



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） 0034—2024

硝化棉发火点测试仪校准规范

Calibration Specification for Nitrocellulose Ignition
Temperature Measuring Device

（报批稿）

××××—××—××发布

××××—××—××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

硝化棉发火点测试仪 校准规范

Calibration Specification for Nitrocellulose
Ignition Temperature Measuring Device

JJF（兵工民品） 0034—2024

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：西安近代化学研究所

西安科技大学

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）

李子阳（中国兵器工业第二〇四研究所）

周 岚（中国兵器工业第二〇四研究所）

参加起草人：

栾洁玉（西安近代化学研究所）

高 敏（西安近代化学研究所）

何少蓉（西安近代化学研究所）

杨 漪（西安科技大学）

任晓宁（西安近代化学研究所）

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.....（2）

7.1 校准项目.....（2）

7.2 校准方法.....（3）

8 校准结果表达.....（4）

9 复校时间间隔.....（5）

附录 A 原始记录格式.....（6）

附录 B 校准证书内页格式.....（8）

附录 C 测量不确定度评定示例.....（9）

引 言

本规范依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》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。

硝化棉发火点测试仪校准规范

1 范围

本规范适用于硝化棉发火点测试仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1001-2011 通用计量术语及定义

JJG 229-2010 工业铂、铜热电阻检定规程

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）适用本规范。

3 术语和计量单位

JJF 1001-2011界定的及以下术语和定义适用于本规范。

3.1

硝化棉发火点测试仪 nitrocellulose ignition temperature measuring device
用于测试硝化棉发火点的仪器或装置。

3.2

升温速率非线性误差 temperature rise rate nonlinearity
加热炉升温速率的测量结果偏离实际升温速率的相对值。

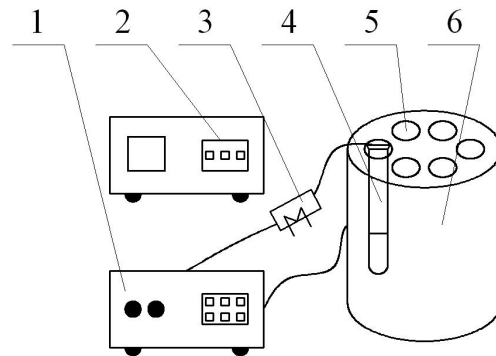
4 概述

4.1 原理

将定量试样置于专用试管内，在规定的升温速度下加热，测定试样发生燃烧或爆炸时加热介质的温度，以其表示试样的发火点。

4.2 结构

硝化棉发火点测试仪由专用试管、加热器、控温仪和计时仪等组成。仪器的结构如图 1 所示。



1—控温仪（包括 3—测温传感器）；2—计时仪；4—专用试管；5—加热孔；6—加热器

图1 硝化棉发火点测试仪的结构图

5 计量特性

加热器温度工作范围为 $30^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ 时，硝化棉发火点测试仪计量特性包含：

- a) 控温仪分度值： 0.1°C ；
- b) 加热器温场均匀性： $\leq 1.0^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 加热器升温速率非线性误差： $\leq 3\%$ ($4^{\circ}\text{C}/\text{min}$)；
- d) 计时仪分度值：量程大于 35min ，分度值 $\leq 1.0\text{ s}$ ；
- e) 发火点测量重复性： $\leq 1.0^{\circ}\text{C}$ ；
- f) 发火点示值误差： $\leq \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6 校准条件

6.1 环境条件

仪器周围无强电场或强磁场干扰，仪器接地良好。

6.2 标准器及其他设备

校准用设备应经过计量技术机构检定或校准，满足校准使用要求，并在有效期内。

6.2.1 发火点标准物质

标准物质发火点温度在 $155^{\circ}\text{C}\sim 185^{\circ}\text{C}$ 之间，测量不确定度优于 2.0°C ($k=2$)。

6.2.2 标准测温仪表

测量范围 $0^{\circ}\text{C}\sim 250^{\circ}\text{C}$ ，分度值 0.1°C ；

6.2.3 电子天平

最大称量不少于 500 mg ，分度值 0.1 mg 。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目包含：

- a) 测温仪分度值；
- b) 加热器温场均匀性；
- c) 加热器升温速率非线性误差；
- d) 发火点测量重复性；
- e) 发火点示值误差。

7.2 校准方法

7.2.1 测温仪分度值

按 JJG 229 工业铂、铜热电阻检定规程、JJG 617 数字温度指示调节仪检定规程进行检定 / 校准，具有检定 / 校准证书，需在有效期内，应符合 5.1 的规定。

