_y, & y_1 &= y, & z_1 &= -x \sin \varphi_y + z \cos \varphi_y, \\ x &= x_1, & y &= y_1, & z &= z_1, \end{aligned}$$

поворот вокруг оси  $z$  на угол  $\varphi_z$ :

$$\begin{aligned} x_1 &= x \cos \varphi_z - y \sin \varphi_z, & y_1 &= x \sin \varphi_z + y \cos \varphi_z, & z_1 &= z, \\ x &= x_1, & y &= y_1, & z &= z_1. \end{aligned}$$

Интенсивность рассеяния от одного кластера вычислялась как сумма вкладов от каждой ориентации кластера

$$I(2\theta) = \sum_{(\varphi_x, \varphi_y, \varphi_z)_k} E(2\theta),$$

где суммирование ведется по многим ориентациям кластера. А итоговая расчетная интенсивность рассеяния вычислялась как суперпозиция таких рассеяний от кластеров с заданным  $d$  и  $N$

$$I_{calc}(2\theta_j, d, N) = \sum I(2\theta_j, d, N)$$

Далее проводилось сравнение расчетного сигнала с экспериментальным (решалась обратная задача). Для этого аналогично предыдущему методу искался минимум функционала [126]

$$\sum_j \left( I_{exp}(2\theta_j) - I_{calc}(2\theta_j, d, N) \right)^2$$

в процессе минимизации которого находились значения  $d$  и  $N$  для каждого кадра.

На рисунках 49 и 50 приведено сравнение экспериментального и модельного угловых распределений рассеянного рентгеновского излучения. На рисунках 51, 52 и 53 представлена динамика размеров образующихся частиц и кластеров при детонации смеси тротила с гексогеном.

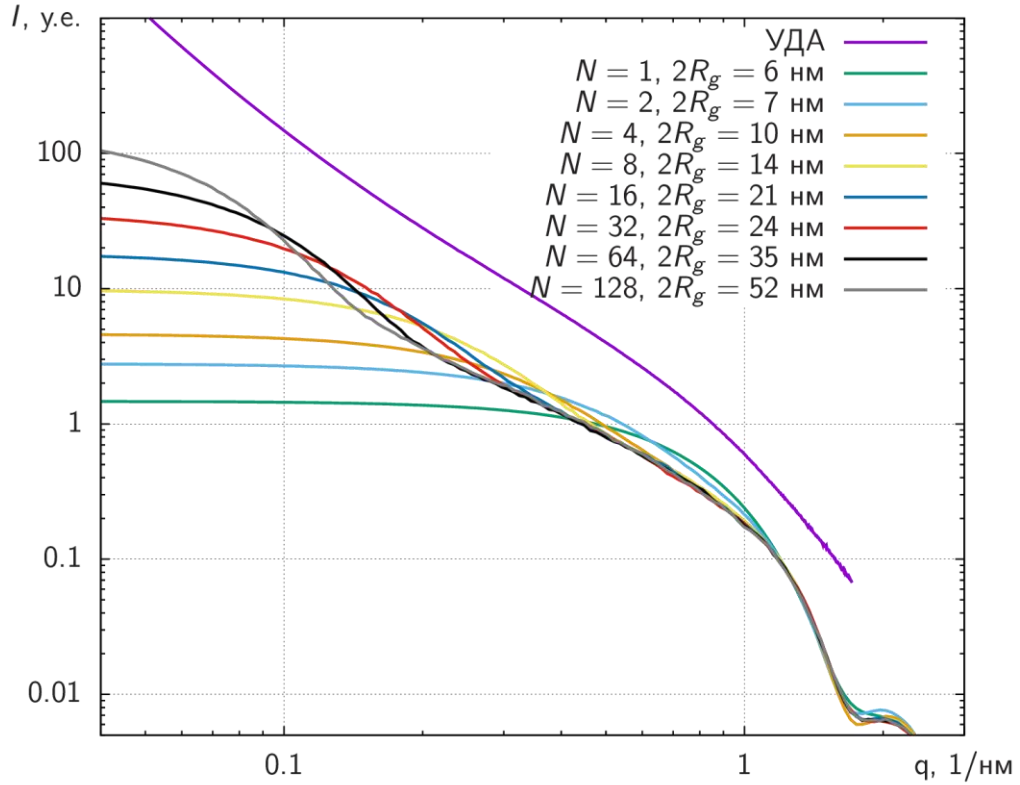


Рисунок 49 – Угловое распределение интенсивности рассеянного излучения от кластера, сформированного из различного количества сферических частиц со средним диаметром 5 нм. Приведено сравнение с статическим сигналом МУРР от НА, приведенным в работе [125].

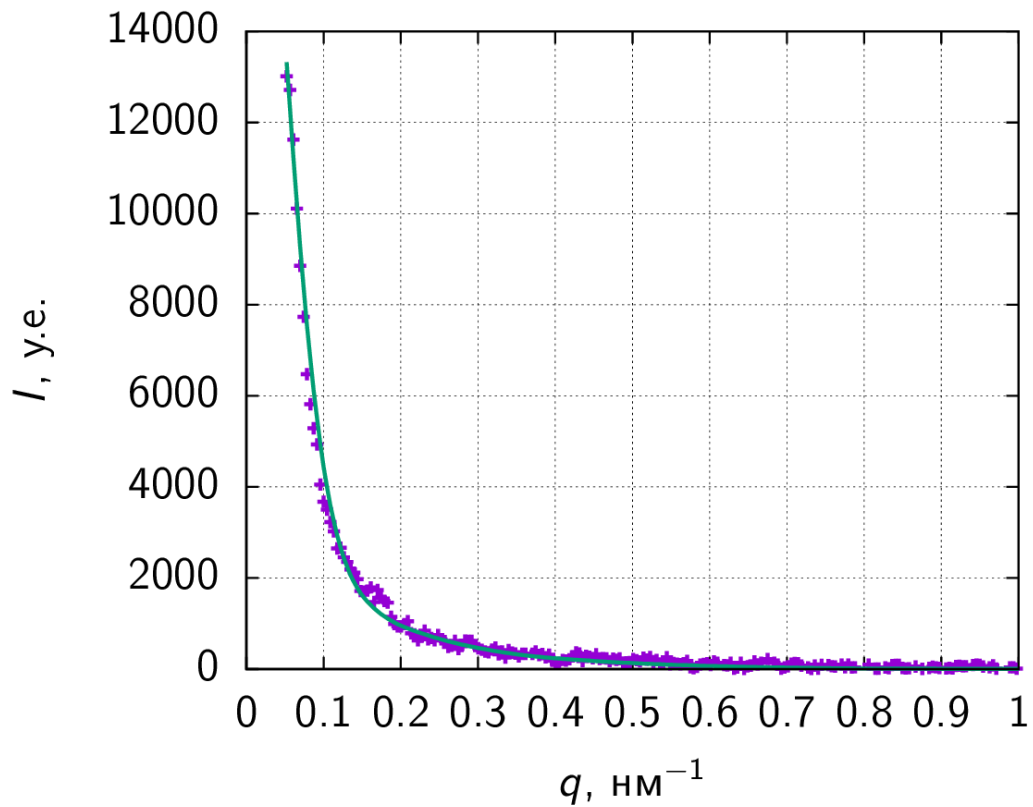


Рисунок 50 – Аппроксимация экспериментального сигнала расчетным.

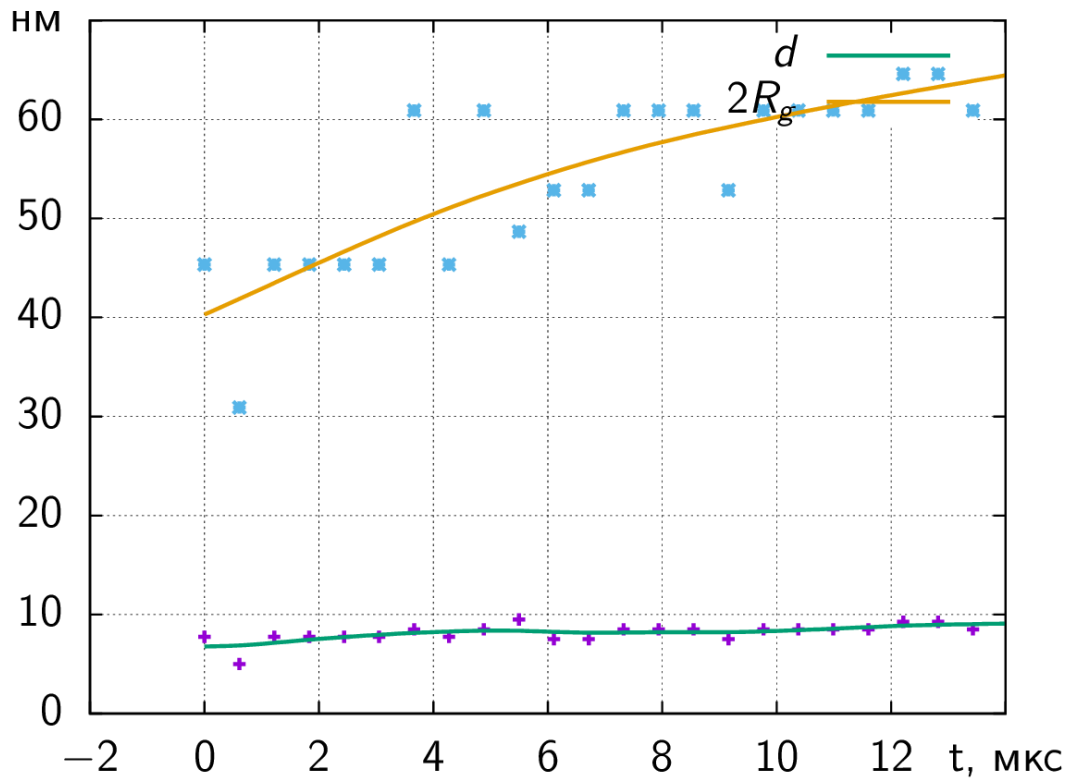


Рисунок 51 – Зависимости размера частиц и кластеров от времени при детонации заряда смеси тротила с гексогеном диаметром 20 мм.

