



中华人民共和国国家军用标准

FL 1480

GJB 5891.28-2006

代替 GJB 737.5-1993

火工品药剂试验方法 第 28 部分：燃烧热和爆热测定 绝热量热法

Test method of loading material for initiating explosive device—
Part 28: Measurement of heat for combustion and explosion—
Method of adiabatic calorimetric

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28部分。

本部分代替GJB 737.5-1993《火工品药剂试验方法 爆热和燃烧热测定 绝热量热法》。

本部分与GJB 737.5-1993相比主要变化如下：

- 编排格式按GJB 6000-2001作了修改；
- 章节的内容作了调整；
- 规范、细化了操作过程的表述。

本部分由中国兵器工业集团公司提出。

GJB 5891. 28—2006

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、王魁全、梁楷文、刘虹秋、王丽萍、雷印玉、丁 敏。

本部分所代替的标准的历次版本发布情况为：GJB 737.5—1993。

火工品药剂试验方法

第 28 部分：燃烧热和爆热测定

绝热量热法

1 范围

本部分规定了测定火工品药剂燃烧热和爆热的试剂、材料、仪器、设备、环境要求、试验步骤及结果处理。

本部分适用于火工品药剂的燃烧热和爆热的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包含勘误的内容)或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

3 原理

将一定质量的被测火工品药剂在充入惰性气体或真空氛围的量热弹内被引燃或引爆，以水为测温介质，在绝热条件下，测定水的温升值，根据水的温升值和量热计的热容量，计算其热量，并进行修正，作为被测药剂在给定条件下的燃烧热或爆热。

4 试剂、材料

试验用试剂、材料应符合以下要求：

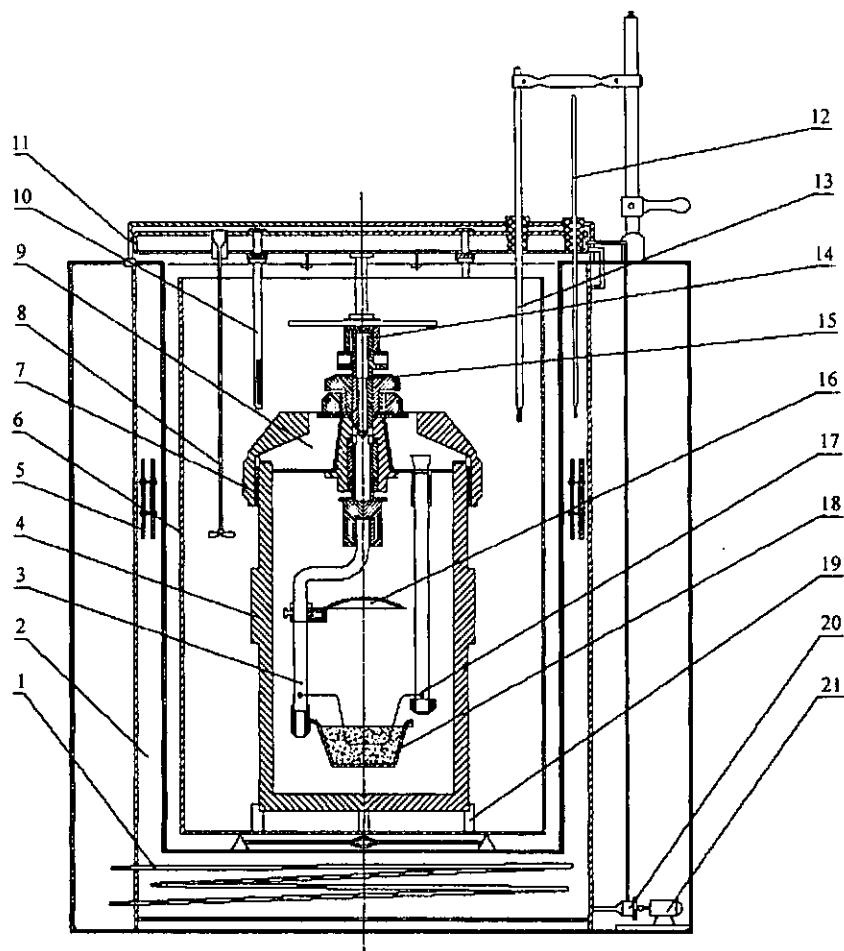
- a) 氢氧化钠标准溶液：浓度为 0.1mol/L，用氢氧化钠(GB/T 629)按 GB/T 601 配置并标定；
- b) 酚酞指示剂：浓度为 10g/L，用酚酞(GB/T 10729)按 GB/T 603 配置；
- c) 苯甲酸(GBW(E)130035)；
- d) 标准火药：已知爆热值；
- e) 氩气(GB/T 4842)；
- f) 氧气(GB/T 3863)；
- g) 镍铬电阻合金丝(YB/T 5259)：直径为 0.100mm~0.250mm；
- h) 白棉线：粗细均匀，不涂蜡，热值为 17500J/g；
- i) 坩埚：内径为 24.0mm、高为 12.0mm、壁厚为 0.5mm 的不锈钢坩埚，或壁厚为 2.0mm，容积为 5.0mL 的陶瓷坩埚；
- j) 蒸馏水。

