

文章编号:1006-9941(2019)04-0311-06

温度对粒铸 XLDB 推进剂固化的影响

李笑江,任治,刘萌,李军强,吴雄岗

(西安近代化学研究所, 陕西 西安 710065)

摘要: 采用造粒浇铸工艺制备交联改性双基(XLDB)推进剂,研究了固化温度对 XLDB 推进剂的品质,力学性能,燃烧性能的影响,通过光学显微镜和扫描电镜观察了粒铸 XLDB 推进剂不同固化时间的微观形态变化,分析了粒铸 XLDB 推进剂的固化机理,明确了温度对粒铸 XLDB 推进剂固化影响的原因,提出了粒铸 XLDB 推进剂台阶式固化温度方案:固化前期的温度应低于 45 °C,为物理固化的顺利进行提供充足的时间;固化后期的温度可提高到 60 °C,以加快化学固化的完成。结果表明,固化温度是影响粒铸 XLDB 推进剂品质的关键因素,随着温度的升高,化学固化速度比物理固化速度提高的幅度大,粒铸 XLDB 推进剂固化的品质在很大程度上取决于固化初期物理固化和化学固化的速度对比,固化初温高于 45 °C 对提高粒铸 XLDB 推进剂性能不利。

关键词: 交联改性双基(XLDB)推进剂;粒铸工艺;固化温度;力学性能;燃速

中图分类号:TJ55

文献标志码:A

DOI:10.11943/CJEM2018364

1 引言

交联改性双基(XLDB, 又称 EMCDB)推进剂是在复合改性双基推进剂的基础上,使用端羟基聚醚部分取代硝化纤维素(NC),并与多元异氰酸酯固化剂反应使大分子链间形成交联网络结构,由此所形成的一类高、低温力学性能优良的推进剂。造粒浇铸工艺(简称粒铸工艺)兼具压伸工艺和浇铸工艺的优点,包括造粒和浇铸两个过程,造粒过程主要包括催化剂碾磨、吸收、压延、捏合、溶剂压伸、切粒等工序,浇铸过程主要包括浇铸溶液(含 NG、安定剂、多元异氰酸酯)配制、模具(发动机)内的药粒装填、真空浇铸、固化成型等工序^[1-2]。本课题组前期在国内首次将粒铸工艺应用于 XLDB 推进剂成型,解决了浇铸药粒塑化困难、交联网络不均匀等多项技术难题,制备出了力学性能和燃烧性能优良的粒铸 XLDB 推进剂^[3-4]。粒铸 XLDB 推进剂的固化是其成型的关键过程,固化过程中发生了较为复杂的物理变化和化学变化,固化后推进剂的品质对

粒铸 XLDB 推进剂的力学性能、燃烧性能和贮存性能有重要影响^[5-6]。将粒铸工艺应用于 XLDB 推进剂成型的报道不多,有关专著中仅对复合改性双基推进剂物理固化过程有粗略描述^[7],本课题组前期研究了主要配方组分对粒铸 XLDB 推进剂固化的影响以及交联固化反应动力学^[5-6,8-9],发现温度是影响粒铸 XLDB 推进剂固化的关键因素,为此,为了进一步分析了固化温度对粒铸 XLDB 推进剂固化品质、力学性能和燃烧性能的影响,本研究采用光学显微镜和扫描电镜观察了粒铸 XLDB 推进剂的微观形态变化,分析了粒铸 XLDB 推进剂固化机理,明确了温度对粒铸 XLDB 推进剂固化影响的原因,提出了粒铸 XLDB 推进剂台阶式固化温度方案,以期改进粒铸 XLDB 推进剂固化条件、提高粒铸 XLDB 推进剂性能提供充分的理论和实验依据。

2 实验

2.1 试剂与仪器

试剂:D级硝化棉(NC),工业纯,四川北方硝化棉股份有限公司;硝化甘油(NG),工业纯,西安近代化学研究所;端羟基聚醚,工业纯,黎明化工研究院;黑索今(RDX),工业纯,甘肃白银银光化学材料厂;铅铜复盐,化学纯,西安近代化学研究所;炭黑,工业纯,抚顺

收稿日期:2018-12-25;修回日期:2019-01-06

网络出版日期:2019-02-27

作者简介:李笑江(1966-),男,研究员,主要从事改性双基推进剂配方和工艺研究。e-mail:xiaojanglee@sohu.com

引用本文:李笑江,任治,刘萌,等. 温度对粒铸 XLDB 推进剂固化的影响[J]. 含能材料,2019,27(4):311-316.

