



中华人民共和国工业和信息化部 兵工民品计量技术规范

JJF（兵工民品） 0021—2023

烟火药爆发点测试仪校准规范

Calibration Specification of Pyrotechnic Composition Methyl-violet-tester

（报批稿）

20XX—XX—XX 发布

20XX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

烟火药爆发点测试仪 校准规范

JJF (兵工民品) 0021—2023

Calibration Specification of Pyrotechnic
Composition Methyl-violet-tester

归口单位：中国兵器工业标准化研究所

主要起草单位：中国兵器工业第二〇四研究所

参与起草单位：湖南省烟花爆竹产品质量检验中心

国防科技工业火炸药一级计量站

本规范技术条文委托起草单位负责解释

本规范主要起草人：

岳 璞（中国兵器工业第二〇四研究所）

朱玉平（湖南省烟花爆竹产品质量检验中心）

周 岚（中国兵器工业第二〇四研究所）

参加起草人：

何少蓉（国防科技工业火炸药一级计量站）

王景荣（中国兵器工业第二〇四研究所）

高 敏（中国兵器工业第二〇四研究所）

目 录

引言.....（Ⅱ）

1 范围.....（1）

2 引用文件.....（1）

3 术语和计量单位.....（1）

4 概述.....（1）

5 计量特性.....（2）

6 校准条件.....（2）

6.1 环境条件.....（2）

6.2 测量标准及其他设备.....（2）

7 校准项目和校准方法.....（3）

7.1 校准项目.....（3）

7.2 校准方法.....（3）

8 校准结果表达.....（6）

9 复校时间间隔.....（6）

附录 A 烟火药爆发点测试仪校准原始记录格式.....（7）

附录 B 校准证书内页格式.....（9）

附录 C 爆发点示值误差测量不确定度评定示例.....（10）

引 言

本规范依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》编写。

本规范为首次发布。

烟火药爆发点测试仪校准规范

1 范围

本规范适用于烟火药爆发点测试仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

JJG 229-2010 工业铂、铜热电阻检定规程

JJG 237-2018 秒表检定规程

JJG 617-1996 数字温度指示调节仪检定规程

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语

下列术语和定义适用于本规范。

3.1

烟火药爆发点 *pyrotechnic composition methyl-violet*

烟火药爆炸延滞期为 5 s 时的加热介质温度。

4 概述

4.1 原理

在一定试验条件下，对定量试样进行加热，经过一定的延滞期后，发生燃烧或爆炸，根据爆发延滞期与爆发温度的关系式，求出试样 5 s 爆发点延滞期温度。

4.2 结构

烟火药爆发点测试仪是由加热炉、加热介质、控温仪、测温仪、进样器和计时仪等组成，结构如图 1 所示。烟火药爆发点测试仪应带有包含延滞期爆发点温度测量范围、负载要求、工作电源等技术文件。

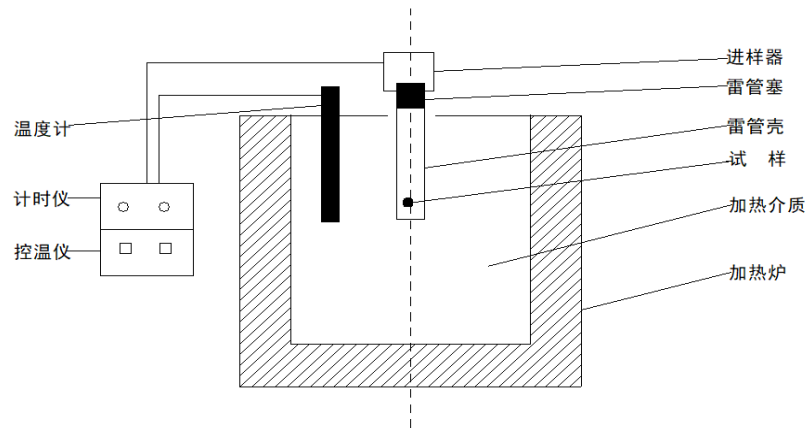


图1 烟火药爆发点测试仪结构图

5 计量特性

5.1 加热炉温度范围为 $70^{\circ}\text{C}\sim 400^{\circ}\text{C}$ 时,烟火药爆发点测试仪计量特性包含:

- a) 加热炉温度波动度: $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$;
- b) 控温仪分度值: 1.0°C ;
- c) 测温仪分度值: 1.0°C ;
- d) 计时仪分度值: 0.01 s ;
- e) 爆发点测量重复性: 不大于 0.10 s ;
- f) 爆发点示值误差: $\pm 4.5^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 加热炉温度范围为 $400^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ 时,烟火药爆发点测试仪计量特性包含:

- a) 加热炉温度波动度: $\pm 2.0^{\circ}\text{C}$;
- b) 控温仪分度值: 2.0°C ;
- c) 测温仪分度值: 2.0°C ;
- d) 计时仪分度值: 0.01 s ;
- e) 爆发点测量重复性: 不大于 0.10 s ;
- f) 爆发点示值误差: $\pm 8^{\circ}\text{C}$ 。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度: $15^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.2 相对湿度: 不大于 85% 。

6.1.3 仪器应置于通风橱中,周围无强电场或强磁场干扰,仪器接地良好。

6.2 测量标准及其它设备

6.2.1 爆发点标准物质

标准物质爆发点在 $230^{\circ}\text{C}\sim 260^{\circ}\text{C}$ 之间, 测量不确定度不大于 2.5°C ($k=2$)。

6.2.2 温度仪表

测量范围为 $50^{\circ}\text{C}\sim 400^{\circ}\text{C}$, 分度值为 0.2°C ; 测量范围为 $400^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$, 分度值为 1.0°C 。

6.2.3 天平

最大称量不少于 50 mg , 分度值为 0.0001 g 。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目包含:

- a) 加热炉温度波动度;
- b) 控温仪分度值;
- c) 测温仪分度值;
- d) 计时仪分度值;
- e) 爆发点测量重复性;
- f) 爆发点示值误差。

7.2 校准方法

7.2.1 控温仪分度值

按 JJG 229-2010 和 JJG 617-1996 进行检定/校准, 应有在有效期内的检定/校准证书, 符合 5.1 b) 和 5.2 b) 的规定。

7.2.2 测温仪分度值

按 JJG 229-2010 和 JJG 617-1996 进行检定/校准, 应有在有效期内的检定/校准证书, 符合 5.1 c) 和 5.2 c) 的规定。

7.2.3 计时仪分度值

按 JJG 237-2018 进行检定/校准, 应有在有效期内的检定/校准证书, 符合 5.1 d) 和 5.2 d) 的规定。

7.2.4 加热炉温度波动度

7.2.4.1 加热炉最高试验温度 400°C

校准步骤如下:

接通电源, 加热炉升温至 240°C , 将温度仪表插入加热炉中, 插入深度与雷管壳的插入深度一致 $30\text{ mm}\pm 1\text{ mm}$, 待温度计读数稳定后, 每 1 min 读数一次, 持续 6 min , 并记录在烟火药爆发点测试仪校准原始记录表中, 其格式见附录 A。

7.2.4.2 当加热炉最高试验温度 600°C

校准步骤如下:

a) 接通电源, 加热炉升温至 240℃; 将温度仪表插入加热炉中, 插入深度与雷管壳的插入深度一致 30 mm±1 mm, 待温度计读数稳定后, 每 1 min 读数一次, 持续 6 min; 并记录在烟火药爆发点测试仪校准原始记录表中, 其格式见附录 A。

b) 再将加热炉升温至 410℃; 将温度仪表插入加热炉中, 插入深度与雷管壳的插入深度一致 30 mm±1 mm, 待温度计读数稳定后, 每 1 min 读数一次, 持续 6 min; 并记录在烟火药爆发点测试仪校准原始记录表中, 其格式见附录 A。

7.2.4.3 按公式 (1) 计算温度波动度。

$$\Delta T = \pm \frac{T_{\max} - T_{\min}}{2} \quad (1)$$

式中:

ΔT ——温度波动度, °C;

T_{\max} ——温度最大值, °C;

T_{\min} ——温度最小值, °C。

7.2.5 爆发点示值误差

校准方法如下:

a) 称取 30 mg 爆发点标准物质, 精确至 0.1 mg, 放入雷管壳内;

b) 烟火药爆发点测试仪开机, 设置加热炉温度为爆发点标准物质认定温度值, 待温度稳定后, 将雷管壳放入加热炉内;

c) 测量该温度下爆发点标准物质的延滞期并记录, 平行做五发;

d) 以标准物质爆发点认定值为中心进行三至四个温度点 (认定值-10℃、-5℃、+5℃、+10℃) 的试验, 每个温度点平行做五发, 记录烟火药爆发点测试仪测量爆发点标准物质的延滞期;

e) 根据热爆炸动力学方程 (2) 式得到 (3) 式, 把校准数据代入公式 (3) 回归计算出 $\ln C$ (常数) 和 E/R (标准物质的表观活化能/摩尔气体常数), 再把 $\ln C$ 值和 E/R 值代入爆发点计算公式 (4) 计算出标准物质爆发点测量值 T_A , 最后由公式 (5) 计算出示值误差, 把计算结果记录在烟火药爆发点测试仪校准原始记录表中, 其格式见附录 A。

$$t = ce^{E/RT} \quad (2)$$

$$\ln t = \ln C + E/RT \quad (3)$$

$$T_A = \frac{E}{(\ln 5 - \ln c)R} - 273 \quad (4)$$

$$\Delta x = T_A - T_B \quad (5)$$

式中:

Δx ——示值误差, °C;
 T_A ——测量值 (计算值), °C;
 T_B ——标准物质爆发点认定值, °C;
 t ——延滞期, s;
 C ——与标准物质成分有关的常数;
 E ——标准物质的表观活化能, J/mol;
 R ——摩尔气体常数, 8.314 J/(mol·K);
 T ——加热介质温度, K。

7.2.6 爆发点测量重复性

校准方法如下:

- a) 称取 30 mg 爆发点标准物质, 精确至 0.1 mg, 放入雷管壳内;
- b) 烟火药爆发点测试仪开机, 设置加热炉温度为爆发点标准物质认定温度值, 待温度稳定后, 将雷管壳放入加热炉内;
- c) 测量该温度下标准物质爆发点延滞期并记录, 平行做六发;
- d) 按公式 (6) 计算爆发点测量重复性。

$$s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (6)$$

式中:

$s(\bar{x})$ ——重复性, s;
 x_i ——第 i 次测量值, s;
 \bar{x} —— n 个测量值的算术平均值, s;
 n ——测量次数, $n=6$ 。

8 校准结果表达

校准结束后出具校准证书, 推荐校准证书内页格式见附录 B。校准证书应准确、客观的报告校准结果。校准结果用校准数据的形式给出, 并根据 JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示给出测量不确定度, 不确定度评定实例见附录 C。校准证书至少包含以下信息:

- a) 标题, 如“校准证书”或“校准报告”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点 (如果与实验室的地址不同);
- d) 证书或报告的唯一性标识 (如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 客户的名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;

g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；

h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；

i) 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；

j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；

k) 校准环境的描述；

l) 校准结果及其测量不确定度的说明；

m) 对校准规范的偏离的说明；

n) 校准证书或校准报告签发人的签名，以及签发日期；

o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；

p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素所决定，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，建议不超过 24 个月。

附录 A

烟火药爆发点测试仪校准原始记录格式

证书编号原始记录编号

送校单位名称:					
制造厂:	仪器型号:		仪器编号:		
校准依据:	校准员:		核验员:		
校准日期:	校准地点:				
校准用主要计量标准器和标准物质:					
主要计量标准器名称	编号	测量范围(或 认定值)	分度值	最大允许误差或 扩展不确定度	有效期
爆发点标准物质					
标准温度计					
电子天平					

1 爆发点示值误差

表 A.1 爆发点示值误差

温度/℃ 时间/s					
t_1					
t_2					
t_3					
t_4					
t_5					
测量值 $T_A/^\circ\text{C}$					
标准物质爆发点 认定值 $T_B/^\circ\text{C}$					
示值误差					
扩展不确定度 U ($k=2$)					

2 加热炉温度波动性

表 A.2 240℃时加热炉温度波动度

时间/min	1	2	3	4	5	6
温度/℃						
最高温度/℃						
最低温度/℃						
温度波动度/℃						

表 A.3 410℃时加热炉温度波动度

时间/min	1	2	3	4	5	6
温度/℃						
最高温度/℃						
最低温度/℃						
温度波动度/℃						

3 爆发点测量重复性

表 A.4 爆发点测量重复性

试验次数	延滞期/s	重复性/s
1		
2		
3		
4		
5		
6		

附录 B

校准证书内页格式

1 爆发点示值误差

表 B.1 爆发点示值误差

标准物质爆发点认定值/℃	测量值/℃	爆发点示值误差/℃	扩展不确定度/℃ ($k=2$)

2 加热炉温度波动度

3 爆发点测量重复性

附录 C

爆发点示值误差测量不确定度评定示例

C.1 建立数学模型

数学模型见公式 (C.1) ~ (C.4)。

$$\Delta x = T_A - T_B \quad (\text{C.1})$$

$$t = ce^{E/RT} \quad (\text{C.2})$$

$$\ln t = \ln C + E/RT \quad (\text{C.3})$$

$$T_A = \frac{E}{(\ln 5 - \ln c)R} - 273 \quad (\text{C.4})$$

式中:

Δx ——爆发点示值误差, °C;

T_A ——测量值 (计算值), °C;

T_B ——爆发点标准物质的认定值, °C;

t ——延滞期, s;

C ——与标准物质成分有关的常数;

E ——标准物质的表观活化能, J/mol;

R ——摩尔气体常数, 8.314 J/(mol·K);

T ——加热介质温度, K。

C.2 标准不确定度来源

标准不确定度分量来源见表 C.1。

表 C.1 标准不确定度分量来源

标准不确定度分量	分量来源
u_1	计时准确性引入的标准不确定度分量 u_t
	温度测量引入的标准不确定度 u_T
	延滞期线性回归计算引入的标准不确定度 u_j
u_2	标准物质引入的标准不确定度分量 u_{b1}
	标准物质称量引入的标准不确定度分量 u_{b2}

C.3 标准不确定度评定

C.3.1 计时准确性引入的标准不确定度 u_t a) 测量重复性引入的不确定度 u_{A1}

爆发点测试仪升温至 246℃，用爆发点标准物质重复测量 6 次，记录仪器所测量标准物质的爆发点延滞期，所得测量数据如下 (s)：4.67、4.78、4.98、4.77、4.77、4.67，计算得到平均值为 4.77 s。校准结果采用重复测量六次的算术平均值为：

$$s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} = 0.10\text{s}$$

则由测量重复性引入的标准不确定度为：

$$u_{A1} = 0.05\text{s}$$

b) 计时器示值误差引入的标准不确定度 u_{t1}

烟火药爆发点测试仪爆发温度数据的采集频率是 0.01 s，示值分辨率（按均匀分布）引入的标准不确定度 u_{t1} 为：

$$u_{t1} = \frac{0.01}{\sqrt{3}} = 0.006\text{s}$$

c) 计时器校准误差引入的标准不确定度 u_{t2}

电子计时器在 20s 之内的校准误差为 $\pm 0.002\text{s}$ ，按均匀分布计算，其标准不确定度为：

$$u_{t2} = \frac{0.002}{\sqrt{3}} = 0.0012\text{s}$$

d) 动作误差引入的标准不确定度 u_{t3}

校准过程中，试样进样自动进行，通过自动计量装置接通和断开电子计时器进行计时，因此动作误差可忽略不计。

由于以上不确定分量各不相关，计时准确性引入的标准不确定度 u_t 为：

$$u_t = \sqrt{u_{A1}^2 + u_{t1}^2 + u_{t2}^2} = \sqrt{0.05^2 + 0.0012^2 + 0.006^2} = 0.06\text{s}$$

C.3.2 温度测量引入的标准不确定度 u_T

爆发点测试仪温度引入的不确定度 u_T 由温度显示示值引入的不确定度分量 u_{T1} 、温度校准引入的不确定度分量 u_{T2} 、温度偏移（波动度）引入的不确定度分量 u_{T3} 和温场均匀性引入的不确定度分量 u_{T4} 组成。

a) 温度显示示值引入的不确定度 u_{T1}

0℃～400℃温度显示示值允许误差为 $\pm 1^\circ\text{C}$ ，假设允许误差范围内的概率分布为均匀分布，则温度显示示值引入的不确定度为：

$$(240^\circ\text{C}) u_{T1} = \frac{1}{\sqrt{3}} = 0.58^\circ\text{C}$$

b) 温度校准引入的不确定度 u_{T2}

由温度计校准证书得知, $0^{\circ}\text{C} \sim 400^{\circ}\text{C}$ 时, $U=0.20^{\circ}\text{C}$, 则温度校准引入的不确定度为:

$$u_{T2} = \frac{0.20^{\circ}\text{C}}{2} = 0.10^{\circ}\text{C}$$

c) 温度偏移 (波动度) 引入的不确定度 u_{T3}

波动可以衡量温度控制达到稳定后在测量周期内的温度偏移。由温度测量重复性 u_{Tc} 和波动引入的温度测量不确定度 u_{Tb} 组成, 240°C 时进行了重复性测温, 以校准温度波动度, 校准数据见表 C.2, 则温度测量重复性所引入的不确定度分量 u_{Tc} 为:

$$u_{Tc} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} = 0.35^{\circ}\text{C}$$

表 C.2 240°C 时加热浴温度波动度的校准

时间, min	1	2	3	4	5	6
温度, $^{\circ}\text{C}$	240.8	240.8	239.0	240.9	239.6	239.3
最高温度, $^{\circ}\text{C}$	240.9					
最低温度, $^{\circ}\text{C}$	239.0					
测温重复性, $^{\circ}\text{C}$	0.35					
波动度, $^{\circ}\text{C}$	0.95					

