УДК 622.23/.24.001.4:006.354 Группа Л79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Взрывчатые вещества промышленные

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НИТРОЭФИРОВ

Industrial explosives.
Method for determination
of nitroethers content

ГОСТ 14839.2—69*

Взамен
ГОСТ 9073—64
в части п. 32

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 (ВВ) и устанавливает метод определения массовой доли нитроэфиров.

Метод основан на восстановлении уксуснокислых растворов нитроэфиров сернокислым закисным железом при объемном титровании избытка последнего раствором двухромовокислого калия.

1. ОТБОР ПРОБ

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

2. (Исключен, Изм. № 1)

3. МЕТОД ОБЪЕМНОГО ТИТРОВАНИЯ

3.1. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

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

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

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий заданную температуру сушки.

Плитка электрическая с закрытым нагревателем.

Баня водяная.

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 4161—77 или ГОСТ 4460—77, прокаленным, или с силикагелем по ГОСТ 3956—76.

Тигли фильтрующие ТФ ПОР 100 или ТФ ПОР 40 по ГОСТ 25336—82 или фильтры бумажные.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82 или алюминиевые.

Бюретки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 50 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10 мл.

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

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 и 500 мл.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 70—75%-ный раствор (объемные проценты).

Кислота фосфорная по ГОСТ 5653—75, 40%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148—78, 0,1 н. раствор, готовят, как указано в обязательном приложении.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, 0,1 н. раствор.

Дифениламиносульфонат натрия или фенилантраниловая кислота, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Эфир этиловый, сухой перегнанный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. **Проведение испытания**

3.2.1. Около 5 г взрывчатого вещества, взвешенного с точностью до 0,0002 г, помещают в фильтр-тигель или бумажный фильтр. Бумажные фильтры предварительно должны быть обработаны этиловым эфиром, высушены в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре 95—100° С, охлаждены в эксикаторе над хлористым кальцием не менее 40 мин и взвешены с погрешностью не более 0,0002 г.

Навеску взрывчатого вещества обрабатывают около 300 мл этилового эфира до полного растворения нитроэфиров и нитросоединений. Полноту растворения определяют по отсутствию розовой окраски при смешивании нескольких капель фильтрата с равным объемом спиртового раствора гидроокиси натрия (калия). Экстрагирование нитроэфиров и нитросоединений допускается производить в экстракционном аппарате ускоренного действия, применяемом при анализе пороха.

Эфирный экстракт собирают в коническую колбу. Затем из эфирного экстракта отгоняют эфир при температуре 40—45° С.

Остаток в колбе растворяют в 15—20 мл уксусной кислоты и полученный раствор сливают в мерную колбу через воронку с фильтром (для отделения нерастворившегося нитросоединения).

Колбы и фильтр с нитросоединениями промывают не менее двух раз уксусной кислотой, сливая ее в ту же мерную колбу. Объем раствора в мерной колбе доводят добавлением уксусной кислоты до метки.

Пипеткой отбирают 10 мл полученного раствора, помещают в коническую колбу, добавляют из бюретки точно 40 мл раствора сернокислого закисного железа и 15 мл серной кислоты. Затем колбу помещают на предварительно нагретую электроплитку. Причем, на электроплитку помещают одновременно 3 колбы — две с рабочим раствором и одну с контрольным. В колбе с контрольным раствором вместо 10 мл уксуснокислого раствора нитроэфира берут 10 мл уксусной кислоты.

Содержимое колб кипятят в течение 6—8 мин, считая с момента закипания. За это время реакция протекает полностью и раствор становится прозрачным, темно-оранжевого цвета.

По истечении указанного времени колбы снимают с электроплитки и охлаждают до комнатной температуры, сначала добавлением 100 мл воды, а затем в бане с холодной водой. Для ускорения охлаждения разрешается охлаждать колбы под водопроводным краном. Содержимое колб титруют 0,1 н раствором двухромовокислого калия в присутствии 7 мл фосфорной кислоты.

В качестве индикатора применяют раствор дифениламинсульфоната натрия или фенилантраниловой кислоты. Конец титрования отмечается резким переходом окраски из зеленого в сине-фиолетовый.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. **Подсчет результатов испытания**

3.3.1. Содержание нитроэфиров в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}002821 \cdot 10 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем точно 0,1 н. раствора двухромовокислого калия, пошедший на титрование контрольного раствора, мл;

V_2 — объем точно 0,1 н. раствора двухромовокислого калия, пошедший на титрование рабочего раствора, мл;

0,002821 — количество нитроэфира, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора двухромовокислого калия, г.

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).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (Исключено, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ 0,1 н РАСТВОРА СЕРНОКИСЛОГО ЗАКИСНОГО ЖЕЛЕЗА

Раствор готовят следующим образом: 27,8 г сернокислого закисного железа взвешивают с точностью до 0,01 г, растворяют в 500 мл воды, приливают 11 мл серной кислоты и доводят объем до 1 л.

gost.e-ecolog.ru