7.2.2 加热器温度均匀性

接通电源，打开控温仪，设定起始温度 100.0℃。将两支经校准合格的测温仪传感器（或温度计）插入两个加热孔底，传感器与加热孔口的空隙用脱脂棉堵上，待温度恒定 5 min 后开始读数，1 min 读数 1 次并记录，连续 8 min；记录表格式见附录 A。计算同一时间两支温度计测量值最大差值。

7.2.3 加热器升温速率非线性误差

加热器恒温至 100.0℃，将一支标准测温仪任意插入加热器的一个加热孔底部，测温仪与加热孔口的空隙用脱脂棉堵上，设定升温速率为 4.0℃/min，3 min 后开始程序加热，3 min 后开始记录试验温度，每 1 min 读数 1 次并记录，持续 25 min。记录表格式见附录 A。按公式（1）计算升温速率非线性最大误差。

$$\text{非线性最大误差 } S_s = \frac{|\text{Max}(y_i - y_{i0})|}{x_{\text{Max}} - x_{\text{Min}}} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

s_s ——整个升温过程升温速率非线性最大误差；

y_i ——第 i 分钟加热器实测温度，℃；

y_{i0} ——第 i 分钟加热器理论温度，℃；

$\text{Max}(y_i - y_{i0})$ ——第 i 分钟发火点测试仪加热器实测温度与理论温度的最大差值，℃；

x_{Max} ——加热器实测最高温度，℃；

x_{Min} ——加热器实测最低温度，℃；

7.2.4 发火点示值误差和测量重复性

7.2.4.1 加热器恒温至 100℃。用天平称量发火点标准物质 200.0mg±10mg，装入一支发火点专用试管；同样用天平称量发火点标准物质 200.0mg±10mg，装入另一支发火点专用试管。

7.2.4.2 将两支装有定量发火点标准物质的发火点专用试管插入加热器加热孔中, 设定升温速率为 $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 3min 后, 开始程序升温, 分别记录两支发火点专用试管中标准物质爆燃时的温度, 以爆燃时温度最低的一个数值为试样的发火点温度值。

7.2.4.3 待温度降至 100°C , 恒温, 重复 7.2.4.1~7.2.4.2, 试验 5 次, 取测量平均值为发火点示值, 发火点示值与发火点标准物质认定值的差值为发火点示值误差。按公式 (2) 计算示值误差。按公式 (3) 计算测量重复性。

$$\Delta x = T_A - T_B \quad (2)$$

式中:

Δx ——仪器的示值误差, $^{\circ}\text{C}$;

T_A ——测量值 (六次测量平均值), $^{\circ}\text{C}$;

T_B ——标准物质的认定值, $^{\circ}\text{C}$ 。

$$s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (3)$$

式中:

$s(\bar{x})$ ——测量重复性, $^{\circ}\text{C}$;

x_i ——第 i 次测量值, $^{\circ}\text{C}$;

\bar{x} —— n 个测量值的算术平均值, $^{\circ}\text{C}$;

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:

- 标题, 如“校准证书”或“校准报告”;
- 实验室名称和地址;
- 进行校准的地点 (如果与实验室的地址不同);
- 证书或报告的唯一性标识 (如编号), 每页及总页数的标识;
- 客户的名称和地址;
- 被校对象的描述和明确标识;
- 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;
- 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;
- 对校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- 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

复校时间间隔由用户根据使用情况自行确定，建议不超过2年。

附录 A

硝化棉发火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：				
制造单位：		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：				
发火点标准物质	标准物质	认定值/℃	不确定度/℃	有效期

1 示值误差及测量重复性

表 1 示值误差的校准（升温速率 4℃/min）

测量次数	发火温度/℃		发火点/℃
	管 1	管 2	
1			
2			
3			
4			
5			
6			
测量重复性			
测量发火点平均值 T/℃			
标准物质认定值/℃			
示值误差/℃			
扩展不确定度 U ($k=2$)			

2 加热器温度均匀性

表 2 100℃时加热器均匀性

时间/min	1		2		3		4		5		6		7		8	
孔号	孔1	孔2	孔1	孔2	孔1	孔2	孔1	孔2	孔1	孔2	孔1	孔2	孔1	孔2	孔1	孔2
温度/℃																
温差/℃																
最大温差/℃																
均匀性/℃																