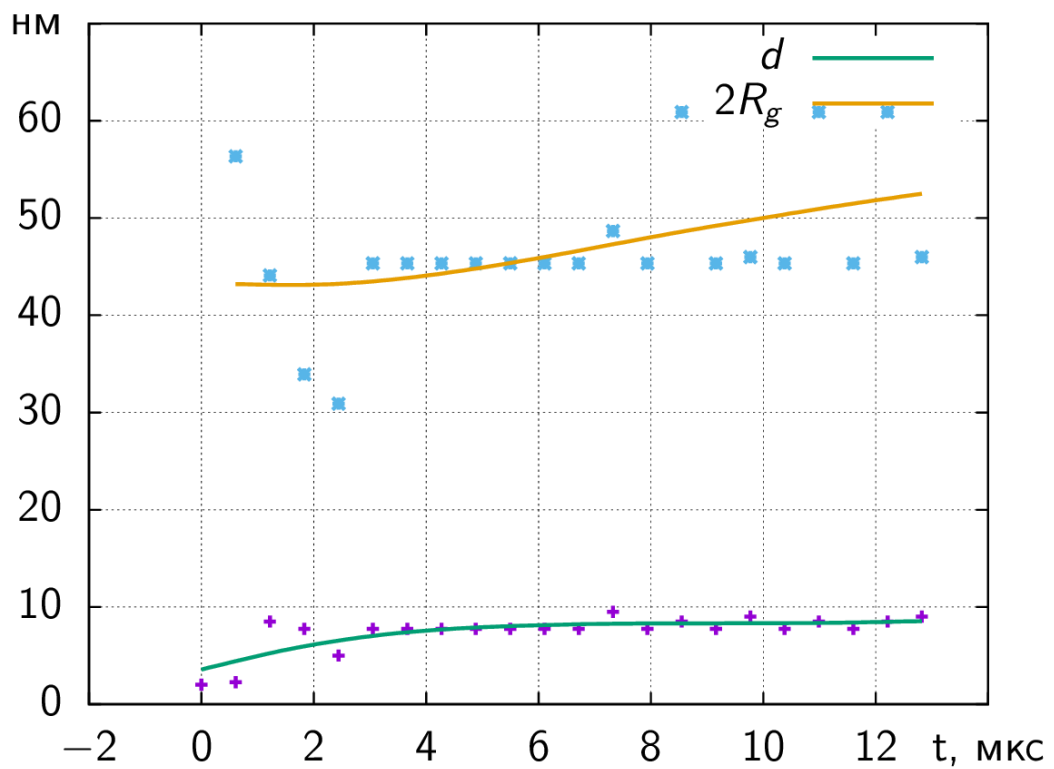


Рисунок 52 – Зависимости размера частиц и кластеров от времени при детонации заряда смеси тротила с гексогеном диаметром 30 мм.

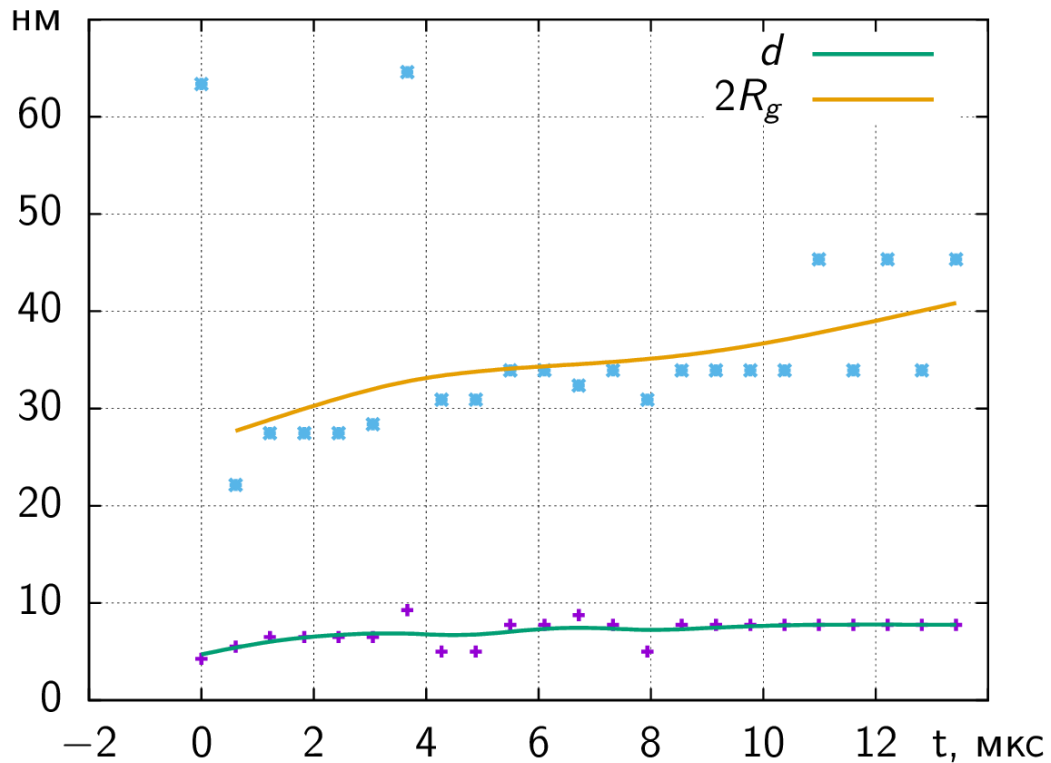


Рисунок 53 – Зависимости размера частиц и кластеров от времени при детонации заряда смеси тротила с гексогеном диаметром 40 мм.

Таким образом, удалось относительно простой моделью с двумя параметрами (размер частиц и кластеров) описать рассеянное излучение в широком диапазоне углов и интенсивностей. В качестве характеристики размера кластера использовался удвоенный радиус гирации [128].

Все разработанные методики построены на решении обратной задачи, и здесь нужно понимать, что для восстановления информации нужно знать предварительную информацию об исследуемом объекте. Использование двухуровневой структуры позволило наиболее адекватно описать конденсированный углерод продуктов взрыва (аналогичные структуры можно наблюдать на снимках с электронного микроскопа, см. Рисунки 1-3).

### 3.8. Методические ошибки

Ошибки при вычислении размеров наночастиц можно разделить на четыре группы.



Ошибки, связанные с распределением по размерам наночастиц.

В реальной системе (продуктах детонации) конденсируются наночастицы разных размеров, объединяющиеся в кластеры. Микроскопические съемки продуктов взрыва показывают наличие наночастиц от 2 до 20 нм, а наиболее крупные достигают десятков нм [2, 50]. Поэтому суммарный сигнал МУРР будет складываться от наночастиц разного размера с коэффициентом  $N(R^3)^2$ , где  $N$  – число рассеивающих частиц, а  $R$  – их радиус. В этой формуле зависимость от размера стоит в 6-й степени, т.е. вклад в суммарный МУРР частиц с большим диаметром будет существенно выше, поэтому размер наночастиц полученных по нашей методике будет средним по величине  $R^6$ , и будет превышать средний размер по массе  $R^3$ .

Для уменьшения ошибок данного вида был реализован метод восстановления распределения частиц по размерам [76], а для более корректного описания структуры конденсированного углерода – метод восстановления двухуровневой структуры конденсированного углерода [128], учитывающий не только распределение частиц по размерам, но и структуры из них (фракталы, кластеры). Данный метод (восстановления двухуровневой структуры) позволил проследить динамику размеров наночастиц и структур из них. Дать количественную оценку этой ошибке сложно.

Ошибки, связанные с наличием реального ("розового") пучка СИ.

Учет полихроматичности излучения подробно описан выше. В работе теоретически и экспериментально показано, что использование реального спектра излучения, имеющего на ВЭПП-4, позволяет интерпретировать данные МУРР [87, 125]. При обработке данных и восстановлении распределения по размерам и динамики структуры рассеивающих неоднородностей полностью учитывает спектральная характеристика излучения на станции. Считается суперпозиция рассеяний от каждой длины волны с учетом вклада в спектр.

### Ошибки, связанные с апертурой пучка СИ.

Размеры пучка СИ на объекте (заряде ЭМ) при измерении МУРР составляли 1 – 2 мм в высоту и  $\approx 4$  мм в ширину. Увеличение потока фотонов в 4 раза позволило нам уменьшить ширину пучка (с 20 до 5 мм). Такой большой размер пучка требуется для увеличения потока фотонов. Для анализа влияния геометрических ошибок их можно разбить на вертикальные и горизонтальные искажения.

**Вертикальные искажения.** Вертикальный размер пучка СИ 1-2 мм не позволяет иметь разрешение выше этой величины вдоль движения детонационной волны (зона детонации не различима, если она менее 1 мм). Эта величина выбиралась из размера кривизны фронта детонации, а также необходимого количества фотонов. Вертикальный размер 1 мм приводит к размазыванию на 10 каналов детектора DIMEX, которые важны при определении крупных наночастиц (каналы 0-20). Рассеяние на частицах 5-10 нм происходит на больших углах (30-200 каналов детектора). В этих углах ошибка в определении угла составляет не более 10%.

**Горизонтальные искажения.** При измерении МУРР детектор DIMEX стоит вертикально, поэтому высота приемного ( $\sim 4$  мм для СИ) окна является горизонтальной апертурой. Сужение горизонтального размера пучка до размера ширины вертикальной щели в 4 мм убрало все горизонтальные искажения.

Геометрические искажения, связанные с конечной апертурой падающего пучка, не вносят определяющего вклада. В дальнейшем они могут быть учтены путем численного интегрирования интенсивностей МУРР от каждой маленькой ячейки в пучке СИ с учетом геометрии канала регистрации.

Ошибки, связанные с неоднородностью и изменением плотности продуктов взрыва.

При детонации заряда ЭМ происходит сильный разлет продуктов детонации. Поскольку интенсивность МУРР пропорциональна  $(\rho - \rho_0)^2$  или "контрастности", то разлет продуктов приводит к увеличению интенсивности сигнала МУРР (плотность конденсированного углерода меняется слабо). Одновременно объем, на

котором происходит рассеяние СИ, также увеличивается (в виду увеличения диаметра расширяющихся ПД). Это также приводит к росту сигнала МУРР [130].

Остатки прямого пучка нельзя вычесть из сигнала МУРР, поскольку они также подвержены изменению контрастности за счет разлета продуктов взрыва, что соответственно приводит к неправильной интерпретации сигнала в малых углах.

