

# ИССЛЕДОВАНИЕ НЕСОВЕРШЕННЫХ ПРИРОДНЫХ АЛМАЗОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ РЕНТГЕНОВСКОГО СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ (МЕТОД «ЛАУЭ-СИ»)

Г.М. Рылов<sup>1</sup>, Э.С. Ефимова<sup>1</sup>, Н.В. Соболев<sup>1</sup>, В.С. Шацкий<sup>1</sup>, Б.П. Толочко<sup>2</sup>  
Г.Н. Кулипанов<sup>2</sup>, М.Р. Шарафутдинов<sup>2</sup>, В.И. Кондратьев<sup>2</sup>.

*1-Институт минералогии и петрографии Со РАН, Новосибирск, Россия*

*2-Институт ядерной физики Со РАН, Новосибирск, Россия.*

Реализован метод («лауэ-СИ») для ускоренного набора экспериментальных данных при изучении несовершенных природных алмазов с целью установления природы несовершенства кристаллической решётки. Для достижения этой цели использованы характерные свойства рентгеновского синхротронного излучения - малая расходимость пучка, высокая интенсивность излучения и оптимальный рабочий диапазон длин волн (0,3 - 1,5 Å), при которых алмаз является практически прозрачным вплоть до толщины ~ 5 мм. Одновременно используются два других указанных выше свойства, в результате чего достигаются результаты, свойственные сразу двум методам - методу Лауэ и топографии.

Методом «лауэ-СИ» исследованы ~ 30 кристаллов алмаза, среди которых выявлены несколько типов с различным происхождением (генезисом) несовершенств: ростового волокнисто-дендритного, деформационного, смешанного деформационно - ростового.

Показано, что в определённых условиях некоторые кристаллы алмаза вырастают в достаточно крупные прозрачные и огранённые кристаллы (в октаэдрах, ромбододекаэдрах и др.), а затем уже деформируются пластически при повышенных температурах (> 1200°C). (Рис.1).

Различия в характере топографических изображений дефектов дополнительно показывают, что деформация кристаллов происходила при различных условиях.

Ростовые условия для кубоидов из Заира (Африка) с радиально - лучистым строением также оказались не одинаковы для различных образцов: одни имеют тонковолокнистое, другие - грубоволокнистое и даже дендрито-подобное строение. (Рис.2).

Округлые алмазы V-разновидности относятся к деформационно - ростовому типу с дендрито-подобной субструктурой (Рис.3).

Одновременное топографическое изображение кристалла в нескольких дифракционных отражениях позволяет ускорить расшифровку картины дифракции.

Таким образом, ускоренный метод «лауэ-СИ» и его качественная сторона, позволяет исследовать большие массивы необработанных алмазов в реальном масштабе времени.

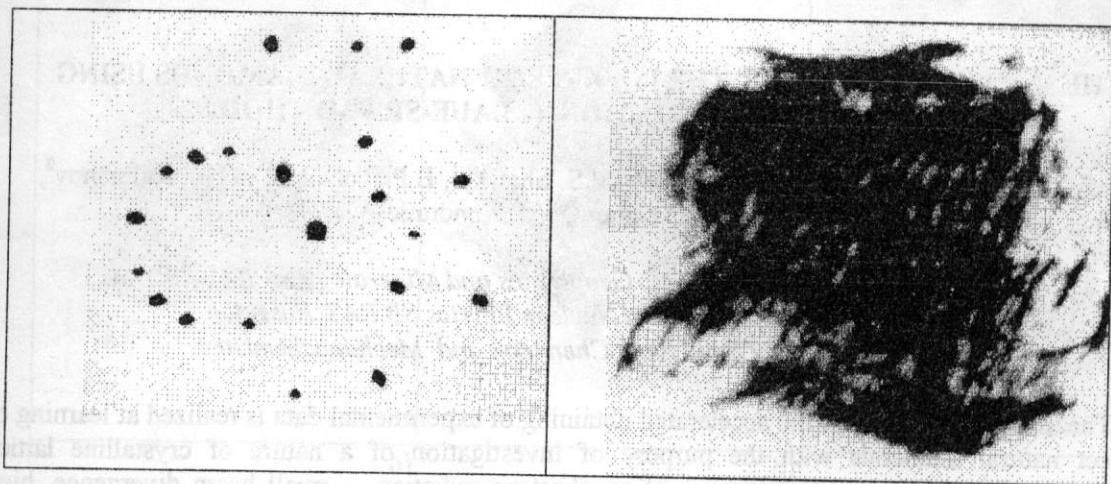


Рис.1 а) Лауэграмма монокристалла октаэдрического габитуса;

б) пятно - топограмма свидетельствует о пластической деформации по двум системам скольжения. Обр. № V<sub>n</sub> -97-15.

