

文章编号: 1006-9941(2015)05-0410-05

凝胶模板法制备 RDX/B/Fe₂O₃ 纳米复合含能材料

王瑞浩^{1,2}, 晋日亚¹, 王金英¹, 张景林¹, 王敦举²

(1. 中北大学化工与环境学院, 山西 太原 030051; 2. 西南科技大学国防科技学院, 四川 绵阳 621000)

摘要: 采用溶胶凝胶法制备 Fe₂O₃ 凝胶模板, 加入黑索今(RDX)和硼(B)粉, 制得 RDX/B/Fe₂O₃ 复合湿凝胶, 利用超临界 CO₂ 流体干燥工艺对其进行干燥, 得到 RDX/B/Fe₂O₃ 纳米复合含能材料。讨论了湿凝胶制备和超临界 CO₂ 流体干燥工艺中对凝胶结构和粒子大小的影响因素, 获得了最佳制备工艺条件: Fe³⁺ 浓度 0.20 mol·L⁻¹, n(Fe³⁺): n(C₃H₆O)=1:15, 超临界流体的温度 40 °C 和压力 10 MPa, 干燥釜升压时 CO₂ 流入的速率 15 L·h⁻¹, 干燥釜平衡换气时 CO₂ 流体的流速 2 L·h⁻¹。在此条件下制备得到纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ (质量比为 90:2:8), 利用扫描电镜, 差示扫描量热分析了样品的微观形貌和热分解特性, 测试了机械感度。结果表明, 所得纳米含能材料粒度为 30~50 nm; RDX/B/Fe₂O₃ 分解放热起始温度比原料 RDX 提前了 7 °C, 放热量提高了 885 J·g⁻¹, 机械感度 H₅₀=40.8 cm。

关键词: RDX/B/Fe₂O₃ 纳米复合含能材料; Fe₂O₃ 凝胶模板; 超临界 CO₂; 工艺优化; 扫描电镜; 机械感度; 热分解

中图分类号: TJ55; O64

文献标志码: A

DOI: 10.11943/j.issn.1006-9941.2015.05.001

1 引言

纳米复合含能材料作为具有高能量密度、高能量释放速率、低感度的新型含能材料而备受界内关注^[1-3]。利用溶胶凝胶法制备纳米复合含能材料可以将炸药的尺寸控制到微纳米级别, 获得具有大比表面积的性能更优的复合炸药粒子^[4-5]。Sanjay V. Ingale 等^[6]利用该方法得到了粒度尺寸为 10~30 nm 的 RDX/SiO₂, 比原料 RDX 对外界撞击更为钝感。合适的凝胶模板对含能材料的爆炸和燃烧还能起到一定的催化作用。研究表明, Fe₂O₃ 的燃烧催化特性可以改善高氯酸铵(AP)的高温分解, 大大降低 AP 的热分解温度^[7]; 纳米复合的 Fe₂O₃/Al 铝热剂比普通铝热剂的点火和能量释放性能更加优越^[8]。

同时, 凝胶模板中添加氧化剂、可燃剂、金属粉等, 可以改善炸药的氧平衡和提高热量的释放^[9-10]。添加金属粉是提高炸药能量的一种有效途径。其中硼(B)具有较高的质量热值和体积热值, 相比于铝, 硼粉燃烧值为 58.6 kJ·g⁻¹, 铝粉的燃烧值是 31.0 kJ·g⁻¹^[11]。西安近代化学研究所^[12-13]对含硼炸药的水下能量特性进行了详细研究, 发现以二硝基呋喃基氧化呋喃、黑

索今(RDX)、奥克托今(HMX)为基的含硼炸药水下总能量比相应的含铝炸药水下总能量高。且常温下硼粉不易和空气中的水分发生反应, 对炸药的安全性和长储性都非常有利。

本研究采用溶胶凝胶法制备出 Fe₂O₃ 凝胶模板, 利用其三维空间网状结构, 加入 RDX 和 B 粉, 通过超临界 CO₂ 流体干燥工艺干燥, 使 RDX 在模板微孔中重新结晶, 且 B 粒子镶嵌其中, 获得纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃, 以期得到能量性能优越的、钝感的新型纳米复合含能材料。

