

文章编号: 1006-9941(2011)06-0664-05

## 密封状态下 HNS 的热烤试验研究

都振华, 张蕊, 同红海, 李芳, 付东晓

(陕西应用物理化学研究所应用物理化学重点实验室, 陕西 西安 710061)

**摘要:** 为了模拟爆炸箔起爆器中 HNS 药柱在热烤环境下的热响应状态, 设计了密封的样品试管, 并对  $\Phi 3 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$ 、 $\Phi 4 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$  和  $\Phi 4 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$  3 种尺寸, 装药密度为 90% TMD 的 HNS 药柱进行了  $3.3 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ 、 $5 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  和  $10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  条件下的热烤试验。通过试验后样品试管及其薄弱环节的破坏和变形程度、钢凹深度来判定反应的剧烈程度, 并与非密封状态下的试验结果进行了对比。研究表明, 密封状态下, HNS 药柱的反应比非密封药柱的剧烈。密封状态 HNS 药柱发生反应的环境温度 ( $302.5 \sim 314.7 \text{ }^\circ\text{C}$ ) 明显低于非密封药柱的温度 ( $328 \sim 335 \text{ }^\circ\text{C}$ )。在  $5 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  或  $10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  的试验条件下, 密封 HNS 药柱的起始反应温度随着装药量的增大而降低, 大装药量的结构更容易形成热积累, 对热更为敏感。

**关键词:** 物理化学; 热烤试验; 热安全性; 六硝基芪 (HNS); 密封状态

中图分类号: TJ55; TQ564; O64

文献标识码: A

DOI: 10.3969/j.issn.1006-9941.2011.06.015

### 1 引言

爆炸箔起爆器 (EFI) 是第三代火工品的代表之一, 具有很高的本质安全性, 在钝感弹药中具有广泛的应用前景。最新的美军标 MIL-DTL-23659F《电起爆器通用设计规范》针对 EFI 的附录 A 要求 EFI 在设计和验收阶段进行热烤试验<sup>[1]</sup>。鉴于其主要应用于直列式爆炸序列, 要求在热刺激下不发生爆炸, 防止对下级装药及整个武器系统造成破坏性的威胁<sup>[2-3]</sup>。因此, 对 EFI 进行热烤试验研究有着重要意义。文献[3]对 EFI 进行了  $450^\circ\text{C}$  条件下的恒温热烤试验, 获得了安全装药量范围。都振华<sup>[4]</sup>等对不同尺寸的非密封的六硝基芪 (HNS) 药柱进行了 3 种升温速率下的热烤试验, 获得了 HNS 的热响应规律。

由于 EFI 产品采用激光密封, HNS 药柱在 EFI 中所处的状态近似为密封状态, 且被药柱套限制。本研究根据 EFI 的装药结构, 设计了密封的样品试管模拟 EFI 中药柱的实际状态, 进而研究其在密封状态下的热响应状态, 为 EFI 的设计和使用提供参考。同时, 还研究了 3 种尺寸的 HNS 药柱在 3 种升温速率下的热响应规律, 并与非密封状态下的试验结果<sup>[4]</sup>进行了对比分析。

### 2 试验

#### 2.1 试验装置

本研究设计的热烤试验系统由控温系统、加热系统和数据采集系统组成。

借鉴国内外已有的弹药热烤试验装置, 参考美军标 MIL-DTL-23659F 中对 EFI 热烤试验要求, 以及 GJB5309-2004《火工品试验方法》第 16、17 部分: 钢/铝块凹痕试验的描述, 设计了如图 1 所示的装置。该装置由两部分组成: 图 1a 所示的外部限制装置和图 1b 所示的标准钢块。外部限制装置外有螺纹, 内有一圆柱形的空腔, 用于放置样品试管, 试管的薄弱环节贴近标准钢块放置。外部限制装置上端钻有 1 个测温孔和 4 个压力泄放孔。考虑到装卸方便, 外部限制装置上端铣有两个凹槽。钢块附有内螺纹, 能与外部限制装置配合。

试验时, 首先将样品试管放入图 1a 的空腔中, 并与图 1b 装配完成后, 放入防爆罐中, 然后将防爆罐置于加热系统中。防爆罐的结构及测温点如图 2 所示。

#### 2.2 试验方法

采用以下 3 种试验方法进行密封 HNS 的热烤试验。

(1) MIL-DTL-23659F 的附录 A 规定爆炸箔起爆器的鉴定试验要求按  $3.3 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$  的升温速率加热, 允许试验开始的温度高于环境温度 (但低于 HNS 的分解峰温), 试验开始到 EFI 反应的时间不少于  $16 \text{ h}^{[1]}$ 。在