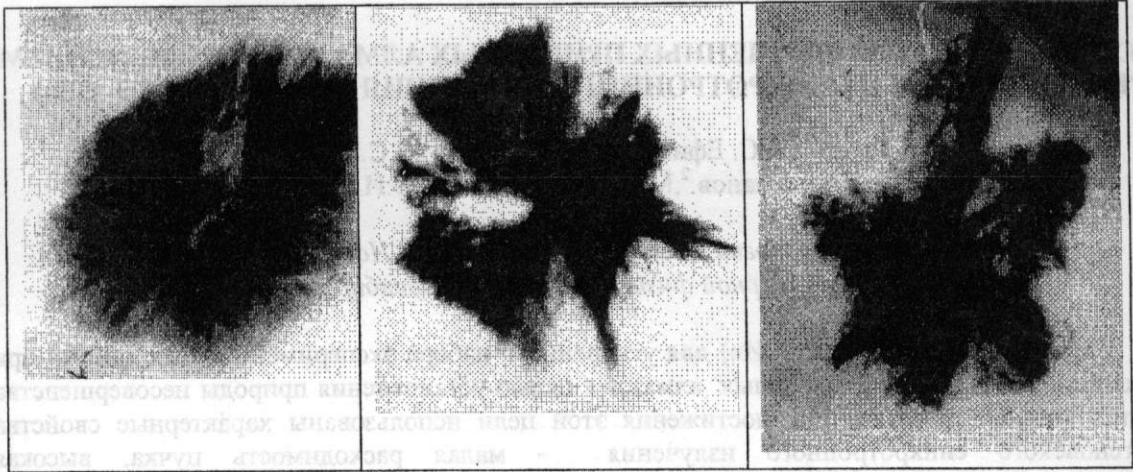


Рис. 2. Радиально – лучистое строение кубоидов из Заира (Африка).

Образцы: а) № Z-1 ; б) № Z-2 ; в) № Z-9. (дендритное строение).

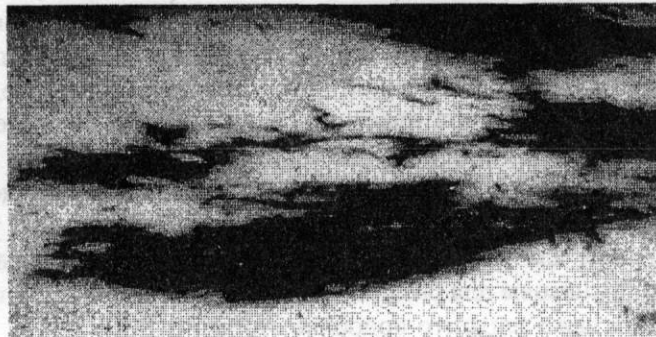


Рис. 3. Дендрито-подобное строение округлых алмазов V-разновидности.

Рылов Геннадий Михайлович [rafgoz@uiggm.nsc.ru](mailto:rafgoz@uiggm.nsc.ru)

## THE INVESTIGATIONS OF THE IMPERFECT NATURAL DIAMONDS USING SYNCHROTRON RADIATION (« LAUE-SR » METHOD)

G.M. Rylov<sup>1</sup>, E.S. Efimova<sup>1</sup>, N.V. Sobolev<sup>1</sup>, V.S. Shatsky<sup>1</sup>, B.P. Tolochko<sup>3</sup>, G.N. Kulipanov<sup>2</sup>, M.R. Sharafutdinov<sup>3</sup>, V.I. Kondratjev<sup>2</sup>

1- *United Institute of Geology, Geophysics and Mineralogy SB RAS, Russia*

2- *Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS, Russia*

3- *Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry*

The method Laue-SR for the accelerated obtaining of experimental data is realized at learning of imperfect natural diamonds with the purpose of investigation of a nature of crystalline lattice imperfection. The characteristic properties of synchrotron radiation - small beam divergence, high intensity and optimal effective range of lengths of waves (0,3 -1,5Å), at which the diamond is practically transparent up to thickness ~ 5 mm are used for achievement of this purpose. Other two mentioned above properties are simultaneously used, therefore the results peculiar at once to two methods to a method the Laue and topography are reached.

