



中华人民共和国国家军用标准

FL 1480

GJB 5891.17-2006

代替 GJB 737.14-1994

火工品药剂试验方法 第 17 部分：相容性试验 差热分析 和差示扫描量热法

Test method of loading material for initiating explosive device—

Part 17: Compatibility test—

Method of DTA and DSC

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17部分。

本部分代替GJB 737.14-1994《火工品药剂试验方法 相容性试验 差热分析和差示扫描量热法》。

本部分与GJB 737.14-1994相比主要变化如下：

- 编排格式按GJB 6000-2001作了修改；
- 去掉了仪器测温准确度校验、实际升温速度的测定两章内容；
- 调整试样及其制备章节为试验准备，增加了注意事项一章；
- 去掉了表观活化能计算的内容，由计算机直接给出表观活化能值。

GJB 5891.17-2006

本部分的附录 A 为资料性附录。

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：倪静玲、许舟、王魁全、姚朴、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 737.14-1994。

火工品药剂试验方法

第 17 部分：相容性试验 差热分析 和差示扫描量热法

1 范围

本部分规定了用差热分析(DTA)和差示扫描量热法(DSC)进行火工品药剂相容性试验的仪器、设备和材料、试验准备、试验步骤、结果处理、相容性评定及注意事项。

本部分适用于火工品药剂与接触材料相容性的筛选。

2 原理

被测药剂在不同的温度下,由于化学或物理变化产生热效应可引起被测药剂温度的变化。用差热分析仪或差示扫描量热计测量并记录被测药剂与参比物间变化的温度差与温度的关系,绘制成曲线(即 DTA 或 DSC 曲线)。通过计算曲线上混合体系相对于定为基准的单独体系的分解峰顶温度的改变量的大小和表观活化能改变率的大小,评定被测药剂与接触材料间的相容性。

3 仪器、设备和材料

试验用仪器、设备和材料应符合以下要求:

- a) 差热分析仪或同类型仪器:温度分辨力为 0.5℃,仪器应定期进行测温准确度校验;
- b) 差示扫描量热计或同类型仪器:温度分辨力为 0.5℃,仪器应定期进行测温准确度校验;
- c) 真空及惰性气氛系统:包括真空泵、气体流量计及惰性气体钢瓶、减压阀、三通活塞、真空管道等,惰性气体应为氦气或高纯氮、氩气等;
- d) 带盖片的坩埚:直径为 5.0mm,高为 2.5mm,坩埚的材料为铝、不锈钢、镍、氧化铝等;试验时坩埚材质的选用应和试样相容;
- e) 铝质翻边坩埚:翻边直径约为 7.6mm,内径为 5.0mm,高为 2.5mm;
- f) 压片机;
- g) 分析天平:最大称量为 20g,分度值为 0.00001g;
- h) α -氧化铝(GBW 13203)。

4 试验准备

4.1 用分析天平分别称取 α -氧化铝(作参比物)和被测药剂各 0.0007g,准确至 0.00001g,并分别倒入带盖片的坩埚中,并编号,备用。

4.2 被测药剂和接触材料按质量比 1:1 取样,准确至 0.00001g,并混合均匀,制成混合试样,并称取 0.0007g,准确至 0.00001g,倒入带盖片的坩埚,并编号,备用;对于密度相差较大的样品,可以酌情改变取样比例。

4.3 将 4.1、4.2 中的坩埚分别盖上盖片,并在压片机上卷边;对于升温时有熔化过程的试样,必要时应放在铝质翻边坩埚中切边密封。

5 试验步骤

5.1 接通差热分析仪或差示扫描量热计电源,预热 20min,将经 4.3 处理的坩埚放入仪器加热炉内的样品杆上,设定升温速度为 5.0℃/min,并给计算机输入升温速度值和试验预计温度值,按仪器的操作

规程进行试验, 试验可在 DTA 或 DSC 曲线出现第一分解峰时停止, 也可在达到要求的试验温度时停止, 然后, 由计算机分别作被测药剂、接触材料和混合试样的 DTA 或 DSC 曲线。

5.2 比较被测药剂试样和接触材料试样的 DTA 或 DSC 曲线上的第一分解峰温度, 以其低者为基准(即为基准试样的峰值温度); 将混合试样相应的峰值温度与基准试样的峰值温度相比较, 计算混合试样相对于基准试样的第一分解峰温度的变化量(ΔT_{\max})值。

5.3 若 ΔT_{\max} 不小于 5.0℃, 直接作为试验结果判据, 判定被测药剂与接触材料不相容。

5.4 若 ΔT_{\max} 小于 5.0℃, 重复 4.1~5.1 的操作, 对定为基准的试样(被测药剂或接触材料)和混合试样再分别作升温速度为: 2.5℃/min、10.0℃/min、15.0℃/min 时的 DTA 或 DSC 曲线, 并分别读出各曲线的峰值温度。

6 结果处理

6.1 按公式(1)计算混合试样相对于基准试样的第一分解峰值温度的变量 ΔT_{\max} :

$$\Delta T_{\max} = T_{\max 1} - T_{\max 2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ΔT_{\max} ——混合试样相对于基准试样第一分解峰值温度的变量的数值, 单位为摄氏度(℃);

$T_{\max 1}$ ——升温速度为 5.0℃/min 时, 作为基准试样的第一分解峰值温度的数值, 单位为摄氏度(℃);

$T_{\max 2}$ ——升温速度为 5.0℃/min 时, 混合试样的第一分解峰值温度的数值, 单位为摄氏度(℃)。

6.2 用计算机分析处理系统计算出混合试样和作为基准试样的表观活化能。

6.3 按公式(2)计算混合试样相对于基准试样的表观活化能变化分数:

$$\frac{\Delta E}{E_a} = \frac{E_{a1} - E_{a2}}{E_{a1}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\frac{\Delta E}{E_a}$ ——混合试样相对于基准试样的表观活化能变化分数, 以百分数计(%);

E_{a1} ——基准试样表观活化能的数值, 单位为千焦每摩尔(kJ/mol);

E_{a2} ——混合试样表观活化能的数值, 单位为千焦每摩尔(kJ/mol)。

7 相容性评定

被测药剂与接触材料的相容性判据见表 1。

表 1 被测药剂与接触材料间的相容性判据

相容性等级	ΔT_{\max} 范围 ℃	表观活化能变化分数 %	相容性判定
1	$\Delta T_{\max} \leq 2.0$	$\frac{\Delta E}{E_a} \leq 20$	好
2	$\Delta T_{\max} \leq 2.0$	$\frac{\Delta E}{E_a} > 20$	较好
3	$2.0 < \Delta T_{\max} < 5.0$	$\frac{\Delta E}{E_a} \leq 20$	较差
4	$2.0 < \Delta T_{\max} < 5.0$	$\frac{\Delta E}{E_a} > 20$	差
5	$\Delta T_{\max} \geq 5.0$	—	不相容

7.1 根据表 1, 对于相容性等级为 1 级的混合试样, 直接判定被测药剂与接触材料相容性好; 对于相容性等级确定为 2 级~5 级的混合试样, 在常温下使用和贮存时应做其他测试方法的相容性试验, 以进行综合判定。

7.2 填写试验报告单(格式参见附录 A)。

8 注意事项

- 8.1 试验过程中,若某些药剂试样量小至 0.0005g 时仍然发生爆炸,可用适量的 α -氧化铝稀释后进行试验。
- 8.2 对于放热量大小不同的药剂试样或混合试样中有爆炸组分的试样,可以酌情减少试样量;但在一组相容性试验中,试样量应保持一致。
- 8.3 试验中应采取抽真空、通惰性气体等措施,排除试验时空气和其他气体的干扰。

附录 A
(资料性附录)

火工品药剂相容性试验热分析报告格式

火工品药剂相容性试验热分析报告格式见图 A.1。

火工品药剂相容性试验热分析报告

升温速度 ℃/min	被测药剂名称		被测药剂和接触材料		被测药剂和接触材料	
	$T_{max}(K)$	图号	$T_{max}(K)$	图号	$T_{max}(K)$	图号
2.5						
5.0						
10.0						
15.0						
ΔT						
$\Delta E/E_0$						
相容性结论						
试验员	实验室 负责人				实验室 盖章	

图 A.1 火工品药剂相容性试验热分析报告格式