

文章编号: 1006-9941(2009)01-0042-04

## 高聚物粘结炸药及涂层表面抗变形与回弹性研究

温茂萍, 蓝林钢, 田 勇, 庞海燕

(中国工程物理研究院 化工材料研究所, 四川 绵阳 621900)

**摘要:**采用纳米压痕技术测试并比较研究了两种高聚物粘结炸药(P1、P2)及其两种涂层(C1、C2)在“加载-卸载-恢复”过程中各阶段的表面变形情况及回弹性能。结果表明,这四种材料表面抗变形能力从大到小的顺序是:  $P1 > P2 > C1 > C2$ , 而回弹性从大到小的顺序则是:  $C2 > C1 > P2 > P1$ , 其中 C1 与 P1、P2 力学性能差异较小, 而 C2 与 P1、P2 具有显著差异。并采用 Boltzmann 非线性回归函数对这四种材料表面变形及回弹曲线进行拟合, 拟合曲线与试验数据吻合较好, 相关系数均大于 0.99。

**关键词:**固体力学; 高聚物粘结炸药(PBX); 涂层; 力学性能; 纳米压痕

**中图分类号:** TJ55; V512; O34

**文献标识码:** A

### 1 引 言

高聚物粘结炸药(PBX)主要是由高聚物粘结剂粘结单质炸药晶体并通过一定工艺压制成型的, 由于粘结剂成分相对较少, PBX 属于受力时变形微小的脆性材料, 呈现出较强的抗变形能力。PBX 在武器结构中既是能量提供者也是结构件之一, 由于炸药具有脆性材料的特性, 容易发生碰落甚至破裂, 为避免炸药在运输、装配过程中发生碰落, 同时避免其中炸药与其他材料直接接触摩擦, 引发不安全因素等, 一般在 PBX 表面涂上高聚物涂层进行保护。虽然涂层厚度一般较薄, 但是如果涂层与 PBX 抗变形能力和回弹性等方面具有较大差异, 在紧密配合的结构中对结构性能将会产生较大影响, 因此, 比较研究涂层与 PBX 的之间抗变形能力和回弹性能, 对于结构件设计具有指导作用。

研究材料抗变形能力的传统方法是采用材料试验机的测试方法, 该方法对于 PBX 可以得到较好的测试结果, 但是, 涂层厚度相对较薄, 在压缩试验时测试变形情况比较困难。由于表面工程应用与发展的需求, 目前, 已发展了一种新的测试技术, 即纳米压痕测试技术<sup>[1-2]</sup>。纳米压痕仪是目前测试涂层力学性能最有效的手段, 在涂层的力学性能测试研究中应用广泛<sup>[4-6]</sup>。本实验采用纳米压痕新技术, 测试了 PBX 及其涂层在“加载-卸载-恢复”过程中各阶段的表面变形情况及回弹性能, 并比较研究了它们之间的差异及其匹配性。

### 2 测试原理与实验方法

#### 2.1 纳米压痕技术测试原理

纳米压痕仪主要由压针、力-位移传感器及控制器、扫描器、X-Y 可移动平台、光学系统、计算机及软件等组成, 其工作过程是: 先由光学观察系统选择试样表面感兴趣的区域以确定测试点, 由设备自动控制将探针接触到试样表面上的测试点, 按照程序设定压入试样或材料表面, 采集加载-卸载曲线, 典型加载-卸载曲线如图 1 所示, 通过对加载-卸载曲线进行处理得到材料表面最基本性能: 压入模量和压入硬度。纳米压痕仪还具有表面形貌的原位成像功能, 它得到的是材料及部件表面的高度变化图。

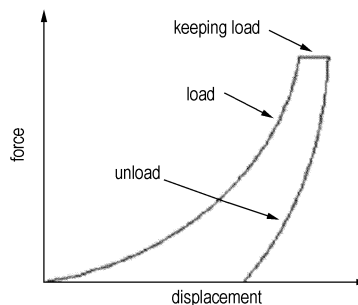


图 1 纳米压痕仪典型“加载-卸载”曲线

Fig. 1 The typical load-unload curves of nanoindenter

#### 2.2 实验方法

首先对 PBX 和涂层试样的表面进行压痕“加载-卸载”试验, 测试得到 P1、P2、C1、C2 等四种材料的“加载-卸载”过程中的“压入载荷-压入深度”曲线, 并经过计算得到这四种材料的压入模量与压入硬度等表面力

