

Взрывчатые вещества промышленные

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯIndustrial explosives.
Methods for determination
of aluminium contentГОСТ
14839.10-69*Взамен
ГОСТ 9073-64
в части пп. 39; 41

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 14 июля 1969 г. № 800 срок введения установлен
с 01.01.70

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на промышленные взрывчатые вещества, выпускаемые по стандартам и техническим условиям, и устанавливает методы определения содержания алюминия:

1 — комплексонометрический метод, основанный на образовании комплекса иона алюминия с трилоном Б, с последующим титрованием избытка раствора трилена Б раствором железо-аммонийных квасцов;

2 — весовой метод, основанный на растворении алюминия в соляной кислоте и определении его содержания по потере в навеске взрывчатого вещества.

1. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (АРБИТРАЖНЫЙ)

1.1. Реактивы, растворы, приборы и посуда

1.1.1. Для проведения испытаний должны применяться следующие реактивы, растворы, приборы и посуда:
натрий уксуснокислый по ГОСТ 199-78;
кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор 1:1;
аммиак водный по ГОСТ 3760-79; 5%-ный раствор;
кислота серная по ГОСТ 4204-77;
натрий сульфосалициловокислый, 10%-ный раствор;
кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61-75;

трилон Б (двунаатриевая соль этилендиаминететрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,1 н. раствор;

эфир этиловый, сухой, перегнанный;

бумага индикаторная универсальная;

раствор ацетатный буферный, полученный способом, приведенным в приложении 1 к настоящему стандарту;

квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, 0,1 н. раствор, полученный способом, приведенным в приложении 2 к настоящему стандарту;

колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500, 1000 и 2000 мл;

колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 мл; пипетки по ГОСТ 20292—74;

электроплитка с закрытым обогревом;

баня водяная;

термометры со шкалой от +50 до +150 °С по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2823—73;

весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2 Отбор проб

1.2.1. Пробы для испытаний отбирают по ГОСТ 14839.0—79.

1.3. Проведение испытания

1.3.1. Перед испытанием пробу взрывчатого вещества, не содержащую нитроэфиры, тщательно измельчают.

Измельчение пробы гранулитов производят по ГОСТ 14839.0—79.

1.3.2. 2,0—4,0 г взрывчатого вещества, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл и растворяют при нагревании на водяной бане при температуре 80—90 °С в 60 мл раствора соляной кислоты.

При определении содержания алюминия во взрывчатых веществах, содержащих нитроэфиры, последние отмывают этиловым эфиром.

Объем в колбе доводят до метки водой. 50 мл полученного и предварительно отфильтрованного раствора помещают с помощью пипетки в коническую колбу и добавляют 20 мл раствора трилана Б. Содержимое колбы нагревают до кипения и нейтрализуют по каплям раствором аммиака до нейтральной реакции по индикаторной универсальной бумаге. К приготовленному раствору прибавляют 30 мл ацетатного буферного раствора и оставляют охлаждаться до комнатной температуры.

Охлажденный раствор титруют раствором железоаммонийных квасцов до появления красно-буровой окраски в присутствии 1,0—1,2 мл раствора сульфосалициловокислого натрия.

Параллельно проводят (точно в таких же условиях) контрольное определение, помещая в коническую колбу 6 мл раствора соляной кислоты, 20 мл раствора трилона Б и 44 мл воды.

1.4. Подсчет результатов испытания

1.4.1. Содержание алюминия в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,001348 \cdot 10 \cdot 100}{m},$$

где m — навеска взрывчатого вещества, г;

V — объем точно 0,1 н. раствора железоаммонийных квасцов, пошедший на титрование контрольного опыта, в мл;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора железоаммонийных квасцов, пошедший на титрование пробы, мл;

0,001348 — количество алюминия, г, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора трилона Б;

10 — число разбавлений.

Производят два параллельных определения, из результатов которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до 0,1%. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,3% при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД

2.1. Проведение испытания

2.1.1. Остаток на фильтре, полученный после удаления нитро соединений и минерального масла, нитроэфиров, аммиачной селитры, натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы и гексогена переносят в стакан и обрабатывают 100 мл 10%-ного раствора соляной кислоты по ГОСТ 3118—77 при температуре 50—60 °С до полного растворения алюминия.

