

wycof 1.08.91
2/91 p 5
ob. 90/6092-04
6237

UKD 662.413.5

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Materiały wybuchowe inicjujące Azydek ołowiawy	6092-04
		Zamiast BN-71/6092-04
		Grupa katalogowa X 73

1. WSKŁĄCZENIE

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest azydek ołowiawy, który jest solą ołowiawą kwasu azotowodorowego i ma:

- a) wzór chemiczny $Pb(N_3)_2$,
- b) wzór budowy $Pb(\ddot{N} = \ddot{N} = \ddot{N}:)_2 \longleftrightarrow Pb(\ddot{N} - N = N:_:)_2$,
- c) masę cząsteczkową 291,2502 (1961 r.).

Azydek ołowiawy stosuje się jako materiał wybuchowy inicjujący do elaboracji spłonek oraz do wyrobu mieszanin inicjujących i zapalczych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy produkcji i odbiorze azydku ołowiawego.

nia azydku ołowiawego rozróżnia się dwa jego rodzaje:

- K - krystaliczny,
- D - dekstrynowany.

2.2. Gatunki. W zależności od przeznaczenia rozróżnia się dwa gatunki azydku ołowiawego dekstrynowanego:

- S (specjalny) - stosowany do produkcji specjalnej,
- G (górnicy) - stosowany do produkcji spłonek górniczych.

2.3. Przykład oznaczenia azydku ołowiawego dekstrynowanego specjalnego:

AZYDEK OŁOWIAWY DS BN-78/6092-04

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

3. WYMAGANIA

2.1. Rodzaje. W zależności od technologii wytwarzania

Wymagania dotyczące poszczególnych rodzajów i gatunków azydku ołowiawego podano w tabl. 1.

Tablica 1

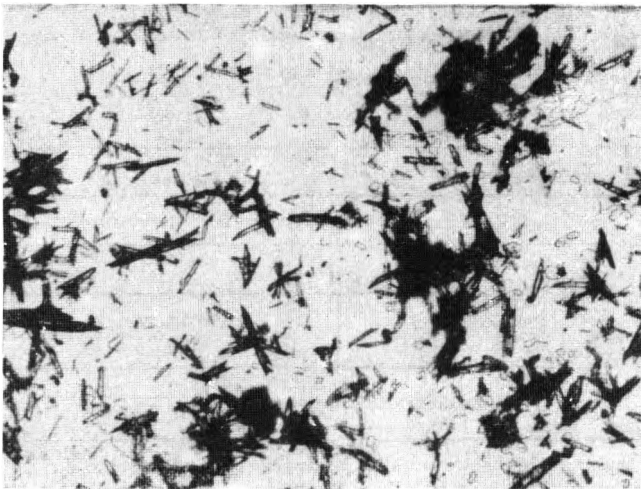
Wymagania	Rodzaje		
	krystaliczny (K)	dekstrynowany (D)	
		gatunki	
		specjalny (S)	górnicy (G)
a) Barwa	biała do lekko szarej, dopuszczalna jasnorożowa	biała do jaśniejszej	
b) Wygląd zewnętrzny	powinien mieć postać proszku o budowie krystalicznej; poszczególne kryształy nie powinny być widoczne nieuzbrojonym okiem niedopuszczalne są obce domieszki widoczne nieuzbrojonym okiem	powinien mieć postać sypkiej drobnokrystalicznej substancji; badany pod mikroskopem nie powinien mieć kryształów w postaci igieł wg rys. 1, dużych rozwiniętych gwiazd wg rys. 2 lub wydłużonych słupków wg rys. 3	
c) Woda i substancje lotne, %, nie więcej niż	0,03	0,15	0,5
d) Azydek ołowiawy, %, co najmniej	97,5	93,0	91,0
e) Ołów, %	70,0 + 71,2	68,0 + 70,2	67,0 + 69,2
f) Dekstryna, %	-	2,0 + 4,0	2,0 + 5,0

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw i Farb PLASTOFARB
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw i Farb PLASTOFARB dnia 6 lipca 1978 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 17 /1978 poz. 77)