2 实验部分

2.1 试剂与仪器

RDX, 银光化工集团; B 粉, 亚微米级; FeCl₃·6H₂O, 分析纯, 天津申泰化学试剂有限公司; N,N-二甲基甲酰胺(DMF), 分析纯, 天津天大化工试剂厂; 环氧丙烷(PO), 分析纯, 成都科龙化工试剂厂。

SFP2 型超临界设备, 法国 SEPAREX 公司; 激光粒度分析仪, 美国 Brookhaven 公司; XP-800C 型偏光显微镜, 上海蔡康光学仪器有限公司; S4700 型场发射扫描电镜, 日本日立公司; AS20500ADT 型超声波震荡仪, 天津奥塞斯科学仪器公司; WL-1 型落锤仪与 WM-1 型摩擦感度仪, 中国兵器工业传爆药性能检测中心实验室。

收稿日期: 2014-07-24; 修回日期: 2014-09-26

作者简介: 王瑞浩(1987-), 男, 助教, 在读博士, 主要从事新型含能材料的制备研究。e-mail: ruihao0847@163.com

2.2 制备过程

称取 5.41 g 的 FeCl₃ · 6H₂O 溶于 100 mL 的 DMF 中, 超声震荡使固体 FeCl₃ · 6H₂O 完全溶解。将 18 g 的 RDX 溶于体系中, 并超声震荡至溶解均匀, 加入 0.4 g 的 B 粉和 0.3 mol 凝胶剂 PO, 搅拌, 配制含有 RDX 和 B 粉的悬浮液, 用保鲜膜密封, 静置数小时, 得到湿凝胶。采用超临界 CO₂ 流体干燥工艺干燥得到 RDX/B/Fe₂O₃ 纳米复合含能材料。

2.3 工艺条件的确定

溶胶凝胶过程中, 影响复合凝胶质量的有 Fe³⁺ 浓度、PO 加入量。超临界 CO₂ 流体干燥工艺对复合炸药的粒径及整体结构影响很大, 主要的影响因素有超临界流体的温度 T 和压力 p , 干燥釜升压时 CO₂ 的流入速率 V_r , 干燥釜平衡换气时 CO₂ 流体的流速 V_b , 采用 4 因素 3 水平的 L₉(3⁴) 正交试验对干燥工艺进行优化。

3 结果与讨论

3.1 Fe³⁺ 离子浓度对凝胶的影响

Fe³⁺ 浓度会影响凝胶成型和结构。金属盐的水解反应浓度过大, 相应的溶剂所占的比例变小, 部分金属盐水解不完全; 浓度较小时, 反应过程中生成的溶胶胶粒浓度随之变小, 有效的缩合反应碰撞变少, 溶胶的交联过程很难进行, 甚至不能形成凝胶。在其他实验条件都相同的情况下进行凝胶, Fe³⁺ 浓度为 0.20, 0.25, 0.30 mol · L⁻¹ 时, 凝胶效果好, 凝胶呈红褐色果冻状, 有一定光泽度和弹性, 当浓度小于 0.20 mol · L⁻¹ 时, 凝胶质量较差, 浓度低至 0.10 mol · L⁻¹ 时不能形成果冻状凝胶。结合 RDX 在 DMF 中的溶解度和复合含能材料中 RDX 所占的比例, 本实验选择了 Fe³⁺ 浓度为 0.20 mol · L⁻¹ 来制备凝胶。

3.2 PO 加入量对凝胶的影响

PO 的加入可促进 FeCl₃ · 6H₂O 在 DMF 中的解离, 生成大量的初始聚合单体 [Fe(OH)₃(OH₂)₃]^[14], 增大有效碰撞的几率, 减少了凝胶聚合反应的时间。

实验表明, PO 的加入量对凝胶的形成有很大的影响。Fe³⁺ 浓度为 0.20 mol · L⁻¹ 时, 以 $n(\text{Fe}^{3+}) : n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}) = 1 : 5, 1 : 10, 1 : 15, 1 : 20, 1 : 30$ 加入 PO, 可以得到如下结果: 当环氧丙烷的添加比例较小时, 凝胶反应时间较长。分析认为少量的 PO 催化作用较弱, 初始聚合单体 [Fe(OH)₃(OH₂)₃] 生成速率较慢, 溶液中聚合单体 [Fe(OH)₃(OH₂)₃] 浓度小, 发生有效碰撞