收稿日期: 2008-06-30; 修回日期: 2008-11-05

作者简介: 温茂萍(1967-), 女, 硕士, 研究员, 主要从事材料物理、力学行为及先进检测技术研究。

学性能,同时还可以得到“加载”、“卸载”两个过程的“压入深度-时间”曲线。卸载完毕后,以一定时间间隔对压痕进行扫描成像,从成像上可以测试得到不同时间的压痕残余深度,从而得到表面压痕深度随时间变化的回弹曲线。

### 3 试样制备与测试条件

#### 3.1 试样制备

BX 试样制备方法: 先将 PBX 加工成  $\Phi 20 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$  药柱,再对药柱测试端面进行手工打磨和抛光处理,最后用 502 胶将 PBX 试样粘结固定在样品台上,如图 2 所示。

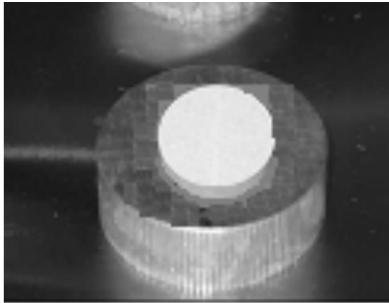


图 2 PBX 试样示意图

Fig.2 Diagram of PBX sample

涂层试样制备方法: 先将涂层制备在玻璃板上,待涂层固化后从玻璃板上取下,再裁剪成所需的试样,试样尺寸为  $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ ,同样用 502 胶将试样粘贴到样品台上,如图 3 所示。

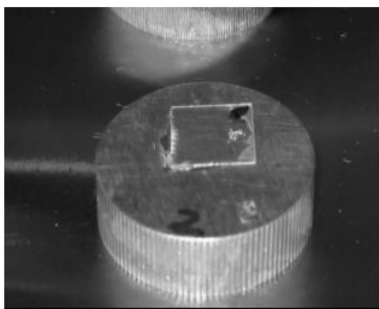


图 3 涂层试样示意图

Fig.3 Diagram of coat sample

粘贴试样时均要求粘接剂涂抹均匀、试样与样品台间不能有气泡并且粘接剂不能污染试样的测试表面。

#### 3.2 测试条件

加载方式: “10 s 加载-10 s 保载-10 s 卸载” 载荷控制方式,最大载荷  $8000 \mu\text{N}$ ; 压痕扫描成像的时间间隔: 5 min。

## 4 测试结果及分析

### 4.1 PBX 及涂层“加载-卸载”过程中的性能曲线

测试得到的 PBX 及涂层的“压入深度-压入载荷”曲线如图 4 所示。每条曲线均分为三段: 第一段为加载段,压入深度增加,压入载荷增大; 第二段为保载段,此间,压入载荷保持不变; 第三段为卸载段,压入深度减小,压入载荷也减小。

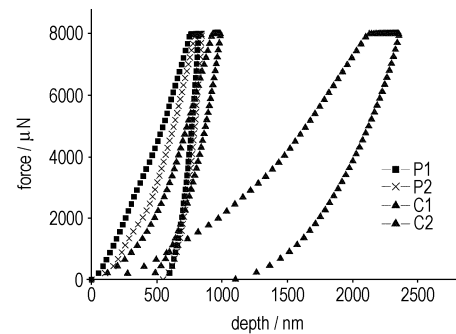


图 4 PBX 及涂层“压入深度-压入载荷”曲线

Fig.4 Depth-load curves of PBXs and coats

### 4.2 卸载后 PBX 及涂层在不同时间间隔下的压痕成像

从图 4 还可以看出,当压入载荷降到零时,而压入深度并未为零,此时压入深度即为压痕残余深度。由于材料存在一定程度的滞弹性,因此,压入载荷完全卸除后,压痕会逐渐回弹,图 5 ~ 图 8 分别是 P1、P2、C1、C2 在每间隔 5 min 的扫描成像图,每幅图中各小图成像时间先后顺序是从第一排的左到右,再从第二排的左到右。

