

文章编号: 1006-9941(2004)02-0101-03

两种炸药的微波干燥

郁卫飞, 曾贵玉, 聂福德, 秦德新

(中国工程物理研究院化工材料研究所, 四川 绵阳 621900)

摘要: 在已有研究表明炸药对微波不敏感的基础上, 开展了微波辐射用于超细、亚微米等炸药的干燥实验。湿法氨化得到的 TATB 粗品的微波干燥实验结果表明微波取代低温干燥和高温干燥具有可能性, 对超细 RDX 和亚微米 TATB 进行微波干燥具有快速高效, 不会导致样品粒子的明显团聚的特点。

关键词: 物理化学; 微波干燥; 炸药; TATB; RDX

中图分类号: TQ56; O644; TM924.76

文献标识码: A

1 引言

微波加热作用具有快速、高效和节能的特点, 利用微波加热快速脱除化学物质中极性组分, 具有特别重要的应用价值。Meek 等^[1] 在微波炉中快速加热金属硝酸盐、硫酸盐或氯化物溶液分解得到了超细氧化物粉体。Kladning 等^[2] 在微波炉中快速加热分解金属盐(醇盐)制备了一系列氧化物或复合氧化物超细粉体。微波辐射快速分解反应得到的产物具有极高的比表面积、较小的粒径和较窄的粒径分布。以 FeCl_3 的微波加热水解制备 Fe_2O_3 粉体为例, 采用适量尿素为沉淀剂, 微波辐射既使体系迅速升温, 又促使尿素快速电离和水解, 从而使晶核爆发式萌发, 制备出的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉体中 70% 以上的粒子直径在 $0.064 \sim 0.082 \mu\text{m}$ 范围, 粒子形貌均匀性优于常规方法^[3]。

将微波辐射应用于有机含能材料的制备与干燥过程, 有可能获得粒径较小、粒度分布窄、粒子形貌均匀的超细含能材料, 已有实验表明含能材料在低功率微波和高功率微波辐射下不发生爆燃、爆轰或分解^[4,5]。我们对普通粒度 TATB 样品进行了微波辐射, 对辐射样品的 DTA、HPLC、粒度测试结果表明 TATB 样品未发生变化。本文给出了几种超细炸药的微波干燥实验。

2 实验

2.1 主要试剂和仪器

选取了四种炸药样品: 湿法氨化得到 TATB 粗品、粗品经低温干燥后的 TATB 样品、Cady 法制备得到亚微米 TATB 粉体煮沸除酸过滤后的糊状样品、普通粒度 RDX 经机械研磨洗涤过滤后的样品。

仪器: 微波炉(WP700型, 2.45 GHz, 800 W, 改装为远距离操作), 差热分析仪(WCT-1型 北京光学仪器厂), 激光粒度仪(LS230型, 库尔特仪器公司)。

2.2 实验

每个样品平行称取五份, 每份 10 g, 在称量瓶中摊平, 厚度约数毫米, 放入微波炉, 微波功率 700 W, 分别辐射 2, 5, 10, 15 min。辐射后取出, 送样检测。对实验中四种炸药样品重复上述步骤。

3 实验结果与讨论

3.1 TATB 的干燥

湿法氨化得到的 TATB 粗品中含有水分、甲苯、丙酮等溶剂和氯化铵副产物, 在低温干燥中脱除水分、甲苯、丙酮等溶剂, 在高温干燥中脱除氯化铵副产物。对低温干燥前后的两种 TATB 样品进行了微波加热实验, 实验中发现, 低温干燥前样品在微波辐射后出现黄色烟雾, 产品发黑, 这是由于粗品中残留较多的极性和非极性溶剂, 吸收微波的能力较大, 干燥速度过快所致。这也表明微波加热可以获得脱除溶剂的效果。

取低温干燥后 TATB 样品, 经微波干燥后送检, 粒度测试数据见表 1。由表可以看出经微波辐射 20 min 后 TATB 产品的 pH 值、DTA 差热放热峰值、总氯量、

收稿日期: 2003-08-27; 修回日期: 2003-10-08

基金项目: 中国工程物理研究院化工材料研究所所长基金资助, 项目编号: 42101040408

作者简介: 郁卫飞(1970-), 男, 硕士, 助理研究员, 从事含能材料合成与制备研究。

水分挥发分等指标均达到干燥要求。其中微波对水分挥发分指标的作用最为明显,仅需极短时间就可以达到要求。

表1 低温干燥后 TATB 样品在微波辐射后的性能

Table 1 TATB specification after low temperature drying (LTD) and microwave desiccation

sample	irradiation		volatility	DTA peak	chlorine total
	duration	pH		temperature	content
	/min		/%	/°C	/%
LTD TATB	0	6.7	0.24	391.5	0.38
LTD TATB	5	6.7	0.06	390.7	0.38
LTD TATB	10	6.4	0.06	389.2	0.40
LTD TATB	15	6.5	0.05	390.7	0.40
LTD TATB	20	6.4	0.05	387.6	0.40
qualified TATB ^[6]	-	5~7	<0.1	≥375	0.40

3.2 超细炸药微波的干燥原理

超细炸药由于具有较高的比表面积和表面能,在干燥脱除溶剂的过程中往往伴随着细粒子之间的团聚,使得超细炸药在干燥后粒径增大、流散性降低。干燥过程的防聚集技术研究已经成为超细炸药研制和应用的关键技术。本文认为,微波干燥过程有可能避免超细粒子的团聚,其原因有两个,一是微波加热升温速度远大于常规加热过程,高温加热时间大大缩短,减轻了含溶剂超细粒子在高温状态的团聚现象。二是微波具有选择性,水的微波吸收系数比非极性有机物的微波吸收系数大一千倍以上,在水分快速吸收微波离开过程中,炸药粒子吸收微波极少,即使加上溶剂分子的热传递,炸药粒子的升温也远小于水分,因此利于防止超细炸药粒子的聚集。以上两个方面的综合作用使得微波加热过程具有不同于普通传导加热的特殊作用。

3.3 超细炸药的微波干燥结果

对亚微米 TATB 的干燥过程进行了粒度测试,从粒度分布图上看,亚微米 TATB 粒度分布峰形貌保持不变,表明微波对不同粒径超细粒子的作用没有选择性。从表2来看,亚微米 TATB 在微波干燥 15 min 后粒径增加不显著,比常规方法更具优点。

对超细 RDX 的干燥过程进行了粒度测试,同样地,RDX 的粒度分布峰形貌在微波干燥过程中保持不变。从表3来看,超细 RDX 在微波干燥过程中的粒径增加极为轻微。表3中还专门列出了 d_{10} (表示低于该粒径的粒子占样品的体积分数为 10%) 的数据,可以看出,在微波辐射过程中, d_{10} 呈现下降趋势,这与平均

粒径、中值粒径(d_{50})、峰值粒径增大的趋势相反,表明 RDX 样品中最细小的那部分粒子比起其他粒子来说不易团聚,或者可能发生了大径粒子破聚现象。当然也有另外一种可能,超细粉体在粒度测试中分散效果不足, d_{10} 测试值偏大,微波具有促使分散的作用, d_{10} 测试值更接近真实值。笔者在此前的普通粒度 TATB 的微波干燥实验中也观察到了这种现象,目前尚未对这些可能性进行验证或排除。

表2 亚微米 TATB 样品在微波干燥过程中的粒度数据

Table 2 Particles size of submicron TATB after different irradiation time

irradiation duration	mean part. diameter	medium part. diameter	mode part. diameter	special surface area
/min	/μm	/μm	/μm	/m ² ·g ⁻¹
0	0.467	0.177	0.155	40.08
2	0.583	0.190	0.155	37.57
5	0.467	0.173	0.141	40.66
10	0.532	0.197	0.155	36.90
15	0.566	0.195	0.155	37.07

表3 超细 RDX 样品在微波干燥过程中的粒度数据

Table 3 Fine RDX particles diameter during microwave desiccation

irradiation duration	mean part. diameter	medium part. diameter	mode part. diameter	special surface area	d_{10}
/min	/μm	/μm	/μm	/m ² ·g ⁻¹	/μm
0	8.903	7.498	10.29	17737	1.126
2	8.918	7.869	11.29	18297	1.076
5	9.190	7.949	12.40	18646	1.028
10	9.882	8.676	12.40	19918	0.887
15	10.07	8.896	12.40	18373	0.975

4 结论

(1) 干燥用于 TATB 粗品的低温干燥和高温干燥具有可行性,可以大幅降低干燥时间,提高干燥效率。

(2) 微波干燥不会造成超细炸药明显团聚,如果结合其他方式采用微波真空、或者微波低温真空法,有可能充分避免超细炸药在脱除溶剂过程中的团聚现象,为超细炸药制备提供可行的干燥方法。

参考文献:

- [1] Meek T T, Tenn K, Sheinlger H. [P]. US Patent No. 1988, 784686.
- [2] Kladning W F, Horn J E. [J]. *Ceramics International*,

- 1990,16;99.
- [3] 金钦汉著. 微波化学[M]. 北京: 科学出版社,1999: 110-112.
- [4] F. J. Murray, C. E. Moore, F. J. Wilczek. Microwave Resonant Absorption of Potential Exothermic Compounds Final Report[R], AD-A279798.
- [5] McIntosh G. Effect of 2.45GHz Microwave Radiation on Diverse Explosive DREV Memorandum No. TM-9702, NTIS. NO: MIC-98-02114/XAB.
- [6] 田野等编. 三氨基三硝基苯规范. GJB3292-98.

Microwave Desiccation of TATB and RDX

YU Wei-fei, ZENG Gui-yu, NIE Fu-de, QIN De-xin

(Institute of Chemical Materials, CAEP, Mianyang 621900, China)

Abstract: Based on the fact that explosives are insensitive to microwave radiations under some conditions, microwave desiccation had been applied to all of the coarse-grained TATB, submicron TATB and fine RDX. The experimental results show that it is possible to substitute high temperature drying with microwave desiccation for coarse-grained TATB. In combination of low temperature drying and microwave desiccation, the specifications of the dried coarse-grained TATB could meet the requirements. For both of the submicron TATB and fine RDX, the microwave desiccation possesses advantages of high efficiency and high speed while without remarkable particle agglomeration.

Key words: physical chemistry; microwave desiccation; explosive; TATB; RDX



第三届全国爆炸力学实验技术学术会议

爆炸力学实验方法及测试技术专业组拟于2004年8月在合肥(黄山)召开第三届全国爆炸力学实验技术暨Hopkinson压杆实验技术学术交流会。会议将分两部分进行:前期举办Hopkinson压杆实验技术短训班(部分人员),后期进行爆炸力学实验技术学术交流(全体人员)。

征文内容

爆炸与冲击领域实验技术

1. 终点弹道效应实验测试技术;
2. 传感器测试技术;
3. 爆炸与冲击领域实验装置及其配套测试技术。

Hopkinson压杆实验技术

1. Hopkinson压杆装置及其基本假定;
2. Hopkinson压杆实验的信号测试及数据处理;
3. 特种材料Hopkinson压杆实验技术及相关的研究工作。

征文截止日期:2004年5月15日

通讯地址:合肥中国科学技术大学力学和机械工程系(230027)

联系人:田杰(博士生),巫绪涛(博士生),胡时胜(老师)

电话:(0551)3601249

e-mail: tianjie@mail.ustc.edu.cn