



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102854093 B

(45) 授权公告日 2015. 06. 17

(21) 申请号 201210384181. 3

审查员 唐峰涛

(22) 申请日 2012. 10. 11

(73) 专利权人 北京理工大学

地址 100081 北京市海淀区中关村南大街 5 号

(72) 发明人 王建 陈晋南 彭炯

(51) Int. Cl.

G01N 11/04(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 202869920 U, 2013. 04. 10, 1-5.

CN 1664556 A, 2005. 09. 07, 说明书第 2 — 5 页及图 1-2.

JP 1991-251740 A, 1991. 11. 11, 全文.

US 5347851 A, 1994. 09. 20, 全文.

CN 1773245 A, 2006. 05. 17, 全文.

CN 201319011 Y, 2009. 09. 30, 全文.

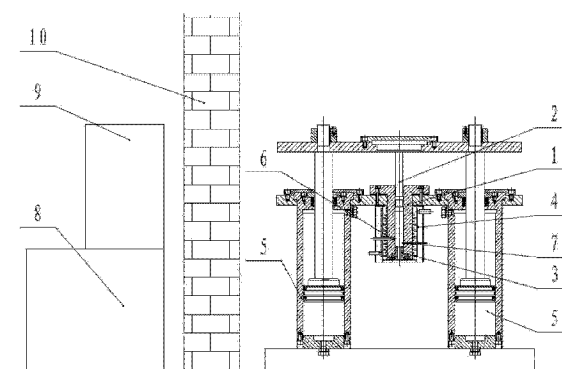
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种测定敏感性药料流变性能的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种测定敏感性药料流变性能的方法及其装置,属于材料测试技术领域。采用了由料筒、柱塞、毛细管、加热系统、传动系统、压力传感器、温度传感器、位移传感器、数据采集系统和远程控制系统组成的测试装置,所述方法能够在安全条件下实现火药等敏感性药料流变性能的测定,误差小,所述装置具有安全性强、结构简单、操作方便的优点,利用所述方法及其装置测试得到的相关流变数据可用以建立相应药料的本构方程,并用于数值计算,进而帮助敏感性药料制造业中设备结构的设计和加工工艺条件的优化,推动相关领域技术的发展。



1. 一种测定敏感性药料流变性能的方法,其特征在于:采用了由料筒、柱塞、毛细管、加热系统、传动系统、压力传感器、温度传感器、位移传感器、数据采集系统和远程控制系统组成的装置,具体步骤如下:

1) 测试前在料筒内壁涂润滑油等润滑物;

2) 将毛细管安装在料筒下端,将被测药料制成小颗粒或粉末状,称取一定质量放入料筒内,通过加热系统进行预热,温度设定不得高于药料临界安全温度,预热到设定温度后再保温,保温时间以使药料温度达到测试温度并保持稳定为止;

3) 根据药料质量除以密度计算出药料体积,再根据料筒尺寸计算出实际药料被压实后在料筒中所占的高度,按此高度设定柱塞最终移动到的预压位置,通过远程控制系统控制传动系统使柱塞下移进入料筒,在压紧药料过程中反复上下移动多次,最后停留在预压位置 5 分钟以上;

4) 通过远程控制系统控制传动系统使柱塞上移一定位移 1 至 2mm,然后开始以一定速率下移加压,使部分药料挤出毛细管出口一小段后的位置停止加压,停留 2 分钟以上;

5) 正式测试开始,通过远程控制系统控制传动系统使柱塞以设定的测试速率加压,将 80% 的药料挤出料筒时结束加压,完成一次测试,可通过 80% 的药料质量除以密度计算出体积,再根据料筒尺寸计算得到柱塞行程;测试过程中通过压力传感器、温度传感器、位移传感器和数据采集系统适时采集记录时间、位移、压力、温度数据,通过测试速率、柱塞端头面积和毛细管直径,计算表观剪切速率,通过压力和毛细管尺寸计算表观剪切应力;过程中如果温度或压力超过药料的临界安全温度或压力值时,远程控制系统控制传动系统使柱塞迅速移出料筒,及时停机;

