ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОХА ДЫМНЫЕ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ГОСТ 8061-72 — ГОСТ 8067-72

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.33 : 546.32'175.06 : 006.354 Группа Л79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОХА ДЫМНЫЕ

Методы определения содержания калиевой селитры

Black powders.
Methods for determination
of potassium nitrate content

ГОСТ 8061—72*

Взамен
ГОСТ 8061—56

ОКСТУ 7277

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 4 апреля 1972 г. № 683 срок введения установлен

с 01.07.73

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на дымные пороха и пороховую мякоть, выпускаемые по стандартам и технической документации, утвержденной в установленном порядке, и устанавливает два метода определения содержания в них калиевой селитры:

1 — кондуктометрический, основанный на извлечении калиевой селитры из навески горячей водой, термостатировании полученного раствора и определении его электропроводности (сопротивления);

2 — весовой, основанный на извлечении калиевой селитры из навески горячей водой, выпаривании раствора и взвешивании сухого остатка.

1. КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Отбор проб

Пробы для определения содержания калиевой селитры отбирают по технической документации на дымные пороха, утвержденной в установленном порядке.

1.2. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы:

кондуктометр типа ММ 34—04;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—88;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание (август 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1983 г., январе 1986 г. (ИУС 11—83, 5—86).

центрифуга с частотой вращения не менее 4000 об/мин;

ультратермостат с погрешностью регистрации температуры ±0,2°С;

колбы стеклянные лабораторные вместимостью 250 см³ по ГОСТ 1770—74;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

стаканы стеклянные вместимостью 150 см³ по ГОСТ 25336—82;

калий азотнокислый «ХЧ» по ГОСТ 4217—77 0,1 н. раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Допускается применять другую аппаратуру, посуду и материалы, пригодные для проведения анализа.

1.3. Подготовка к испытанию

1.3.1. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в стаканы емкостью 100—150 см³ помещают навески пороховой мякоти или пороха, измельченного до порошкообразного состояния, взятые из расчета, чтобы в них содержалось калиевой селитры 2,30; 2,40; 2,50; 2,55; 2,60; 2,65; 2,70; 2,75; 2,80; 2,90; 3,00 г. Из этих навесок готовят растворы и проводят измерения их электропроводности или сопротивления в порядке, описанном в пп. 1.3.2—1.5.

По результатам измерения каждого раствора строят график зависимости сопротивления или электропроводности от содержания калиевой селитры в 250 см³ раствора. По графику может быть составлена градуировочная таблица. Проверку калибровочного графика проводят раз в месяц.

1.3.2. Кондуктометр, электроды, ультратермостат, центрифугу подготавливают к работе согласно инструкциям, прилагаемым к приборам.

Измерение электропроводности растворов проводят при температуре (20±0,2)°С. Время термостатирования растворов в ультратермостате 20 мин. При каждой серии измерений проверяют постоянную прибора по стандартному раствору. В качестве стандартного раствора применяют 0,1 н. раствор калиевой селитры.

1.4. Проведение испытаний

1.4.1. 3—3,5 г пороха, измельченного до порошкообразного состояния, взвешенного с погрешностью до 0,0002 г, помещают в стакан емкостью 150 см³, смачивают 1—2 см³ горячей дистиллированной воды тщательно перемешивая и добавляют еще 30—40 см³ горячей воды. Раствор из стакана количественно, вместе с осадком, переносят в мерную колбу емкостью 250 см³. Содержимое колбы после термостатирования доводят водой до метки и взбалтывают. Около 150 см³ полученного раствора цент-

рифугируют на центрифуге 2—3 минуты при 3000 об/мин. Затем 100 см³ центрифугата осторожно сливают с осадка в химический стакан емкостью 100—150 см³, термостатируют и, не вынимая из ультратермостата, измеряют сопротивление или электропроводность.

1.4.2. При измерении сопротивления или электропроводности исследуемых растворов определяют постоянную прибора путем измерения сопротивления или электропроводности 100 см³ стандартного раствора (0,1 н. раствор калиевой селитры), затем определяют поправку К (Ом, См), на показание прибора по формуле

$$K=R_{ст}-R'_{ст} \text{ или } K=H_{ст}-H'_{ст},$$

где $R_{ст}$, $H_{ст}$ — сопротивление в омах или сименсах стандартного раствора, взятого по градуировочному графику или таблице;

$R'_{ст}$, $H'_{ст}$ — сопротивление или электропроводность стандартного раствора в момент измерения тех же показателей исследуемого раствора.

Характеристики каждого раствора измеряют три раза. Из трех измерений вычисляют средний результат.

1.5. Обработка результатов

Сопротивление (R) и электропроводность (H) исследуемого раствора вычисляют по формулам

$$R=R_{изм}+K \text{ (Ом)}; \quad H=H_{изм}+K \text{ (См)},$$

где $R_{изм}$, $H_{изм}$ — показания прибора при измерении.

По значению сопротивления или электропроводности исследуемого раствора на графике или в таблице находят содержание калиевой селитры в граммах в 250 см³ раствора.

Содержание селитры (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{a\cdot 100\cdot 100}{m(100-W)},$$

где a — содержание калиевой селитры в 250 см³ исследуемого раствора, определенное по графику или таблице;

m — навеска пороха, г;

W — влажность пороха, %.

Проводят два параллельных определения, по результатам которых определяют среднее арифметическое значение с погрешностью до 0,1%.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,5%.

1.6. Требования безопасности

Работы с дымными порохами должны проводиться в соответствии с действующими правилами эксплуатации производств и специальными инструкциями, утвержденными в установленном порядке.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД

2.1. Отбор проб

2.2. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г;

плитка электрическая с закрытым нагревателем по ГОСТ 14919—83;

шкаф сушильный;

эксикатор по ГОСТ 25336—82 с хлористым кальцием по ГОСТ 4161—77 или ГОСТ 450—77, прокаленным;

асбест листовой;

фильтры бумажные диаметром 110 мм или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76;

стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 и 250 см^3;

воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 с наибольшим наружным диаметром (75±5) мм;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

дифениламин по ГОСТ 5825—70, 1%-ный раствор в серной кислоте;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применять другую аппаратуру, посуду и материалы, пригодные для проведения анализа.

2.3. Проведение анализа

Около 2—3 г пороха, измельченного до порошкообразного состояния, или пороховой мякоти, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и приливают 30—40 см^3 воды, нагретой до 60—70°С.

Раствор в стакане перемешивают стеклянной палочкой и фильтруют через бумажный фильтр во взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г стакан вместимостью 250 см^3; при этом осадок из стакана переносят на фильтр.

Осадок на фильтре промывают горячей водой до полного удаления селитры. Последняя порция фильтрата должна давать отрицательную реакцию на нитрат-ион с раствором дифениламина. Стакан с фильтратом помещают на электроплитку, покрытую асбестом, и содержимое выпаривают досуха.

Остаток в стакане высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—110°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

2.4. Обработка результатов

Содержание калиевой селитры (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса стакана с навеской калиевой селитры в г;

m_2 — масса стакана в г;

m — навеска пороха в г;

W — влажность пороха в %.

Производят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое с погрешностью не более 0,1%. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,5%.

2.5. Требования безопасности — по п. 1.6.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru