

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Prochy nitrocelulozowe	6093-09
	Oznaczanie zawartości składników lotnych	Zamiast RN-60/MPCh-953/4
		Grupa katalogowa X 79

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest metoda oznaczania składników lotnych zawartych w prochach nitrocelulozowych.

**1.2. Zakres stosowania.** Norma ma zastosowania do badań: nitrocelulozowych prochów myśliwskich, prochów do broni małokalibrowej oraz prochów artyleryjskich zawierających w swoim składzie nitrocelulozę, dwufenyloaminę, centralit, ftalan dwubutyłowy, kamforę i dwunitrotoluen.

**1.3. Rodzaje oznaczeń.** Metoda oznaczania składników lotnych w prochach nitrocelulozowych obejmuje oznaczenie:

- a) ogólnej zawartości składników lotnych,
- b) składników lotnych usuwalnych przez suszenie,
- c) składników lotnych nieusuwalnych przez suszenie.

**1.4. Postanowienia ogólne.** Z wyników oznaczeń ogólnej zawartości składników lotnych i składników usuwalnych przez suszenie można obliczyć różnicę stanowiącą zawartość składników lotnych nieusuwalnych przez suszenie. Jednakże zaleca się wykonanie bezpośredniego oznaczania zawartości składników lotnych nieusuwalnych przez suszenie, gdy różnica między wynikami ogólnej zawartości składników lotnych i składników usuwalnych wynosi mniej niż 0,5%.

Dla prochów rurkowych dopuszcza się bezpośrednie oznaczenie składników lotnych nieusuwalnych przez suszenie.

Ogólną zawartość składników lotnych można określić jako sumę składników lotnych usuwalnych i nieusuwalnych przez suszenie.

## 2. OZNACZANIE OGÓLNEJ ZAWARTOŚCI SKŁADNIKÓW LOTNYCH

**2.1. Sposoby oznaczania.** Rozróżnia się dwa sposoby oznaczania ogólnej zawartości składników lotnych, różniące się między sobą rodzajem rozpuszczalnika stosowanego do rozpuszczania prochu.

Sposoby te polegają na rozpuszczaniu prochu:

- a) w acetonie,
- b) w mieszaninie alkoholowo-eterowej.

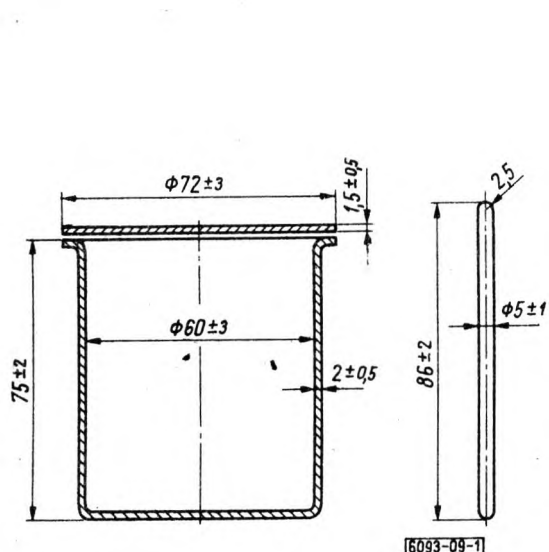
Oznaczanie ogólnej zawartości składników lotnych w prochach zawierających kamforę należy wykonywać tylko w mieszaninie alkoholowo-eterowej.

**2.2. Zasada oznaczania** dla obydwu sposobów polega na rozpuszczeniu prochu w odpowiednim rozpuszczalniku, wytrąceniu z roztworu miazgi nitrocelulozowej, odparowaniu rozpuszczalnika i składników lotnych oraz wysuszeniu pozostałości do stałej masy.

