

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Trójnitrorezorcyna do wyrobu materiałów wybuchowych inicjujących	6099-04
		Zamiast RN-60/MPCh-1792
		Grupa katalogowa X 76

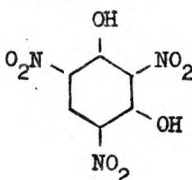
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest 2,4,6-trójnitrorezorcyna otrzymywana przez nitrowanie rezorcyny i stosowana do wyrobu materiałów wybuchowych inicjujących.

1.2. Określenia. Trójnitrorezorcyna jest 1,3-dwuhydroksy-2,4,6-trójnitrobenzenem i ma:

a) wzór sumaryczny $C_6H_3O_8N_3$

b) wzór budowy



c) ciężar cząsteczkowy 245,106 (1962 r.)

d) inne nazwy: kwas styfniowy, TNR.

1.3. Oznaczenie

TRÓJNITROREZORCYNINA BN-66/6099-04

1.4. Normy związane

PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

PN-58/C-04526 Określanie barwy za pomocą skali jodowej

2. WYMAGANIA

Wymagania	
a) Wygląd zewnętrzny	substancja krystaliczna o barwie ceglastoczerwonej z odcieniem mniej lub bardziej brązowym
b) Barwa roztworu przygotowanego wg 4.3.1.2, wyrażona w miligramach jodu zawartego w 100 ml roztworu wzorca skali jodowej	58 ± 289
c) Temperatura topnienia, °C, nie mniejsza niż	175
d) Substancji nierozpuszczalnych w acetonie, %, nie więcej niż	0,35
e) Popiołu, %, nie więcej niż	0,10
f) Krzemionki, %, nie więcej niż	0,05
g) Kwasu siarkowego, %, nie więcej niż	0,50
h) Wody, %, nie mniej niż	25 ¹⁾

¹⁾Przy transporcie wewnątrzzakładowym zawartość wody powinna wynosić nie mniej niż 10%.

3. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Pakowanie. Trójnitrorezorcynę należy pakować do worków z tworzyw sztucznych. Brzegi worków złożyć w czub, związać mocno sznurkiem i umieścić w skrzynkach drewnianych.

Skrzynka nie powinna zawierać więcej niż 25 kg trójnitrorezorcyny w przeliczeniu na suchą substancję. Waga brutto jednej skrzynki nie powinna przekraczać 75 kg.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
dnia 20 czerwca 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1967 r.
(Mon. Pol. nr 56/1966 poz. 275)

Skrzynka powinna mieć uchwyty. Wieko skrzynki powinno być zamykane na zamki lub wkręty.

Na skrzynce umieścić napis o wielkości liter nie mniejszej niż 20 mm, zawierający: oznaczenie wg 1.3, nazwę i znak wytwórni, numer i datę wyprodukowania partii (szarży), numer opakowania, wagę brutto i netto.

Przy transporcie wewnątrzzakładowym na każdej skrzynce umieścić kartkę kontrolną zawierającą: oznaczenie wg 1.3, numer partii, numer szarży, wagę brutto i netto.

3.2. Przechowywanie. Trójnitrorezorcynę należy przechowywać w opakowaniu wg 3.1 w magazynach odpowiadających przepisom magazynowania materiałów wybuchowych.

3.3. Transport. Trójnitrorezorcynę należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami.

4. BADANIA

4.1. Wielkość partii. Partię trójnitrorezorcyny stanowi jedna szarża wielkości około 100 kg w przeliczeniu na suchą substancję.

4.2. Pobieranie próbek. Całą partię umieścić w pojemniku i dokładnie wymieszać ręcznie za pomocą łopatkę drewnianej lub z tworzywa sztucznego. Bezpośrednio po zakończeniu mieszania pobrać próbkę z różnych miejsc w ilości około 100 g. Po pobraniu próbki partię umieścić w opakowaniu wg 3.1. Pobraną próbkę umieścić w słoiku zamykanym korkiem z gumy lub tworzywa sztucznego, zaopatrzyć w etykietę o ustalonej treści i przesłać do analizy.

4.3. Opis badań

4.3.1. Określanie barwy

4.3.1.1. Przygotowanie wzorcowych roztworów skali jodowej wykonać wg PN-58/C-04526.

4.3.1.2. Przygotowanie roztworu badanego. Z próbki pobranej wg 4.2 odważyć 2,1 g suchej trójnitrorezorcyny z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 100 ml acetonu cz.d.a. i przesączyć przez sączonej jakości.

4.3.1.3. Wykonanie oznaczania. Badany roztwór trójnitrorezorcyny wlać do próbki ze szkła bezbarwnego, o średnicy wewnętrznej 10 mm tak, aby wysokość słupa cieczy w próbce była taka sama jak w próbkach skali, po czym porównać w rozproszonym świetle przechodzącym barwę badanego roztworu z zabarwieniami wzorców skali.

Barwa roztworu badanego powinna się mieścić w granicach barw roztworów wzorcowych, zawierających 58 i 289 mg jodu w 100 ml 0,5n roztworu jodku potasowego.

Należy przestrzegać, aby próbki, w których znajdują się roztwory wzorcowe i roztwór badany, wykonane były z dokładnie takiego samego rodzaju szkła bezbarwnego i miały taką samą średnicę wewnętrzną.

4.3.2. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN/C-04513, stosując aparat 1.

4.3.3. Oznaczanie zawartości wody

4.3.3.1. Wykonanie oznaczania. Z próbki pobranej wg 4.2 odważyć z dokładnością do 0,01 g do uprzednio wysuszonego do stałej masy naczynka wagowego około 10 g trójnitrorezorcyny i suszyć w suszarce w temperaturze 100°C do stałej masy. Po ostudzeniu w eksykatorze zważyć naczynko z dokładnością do 0,01 g.

Zawartość wody (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m - masa naczynka z próbką przed suszeniem, g,

m_1 - masa naczynka z próbką po wysuszeniu, g,

m_2 - odważka, g.

4.3.3.2. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,3%.

4.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w acetonie

4.3.4.1. Wykonanie oznaczania. Próbkę po oznaczaniu zawartości wody umieścić w zlewce pojemności 400 ml. Zawartość zlewki rozpuścić w 100 ml bezwodnego acetonu, przesączyć przez wyprażony do stałej masy tygiel Goocha lub przez wysuszony sącdek ilościowy i osad przemyć acetonem do zaniku żółtej barwy. Suszyć w suszarce w temperaturę 100°C przez 1 godz, po czym ostudzić w ekсыkatorze nad chlorkiem wapniowym i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w acetonie (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

m - masa tygla z osadem, g,

m_1 - masa tygla, g,

m_2 - odważka, g.

4.3.4.2. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch wyników oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,01%.

4.3.5. Oznaczanie zawartości popiołu

4.3.5.1. Wykonanie oznaczania. Tygiel lub sącdek z substancjami nierozpuszczalnymi w acetonie, pozostałymi z oznaczania wg 4.3.4, prażyć przez 15 min na podstawie porcelanowej. Po ostudzeniu w ekсыkatorze nad chlorkiem wapniowym zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość popiołu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

m - masa tygla z substancjami nierozpuszczalnymi w acetonie, g,

m_1 - masa tygla z popiołem, g,

m_2 - odważka produktu do oznaczania wg 4.3.4, g.

4.3.5.2. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch wyników oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,01%.

4.3.6. Oznaczanie zawartości krzemionki

4.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Aceton bezwodny.

b) Węglan sodowo-potasowy cz. (proszek).

c) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

4.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie to wykonywać tylko wtedy, gdy zawartość popiołu przekracza 0,05%.

Z próbki pobranej i przygotowanej wg 4.2 odważyć z dokładnością do 0,01 g około 10 g trójnitrrozorcyny w zlewce pojemności 400 ml, rozpuścić w 100 ml bezwodnego acetonu, przesączyć przez ilościowy sącdek, przemyć acetonem do zaniku żółtej barwy osadu. Sącdek z osadem spalić w tyglu platynowym. Po ostudzeniu zawartość tygla zasypać 6 ÷ 10-krotną ilością czystego węglanu sodowo-potasowego i stopić przez 15 min na pal-

niku gazowym. Po ostudzeniu rozpuścić w wodzie zakwaszonej kwasem solnym wobec papierka lakmusowego i odparować dwukrotnie do sucha, dodać 100 ml wody zakwaszonej kwasem solnym, podgrzać do wrzenia i sączyć przez ilościowy sączonek. Przemyć gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji na jon Cl^- , wysuszyć w suszarce w temperaturze 100°C , spalić w zważonym tyglu platynowym, ostudzić w ekcykatorze nad chlorkiem wapniowym i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość krzemionki (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

m - masa tygla z krzemionką, g,

m_1 - masa tygla, g,

m_2 - odważka, g.

4.3.6.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,005%.

4.3.7. Oznaczanie zawartości kwasu siarkowego

4.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

b) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

4.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki pobranej i wysuszonej wg 4.2 odważyć w zlewce pojemności 600 ml 10 g trójnitrözorcyny z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 350 ml wody destylowanej i ogrzać na łaźni piaskowej na palniku gazowym. Do wrzącego roztworu dodać około 15 ml kwasu solnego, ostudzić do temperatury pokojowej, przesączyć przez jakościowy sączonek i przemyć dwukrotnie po około 20 ml wody zakwaszonej kwasem solnym. Przesącz podgrzać do wrzenia i dodać około 10 ml chlorku barowego.

Strącony siarczan barowy odstawić na co najmniej 2 godz, przesączyć przez twardy ilościowy sączonek i po wysuszeniu w suszarce w temperaturze 100°C spalić i wyprażyć w zważonym tyglu porcelanowym. Po ostudzeniu w ekcykatorze nad chlorkiem wapniowym zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość kwasu siarkowego (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{(m - m_1) \cdot 0,4202 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

m - masa tygla z wyprażonym osadem, g,

m_1 - masa tygla, g,

m_2 - odważka, g.

0,4202 - współczynnik przeliczeniowy BaSO_4 na H_2SO_4 .

4.3.7.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,05%.

4.5. Ocena wyników badań. Partię trójnitrözorcyny należy uznać za dobrą, jeżeli wyniki wszystkich oznaczeń będą zgodne z wymaganiami normy. W razie uzyskania ujemnych wyników partię odrzucić.

K O N I E C