5 仪器、设备

试验用仪器、设备应符合以下要求：

- a) 绝热量热计：示意图见图 1，其中：
 - 1) 量热弹容积为：300mL±10mL；
 - 2) 温度计：测量范围为 0℃~50℃，分度值为 0.1℃；

3) 贝克曼温度计：分度值为 0.01℃；



1—冷却水盘管；2—绝热外套；3—电极杆；4—弹杯；5—加热电极；
6—内桶；7—弹帽；8—搅拌器；9—弹盖；10—铂电阻；11—热量计顶盖；
12—温度计；13—贝克曼温度计；14—弹顶帽；15—针形阀；16—火焰挡板；
17—点火丝；18—坩埚；19—三脚弹座；20—水泵；21—电机

图 1 绝热量热计装置示意图

- b) 分析天平：最大称量为 200g，分度值为 0.0001g；
- c) 电子天平或工业天平：最大称量为 3000g~5000g，分度值为 0.025g；
- d) 点火装置：采用 5V~24V 的点火电源，可由 220V 交流电源经调压变压器供给，由电压表 (0V~30V, 1.5 级)、电流表 (0A~10A, 1.5 级)、电秒表 (0s~10s, 分度值 0.01s)、滑线式变阻器组成；
- e) 真空装置：由真空泵 (真空度为 6.7×10^{-2} Pa, 抽气速度不小于 1L/s)、压力表 (量程为 0kPa~100kPa, 分度值为 0.2kPa) 组成；
- f) 水浴 (或油浴) 烘箱：控温精度为 $\pm 2^\circ\text{C}$ ；
- g) 充气装置；
- h) 滴定管：50mL，分度值为 0.1mL；
- i) 玻璃转子流量计：量程为 16L/h~160L/h，分度值为 4L/h；
- j) 电炉：800W~1000W；
- k) 环形铁架：放置量热弹盖；
- l) 手动压片机。

6 环境要求

量热实验室应分为两个工作室，一个工作室放置绝热量热计，室内温度一般为 $15^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ ，工作时室温波动应控制在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ；另一个工作室放置点火装置、真空装置和充气装置。

7 试验步骤

7.1 绝热量热计热容量测定

7.1.1 用苯甲酸测定绝热量热计的热容量

7.1.1.1 将苯甲酸放入水浴(或油浴)烘箱，在 $70^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ 的温度下烘 3h~4h 后，于干燥器中冷却至室温，称取能使绝热量热计温度升高 1°C 的苯甲酸量(约 0.5g)，用压片机压成片，或直接购买同等质量片剂(以下称试样片)，然后，用分析天平称量，精确至 0.0002g。

7.1.1.2 取白棉线 100mm~200mm，放入烘箱中，在 $60^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下烘 2h 后，于干燥器中冷却至室温，称量其质量，精确至 0.0002g。

7.1.1.3 取镍铬电阻合金丝 100mm~200mm，将其中部绕成内径约为 1mm 的弹簧状，作为点火丝，并称量其质量，精确至 0.0002g。

7.1.1.4 将弹头放在环形铁架上，把坩埚放入弹头的电极杆下端的环内。

7.1.1.5 将点火丝两端分别接在电极杆上，将棉线的一端缠在点火丝中部，另一端穿过火焰挡板中心的小孔，放入坩埚内，并用试样片压住。

7.1.1.6 往弹杯内注入 5mL 蒸馏水，将弹头放在弹杯内，盖上弹帽并拧紧。

7.1.1.7 将量热弹针形阀与真空装置的抽气管相连，开启真空泵，启动真空泵，抽真空至弹内压力不大于 600Pa，关闭针形阀，卸下抽气管，然后将针形阀与充气装置的充气接头连接，打开针形阀，缓慢地向弹内充入氧气至弹内压力为 2.5MPa 时，关闭针形阀，卸下充气接头，拧紧弹顶帽，检查电极导通状况。

7.1.1.8 用电子天平称量绝热量热计内筒的质量，往绝热量热计内筒注入蒸馏水(水量应能使量热弹浸入水中，其水面低于弹顶帽平面约 10mm)，调节绝热量热计内筒的水温，使水温高于室温 3°C ；再称重，准确至 0.1g，并计算水的质量；确定后，每次试验应保持水量不变。