LI Xiao-jiang, REN Zhi, LIU Meng, et al. Effect of the Temperature on the Curing Process of Interstitial-casted XLDB Propellant[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2019, 27(4):311-316.

三鱼炭黑有限公司;白刚玉(Al_2O_3),工业纯,河南息县磨料磨具有限公司;二号中定剂(C_2),化学纯,重庆长风化学工业有限公司。

仪器:用日本尼康公司 SC-1325R 双筒光学显微镜观察不同固化阶段粒铸 XLDB 推进剂试样切片的微观形态,用 JSM5800 型扫描电镜观察粒铸 XLDB 推进剂拉伸断口的微观形貌。

2.2 粒铸 XLDB 推进剂配方

双基粘结剂(NC 和 NG, 32%~36%),端羟基聚醚(5%~7%),黑索今(RDX, 约 50%),铅铜复盐及炭黑(3.0%左右),白刚玉(Al_2O_3 , 2%),二号中定剂(C_2 , 1%),多元异氰酸酯及其它(2%左右)。

2.3 粒铸 XLDB 推进剂性能测试

按照 GJB770A-1997 方法中的 413.1, 在 Instron 6022 型万能材料试验机上测定 20 °C 下粒铸 XLDB 推进剂的拉伸性能, 拉伸速度为 $100 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$; 按照 GJB770B-2005 中 706.1 的“燃速-靶线法”在恒压燃速仪上测试 XLDB 推进剂燃速 u 并计算燃速压强指数 n 。

3 结果与讨论

3.1 粒铸 XLDB 推进剂固化品质判定标准的确定

将不同固化状态下的粒铸 XLDB 推进剂试样切开, 在低倍数双筒显微镜下进行观察, 选取 4 张典型的图片作为标准图片, 见图 1。

图 1a 中, 药粒界面清晰, 相邻药粒间距离较大, 有明显的界面粘结缺陷, 说明药粒溶胀不大, 药粒中的粘结剂溶胀一定程度后仍被局限于药粒内, 固化品质定义为 1 级。

图 1b 中, 药粒界面仍清晰可辨, 但不论相邻两药粒间或相邻的多药粒间, 距离较小, 说明药粒溶胀较大, 相互挤压使得药粒间结合紧密, 药粒中的粘结剂分子链有较大程度的伸展, 但大部分仍被局限于药粒内, 所以药粒间粘结作用仍较小。与图 1a 相比, 固化品质有较大程度的改善, 固化品质定义为 2 级。

图 1c 中, 药粒的轮廓已经变得非常模糊, 但部分界面仍可辨别, 说明药粒已充分溶胀, 药粒中的粘结剂分子链得到了较大程度的伸展, 并且部分已突破自身药粒的局限, 渗透到了周围药粒内部, 所以药粒间粘结作用较大。该图的推进剂试验固化品质较好, 固化品质定义为 3 级。

图 1d 中, 药粒的轮廓已完全消失, 药粒界面难以辨别, 说明药粒已充分溶胀, 药粒中的粘结剂分子链得

到了充分伸展, 大部分已突破自身药粒的局限, 渗透到了周围药粒内部, 药粒间有较强的粘结作用, 整个推进剂药柱已成为宏观上均一的整体, 固化品质很好, 固化品质定义为 4 级。