6) 一次测试结束,远程控制系统控制传动系统使柱塞移出料筒,清理毛细管和料筒中剩下的药料;

7) 更换不同长径比的毛细管、改变柱塞移动速率、测试温度,重复以上测试过程,可以得到不同测试温度和测试速率条件下的表观剪切速率和表观剪切应力,统计实验数据,校正表观剪切应力得到修正剪切应力,校正表观剪切速率得到修正剪切速率,修正剪切应力除以修正剪切速率即为黏度,可绘制不同温度的黏度—修正剪切速率关系曲线即为被测物料的流变曲线。

2. 根据权利要求 1 所述的一种测定敏感性药料流变性能的方法,其特征在于:药料临界安全温度或压力是指超过此温度或压力会引发药料发生燃烧爆炸的温度或压力值。

3. 根据权利要求 1 所述的一种测定敏感性药料流变性能的方法,其特征在于:每次保证所加药料的质量相同。

4. 根据权利要求 1 所述的一种测定敏感性药料流变性能的方法,其特征在于:步骤 5) 柱塞加压过程中移动的测试速率保持一致。

5. 根据权利要求 1 所述的一种测定敏感性药料流变性能的方法,其特征在于:在使用管孔直径小的毛细管发生堵塞时更换管孔直径大的毛细管进行测试。

一种测定敏感性药料流变性能的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种测定敏感性药料流变性能的方法及其装置,属于材料测试技术领域。

背景技术

[0002] 材料的流变性能反映了在一定温度条件下材料的黏度随剪切速率的变化关系,研究火药等这些特殊敏感性材料的流变性能对指导这些材料的加工成型具有重要的作用,其流变数据不但可以准确反映材料的性能特征,还能够用于数值计算,进而指导相关设备设计和工艺条件设置。

[0003] 同火药等这些特殊敏感性药料相比,聚合物等高分子材料在加工温度和压力下流动性好,容易实现其流变性能的检测。相比之下,敏感性药料流变性能的测试则很困难。一方面,在杂质渗入、温度、压力或负荷超过工艺规定上限等多方面因素的影响下,都极有可能引发燃烧、爆炸,威胁人身财产安全。另一方面,由于火药等敏感性药料本身具有组分多样、黏稠度大、流动性很差的特点,在温度和压力不能高过安全临界值的情况下,用柱塞对其加压时,容易引起压力的波动,对压力检测的精度有很大影响。因此,需要一种适合于火药等敏感性药料流变性能的测试方法及其装置。

[0004] 流变仪是用来测定聚合物、悬浮液、乳液、涂料等材料的流变性能的仪器,种类包括旋转流变仪、毛细管流变仪、转矩流变仪等等。毛细管流变仪是目前发展最成熟、应用最广的一种流变测量仪器,具有操作简单、测量范围广等优点。如果能够利用毛细管流变仪的原理测定出火药等敏感性药料的流变性能,则可推动敏感性药料加工领域技术的发展。

发明内容

[0005] 针对火药等敏感性药料的流变性能难以利用常规方法进行测试的问题,本发明的目的在于提供一种利用毛细管测定敏感性药料流变性能的方法及其装置,能够在安全条件下得到所测敏感性药料的流变性能,相关流变数据可用以帮助这些敏感性药料制造业中设备结构的设计和加工工艺条件的优化。

[0006] 本发明一种测定敏感性药料流变性能的方法的技术方案采用了由料筒、柱塞、毛细管、加热系统、传动系统、压力传感器、温度传感器、位移传感器、数据采集系统和远程控制系统组成的装置,具体步骤如下:

[0007] 1) 测试前在料筒内壁涂润滑油等润滑物;

