

文章编号: 1006-9941(2011)06-0745-02

RDX 单晶的生长及加工

李洪珍, 周小清, 徐 容, 黄 明, 王述存

(中国工程物理研究院化工材料研究所, 四川 绵阳 621900)

单晶研究是深入认识炸药本质特性最重要、最直接的手段。对比研究炸药单晶与粉末炸药或含有缺陷的炸药的力学响应机制、起爆和爆轰机理和规律,对认识炸药降感、起爆等物理过程,为炸药安全性能预估、炸药配方和武器装药设计提供基本性能数据具有重要意义。这些性能的研究几乎都需要厘米级以上的炸药大单晶样品。RDX 有 α 和 β 两种晶型,武器使用的 RDX 炸药为 α 型。由于存在多晶现象,其单晶特别是厘米级以上的大单晶生长非常困难,不同的结晶工艺可能得到不同的晶型。因此,文献对 RDX 单晶的生长及性能研究很少。RDX 单晶的制备主要有两个关键技术,一是如何选择适当的结晶技术和正确的结晶条件,控制得到需要的 α 晶型;二是晶体生长过程中如何控制缺陷和应力集中并进行晶面调整。本研究以 RDX 为对象,研究 RDX 单晶的生长及加工技术,为进行单晶性能研究奠定基础。

本研究选用溶剂蒸发法研究 RDX 单晶的生长。RDX 结晶所用的溶剂对晶体形态有很大的影响,溶剂不同生长得到的单晶形态可能极不相同。单晶生长研究的第一步是进行晶型的控制和晶面调整,以获得能够显示出重要晶面的单晶。为此,我们采用附着能(AE)模型计算了结晶表面的附着能,预测了气相中 RDX 的晶体形貌,确定各晶型的主要生长晶面及其表面结构。然后采用 Monte Carlo 模拟法计算了可能的溶剂分子在晶面上的吸附能,用此吸附能度量表面构型上的溶剂效应,获得了晶体在溶剂中的生长速度和结晶形态。其次,在 RDX 单晶生长过程中,为控制晶体缺陷和解决应力集中的问题,我们借助在线浓度测试技术和相干涉技术研究了 RDX 晶体的生长机制、

缺陷的形成与演化过程及影响因素,通过调节和优化溶液浓度、结晶温度、溶剂蒸发速度等结晶条件,实现了对晶体质量的控制。此外,为保证晶体质量,获得“完美”RDX 单晶,我们采用微孔滤膜过滤晶体生长溶液,从而确保溶液的高纯度;单晶生长装置系统所选用的温控仪的控温精度为 ± 0.01 $^{\circ}\text{C}$,对结晶溶液进行了严格控温;所设计的结晶器内壁非常光滑,载晶架无连接;再结合一些单晶生长技巧,实现了 RDX 大单晶的制备。

图 1a 和图 1b 分别为 RDX 在丙酮和 1,4-丁内酯溶剂中生长得到的单晶。从图 1 可以看出,两个晶体的形态差异很大,用丙酮培养的 RDX 单晶(图 1a)规整性好,晶体轮廓和生长晶面清晰,晶体透明,内部几乎看不见缺陷。而用 1,4-丁内酯培养得到的 RDX 单晶(图 1b),无清晰的生长晶面,形状极不规则,表面和内部有较多缺陷。这说明溶剂的性质对单晶的生长质量和生长习性影响很大。

单晶的起爆、力学等性能与晶面取向有关,这些性能的试验对样品的尺度、形状和表面光滑度都有要求,因此需要对 RDX 单晶样品进行定向和加工,以得到具有不同晶面取向的单晶片。同时,RDX 晶体质软、脆性高、对温度、摩擦等刺激特别敏感,在加工过程中容易开裂。单晶加工的关键技术主要包括:一,实现晶面定向与切割的匹配;二,解决在切割过程由于热应力引起单晶的开裂问题。

为实现晶面定向和切割的匹配,RDX 晶面定向采用 Bruker 公司的 D8 Advance X 射线粉末衍射仪,单晶切割采用金刚石线切割机。我们将样品固定在样品台上,首先将自然面进行晶面定向,然后切割,再定向,再切割,直到实际晶面的衍射谱图与标准谱图相符。为避免单晶开裂,必须保证切割时摩擦产生的热与用冷却剂带走的热保持平衡,骤热和骤冷都会引起单晶开裂,因此必须仔细研究单晶的切割速度、冷却剂的类型、冷却方式和冷却速度等加工条件。根据目前炸药

收稿日期: 2011-05-30; 修回日期: 2011-07-17

基金项目:国家自然科学基金面上项目(No. 11072225)和中国工程物理研究院发展基金面上项目(No. 2010B0302040)

作者简介:李洪珍(1971-),女,研究员,硕士,主要从事炸药合成与结晶。e-mail: happyhongzhen@163.com

球加工时所采用的切削液和单质炸药 RDX 的性质, 通过试验最终选用水作为加工冷却剂。通过不断调节单晶的切割速度和水流速度实现了 RDX 的安全切割。然后根据 RDX 单晶片的切割情况, 配制合适的抛光液, 选择一定的抛光速度, 对单晶片进行抛光, 最终获得了形状规则、平面度高、表面透明的样品。图 2a 是对丙酮溶剂培养的单晶进行切割所获得的具有不同晶面取向和厚度的单晶片, 其中 (210) 面和 (200) 面进行了抛光, 比未抛光的 (111) 面和 (021) 面透明性更好。对应的 XRD 图谱如图 2b 所示, 其测试条件: Cu 靶, $K\alpha$ 辐射, $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$, 扫描角度: $2\theta = 10^\circ \sim 60^\circ$, 扫描步长: 0.02° 。



a. in acetone



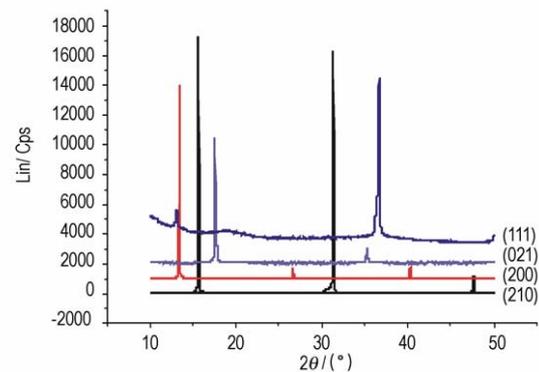
b. in 1,4-butyrolactone

图 1 RDX 单晶图片

Fig. 1 Photos of RDX single crystals cultivated in acetone (a) and 1,4-butyrolactone (b)



a. photos of RDX single crystal slices with different oriented plane



b. XRD spectrum of RDX single crystal slices with different oriented plane

图 2 具有不同晶面取向的 RDX 单晶片

Fig. 2 RDX single crystal slices with different oriented plane

RDX 结晶所用的溶剂对晶体形态有很大的影响。选用丙酮做溶剂, 利用溶剂蒸发法, 在一定结晶条件下可获得晶体质量较好的厘米级 RDX 大单晶。RDX 单晶可以切割加工成具有不同厚度和不同晶面取向的单晶片, 可用于其起爆机理和力学响应机制等基础研究, 为炸药安全性研究提供基础数据。

关键词: RDX; 晶体生长; 单晶制备

中图分类号: TJ55; O64

文献标识码: A

DOI: 10.3969/j.issn.1006-9941.2011.06.032