



中华人民共和国国家军用标准

FL 1480

GJB 5891.29-2006

火工品药剂试验方法 第 29 部分：燃烧热和爆热测定 恒温法

**Test method of loading material for initiating explosive device—
Part 29: Measurement of heat for combustion and explosion—
Method of constant temperature**

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 29 部分。

本部分的附录 A 为规范性附录。

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：梁楷文、倪静玲、王魁全、刘虹秋、雷印玉、叶欣、王建华。

火工品药剂试验方法

第 29 部分：燃烧热和爆热测定

恒温法

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、设备和试验装置、环境要求、试验准备、试验程序步骤及结果处理。

本部分适用于火工品药剂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。

GJB 1886-1994 化学试剂 标准溶液的制备及标定

GJB 5891.30 火工品药剂试验方法 第 30 部分：气体比容测定 压力传感器法

3 原理

将一定质量的被测药剂在充氧气或真空氛围中的量热弹内被引燃或引爆，以水为测温介质，在恒温状态下测定量热计中内桶水的温升值，根据热平衡原理，计算单位质量被测药剂的燃烧热或爆热。

4 试剂、材料

试验用试剂、材料应符合以下要求：

- a) 苯甲酸：标准物质 GBW(E) 130035
- b) 氧气(GB/T 3863)；
- c) 氩气(GB/T 4842)；
- d) 氢氧化钠标准溶液：浓度 0.1mol/L，用氢氧化钠(GB/T 629)按 GJB 1886-1994 中 5.3 配制并标定；
- e) 酚酞指示剂：浓度 10.0g/L，用酚酞(GB/T 10729)按 GJB 1886-1994 中附录 A 的 A.1.1 配制；
- f) 工业酒精(GB/T 394.1)；
- 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) 蒸馏水；
- j) 冰块：用蒸馏水制成；
- k) pH 试纸；
- l) 坩埚：内径为 26.0mm、壁厚为 0.5mm，容积为 5mL~15mL 的陶瓷坩埚或容积相同的石英坩埚。

5 仪器、设备和试验装置

试验用仪器、设备和试验装置应符合以下要求：

- a) 自动量热仪或同类型仪器，包括：量热计(主机)、计算机、打印机和稳压电源，其中：量热计

温度分辨力为 0.001K;

- b) 真空系统: 由真空泵(极限真空度 6.67×10^{-2} Pa), 精密真空表(测量范围 -0.1 MPa~ 0 MPa, 0.25 级), 缓冲瓶、真空橡皮管和抽真空控制系统(符合 GJB 5891.30 规定的气体比容测试仪的抽真空控制系统要求)组成;
- c) 氧弹: 容积为 (25mL~350mL) \pm 10mL, 经 20MPa 水压试验应合格;
- d) 点火电源: 0V~30V;
- e) 分析天平: 最大称量为 200g, 分度值为 0.0001g;
- f) 电子天平: 最大称量为 3100g, 分度值为 0.01g;
- g) 碱式滴定管: 10mL, 分度值为 0.05mL;
- h) 温度计: 测量范围为 0 $^{\circ}$ C~50 $^{\circ}$ C, 分度值为 0.1 $^{\circ}$ C;
- i) 压片机;
- j) 水浴(或油浴)烘箱: 控温精度为 \pm 1 $^{\circ}$ C;
- k) 封闭电炉: 功率为 500W~1000W;
- l) 三角玻璃烧瓶: 250mL。

6 环境要求

- 6.1 实验室温度应在 15 $^{\circ}$ C~25 $^{\circ}$ C 范围内, 试验时, 实验室温度变化应控制在 \pm 1 $^{\circ}$ C, 实验室应有通风设备或调温设备, 并且不应形成强的气流。
- 6.2 量热计应远离热源和强电磁场, 防止阳光直射。

7 试验准备

- 7.1 试验前, 量热计的热容量应按附录 A 的要求进行标定。
- 7.2 将苯甲酸研细, 放入水浴(或油浴)烘箱中, 在 70 $^{\circ}$ C~80 $^{\circ}$ C 的温度下, 烘 4h 后取出, 放入干燥器中冷却至室温, 备用; 也可在盛有浓硫酸的干燥器中干燥三天后, 备用。
- 7.3 用分析天平称取苯甲酸约 1.0g(或 0.5g), 放入压片机中压成片, 然后放入干燥器中, 备用; 也可直接外购片状的苯甲酸。
- 7.4 将被测药剂按相应规定的条件进行干燥, 达到技术要求后, 作为试样, 放入干燥器中, 备用。