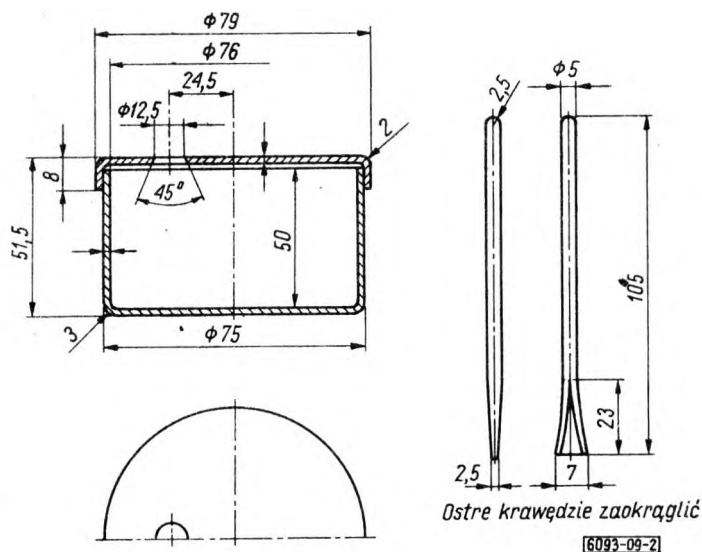
Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”  
dnia 15 grudnia 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 października 1967 r.  
(Mon. Pol. nr 24/1967 poz. 116)

### 2.3. Przyrządy i odczynniki

a) Zlewka szklana z doszlifowaną płytką (rys. 1) lub naczynko z blachy aluminiowej Al99,5 grubości 1 mm (rys. 2).



Rys. 1



Rys. 2

- b) Aceton cz.
- c) Alkohol etylowy, rektyfikowany gatunku I.
- d) Eter etylowy techniczny, uwolniony od nadtlenuków.
- e) Alkohol etylowy, rektyfikowany gatunku I, roztwór wodny 2 ÷ 1.
- f) Mieszanina alkoholu etylowego wg c) i eteru etylowego wg d) w stosunku objętościowym 1 : 2,5.

**2.4. Przygotowanie próbek prochu.** Próbki prochu przeznaczone do analizy, z wyjątkiem prochów drobnoziarnistych i płytkowych o grubości warstwy palnej do 0,7 mm włącznie, poddać rozdrobnieniu:

- a) prochy taśmowe pociąć nożycami dźwigniowymi na prostokąty o długości boku 10 ÷ 15 mm;
- b) prochy ziarniste o grubości warstwy palnej powyżej 0,7 mm - nie mniej niż 20 ziarn prochowych - rozdrobnić nożycami dźwigniowymi lub rozgnieść w imadle na kawałki o wymiarach nie większych niż 5 mm;
- c) z próbek prochu rurkowego, w liczbie zależnej od rodzaju prochu co najmniej jednak z 5 rurek prochowych, po odcięciu i odrzuceniu końców rurek o długości około 10 mm, odciąć kawałki prochu o długości 5 ÷ 15 mm i rozdrobnić nożycami dźwigniowymi lub rozgnieść w imadle na kawałki o wymiarach do 5 mm.

Próbki prochów drobnoziarnistych i płytkowych o grubości warstwy palnej do 0,7 mm włącznie oraz próbki prochu rozdrobnione zgodnie z a), b) i c) starannie zmieszać, umieścić w słoikach z korkami i pobrać odważki prochu do oznaczania ogólnej zawartości składników lotnych.

## 2.5. Oznaczanie sposobem acetonowym

2.5.1. Wykonanie oznaczania. Zlewkę z doszlifowaną płytką i pręcikiem szklanym lub naczynko aluminiowe wysuszyć do stałej masy w suszarce wodnej lub elektrycznej w temperaturze  $95 \pm 100^{\circ}\text{C}$ .

Do wysuszonej zlewki lub naczynka aluminiowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 2 g badanego prochu i zalać proch 50 ml acetonu. Zlewkę postawić na łaźni wodnej ogrzanej do temperatury  $35 \pm 40^{\circ}\text{C}$  i mieszać często zawartość zlewki aż do otrzymania jednorodnego roztworu, po czym zlewkę ostudzić i wkraplać z biurety 50 ml wodnego roztworu alkoholu przygotowanego wg 2.3 e).

