УДК 622.23/.24.001.4:006.354 Группа Л79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Взрывчатые вещества промышленные

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НИТРОСОЕДИНЕНИЙ И МИНЕРАЛЬНОГО МАСЛА

Industrial explosives.
Methods for determination
of nitrocompounds and mineral oil content

ГОСТ 14839.1—69*

Взамен
ГОСТ 9073—64
в части пп. 31; 33; 42

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

А. МЕТОД ЭКСТРАГИРОВАНИЯ

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, обеспечивающий температуру 95±5° С.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в январе 1980 г. (ИУС 3—80).*

gost.e-ecolog.ru

Эксикатор по ГОСТ 25336—82 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° С по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2823—73, или любой другой, обеспечивающий контроль температуры 95±5° С.

Ступка с пестиком агатовые или деревянные.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336—82 или алюминиевые стаканчики диаметром (50—60)±2,5 мм и высотой 30±1,5 мм.

Колбы плоскодонные или конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 мл.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336 -82 или алюминиевые.

Тигли фильтрующие типа ТФ ПОР 100 или ТФ ПОР 40 по ГОСТ 25336—82 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—80.

Эфир этиловый, обезвоженный хлористым кальцием или сухой перегнанный.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ОТБОР ПРОБ

2.1. Пробы для испытания отбираются по ГОСТ 14839.0—79.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Перед испытанием пробу взрывчатого вещества, не содержащего нитроэфиры, тщательно измельчают.

Измельчение пробы гранулитов, зерногранулитов и акватола проводят по ГОСТ 14839.0—79.

3.2. Около 5 г взрывчатого вещества, взвешенного с погрешностью не более до 0,0002 г, помещают в фильтр-тигель или на бу-

мажный фильтр. Фильтры предварительно должны быть обработаны водой и теми растворителями, которые используют в дальнейшем для обработки навески, высушены в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре 95—100° С, охлаждены в течение не менее 40 мин в эксикаторе над хлористым кальцием и взвешены с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

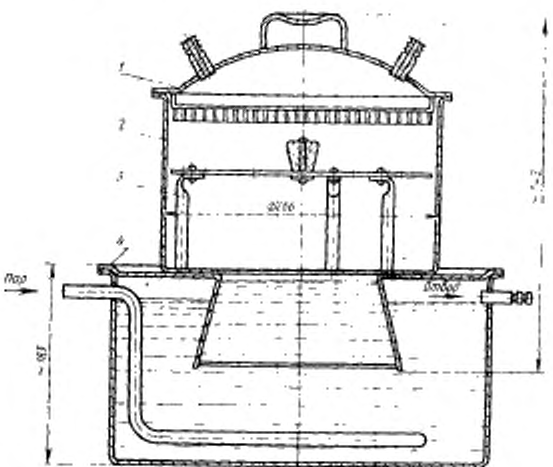
3.3. Навеску взрывчатого вещества обрабатывают растворителем до полного растворения нитросоединений или масла.

3.4. Навеску скального аммонита или другого взрывчатого вещества, содержащего гексоген, обрабатывают растворителем, насыщенным гексогеном.

3.5. Навеску детонита или другого взрывчатого вещества, содержащего нитроэфиры, обрабатывают около 300 мл этилового эфира и производят определение суммарного содержания нитросоединений и нитроэфиров. В этом случае фильтрат с нитросоединениями и нитроэфирами собирают в коническую колбу для определения содержания нитроэфиров.

Экстрагирование нитроэфиров и нитросоединений допускается производить в экстракционном аппарате ускоренного действия, применяемом при анализе пороха.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



1—крышка; *2*— корпус; *3*— подставка с отверстиями для фильтров; *4*— водяная баня

3.6. Полноту растворения нитросоединения определяют по отсутствию розового окрашивания при смешивании нескольких капель фильтрата с равным количеством спиртового раствора едкого натра (калия).

3.7. Полноту растворения минерального масла определяют по отсутствию масляного пятна на фильтровальной бумаге или на часовом стекле при испарении нескольких капель фильтрата.

