

文章编号: 1006-9941(2006)05-0400-01

大颗粒 α -AlH₃ 的制备及表征

刘明星, 陶永杰, 何金选, 曹一林

(中国航天科技集团四院四十二所, 湖北 襄樊 441003)

三氯化铝(α -AlH₃)是一种固体火箭推进剂的高能燃料,其制备条件比较苛刻,整个过程需在无氧无水的环境下进行。结晶是制备 α -AlH₃ 最为关键的一个步骤,在这个步骤中 AlH₃ 经过晶核形成、晶体成长与相变三个过程,这个步骤的操作将在很大程度影响 α -AlH₃ 晶体颗粒的大小和外型。

本研究通过减压与常压相结合的脱醚结晶方法制备了 α -AlH₃。在氮气保护下,将含少量 LiAlH₄ 和 LiBH₄ 的三氯化铝乙醚-甲苯混合溶液用高于 90 °C 的油浴加热,并减压蒸馏乙醚。蒸馏出 80% 左右乙醚后,再在常压使结晶瓶内温度升至结晶温度并保持,直至瓶内产生大量白色沉淀。白色沉淀产生后保温一段时间。冷却结晶瓶,将结晶瓶内的固体过滤,洗涤和真空干燥,得到了白色粉末状固体产物。经计算,产物产率达到了 90% 以上。扫描电镜表明产物微观外形(见图 1、图 2)为立方状晶体,颗粒的粒径分布在 10 ~ 100 μ m 之间,并且大多数分布在 40 ~ 60 μ m 之间。红外光谱分析表明产物红外吸收峰出现在 3472, 2292,

1844, 1726, 877, 751, 675 cm^{-1} 。X-射线衍射谱图(图 3)表明,产物的衍射角与相对强度数据与 JCPDS 卡片 71-2421 所提供的 α -AlH₃ 衍射数据完全一致。DSC 分析表明,产物分解温度为 181.58 °C。感度测试结果表明,产物摩擦感度为 0% (测试角度为 90°,测试压强为 4.0 MPa),撞击感度 H_{50} 大于 49 J (锤重为 97.99 N,落高为 50 cm,爆发百分数为 4%),静电感度 E_{50} 为 29.98 mJ。

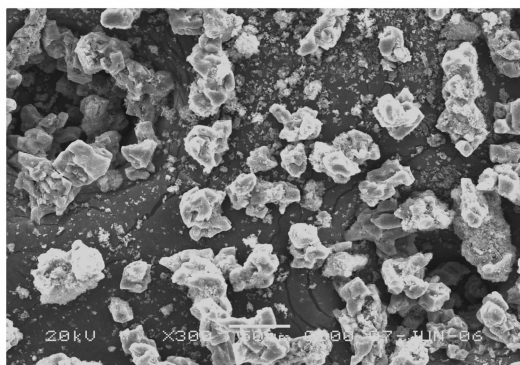


图 1 α -AlH₃ 产物的 SEM 图

Fig. 1 SEM image of α -AlH₃

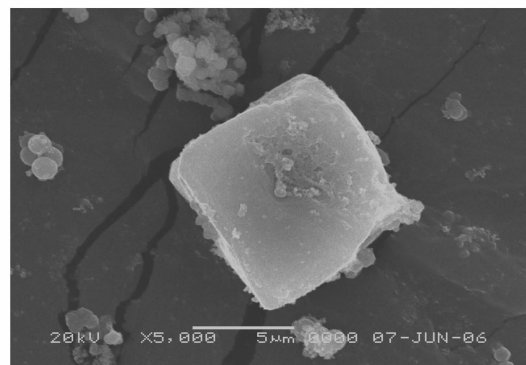


图 2 α -AlH₃ 规整晶粒的 SEM 图

Fig. 2 SEM image of α -AlH₃ monocrystal

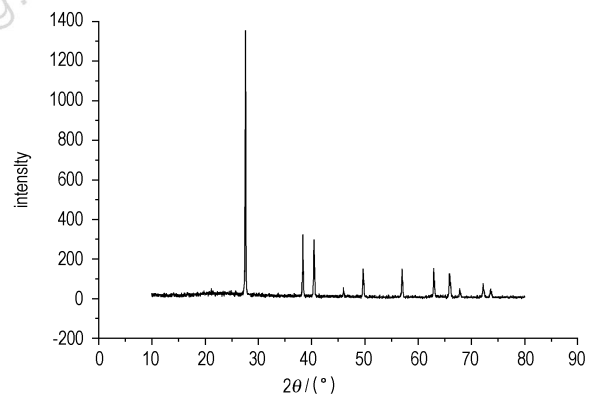


图 3 α -AlH₃ 的 XRD 图

Fig. 3 XRD spectra of α -AlH₃

收稿日期: 2006-07-25; 修回日期: 2006-09-26

基金项目: “973” 国家重大安全基础研究项目 (6133701-03-02)

作者简介: 刘明星 (1980-), 女, 在读硕士, 从事含能材料合成研究。

e-mail: liumx61991@mikrouna.com

关键词: 无机化学; AlH₃; 高能燃料; 结晶

中图分类号: TJ55; O69