



中华人民共和国国家军用标准

FL 1375

GJB 737.11-93

火工品药剂试验方法 粒度测定 扫描电镜法

Test method of loading materials for initiating explosive devices
Particle size determination
Method of scanning electron microscope

1993—12—20 发布

1994—08—01 实施

国防科学技术工业委员会 批准

中华人民共和国国家军用标准

火工品药剂试验方法 粒度测定 扫描电镜法

GJB 737.11-93

Test method of loading materials for initiating explosive devices
Particle size determination
Method of scanning electron microscope

1 主题内容与适用范围

本标准规定了火工品药剂粒度的扫描电子显微镜(下称扫描电镜)测定方法。

本标准适用于几何形状基本一致,粒度在 $0.1\sim 300\mu\text{m}$ 范围内、一次测定最大、最小粒度比($D_{\text{max}}/D_{\text{min}}$)不大于55的火工品药剂的粒度及分布的测定。

2 基本原理

通过对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样品的颗粒粒度。并在200个以上的颗粒粒度中,统计计算出样品的粒度分布。

3 材料、试剂

- a. 试样铜台 规格符合扫描电镜的要求;
- b. 盖玻片 $10\text{mm}\times 10\text{mm}\times 0.17\text{mm}$;
- c. 导电胶;
- d. 双面胶带纸;
- e. 分散液 去离子水、丙酮、乙醇等溶剂;
- f. 分散剂 焦磷酸钠、六偏磷酸钠等。

4 仪器、设备

- a. 扫描电镜 分辨率 10nm ;
- b. 能量色散谱仪(备有粒度测量软件)或图像分析仪 图像分辨率不低于 256×256 ;
- 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。

5 试样制备

5.1 取样

将样品均匀混合,按四分法取样后,称取 0.01~0.02g 样品。

5.2 湿法制样片

对于流散性不好的样品,将称取的样品置于烧杯中,加入一定量的不溶解该样品的分散液,用玻璃棒沿一个方向缓慢而均匀地搅动 3~5min,以同样的速度反方向搅动 3~5min。取几滴颗粒悬浮液于光学显微镜下观察,不应有团聚现象。否则,可用超声波发生器分散 5~10min,最终制得颗粒分散良好的悬浮液。

用注射器(或滴管)取几滴悬浮液置于粘在试样铜台上的盖玻片上,并轻轻地抖动。待液体挥发尽,用离子溅射仪给表面喷金(或喷碳),样片即制好。按同样方法制三个样片,备用。

5.3 干法制样片

对流散性好的样品,将称取的样品用竹签挑起,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,轻轻振动铜台,使颗粒附着牢固。用离子溅射仪给表面喷金(或喷碳),样片即制好。按同样方法制三个样片,备用。

6 试验程序

6.1 将制好的样片放入扫描电镜的样品室中。

6.2 选择加速电压为 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像的条件下,应使电子束电流尽量低于 6×10^{-10} A。

6.3 在扫描电镜的视屏上观察与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。同时用其视屏上的标尺估测出试样中最小及最大颗粒的尺寸,以确定测量的上、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 调整合适的亮度、对比度。调整好后保持固定不变。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。它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荧光屏上观察到的颗粒个数相符合。之后,数字电子控制系统驱动电子束扫描,收集数据,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 及每一粒级的颗粒个数 n_i 。

6.6 在一个样片上随机选择若干个相互独立的视域。在同样的工作条件下,按视域逐个测量,当累计颗粒数大于 200 时,得到一个样片的测量结果:平均粒度 \bar{D}_j ,每一粒级的颗粒数 N_{ij} ,颗粒总个数 N_j ,及粒度分布直方图。

当试样粒度分布较宽,即最大、最小粒度比大于 10 时,所测颗粒数 N 应增加至 500。

7 结果处理

7.1 三个样片测得的平均粒度的平均值按下式计算:

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

式中： \bar{D} —三个样片测得的平均粒度的平均值， μm ；

\bar{D}_j —第 j 个样片测得的平均粒度， μm 。

标准偏差按下式计算：

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^3 (\bar{D}_j - \bar{D})^2}{2}} \dots\dots\dots (2)$$

式中： σ —标准偏差， μm 。

变异系数(α)按下式计算：

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

当 α 不大于 0.05 时，测得结果有效。以三个样片中的任一样片结果 \bar{D}_j 作为报出结果。

7.2 报出结果的粒度个数百分数按下式计算；

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

式中： F_{ij} — i 粒级颗粒个数百分数；

i —粒度分级数， $i=1, 2, \dots, n$ ；

N_{ij} — i 粒级颗粒个数；

N_j —颗粒总个数。

附加说明：

本标准由中国兵器工业总公司提出。

本标准由中国兵器工业标准化研究所归口。

本标准由中国兵器工业第二一三研究所起草。

本标准主要起草人：安滇。

计划项目代号：87083-13