



中华人民共和国国家军用标准

FL 1480

GJB 5891.12-2006

代替 GJB 737.1-1989

火工品药剂试验方法 第 12 部分：真空安定性试验 压力传感器法

Test method of loading material for initiating explosive device—
Part 12: Vacuum stability test—
Method of pressure transducer

2006-12-15 发布

2007-05-01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

前 言

GJB 5891《火工品药剂试验方法》分为 30 个部分：

- 第 1 部分：密度测定；
- 第 2 部分：堆积密度测定；
- 第 3 部分：压药压力—密度曲线测定；
- 第 4 部分：起爆药流散性测定 安息角法；
- 第 5 部分：粒度测定 显微镜法；
- 第 6 部分：粒度测定 扫描电镜法；
- 第 7 部分：体、面电阻率测定；
- 第 8 部分：静电积累试验；
- 第 9 部分：吸湿性测定；
- 第 10 部分：溶解度测定；
- 第 11 部分：pH 值测定；
- 第 12 部分：真空安定性试验 压力传感器法；
- 第 13 部分：热安定性试验 75℃加热法；
- 第 14 部分：高温高湿安定性试验 微热量热法；
- 第 15 部分：相容性试验 微热量热法；
- 第 16 部分：相容性试验 压力传感器法；
- 第 17 部分：相容性试验 差热分析和差示扫描量热法；
- 第 18 部分：起爆药耐压性测定；
- 第 19 部分：起爆药极限起爆药量测定；
- 第 20 部分：起爆药爆发点测定 5s 延滞期法；
- 第 21 部分：起爆药爆速测定；
- 第 22 部分：机械撞击感度试验；
- 第 23 部分：针刺感度试验；
- 第 24 部分：摩擦感度试验；
- 第 25 部分：火焰感度试验；
- 第 26 部分：热丝感度试验；
- 第 27 部分：静电火花感度试验；
- 第 28 部分：燃烧热和爆热测定 绝热量热法；
- 第 29 部分：燃烧热和爆热测定 恒温法；
- 第 30 部分：气体比容测定 压力传感器法。

本部分为 GJB 5891 的第 12 部分。

本部分代替 GJB 737.1—1989《火工品药剂试验方法 真空安定性试验 压力传感器法》。

本部分与 GJB 737.1—1989 相比主要变化如下：

- 编排格式按 GJB 6000—2001 作了修改；
- 修改了图 1，使其与《相容性试验 压力传感器法》的原理图一致。
- 增加了注意事项一章内容；
- 运用 origin 软件在计算机直接绘制压力—电压曲线；

——细化了操作过程。

本部分由中国兵器工业集团公司提出。

本部分由中国兵器工业标准化研究所归口。

本部分起草单位：中国兵器工业第二一三研究所。

本部分主要起草人：梁楷文、倪静玲、王魁全、叶 欣、刘虹秋、王丽萍。

本部分所代替的标准的历次版本发布情况为：GJB 737.1-1989。

火工品药剂试验方法

第 12 部分：真空安定性试验

压力传感器法

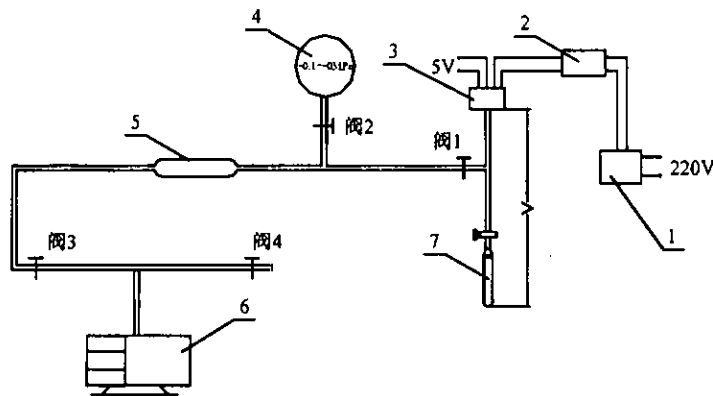
1 范围

本部分规定了用压力传感器法进行火工品药剂真空安定性试验的仪器、设备和试剂、试验准备、试验步骤、结果处理及注意事项。

本部分适用于加热后产气量相对较大的火工品药剂安定性的测定。

2 原理

定量被测药剂在定容、恒温 and 一定真空度的条件下受热分解产生气体，并作用于压力传感器，测量其压力值，根据理想气体状态方程式换算成标准状态下的体积。通过测定被测药剂受热分解后所产生的气体体积的多少，评价该药剂的安定性。气体测量原理示意图如图 1 所示。



