

Nezobrazitelný cizojazyčný text!

Smokeless powders. Methods of testing. Determination of nitroglycerine or dinitrodiglycol

Tato norma platí pro stanovení obsahu nitroglycerinu nebo diglykoldinitrátu ve dvousložkových bezdýmných prašících

a) vážkově - *metoda A (rozhodčí)*,

b) titračně - *metoda B*.

Při zkoušce se musí dodržet všechna ustanovení části 1 ČSN 66 8102.

METODA A

Stanovení obsahu nitroalcynerinu nebo dialykoldinitrátu vážkově - rozhodčí metoda

Podstata zkoušky

1. U vzorku se stanoví extrakt postupem podle části 23 ČSN 66 8102.

Roztok extraktu se redukuje chloridem železnatým a pak se extrahuje etherem. Po odpaření etheru se vážkově stanoví zbytek po redukcí chloridem železnatým. Z rozdílu hmotnosti extraktu a zbytku po redukcí se vypočítá obsah nitroglycerinu nebo diglykoldinitrátu.

Chemikálie

2. Na zkoušku je třeba:

Kyselina chlorovodíková 25 % ($r = (1,124 \text{ až } 1,126) \text{ g. cm}^{-3}$) Síran sodný bezvodý

Ethylalkohol

Chlorid sodný, nasycený vodný roztok

Chlorid železnatý, roztok; příprava: Do baňky na 750 ml se naváží 90 g práškového železa, přidá se 460 ml kyseliny chlorovodíkové a udržuje se ve varu pod zpětným chladičem do rozpuštění. Po vychladnutí se roztok zfiltruje do hnědé zásobní lahve.

Postup zkoušky

3. Zkouška sestává ze dvou souběžných nebo opakovaných stanovení.

Nahrazuje: viz Dodatek

Účinnost od:
1.7.1979

05021

Strana 2

4. Stanovení obsahu extraktu. Provede se postupem podle části 23 ČSN 66 8102 z navážky 2,5 g vzorku. Zjištěný obsah extraktu v % se použije k výpočtu v čl. 6 a získané extrakty se použijí v dalším postupu podle čl. 5.

5. Stanovení obsahu zbytku po redukci roztokem chloridu

železnatého. Extrakt vzorku podle čl. 4 se rozpustí ve 40 ml ethylalkoholu, k roztoku se přidá 40 ml kyseliny chlorovodíkové a 50 ml roztoku chloridu železnatého. Baňka se uzavře a ponechá se nejméně 12 hodin stát, přičemž se jejím obsahem občas promíchá. Pak se roztok kvantitativně převede do dělicí nálevky na 2000 ml, v níž je 200 ml nasyceného roztoku chloridu sodného. Baňka, v níž bylo redukováno, se promyje 50 ml etheru, který se přidá k obsahu dělicí nálevky. Obsah se intenzivně protřepává po dobu 3 minut. Po rozdělení se etherická vrstva oddělí do další dělicí nálevky na 2000 ml. Vytřepávání roztoku a vyplachování baňky etherem v dávkách po 50 ml se opakuje ještě dvakrát. Ke spojeným etherickým výtřepkům se přidá 200 ml nasyceného roztoku chloridu sodného, jímž se etherické výtřepky promývají. Promývání dalšími podíly nasyceného roztoku chloridu sodného po 200 ml se opakuje, až se vodná vrstva nebarví již žlutě. Etherické výtřepky se pak 6 hodin suší bezvodým síranem sodným, kvantitativně se zfiltrují papírovým filtrem typu černá páska do suché a předem zvážené baňky rychloextraktoru (viz obr. v části 16 ČSN 66 8102) a ether se oddestiluje na vodní lázni asi 50 °C. Poslední stopy etheru se z baňky odsají pomocí vývěvy. Zbytek po redukci roztokem chloridu železnatého se suší v exsikátoru nad kyselinou sírovou ($r = 1,84 \text{ g. cm}^{-3}$) a váží se do konstantní hmotnosti.