3.8. Определение содержания нитросоединений или минерального масла во взрывчатых веществах, не содержащих гексоген и нитроэфиры, при массовых анализах производят в аппарате для экстрагирования. Для этого в резервуар аппарата *2* наливают 1—2 л растворителя, в отверстия подставки *3* вставляют фильтр-тигли, в каждый из которых помещена навеска взрывчатого вещества около 5 г, взвешенная с погрешностью не более 0,0002 г.

Фильтр-тигли должны быть предварительно обработаны чистым растворителем в течение не менее 10 мин в аппарате для экстрагирования, высушены в течение одного часа при температуре 95—100° С, охлаждены в эксикаторе над хлористым кальцием не менее 40 мин и взвешены с погрешностью не более 0,0002 г.

Затем аппарат закрывают крышкой *1*, которую соединяют резиновой трубкой с водопроводным краном, пускают воду для охлаждения паров растворителя и помещают аппарат на водяную баню *4*. Скорость экстрагирования должна быть такой, чтобы фильтр-тигли не переполнялись растворителем. Экстрагирование продолжают до полного извлечения нитросоединений.

После растворения нитросоединений экстракционный аппарат снимают с водяной бани, извлекают фильтр-тигли с остатком и проверяют полноту экстрагирования нитросоединений 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Обработанные фильтры с нерастворимым остатком выдерживают в вытяжном шкафу в течение 15—30 мин и сушат в сушильном шкафу при температуре 95±5° С в течение 1 ч, после чего охлаждают в эксикаторе не менее 40 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Допускается производить сушку остатка при температуре 80—90° С в течение 15 мин в приборе для ускоренной сушки с инфракрасной электролампой по чертежу ГОСТ 14839.12—69.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10. Фильтр с остатком сохраняют для дальнейших определений: растворимых в воде солей, гексогена, алюминия и нерастворимых веществ.

3.11. Определение содержания нитросоединений в динафталите и других взрывчатых веществах, содержащих парафин, производят из остатка на фильтре после удаления парафина бензином по ГОСТ 14839.5—69.

3.12. Определение содержания нитросоединений в акватоле или других взрывчатых веществах, содержащих натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы, производят из остатка на фильтре после удаления натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы по ГОСТ 14839.6—69. Замену растворителя и чистку аппарата для экстрагирования проводят по мере насыщения растворителя нитросоединением.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Содержание нитросоединений или минерального масла, или суммарное содержание нитросоединений и нитроэфиров в процентах (X), вычисляют по формуле

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

где m — навеска взрывчатого вещества, г;

m_1 — масса фильтр-тигля с взрывчатым веществом до обработки растворителем, г;

m_2 — масса фильтр-тигля с остатком после обработки растворителем, г.

4.2. Содержание нитросоединений в детонитах или других взрывчатых веществах, содержащих нитроэфиры в процентах (X_1), вычисляют по формуле

$$X_1 = X - X_2,$$

где X — суммарное содержание нитроэфиров и нитросоединений, %;

X_2 — содержание нитроэфиров, определенное по ГОСТ 14839.2—69, %.

4.3. 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).

4.4. При содержании влаги в испытуемом образце в пределах 0,2—0,6% в расчетной формуле применяют навеску, пересчитанную на сухую массу. При массовой доле влаги в испытуемом образце более 0,6% его используют для анализа только после вы-

сушивания в условиях определения влаги и летучих веществ в соответствии с ГОСТ 14839.12—69.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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.

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 25336—82, 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 λ=440 мм) 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 замеряют оптическую плотность отфильтрованного раствора при светофильтре № 4, относительно раствора сравнения.

8.2. Обработка результатов

Массовую долю нитросоединения в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_3 \cdot 50}{20 \cdot m_4} \cdot 100,$$

где m_3 — 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.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Метод Б. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРА ТОЛУОЛА ИЛИ БЕНЗОЛА, НАСЫЩЕННОГО ГЕКСОГЕНОМ

Раствор толуола или бензола, насыщенный гексогеном, готовят следующим образом: в колбу с обезвоженным толуолом или бензолом добавляют гексоген (из расчета 5 г гексогена на 1 л растворителя) и выдерживают при комнатной температуре не менее 12 ч.