2.1.2. Содержимое стакана фильтруют через тот же фильтр и остаток на фильтре промывают водой до полного удаления кислоты (пробы на синюю лакмусовую бумажку).

2.1.3. Фильтр с остатком сушат при температуре 100—105 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,0002 г.

2.1.4. Остаток на фильтре сохраняют для определения содержания нерастворимых веществ.

2.2. Подсчет результатов испытания

2.2.1. Содержание алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m — навеска взрывчатого вещества, г;

m_1 — масса фильтра с остатком до обработки соляной кислотой, г;

m_2 — масса фильтра с остатком после обработки соляной кислотой, г.

2.2.2. Производят два параллельных определения, из результатов которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до 0,1 %. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,3 % при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. Допускается определять содержание алюминия суммарно с нерастворимыми веществами, если это предусмотрено техническими требованиями на взрывчатое вещество.

2.2.4. Во взрывчатых веществах, изготовленных на селитре с фосфоросодержащими нерастворимыми в воде добавками, определение содержания алюминия следует производить только комплексонометрическим методом.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ БУФЕРНОГО АЦЕТАТНОГО РАСТВОРА

Раствор готовят следующим образом: 272 г уксусноокислого натрия растворяют в 104 мл ледяной уксусной кислоты и разводят водой в мерной колбе на 2 л до метки.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ 0,1 н. РАСТВОРА ЖЕЛЕЗОАММОНИЙНЫХ КВАСЦОВ

Раствор готовят следующим образом: 24,15 г квасцов растворяют в колбе емкостью 1 л. К раствору добавляют серную кислоту до осветления раствора и объем в колбе доводят до метки. Титр раствора устанавливают по 0,1 н. раствору трилон-Б в присутствии 1,0—1,2 мл раствора сульфосалициловокислого натрия. Перед титрованием раствор нагревают до кипения, нейтрализуют по каплям раствором аммиака до нейтральной реакции по индикаторной универсальной бумаге и добавляют 30 мл ацетатного буферного раствора, после чего оставляют охлаждаться до комнатной температуры.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Вещества взрывчатые промышленные. Методы определения массовой доли алюминия».

Industrial explosives. Methods for determination of aluminium total mass fraction».

По всему тексту стандарта заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 7209.

Вводная часть. Второй абзац дополнить словами: «или раствором хлористого цинка»;

последний абзац. Заменить слова: «по потере в навеске» на «по уменьшению массы остатка на фильтре».

Пункт 1.1.1. Третий абзац дополнить словами: «(по объему)»;

четвертый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей аммиака 5 %»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «натрий сульфосалициловокислый, раствор с массовой долей сульфосалициловокислого натрия 10 % — при титровании раствора трилона Б раствором железоаммонийных квасцов или дитизона (дифенилтиокарбазон) по ТУ 6—09—07—1684—89, спиртовой или ацетоновый раствор с массовой долей дитизона 0,025 % (годен 3—4 дня) — при титровании раствора трилона Б раствором хлористого цинка»;

седьмой абзац. Исключить слово: «следняя»;

восьмой абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(C_{19}H_{14}O_4N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0,1$ моль/л (0,1 М)»;

девятый, одиннадцатый и двенадцатый абзацы изложить в новой редакции: «эфир этиловый, обезвоженный хлористым кальцием, или сухой перегнанный или метилен хлористый по ГОСТ 9968—86 или ТУ 6—09—37—16—74, обезвоженный хлористым кальцием»;

раствор ацетатный буферный с $pH=7$ — при титровании раствора трилона Б раствором железоаммонийных квасцов или с $pH=4$ — при титровании раствора трилона Б раствором хлористого цинка. Растворы готовят в соответствии с приложением 1;

квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359—87, раствор концентрации $c[Fe(NH_4)_2 \cdot (SO_4)_2 \cdot 12H_2O] = 0,1$ моль/л (0,1 М), приготовленный в соответствии с приложением 2;

дополнить новыми абзацами (после двенадцатого):

«цинк хлористый, раствор концентрации $c(ZnCl_2) = 0,1$ моль/л (0,1 М), приготовленный в соответствии с приложением 3;

цинк гранулированный по ТУ 6—09—5294—86;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;

спирт этиловый по ГОСТ 18300—87;

ацетон по ГОСТ 2603—79;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей гидроокиси 20 %;

кальций хлористый, прокаленный;

фильтр бумажный;

бюretka по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 мл;

стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 200 мл;

тринадцатый абзац. Заменить значение: 100 мл на 200 или 250 мл;

восемнадцатый абзац изложить в новой редакции: «термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 27544—87 с ценой деления не более 1 °C, обеспечивающий контроль заданной температуры»;

(Продолжение см. с. 168)

дополнить абзацем: «Допускается применять другую аппаратуру, посуду, материалы и реактивы с техническими, метрологическими характеристиками и качеством не ниже указанных выше».

Пункт 1.3.2 изложить в новой редакции: «1.3.2. Навеску взрывчатого вещества массой 2,0–4,0 г взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, помещают в стакан и растворяют в 20 мл раствора соляной кислоты, приливая ее порциями по 4–5 мл. Операцию растворения проводят до полного исчезновения серых металлических вкраплений. Допускается вести растворение при нагревании на водяной бане (температура воды 60–100 °C) или на электроплитке, причем во избежание бурного протекания реакции и разбрызгивания нагревание на плите чередуют с охлаждением на водяной бане, температура воды которой не более 15 °C».

После охлаждения до комнатной температуры раствор, фильтруя, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200, 250 или 500 мл, а стакан и фильтр промывают холодной или горячей дистиллированной водой порциями по 10–20 мл до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге, собирая фильтрат в ту же мерную колбу.

При определении массовой доли алюминия во взрывчатых веществах, содержащих нитроэфиры, последние отмывают этиловым эфиром или хлористым магнием.

Содержимое колбы выдерживают не менее 15 мин при температуре (20±2) °C, после чего объем раствора доливают до метки дистиллированной водой той же температуры и тщательно перемешивают. 25 или 50 мл полученного раствора отбирают пипеткой в коническую колбу, добавляют 25 мл раствора трилон-Б, нагревают до кипения и кипятят 1–2 мин. После охлаждения раствора до комнатной температуры его нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге гидроокисью натрия или калия или раствором аммиака.

При титровании трилана-Б раствором железоаммонийных квасцов раствор в колбе нейтрализуют по каплям до нейтральной реакции. Затем к раствору приливают 30 мл ацетатного буферного раствора с pH=7, 1,0–1,2 мл раствора сульфосалициловокислого натрия и титруют раствором железоаммонийных квасцов до появления красно-буровой окраски.

При титровании трилана-Б раствором хлористого цинка раствор в колбе нейтрализуют по каплям до pH=4. Затем к раствору приливают 30 мл ацетатного буферного раствора с pH=4, 60 мл ацетона, 2 мл раствора дигизона и титруют раствором хлористого цинка до перехода окраски из серо-зеленоой в малиновую.

Одновременно проводят в таких же условиях определение массовой доли основного вещества (алюминия) в партии алюминиевого порошка или пудры, пошедшей на изготовление анализируемого взрывчатого вещества (масса навески алюминиевого порошка или пудры должна составлять около 0,3 г)».

Пункт 1.4 изложить в новой редакции (пункт 1.4.1 исключить);

«1.4. Обработка результатов

Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot 0,0027 \cdot n \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X_1},$$

где V_1 — объем раствора трилана-Б, взятый для анализа, мл;

K_1 — поправочный коэффициент к раствору трилана-Б;

V_2 — объем раствора железоаммонийных квасцов или хлористого цинка, израсходованный на титрование, мл;

K_2 — поправочный коэффициент к раствору железоаммонийных квасцов или хлористого цинка;

0,0027 — масса алюминия, соответствующая 1 мл раствора трилана-Б при концентрации $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0,1$ моль/л (0,1 M), г/мл;

n — степень разбавления (отношение вместимости мерной колбы, в которой проводили разбавление раствора, к объему, отбираемому пипеткой);

m — масса навески анализируемого ВВ, г;

(Продолжение см. с. 169)

X_1 — массовая доля основного вещества в партии алюминиевого порошка или пудры, пошедшей на изготовление анализируемого ВВ, %. Допускается использовать практически установленный коэффициент, выведенный на основании статистических данных как средний результат определений X_1 .

Проводят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до десятых долей процента. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,3 % при доверительной вероятности 0,95%.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.1а (перед п. 2.1):

«2.1а. Реактивы, растворы, приборы и посуда

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с массовой долей кислоты 10 %; вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий заданную температуру сушки;

термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 27544-87 с ценой деления не более 1 °С, обеспечивающий контроль заданной температуры;

индикатор по ГОСТ 25336-82 с адсорбентом, в качестве которого используют силикагель-индикатор по ГОСТ 8984-75 или силикагель по ГОСТ 3956-76, или хлористый кальций, прокаленный;

бумажка лакмусовая синяя;

стакан стеклянный.

Пункт 2.1.1. Исключить слова: «10 %-кого».

Пункт 2.1.3 дополнить словами: «Допускается производить сушку остатка в приборе для ускоренной сушки с инфракрасной электролампой по чертежу ГОСТ 14839.12-69, разд. 2 в течение 15 мин при такой же температуре».

Пункт 2.2.2. Заменить слова: «до 0,1 %» на «до десятых долей процента».

Приложения 1, 2 изложить в новой редакции:

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 Обязательное

Способ приготовления ацетатного буферного раствора

Для приготовления ацетатного буферного раствора с pH=7 272 г уксусно-кислого натрия растворяют в 104 мл уксусной кислоты, доводят объем в колбе вместимостью 2 л дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Для приготовления ацетатного буферного раствора с pH=4 154 г уксусно-кислого аммония растворяют в 120 мл уксусной кислоты, доводят объем в колбе вместимостью 2 л дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Обязательное

Способ приготовления раствора железоаммонийных квасцов концентрации $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}] = 0,1 \text{ моль/л (0,1 M)}$

Раствор готовят следующим образом: 50 г железоаммонийных квасцов растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в 300 мл свежепропущенной и охлажденной дистиллированной воды. Раствор фильтруют, прибавляют к нему 30-45 мл серной кислоты и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой. Титр раствора устанавливают по раствору трилон-Б концентрации $c[\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{O}_6\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] = 0,1 \text{ моль/л (0,1 M)}$ в присутствии 1,0-1,2 мл раствора сульфосалициловокислого натрия. Перед титрованием раствор нагревают до кипения, нейтрализуют по каплям раствором аммиака до нейтральной реакции по индикаторной универсальной бумаге и добавляют 30 мл ацетатного буферного раствора с pH=7, после чего оставляют охлаждаться до комнатной температуры».

Стандарт дополнить приложением — 3:

(Продолжение см. с. 170)

**Способ приготовления раствора хлористого цинка концентрации
 $c(\text{ZnCl}_2) = 0,1 \text{ моль/л (0,1 M)}$**

10—15 г гранулированного цинка взвешивают, в течение 2—3 мин обрабатывают для снятия окисной пленки 10 мл раствора соляной кислоты, промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции, сушат при температуре 80—100 °C в течение 1 ч и охлаждают в эксикаторе 40—50 мин. Около 6,5 г обработанного таким образом цинка взвешивают на весах 2-го класса точности, записывая результат взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, приливают 60 мл раствора соляной кислоты и после растворения цинка содержимое колбы выдерживают не менее 15 мин при температуре $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$, после чего объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой той же температуры и тщательно перемешивают.

Поправочный коэффициент к раствору хлористого цинка (K_2) вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{m}{6,538} ,$$

где m — масса навески обработанного цинка, взятая для приготовления раствора хлористого цинка, г;

6,538 — масса цинка в 1000 мл раствора хлористого цинка точной концентрации $c(\text{ZnCl}_2) = 0,1 \text{ моль/л (0,1 M)}$, г.

Значение поправочного коэффициента округляют до тысячных долей*.

(ИУС № 5 1990 г.)