

文章编号:1006-9941(2005)03-0179-03

## 溶剂-非溶剂法制备混合点火药

易乃绒, 侯毓悌, 史春红, 吕巧莉, 马友林

(陕西应用物理化学研究所, 陕西 西安 710061)

**摘要:**通过对目前点火药制备工艺的分析,选择了溶剂-非溶剂法制备混合点火药。确定了制备混合点火药的工艺流程,并对所制备点火药的形貌和热性能进行了分析。结果表明:采用该工艺制备的药剂颗粒近似球形,流散性好;制备的混合点火药的安定性得到增强。

**关键词:**无机化学;混合点火药;制备工艺;溶剂-非溶剂法

**中图分类号:** TJ45

**文献标识码:** A

### 1 引言

混合点火药的性能与点火药的制备工艺有很大关系,制备工艺不同往往会使药剂的混合均匀程度受到影响。在传统的药剂制备工艺中多使用机械混合,如使用球磨机对原材料和药剂进行粉碎混合。由于混合型点火药组分较多,用机械方法制造混合点火药存在以下弊端:①混合的均匀性达不到所要求;②机械混合存在容易产生静电等不安全因素。研究人员相继使用表面活性剂改善工艺,也采用包覆技术来改善点火药性能<sup>[1]</sup>。为解决传统工艺的缺点,本文选用简单易行的溶剂-非溶剂法制备混合点火药。该方法不仅可以用来制备混合点火药,对于其他类型的混合药剂制备也有一定的借鉴意义。

### 2 制备原理

溶剂-非溶剂法是根据溶解度原理,将液相沉积技术与表面包覆技术结合的一种方法。溶剂和非溶剂是对粘合剂而言,能够大量溶解粘合剂的物质为溶剂,反之为非溶剂。将氧化剂和还原剂分散于粘合剂溶液中,然后加入非溶剂,随着非溶剂加入量的增多,混合溶剂中粘合剂的溶解度变小,粘合剂逐渐析出,沉积于不溶于混合溶剂的氧化剂与还原剂表面,氧化剂与还原剂粒度不同,粒度小的物质吸附于粒度较大的颗粒上,形成以较大微粒为中心均匀混合的点火药颗粒。该原理与萃取非常相似,但过程正好相反,非溶剂加入后,因为粘合剂在非溶剂中不溶解,很快析出。根据相平衡,溶剂中的粘合剂随着非溶剂加入量的增多而减

少。待粘合剂大部分析出后,升高温度至溶剂沸点,加速溶剂蒸发,使粘合剂更彻底析出。

该方法的基本过程是:①将粘合剂溶于溶剂中,形成粘合剂溶液;②氧化剂和还原剂置于粘合剂溶液中,在搅拌下形成悬浮液;③加入非溶剂,粘合剂逐步从溶液中析出;④升高温度使粘合剂溶液中溶剂挥发,粘合剂更彻底析出。

### 3 原材料选择

溶剂-非溶剂法混合造粒的应用条件<sup>[2,3]</sup>:

- ①氧化剂和还原剂不溶于造粒介质;
- ②粘合剂不溶于非溶剂;
- ③非溶剂应尽可能与溶剂互溶,其沸点应比溶剂高;
- ④造粒介质应无毒。

混合点火药配方中的还原剂一般可以选用燃烧热值大的可燃剂,如镁粉、铝粉、镁-铝合金粉或硼粉等。通过实验发现近似球状表面粗糙的可燃剂应该比较容易包覆,片状的金属粉(表面光滑)包覆比较困难。

氧化剂选用有效含氧量高并与还原剂有良好相容性的物质,如高氯酸钾( $\text{KClO}_4$ )、硝酸钾( $\text{KNO}_3$ )、聚四氟乙烯(PTFE)等。该方法中溶剂和非溶剂混合物为造粒介质,因此制备点火药时原材料的选择应满足以上造粒条件。

粘合剂材料直接影响药剂的制备工艺性、物理机械性能、使用安全性和装药性能。因此应考虑它的成膜性、耐温性和物理机械性能等因素。由于工艺本身的特殊性,要求粘合剂大量溶于溶剂而不溶于非溶剂。

本文选用一种性能良好的由可燃剂,氧化剂和粘合剂组成的点火药,采用溶剂-非溶剂法进行新的工艺原理探索研究。

收稿日期:2004-12-14;修回日期:2005-02-21

作者简介:易乃绒(1980-),女,在读硕士研究生,从事火工药剂研究。

## 4 制备方法与工艺流程

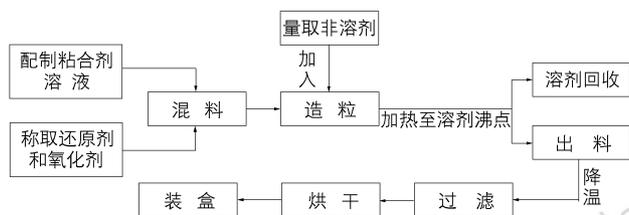
### 4.1 原材料准备

从吸附理论<sup>[4,5]</sup>可知,小颗粒物质的比表面积大,很容易吸附到大颗粒物质的表面上。因此选用粒度较小的可燃剂与粒度较大氧化剂进行实验。

溶剂-非溶剂法制备混合点火药中粒度级配对混合药成粒有很大影响。在包覆过程中,要使大颗粒与小颗粒形成包覆状态,则小颗粒与大颗粒的粒度需有一定的比例,才能形成均匀包覆的粒子。所以在制备药剂之前需要对原材料进行处理。本文中氧化剂的平均粒径为  $6.8 \mu\text{m}$ ,可燃剂的平均粒径为  $3.3 \mu\text{m}$ 。

### 4.2 药剂制备工艺

配制  $0.4\% \sim 0.5\%$  的粘合剂溶液待用;调整好搅拌装置(JJ-1 精密增力电动搅拌器),称取所需量的还原剂和氧化剂备用;将粘合剂溶液倾入混合器中,开动搅拌器,搅拌速度为 2 档,分别加入称量好的还原剂和氧化剂;搅拌约 30 min 左右,加入非溶剂,加料速度为每分钟 100 ~ 110 滴;加料结束后,继续搅拌,每隔 15 min 取样观察,待粘合剂析出不变时,加热升温至溶剂沸点,没有粘合剂析出时,降温出料;抽滤,洗涤,干燥。在制备过程中严格控制搅拌速度和造粒介质的温度,制备的工艺流程如下所示。



## 5 所制备点火药的性能分析

### 5.1 形貌分析

用电镜对溶剂-非溶剂法制备的药剂进行形貌分析,如图 1 所示。

从图 1 可以看出用溶剂-非溶剂法制备的点火药粒子近似成球形,流散性好,颗粒混合均匀性好。该方法制备药剂的颗粒大小在  $50 \sim 200 \mu\text{m}$ ,平均粒径为  $132.6 \mu\text{m}$ 。

### 5.2 成份分析

点火药的成份决定点火药的性能。用溶剂-非溶剂法制备的点火药能否保持原有的成份配比,是该工艺是否有效的重要依据。如果各组分比例与投料量比例相符,则该工艺对药剂的基本性能影响不大,本文

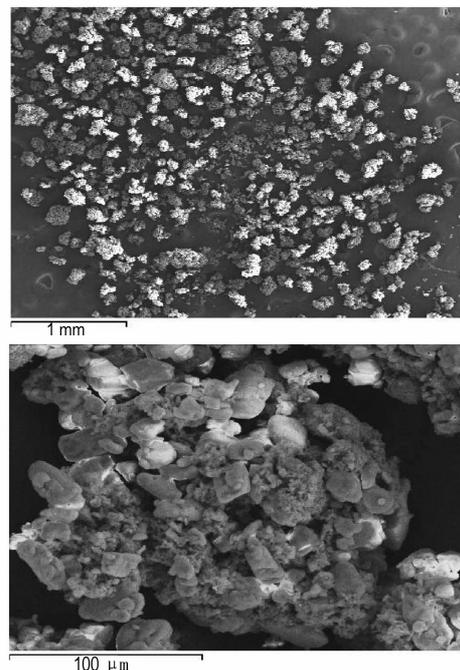


图 1 溶剂-非溶剂法制备点火药的 SEM 照片  
Fig. 1 SEM photo of the igniter prepared by solvent-nonsolvent method

用化学分析法对药剂的组分进行分析,主要步骤:(1)称取一定量的混合药剂,用溶剂溶解混合药中的粘合剂,用离心法将不溶组分与溶液分离,称取不溶组分的质量,用混合药质量减去不溶组分的质量即为粘合剂质量;(2)重新称取混合药剂,测定氧化剂的质量;(3)用药剂质量减去粘合剂量与氧化剂的量即为还原剂的量。该实验平行分析两组,取平均值。试验结果如表 1 所示。

表 1 溶剂-非溶剂法制备点火药成份分析  
Table 1 Composition of the igniter prepared by solvent-nonsolvent method

item	oxidant/%	reducer/%	binder/%
theoretical value	81.0	19.0	8
experimental value	80.5	19.5	4.9

从表 1 中数据可以看出,用溶剂-非溶剂法制备混合点火药,氧化剂和还原剂的量与投料的组分配比一致,粘合剂的含量与投料量有一定的差别,这与测试方法有一定关系。用溶剂-非溶剂法制备混合点火药时,粘合剂是以溶液状态存在,当粘合剂析出时,以分子状态吸附在氧化剂和还原剂表层,当用溶剂溶解粘合剂时,氧化剂和还原剂表面不可避免会吸附一定量的粘合剂,所以测得的粘合剂量会偏小。另外,在混合药剂

