

爆速对纳米氧化铝尺度控制影响研究

李晓杰^{*1}, 李瑞勇^{1,2}, 谢兴华¹, 曲艳东¹, 闫鸿浩¹, 陈涛¹, 王占磊¹

(1. 大连理工大学 工业装备结构分析国家重点实验室, 辽宁 大连 116024
2. 中国石油大学(华东) 工程力学系, 山东 东营 257061)

摘要: 将硝酸铝和黑索金按照不同的质量比均匀混合形成4种粉状的混合炸药, 每一种炸药爆轰都得到了纳米氧化铝. 对每次收集到的实验粉体分别进行了高分辨率透射电镜分析和X光衍射分析. 分析结果表明4种混合炸药爆轰所得到的纳米氧化铝呈球形, 颗粒尺寸分布比较均匀, 尺寸范围为15~20 nm, 晶型为 γ 型. 另外由X光衍射数据利用Scherrer公式分别计算出每一种质量比的混合炸药爆轰所得到的纳米氧化铝的平均颗粒尺寸. 利用BC-3型爆速仪测得4种混合炸药的**实际爆速**. 研究发现爆速越高的混合炸药爆轰所得到的纳米氧化铝的颗粒就越细, 同时绘出了爆速与颗粒尺寸的关系曲线. 在一定的尺寸范围内, 根据此曲线可以通过改变混合炸药的爆速来控制合成出的纳米氧化铝颗粒尺寸.

关键词: 爆轰; 纳米氧化铝; 颗粒尺寸; 爆速; 控制
中图分类号: O381; TB383 **文献标识码:** A

0 引言

目前已报道的纳米氧化铝常规制备方法很多^[1], 其中常见的有机械粉碎法、高能球磨法、化学沉淀法、热解法和溶胶凝胶法等. 而非**常规的爆轰法**与以上常规制取纳米氧化铝的方法相比具有工艺过程简单, 易于操作, 实验的器材、原料都十分简单, 设备及生产成本相对低廉, 合成反应速度快和易放大产量, 易于实现工业化生产的优点, 因此越来越多的研究者开始利用该方法来制取纳米材料. 例如, 爆轰合成纳米金刚石^[2-3]. 但利用爆轰法制取纳米氧化铝的报道仅有Bukaemskii等^[4]采用炸药爆轰驱动铝粉与氧气发生化合反应来制取纳米氧化铝, 其原料为价格比较贵的微米量级铝粉, 且需要在爆炸容器里面充氧气, 对爆炸罐的密封性有一定的要求. 为降低成本, 简化工艺, 本文利用硝酸铝和黑索金混合爆轰的方法得到尺寸范围为15~20 nm的 γ 型纳米氧化铝.

另外, 作者发现在纳米材料制备过程中无论是采用常规方法还是非常规方法, 都很难控制纳米颗粒的生成尺度. 目前制备出的纳米材料的粒度分布范围都比较大, 这在一定程度上也限制了纳米材料的应用. 因此本文研究通过改变混合炸药的密度来改变爆速从而影响爆轰合成出的纳米

氧化铝的尺寸分布, 期望在纳米粒子的尺寸与炸药爆速之间建立有机联系, 从而在一定程度上实现对纳米材料尺度的主动控制.

1 实验方法及过程

1.1 混合炸药配制及纳米 α -Al₂O₃粉体制备

混合炸药的原料为粉状硝酸铝和粉状黑索金. 为了得到不同爆速的混合炸药, 本文分别配制了4种混合炸药. 炸药中硝酸铝与黑索金的质量比分别为(a) 500 g/500 g (b) 600 g/400 g (c) 700 g/300 g和(d) 800 g/200 g. 按照实验要求依次把称好的硝酸铝粉和黑索金粉混合在一起, 搅拌均匀后放入圆柱形容器, 制成药柱. 将制成的4种药柱分别放入图1所示的爆炸罐中依次

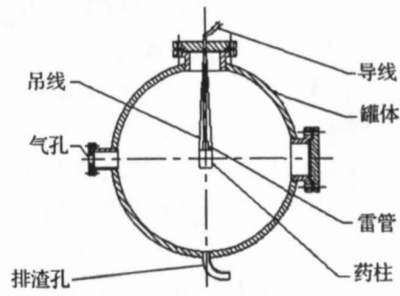


图1 爆炸容器示意图

Fig. 1 Schematic diagram of explosion vessel

收稿日期: 2005-07-10; 修回日期: 2007-01-05.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(10572034); 辽宁省自然科学基金资助项目(20042161).

作者简介: 李晓杰^{*} (1963-), 男, 博士, 教授.

进行爆轰. 每次爆轰完毕后通过排气孔收集到灰白色的粉末.

