

中华人民共和国国家军用标准

FL 1376

GJB 737.5—93

火工品药剂试验方法

爆热和燃烧热测定 绝热量热计法

Test method of loading materials
for initiating explosive device
—Determining the heat of explosion and combustion
—Adiabatic calorimetric method

1993—03—08 发布

1993—10—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 爆热和燃烧热测定 绝热量热计法

GJB 737.5—93

Test method of loading materials for initiating explosive device

—Determining the heat of explosion and combustion

—Adiabatic calorimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了火工品药剂爆热和燃烧热测定的实验室要求、仪器和材料、试验程序及试验结果的处理。

本标准适用于起爆药、点火药、延期药等火工品药剂的爆热和燃烧热的测定。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 标准溶液制备方法

GB 603 化学试剂 制剂及制品制备方法

3 方法原理

3.1 爆热的测定

在抽真空或充入惰性气体的量热弹内引爆被测药剂,以水为测温介质,在绝热条件下测定水温的升高,根据水的温升值和量热计的热容量,计算该过程的总热量,并进行修正,即可得到该药剂在给定条件下的爆热。

3.2 燃烧热的测定

在充入氧气的量热弹内引燃被测药剂,以水为测温介质,在绝热条件下测定水温的升高,根据水的温升值和量热计的热容量,计算该过程的总热量,并进行修正,即可得到该药剂在给定条件下的燃烧热。

4 实验室要求

量热实验室应分为两个工作室。

一个工作室安放绝热量热计,室内温度一般为 15~30℃,但测定时的室温波动应控制在 ±2℃ 范围内。

另一个工作室安放点火装置、真空装置和充气装置等。

5 试剂及材料、仪器设备

5.1 试剂及材料

- a. 酒精 GB 394 或工业丙酮 GB 6026;
- b. 氢氧化钠标准溶液 浓度为 0.1mol/L,按 GB 601 配制与标定;
- c. 酚酞指示剂 浓度为 10g/L,按 GB 603 配制;
- d. 苯甲酸 二等量热标准物质;
- e. 标准火药 已知爆热值;
- f. 氩气 纯度不低于 99.99%;
- g. 氧气 使用非电解法制备的氧气,纯度不低于 98%;
- h. 镍铬电阻合金丝 GBn 252,直径为 0.100~0.250mm;
- i. 白棉线 已知燃烧热值;
- j. 坩埚 内径为 24mm、高为 12mm、壁厚为 0.5mm 的不锈钢坩埚或壁厚为 2mm,容积为 5ml 的陶瓷坩埚;
- k. 蒸馏水。

5.2 仪器设备

a. 绝热量热计 见装置示意图,其技术要求应符合 JJG 673《绝热型氧弹热量计检定规程》的规定,其中:

- 量热弹的容积为 300ml;
- 温度计 0~50℃,分度值 0.1℃;
- 贝克曼温度计 分度值 0.01℃;
- b. 分析天平 最大称量 200g,分度值 0.0001g;
- c. 工业天平 最大称量 5kg,分度值 0.05g;
- d. 点火装置 采用 12~24V 的点火电源,可由 220V 交流电源经调压变压器供给,由电压表(0~30V 1.5 级)、电流表(0~10A 1.5 级)、电秒表(0~10s 分度值 0.01s)、滑线式变阻器等组成。
- e. 真空装置 由真空泵(真空度 665×10^{-4} Pa 抽气速度不小于 1L/s)、压力表(量程 0~100kPa 分度值 0.2kPa)组成;
- f. 充气装置;
- g. 滴定管 容量 25ml,分度值 0.1ml;
- h. 玻璃转子流量计 量程 16~160L/h,分度值 4L/h;
- i. 电炉 1000~2000W;
- j. 放置量热弹弹盖的环形铁架;
- k. 压片机。

6 试验程序

6.1 量热计热容量的测定

量热计的热容量为量热计各部分热容量之和,用苯甲酸或标准火药来测定。

6.1.1 用苯甲酸测定量热计的热容量

6.1.1.1 将苯甲酸在 70~80℃ 烘 3~4h 后于干燥器中冷却至室温,取能使量热计温度升高约 1℃ 的苯甲酸量(约 0.5g),将其用压片机压成片后称其质量,精确至 0.0002g。

