

文章编号: 1001-1455(2004)04-0382-03

纳米 RDX 粉体的制备与撞击感度^{*}

陈厚和, 孟庆刚, 曹 虎, 裴艳敏, 诸吕锋, 吕春绪
(南京理工大学化工学院, 江苏 南京 210094)

摘要: 将普通工业黑索今炸药溶解于混合溶剂中, 通过喷雾干燥, 制取纳米黑索今炸药粉体, 得率达到 50% 以上, 粒径为 40~60nm。实验结果表明, 随着粒径的减小, 黑索今的机械撞击感度降低, 纳米黑索今撞击感度的特性落高约为普通工业黑索今的两倍。

关键词: 爆炸力学; 冲击感度; 喷雾干燥; 黑索今; 纳米; 炸药

中图分类号: O38; TQ560.6 国标学科代码: 130*35 文献标志码: A

1 引 言

纳米材料的制备是纳米科学研究的基础, 更是纳米材料应用的前提, 因此国内外都进行了大量研究^[1~3]。但有关有机化合物纳米粉体, 特别是有机含能纳米材料(如纳米级火药、炸药粉体)的制备技术报道不多, 尤其是每批次制备量达克级, 可以适合于中试和工业化生产的技术与工艺, 实测的纳米火药、炸药的有关性能没有报道, 主要原因在于制取纳米级火炸药方法不多, 难度也较大^[4~6]。

2 纳米黑索今的制备

炸药的超细化可以借鉴已广泛应用的无机化合物、金属的超细粉体技术。但炸药是有机化合物, 有其自身的特性, 如相对于无机化合物、金属来说, 熔点较低, 容易燃烧, 具有爆炸性, 生产批量小、纯度要求高。因此炸药的细化技术有特殊的工艺特点和安全操作要求。黑索今(RDX)是一种性能优良的军用炸药, 也是世界各国广泛使用的主要军用炸药之一, 广泛应用于各种武器的战斗部装药和高性能推进剂^[7]。环三甲撑基三硝胺能够在一些溶剂中溶解, 然后在一定的条件下重结晶。利用这一特性, 制取纳米黑索今粉体, 同时在溶液中加入表面活性剂, 阻止微粒的团聚和结晶时晶体的成长, 是一种安全、方便有效的方法。

2.1 试剂与仪器

黑索今, 工业级; 混合溶剂, 分析纯, 自制; 由聚氧乙烯多元醇非离子表面活性和高醇酯类天然表面活性剂制备的复合表面活性剂, 自制。日本日立 H-800 型透射电子显微镜。

2.2 黑索今的溶解度

物质在溶剂中溶解度的大小取决于物质的内部结构和溶剂的性质。工业用的黑索今是细结晶的粉末, 不吸湿, 并且在实际上几乎不溶于水, 很难溶于乙醇, 易溶于丙酮等溶剂中。与金属不互相作用。冲淡的碱和酸与黑索今不起作用, 浓硫酸会分解黑索今, 浓硝酸会使它溶解, 但不分解它^[7]。基于黑索今的以上特性, 同时考虑到制备工艺的特点, 在选择溶剂时, 除考虑溶剂价格和安全性等因素外, 还要求: (1)对 RDX 溶质有足够大的溶解力; (2)稳定性好; (3)沸点适中, 在一定温度条件下蒸发, 黑索今重结晶时, 晶核的形成速度较快, 而晶体的成长速度较小。

表 1 是黑索今在一些溶剂中的溶解度。从表中可以看出, 丙酮具有较好的溶解 RDX 的能力。但

* 收稿日期: 2003-08-18; 修回日期: 2003-11-10

基金项目: 国家自然科学基金委员会与中国工程物理研究院联合基金项目(10276018)

作者简介: 陈厚和(1961—), 男, 博士, 副教授。

由于丙酮的沸点低，挥发快，因此在实际制备过程中，为了与制备工艺配合，一般使用以丙酮为主溶剂的混合溶剂。黑索今在以丙酮为主溶剂(100g)的混合溶剂中的溶解度见图 1。

表 1 黑索今的溶解度(100g 溶剂)

Table 1 The solubility of RDX in solvent (100g solvent) g								
溶剂	10°C	20°C	30°C	40°C	50°C	60°C	70°C	80°C
苯	0.02	0.05	0.06	0.09	0.15	0.20	0.30	0.41
乙醇	0.07	0.10	0.15	0.25	0.36	0.58	0.90	
甲醇	0.20	0.24	0.30	0.50	0.75	1.12		
丙酮	5.29	7.22	8.56	11.34	13.21			
甲苯	0.02	0.02	0.03	0.05	0.09	0.14	0.20	0.30

