



中华人民共和国国家军用标准

FL 1480

GJB 5891.16-2006

代替 GJB 737.13-1994

火工品药剂试验方法 第 16 部分：相容性试验 压力传感器法

**Test method of loading material for initiating explosive device—
Part 16: Compatibility 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16部分。

本部分代替GJB 737.13-1994《火工品药剂试验方法 相容性试验 压力传感器法》。

本部分与GJB 737.13-1994相比主要变化如下：

- 编排格式按GJB 6000-2001作了修改；
- 增加了注意事项一章内容；
- 运用origin软件在计算机中直接绘制压力-电压曲线；
- 细化了操作过程；

GJB 5891.16-2006

——补充了仪器、设备和试剂、试验准备等章节的内容。

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、刘虹秋、王丽萍、王建华。

本部分所代替的标准的历次版本发布情况为：GJB 737.13-1994。

火工品药剂试验方法

第 16 部分：相容性试验 压力传感器法

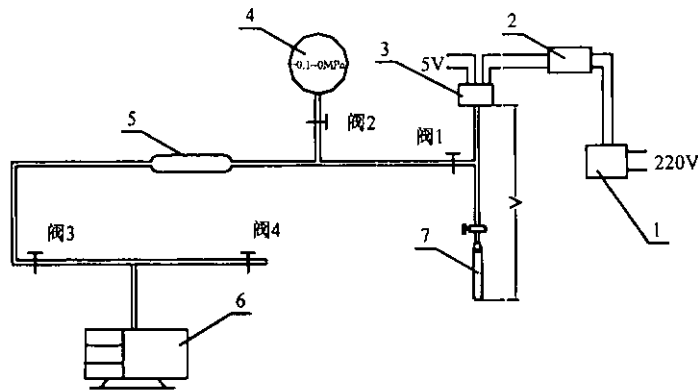
1 范围

本部分规定了用压力传感器法进行火工品药剂相容性试验的仪器、设备和试剂、试样制备、试验准备、试验步骤、结果处理及注意事项。

本部分适用于在真空条件下受热后能产生气体的火工品药剂与接触材料间的相容试验,以及火工品药剂各组分之间的相容性的评定。

2 原理

将定量被测药剂在定容、恒温 and 真空条件下加热分解,释放出的气体产生的压力由真空安定性测试仪测量,并换算成标准状态下的体积;通过将混合试样与两个单一试样放出的气体量进行比较,评价被测药剂的相容性。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

试验所用仪器、设备和试剂应满足以下要求：

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) 直流数字电压表：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) 直流稳压电源： $30 \text{V}/2 \text{A}$ 。

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 。

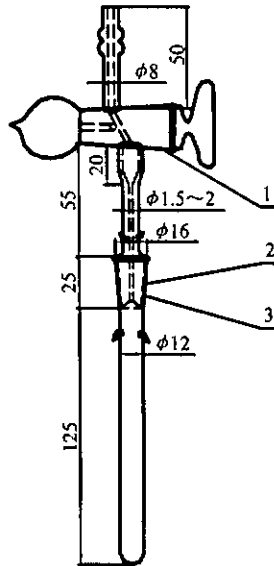
d) 水浴(或油浴)烘箱：控温精度为 $\pm 1.0^\circ\text{C}$ 。

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 $-40^{\circ}\text{C} \sim 220^{\circ}\text{C}$ 范围内， $1.333 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 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 反应管示意图

4 试样制备

4.1 药剂试样

取适量由热失重法(TGA)判断有气体的火工品药剂放入水浴(或油浴)烘箱中,在 $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下烘 2h,放入干燥器中备用。

4.2 接触材料试样

固体接触材料制成边长小于 1mm 的碎屑;液体接触材料(如油漆、粘合剂等)先置于玻璃盘内干燥成薄膜,再制成边长小于 3mm 的碎片;然后,放入烘箱中,在 $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下烘 2h,放入干燥器中备用。

4.3 混合试样

用分析天平分别称取按 4.1 和 4.2 制备的两种试样各 0.5g,精确至 0.0002g,混合均匀后,放入反应管中;被测药剂为两种组分混合试样时,各组份按 4.1 制备后,分别各称取 0.5g,精确至 0.0002g,混合均匀,放入反应管中(也可在反应管中混匀)。

5 试验准备

5.1 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,抽气至精密真空表指针不摆动、直流数字电压表显示值不漂移后,再抽 3min~5min,关闭阀 3,切断真空泵电源,观察精密真空表指针和直流数字电压表显示值,若能保持 3min 不变,为检漏合格。

5.2 反应管容积的标定

5.2.1 反应管检漏

将洗净烘干后的真空活塞在磨口处均匀地涂上高真空密封酯,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,启动真空泵抽气至精密真空表指针不摆动,关闭真空泵及阀 3;观察直流数字电压表显示值,若能保持 3min 不变,为检漏合格。

5.2.2 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。

5.2.3 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, 抽气至直流数字电压表显示值不再漂移, 关闭阀 3 及真空泵, 记录精密真空表值 P_0 。旋开真空活塞, 使反应管气体进入量气系统。此时, 直流数字电压表显示值变化, 记录所对应的电压值, 求出对应的压力 P_2 , 并按下式计算反应管与量气系统总体积 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体积的数值, 单位为 (mL);

