

中华人民共和国国家军用标准

火工品药剂试验方法 高温高湿安定性测定 微热量热法

GJB 737.2—89

Method of loading materials for initiating explosive device test
—Determining the high temperature and humidity stability
—Method of microcalormetry

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用微热量热法进行火工品药剂高温高湿安定性试验的仪器设备,试验条件,试验程序和结果处理。

本标准适用于测定火工品药剂高温高湿条件下的安定性。

2 基本原理

任何物理化学过程都必然伴随着热量的变化。在稍高于室温和高湿的条件下,用微热量热计能够测定药剂由于分解所吸收或放出的热量,以其热量值或热流曲线评价其安定性。

3 仪器设备和材料

- a. 卡尔维特低温型微热量热计 灵敏度不低于 $50\mu\text{V}/\text{mV}$,量热计主体及其附件框图见图 1。

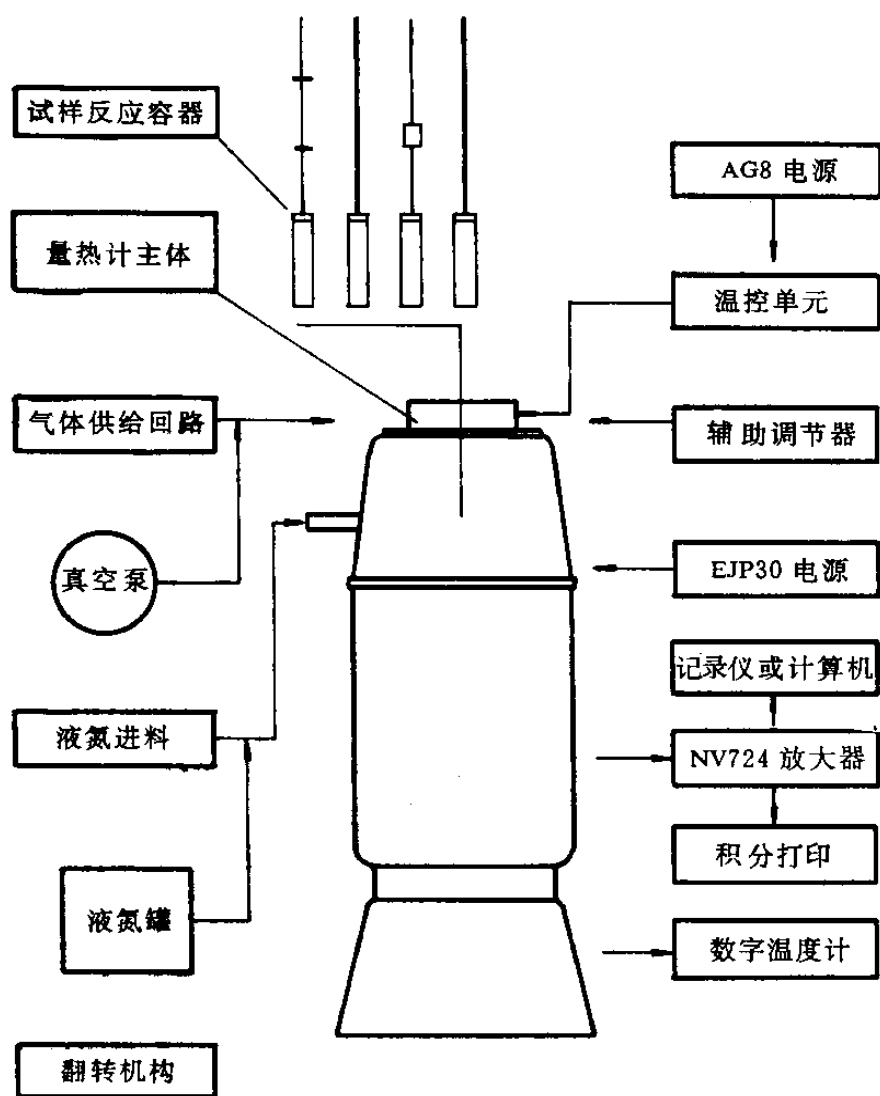


图1 量热计主体及附件框图

- b. 恒温空调机 空调机采用静压通风控温, 仪器房间要有良好的保温设施。室温控制可在 15~25℃ 间选择, 但温度控制精度在量热计周围固定点测量 8h 内不超过 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 。
- c. 超级恒温器 最高使用温度 95℃。
- d. 分析天平 分度值 0.1mg。
- e. 样品安瓶 直径 14mm, 高 40mm。
- f. 加湿安瓶 直径 14mm, 高 14mm。
- g. 加湿反应容器 见图 2。