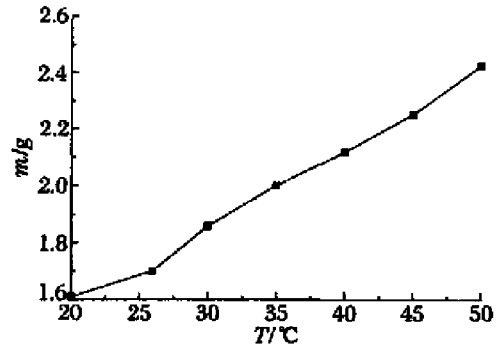


图 1 RDX 在混合溶剂中的溶解度

Fig.1 The solubility of RDX in mixed solvent

2.3 纳米黑索今的制备

30 °C下，将 2.5g RDX 溶解于 300g 上述混合溶剂中，加入复合表面活性剂，形成无水微乳液。在一定的压力和温度条件下将溶液喷入接受器中。可以观察到，随着溶剂的挥发，接受器上有大量细小白色的 RDX 结晶。复合表面活性剂随着溶剂的蒸发析出，包覆在黑索今粒子的表面，不仅限制了黑索今晶体的长大，而且也防止了黑索今粉体的团聚。将上述 RDX 结晶用乙醇洗涤。由于复合表面活性剂具有

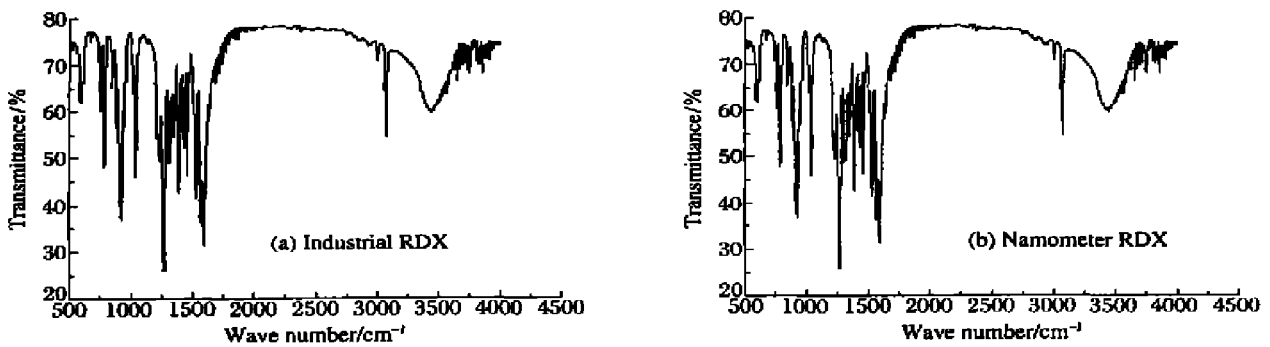


图 2 RDX 的红外光谱图

Fig.2 The infrared spectra of RDX

很好的醇溶性，经过数次洗涤，包覆在 RDX 晶体表面的复合表面活性剂，基本被洗涤掉，其红外吸收光谱与普通工业 RDX 的吸收光谱一致(见图 2)。然后，在 80 ~ 100 °C干燥，得到 1.4g 外观呈白色，但微显灰暗的纳米黑索今粉体。

利用日本日立 H-800 型透射电子显微镜对粉体观察拍摄。结果表明，纳米 RDX 颗粒类球形，分散性较好，团聚现象较少，平均粒径约 60nm，结果如图 3 所示。

3 纳米黑索今的撞击感度

通过改变纳米黑索今制备过程中溶液的浓度、温度和压力等条件，可以制备不同粒径的纳米黑索今粉体，这些 RDX 颗粒都呈类球形，分散性较好，团聚现象较少。按 GJB 772A-97 规定的方法，对不同粒径黑索今的机械撞击感度(落锤质量(5.000 ± 0.005)kg)进行测试，结果为：黑索今粒径为 66000(工业)、60、120 ~ 150、40nm 时，特性落高分别为 24.2、54.1、40.6、59.8cm。从测试结果可见，黑索今粒径越小，机械撞击感度越低，纳米级黑索今的机械撞击感度，以特性落高

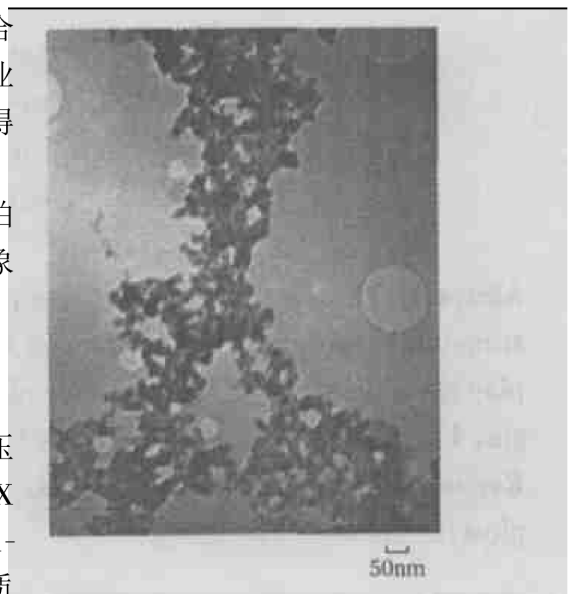


图 3 纳米 RDX 粒子透射电镜照片

Fig.3 Photograph of transmission electron microscope of nanometer particle of RDX

表征,约为普通工业级黑索今(球形,平均粒径 $66\mu\text{m}$)的两倍。

4 结 论

采用喷雾干燥重结晶的方法,实验室可以制备粒径为 $40\sim 60\text{nm}$ 的 RDX 炸药粉体,得率达到 50% 以上,其红外谱图与普通工业 RDX 基本一致,但特征峰更加明显。值得注意的是,长期以来,人们对微米级以上粒径的 RDX 炸药粉体的研究结论是,炸药粒径越小,撞击感度越高,而上述按 GJB 772-97 规定的方法进行实际测试的结果表明,纳米 RDX 撞击感度的特性落高约高于普通工业 RDX 一倍,这对于制订纳米 RDX 炸药粉体的制备、运输和加工应用等方面的安全操作规程,具有重要的参考意义。

参考文献:

- [1] Shi Z, Li Y, Wang S. Self-assembled film of a new c60 derivative covalently linked to TiO_2 nanocrystalline[J]. Chemical Physics Letters, 2001(3):264.
- [2] Wu X J, Du L G, Liu H F. Synthesis and tensile property of nanocrystalline metal copper[J]. Nanostructured Materials, 1999(12):221-224.
- [3] HAO En-cai, SUN Hai-ping, ZHOU Zhen, et al. Synthesis and optical properties of CdSe and CdSe/CdS nanoparticles [J]. Chemistry of Materials, 1999(11):3096-3102.
- [4] 王卫民,赵晓利,张小宁.高速撞击流技术制备炸药超细微粉的工艺研究[J].火炸药学报,2001,24(1):52-54.
WANG Wei-min, ZHAO Xiao-li, ZHANG Xiao-ning. Study of technology on the preparation of ultrafine particle of explosive using the technology of high-speed impinging streams[J]. Chinese Journal of Explosives and Propellants, 2001, 24(1):52-54.
- [5] 王晶禹,张景林,王保国.HMX 炸药的重结晶超细化技术研究[J].北京理工大学学报,2000,20(3):385-388.
WANG Jing-yu, ZHANG Jing-lin, WANG Bao-guo. Recrystallizing-ultrafine technology of explosive HMX[J]. Journal of Beijing Institute of Technology, 2000, 20(3):385-388.
- [6] Fearheller W R, Donaldson T A, Thorpe R. Recrystallization of HNS for the preparation of detonator grades explosive material[R]. DE88012862, 1998.
- [7] 孙荣康,任特生,高怀琳.猛炸药的化学与工艺学[M].北京:国防工业出版社,1983:521-589.

Preparation and impact sensitivity of nanometer explosive powder of RDX

CHEN Hou-he^{*}, MENG Qing-gang, CAO Hu,

PEI Yan-min, ZHU Lü-feng, Lǐ Chun-xu

(School of Chemical Engineering, Nanjing University of Science and Technology,
Nanjing 210094, Jiangsu, China)

Abstract: The nanometer explosive powder of RDX with mean diameter $40\sim 60\text{nm}$ was prepared by spraying evaporation. Experimental results show that, the mechanical impacting sensitivity of RDX play down as the particle diameter of RDX reduces. The impact sensitivity of industrial RDX is 24.2cm, but that of nanometer RDX is 54~59cm.

Key words: mechanics of explosion; impact sensitivity; sparying evaporation; RDX; nanometer; explosive

* Corresponding author: CHEN Hou-he

E-mail address: chhh42792@yahoo.com.cn

Telephone: 025-84315523