收稿日期: 2011-09-01; 修回日期: 2011-10-12

基金项目: 总装重点实验室基金 (9140C370501106)

作者简介: 都振华 (1985-), 男, 硕士研究生, 助工, 从事火工品安全性可靠性技术研究。e-mail: duzh1985@163.com

室温下将装配好的相关部件放入加热系统,以  $1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  的升温速率将炉内温度升至  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右,然后控制炉温,使其以  $3.3\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$  的升温速率对样品进行热烤,至样品出现反应或温度高于  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  停止。

(2) 室温下放入样品,以  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  的升温速率对样品进行加热,直至样品发生反应或样品处的温度高于  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  停止。

(3) 操作过程与(2)相同,仅升温速率为  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 。

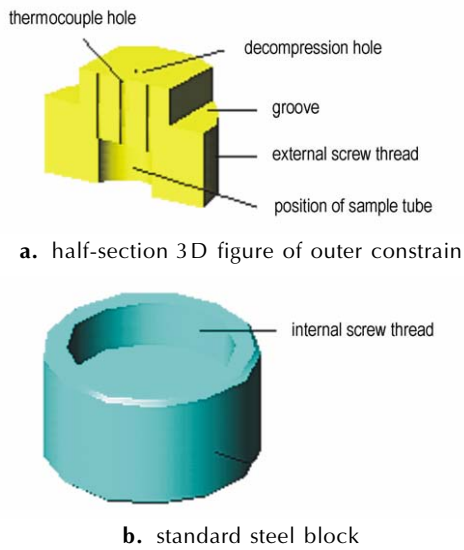


图1 试验装置图

Fig.1 Sketch map of test device

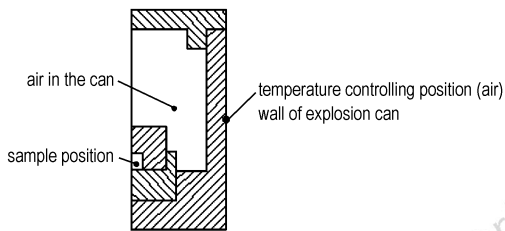


图2 防爆罐结构图及测温位置图

Fig.2 Diagram of explosion can and measurement points

### 2.3 试验样品及样品试管

试验中使用的是 HNS-IV,试验前将药剂制成不同尺寸、密度为 90% TMD 的 HNS 药柱,称药量偏差不大于  $\pm 0.2\text{ mg}$ 。表 1 为试验所用的 HNS 样品的参数。

密封 HNS 药柱的样品试管采用铝材料,由上下两部分组成,并采用螺纹连接,管底设计了  $1\text{ mm}$  的薄弱环节,通过薄弱环节的破坏程度及钢块上的凹痕判定反应的剧烈程度。其结构如图 3 所示。由于药柱密封,热电偶仅测得样品试管表面的温度。

表 1 HNS 药柱的尺寸和装药量

Table 1 Sizes and charge of HNS explosive cylinder

sample	size/mm	mass/mg
1	$\Phi 3\text{ mm}\times 4\text{ mm}$	44.3
2	$\Phi 4\text{ mm}\times 5\text{ mm}$	98.4
3	$\Phi 4\text{ mm}\times 6\text{ mm}$	118.1

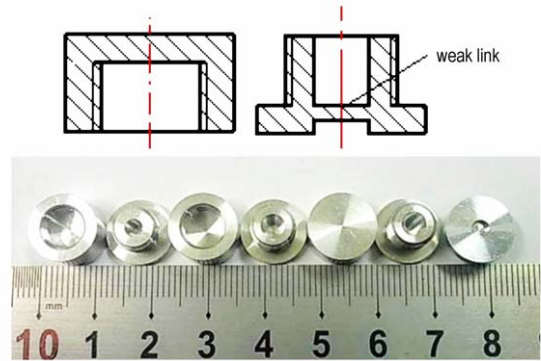


图3 密封样品试管设计图及照片

Fig.3 Design chart and picture of sealed sample tubes

## 3 试验结果及讨论

### 3.1 密封条件下的热烤现象及分析

3 种样品在 3 个升温速率下的热烤试验结果如图 4 所示。由图 4 可见,除  $3.3\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$  之外,密封样品试管的薄弱环节在试验过程中均被破坏。部分试验由于爆炸产生的高温焊接效应使得多数试管的薄弱环节粘于钢块表面。2 号样品反应后剩余了较多燃烧残渣,而且爆炸罐被熏黑。3 号药柱在  $5, 10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  条件下的样品试管不仅薄弱环节被破坏,试管另一端沿着热电偶的测温孔破坏,  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  试验条件下,热电偶被炸断。试验残留了较少的黑色物质,说明 HNS 药柱发生了爆炸。

从图 4c  $3.3\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$  的试验结果可见,样品试管完好,但螺纹发生了变形难于打开,对样品试管解剖后可以看到,密封状态下热烤试验后的药柱呈黑色固态,且具有规则的圆柱形状,尺寸与原药柱相比有所减小。与非密封状态下的试验结果相同<sup>[4]</sup>。

从 3 号样品的试验结果可见,随着升温速率的增加,反应剧烈程度增加,如在  $3.3\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$  时,HNS 药柱只发生了缓慢的化学反应,而在  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  的升温速率下就发生了燃烧反应,  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  升温速率下反应更加剧烈,发生了爆燃反应。

钢凹深度及样品试管在试验前后的变化情况见表 2。由表 2 可见,在 2 种试验条件下,3 种样品在热烤试验后的钢凹深度分布于  $0.020\sim 0.052\text{ mm}$ ,但是凹痕的

深度远小于 EFI 雷管正常起爆时的深度  $0.28 \text{ mm}^{[5]}$ , 说明密封的 HNS 药柱在  $5, 10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  发生了剧烈燃烧, 甚至爆燃, 而未形成爆轰。这是由于热烤反应机理与 EFI 的起爆机理不同。当起爆 EFI 时, 金属箔发生电爆炸产生的高温高压等离子体驱动冲击片撞击 HNS 药柱的端面, 使 HNS 爆炸, 冲击波主要沿药柱轴向传播, 能量主要集中于 EFI 的输出端, 这也是评价雷管输出威力的钢凹试验的凹痕深度大于热烤试验中钢凹深度的主要原因。

试验前利用游标卡尺测得样品试管的外径为  $11.90 \text{ mm}$ , 试验后对样品试管外的限制套解剖后, 测得样品试管的直径见表 2, 发现试管径向均有不同程度的膨胀。药柱在高温环境下受到热刺激产生热积累, 当药柱内部某点的温度升至临界点火(爆炸)温度后, 药柱会产生燃烧甚至爆炸现象, 燃烧波或爆轰波会以热点为中心, 以球面波的形式向外传播, 燃烧或爆燃产生的高压产物导致样品试管轴向和径向的变形。