P_1 —— 大气压值的数值, 单位为千帕 (kPa);

V_1 —— 标定过的反应管体积的数值, 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)。

5.3 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。

6 试验步骤

6.1 将恒温加热炉升温至 100℃ ± 1℃, 恒温备用。

6.2 称取按 4.1 制备的被测药剂试样 0.5g, 精确至 0.0002g, 置于反应管内, 装药时不应洒落。

6.3 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酯, 并与反应管的磨口部位配合严密。

6.4 将反应管接至真空安定性测试仪量气系统的进气口上(如图 1), 打开真空活塞, 启动真空泵抽气至真空度不大于 0.67kPa; 关闭反应管真空活塞, 停止抽气, 取下反应管。

6.5 将反应管插入加热炉孔中, 连续加热 40h 后取出, 在室温下冷却 30min 后待测。

6.6 将反应管接到真空安定性测试仪的量气系统进气口上, 启动真空泵抽气至真空度不大于 0.67kPa 时, 记录其压力值 (P_3) 及对应的电压值, 关闭阀 1 及真空泵, 旋开反应管真空活塞, 使反应管内的气体导入量气系统, 记录直流数字电压表变化后的数值和室温。

6.7 称取按 4.2 制备的接触材料试样 0.5g, 精确至 0.0002g, 置于反应管内, 重复 6.3~6.6 的操作。

6.8 称取按 4.3 制备的混合试样 1.0g, 精确至 0.0002g, 置于反应管内, 重复 6.3~6.6 的操作。

6.9 将反应管的真空活塞(不包括反应管)关闭后接到量气系统进气口上, 启动真空泵抽气至真空度不大于 0.67kPa, 停止抽气, 当精密真空表压力值和直流数字电压表电压值至少保持 1min 不变时, 记录其压力值及相对应的电压值。

6.10 慢慢旋开真空活塞, 逐步放入少量的空气, 稳定后分别记录精密真空表压力值及与其对应的直流数字电压电压值; 如此重复六次。

6.11 根据六次记录的压力值和电压值, 利用 origin 软件程序绘制压力与电压值的对应关系曲线。

6.12 根据被测药剂试样、接触材料试样及混合试样试验后所记录的电压值 (U), 按公式 (2) 分别求出各自与 U 对应的压力 P_4 。

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

式中:

P_4 —— 充气后量气系统的压力值的数值, 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 ——测试时数字电压表显示的电压值的数值，单位为毫伏(mV)。

6.13 测定混合药时，药剂各组份之间的内相容性试验同 6.2~6.6 和 6.8~6.12。

7 结果处理

7.1 按公式(3)计算在标准状态下药剂试样加热后放出的气体量。

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

式中：

V_A ——被测药剂试样加热后放出的气体量的数值，单位为毫升(mL)；

V ——反应管和量气系统总容积的数值，单位为毫升(mL)；

m ——被测药剂试样质量的数值，单位为克(g)；

ρ ——被测药剂试样堆积密度的数值，单位为克每毫升(g/mL)；

ΔP ——被测药剂试样加热后，旋开反应管真空活塞前后量气系统的压力差($\Delta P = P_3 - P_4$)，单位为千帕(kPa)；

t ——试验时工作室温度的数值，单位为摄氏度(°C)。

7.2 接触材料试样加热后放出的气体量(V_B)和混合试样加热后放出的气体量(V_C)的计算同公式(3)。

7.3 同一试样做三次平行试验，分别按公式(3)计算，试验结果表示至两位小数。

7.4 若三个结果都符合表 1 的条件，则取三次试验结果的平均值；若其中两次结果符合以下条件，则取两次结果的平均值。否则该次试验作废，应重做。

表 1

试验结果的第一位非零有效数字所处的位置	试验结果的允许极差值 mL
整数位	≤0.20
第一位小数	≤0.05
第二位小数	≤0.03

7.5 按公式(4)计算混合试样相对于被测药剂试样和接触材料试样净增加的气体量：

$$\Delta V_D = V_C - (V_A + V_B) \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ΔV_D ——净增加的气体量的数值，单位为毫升(mL)；

V_C ——混合试样加热后放出的气体量的数值，单位为毫升(mL)；

V_B ——接触材料试样加热后放出的气体量的数值，单位为毫升(mL)。

7.6 当被测药剂在 600°C 以内不能完全分解时，应按公式(5)对净增气体量 ΔV_D 进行修正：

$$\Delta V = \frac{\Delta V_D}{\Delta M} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ΔV ——修正后净增气体量的数值，单位为毫升(mL)；

ΔM ——600°C 内被测药剂的失重质量分数，可由差热失重法分析得出该值。

7.7 被测药剂相容性评价准则见表 2。

表 2

净增加的气体量(绝对值) mL	相容性评价准则
<0.60	相容
0.60~1.00	相容性较差
>1.00	不相容

8 注意事项

8.1 反应管的容积应控制在 $13\text{mL} \pm 0.5\text{mL}$ 。

8.2 对于不能满足在 100°C ，40h 下进行相容性试验的被测药剂，其试验温度点应选在比被测药剂 5s 爆发点的温度低 80°C 以上时的温度。