УДК 622.23/.24.001.4:006.354 Группа Л79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Взрывчатые вещества промышленные

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ

Industrial explosives.
Method for determination
of chlorates content

ГОСТ 14839.4—69*

Взамен
ГОСТ 9073—64
в части п. 36

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 хлористого натрия (калия) и хлористого аммония.

Метод основан на объемном титровании иона хлора раствором закисной азотнокислой ртути.

1. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И ПОСУДА

1.1. Для проведения испытаний должны применяться следующие реактивы, растворы и посуда:

калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75, 10%-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н. раствор;

ртуть азотнокислая закисная по ГОСТ 4521—78, 0,1 н. раствор, полученный способом, приведенным в приложении 1 к настоящему стандарту;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, не содержащая окислов азота; готовят следующим образом: с помощью водоструйного насоса продувают через азотную кислоту воздух (в течение 30—40 мин) до получения устойчивого окрашивания пробы от одной капли 0,1 н. раствора марганцовокислого калия;

дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, 1%-ный спиртовой раствор-индикатор, полученный способом, приведенным в приложении 2 к настоящему стандарту;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1 н. раствор;

ртуть по ГОСТ 4658—73;

колба коническая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 мл.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

gost.e-ecolog.ru

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

2.1. В колбу переносят пипеткой 50 мл фильтрата, полученного по ГОСТ 14839.3—69, прибавляют 5 мл азотной кислоты и титруют раствором азотнокислой ртути.

2.2. Дифенилкарбазид приливают перед концом титрования в количестве 0,2—0,5 мл и продолжают титрование до перехода окраски от голубоватой до синей или сине-фиолетовой.

3. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Содержание хлористого натрия в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 10 \cdot 0{,}005846}{m} \cdot \frac{100}{K},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование, мл;

0,005846 — количество хлористого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора азотнокислой ртути, г;

K — содержание хлористого натрия в поваренной соли, пошедшей на изготовление испытуемой партии взрывчатого вещества, в процентах, учитывается при содержании поваренной соли во взрывчатом веществе более 30%;

m — навеска взрывчатого вещества, г.

3.2. Содержание хлористого калия в процентах (X_1) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 10 \cdot 0{,}007456}{m} \cdot 100,$$

где 0,007456 — количество хлористого калия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора азотнокислой ртути, г.

3.3. При определении содержания хлористого калия в составах, содержащих одновременно хлористый калий и хлористый аммоний, дополнительно отбирают 50 мл фильтрата и производят титрование хлористого аммония едким натром в соответствии с ГОСТ 14839.3—69, и содержание хлористого калия в процентах (X_2) вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - 5V_1) \cdot 0{,}007456 \cdot 10 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем точно 0,5 н. раствора едкого натра, пошедший на титрование хлористого аммония, мл;

0,007456 — количество хлористого калия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора азотнокислой ртути, г.

3.4. Содержание хлористого аммония в процентах (X_3) вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0{,}00535 \cdot 10}{m} \cdot 100,$$

где 0,00535 — количество хлористого аммония, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора азотнокислой ртути, г.

3.5. При совместном содержании хлористого аммония и хлористого калия определение содержания хлористого аммония производят титрованием его едким натром в соответствии с ГОСТ 14839.3—69.

Содержание хлористого аммония в процентах (X_4) вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot 0{,}02675 \cdot 10}{m} \cdot 100,$$

где 0,02675 — количество хлористого аммония, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора едкого натра, г.

3.6. При совместном содержании хлористого натрия, хлористого калия и азотнокислого натрия, определение содержания хлористых солей производят суммарно с азотнокислым натрием (ГОСТ 14839.7—69).

3.7. 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).

3.8. Содержание хлористых солей допускается определять титрованием пробы 0,1 н. раствором азотнокислого серебра в присутствии четырех капель раствора хромовокислого калия.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ 0,1 н. РАСТВОРА АЗОТНОКИСЛОЙ ЗАКИСНОЙ РТУТИ

Раствор готовят следующим образом:

28,1 г бесцветных кристаллов азотнокислой закисной ртути растворяют в 1 л воды, содержащей 40 мл азотной кислоты плотностью 1,15 г/см^3 по ГОСТ 4461—77, и прибавляют несколько капель металлической ртути. Титр полученного раствора устанавливают через 1—2 суток после приготовления по химически чистым хлористым солям калия или натрия. Раствор сохраняют в колбе из темно-оранжевого стекла в присутствии нескольких капель ртути.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ 1%-ного СПИРТОВОГО РАСТВОРА-ИНДИКАТОРА ДЕФИНИЛКАРБАЗИДА

Раствор готовят следующим образом:

1 г дифенилкарбазида растворяют в 10 мл этилового спирта ректификованного технического (гидролизного или сульфитного) при нагревании (раствор готов к применению через трое суток).

gost.e-ecolog.ru