УДК 622.23/.24.001.4:006.354 Группа Л79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Взрывчатые вещества промышленные

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АММИАЧНОЙ СЕЛИТРЫ

Industrial explosives.
Method for determination
of ammonium saltpetre content

ГОСТ 14839.3—69*

Взамен
ГОСТ 9073—64
в части пп. 34; 40

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 метод определения содержания аммиачной селитры.

Метод основан на титровании раствором едкого натра азотной кислоты, выделившейся при взаимодействии аммиачной селитры с формалином.

В зависимости от состава взрывчатого вещества определяют:
содержание аммиачной селитры во взрывчатых веществах, не содержащих натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы;
содержание аммиачной селитры во взрывчатых веществах, содержащих натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы.

1. ОТБОР ПРОБ

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

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АММИАЧНОЙ СЕЛИТРЫ ВО ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВАХ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ НАТРИЕВУЮ СОЛЬ КАРБОКСИМЕТИЛЦЕЛЛЮЛОЗЫ

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру сушки.

Весы лабораторные с погрешностью не более 0,0002 г.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

2-ИУС 5-90

gost.e-ecolog.ru

Термометр ртутный стеклянный с ценой деления 1° С по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2823—73, или любой другой, обеспечивающий контроль заданной температуры.

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

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 500 или 250 мл.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82 или алюминиевые.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 50 или 25 мл.

Фильтры бумажные обеззоленные.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82 с хлористым кальцием по ГОСТ 4161—77 или ГОСТ 4460—77, прокаленным, или с силикагелем по ГОСТ 3956—76.

Ацетон по ГОСТ 2603—79 или ГОСТ 2768—84.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, приготовленная по ГОСТ 4517—75.

Дифениламин по ГОСТ 5825—70, раствор 1 г в 100 мл серной кислоты.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,05, 0,1 или 0,5 н. растворы.

Формалин технический по ГОСТ 1625—75, 25%-ный раствор, нейтрализованный, как указано в обязательном приложении.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72 и тимоловый синий, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или натр едкий технический жидкий по ГОСТ 2263—79, 0,2 или 0,5 н. растворы.

Титр раствора устанавливают в присутствии фенолфталеина по щавелевой кислоте по ГОСТ 22180—76 или янтарной кислоте по ГОСТ 6341—75 химически чистым перекристаллизованным или по соляной кислоте по ГОСТ 3118—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.1. (Исключен, Изм. № 1)

2.2. **Проведение испытания**

2.2.1. Остаток на фильтре после определения содержания нитросоединений, нитроэфиров или минерального масла по ГОСТ 14839.1—69 обрабатывают водой с температурой 60—80° С. Для взрывчатых веществ, содержащих гексоген, применяют воду, насыщенную гексогеном из расчета 5 г гексогена на 1 л воды. Приготовленный раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 12 ч и перед применением фильтруют.

2.2.2. Фильтрат собирают в мерную колбу; полноту растворения аммиачной селитры и других растворимых в воде солей проверяют после того, как в колбе наберется 100—150 мл фильтрата. Обработку остатка водой ведут до отрицательной реакции фильтрата на ионы NO_3' и Cl' (проба с раствором дифениламина в серной кислоте и с раствором азотнокислого серебра). Фильтрат доводят водой до метки при 20° С и тщательно перемешивают.

2.2.3. Фильтр с остатком сушат в течение 2 ч при температуре 100—105° С и сохраняют для определения содержания гексогена, алюминия и других нерастворимых в воде веществ.

Допускается производить сушку остатка в приборе для ускоренной сушки с инфракрасной электролампой по чертежу ГОСТ 14839.12—69 в течение 15—20 мин при температуре 95—100° С.

Для ускорения сушки остаток на фильтре после обработки водой для взрывчатых веществ, не содержащих гексоген, допускается промывать ацетоном по ГОСТ 2603—79 или ГОСТ 2768—84.

2.2.4. Для определения содержания аммиачной селитры из колбы отбирают пипеткой 50 или 25 мл фильтрата и помещают его в коническую колбу. К раствору прибавляют 10—15 мл нейтрализованного раствора формалина.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.5. Содержимое колбы тщательно перемешивают и после выдержки в течение 1—2 мин титруют раствором едкого натра в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

При наличии в аммиачной селитре красителей, содержание ее определяют в присутствии индикатора тимолового синего.

