



中华人民共和国国家军用标准

FL 1480

GJB 5891.6-2006

代替 GJB 737.11-1993

火工品药剂试验方法 第6部分：粒度测定 扫描电镜法

**Test method of loading material for initiating explosive device—
Part 6: Measurement of grain size—
Scanning electron microscopy**

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6部分。

本部分代替GJB 737.11-1993《火工品药剂试验方法 粒度测定 扫描电镜法》。

本部分与GJB 737.11-1993相比主要变化如下:

- 编排格式按GJB 6000-2001作了修改;
- 细化了操作过程的描述;
- 提高了主要仪器、设备的技术要求;
- 修改了公式(2)的计算公式。

GJB 5891.6-2006

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：安 滇、倪静玲、王魁全、刘虹秋、丁 敏。

本部分所代替的标准的历次版本发布情况为：GJB 737.11-1993。

火工品药剂试验方法

第 6 部分：粒度测定 扫描电镜法

1 范围

本部分规定了用扫描电镜测定火工品药剂粒度的试剂和材料、仪器、设备、试样制备、试验步骤和结果处理。

本部分适用于几何形状基本一致，粒度在 $0.1\mu\text{m}\sim 300\mu\text{m}$ 范围内，一次测定的试样中最大、最小粒度比不大于 55 的火工品药剂粒度及其分布的测定。

2 原理

通过对试样颗粒的投影面积进行逐个测量，算出与投影面积相等的等效圆直径作为试样的颗粒度，然后，在 200 个颗粒中，统计计算出试样的粒度分布。

3 试剂和材料

试验用试剂和材料应符合以下要求：

- a) 分散剂：去离子水或不能溶解被测药剂的溶剂；
- b) 盖玻片： $10\text{mm}\times 10\text{mm}\times 0.17\text{mm}$ ；
- c) 导电胶；
- d) 试样铜台：规格应符合扫描电镜的要求；
- e) 双面胶带纸。

4 仪器、设备

试验用仪器、设备应符合下列要求：

- a) 扫描电镜：分辨力 6nm ；
- b) 能量色散谱仪(具备粒度测量软件)或图像分析仪，其中，图像分析仪的分辨力不低于 512×512 ；
- c) 离子溅射仪或真空镀膜机；
- d) 超声波发生器：频率 20kHz 以上；
- e) 光学显微镜：放大倍数大于 10 倍；
- f) 天平：分度值 0.01g ；
- g) 烧杯： 200mL ；
- h) 玻璃滴管或注射器。

5 试样制备

5.1 取样

将适量的被测药剂均匀混合后，作为试样，按四分法取样，并用天平称取试样 $0.01\text{g}\sim 0.02\text{g}$ 。

5.2 制备样片

5.2.1 湿法制备样片

5.2.1.1 对于流散性较差的试样，将 5.1 的试样置于烧杯中加入一定量的不能溶解该样品的分散剂，用玻璃棒沿一个方向缓慢而均匀地搅动 $3\text{min}\sim 5\text{min}$ ，然后，再以同样的速度反方向搅动 $3\text{min}\sim 5\text{min}$ 。

5.2.1.2 用玻璃滴管取少许 5.2.1.1 的颗粒悬浮液置于盖玻片上，在光学显微镜下观察是否有团聚现象，

如有团聚现象,可将烧杯置于超声波发生器中,再对溶液进行分散 5min~10min,最终制得分散良好的试样悬浮液。

5.2.1.3 用玻璃滴管或注射器取少许试样悬浮液注于粘在试样铜台上的盖玻片上,并轻轻地抖动试样铜台,待液体挥发尽,然后,用离子溅射仪对其表面喷金(或喷碳),即为制好的样片。

5.2.1.4 重复 5.2.1.3 的操作,制备三个样片,备用。

5.2.2 干法制备样片

5.2.2.1 对于流散性较好的试样,将 5.1 的试样用竹签挑起,并轻轻抖落在粘有双面胶带纸的试样铜台上或粘有盖玻片的试样铜台上,颗粒不应有堆积,轻轻振动试样铜台,使颗粒附着牢固,用离子溅射仪对其表面喷金(或喷碳),即为制好的样片。

5.2.2.2 重复 5.2.2.1 的操作,制备三个样片,备用。

6 试验步骤

6.1 将制好的样片放入扫描电镜的样品室中。

6.2 选择扫描电镜的加速电压为 20kV,电子束电流为 6×10^{-10} A;对于起爆药,考虑其安全性,在保证能清楚观察其形貌的前提下,应使电子束电流尽量低于 6×10^{-10} A。

6.3 在扫描电镜的显示屏上观察并选择所测量的颗粒视域,在该视域内的颗粒不应有堆积与粘连;同时用其显示屏上的标尺估测出样片上最小及最大颗粒的尺寸,以确定测量上下限;调整合适的放大倍数,聚焦,以使颗粒图像的边缘清晰。

6.4 调整显示屏的亮度、对比度,并保持固定不变;载入粒度分析程序,按程序要求输入放大倍数等信息。

6.5 设置灰度阈值(即视频信号的上下限,使原来的灰度图像转变为只有黑白两种灰度的二值图像),使数据输出终端报出的颗粒个数与在显示屏上观察到的颗粒数相符合;然后,由数字电子控制系统驱动电子束扫描,收集数据,并自动给出一个视域中测定的颗粒平均粒度(\bar{d})、颗粒个数(n)及每一颗粒级的颗粒数(n_i)。

6.6 在一个样片上随机选择若干个相互独立的视域,并按视域逐个测量,当累计颗粒数大于 200 时,即完成一个样片的测量结果:包括样片的平均粒度(\bar{D}_j)、每一颗粒级的颗粒个数(N_{ij})、颗粒总个数(N_j)以及粒度分布直方图。

6.7 如果试样粒度分布范围较宽,即最大、最小粒度比大于 10 时,所测颗粒数 N 应增加至 500。

6.8 重复 6.1~6.6 的操作,直至完成三个样片的测量。

7 结果处理

7.1 按公式(1)计算测得的三个样片平均粒度的平均值:

$$\bar{D} = \frac{1}{3} \sum_{j=1}^3 \bar{D}_j \dots\dots\dots (1)$$

式中:

\bar{D} ——测得的三个样片平均粒度的平均值的数值,单位为微米(μm);

\bar{D}_j ——测得的第 j 个样片平均粒度的数值,单位为微米(μm)。

按公式(2)计算标准偏差:

$$\sigma = \frac{(\bar{D}_{j\max} - \bar{D}_{j\min})}{d_n} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

σ —— \bar{D} 的标准偏差值,单位为微米(μm);

$\bar{D}_{j\max}$ —— \bar{D}_j 中最大值的数值,单位为微米(μm);

$\bar{D}_{j\min}$ —— \bar{D}_j 中最小值的数值, 单位为微米 (μm);

d_n —— 根据测量次数所得到的系数 ($d_n = 1.69$)。

按公式(3)计算 \bar{D} 的变异系数:

$$\alpha = \frac{\sigma}{\bar{D}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

α —— 为标准偏差相对于粒度平均值的变异系数。

按公式(4)计算样片中某一级别的颗粒数占总颗粒数的分数:

$$F_{ij} = \frac{N_{ij}}{N_j} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

F_{ij} —— 第 i 粒级颗粒个数占总颗粒数分数的数值 (i 为粒度分级数, $i=1, 2, \dots, n$), 以百分数计(%);

N_{ij} —— 第 i 粒级颗粒个数的数值;

N_j —— 一个样片上颗粒总个数的数值。

7.2 当变异系数不大于 0.05 时, 为测得结果有效, 以所测三个样片中的任一样片结果 \bar{D}_j 值作为所测药剂的粒度值报出。