波动引入的温度测量不确定度 u_{Tb} 组成符合均匀分布, 代入校准数据表 C.2 的数据则可得到仪器在 240°C 时的波动度, 计算得到温度波动引入的不确定度为:

$$u_{Tb} = \frac{T_{\max} - T_{\min}}{\sqrt{3}} = \frac{240.9^{\circ}\text{C} - 239.0^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 1.10^{\circ}\text{C}$$

则温度偏移 (波动度) 引入的不确定度为:

$$u_{T3} = \sqrt{u_{Tc}^2 + u_{Tb}^2} = 1.16^{\circ}\text{C}$$

d) 温场均匀性引入的不确定度 u_{T4}

由于测试仪采用全自动进样, 因此, 专用反应器插入加热炉的位置是经过准确定位的。测温铂电阻测温点与专用反应器样品放置位置在同一浸入深度并排放置 (相距约 5 mm)。因此在测温点径向的均匀性可以忽略不计, 测温点 5 mm 区域的温差最大估计为 $\pm 0.10^{\circ}\text{C}$, 轴向均匀性引入的不确定度为:

$$u_{T4} = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.06^{\circ}\text{C}$$

由于以上不确定分量各不相关, 故 240°C 时温度测量引入的标准不确定度为:

$$u_T = \sqrt{u_{T1}^2 + u_{T2}^2 + u_{T3}^2 + u_{T4}^2} = 1.30^{\circ}\text{C}$$

C.3.3 延滞期线性回归计算引入的标准不确定度分量 u_j

爆发点是根据一系列恒温下的爆发延滞期和相应爆发温度通过数学关系式 (C.2)

或(C.3)计算出来的,由此引入的不确定度为 u_j 。设 $y = \ln t$, $x = 1/T$, $a = \ln c$, $b = E/R$, 则公式(C.3)可转化为 $y = a + bx$, 则

$$T = \frac{b}{\ln \tau - a}$$

灵敏系数:

$$c_t = -\frac{b}{\tau(\ln \tau - a)^2}$$

$$a = \frac{(\sum y_i)(\sum x_i^2) - (\sum x_i y_i)(\sum x_i)}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} = 17.407;$$

$$b = \frac{n \sum x_i y_i - (\sum y_i)(\sum x_i)}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} = 9870.216;$$

$$r = \frac{\sum x_i}{\sqrt{n \sum x_i^2}} = 0.9926;$$

则数学模型为:

$$y = -17.407 + 9870.216x$$

$$s^2 = \frac{\sum (y_i - y_{\text{计算}i})^2}{n-2} = 0.07$$

计算引入的不确定度为:

$$u_j = 0.27^\circ\text{C}$$

数学模型变为:

$$T = \frac{9870.216}{\ln \tau + 17.404}$$

则灵敏系数:

$$c_t = -\frac{b}{\tau(\ln \tau - a)^2} = -\frac{9870.2156}{5(\ln 5 + 17.407)^2} = -5.46$$

C.3.4 标准不确定度 u_1

表 C.2 标准不确定度

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度 u_{xi}	灵敏系数 c_i	$ c_i /u_{xi}$
u_t	计时准确性	0.06	-5.46	0.33
u_T	温度测量	1.3	1	1.3
u_j	延滞期线性回归计算	0.27	1	0.27

由于以上不确定分量各不相关,则标准不确定度 u_1 为:

$$u_1 = \sqrt{u_t^2 + u_T^2 + u_j^2} = 1.40^\circ\text{C}$$

C.3.5 标准物质证书引入的标准不确定度分量 u_{b1}

根据标准物质证书, $U=2.5^{\circ}\text{C}$, $k=2$, 则标准物质认定值引入不确定度为:

$$u_{b1}=1.25^{\circ}\text{C}。$$

C.3.6 标准物质称量引入的标准不确定度分量 u_{b2}

由于称量所用天平精度高, 标准物质称量引入的不确定度分量 u_{b2} 可以忽略不计。

C.3.7 标准物质引入的不确定度 u_2

$$u_2=1.25^{\circ}\text{C}$$

C.4 合成标准不确定度 u_c

各项标准不确定度相互独立, 则合成标准不确定度为:

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 1.9^{\circ}\text{C}$$

C.5 扩展不确定度 U

取 $k=2$, 则扩展不确定度为:

$$U=3.8^{\circ}\text{C} \quad (k=2)$$

中华人民共和国工业和信息化部
兵工民品计量技术规范
烟火药爆发点测试仪校准规范

JJF（兵工民品）0021—2023

版权所有 不得翻印