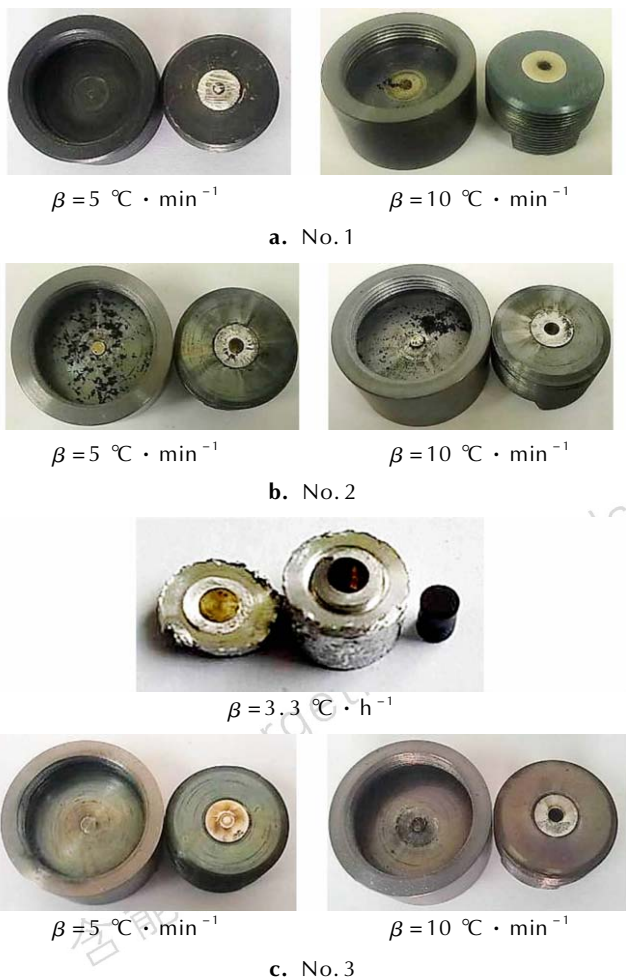


图 4 不同升温速率下的热烤试验结果

Fig. 4 Results of cook-off tests at different heating rates

表 2 热烤试验的钢凹结果及样品试管直径变化情况

Table 2 Depth of steel dents and change of tube diameter in cook-off test

sample	heating rate / $^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$	depth of steel dent /mm	diameter after test /mm
1	5	0.030	12.04
	10	0.040	12.15
2	5	0.035	12.03
	10	0.020	12.08
3	5	0.052	11.95
	10	0.030	11.96

另外, 钢凹深度并不呈现出一定规律, 这是因为在高温环境下, 药柱热分解产生高温高压产物除了会作用于样品试管的薄弱环节并驱动其打出钢凹之外, 还会作用于与其相对的另一端, 并使其沿着测温孔的边缘产生剪切作用发生变形或破坏, 导致能量从测温孔泄放, 2 号和 3 号样品在  $10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  试验条件下呈现出这种状况, 这是 2 种样品在  $10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  条件下的钢凹深度小于  $5 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  的试验结果的主要原因。从后续的温度历程分析中温度时间曲线的完整情况及热电偶的破坏可以发现这一现象。

### 3.2 密封条件下药柱的温度历程分析

以 3 号样品为例, 分析其温度历程。3 号 HNS 药柱在 3 种不同升温速率下温度-时间曲线如图 5 所示。由图 5a 可见, 在  $3.3 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$  的升温条件下, 没有监测到明显的放热峰。说明, 在  $3.3 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$  升温速率下密封的 HNS 药柱没有发生剧烈反应, 而是发生了缓慢的热分解反应。

由图 5b 可见, 在  $5 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  的试验条件下, 样品在  $302.5 \text{ }^\circ\text{C}$  时出现明显温度跃升, 起始反应时间为  $4297 \text{ s}$ 。在  $10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  升温速率下(图 5c), 样品在  $310.1 \text{ }^\circ\text{C}$  出现明显温度跃升, 起始反应时间为  $2641 \text{ s}$ 。在该试验条件下, 药柱发生了剧烈的反应, 热电偶在试验中被炸断。

在  $5, 10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  的升温速率下密封状态的 3 种尺寸 HNS 药柱的热烤试验的反应环境温度及反应时间的比较见表 3。由表 3 可见, HNS 药柱起始反应环境温度在  $302.5 \sim 314.7 \text{ }^\circ\text{C}$  之间。在同一装药量下, 随升温速率的增大, 起始反应温度升高, 这与药剂的 DSC 试验结果相同<sup>[6]</sup>。而且, 在同一升温速率下, 随着装药量的增大, 药柱的起始反应温度降低, 而且越接近临界点火温度。这是由于药量越大, 药柱内部越接近绝热状态, 发生反应的温度越接近该尺寸药柱的临界点火温度。