[0008] 2) 将毛细管安装在料筒下端,将被测药料制成小颗粒或粉末状,称取一定质量放入料筒内,通过加热系统进行预热,温度设定不得高于药料临界安全温度,预热到设定温度后再保温,保温时间以使药料温度达到测试温度并保持稳定为止;

[0009] 3) 根据药料质量除以密度计算出药料体积,再根据料筒尺寸计算出实际药料被压实后在料筒中所占的高度,按此高度设定柱塞最终移动到的预压位置,通过远程控制系统控制传动系统使柱塞下移进入料筒,在压紧药料过程中反复上下移动多次,最后停留在预

压位置 5 分钟以上；

[0010] 4) 通过远程控制系统控制传动系统使柱塞上移一定位移 1 至 2mm, 然后开始以一定速率下移加压, 使部分药料挤出毛细管出口一小段后的位置停止加压, 停留 2 分钟以上；

[0011] 5) 正式测试开始, 通过远程控制系统控制传动系统使柱塞以设定的测试速率加压, 将 80% 的药料挤出料筒时结束加压, 完成一次测试, 可通过 80% 的药料质量除以密度计算出体积, 再根据料筒尺寸计算得到柱塞行程；测试过程中通过压力传感器、温度传感器、位移传感器和数据采集系统适时采集记录时间、位移、压力、温度等数据, 通过测试速率、柱塞端面面积和毛细管直径, 计算表观剪切速率, 通过压力和毛细管尺寸计算表观剪切应力；过程中如果温度或压力超过药料的临界安全温度或压力值时, 远程控制系统控制传动系统使柱塞迅速移出料筒, 及时停机；

[0012] 6) 一次测试结束, 远程控制系统控制传动系统使柱塞移出料筒, 清理毛细管和料筒中剩下的药料；

[0013] 7) 更换不同长径比的毛细管、改变柱塞移动速率、测试温度, 重复以上测试过程, 可以得到不同测试温度和测试速率条件下的表观剪切速率和表观剪切应力, 统计实验数据, 校正表观剪切应力得到修正剪切应力, 校正表观剪切速率得到修正剪切速率, 修正剪切应力除以修正剪切速率即为黏度, 可绘制不同温度的黏度—修正剪切速率关系曲线即为被测物料的流变曲线。

[0014] 上述步骤中提到的药料临界安全温度或压力是指超过此温度或压力会引发药料发生燃烧爆炸的温度或压力值。上述步骤中需要注意以下事项：①每次保证所加药料的质量相同, ②步骤 5) 柱塞加压过程中移动的测试速率保持一致；③由于火药等敏感性药料的性质, 选择管孔直径小的毛细管时容易发生堵塞, 在临界安全压力范围内难于将药料压出, 因此, 在使用管孔直径小的毛细管发生堵塞时, 可更换管孔直径大的毛细管进行测试；④统计实验数据, 用 Bagley 校正表观剪切应力得到修正剪切应力, 用 Rabinowtsch 校正表观剪切速率得到修正剪切速率, 具体校正方法及过程可参考国标标准 ISO 11443。

[0015] 可应用相应的本构方程对数据进行拟合, 得到相应本构方程的参数, 用于数值计算, 进而指导设备结构的设计和材料加工工艺的优化。

[0016] 本发明一种测定敏感性药料流变性能的装置, 由测试系统、数据采集系统和远程控制系统组成, 测试系统包括料筒、柱塞、毛细管、加热系统、传动系统、压力传感器、温度传感器、位移传感器。其特征是：柱塞设置在料筒上部, 可出入料筒并在传动系统驱动下做上下直线运动；毛细管设置在料筒下端, 可更换, 毛细管入口端设置有倒角, 有多种不同管孔直径和长径比的毛细管, 管孔直径范围在 1.5~4mm, 长径比范围在 5~20；加热系统设置在料筒和毛细管周围, 采用油浴加热；传动系统设置在柱塞上端, 采用液压或气压系统, 优选采用两个或两个以上的液压缸或气压缸；压力传感器和温度传感器都设置在料筒壁上, 位置接近毛细管入口端, 压力传感器和温度传感器的测试探头的端面与药料接触, 优选压力传感器与毛细管入口之间的距离等于料筒内径, 优选温度传感器与毛细管入口之间的距离小于等于 10mm；数据采集系统和远程控制系统设置在远离测试系统的位置, 或通过隔离墙与测试系统隔开；可设置有监控系统实时观察测试系统的运行状况；可配有报警装置, 当温度或压力超过药料的临界安全温度或压力值时报警提示工作人员。