3 加热器升温速率非线性误差

表 3 加热器升温速率非线性误差

初始温度/℃	100.0		最终温度/℃		
升温时间	加热器温度/℃	加热器理论温度/℃	升温时间	加热器温度/℃	加热器理论温度/℃
1 min		104.0	14 min		156.0
2 min		108.0	15 min		160.0
3 min		112.0	16 min		164.0
4 min		116.0	17 min		168.0
5 min		120.0	18 min		172.0
6 min		124.0	19 min		176.0
7 min		128.0	20 min		180.0
8 min		132.0	21 min		184.0
9 min		136.0	22 min		188.0
10 min		140.0	23 min		192.0
11 min		144.0	24 min		196.0
12 min		148.0	25 min		200.0
13 min		152.0			
加热器最低温度/℃			加热器最高温度/℃		
非线性误差最大值 s_s	%				
可接受结果	≤3%				
结论	1、符合（ ） 2、不符合（ ）				

附录 B

校准证书内页格式

1 示值误差

表 1 示值误差

标准物质认定值/℃	仪器测量值/℃	示值误差/℃	扩展不确定度/℃ ($k=2$)

2 加热器温场均匀性

3 加热器升温速率非线性最大误差

4 测量重复性

附录 C

测量不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 计量标准

采用发火点温度认定值为 167℃的发火点标准物质 2/1 樟，不确定度 $U=2^{\circ}\text{C}$ ($k=2$)。

C.1.2 测量方法

按本规范 7.2.4 进行示值误差的校准。

C.1.3 评定结果的使用

在符合上述条件下的测量结果，一般可直接使用本不确定度的评定结果。

C.2 测量模型及不确定度计算公式

C.2.1 建立测量模型

按照式 (C.1) 计算示值误差。

$$\Delta x = T_A - T_B \tag{C.1}$$

式中：

Δx ——仪器的示值误差，℃；

T_A ——测量值，℃；

T_B ——标准物质的认定值，℃；

C.2.2 不确定度传播率

测量量 u_A 与认定值 u_B 彼此不相关，则 $u_c^2 = u_A^2 + u_B^2$

C.3 标准不确定度分析与评定

标准不确定度分量来源及其描述见表 C.1。

表 C.1 标准不确定度分量来源及其描述

标准不确定度分量	不确定度来源	分量描述
u_A	发火点测试仪引入的不确定度	测量重复性所引入的不确定度分量 u_{t1}
		动作误差带来的不确定度 u_{t2}
		传感器响应时间带来的不确定度 u_{t3}
		试管入炉引起温度波动引入的不确定度 u_{t4}
		发火点温度测量引入的不确定度 u_{t5}

表 C.1（续）

标准不确定度分量	不确定度来源	分量描述
u_B	测量点的标准值引入的不确定度	标准物质的认定值引入的不确定度分量 u_{B1}
		标准物质称量引入的不确定度分量 u_{B2}

该仪器示值误差的不确定度来源主要有测试仪测试所引入的不确定度分量 u_A 和标准物质引入不确定度 u_B 。

C.3.1 发火点测试仪测试引入的不确定度 u_A

发火点测试仪测试引入的不确定度由测量重复性所引入的不确定度分量 u_{t1} 、动作误差带来的标准不确定度 u_{t2} 、传感器响应时间带来的不确定度 u_{t3} 、试管入炉引起温度波动引入的不确定度 u_{t4} 、发火点温度测量引入的标准不确定度 u_{t5} 5 个分量组成。

a) 测量重复性所引入的不确定度分量 u_{t1}

测量重复性引入的不确定度分量 u_{t1} ，可以通过连续测量得到，测量重复性引入的标准不确定度采用 A 类方法进行评定。

使 XK-1 型发火点测试仪升温至 100℃，用发火点标准物质重复测量 6 次，每次平行测量 2 个，记录仪器所测量标准物质的发火点温度，以发火温度低的为标准物质的发火点温度，所得测量数据见表 C.2，校准结果采用重复测量 6 次的算术平均值，由测量重复性引入的标准不确定度：平均值实验标准偏差及测量重复性所引入的不确定度分量 u_{t1} 按公式（C.2）计算。

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

式中：

$s(\bar{x})$ ——平均值实验标准偏差，℃；

x_i ——第 i 次测量值，℃；

\bar{x} —— n 个测量值的算术平均值，℃；

n ——测量次数。

计算得 $s(x)=0.31^\circ\text{C}$ ，即 $u_{t1}=s(\bar{x})=0.31^\circ\text{C}$

b) 动作误差带来的不确定度 u_{t2}

校准过程中，发火点试验在温度恒定后，需要把专用试管放入加热器（器），再启动计算机的程序升温系统，人员操作时的动作误差带来的温度差为 0.2℃，则其引入的不确定度估计为：