Po dodaniu każdej kropli wytrącony osad dokładnie rozprowadzić pręcikiem szklanym tak, aby zawartość zlewki była możliwie jednorodna. Gdy przy dodawaniu dalszych kropli roztworu alkoholu osad już się nie wytrąca, należy przyspieszyć dodawanie roztworu alkoholu z biurety, energicznie mieszając przy tym pręcikiem szklanym zawartość zlewki.

Następnie zlewkę postawić na łaźni wodnej ogrzanej do temperatury  $40 \pm 50^{\circ}\text{C}$  i odparować aceton i alkohol, stale mieszając w celu uniemożliwienia sklejanie się drobnoziarnistego (kłaczkowatego) osadu w większe grudki. Gdy po częściowym odparowaniu zawartości zlewki tworzenie się większych grudek już nie następuje, temperaturę łaźni można podnieść do  $75 \pm 85^{\circ}\text{C}$  i mieszając, w miarę potrzeby, doprowadzić zawartość zlewki do postaci suchego proszku.

Zawartość zlewki wysuszyć do stałej masy w suszarce w temperaturze  $95 \pm 100^{\circ}\text{C}$ .

Uznać, że stała masa została osiągnięta, gdy różnica pomiędzy dwoma następującymi po sobie ważeniami nie przekroczy 0,002 g.

Do kontrolnych ważen zawartość zlewki wraz z płytką i pręcikiem szklanym studzić w eksykatorze z chlorkiem wapniowym.

(Przy jednoczesnym umieszczeniu czterech zlewek w eksykatorze o średnicy  $20 \pm 25$  cm czas studzenia powinien mieścić się w granicach  $35 \pm 45$  min.

2.5.2. Obliczanie wyników. Ogólną zawartość składników lotnych prochu ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

$G_1$  - masa zlewki z pręcikiem szklanym, płytką i prochem, g,

$G_2$  - masa zlewki z pręcikiem szklanym, płytką i wysuszoną miazgą nitrocelulozową, g,

$G$  - masa zlewki z pręcikiem szklanym i płytką, g.

2.5.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 2 wyników oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać:

- dla prochów z grubością warstwy palnej do 0,7 mm 0,3%,

- dla prochów z grubością warstwy palnej  $0,7 \pm 1$  mm 0,4%,

- dla prochów z grubością warstwy palnej powyżej 1 mm 0,5%.

Średnią arytmetyczną wyników zaokrąglić do 0,1%.

**2.6. Oznaczanie sposobem alkoholowo-eterowym.** Do zlewki lub naczynka aluminiowego wysuszonego do stałej masy w temperaturze  $95 \pm 100^{\circ}\text{C}$  odważyć z dokładnością do 0,0002 g, około 2 g badanego prochu i zalać 70 ml mieszaniny alkoholu etylowego i eteru etylowego.

Zlewkę lub naczynko przykryć doszlifowaną płytką, po czym co kilka minut mieszać jej zawartość pręcikiem szklanym aż do otrzymania jednorodnego roztworu. Wtedy wkraplać z biurety 20 ml wody destylowanej, mieszając dokładnie zawartość zlewki po dodaniu każdej kropli aż do chwili, gdy kropla nie spowoduje wytrącania się osadu. Gdy po wkropleniu pewnej ilości wody następne krople nie powodują dalszego wytrącania się osadu, pozostałą resztę wody można dolać szybciej.

Zlewkę lub naczynko z zawartością ustawić na łaźni wodnej o temperaturze  $40 \pm 50^{\circ}\text{C}$  i odparować rozpuszczalniki, często mieszając zawartość zlewki, aż do otrzymania drobnoziarnistej pozostałości. Następnie temperaturę łaźni podwyższyć do  $75 \pm 85^{\circ}\text{C}$  i odparować resztę rozpuszczalników, mieszając ostrożnie zawartość zlewki, aby osad nie sklejał się w większe grudki, nie dopuszczając również do strat przez rozpylenie suchej pozostałości.

