УДК 622.23/24.001.4:006.354 Группа Л79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Взрывчатые вещества промышленные

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

Industrial explosives.
Methods for determination
of aluminium content

ГОСТ 14839.10—69*

Взамен
ГОСТ 9073—64
в части пп. 39; 41

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 14 июля 1969 г. № 800 срок введения установлен
с 01.01.70

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на промышленные взрывчатые вещества, выпускаемые по стандартам и техническим условиям, и устанавливает методы определения содержания алюминия:

1 — комплексонометрический метод, основанный на образовании комплекса иона алюминия с трилоном Б, с последующим титрованием избытка раствора трилона Б раствором железо-аммонийных квасцов;

2 — весовой метод, основанный на растворении алюминия в соляной кислоте и определении его содержания по потере в навеске взрывчатого вещества.

1. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (АРБИТРАЖНЫЙ)

1.1. Реактивы, растворы, приборы и посуда

1.1.1. Для проведения испытаний должны применяться следующие реактивы, растворы, приборы и посуда;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78;
кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1 : 1;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79; 5%-ный раствор;
кислота серная по ГОСТ 4204—77;
натрий сульфосалициловокислый, 10%-ный раствор;
кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61—75;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в январе 1980 г. (ИУС 3—80).

трилон Б (двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,1 н. раствор;

эфир этиловый, сухой, перегнанный;

бумага индикаторная универсальная;

раствор ацетатный буферный, полученный способом, приведенным в приложении 1 к настоящему стандарту;

квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, 0,1 н. раствор, полученный способом, приведенным в приложении 2 к настоящему стандарту;

колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500, 1000 и 2000 мл;

колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 мл;

пипетки по ГОСТ 20292—74;

электроплитка с закрытым обогревом;

баня водяная;

термометры со шкалой от +50 до +150 °С по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2823—73;

весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2 **Отбор проб**

1.2.1. Пробы для испытаний отбирают по ГОСТ 14839.0—79.

1.3. **Проведение испытания**

1.3.1. Перед испытанием пробу взрывчатого вещества, не содержащую нитроэфиры, тщательно измельчают.

Измельчение пробы гранулитов производят по ГОСТ 14839.0—79.

1.3.2. 2,0—4,0 г взрывчатого вещества, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл и растворяют при нагревании на водяной бане при температуре 80—90 °С в 60 мл раствора соляной кислоты.

При определении содержания алюминия во взрывчатых веществах, содержащих нитроэфиры, последние отмывают этиловым эфиром.

Объем в колбе доводят до метки водой. 50 мл полученного и предварительно отфильтрованного раствора помещают с помощью пипетки в коническую колбу и добавляют 20 мл раствора трилона Б. Содержимое колбы нагревают до кипения и нейтрализуют по каплям раствором аммиака до нейтральной реакции по индикаторной универсальной бумаге. К приготовленному раствору прибавляют 30 мл ацетатного буферного раствора и оставляют охлаждаться до комнатной температуры.

Охлажденный раствор титруют раствором железоаммонийных квасцов до появления красно-бурой окраски в присутствии 1,0—1,2 мл раствора сульфосалициловокислого натрия.

Параллельно проводят (точно в таких же условиях) контрольное определение, помещая в коническую колбу 6 мл раствора соляной кислоты, 20 мл раствора трилона Б и 44 мл воды.

1.4. **Подсчет результатов испытания**

1.4.1. Содержание алюминия в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}001348 \cdot 10 \cdot 100}{m},$$

где m — навеска взрывчатого вещества, г;

V — объем точно 0,1 н. раствора железоаммонийных квасцов, пошедший на титрование контрольного опыта, в мл;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора железоаммонийных квасцов, пошедший на титрование пробы, мл;

0,001348 — количество алюминия, г, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора трилона Б;

10 — число разбавлений.

Производят два параллельных определения, из результатов которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до 0,1%. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,3% при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД

2.1. **Проведение испытания**

2.1.1. Остаток на фильтре, полученный после удаления нитросоединений и минерального масла, нитроэфиров, аммиачной селитры, натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы и гексогена переносят в стакан и обрабатывают 100 мл 10%-ного раствора соляной кислоты по ГОСТ 3118—77 при температуре 50—60 °С до полного растворения алюминия.

2.1.2. Содержимое стакана фильтруют через тот же фильтр и остаток на фильтре промывают водой до полного удаления кислоты (пробы на синюю лакмусовую бумажку).

2.1.3. Фильтр с остатком сушат при температуре 100—105 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,0002 г.

2.1.4. Остаток на фильтре сохраняют для определения содержания нерастворимых веществ.

2.2. **Подсчет результатов испытания**

2.2.1. Содержание алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m — навеска взрывчатого вещества, г;

m_1 — масса фильтра с остатком до обработки соляной кислотой, г;

m_2 — масса фильтра с остатком после обработки соляной кислотой, г.

2.2.2. Производят два параллельных определения, из результатов которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до 0,1%. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,3% при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. Допускается определять содержание алюминия суммарно с нерастворимыми веществами, если это предусмотрено техническими требованиями на взрывчатое вещество.

2.2.4. Во взрывчатых веществах, изготовленных на селитре с фосфоросодержащими нерастворимыми в воде добавками, определение содержания алюминия следует производить только комплексонометрическим методом.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ БУФЕРНОГО АЦЕТАТНОГО РАСТВОРА

Раствор готовят следующим образом: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 104 мл ледяной уксусной кислоты и разводят водой в мерной колбе на 2 л до метки.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ 0,1 н. РАСТВОРА ЖЕЛЕЗОАММОНИЙНЫХ КВАСЦОВ

Раствор готовят следующим образом: 24,15 г квасцов растворяют в колбе емкостью 1 л. К раствору добавляют серную кислоту до осветления раствора и объем в колбе доводят до метки. Титр раствора устанавливают по 0,1 н. раствору трилона Б в присутствии 1,0—1,2 мл раствора сульфосалициловокислого натрия. Перед титрованием раствор нагревают до кипения, нейтрализуют по каплям раствором аммиака до нейтральной реакции по индикаторной универсальной бумаге и добавляют 30 мл ацетатного буферного раствора, после чего оставляют охлаждаться до комнатной температуры.

Изменение № 2 ГОСТ 14839.10—69 Взрывчатые вещества промышленные. Методы определения содержания алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета по управлению качеством продукции и стандартам от 26.02.90 № 286

Дата введения 01.09.90

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Вещества взрывчатые промышленные. Методы определения массовой доли алюминия**

Industrial explosives. Methods for determination of aluminium total mass fraction».

По всему тексту стандарта заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 7209.

Вводная часть. Второй абзац дополнить словами: «или раствором хлористого цинка»;

последний абзац. Заменить слова: «по потере в навеске» на «по уменьшению массы остатка на фильтре».

Пункт 1.1.1. Третий абзац дополнить словами: «(по объему)»;

четвертый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей аммиака 5 %»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «натрий сульфосалициловокислый, раствор с массовой долей сульфосалициловокислого натрия 10 % — при титровании раствора трилона Б раствором железоаммонийных квасцов или дитизон (дифенилтиокарбазон) по ТУ 6—09—07—1684—89, спиртовой или ацетоновый раствор с массовой долей дитизона 0,025 % (годен 3—4 дня) — при титровании раствора трилона Б раствором хлористого цинка»;

седьмой абзац. Исключить слово: «ледяная»;

восьмой абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0{,}1$ моль/л (0,1 М)»;

девятый, одиннадцатый и двенадцатый абзацы изложить в новой редакции: «эфир этиловый, обезвоженный хлористым кальцием, или сухой перегнанный или метилен хлористый по ГОСТ 9968—86 или ТУ 6—09—37—16—74, обезвоженный хлористым кальцием;

раствор ацетатный буферный с pH=7 — при титровании раствора трилона Б раствором железоаммонийных квасцов или с pH=4 — при титровании раствора трилона Б раствором хлористого цинка. Растворы готовят в соответствии с приложением 1;

квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359—87, раствор концентрации $c[Fe(NH_4) \cdot (SO_4)_2 \cdot 12H_2O] = 0{,}1$ моль/л (0,1 М), приготовленный в соответствии с приложением 2»;

дополнить новыми абзацами (после двенадцатого):

«цинк хлористый, раствор концентрации $c(ZnCl_2) = 0{,}1$ моль/л (0,1 М), приготовленный в соответствии с приложением 3;

цинк гранулированный по ТУ 6—09—5294—86;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;

спирт этиловый по ГОСТ 18300—87;

ацетон по ГОСТ 2603—79;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей гидроокиси 20 %;

кальций хлористый, прокаленный;

фильтр бумажный;

бюретка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 мл;

стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 200 мл»;

тринадцатый абзац. Заменить значение: 100 мл на 200 или 250 мл;

восемнадцатый абзац изложить в новой редакции: «термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 27544—87 с ценой деления не более 1 °С, обеспечивающий контроль заданной температуры»;

(Продолжение см. с. 168)

дополнить абзацем: «Допускается применять другую аппаратуру, посуду, материалы и реактивы с техническими, метрологическими характеристиками и качеством не ниже указанных выше».

Пункт 1.3.2 изложить в новой редакции: «1.3.2. Навеску взрывчатого вещества массой 2,0—4,0 г взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, помещают в стакан и растворяют в 20 мл раствора соляной кислоты, приливая ее порциями по 4—5 мл. Операцию растворения проводят до полного исчезновения серых металлических вкраплений. Допускается вести растворение при нагревании на водяной бане (температура воды 60—100 °С) или на электроплитке, причем во избежание бурного протекания реакции и разбрызгивания нагревание на плитке чередуют с охлаждением на водяной бане, температура воды которой не более 15 °С.

После охлаждения до комнатной температуры раствор, фильтруя, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200, 250 или 500 мл, а стакан и фильтр промывают холодной или горячей дистиллированной водой порциями по 10—20 мл до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге, собирая фильтрат в ту же мерную колбу.

При определении массовой доли алюминия во взрывчатых веществах, содержащих нитроэфиры, последние отмывают этиловым эфиром или хлористым метиленом.

Содержимое колбы выдерживают не менее 15 мин при температуре (20±2) °С, после чего объем раствора доливают до метки дистиллированной водой той же температуры и тщательно перемешивают. 25 или 50 мл полученного раствора отбирают пипеткой в коническую колбу, добавляют 25 мл раствора трилона Б, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. После охлаждения раствора до комнатной температуры его нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге гидроокисью натрия или калия или раствором аммиака

При титровании трилона Б раствором железоаммонийных квасцов раствор в колбе нейтрализуют по каплям до нейтральной реакции. Затем к раствору приливают 30 мл ацетатного буферного раствора с pH=7, 1,0—1,2 мл раствора сульфосалициловокислого натрия и титруют раствором железоаммонийных квасцов до появления красно бурой окраски.

При титровании трилона Б раствором хлористого цинка раствор в колбе нейтрализуют по каплям до pH=4. Затем к раствору приливают 30 мл ацетатного буферного раствора с pH=4, 60 мл ацетона, 2 мл раствора дитизона и титруют раствором хлористого цинка до перехода окраски из серо-зеленой в малиновую.

Одновременно проводят в таких же условиях определение массовой доли основного вещества (алюминия) в партии алюминиевого порошка или пудры, пошедшей на изготовление анализируемого взрывчатого вещества (масса навески алюминиевого порошка или пудры должна составлять около 0,3 г)».

Пункт 1.4 изложить в новой редакции (пункт 1.4.1 исключить):

«1.4. Обработка результатов

Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot 0{,}0027 \cdot n \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X_1},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, взятый для анализа, мл;

K_1 — поправочный коэффициент к раствору трилона Б;

V_2 — объем раствора железоаммонийных квасцов или хлористого цинка, израсходованный на титрование, мл;

K_2 — поправочный коэффициент к раствору железоаммонийных квасцов или хлористого цинка;

0,0027 — масса алюминия, соответствующая 1 мл раствора трилона Б точной концентрации $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0{,}1$ моль/л (0,1 M), г/мл;

n — степень разбавления (отношение вместимости мерной колбы, в которой проводили разбавление раствора, к объему, отбираемому пипеткой);

m — масса навески анализируемого ВВ, г;

(Продолжение см. с. 169)

X_1 — массовая доля основного вещества в партии алюминиевого порошка или пудры, пошедшей на изготовление анализируемого ВВ, %. Допускается использовать практически установленный коэффициент, выведенный на основании статистических данных как средний результат определений X_1.

Проводят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое, округляемое до десятых долей процента. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,3 % при доверительной вероятности 0,95».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.1*а* (перед п. 2.1):

«2.1а. Реактивы, растворы, приборы и посуда

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей кислоты 10 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий заданную температуру сушки;

термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 27544—87 с ценой деления не более 1 °С, обеспечивающий контроль заданной температуры;

эксикатор по ГОСТ 25336—82 с адсорбентом, в качестве которого используют силикагель-индикатор по ГОСТ 8984—75 или силикагель по ГОСТ 3956—76, или хлористый кальций, прокаленный;

бумажка лакмусовая синяя;

стакан стеклянный».

Пункт 2.1.1. Исключить слова: «10 %-ного»

Пункт 2.1.3 дополнить словами: «Допускается производить сушку остатка в приборе для ускоренной сушки с инфракрасной электролампой по чертежу ГОСТ 14839.12—69, разд. 2 в течение 15 мин при такой же температуре».

Пункт 2.2.2 Заменить слова: «до 0,1 %» на «до десятых долей процента».

Приложения 1, 2 изложить в новой редакции:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

Способ приготовления ацетатного буферного раствора

Для приготовления ацетатного буферного раствора с pH=7 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 104 мл уксусной кислоты, доводят объем в колбе вместимостью 2 л дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Для приготовления ацетатного буферного раствора с pH=4 154 г уксуснокислого аммония растворяют в 120 мл уксусной кислоты, доводят объем в колбе вместимостью 2 л дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

Способ приготовления раствора железоаммонийных квасцов концентрации $c[Fe(NH_4)\cdot(SO_4)_2\cdot 12H_2O]=0{,}1$ моль/л (0,1 М)

Раствор готовят следующим образом: 50 г железоаммонийных квасцов растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в 300 мл свежепрокипяченой и охлажденной дистиллированной воды. Раствор фильтруют, прибавляют к нему 30—45 мл серной кислоты и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой. Титр раствора устанавливают по раствору трилона Б концентрации $c[C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2\cdot 2H_2O]=0{,}1$ моль/л (0,1 М) в присутствии 1,0—1,2 мл раствора сульфосалициловокислого натрия. Перед титрованием раствор нагревают до кипения, нейтрализуют по каплям раствором аммиака до нейтральной реакции по индикаторной универсальной бумаге и добавляют 30 мл ацетатного буферного раствора с pH=7, после чего оставляют охлаждаться до комнатной температуры».

Стандарт дополнить приложением — 3:

(Продолжение см. с. 170)

«ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

Способ приготовления раствора хлористого цинка концентрации $c(ZnCl_2)=0{,}1$ моль/л (0,1 М)

10—15 г гранулированного цинка взвешивают, в течение 2—3 мин обрабатывают для снятия окисной пленки 10 мл раствора соляной кислоты, промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции, сушат при температуре 80—100 °С в течение 1 ч и охлаждают в эксикаторе 40—50 мин. Около 6,5 г обработанного таким образом цинка взвешивают на весах 2-го класса точности, записывая результат взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, приливают 60 мл раствора соляной кислоты и после растворения цинка содержимое колбы выдерживают не менее 15 мин при температуре (20±2) °С, после чего объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой той же температуры и тщательно перемешивают.

Поправочный коэффициент к раствору хлористого цинка (K_2) вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{m}{6{,}538},$$

где m — масса навески обработанного цинка, взятая для приготовления раствора хлористого цинка, г;

6,538 — масса цинка в 1000 мл раствора хлористого цинка точной концентрации $c(ZnCl_2)=0{,}1$ моль/л (0,1 М), г.

Значение поправочного коэффициента округляют до тысячных долей».

(ИУС № 5 1990 г.)