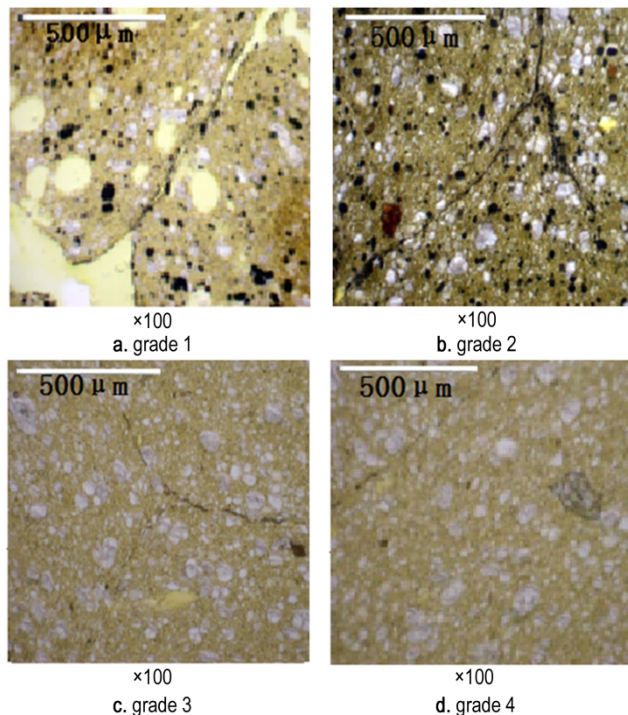


图 1 粒铸 XLDB 推进剂固化品质等级显微图

Fig.1 The digital photos of XLDB propellants under various curing conditions

3.2 不同固化品质粒铸 XLDB 推进剂的电镜分析

通过扫描电子显微镜(SEM)对 4 个固化等级状态的粒铸 XLDB 推进剂拉伸断口进行微观形貌观察, 分析不同固化状态下固体颗粒填充剂的微观结构形态和颗粒填料/粘结剂两相界面粘结情况。扫描电镜观察结果如图 2 所示。

由图 2a 固化 1 级状态下推进剂拉伸断口的 SEM 图可见, 推进剂拉伸断口充满松散的形状不规则的固体颗粒(主要为 RDX 颗粒), 颗粒间孔隙较大, 孔隙里或有或无地散布着一些粉末(主要为 NC 和聚醚粘结剂)。由此可知, NC 和聚醚粘结剂的分子链处于萎缩状态, 与 RDX 颗粒间几乎没有发生粘结作用。由图 2b 固化 2 级状态下推进剂拉伸断口的 SEM 图可见, NC 和聚醚粘结剂已被 NG 增塑剂所溶胀, 但拉伸断口的大部分 RDX 颗粒表面光滑, 只有小部分 RDX 颗粒被 NC 和聚醚粘结剂所包裹, 这说明 RDX 颗粒与粘结剂界面粘结不牢, 是推进剂力学结构的薄弱点, 在外力作用下 RDX 颗粒很容易“脱湿”出去。

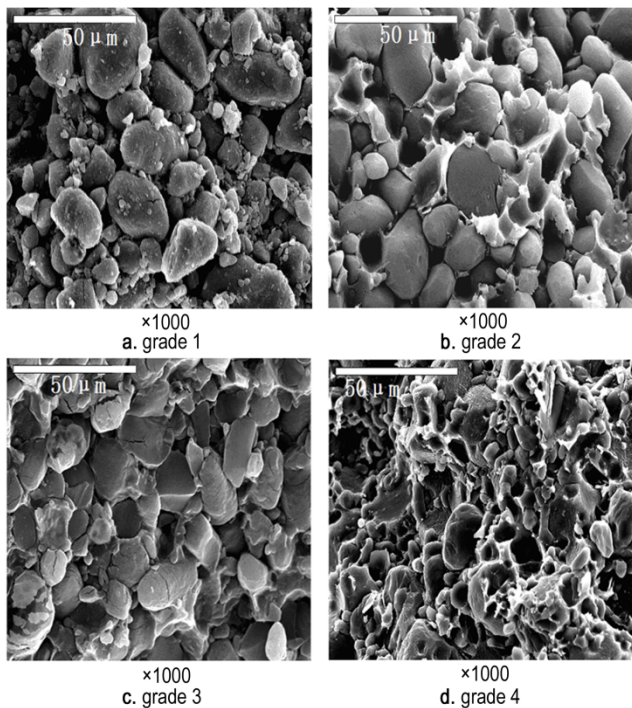


图2 四个固化等级状态下粒铸XLDB推进剂拉伸断口SEM图
Fig.2 The SEM images of XLDB propellants under various curing conditions

由图2c固化3级状态下推进剂拉伸断口的SEM图可见,NC和聚醚粘结剂已被NG增塑剂较好地溶胀,RDX颗粒间的空隙基本被粘结剂充满,裸露的RDX颗粒不圆润,表面不光滑,是在外力作用下形成的断面,这说明RDX颗粒与粘结剂界面粘结不够牢

靠,在外力作用下RDX颗粒容易断裂破碎。由图2d固化4级状态下推进剂拉伸断口的SEM图可见,推进剂拉伸断口难以看到露出的RDX颗粒,表面较难分辨RDX颗粒与粘结剂两相界面,说明NC和聚醚粘结剂已被NG增塑剂充分溶胀,RDX颗粒表面已经完全被粘合剂“湿润”和包覆,RDX颗粒与粘结剂界面粘结牢靠,在外力作用下RDX颗粒很难脱湿或断裂破碎。

3.3 不同温度下粒铸XLDB推进剂固化状态分析

按同一配方浇铸好粒铸XLDB推进剂试样,分别在25, 45, 60, 70 °C的保温箱中固化,不同时间后(1天、2天、4天、7天、10天、15天、20天)取样切片,用光学显微镜观测样品切面的固化形态,将XLDB推进剂切片观测到的图片与图1比较,确定固化等级,以此评价不同XLDB推进剂样品固化品质的好坏,结果见表1。20 °C拉伸性能测试结果见表2,图3为粒铸XLDB推进剂不同固化温度下的固化时间-拉伸强度曲线。

由表1可见,固化温度为25 °C,随着固化时间的延长,XLDB推进剂的品质逐步提高,固化7天推进剂的固化品质达到最佳状态(4级)。从表2、图3可见,25 °C下随着固化时间的延长,XLDB推进剂的最大抗拉强度 σ_m 逐步提高,最大延伸率 ϵ_m 逐步增大,固化20天后XLDB推进剂的 σ_m 和 ϵ_m 仍然没有达到恒定值,说明在25 °C时,聚氨酯反应速度较慢,固化20天后聚氨酯反应仍然没有完成,粘结剂体系的交联网络仍不够完善。

表1 固化温度对粒铸推进剂固化状态的影响

Table 1 Effect of curing temperature on the curing state of interstitial-casted XLDB propellants

curing temperature /°C	curing time /day						
	1	2	4	7	10	15	20
25	grade 1	grade 2	grade 3	grade 4	grade 4	grade 4	grade 4
45	grade 2	grade 3	grade 4	grade 4	grade 4	grade 4	-
60	grade 2	grade 3	grade 3	grade 3	grade 3	grade 3	-
70	grade 2	grade 2	grade 2	grade 2	-	-	-

表2 固化温度对粒铸XLDB推进剂的拉伸性能的影响

Table 2 Effect of curing temperature on the tensile property of interstitial-casted XLDB propellants

curing temperature /°C	curing time / day											
	2		4		7		10		15		20	
	σ_m /MPa	ϵ_m /%	σ_m /MPa	ϵ_m /%	σ_m /MPa	ϵ_m /%	σ_m /MPa	ϵ_m /%	σ_m /MPa	ϵ_m /%	σ_m /MPa	ϵ_m /%
25	-	-	0.17	12	0.39	35	0.53	56	0.72	78	0.85	92
45	0.39	67	0.68	82	1.05	103	1.21	115	1.24	119	1.22	118
60	0.35	28	0.62	61	0.91	82	0.93	86	0.92	85	-	-
70	0.59	39	0.76	43	0.75	38	0.69	31	-	-	-	-

Note: σ_m is the maximum tensile strength. ϵ_m is the maximum elongation.

固化温度为 45 °C,随着固化时间的延长,XLDB 推进剂的品质逐步提高,固化 4 天后推进剂的固化品质就达到最佳状态(4 级)。固化品质达到的状态反映的是物理固化的完成程度,反映了硝化纤维素和端羟基聚醚溶胀、渗透的状态,药粒间相互融合的程度,固化品质达到 4 级表明物理固化过程基本完成。固化温度 25 °C 时固化品质达到 4 级需要 7 天完成,固化温度 45 °C 时只需 4 天完成,表明随着温度的升高,增塑剂扩散的速度加快,硝化纤维素和端羟基聚醚溶胀速度加快。

从表 2、图 3 可见,45 °C 下固化 7 天 XLDB 推进剂的最大抗拉强度 σ_m 达到 1 MPa 左右, ε_m 为 100% 左右,固化 10 天 XLDB 推进剂的 σ_m 达到 1.2 MPa 左右, ε_m 为 116% 左右,固化时间延长至 15 天和 20 天,XLDB 推进剂的 σ_m 和 ε_m 变化不大,趋于恒定值,说明 45 °C 下固化 10 天聚氨酯交联反应基本完成,此时粒铸 XLDB 推进剂固化趋于完善状态。

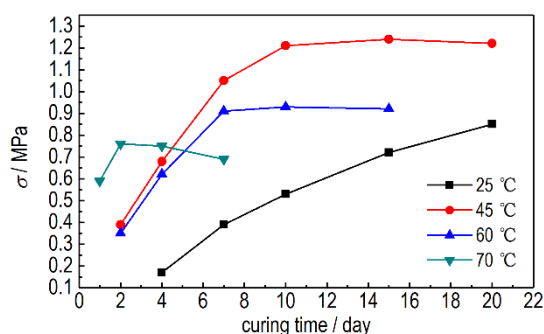


图 3 粒铸 XLDB 推进剂的固化时间-拉伸强度曲线

Fig.3 The dependence of tensile strength of interstitial-casted XLDB propellants on the curing time

固化温度为 60 °C,固化 1 天后推进剂的固化品质为 2 级,固化 2 天后推进剂的固化品质达到 3 级,但随着固化时间的延长,XLDB 推进剂的品质一直停留在 3 级的状态。这表明随着温度的升高,物理固化速度加快,同时聚氨酯交联反应速度也加快,在固化剂异氰酸酯扩散还未达到均匀状态,硝化纤维素和端羟基聚醚还未充分溶胀、药粒未完全融合的状态,聚氨酯交联反应就已进行到了相当高的程度,以至于硝化纤维素和聚醚的分子链运动范围被较大程度地限制,造成了硝化纤维素和聚醚粘结剂的进一步塑溶的困难,所以 XLDB 推进剂的固化品质停留在不够完善的 3 级状态。

从表 2、图 3 可见,60 °C 下,固化 4 天 XLDB 推进剂的最大抗拉强度 σ_m 达到 0.6 MPa 左右, ε_m 为 60% 左右,固化 7 天 XLDB 推进剂的 σ_m 达到 0.9 MPa 左右, ε_m

为 82% 左右,固化时间延长至 10 天和 15 天,XLDB 推进剂的 σ_m 和 ε_m 变化不大,趋于恒定值,说明 60 °C 下固化 7 天聚氨酯交联反应基本完成。由于硝化纤维素和聚醚粘结剂没有充分溶胀,药粒间没有充分融合,粘结剂体系的交联密度不够均匀,致使 XLDB 推进剂的强度不够高,延伸率不够大,与固化趋于完善的状态相比,性能存在明显差异。

固化温度为 70 °C,固化 1 天后推进剂的固化品质为 2 级,固化 2 天后推进剂的固化品质仍为 2 级,固化时间延长至 7 天,XLDB 推进剂的品质仍没有改善的迹象。固化 2 天 XLDB 推进剂的最大抗拉强度 σ_m 达到 0.6 MPa 左右, ε_m 为 40% 左右,固化 4 天 XLDB 推进剂的 σ_m 达到 0.75 MPa 左右, ε_m 为 42% 左右,固化时间延长至 7 天和 10 天,XLDB 推进剂的 σ_m 变化不大, ε_m 还略有下降。这一结果表明,固化初期的温度过高对改善粒铸 XLDB 推进剂品质不利。固化初期的温度过高,化学固化速度过快,以至于固化剂异氰酸酯没有扩散进入浇铸粒子内部,聚氨酯交联反应主要发生在药粒表层,使得浇铸粒子表层的交联密度较大,造成了药粒内层粘结剂进一步塑溶困难,药粒间难以较好地融合,这样得到的 XLDB 推进剂内粘结剂溶胀不充分,交联密度不均匀,交联网络不完善,粘结剂对 RDX 颗粒粘结不牢靠,所以,XLDB 推进剂力学性能不好,抗拉强度小,延伸率低。

固化品质不同的粒铸 XLDB 推进剂的燃烧性能也有明显差异,表 3 列出了 25 °C 固化 20 天、45 °C 固化 10 天、60 °C 固化 7 天、70 °C 固化 7 天的 4 个粒铸 XLDB 推进剂试样的 20 °C,不同压强下的燃速测试结果,图 4 为 4 个试样的燃速-压强曲线。表 3 和图 4 表明,25 °C 和 45 °C 固化的推进剂试样具有良好的燃烧性能,并且这两个试样各压强下的燃速差异较小,而 60 °C 和 70 °C 固化的推进剂试样的燃烧性能明显变差,低压下燃速低,整个压强测试范围内压强指数 n 较大。45 °C 固化的试样压强指数 $n < 0.3$ 为 5 ~ 16 MPa,25 °C 固化的试样压强指数 $n < 0.3$ 为 7 ~ 16 MPa,60 °C 固化的试样压强指数 $n < 0.3$ 的范围缩小到了 7 ~ 14 MPa,而 70 °C 固化的推进剂试样在整个压强测试范围内压强指数 n 较大。固化品质好的推进剂燃烧性能良好是浇铸药粒间充分融合、各配方组分均匀分布的结果。

3.4 粒铸 XLDB 推进剂固化方案的选择思路

以上研究结果表明,温度是影响粒铸 XLDB 推进剂的固化品质的关键因素,固化温度和固化时间的选

表3 固化条件对粒铸XLDB推进剂燃烧性能的影响(20℃)

Table 3 Effect of curing temperature on the burn rate of interstitial-casted XLDB propellant(20℃)

sample	$u / \text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$							n					
	5 MPa	7 MPa	9 MPa	12 MPa	14 MPa	16 MPa	18 MPa	5-7 MPa	7-9 MPa	9-12 MPa	12-14 MPa	14-16 MPa	16-18 MPa
25℃, 20 d	10.72	11.93	12.81	13.19	13.50	13.92	14.68	0.32	0.28	0.10	0.15	0.23	0.48
45℃, 10 d	11.12	12.24	13.12	13.50	13.65	14.09	14.76	0.28	0.27	0.10	0.06	0.25	0.35
60℃, 7 d	9.35	10.65	11.40	11.89	12.35	13.21	14.39	0.39	0.27	0.15	0.25	0.51	0.71
70℃, 7 d	7.35	8.12	8.87	10.18	11.24	12.29	13.45	0.30	0.35	0.48	0.64	0.67	0.76

Note: u is burning rate. n is pressure exponent.

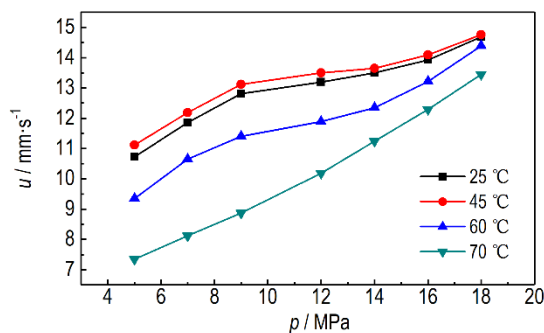


图4 粒铸XLDB推进剂燃速-压强曲线

Fig.4 The dependence of burn rate of XLDB propellants on the chamber pressure

择对粒铸XLDB推进剂的力学性能、燃烧性能有重要的影响。选择固化方案的目的就是要通过合适固化温度和固化时间控制,得到固化状态完善、性能优良并且稳定的粒铸XLDB推进剂。

粒铸XLDB推进剂的固化过程包括物理固化和化学固化。物理固化是指硝化甘油等小分子增塑剂扩散进入浇铸药粒内使硝化纤维素、端羟基聚醚等高分子粘结剂逐渐溶胀、相互渗透直至浇铸药粒粘结为宏观上均一的整体过程,就是硝化纤维素等高分子粘结剂被小分子增塑剂溶胀、溶解,形成高分子浓溶液的过程。物理固化是靠分子热运动—扩散来完成的,物理固化速度与硝化棉和端羟基聚醚在小分子增塑剂中的溶解性能、固化温度等多种因素有关^[7]。化学固化就是多元异氰酸酯固化剂与端羟基聚醚和硝化纤维素分子链上的羟基发生聚氨酯反应,形成交联网络的过程,影响化学固化速度和完成程度的因素很多,主要有固化剂的反应活性、燃烧催化剂对聚氨酯反应的催化活性、固化温度^[5-6]。

