

Группа Л79

Изменение № 1 ГОСТ 14839.1—69 Взрывчатые вещества промышленные. Метод определения содержания нитросоединений и минерального масла

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.01.80 № 315 срок введения установлен

с 01.07.80

Наименование стандарта. Заменить слово: «метод» на «методы».

Вводную часть изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на промышленные взрывчатые вещества и устанавливает два метода определения массовой доли нитросоединений и минерального масла: метод экстрагирования и фотоколориметрический метод.

Метод экстрагирования основан на растворении нитросоединений или минерального масла в органическом растворителе и определении их массовых долей по убыли массы навески взрывчатого вещества.

Метод фотоколориметрический (экспресс-метод) основан на способности нитросоединений образовывать в среде органического растворителя окрашенный молекулярный комплекс с П-анизидином. Фотоколориметрический метод

(Продолжение см. стр. 164)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14839.1—69)

применяют при массовой доле нитросоединений в рецептуре не менее 15% в возможности использования результатов испытаний с округлением до 1%».

Стандарт после вводной части дополнить наименованием:

«А. Метод экстрагирования».

Раздел 1 изложить в новой редакции (кроме чертежа):

«1. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Весы лабораторные с погрешностью не более 0,0002 г.

Аппарат для экстрагирования (чертеж).

Разрешается применять аппараты для экстрагирования аналогичного типа уменьшенных размеров.

Шкаф сушильный лабораторный по ГОСТ 7365—55 или любой другой шкаф, обеспечивающий температуру $95 \pm 5^\circ\text{C}$.

Эксикатор по ГОСТ 6371—73 с хлористым кальцием по ГОСТ 4460—77 или ГОСТ 4161—77, прокаленным или с силикагелем по ГОСТ 3956—76.

Термометр ртутный стеклянный с ценой деления 1°C по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2823—73, или любой другой, обеспечивающий контроль температуры $95 \pm 5^\circ\text{C}$.

Ступка с пестиком агатовые или деревянные.

(Продолжение см. стр. 165)

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 7148—70 или алюминиевые стаканчики диаметром $(50-60) \pm 2,5$ мм и высотой $30 \pm 1,5$ мм.

Колбы плоскодонные или конические по ГОСТ 10394—72, вместимостью 250 мл.

Воронки стеклянные по ГОСТ 8613—75 или алюминиевые.

Тигли фильтрующие типа ТФ ПОР 100 или ТФ ПОР 40 по ГОСТ 9775—69 или фильтры бумажные обеззоленные марок «Белая лента» или «Красная лента».

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76 (при контроле полноты удаления минерального масла).

Стекло плоское или часовое.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись, 0,1 н. спиртовой раствор.

Бензин авиационный марки Б-70 по ГОСТ 1012—72 или бензин по ГОСТ 8505—57.

Эфир этиловый, обезвоженный хлористым кальцием или сухой персманный.

Бензол по ГОСТ 5955—75 или ГОСТ 8448—78, или ГОСТ 9572—77; или толуол по ГОСТ 9880—76 или ГОСТ 14710—78, обезвоженные хлористым кальцием по ГОСТ 4460—77, или ГОСТ 4161—77 (10—15 г хлористого кальция на 1 л растворителя).

Раствор толуола или бензола, насыщенные гексогеном, готовят в соответствии с обязательным приложением 1».

Пункты 2.1, 3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 14839.0—69 на ГОСТ 14839.0—79.

Пункт 3.2. Исключить слово «Бумажные».

Пункт 3.5. Заменить норму: 150 на 300.

Пункт 3.8. Первый абзац после слова «нитросоединений» дополнить словами: «или минерального масла»;

четвертый абзац дополнить словами: «или минерального масла по п. 3.6 или п. 3.7. В случае неполного удаления нитросоединения или минерального масла фильтры с нерастворимым остатком дополнительно промывают в экстракционном аппарате, либо отдельными порциями чистого растворителя».

Пункт 3.9. Заменить слова: «Фильтр-тигли с остатком сушат при температуре 95—100°C в течение 1 ч, после чего охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «Обработанные фильтры с нерастворимым остатком выдерживают в вытяжном шкафу в течение 15—30 мин и сушат в сушильном шкафу при температуре $95 \pm 5^\circ\text{C}$ в течение 1 ч, после чего охлаждают в эксикаторе не менее 40 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г».

Пункт 3.12 дополнить словами: «Замену растворителя и чистку аппарата для экстрагирования проводят по мере насыщения растворителя нитросоединением».

Пункт 4.3. Заменить норму: 0,01% на 0,1%; пункт дополнить словами: «при доверительной вероятности 0,95».

Пункт 4.4. Заменить слова: «При содержании влаги более 0,6% содержание нитросоединений определяют в подсушенном продукте» на «При массовой доле влаги в испытуемом образце более 0,6% его используют для анализа только после высушивания в условиях определения влаги и летучих веществ в соответствии с ГОСТ 14839.12—69».