Zbytek po redukci roztokem chloridu železnatého se uchová pro zkoušku podle části 25 ČSN 66 8102.

Obsah zbytku po redukci roztokem chloridu železnatého v % (y) se vypočítá podle vzorce:

$$y = \frac{100 \cdot c}{a},$$

kde

a je navážka vzorku v g,

c hmotnost zbytku po redukci roztokem chloridu železnatého v g.

Rozdíl výsledků stanovení nesmí být větší než 0,2 %. Ze získaných hodnot se zjistí aritmetický průměr výsledků obou stanovení zaokrouhlený na setiny procenta, který se použije při výpočtu podle čl. 6 této části ČSN 66 8102; hodnota c se použije pro výpočet v čl. 8 části 25 ČSN 66 8102.

Výpočet

6. Obsah nitroglycerinu nebo diglykoldinitrátu v % (t) se vypočítá podle vzorce:

$$t = x - y,$$

Strana 3

kde

x je obsah extraktu v %, zjištěný podle čl. 4,

y obsah zbytku po redukci roztokem chloridu železnatého v %, zjištěný podle čl. 5.

METODA B

Metoda B je nezávazná; pro rozhodčí rozbory je závazná pouze metoda A.

Stanovení obsahu nitroalcyerinu nebo diglykoldinitrátu titračně

Podstata zkoušky

7. U vzorku se získá extrakt postupem podle části 23 ČSN 66 8102.

Roztok extraktu se redukuje odměrným roztokem chloridu železnatého.

Redukcí nitroglycerinu nebo diglykoldinitrátu obsaženého v extraktu vzniká z chloridu železnatého odpovídající množství chloridu železitého, které se stanoví odměrným roztokem chloridu titanitého.

Chemikálie

8. Na zkoušku je třeba:

Kyselina chlorovodíková 25 % ($r = (1, 124 \text{ až } 1,126) \text{ g. cm}^{-3}$), prostá železa

Kyselina octová 99% ($\rho = 1,0524 \text{ g. cm}^{-3}$)

Chlorid železnatý, roztok; příprava viz čl. 2

Thiokyanatan amonný nebo draselný, roztok 10 %

Chlorid titanitý, roztok 0,2 N s faktorem; příprava: Ke 180 ml 1 N roztoku chloridu titanitého se přidá 150 ml kyseliny chlorovodíkové ($\rho = 1,19 \text{ g. cm}^{-3}$) a doplní se vodou do 1000 ml. Roztok se uchovává v hnědé lahvi a chrání se před vzdušným kyslíkem inertní atmosférou kysličníku uhličitého nebo dusíku.

Faktor roztoku se stanoví takto: Do kuželové baňky na 500 ml se odváží 0,2 g dvojchromanu draselného předem vysušeného při 100 °C, rozpustí se ve 20 ml vody, přidá se 20 ml kyseliny chlorovodíkové ($\rho = 1,19 \text{ g. cm}^{-3}$) a z baňky se vytěsňuje vzduch proudem kysličníku uhličitého. Pak se do ní ihned odměří 50 ml roztoku chloridu železnatého, přidá se 10 ml roztokem thiokyanatanu amonného nebo draselného, baňka se uzavře zátkou s otvory pro byretu a přívod kysličníku uhličitého a za stálého zavádění kysličníku uhličitého se titruje roztokem chloridu titanitého do zmizení červeného zbarvení. Současně a za stejných podmínek se provede slepé stanovení bez dvojchromanu draselného.

Faktor se vypočítá podle vzorce:

$$f = \frac{a}{(b - c) \cdot 0,009806}$$

Strana 4

kde

a je navážka dvojchromanu draselného v g,

b spotřeba roztoku chloridu titanitého při vlastním stanovení v ml,

c spotřeba roztoku chloridu titanitého při slepém stanovení v ml.

Postup zkoušky

9. Zkouška sestává ze dvou souběžných nebo opakovaných stanovení.

Z navážky 2,5 g vzorku se získá extrakt postupem podle části 23 ČSN 66 8102.

Extrakt se rozpustí ve 20 ml kyseliny octové, kvantitativně se převede do odměrné baňky na 50 ml, doplní se kyselinou octovou po značku a důkladně se promíchá. Z tohoto roztoku se odpipetuje 20 ml do zábrusové kuželové baňky na 500 ml, přidá se 25 ml kyseliny chlorovodíkové a vytěsňuje se z ní vzduch proudem kysličníku uhličitého. Pak se do ní ihned z byrety odměří 50 ml roztoku chloridu železnatého, přidá se několik varných skleněných kuliček a obsah baňky se pod zpětným chladičem uvede k varu, v němž se udržuje 10 minut. Asi po 5 minutách nastane vyjasnění a roztok má světleoranžové zbarvení. Obsah baňky se pak rychle ochladí na teplotu místnosti, ihned se přidá 10

ml roztoku thiokyanatanu amonného nebo draselného, baňka se uzavře zátkou s otvory pro byretu a přívod kysličníku uhličitého a za stálého zavádění kysličníku uhličitého se titruje 0,2 N roztokem chloridu titanitého, ke konci titrace po kapkách, do zmizení červeného zbarvení roztoku.

Současně a za stejných podmínek se provede slepé stanovení bez extraktu.

Výpočet a záznam výsledku zkoušky

10. Obsah nitroglycerinu v % (t) nebo diglykoldinitrátu v % (u) se vypočítá podle vzorců:

$$t = \frac{2,5 \cdot (b - c) \cdot 0,50466}{a},$$

$$u = \frac{2,5 \cdot (b - c) \cdot 0,6537}{a},$$

kde

a je navážka vzorku v g,

b spotřeba 0,2 N roztoku chloridu titanitého při vlastním stanovení v ml,

c spotřeba 0,2 N roztoku chloridu titanitého při slepém stanovení v ml.

Rozdíl výsledků stanovení nesmí být větší než 0,2 %. Jako výsledek zkoušky se uvede aritmetický průměr výsledků obou stanovení zaokrouhlený na setiny procenta.

Strana 5

DODATEK

Společné souvisící čs. normy, souvisící právní předpisy a nahrazení technických norem jsou uvedeny v Dodatku části 1 ČSN 66 8102.

Souvisící čs. normy

x ČSN 66 8102 část 16 Bezdýmné prachy. Metody zkoušení. Izolace nitrocelulózy z jednosložkových prachů

x ČSN 66 8102 část 23 Bezdýmné prachy. Metody zkoušení. Stanovení látek extrahovatelných diethyletherem

x ČSN 66 8102 část 25 Bezdýmné prachy. Metody zkoušení. Stanovení 2,4-dinitrotoluenu

x Norma, jejíž změna nebo zrušení může vyvolat věcnou změnu (změnu hodnot a požadavků) této normy a naopak.

Změny proti předcházejícímu vydání

Tato část 24 ČSN 66 8102, která nahrazuje čl. 5 ČSN 66 8030 Stanovení obsahu nitroglycerinu nebo diglykoldinitrátu a 2,4-dinitrotoluenu z 31. 5. 1968 (viz Dodatek části 1 ČSN 66 8102 současně vydané), upřesňuje pouze některé podmínky zkoušky a stanoví další novou titrační metodu pro stanovení obsahu nitroglycerinu nebo diglykoldinitrátu ve dvousložkových praších. (Poznámka: Zbývající články ČSN 66 8030 z 31. 5. 1968 nahrazuje část 1, 23 a 25 ČSN 66 8102).

Vypracování normy

Zpracovatel: Východočeské chemické závody Synthesia, n. p., Pardubice-Semtín; PhMr. Vladimír Palásek

Pracovník Úřadu pro normalizaci a měření: Ing. Mir. Langšádł

Strana 6

Upozornění: Změny a doplňky, jakož i zprávy o nově vydaných normách jsou uveřejňovány ve Věstníku Úřadu pro normalizaci a měření.