[0017] 有益效果

[0018] 1. 本发明提供一种测定敏感性药料流变性能的方法及其装置,所述方法能够在安全条件下利用毛细管实现火药等敏感性药料流变性能的测定,误差小,所述装置具有安全性强、结构简单、操作方便的优点,利用所述方法及其装置测试得到的相关流变数据可用以建立相应药料的本构方程,并用于数值计算,进而帮助火药等敏感性药料制造业中设备结构的设计和加工工艺条件的优化,推动相关领域技术的发展。

[0019] 2. 本发明提供一种测定敏感性药料流变性能的方法中,步骤1) 目的是为了消除料筒壁面摩擦引起的误差;步骤2) 中放入料筒中的药料的颗粒越小越好,一方面有利于排气,保证料筒中药料的致密性,可减小柱塞的压力波动;另一方面有利于保温并保证温度均匀;步骤3) 中通过计算可获得将药料压实的柱塞位置,柱塞反复上下移动多次最后停留在预压位置5分钟以上,即能保证排气以压实药柱使药料分布均匀,又能消除或避免药料同测试腔避免或药料之间的摩擦剪切对检测压力产生的影响;步骤4) 柱塞首先上移1至2mm的作用是为了消除预压的残余应力。

[0020] 3. 本发明提供一种测定敏感性药料流变性能的方法中,注意事项①每次保证所加药料的质量相同,②每次测试的加压过程中的柱塞移动速率保持一致;在利用毛细管测试聚合物时,通常每次变化多种不同柱塞移动速率测试,这样一次可得到多组剪切速率和剪切应力的数据;与其相比,利用毛细管测定火药等敏感性药料时虽然每次只能得到一组剪切速率和剪切应力的数据,增加了加料次数,但却能够保证实验数据的准确可靠性,适应了药料特点。

[0021] 4. 本发明提供一种测定敏感性药料流变性能的装置,所述装置的毛细管入口端设置有倒角,方便药料的进入,减小入口端压力的波动,这一点尤其适用于粘稠性大的药料;有多种不同管孔直径和长径比的毛细管,管孔直径范围在1.5~4mm,长径比范围在5~20,这是由火药等敏感性药料的特殊性质决定的,管孔直径太小容易发生堵塞,长径比太小了被测药料不能表现出流变性,长径比太大又容易阻碍药料的挤出;加热系统采用油浴加热,虽然加热速度慢,但控温精确而稳定,利于药料温度的控制;传动装置优选采用液压或气压系统,当压力或温度超出临界安全压力或温度值时,可迅速做出反应驱动柱塞向上移出料筒,起到防爆泄压作用;优选两个或两个以上的液压缸或气压缸可增加整个驱动系统的稳定性;压力传感器位置接近毛细管入口端,传感器测试探头端面接触药料,能够减少测量时由于毛细管入口以上的重复循环流动引起的压力的波动,保证压力测量的准确性和重复性;温度传感器位置接近毛细管入口端,端面接触药料,能够保证测量的温度为药料的真实温度;数据采集系统和远程控制系统设置在远离测试系统的位置,或通过隔离墙与测试系统隔开,工作人员除了加料和清理过程在测试系统旁边操作外,其他测试过程都可远程控制实现,从而切实保障了工作人员的人身安全。

