

| | | |
|------------------------|--|--|
| MATERIAŁY WYBUCHOWE | NORMA BRANŻOWA | BN-64 |
| | Nitrocelulozy Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym i mieszaninie alkoholowo-eterowej | 6093-03 |
| | | Zamiast RN-56/MPCh-811/5, ZN-55/MPCh/04-30 |
| | | Grupa katalogowa X 79 |

1. WSTĘP

Przedmiotem normy są metody oznaczania rozpuszczalności nitrocelulozy:

- a) w alkoholu etylowym - metoda stosowana dla wszystkich rodzajów nitrocelulozy,
- b) w mieszaninie alkoholu etylowego i eteru etylowego - metoda stosowana :
 - dla nitroceluloz o rozpuszczalności do 90%,
 - dla nitroceluloz o rozpuszczalności większej niż 90%.

2. OZNACZANIE ROZPUSZCZALNOŚCI NITROCELULOZ W ALKOHOLU ETYLOWYM

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na rozpuszczeniu nitrocelulozy w alkoholu etylowym i oznaczaniu wagowym pozostałości nierozpuszczalnej. Wynikiem oznaczania jest ilość nitrocelulozy rozpuszczonej, wyrażona w procentach wagowych.

2.2. Przyrządy

- a) Suszarka elektryczna promiennikowa lub zwykła.
- b) Aparat obrotowy do mieszania, 80 obr/min.
- c) Tygiel z filtrem ze szkła spiekanego o wielkości porów G3 ($15 \div 40 \mu$).

2.3. Przygotowanie próbki wykonać wg RN-55/MPCh-811/1¹⁾.

2.4. Wykonanie oznaczania. Około 1 g nitrocelulozy przygotowanej wg 2.3 odważyć z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w suchej kolbie stożkowej pojemności 300 ml, dodać 150 ml alkoholu etylowego $96,0 \pm 0,1$ i po starannym zwilżeniu nitrocelulozy kolbę szczelnie zakorkować, umieścić w aparacie do mieszania i mieszać zawartość w ciągu 1 godz. Po tym czasie kolbę wyjąć z aparatu i odstawić na 30 min celem odstania roztworu. W tym czasie w gumowej nasadce kolby ssawkowej umieścić tygiel do sączenia wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Kolbę ssawkową połączyć z pompą próżniową wodną uregulowaną na słabą próżnię i przy użyciu pręcika szklanego zlać do tygla najpierw przezroczystą część roztworu, a następnie, po zamieszaniu, przenieść ostrożnie do tygla całą zawartość kolby. Kolbę kilkakrotnie starannie spłukać alkoholem etylowym z tryskawki, używając za każdym razem $10 \div 15$ ml alkoholu. Łączna ilość alkoholu etylowego użytego do opłukiwania kolby powinna wynosić około 80 ml.

Po odsączeniu roztworu tygiel z nierozpuszczoną nitrocelulozą zdjąć z kolby ssawkowej, umieścić w suszarce, suszyć około 1 godz w temperaturze $90 \div 95^{\circ}\text{C}$ do stałej masy, ostudzić w ciągu $15 \div 20$ min w eksykatorze nad świeżo wyprażonym chlorkiem wapniowym i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

¹⁾ Patrz Postanowienia przejściowe

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)

Rozpuszczalność nitrocelulozy w alkoholu etylowym X_1 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{G_1 - (G_2 - G_3)}{G_1} \cdot 100$$

w którym:

G_1 - odważka nitrocelulozy, g,

G_2 - masa tygla z nierozpuszczoną nitrocelulozą, g,

G_3 - masa tygla, g.

2.4.1. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,3%.

3. OZNACZANIE ROZPUSZCZALNOŚCI NITROCELULOZ W MIESZANINIE ALKOHOLOWO-ETEROWEJ

3.1. Nitrocelulozy o rozpuszczalności do 90%. Oznaczanie wykonać wg rozdz. 2 z następującymi zmianami: odważkę nitrocelulozy zwilżyć 50 ml alkoholu etylowego i następnie dodać 100 ml eteru etylowego, a do sfluikiwania kolby używać mieszaniny alkoholowo-eterowej sporządzonej w stosunku objętościowym 1:2.

3.2. Nitrocelulozy o rozpuszczalności większej niż 90%

3.2.1. Wykonanie oznaczania. Około 0,5 g nitrocelulozy przygotowanej wg 2.3 odważyć z dokładnością do 0,0002 g i umieścić w suchej ampułce pojemności 55 ml zaopatrzonej w wąską rurkę z podziałką o wartości 0,01 ml. Pojemność 50 ml ampułki oznaczona jest kreską. Do nitrocelulozy w ampułce wlać 17 ml alkoholu etylowego, zamknąć gumowym korkiem, a następnie wstrząsać w ciągu 2 ÷ 3 min ampułką odwróconą rurką do góry w ten sposób, aby nitroceluloza nie przedostawała się do rurki.

Do ampułki dodać 33 ml eteru etylowego (do kreski), umieścić ją w aparacie do mieszania i mieszać zawartość w ciągu 10 + 15 min (ampułkę umieszcza się w aparacie rurką do góry). Po tym czasie ampułkę wyjąć z aparatu, otworzyć i umieścić w wirówce, po czym zawartość odwirować przy 2000 obr/min w ciągu 10 min. Następnie ampułkę wyjąć, zamknąć korkiem i oznaczyć objętość nierozpuszczalnej pozostałości.

Rozpuszczalność nitrocelulozy w mieszaninie alkoholowo-eterowej X_2 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = 100 - 10 \cdot V$$

w którym:

V - objętość nierozpuszczalnej pozostałości, ml,

10 - współczynnik przeliczeniowy objętości nierozpuszczalnej pozostałości na procenty wagowe.

Dopuszcza się wykonywanie oznaczania metodą podaną w 3.1.

3.2.2. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,3%.

4. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do czasu ustanowienia odpowiedniej normy branżowej przygotowanie próbek do badań wykonywać wg RN-55/MPCh-811/1 "Nitrocelulozy. Przygotowanie próbek do badań", którą na żądanie dostarczają Zakłady Chemiczne "Pronit" w Pionkach.

K O N I E C