Сейчас разлет продуктов детонации учитывается математическим расчетом газодинамики разлета продуктов взрыва. Это позволило использовать свой реальный спектр для каждого кадра по времени [121].

#### Ошибки, связанные с недостатком статистики.

Наибольший вклад продолжают вносить ошибки связанные с недостатком количества фотонов (статистики) и малым динамическим диапазоном детектора.

Для используемого детектора динамический диапазон составляет 2000 фотонов, собственный шум  $\sim 5$  фотонов, а погрешность измерений складывается из собственного шума и квантового шума (корень из количества фотонов).

Другим фактором, влияющим на статистику, является количество падающих фотонов, которое зависит от тока в накопителе (количества электронов). Ускорительный комплекс ВЭПП-4 не может поддерживать постоянный ток, и он со временем падает (от  $\approx 10$  мА до 0), кроме этого, стоит отметить, что получить большой ток затруднительно и зависит от многих параметров ускорительного комплекса. Поэтому эксперименты проводились с разным током, который варьировался от 10 до 0.5 А.

Таким образом, дальнейшее развитие работы будет в первую очередь нацелено на исправление именно этих проблем. А именно, предполагается строительство новой экспериментальной станции на источнике синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ» в наукограде Кольцово и разработка детектора с большим динамическим диапазоном.

### 3.9. Заключение к главе

В данном разделе показана возможность работы метода малоуглового рентгеновского рассеяния на полихроматическом излучении, а также описаны разработанные методики обработки экспериментальных данных по восстановлению информации об объекте.

Разработан экспериментальный подход, который с помощью развития методики динамической регистрации угловых распределений МУРР позволил исследовать динамику процесса конденсации углерода при детонации ЭМ диаметром до 40 мм с экспозицией в доли наносекунды на полихроматическом излучении.

Разработаны численные модели восстановления динамики среднего размера рассеивающих неоднородностей методом Гинье; динамики распределения частиц по размерам и динамики двухуровневой структуры конденсированного углерода (частицы и кластеры).

Таким образом, в качестве результата удалось получить зависимости размеров частиц и кластеров, распределения частиц по размерам, а также среднего размера рассеивающих неоднородностей (конденсированной фазы углерода) от времени непосредственно в детонационном течение.

Стоит отметить, что разработанные методики нечувствительны к количеству рассеивающего углерода и определяют только размеры частиц и структуру коагуляционных кластеров (средний размер рассеивающих неоднородностей, распределение частиц по размерам). Эта важная особенность упрощает обработку экспериментальных данных и позволяет не учитывать интенсивность падающего излучения. Определение количества рассеивающих центров является актуальной задачей, но выходит за рамки настоящей работы.

## ГЛАВА 4. РЕЗУЛЬТАТЫ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ДИНАМИКИ РАЗМЕРОВ КОНДЕНСИРОВАННОЙ ФАЗЫ УГЛЕРОДА И ОБСУЖДЕНИЕ.

### 4.1 Длительная конденсация углерода.

Главным результатом работы является проведение экспериментов с зарядами ТГ с использованием нового источника СИ. Новый источник СИ имеет большую интенсивность и позволил проводить эксперименты с большими диаметрами зарядов (20, 30 и 40 мм). Также в разы было улучшено отношение сигнал/шум, однако оно все еще очень маленькое. В экспериментах регистрируется флуктуация электронной плотности, которую имеют все формы конденсированного углерода, поэтому в наших условиях регистрируется МУРР не только НА, но и от конденсированного углерода в аморфной форме.

Раньше (до развития методик СИ) было возможно изучение только сохраненного углеродного остатка продуктов взрыва. В большинстве работ по взрывному синтезу алмазов, например [41], считается, что НА образуются в зоне химической реакции. Основанием такого заключения являлся факт, что размер образующихся НА не зависит от размера заряда ЭМ. В нашем случае увеличение размеров зарядов с 20 до 40 мм не показало явного изменения угловых распределений сигнала МУРР.

Кроме этого, на графике фазового состояния углерода (см. Рисунок 5), алмазному состоянию соответствуют параметры в зоне химической реакции. Но дальнейшая конденсация углерода в "не алмазных" формах может продолжаться и за зоной химической реакции. Фазовая диаграмма углерода приведена для равновесного состояния, а в наших условиях процесс конденсации проходит в условиях сильного расширения ПД.

Этот вывод подтверждается и в работе [21], где показано, что углеродные структуры (за исключением микрокристаллитов алмаза) продолжают расти в волне Тейлора.

#### 4.2. Теоретические работы по длительной конденсации углерода.

Численное моделирование роста НА [71] показывает очень малое время достижения размеров 5 нм (это десятки пикосекунд), что укладывается в зону химической реакции.

В фрактальной численной модели роста НА [71] считается, что менее плотные формы конденсированного углерода (например, графит) могут синтезироваться далеко за фронтом детонации. В последние годы появились и другие теоретические статьи о возможности конденсации углерода (в т.ч. НА) за пределами зоны химической реакции: термодинамическая модель роста НА (Даниленко В.В. [131]), электродинамическая модель конденсации углерода при детонации ТНТ (Зубков П.И. [132, 133]), физико-химическая модель синтеза (Толочко Б.П. [134]), длительное энерговыделение в ТАТБ (Гребенкин К.Ф. [135]).

#### 4.3. Экспериментальные работы по длительной конденсации углерода.

Из экспериментальных работ следует отметить работу [10], в которой для объяснения полученных скоростей ударников было предложено длительное (порядка микросекунды) энерговыделение в ТАТБ за фронтом детонации. Такие же работы были проведены в ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина» (Гребенкин К.Ф., Жеребцов Ф.Л., Тараник М.В. [11]). В это же время появились работы по динамическому измерению МУРР при детонации малых зарядов (диаметр 10 – 20 мм) [13], где несмотря на малый размер зарядов ТГ, рост наночастиц конденсированного углерода происходит в течении 2 – 3 мкс.

Первые работы по изучению влияния размера заряда на размер образующихся частиц были проведены на литых зарядах тротила диаметром 30 и 40 мм. При этом наблюдалось различия во времени роста углеродных наночастиц: с 2 до 5–6 нм в течении 3 мкс для зарядов 30 мм в диаметре и 6–10 мкс для 40 мм [86, 87, 136]. Т.е. для зарядов тротила разного диаметра наблюдались различие во времени роста углеродных структур. В более поздних работах, проведённых на

зарядах ТГ [90, 137] также наблюдалось зависимость во времени роста углеродных структур, при этом конечный размер был одинаковый.

Кроме этого, следует отметить ряд работ американских коллег, выполненных в последние 6 лет [20, 91–94]. В первой работе [20] динамики сигнала МУРР видно не было. В более поздних работах [91-93] была обнаружена динамика сигнала МУРР в первые 300 нс. В работе [93] получена динамика конденсации углеродных частиц (кластеров) при детонации РВХ9502 в первые 200 нс (см. Рисунок 8). А в последних работах делается аналогичный вывод о двухстадийности процесса – частицы формируются за время менее 100 нс, а кластеры за время менее 10 мкс [65, 69, 95, 109]. На станции американских коллег используется монохроматический пучок СИ с размером 200x50 мкм, а рассеянное излучение регистрируется четырьмя фотокамерами (могут зафиксировать 4 кадра через 150 нс). Из полученных четырех кадров один снимается до прихода детонационной волны в плоскость наблюдения. Для получения информации о процессе в несколько микросекунд им приходится "сшивать" разные эксперименты, что приводит к определенным ошибкам.

#### 4.4. На каких частицах происходит рассеяние.

Конденсированная фаза углерода может быть как в виде наноалмаза, так и виде графита и аморфного углерода (флуктуация электронной плотности есть у всех форм). При их одинаковом количестве МУРР от наноалмаза в разы превышает МУРР от графита. Поэтому в составах, где преобладает выход НА (типа ТГ) наблюдается сигнал МУРР от наноалмаза. При детонации смесей, где наноалмазов мало (например, ТНТ), МУРР регистрируется от сажи (аморфного углерода) и от графитовых частиц. Одним из вариантов объяснения длительного роста МУРР за зоной химической реакции является конденсация аморфного углерода на зародышах (наноалмазах), которые синтезировались в пределах зоны реакции.

К сожалению, на данный момент мы не можем определить фазовый состав рассеивающих центров. Дальнейшее развитие работы будет также направлено на

реализацию дифракционных методик в большие углы, что в дальнейшем позволит определить фазовый состав продуктов взрыва.

#### 4.5. Двухстадийный механизм конденсации углерода

Анализ динамики размеров частиц и кластеров позволяет выделить два характерных времени формирования конденсированной фазы и изменения ее формы. В первой быстрой фазе, с учетом временного разрешения методики, за время не более 1 мкс в основном формируются частицы и начальные кластеры. Во второй фазе, на протяжении нескольких микросекунд происходит дальнейший рост кластеров, при этом, размеры частиц практически не меняются [128].

Предложенная модель подтверждается и другими исследованиями [65, 69, 95, 109, 21]. Так, авторами [21] установлено, что зарождение и рост микрокристаллитов алмаза на стадии детонационного синтеза завершается в зоне химической реакции, а остальные углеродные структуры продолжают расти в волне Тейлора. Кроме этого, такую модель формирования конденсированного углерода, предлагают американцы [65, 69, 95, 109], основываясь на своих экспериментах по регистрации малоуглового рентгеновского рассеяния с высоким временным разрешением в совокупности с термохимическим моделированием и анализом сохраненного углеродного остатка. Они также говорят о двухстадийности процесса – частицы формируются за время менее 100 нс, а кластеры за время менее 10 мкс [65, 69, 95, 109].

В проведенных экспериментах не наблюдается яркой зависимости процесса конденсации углерода от диаметра заряда ЭМ (в исследуемом диапазоне, от 20 до 40 мм) [88, 103]. Данный вывод также подтверждается в работе [128], где при исследовании зарядов от 100 г до 2 кг размеры микрокристаллитов, а также параметры решетки и содержание кристаллической фазы не менялось в заданном диапазоне.



#### 4.6. Концепция экспериментальной станции по исследованию быстропротекающих процессов на источнике синхротронного излучения ЦКП «СКИФ»

В качестве дальнейшего развития работы ведется разработка и в дальнейшем будет создана новая экспериментальная станция «Быстропротекающие процессы» на источнике синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП «СКИФ» в наукограде Кольцово (Новосибирская область).

