RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 491 775**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 80 21773**

(54) **Procédé de préparation du diamant et des variétés à structure diamant du nitrure de bore.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). **B 01 J 3/08; C 01 B 21/064, 31/06 // F 42 D 7/00.**

(22) Date de dépôt ..... 10 octobre 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 15 du 16-4-1982.

(71) Déposant : INSTITUT KHIMICHESKOI FIZIKI AKADEMII NAUK SSSR, résidant en URSS.

(72) Invention de : G. A. Adadurov, A. V. Ananin, T. V. Bavina, V. N. Apollonov, A. N. Dremin, V. N. Doronin, O. N. Breusov, F. I. Dubovitsky, L. G. Zemlyakova, S. V. Pershin, V. N. Drobyshev, V. F. Tatsy, M. J. Messinev et A. I. Rogacheva.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Plasseraud,
84, rue d'Amsterdam, 75009 Paris.

Procédé de préparation du diamant et des variétés à structure diamant du nitrure de bore.

La présente invention concerne la préparation de matériaux très durs et a plus précisément pour objet un procédé de préparation du diamant et/ou des variétés à structure diamant du nitrure de bore. Il est possible d'utiliser les matériaux très durs susdits à titre d'abrasifs ainsi qu'à titre de matières premières pour l'obtention de "compacts" polycristallins, c'est-à-dire de polycristaux à partir desquels on confectionne des outils de coupe.

La compression des corps par des ondes de choc donne naissance à de hautes pressions dynamiques et de hautes températures. Elle permet d'obtenir des substances (produits finals) sous forme de phases de haute pression ayant une haute dureté. C'est ainsi que la compression par choc du graphite jusqu'à des pressions supérieures à 20 GPa permet de créer le diamant [Science, vol. 133, N° 3467, publié en Juin 1961 (American Association for the Advancement of Science, Washington), P.S. De Carli, J.C. Jamieson, "Formation of Diamond by Explosive Shock", pp. 1821-1822] . La compression par onde de choc du nitrure de bore jusqu'à des pressions supérieures à 12 GPa permet d'obtenir une variété compacte de ce composé [Doklady Akademii Nauk SSSR, tome 172, N° 5, publié en Février 1967 (Editions "Nauka", Moscou) : G.A. Adadurov, Z.G. Aliev, L.O. Atovmian, T.V. Bavina, Yu.G. Borodko, O.N. Breussov, A.N. Dremin, A.Kh. Muranevich, S.V. Pershin, "Formation de la variété à structure wûrtzite du nitrure de bore en cas de compression par choc", pp. 1066-1068].

On connaît des procédés de préparation de matériaux très durs, à savoir le diamant et/ou des variétés à structure diamant du nitrure de bore suivant

lesquels on place les matériaux à transformer tels que le graphite et/ou le nitrure de bore hexagonal dans des conteneurs métalliques robustes, dits ampoules de conservation de types plats ou cylindriques dans les parois desquels on engendre des ondes de choc en faisant détoner des charges d'un explosif qui se trouvent en contact avec les parois de l'ampoule ou en appliquant un choc contre les parois des ampoules au moyen de corps accélérés jusqu'à des vitesses élevées sous l'action des produits de la détonation. Les ondes de choc émises à partir des parois des ampoules pénètrent dans le matériau convertible et le compriment jusqu'à ce qu'il devienne le siège des pressions et des températures requises. Pour augmenter le rendement en produit final, on ajoute généralement au matériau à transformer d'autres matières, notamment des métaux, qui en cas de compression par choc s'échauffent à un degré moindre que la phase haute pression qui se forme (produit final). En définitive, ces additions abaissent la température de la phase haute pression et préviennent le recuit de ladite phase ainsi que son retour à l'état initial (brevet US 3 401 019, publié le 10 Septembre 1968, classe 23-209.1 ; brevet GB 1 281 002, classe C01B 31/06, publié le 12 Juillet 1972).

On connaît d'autre part un procédé de préparation desdits matériaux très durs selon lequel les ondes de choc dans le mélange de la matière convertible et des additifs pour le refroidissement sont créées par la détonation d'une charge qui se trouve en contact avec la surface du mélange ou par choc contre une telle surface d'un corps accéléré par les produits l'explosion. Le mélange de la phase de départ avec un additif de refroidissement se trouve dans ce cas dans la cavité d'un support métallique massif et résistant qui protège le corps à traiter contre la projection

d'éclats (brevet GB 1 115 648, publié le 29 Mai 1968, classe C01B 31/06).

Dans tous les cas connus de création de pressions dynamiques élevées et de hautes températures, on utilise la compression par choc des matières convertibles placées dans des conteneurs métalliques massifs spécialement fabriqués (ampoules) non récupérables qui sont détruits après ouverture ou qui se désintègrent en cas d'explosion, comme dans le dernier des cas spécifiés. Tous ces procédés exigent des opérations laborieuses pour la confection et l'ouverture des ampoules, ainsi que la consommation de fortes quantités de matériaux de construction et d'explosifs.

Le but de la présente invention consiste à éliminer les inconvénients susdits.

On s'est donc proposé de résoudre le problème suivant : dans un procédé de préparation du diamant et/ou des variétés à structure diamant du nitrure de bore à partir d'une matière convertible telle que le carbone et/ou le nitrure de bore, utilisant l'énergie d'une explosion, sélectionner des conditions de conduite du procédé de synthèse qui permettent d'obtenir lesdits matériaux très durs sans mettre en oeuvre de conteneurs de conservation non récupérables, simplifier la technologie et le génie chimique du procédé de synthèse ainsi qu'en abaisser le coût.

Ce problème est résolu par un procédé de préparation du diamant et/ou des variétés à structure diamant du nitrure de bore à partir de matières convertibles telles que le carbone et/ou le nitrure de bore avec utilisation de l'énergie d'une explosion, étant entendu par ailleurs que suivant l'invention, on utilise l'énergie de l'explosion en réalisant la détonation d'une charge contenant un explosif et la matière convertible.

Dans le procédé selon l'invention, on réalise la

détonation de la charge à l'intérieur d'un conteneur creux en acier, étanché avant l'explosion, ayant une capacité assurant un taux de détente suffisant des produits gazeux de la détonation et de faibles pressions résiduelles des gaz (de 1 à 5 atm). Cela permet d'utiliser un grand nombre de fois (des milliers et des dizaines de milliers de fois) le conteneur excluant l'emploi d'ampoules de conservation spéciales, non récupérables et en réduisant sensiblement de ce fait la consommation de matériaux de construction. La présente invention permet également de réduire sensiblement (dans un rapport de 1/10 à 1/30) la consommation d'explosifs, étant donné que les explosifs se trouvent en contact immédiat avec la matière convertible, et, de ce fait, on supprime la nécessité de créer des ondes de choc d'une grande durée d'action comme dans les procédés connus.

Le procédé selon l'invention permet également :

a) d'obtenir les produits finals avec un rendement meilleur (jusqu'à 20 %),

b) d'obtenir d'une manière sélective des poudres de diamant homogènes au point de vue de leur composition granulométrique, y compris les fractions (classes) submicroniques à dimensions de grains ne dépassant pas le micron, sans opérations additionnelles de fractionnement,

c) d'obtenir sélectivement des variétés à structure diamant du nitrure de bore comme la variété à structure würtzite ou essentiellement la variété cubique.

Il est possible d'utiliser les matériaux très durs obtenus par le procédé selon l'invention aussi bien en tant qu'abrasifs qu'en tant que matières premières pour la préparation de polycristaux compacts (polycristallins) à partir desquels on confectionne des outils de coupe.

