

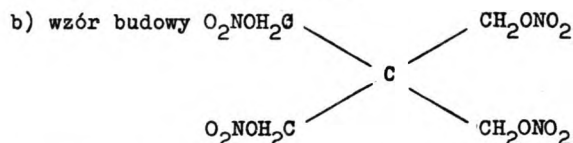
MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Materiały wybuchowe kruszące Pentryt	6091-33
		Grupa katalogowa X 72

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest czterozotan pentaerytrytu zwany pentrytem, otrzymywany przez nitrowanie pentaerytrytu kwasem azotowym.

Pentryt ma:

a) wzór sumaryczny $C_5H_8N_4O_{12}$



c) masę cząsteczkową 316,14 (1965 r.)

d) inne nazwy - nitropentaerytryt.

Czysty pentryt ogrzewany powyżej temperatury topnienia wybuchu gwałtownie w temperaturze $205 \pm 225^\circ C$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Pentryt stosuje się do elaboracji spłonek i wszelkiego rodzaju amunicji oraz do produkcji lontów detonujących.

1.3. Normy i dokumenty związane

PN-62/A-79522 Spirytus rektyfikowany

PN-56/C-04501 Analiza sitowa

PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

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

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-62/C-80000 Odczynniki. Kwas solny

PN-59/C-83001 Aceton techniczny

PN-56/C-96022 Przetwory naftowe. Benzyna do ekstrakcji

PN-54/C-97002 Produkty węglowod. Benzen

PN-60/P-79005 Worki papierowe

BN-64/6091-16 Materiały wybuchowe. Oznaczanie stałości. Próba Abla

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) obowiązujące od 15 września 1968 r. (Dz.T. i Z.K. nr 20 poz. 84).

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną materiałów niebezpiecznych (RID), stanowiący załącznik 1 do Konwencji międzynarodowej o przewozie towarów kolejami (CIM) (Dz.U. nr 21 poz. 137 z 29 czerwca 1968 r.)

Szczegółowe przepisy bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (załącznik do obwieszczenia Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z 14 grudnia 1966 r. Dz.Urz.M.K. nr 1/67 poz. 2)

Przepisy bezpieczeństwa pracy przy produkcji, składowaniu i transporcie wewnątrzzakładowym materiałów wybuchowych wprowadzone w życie zarządzeniem Ministra Przemysłu Chemicznego z dnia 23 stycznia 1963 r. - Dział IV

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od składu chemicznego i wyglądu zewnętrznego rozróżnia się trzy rodzaje pentrytu:

K - krystaliczny,

F - flegmatyzowany parafiną,

G - granulowany trotylem.

2.2. Odmiany. W zależności od przeznaczenia pentryt granulowany wytwarzany jest w dwóch odmianach:

90/10 - zawierającej 10% trotylu,

50/50 - zawierającej 50% trotylu.

2.3. Przykład oznaczenia pentrytu granulowanego zawierającego 10% trotylu:

PENTRYT G 90/10 BN-69/6091-33

Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw Sztucznych „Erg”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw Sztucznych „Erg” dnia 19 listopada 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1970 r.
(Mon. Pol. nr 3/1970 poz. 31)

