UKD 622.235.2:662.24.001.4

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA Materiały wybuchowe górnicze **Oznaczanie zawartości nitrozwiązków i nitroestrów**	BN-67 6091-23 Grupa katalogowa X 79

1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie ogólnej zawartości nitrozwiązków aromatycznych i ciekłych nitroestrów oraz gliceryny i glikolu, jeżeli wchodzą one w skład górniczych materiałów wybuchowych.

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

2. Normy związane

BN-63/6091-02 Materiały wybuchowe górnicze. Pobieranie próbek

BN-66/6091-21 Materiały wybuchowe. Oznaczanie zawartości wody

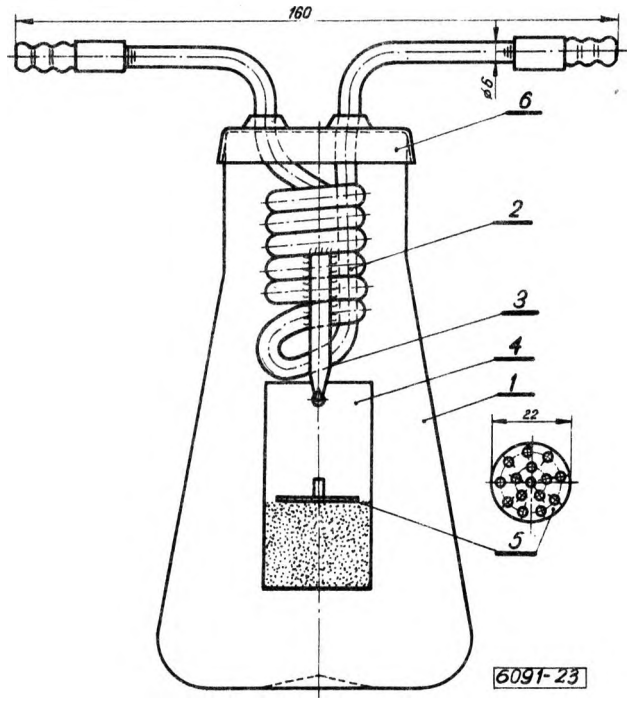
3. Zasada oznaczania polega na wyekstrahowaniu nitrozwiązków aromatycznych i nitroestrów ciekłych z badanego MW za pomocą benzenu lub chloroformu, wysuszeniu pozostałości po ekstrakcji do stałej masy i obliczeniu z różnicy mas przed i po ekstrakcji zawartości nitrozwiązków lub nitroestrów.

4. Przygotowanie próbki MW. Z pobranego wg BN-63/6091-02 naboju pobrać próbkę MW w ilości około 5 g i wysuszyć w eksykatorze do stałej masy wg BN-66/6091-21 p. 2.3.

5. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Aparat ekstrakcyjny Haanena-Baduma wg rysunku lub aparat Soxhleta.

b) Tygle z filtrem ze szkła spiekanego o wielkości porów G3 - z otworami do zawieszania i bez otworów.



Aparat ekstrakcyjny Haanena-Baduma: 1 - kolba, 2 - chłodnica, 3 - haczyk, 4 - tygiel, 5 - sitko aluminiowe, 6 - przykrywka

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg"
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg"
dnia 3 sierpnia 1967 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań
od dnia 1 kwietnia 1968 r. (Mon. Pol. nr 51/65 poz. 271)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa, Ark. wyd. 0,24 Nakł. 1000+133 Zam. 3642/67 Cena zł 1,20

c) Dwie kolby próżniowe stożkowe, w tym jedna z tulipanem.

d) Benzen cz. lub chloroform cz., wysuszone przez wytrząsanie z bezwodnym chlorkiem wapniowym.

e) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 20-procentowy.

6. Wykonanie oznaczania. W zależności od tego, czy nitroestry ciekłe, wchodzące w skład badanego MW, są zżelatynowane za pomocą nitrocelulozy dynamitowej, rozróżnia się dwa sposoby oznaczania ogólnej zawartości nitrozwiązków aromatycznych i nitroestrów ciekłych:

sposób A - stosowany do MW nie zawierających w swym składzie nitrocelulozy dynamitowej (nitroestrów niezżelatynowanych),

sposób B - stosowany do MW zawierających w swym składzie nitrocelulozę dynamitową (nitroestry zżelatynowane).

a) Oznaczanie sposobem A. Próbkę przygotowaną wg 4 umieścić w tyglu wg 5 b) przemytym uprzednio benzenem, wysuszonym w temperaturze około 105°C do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g. Tygiel z próbką MW zważyć z dokładnością do 0,0002 g i umieścić w tulipanie osadzonym w kolbie próżniowej stożkowej połączonej przez drugą kolbę próżniową stożkową (zabezpieczającą) z pompą wodną.

Próbkę MW wymywać benzenem o temperaturze pokojowej, przy włączonej pompie wodnej, dodawanym porcjami po 20 ml, rozgniatając ją pręcikiem szklanym. Do wymywania użyć około 120 ml benzenu. Wymywanie należy uważać za zakończone, jeżeli kropla przesączu nie zabarwi bibuły zwilżonej roztworem wodorotlenku sodowego na brunatnoczerwono.

Po zakończeniu wymywania tygiel z pozostałością umieścić na szkiełku zegarkowym w suszarce i suszyć w temperaturze 80 ÷ 100°C, a następnie ochłodzić w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Czynności te powtarzać aż do uzyskania stałej masy.

b) Oznaczanie sposobem B. Tygiel 4 z próbką MW przygotować jak w a). Aparat ekstrakcyjny Haanena-Baduma zestawić wg rysunku w następujący sposób: do kolby 1 pojemności 300 ml, ustawionej na łaźni wodnej i umocowanej w statywie, wlać 50 ml benzenu lub chloroformu. Na warstwie MW znajdującego się w tyglu umieścić sitko aluminiowe 5. Tak przygotowany tygiel zawiesić na haczykach 3 pod chłodnicą miedzianą 2 połączoną na stałe z przykrywką 6. Chłodnicę z tyglem umieścić w kolbie i docisnąć szczelnie przykrywką. Puścić wodę przez chłodnicę i włączyć ogrzewanie łaźni wodnej.

Ekstrakcję prowadzić przy lekkim wrzeniu rozpuszczalnika tak, aby spływał z chłodnicy do tygla z szybkością 1 ÷ 2 kropli na sekundę.

W zależności od zawartości nitroestrów w postaci zżelatynowanej, ekstrakcję należy prowadzić przez 3 ÷ 8 godz. Zakończenie ekstrakcji sprawdzić jak w a), a następnie wyłączyć ogrzewanie łaźni wodnej.

Po spłynięciu rozpuszczalnika z tygla wyjąć go z kolby, umieścić w suszarce na szkiełku zegarkowym i suszyć w temperaturze 80 ÷ 100°C. Po około 1 godz wyjąć tygiel z suszarki, usunąć sitko, zgarniając dokładnie pędzelkiem przylegające resztki MW i ponownie włożyć go do suszarki. Dalej postępować jak w a).

Oznaczanie wykonać co najmniej dwukrotnie.

7. Obliczanie wyników. Ogólną zawartość nitrozwiązków aromatycznych i ciekłych nitroestrów (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 - masa tygla z próbką MW przed wymywaniem lub ekstrakcją, g,

m_2 - masa tygla z próbką MW po wymywaniu lub ekstrakcji, g,

m - masa tygla, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,2%.

K O N I E C

2028