Перед определением раствор фильтруют.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

(Введено дополнительно, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 14839.1—69 Взрывчатые вещества промышленные. Методы определения содержания нитросоединений и минерального масла

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.02.90 № 286
Дата введения 01.09.90

Наименование стандарта изложить в новой редакции:

«Вещества взрывчатые промышленные. Методы определения массовой доли тротила, минерального масла и нитроэфиров

Industrial explosives. Methods for determination of trotil, minerol oil and nitroethers total mass fraction».

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

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 7209.

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на промышленные взрывчатые вещества (ВВ) и устанавливает два метода:

экстракционный метод определения массовой доли тротила, минерального масла и нитроэфиров (для ВВ, не содержащих тротила);

(Продолжение см. с. 158)

потенциометрический метод определения массовой доли тротила (для ВВ, не содержащих других нитросоединений).

Экстракционный метод основан на экстрагировании тротила, минерального масла и нитроэфиров из навески ВВ органическим растворителем и определении их массовой доли по убыли массы навески.

Потенциометрический метод (экспресс-метод) основан на экстрагировании тротила из навески ВВ толуолом и потенциометрическом титровании его раствором гидроокиси четвертичного аммониевого основания».

Метод А. Наименование изложить в новой редакции: **«А. Экстракционный метод».**

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Эксикатор 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»,

шестой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2823—73» на «по ГОСТ 27544—87»,

седьмой абзац дополнить словами: «или яшмовые, или халцедоновые»;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «Тигли фильтрующие ТФ

(Продолжение см. с. 159)

по ГОСТ 25336—82 с фильтрами класса ПОР 100 или ПОР 40 (для ВВ, содержащих алюминий —класса ПОР 16), или фильтры бумажные обеззоленные марки «Белая лента», или «Красная лента», или фильтры зольные быстро- или среднефильтрующие»;

четырнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации с (NaOH или KOH) — 0,1 моль/л (0,1 н.) или с массовой долей гидроокиси 0,5 %»;

дополнить абзацем: (после четырнадцатого):

«Спирт изопропиловый по ТУ 6—09—402—81 или спирт этиловый по ГОСТ 18300—87»;

пятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Бензин марки Б-70 по ТУ 38—101913—82 или нефрас-С50/170 по ГОСТ 8505—80, или нефрас $С_2$80/120, или $С_3$ 80/120 по ГОСТ 443—76 (далее по тексту — бензин)»;

шестнадцатый абзац дополнить словами: «или метилен хлористый по ГОСТ 9968—86 или ТУ 6—09—37—16—74, обезвоженный хлористым кальцием».

семнадцатый абзац после ссылки на ГОСТ 9572—77 дополнить словами «(при использовании аппарата для экстрагирования)»; исключить слова: «по ГОСТ 4460—77, или ГОСТ 4161—77»;

восемнадцатый абзац. Заменить слова: «или бензола, насыщенные» на «насыщенный»;

дополнить абзацами и примечанием.

«Колба для фильтрования под вакуумом.

Насос лабораторный водоструйный или вакуумный.

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

Разделы 3, 4. Заменить слово: «нитросоединений» на «тротила».

Пункт 3.1. Заменить слова: «гранулитов, зерногранулитов и акватола» на «гранулированных ВВ»

Пункты 3.2—3.4 изложить в новой редакции: «3.2. Навеску ВВ массой около 5 г взвешивают, затем помещают в фильтр-тигель или на бумажный фильтр (далее по тексту — фильтр).

Результаты взвешивания здесь и далее записывают в граммах до четвертого десятичного знака.

Фильтры предварительно должны быть обработаны водой и теми растворителями, которые используют в дальнейшем для обработки навески, выдержаны в вытяжном шкафу 15—30 мин, высушены в сушильном шкафу при температуре (95±5) °С в течение 1 ч, охлаждены в эксикаторе в течение 40—50 мин и взвешены. Допускается высушивать фильтры при той же температуре в течение 15 мин в приборе ускоренной сушки с инфракрасной электролампой по ГОСТ 14839.12—69, разд. 2.

3.3. Навеску ВВ на фильтре промывают толуолом до полного растворения тротила или бензином, нагретым до 70—75 °С, для растворения минерального масла. Для промывки используют не менее 250 мл бензина, промывая порциями по 10—15 мл и давая при этом каждый раз стечь бензину. При использовании бензина марки Б-70 допускается проводить промывку меньшим объемом бензина, контролируя полноту отмывки минерального масла по п. 3.7

3.4. Навеску ВВ, содержащего гексоген, обрабатывают толуолом, насыщенным гексогеном».