3. WYMAGANIA

Wymagania	Rodzaje			
	K	F	G	
			Odmiany	
			90/10	50/50
a) Barwa	biała	różowa do pomarańczowej	kremowa do brązowej	żółtozielona do zielonej
b) Wygląd zewnętrzny	drobne, łatwo sypiące się kryształy bez oznak pleśni; dopuszczalna obecność widocznych nieuzbrojonym okiem drobnych ubocznych wtrąceń, nie przekraczających wartości podanych w e)	sypka substancja bez zanieczyszczeń mechanicznych widocznych nieuzbrojonym okiem	drobne, łatwo sypiące się granulki, bez zapachu	
c) Temperatura topnienia, °C, nie niższa niż	139		139 ¹⁾	
d) Zawartość wody i substancji lotnych, %, nie więcej niż	0,10			
e) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w acetonie, %, nie więcej niż	0,08	0,1	0,25	
f) Zawartość popiołu, %, nie więcej niż	0,02 ²⁾	0,03 ²⁾	0,1 ²⁾	
g) Zawartość krzemionki, %, nie więcej niż	0,01 ²⁾		nie normalizuje się	
h) Zawartość wolnych kwasów	nie dopuszczalne			
i) Zawartość flegmatyzatora (parafiny), %, w granicach	-	4,5 ÷ 6,0	-	
j) Zawartość granulatora (trójnitoluenu), %, w granicach	-		8,0 ÷ 11,0	45,0 ÷ 55,0
k) Stałość wg próby Hansena: wartość pH po 8 godz ogrzewania w temperaturze 110°C, nie mniej niż	5,5		nie normalizuje się	
l) Czas wysypywania się badanej próbki, sek, nie dłużej niż	55 ³⁾	nie normalizuje się		
m) Stopień rozdrobnienia - pozostałość na mosiężnym sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego: 1,02 mm, %, nie więcej niż 0,25 mm, %, nie więcej niż	0,04 ⁴⁾ 95 ⁴⁾	nie normalizuje się nie normalizuje się	0,04 ⁴⁾ 95 ⁴⁾	
n) Stałość metodą Abla w temperaturze 75°C, min, co najmniej	nie normalizuje się	60	nie normalizuje się	
1)Temperaturę topnienia oznacza się przed granulowaniem. 2)Oznaczania nie przeprowadza się, jeżeli zawartość substancji nierozpuszczalnych w acetonie jest mniejsza od przewidzianej w normie. 3)Oznacza się tylko dla pentrytu używanego do produkcji lontu detonującego. 4)Wykonuje się na życzenie zamawiającego.				

4. PAKOWANIE, PRZECZYSZCZANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Pentryt przeznaczony do wysyłki na zewnątrz należy pakować do worków papierowych OE 5/2 B o wymiarach 160 x 440 x 950 lub OK 5/2 B o wymiarach 260 x 330 x 950 mm wg PN-60/P-79005. Brzegi wewnętrznej warstwy worka zwinąć do środka. Pozostałe warstwy złożyć wzdłuż i zawinąć dwukrotnie. Utworzony w ten sposób brzeg przeszyć ścięgami. Na koniec szpagatu nałożyć plombę i zaplombować. Worki umieścić w drewnianej skrzynce i zaplombować. Skrzynki powinny być zaopatrzone w zawiasy i zamki.

Pentryt przeznaczony do zużycia na miejscu w zakładzie wytwarzającym lub przewożony do pobliskich

zakładów transportem samochodowym lub kołowym można pakować w pięciowarstwowe worki papierowe wg PN-60/P-79005 włożone po jednym w lniano-jutowe worki lub z innej tkaniny o wytrzymałości nie mniejszej niż z tkaniny lniano-jutowej. Brzegi worka z tkaniny zebrać w czub, przewiązać sznurkiem i zaplombować. Dopuszczalne jest pakowanie pentrytu rodzaju K w worki z tkaniny i drewniane skrzynki już używane po pentrycie, dokładnie uprzednio oczyszczone z resztek pentrytu i uprzedniego znakowania.

Pentryt przeznaczony do przewozu w międzynarodowej komunikacji kolejowej pakować zgodnie z regulaminem międzynarodowym dla przewozu kolejną materiałów niebezpiecznych.

Masa pentrytu w jednej skrzynce lub worku nie powinna przekraczać 40 kg.

Na każde opakowanie wewnętrzne należy nakleić etykietę zawierającą co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkującego,
- oznaczenie wg 2.3,
- numer partii,
- numer worka,
- wagę,
- datę pakowania,
- nazwisko lub numer wagowego.

Na każde opakowanie jednostkowe (skrzynkę lub work) nanieść trwałą farbą napis drukowany (szablony) zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.3,
- numer partii,
- numer skrzynki lub worka,
- masę netto i brutto,
- miesiąc i rok produkcji.

Oprócz tego na każdym opakowaniu umieścić nalepkę ostrzegawczą dla materiałów wybuchowych zgodną z przepisami o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych oraz regulaminem międzynarodowym dla przewozu kolejną materiałów niebezpiecznych przy transporcie kolejowym lub wg przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych przy transporcie na drogach publicznych.

4.2. Przechowywanie. Pentryt opakowany zgodnie z 4.1 przechowywać w suchych pomieszczeniach magazynowych zgodnie z przepisami bezpieczeństwa pracy przy produkcji, składowaniu i transporcie wewnątrzzakładowym materiałów wybuchowych.