附图说明

[0022] 图1为实施例1的装置示意图。

[0023] 图2为图1的局部放大图。

[0024] 图中:1—料筒,2—柱塞,3—毛细管,4—加热系统,5—传动系统,6—压力传感器,7—温度传感器,8—数据采集系统,9—远程控制系统,10—隔离墙。

具体实施方式

[0025] 下面结合附图通过具体实施例对本发明作进一步详细说明。

[0026] 实施例 1

[0027] 一种测定敏感性药料流变性能的方法及其装置,所述装置由测试系统、数据采集系统 8 和远程控制系统 9 组成,测试系统包括料筒 1、柱塞 2、毛细管 3、加热系统 4、传动系统 5、压力传感器 6、温度传感器 7、位移传感器。柱塞 2 设置在料筒 1 上部,可出入料筒 1 并在传动系统 5 驱动下做上下直线运动;毛细管 3 设置在料筒 1 下端,可更换,毛细管 3 入口端设置有倒角,毛细管 3 的管孔直径有 1.5mm、2mm 和 4mm,毛细管 3 的长径比有 5、10、15 和 20,本实施例采用管孔直径为 4mm、长径比为 5 和 10 的两种毛细管 3;加热系统 4 设置在料筒和毛细管周围,采用油浴加热;传动系统 5 设置在柱塞 2 上端,采用包括两个液压缸的液压系统;压力传感器 6 和温度传感器 7 都设置在料筒 1 壁上,位置接近毛细管 3 入口端,压力传感器 6 和温度传感器 7 的测试探头的端面与药料接触,压力传感器 6 与毛细管 3 入口之间的距离为 10mm,等于料筒 1 的内径,温度传感器 7 与毛细管 3 入口之间的距离为 5mm;数据采集系统 8 和远程控制系统 9 通过隔离墙 10 与测试系统隔开。设置有监控系统实时观察测试系统的运行状况;并配有报警装置,当温度或压力超过药料的临界安全温度或压力值时报警提示工作人员。

[0028] 利用上述装置测定一种发射药的流变性能,具体步骤如下:

[0029] 1) 测试前在料筒 1 内壁涂润滑油等润滑物;

[0030] 2) 将管孔直径为 4mm 长径比为 5 的毛细管 3 安装在料筒 1 下端,将被测药料制成小颗粒或粉末状,称取 5g 放入料筒 1 内,通过加热系统 4 进行预热,温度设定为 95℃,低于药料临界安全温度 100℃,预热到设定温度后再保温 30 分钟;

[0031] 3) 根据药料质量 5g 和密度 $1.626\text{g}/\text{cm}^3$ 计算出药料体积为 3.075cm^3 ,再根据料筒内部孔截面积 100mm^2 计算出实际药料被压实后在料筒中所占的高度为 30.75mm,按此高度设定柱塞 2 最终移动到的预压位置,即距离毛细管 3 入口端 31mm,通过远程控制系统 9 控制传动系统 5 使柱塞 2 下移进入料筒 1,在压紧药料过程中反复上下移动多次,最后停留在预压位置即距离毛细管 3 入口端 31mm 处 5 分钟以上;

[0032] 4) 通过远程控制系统 9 控制传动系统 5 使柱塞 2 上移 1 至 2mm,然后开始以 $1\text{mm}/\text{min}$ 的速率下移加压,使部分药料挤出毛细管 3 出口一小段后的位置停止加压(柱塞下移 2mm 即可实现),停留 2 至 5 分钟;

[0033] 5) 正式测试开始,通过远程控制系统 9 控制传动系统 5 使柱塞 2 以设定的测试速率 $0.5\text{mm}/\text{min}$ 加压,将 80% 的药料(即 4g 药料,除以密度 $1.626\text{g}/\text{cm}^3$ 计算体积为 2.46cm^3 ,再通过体积除以料筒内部孔截面积 100mm^2 计算得到柱塞行程为 24.6mm)挤出料筒 1 时结束加压,完成一次测试;测试过程中通过压力传感器 6、温度传感器 7、位移传感器和数据采集系统 8 适时采集记录时间、位移、压力、温度等数据,通过测试速率和柱塞端头面积 100mm^2 、毛细管直径 4mm 计算表观剪切速率为 0.1326291s^{-1} ,通过压力和毛细管尺寸计算表观剪切应力为 112635.37Pa ;过程中如果温度或压力超过药料的临界安全温度 100℃或压力值 50MPa 时要及时停机,远程控制系统 9 控制传动系统 5 使柱塞 2 迅速移出料筒 1;

[0034] 6) 一次测试结束,远程控制系统 9 控制传动系统 5 使柱塞 2 移出料筒 1,清理毛细管 3 和料筒 1 中剩下的药料;

[0035] 7)分别改变柱塞2移动速率为1、5、10、15、20和25mm/min,重复以上测试过程;再更换管孔直径为4mm长径比为10的毛细管3,重复以上测试过程;再改变温度为90℃,重复以上测试过程;最终可以得到两种长径比毛细管,三种测试温度85、90和95℃,七种测试速率0.5、1、5、10、15、20和25mm/min条件下的表观剪切速率和表观剪切应力,共42个表观剪切速率对应42个表观剪切应力,统计实验数据,用Bagley校正表观剪切应力得到修正剪切应力,用Rabinowtsch校正表观剪切速率得到修正剪切速率,具体校正方法及过程可参考国家标准ISO 11443。修正剪切应力除以修正剪切速率即为黏度,绘制不同温度的黏度—修正剪切速率关系曲线即为被测发射药的流变曲线,应用相应的本构方程对数据进行拟合,得到相应方程的参数,用于数值计算,进而指导设备结构的设计和材料加工工艺的优化。