1.2 实验分析仪器

用 Tecnai G220 S-Twin型透射电镜对实验样品进行微观形貌和大小 的分析; 采用 XRD-6000型 X射线衍射仪对此实验样品的晶型及颗粒度进行分析, 测定条件: Cu 靶 ($K\alpha$, $\lambda = 0.154\,06\text{ nm}$), 管电压 40 kV, 管电流 30 mA, 扫

描速度 $4^\circ/\text{min}$, 扫描范围 $20^\circ \sim 100^\circ$.

2 结果与讨论

图 2为 4种混合炸药爆轰所得到的纳米氧化铝粉体的透射电镜图片. 从图片中可以很清楚地看到用此爆轰法所得到的纳米氧化铝都呈球形, 颗粒的尺寸都是纳米级的, 尺寸范围为 $15 \sim 20\text{ nm}$, 颗粒尺寸分布均匀.

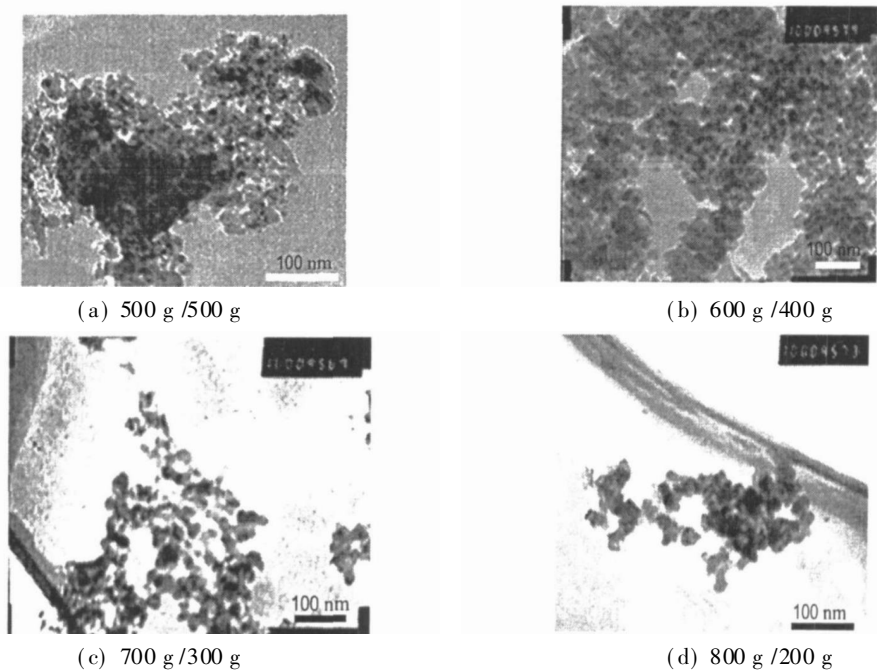


图 2 4种混合炸药爆轰得到的纳米氧化铝的透射电镜照片
Fig. 2 TEM photos of ultrafine aluminum oxide obtained by mixed explosive detonation

图 3为 4种混合炸药爆轰得到的纳米氧化铝粉末的 X射线衍射曲线. 从中可以看出 4种纳米氧化铝的衍射曲线形状基本一样. 其中每条衍射曲线中的 3个最强衍射峰的 2θ 角 66.869° 、 45.843° 和 37.629° 分别对应 d 值为 $0.139\,804$ 、 $0.197\,781$ 和 $0.238\,847\text{ nm}$, 都与 ASTM 卡片中的 γ 型氧化铝的卡片 (29~ 63) 数据完全符合. 其他两个比较强的衍射峰的 2θ 角 39.448° 和 60.873° 所对应的 d 值为 $0.228\,242$ 和 $0.152\,057\text{ nm}$ 也和 γ 型氧化铝的卡片数据一致. 所以可以得出 4种混合炸药爆轰所得粉末均为 γ 型纳米氧化铝. 另外这 4种纳米氧化铝颗粒的平均颗粒度可由 Scherrer公式求得^[5]. 公式形式如下:

$$D = k\lambda / B \cos \theta \tag{1}$$

式中: k 为常数; λ 为 Cu 靶的波长; θ 为衍射角; B 为劳厄积分宽度. 根据衍射数据 Scherrer 公式中

各个参数的取值以及计算结果 D 值如表 1 所示. 从表中可以看出 4种混合炸药爆轰所得到的纳米氧化铝的平均颗粒度 D 值从上到下依次变大.