2.2.6. Для взрывчатых веществ, не содержащих нитроэфиры, допускается определять содержание аммиачной селитры из отдельной навески по п. 3. При определении содержания аммиачной селитры в гранулитах и граммонитах усредненную пробу в количестве 20—30 г перед испытанием тщательно измельчают и для определения отбирают около 1,5 г вещества.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.7. Допускается определять массовую долю аммиачной селитры во взрывчатых веществах, не содержащих растворимых в воде солей, по убыли массы навески.

Остаток на фильтре после определения массовой доли нитросоединений и минерального масла по ГОСТ 14839.1—69 или нитроэфиров по ГОСТ 14839.2—69 взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и обрабатывают водой, имеющей температуру 70±10° С.

Полноту растворения аммиачной селитры проверяют по п. 2.2.2.

Для взрывчатых веществ, содержащих гексоген, применяют раствор 5 г гексогена в 1 л воды. Приготовленный раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 12 ч и перед применением фильтруют.

Фильтр с остатком сушат (п. 2.2.3), охлаждают в эксикаторе не менее 40 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре в двухкомпонентных составах после удаления аммиачной селитры можно использовать для определения массовой доли веществ, нерастворимых в воде по ГОСТ 14839.11—69.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. **Подсчет результатов испытания**

2.3.1. Массовую долю аммиачной селитры (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot n \cdot 100}{m} \cdot \frac{100}{K},$$

где V — объем 0,5 или 0,2 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, мл;

T — масса аммиачной селитры, соответствующая 1 мл точно 0,5 или 0,2 н. раствора гидроокиси натрия, соответственно равная 0,040027 или 0,016011, г;

n — степень разбавления;

m — масса навески взрывчатого вещества, взятая для определения нитросоединений и минерального масла по ГОСТ 14839.1—69 или нитроэфиров по ГОСТ 14839.2—69, г;

K — среднее значение массовой доли нитрата аммония в партиях аммиачной селитры, израсходованных на изготовление испытуемой партии взрывчатого вещества, определенное по нормативно-технической документации на селитру, %. Допускается использовать установленное практически значение, выведенное на основании многочисленных определений как средний результат этих определений.

2.3.2. Массовую долю аммиачной селитры, определенную по п. 2.2.7, (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса фильтра с остатком до обработки водой, г;

m_2 — масса фильтра с нерастворимым остатком после обработки водой, г.

2.3.3. При массовой доле влаги в анализируемом образце 0,2—0,6% в расчетных формулах навеску ВВ пересчитывают на сухую массу (m_3) в граммах по формуле

$$m_3 = m\left(1 - \frac{m_4}{100}\right),$$

где m_4 — массовая доля влаги, определенная по ГОСТ 14839.12—69, %.

При массовой доле влаги более 0,6% испытуемый образец используют для анализа только после высушивания его в условиях определения влаги и летучих веществ в соответствии с ГОСТ 14839.12—69.

2.3.4. Проводят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое значение, округляемое до 0,1%.

Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,3% при доверительной вероятности 0,95.

2.3.5. Массовую долю аммиачной селитры (X_2) в процентах во взрывчатых веществах, содержащих хлористый аммоний или аммиачную селитру с фосфоросодержащими нерастворимыми в воде добавками, вычисляют по формуле

$$X_2 = 100 - (X_3 + X_4 + X_5),$$

где X_3 — суммарная массовая доля нитросоединений и минерального масла, определенная по ГОСТ 14839.1—69 или нитроэфиров, определенная по ГОСТ 14839.2—69, %;

X_4 — массовая доля хлористого аммония, определенная по ГОСТ 14839.4—69 или фосфоросодержащих добавок в аммиачной селитре, взятых из паспорта предприятия-изготовителя. Допускается использовать среднее значение фосфоросодержащих добавок для постоянных предприятий-поставщиков аммиачной селитры, %;

X_5 — массовая доля нерастворимых веществ, определенная по ГОСТ 14839.11—69.