About 30 crystals of diamond are researched by Laue method, among which some types with a different genesis of the imperfection are detected: growth fiber-like-dendritic, deformativ and mixed.



It is shown, that at the defined conditions some crystals of diamond grows to enough large transparent and cut ones (in octahedrons, rhombododecahedrons, etc.), and then are deformed plastically at high temperatures ( $> 1200\text{ C}$ ). (Fig. 1).

The distinctions in character of the topographical maps of defects additionally displays, that the deformation of the crystals occurred under different conditions.

The growth conditions for cuboids from Zaire (Africa) with a radial-shaft structure also have appeared are not identical to different samples: ones have fine fiber-like, others - coarse fiber-like and even a dendrite-like structure. (Fig. 2).

Rounded diamonds of a V-type are related to deformativ-growth type with dendrite-like substructure (Fig. 3).

The obtaining of simultaneous topographical map of crystals in several diffraction reflections allows increasing the rate of the Laue patterns decryption.

Thus, the accelerated method "Laue-SR" and its quality allows to research large amount of raw diamonds in real-time.

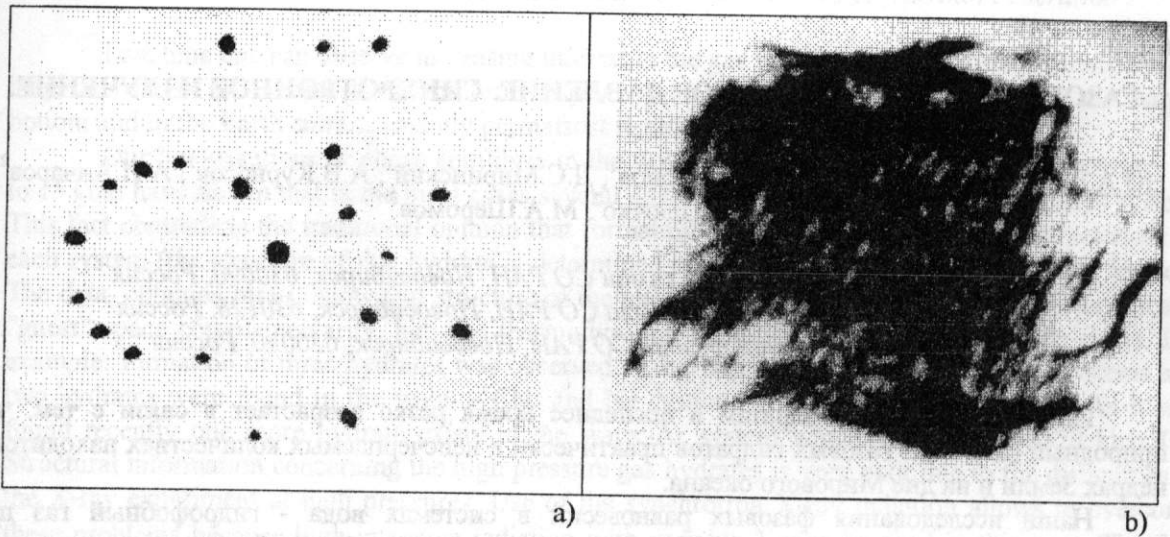


Fig. 1. Laue pattern of gabitus octahedron and the spot – the illustration of plastic deformation in two systems of sliding. Sample  $V_n-97-15$

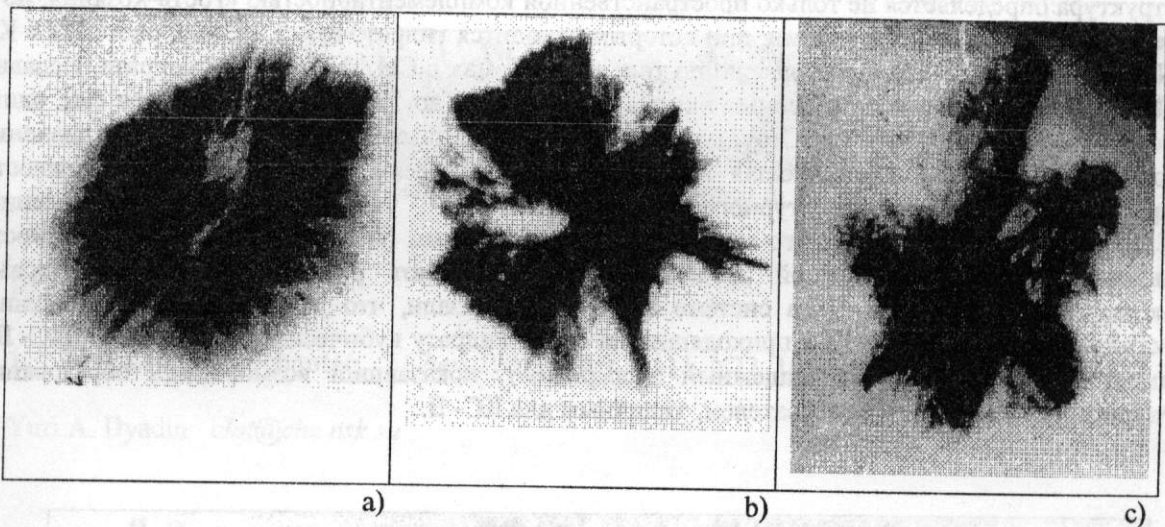


Fig. 2. Radial-shaft structure of the cuboids from Zaire. Samples a) - Z-1, b) - Z-2, c) - Z-9

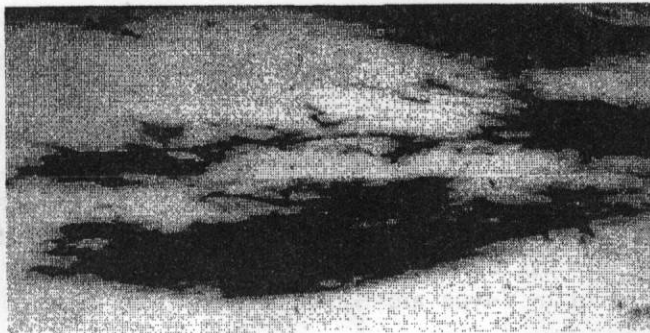


Fig. 3. Dendrite-like structure of rounded V-type diamonds.

Gennady M. Rylov rafgoz @ uiggm.nsc.ru

6-110

### ГАЗОВЫЕ ГИДРАТЫ. ВЫСОКОЕ ДАВЛЕНИЕ. СИНХРОТРОННОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ.

Ю.А. Дядин<sup>1</sup>, А.Ю. Манаков<sup>1</sup>, Э.Г. Ларионов<sup>1</sup>, Д.С. Миринский<sup>1</sup>, А.В. Курносов<sup>1</sup>, А.И. Анчаров<sup>2</sup>,  
Б.П. Толочко<sup>2</sup>, М.А. Шеромов<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск, 630090, Россия

<sup>2</sup>Институт химии твердого тела СО РАН, Новосибирск, 630128, Россия

<sup>3</sup>Институт ядерной физики СО РАН, Новосибирск, 630090, Россия

Интерес к газовым гидратам в последнее время резко возрастает в связи с тем, что природный газ в виде газовых гидратов практически в неисчерпаемых количествах находится в недрах Земли и на дне Мирового океана.

Наши исследования фазовых равновесий в системах вода - гидрофобный газ при давлениях до 15 кбар показали, что в подавляющем числе случаев образуется по несколько гидратов в системе, вопреки бытовавшей точке зрения о наличии лишь одного гидрата, структура которого определялась размером и формой молекулы гостя. Т.о. было показано, что структура определяется не только пространственной комплементарностью «гость-хозяин», но и термодинамическими условиями, при которых находится гидрат. Так, в водных системах с Kr, N<sub>2</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>, SF<sub>6</sub> до 15 кбар обнаружено по три, а в системах с CH<sub>4</sub>, Ne - по два гидрата. Недавно [1] к трем гидратам, обнаруженных нами в системе с Ar до 15 кбар, был добавлен еще один, устойчивый при P > 20 кбар. Структурная информация о газовых гидратах высокого давления (одна из основных, вскрывающая их природу), практически отсутствует из-за сложности проведения рентгеноструктурного эксперимента в условиях высоких давлений. Синхротронное излучения с его известными достоинствами (мощность пучка и возможность выбора излучения с нужной длиной волны) позволяют решать эту задачу. Первые эксперименты, проведенные в системе H<sub>2</sub>O - SF<sub>6</sub>, показали, что гидрат высокого давления, устойчивый при P > 50 МПа и приходящий на смену гидрату кубической структуры II (КС- II), имеет КС- I. Это первый надежный эксперимент, показавший возможность образования гидрата КС- I с гидратообразователем, типичным для КС- II.

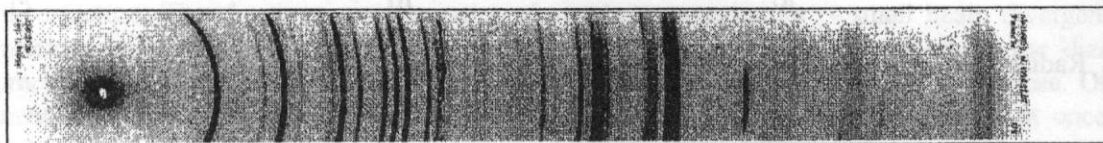


Рис. 1 Первая дебаеграмма, полученная для системы SF<sub>6</sub> - вода при давлении 6.5 кбар.



## Литература:

1. Н.Т. Lotz, J.A. Schouten, *J.Chem.Phys.*, 1999, v.111, N22, 10242-47.

Юрий Алексеевич Дядин [clat@che.nsk.su](mailto:clat@che.nsk.su)

## GAS HYDRATES. HIGH PRESSURES. SYNCHROTRON RADIATION

Yu.A. Dyadin<sup>1</sup>, A.Yu. Manakov<sup>1</sup>, E.G. Larionov<sup>1</sup>, D.S. Mirinsky<sup>1</sup>, Alexandr V. Kurnosov<sup>1</sup>, A.I. Ancharov<sup>2</sup>, B.P. Tolochko<sup>2</sup>, M.A. Sheromov<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Institute of Inorganic Chemistry SD RAS, Novosibirsk, 630090, Russian Federation*

<sup>2</sup>*Institute of Solid State Chemistry SD RAS, Novosibirsk, 630128, Russian Federation*

<sup>3</sup>*Budker Institute of Nuclear Physics SD RAS, Novosibirsk, 630128, Russian Federation*

Last time one can observe increasing interest to the gas hydrates that is caused by discovery of huge deposits of the natural gas in the form of gas hydrates. These deposits are located at the margin bottom and in the Earth entrails (mainly permafrost regions).

Our investigations of phase equilibria in the water - hydrophobic gas systems at pressures up to 15 kbar have shown that in the most cases several different hydrates may be formed in each system. This fact contradicts the traditional opinion that formation of the only gas hydrate is characteristic of each system (the structure of this hydrate is determined by the size and shape of the hydrate former). The data, obtained by us, show that structure of the gas hydrate is determined not only by the "host"- "guest" space complementarity, but also thermodynamic conditions at which the hydrate exists. For example: formation of three hydrates was observed in the water - Ar, Kr, N<sub>2</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>, SF<sub>6</sub> systems and two hydrates were found in the water - CH<sub>4</sub> and Ne systems at pressures up to 15 kbar. As it was found recently one more hydrate exists in the water-Ar system which is stable at P>20 kbar [1]. Structural information concerning the high pressure gas hydrates is very poor due to the difficulties in the X-ray experiment at high pressures. Use of the synchrotron X-ray radiation allows to overcome these problems because high-intensive radiation with variable  $\lambda$  may be used in this case. The first experiments have shown that in the water - SF<sub>6</sub> system (CS-II gas hydrate forms in this system at ambient conditions) at pressures higher 50 MPa the CS-I gas hydrate forms. This is the first reliable data which shows that CS-I gas hydrates may be formed by the typical CS-II hydrate former.

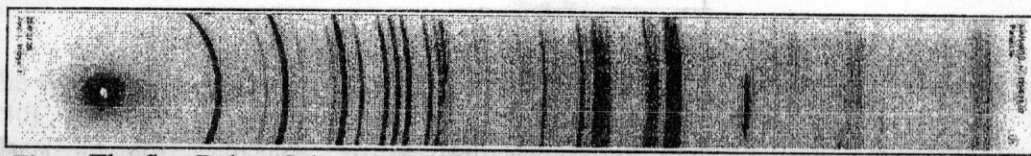


Fig. 1 The first Debye-Scherrer X-ray pattern obtained in the water - SF<sub>6</sub> system at pressure 6.5 kbar.

## References:

1. Н.Т. Lotz, J.A. Schouten, *J.Chem.Phys.*, 1999, v.111, N22, 10242-47.

Yuri A. Dyadin [clat@che.nsk.su](mailto:clat@che.nsk.su)

## ДИНАМИКА ОБРАЗОВАНИЯ ЧАСТИЦ КОНДЕНСИРОВАННОЙ ФАЗЫ ПРИ ДЕТОНАЦИИ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ.

Алешаев А. Н.<sup>1</sup>, Зубков П. И.<sup>2</sup>, Кулипанов Г. Н.<sup>1</sup>, Лукьянчиков Л. А.<sup>2</sup>,  
Ляхов Н. З.<sup>3</sup>, Мишнев С. И.<sup>1</sup>, Тен К. А.<sup>2</sup>, Титов В. М.<sup>2</sup>, Толочко Б. П.<sup>3</sup>,  
Федотов М. Г.<sup>1</sup>, Шеромов М. А.<sup>1</sup>

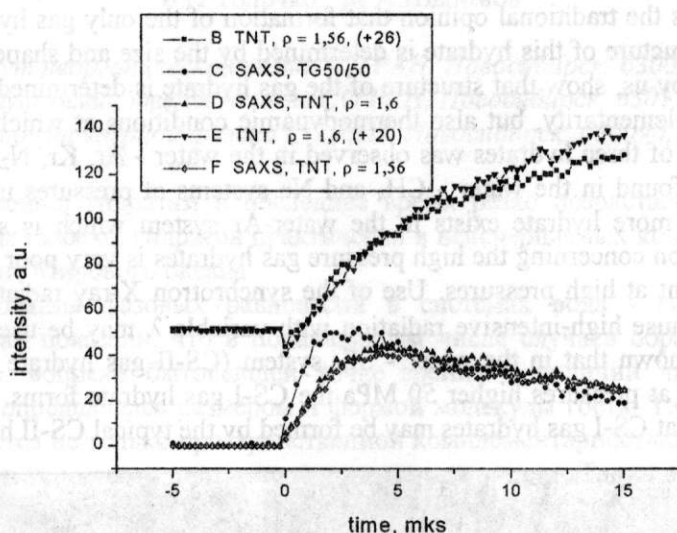
<sup>1</sup>Институт ядерной физики им. Будкера СО РАН

<sup>2</sup>Институт гидродинамики им. Лаврентьева СО РАН

<sup>3</sup>Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН.

Синтез ультрадисперсных алмазов (УДА) при детонации взрывчатых веществ (ВВ) с высоким отрицательным кислородным балансом обнаружен более 20 лет тому назад. Однако, несмотря на многочисленные исследования конденсации углерода в детонационных волнах общепринятой модели явления нет.

Экспериментальные исследования синтеза УДА в детонационных волнах в тротиле и его сплавах с гексогеном и при ударном сжатии органических веществ показали, что распределение алмазных частиц по размерам (средний размер 4-5 нм) практически не зависит от условий проведения экспериментов и от диаметра заряда. На этом основании был сделан вывод об образовании алмазов в зоне химической реакции.



В предлагаемом докладе приведены результаты экспериментов по малоугловому рентгеновскому рассеянию (МУРР) СИ на возникающих в детонационных волнах частицах конденсированной фазы углерода, и по измерению изменения плотности ВВ при детонации по интенсивности проходящего излучения.

Измерения МУРР проводились в детонационных волнах в тротиле и его сплавах с гексогеном, в прессованных и насыпных октогене, гексогене, тэне и некоторых других ВВ.

На рисунке приведены результаты экспериментов для тротила и ТГ50/50.

Полученные сигналы МУРР сравнивались с распределением электропроводности в детонационной волне в тротиле и в октогене, полученные в независимых экспериментах.

Анализ полученных результатов позволяет обоснованно предположить, что конденсация свободного углерода происходит не только в зоне химической реакции, а продолжается и в разлетающихся продуктах детонации. Электропроводность за детонационным фронтом непосредственно связана со свободным углеродом и его конденсацией.

Павел Иванович Зубков [zubk@hydro.nsc.ru](mailto:zubk@hydro.nsc.ru)

# THE DYNAMICS OF THE CONDENSED PHASE FORMATION BEYOND A DETONATION WAVE.

A.N.Aleshaev<sup>1</sup>, M.G.Fedotov<sup>1</sup>, G.N.Kulipanov<sup>1</sup>, L.A.Lukianchikov<sup>2</sup>, N.Z.Lyakhov<sup>3</sup>,  
S.I.Mishnev<sup>1</sup>, K. A.Ten<sup>2</sup>, V.M.Titov<sup>2</sup>, P.I.Zubkov<sup>2</sup>, M.A.Sheromov<sup>1</sup>, B.P.Tolochko<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Bunker Institute of Nuclear Physic, Novosibirsk, 630090, Russia

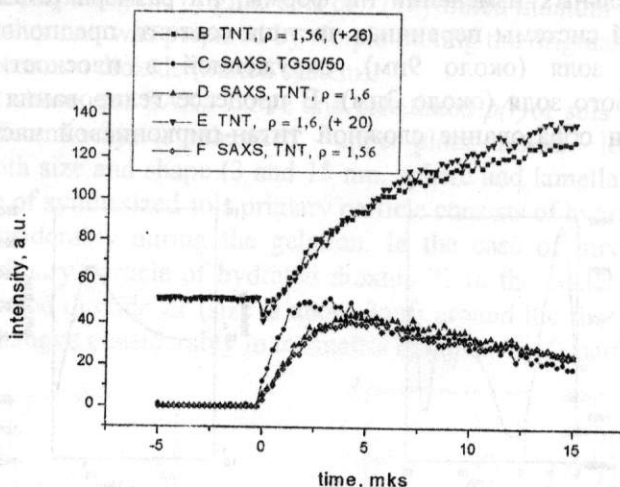
<sup>2</sup>Lavrentiev Institute of Hydrodynamic, Novosibirsk, 630090, Russia

<sup>3</sup>Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry, Novosibirsk-128, Russia.

The diamond-like microcrystalline phase formation beyond a detonation wave in explosives with negative oxygen percentage has been found more than 20 years ago. However, the generally acceptable model of this process is absent in spite of the multiple researches.

The experimental studies of diamond synthesis beyond a detonation wave in trinitrotoluene (TNT) and in its alloys with hexogene(RDX) and beyond a shock-wave compression of organic compounds showed that the size distribution for diamond particles is practically independent on an experiment condition (the medium size of the particles is about 4-5nm). As a sequence it was assumed a diamond phase formation in the zone of chemical reaction.

In the presented paper the main results of a measurement of the small-angle X-ray diffraction (SAX) by the particles of the condensed phase of carbon and of a measurement of explosive density variation in detonation wave are described. SAX measurements were performed for detonation waves in trinitrotoluene, its alloys with hexogene and for a number of other explosives.



The figure are shown the experimental results for trinitrotoluene and for TNT/hexogen alloy (TG 50/50).

The SAX signals were compared with distribution of electrical conductivity in detonation wave for TNT and for octogen corresponded by the independent experiments. The analysis of obtained results valid to assume that free carbon condensation takes place not only in zone of chemical reaction but continues in the vanish products of detonation. Electrical conductivity beyond the detonation front is directly connected with free carbon and with its condensation.

Pavel Zubkov [zubk@hydro.nsc.ru](mailto:zubk@hydro.nsc.ru)

6-107

## СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В TI-ZR ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИСТЕМАХ

Ю.А.Гапонов<sup>а</sup>, Л.Г.Каракчиев<sup>а</sup>, Н.З.Ляхов<sup>а</sup>, Ю.Амемя<sup>б</sup>, К.Ито<sup>в</sup>, Х.Камикубо<sup>в</sup>

<sup>а</sup>Институт химии твёрдого тела и механохимии, Кутателадзе, 18, Новосибирск, 630128

<sup>б</sup>Токийский Университет, 7-3-1 Хонго, Бункио, Токио, 113-8656, Япония

<sup>в</sup>Ускорительный исследовательский центр в области высоких энергий, 1-1 Охо, Тцукуба, Ибараки 305-0801, Япония