Suivant l'invention, on soumet les matières à transformer à l'action de hautes températures et de hautes pressions dynamiques qui naissent directement dans l'onde de détonation des explosifs condensés et, plus exactement dans le front de l'onde de détonation, dans la zone de réaction et dans les produits de la détonation qui contiennent essentiellement CO, CO_2, C, H_2O, N_2.

Les gammes de pressions et de températures dans le procédé selon l'invention sont définies par la composition qualitative et quantitative de la charge et elles sont essentiellement fonction de la nature de l'explosif, de sa puissance et de sa densité.

Il est avantageux d'utiliser en tant qu'explosifs des substances qui fournissent par détonation de la charge des pressions dynamiques de 3 à 60 GPa et des températures de 2000 à 6000°K. Des substances de ce genre sont notamment : la cyclotriméthylènetrinitroamine (hexogène), la cyclotétraméthylènetétranitroamine (octogène), le trinitrotoluène (le trotyl), la trinitrophénylméthylnitroamine (le tétryl), le tétranitroérythrol (TEN), le tétranitrométhane (TNM) ou les mélanges desdits explosifs. La pression maximale dépend de la pression au pic chimique de l'onde de détonation qui pour l'hexogène d'une masse volumique de 1,8 g/cm^3 est de 60 GPa alors que la pression minimale est définie par la pression de fin de la zone de la réaction qui pour le trotyl d'une masse volumique de 0,8 g/cm^3 est égale à 3,0 GPa. Les intervalles de températures susdits sont déterminés par les températures développées par détonation d'un mélange d'explosifs à haute énergie avec la quantité minimale de matière convertible et au cours de la détonation d'un mélange d'explosifs à basse énergie avec la quantité maximale de matière convertible (F.A. Baum, L.P. Orlenko, K.P. Stanjukovich, V.P. Chelyshev, B.I.

Shekhter, "La physique de l'explosion", publié en 1975, Editions "Nauka", Moscou, pages 97 à 125, 145 à 152).

Il est essentiel que les températures très élevées (4500 à 6000 K) conduisent à la fusion de la matière convertible dans la zone de la réaction, si elle est utilisée sous forme d'une fraction finement dispersée à dimensions de particules inférieures au micron et à l'obtention de fractions finement dispersées de produits finals. Il est essentiel que lors de la projection des produits de l'explosion contenant des particules de produit final, la vitesse de leur refroidissement adiabatique soit d'environ 10^8 degrés/seconde, ce qui réduit sensiblement le recuit thermique des produits finals et leur graphitisation.

Le procédé selon l'invention prévoit l'utilisation de charges contenant de 30 à 99 % en masse d'explosif et de 1 à 70 % en masse de matière convertible.

Pour prévenir la réaction chimique de la matière convertible avec les produits réchauffés de la détonation ainsi que pour conserver le produit final dans les produits de la détonation, il est recommandé d'utiliser une charge contenant de pair avec l'explosif et la matière convertible des additifs inertes vis-à-vis de la matière convertible qui s'évaporent ou se décomposent en aval du front de l'onde de détonation, à raison de 1 à 50 % de la masse de la charge. Des additifs inertes tels que l'eau, la glace, l'azote liquide, les solutions aqueuses de sels de métaux, les cristaux hydratés se décomposent ou s'évaporent avec absorption de chaleur, abaissent la température des produits de la détonation et, de ce fait, contribuent à la conservation du produit final dans les produits de la détonation. Des substances comme les sels d'ammonium, l'hydrazine, les sels d'hydrazine, les solutions aqueuses des sels d'hydrazine, les hydrocarbures liquides ou

solides en cas d'évaporation ou de décomposition forment des produits gazeux chimiquement inertes vis-à-vis de la matière convertible qui non seulement refroidissent les produits de la détonation, mais encore les diluent, ce qui contribue également à la conservation du produit final.

En outre, le procédé selon l'invention prévoit l'utilisation d'une charge contenant de pair avec l'explosif et la matière convertible des additifs inertes vis-à-vis de la matière convertible, à savoir des métaux ou des sels de métaux d'une masse volumique supérieure à 2,2 g/cm^3. Dans ce cas, il y a non seulement une amélioration des conditions de refroidissement du produit final, mais aussi augmentation de la pression moyenne dans la zone de la réaction, même lorsqu'on utilise des explosifs peu puissants. En outre, si dans le cas indiqué on utilise à titre de matériau à transformer le carbone, on pourra obtenir un diamant à distribution bimodale des particules suivant les dimensions (environ de 0,05-0,5 et 1,0-5,0 microns).

Le procédé selon l'invention prévoit l'utilisation des constituants de la charge non seulement sous forme de fractions finement dispersées, mais encore sous forme de granules préparés à partir d'au moins un constituant de la charge ou bien à partir de diverses combinaisons de constituants. Les granules peuvent avoir différentes dimensions et des formes géométriques variées telles que cylindre, disque, sphère, cube, etc.

Pour obtenir des diamants en particules de 0,05 à 5 microns de dimensions, il est recommandé de mettre en oeuvre à titre de carbone le graphite hexagonal, le graphite rhomboédrique, le graphite colloïdal, le graphite pyrolytique.

Pour obtenir des fractions finement dispersées de diamant à dimensions de particules de 0,01 à 1,0 micron, il est recommandé d'utiliser des formes de

carbone amorphes vis-à-vis des rayons X : des noirs de fumée, le carbone vitrifié, le coke, la shungite, le charbon de sucre.

A titre de nitrure de bore initial, il est recommandé d'utiliser sa modification hexagonale ou sa forme turbostratique.

Le procédé selon l'invention prévoit l'utilisation d'une enveloppe en substance inerte vis-à-vis de la matière convertible et capable de se dissoudre dans l'eau, dans les acides, dans les alcalis. On introduit la charge dans l'enveloppe susdite avant la détonation. L'enveloppe contribue à prolonger la durée d'action des hautes pressions et températures sur la matière convertible lors de la détonation de la charge, ce qui entraîne, par exemple dans le cas de l'utilisation du nitrure de bore, la formation de sa variété à structure cubique à haute température. Si l'enveloppe est réalisée en matières comme les sels de métaux alcalins, les carbonates de métaux alcalins, les oxydes de métaux, l'enveloppe se désintègre sous l'effet de la détonation en menus morceaux qui sont facilement éliminés des produits de la détonation.

Le procédé selon l'invention prévoit la réalisation de la détonation de la charge dans une atmosphère d'air. Toutefois, il est avantageux de réaliser la détonation de la charge dans un milieu de gaz inerte par rapport aux produits finals, dans une atmosphère de produits de la détonation gazeux ou sous un vide de $1,33.10^{-2}$ à $1,33.10^{3}$ Pa. L'observation de ces conditions entraîne un accroissement du rendement en produit final étant donné que sa réaction avec l'oxygène de l'air est exclue.