2.3.1—2.3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АММИАЧНОЙ СЕЛИТРЫ ВО ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВАХ, СОДЕРЖАЩИХ НАТРИЕВУЮ СОЛЬ КАРБОКСИМЕТИЛЦЕЛЛЮЛОЗЫ

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы по п. 2.1 со следующим дополнением:

ступка с пестиком агатовые или деревянные;

спирт бутиловый по ГОСТ 6006—78 или спирт изобутиловый по ГОСТ 6016—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3.2. **Проведение испытания**

3.2.1. Перед испытанием пробу взрывчатого вещества тщательно измельчают. Измельчение пробы акватола производят по ГОСТ 14839.0—79.

3.2.2. 15—25 мл формалина помещают в колбу, добавляют 100 мл воды, три капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором едкого натра до слабо-розового окрашивания, сохраняющегося в течение 1 мин.

3.2.3. В раствор вносят около 1,5 г взрывчатого вещества, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г. Для взрывчатых веществ, содержащих парафин, в раствор добавляют 5—7 капель бутилового или изобутилового спирта, тщательно перемешивают, оставляют в покое на 15 мин и затем снова перемешивают.

3.2.4. Содержимое колбы перемешивают, а затем титруют раствором едкого натра в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

При наличии в аммиачной селитре красителя массовую долю ее определяют в присутствии индикатора тимолового синего.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. **Подсчет результатов испытания**

3.3.1. Массовую долю аммиачной селитры (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V \cdot T \cdot n \cdot 100}{m_5} \cdot \frac{100}{K},$$

где m_5 — масса навески ВВ, взятая на анализ, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

3.3.3. Оценку результатов определения проводят по п. 2.3.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.4. При содержании влаги в испытуемом образце более 0,2% в расчетной формуле применяют навеску, пересчитанную на сухую массу (п. 2.3.3).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

СПОСОБ НЕЙТРАЛИЗАЦИИ ФОРМАЛИНА

Нейтрализацию формалина проводят раствором едкого натра в присутствии трех капель раствора фенолфталеина до слабо-розового окрашивания. Полноту нейтрализации формалина проверяют следующим образом:

10 мл нейтрализованного раствора формалина разбавляют 50 мл воды и добавляют 2—3 капли фенолфталеина, при этом правильно нейтрализованный формалин от 1 капли 0,2 н. раствора щелочи должен давать слабо-розовое окрашивание, не исчезающее в течение 1—2 мин.

Изменение № 2 ГОСТ 14839.3—69 Взрывчатые вещества промышленные. Метод определения содержания аммиачной селитры

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

В наименовании стандарта и по всему тексту стандарта заменить слово: «содержание» на «массовая доля»; «content» на «total mass fraction».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 7209.

Вводная часть. Второй абзац. Заменить слова: «едкого натра» на «гидроокиси натрия»

Пункт 2.1. Четвертый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2823—73» на «по ГОСТ 27544—87»;

дополнить абзацем (после восьмого): «Бюретка по ГОСТ 20292—74 вместимостью 25 или 50 мл»;

девятый абзац. Исключить слово: «обезвоженные»;

десятый 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»;

тринадцатый абзац. Исключить слова: «приготовленная по ГОСТ 4517—75»;

пятнадцатый абзац. Заменить слова: «0,05, 0,1 или 0,5 н. растворы» на «раствор с массовой долей азотнокислого серебра 1, 2 или 10 %»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей формальдегида 25 %»;

семнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 5850—72 на ТУ 6—09—5360—87;

восемнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(NaOH)=0,2$ или 0,5 моль/л (0,2 или 0,5 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.1—83»;

девятнадцатый абзац исключить.

Пункты 2.2.1, 2.2.2 изложить в новой редакции: «2.2.1. Остаток на фильтре после определения массовой доли тротила, нитроэфиров, или минерального масла по ГОСТ 14839.1—69 обрабатывают дистиллированной водой с температурой 60—80 °С. Для взрывчатых веществ, содержащих гексоген, применяют дистиллированную воду комнатной температуры, насыщенную гексогеном из расчета 5 г гексогена на 1 л дистиллированной воды. Приготовленный раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 12 ч и перед применением фильтруют.

