



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109406344 A
(43)申请公布日 2019.03.01

(21)申请号 201811085081.4
(22)申请日 2018.09.18
(71)申请人 上海航天化工应用研究所
地址 201109 上海市闵行区中春路1777号
(72)发明人 黄丽萍 干效东 杨科 朱小飞
程连潮 吕晓燕 李辉 万代红
(74)专利代理机构 上海航天局专利中心 31107
代理人 余岢
(51)Int.Cl.
G01N 13/00(2006.01)

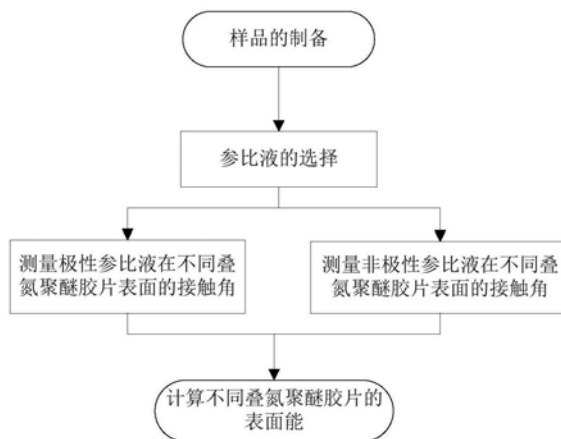
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种表征叠氮聚醚弹性体表面特性的方法

(57)摘要

本发明涉及一种表征叠氮聚醚弹性体表面特性的方法,制备含不同AP、RDX、HMX、铝粉的叠氮聚醚胶片,采用动态接触角法测试六种不同参比液分别在不同叠氮聚醚胶片表面的接触角,参比液分为水、乙二醇、甲酰胺极性参比液与二碘甲烷、 α -溴萘、环己烷非极性参比液,极性参比液与非极性参比液两两组合,经计算得到不同填料叠氮聚醚胶片的表面能。本发明采用的方法所测得的固体表面能用于评价叠氮聚醚推进剂填料-基体表面特性具有良好的效果,且方法简单,测试精度高。



1. 一种表征叠氮聚醚弹性体表界面特性的方法,其特征在于,利用动态接触角,测量不同极性和非极性参比液在含不同填料叠氮聚醚胶片表面的接触角,经计算得到不同叠氮聚醚胶片的表面能。

2. 根据权利要求1所述的一种表征叠氮聚醚弹性体表界面特性的方法,其特征在于,所述接触角测定采用动态接触角测定仪。

3. 根据权利要求1所述的一种表征叠氮聚醚弹性体表界面特性的方法,其特征在于,所述极性参比液为水、乙二醇、甲酰胺,非极性参比液为二碘甲烷、 α -溴萘、环己烷。

4. 根据权利要求3所述的一种表征叠氮聚醚弹性体表界面特性的方法,其特征在于,所述极性参比液与三种非极性参比液进行两两组合。

5. 根据权利要求1所述的一种表征叠氮聚醚弹性体表界面特性的方法,其特征在于,所述不同填料为AP、RDX、HMX、铝粉。

6. 根据权利要求1所述的一种表征叠氮聚醚弹性体表界面特性的方法,其特征在于,所述不同叠氮聚醚胶片的表面能分解为色散力 γ_s^d 和极性力 γ_s^p 。

一种表征叠氮聚醚弹性体表界面特性的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及叠氮聚醚推进剂填料-基体界面作用机制,具体涉及一种叠氮聚醚基体-填料的表界面特性表征方法。

背景技术

[0002] 叠氮聚醚推进剂是一种具有高能、钝感、低特征信号的高性能固体推进剂,满足多种先进导弹武器的需求,是目前业内研究的重点。PBT推进剂是以聚氨酯弹性体作为粘合剂基体的复合含能材料,力学性能调节成为了该类推进剂研究发展的关键技术之一。由于PBT侧链含大量刚性叠氮基团,聚合物分子链短,柔顺性差,特别是低温力学性能差,已成为了其宽温适应性的技术瓶颈。因此,开展相关的基础理论研究,对于解决叠氮聚醚推进剂宽温范围内力学性能不佳的现象具有重要指导意义。