### 4.3 PBX 及涂层抗变形能力及回弹性比较

从图 4 可以看出,P1、P2、C1、C2 曲线逐渐后移,尤其是 C2 曲线后移十分明显,进一步对“压入深度-压入载荷”曲线分析计算可以得到压入模量、压入硬度及最大压入深度等性能数据,结果见表 1。从表 1 可以看出,从 P1 到 C2,压入模量、压入硬度变小,而最大压入深度变大,这表明从 P1、P2、C1 到 C2,力学性能逐渐降低,抗变形能力逐渐变差。而从力学性能的差异性来看,C1 与 P1、P2 相对接近,而 C2 与 P1、P2 之间存在较大差异。

从图 5 ~ 图 8 可以看出,从 P1、P2、C1、C2,它们的压痕残余深度随恢复时间增加而逐步减小,尤其是 C2 变化较为明显,到 30 min 时,C2 的压痕已不明显。进一步测试压痕顶点的残余深度,可以得到不同恢复时间下的压痕顶点的残余深度值(见表 2)。从表 2 可以看出,从 P1、P2、C1 到 C2,回弹能力逐渐增强,C1 与

P1、P2 的回弹能力较为接近,但 C2 的回弹性非常显著,在相同的压入载荷下,虽然 C2 的最大压入深度和残余深度均较大,但在 30 min 时几乎完全恢复。

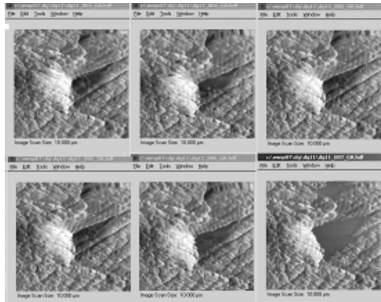


图 5 P1 压痕残余深度 5 min 间隔扫描成像  
Fig. 5 P1 images at interval of 5 minutes

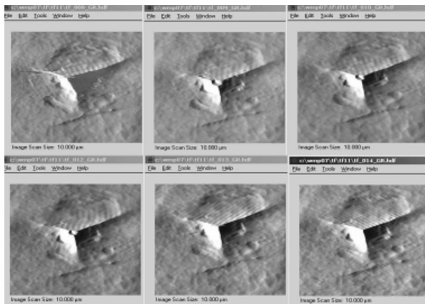


图 6 P2 压痕残余深度 5 min 间隔扫描成像  
Fig. 6 P2 images at interval of 5 minutes

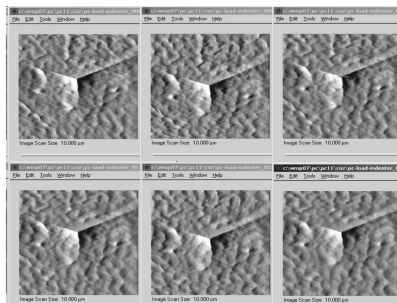


图 7 C1 压痕残余深度 5 min 间隔扫描成像  
Fig. 7 C1 images at interval of 5 minutes

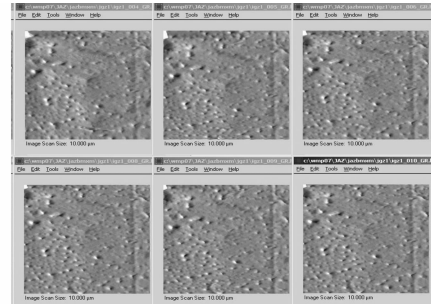


图 8 C2 压痕残余深度 5 min 间隔扫描成像  
Fig. 8 C2 images at interval of 5 minutes

表 1 PBX 和涂层力学性能数据

Table 1 The mechanical properties of PBXs and coatings

sample	indentation modulus/GPa	indentation hardness/GPa	maximum indentation depth/nm
P1	15.6	0.62	586
P2	7.6	0.20	773
C1	3.5	0.22	953
C2	1.1	0.078	1455