6.1.1.2 取长 100~120mm 的白棉线,在 60±2℃ 下烘 2h 后于干燥器中冷却至室温,称其质量,精确至 0.0002g。

6.1.1.3 取长 100~120mm 的镍铬电阻合金丝,将其中部长约 40mm 绕成内径约 1mm 的弹簧状作为点火丝,并称其质量,精确至 0.0002g。

6.1.1.4 将弹盖放在环形铁架上,把坩埚放入弹盖电极杆下端的环内。

6.1.1.5 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。

6.1.1.6 往弹杯内注入 1~3ml 蒸馏水,将弹盖放在弹杯上,盖上弹帽并拧紧。

6.1.1.7 将弹的针形阀与真空装置的抽气管相连,开动真空泵抽出弹内空气,当弹内剩余压力不大于 600Pa 时,关闭针形阀拆去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,缓慢地向弹内充氧至 2.0~2.5MPa,关闭针形阀,拆去充气接头,拧紧弹顶帽;检查电极导通应良好。

6.1.1.8 往内筒注入蒸馏水(水量应使量热弹浸入水中后其水面低于弹顶帽平面约 1cm),连同内筒一起在工业天平上称量,精确至 0.1g。水量确定后每次试验应保持不变。

6.1.1.9 调节内筒水温,使水温高于室温,但不超过 5℃;然后将内筒放入绝热外套夹层筒内的支架上,再将弹放入装水的内筒中,检查量热弹应不漏气(5min 内应无冒泡现象);盖好量热计顶盖。

6.1.1.10 通冷却水(用流量计控制流速为 18~21L/h);依次合上电源开关,水泵开关和加热开关。

6.1.1.11 调节桥路平衡旋钮,待 10~20min 后每隔 5min 读一次温度(每次读数前都应开振荡器),读至三位小数,待内筒温度连续两次的读数变化不大于 0.002℃ 时,即为初始平衡,记此温度为 t_0 。

6.1.1.12 点火,记录点火电压、点火电流和点火时间(均读至最小分度值);点火后 10~15min 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℃ 即为终点平衡,记录此温度为 t_n 。

6.1.1.13 断开加热开关和水泵开关,提起量热计顶盖顺时针旋转 90°,观察弹是否漏气,如漏气,该次试验作废。

6.1.1.14 取出量热弹,打开弹的针形阀,使弹内气体缓慢排出;拧开弹帽取出弹盖,检查弹内是否有积碳,如有积碳该次试验作废;检查点火丝是否燃尽,如有未燃尽的点火丝,经清洗、干燥后称其质量,精确至 0.0002g。

6.1.1.15 用蒸馏水洗涤弹内壁及坩埚等部件,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 3~5min,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 不消失为止,读出所消耗氢氧化钠标准溶液的体积。

6.1.1.16 取出内筒,擦干温度计和搅拌器,用酒精或丙酮清洗弹的各部件,然后擦干备用。

6.1.1.17 按式(1)计算量热计的热容量:

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

式中: C —量热计的热容量, J/°C;

Q_1 —苯甲酸燃烧放出的热量, J;

Q_2 —生成硝酸放出的热量, J;

Q_3 —点火丝的焦耳热, J;

Q_4 —点火丝燃烧放出的热量, J;

Q_5 —棉线燃烧放出的热量, J;

Δt —校正后的温升值, °C。

按式(2)计算苯甲酸燃烧放出的热量(Q_1):

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

式中: q_1 —苯甲酸的燃烧热, J/g;

m_1 —苯甲酸的质量, g。

按式(3)计算生成硝酸放出的热量(Q_2):

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

式中: V —消耗氢氧化钠标准溶液的体积, ml;

c —氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

0.0063 —与 1.00ml 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$] 相当的硝酸质量, g;

950 —生成 1g 硝酸放出的热量, J/g。

按式(4)计算点火丝的焦耳热(Q_3):

$$Q_3 = U I \tau \dots\dots\dots (4)$$

式中: U —点火电压, V;

I —点火电流, A;

τ —点火时间, s。

按式(5)计算点火丝燃烧放出的热量(Q_4):

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

式中: q_4 —点火丝的燃烧热, J/g;

m_4 —已烧掉点火丝的质量, g。

按式(6)计算棉线燃烧放出的热量(Q_5):