На сегодняшний день разработана и предложена концепция экспериментальной станции. Основное направление этой станции связано с реализацией метода малоуглового рентгеновского рассеяния со сверхбыстрым временным разрешением, с учетом и исправлением большинства проблем, имеющихся на сегодняшнем оборудовании.

В рамках реализации данной методики будет улучшено временное, пространственное и спектральное разрешение, что позволит продвинутся вперед и исследовать процессы, происходящие непосредственно в зоне реакции взрывчатых веществ, в том числе проследить эволюцию конденсированного углерода от начального состояния в молекуле ЭМ, до конденсированных структур. А установка нового сверхпроводящего вигглера и увеличение интенсивности, как минимум на порядок позволит приблизиться к реализации дифракции в большие углы, для определения фазового состава продуктов детонации.

Для этой реализации будет использована рентгенооптическая схема, состоящая из системы зеркал (плоское и тороидальное), которая позволит отрезать жесткую компоненту излучения (уменьшить спектральную ширину) и сфокусировать пучок на образце. Также ведутся разработки уникального вигглера и детектора, которые позволят увеличить пространственное и временное разрешение [138].

#### 4.7. Заключение к главе

В данном разделе приводится обсуждение проблем конденсации углерода, описывается основной результат данной работы – двухстадийный механизм конденсации углерода, а также обозначены перспективы дальнейшего развития данной работы.

Предложен механизм формирования конденсированного углерода, позволивший описать экспериментальные данные МУРР, заключающийся в том, что существует два характерных времени формирования конденсированной фазы и изменения ее формы. В первой быстрой фазе, с учетом временного разрешения методики, за время не более 1 мкс в основном формируются частицы и начальные кластеры. Во второй фазе, на протяжении нескольких микросекунд происходит дальнейший рост кластеров, при этом, размеры частиц практически не меняются.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

К основным результатам проведенной работы следует отнести следующее:

- Разработан экспериментальный подход, который с помощью развития методики динамической регистрации угловых распределений МУРР (дифракционное кино с суб-наносекундной экспозицией) позволил исследовать динамику процесса конденсации углерода при детонации ЭМ диаметром до 40 мм.
- Экспериментально получено, что время изменения угловых распределений МУРР (формирования конденсированной фазы углерода) составляет несколько (4-6) микросекунд.
- Разработаны численные модели обработки экспериментальных данных, позволившие получить динамику среднего размера рассеивающих неоднородностей методом Гинье; динамику распределения частиц по размерам и динамику двухуровневой структуры конденсированного углерода (частиц и кластеров) при детонации смеси тротила с гексогеном диаметром 20, 30 и 40 мм.
- Предложен механизм формирования конденсированного углерода, позволивший описать экспериментальные данные МУРР, заключающийся в том, что существует два характерных времени формирования конденсированной фазы и изменения ее формы. В первой быстрой фазе, с учетом временного разрешения методики, за время не более 1 мкс в основном формируются частицы и начальные кластеры. Во второй фазе, на протяжении нескольких микросекунд происходит дальнейший рост кластеров, при этом, размеры частиц практически не меняются.

Полученные в работе экспериментальные данные уже используются в расчетах Российских ядерных центров. Также по результатам работы даны рекомендации АО "ГосНИИмаш" по синтезу детонационных алмазов и предложена

концепция экспериментальной станции по сверхбыстрой регистрации МУРР на источнике СИ ЦКП "СКИФ" в качестве дальнейшего развития работы.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СОКРАЩЕНИЙ

НА	Наноалмаз
УДА	Ультрадисперсный алмаз, наноалмаз
ЭМ	Энергетический материал
ТАТБ	Триаминотринитробензол, $C_6H_6N_6O_6$
МУРР	Малоугловое рентгеновское рассеяние
ТГ	Смесь тротила (тринитротолуол, $C_7H_5N_3O_6$ ) с гексогеном (циклотриметилентринитрамин, $C_3H_6N_6O_6$ )
ТНТ	Тротил (тринитротолуол, $C_7H_5N_3O_6$ )
ОКР	Область когерентного рассеяния
ВКВ	Уравнение состояния Беккера-Кистяковского-Вильсона (Becker-Kistiakowski-Wilson)
БТФ	Бензтрифуроксан, $C_6N_6O_6$
состав "Б"	Composition B – смесь 40 % тротила с 60 % гексогена
СИ	Синхротронное излучение
APS	Advanced Photon Source – источник синхротронного излучения в США.
ГНС	Гексанитростильбен, $C_{14}H_6N_6O_{12}$
ДНТФ	3,4-Dinitrofurazanylфурохан, динитрофуразанофураксан, $C_6N_8O_8$
ESRF	European Synchrotron Radiation Facility – источник синхротронного излучения во Франции.
ГЭУ	Газовый электронный усилитель
JWL	Уравнение состояния Джонса-Уилкинса-Ли (Jones-Wilkins-Lee)
КИСИ	Уникальная научная установка "Курчатовский центр синхротронного излучения КИСИ" национального исследовательского центра "Курчатовский институт"
УДАГ-С	неочищенные продукты взрыва, содержащие как наноалмазы, так и графит, производства ФНПЦ «Алтай», г. Бийск

УДА-В	водная суспензия очищенного детонационного наноалмаза, производства ФНПЦ «Алтай», г. Бийск
SMD	SAXS multi diameter – разработанная методика восстановления распределения частиц по размера

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Волков, К. В. Синтез алмаза из углерода продуктов детонации ВВ / К. В. Волков, В. В. Даниленко, В. И. Елин // Физика горения и взрыва. – 1990. – Т. 26, № 3. – С. 123–125.
2. Получение алмазов из взрывчатых веществ типа  $C_aH_bN_cO_d$  : отчет о НИР / Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО АН СССР и НПО "Алтай" ; рук.: В. М. Титов, Г. В. Сакович ; исполн.: А. М. Ставер, А. И. Лямкин, Н. В. Губарева, Е. А. Петров, А. И. Шебалин. – Новосибирск. – 1983. – 86 с.
3. Лямкин, А.И. Получение алмазов из взрывчатых веществ / А. И. Лямкин, Е. А. Петров, А. П. Ершов, Г. В. Сакович, А. М. Ставер, В. М. Титов // Доклады Академии наук. – 1988. – Т. 302, № 3. – С. 611–613.
4. Даниленко, В. В. Синтез и спекание алмаза взрывом / В. В. Даниленко. – М.: Энергоатомиздат, 2003. – 272 с.
5. Вуль, А.Я. Детонационные наноалмазы. Технология, структура, свойства и применения / под редакцией А. Я. Вуля и О. А. Шендеровой. – СПб.: Изд-во ФТИ им. А. Ф. Иоффе, 2016. – 384 с.
6. Долматов, В.Ю. Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза: Получение, свойства, применение / В. Ю. Долматов; М-во образования Рос. Федерации. С.-Петербург. гос. техн. ин-т (техн. ун-т) [и др.]. – СПб.: Изд-во СПбГПУ, 2003. – 343 с.
7. Петров, Е. А. Детонационный синтез наноматериалов. Наноалмазы и нанотехнологии : монография : [для студентов и аспирантов, обучающихся по специальности "Химическая технология и энергонасыщенных материалов и изделий"] / Е. А. Петров ; М-во образования и науки РФ, Бийский технологический ин-т (фил.) федерального гос. бюджетного образовательного учреждения высш. проф. образования "Алтайский гос. технический ун-т им. И. И. Ползунова". – Бийск : Изд-во Алтайского гос. технического ун-та им. И. И. Ползунова, 2015. – 259 с.
8. Лямкин, А.И. Получение алмазов из взрывчатых веществ / А. И. Лямкин, Е. А. Петров, А. П. Ершов, Г. В. Сакович, А. М. Ставер, В. М. Титов // Доклады Академии наук. – 1988. – Т. 302, № 3. – С. 611–613.

9. Анисичкин, В.Ф. Синтез алмаза при динамическом нагружении органических веществ / В. Ф. Анисичкин, И. Ю. Мальков // Доклады Академии наук. – 1988. – Т. 303, № 3. – С. 625–627.
10. Tarver, C. M. Detonation waves in triaminotrinitrobenzene / C. M. Tarver, J. M. Kury, R. D. Breithaupt // Journal of Applied Physics. – 1997. – V. 87, N 8. – P. 3771–3782.
11. Grebenkin, K. F. Computer modeling of scale effects at heterogeneous HE detonation / K. F. Grebenkin, M. V. Taranik, A. L. Zherebtsov // Proceedings Thirteenth International Detonation Symposium. Publication No. ONR 351-07-01. – 2006. – P. 496–505.
12. Алешаев, А. Н. Применение синхротронного излучения для исследования детонационных и ударно-волновых процессов / А. Н. Алешаев, О. В. Евдоков, П. И. Зубков, Г. Н. Кулипанов, Л. А. Лукьянчиков, Н. З. Ляхов, С. И. Мишнев, К. А. Тен, В. М. Титов, Б. П. Толочко, М. Г. Федотов, М. Р. Шарафутдинов, М. А. Шеромов // препринт ИЯФ 2000-92, Новосибирск. – 2000. – 51 с.
13. Алешаев, А. Н. Применение синхротронного излучения для исследования детонационных и ударно-волновых процессов / А. Н. Алешаев, П. И. Зубков, Г. Н. Кулипанов, Л. А. Лукьянчиков, Н. З. Ляхов, С. И. Мишнев, К. А. Тен, В. М. Титов, Б. П. Толочко, М. Г. Федотов, М. А. Шеромов // Физика горения и взрыва. – 2001. – Т. 37, № 5. – С. 104–113.
14. Тен, К. А. Регистрация малоуглового рентгеновского рассеяния полихроматического синхротронного излучения для измерения динамики роста наночастиц углерода при детонации ВВ / К. А. Тен, В. М. Аульченко, О. В. Евдоков, И. Л. Жогин, В. В. Жуланов, П. И. Зубков, Ю. М. Каменецкий, Г. Н. Кулипанов, Л. А. Лукьянчиков, Н. З. Ляхов, Л. А. Мержиевский, В. М. Титов, Б. П. Толочко, М. Р. Шарафутдинов, Л. И. Шехтман // Сборник докладов XVIII Международной конференции "Воздействие интенсивных потоков энергии на вещество", Эльбрус. – 2003. – С. 37–38.
15. Аульченко, В. М. Определение параметров наноструктур при детонации ВВ с помощью малоуглового рассеяния полихроматического синхротронного излучения / В. М. Аульченко, О. В. Евдоков, И. Л. Жогин, В. В. Жуланов, П. И. Зубков, Ю. М. Каменецкий, Г. Н. Кулипанов, Л. А. Лукьянчиков, Н. З. Ляхов, Л. А. Мержиевский, К. А. Тен, В. М. Титов, Б. П. Толочко, М. Р. Шарафутдинов, М. А. Шеромов, Л. И. Шехтман // Труды международной конференции "V Харитоновские тематические научные чтения", Саров. – 2003. – С. 261–264.