物理固化和化学固化两种过程同时进行,并相互影响、相互制约,粒铸XLDB推进剂固化的最终品质在很大程度上取决于两个过程进行的速度对比。粒铸XLDB推进剂理想的固化状态是:浇铸药粒中硝化棉

和端羟基聚醚得到充分塑溶、浇铸药粒间充分融合,全配方中的粘结剂形成均匀、完善的交联网络体系。这一理想的固化状态是粒铸XLDB推进剂研究者追求的目标之一。

温度对分子扩散速度和化学反应速度都有较大的影响,温度越高,分子扩散速度越快,化学反应速度也越快,分子扩散速度与绝对温度成线性关系,而化学反应速度与绝对温度成指数函数关系。所以,化学反应速度对温度更加敏感,随着温度的升高,化学反应速度提高的幅度比分子扩散速度提高的幅度要大得多^[8-9]。

当固化温度为25℃时,聚氨酯反应速度很慢,化学固化是XLDB推进剂固化速度的控制步骤^[8-9],这就给物理固化的完成提供了足够的时间,固化品质达到良好状态,但固化20天后聚氨酯反应仍然没有完成。45℃下需要固化10天以上XLDB推进剂力学性能才趋于稳定。尽管低温固化方案有利于固化品质的完善,但XLDB推进剂的制备周期太长,对降低产品成本、提高生产能力不利,所以,选择单一的低温固化方案不合适。

当固化温度为60℃或70℃时,物理固化是XLDB推进剂固化速度的控制步骤^[8-9],由于聚氨酯反应速度过快,使得浇铸粒子表层的交联密度较大,造成物理固化没有足够的时间完成,推进剂的固化品质达不到良好状态,燃烧性能和力学性能不好,所以,选择单一的高温固化方案也不合适。

综上所述,要得到固化状态完善、性能优良并且稳定的粒铸XLDB推进剂,应采用台阶式固化温度方案:固化前期的温度要低一些,为物理固化的顺利完成提供充足的时间,固化温度低于45℃为宜;固化后期的温度要高一些,以加快化学固化的完成,固化温度可提高至60℃。台阶式的固化温度方案既可保证XLDB推进剂品质达到良好状态,又可缩短XLDB推进剂的成型周期,降低产品成本、提高生产能力。

4 结论

(1) 温度是影响粒铸 XLDB 推进剂的固化品质的关键因素,固化温度和固化时间对粒铸 XLDB 推进剂的力学性能、燃烧性能及其它性能有重要的影响。

(2) 粒铸 XLDB 推进剂的固化过程中包括物理固化和化学固化,两种过程同时进行,并相互影响、相互制约,粒铸 XLDB 推进剂固化的品质在很大程度上取决于两个过程的速度对比。

(3) 化学固化速度对温度更加敏感,随着温度的升高,化学固化速度提高的幅度比物理固化速度提高的幅度要大得多,固化初期温度过高对提高粒铸 XLDB 推进剂品质不利。

总之,要得到固化状态完善、性能优良并且稳定的粒铸 XLDB 推进剂,应采用台阶式的固化温度方案:固化前期的温度应低于 45 °C,为物理固化的顺利完成提供充足的时间;固化后期的温度可提高至 60 °C,以加快化学固化的完成。

参考文献:

- [1] 雷良芳,安芳延.粒铸法制造固体推进剂的工艺研究[J].兵工学报,1987(1):18-23.
LEI Liang-fang, AN Fang-yan. Study on interstitial-casting process of CMDB propellants Manufacture[J]. *Acta Armamentarii*, 1987(1):18-23.
- [2] 李笑江,李凤生,王大安,等.粒铸工艺特点评述[J].飞航导弹,2001(2):60-62.
LI Xiao-jiang, LI Feng-sheng, WANG Da-an et al. Review on the characteristic of interstitial-casting process [J]. *Aerodynamic Missile Journal*, 2001(2):60-62.