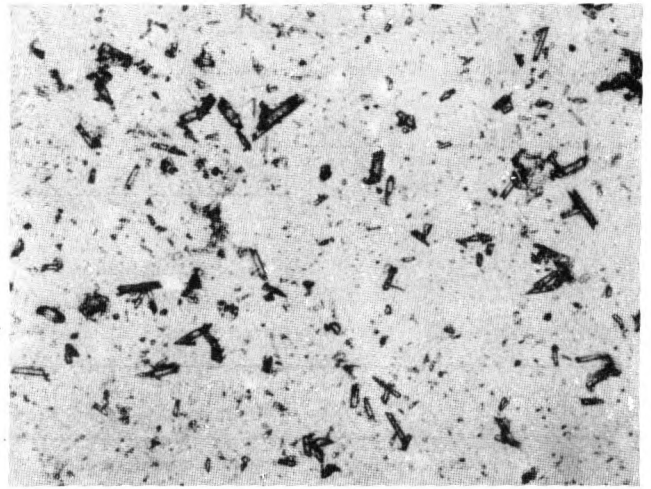
cd. tabl. 1

Wymagania	Rodzaje		
	krystaliczny (K)	dekstrynowany (D)	
		gatunki	
		specjalny (S)	górnicy (G)
g) Substancje nierozpuszczalne w 25-procentowym roztworze kwasu azotowego	nie dopuszczalne wg 5.5.7 ¹⁾		
h) Gęstość nasypowa, g/cm ³	nie normalizuje się		1,1 + 1,8
i) Dolna granica wrażliwości na tarcie wg Koenena, G, powyżej	nie normalizuje się	10	10 ²⁾ lub 20 ³⁾
j) Dolna granica wrażliwości na uderzenie wg Kasta przy ciężarze 1 kG, cm, powyżej	nie normalizuje się	50	50

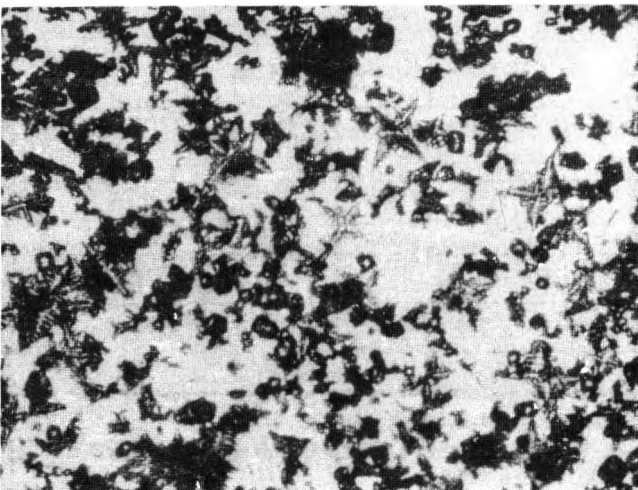
1) Dopuszczalna jest obecność śladów pozostałości nierozpuszczalnej: włókien sączka, tkaniny, cząsteczek gumy i ślady grafitu.
 2) Obowiązuje dla technologii w Zakładach Tworzyw Sztucznych NITRON-ERG.
 3) Obowiązuje dla technologii w Zakładach Tworzyw Sztucznych ERG, Tychy.



Rys. 1



Rys. 3



Rys. 2

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Azydek ołowiawy należy przechowywać w słoikach wykonanych z gumy lub tworzywa sztucznego, przewodzących prąd, w ilości nie większej niż 1,5 kg w każdym słoiku.

4.2. Przechowywanie. Azydek ołowiawy należy przechowywać w magazynach odpowiadających Przepisom bezpieczeństwa pracy przy produkcji, składowaniu i transporcie wewnątrzzakładowym materiałów wybuchowych.

Temperatura w magazynie powinna być utrzymana w granicach $15 \pm 40^{\circ}\text{C}$, a wilgotność względna nie powinna przekraczać 65%.

Czas przechowywania azydku ołowiawego nie powinien być dłuższy niż trzy miesiące. Po tym okresie przed uży-

ciem go do produkcji należy sprawdzić zawartość wody i substancji lotnych.

4.3. Transport azydku ołowiawego poza zakład wytwarzający go jest niedopuszczalny.

Na terenie zakładu należy przemieszczać go ręcznie w nosidłach, najwyżej po dwa słoiki o łącznej masie nie przekraczającej 2 kg.