16. Тен, К.А. Измерение МУРР и рост наночастиц конденсированного углерода при детонации ТАТБ / К. А. Тен, В. М. Титов, Л. А. Лукьянчиков, Э. Р. Прууэл, Ю. А. Аминов, Б. Г. Лобойко, А. К. Музыря, Е. Б. Смирнов, В. П. Филин, И. Л. Жогин, Б. П. Толочко // Труды X Международной конференции Забабахинские научные чтения – 2010, Снежинск. – 2010.
17. Evdokov, O. V. Dynamics of the formation of the condensed phase particles at detonation of high explosives / O. V. Evdokov, M. G. Fedotov, G. N. Kulipanov, L. A. Luckjanchikov, N. Z. Lyakhov, S. I. Mishnev, M. R. Sharafutdinov, M. A. Sheromov, K. A. Ten, V. M. Titov, B. P. Tolochko, P. I. Zubkov // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2001. – V. 470, N 1. – P. 236–239.
18. Титов, В. М. Опыт применения синхротронного излучения для исследования детонационных процессов / В. М. Титов, Э. Р. Прууэл, К. А. Тен, Л. А. Лукьянчиков, Л. А. Мержиевский, Б. П. Толочко, В. В. Жуланов, Л. И. Шехтман // Физика горения и взрыва. – 2011. – Т. 47, № 6. – С. 3–15.
19. Прууэл, Э. Р. Реализация возможностей синхротронного излучения в исследованиях детонационных процессов / Э. Р. Прууэл, К. А. Тен, Б. П. Толочко, Л. А. Мержиевский, Л. А. Лукьянчиков, В. М. Аульченко, В. В. Жуланов, Л. И. Шехтман, В. М. Титов // Доклады Академии наук. Техническая физика. – 2013. – Т. 448, № 1. – С. 38–42.
20. Bagge-Hansen, M. Measurement of carbon condensates using small-angle X-ray scattering during detonation of the high explosive hexanitrostilbene / M. Bagge-Hansen, L. Lauderbach, R. Hodgins, S. Bastea, L. Fried, A. Jones, T. van Buuren, D. Hansen, J. Benterou, C. May, T. Graber, B. J. Jensen, J. Ilavsky, T. M. Willey // Journal of Applied Physics. – 2015. – V. 117, N 24. – P. 245902.
21. Петров, Е. А. Кинетические и масс-энергетические аспекты детонационного получения наноалмазов / Е. А. Петров, А. А. Ветрова // Бутлеровские сообщения. – 2021. – Т.67, № 9.
22. Петров, Е. А. Эволюция углеродных частиц в процессе получения детонационных наноалмазов / Е. А. Петров, А. А. Колесова // Тезисы XV Всероссийского симпозиума по горению и взрыву. – 2020. – Т. 2. – С. 124.
23. Ветрова, А. А. Изменение микроструктуры и фазового состава детонационного алмаза на стадии обогащения / А. А. Ветрова, Е. А. Петров

24. Лейпунский, О. И. Об искусственных алмазах // Успехи химии. – 1939. – Т. 7, № 10. – С. 1519–1534.
25. Bundy, F. P. Man-Made diamonds / F. P. Bundy, H. T. Hall, H. M. Strong, R. H. Wentorf Jun // Nature. – 1955. – V. 176. – P. 51–55.
26. DeCarli, P. S. Formation of diamond by explosive shock / P. S. DeCarli, J. C. Jamieson // Science. – 1961. – V. 133, N 3467. – P. 1821–1822.
27. Исследование процесса образования алмазной фазы при прохождении детонационной волны по заряду гексоген-графитовой смеси типа ГГС-20 методом малоуглового рентгеновского рассеяния : отчет о НИР (итоговый) / Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН ; рук. К. А. Тен ; исполн.: А. О. Кашкаров, И. А. Рубцов. – Новосибирск. – 2017. – 37 с.
28. Петров, Е. А. Физико-химические свойства наноалмазов детонационного синтеза / Е. А. Петров, А. А. Колесова, А. В. Балахнина, Н. В. Кузнецова, Н. В. Аверьянова, А. Б. Прибавкин // Южно-Сибирский научный вестник. – 2019. – № 3. – С. 121–125.
29. Кудряшова, О. Б. Избыточная энергия детонационных наноалмазов / О. Б. Кудряшова, Е. А. Петров, А. А. Ветрова // Южно-Сибирский научный вестник. – 2021. – № 3. – С. 58–62.
30. Соловьева, К. Н. Текстура поверхности и субструктура промышленных детонационных наноалмазов / К. Н. Соловьёва, А. А. Колесова, Е. А. Петров, М. А. Химич // Южно-Сибирский научный вестник. – 2020. – № 6. – С. 96–100.
31. Кидалов, С. В. Рост микрокристаллов алмаза по механизму ориентированного присоединения при высоком давлении и температуре / С. В. Кидалов, Ф. М. Шахов, А. В. Швидченко, А. Н. Смирнов, В. В. Соколов, М. А. Яговкина, А. Я. Вуль // Письма в журнал технической физики. – 2017. – Т. 43, № 1. – С. 21–29.
32. Мальков, И. Ю. Образование ультрадисперсной алмазной фазы углерода в условиях детонации гетерогенных смесевых составов // Физика горения и взрыва. – 1991. – Т. 27, № 5. – С. 136–140.
33. Greiner, N. R. Diamonds in detonation soot / N. R. Greiner, D. S. Phillips, J. D. Johnson, F. Volk // Nature. – 1988. – V. 333. – P. 440–442.

34. Саввакин, Г. И. О возможности кристаллизации алмаза из газовой фазы при высокотемпературном ударном сжатии // Алмазы и сверхтвердые материалы. – 1981. – № 4. – С. 1–2.
35. Ставер, А. М. Ультрадисперсные алмазные порошки, полученные с использованием энергии взрыва / А. М. Ставер, Н. В. Губарева, А. И. Лямкин, Е. А. Петров // Физика горения и взрыва. – 1984. – Т. 20, № 5. – С. 100–104.
36. Петров, Е. А. Условия сохранения алмазов в процессе детонационного получения / Е. А. Петров, Г. В. Сакович, П. М. Брыляков // Доклады Академии наук. – 1990. – Т. 313, № 4. – С. 862–864.
37. Ершов, А. П. О температуре продуктов детонации при взрыве в камере / А. П. Ершов, А. Л. Куперштох // Физика горения и взрыва. – 1986. – Т. 22, № 3. – С. 118–122.
38. Лапковская, Е. Ю. Влияние ультрадисперсного порошка алмаза детонационного синтеза на свойства и структуру термоэластопласта на основе ПВХ / Е. Ю. Лапковская, П. О. Суходаев, В. Е. Редькин, А. И. Лямкин, Д. В. Ершов // Пластические массы. – 2020. – № 1–2. – С. 30–32.
39. Долматов, В. Ю. Новые аспекты теории и практики синтеза, исследования свойств и применения детонационных наноалмазов / В. Ю. Долматов, А. Н. Озерин, И. И. Кулакова, А. А. Бочечка, Н. М. Лапчук, V. Myllymäki, A. Vehanen // Успехи химии. – 2020. – Т. 89, № 12. – С. 1428–1462.
40. Сакович, Г. В. Детонационные наноалмазы. Синтез. Свойства. Применение / Г. В. Сакович, А. С. Жарков, Е. А. Петров // Наука и технологии в промышленности. – 2011. – № 4. – С. 53–61.
41. Титов, В. М. Исследование процесса синтеза ультрадисперсного алмаза в детонационных волнах / В. М. Титов, В. Ф. Анисичкин, И. Ю. Мальков // Физика горения и взрыва. – 1989. – Т. 25, № 3. – С. 117–125.
42. Анисичкин, В. Ф. Влияние температуры на процесс роста ультрадисперсных алмазов во фронте ДВ / В. Ф. Анисичкин, Д. С. Долгушин, Е. А. Петров // Физика горения и взрыва. – 1995. – Т. 31, № 1. – С. 109–112.
43. Першин, С. В. Влияние структуры молекулы ВВ на скорость образования, выход и свойства ультрадисперсных алмазов / С. В. Першин, Е. А. Петров, Д. Н. Цаплин // Физика горения и взрыва. – 1994. – Т. 30, № 2. – С. 102–106.