- [3] 李笑江,李旭利,樊学忠,等.粒铸 EMCDB 推进剂性能研究[J].推进技术,2001,22(5):418-421.
LI Xiao-jiang, LI Xu-li, FAN Xue-zhong, et al. Properties of EMCDB propellant shaped by granule-casting Process[J]. *Journal of Propulsion Technology*, 2001, 22(5):418-421.
- [4] 李笑江,覃光明,樊学忠,等.粒铸 EMCDB 推进剂力学性能研究[J].火炸药学报,2001,24(3):1-3.
LI Xiao-jiang, QIN Guang-ming, FAN Xue-zhong, et al. Study on mechanical properties of EMCDB propellant shaped by granule-casting process[J]. *Chinese Journal of Explosives & Propellants*, 2001, 24(3):1-3.
- [5] 刘春,李笑江,蔡炳源,等.燃烧催化剂对 EMCDB 推进剂交联固化反应的催化作用[J].火炸药学报,2002,25(2):42-44.
LIU Chun, LI Xiao-jiang, CAI Bing-yuan, et al. Study on Curing Catalysis of Combustion Catalyst for EMCDB Propellant[J]. *Chinese Journal of Explosives & Propellants*, 2002, 25(2):42-44.
- [6] 李笑江,刘芳莉,李凤生,等.粒铸 EMCDB 推进剂固化研究[J].含能材料,2003,11(4):117-200.
LI Xiao-jiang, LIU Fang-li, LI Feng-sheng, et al. Study on the curing of EMCDB propellant shaped by granule-casting process [J]. *Chinese journal of Energetic Materials(Hanneng Cailiao)*, 2003, 11(4):117-200.
- [7] 张端庆,李上文,李凤生,等.固体火箭推进剂[M].北京:兵器工业出版社,1991.
ZHANG Duan-qing, LI Shang-wen, LI Feng-sheng, et al. Solid Rocket Propellants [M]. Beijing: Arms Industry Publishing House, 1991.
- [8] 张泽义,李笑江,严启龙,等. FT-IR 法研究粒铸 EMCDB 推进剂的固化反应动力学[J].化学推进剂与高分子材料,2007(3):45-48.
ZHANG Ze-yi, LI Xiao-jiang, YAN Qi-long, et al. FT-IR study on the curing reaction kinetics of EMCDB propellant shaped by granule-casting process [J]. *Chemical Propellants & Polymeric Materials*, 2007(3):45-48.
- [9] 张泽义,李笑江,李凤生,等. PEG/IPDI/TDI 固化反应动力学[J].含能材料,2007,15(4):320-323.
ZHANG Ze-yi, LI Xiao-jiang, LI Feng-sheng, et al. Curing reaction kinetics of polyethylene glycol with isophorone diisocyanate and toluene diisocyanates [J]. *Chinese journal of Energetic Materials(Hanneng Cailiao)*, 2007, 15(4):320-323.

Effect of the Temperature on the Curing Process of Interstitial-casted XLDB Propellant

LI Xiao-jiang, REN Zhi, LIU Meng, LI Jun-qiang, WU Xiong-gang

(Xi'an Modern Chemistry Research Institute, Xi'an 710065, China)

Abstract: The cross-linked modified double base (XLDB) propellants have been prepared by an interstitial-casting technique. The effect of the temperature on the curing quality has been investigated. By observation of the dependence of micro-structure of the propellants on curing time, the possible curing mechanisms of the XLDB propellants has been proposed. The effect of temperature the curing quality of interstitial-casted XLDB propellants has been clarified. A step-curing temperature scheme has been proposed. To provide sufficient time for the smooth completion of the physical curing processes, the curing temperature of the initial stage should be lower than 45 °C, and the curing temperature of the ending stage should be increase to 60 °C, so as to accelerate the completion of the chemical curing process. The results show that the curing temperature is the key factor that determines the curing quality and the performances of the interstitial-casted XLDB propellants. Along with temperature rise, the increasing extent of chemical curing rate is higher than the physical curing rate, the performances of these propellants dependent largely on the ratio of the physical to chemical curing. A higher temperature at the initial stage is not preferable for the quality improvement of the propellants.

Key words: cross-linked modified double base (XLDB) propellant; interstitial-casting process; curing temperature; mechanical properties; burn rate

CLC number: TJ55

Document code: A

DOI: 10.11943/CJEM2018364

(责编:张琪)