$$u_{t2}=0.2/\sqrt{3}=0.115^\circ\text{C}$$

c) 传感器响应时间带来的不确定度 u_{t3}

发火点测试装置使用了一种光电传感器, 其响应时间为 0.1ms, 则其引入的不确定度可以忽略不计。

d) 试管入炉引起温度波动引入的不确定度 u_{t4}

试管入炉时, 加热炉温度波动为 0.2℃, 则温度波动引入的不确定度为:

$$u_{t4} = 0.2/\sqrt{3} = 0.115^\circ\text{C}$$

e) 硝化棉发火点温度测量引入的不确定度 u_{t5}

硝化棉发火点测试仪温度测量引入的不确定度 u_{t5} 分别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} 、升温速率引入的不确定度分量 u_{t3} 组成。

①温度显示示值引入的不确定度 u_{t1}

0℃~200℃温度显示示值允许误差为±0.1℃, 假设允许误差范围内的概率分布为均匀分布, 则

$$u_{t1} = 0.1/\sqrt{3} = 0.058^\circ\text{C}$$

②温度校准引入的不确定度 u_{t2}

由温度计校准证书得知, 校准点 100℃、150℃、200℃, 校准结果扩展不确定度 $U=0.20^\circ\text{C}$, ($k=2$), 温度校准结果的扩展不确定度为:

$$u_{t2} = 0.20/2 = 0.10^\circ\text{C}$$

③升温速率引入的不确定度 u_{t3}

在升温过程中, 由于加热器体的热容量较大, 升温初期加热器会发生延迟升温的现象。升温速率愈高, 延迟带来的误差愈大。以 4℃/min 升温时最大误差估计在±2.4℃, 按照均匀分布, 迟滞效应带来的不确定度为:

$$u_{t3} = 2.4/\sqrt{3} = 1.386^\circ\text{C}$$

由于以上不确定分量各不相关, 硝化棉发火点温度测量引入的不确定度 u_{t5} 为:

$$u_{t5} = \sqrt{u_{t1}^2 + u_{t2}^2 + u_{t3}^2} = 1.39^\circ\text{C}$$

用标准物质校准仪器得到的一组发火点数据, 见表 C.2。

表 C.2 一组发火点测试仪校准数据

测量次数	发火温度/℃		发火点/℃
	管 1	管 2	
1	166	167	166
2	165	167	165
3	166	167	166
4	165	166	165
5	167	168	167
6	166	167	166
测量发火点平均值 T/℃	166		
标准物质认定值/℃	167		
示值误差/℃	-1		
扩展不确定度 $U/^\circ\text{C}$ ($k=2$)	3.6		

表 C.3 发火点测试仪测试引入的不确定度

标准不确定度分量 u_{xi}	不确定度来源	标准不确定度 $u_{xi}/^\circ\text{C}$
u_{t1}	测量重复性	0.31
u_{t2}	俩支试管入炉时间差引入	0.115
u_{t3}	传感器响应时间引入	0
u_{t4}	试管入炉温度波动引入	0.115
u_{t5}	温度测量	1.39

由于以上不确定分量各不相关，故发火点测试仪测试引入的不确定度 u_A 为：

$$U_A = \sqrt{u_{t1}^2 + u_{t2}^2 + u_{t3}^2 + u_{t4}^2 + u_{t5}^2} = 1.44^\circ\text{C}$$

C.3.2 标准物质引入的不确定度 u_B

a) 标准物质的认定值引入的不确定度分量 u_{B1} ：

根据标准物质证书，其 $U=2.0^\circ\text{C}$ ， $k=2$ ，则标准物质认定值引入不确定度 $u_{B1}=1.0^\circ\text{C}$

b) 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。
故标准物质称量引入不确定度 u_{B2} 为： $u_{B2}=0^\circ\text{C}$

由于以上不确定分量各不相关，故由标准物质引入的不确定度 u_B 为：

$$u_B = \sqrt{u_{B1}^2 + u_{B2}^2} = 1.0^\circ\text{C}$$

C.4 合成标准不确定度

不确定度分量汇总见表 C.4。

表 C.4 不确定度分量来源及其描述

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度
u_A	发火点测试仪引入的不确定度	1.44℃
u_B	标准物质引入的不确定度	1.0℃

由于以上不确定分量各不相关，故合成不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} = 1.75^{\circ}\text{C}$$

C.5 扩展标准不确定度

取 $k=2$ ，扩展标准不确定度：

$$U = k u_c = 3.6^{\circ}\text{C}$$

中华人民共和国工业和信息化部

兵工民品计量技术规范

硝化棉发火点测试仪校准规范

JJF（兵工民品）0034—2024

版权所有 不得翻印