44. Сакович, Г. В. Синтез алмазных кластеров взрывом / Г. В. Сакович, В. М. Титов, Е. А. Петров, Н. В. Козырев // Труды X Международной конференции «HERF». Любляна, Югославия. – 1989. – С. 179–188
45. Козырев, Н. В. Исследование процесса синтеза ультрадисперсных алмазов методом меченых атомов / Н. В. Козырев, П. М. Брыляков, Су Сен-Чел, М. С. Штейн // Доклады Академии наук. – 1990. – Т. 314, № 4. – С. 889–891.
46. Анисичкин, В. Ф. О механизме выделения углерода при детонационном разложении веществ // Физика горения и взрыва. – 1994. – Т. 30, № 5. – С. 100–106
47. Ставер, А. М. Исследование детонационного превращения конденсированных ВВ методом электропроводности / А. М. Ставер, А. П. Ершов, А. И. Лямкин // Физика горения и взрыва. – 1984. – Т. 20, № 3. – С. 79–83
48. Ершов, А. П. Исследование взаимодействия компонентов гетерогенных взрывчатых веществ методом электропроводности / А. П. Ершов, Н. П. Сатонкина, О. А. Дибиров, С. В. Цыкин, Ю. В. Янилкин // Физика горения и взрыва. – 2000. – Т. 36, № 5. – С. 97–108.
49. Ершов, А. П. Исследование зоны реакции в неоднородных взрывчатых веществах методом электропроводности / А. П. Ершов, Н. П. Сатонкина // Физика горения и взрыва. – 2009. – Т. 45, № 2. – С. 109–115.
50. Выскубенко, Б. А. Влияние масштабных факторов на размеры и выход алмазов при детонационном синтезе / Б. А. Выскубенко, В. В. Даниленко, Э. Э. Лин, В. А. Мазанов, Т. В. Серова, В. И. Сухаренко, А. П. Толочко // Физика горения и взрыва. – 1992. – Т. 28, № 2. – С. 108–109.
51. Коломийчук, В. Н. Исследование синтеза ультрадисперсной алмазной фазы в условиях детонации смесевых составов / В. Н. Коломийчук, И. Ю. Мальков // Физика горения и взрыва. – 1993. – Т. 29, № 1. – С. 120–128.
52. Мальков, И. Ю. Образование алмаза из жидкой фазы углерода / И. Ю. Мальков, Л. И. Филатов, В. М. Титов, Б. В. Литвинов, А. Л. Чувилин, Т. С. Тесленко // Физика горения и взрыва. – 1993. – Т. 29, № 4. – С. 131–134.
53. Орешкин В. И. Изучение фазовых превращений углерода в условиях экстремальных энергетических воздействий / В. И. Орешкин, С. А. Чайковский, Н. А. Лабеецкая, Ю. Ф. Иванов, К. В. Хищенко,

- П. Р. Левашов, Н. И. Кускова, А. Д. Рудь // Журнал технической физики. – 2012. – Т. 82, № 2. – С. 41–45.
54. Melnikova, N. V. Study of composition of the ultrafine material produced from graphite–catalyst mixture under extreme energy action / N. V. Melnikova, D. O. Alikin, Yu. B. Melnikov, I. G. Grigorov, S. A. Chaikovskiy, N. A. Labetskaya, I. M. Datsko, V. I. Oreshkin, N. A. Ratakhin, K. V. Khishchenko // Journal of Physics: Conference Series. – 2016. – V. 774. – P. 012012.
55. Байдакова, М. В. Структура наноалмазов, полученных методом лазерного синтеза / М. В. Байдакова, Ю. А. Кукушкина, А. А. Ситникова, М. А. Яговкина, Д. А. Кириленко, В. В. Соколов, М. С. Шестаков, А. Я. Вуль, В. Zousman, О. Levinson // Физика твердого тела. – 2013. – Т. 55, № 8. – С. 1633–1639.
56. Moore, L. Biocompatibility assessment of detonation nanodiamond in non-human primates and rats using histological, hematologic, and urine analysis / L. Moore, J. Yang, T. Lan, T. Thanh, E. Osawa, D Lee, W. D. Johnson, J. Xi, E. K. Chow, D. Ho // ACS Nano. – 2016. – V. 10, N 8. – P. 7385–7400.
57. Zhang, T. Hybrid nanodiamond quantum sensors enabled by volume phase transitions of hydrogels / T. Zhang, G. Liu, W. Leong, C. Liu, M. Kwok, T. Ngai, R. Liu, Q. Li // Nature Communications. – 2018. – V. 9, N 1. – P. 3188.
58. Turcheniuk, K. Biomedical applications of nanodiamond (Review) / K. Turcheniuk, V. N. Mochalin // Nanotechnology. – 2017. – V. 28, N 25. – P. 252001.
59. Dolmatov, V. Yu. Purification of detonation nanodiamond material using high-intensity processes / V. Yu. Dolmatov, A. Vehanen, V. Myllymaki, K. A. Rudometkin, A. N. Panova, K. M. Korolev, T. A. Shpadkovskaya // Russian Journal of Applied Chemistry. – 2013. – V. 86, N 7. – P. 1036–1045.
60. Shenderova, O. Surface Chemistry and Properties of Ozone-Purified Detonation Nanodiamonds / O. Shenderova, A. Koscheev, N. Zaripov, I. Petrov, Y. Skryabin, P. Detkov, S. Turner, G. Van Tendeloo // The Journal of Physical Chemistry C. – 2011. – V. 115, N 20. – P. 9827–9837.
61. Vershinin, N. N. Detonation nanodiamonds as catalyst supports / N. N. Vershinin, O. N. Efimov, V. A. Bakaev, A. E. Aleksenskii, M. V. Baidakova, A. A. Sitnikova, A. Ya. Vul' // Fullerenes, Nanotubes, and Carbon Nanostructures – 2010. – V. 19, N 1–2. – P. 63–68.

62. Aleksenskiy, A. E. Deagglomeration of detonation nanodiamonds / A. E. Aleksenskiy, E. D. Eydelman, A. Ya. Vul' // *Nanoscience and Nanotechnology Letters*. – 2011. – V. 3, N 1. – P. 68–74.
63. Верещагин, А.Л. Детонационные наноалмазы: Монография [Текст] / А. Л. Верещагин; М-во образования Рос. Федерации. Алт. гос. техн. ун-т, Бийс. технол. ин-т. - Барнаул: Изд-во Алт. гос. техн. ун-та, 2001. – 176 с.
64. Kashkarov, A. O. Transmission electron microscopy and x-ray diffraction studies of the detonation soot of high explosives / A. O. Kashkarov, E. R. Pruel, K. A. Ten, I. A. Rubtsov, E. Yu. Gerasimov, P. I. Zubkov // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2016. – V. 774. – P. 012072.
65. Bagge-Hansen, M. Detonation synthesis of carbon nano-onions via liquid carbon condensation / M. Bagge-Hansen, S. Bastea, J. A. Hammons, M. H. Nielsen, L. M. Lauderbach, R. L. Hodgins, P. Pagoria, C. May, S. Aloni, A. Jones, W. L. Shaw, E. V. Bukovsky, N. Sinclair, R. L. Gustavsen, E. B. Watkins, B. J. Jensen, D. M. Dattelbaum, M. A. Firestone, R. C. Huber, B. S. Ringstrand, J. R. I. Lee, T. van Buuren, L. E. Fried, T. M. Willey // *Nature Communications*. – 2019. – V. 10, N 1. – P. 3819.
66. Детонационный углерод [Электронный ресурс]. – URL: <http://ancient.hydro.nsc.ru/detcarbon/> (дата обращения 20.08.2021).
67. Satonkina, N. P. Elongated conductive structures in detonation soot of high explosives / N. P. Satonkina, A. P. Ershov, A. O. Kashkarov, I. A. Rubtsov // *RSC Adv*. – 2020. – V. 10. – P. 17620–17626.
68. Hammons, J. A. Submicrosecond aggregation during detonation synthesis of nanodiamond / J. A. Hammons, M. H. Nielsen, M. Bagge-Hansen, S. Bastea, C. May, W. L. Shaw, A. Martin, Y. Li, N. Sinclair, L. M. Lauderbach, R. L. Hodgins, D. A. Orlikowski, L. E. Fried, T. M. Willey // *Journal of Physical Chemistry Letters* – 2021. – V. 12, N 22. – P. 5286–5293.
69. Hammons, J. A. Resolving detonation nanodiamond size evolution and morphology at sub-microsecond timescales during high-explosive detonations / J. A. Hammons, M. H. Nielsen, M. Bagge-Hansen, S. Bastea, W. L. Shaw, J. R. I. Lee, J. Ilavsky, N. Sinclair, K. Fezzaa, L. M. Lauderbach, R. L. Hodgins, D. A. Orlikowski, L. E. Fried, T. M. Willey // *Journal of Physical Chemistry C* – 2019. – V. 123, N 31. – P. 19153–19164.

70. Ершов, А. П. Образование фрактальных структур при взрыве / А. П. Ершов, А. Л. Куперштох // Физика горения и взрыва. – 1991. – Т. 28, № 2. – С. 111–117.
71. Куперштох, А. Л. Модель коагуляции углеродных кластеров при высоких плотностях и температурах / А. Л. Куперштох, А. П. Ершов, Д. А. Медведев // Физика горения и взрыва. – 1998. – Т. 34, № 4. – С. 102–109.
72. Даниленко, В. В. О коагуляции углеродных кластеров в детонационной волне // Физика горения и взрыва. – 2017. – Т. 53, № 1. – С. 105–114.
73. Алексенский, А. Е. Структура алмазного нанокластера / А. Е. Алексенский, М. В. Байдакова, А.Я. Вуль // Физика твердого тела. – 1999. – Т. 41, № 4. – С. 740–743.
74. Pruel, E. R. Formation of carbon nets in detonation products of high explosives / E. R. Pruel, D. I. Karpov, N. P. Satonkina // Proceedings Fifteenth International Detonation Symposium. Publication N ONR-43-280-15. – 2015. – P. 814–817.
75. Tong, Y. The effect of a detonation nanodiamond coating on the thermal decomposition properties of RDX explosives / Y. Tong, R. Liu, T. Zhang // Phys. Chem. Chem. Phys. – 2014. – V. 16. – P. 17648–17657.
76. Liu, Q. Review on the exploration of condensed carbon formation mechanism in detonation products / Q. Liu, Y. Duan, H. Ma, X. Long, Y. Han // AIP Advances. – 2020. – V. 10, N 5. – P. 050701.
77. Marshall, M. C. Shock Hugoniot measurements of single-crystal 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene (TATB) compressed to 83 GPa / M. C. Marshall, A. Fernandez-Pañella, T. W. Myers, J. H. Eggert, D. J. Erskine, S. Bastea, L. E. Fried, L. D. Leininger // Journal of Applied Physics. – 2020. – V. 127, N 18. – P. 185901.
78. Tanaka, K. Detonation properties of condensed explosives computed using the Kihara-Hikita-Tanaka equation of state. – Tsukuba Research Center, Japan, 1983. – 304 p.
79. Als-Nielsen, J. Elements of modern X-ray physics second edition / J. Als-Nielsen, D. McMorrow // United Kingdom : John Wiley & Sons, Ltd, 2011. – 419 p.
80. Невозмущающие методы диагностики быстропротекающих процессов / [Ю. Б. Базаров и др.] ; под ред. А. Л. Михайлова ; Российский федеральный ядерный центр - Всероссийский науч.-исследовательский ин-т экспериментальной физики. – Саров : ФГУП "РФЯЦ-ВНИИЭФ", 2015. – 321 с.