[0036] 本发明包括但不限于以上实施例,凡是在本发明的精神和原则之下进行的任何等同替换或局部改进,都将视为在本发明的保护范围之内。

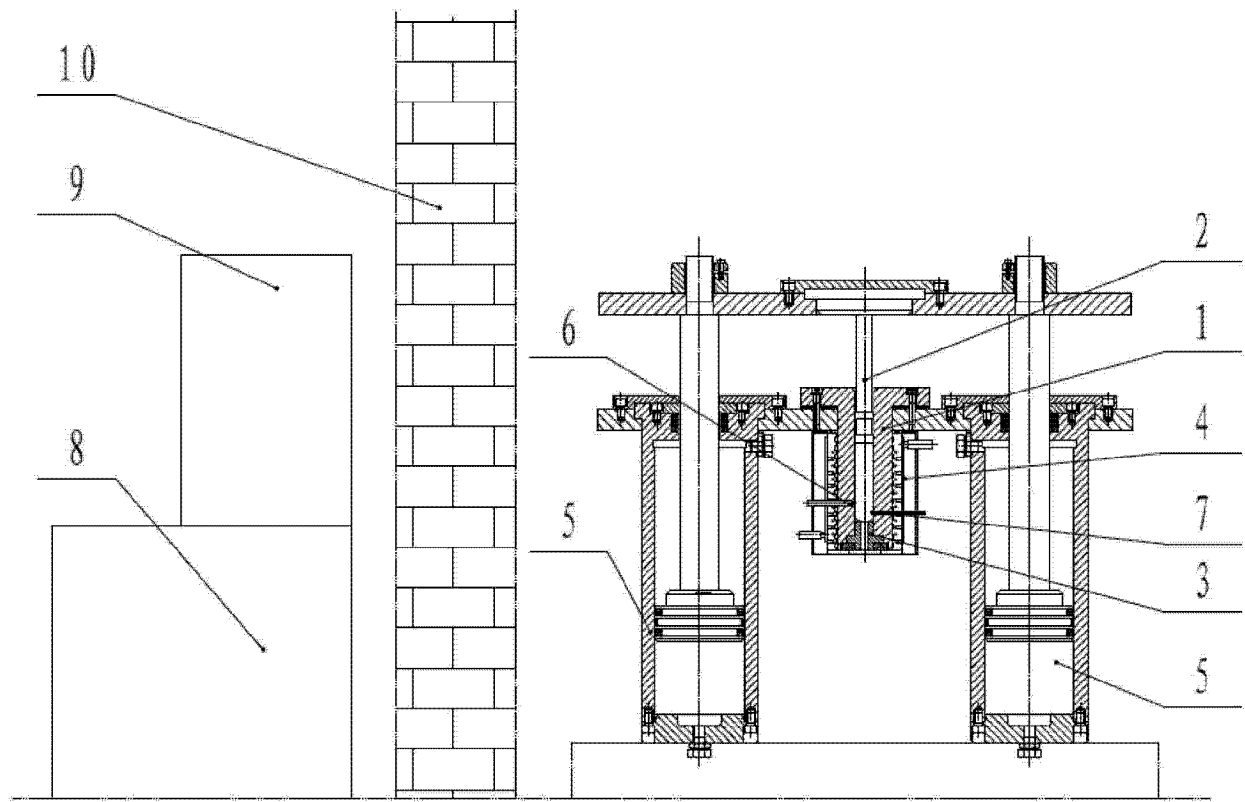


图 1

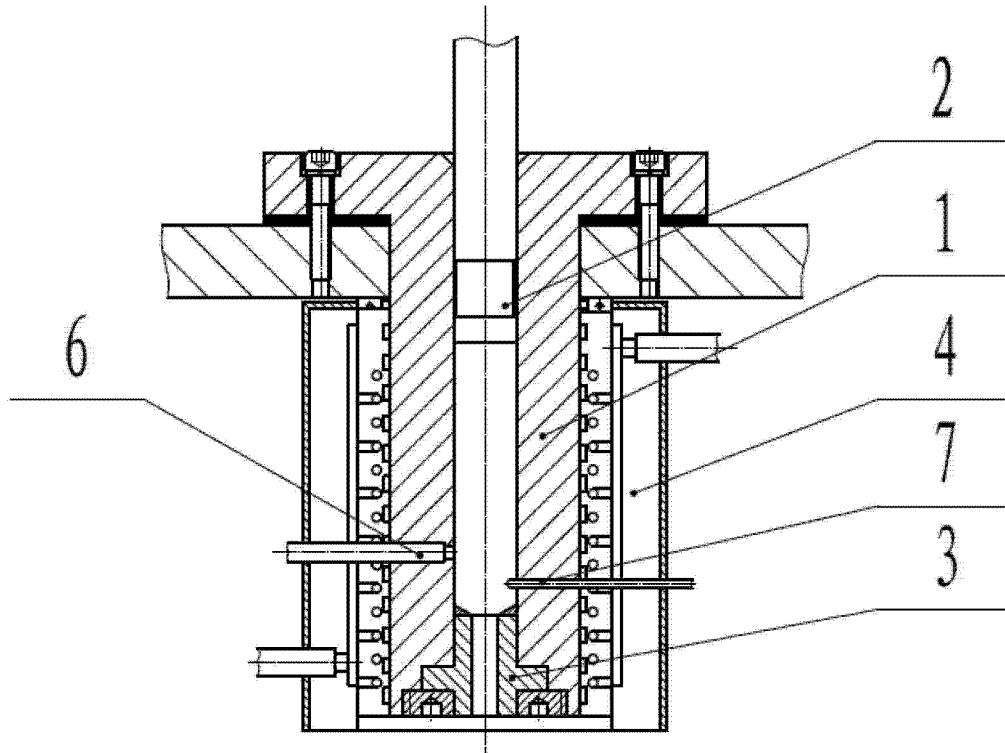


图 2