5. BADANIA

5.1. Program badań - wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Częstotliwość przeprowadzania badań		
	rodzaje i gatunki		
	K	DS	DG
a) Sprawdzenie barwy i wyglądu zewnętrznego (3a i 3b)	O	O	O
b) Oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych (3c)	O	O	O
c) Oznaczanie zawartości azydku ołowiawego (3d)	O	O	O
d) Oznaczanie zawartości ołowiu (3e)	O	O	T
e) Oznaczanie zawartości dekstryny (3f)		O	O
f) Sprawdzenie obecności substancji nierozpuszczalnych w 25-procentowym roztworze kwasu azotowego (3g)	O	O	O
g) Oznaczanie gęstości nasypowej (3h)			O
h) Oznaczanie dolnej granicy wrażliwości na tarcie (3i)		O	O
i) Oznaczanie dolnej granicy wrażliwości na uderzenie (3j)		M	M
<p>Litera O oznacza obowiązek wykonywania badania każdej partii.</p> <p>Litera T oznacza obowiązek wykonywania badania raz w tygodniu.</p> <p>Litera M oznacza obowiązek wykonywania badania raz w miesiącu.</p>			

5.2. Wielkość partii. Partię azydku ołowiawego stanowi przy metodzie ciągłej jednozmianowa produkcja, a przy metodzie periodycznej nie zmieszane ze sobą oddzielne strącenia (szarże) z dobowej produkcji.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę suchego azydu ołowiawego należy pobierać w sposób losowy bezpośrednio przed przesiewaniem, w zależności od liczby tac lub słoików w partii, wg tabl. 3 lub w sposób automatyczny podczas przesiewania.

Do oznaczania zawartości dekstryny, azydku ołowiawego i substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym dopuszcza się pobieranie próbek azydku ołowiawego mokrego z każdego sita po odsączeniu i przemyciu.

Tablica 3

Liczba tac lub słoików w partii	Liczba tac lub słoików wybranych do pobrania próbek
4	4
4 + 16	5
17 + 36	9

Próbki jednostkowe należy pobierać za pomocą sztywne- go papieru, specjalnego urządzenia do pobierania próbek lub automatycznie podczas sitowania.

W przypadku azydku ołowiawego K i DS próbki jednostkowe należy pobierać do słoików z każdego strącenia oddzielnie, a w przypadku azydku ołowiawego DG - jedną średnią próbkę z całej partii, wg tabl. 3.

Wielkość próbek jednostkowych należy dobrać tak, aby łączna masa próbki laboratoryjnej przeznaczonej do badań wynosiła około 20 g.

Na słoikach powinny być nalepione etykiety zawierające: nazwę, rodzaj i gatunek materiału, numer partii, datę strącenia i datę pobrania próbki.

5.4. Przygotowanie próbki do badań. Próbkę wilgotną, pobraną wg 5.3, należy przesypać do parownicy i suszyć w temperaturze 50 + 60°C do stałej masy. Tak przygotowaną próbkę należy używać do wykonywania oznaczeń.

5.5. Cpis badań

5.5.1. Sprawdzenie barwy i nieobecności zanieczyszczeń mechanicznych należy sprawdzić gołym okiem.

5.5.2. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego należy wykonać pod mikroskopem przy powiększeniu 100-krotnym.

5.5.3. Oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych. Z próbki pobranej wg 5.3 należy odważyć około 3 g azydku ołowiawego z dokładnością do 0,0002 g w wysuszonym do stałej masy naczynku wagowym ze szlifem zewnętrznym i suszyć w suszarce w temperaturze 50 + 60°C przez 3 h. Naczynko wagowe należy przykryć pokrywką i wstawić na 30 min do eksykatora nad chlorkiem wapniowym, a następnie zważyć.

Zawartość wody i substancji lotnych (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2} \quad (1)$$

w którym:

m - masa naczynka z azydkiem ołowiawym przed suszeniem, g,

m_1 - masa naczynka z azydkiem ołowiawym po suszeniu, g,

m_2 - odważka azydku ołowiawego, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,03%.

5.5.4. Oznaczanie zawartości azydku ołowiawego

5.5.4.1. Odczynniki i roztwory

- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Żelazowo-amonowy siarczan cz.d.a., roztwór nasycony, przygotowany wg PN-76/C-06501 p. 2.9.
- Kwas azotowy cz.d.a.
- Octan amonowy cz.d.a., roztwór 10N o pH = 7.
- Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

5.5.4.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.4 należy odważyć około 0,3 g azydku ołowiawego z dokładnością do 0,0002 g.

Odważoną próbkę umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³ i rozpuścić, lekko podgrzewając, w 10 cm³ roztworu octanu amonowego; dodać 100 cm³ wody destylowanej i 50, 0 cm³ roztworu azotanu srebra, wstrząsając kolbę przez cały czas, po czym dopełnić kolbę wodą destylowaną do kreski, zamknąć korkiem, a zawartość dokładnie zmieszać i pozostawić osad azydku srebra do odstania na 1 h w ciemnym miejscu.

Po odstaniu roztwór należy odsączyć do suchej kolby przez suchy sączek przeznaczony do oddzielania osadów drobnoziarnistych lub przez tygiel G4 z dnem porowatym ze spiekane go szkła, pobrać pipetą pomiarową 100,0 cm³ przesącza, określić w nim nadmiar azotanu srebra przez miareczkowanie 0,1N roztworem rodanku amonowego w obecności 1 + 3 cm³ roztworu siarczanu żelazowo-amonowego.

Jeżeli po dodaniu siarczanu żelazowo-amonowego roztwór się zabarwi, należy dodać kroplami kwasu azotowego w celu odbarwienia.

Koniec miareczkowania poznaje się po tym, że powstaje trwale różowe zabarwienie, nie znikające przy wstrząsaniu.

Zawartość azydku ołowiawego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - 2,5 V_2) \cdot 0,014562 \cdot 100}{m_3} \quad (2)$$

w którym:

- V_1 - objętość ściśle 0,1N roztworu azotanu srebra pobranego do analizy, cm³,
- V_2 - objętość ściśle 0,1N roztworu rodanku amonowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- 2,5 - stosunek ogólnej objętości badanego roztworu do objętości roztworu wziętego do miareczkowania,
- 0,014562 - masa azydku ołowiawego odpowiadająca ściśle 1 cm³ 0,1N roztworu azotanu srebra, g,
- m_3 - odważka azydku ołowiawego, g.

5.5.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,4%.

5.5.5. Oznaczanie zawartości ołowiu

5.5.5.1. Odczynniki i roztwory

- Octan amonowy cz.d.a., roztwór 10M.
- Roztwór buforowy 2 wg PN-68/C-04950.
- Kwas winowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05M.
- Oranz ksylenowy cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy.

5.5.5.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 250 + 300 cm³ odważyć 0,30 g azydku ołowiawego z dokładnością do 0,0002 g.

Próbkę rozpuścić w 10 cm³ roztworu octanu amonowego, dodać 5 cm³ roztworu buforowego, 2 cm³ roztworu kwasu winowego i całość rozcieńczyć do objętości 50 cm³, po czym dodać 0,5 cm³ roztworu oranżu ksylenowego i miareczkować 0,05M roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany fioletowoczerwonego zabarwienia roztworu na cytrynowożółty.

Zawartość ołowiu (X_3) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,01036 \cdot 100}{m_4} \quad (3)$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- 0,01036 - ilość ołowiu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g,
- m_4 - odważka azydku ołowiawego, g.

5.5.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,3%.

5.5.6. Oznaczanie zawartości dekstryny

5.5.6.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- Alkohol etylowy rektyfikowany.
- Chromian potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.5.6.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,5 g azydku ołowiawego należy odważyć z dokładnością do 0,0002 g. Zważoną próbkę należy umieścić w zlewce pojemności 100 + 150 cm³, dodać 50 cm³ kwasu octowego, ostrożnie zmieszać i podgrzać na łaźni wodnej w temperaturze 50 + 70°C do całkowitego rozpuszczenia azydku ołowiawego.

W roztworze pozostaje dekstryna w postaci lekkiego osadu (zawiesiny).

Roztwór należy ochłodzić do temperatury 18 + 23°C, przesączyć przez tygiel G4, uprzednio przemyty, 20 cm³

kwasu octowego i 30 cm³ alkoholu etylowego oraz wysuszony w temperaturze 130 ± 2°C, do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Osad w tyglu należy przemyć 50 cm³ kwasu octowego. Ostatnie krople kwasu należy sprawdzić na całkowite rozpuszczenie azydku ołowiawego metodą próby z chromianem potasowym. Przy niecałkowitym rozpuszczeniu osad należy przemyć jeszcze 30 cm³ kwasu octowego i 50 cm³ alkoholu etylowego, przetrzymać przez 10 ± 15 min na powietrzu w celu odparowania alkoholu, suszyć w suszarce przez 1 h w temperaturze 130 ± 2°C, po czym tygiel z osadem ochłodzić w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym i zważyć.

Zawartość dekstryny (X₄) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m_5 - m_6) \cdot 100}{m_7} \cdot \frac{100}{100 \cdot X_1} \quad (4)$$

w którym:

- m₅ - masa tygla z osadem, g,
- m₆ - masa pustego tygla, g,
- m₇ - odważka azydku ołowiawego, g,
- X₁ - zawartość wody i substancji lotnych, %.

5.5.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,2%.

5.5.7. Sprawdzanie obecności substancji nierozpuszczalnych w 25-procentowym roztworze kwasu azotowego. Z próbki przygotowanej do badania odważyć około 3 g azydku ołowiawego z dokładnością do 0,01 g.