81. Экспериментальные методы в физике ударных волн и детонации : монография / Российский федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физике ; авторы-составители: М. В. Жерноклетов [и др.] ; под ред. М. В. Жерноклетова. – Саров : РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2020. – 517 с.
82. del Rio, M. S. Status of XOP: an x-ray optics software toolkit / M. S. del Rio, R. J. Dejus // *Advances in Computational Methods for X-Ray and Neutron Optics*. – 2004. – V. 5536. – P. 171–174.
83. del Rio, M. S. XOP v2.4: recent developments of the x-ray optics software toolkit / M. S. del Rio, R. J. Dejus // *Advances in Computational Methods for X-Ray Optics II*. – 2011. – V. 8141. – P. 368–372.
84. Тен, К. А. Использование синхротронного излучения для исследования взрывных процессов : дис. ... канд. физ.-мат. наук : 01.04.17. – Новосибирск. – 120 с.
85. Аульченко, В. М. Исследование быстропротекающих процессов рентгенодифракционными методами в Сибирском центре синхротронного и терагерцового излучения / В.М. Аульченко, В.В. Жуланов, Г.Н. Кулипанов, К.А. Тен, Б.П. Толочко, Л.И. Шехтман // *Успехи физических наук*. – 2018. – Т. 188, № 6. – С. 577–594.
86. Rubtsov, I. A. The growth of carbon nanoparticles during the detonation of trinitrotoluene / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, B. P. Tolochko, V. V. Zhulanov, L. I. Shekhtman, P. A. Piminov // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2016. – V. 754. – P. 052004.
87. Rubtsov, I. A. Synchrotron radiation method for study the dynamics of nanoparticle sizes in trinitrotoluene during detonation / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, B. P. Tolochko, L. I. Shechtman, V. V. Zhulanov // *Physics Procedia*. – 2016. – V. 84. – P. 374–381.
88. Titov V. M. Where and when are nanodiamonds formed under explosion? / V. M. Titov, B. P. Tolochko, K. A. Ten, L. A. Lukyanchikov, E. R. Pruel // *Diamond and Related Materials*. – 2007. – V. 16, N 12. – P. 2009–2013.
89. Ten, K. A. Carbon condensation in detonation of high explosives / K. A. Ten, V. M. Titov, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, B. P. Tolochko, Yu. A. Aminov, B. G. Loboiko, A. K. Muzyrya, E. B. Smirnov // *Proceedings Fifteenth International Detonation Symposium. Publication N ONR-43-280-15*. – 2015. – P. 369–374.



90. Rubtsov, I. A. Carbon condensation during detonation of high explosives of various diameters / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, V. M. Titov, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, S. I. Kremenko, B. P. Tolochko // Proceedings Sixteenth International Detonation Symposium. Publication N ONR-43-5762-19. – 2019. – P. 735–739.
91. Firestone, M. A. Structural evolution of detonation carbon in composition B by X-ray scattering / M. A. Firestone, D. M. Dattelbaum, D. W. Podlesak, R. L. Gustavsen, R. C. Huber, B. S. Ringstrand, E. B. Watkins, B. Jensen, T. Willey, L. Lauderbach, R. Hodgkin, M. Bagge–Hansen, T. van Buuren, S. Seifert, T. Grabe // AIP Conference Proceedings. – 2017. – V. 1793, N 1. – P. 030010.
92. Willey, T. M. Measurement of carbon condensates using small-angle X-ray scattering during detonation of high explosives / T. M. Willey, M. Bagge-Hansen, L. Lauderbach, R. Hodgkin, D. Hansen, C. May, T. van Buuren, D. M. Dattelbaum, R. L. Gustavsen, E. B. Watkins, M. A. Firestone, B. J. Jensen, T. Graber, S. Bastea, L. Fried // AIP Conference Proceedings. – 2017. – V. 1793, N 1. – P. 030012.
93. Watkins, E. B. Evolution of carbon clusters in the detonation products of the triaminotrinitrobenzene (TATB)-based explosive PBX 9502 // E. B. Watkins, K. A. Velizhanin, D. M. Dattelbaum, R. L. Gustavsen, T. D. Aslam, D. W. Podlesak, R. C. Huber, M. A. Firestone, B. S. Ringstrand, T. M. Willey, M. Bagge-Hansen, R. Hodgkin, L. Lauderbach, T. van Buuren, N. Sinclair, P. A. Rigg, S. Seifert, T. Gog // Journal of Physical Chemistry C. – 2017. – V. 121, N 41. – P. 23129–23140.
94. Gustavsen, R. L. Time resolved small angle X-ray scattering experiments performed on detonating explosives at the advanced photon source: Calculation of the time and distance between the detonation front and the x-ray beam / R. L. Gustavsen, D. M. Dattelbaum, E. B. Watkins, M. A. Firestone, D. W. Podlesak, B. J. Jensen, B. S. Ringstrand, R. C. Huber, J. T. Mang, C. E. Johnson, K. A. Velizhanin, T. M. Willey, D. W. Hansen, C. M. May, R. L. Hodgkin, M. Bagge-Hansen, A. W. van Buuren, L. M. Lauderbach, A. C. Jones, T. J. Graber, N. Sinclair, S. Seifert, T. Gog // Journal of Applied Physics. – 2017. – V. 121, N 10. – P. 105902.
95. Hammons, J. A. Observation of variations in condensed carbon morphology dependent on composition B detonation conditions / J. A. Hammons, M. H. Nielsen, M. Bagge-Hansen, L. M. Lauderbach, R. L. Hodgkin, S. Bastea, L. E. Fried, M. R. Cowan, D. A. Orlikowski, T. M. Willey // Propellants, Explosives, Pyrotechnics. – 2020. – V. 45, N 2. – P. 347–355.

96. Aulchenko, V. M. Development of fast one-dimensional X-ray detector for imaging of explosions / V. Aulchenko, O. Evdokov, S. Ponomarev, L. Shekhtman, K. Ten, B. Tolochko, I. Zhogin, V. Zhulanov // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2003. – V. 513, N 1. – P. 388–393.
97. Tolochko, B. P. The synchrotron radiation beamline 8-b at VEPP-4 collider for SAXS, WAXS and micro tomography investigation of fast processes at extreme condition of high temperature and pressure with nanosecond time resolution / B. P. Tolochko, A. V. Kosov, O. V. Evdokov, I. L. Zhogin, K. A. Ten, E. R. Pruel, L. I. Shekhtman, V. M. Aulchenko, V. V. Zhulanov, P. F. Piminov, V. P. Nazmov, K. V. Zolotarev, G. N. Kulipanov // Physics Procedia. – 2016. – V. 84. – P. 427–433.
98. Cammarata, M. Chopper system for time resolved experiments with synchrotron radiation / M. Cammarata, L. Eybert, F. Ewald, W. Reichenbach, M. Wulff, P. Anfinrud, F. Schotte, A. Plech, Q. Kong, M. Lorenc, B. Lindenau, J. Rabiger, S. Polachowski // Review of Scientific Instruments. – 2009. – V. 80, N 1. – P. 015101.
99. Olbinado, M. P. Ultra high-speed x-ray imaging of laser-driven shock compression using synchrotron light / M. P. Olbinado, V. Cantelli, O. Mathon, S. Pascarelli, J. Grenzer, A. Pelka, M. Roedel, I. Prencipe, A. L. Garcia, U. Helbig, D. Kraus, U. Schramm, T. Cowan, M. Scheel, P. Pradel, T. D. Resseguier, A. Rack // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2018. – V. 51, N 5. – P. 055601.
100. Eakins, D. E. X-ray imaging of subsurface dynamics in high-Z materials at the Diamond Light Source / D. E. Eakins, D. J. Chapman // Review of Scientific Instruments. – 2014. – V. 85, N 12. – P. 123708.
101. Shen Q. Dedicated full-field X-ray imaging beamline at Advanced Photon Source / Q. Shen, W.-K. Lee, K. Fezzaa, Y. S. Chu, F. De Carlo, P. Jemian, J. Ilavsky, M. Erdmann, G. G. Long // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2007. – V. 582, N 1. – P. 77-79.
102. Capatina, D. DCS - A high flux beamline for time resolved dynamic compression science – Design highlights / D. Capatina, K. D’Amico, J. Nudell, J. Collins, O. Schmidt // AIP Conference Proceedings. – 2016. – V. 1741, N 1. – P. 030036.
103. McMahon M. Conceptual design report. Dynamic laser compression experiments at the HED instrument of European XFEL / M. McMahon, U. Zastra // European XFEL N XFEL.EU TR-2017-001, 2017. – 175 p.

104. Mason, P. Development of a 100 J, 10 Hz laser for compression experiments at the High Energy Density instrument at the European XFEL / P. Mason, S. Banerjee, J. Smith, T. Butcher, J. Phillips, H. Hoppner, D. Moller, K. Ertel, M. De Vido, I. Hollingham, A. Norton, S. Tomlinson, T. Zata, J. S. Merchan, C. Hooker, M. Tyldesley, T. Toncian, C. Hernandez-Gomez, C. Edwards, J. Collier // *High Power Laser Science and Engineering*. – 2018. – V. 6. – P. e65.
105. Radousky, H. B. Time resolved X-ray diffraction in shock compressed systems / H. B. Radousky, M. R. Armstrong, N. Goldman // *Journal of Applied Physics*. – 2021. – V. 129, N 4. – P. 040901.
106. Wang, X. The laser shock station in the dynamic compression sector. I / X. Wang, P. Rigg, J. Sethian, N. Sinclair, N. Weir, B. Williams, J. Zhang, J. Hawreliak, Y. Toyoda, Y. Gupta, Y. Li, D. Broege, J. Bromage, R. Earley, D. Guy, J. Zuegel // *Review of Scientific Instruments*. – 2019. – V. 90, N 5. – P. 053901.
107. Martin, A. A. Ultrafast dynamics of laser-metal interactions in additive manufacturing alloys captured by in situ X-ray imaging / A. A. Martin, N. P. Calta, J. A. Hammons, S. A. Khairallah, M. H. Nielsen, R. M. Shuttlesworth, N. Sinclair, M. J. Matthews, J. R. Jeffries, T. M. Willey, J. R. Lee // *Materials Today Advances*. – 2019. – V. 1. – P. 100002.
108. Nielsen, M. H. Single-bunch imaging of detonation fronts using scattered synchrotron radiation / M. H. Nielsen, J. A. Hammons, M. Bagge-Hansen, L. M. Lauderbach, R. L. Hodgkin, K. M. Champley, W. L. Shaw, N. Sinclair, J. A. Klug, Y. Li, A. Schuman, A. W. van Buuren, E. B. Watkins, R. L. Gustavsen, R. C. Huber, T. M. Willey // *Journal of Applied Physics*. – 2018. – V. 123, N 22. – P. 225902.
109. Hammons, J. A. Submicrosecond Aggregation during Detonation Synthesis of Nanodiamond / J. A. Hammons, M. H. Nielsen, M. Bagge-Hansen, S. Bastea, C. May, W. L. Shaw, A. Martin, Y. Li, N. Sinclair, L. M. Lauderbach, R. L. Hodgkin, D. A. Orlikowski, L. E. Fried, T. M. Willey // *The Journal of Physical Chemistry Letters*. – 2021. – V. 12, N 22. – P. 5286–5293.
110. Aulchenko, V. M. Fast high resolution gaseous detectors for diffraction experiments and imaging at synchrotron radiation beam / V. M. Aulchenko, S. E. Baru, O. V. Evdokov, V. V. Leonov, P. A. Pampushev, V. V. Porosev, G. A. Savinov, M. R. Sharafutdinov, L. I. Shekhtman, K. A. Ten, V. M. Titov, B. P. Tolochko, A. V. Vasiljev, I. L. Zhogin, V. V. Zhulanov // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. – 2010. – V. 623. – P. 600–602.

111. Aulchenko, V. M. A detector for imaging of explosions on a synchrotron radiation beam / V. M. Aulchenko, O. V. Evdokov, I. L. Zhogin, V. V. Zhulanov, E. R. Pruel, B. P. Tolochko, K. A. Ten, L. I. Shekhtman // *Instruments and Experimental Techniques*. – 2010. – V. 53, N 3. – P. 334–349.
112. Аульченко, В. М. Детектор для изучения взрывных процессов на пучке синхротронного излучения / В. М. Аульченко, О. В. Евдоков, И. Л. Жогин, В. В. Жуланов, Э. Р. Прууэл, Б. П. Толочко, К. А. Тен, Л. И. Шехтман // *Приборы и техника эксперимента*. – 2010. – № 3. – С. 20–35.
113. Shekhtman, L. I. GEM-based detectors for SR imaging and particle tracking / L. I. Shekhtman, V. M. Aulchenko, A. E. Bondar, A. D. Dolgov, V. N. Kudryavtsev, D. M. Nikolenko, P. A. Papushev, E. R. Pruel, I. A. Rachek, K. A. Ten, V. M. Titov, B. P. Tolochko, V. N. Zhilich, V. V. Zhulanov // *Journal of Instrumentation*. – 2012. – V. 7. – P. C03021.
114. Shekhtman, L. I. Upgrade of the Detector for Imaging of Explosions / L. I. Shekhtman, V. M. Aulchenko, V. N. Kudryavtsev, V. D. Kutovenko, V. M. Titov, V. V. Zhulanov, E. R. Pruel, K. A. Ten, B. P. Tolochko // *Physics Procedia*. – 2016. – V. 84. – P. 189–196.
115. Aulchenko, V. M. Development of the microstrip silicon detector for imaging of fast processes at a synchrotron radiation beam / V. Aulchenko, E. Pruel, L. Shekhtman, K. Ten, B. Tolochko, V. Zhulanov // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. – 2017. – V. 845. – P. 169–172.
116. Shekhtman, L. I. Operation of a silicon microstrip detector prototype for ultra-fast imaging at a synchrotron radiation beam / L. Shekhtman, V. Aulchenko, D. Kudashkin, V. Kudryavtsev, E. Pruel, K. Ten, B. Tolochko, V. Zhulanov // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. – 2020. – V. 958. – P. 162655.
117. Петров, Е. А. Влияние плотности и зернистости триаминотринитробензола на выход и размеры частиц детонационных наноалмазов / Е. А. Петров, А. А. Колесникова, К. С. Барабошкин // *Тезисы XV Всероссийского симпозиума по горению и взрыву*. – 2020. – Т. 2. – С. 125.
118. Свергун, Д. И. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние / Д. И. Свергун, Л. А. Фейгин. – М. : Наука, 1986. - 278 с.
119. Schnablegger, H. The SAXS Guide (3-rd edition) / H. Schnablegger, Y. Singh. – Austria : Anton Paar GmbH, 2013. – 122 p.

120. Berger, M. J. NIST XCOM: Photon Cross Sections Database [Electronic resource] / M. J. Berger, J. H. Hubbell, S. M. Seltzer, J. Chang, J. S. Coursey, R. Sukumar, D. S. Zucker, K. Olsen. – URL: <https://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/html/xcom1.html> (accessed 20.08.2021).
121. Rubtsov, I. A. Methods to restore the dynamics of carbon condensation during the detonation of high explosives / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, S. I. Kremenko, M. S. Voronin, L. I. Shekhtman, V. V. Zhulanov, B. P. Tolochko // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2019. – V. 1147. – P. 012038.
122. Peters, G. S. The small-angle X-ray scattering beamline BioMUR at the Kurchatov synchrotron radiation source / G. S. Peters, O. A. Zakharchenko, P. V. Konarev, Y. V. Karmazikov, M. A. Smirnov, A. V. Zabelin, E. H. Mukhamedzhanov, A. A. Veligzhanin, A. E. Blagov, M. V. Kovalchuk // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. – 2019. – V. 945. – P. 162616.
123. Hammersley, A. P. FIT2D: a multi-purpose data reduction, analysis and visualization program // *Journal of Applied Crystallography*. – 2016. – V. 49, N 2. – P. 646–652.
124. Konarev, P. V. PRIMUS: a Windows PC-based system for small-angle scattering data analysis / P. V. Konarev, V. V. Volkov, A. V. Sokolova, M. H. J. Koch, D. I. Svergun // *Journal of Applied Crystallography*. – 2003. – V. 36, N 5. – P. 1277–1282.
125. Rubtsov, I. A. Restoring size of detonation nanodiamonds from small-angle x-ray scattering of polychromatic synchrotron radiation beam / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov, Ya. V. Zubavichus, G. S. Peters, A. A. Veligzhanin // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2021. – V. 1787. – P. 012029.
126. Galassi M., al. GNU Scientific Library Reference Manual (3rd Ed.) [Electronic resource]. — ISBN 0954612078. — URL: <http://www.gnu.org/software/gsl> (accessed 20.08.2021).
127. Удалова, А. Ю. Свойства промышленных наноалмазов, полученных ударно-волновым и детонационным методами синтеза / А. Ю. Удалова, Д. А. Прибавкин, А. А. Ветрова, А. В. Балахнина, А. Б. Прибавкин, Е. А. Петров // *Перспективы создания и применения конденсированных высокоэнергетических материалов: материалы докладов VIII Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых, Бийск*. – 2021. – С. 102–103.

128. Рубцов, И. А. Двухстадийная модель конденсации углерода // Сибирский физический журнал. – 2021. – № 2. Принята к печати в 2021 г.
129. Witten, T. A. Diffusion-limited aggregation, a kinetic critical phenomenon / T. A. Witten, L. M. Sander // Phys. Rev. Lett. – 1981. – V. 47. – P. 1400–14003.
130. Ершов, А. П. Моделирование синхротронной диагностики взрыва // Письма в журнал технической физики. – 2001. – Т. 27, № 19. – С. 90–94.
131. Даниленко, В. В. Особенности синтеза детонационных наноалмазов // Физика горения и взрыва. – 2005. – Т. 41, № 5. – С. 104–116.
132. Зубков, П. И. Электродинамическая модель конденсации углерода при детонации тротила // Труды VIII международной конференции Забабахинские научные чтения, Снежинск. – 2005.
133. Zubkov, P. I. Dynamic mechanism of carbon condensation in TNT detonation // Journal of Engineering Thermophysics – 2015. – V. 24, N 1. – P. 57–67.
134. Tolochko, B. P. Physical–chemical model of processes at detonation synthesis of nanodiamonds / B. P. Tolochko, V. M. Titov, A. P. Chernyshev, K. A. Ten, E. R. Pruel, I. L. Zhogin, P. I. Zubkov, N. Z. Lyakhov, L. A. Lukuanchikov, M. A. Sheromov // Physical–chemical model of processes at detonation synthesis of nanodiamonds – 2007. – V. 16, N 12. – P. 2014–2017.
135. Гребенкин, К. Ф. Моделирование слабонеидеальной детонации конденсированных взрывчатых веществ с высоким содержанием углерода / К. Ф. Гребенкин, С. К. Царенкова, А. С. Шнитко // Физика горения и взрыва. – 2008. – Т. 44, № 2. – С. 56–60.
136. Rubtsov, I. A. Study of the dynamics of nanoparticle sizes in trinitrotoluene detonation using the VEPP-4M synchrotron radiation / I. A. Rubtsov, K. A. Ten, E. R. Pruel, A. O. Kashkarov // Journal of Physics: Conference Series – 2016. – V. 774. – P. 012071.
137. Рубцов, И.А. Измерение малоуглового рентгеновского рассеяния от наночастиц углерода при детонации энергетических материалов / И. А. Рубцов, К. А. Тен, Э. Р. Прууэл, А. О. Кашкаров // Боеприпасы XXI век. – 2017. – № 1. – С. 221–223.
138. Рубцов, И. А. Концептуальный проект Станции 1-3 "Быстропротекающие процессы" на источнике синхротронного излучения ЦКП "СКИФ" / И. А. Рубцов, Э. Р. Прууэл, К. А. Тен, А. О. Кашкаров, А. А. Студенников, В. П. Халеменчук, А. С. Аракчеев, К. В. Золотарев, К. Э. Купер,

Н. А. Мезенцев, Н. И. Разумов, Я. В. Ракшун, А. Е. Требушинин,  
Ю. В. Хомяков, В. А. Чернов, Л. И. Шехтман, В. А. Шкаруба, Я. В. Зубавичус,  
А. Ю. Коновалова, С. В. Ращенко, Б. П. Толочко // Боеприпасы XXI век. –  
2021. – № 2. Принята к печати в 2021 г.