Suszenie osadu i obliczanie wyników należy wykonać wg 2.5.1, 2.5.2 i 2.5.3.

### 3. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SKŁADNIKÓW LOTNYCH USUWALNYCH PRZEZ SUSZENIE

#### 3.1. Przyrządy

- Naczynka wagowe szklane o średnicy  $50 \pm 55$  mm i wysokości ścianek bocznych 40 mm.
- Naczynka aluminiowe wg rys. 2.

**3.2. Przygotowanie próbek prochu.** Próbki prochu przeznaczone do analizy, z wyjątkiem prochu ziarnistego i płytkowego, odpowiednio rozdrobnić:

- próbki prochu taśmowego - co najmniej 5 taśm - pociąć nożycami dźwigniowymi na prostokąty o długości boku  $10 \pm 15$  mm;
- próbki prochu rurkowego - co najmniej 5 rurek - po odcięciu i odrzuceniu końców rurek o długości około 10 mm pociąć nożycami dźwigniowymi na kawałki o długości  $5 \pm 15$  mm i brać do oznaczania odcinki na przemian z końca i ze środka rurki.

Przygotowane w powyższy sposób próbki prochu starannie zmieszać, umieścić w słoikach z korkami i pobrać odważki prochu do oznaczania zawartości składników lotnych usuwalnych przez suszenie.

**3.3. Wykonanie oznaczania.** Do naczynka wagowego szklanego lub aluminiowego, wysuszonego w temperaturze  $95 \pm 100^{\circ}\text{C}$  do stałej masy, odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 10 g badanego prochu. Odkryte naczynko z prochem wstawić do suszarki o temperaturze  $95 \pm 100^{\circ}\text{C}$ . Próbki prochów zawierających dwunitrotoluen suszyć 2 godz, a pozostałe prochy suszyć 6 godz.

Po upływie wymaganego czasu suszenia naczynko zakryć pokrywką i umieścić w eksykatorze z chlorkiem wapniowym na  $30 \pm 45$  min, zależnie od liczby wstawionych naczynek (2 lub 4) i zważyć.

W przypadku analizy rurkowych prochów artylerii morskiej, do oznaczania pobrać  $30 \pm 100$  g prochu (nie mniej niż 5 kawałków) w postaci wycinków pobranych z brzegów i środków różnych rurek.

Próbkę prochu w naczynkach aluminiowych, odważoną z dokładnością do 0,0002 g, suszyć w temperaturze  $95 \pm 100^{\circ}\text{C}$  zależnie od grubości ścianek rurki:

- rurki o grubości ścianki poniżej 1 mm 1 godz 30 min,
- rurki o grubości ścianki  $1 \pm 2,5$  mm 3 godz 30 min,
- rurki o grubości ścianek  $2,5 \pm 6$  mm 6 godz.

Po skończonym suszeniu naczynka z prochem studzić w eksykatorze z chlorkiem wapniowym przez  $30 \pm 60$  min i zważyć.

**3.4. Obliczanie wyników.** Zawartość składników lotnych usuwalnych przez suszenie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G_1 - G}$$

w którym:

- $G_1$  - masa naczynka z odważonym prochem, g,
- $G_2$  - masa naczynka z prochem po wysuszeniu, g,
- $G$  - masa naczynka pustego, g.

**3.5. Wynik.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 2 wyników oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać:

- dla prochów z grubością warstwy palnej poniżej 1,5 mm 0,2%,
  - dla prochów z grubością warstwy palnej 1,5 mm i wyżej 0,5%.
- Średnią arytmetyczną wyników zaokrąglić do 0,1%.

#### 4. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SKŁADNIKÓW LOTNYCH NIEUSUWALNYCH PRZEZ SUSZENIE

**4.1. Sposoby oznaczania.** Rozróżnia się dwa sposoby oznaczania zawartości składników lotnych nieusuwalnych przez suszenie:

- a) sposób obliczeniowy,
- b) sposób oznaczania bezpośredniego.