1—直流稳压电源；2—直流数字电压表；3—压力传感器；
4—精密真空表；5—缓冲瓶；6—真空泵；7—反应管

图 1 气体测量原理示意图

3 仪器、设备和试剂

试验用仪器、设备和试剂应符合以下要求：

a) 真空安定性测试仪：其中：

- 1) 真空泵：极限真空度为 $6.7 \times 10^{-2} \text{Pa}$ ；
- 2) 数字电压表：量程为 $-20 \text{mV} \sim 0 \text{mV}$ ， $0 \text{mV} \sim 20 \text{mV}$ ，分度值为 0.01mV ；
- 3) 精密真空表：测量范围为 $-0.1 \text{MPa} \sim 0 \text{MPa}$ ，精度不低于 0.2mV/kPa ；
- 4) 稳压电源： $30 \text{V}/2 \text{A}$ 。

b) 恒温加热炉：控温范围为 $50^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ ，控温精度为 $\pm 1.0^\circ\text{C}$ 。

c) 温度计：测温范围为 $50^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ ，分度值为 0.1°C 。

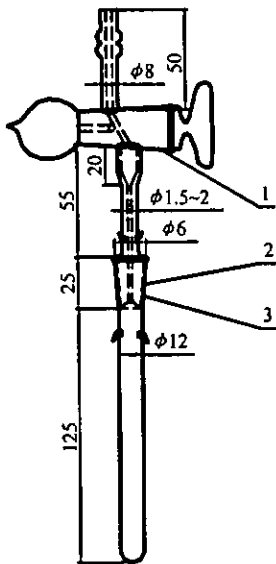
d) 水浴(或油浴)烘箱：控温精度为 $\pm 1.0^\circ\text{C}$ 。

e) 分析天平：最大称量为 200g ，分度值为 0.0001g 。

f) 反应管：如图 2 所示，反应管真空活塞与其磨口应配合严密，加热 48h 不应漏气。

- g) 干燥器：直径为 240mm。
- h) 高真空密封酯：应能在-40℃~220℃范围内， 1.333×10^{-4} Pa 真空度的环境下使用。

单位为毫米



1—2 号真空活塞；2—14 号标准磨口；3—14 号标准磨口塞

图 2 反应管

4 试验准备

4.1 真空安定性测试仪的检漏

将反应管的真空活塞关闭后接至真空安定性测试仪上，启动真空泵，抽气至压力表指针不摆动、数字电压表显示值基本不漂移，再抽 3min~5min，关闭阀 3 及真空泵，观察压力表指针和数字电压表显示值，若能保持 3min 基本不变，为检漏合格。

4.2 反应管容积的标定

4.2.1 反应管检漏

将洗净烘干后的反应管真空活塞在磨口处均匀地涂上真空密封酯，并与反应管配合严密，然后，接至真空安定性测试仪上(如图 1)；旋开真空活塞，启动真空泵抽气至压力表指针不摆动，切断真空泵电源，观察数字电压表显示值，若能保持 3min 基本不变，为检漏合格。

4.2.2 反应管容积标定

用滴定管将蒸馏水滴入反应管至其磨口下边缘，所耗水的体积即为反应管的容积(V_1)。

4.2.3 反应管与量气系统总容积的标定

将标定过的反应管的真空活塞关闭，接至真空安定性测试仪上(见图 1)，打开阀 3，启动真空泵，抽气至数字电压表显示值不再漂移，关闭阀 3 及真空泵，记录真空压力表值 P_0 。旋开真空活塞，使反应管气体进入量气系统。此时，数字电压表显示值变化，记录所对应电压值，求出对应的压力值 P_2 。

按公式(1)计算反应管与量气系统总容积 V 。

$$V = \frac{P_1 V_1}{P} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- V —— 反应管与量气系统的总容积的数值，单位为毫升(mL)；
- P_1 —— 大气压值的数值，单位为千帕(kPa)；
- V_1 —— 标定的反应管容积的数值，单位为毫升(mL)；