8 试验步骤

8.1 燃烧热测定

- 8.1.1 依次接通各部件的电源开关, 其顺序为: 量热计-点火电源-打印机-显示器-计算机主机。
- 8.1.2 进入自动量热仪测试主界面; 预热 30min。
- 8.1.3 根据试样的物理化学性质, 调整点火电压和点火时间。
- 8.1.4 给量热计外桶补足蒸馏水, 将量热计的外桶水温调节至与室温大致相同。
- 8.1.5 单击“仪器测试”按钮, 然后点击“搅拌”和“点火”, 检查仪器搅拌及点火功能是否正常。
- 8.1.6 称取经 7.4 处理的试样(起爆药、击发药约 1g, 点火药、烟火药和曳光药等约 2g), 精确至 0.0002g。
- 8.1.7 将弹头放在环形铁架上, 把坩埚放入弹头电极杆下端的环内。
- 8.1.8 取镍铬电阻合金丝约 100mm~120mm, 将其中部绕成直径 1mm 的弹簧状, 两端分别与电极杆连接, 并卡紧。
- 8.1.9 截取白棉线约 100mm, 一端绕镍铬电阻合金丝两圈并夹紧, 另一端穿过火焰罩中心孔放入坩埚内, 将试样缓慢倒入坩埚内(如试样燃烧时易飞溅, 应将其压成片或条, 然后切成约 2mm~3mm 的小块), 使其覆盖或压住棉线, 或将 8.1.8 的镍铬电阻合金丝中部直接放入坩埚内, 并埋入试样。
- 8.1.10 往弹杯内注入 5mL 的蒸馏水, 将弹头放入弹杯内, 盖上弹帽, 并拧紧。
- 8.1.11 将氧弹针形阀与充氧导管连接, 拧开针形阀, 拧开氧气瓶总阀, 调节调压阀, 缓慢往弹内充入

氧气，直至弹内压力为 2.5MPa 时，保持 15s，依次关闭针形阀、调压阀和氧气瓶总阀，拧上弹顶帽。

8.1.12 给量热计内桶注入蒸馏水，调节内桶水温，用电子天平称量，使内桶和水的总质量为 2650g±0.1g，或利用量热计量内桶水体积测量程序进行操作。

8.1.13 提起量热计上盖，将点火电极插入上盖的插孔中，将内桶放入量热计中，再将氧弹放入内桶，盖上上盖。

8.1.14 单击计算机量热仪测试软件主界面的“测量”按钮，在弹出的对话框中单击“物质燃烧值”按钮，测试系统恢复至主界面。

8.1.15 在主界面“测量参数”和“试验条件”记录框中，按要求输入相关参数，并选择试验所用的氧弹。

8.1.16 当主界面再次弹出对话框时，提起量热计上盖，取出氧弹，打开针形阀，将废气放尽，取出弹头；检查镍铬电阻合金丝是否被熔断，若被熔断，测量长度，计算被熔断部分的长度，并折合为质量；用 pH 试纸测试弹杯内的溶液，如果 pH 小于 7.0，用蒸馏水冲洗弹内各部件，将洗液收集于三角玻璃烧瓶中，放在电炉上煮沸 3min~5min 后，取下冷却至室温，然后，加入两滴酚酞指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈现粉红色，且 30s 不消失为止，记录所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积；如果 pH 大于 7.0，不收集洗液和滴定。

8.1.17 在弹出的对话框中按要求输入相关数据，并单击“确认”，主界面即可显示测试结果，保存测试结果。

8.1.18 用清水或工业酒精清洗氧弹各部件，擦干备用。

8.1.19 按 8.1.1 逆向顺序依次关闭电源，倒出内桶的水。

8.2 爆热测定

8.2.1 接通气体比容测试仪电源开关，预热 0.5h~1.0h。

8.2.2 重复 8.1.1~8.1.7 的操作。

8.2.3 截取镍铬电阻合金丝 100mm~120mm，将其中部绕成直径 1mm 的弹簧状，两端分别与氧弹内的电极杆连接，并卡紧，其中部放入坩埚内，且不应接触坩埚。