Czas przechowywania pentrytu K i G nie powinien być dłuższy niż 1 rok, a pentrytu F - nie dłuższy niż 3 miesiące. Po upływie okresu gwarancyjnego wszystkie rodzaje pentrytu mogą być użyte do elaboracji tylko w tym przypadku, gdy wszystkie wyniki pełnej analizy będą dodatnie.

4.3. Transport. Pentryt przeznaczony do przewozu krajowego należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami. Transport kolejowy regulują przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych, a transport na drogach publicznych przepisy bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych.

Pentryt przeznaczony do transportu w międzynarodowej komunikacji kolejowej należy przewozić zgodnie z regulaminem międzynarodowym dla przewozu kolejną materiałów niebezpiecznych.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii pentrytu nie powinna przekraczać 3 t.

5.2. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie barwy,
- b) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego i opakowania,
- c) oznaczanie temperatury topnienia,
- d) oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych,
- e) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w acetonie,
- f) oznaczanie zawartości popiołu,
- g) oznaczanie zawartości krzemionki,
- h) oznaczanie zawartości wolnych kwasów,
- i) oznaczanie zawartości flegmatyzatora,
- j) oznaczanie zawartości granuladora,
- k) oznaczanie stałości wg próby Hansena,
- l) oznaczanie czasu wysypywania się,
- ł) oznaczanie stopnia rozdrobnienia,
- m) oznaczanie stałości metodą Abła.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek pentrytu obowiązują postanowienia podane w PN/C-04506 i PN/C-04507.

W zależności od liczby opakowań z partii wybrać w sposób losowy następującą liczbę opakowań jednostkowych do pobrania próbek.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań jednostkowych, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 15	4
16 ÷ 63	5
64 ÷ 160	6

Próbki pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60010 wykonanym z metalu nieiskrzącego do suchych szczelnie zamykanych słoików bez szlifów.

Masa próbki jednostkowej nie powinna być mniejsza niż 120 g.

Każdy słoik powinien być zaopatrzony w napis podający:

- numer partii,
- numer opakowania, z którego pobrano próbkę,
- datę pobrania próbki,
- podpis pobierającego próbkę.

Po pobraniu próbek wszystkie skrzynki lub worki przyjmowanej partii zapakować i zapłombować.

5.4. Przygotowanie próbek do badań. Do oznaczania kwasowości, temperatury topnienia i stałości wg próby Hansena i próby Abła próbkę pentrytu flegmatyzowanego przygotować w sposób następujący: 50g pentrytu przemywać gorącą benzyną o temperaturze 60 ÷ 70°C w ilości około 150 ml. Przemycanie prowadzić do chwili, gdy na szkle zegarkowym brak będzie suchej pozostałości po wyparowaniu 3÷5 kropeli przesączu.

Po usunięciu flegmatyzatora suszyć pentryt w termostacie w temperaturze 55 ÷ 60°C w ciągu 4 godz

i po ostudzeniu w ciągu 1 godz w eksykatorze przekazać do analizy.

Do pozostałych badań próbki pentrytu rodzaju K, G i F nie wymagają przygotowywania.

Wszystkie badania pentrytu K i pentrytu F wykonywać na wszystkich pobranych próbkach jednostkowych. Natomiast badania pentrytu G wykonywać na średniej próbce laboratoryjnej.

5.5. Opis badań

5.5.1. Sprawdzanie barwy. Barwę sprawdzić wzrokowo na zgodność z 3 a).

5.5.2. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego i opakowania. Wygląd zewnętrzny i nieobecność zanieczyszczeń mechanicznych sprawdzić wzrokowo na zgodność z 3 b).

Ogłędzinom zewnętrznym jakości opakowania i prawidłowości jego oznakowania poddać te skrzynki, z których pobrano próbki. Jeżeli choć jedna skrzynka lub worek nie były opakowane lub oznakowane zgodnie z wymaganiami normy, wówczas należy sprawdzić całą partię.

Nieodpowiednie lub uszkodzone skrzynki i worki z pentrytem należy zastąpić dobrymi.