的几率减小, 聚合反应困难。反之, PO 的添加量较大时, 催化作用明显。当 $n(\text{Fe}^{3+}) : n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}) = 1 : 30$ 时, 前驱溶液可在 1.5 h 内快速凝胶。但凝胶的过快形成, 导致凝胶孔中存在大量未反应的溶剂, 随着溶液中胶粒的进一步缩合反应, 部分未反应的溶剂从凝胶孔中被挤出, 残留于凝胶表面, 且容易形成结构紧密的大片状胶体, 这都不利于 RDX、B 粉的添加和复合。实验发现, 当 $n(\text{Fe}^{3+}) : n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}) = 1 : 15$ 时, 凝胶时间为 5 h, 凝胶具有一定的弹性和韧性, 质量较好, 凝胶周围没有溶剂残留。图 1 为 Fe³⁺ 浓度为 0.20 mol · L⁻¹、 $n(\text{Fe}^{3+}) : n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}) = 1 : 15$ 时得到的样品, 由图 1a 可以看出 Fe₂O₃ 湿凝胶呈红褐色果冻状, 图 1b 所示为经干燥后的 Fe₂O₃ 气凝胶, 颜色为棕褐色, 分散性较好。



a. wet gel of Fe₂O₃ b. aerogel of Fe₂O₃

图 1 两种形态的 Fe₂O₃ 样品照片

Fig. 1 Digital photos of two forms of Fe₂O₃

3.3 超临界干燥工艺对产品的影响

正交试验因素水平如表 1 所示, 正交试验结果如表 2 所示。

(1) 温度的影响。随着温度的升高, 一方面超临界 CO₂ 流体的密度减小, 其对溶剂的溶解能力随之减小, 凝胶干燥过程中的溶剂萃取变慢。另一方面, 传质速率随温度的升高而增大, 超临界 CO₂ 与 DMF 溶剂分子的缔合更快, 提高了干燥效率。此外, 炸药在 DMF 中溶解度随温度的升高而增大, 导致凝胶中的炸药溶液的过饱和度减小, 在相同条件下降低了溶液瞬

表 1 因素水平表

Table 1 Level of factors

level	$T/^\circ\text{C}$	p/MPa	$V_r/\text{L} \cdot \text{h}^{-1}$	$V_b/\text{L} \cdot \text{h}^{-1}$
1	35	8	5	2
2	40	10	10	4
3	45	12	15	6

Note: T is the temperature of the supercritical CO₂; p is the pressure of the supercritical CO₂; V_r is flow rate of CO₂ when the drying kettle is pressurized; V_b is flow rate of CO₂ when the drying kettle is pressure balance.

表 2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal experiment

No.	$T/^\circ\text{C}$	p/MPa	$V_r/\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$	$V_b/\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$	$D_{50}/\mu\text{m}$
	A	B	C	D	
1	35	8	15	4	0.12
2	40	8	5	2	2.35
3	45	8	10	6	0.76
4	35	10	10	2	0.54
5	40	10	15	6	0.08
6	45	10	5	4	2.23
7	35	12	5	6	3.31
8	40	12	10	4	0.60
9	45	12	15	2	0.08
K_1	3.68	3.23	7.89	2.97	
K_2	3.03	2.85	1.9	2.95	
K_3	3.07	3.99	0.28	4.15	
R	0.65	1.14	7.61	1.18	

间过饱和度增大的速率,减少了晶核生成的速率和数量,利于 RDX 晶核生长;并且根据晶体生长机理,高温可以为 RDX 晶体的生长提供能量,但不利于得到小的炸药晶体。根据正交实验可得 40°C 是较好平衡各种因素的温度。

(2) 压力的影响。超临界流体的密度随压力的升高而增大,溶解溶剂的能力也相应增大,从而提高凝胶孔中炸药溶液过饱和度增大的速率,根据结晶理论,高过饱和度可以得到超细的炸药结晶。根据表 2 可以看出压力在 10 MPa 时,得到的复合粒子粒径较小。随着超临界 CO_2 流体压力增大得到的粒子分布也随之变窄,压力大于 10 MPa 时,粒子粒径的变化不明显。