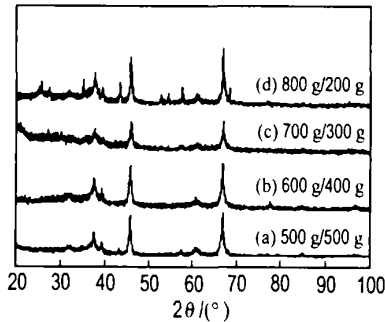


图 3 4种混合炸药爆轰得到的纳米氧化铝的衍射曲线图
Fig. 3 X-ray diffraction patterns of ultrafine aluminum oxide obtained by mixed explosive detonation

表 1 Scherrer 公式中参数的取值以及计算结果 D 值

Tab. 1 Values of parameters in Scherrer formula and calculations results D

混合 炸药	k	λ / nm	$\theta / (^\circ)$	$B / (^\circ)$	D / nm
a	0.89	0.154	33.45	0.61	15.43
b	0.89	0.154	33.45	0.55	17.11
c	0.89	0.154	33.45	0.48	19.61
d	0.89	0.154	33.45	0.41	22.96

本文利用 BC-3 型爆速仪测得 a b c d 4 种混合炸药的 实际爆速 v 值分别为 5 263 4 624 3 846 2 888 m / s.

由此看出 4 种爆速值依次减小. 所以爆速 v 同平均颗粒度 D 之间一定存在某种对应关系. 它们之间的这种关系曲线如图 4 所示. 从图中可以

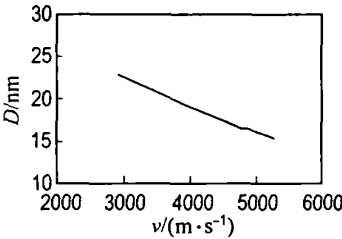


图 4 爆速与平均颗粒度的关系曲线
Fig. 4 The relation curve of nano-dimension and explosive velocity

很清楚地看到混合炸药爆轰时的实际爆速越高它所产生的纳米氧化铝的平均颗粒度就越小. 所以

在一定的尺寸范围内根据此曲线可以人为地调节混合炸药的爆速,以主动控制纳米颗粒的尺寸.

3 结 论

(1) 通过改变黑索金 (RDX) 与硝酸铝在混合炸药中的质量分数配制了 4 种不同爆速的混合炸药.

(2) 4 种不同爆速的粉状混合炸药爆轰均成功合成出了 γ 型纳米氧化铝. 纳米氧化铝颗粒都呈球形,尺寸范围为 15~ 20 nm,颗粒分布均匀.

(3) 爆速越高的混合炸药爆轰所得到的纳米氧化铝的颗粒尺寸就越小. 通过纳米粒子的尺寸与炸药爆速之间的这种有机联系可以主动地控制合成纳米颗粒的尺寸.

参考文献:

[1] 李友凤,周继承. 氧化铝纳米材料的制备与应用 [J]. 硬质合金, 2003, 20(4): 242-245
[2] 周 刚,文 潮,孙德玉,等. 爆轰合成超分散金刚石的实验研究 [J]. 爆炸与冲击, 1999, 19(4): 365-370
[3] 徐 康,薛群基. 炸药爆炸法合成的纳米金刚石粉 [J]. 化学进展, 1997, 9(2): 201-209
[4] BU K A E M S K I I A A, B E L O S H A P K O A G. Explosive synthesis of ultradisperse aluminum oxide in an oxygen-containing medium [J]. **Combust Explos Shock Waves**, 2001, 37(5): 594-599
[5] 何静华,闫晋钢. 纳米技术在铝行业的发展前景 [J]. 轻金属, 2001(8): 3-4

Research on relation between explosive velocity and ultrafine aluminum oxide size control

LI Xiao jie^{* 1}, LI Rui yong^{1,2}, XIE Xing hua¹,
QU Yan dong¹, YAN Hong hao¹, CHEN Tao¹, WANG Zhan lei¹

(1.State Key Lab. of Struct. Anal. for Ind. Equip. , Dalian Univ. of Technol. , Dalian 116024, China;
2.Dept. of Eng. Mech. , China Univ. of Petrol. (East China) , Dongying 257061, China)

Abstract Four kinds of the mixed explosives were made by aluminum nitrate and pentaerythritol tetranitrate (RDX) at different mass ratios. Ultrafine aluminum oxide was synthesized by each mixed explosive by detonation. Every collected powder was studied systematically by XRD and high-resolution TEM. Results indicate that ultrafine aluminum oxide is spherical and spherical grains are very homogeneous, the grain sizes vary from 15 nm to 20 nm. The aluminum oxide is γ -aluminum oxide. According to XRD data, the average sizes of ultrafine aluminum oxide were worked out by Scherrer formula. The actual explosive velocities of four kinds of the mixed explosives were measured by the apparatus of BC-3 model. Research results indicate the higher the explosive velocity is, the finer the average crystal grain of ultrafine aluminum oxide will be. The relation curve between explosive velocity and crystal grain was drawn out. In some dimension scope, according to the relation curve explosive velocity can be changed easily to control the dimension of nanogranule initiatively in a definite range.

Key words detonation; ultrafine aluminum oxide; crystal size; explosive velocity; control