8.2.4 将试样缓慢倒入坩埚内（如试样爆炸或燃烧时易飞溅，则将其试样压成片或条状，然后切成 2mm~3mm 的小块），使其覆盖或压住镍铬电阻合金丝中部，再将弹头放入弹杯内，盖上弹帽并拧紧。

8.2.5 将氧弹针形阀与真空系统导管连接，启动真空泵，将氧弹内抽真空至气体比容测试仪中数字压力计显示值小于 0.15kPa 时，关闭针形阀和真空泵，卸下氧弹，拧上弹顶帽，备用；如果试样在真空条件下不能被引燃或引爆，则可在试样中加入一定质量已知爆热值易点火的物质，或者，采取先抽真空，再充入 2.5MPa 的氩气的措施。

8.2.6 重复 8.1.12~8.1.13 的操作。

8.2.7 单击主界面的“测量”按钮，在弹出的对话框中单击“试样爆热值”或“试样爆热值(加标准火药)按钮，此时，测试系统恢复至主界面。

8.2.8 重复 8.1.15 的操作。

8.2.9 当主界面再次弹出对话框时，提起量热计上盖，取出氧弹，拧开针形阀，将废气放尽，取出弹头，检查镍铬电阻合金丝是否被熔断，若是，测量长度，并折合为质量。

8.2.10 在弹出的对话框中，按要求输入相关的参数，单击“确认”按钮，主界面即可显示测试结果，保存测试结果。

8.2.11 重复 8.1.18 和 8.1.19 的操作。

9 结果处理

同一试样样品平行测定两次，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；否则，进行第三次试验，取其在允许误差范围内的其中两个结果的算术平均值报出；若第三个试验结果与前两个结果的误差都在平行误差范围内，则取三个结果的平均值报出；否则，将三次试验结果同时报出。

附 录 A
(规范性附录)
量热计热容量的标定

- A. 1 按 8.1.1~8.1.5 进行操作。
- A. 2 称取苯甲酸 1.0g(或 0.5g)，精确至 0.0002g。
- A. 3 按 8.1.7 和 8.1.8 进行操作。
- A. 4 截取白棉线 100mm，一端绕镍铬电阻合金丝两圈，并夹紧，另一端穿过火焰罩中心孔放入坩埚内，或将 8.1.8 的镍铬电阻合金丝的中部直接放入坩埚内，用苯甲酸将其压住。
- A. 5 按 8.1.10~8.1.13 进行操作。
- A. 6 单击量热仪测试主界面“标定”按钮，弹出相应的对话框，单击“用苯甲酸标定”按钮，再在弹出的相应的对话框中输入必要的参数，并选择所用的氧弹，然后，单击“确认”，返回测试界面；在测试主界面的“试验条件”记录框中输入相应的参数。
- A. 7 当主界面弹出对话框时，提起量热计上盖，取出氧弹，打开针形阀，将废气放尽，取出弹头，用蒸馏水冲洗弹内各部件，将洗液收集于三角玻璃烧瓶中在电炉上煮沸 3min~5min 后，取下冷却至室温，加入两滴酚酞指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈粉红色且 30s 不消失为止，记录所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积。
- A. 8 在弹出的对话框中，按要求输入相应的参数，单击“确认”按钮，即可显示所测的热容量值。
- A. 9 按 8.1.18 进行操作。
- A. 10 连续五次重复 A.2~A.9 的操作，当五次结果的最大极差不超过 26J/°C 时，系统自动判为标定合格，同时给出最终结果，并自动存入“发热量”参数中；否则，再补做一次，两次或三次，取其最大极差不超过 26J/°C 的五次结果的算术平均值；如果两个氧弹轮流操作，每次用鼠标选择其对应的氧弹，连续八次操作都不符合上述要求时，停止试验，查明原因，然后重新标定。
- A. 11 “标定”试验结束后，按 8.1.19 进行操作。
- A. 12 量热计热容量标定值的有效期一般为三个月；但有下列情况之一发生时，应进行重新标定：
- a) 测温系统发生严重故障时；
 - b) 更换量热计重要部件时；
 - c) 测定发热量与标定热容量时的室温温差大于 5°C 时；
 - d) 整个测试系统经过较大的搬动时。
-