(3) V_r 的影响。由表 2 可以看出, V_r 对纳米复合含能材料的结构形态和凝胶微孔中的结晶影响最大。 V_r 达到 $15\text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$ 时,可以得到均匀超细的粒子,而以 $5\text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$ 时,炸药颗粒较大,且会有部分炸药结晶裸露在凝胶体系外。分析认为 CO_2 的快速通入使压强增

大,使凝胶体系和超临界 CO_2 体系产生了大的 DMF 浓度差,导致 DMF 快速脱离凝胶模板,形成了稳定的气凝胶微孔结构;同时微孔中的溶液在短时间内达到非常高的过饱和度,且大的 V_r 使孔中的溶液剧烈湍动,保证了溶液中过饱和度的一致性,同时保证了成核快速进行,大量的晶核在凝胶孔中短时间生成,消耗了大量的炸药溶质,每个凝胶微孔中可供晶体生长的炸药溶质剩余的极少,不利于晶粒的生长,最终得到的复合物中晶体颗粒粒度很小,并且分布均匀。

(4) V_b 的影响。干燥釜平衡换气之前,炸药的结晶过程已经完成,复合物的结构也已经形成,此时复合物的整体强度较弱,因此 V_b 不宜过高,防止高的 CO_2 的流速使反应釜流体产生剧烈的流动,破坏复合含能材料的整体结构。

根据 V_b 和反应釜体积的大小,计算出混合流体全部被置换所需的时间,充足的换气时间保证了 DMF 的萃取完全,否则残留的 DMF 会重新溶解 RDX,使其长大。根据正交实验结果,得到了最优的制备条件是 $0.20\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{ Fe}^{3+}$ 的 DMF 溶液为前驱体,加入 RDX 和 B 粉,以 $n(\text{Fe}^{3+}) : n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}) = 1 : 15$ 的比例加入胶凝剂 PO,超临界流体温度 40°C 、压力 10 MPa, V_r 为 $15\text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$, V_b 为 $2\text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$,用此条件制备纳米复合含能材料 RDX/B/ Fe_2O_3 进行表征和测试。

3.4 扫描电镜 (SEM) 表征

样品 Fe_2O_3 、RDX/ Fe_2O_3 、RDX/B/ Fe_2O_3 的扫描电镜照片如图 2 所示。图 2a 中 Fe_2O_3 气凝胶由纳米级粒子交联而成,孔隙发达,作为模板材料为含能成分的加入奠定了基础。图 2b、图 2c 中,纳米复合含能材料颗粒尺寸在 $30\sim 50\text{ nm}$ 之间,呈圆球形,大小和分布都非常均匀且加入 B 粉的纳米复合含能材料各组分之间结合更为紧密。