Odważoną próbkę należy rozpuścić w 50 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu azotowego cz.d.a. W przypadku niecałkowitego rozpuszczenia się utworzonego azotanu ołowiawego należy dodać jeszcze 50 cm³ wody destylowanej.

Jeżeli po dodaniu wody stwierdzi się obecność nierozpuszczalnej pozostałości, roztwór należy przesączyć i osad oglądać pod mikroskopem dla sprawdzenia zgodności z wymaganiami podanymi w tabl. 1 poz. g).

5.5.8. Oznaczanie gęstości nasypowej. Cylinder o średnicy 13 mm, wysokości 50 mm i pojemności 5 cm³ należy zważyć z dokładnością do 0,01 g, po czym przez lejek utworzony z gładkiego papieru wsypać za osłonę ze szkła organicznego azydek ołowiawy z próbki pobranej wg 5.3 do

poziomu zaznaczonego kreską i ponownie zważyć.

Gęstość nasypową (X₅) obliczyć w g/cm³ wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_8 - m_9}{5} \quad (5)$$

w którym:

- m₈ - masa cylindra z azydkiem ołowiawym, g,
- m₉ - masa cylindra, g,
- 5 - pojemność cylindra, cm³.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,05 g/cm³.

5.5.9. Oznaczanie dolnej granicy wrażliwości na tarcie - wg BN-70/6092-02.

5.5.10. Sprawdzanie dolnej granicy wrażliwości na uderzenie - wg BN-62/6092-01.

5.6. Ocena wyników badań. Partię azydku ołowiawego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki wszystkich badań oznaczonych literą O w tabl. 2 dały wynik dodatni.

W przypadku uzyskania ujemnych wyników badań tygodniowych i miesięcznych, należy przeprowadzić sprawdzanie danego parametru dla każdej partii, aż do uzyskania pozytywnych wyników dla trzech kolejnych partii.

5.7. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Do każdej partii azydku ołowiawego należy wystawić zaświadczenie o jakości, stwierdzające zgodność własności partii z wymaganiami normy.

6. POSTĘPOWANIE Z PARTIĄ PRODUKTU UZNANĄ ZA NIEZGODNĄ Z WYMAGANIAMI NORMY

a) W przypadku otrzymania wyniku niezgodnego w zakresie zawartości wody, partię należy zwrócić do ponownego suszenia.

b) Jeżeli wyniki azydku ołowiawego rodzaju K są niezgodne z wymaganiami normy, partię należy odrzucić i zniszczyć zgodnie z ustalonymi przepisami bezpieczeństwa.

c) Jeżeli badana partia azydku ołowiawego rodzaju D nie odpowiada wymaganiam normy, należy przeprowadzić ponownie badanie parametru niezgodnego z normą dla każdej szarży oddzielnie i z tych szarży, które odpowiadają wymaganiam normy, skompletować nową partię. Szarże odrzucone zniszczyć jak w poz. b).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Tworzyw Sztucznych ERG w Tychach - Bieruniu Starym.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/6092-04

- a) dla rodzaju D wprowadzono nowe wymagania dotyczące wrażliwości na tarcie wg metody Koenena,
- b) dla rodzaju D wprowadzono nowe wymagania dotyczące wrażliwości na uderzenie wg metody Kasta,
- c) w rodzaju DG usunięto wymaganie dotyczące zdolności inicjalnej,
- d) w substancjach nierozpuszczalnych w 25-procentowym roztworze kwasu azotowego dopuszczono ślady grafitu.

3. Normy i dokumenty związane

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej
PN-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych
BN-62/6092-01 Materiały wybuchowe inicjujące. Oznaczenie wrażliwości na uderzenie metodą Kasta

BN-70/6092-02 Materiały wybuchowe inicjujące. Oznaczenie wrażliwości na tarcie metodą Koenena
Przepisy bezpieczeństwa pracy przy produkcji, składowaniu i transporcie wewnątrzzakładowym materiałów wybuchowych. Zarządzenie ministra Przemysłu Chemicznego z dnia 23 stycznia 1963 r. nr ewidencyjny 9

4. Normy zagraniczne

ZSRR ГОСТ 1905-69 - АЗИД СЕВИЦА - norma równoważna dla rodzaju K. Rodzaj DS w stosunku do ГОСТ 1905-69 ma obniżoną dolną granicę zawartości ołowiu i ma dodatkowe wymagania wrażliwości na tarcie i na uderzenie.

5. Symbol wg SWW - 1333-1.

6. Autor projektu normy Zenona Zaprzalka, Zakłady Tworzyw Sztucznych ERG w Tychach - Bieruniu Starym.