Пункт 3.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Навеску ВВ, содержащего нитроэфиры, обрабатывают около 300 мл этилового эфира или около 100 мл хлористого метилена и проводят определение суммарной массовой доли тротила и нитроэфиров или массовой доли нитроэфиров. Фильтрат с тротилом и нитроэфирами собирают в коническую колбу для определения массовой доли нитроэфиров».

Пункт 3.6. Заменить слова: «едкого натра (калия)» на «гидроокиси натрия (калия)».

(Продолжение см. с. 160)

Пункт 3.8. Заменить слово: «фильтр-тигли» на «фильтры» (3 раза);

первый абзац. Исключить слова: «взвешенная с погрешностью не более 0,0002 г»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Фильтры должны быть предварительно обработаны чистым растворителем, выдержаны в вытяжном шкафу 15—30 мин, высушены в сушильном шкафу при температуре (95±5) °С, охлаждены в эксикаторе 40—50 мин и взвешены. Допускается высушивать фильтры при той же температуре в течение 15 мин в приборе ускоренной сушки с инфракрасной электролампой по ГОСТ 14839.12—69, разд. 2».

Пункт 3.9. Заменить слова: «не менее 40 мин» на «в течение 40—50 мин»;

исключить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г».

Пункт 3.11. Исключить слова: «динафталите и других».

Пункт 3.12. Исключить слова: «акватоле или других».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.13: «3.13. При массовой доле влаги в испытуемом образце более 0,6 % его используют для анализа только после высушивания в условиях определения массовой доли влаги и летучих веществ в соответствии с ГОСТ 14839.12—69».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции: «4.1. Массовую долю тротила или минерального масла, или нитроэфиров, или их суммарную массовую долю в ВВ с массовой долей влаги не более 0,6 % (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса фильтра с анализируемым ВВ, г;

m_2 — масса фильтра с остатком после обработки растворителем, г;

m — масса навески анализируемого ВВ, г.

Массовую долю тротила или минерального масла, или нитроэфиров, или их суммарную массовую долю в ВВ с массовой долей влаги более 0,6 % и входящей в 100 % компонентного состава (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_4} \cdot (100 - X_3),$$

где m_4 — масса навески предварительно высушенного анализируемого ВВ, г;

X_3 — массовая доля влаги в анализируемом ВВ, определенная в соответствии с НТД на него, %».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.2а: «4.2а. Массовую долю минерального масла в ВВ, содержащих тротил (X_4), в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = X - X_5,$$

где X_5 — массовая доля тротила, определенная по методу В, %».

Пункт 4.3. Заменить слова: «до 0,1 %» на «до десятых долей процента».

Пункт 4.4 исключить.

Метод Б (разделы 5—8) исключить.

Стандарт дополнить методом — В (разделы 9—13):

«В. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ТРОТИЛА В ВВ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ ДРУГИХ НИТРОСОЕДИНЕНИЙ

9. Отбор проб

9.1. Отбор проб — по ГОСТ 14839.0—79.

10. Аппаратура, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Иономер ЭВ-74 или pH-метр типа РН-340 или любой другой аналогичного типа с парой электродов: стеклянным и хлорсеребряным.

Мешалка лабораторная любого типа.

Встряхиватель лабораторный.

Колба мерная по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 и 1000 мл.

(Продолжение см. с. 161)

Бюретка по ГОСТ 20292—74 исполнения 7 вместимостью 10 мл или исполнения 6 вместимостью 5 мл.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 мл.

Пипетка по ГОСТ 20292—74 вместимостью 10 мл.

Стакан стеклянный по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 или 150 мл.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Термометр лабораторный ртутный стеклянный с ценой деления не более 1 °С по ГОСТ 27544—87 или любой другой, обеспечивающий измерение температуры (20±2) °С.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521—78.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Тротил партии, пошедшей на изготовление анализируемого ВВ.

Раствор гидроокиси четвертичного аммониевого основания в изопропиловом спирте, концентрации $c[N(R_4)OH]=0{,}1$ моль/л (0,1 М), приготовленный в соответствии с требованиями приложения 2.