7.1.1.9 将内筒放入绝热量热计筒内的支架上(见图 1)，再将量热弹放入装有水的内筒中，检查量热弹的气体泄漏情况，然后，盖好绝热量热计顶盖。

7.1.1.10 通冷却水(用流量计控制流速为 18L/h~21L/h)，依次接通电源开关，水泵开关和加热开关。

7.1.1.11 调节桥路平衡旋钮，10min~20min 后，每隔 5min 读一次温度(每次读数前应打开振荡器)，读数至小数点后三位，待内筒温度连续两次的读数变化不大于 0.002°C 时，即为系统达到初始平衡，记录此时温度(t_0)。

7.1.1.12 点火，记录点火电压、电流和时间(均读至最小分度值)；10min~15min 后开始读数，每隔 5min 读一次温度，直至内筒温度连续两次的读数变化不大于 0.002°C ，即为系统达到终点平衡，记录此时温度(t_n)。

7.1.1.13 断开加热开关和水泵开关，提起绝热量热计顶盖，顺时针旋转 90° ，观察量热弹漏气情况，如果漏气，则该次试验作废。

7.1.1.14 取出量热弹，打开弹的针形阀，使弹内气体缓慢排出；拧开弹帽，取出弹头，检查弹内是否积碳，如果有积碳，则该次试验作废；检查点火丝是否熔断，若被熔断，将未燃尽的点火丝，经清洗、干燥后，称量其质量，准确至 0.0002g。

7.1.1.15 用蒸馏水洗涤量热弹的内壁及坩埚等部件，并将洗涤水收集于三角瓶中，用表面皿盖住瓶口，在电炉上煮沸 3min~5min，冷却至室温后，加入两滴酚酞指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至呈现粉红色 30s 不消失，记录所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积。

7.1.1.16 取出内筒，擦干温度计和搅拌器，清洗量热弹各部件，然后，擦干备用。

7.1.1.17 绝热量热计的热容量为绝热量热计各部分热容量之和,按公式(1)计算绝热量热计的热容量:

$$C = \frac{Q_1 + Q_2 + Q_3 + Q_4 + Q_5}{\Delta t} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——用苯甲酸测定的绝热量热计的热容量的数值,单位为焦耳每摄氏度(J/°C);

Q_1 ——苯甲酸燃烧放出的热量的数值,单位为焦耳(J);

Q_2 ——生成硝酸放出的热量的数值,单位为焦耳(J);

Q_3 ——点火丝通电后产生的热量(焦耳热)的数值,单位为焦耳(J);

Q_4 ——点火丝燃烧放出的热量的数值,单位为焦耳(J);

Q_5 ——棉线燃烧放出的热量的数值,单位为焦耳(J);

Δt ——校正后的温升值的数值,单位为摄氏度(°C)。

按公式(2)计算苯甲酸燃烧放出的热量:

$$Q_1 = q_1 m_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

q_1 ——苯甲酸的燃烧热的数值,单位为焦耳每克(J/g);

m_1 ——苯甲酸的质量的数值,单位为克(g)。

按公式(3)计算生成硝酸放出的热量:

$$Q_2 = v \cdot c \times 0.0063 \times 950 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

v ——消耗氢氧化钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

0.0063 ——与 1.00mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$] 相当的硝酸的质量的数值,单位为克(g);

950 ——生成 1g 硝酸放出的热量的数值,单位为焦耳每克(J/g)。

按公式(4)计算点火丝的焦耳热:

$$Q_3 = UIt \dots\dots\dots (4)$$

式中:

U ——点火电压的数值,单位为伏(V);

I ——点火电流的数值,单位为安(A);

t ——点火时间的数值,单位为秒(s)。

按公式(5)计算点火丝燃烧放出的热量:

$$Q_4 = q_4 m_4 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

q_4 ——点火丝的燃烧热的数值,单位为焦耳每克(J/g);

m_4 ——已被燃烧的点火丝质量的数值,单位为克(g)。

按公式(6)计算棉线燃烧放出的热量:

$$Q_5 = q_5 m_5 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

q_5 ——棉线的燃烧热的数值,单位为焦耳每克(J/g);

m_5 ——棉线的质量的数值,单位为克(g)。

按公式(7)计算校正后的温升值:

$$\Delta t = \delta(t'_n - t'_0) \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- δ ——贝克曼温度计的平均分度值(可由其检定证书查得);
- t_n ——系统到达终点平衡时的温度(t_n)与贝克曼温度计毛细管孔径的修正值(可由其检定证书查得)之和的数值,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);
- t_0 ——系统到达初始平衡时的温度(t_0)与贝克曼温度计毛细管孔径的修正值(同上)之和的数值,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$)。