[0003] 复合固体推进剂的力学性能主要取决于基体的力学特性、填料的补强特性以及填料-基体间的界面粘结特性,其中良好的填料-基体粘接性能是充分发挥弹性体力学性能的前提。叠氮聚醚推进剂的基体主要由高增塑的叠氮聚醚弹性体PBT组成,填料主要由AP(高氯酸铵)、RDX(黑索今)、HMX(奥克托今)以及铝粉等组成。这些固体填料均为非补强填料,且填料和基体的极性存在较大差异。因此,填料-基体的粘结性能成为了影响叠氮聚醚推进剂力学性能的关键。研究填料-基体的粘结性能,首先需要了解填料-基体的表界面特性。由于叠氮聚醚推进剂填料类型多,界面类型、界面上组分相互作用方式也多样。目前,缺乏叠氮聚醚推进剂填料-基体表界面作用的定量表征方法,填料-基体界面作用机理也难以确定。另外,叠氮聚醚推进剂体系配方组成与现有成熟配方HTPB、NEPE推进剂差异较大,难以使用现有的技术理论进行评价。

[0004] 因此,需要建立一种叠氮聚醚推进剂中填料-基体表界面作用表征方法,可为后续改善填料-基体界面粘结特性以及研究叠氮聚醚推进剂力学性能的构效关系提供相关参数,为建立宽温叠氮聚醚推进剂基体-填料界面调控方法,设计、合成和筛选满足宽温使用要求的新型键合剂奠定基础。

发明内容

[0005] 本发明的目的是建立一种表征方法,用于表征叠氮聚醚推进剂填料-基体的的表面性质及界面相互作用,对叠氮聚醚推进剂宏观力学性能的研究具有重要的指导意义。

[0006] 为了解决上述技术问题,本发明建立了一种叠氮聚醚弹性体表界面特性的表征方法,采用接触角测定法将不同极性-非极性参比液进行组合,测量不同填料类型对叠氮聚醚胶片的接触角,经计算得到叠氮聚醚胶片的表面能。

[0007] 上述叠氮聚醚弹性体表界面特性的表征方法,其中,所述接触角测定法采用动态接触角测定仪。

[0008] 上述叠氮聚醚弹性体表界面特性的表征方法,其中,所述不同极性-非极性参比液分别为水、乙二醇、甲酰胺极性参比液,二碘甲烷、 α -溴萘、环己烷非极性参比液。三种极性

参比液与三种非极性参比液进行两两组合。

[0009] 上述叠氮聚醚弹性体表界面特性的表征方法,其中,所述不同填料为AP、RDX、HMX、铝粉。

[0010] 本发明与现有技术相比,不仅建立了一种全新的叠氮聚醚推进剂中填料-基体表界面特性的表征方法,填补了推进剂填料-基体表界面性能测试技术的空白,且该方法操作简便,仪器条件较易实现,测试数据误差小,精度高,可靠性强。因此,该方法为评价固体推进剂填料-基体的界面粘结性能以及固体推进剂合成过程中的填料筛选提供了依据。

附图说明

[0011] 本发明的一种表征叠氮聚醚弹性体表界面特性的方法由以下的实施例及附图给出。

[0012] 图1是叠氮聚醚弹性体表界面特性的测试过程流程图。

具体实施方式

[0013] 参见示出本发明实施例的附图,下文将更详细地描述本发明。

[0014] 选取合适的叠氮聚醚体系参数,在叠氮聚醚体系中分别添加不同的单一组分固体填料(AP、RDX、HMX、铝粉),采用常规的固体推进剂制作工艺,通过称量、混合、浇注、抽真空、固化等过程,制得含不同填料的叠氮聚醚胶片。

[0015] 为了尽可能降低固体材料表面能的最大相对误差,本发明的参比液选择三种极性参比液和三种非极性参比液,分别是水、乙二醇、甲酰胺极性参比液,二碘甲烷、 α -溴萘、环己烷非极性参比液。本发明所用的参比液的表面特性及分量数据见表1。

[0016] 表1参比液表面特性及分量数据

[0017]

| | γ_L^P (极性力) | γ_L^D (色散力) | γ_L (表面能) | γ_L^P / γ_L^D | |
|---|--------------------|--------------------|------------------|---------------------------|----|
| 水 | 49.60 | 21.60 | 71.20 | 2.30 | 极性 |