Допускается применять другую аппаратуру, посуду и реактивы с техническими, метрологическими характеристиками и качеством не ниже указанных выше.

11. Подготовка к анализу

Около 1 г тротила взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В мерную колбу приливают около 70 мл толуола, перемешивают до полного растворения тротила и выдерживают раствор при температуре (20±2) °С 10—15 мин. Затем объем раствора в колбе доливают до метки толуолом такой же температуры и тщательно перемешивают.

10 мл раствора из мерной колбы переносят пипеткой в стакан, приливают 30 мл ацетона и перемешивают. В раствор погружают электроды и титруют при перемешивании раствором гидроокиси четвертичного аммониевого основания, приливая его сначала порциями по 0,1 мл до объема 1 мл, затем по 0,5 мл, а вблизи точки эквивалентности по 0,1 мл. После того как будет отмечен скачок потенциала, продолжают титрование и делают еще 2—3 измерения. Каждый раз измерение потенциала проводят после того, как его значение будет изменяться не более чем на 10 мВ в течение 15—30 с.

Строят кривую титрования в координатах: объем раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания в миллилитрах — потенциал раствора по показаниям прибора в милливольтах. Точку эквивалентности находят графически методом касательных или по максимальному изменению потенциала от 0,1 мл раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания. Эквивалентный объем рассчитывают как среднее арифметическое значение объемов, соответствующих крайним точкам максимального скачка потенциалов.

Коэффициент титруемости тротила (K_1) вычисляют по формуле

$$K_1=\frac{(V_1-V_2)\cdot 0{,}0027\cdot K\cdot n\cdot 100}{m_5},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания, израсходованный на титрование до второго скачка потенциала, мл;

V_2 — объем раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания, израсходованный на титрование до первого скачка, мл;

0,0027 — масса тротила, соответствующая 1 мл раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания точной концентрации 0,1 моль/л (0,1 М), г/мл;

K — поправочный коэффициент к раствору гидроокиси четвертичного аммониевого основания, определенный в соответствии с требованиями приложения 3;

n — степень разбавления, равная $n=\frac{100}{10}=10$;

m_5 — масса навески тротила, г.

(Продолжение см. с. 162)

Проводят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до целых процентов.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 1 % при доверительной вероятности 0,95.

Коэффициент титруемости определяют при смене партии тротила, пошедшей на изготовление анализируемого ВВ.

12. Проведение анализа

Навеску анализируемого ВВ, массу которой вычисляют в соответствии с приложением 4, взвешивают, записывая результат в граммах до четвертого десятичного знака, и помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В мерную колбу приливают около 70 мл толуола, перемешивают до полного растворения тротила, выдерживают раствор при температуре (20±2) °С 10—15 мин. Затем объем раствора в колбе доливают до метки толуолом такой же температуры и тщательно перемешивают. Раствор оставляют при этой температуре для осветления.

10 мл раствора из мерной колбы переносят пипеткой в стакан, приливают 30 мл ацетона. В раствор погружают электроды и титруют при перемешивании раствором гидроокиси четвертичного аммониевого основания, приливая его сначала порциями по 0,1 мл до объема 1 мл, затем по 0,5 мл, а вблизи точки эквивалентности по 0,1 мл. После того как будет отмечен скачок потенциала, продолжают титрование и делают еще 2—3 измерения. Каждый раз измерение потенциала проводят после того, как его значение будет изменяться не более чем на 10 мВ в течение 15—30 с.

Строят кривую титрования в координатах: объем раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания в миллилитрах — потенциал раствора по показаниям прибора в милливольтах. Точку эквивалентности находят графически методом касательных или по максимальному изменению потенциала от 0,1 мл раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания. Эквивалентный объем рассчитывают как среднее арифметическое значение объемов, соответствующих крайним точкам максимального скачка потенциала.