L'invention repose sur l'utilisation directe de hautes pressions dynamiques (de préférence de 3 à 60 GPa) et de hautes températures (de préférence de 2000 à 6000 K) développées en cas de détonation des explo-

sifs condensés afin d'obtenir le diamant et/ou des modifications à structure diamant du nitrure de bore. On réalise le procédé par détonation d'une charge composée d'un explosif et d'une matière convertible ainsi qu'au besoin d'additifs inertes vis-à-vis de la matière convertible et des produits finals. A titre d'additifs susdits, il est possible d'utiliser l'eau, la glace, l'azote liquide, des solutions aqueuses de sels de métaux tels que le chlorure de sodium, le chlorure de calcium ; les cristaux hydratés tels que $CuCl_2.2H_2O$, $CaCl_2.6H_2O$; les sels d'ammonium tels que le chlorure d'ammonium, le nitrate d'ammonium, l'oxalate d'ammonium ; l'hydrazine, les sels d'hydrazine, notamment le nitrate d'hydrazine, le sulfate d'hydrazine ; les sels aqueux d'hydrazine tels que le nitrate d'hydrazine, le chlorure d'hydrazine ; les hydrocarbures liquides, notamment l'octane, le benzène, le nitrobenzène ; les hydrocarbures solides tels que la paraffine, le polyéthylène, le caoutchouc ; les métaux ou les sels de métaux d'une masse volumique supérieure à 2,2 g/cm^3, notamment le cuivre, le fer, le carbonate de calcium, le chlorure de baryum, le nitrate de plomb.

Les additifs inertes énumérés permettent d'augmenter le rendement en produits finals.

Le procédé selon l'invention prévoit la possibilité d'utiliser les matières convertibles (carbone et nitrure de bore) sous forme de diverses variétés, de compositions granulométriques variées. Ce dernier cas permet d'obtenir des produits finals également de compositions granulométriques variées. La réalisation du procédé avec la mise en oeuvre des additifs variés inertes sous des pressions et températures variées de la détonation permet d'obtenir des produits finals de variétés imposées ; diamant - variété cubique ou sous forme d'un mélange de variétés hexagonale (1 à 40 %) et cubique (60 à 99 %) ; nitrure de bore - variété à

structure würtzite ou sous forme d'un mélange de variétés cubique (1 à 80 %) et à structure würtzite (20 à 99 %).

La présente invention permet d'utiliser les constituants de la charge aussi bien sous forme de fractions finement dispersées que sous forme de granules préparés à partir d'au moins un constituant de la charge ou à partir de diverses combinaisons de constituants. Dans ce cas, la charge peut être un mélange de constituants pris sous forme de fractions finement dispersées ou bien, en présence de granules, la charge peut :

- soit se présenter comme un mélange de fractions finement dispersées d'explosif avec des granules de matière convertible,
- soit être composée de granules préparés à partir d'un mélange d'explosif et de matière convertible, et de fractions finement dispersées d'additifs inertes par rapport à la matière convertible,
- soit être composée d'une fraction finement dispersée d'explosif et de granules préparés à partir d'un mélange de matière convertible avec des additifs inertes,
- soit se présenter sous forme de granules préparés à partir d'un mélange d'explosif, de matière convertible et d'additifs inertes, etc.

Les granules susdits peuvent avoir des dimensions variées et différentes formes géométriques telles que cylindres, disques, sphères, cubes, etc.

L'invention prévoit une forme de réalisation du procédé selon laquelle la charge est préalablement enfermée dans une enveloppe de substance inerte vis-à-vis de la matière convertible, capable de se dissoudre dans l'eau, les acides, les alcalis. A titre de substance de ce genre, il est possible d'utiliser notamment le chlorure de sodium, le carbonate de calcium,

l'oxyde de plomb. La présence d'une enveloppe en substance susdite contribue à augmenter le temps d'action des hautes températures et pressions sur la matière convertible lors de la détonation de la charge.

Il est possible d'effectuer la détonation de la charge dans une atmosphère d'air, de préférence dans une atmosphère de gaz inerte par rapport aux produits finals (par exemple d'azote, d'hydrogène, d'argon), dans une atmosphère de produits gazeux de la détonation ou sous un vide de $1,33.10^{-2}$ à $1,33.10^{3}$ Pa.

Le procédé selon l'invention est illustré dans ce qui suit par un exemple concret de mise en oeuvre qui est accompagné d'un dessin (figure unique) sur lequel est représenté schématiquement un conteneur en acier avec une charge abritée à l'intérieur. Suivant ce dessin, dans les parois du conteneur en acier 1 sont ménagés quatre orifices 2, 3, 4 et 5 qui sont munis d'obturateurs 6, 7, 8 et 9. L'orifice 3 est destiné au remplissage du conteneur 1 par un gaz inerte par rapport aux produits finals. L'orifice 4 est destiné à supprimer l'étanchéité du conteneur 1 après l'explosion et à purger la pression différentielle due à la libération des produits gazeux de la détonation. L'orifice 5 est destiné à décharger les produits solides de la détonation après une ou plusieurs explosions. La charge 10 est montée sur une tige d'acier 11 (cette tige peut être réalisée en un autre matériau, notamment en bois, celluloïd) fixée dans l'obturateur 6. Dans ce même obturateur sont immobilisées deux entrées électriques 12 destinées à la connexion des conducteurs d'une capsule-détonateur 13 installée dans la charge 10.

Pour réaliser le procédé selon l'invention, on mélange l'explosif avec la matière convertible et, en cas de besoin, avec des additifs inertes et on forme une charge de masse volumique et de masse absolue re-

quises. On monte la charge obtenue sur la tige d'acier 11 immobilisée dans l'obturateur 6. On installe dans la charge la capsule-détonateur 13 et on réunit ses conducteurs aux entrées électriques 12. On place la charge 10 dans un conteneur d'acier 1 et on ferme l'obturateur 6 de façon étanche. On utilise ledit conteneur un grand nombre de fois (des milliers et des dizaines de milliers de fois). On ferme d'une façon étanche l'obturateur 9 et, par l'orifice 3, on introduit par exemple de l'azote liquide dans le conteneur. Après évaporation totale de l'azote liquide et déplacement de l'air par l'azote gazeux à travers les orifices 3 et 4, on ferme de façon étanche les obturateurs 7 et 8. Après avoir appliqué la tension aux entrées électriques 12, on effectue la détonation de la charge 10. On ouvre l'obturateur 8, on égalise la pression dans le conteneur 1 avec la pression atmosphérique et on décharge les produits solides de la détonation à travers l'orifice 5. On isole à partir des produits de la détonation susdits le produit final par des procédés connus. C'est ainsi que si le procédé vise à obtenir le diamant, on traite successivement les produits solides de la détonation par les acides nitrique et sulfurique fumants pour éliminer les éclats de la capsule-détonateur et des variétés non-diamantées de carbone respectivement. Ensuite, on traite le résidu insoluble par des solutions concentrées chaudes d'alcalis pour éliminer les impuretés telles que les silicates, on rince à l'eau et on sèche. Si le procédé vise à obtenir des variétés à structure diamant du nitrure de bore, on traite successivement les produits solides de la détonation par les acides nitrique et perchlorique fumants pour éliminer les éclats de la capsule-détonateur et le carbone libre. Ensuite, on traite le résidu par un mélange d'acide sulfurique concentré et de fluorure de sodium (rapport

en masse des constituants 20/3, respectivement) à une température de 200°C pour éliminer le nitrure de bore hexagonal non converti. On sépare le résidu insoluble, on le rince et on le sèche à la température de 100°C.

