30.12.94
N 3/95

7125

UKD 662.1/.4:543.061

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA Materiały wybuchowe **Oznaczanie stałości** Próba Abla	BN-64 6091-16 Zamiast ZN-58/MPCh/04-1022 ZN-57/MPCh/04-1505 Grupa katalogowa X 79

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest jakościowa metoda oznaczania chemicznej stałości nitrogliceryny, nitroglikolu, nitrocelulozy dynamitowej, materiałów wybuchowych zawierających nitroglicerynę, nitroglikol lub ich mieszaninę oraz innych substancji wchodzących w skład ww. materiałów wybuchowych; oznaczanie to przeprowadza się za pomocą tzw. próby Abla.

W dalszej treści normy słowa "materiał wybuchowy" zostały zastąpione skrótem MW.

2. SPOSÓB OZNACZANIA

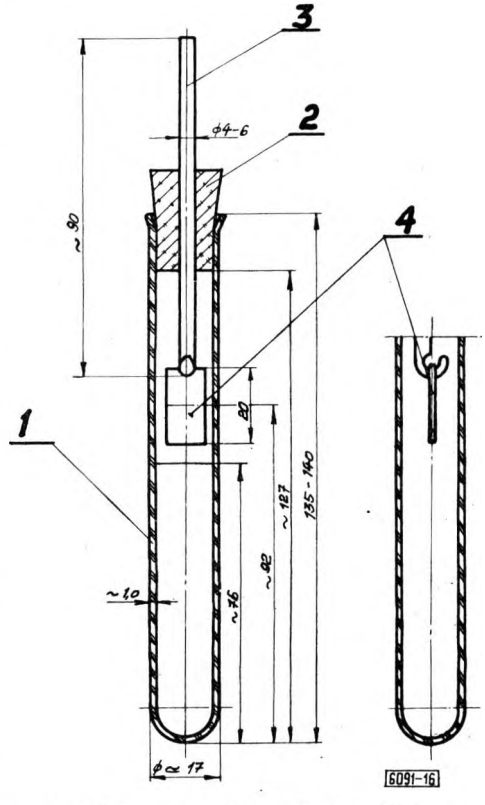
2.1. Zasada oznaczania polega na ogrzewaniu badanego MW w obecności papierka jodopotasowoskrobiowego w ściśle określonej temperaturze i warunkach przewidzianych normami przedmiotowymi.

Miarą stałości badanego MW jest czas, mierzony w minutach, który upłynął od chwili umieszczenia próbki w aparacie do chwili wystąpienia na papierku jodopotasowoskrobiowym zabarwienia odpowiadającego wzorcowi.

2.2. Przyrządy i materiały

a) Łaźnia wodna do ogrzewania probówek z badanym MW, zaopatrzona w termometr i mieszadło. W pokrywie łaźni powinny znajdować się otwory na probówki i termometr. Dozwolone jest ogrzewanie łaźni prądem elektrycznym, parą lub cyrkulacją gorącą wodą. Łaźnia powinna być utrzymana w stałej temperaturze oraz powinna mieć stały poziom wody (6 mm poniżej górnej krawędzi łaźni). Łaźnię umieścić tak, aby papierki wskaźnikowe były wyraźnie widoczne.

b) Probówki ze szkła bezbarwnego, chemicznie obojętnego (np. jenajskiego z czarnym paskiem), nie zawierającego ołowiu, kamieni (niestopionych okruchów szkła), smug (przezroczystych wtrąceń) i pofałdowań. Wymiary probówek powinny być zgodne z rysunkiem. Probówka napełniona wodą do wysokości 127 mm powinna mieć pojemność 20 ÷ 22 ml. Na ściankach probówek powinny być wytrawione trzy kreski: I na wysokości 127 mm, II na wysokości 92 mm i III na wysokości 76 mm. Do I kreski powinna sięgać dolna krawędź korka, na wysokości II powinna znajdować się granica zwilżenia papierka wskaźnikowego, a III powinna pokrywać się z górną krawędzią pokrywy łaźni (po wstawieniu do niej probówek),



Probówka z korkiem i pręcikiem szklanym do prób Abla: 1 - probówka, 2 - korek gumowy, 3 - pręcik szklany z haczykiem, 4 - papierek wskaźnikowy

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg"
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg"
dnia 8 stycznia 1965 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 15 kwietnia 1965 r.
(Mon. Pol. nr 19/1965 poz. 88)

Nakład wznowiony (Wyd. II)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa. Ark. wyd.0,48 Nakł.1500+136 Zam. 3546/66 Cena zł 3,60

c) Korki do probówek gumowe z otworem przelotowym wzdłuż osi, przez który przetyka się pręcik szklany z haczykiem, lub szklane doszlifowane z przytopionym pręcikiem szklanym z haczykiem. Do prób z nitrogliceryną i nitroglikolem nie wolno używać korków szklanych.

d) Pręciki szklane do probówek, ze szkła chemicznie obojętnego (np. jenajskiego z czarnym paskiem), o wymiarach podanych na rysunku. Dolny koniec pręcika szklanego powinien być wyciągnięty i zgięty w kształcie haczyka.

e) Co najmniej 2 termometry o działce 0,2°C, sprawdzone z termometrami zalegalizowanymi.

f) Igła poniklowana lub ostro zakończony pręcik szklany grubości 2 mm, do przekłuwania papierków wskaźnikowych.

g) Płytka szklana lub korkowa, na której przekłuwa się papierki wskaźnikowe, owinięta często zmienianą bibułą do sączenia, o wymiarach około 100×100 mm, z otworem o średnicy 2,5 mm. Płytka korkowa nie powinna mieć otworów.

h) Lejki szklane o średnicy lejka 50 ÷ 55 mm, długości rurki ssącej 65 ÷ 75 mm, zewnętrznej średnicy rurki ssącej 12 ÷ 13 mm, do wsypywania do probówek MW sypkich i plastycznych. Do sączenia nitrogliceryny i nitroglikolu należy używać lejka z rurką ssącą o średnicy 7 ÷ 8 mm. Koniec rurki ssącej powinien być ścięty prostopadle do osi symetrii lejka.

i) Papierki wskaźnikowe jodopotasowoskrobiowe produkcji radzieckiej (w przypadku stosowania innych papierków należy porównać je z papierkami radzieckimi), o wymiarach 20×10 mm, dostarczane w opakowaniu zabezpieczającym je przed działaniem światła, z zaznaczonym na etykiecie granicznym terminie przydatności. Z partią papierków wskaźnikowych powinien być dostarczony wzorzec zabarwienia tych papierków, umieszczony w zatopionej probówce ze szkła bezbarwnego.

Każdorazowo przed pobraniem do prób Abla nowego opakowania sprawdzić przydatność papierków wskaźnikowych w następujący sposób: czystym pręcikiem szklanym przenieść na badany papierek jedną kroplę 10-procentowego roztworu kwasu octowego. Jeżeli na papierku ukaże się natychmiast brunatna lub niebieska plama, papierek należy uznać za nieprzydatny do oznaczań i całą paczkę należy zniszczyć. W przypadku gdy plamka ukaże się po upływie 1 min od umieszczenia kropli roztworu kwasu octowego, nie stanowi to powodu do dyskwalifikacji papierków, lecz wskazuje na konieczność zużycia ich w najkrótszym terminie, sprawdzając ich przydatność każdorazowo przed użyciem. Jeżeli plamka ukaże się po 3 min lub później, papierki należy uznać za trwałe i można je używać w późniejszym terminie.

Wyjmowanie papierków ze słoika, przekłuwanie i nakładanie na haczyk powinno odbywać się za pomocą czystej pincety poniklowanej oraz igły poniklowanej lub pręcika szklanego.

Papierki wskaźnikowe należy chronić przed działaniem światła dziennego, a szczególnie przed bezpośrednim padaniem promieni słonecznych, gdyż wpływa to na znaczne zwiększenie ich czułości.

j) Talk używany do badania MW nitroglicerynowych plastycznych należy przygotować w następujący sposób: talk farmaceutyczny przemyć kilkakrotnie wodą zwykłą, potem destylowaną, następnie 3 ÷ 4 razy 1-procentowym roztworem sody i ostatecznie kilkakrotnie wodą destylowaną. Przemywać należy tak długo, aż przemyty i wysuszony talk umieszczony w probówce i ogrzany do 75°C nie będzie zabarwiał papierka wskaźnikowego nawet po 1-godzinnym ogrzewaniu. Suszenie i przechowywanie talku powinno odbywać się w czystej, niezakwaszonej atmosferze.

2.3. Przygotowanie próbek do oznaczania

2.3.1. Przygotowanie próbek nitrogliceryny i nitroglikolu. Około 5 ml nitrogliceryny lub nitroglikolu, dla usunięcia z nich wilgoci, należy przesączyć przez twardy sączek kolejno do dwóch probówek do wyznaczonej pojemności 2 ml. Podczas sączenia należy uważać, aby krople nitrogliceryny lub nitroglikolu nie ściekały po ściankach probówek, lecz spadały bezpośrednio na dno. Nie należy brać do pomiaru probówek, w których przy sączeniu nastąpiło zwilżenie ścianek nitrogliceryną lub nitroglikolem.