13. Обработка результатов

Массовую долю тротила (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 0{,}0027 \cdot K \cdot n \cdot 100 \cdot 100}{m_6 \cdot K_1},$$

где V_3 — объем раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания, израсходованный на титрование до второго скачка потенциала, мл;

V_4 — объем раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания, израсходованный на титрование до первого скачка потенциала, мл;

0,0027 — масса тротила, соответствующая 1 мл раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания точной концентрации 0,1 моль/л (0,1 М), г/мл;

K — поправочный коэффициент к раствору гидроокиси четвертичного аммониевого основания, определенный в соответствии с требованиями приложения 3;

n — степень разбавления, равная $n = \frac{100}{10} = 10$;

m_6 — масса навески анализируемого ВВ, г;

K_1 — коэффициент титруемости тротила, определенный в соответствии с разд. 11, %.

Проводят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до целых процентов (если массовая доля тротила нормируется до целых процентов) или до десятых долей процента (если массовая доля тротила нормируется до десятых долей процента).

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 1 % при доверительной вероятности 0,95. Если среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округляемое до десятых долей

(Продолжение см. с. 163)

процента, попадает в зоны пониженной достоверности: нижняя граница допуска +0,4 % или верхняя граница допуска — 0,4 %, то проводят дополнительно еще два параллельных определения. В этом случае за результат определения принимают среднее арифметическое, вычисленное по результатам четырех параллельных определений и округляемое до десятых долей процента. Расхождение между крайними значениями четырех параллельных определений не должно превышать 1,3 % при доверительной вероятности 0,95».

Приложение 1. Наименование и первый абзац. Исключить слова: «или бензола» (3 раза);

третий—шестой абзацы исключить.

Приложение 2 изложить в новой редакции:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

Приготовление раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания в изопропиловом спирте концентрации *c* [N(R₄)OH] = 0,1 МОЛЬ/Л (0,1 М)

В мерную колбу или другую откалиброванную посуду вместимостью 1000 мл наливают гидроокись тетраметиламмония по ТУ 6—09—05—550—76 или ТУ 6—09—05—276—75 или гидроокись тетраэтиламмония по ТУ 6—09—05—132—78 или ТУ 6—09—05—490—76, или гидроокись тетрабутиламмония по ТУ 6—09—1369—76 в объеме, указанном в таблице, и добавляют изопропиловый спирт по ТУ 6—09—402—81 или ГОСТ 9805—84 до объема 1000 мл.

Наименование раствора гидроокиси	Исходный раствор гидроокиси	
	Массовая доля гидроокиси, %	Объем, мл
Гидроокись тетраметиламмония	20 30	50 30
Гидроокись тетраэтиламмония	10 30	150 50
Гидроокись тетрабутиламмония	30	90

Раствор тщательно перемешивают, выдерживают при комнатной температуре 12—16 ч и фильтруют».

Стандарт дополнить приложениями — 3, 4:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

Определение поправочного коэффициента к раствору гидроокиси четвертичного аммониевого основания

0,05—0,10 г бензойной кислоты взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, растворяют в стакане в 30 мл ацетона, добавляют 10 мл толуола и титруют в соответствии с разд. 12 настоящего стандарта.

Одновременно проводят в таких же условиях контрольное титрование смеси 30 мл ацетона и 10 мл толуола.

Поправочный коэффициент к раствору гидроокиси четвертичного аммониевого основания (*K*) вычисляют по формуле

$$K = \frac{m \cdot 10000}{122{,}12 \cdot 0{,}1 \cdot (V_1 - V_2)},$$

(Продолжение см. с. 164)

где m — масса навески бензойной кислоты, г;

122,12 — молярная масса эквивалента бензойной кислоты, г/моль;

0,1 — заданная концентрация гидроокиси четвертичного аммониевого основания в растворе, моль/л;

V_1 — объем раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания, израсходованный на титрование навески бензойной кислоты, мл;

V_2 — объем раствора гидроокиси четвертичного аммониевого основания, израсходованный на контрольное титрование, мл.

Проводят три параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до тысячных долей. Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,003 при доверительной вероятности 0,95.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Обязательное

Расчет массы навески анализируемого ВВ при потенциометрическом определении массовой доли тротила

Массу навески анализируемого ВВ ($m_в$) в граммах вычисляют по формуле

$$m_в = \frac{1 \cdot 100}{A},$$

где 1 — оптимальная масса навески для тротила, г»;

A — массовая доля тротила в анализируемом ВВ по действующему на него НТД, %.

(ИУС № 5 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru