ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОРОХА ПИРОКСИЛИНОВЫЕ И ЛАКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ГРАФИТА

ГОСТ 7102—80

Издание официальное

БЗ 2—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.351:543.06:006.354 Группа Л79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОХА ПИРОКСИЛИНОВЫЕ И ЛАКОВЫЕ

Методы определения массовой доли графита

Pyropowders and varnish powders.
Methods for determination of graphite fraction of total mass

ГОСТ 7102—80*
Взамен ГОСТ 7102—72

ОКСТУ 7217

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 января 1980 г. № 445 дата введения установлена 01.01.81
Постановлением Госстандарта от 19 декабря 1985 г. № 4188 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовой доли графита в пироксилиновых и лаковых порохах и весовой — в пироксилиновых порохах:

фотометрический — для порохов, содержащих графит только на поверхности элементов не более 0,5 %. Метод основан на ополаскивании пороха ацетоном с последующим измерением оптической плотности раствора на фотоэлектроколориметре или нефелометре;

весовой — для порохов, содержащих графит в массе в любом количестве. Метод основан на разложении пороха азотной кислотой или 10 %-ным раствором едкого натра, фильтрации и высушивании остатка до постоянной массы.

Допускается определение массовой доли графита, находящегося на поверхности пороховых элементов пироксилиновых порохов, проводить весовым методом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Отбор проб

Отбор проб — по нормативно-технической документации.

1.2. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Колориметр фотоэлектрический или колориметр-нефелометр по нормативно-технической документации.

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

Центрифуга лабораторная по нормативно-технической документации.

Секундомер или часы песочные по нормативно-технической документации.

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

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 или 100 мл.

Фильтр бумажный или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Ацетон технический по ГОСТ 2768—84.

Порох с известной массовой долей графита (0,2—0,3 %), определенной весовым методом.

Порох неграфитованный той же марки.

Допускается применение лабораторной посуды и реактивов стран-членов СЭВ, удовлетворяющих требованиям соответствующих отечественных стандартов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3. Подготовка к испытанию

1.3.1. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика берут навески пороха с известной массовой долей

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (сентябрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., декабре 1985 г. (ИУС 8—84, 4—86)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1998

графита, взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г. Например, при массовой доле графита в порохе 0,23 % берут навески пороха массой 0,2; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 г, что соответствует 0,046; 0,092; 0,115; 0,138; 0,184; 0,230; 0,276 % графита в пересчете на 1 г пороха. При получении массы навески менее 1 г ее доводят до 1 г добавлением неграфитованного пороха.

Навески пороха поочередно высыпают при взбалтывании в колбы, в которые предварительно налито 50 мл ацетона.

Каждую колбу закрывают пробкой и взбалтывают до полного отделения графита от поверхности пороховых элементов, заметного по изменению цвета пороховых элементов от черного до желто-зеленого.

Ацетон с частичками графита немедленно сливают в рабочую кювету для измерения оптической плотности раствора.

1.3.2. Измеряют оптические плотности ацетоновых растворов на фотоколориметре или нефелометре при длине волны 490—500 нм (синий светофильтр) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм, согласно инструкции на прибор. При этом кюветы сравнения заполняют раствором, полученным фильтрованием или центрифугированием навески пороха массой 1 г, подготовленного по п. 1.3.1.

1.3.3. При построении градуировочного графика готовят серию растворов и измеряют их оптическую плотность три раза, каждый раз взбалтывая раствор. Для каждой точки вычисляют среднее арифметическое значение, по которому строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю графита в процентах, а на оси ординат — среднюю оптическую плотность раствора.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в 6 мес. Для проверки градуировочного графика необходимо брать не менее трех точек. При отклонении массовой доли графита более чем на 0,05 % от градуировочного графика составляют новый график.

1.3.1—1.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.4. Проведение испытания

1.4.1. В три колбы наливают по 50 мл ацетона и постепенно, при энергичном взбалтывании, поочередно высыпают навески пороха массой 1 г, взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г. Колбы закрывают пробками, взбалтывают содержимое колб до полного отделения графита от поверхности пороховых элементов, заметного по изменению цвета пороховых элементов от черного до желто-зеленого. Для лаковых порохов взбалтывание проводят в течение 5—6 с (10—12 взбалтываний).

Содержимое одной из колб после осаждения, фильтрования или центрифугирования используют в качестве раствора сравнения, а раствор ацетона с частичками графита из двух других колб последовательно наливают в рабочую кювету толщиной поглощающего свет слоя 30 мм и измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 490—510 нм (синий светофильтр).

1.4.2. При массовой доле графита в порохе более 0,2 % навеску пороха берут массой 0,5 г. Испытание проводят по п. 1.4.1. Полученный результат определения необходимо удвоить.

1.5. Обработка результатов

Массовую долю графита в порохе в процентах определяют по градуировочному графику по полученному значению оптической плотности.

Проводят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое значение, округляемое до 0,01 %.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать:

0,01 % — для порохов с массовой долей графита не более 0,1 %;

0,02 % — для порохов с массовой долей графита более 0,1 %.

Если расхождение результатов параллельных определений будет более указанного, проводят повторное определение.

1.4.1—1.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.6. Требования безопасности

1.6.1. Ацетон — легковоспламеняющаяся жидкость, относящаяся к 4-му классу опасности (ГОСТ 12.1.005—88).

1.6.2. Предельно допустимая концентрация ацетона в воздухе 200 мл/м^3.

Температура вспышки минус 18 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.6.3. Минимальная температура самовоспламенения 465 °С, концентрационные пределы

взрываемости паров в воздухе 2,2—13 % (по объему), температурные пределы взрываемости насыщенных паров в воздухе минус 20 °С — плюс 6 °С.

1.6.4. Все рабочие помещения должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией.

1.6.5. Вся аппаратура должна иметь защитное заземление. При переливании ацетона не допускается разрыв струи.

1.6.6. Индивидуальными средствами защиты работающих являются резиновые перчатки.

1.6.7. Все работы с пироксилиновыми и лаковыми порохами необходимо проводить в соответствии с требованиями действующих правил эксплуатации производств, правил устройства предприятий, правил защиты от статического электричества в производствах отрасли, правил техники безопасности, утвержденных в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД

2.1. Отбор проб — по п. 1.1.

2.2. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и 0,1 г.

Шкаф сушильный по нормативно-технической документации.

Электроплитка с закрытым обогревом по ГОСТ 14919—83.

Насос стеклянный водоструйный лабораторный по ГОСТ 25336—82.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82 с хлористым кальцием по ТУ 6—09—4711—81 или ТУ 6—09—5077—87, прокаленным.

Термометр электроконтактный по ГОСТ 9871—75.

Часы по нормативно-технической документации.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147—80.

Термометр стеклянный лабораторный по ГОСТ 27544—87.

Колба коническая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 500 или 1000 мл.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336—82, вместимостью 500 или 1000 мл.

Воронка стеклянная типа В по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий типа ТФ с размерами пор 40—100 мкм по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25, 100 и 500 мл.

Асбест волокнистый.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, концентрированная.

Натр едкий технический по ГОСТ 2263—79, 10 %-ный раствор.

Ацетон технический по ГОСТ 2603—79.

Метиловый оранжевый по нормативно-технической документации, 0,1 %-ный водный раствор.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применение лабораторной посуды и реактивов стран-членов СЭВ, удовлетворяющих требованиям соответствующих отечественных стандартов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Подготовка к испытанию

50 г асбеста, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в колбу с 1000 мл дистиллированной воды.

Содержимое колбы кипятят на электроплитке 10 мин, отстаивают 3 мин и сливают декантацией водный мутный раствор. Эту операцию проводят два раза. Затем асбест заливают 300 мл концентрированной азотной кислоты, а для порохов, не содержащих металлических добавок, допускается обработка асбеста 10 %-ным раствором едкого натра и кипятят 20 мин. Эту операцию проводят два раза, после чего асбест отсасывают на воронке Бюхнера, промывая нагретой до кипения дистиллированной водой до нейтральной реакции (проба на метиловый оранжевый) и сушат при 100 °С 2—3 ч.

2.4. Проведение испытания

Около 5 г пороха, подготовленного по нормативно-технической документации, взвешивают на лабораторных весах с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и наливают в нее 70—80 мл азотной кислоты, а для порохов, не содержащих металлических добавок, допускается разрушение пороха производить 10 %-ным раствором едкого натра. Колбу покрывают стеклянной воронкой. Содержимое колбы нагревают до полного разрушения пороха,

затем снимают воронку, прибавляют 10 мл дистиллированной воды, нагретой до кипения, и продолжают кипятить 45—50 мин.

Полученный раствор фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера с помощью водоструйного насоса через фильтрующий тигель, доведенный до постоянной массы при 110—120 °С, с вложенным в него уплотненным слоем асбеста толщиной 5—6 мм.

Колбу ополаскивают три-четыре раза дистиллированной водой, нагретой до кипения, сливая ее в фильтрующий тигель. Затем содержимое фильтрующего тигля тщательно промывают дистиллированной водой, нагретой до кипения, и отсоединяют пробку с фильтрующим тиглем от колбы.

2—3 мл промывных вод собирают в пробирку и проверяют нейтральность промывных вод пробой на метиловый оранжевый.

Остаток на фильтрующем тигле промывают ацетоном в количестве 20—40 мл и сушат до постоянной массы при 110—120 °С около 1,5 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Допускается трехкратное использование одного и того же фильтрующего тигля с вложенным в него асбестом. После этого асбест вынимают, стенки фильтрующего тигля протирают ватой, промывают нагретой до кипения дистиллированной водой и сушат.

2.5. Обработка результатов

Массовую долю графита (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса фильтрующего тигля с асбестом и графитом, г;

m_2 — масса фильтрующего тигля с асбестом, г;

m — масса пороха, г.

Проводят два параллельных определения, по результатам которых определяют среднее арифметическое, округляемое до 0,01.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 %.

Если расхождение результатов параллельных определений будет более указанного, то проводят повторное определение.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.6. Требования безопасности

2.6.1. Азотная кислота представляет собой бесцветную или слегка желтоватую прозрачную жидкость с характерным удушливым запахом, относится ко 2-му классу опасности по ГОСТ 12.1.005—88.

2.6.2. При непосредственном контакте с кожей азотная кислота вызывает ожоги. Дым, содержащий азотную кислоту, раздражает дыхательные пути, вызывает разрушение зубов, коньюнктивит.

2.6.3. При работе с азотной кислотой необходимо использовать индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки, защитные очки, спецодежду) и соблюдать правила личной гигиены.

2.6.4. Все рабочие помещения должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Все работы с азотной кислотой проводят в вытяжном шкафу лаборатории.

2.6.5. Все работы с пироксилиновыми порохами проводят по п. 1.6.7.

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.09.98. Подписано в печать 21.10.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.
Тираж 114 экз. С 1291. Зак. 1980.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru