

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Nitrocelulozy	6093-13
	Próba stałości	Zamiast RN-55/MPCh-811/4
	wg Bergmanna—Juncka w 132°C	Grupa katalogowa X 79

1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest sposób wykonania próby stałości chemicznej nitroceluloz: lakierowej, dynamitowej i celuloidowej w temperaturze 132°C wg metody Bergmanna—Juncka.

2. Zasada próby. Próba stałości wg Bergmanna—Juncka polega na oznaczaniu ilości tlenu azotu wydzielonego z 1 g nitrocelulozy w ciągu dwugodzinnego ogrzewania w temperaturze $132 \pm 0,4^{\circ}\text{C}$.

3. Normy związane

PN-59/C-13060 Szkło laboratoryjne. Elementy złącz ze szlifem stożkowym

BN-66/6093-14 Nitrocelulozy. Przygotowanie próbek do badań

BN-66/6093-16 Nitrocelulozy. Oznaczanie zasadowości

4. Przyrządy

a) Nasadka kielichowa wg rys. 1, wykonana z tego samego szkła co probówka wymieniona w b), mająca u dołu złącza ze szlifem ZJC-WS 14,5/23 lub ZJC-WS 19/26 wg PN-59/C-13060, dopasowanym do szlifów probówki.

b) Probówka szklana wg rys. 2 z kreską na wysokości odpowiadającej $50 \pm 0,1$ ml, mająca na górnym końcu złącza ze szlifem WJC-WS 14,5/23 lub WJC-WS 19/26 wg PN-59/C-13060, dopasowanym do osadzonej w niej nasadki kielichowej wg a).

c) Kapturek wg rys. 3, luźno wchodzący na zewnętrzną rurkę nasadki kielichowej.

d) Termostat wg rys. 4, składający się z drewnianej szafy ochronnej 2, stalowej łaźni 4 z miedzianą chłodnicą zwrotną, z kranem i gniazdami na probówkę.

Termostat ma podane na rys. 4 urządzenie pozwalające na wyjmowanie próbek z łaźni po zakończeniu ogrzewania bez wkładania rąk do szafy ochronnej lub inne urządzenie zabezpieczające. Urządzenie to składa się z bloczków umieszczonych w górnej części szafy ochronnej, przez które przeciągnięte są sznurki mające z jednego końca uchwyty metalowe do próbek, podczas gdy drugie końce sznurków znajdują się na zewnątrz szafy.

e) Termometr o zakresie temperatur $100 \div 150^{\circ}\text{C}$ o głębokości zanurzenia około 170 mm, z działką elementarną $0,2^{\circ}\text{C}$, sprawdzany raz na miesiąc na punkt 132°C z termometrem mającym świadectwo uwierzytelnienia Centralnego Urzędu Jakości i Miar.

Sprawdzania dokonuje się w łaźni wodno-glicerynowej, w takich samych warunkach, w jakich znajduje się termometr w czasie wykonywania próby stałości wg niniejszej normy.

f) Pipeta o pojemności $25 \pm 0,03$ ml.

g) Kolby stożkowe o pojemności $150 \div 200$ ml.

h) Kolby stożkowe ze szlifem wymiennym o pojemności 100 ml.

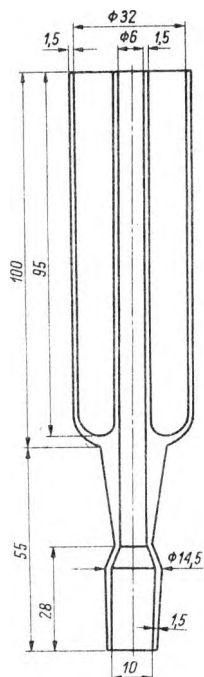
i) Lejki zwykłe o średnicy około 30 mm.

j) Lejki z szeroką rurką ssącą.

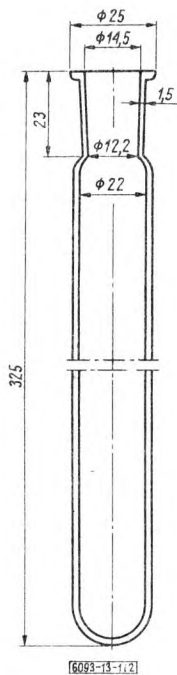
k) Szufelka celuloidowa lub aluminiowa.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”

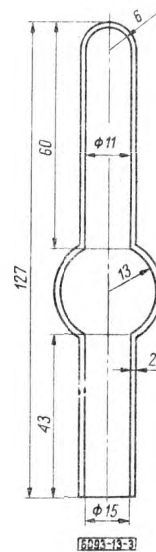
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg” dnia 15 grudnia 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 października 1967 r. (Mon. Pol. nr 24/1967 poz. 116)



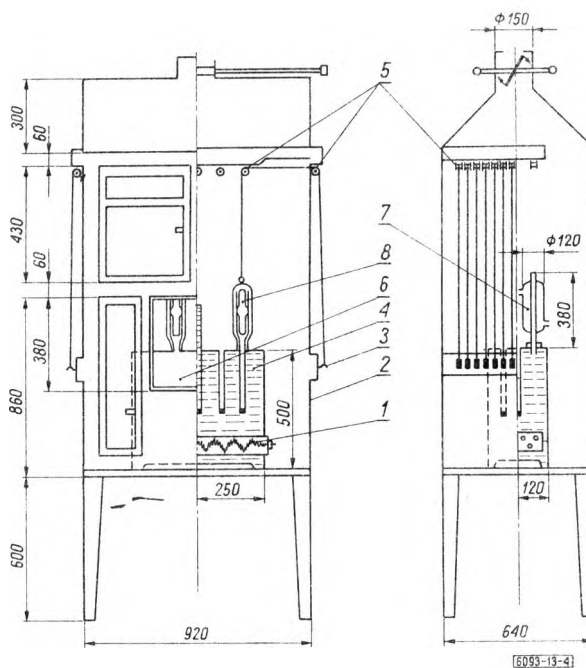
Rys. 1. Nasadka kielichowa



Rys. 2. Probówka



Rys. 3. Kapturek



Rys. 4. Termostat: a - spirala grzewcza, b - szafa ochronna, c - haczyk, d - łożnia, e - bloczek, f - wżiernik z szybą z niepalnej i nietłukącej się masy plastycznej, g - chłodnica, h - probówka z kielichem.

5. Odczynniki i roztwory

- a) Jodan potasowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy.
- b) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- c) Skrobia rozpuszczalna cz., roztwór przygotowany w następujący sposób: 1 g skrobi zmieszać z kilkoma mililitrami wody; otrzymaną zawiesinę wlać powoli do 250 ml wrzącej wody, gotować przez 2 min i ostudzić; po ostudzeniu roztwór użyć do oznaczania.
- d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,05n nastawiony na nadmanganian potasowy, który z kolei został nastawiony na szczawian sodowy według Sørensen. Tiosiarczan sodowy można również nastawić na jodan potasowy lub dwuchromian potasowy.

6. Przygotowanie próbki - wg BN-66/6093-14.

7. Przygotowanie termostatu. Łaźnię umieścić wewnątrz szafy ochronnej. U góry szafy umocować bloczki w ten sposób, aby po opuszczeniu do gniazd łaźni probówek zawieszonych na sznurkach przechodzących przez te bloczki, probówki znajdowały się w środku gniazd, nie stykając się z ich ściankami. Sznurki, na których zawieszono są probówki, powinny mieć na jednym końcu uchwyty do probówek, a na drugim kółka, które zakłada się na haczyki umieszczone w jednym rzędzie po obu zewnętrznych stronach szafy. Sznurki powinny mieć taką odległość, aby przy zaczepieniu kółka na haczyk probówka znajdowała się w górnej części szafy ochronnej.

Do gniazd łaźni włożyć drewniane słupki, na których umieszcza się probówki z nitrocelulozą tak, aby dno probówki znajdowało się w odległości 20 mm od dna gniazda łaźni. Probówki przy wykonywaniu próby, powinny znajdować się w położeniu pionowym i nie dotykać do bocznych ścianek gniazd, a jedynie opierać się dnem o drewniane słupki. Probówka powinna być zanurzona w gnieździe łaźni na głębokość około 300 mm. Łaźnię termostatu napełnić roztworem gliceryny i wody. Roztwór ten powinien wrzeć w takiej temperaturze, aby termometr wstawiony do probówki umieszczonej na drewnianym słupku w jednym z gniazd łaźni wskazywał temperaturę $132 \pm 0,4^{\circ}\text{C}$. Łaźnię ogrzewać za pomocą grzałki elektrycznej. Roztwór gliceryny i wody wlać do łaźni w takiej ilości, aby gniazda były zanurzone w cieczy do $\frac{3}{4}$ wysokości.

Temperaturę łaźni ustalić w następujący sposób: sporządzić roztwór gliceryny z wodą o gęstości około 1,235 wrzący w temperaturze około 132°C i wlać go do łaźni, a następnie ogrzewać łaźnię dopóty przy otwartym dopływie wody do chłodnicy, dopóki temperatura na termometrze wstawionym do probówki nie ustali się. Jeżeli temperatura po ustaleniu jest wyższa od $132,4^{\circ}\text{C}$, to przez chłodnicę dodać wody do łaźni, jeżeli zaś niższa od $131,6^{\circ}\text{C}$, wyłączyć wodę chłodzącą do chłodnicy, włączając ją dopiero po otrzymaniu temperatury $132 \pm 0,4^{\circ}\text{C}$. Podobnie postępować, jeżeli po pewnym czasie temperatura łaźni przekroczy dopuszczalne odchyłki.