5.5.3. Oznaczanie zawartości flegmatyzatora

5.5.3.1. Odczynniki. Benzyna do ekstrakcji wg PN-56/C-96022.

5.5.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g pentrytu F z dokładnością do 0,0002 g i umieścić na sączku ilościowym zważonym z dokładnością do 0,0002 g. Sączek uprzednio przemyć gorącą benzyną ekstrakcyjną i wysuszyć w ciągu 1 godz w temperaturze $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$, następnie ostudzić w eksykatorze w ciągu 40 min. Flegmatyzator usunąć z powierzchni kryształów pentrytu zimną benzyną ekstrakcyjną w ilości około 600 ml. Po usunięciu flegmatyzatora sączek z pentrytem suszyć w temperaturze $60 \pm 5^{\circ}\text{C}$ do stałej masy w ciągu 2 godz, ostudzić w eksykatorze w ciągu 30 min i zważyć.

Równocześnie przeprowadzić ślełą próbę rozpuszczalności pentrytu w zimnej benzynie ekstrakcyjnej. W tym celu odważyć około 10 g pentrytu krystalicznego z dokładnością do 0,0002 g i przemyć taką samą ilością zimnej benzyny, jaką pobrano do usunięcia flegmatyzatora. Pentryt krystaliczny przemywać i suszyć w tych samych warunkach, jakie stosowano przy myciu i suszeniu pentrytu flegmatyzowanego. Ubytek pentrytu krystalicznego po przemyciu w zimnej benzynie ekstrakcyjnej jest wynikiem liczbowym ślepej próby.

Zawartość flegmatyzatora (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100 - P \quad (1)$$

w którym:

m_1 - masa sączka z odważką pentrytu flegmatyzowanego przed wymyciem flegmatyzatora, g,

m_2 - masa sączka z pentrytem po wymyciu flegmatyzatora, g,

m_3 - odważka badanego pentrytu flegmatyzowanego, g,

P - rozpuszczalność pentrytu w zimnej benzynie, oznaczona dla każdej partii benzyny i pentrytu, %.

5.5.3.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,3% przy pentrycie flegmatyzowanym, a przy ślepej próbie 0,2%.

5.5.4. Oznaczanie zawartości trójnitrotoluenu

5.5.4.1. Odczynniki

a) Spirytus rektyfikowany zwykły wg PN-62A-79552.

b) Benzen wg PN-54/C-97002.

5.5.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g pentrytu z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do tygla z filtrem ze spiekanego szkła o wielkości porów G3. Tygiel przed oznaczaniem powinien być wysuszony do stałej masy w temperaturze 60°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Pentryt na sączku zalać sześciokrotnie mieszaniną alkoholu z benzenem w stosunku 1 : 1 porcjami po około 10 ml, po czym każdą partię mieszaniny odsączyć na kolbie próżniowej. Usuwanie trójnitrotoluenu zakończyć w chwili, gdy na szkiełku zegarkowym po wyparowaniu 3 ÷ 5 kropli przesączu nie będzie suchej pozostałości. Sączek z pentrytem wysuszyć w suszarce w temperaturze $60 \pm 2^{\circ}\text{C}$ w ciągu 2 godz, ostudzić w eksykatorze w ciągu 30 min i zważyć.

Równocześnie przeprowadzić ślełą próbę z pentrytem krystalicznym oznaczając jego rozpuszczalność w mieszaninie alkohol-benzen, taką samą ilością, jaką pobrano do usunięcia trójnitrotoluenu.

Zawartość trójnitrotoluenu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m_3} \cdot 100 - R \quad (2)$$

w którym:

m_2 - różnica masy pentrytu granulowanego przed i po wymyciu, g,

m_1 - różnica masy pentrytu krystalicznego przed i po wymyciu, g,

m_3 - odważka pentrytu, g,

R - rozpuszczalność pentrytu w mieszaninie alkohol-benzen (1 : 1), %.

5.5.4.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 1,5%.

5.5.5. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN/C-04513 z następującymi zmianami dotyczącymi aparatu 1. Termometr C - długości 270 ± 5 mm z działką elementarną co $0,1^{\circ}\text{C}$. Próbkę do badania przygotować przez bardzo dokładne sproszkowanie pentrytu w moździerzu drewnianym lub agatowym, suszenie przez 2,5 godz w temperaturze $75 \div 80^{\circ}\text{C}$ i

ostudzenie w eksykatorze nie krócej niż 40 min.

Dalej postępować wg PN/C-04513.

Różnica między wynikami nie powinna przekraczać $0,3^{\circ}\text{C}$.