Le procédé selon l'invention permet d'obtenir le diamant et les variétés à structure diamant du nitrure de bore sous forme de poudres ayant les caractéristiques suivantes :

Diamant

Dimensions des particules, microns :	
à partir de graphite	0,05 à 5,0
à partir de noir de carbone	0,01 à 1,0
Surface spécifique, m^2/g	10 à 120
Masse volumique, g/cm^3	3,15 à 3,40
Masse volumique apparente, g/cm^3	0,35 à 1,0
Dimensions des zones de diffusion cohérente, Å	85 à 200
Valeur des microdistorsions du deuxième genre du réseau cristallin, $\Delta a/a$	0 à $2,5.10^{-3}$
Concentration en centres paramagnétiques, g^{-1} :	
à partir de graphite	$(1,5 \text{ à } 4,5).10^{19}$
à partir de noir de carbone	$(1,0 \text{ à } 1,3).10^{19}$
Tenue à la chaleur sous vide pendant 30 minutes, °C	supérieure à 800
Perte de masse par chauffage sous vide jusqu'à 800°C, % en masse	jusqu'à 5,0

Variétés à structure diamant du nitrure de bore :

Dimensions des particules, microns	0,05 à 5,0
Masse volumique, g/cm^3	3,15 à 3,30
Composition par phases, % :	
nitrure de bore cubique	0 à 80
nitrure de bore à structure würtzite	20 à 100

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention seront mieux compris à la lecture

de la description de plusieurs exemples concrets de sa réalisation. Dans tous les cas, le rendement en produit final est indiqué en pour cent de la masse du mélange composé de produit final et de matière initiale non convertie (15 à 20 % en masse de la matière initiale convertible sont oxydés pendant la détonation de la charge).

EXEMPLE 1

On moule une charge à partir d'un mélange composé de 80 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 20 % en masse de graphite hexagonal à dimensions des particules inférieures à 300 microns. On place la charge au centre d'un conteneur rempli d'azote. On rend le conteneur étanche, on effectue la détonation de la charge et on extrait les produits solides de la détonation qui se composent de diamant, de carbone non converti, d'éclats de la capsule-détonateur, d'humidité et des produits gazeux adsorbés de la détonation. On traite successivement les produits solides de la détonation par les acides nitrique et perchlorique fumants afin d'éliminer les impuretés et le carbone non converti. On traite le résidu par une solution d'hydroxydes de sodium et de potassium portée à l'ébullition pour dissoudre les impuretés que sont les silicates. On sépare le résidu par centrifugation, on rince à l'eau et on sèche à la température de 130°C.

Le produit obtenu est une poudre de diamant qui se compose d'un mélange de 25 % en masse de variété hexagonale (longsdalite) et de 75 % en masse de variété cubique. Les dimensions des particules de la poudre sont de 0,1 à 3,0 microns. La masse volumique déterminée au pycnomètre est de 3,25 g/cm^3. La concentration en centres paramagnétiques est égale à $2,0.10^{19}$ g^{-1}. Le rendement global en variétés susdites de diamant est de 1,5 % en masse.

EXEMPLE 2

On moule une charge à partir de 1,5 kg d'un mélange composé de 66 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 17 % en masse de graphite hexagonal à dimensions de particules de 40 à 250 microns et de 17 % en masse d'eau. On réalise les opérations comme décrit à l'exemple 1. La pression dynamique moyenne au front de l'onde de détonation lors de la détonation de la charge est égale à 8 GPa, la température moyenne est égale à environ 3000°K.

Le produit obtenu est une poudre de diamant qui se compose d'un mélange de variétés cubique et hexagonale (60 et 40 % en masse respectivement). Les caractéristiques du produit obtenu sont analogues aux caractéristiques du produit suivant l'exemple 1. Le rendement global en variétés indiquées du diamant est de 2,0 % en masse.

EXEMPLE 3

On moule à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 25 % en masse de carbone vitrifié (dimensions des particules de carbone vitrifié 10 à 300 microns) une charge d'une masse volumique de 1,1 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes comme décrit à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique à dimensions de particules de 0,1 à 5,0 microns, d'une surface spécifique de 40 m^2/g, d'une masse volumique de 3,15 g/cm^3. Par chauffage sous vide à une température de 800°C, le diamant perd 5 % en masse d'impuretés volatiles, son réseau cristallin restant invarié. Le rendement en diamant est de 1,7 % en masse.

EXEMPLE 4

On moule à partir d'un mélange de 990 g d'hexogène finement dispersé et de 10 g de graphite de Ceylan

à dimensions des particules de 50 à 200 microns contenant environ 15 à 20 % de variété rhomboédrique, une charge d'une masse volumique de 1,0 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes comme décrit à l'exemple 1.

Le produit obtenu est une poudre de diamant qui se compose de 70 % de variété cubique et de 30 % de variété hexagonale. Les caractéristiques du diamant sont analogues à celles du diamant suivant l'exemple 1. Le rendement total en variété du diamant est de 5,0 %.

EXEMPLE 5

On moule à partir d'un mélange composé de 85,7 % en masse de TEN (tétranitroérythrol) finement dispersé et de 14,3 % en masse de nitrure de bore hexagonal à dimensions de particules inférieures à 10 microns, une charge lors de la détonation de laquelle il se développe dans le front de l'onde de détonation une pression dynamique de 30 GPa et une température d'environ 5000°K. On place la charge au centre d'un conteneur dans lequel on crée un vide de 10 mm de Hg. On effectue la détonation de la charge et on extrait du conteneur les produits solides de la détonation. Les produits solides de la détonation sont un mélange de modification würtzitoïde de nitrure de bore, de nitrure de bore hexagonal non converti, d'oxyde de bore, de résidus de détonateur, d'humidité, de produits gazeux de la détonation adsorbés et d'impuretés telles que le carbone Libre. On traite successivement les produits solides de la détonation par les acides nitrique et perchlorique fumants pour éliminer les résidus du détonateur et de carbone libre respectivement, ainsi que pour éliminer l'oxyde de bore et les produits gazeux de la détonation adsorbés. Ensuite, on traite le résidu par un mélange d'acide sulfurique concentré et de fluorure de sodium (rapport massique 20/3 res-

pectivement) à une température de 200°C pour dissoudre le nitrure de bore hexagonal non converti. On sépare le résidu insoluble, on le rince à l'eau et on le sèche à la température de 100°C.

Le produit obtenu est de la variété à structure würtzite de nitrure de bore à dimensions des particules de 0,05 à 5,0 microns et d'une masse volumique de 3,15 g/cm^3. Le rendement en produit est de 2,0 %.

EXEMPLE 6

On moule, à partir d'un mélange composé de 30 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 70 % en masse de nitrure de bore hexagonal à dimensions des particules inférieures à 10 microns, une charge dont la détonation fait naître dans le front de l'onde de détonation une pression dynamique de 3 GPa et une température d'environ 2000°K. On effectue la détonation de la charge dans une atmosphère d'argon. Les opérations subséquentes de séparation du produit final à partir des produits solides de la détonation sont analogues à celles qui ont été décrites à l'exemple 5.

Le produit obtenu est une variété à structure würtzite du nitrure de bore avec des caractéristiques analoques à celles du produit obtenu à l'exemple 5. Le rendement en produit est de 1,5 %.

EXEMPLE 7

On moule, à partir d'un mélange composé de 91 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 9 % en masse de granules sphériques de 0,5 à 1,0 mm de diamètre composés de 50 % en masse de nitrure de bore hexagonal à dimensions des particules inférieures à 5 microns et de 50 % en masse de chlorure d'ammonium à dimensions des particules de 1 à 100 microns, une charge de masse volumique moyenne de 1,6 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge dans une atmosphère de produits gazeux de la détonation qui se sont

formés lors de la détonation préalable d'une charge identique. Les opérations subséquentes sont analogues à celles qui ont été décrites à l'exemple 5.

Le produit pulvérulent obtenu est un mélange de variété cubique et à structure würtzite de nitrure de bore (30 et 70 % en masse respectivement). La poudre se compose de particules de 0,5 à 3,0 microns et a une masse volumique de 3,30 g/cm^3. Le rendement global en variétés à structure diamant du nitrure de bore est de 3,3 %.

EXEMPLE 8

On met un mélange de paraffine, de cuivre pulvérulent (masse volumique de 8,9 g/cm^3) de dimensions de particules inférieures à 40 microns et de graphite naturel hexagonal à dimensions de particules inférieures à 500 microns avec des proportions en masse de 1/1/1 sous forme de granules sphériques d'environ 1 mm de diamètre. On moule à partir d'un mélange composé de 85,7 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 14,3 % en masse desdits granules, une charge de forme cylindrique. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est un mélange de 40 % de variété hexagonale et de 60 % de variété cubique de diamant. Les dimensions des particules de la poudre sont de 1 à 5 microns, leur surface spécifique est de 10 M^2/g, leur masse volumique est de 3,40 g/cm^3. Le rendement global en variétés susdites de diamant est de 3,5 % en masse.

EXEMPLE 9

On moule une charge à partir d'un mélange de 1,0 kg d'hexogène finement dispersé et de 0,2 kg de granules cylindriques composés pour 80 % en masse de fer pulvérulent (masse volumique 7,8 g/cm^3) à dimensions des particules inférieures à 40 microns et pour

20 % en masse de graphite hexagonal à dimensions de particules inférieures à 40 microns et ayant un diamètre de 5 mm et une hauteur de 5 mm. On effectue la détonation de la charge dans une atmosphère d'air. Les opérations de séparation du produit final à partir des produits solides de la détonation sont analogues à celles décrites à l'exemple 1.

Le produit obtenu est un mélange de 70 % de variété cubique et de 30 % de variété hexagonale du diamant. Les caractéristiques du diamant sont analogues à celles du diamant obtenu à l'exemple 8. Le rendement global en variétés susdites du diamant est de 5,0 %.

EXEMPLE 10

On moule, à partir d'un mélange composé de 10 % en masse de noir à l'huile d'une surface spécifique de 15 m^2/g et de 90 % en masse de granules cylindriques de 3 mm de diamètre et de 10 mm de hauteur composés de 95 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 5 % en masse de paraffine, une charge avec une masse volumique de 1,1 g/cm^3. On effectue la détonation et les opérations relatives à la séparation du produit final d'une manière analogue à ce qui a été décrit à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique d'une surface spécifique de 35 m^2/g, de dimensions des particules de 0,01 à 1,0 microns, à dimensions des zones de diffusion cohérente de 150 Å, d'une valeur de microdistorsions du deuxième genre du réseau cristallin d'environ 1.10^{-3}, d'une concentration en centres paramagnétiques de $1,3.10^{19}$ g^{-1}. Le rendement en diamant est de 3,5 %.

EXEMPLE 11

On moule une charge à partir d'un mélange composé de 75 % en masse de trinitrotoluène à dimensions des particules inférieures à 200 microns, de 24 % en masse de nitrure de bore hexagonal à dimensions des parti-

cules inférieures à 3 microns et de 1 % en masse d'hydrazine. On fait détoner la charge sous un vide de 10 mm de Hg. On effectue les opérations de séparation du produit final d'une manière analogue à ce qui a été décrit à l'exemple 5.

Le produit obtenu est une poudre de nitrure de bore de variété à structure würtzite, à dimensions des particules de 0,1 à 1,0 microns et à masse volumique de 3,20 g/cm^3. Le rendement en produit est de 2,7 %.

EXEMPLE 12

On moule, à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 12,5 % en masse de nitrure de bore hexagonal à dimensions des particules inférieures à 10 microns et de 12,5 % en masse de dichlorure de cuivre dihydraté à dimensions des particules inférieures à 1 mm, une charge d'une masse volumique de 1,55 g/cm^3. On fait détoner la charge dans une atmosphère d'air. On traite les produits solides de la détonation, composés de variétés à structures würtzite et hexagonale de nitrure de bore, de résidus du détonateur (amorce), des produits de décomposition du dichlorure de cuivre, d'humidité, des produits gazeux adsorbés de la détonation et de carbone libre constituant une impureté, par l'acide perchlorique fumant afin d'éliminer les impuretés constituées par le carbone libre, l'humidité et les produits gazeux de la détonation. On traite le résidu par de l'acide nitrique fumant pour éliminer les résidus du détonateur (amorce) et les produits de la décomposition du dichlorure de cuivre, on rince à l'eau, on sèche et on traite par un mélange d'acide sulfurique concentré et de fluorure de sodium (proportions en masse de 20/3 respectivement) à une température de 200°C pour dissoudre le nitrure de bore hexagonal non converti. On sépare le résidu, on le rince à l'eau et on le sèche à la température de 100°C.

Le produit obtenu est de la variété à structure würtzite du nitrure de bore. Les caractéristiques du produit sont analogues à celles du produit obtenu à l'exemple 11. Le rendement en variété à structure diamant du nitrure de bore est de 3,5 %.

EXEMPLE 13

On moule une charge d'une masse volumique de 1,2 g/cm^3 obtenue à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 15 % en masse de graphite pyrolytique à dimensions des particules inférieures à 200 microns et de 10 % en masse de solution aqueuse saturée de nitrate d'hydrazine. On fait détoner la charge et on effectue les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle qui a été décrite à l'exemple 1.

Le produit obtenu est une poudre de diamant analogue par sa composition et ses propriétés à la poudre décrite à l'exemple 4. Le rendement en diamant est de 4,0 %.

EXEMPLE 14

On moule, à partir d'un mélange composé de 70 % en masse de tétryl à dimensions de particules inférieures à 300 microns, de 20 % en masse de noir à l'huile de fourneau d'une surface spécifique de 15 m^2/g et de 10 % en masse d'octane, une charge cylindrique de 40 mm de diamètre ayant une masse volumique de 1,4 g/cm^3. On fait détoner la charge sous une atmosphère d'hydrogène. Les autres opérations (subséquentes) sont analogues à celles qui sont décrites à l'exemple 1.

Le produit pulvérulent obtenu est du diamant de variété cubique. La masse volumique de la poudre est de 3,23 g/cm^3, sa surface spécifique est de 40 m^2/g, la concentration en centres paramagnétiques est d'environ $1,2.10^{19}$ g^{-1}, la dimension des zones de diffusion cohérente est de 160 Å. Le rendement en diamant

est de 5,0 %.

EXEMPLE 15

On moule, à partir d'un mélange composé de 80 % en masse d'octogène à dimensions de particules inférieures à 500 microns, de 10 % en masse de shungite à dimensions de particules inférieures à 100 microns et de 10 % en masse de caoutchouc à l'isoprène, une charge plate de 5 mm d'épaisseur, de 100 mm de largeur et de 200 mm de longueur. On effectue la détonation et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique, à propriétés analogues à celles du diamant obtenu à l'exemple 14. Le rendement en diamant est de 5,5 %.

EXEMPLE 16

On moule, à partir d'un mélange composé de 80 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 10 % en masse de noir à l'huile thermique d'une surface spécifique de 75 m^2/g et de 10 % en masse de solution aqueuse saturée de chlorure de sodium, une charge d'une masse volumique de 1,5 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est une poudre de diamant cubique d'une surface spécifique de 77 m^2/g. La tenue à la chaleur du diamant obtenu dépasse 800°C. Le rendement en diamant est de 3,0 %.

EXEMPLE 17

On moule, à partir d'un mélange composé de 80 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 10 % en masse de noir à l'huile thermique d'une surface spécifique de 75 m^2/g et de 10 % en masse d'une solution aqueuse à 40 % de chlorure de calcium, une charge d'une masse volumique de 1,5 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une ma-

nière analogue à celle de l'exemple 1. Le produit obtenu est analogue par ses propriétés au diamant de l'exemple 16. Le rendement en diamant est de 3,0 %.

EXEMPLE 18

On moule, à partir d'un mélange composé de 60 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 10 % en masse de nitrure de bore hexagonal de dimensions de particules inférieures à 10 microns et de 30 % en masse de chlorure de calcium hexahydraté, une charge d'une masse volumique de 1,8 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 12.

Les propriétés du produit qui est une variété à structure wûrtzite du nitrure de bore sont analogues à celles du produit obtenu à l'exemple 12. Le rendement en variété à structure wûrtzite du nitrure de bore est de 4,0 %.

EXEMPLE 19

On moule, à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 15 % en masse de graphite pyrolytique à dimensions de particules inférieures à 200 microns et de 10 % en masse de nitrate d'hydrazine, une charge d'une masse volumique de 1,2 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle décrite à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant analogue par sa composition et ses caractéristiques à la poudre décrite à l'exemple 4. Le rendement en diamant est de 5,0 %.

EXEMPLE 20

On moule, à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 15 % en masse de graphite pyrolytique à dimensions de particules inférieures à 200 microns et de 10 % en masse de sulfate d'hydrazine, une charge d'une masse volumique de

1,2 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle qui a été décrite à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant analogue, par sa composition et par ses caractéristiques, au produit décrit à l'exemple 4. Rendement en diamant : 4,5 %.

EXEMPLE 21

On moule une charge d'une masse volumique de 1,2 g/cm^3 à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 15 % en masse de graphite pyrolytique de dimensions de particules inférieures à 200 microns et de 10 % en masse d'une solution aqueuse à 40 % de chlorure d'hydrazine. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle qui a été décrite à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant analogue, par sa composition et ses caractéristiques, à la poudre décrite à l'exemple 4. Le rendement en diamant est de 3,5 %.

EXEMPLE 22

On moule une charge d'une masse volumique de 1,6 g/cm^3 à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 17 % en masse de graphite hexagonal et de 18 % en masse de fer de dimensions des particules de 40 à 200 microns. On effectue la détonation de la charge et les opérations suivantes d'une manière analogue à celle qui a été décrite à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique à distribution bimodale des particules en dimensions : 0,05 à 0,5 microns (30 % relatifs) et 1,0 à 5,0 microns (70 % relatifs). La concentration en centres paramagnétiques est d'environ $4,5.10^{19}$ g^{-1}. Le rendement en diamant est de 6,5 %.

EXEMPLE 23

On moule, à partir d'un mélange composé de 80 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 20 % en masse de nitrure de bore turbostratique à dimension de particules inférieure à 10 microns, une charge cylindrique de 40 mm de diamètre que l'on entoure d'une enveloppe de chlorure de sodium comprimé, d'une épaisseur de 20 mm. On effectue la détonation de la charge sous un vide de 10^{-1} mm de Hg. On réalise les opérations suivantes d'une manière analogue à celle de l'exemple 5.

Le produit obtenu est de la poudre composée de 80 % de variété cubique et de 20 % de variété à structure würtzite de nitrure de bore. Le rendement en variétés à structure diamant de nitrure de bore est de 15 %. Les propriétés de la poudre sont analogues à celles du produit obtenu à l'exemple 7.

EXEMPLE 24

On moule, à partir d'un mélange composé de 80 % en masse d'octogène à dimensions de particules inférieures à 300 microns et de 20 % en masse de charbon de sucre à dimensions de particules inférieures à 300 microns, une charge cylindrique de 30 mm de diamètre que l'on entoure d'une enveloppe de carbonate de calcium comprimé, d'une épaisseur de 25 mm. On effectue la détonation de la charge et les opérations suivantes d'une manière analogue à celle qui a été décrite à l'exemple 1.

Le produit pulvérulent obtenu est une variété cubique de diamant à dimensions des particules de la poudre de 0,1 à 2,0 microns, d'une masse volumique de 3,3 g/cm^3, d'une dimension des zones de diffusion cohérente de 130 Å, à microdistorsions du deuxième genre du réseau cristallin inférieures à 5.10^{-4}, d'une concentration en centres paramagnétiques de $1,35.10^{19}$ g^{-1}. Le rendement en diamant est de 13,1 %.

EXEMPLE 25

On moule, à partir d'un mélange composé de 79 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 21 % en masse de graphite hexagonal extra-pur à dimensions des particules inférieures à 100 microns, une charge cylindrique de 30 mm de diamètre et d'une masse volumique de 1,58 g/cm^3 que l'on entoure d'une enveloppe de chlorure de sodium comprimé, d'une épaisseur de 20 mm. On effectue la détonation de la charge et les opérations suivantes d'une manière analogue à celle décrite à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique à dimensions de particules de 0,05 à 5,0 microns, d'une surface spécifique de 32 m^2/g, d'une masse volumique de 3,40 g/cm^3, d'une dimension des zones de diffusion cohérente de 85 Å, d'une valeur des microdistorsions du réseau cristallin du deuxième genre de $1,5.10^{-3}$, d'une concentration en centres paramagnétiques de $1,5.10^{19}$ g^{-1}. Le rendement en diamant est de 15,1 %.

EXEMPLE 26

On moule, à partir d'un mélange composé de 83 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 17 % en masse de nitrure de bore hexagonal à dimensions des particules inférieures à 10 microns, une charge cylindrique d'une masse volumique de 1,65 g/cm^3 et de 30 mm de diamètre. On entoure la charge d'une enveloppe en oxyde de plomb comprimé, de 10 mm d'épaisseur. On fait détoner la charge dans une atmosphère d'azote. On traite les produits solides de la détonation par de l'acide perchlorique fumant jusqu'à l'élimination totale du carbone libre. Ensuite, on traite le résidu par de l'acide nitrique fumant, pour dissoudre les éclats de la capsule-détonateur (amorce) et les oxydes de plomb. On traite le résidu insoluble par un mélange d'acide sulfurique concentré et de fluorure de sodium

(proportions en masse de 20/3 respectivement) à une température de 200°C, pour dissoudre le nitrure de bore hexagonal non converti. On sépare le résidu, on le lave à l'eau et on le sèche à une température de 100°C.

Le produit obtenu est un mélange des variétés à structures cubique et würtzite de nitrure de bore. Ledit produit est analogue au point de vue de la composition et des propriétés au produit obtenu suivant l'exemple 23.

Le rendement total en variétés à structure diamant de nitrure de bore est de 16 %.

EXEMPLE 27

On moule, à partir d'un mélange de 150 g d'hexogène finement dispersé à dimensions des particules inférieures à 100 microns et de 50 g de graphite colloïdal, une charge d'une masse volumique de 1,5 g/cm^3. On réalise la détonation et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant d'une surface spécifique de 120 m^2/g, d'une dimension des zones de diffusion cohérente de 130 Å, d'une valeur des microdistorsions du deuxième genre du réseau cristallin inférieure à 5.10^{-4}, d'une concentration en centres paramagnétiques de $1,35.10^{19}$ g^{-1}. Le rendement en diamant est de 10 %.

EXEMPLE 28

On moule, à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 25 % en masse de noir obtenu par électrocraquage thermique à partir de gaz et ayant une surface spécifique de 20 m^2/g, une charge cylindrique de 40 mm de diamètre. On réalise la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est une poudre de diamant de

variété cubique à surface spécifique de 35 m^2/g, d'une dimension des zones de diffusion cohérente de $17.10^{-3}\mu$, à valeur des microdistorsions du deuxième genre du réseau cristallin inférieure à 5.10^{-4}, à concentration en centres paramagnétiques de $1,13.10^{19}$ g^{-1}. Le rendement en diamant est de 8,5 %.

EXEMPLE 29

On moule, à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 25 % en masse de coke de pétrole à dimensions des particules inférieures à 350 microns, traité thermiquement à 1300°C, une charge d'une masse volumique de 1,5 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations suivantes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est une poudre de diamant de variété cubique à dimensions des particules de 0,3 à 3,0 microns, d'une masse volumique de 3,27 g/cm^3, d'une dimension des zones de diffusion cohérente de $12.10^{-3}\mu$. Le rendement en diamant est de 12,3 %.

EXEMPLE 30

On moule, à partir d'un mélange composé de 83 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 17 % en masse de graphite hexagonal spectralement pur, une charge cylindrique d'une masse volumique de 1,6 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge sous un vide de $1,33.10^{-2}$ Pa . Les opérations subséquentes sont effectuées d'une manière analogue à celle décrite à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique dont les propriétés sont analogues à celles du produit obtenu d'après l'exemple 25. Le rendement en diamant est de 20 %.

EXEMPLE 31

On moule, à partir d'un mélange composé de 79 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 21 % en

masse de nitrure de bore hexagonal à dimensions des particules inférieures à 10 microns, une charge sous forme d'un disque de 60 mm de diamètre et de 30 mm d'épaisseur. On réalise la détonation de la charge sous une atmosphère d'azote, avec amorçage simultané par deux capsules-détonateurs disposées aux faces terminales opposées du disque suivant son axe. A la limite de collision des ondes de détonation se propageant en sens inverses, il naît une pression dynamique supérieure à 60 GPa et une température d'environ 6000°K. On réalise les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle qui a été décrite à l'exemple 5.

Le produit obtenu est une poudre de mélange de variétés cubique et à structure würtzite de nitrure de bore (70 % et 30 % respectivement). Les dimensions des particules de poudre sont comprises entre 0,05 et 3,0 microns, leur masse volumique est de 3,3 g/cm^3. Le rendement global en variétés à structure diamant du nitrure de bore est de 15,0 %.

EXEMPLE 32

On dissout 750 g d'hexogène dans le diméthylformamide et on disperse dans la solution obtenue 250 g de noir à l'huile de fourneau d'une surface spécifique de 15 m^2/g. On coule la suspension obtenue dans une quantité décuple d'eau. On sépare par filtration et on sèche le dépôt formé qui se présente sous la forme d'un mélange d'hexogène recristallisé à dimensions des particules inférieures à 10 microns avec le noir. On moule, à partir du mélange formé, une charge cylindrique de 40 mm de diamètre et d'une masse volumique de 1,5 g/cm^3. On effectue la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique, d'une surface spécifique de 59 m^2/g à

dimension des zones de diffusion cohérente de 200 Å, d'une valeur des microdistorsions du deuxième genre du réseau cristallin inférieures à 5.10^{-4}, d'une concentration en centres paramagnétiques d'environ $1,25.10^{19}$ g^{-1}. Le rendement en diamant est de 19,3 %.

EXEMPLE 33

On moule, à partir d'un mélange composé de 450 g d'hexogène finement dispersé, de 75 g de graphite hexagonal spectralement pur à dimensions des particules inférieures à 200 microns et 75 g de nitrure de bore à dimensions des particules inférieures à 10 microns, une charge tubulaire de 100 mm de diamètre et de 10 mm d'épaisseur de paroi, ayant une masse volumique de 1,6 g/cm^3. On réalise la détonation de la charge sous une atmosphère d'azote. Les produits solides de la détonation sont un mélange de diamant et de variété à structure diamant de nitrure de bore, de carbone et de nitrure de bore hexagonal, d'oxyde de bore, de carbure de bore, d'éclats de détonateur, d'humidité et de produits gazeux adsorbés, de la détonation. Les produits solides de la détonation sont successivement traités par les acides nitrique et perchlorique fumants pour éliminer les éclats d'amorce, l'oxyde de bore, les formes non diamantoïdes de carbone et les produits gazeux de la détonation. Le résidu insoluble est traité par un mélange d'acide sulfurique concentré et de fluorure de sodium (proportions en masse de 20/3, respectivement) à une température de 200°C, il est séparé et soumis au séchage.

Le produit est un mélange de variété cubique de diamant, de variété cubique de nitrure de bore et de variété à structure wurtzite de nitrure de bore pour des proportions en masse de 70/20/10 respectivement. Le rendement global en variétés susindiquées du produit est de 15 %.

EXEMPLE 34

On moule, à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 20 % en masse de graphite hexagonal spectralement pur à dimensions des particules inférieures à 40 microns et 5 % en masse de nitrate d'ammonium à dimensions des particules inférieures à 1 mm, une charge plate d'une épaisseur de 30 mm, d'une largeur de 60 mm et d'une longueur de 200 mm, avec une masse volumique de 1,7 g/cm^3. On réalise la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de modification cubique, à propriétés analogues à celles de la poudre de diamant obtenue suivant l'exemple 25. Le rendement en diamant est de 22 %.

EXEMPLE 35

On moule, à partir d'un mélange composé de 80 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 20 % en masse de noir de carbone obtenu dans une flamme de diffusion et ayant une surface spécifique de 200 m^2/g, une charge plate de 15 mm d'épaisseur, de 30 mm de largeur et de 150 mm de longueur. On réalise la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique à dimension moyenne des particules d'environ 150 Å et à dimension des zones de diffusion cohérente de 140 Å. Le rendement en diamant est de 10 %.

EXEMPLE 36

On moule, à partir d'un mélange composé de 75 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 25 % en masse de graphite hexagonal naturel à dimensions des particules inférieures à 400 microns, une charge d'une masse volumique de 1,2 g/cm^3. On imprègne la charge obtenue d'azote liquide à raison de 10 % de la masse

de la charge. On réalise la détonation de la charge et les opérations suivantes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant composée de 70 % de modification cubique et de 30 % de variété hexagonale. La valeur des microdistorsions du deuxième ordre du réseau cristallin pour la variété cubique dans ce produit est égale à 2.10^{-3}. La surface spécifique de la poudre est égale à 30 m^2/g. Le rendement global en variétés susdites de diamant est de 5,0 %.

EXEMPLE 37

On moule, à partir d'un mélange composé de 60 % en masse de tétranitrométhane, de 20 % en masse de noir à l'huile de fourneau d'une surface spécifique de 15 m^2/g et de 20 % en masse de nitrobenzène, une charge cylindrique de 40 mm de diamètre. On réalise la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1. La pression dynamique et la température qui naissent du fait de la détonation de la charge de composition indiquée sont égales à 12 GPa et à 5000 K respectivement. Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique, analogue au point de vue de ses propriétés à la poudre de diamant obtenue suivant l'exemple 32. Le rendement en diamant est de 15 %.

EXEMPLE 38

On mélange des granules de 5 mm de diamètre composés de 80 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 15 % en masse de graphite hexagonal spectralement pur à dimensions des particules inférieures à 100 microns et de 5 % en masse de polyéthylène à dimension de particules inférieure à 100 microns, dans des proportions en masse de 3/1 avec de l'hexogène à dimensions des particules inférieures à 0,5 mm et on moule à partir du mélange obtenu une charge de masse volumi-

que moyenne de 1,6 g/cm^3. On réalise la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique avec des propriétés analogues à celles de la poudre de diamant obtenue à l'exemple 30. Le rendement en diamant est de 21 %.