7.1.2 用标准火药测定绝热量热计的热容量

7.1.2.1 重复 7.1.1.3 和 7.1.1.4 的操作。

7.1.2.2 将点火丝两端分别接在电极杆上,调整点火丝的位置,使其既能被埋入标准火药中又不接触到不锈钢坩埚(如图 1 所示)。

7.1.2.3 用分析天平称取能使绝热量热计升温约 1°C 的标准火药(约 2g),准确至 0.0002g,将其倒入坩埚中,再将量热弹头放在弹杯内,盖上弹帽,并拧紧。

7.1.2.4 将弹的针形阀与真空装置连接,启动真空泵,抽真空至弹内压力不大于 600Pa,关闭针形阀,关闭真空泵,卸下连接管,检查电极导通情况。

7.1.2.5 重复 7.1.1.8~7.1.1.14 和 7.1.1.16 的操作。

7.1.2.6 按公式(8)计算绝热量热计的热容量:

$$C_1 = \frac{q_6 m_6 + Q_3 + Q_4}{\Delta t} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

C_1 ——用标准火药测定的绝热量热计的热容量,单位为焦耳每摄氏度($\text{J}/^{\circ}\text{C}$);

q_6 ——标准火药的爆热,单位为焦耳每摄氏度($\text{J}/^{\circ}\text{C}$);

m_6 ——标准火药质量,单位为克(g)。

对于同一绝热量热计,公式(1)的计算结果与公式(8)的结果应是相同的,它们误差应符合 7.1.3.1 的要求。

7.1.3 测定热容量的要求

7.1.3.1 应重复测定热容量五至七次,平行测定结果误差不大于 $42\text{J}/^{\circ}\text{C}$ 的五次试验结果的算术平均值作为绝热量热计的热容量,所得结果表示至整数位。

7.1.3.2 一般每个月用标准火药检测绝热量热计的热容量一次,若测得标准火药的爆热值在其标准爆热值的 $\pm 13\text{J/g}$ 范围内,则原测定的热容量仍可使用;当更换绝热量热计主件时(不包括更换同规格的小的部件,如密封圈、螺母等),应重新测定绝热量热计的热容量。

7.2 火工品药剂燃烧热测定

7.2.1 一般情况下,重复 7.1.1.3、7.1.1.4 和 7.1.2.2 的操作;对易飞溅的药剂或不易被点火丝直接点燃的药剂,则重复 7.1.1.2~7.1.1.5 的操作。

7.2.2 称取被测药剂 1g~2g,准确至 0.0002g,将其缓慢倒入坩埚中;对易飞溅的药剂应将其压成直径为 10mm 的药柱,压药压力为 100MPa~120MPa。

7.2.3 重复 7.1.1.6~7.1.1.16 的操作。

7.3 火工品药剂爆热测定

7.3.1 重复 7.1.1.3、7.1.1.4 和 7.1.2.2 的操作。

7.3.2 称取被测药剂 1g~2g,准确至 0.0002g,将其缓慢倒入坩埚中,再将弹头放入弹杯内,盖上弹帽,并拧紧。

7.3.3 重复 7.1.2.4 的操作;对在真空条件下不能被引爆的药剂,则抽真空后充入氩气至弹内压力为 2.5MPa。

7.3.4 重复 7.1.1.8~7.1.1.13 和 7.1.1.16 的操作。

8 结果处理

8.1 按公式(9)计算被测药剂的爆热:

$$Q_b = \frac{C_1 \Delta t - Q_3}{m} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

Q_b ——被测药剂的爆热的数值, 单位为焦耳每克(J/g);

m ——被测药剂的质量的数值, 单位为克(g);

C_1 ——标准火药爆炸时绝热量热计的热容量的数值, 单位为焦耳每摄氏度(J/°C)。

8.2 按公式(10)计算被测药剂的燃烧热; 当用棉线引燃时, 按公式(11)计算被测药剂的燃烧热:

$$Q_r = \frac{C_1 \Delta t - Q_2 - Q_3 - Q_4}{m} \dots\dots\dots (10)$$

$$Q_r = \frac{C_1 \Delta t - Q_2 - Q_3 - Q_4 - Q_5}{m} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

Q_r ——被测药剂的燃烧热, 单位为焦耳每克(J/g)。

8.3 同一被测药剂样品平行测定两次, 测得两次燃烧热的平行误差不超过 63J/g、爆热的平行误差不超过 84J/g 时, 取其算术平均值并修约为整数报出; 当两次结果之差大于平行误差时, 允许进行第三次试验, 并取其中的两次试验结果的平均值作为试验结果报出; 若第三次试验结果分别与前两次试验结果之差都在平行误差范围内, 则取三次试验结果的算术平均值作为试验结果报出; 若第三次试验结果分别与前两次试验结果之差都超出平行误差时, 试验结果全部报出。