2.2.2. Фильтрат собирают в мерную колбу. Полноту растворения аммиачной селитры и других растворимых в воде солей проверяют после того, как в колбе наберется 100—150 мл фильтрата. Обработку остатка водой ведут до отрицательной реакции фильтра на ионы NO_3^- и Cl^-. Полноту удаления ионов NO_3^- проверяют по отсутствию синего окрашивания при добавлении нескольких капель фильтрата к раствору дифениламина в серной кислоте. Полноту удаления ионов Cl^- проверяют по отсутствию осадка при добавлении нескольких капель фильтрата к раствору азотнокислого серебра. Фильтрат выдерживают не менее 15 мин при температуре (20±2) °С, после чего объем раствора доливают до метки дистиллированной водой той же температуры и тщательно перемешивают».

Пункт 2.2.3. Последний абзац дополнить словами: «Для взрывчатых веществ, содержащих алюминий, операция промывки остатка на фильтре ацетоном обязательна».

Пункт 2.2.5. Заменить слова: «едкого натра» на «гидроокиси натрия».

Пункт 2.2.6. Заменить слова: «по п. 3» на «по разд. 3».

Пункт 2.2.7. Первый абзац. Заменить слова: «по убыли массы навески» на «по уменьшению массы остатка на фильтре»;

второй абзац после слов «или нитроэфиров по ГОСТ 14839.2—69» дополнить словами: «или ГОСТ 14839.1—69»;

(Продолжение см. с. 166)

четвертый абзац. Заменить слова. «раствор 5 г гексогена в 1 л воды» на «воду комнатной температуры, насыщенную гексогеном из расчета 5 г гексогена на 1 л воды»;

пятый абзац. Заменить слова: «не менее 40 мин» на «40—50 мин»;

шестой абзац. Заменить слово: «составах» на «взрывчатых веществах».

Пункт 2.3.1 Экспликацию для обозначений V и T изложить в новой редакции.

«V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, мл;

T — масса аммиачной селитры, соответствующая 1 мл раствора гидроокиси натрия точной концентрации 0,5 или 0,2 моль/л (0,5 или 0,2 н.), соответственно равная 0,040027 или 0,016011 г/мл»; для обозначения m после слов «или нитроэфиров по ГОСТ 14839.2—69» дополнить словами: «или по ГОСТ 14839.1—69».

Пункт 2.3.3. Последний абзац дополнить словами: «При этом для взрывчатых веществ, у которых массовая доля влаги входит в 100 % компонентного состава, массовую долю аммиачной селитры ($X_т$) при ее определении экстракционным методом или (X_8) при ее определении титриметрическим методом вычисляют в процентах по формулам:

$$X_т = \frac{m_1 - m_2}{m_6}(100 - X_3) \text{ или } X_т = \frac{V \cdot T \cdot n(100 - X_3)}{m_6} \cdot \frac{100}{K},$$

где m_6 — масса навески предварительно высушенного анализируемого ВВ, г;

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

Пункт 2.3.4. Заменить слова: «до 0,1 %» на «до десятой доли процента».

Пункт 2.3.5. Экспликацию для обозначения X_3 после слов «определенная по ГОСТ 14839.2—69» дополнить словами: «или ГОСТ 14839.1—69».

Пункт 3.1 Второй абзац дополнить словами: «или ячмовые, или халцедоновые».

Пункт 3.2.2 исключить.

Пункт 3.2.3. Заменить слова: «В раствор вносят около 1,5 г взрывчатого вещества, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г» на «В колбу помещают около 1,5 г взрывчатого вещества, взвешенного с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака, приливают 100 мл дистиллированной воды, перемешивают и приливают 15—25 мл нейтрализованного раствора формалина».

Пункт 3.2.4. Заменить слова: «едкого натра» на «гидроокиси натрия».

Приложение. Первый абзац. Заменить слово: «окрашивания» на «окрашивания, не исчезающего в течение 1—2 мин»;

второй абзац. Заменить слова: «едкого натра» на «гидроокиси натрия», «50 мл воды» на «50 мл дистиллированной воды», «0,2 н раствора щелочи» на «раствора гидроокиси натрия».

(ИУС № 5 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru