

Получение наноразмерных энергетических материалов и изделий на их основе предусматривает определение физико-механических и физико-химических характеристик, которое невозможно без современных средств анализа. Определение линейных параметров наноразмерных частиц до недавнего времени являлось проблемой и, в первую очередь, из-за размеров исследуемых материалов. Развитие методов электронной микроскопии – совокупности электронно-зондовых методов исследования микроструктур твердых тел, позволило разрешить эти проблемы. Структурную иерархию свойств изображений нанообъектов можно представить следующими уровнями [1]: - локальный уровень характеризует геометрические и физические характеристики отдельных объектов, - структурный уровень описывает взаимное расположение, взаимодействие и взаимозависимость отдельных объектов (частиц, фаз), - интегральный уровень характеризует изображение в целом. Основная область применения растровой электронной микроскопии (РЭМ) - анализ рельефа поверхности. Метод основан на зондировании поверхности изучаемого образца электронным зондом (диаметром до 5-10 нм). Пучок электронов совершает возвратно-поступательное движение по линии или развертывается в растр совокупность близко расположенных параллельных линий, вдоль которых пучок электронов обегает выбранный для исследования участок поверхности [2]. Это позволяет исследовать мельчайшие детали рельефа. Измерения линейных размеров с помощью РЭМ могут проводиться двумя способами. В первом РЭМ используется как средство визуализации и позиционирования микрообъекта, а измерения проводятся независимо с использованием методов лазерной интерферометрии. Второй способ заключается в непосредственном измерении размеров в поле зрения РЭМ по задаваемому увеличению [3]. Технические характеристики измерительных растровых электронных микроскопов приведены в табл.1.

Фирма	модель	страна	Диапазон измерений, мкм	Характеристики
Система измерений Amray Inc	модель 1700	США	0,1-500	Точность 3 мкм Воспроизводимость 3 мкм Лазерный интерферометр Приставка для анализа профиля интенсивности (снятие профиля в 512 сечениях)
Cambridge Instr. Inc	модель S209	Великобритания	0,1-10	Лазерный интерферометр
Hitachi Instr Dev	модель 570	Япония	0,5-100	Воспроизводимость 0,5 мкм Лазерный интерферометр
JEOL	модель JEPAS 1000	Япония	0,1-100	Время измерений 10с Воспроизводимость 2 мкм Приставка для анализа профиля интенсивности
Carl Zeiss	модель ZRM-20	Германия	0,5-100	Точность 0,5 мкм Двухлучевой интерферометр с дискретностью отсчета 0,02 мкм

РЭМ-метод имеет ряд ограничений, особенно сильно проявляющихся в субмикронном и нанометровом диапазонах измерений: - недостаточно высокое пространственное разрешение; - сложность получения трехмерных изображений поверхности; - проведение

измерений только в условиях вакуума; - возможность повреждения изучаемой поверхности высокоэнергетичным сфокусированным пучком электронов [4]. С целью изучения свойств различных наноразмерных порошков под действием механических нагрузок при одновременном определении рациональных режимов прессования, проводились исследования процесса уплотнения наноразмерных неорганических солей окислителей [5,6]. Относительная плотность для всех составов составила 78 - 99 % плотности данного вещества в состоянии монокристалла (табл. 2). Структура поверхностей скола спрессованных изделий исследуемых макроразмерных и наноразмерных солей окислителей определены методом растровой электронной микроскопии на установке JIB-4501 «Мультибим». Ускоряющее напряжение зондирующего электронного пучка составляло 10 кВт, при увеличениях от 50 до 20000 крат. Образцы подготавливали вырезанием призмы, не превышающей размеры алюминиевого столика для образца, диаметром 12 мм, затем приклеивали к столику на токопроводящий углеродный двухсторонний скотч, торцевой поверхностью скола вверх. На торцевую поверхность скола с помощью вакуумной напылительной установки магнетронного типа JFC-1600 фирмы Jeol наносили золото для избежания заряжения образца при анализе. Как показали исследования, поверхность скола образца из наноразмерных гранул нитрата аммония (рис.1) представляет собой уплотненную структуру с четко прослеживаемыми прилегающими друг к другу кристаллитами. Поверхность образца из наноразмерного нитрата свинца представляет собой практически однородную структуру, размеры частиц которой составляют порядка 0,2 - 0,3 мкм (рис. 2). Снимки показали низкую пористость материалов образцов, а также выявили существенную неоднородность в размерах структурных элементов.

Таблица 2 - Результаты процесса компактирования наноразмерных порошков

Исследуемый состав	Предельная плотность прессования $\rho_{пр}$, г/см ³	Плотность монокристалла $\rho_{мк}$, г/см ³
NaNO ₃ - исходный (ГОСТ 828-77) - нанопорошок	2,020	2,240
Sr(NO ₃) ₂ - исходный (ГОСТ 2820-73) - нанопорошок	2,610	2,317
KNO ₃ - исходный (ГОСТ 19790-74) - нанопорошок	1,996	1,902
KClO ₄ - исходный (ТУ 6-09-3801-76) - нанопорошок	2,062	1,989
NH ₄ NO ₃ - исходный (ГОСТ 2-85) - нанопорошок	1,677	1,676
Pb(NO ₃) ₂ - исходный (ГОСТ 4236-77) - нанопорошок	3,981	3,365
(CH ₂) ₆ N ₄ - исходный (ГОСТ 1381-73) - нанопорошок	4,530	0,886
	1,341	1,350

Рис. 1 - Поверхность скола спрессованного из наноразмерных гранул NH₄NO₃ при плотности 1,687 г/см³, (x 2000) Рис. 2 - Поверхность скола спрессованного из наноразмерных гранул Pb(NO₃)₂ при плотности 2,727 г/см³, (x 2000) Структура пространства пор во многом зависит от характера деформирования веществ при прессовании. В случае мелкокристаллического тэна, увеличение давления прессования (плотности ВВ) не приводит к уменьшению размера частиц, но изменяет структуру порового пространства, появляются закрытые поры, происходит укрупнение частиц из-за

улучшения контакта между ними [7]. Горение пористых систем характеризуется рядом специфических особенностей, среди которых неоднородный характер горения, обусловленный геометрической неоднородностью пористых систем. Наличие в заряде пор приводит к искривлению поверхности горения, в результате изменяются условия массо- и теплообмена в зоне химической реакции и структура оттекающих от поверхности продуктов сгорания. С помощью РЭМ были получены образцы внутренней поверхности спрессованных наноразмерных гранул нитрата стронция и перхлората калия (рис. 3, 4). Рис. 3 - Поверхность скола спрессованного из наноразмерных гранул $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ при плотности 2,315 г/см³, (x 5000) Рис. 4 - Поверхность скола спрессованного из наноразмерных гранул KClO_4 при плотности 1,980 г/см³ (x 5000) Результаты показали существование внутренних дефектов в виде пор нанометрового диапазона. Как правило, поры локализуются на границах зерен и на участках стыковки нескольких зерен. В дальнейшем, остаточные микропоры, расположенные преимущественно по границам зерен, могут стать источником разрушений образцов или изменения скорости горения энергонасыщенных материалов с содержанием наноразмерных компонентов. Развитие горения по внутренней поверхности пор зависит, помимо природы вещества, от диаметра пор, от их длины и давления [8]. Глубоко проникающие поры, существующие в спрессованном порошке, при соответствующих условиях могут приводить к нарушению равномерности горения. По этим причинам горение в узких порах при низких давлениях, как правило, неустойчиво. Для энергонасыщенных материалов с содержанием наноразмерных компонентов, возможно предположить нарушение устойчивого послойного горения систем, обусловленного проникновением горения в поры вследствие фильтрации продуктов сгорания. Горение, проникшее в пору малого диаметра, будет из нее выброшено. Этот выброс может быть столь энергичен, что горение затухает [7]. Минимальная предельная пористость, которая может быть получена методом глухого прессования, зависит от индивидуальных свойств веществ. Заключение Проведенные исследования показали возможность исследования наноразмерных структур спрессованных энергонасыщенных материалов с применением растровой электронной микроскопии. Наличие в структуре наноматериалов неравновесных фаз, пористости может стать источником изменения скорости горения энергонасыщенных материалов с содержанием наноразмерных компонентов [9].