P —— V_1 体积的空气进入量气系统前后的压力差的数值 ($P = P_0 - P_2$), 单位为千帕 (kPa)。

4.3 炉温选择

将恒温加热炉提前升温至试验所需温度值, 一般情况下选择 100℃ 作为试验温度; 对于性能不了解的药剂, 应先预测其爆点。

4.4 试样准备

将被测药剂按相应的规定进行干燥, 达到技术要求后, 放入干燥器中, 备用; 起爆药、击发药约 5g, 其他火工品药剂约 20g, (以下称试样)。

5 试验步骤

5.1 称取经 4.4 处理的试样, 起爆药(或击发药)0.5g(其他火工品药剂为 1.0g), 精确至 0.0002g, 装入反应管内。

5.2 轻轻振动反应管, 使试样面平整, 然后, 在磨口塞上均匀地涂上高真空密封脂, 并与反应管的磨口部位配合严密。

5.3 将反应管接至真空安定性测试仪上(如图 1), 启动真空泵, 抽至真空度不大于 0.67kPa、数字电压表显示值 1min 不漂移, 关闭反应管真空活塞, 取下反应管。

5.4 将反应管置于恒温加热炉中, 连续加热 40h 后, 取出, 在室温下冷却 30min 待测。

5.5 将反应管接至真空安定性测试仪上, 启动真空泵, 抽至真空度不大于 0.67kPa, 记录压力值 (P_3) 及其对应的电压(毫伏)值。

5.6 关闭真空泵及阀 3, 旋开真空活塞, 待数字电压表显示值基本稳定后, 记录相对应的电压值, 同时记录室温。

5.7 将反应管的真空活塞(不包括反应管)关闭后接至量气系统的进气口上, 关闭阀 4, 抽真空, 待真空压力表指针和数字电压表显示值基本稳定后, 关闭阀 3 及真空泵, 并记录真空压力值和电压值。

5.8 慢慢旋开真空活塞, 逐步放入少量的空气, 稳定后分别记录真空压力表压力值及与其对应的电压值; 如此重复六次。

5.9 根据六次从真空压力表上读出的压力值以及数字电压表上对应的电压值 (U) 在计算机上用 origin 软件程序绘制压力-电压(毫伏)曲线。并按公式 (2) 求出与 U 对应的压力 P_4 。

$$P_4 = A + BU \cdots \cdots (2)$$

式中:

P_4 ——充气后量气系统的压力的数值, 单位为千帕 (kPa);

A 、 B ——用 origin 软件绘制压力-电压曲线所产生的系数;

U ——测试时数字压力表显示的电压的数值, 单位为毫伏 (mV)。

6 结果表述

6.1 按公式 (3) 计算在标准状态下单位质量试样加热后释放的气体容积 V_0 。

$$V_0 = \frac{273(V - m/\rho) \cdot \Delta P}{101.3(273 + t)m} \cdots \cdots (3)$$

式中:

V_0 ——单位质量试样加热后释放的气体容积的数值, 单位为毫升每克 (mL/g);

m ——试样质量的数值, 单位为克 (g);

ρ ——试样密度的数值, 单位为克每毫升 (g/mL);

ΔP ——试样加热后放气前后的压力差的数值 ($\Delta P = P_3 - P_4$), 单位为千帕 (kPa);

t ——测压时室温的数值, 单位为摄氏度 (℃)。

6.2 同一试样做三次平行试验, 试验结果表示至小数点后两位。

6.3 若符合表 1 的条件(按最高位数来判断), 则取三次结果的算术平均值报出; 如果有一个结果不符

合表 1 的条件, 则取另两个结果的算术平均值报出; 三次结果都不符合表 1 的条件时, 则该次试验报废, 应重新进行试验。

表 1

数据的第一位非零有效数字所处的位置	数据的允许极差值 mL/g
整位数	≤1.00
第一位小数	≤0.20
第二位小数	≤0.03

7 注意事项

- 7.1 反应管的容积应控制在 13mL±0.5mL。
- 7.2 对于不能满足在 100℃, 40h 下进行真空安定试验的被测药剂, 其验温度点应选在比被测药剂 5s 爆发点的温度低 80℃以上时的温度。