5.5.6. Oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych. Około 10 g pentrytu nasypać równą warstwą do suchego naczynia wagowego o średnicy 50 ± 65 mm, wysokości $30 \pm 1,5$ mm i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Następnie naczynko wagowe z pentrytem suszyć w suszarce do stałej masy w temperaturze:

pentryt K - $75 \pm 80^{\circ}\text{C}$,

pentryt F - $60 \pm 65^{\circ}\text{C}$,

pentryt G - $60 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Po zakończeniu suszenia naczynko wagowe z pentrytem nakryć pokrywką, studzić w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym nie krócej niż 40 min i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość wody i substancji lotnych (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

m_1 - odważka pentrytu, g,

m_2 - masa naczynka wagowego z odważką pentrytu przed suszeniem, g,

m_3 - masa naczynka wagowego z odważką pentrytu po suszeniu, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 0,002%.

5.5.7. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w acetonie. Około 10 g pentrytu zważonego z dokładnością do 0,01 g wsypać do zlewki pojemności 250 ml, zalać 100 ml acetonu gatunku I odmiany A wg PN-59/C-83001 ogrzanego do temperatury około 50°C . Po rozpuszczeniu pentrytu roztwór przesączyć przez uprzednio zważony z dokładnością do 0,0002 g sączek ilościowy przygotowany w sposób podany w 5.5.3 lub tygiel z dnem ze szkła spiekanego porowatego o wielkości porów G3.

Dla pentrytu K i F używać sączka ilościowego, a dla pentrytu G tygla z dnem ze szkła spiekanego.

Sączek przemycać acetonem o temperaturze około 50°C do całkowitego usunięcia substancji rozpuszczalnych. Całkowite usunięcie pentrytu sprawdzić odparowując kilka kropli przesączu na szkiełku zegarkowym. Brak osadu świadczy o nieobecności pentrytu. Sączek wysuszyć w suszarce w temperaturze $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ w ciągu 1 godz, po czym studzić w eksykatorze w ciągu 40 min i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w acetonie (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

m_1 - odważka pentrytu, g,

m_2 - masa sączka z nierozpuszczalną pozostałością, g,

m_3 - masa sączka, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 0,002%.

5.5.8. Oznaczanie popiołu. Sączek z substancjami nierozpuszczalnymi, pozostały po oznaczaniu wg 5.5.7, spalić w uprzednio wyprażonym i zważonym tyglu i wyprażyć w temperaturze około 800°C do stałej masy, ważąc z dokładnością do 0,0002 g.

Popiół przechowywać do oznaczania krzemionki.

Zawartość popiołu (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

m_1 - odważka pentrytu wziętego do oznaczania wg 5.5.7, g,

m_2 - masa tygla z popiołem, g,

m_3 - masa tygla, g.

W przypadku stwierdzenia dużej ilości popiołu powtórzyć oznaczenie w tyglu platynowym.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 0,002%.

5.5.9. Oznaczanie zawartości krzemionki

5.5.9.1. Odczynniki

a) Węglan sodowo-potasowy bezwodny cz.d.a.

b) Kwas solny cz.d.a. (1,18) wg PN-62/C-80000 i roztwór 10-procentowy.

5.5.9.2. Wykonanie oznaczania. Popiół otrzymany przy spalaniu nierozpuszczalnych substancji wg 5.5.8 stopić z około sześciokrotną ilością węglanu sodowo-potasowego. Stop przenieść ilościowo do parownicy porcelanowej, zalać 2 ÷ 3-krotnie 10-procentowym roztworem kwasu solnego, odparowując zawartość parownicy za każdym razem na łaźni wodnej do sucha, dodać 5 ÷ 10 ml kwasu solnego (1,18), ponownie odparować na łaźni wodnej i parownicę przenieść na 30 min na łaźnię piaskową lub do suszarki o temperaturze $110 \pm 120^{\circ}\text{C}$.

Suchą pozostałość zwilżyć 2 ÷ 3 ml stężonego kwasu solnego (1,18) i pozostawić w ciepłym miejscu na 15 min w celu rozpuszczenia tlenków metali.

Pozostałość rozcieńczyć gorącą wodą zakwaszoną kwasem solnym, a następnie gorącą wodą bez kwasu solnego do zaniku reakcji przesączu na jon chlorkowy (próba roztworem azotanu srebra). Przemytą pozostałość na sączku suszyć i spalić w wyprażonym i zważonym tyglu platynowym.

Tygiel z pozostałością wyprażyć do stałej masy i zważyć.