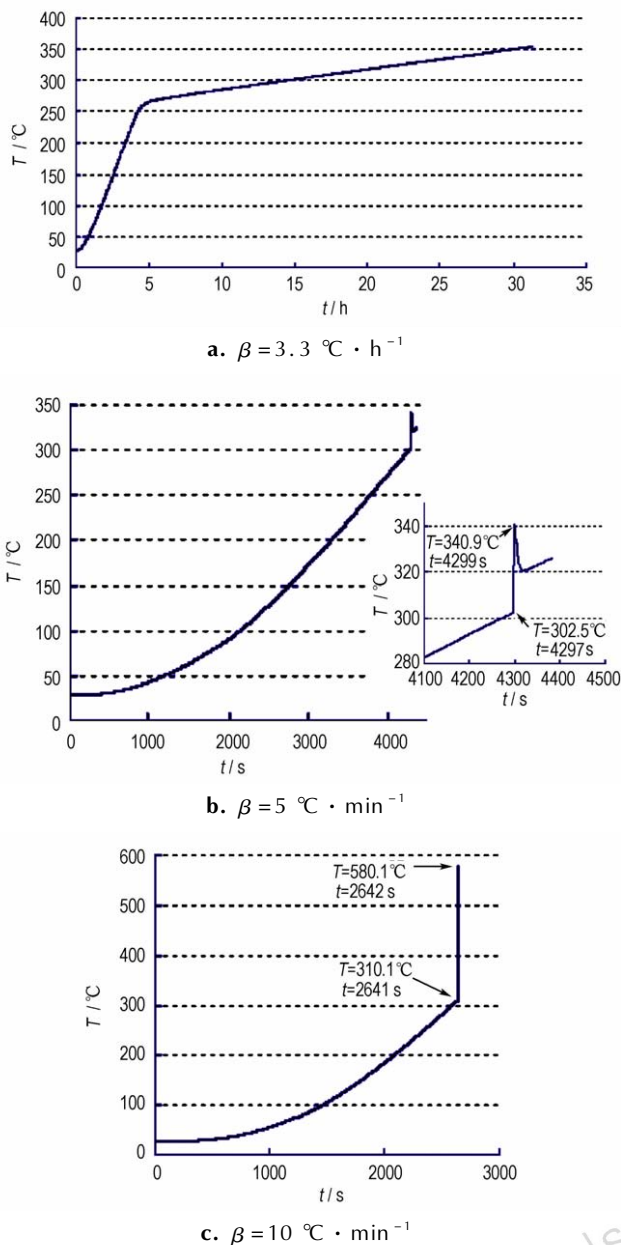


图 5 密封状态下 HNS 药柱的温度-时间曲线  
Fig. 5  $T-t$  curves of sealed HNS pellets in cook-off test

表 3 不同升温速率下密封 HNS 药柱的反应温度和时间  
Table 3 Temperature and time to reaction of sealed HNS pellets at 5, 10  $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$

No.	mass /mg	5 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$		10 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$	
		time to reaction /s	initial reaction temperature / $^{\circ}\text{C}$	time to reaction /s	initial reaction temperature / $^{\circ}\text{C}$
1	44.3	4573	310.3	-	-
2	98.4	4690	309.9	2573	314.7
3	118.1	4297	302.5	2637	310.1

### 3.3 不同密封状态下的热烤试验对比分析

文献[4]给出了 3 种相同尺寸的 HNS 药柱,在 3 种相同的试验条件下开展的非密封状态下的热烤试验的研究结果。

3 号药柱在 10  $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  条件下密封和非密封样品试管的对比照片如图 6 所示。由图 6 可见,非密封状态下的 HNS 药柱反应产生的熔融物从样品试管的开口处喷出,壳底完好,钢块表面平整;而密封状态下,样品试管的 1 mm 薄弱环节被破坏,碎片粘于钢块表面,反应残留物少,钢块表面有明显凹痕。这说明药柱在密封状态下反应的剧烈程度明显高于非密封状态下的试验结果。

密封和非密封 3 种药量 HNS 药柱在 5, 10  $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  升温速率下的起始反应温度的对比结果如图 7 所示(非密封试验结果来源于文献[4])。由图 7 可知,药柱在密封状态下的起始反应温度明显低于非密封状态药柱的起始反应温度。这是由于在密封状态下,药柱热分解产生的气体产物难于逸散,导致体系内压力升高,而且密封状态,更容易形成药柱内部的热积累,更易达到其热点火临界温度,形成燃烧甚至爆炸。无论药柱的密封状态如何,在同一试验条件下药柱的起始反应温度随着装药量的增大呈现降低的趋势。



图 6 3 号药柱在密封和非密封状态下的试验结果对比  
Fig. 6 Results of with 3# cylinder sealed and unsealed

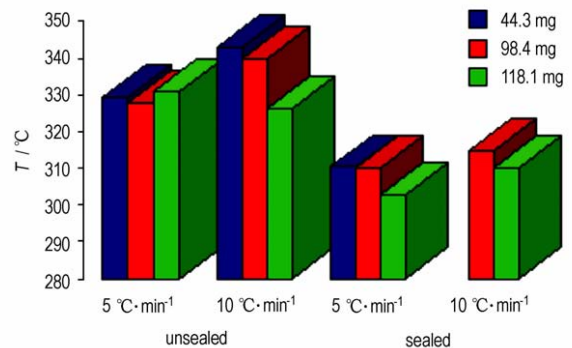


图 7 3 种 HNS 药柱在不同条件下的反应温度对比图  
Fig. 7 Initial reaction temperature diagram of with HNS pellets sealed and unsealed at 5, 10  $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$