EXEMPLE 39

On moule, à partir d'un mélange composé de 15 % en masse de noir à l'huile de fourneau d'une surface spécifique de 15 m^2/g, de 80 % en masse d'hexogène finement dispersé et de 5 % en masse de benzène, une charge d'une masse volumique de 1,45 g/cm^3. On réalise la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété cubique analogue par ses propriétés au produit obtenu à l'exemple 14. Le rendement en diamant est de 8 %.

EXEMPLE 40

On moule, à partir d'un mélange composé de 40 % en masse d'hexogène finement dispersé, 10 % en masse de nitrure de bore hexagonal à dimensions des particules inférieures à 10 microns et 50 % en masse de chlorure de baryum (masse volumique de 3 g/cm^3) à dimensions de particules inférieures à 500 microns, une charge cylindrique de 40 mm de diamètre. On réalise la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle de l'exemple 12.

Le produit obtenu est une variété à structure würtzite de nitrure de bore de propriétés analogues à celles du produit obtenu à l'exemple 12. Le rendement en variété à structure würtzite de nitrure de bore est de 5,0 %.

EXEMPLE 41

On moule, à partir d'un mélange composé de 30 %

en masse de TEN (tétranitroérythrol) finement dispersé et de 70 % en masse de carbone vitrifié sous forme de granules qui sont des lames de 1 mm d'épaisseur d'une dimension linéaire moyenne d'environ 8 mm, une charge cylindrique de 40 mm de diamètre et d'une masse volumique de 1,70 g/cm^3. On réalise la détonation de la charge et les opérations subséquentes d'une manière analogue à celle qui a été décrite à l'exemple 1.

Le produit obtenu est de la poudre de diamant de variété à structure cubique. Le rendement en produit est de 1,0 %.

EXEMPLE 42

On moule, à partir d'un mélange composé de 80 % en masse d'hexogène finement dispersé, de 1 % en masse de nitrure de bore turbostratique et de 19 % en masse de carbonate de calcium (masse volumique de 2,9 g/cm^3), une charge cylindrique de 40 mm de diamètre et de 1,3 g/cm^3 de masse volumique. On réalise la détonation de la charge sous un vide de 1 mm Hg. Les opérations subséquentes sont effectuées comme décrit à l'exemple 5.

Le produit obtenu est de la poudre de nitrure de bore de variété à structure wûrtzite ayant des propriétés analogues à celles du produit obtenu à l'exemple 5. Le rendement en produit est de 3,5 %.

Comme il va de soi, et comme il résulte d'ailleurs déjà de ce qui précède, l'invention ne se limite nullement à ceux de ses modes de réalisation et d'application qui ont été plus spécialement envisagés ; elle en embrasse, au contraire, toutes les variantes.

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation du diamant et/ou des variétés à structure diamant du nitrure de bore à partir d'une matière convertible telle que le carbone et/ou le nitrure de bore avec utilisation de l'énergie explosive, caractérisé en ce que l'on utilise l'énergie explosive en réalisant la détonation d'une charge contenant un explosif et de la matière convertible.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que, à titre d'explosifs, on utilise ceux qui garantissent au cours de la détonation de la charge des pressions dynamiques de 3 à 60 GPa et des températures de 2000 à 6000 K.

3. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que, à titre d'explosifs, on utilise la cyclotriméthylènetrinitroamine, la cyclotétraméthylènetétranitroamine, le trinitrotoluène, la trinitrophénylméthylnitroamine, le tétranitroérythrol, le tétranitrométhane ou des mélanges desdits explosifs.

4. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on utilise une charge contenant de 30 à 99 % en masse d'explosif et de 1 à 70 % en masse de matière convertible.

5. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on utilise une charge contenant de pair avec l'explosif et une matière convertible, également des additifs inertes par rapport à la matière convertible qui s'évaporent ou se décomposent en aval du front de l'onde de détonation, à raison de 1 à 50 % de la masse de la charge.

6. Procédé suivant la revendication 5, caractérisé en ce qu'on utilise une charge contenant à titre d'additifs inertes de l'eau, de l'azote liquide, des solutions aqueuses de sels de métaux, des cristaux hydratés, des sels d'ammonium, de l'hydrazine, des sels d'hydrazine, des solutions aqueuses de sels d'hydrazine

ou des hydrocarbures liquides ou solides.

7. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on utilise une charge contenant de pair avec l'explosif et la matière convertible également des additifs inertes vis-à-vis de la matière convertible choisis parmi les métaux et les sels de métaux d'une masse volumique supérieure à 2,2 g/cm^3.

8. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'on met préalablement en granules au moins l'un des constituants de la charge ou bien en commun des associations variées des constituants de la charge.

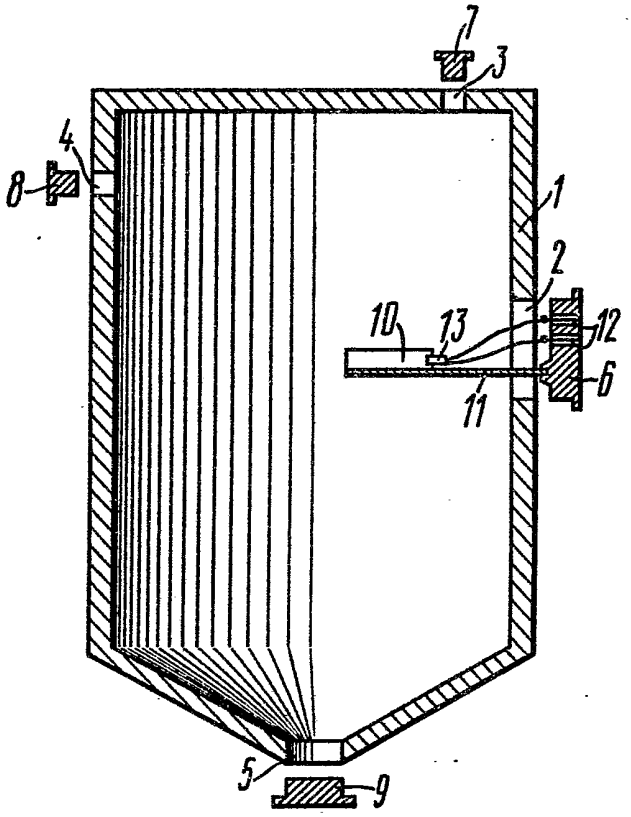
9. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'on utilise en tant que carbone au moins une de ses variétés choisie parmi le graphite hexagonal, le graphite rhomboédrique, le graphite colloïdal et le graphite pyrolytique.

10. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'on utilise à titre de carbone au moins l'une de ses variétés amorphes vis-à-vis des rayons X choisie parmi les noirs, le carbone vitrifié, le coke, la shungite et le charbon de sucre.

11. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'à titre de nitrure de bore, on utilise au moins l'une de ses variétés choisie parmi sa modification hexagonale et sa variété turbostratique.

12. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce qu'avant la détonation, on renferme la charge sous une enveloppe en substance inerte vis-à-vis de la substance convertible et soluble dans l'eau, les acides, les bases.

13. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce qu'on réalise la détonation de la charge sous une atmosphère d'un gaz inerte vis-à-vis des produits finals, sous une atmosphère de produits

gazeux de la détonation ou sous un vide de $1,33.10^{-2}$ à $1,33.10^{3}$ Pa.

Pl. unique