[0018]

| | | | | | |
|--------------|-------|-------|-------|------|-----|
| 乙二醇 | 19.00 | 29.3 | 48.3 | 0.65 | 非极性 |
| 甲酰胺 | 18.70 | 39.50 | 58.20 | 0.47 | |
| 二碘甲烷 | 2.3 | 48.50 | 50.80 | 0.05 | |
| α -溴萘 | 0 | 44.6 | 44.6 | 0 | |
| 环己烷 | 0 | 25.5 | 25.5 | 0 | |

[0019] 具体测试操作步骤如下:(1)调节仪器样品台与光源,使其处于最佳状态;(2)校准接触角仪至水平位置,实现水平校准;(3)校准进样器针头界面,实现垂直校准;(4)控制标

样液滴用量为1~5 μ L,并将其转移至样品表面;(5)对水平与切线曲线进行微调,得到接触角测试数据。

[0020] 按照以上测试方式分别测量水、乙二醇、甲酰胺极性参比液在空白叠氮聚醚胶片、含AP叠氮聚醚胶片、含RDX叠氮聚醚胶片、含HMX叠氮聚醚胶片以及含铝粉叠氮聚醚胶片五种样品表面的接触角,每组样品平行测试五次,取接触角平均值,误差不大于2°。

[0021] 按照以上测试方式分别测量二碘甲烷、 α -溴萘、环己烷极性参比液在空白叠氮聚醚胶片、含AP叠氮聚醚胶片、含RDX叠氮聚醚胶片、含HMX叠氮聚醚胶片以及含铝粉叠氮聚醚胶片五种样品表面的接触角,每组样品平行测试五次,取接触角平均值,误差不大于2°。

[0022] 三种极性参比液与三种非极性参比液进行两两组合,按公式(1)计算不同叠氮聚醚胶片表面的色散力 γ_S^d 和极性力 γ_S^p 。

$$[0023] \quad \gamma_L(1 + \cos\theta) = 2(\gamma_S^d \gamma_L^d)^{1/2} + 2(\gamma_S^p \gamma_L^p)^{1/2} \quad (1)$$

[0024] 式中:

[0025] γ_L ——参比液的表面能,mN/m;

[0026] θ ——参比液在不同叠氮聚醚胶表面的接触角;

[0027] γ_S^d ——不同叠氮聚醚胶片表面的色散力,mN/m;

[0028] γ_S^p ——不同叠氮聚醚胶片表面的极性力,mN/m;

[0029] γ_L^d ——参比液表面的色散力,mN/m;

[0030] γ_L^p ——参比液表面的极性力,mN/m。

[0031] 按公式(2)计算不同叠氮胶的表面能。

$$[0032] \quad \gamma_S = \gamma_S^d + \gamma_S^p \quad (2)$$

[0033] 式中:

[0034] γ_S ——不同叠氮聚醚胶片的表面能,mN/m;

[0035] γ_S^d ——不同叠氮聚醚胶片表面的色散力,mN/m; γ_S^p ——不同叠氮聚醚胶片表面的极性力,mN/m。

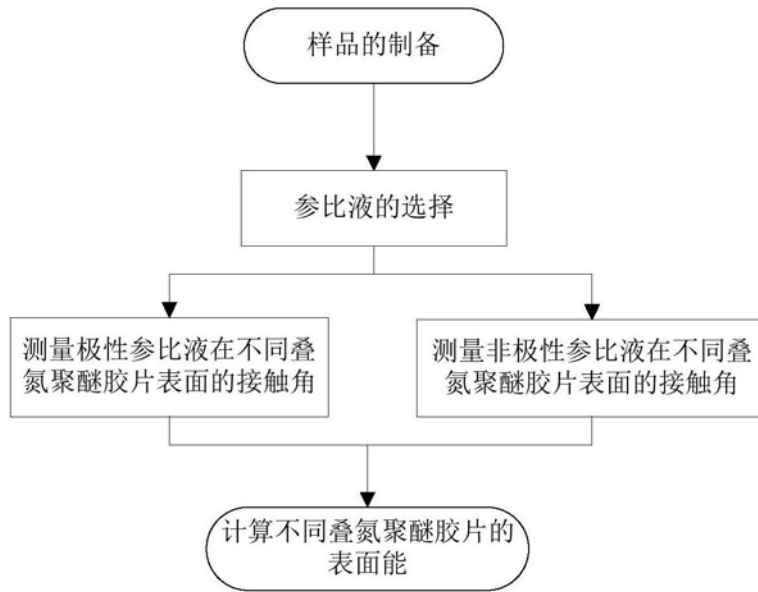


图1