2.3.2. Przygotowanie próbek nitroglicerynowych MW plastycznych. Z naboju przeznaczonego do badania odwinąć osłonkę papierową i z końca naboju odciąć łopatką z materiału nieiskrzącego 1-centymetrową warstwę MW, którą należy odrzucić. Następnie odważyć w naczyńku wagowym 3,25 g MW z dokładnością do 0,01 g, przy czym próbka powinna leżeć na swym opakowaniu, i należy unikać bezpośredniego dotykania jej rękami.

Równolegle należy odważyć z dokładnością do 0,01 g 6,5 g talku przygotowanego wg 2.2 j) i zmieszać z odważką MW w moździerzu porcelanowym za pomocą łopatki lub tłuczka z materiału nieiskrzącego, lub na papierze nabojowym jednostronnie gładkim - za pomocą łopatki, aż do otrzymania jednorodnej mieszaniny. Próbkę po przeniesieniu za pomocą łopatki i lejka wg 2.2 h) do probówki, ugnieść lekko pręcikiem szklanym z płaską stopką do wysokości około 5 cm. Okruchy MW przyczepione do ścianki probówki zsunąć na dół pręcikiem szklanym z nasadką gumową.

2.3.3. Przygotowanie próbek sypkich MW. Odwinąć osłonkę papierową z naboju przeznaczonego do badania i z jego końca odciąć łopatką z materiału nieiskrzącego 1-centymetrową warstwę MW i odrzucić ją. Następnie odważyć w naczyńku wagowym 3,25 g MW z dokładnością do 0,01 g i wsypać przez lejek wg 2.2 h) do probówki bez talku.

Dla zasunięcia MW na dno należy lekko uderzyć palcami o ścianki probówki. Zawartość probówki lekko ugnieść pręcikiem szklanym z płaską stopką do wysokości około 3 cm. Okruchy MW pozostające na ściance probówki należy zsunąć na dół pręcikiem szklanym z nasadką gumową. Jeżeli do badania przeznaczono MW stwardniały, wówczas należy rozdrobnić go uprzednio w moździerzu porcelanowym za pomocą łopatki z materiału nieiskrzącego.

2.3.4. Przygotowanie próbek nitrocelulozy dynamitowej. Próbkę nitrocelulozy dynamitowej suszyć w naczyńku wagowym w suszarce w temperaturze 40°C do stałej masy. Następnie odrzucić górną warstwę próbki, a z pozostałości odważyć próbkę wielkości 1,30 g z dokładnością do 0,01 g. Odważkę nitrocelulozy wsypać przez lejek do probówki, ugnieść pręcikiem szklanym do wysokości 3 cm i oczyścić ścianki probówki pręcikiem szklanym z nasadką gumową.

Przy próbach rozjemczych próbkę nitrocelulozy należy przygotować wg normy wymienionej w rozdz. 3.

2.3.5. Przygotowanie próbek trójnitrotoluenu, dwunitrotoluenu oraz innych składników wchodzących w skład MW. Próbkę trójnitrotoluenu i dwunitrotoluenu, wysuszoną w eksykatorze próżniowym nad chlorkiem wapniowym, rozdrobnić w moździerzu porcelanowym za pomocą łopatki z materiału nieiskrzącego, a następnie odważyć 3,25 g z dokładnością do 0,01 g i przygotować próbkę wg 2.3.3.

Analogicznie należy przygotować próbki saletry, soli przemysłowej i innych składników MW. Próbki mączki drzewnej uprzednio wysuszyć do stałej masy w temperaturze 80°C i odważyć do oznaczania 1,5 g.

2.4. Warunki oznaczania. Oznaczanie stałości MW wg próby Alba należy przeprowadzać w pomieszczeniu specjalnie do tego celu przeznaczonym, dobrze wentylowanym, wolnym od wyziewów laboratoryjnych i przemysłowych.

Ściany tego pomieszczenia powinny być pomalowane białą olejną farbą lub wyłożone białymi płytkami, aby można je było zmywać co pewien czas. Pomieszczenie to powinno mieć dobre oświetlenie dzienne i zabezpieczenie przed bezpośrednim przenikaniem światła słonecznego; okna pokoju powinny być oszklone białym matowym szkłem lub co najmniej mieć oświetlenie elektryczne, o barwie zbliżonej do światła dziennego,dla umożliwienia wykonywania prób w dni pochmurne.

W pomieszczeniu tym nie wolno otwierać probówek po wykonaniu oznaczania, myć i suszyć probówek, pręcików szklanych i korków, przechowywać niewymytych naczyń i próbek po ich zbadaniu, ani przeprowadzać innych badań lub czynności laboratoryjnych.

2.5. Przygotowanie do oznaczania

2.5.1. Mycie i przygotowanie naczyń i przyrządów. Po usunięciu resztek badanych MW naczynia zanurzyć na 15 min do mieszaniny chromowej, po czym naczynia przemyć wewnątrz i zewnątrz kilkakrotnie wodą, a następnie 2-procentowym roztworem sody i wypłukać wodą. Po tych czynnościach naczynia przemyć dwukrotnie wodą destylowaną, wygotować w w ciągu 10 min w wodzie destylowanej, wyjąć z gorącej wody i odwrócić tak, aby woda wpływała zwilżając całą powierzchnię.

W przypadku stwierdzenia tłustych plam mycie naczyń powtórzyć. Przy myciu korków gumowych postępować jak przy myciu naczyń szklanych (pomijając zanurzenie ich do mieszaniny chromowej). Na zakończenie naczynia i korki wysuszyć.

2.5.2. Przygotowanie i zawieszenie papierków wskaźnikowych. Wyjąć czystą pincetą papierek wskaźnikowy ze słoika, położyć go na czystą płytkę wg 2.2 g) i zrobić igłą poniklowaną otwór w środku jego węższego boku, w odległości około 2 mm od brzegu.Pincetą trzymając papierek pionowo zwilżyć oba dolne jego rogi za pomocą pręcika szklanego kroplą 50-procentowego wodnego roztworu gliceryny cz.d.a. Papierek powinien wchłonąć roztwór gliceryny równomiernie i do połowy swej wysokości, pozostawiając jasną linię na granicy części suchej i zwilżonej. Następnie tak przygotowany papierek zawiesić pionowo (zwilżoną częścią do dołu) na haczyku pręcika szklanego osadzonego na korku. Papierek wskaźnikowy podczas próby nie powinien dotykać probówki. Korkiem z pręcikiem szklanym zatkać probówkę z przygotowaną próbką tak, aby środek papierka wskaźnikowego pokrywał się ze środkową kreską probówki.

2.6. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie przeprowadzać w temperaturze podanej w normie przedmiotowej dla badanego MW. Po ogrzaniu łaźni do temperatury, w której należy przeprowadzić oznaczanie, zapisać temperaturę w dzienniku prób laboratoryjnych. Następnie wstawić przygotowane probówki z próbkami do łaźni przez otwory w pokrywie i równocześnie uruchomić sekundomierz. Dla każdego MW należy przeprowadzić dwie równoległe próby w dwóch probówkach. Probówki należy zanurzyć w wodzie tak głęboko, aby dolna kreska na probówce pokrywała się z poziomem pokrywy łaźni. Obok łaźni należy umieścić probówkę z wzorcem zabarwienia tak, aby znajdował się on na tej samej wysokości i był tak samo oświetlony jak papierki wskaźnikowe umieszczone w probówkach w łaźni wodnej. Wahania temperatury podczas trwania próby nie powinny przekraczać $\pm 0,5^{\circ}C$. Podczas oznaczania należy od czasu do czasu sprawdzić wygląd papierków wskaźnikowych. Krótko przed upływem czasu określającego przewidywaną stałość badanego MW porównać wygląd papierków wskaźnikowych z wzorcem zabarwienia. Próbę uważać za zakończoną, gdy na granicy suchej i zwilżonej części papierka wskaźnikowego ukaże się smuga o takiej samej intensywności zabarwienia, jaką ma kreska na wzorcu zabarwienia. Wtedy należy zatrzymać sekundomierz, odczytać czas z dokładnością do 0,5 min i zapisać w dzienniku prób laboratoryjnych.

Próbę trwającą dłużej od czasu podanego w wymaganiach normy przedmiotowej należy przerwać, notując wynik w następujący sposób: $> X$ min.

2.7. Rozbieżność pomiędzy wynikami równoległych oznaczań nie powinna przekraczać 2 min dla MW, których normy przedmiotowe przewidują stałość w granicach do 30 min, 4 min dla MW o wymaganej stałości większej niż 30 min.

W przypadku otrzymania większej rozbieżności oznaczanie należy powtórzyć. Jeżeli przy powtórzonym badaniu różnica pomiędzy wynikami przekroczy podane wyżej dopuszczalne rozbieżności, papierki wskaźnikowe z danego opakowania należy zdyskwalifikować, a badanie powtórzyć, biorąc papierki z nowego opakowania.

2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć obydwa wyniki równoległych oznaczań, jeżeli rozbieżność tych wyników nie będzie większa, niż podano w 2.7.

O zgodności z wymaganiami normy przedmiotowej decyduje wynik niższy.

3. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do czasu ustanowienia odpowiedniej normy branżowej przygotowywanie próbek nitrocelulozy dynamitowej do badań rozjemczych należy wykonywać wg RN-56/MPCh-811/1 "Nitrocelulozy. Przygotowanie próbek do badań". Normę tę dostarczają na żądanie Zakłady Chemiczne "Pronit" w Pionkach.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-64/6091-16

CSRS ČSN 66 8067