备过程中,粘合剂逐渐析出包覆氧化剂与还原剂,当药剂出现明显颗粒时,继续加热挥发溶剂,用加热法挥发溶剂不是很彻底,溶剂中溶解了一定量的粘合剂。因此,抽滤时有部分粘合剂溶解于溶剂中流入滤液中而损失。若采用蒸发溶剂法(抽真空),粘合剂的损失会减小。

### 5.3 热性能分析

本文使用差示扫描量热(DSC)来分析该点火药中各组分的相容性与安定性。文中的DSC曲线使用美国热分析仪器公司TA2100热分析系统MDS2910调幅式差示扫描量热计测得。图2是溶剂-非溶剂法与机械法混合制备混合点火药的DSC曲线。

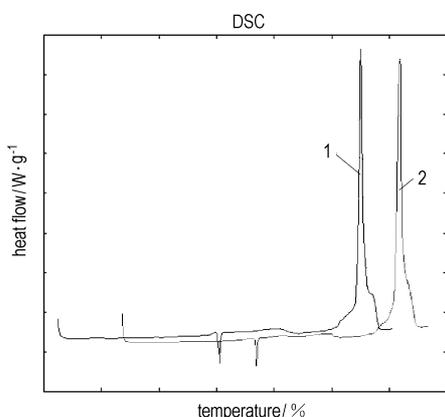


图2 溶剂-非溶剂法与机械混合法点火药DSC曲线

1—机械混合法, 2—溶剂-非溶剂法

Fig. 2 DSC curves of the igniter prepared by machine mixing method and solvent-nonsolvent method

1—machine mixing, 2—solvent-nonsolvent method

从以上曲线的分解峰与反应峰可以看出,两种方法制备混合点火药的DSC曲线形状基本相同。溶剂-非溶剂法制备混合点火药的反应峰向后明显推移,说明溶剂-非溶剂法制备混合点火药,能够使点火药的安

定性得到增强。反应的放热峰的峰宽变化不大。说明溶剂-非溶剂法制备混合点火药,没有改变药剂的反应机理,只是改变了氧化剂和还原剂的接触紧密程度和混合程度。

溶剂-非溶剂法制备混合点火药,能够保持氧化剂和还原剂的原有粒度大小,氧化剂和还原剂的量没有损失,能够保证原有主组分含量。使氧化剂、还原剂和粘合剂充分混合,尤其是对原材料粒度要求很小的点火药,混合均匀性好,包覆效果良好。该方法制备混合药剂可以为纳米材料在火工药剂中的应用提供一定的参考价值。这样克服了用机械方法存在的弊端,整个实验过程都在溶液中进行,安全性得到保障。

## 6 结论

从药剂制备原理和所制备药剂的性能分析可以得出如下结论:

(1) 溶剂-非溶剂法制备混合点火药工艺可行,不会引入杂质,能够保证原有的组分。

(2) 该方法制备的点火药近似球形,流散性好。

(3) 用溶剂-非溶剂法可使制备的混合点火药安定性得到提高。

### 参考文献:

- [1] Terrence P Goddard, Donald N Thatcher, Charles G Garrison. Ignition enhancing propellant coating[P]. US4089716, 1978.
- [2] 刘自汤, 劳允亮. 起爆药实验[M]. 北京: 北京理工大学出版社, 1995.
- [3] 张树海, 张景林. PBX传爆药制造中的界面化学问题[J]. 火工品, 2001, 22(2): 21-23.  
ZHANG Shu-hai, ZHANG Jing-lin. Interface problems in PBX booster explosive preparation[J]. *INITIATORS & PYROTECHNICS*, 2001, 22(2): 21-23.
- [4] 傅献彩. 物理化学[M]. 北京: 高等教育出版社, 1990.
- [5] (美) M A 安德森, A J 鲁宾, 编. 刘莲生, 等译. 水溶液吸附化学: 无机物在固-液界面上的吸附作用[M]. 北京: 科学出版社, 1989.

## Preparation of Igniter Mixture by Solvent-nonsolvent Method

YI Nai-rong, HOU Yu-ti, SHI Chun-hong, Lü Qiao-li, MA You-lin

(Shaanxi Applied Physics-chemistry Institute, Xi'an 710061, China)

**Abstract:** The solvent-nonsolvent method was chosen to prepare the igniter mixture based on the current technologies of preparing the igniter mixture. The technical process was made and the igniter mixture was characterized by SEM and DSC. The results show that the igniter mixture was nearly spheric. The flowability of the granules and the thermal stability were improved.

**Key words:** inorganic chemistry; igniter mixture; technical process; solvent-nonsolvent method