

文章编号: 1006-9941(2005)06-0382-03

某高聚物包覆 RDX 的影响因素

李永祥¹, 马建福², 刘天生², 王凤英²

(1. 中北大学化学工程系, 山西 太原 030051;

2. 中北大学环境与安全工程系, 山西 太原 030051)

摘要: 采用溶液水悬浮法制备黑索今(RDX)造型粉,探讨了造粒工艺条件对某高聚物溶液包覆 RDX 工艺的影响。通过单因素试验和正交试验对各种因素的影响进行了研究,并就产品的感度和粒度对影响因素进行了验证。试验中钝感剂与高聚物混合加入,整个造粒过程只在驱除剩余溶剂时使用真空泵。实验结果表明,影响造粒效果与造型粉感度的主要因素为加料速度、温度、搅拌速度及乙酸乙酯第二次加入量。得到较佳的工艺条件:造粒温度 63 °C、搅拌速度 300 r·min⁻¹、滴加速度 0.06 mL·s⁻¹、乙酸乙酯第二次加入量与加入高聚物的质量比为 4:1。影响造粒效果与造型粉感度的因素大小顺序为乙酸乙酯第二次加入量、搅拌速度、温度、加料速度。而乙酸乙酯的第二次加入量较大程度上决定着最后产品的包覆效果和产品的粒度分布范围。

关键词: 物理化学; 粘结剂; 造型粉; 溶液水悬浮法; 黑索今(RDX)

中图分类号: TJ55

文献标识码: A

1 引言

高威力、高安全性是现代武器装药的发展需求,RDX 造型粉就是适应这一需求而开发的一类混合炸药,它是高聚物粘结剂与钝感剂均匀包覆 RDX 颗粒,经过一定压制工艺形成的光滑、坚实的球状物,是一种高爆速、具有较低感度和较高装药密度的颗粒状粘结炸药,因此在不断提高主体炸药含量的基础上用很少量的高聚物包覆主体炸药,得到较好包覆、较低感度和一定颗粒密度的混合炸药颗粒就成为该领域研究的主要课题^[1]。本实验就是以某种新配方为基础使用溶液水悬浮法对 RDX 造粒工艺^[2-6]的影响因素进行了试验性研究。

2 实验

首先将高聚物甲 4 g 与高聚物^[7]乙 3 g 溶于 70 g 乙酸乙酯中,大约溶解 24 h,配置成混合高聚物溶液;按某配方称取 9.6 g RDX,加入盛有重量为 RDX 8 倍水的四口烧瓶中,同时加入 0.05% 的明胶水溶液 0.06 mL。开动搅拌器,控制适当的搅拌速度;同时升温到 60 °C 左右,且开启冷凝管,0.5 h 内以一定速度滴加已配置的含有 0.32 g 甲和乙的混合高聚物溶液和用少量酒精熔化的 0.08 g 石蜡钝感剂。升温到 63 °C

左右,保温 0.5 ~ 1 h。然后第二次加入适量的乙酸乙酯(第一次是高聚物的乙酸乙酯溶液),在 63 °C 保温 1 h 左右。开真空泵,控制真空度为 0.005 MPa,保持 0.5 h 左右;冷却至室温,过滤得产品。产品在 40 °C 左右烘干,并测定粒度和撞击感度,确定产品质量。

3 结果与讨论

3.1 造粒的试验结果

多次试验得出,影响造粒效果与造型粉感度的主要因素为加料速度、温度、搅拌速度,第二次加入乙酸乙酯的量对 RDX 的包覆也有显著影响。根据试验结果,确定了正交实验的因素和水平(见表 1)。根据表 1 列出了正交实验条件,实验结果见表 2。

由表 2 可知,较佳的工艺条件为 A₁ B₂ C₂ D₂,即反应温度控制在 63 °C、搅拌速度控制在 300 r·min⁻¹、滴加速度为 0.06 mL·s⁻¹、乙酸乙酯第二次加入量与加入高聚物的质量比为 4:1。

表 1 正交实验的因素和水平

Table 1 Factors and level in orthogonal experiment

	A	B	C	D
level	material adding rate/m·s ⁻¹	temperature /°C	agitating rate /r·min ⁻¹	weight ratio of ethyl acetate added in the second time and polymer
1	0.06	58	200	0
2	0.1	63	300	4:1
3	0.13	70	400	6:1

收稿日期: 2005-03-14; 修回日期: 2005-06-04

作者简介: 李永祥(1971-),男,硕士,讲师,从事含能材料应用与开发。e-mail: Yongxiangli@nuc.edu.cn

表2 正交实验结果

Table 2 Results of orthogonal experiment

No.	A	B	C	D	impact sensitivity ¹⁾ /%
1	1	1	1	1	40
2	1	2	2	2	12
3	1	3	3	3	52
4	2	1	2	3	36
5	2	2	3	1	60
6	2	3	1	2	20
7	3	1	3	2	32
8	3	2	1	3	36
9	3	3	2	1	48
K ₁	104	108	96	148	
K ₂	116	108	96	64	
K ₃	116	120	144	124	
R	12	12	48	84	
optimized level	A ₁	B ₂	C ₂	D ₂	

Note: 1) 10 kg hammer 25 cm height.

3.2 造粒条件的选择

3.2.1 加料速度

在反应温度 63 ℃、搅拌速度 300 r · min⁻¹、乙酸乙酯第二次加入量与高聚物的质量比为 4: 1 时,考察滴加速度对粒度和撞击感度的影响。

从表 3 可以看出,加料速度过快,制备的造型粉的撞击感度较高,造出颗粒的包覆效果不好,或者形成不完全的包覆。多次实验发现在一定的搅拌速度和温度下加料速度过快,所形成的颗粒有大有小、出现粘结成团的现象。这是因为在一定的搅拌速度和温度下溶剂乙酸乙酯是以一定的速度扩散到水中,然后再从水中蒸发出去,如果加料速度过快在水中存在的乙酸乙酯溶剂就会过多,使得它足以再溶解已经包覆在 RDX 表面上的高聚物,使得颗粒之间发生粘连,发生聚成团的现象。因此加料速度以 0.06 mL · s⁻¹ 为宜。

表3 加料速度对粒度和撞击感度的影响

Table 3 Effect of adding rate on the impact sensitivity and particle size

adding rate of polymer solution/mL · s ⁻¹	0.03	0.06	0.1	0.13	0.16
impact sensitivity/%	32	12	24	28	36
particle distribution/mesh	35 ~ 120	12 ~ 80	8 ~ 100	8 ~ 100	8 ~ 100

3.2.2 温度

溶剂都有固定的沸点和蒸发速度,故选择合适的加料温度特别重要。如温度过低,溶剂扩散到水中的速度太慢,不但容易粘结成团,而且在包覆形成颗粒后进行强驱溶剂时易在颗粒表面形成气孔;如温度过高,溶剂不经过扩散到水中就汽化排出,这样就会造成高聚

物不能充分润湿主体炸药颗粒表面,形成不完全的包覆。这会使得产品的感度不符合要求。由于本实验中使用的溶剂为乙酸乙酯,因此加料温度以 63 ℃ 为宜。

保温是为了使溶剂缓慢地扩散到水中,再从水中汽化除掉,所以保温的温度不能太高,也不能太低,应该稍高于加料温度。保温时间不能太短,否则颗粒中剩余溶剂过多,在强驱溶剂时容易形成气孔。因此保温温度也以 63 ℃ 为宜。

3.2.3 搅拌速度

在保温温度为 63 ℃、滴加速度为 0.06 mL · s⁻¹、乙酸乙酯二次加入量与加入的高聚物的重量比为 4: 1,考察搅拌速度对感度和粒度的影响,结果见表 4。

表4 搅拌速度对感度和粒度的影响

Table 4 Effect of agitating rate on the impact sensitivity and particle size

agitating rate/r · min ⁻¹	200	250	300	350	400
impact sensitivity/%	44	32	12	24	40
particle distribution/mesh	8 ~ 40	8 ~ 50	12 ~ 80	12 ~ 80	12 ~ 100

搅拌速度对颗粒的形成及颗粒的大小起着决定性的影响。搅拌过慢,颗粒粗细不均匀;搅拌过快,颗粒过细。所以控制合适的搅拌速度对得到大小适宜且有合适粒度分布的颗粒产品非常重要。本实验中搅拌速度以 300 r · min⁻¹ 为宜。

3.2.4 乙酸乙酯的二次加入量

从表 2 中可看出,乙酸乙酯的二次加入量对包覆效果的影响很大。如果加入量过少,则不足以把已经粘结在炸药表面的高聚物溶解,使其具有一定的流动性,从而充分在炸药颗粒表面铺展,达到完全包覆的目的。如果加入量过多,一方面会溶解已经包覆完全的颗粒表面的高聚物,破坏已形成的包覆层;另一方面会使得较大颗粒表面的高聚物具有相当的粘性,在相互碰撞的情况下粘结成大颗粒。

当初次加入高聚物乙酸乙酯溶液于 RDX 中形成细小颗粒,第二次加入适量的乙酸乙酯既能修复未完全包覆的细小颗粒,又能使这些颗粒在碰撞中粘结成符合要求的颗粒,从而达到控制粒度范围的目的。加入乙酸乙酯的量过多或过少,都会影响包覆效果,使造型粉颗粒或大或小,这既影响下一步压制密度,也不能降低其感度。

本实验详细研究了乙酸乙酯二次加入量对造型粉撞击感度、摩擦感度和粒度分布的影响,结果见表 5。其制备条件为:加料速度为 0.06 mL · s⁻¹、加料温度与保温温度为 63 ℃、搅拌速度为 300 r · min⁻¹、保温 1 h。

表5 乙酸乙酯的二次加入量对造型粉的撞击感度、摩擦感度和粒度分布的影响

Table 5 Effect of secondary addition of ethyl acetate on the particle size and sensitivity of molding powder

weight ratio of ethyl acetate added in the second time and polymer	impact sensitivity /%	friction sensitivity/% ¹⁾	particle range/mesh
0	40	44	12 ~ 100
1.5: 1	32	32	12 ~ 100
3: 1	28	28	12 ~ 80
4: 1	12	20	12 ~ 80
6: 1	52	40	8 ~ 100

Note: 1) $40 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$.

从表5可以看出,第二次加入适量乙酸乙酯能很好地控制粒度和包覆效果,当乙酸乙酯的二次加入量与高聚物的质量比控制在4:1时,所得产品的安全性能最好,粒度分布均匀且表面光滑;而加入比例为6:1时,粒度大小差别太大,且表面粗糙;加入比例为1.5:1、3:1和不加时,产品有一些较细的颗粒。这表明乙酸乙酯的二次加入量过多或过少都得不到光滑完整的包覆层,甚至破坏初次造粒已经形成的包覆层,因而达不到降低感度的目的。

4 结论

在用溶液水悬浮法制备RDX造型粉的过程中,得出加料速度、温度、搅拌速度以及第二次加入乙酸乙酯的量对RDX的包覆有很显著的影响,并且彼此联系共同影响着最后生产出合格的产品。影响包覆效果和产

品感度的大小顺序为二次加入乙酸乙酯的量、搅拌速度、温度、加料速度。乙酸乙酯的第二次加入量较大程度上决定着最后产品的包覆效果和产品的粒度分布范围。得出较佳的工艺条件为造粒温度 $63 \text{ }^\circ\text{C}$ 、搅拌速度 $300 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 、滴加速度 $0.06 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$ 、乙酸乙酯第二次加入量与加入高聚物的质量比4:1。

参考文献:

- [1] LIU Yong-liang, WANG Yuan. An investigation of interactions between RDX and polymer binder by fir photoacoustic spectroscopy [A]. Proceedings of 17th International Pyrotechnics Seminar Combined With the 2nd Beijing, Internation Symposium on Pyrotechnics and Explosives[R] Vol. 1,347-352, Beijing, October,28 - 31,1991.
- [2] Dagley I J. An evaluation of ethylene-vinyl acetate copolymers as desensitizers for RDX an insensitive booster compositions prepared BYI the slurry coating technique [R]. MRL Technical Report MRL-TR-89-33,1989.
- [3] 刘小刚. 硝化棉包覆黑索今的新方法 [J]. 含能材料,2003,11,(3): 153 - 154.
LIU Xiao-gang. A new process of packing RDX with NC [J]. *Hanneng Cailiao*,2003,11,(3): 153 - 154.
- [4] Philip S H. Coating process for plastic bonded explosive [P]. USP 6485587 B1,Nov. 26,2002.
- [5] Hyung S Kim, Hyoun S Kim. Method for preparing a compactable explosive [P]. USP 5565651,Oct. 15,1996.
- [6] David J Kasprzyk,David A Bell. Characterization of a slurry process used to make a plastic-bonded explosive [J]. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*,1999(24): 333 - 338.
- [7] Terry L St Clair, Poquoson Donald J Progar Yonktown. Polyimide molding powder coating, adhesive and matrix resin [P]. USP 5147966, Sep. 15,1992.

Factors Affecting Coating RDX with Polymer

LI Yong-xiang¹, MA Jian-fu², LIU Tian-sheng², WANG Feng-ying²

(1. Department of Chemical Engineering, North University of China, Taiyuan 030051, China;

2. Department of Environment and Safety Engineering, North University of China, Taiyuan 030051, China)

Abstract: RDX molding powder is prepared by water slurry. The effect of technical process on the coating RDX with polymer solution is studied. The effect of each factor was studied by the sensitivity and particle size. The desensitizing agent and polymer were added as mixture, vacuum pump was used to drive remain solvent in the process and sound result was obtained. Material adding rate, temperature, agitating rate, the secondary addition of ethyl acetate were the main factors affecting the preparation quality and sensitivity of the molding powder. Optimized parameters are obtained: reaction temperature $63 \text{ }^\circ\text{C}$, agitating rate $300 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$, adding rate $0.06 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$, the weight ratio of ethyl acetate added in the second time and polymer 4: 1. The order of factors affecting preparation quality and sensitivity of molding powder is as follows; secondary addition of ethyl acetate, agitating rate, temperature, material adding rate. Furthermore, secondary addition of ethyl acetate is the most important factor to affect the packing quality and particle size of the product.

Key words: physical chemistry; binder; molding powder; water slurry; RDX