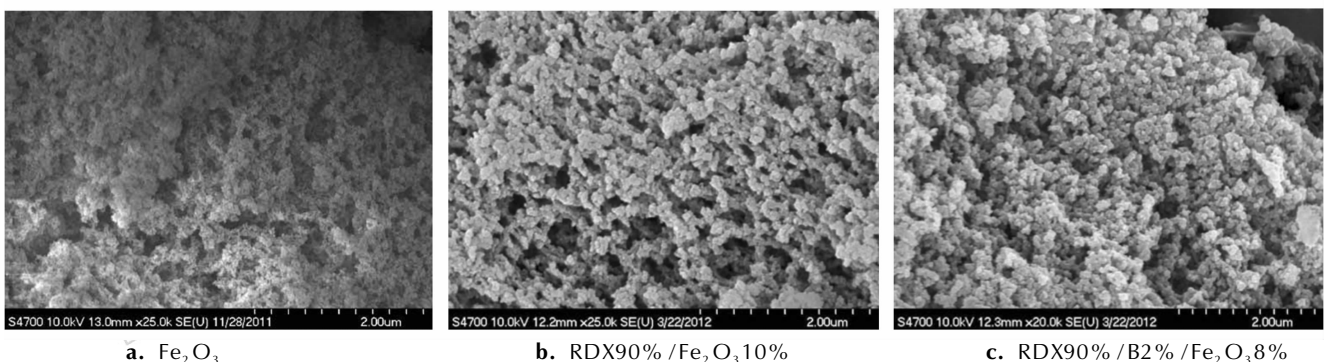


图 2 3 种样品的 SEM 照片

Fig. 2 Scanning electron microscope (SEM) images of three samples

3.5 DSC 分析

按照 GJB772-1997, N₂ 气氛 (流速为 30 mL · min⁻¹), 铝制坩埚, 取样量为 0.7 mg, 升温速率为 10 °C · min⁻¹ 的条件下, 分析了 RDX、RDX90% / Fe₂O₃ 10%、RDX90% / B2% / Fe₂O₃ 8% 的热分解性能。结果如图 3 所示。

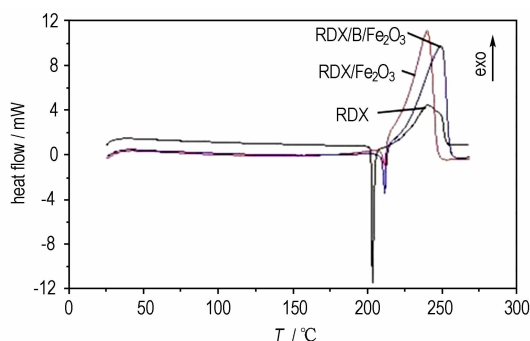


图 3 不同样品的 DSC 曲线

Fig. 3 DSC curve of different samples

表 3 DSC 分析结果

Table 3 Results of thermal analysis

sample	$T_{\text{onset}} / ^\circ\text{C}$	$T_p / ^\circ\text{C}$	$\Delta H / \text{J} \cdot \text{g}^{-1}$
RDX	221.93	239.74	682.84
RDX/Fe ₂ O ₃	211.80	229.98	1365.22
RDX/B/Fe ₂ O ₃	214.57	240.21	1567.79

Note: T_{onset} is the initial decomposition temperature; T_p is the exothermic peak temperature; ΔH is the heat enthalpy.

由图 3 和表 3 可知, 纳米复合含能材料 RDX/Fe₂O₃ 和纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ 与原料 RDX 相比, 分解放热反应起始温度大约分别提前了 10 °C 和 7 °C, 体现了 Fe₂O₃ 在体系中的催化作用; 纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ 单位质量的放热量比原料 RDX 提高了 885 J · g⁻¹, 说明亚微米 B 粉的加入提高了放热能量; 纳米复合含能材料的放热峰又陡又窄, 掩盖了 RDX 的二次分解峰, 这是由于纳米复合炸药增大分解反应速率, 增大放出的热量且放热量集中。

3.6 机械感度测试

按照 GJB2178-2005 撞击感度 12 型工具法和 GJB772A-1997 中传爆药安全试验方法测试样品撞击感度和摩擦感度, 结果如表 4 所示。

由表 4 可知, 纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ 的撞击感度和摩擦感度相比于原料和相应的混合物有大幅度降低, 说明纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ 具有特有的纳米复合结构, 各组分间接触均匀, 局部范围的

热分解反应放出的热量不易聚集, “热点” 难以形成^[15], 感度下降; 普通混合炸药各组元间的接触是无序的、不紧密的, 在受到撞击时局部应力增大且增大了绝热压缩生成热点的概率, 较原料 RDX 感度增加。

表 4 不同样品的机械感度测试结果

Table 4 Results of mechanical sensitivities of different samples

sample	H_{50} / cm	$P / \%$
raw RDX	20.5	100
mixture: RDX90%、Fe ₂ O ₃ 10%	16.7	100
composite: RDX90% / Fe ₂ O ₃ 10%	29.6	76
mixture: RDX90%、B2%、Fe ₂ O ₃ 8%	13.4	100
composite: RDX90% / B2% / Fe ₂ O ₃ 8%	40.8	72

Note: P is the explosion probability under friction.

纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ 与 RDX/Fe₂O₃ 对比发现, 亚微米 B 粉的加入更有利于降低撞击感度, 摩擦感度也有小幅度降低。原因可能是: 第一, 在复合结构方面, B 粒子镶嵌在复合物中提高了复合物整体结构的强度, 当样品受到落锤撞击时, 首先破坏骨架结构会消耗部分能量, 使作用产生炸药热点的能量减少, 降低了感度; 第二, B 粒子的加入, 增大了整体结构的导热性, 提高了点火的难度, 其撞击感度降低。

4 结 论

(1) 获得了纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ 的优化制备条件: Fe³⁺ 浓度 0.20 mol · L⁻¹, $n(\text{Fe}^{3+}) : n(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}) = 1 : 15$ 通过超临界流体的温度 40 °C, 压力 10 MPa, 干燥釜升压时 CO₂ 流入的速率 V_r 为 15 L · h⁻¹, 干燥釜平衡换气时 CO₂ 流体的流速 V_b 为 2 L · h⁻¹。

(2) Fe₂O₃ 气凝胶模板孔隙发达, 优化条件下制备的纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ 各组分实现了纳米复合, 粒径为 30 ~ 50 nm。

(3) 纳米复合含能材料 RDX/Fe₂O₃ 和纳米复合含能材料 RDX/B/Fe₂O₃ 与原料 RDX 比较, 分解放热反应起始温度分别提前了 10 °C 和 7 °C, 放热量都有较大的提高, 且能量释放快。

(4) 纳米复合含能材料比原料 RDX 和相应的混合物的机械感度有很大降低, RDX/B/Fe₂O₃ 纳米复合含能材料的特性落高达到了 40.8 cm, 表明纳米复合和普通混合的不同, 纳米复合含能材料机械性能更优。

纳米复合含能材料实现具体应用还有一定的距

离, 复合物 RDX/B/Fe₂O₃ 的爆轰性能和其它感度性能将在下阶段继续研究, 其高能量和低感度的性能有望用于水下炸药配方、PBX 炸药配方、复合推进剂中。

参考文献:

- [1] Pamela J, kaste B. Novel energetic materials for the future force; the army pursues the next generation of propellants and explosive [J]. *The Amptiac Newsletter*, 2004, 8(4): 85-89.
- [2] Luman J R, Wehrman B, Kuo K K, et al. Development and characterization of high performance solid propellants containing nano-sized energetic ingredients [J]. *Proceedings of the Combustion Institute*, 2007, 31: 2089-2096.
- [3] YU Wei-fei, HUANG Hui, NIE Fu-de, et al. Preparation of explosive nanometer composite of porous silicon nitrate salt [C] // 34th International Annual Conference of ICT. 2003: 711-718.
- [4] 张景林, 吕春玲, 王晶禹, 等. 亚微米炸药的感度选择性[J]. 爆炸与冲击, 2004 (1): 59-62.
ZHANG Jing-lin, Lü Chun-ling, WANG Jing-yu, et al. Selectivity of the sensitivity of the sub-micron explosive [J]. *Explosion and Shock Waves*, 2004, (1): 59-62.
- [5] 莫红军, 赵凤起. 纳米含能材料的概念与实践 [J]. 火炸药学报, 2005, 28(3): 78-82.
MO Hong-jun, ZHAO Feng-qi. The concept and practice of energetic nanomaterials [J]. *Chinese Journal of Explosives & Propellants*, 2005, 28(3): 78-82.
- [6] Ingale Sanjay V, Sastry Pulya Umamaheswara, Wagh Pratap B. Preparation of nano-structured RDX in a silica xerogel matrix [J]. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, 2013, 38: 515-519.
- [7] 宋小兰, 李凤生, 张景林, 等. 纳米 AP/Fe₂O₃ 复合氧化剂的制备及其机械感度和热分解特性 [J]. 固体火箭技术, 2009 (3): 306-309.
SONG Xiao-lan, LI Feng-sheng, ZHANG Jing-lin, et al. Preparation, mechanical sensitivity and thermal decomposition of AP/Fe₂O₃ nanocomposite [J]. *Journal of Solid Rocket Technology*, 2009(3): 306-309.
- [8] 王毅, 李凤生, 姜炜, 等. Fe₂O₃/Al 纳米复合铝热剂的制备及其反应特性研究 [J]. 火工品, 2008 (4): 11-14.
WANG Yi, LI Feng-sheng, JIANG Wei, et al. Synthesis of Fe₂O₃/Al nanocomposite and research on its thermite reaction [J]. *Initiators & Pyrotechnics*, 2008 (4): 11-14.
- [9] Ren-jie Chen, Yun-jun Luo, Jie Sun, et al. Preparation and properties of an AP/RDX/SiO₂ nanocomposite energetic material by the sol-gel method [J]. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, 2012, 4(37): 381-514.
- [10] Ulrich Teipel 主编, 含能材料. [M]. 欧育湘主译. 北京: 国防工业出版社, 2010: 210-218.
- [11] 孙业斌, 惠君明, 曹欣茂. 军用混合炸药 [M]. 北京: 兵器工业出版社, 1995: 450-451.
- [12] 王浩, 王亲会, 金大勇, 等. DNTF 基含硼炸药和含铝炸药的水下能量 [J]. 火炸药学报, 2007, 30(6): 38-40.
WANG Hao, WANG Qin-hui, JIN Da-yong, et al. Underwater energy of DNTF based boron-contained and aluminum-contained explosive [J]. *Chinese Journal of Explosives & Propellants*, 2007, 30(6): 38-40.
- [13] 封雪松, 赵省向, 刁小强, 等. 含硼金属炸药水下能量的实验研究 [J]. 火炸药学报, 2009, 32(5): 21-24
FENG Xue-song, ZHAO Sheng-xiang, DIAO Xiao-qiang, et al. Experimental research of underwater energy of explosive containing boron/metal [J]. *Chinese Journal of Explosives & Propellants*, 2009, 32(5): 21-24.
- [14] Erin Camponeschi, Jeremy Walker, Hamid Garmestani, et al. Surfactant effects on the particle size of iron oxides formed by sol-gel synthesis [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2008, 354: 4063-4066.
- [15] 周霖. 爆炸化学基础 [M]. 北京: 北京理工大学出版社, 2005: 230-260.