Стандарт дополнить новым методом — Б:

«Б. Фотоколориметрический метод

5. Отбор проб

5.1. Отбор проб — по п. 2.1 со следующим дополнением: массу пробы для анализа отбирают в зависимости от массовой доли нитросоединения в соответствии с обязательным приложением 2.

6. Аппаратура, посуда и реактивы

Весы лабораторные с погрешностью не более 0,0002 г.

(Продолжение см. стр. 166)

Фотоколориметр типа ФЭК-56М или другого типа.

Мешалка механическая любого типа.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 и 250 мл.

Колбы конические по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100 мл с резиновыми пробками, обернутыми фторпластовой пленкой.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10, 20 и 50 мл.

Бюретки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25, 50 и 100 мл.

Нитросоединение, используемое для изготовления испытуемого состава.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Стандартный раствор нитросоединения в толуоле (обязательное приложение 1).

П-анизидин. Раствор П-анизидина в толуоле (обязательное приложение 1).

7. Подготовка к анализу

7.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика от стандартного раствора нитросоединения отбирают пипеткой 6,0; 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0; 9,5 мл и помещают в мерные колбы вместимостью по 50 мл. Приливают из бюретки в каждую мерную колбу точно 20 мл раствора П-анизидина, доводят объем колб до метки толуолом и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоколориметре.

Примечание. Окраска растворов устойчива в течение 1 ч.

Измерения проводят со светофильтром № 4 (длина волны, соответствующая максимуму пропускания $\lambda = 440$ мкм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм относительно раствора сравнения.

Раствор сравнения готовят следующим образом: 5 мл стандартного раствора нитросоединения помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, добавляют 20 мл раствора П-анизидина и доводят объем колбы до метки толуолом, тщательно перемешивают.

Градуировочный график строят в координатах «оптическая плотность — масса нитросоединения в граммах в мерной колбе вместимостью 50 мл».

Массу нитросоединения в граммах (m_A) вычисляют по формуле

$$m_A = \frac{m_3 \cdot V}{100}$$

где

m_3 — масса нитросоединения, взятая для приготовления стандартного раствора, г;

V — объем раствора, отобранный для построения градуировочного графика, мл;

100 — коэффициент разбавления.

Градуировочный график проверяют один раз в 3 мес при нормальной работе фотоколориметра.

8. Проведение анализа

8.1. Пробу, отобранную по п. 5.1 и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, добавляют пипеткой 50 мл толуола и перемешивают механической мешалкой в течение 10 мин. После отстаивания суспензии в течение 15 мин отбирают пипеткой 20 мл толуольного экстракта в мерную колбу вместимостью 50 мл, добавляют точно 20 мл раствора П-анизидина, доводят объем колбы до метки толуолом и тщательно перемешивают.

Через 5 мин содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм и измеряют оптическую плотность отфильтрованного раствора при светофильтре № 4, относительно раствора сравнения.

8.2. Обработка результатов

(Продолжение см. стр. 167)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14839.1—69)

Массовую долю нитросоединения в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_a \cdot 50}{20 \cdot m_4} \cdot 100,$$

где m_a — масса нитросоединения, найденная по градуировочному графику, г;

m_4 — масса состава, взятая на анализ, г;

50 — объем толуола, взятый для обработки состава, мл;

20 — объем толуольного экстракта, взятый для приготовления испытуемого раствора, мл.

Проводят два параллельных определения, из результатов которых вычисляют среднее арифметическое значение, округляемое до 1%.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,8% при доверительной вероятности 0,95.

Приложение дополнить словом: «Обязательное».

Приложение 1 дополнить словами:

«Способ приготовления стандартного раствора нитросоединения в толуоле

Стандартный раствор нитросоединения в толуоле готовят следующим образом: 2 г нитросоединения, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в толуоле в мерной колбе вместимостью 100 мл, доводят объем раствора до метки толуолом и тщательно перемешивают.

Способ приготовления раствора П-анизидина в толуоле

Раствор П-анизидина в толуоле готовят следующим образом: 25 г П-анизидина, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в толуоле в мерной колбе вместимостью 250 мл, доводят объем раствора толуолом до метки и перемешивают; при хранении в темной посуде с притертой пробкой раствор годен в течение 10 сут».

(Продолжение см. стр. 168)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14839.1—69)

Стандарт дополнить новым приложением — 2:

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

**Масса пробы для анализа
при фотоколориметрическом методе**

Массовая доля нитросоединения, %	Масса пробы для анализа, г
4	10,0
5	8,0
7	5,7
15	2,7
19	2,1
20	2,0
28	1,4
29	1,4
30	1,3
38	1,1
40	1,0
50	0,8
60	0,7
70	0,6

(ИУС № 3 1980 г.)