8. Przygotowanie probówek. Probówki wymyć dokładnie tak, aby były wolne od śladów kwasu i innych zanieczyszczeń.

9. Wykonanie próby. 2 g nitrocelulozy przygotowanej wg p. 6 odważyć szybko z dokładnością do 0,01 g w szufelce celuloidowej i przenieść ilościowo za pomocą lejka z krótką rurką ssącą i pręcika szklanego do probówki wg p. 4 b), która do chwili połączenia z nasadką kielichową wg p. 4 a) powinna być zamknięta szklanym korkiem ze szlifem.

Nitrocelulozę w probówce ubić stukając probówką o stół drewniany, tak, aby wysokość warstwy nitrocelulozy w probówce nie przekraczała 50 mm. Probówkę połączyć z nasadką kielichową, do której wlać około 15 ml dwukrotnie destylowanej wody, następnie na rurkę nasadki nałożyć kapturek.

Zestawioną w ten sposób probówkę wstawić do gniazda łaźni termostatu nagrzaną do temperatury $132 \pm 0,4^{\circ}\text{C}$ i umocować za szyjkę przy pomocy uchwyty metalowego. Do uchwyty przymocować sznurek przerzucony przez bloczek umocowany w górnej części szafy ochronnej.

Po dwóch godzinach ogrzewania probówkę wyjąć z łaźni za pomocą sznurka i zawiesić ją nad łaźnią na 15 min w celu równomiernego ostudzenia. Temperatura w szafie termostatowej w czasie wykonywania próby nie powinna być wyższa od 48°C. W czasie ochładzania probówki tworzy się w niej podciśnienie i woda z kielicha wciągana jest do probówki. Aby zapobiec dostaniu się powietrza do probówki, w miarę ubywania wody w nasadce kielichowej należy ją uzupełniać. Gdy podciśnienie w probówce zniknie i ustanie wciąganie wody, probówkę wyjąć z termostatu. Pozostałość wody z kielicha wlać do probówki, kielich i kapturek obmyć kilka razy wodą. Wszystkie wody z przepłukiwań zebrać do probówki, po czym zawartość jej uzupełnić wodą dwukrotnie destylowaną do kreski (objętość 50 ml).

Zawartość probówki wstrząsnąć kilkakrotnie, zatykając uprzednio probówkę czystym korkiem szklanym ze szlifem wymiennym, po czym przesączyć do kolby stożkowej ze szlifem wymiennym przez suchy sączonek bezpopiołowy miękki o średnicy 125 mm i o obojętnym odczynie.

Do kolby stożkowej pojemności 150 ÷ 200 ml wlać pipetą 5 ml 5-procentowego roztworu jodku potasowego i 5 ml 3-procentowego roztworu jodanu potasowego i wymieszać. Przy pomocy pipety dodać 25 ml przesącza z kolby stożkowej i miareczkować wydzielony jod 0,05n roztworem tiosiarczanu sodowego. Przy końcu miareczkowania dodać 4 ÷ 5 kropli roztworu skrobi i miareczkować aż do odbarwienia.

Wszystkie roztwory do oznaczeń sporządzić przy użyciu wody dwukrotnie destylowanej.

Roztwory jodanu potasowego i jodku potasowego nie powinny zawierać wolnego jodu i powinny być obojętne, co należy sprawdzić przez wykonanie ślepej próby (zmiareczkowanie roztworu tiosiarczanu).

W przypadku braku sączonek bezpopiołowych lub stwierdzeniu, że sączonek mają odczyn kwaśny lub alkaliczny - można nie sączyć ekstraktu wodnego do oznaczania stałości wg Bergmanna-Junka, wystarczy ciecz z nad nitrocelulozy dokładnie zdekantować.

Objętość tlenu azotu wydzielonego z 1 g nitrocelulozy (X) obliczyć w mililitrach wg wzoru

$$X = 1,12 \cdot (V_1 + b)$$

w którym:

- V_1 - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania 25 ml przesącza, ml,
- b - poprawka na zasadowość nitrocelulozy obliczona w ml roztworu tiosiarczanu sodowego wg wzoru

$$b = V_2 - V_3$$

w którym:

- V_2 - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania roztworu kwasu azotowego w próbie kontrolnej wg BN-66/6093-16, ml,
- V_3 - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanego przesącza przy oznaczaniu zasadowości wg BN-66/6093-16, ml.

Poszczególne wyniki równoległych oznaczeń powinny odpowiadać wymaganiom normy przedmiotowej.

Za wynik należy przyjąć zaokrągloną do 0,01 ml średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników oznaczeń różniących się najwyżej o:

- 0,5 ml - przy ilości wydzielonego tlenu azotu do 5 ml,
- 0,8 ml - przy ilości wydzielonego tlenu azotu 5 ÷ 10 ml,
- 1,0 ml - przy ilości wydzielonego tlenu azotu większej niż 10 ml.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-66/6093-13