**4.2. Przygotowanie próbek prochu - wg 2.4.**

#### 4.3. Wykonanie oznaczania

**4.3.1. Wykonanie oznaczania sposobem obliczeniowym.** Od wyniku ogólnej zawartości składników lotnych ( $X_1$ ), oznaczonej wg 2.5.1 lub 2.6, odjąć wynik zawartości składników lotnych usuwalnych przez suszenie ( $X_2$ ) oznaczonej wg 3.3. Różnica daje wynik zawartości składników lotnych prochu nieusuwalnych przez suszenie.

**4.3.2. Wykonanie oznaczania sposobem bezpośrednim.** Z wysuszonej próbki prochu pozostałej po oznaczeniu składników lotnych usuwalnych przez suszenie, wykonanym wg 3.3, odważyć około 2 g prochu z dokładnością do 0,0002 g do wysuszonej w temperaturze  $95 \pm 100^\circ\text{C}$  do stałej masy zlewki z doszlifowaną płytką i pręcikiem szklanym lub naczynka aluminiowego.

W próbce tej oznaczyć zawartość pozostałych składników lotnych postępując zgodnie z opisami wykonania podanymi w 2.5.1 lub 2.6.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-66/6093-09

ZSRR POCT 8660-57 - norma zgodna w zakresie wagowych sposobów oznaczania zawartości składników lotnych (I do IV.12 włącznie).

**3.4. Obliczanie wyników.** Zawartość składników lotnych usuwalnych przez suszenie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G_1 - G}$$

w którym:

- $G_1$  - masa naczynka z odważonym prochem, g,
- $G_2$  - masa naczynka z prochem po wysuszeniu, g,
- $G$  - masa naczynka pustego, g.

**3.5. Wynik.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 2 wyników oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać:

- dla prochów z grubością warstwy palnej poniżej 1,5 mm 0,2%,
- dla prochów z grubością warstwy palnej 1,5 mm i wyżej 0,5%.

Średnią arytmetyczną wyników zaokrąglić do 0,1%.

#### 4. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SKŁADNIKÓW LOTNYCH NIEUSUWALNYCH PRZEZ SUSZENIE

**4.1. Sposoby oznaczania.** Rozróżnia się dwa sposoby oznaczania zawartości składników lotnych nieusuwalnych przez suszenie:

- a) sposób obliczeniowy,
- b) sposób oznaczania bezpośredniego.

**4.2. Przygotowanie próbek prochu** - wg 2.4.

**4.3. Wykonanie oznaczania**

**4.3.1. Wykonanie oznaczania sposobem obliczeniowym.** Od wyniku ogólnej zawartości składników lotnych ( $X_1$ ), oznaczonej wg 2.5.1 lub 2.6, odjąć wynik zawartości składników lotnych usuwalnych przez suszenie ( $X_2$ ) oznaczonej wg 3.3. Różnica daje wynik zawartości składników lotnych prochu nieusuwalnych przez suszenie.

**4.3.2. Wykonanie oznaczania sposobem bezpośrednim.** Z wysuszonej próbki prochu pozostałej po oznaczaniu składników lotnych usuwalnych przez suszenie, wykonanym wg 3.3, odważyć około 2 g prochu z dokładnością do 0,0002 g do wysuszonej w temperaturze  $95 \pm 100^\circ\text{C}$  do stałej masy zlewki z doszlifowaną płytką i pręcikiem szklanym lub naczynka aluminiowego.

W próbce tej oznaczyć zawartość pozostałych składników lotnych postępując zgodnie z opisami wykonania podanymi w 2.5.1 lub 2.6.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-66/6093-09

ZSRR ГОСТ 8660-57 - norma zgodna w zakresie wagowych sposobów oznaczania zawartości składników lotnych (I do IV.12 włącznie).