表 2 不同恢复时间下 PBX 和涂层的压痕深度

Table 2 The residual indentation depth of PBXs and coats at different recovery time

sample	residual indentation depth/nm						
	0 min	5 min	10 min	15 min	20 min	25 min	30 min
P1	576	372	371	372	369	369	370
P2	557	267	265	264	263	264	263
C1	427	271	261	251	250	249	250
C2	1120	60	44	41	37	35	32

从图 4 和表 2 可以进一步得到 P1、P2、C1、C2 在“加载”、“卸载”、“恢复”各阶段的压入深度或压痕残余深度随时间的变化曲线,分别如图 9~图 11 所示。

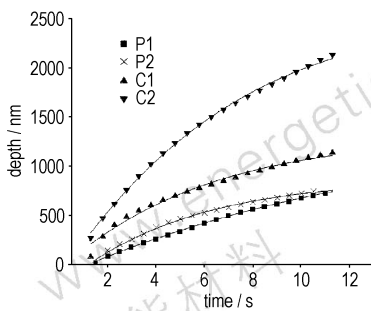


图 9 加载时压入深度-时间曲线  
Fig. 9 Depth-time curves in load

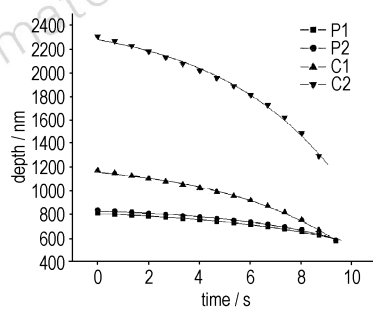


图 10 卸载时压入深度-时间曲线  
Fig. 10 Depth-time curves in unload

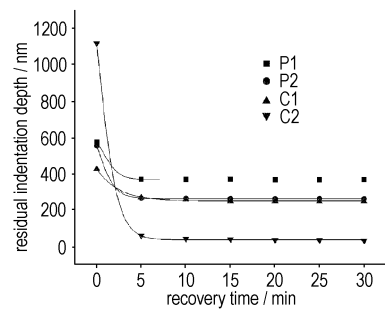


图 11 残余深度-恢复时间曲线  
Fig. 11 Residual depth-recovery time curves

从图 9~图 11 可以看出,“加载”、“卸载”、“恢复”各阶段压入深度或压痕残余深度随时间呈现出非线性

变化,对于这种非线性关系一般采用多项式的数学回归分析的方法,但是该方法数学表达较为复杂,并且有时

拟合曲线会出现拐点,可以采用 Boltzmann 函数进行拟合<sup>[7]</sup>。Boltzmann 函数的表达式如公式(1)所示。

$$y = \frac{A_1 - A_2}{1 + e^{(t-t_0)/B}} + A_2 \quad (1)$$

式中, $y$  为压痕深度, $t$  为恢复时间, $A_1$ 、 $A_2$ 、 $t_0$ 、 $B$  为拟合常数。

表 3 是采用 Boltzmann 对 P1、P2、C1、C2 各阶段压入深度或压痕残余深度随时间变化曲线的拟合结果。结果表明,拟合相关系数均大于 0.99,拟合曲线与试验数据非常吻合(见图 9~图 11)。

表 3 PBX 及涂层各阶段压入深度或压痕残余深度随时间变化曲线的拟合结果

Table 3 The fitting results of depth or residual depth to time of PBXs and coats

process	materials	$A_1$	$A_2$	$t_0$	$B$	$R^2$
load	P1	-7622	1322	-18.08	10.97	0.9999
	P2	-11446	876	-11.36	4.87	0.9996
	C1	-20469	1313	-16.61	5.76	0.9956
	C2	-10350	2575	-7.87	5.89	0.9990
unload	P1	850	-2349	21.57	5.01	0.9964
	P2	860	-4576	21.93	4.24	0.9934
	C1	1247	-8688	21.28	4.53	0.9963
	C2	2451	-17294	21.08	4.44	0.9951
recovery	P1	658	370	0.77	0.84	0.9998
	P2	830	264	0.069	0.95	0.9999
	C1	2007	251	-4.98	2.26	0.9975
	C2	2132	38	0.073	1.09	0.9999

## 5 结 论

(1) 采用纳米压痕技术测试了两种高聚物粘结炸药及其两种涂层在“加载-卸载-恢复”过程中各阶段的表面变形情况及回弹性能。测试结果表明,这四种材料表面抗变形能力从大到小的顺序是: P1 > P2 > C1 > C2,

而回弹能力从大到小的顺序则是: C2 > C1 > P2 > P1。

(2) 比较了两种涂层与两种高聚物粘结炸药的表面抗变形能力及回弹性的差异,其中 C1 与 P1、P2 的差异较小,而 C2 与 P1、P2 具有显著差异,因此,比较而言,C1 在力学性能上与 P1、P2 匹配性更好。

(3) 采用 Boltzmann 非线性回归函数对这四种材料表面变形及回弹过程进行拟合,拟合结果表明相关系数都大于 0.99,该函数可以较好地描述其变形及回弹与时间的关系。

### 参考文献:

- [1] 张泰华. 微/纳米力学性能测试技术及其应用[M]. 北京: 机械工业出版社,2005: 6-20.
- [2] Stillwell N A, Tabor D. Elastic recovery of conical indentation[J]. *Phys Proc Soc*,1961,78(2): 169-179.
- [3] ISO 14577 Metallic materials instrumented indentation test for hardness and materials parameters[S].
- [4] Ashworth V. Third International Conference on Modification of Surface Properties of Metals by Ion-Implantation[M]. Oxford. Pergamon Press,1982: 147-157.
- [5] Oliver W C, Gupta B K. Handbook of Tribology[M]. New York: McGraw-Hill,1991: 92-100.
- [6] 张海霞,张泰华,郁勇. 纳米压入和划入法测定氧化硅薄膜的力学特性[J]. 微纳电子技术,2003,40(7/8): 245-248.  
ZHANG Hai-xia, ZHANG Tai-hua, YU Yong. Nanoindentation and nanoscratch measurements on the mechanical properties of SiO<sub>2</sub> film [J]. *Chinese Journal of Micronanoelectronic Technology*,2003,40(7/8): 245-248.
- [7] 赵建平,张秀敏,沈士明. 材料韧脆转变温度数据处理方法探讨[J]. 石油化工设备,2004,33(4): 29-31.  
ZHAO Jian-ping, ZHANG Xiu-min, SHEN Shi-ming. On the method of data processing for ductile-brittle transition temperature[J]. *Chinese Journal of Petro-Chemical Equipment*,2004,33(4): 29-31.

## Surface Deformation and Elasticity Recovery of PBXs and Coats

WEN Mao-ping, LAN Lin-gang, TIAN Yong, PANG Hai-yan  
(Institute of Chemical Materials, CAEP, Mianyang 621900, China)

**Abstract:** The surface deformation and elasticity recovery of two polymer bonded explosives (PBXs) coded P1 and P2 and two coats named C1 and C2 during “load-unload-recovery” process were measured by nanoindentation technology. The results show that the ability of deformation resistance of the four materials above is P1 > P2 > C1 > C2, however the sequence of elasticity recovery is reverse. There is only tiny difference between C1 and P1, P2, but the difference between C2 and P1, P2 is obvious. That means comparatively C1 matches P1 and P2 better from point view of mechanical property. At the same time, the curves of four materials' surface deformation and elasticity recovery were fitted based on Boltzmann non-linear function, whose relative coefficients were all over 0.99. These indicate that the function can well describe the relationship between the surface deformation, the elasticity recovery and time.

**Key words:** solid mechanics; polymer bonded explosive (PBX); coat; mechanical property; nanoindenter