Preparation of RDX/B/Fe₂O₃ Nano-composite Energetic Material with Gel-Template Method

WANG Rui-hao^{1,2}, JIN Ri-ya¹, WANG Jin-ying¹, ZHANG Jing-lin¹, WANG Dun-ju²

(1. College of Chemical Engineering and Environment, North University of China, Taiyuan 030051, China; 2. School of National Defence Science and Technology, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621000, China)

Abstract: The wet composite gel of RDX/B/Fe₂O₃ was prepared by adding RDX and B powder into the gel template of Fe₂O₃ which was prepared by sol-gel process. And then it was dried by supercritical CO₂ fluid drying technology to get RDX/B/Fe₂O₃ Nano-composite energetic material. The factors influencing the gel structure and particle size during both the preparation and drying processes of wet gel were investigated. And the optimum condition is as follows: the concentration of Fe³⁺ 0.20 mol · L⁻¹, n(Fe³⁺) : n(C₃H₆O) = 1 : 15, the temperature of the supercritical CO₂ 40 °C, the pressure of the supercritical CO₂ 10 MPa, the flow rate of CO₂ 15 L · h⁻¹ when the drying kettle is pressurized and flow rate of CO₂ was 12 L · h⁻¹ when the drying kettle is pressure balance. Under this condition, the nano-composite energetic material of RDX/B/Fe₂O₃ (mass ratio 90 : 2 : 8) was prepared. Scanning electron microscope and differential scanning calorimetry analysis were employed to characterize its microstructure and thermal reactions. Meanwhile, its mechanical sensitivity was measured. Results show that the particle size of nano-composite energetic material was 30-50 nm. Compared with the raw RDX, the thermal decomposition onset point of RDX/B/Fe₂O₃ increases by 7 °C, the reaction heat improves by 885 J · g⁻¹ and H₅₀ is 40.8 cm.

Key words: nano-composite energetic material RDX/B/Fe₂O₃; Fe₂O₃ gel template; supercritical CO₂; process optimization; scanning electron microscopy; mechanical sensitivity; thermal decomposition

CLC number: TJ55; O64

Document code: A

DOI: 10.11943/j.issn.1006-9941.2015.05.001