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

式中: q_5 —棉线的燃烧热, J/g;

m_5 —棉线的质量, g。

按式(7)计算校正后的温升值(Δt):

$$\Delta t = \delta(t_n' - t_0') \dots \dots \dots (7)$$

式中: δ —贝克曼温度计的平均分度值(由其检定证书查得);

t_n' —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(由检定证书查得)之和,℃;

t_0' —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之和,℃。

6.1.2 用标准火药测定量热计的热容量

6.1.2.1 按 6.1.1.3 和 6.1.1.4 进行。

6.1.2.2 将点火丝两端分别接在电极杆上,调整点火丝位置,使其既能埋入试样中又不接触不锈钢坩埚。

6.1.2.3 称取使量热计温升约 1℃ 的标准火药量(约 2g),精确至 0.0002g,将其倒入坩埚中,再将弹盖放在弹杯上,盖上弹帽并拧紧。

6.1.2.4 抽真空至弹内压力不大于 600Pa,断开真空泵与弹之间的开关,弹内压力 5min 内应不变化,关闭针形阀,检查电极导通应良好。

6.1.2.5 按 6.1.1.8~6.1.1.14 和 6.1.1.16 进行。

6.1.2.6 按式(8)计算量热计的热容量:

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

式中: q_6 —标准火药的爆热,J/℃;

m_6 —标准火药的质量,g;

Q_3 、 Q_4 、 Δt 的意义和计算同 6.1.1.17 条。

6.1.3 测定热容量的要求

6.1.3.1 应重复测定热容量 5~7 次,取极差不大于 42J/℃ 的 5 次试验结果的算术平均值作为量热计的热容量,所得结果以整数表示。

6.1.3.2 一般每月用标准火药检测热容量一次,若检测值在其标准爆热值的±13J/g 范围内,则原测的热容量仍可使用。当更换量热计主件(不包括更换同规格的小部件如密封圈、螺母等),应重新测定热容量。

6.2 火工品药剂爆热测定

6.2.1 按 6.1.1.3,6.1.1.4 和 6.1.2.2 进行。

6.2.2 称取被测药剂 1—2g,精确至 0.0002g,将其缓慢倒入坩埚中,再将弹盖放在弹杯上,盖上弹帽并拧紧。

6.2.3 按 6.1.2.4 进行。在真空条件下不能引爆的药剂,则抽真空后充入氩气至弹内压力为 2.0~2.5MPa。

6.2.4 按 6.1.1.8~6.1.1.13 和 6.1.1.16 进行。

6.3 火工品药剂燃烧热测定

6.3.1 一般按 6.1.1.3,6.1.1.4 和 6.1.2.2 进行。对易飞溅的药剂或不易被点火丝直接点燃的药剂则按 6.1.1.2~6.1.1.5 进行。

6.3.2 称取被测药剂 1~2g,精确至 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 100~120MPa。

6.3.3 按 6.1.1.6~6.1.1.16 进行。

7 试验结果的处理

7.1 按式(9)计算被测药剂的爆热,按式(10)计算被测药剂的燃烧热:

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

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

当用棉线引燃时,按式(11)计算被测药剂的燃烧热:

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

(9)、(10)、(11)式中:

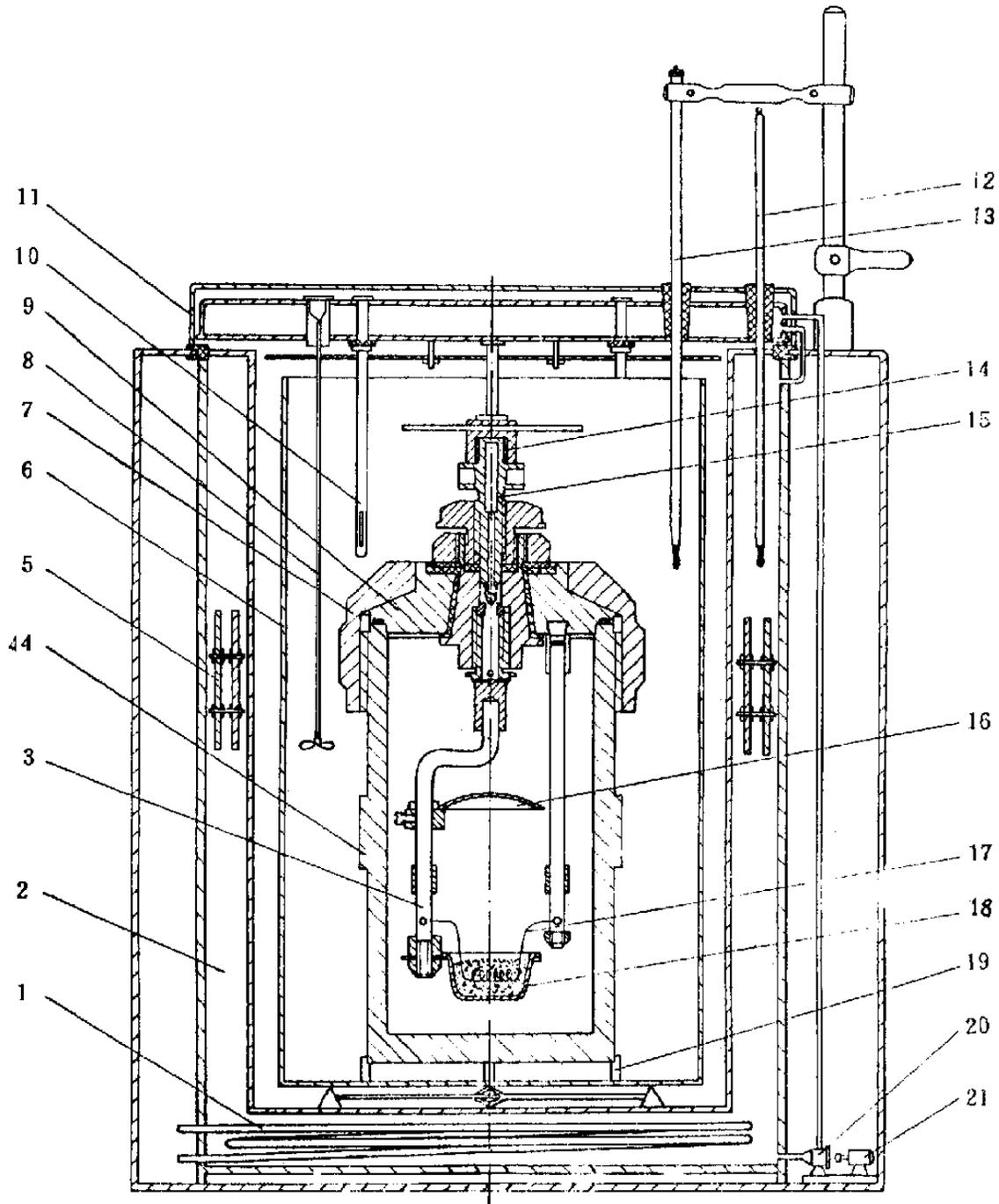
Q_b —被测药剂的爆热,J/g;

Q_r —被测药剂的燃烧热,J/g;

m —被测药剂的质量,g;

其余符号的意义和计算同 6.1.1.17 条。

7.2 每种被测药剂做两次试验,爆热的允许差不得超过 84J/g,燃烧热的允许差不得超过 63J/g。当两次结果之差小于允许差规定的范围时,取其算术平均值报出。当两次的结果之差大于允许差时则进行第三次试验,取其在允许差范围内的两次试验结果的算术平均值报出;若第三次试验的结果与前两次试验结果之差都超出允许差规定的范围,则试验作废;若第三次试验结果与前两次试验结果之差都在允许差规定的范围内,则取三次试验结果的算术平均值报出,所得结果以整数表示。



绝热量热计装置示意图

图中:

- | | |
|------------|----------|
| 1—冷却水盘管; | 2—绝热外套; |
| 3—电极杆; | 4—弹杯; |
| 5—加热电极; | 6—内筒; |
| 7—弹帽; | 8—搅拌器; |
| 9—弹盖; | 10—铂电阻; |
| 11—量热计顶盖; | 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。 | |

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所归口。

本标准由中国兵器工业第二一三研究所负责起草。

本标准主要起草人:崔劲青、范瑞玉、梁楷文。

计划项目代号:87083—6。