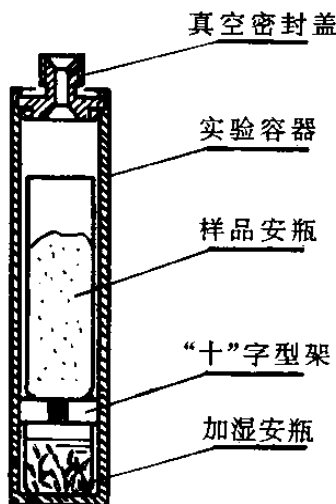


图2 加湿反应容器

h. 硝酸钾 GB647, 化学纯。

i. “十”字型聚四氟乙烯架 HG2-534, 用长、宽各 15mm, 厚 5mm 的聚四氟乙烯板切割而成。

4 样品准备

4.1 称取 3g(准至 0.0002g)试样于样品安瓶中备用。

4.2 从 α -氧化铝、玻璃细珠和经 600℃ 以上高温处理过的细砂中选取一种与试样的比热, 热传导率接近的物质作为参比物质。称取 3g(准至 0.0002g)参比物质于另一样品安瓶中备用。

5 试验程序

5.1 按试样分解程度在 50~70℃ 间选定测试温度。推荐先选用 70℃, 只有在加湿条件下分解特别快的试样才采用 70℃ 以下的测试温度如 50℃ 或 60℃。开启微热量热计, 使量热计升到测试温度后再恒定 4h, 备用。

5.2 试验前 1h 将超级恒温器的温度升到选定的测试温度备用。恒温器内的恒温槽采用空气浴加热。恒温槽的上部用 50mm 厚聚苯乙烯泡沫塑料板做保温盖, 盖上带有两个直径 20mm 的孔。

5.3 在两个加湿安瓶内各放入 1.4g 硝酸钾, 加入约占加湿安瓶容积 80% 的蒸馏水。将两个加湿安瓶分别放入加湿反应容器的底部, 然后将“十”字型聚四氟乙烯架放在加湿安瓶上, 再将样品安瓶放在“十”字型聚四氟乙烯架上。盖上加湿反应容器口部的密封盖。

5.4 将装有试样的加湿反应容器和装有参比物质的加湿反应容器先放入超级恒湿器的恒温槽中恒温 0.5h 后转入微热量热计内。上部真空密封盖通过导管和气体供路回路的压力表相连, 可以观察试样在高温高湿条件下是否会剧烈分解产生大量气体, 以保证试验过程的安全。1h 后选择放大器的灵敏度档, 连续记录试样反应的热流曲线, 总时间为 120h。

5.5 作空白试验时,从样品安瓶中取出试样换成参比物质,重复 5.4 条的程序。但时间只需待整个系统达到热平衡后(约需 4h)基线的位置为参比物质的热流值。

6 结果处理

6.1 将试验测得的电压值转换成热流值,用试样的热流值减去参比物质的热流值,先进行归一化处理,后以热流值(mw/g)为纵坐标,时间(h)为横坐标作图。样品的热流曲线愈接近横坐标,其高温高湿条件下贮存的安定性愈好。

6.2 用计算机计算出热量值;或用求积仪量出试样和参比物质热流曲线间的面积,并按下式换算成单位质量试样释放出的热量,其热量值愈小,安定性愈好。

$$Q = \frac{t \cdot A}{m \frac{B}{S} K \cdot L}$$

式中: Q ——单位质量试样释放出的热量, J/g;

t ——试验总时间, s;

A ——积分面积, mm²;

S ——所选放大器的灵敏度档, μv ;

L ——走纸长度, mm;

B ——纪录纸宽度, mm;

K ——仪器常数(μv 与 w 之间的换算系数, 单位为 $\mu v/w$);

m ——试样质量, g。

6.3 当 6.1 和 6.2 条的判定结果有矛盾时,应以 6.2 条为准。

附加说明:

本标准由国家机械电子工业部提出。

本标准由国家机械电子工业部第二一三研究所负责起草。

本标准主要起草人 姚朴