## 4 结 论

(1) 在  $3.3\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$  条件下, 密封 HNS 药柱仅发生了热分解反应, 即在此环境条件下含有 HNS 药柱的起爆器很安全。

(2) 从钢凹深度、样品试管的膨胀程度及温度-时间曲线上来看, 反应的剧烈程度随装药量的增加而增大。

(3) 密封 HNS 药柱在  $5, 10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  条件下的点火温度范围为  $302.5\sim 314.7\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 密封状态下的试验结果明显低于非密封状态下药柱的点火温度。

(4) 在同一升温速率下, 装药量越大, 发生反应的环境温度越低。大装药量的结构更容易形成热积累, 对热更为敏感。

### 参考文献:

- [1] MIL-DTL-23659F. Detail specification initiators, electric, general design specification for[S]. www.everyspec.com. 2011-06-21.  
[2] DU Zhen-hua, ZHANG Rui, TONG Hong-hai, et al. Cook-off test

and its application in EFI's safety evaluation[C] // TIAN Shui-cheng, SHI Gui-rong, LI Hong-xia, et al. Progress in Safety Management Research and Practice. Xuzhou: China University of Mining and Technology Press, 2009: 274-278.

- [3] DU Zhen-hua, ZHANG Rui, TONG Hong-hai, et al. Cook-off test of exploding foil initiator[C] // LI Sheng-cai, WANG Wei-ye, AN Ying. Progress in Safety Science and Technology (VOL. VIII, Part A). Beijing: Science Press, 2010: 1089-1092.  
[4] 都振华, 张蕊, 同红海, 等. 超细 HNS 在非限制条件下的烤燃试验[J]. 火炸药学报, 2011, 34(3): 38-41, 60.  
DU Zhen-hua, ZHANG Rui, TONG Hong-hai, et al. Cook-off test of ultrafine HNS under nonrestrictive condition[J]. Chinese Journal of Explosives & Propellants, 2011, 34(3): 38-41, 60.  
[5] 同红海. 爆炸箔冲击片雷管装药设计及其规律研究[D]. 西安: 陕西应用物理化学研究所, 2009.  
[6] 陈智群, 郑晓华, 刘子如, 等. HNS 的热行为研究[J]. 含能材料, 2005, 13(4): 249-251.  
CHEN Zhi-qun, ZHENG Xiao-hua, LIU Zi-ru, et al. Thermal behavior of HNS [J]. Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao), 2005, 13(4): 249-251.  
[7] DU Zhen-hua, ZHANG Rui, TONG Hong-hai, et al. Study on cook-off test of sealed HNS explosive cylinders under temperature-programmed mode[C] // LI Sheng-cai, NIU Pei-huan. Theory and Practice of Energetic Materials (VOL. IX). Beijing: Science Press, 2011: 790-793.

## Cook-off Test of HNS under Sealed Condition

DU Zhen-hua, ZHANG Rui, TONG Hong-hai, LI Fang, FU Dong-xiao

(Science and Technology on Applied Physical Chemistry Laboratory, Shaanxi Applied Physics-Chemistry Research Institute, Xi'an 710061, China)

**Abstract:** In order to simulate the response of hexanitrostibene (HNS) pellets in exploding foil initiators under heat environment, sealed sample tubes were designed. The cook-off tests of HNS pellets in  $\Phi 3\text{ mm}\times 4\text{ mm}$ ,  $\Phi 4\text{ mm}\times 5\text{ mm}$  and  $\Phi 4\text{ mm}\times 6\text{ mm}$  with TMD in charge density of 90%, were carried out at the heating rates of  $3.3\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ ,  $5, 10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ . The reaction responses were determined by the damage or distortion of the sample tubes, the damage of its vulnerable place and the depth of steel dents. The test results were compared with those of unsealed pellets. The results indicate that the responses of HNS pellets under sealed condition are severe and the initial reaction temperatures of sealed HNS pellets ( $302.5\sim 314.7\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) are lower than that of unsealed ones ( $328\sim 335\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Under the heating rate of  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  or  $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , the initial reaction temperature decreases as the charge weight increases. The bigger charge structure accumulates heat more easily, and it's more sensitive to heat.

**Key words:** physical chemistry; cook-off test; thermal safety; hexanitrostibene (HNS); sealed condition

**CLC number:** TJ55; TQ564; O64

**Document code:** A

**DOI:** 10.3969/j.issn.1006-9941.2011.06.015