



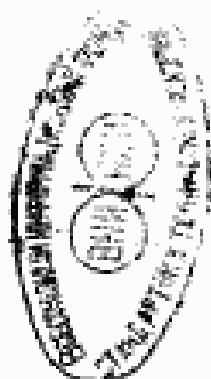
ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОХА ДЫМНЫЕ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ

ГОСТ 8061-72 — ГОСТ 8067-72

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МОСКВА

GOST
СТАНДАРТЫ

ГОСТ 8061-72, Пороха дымные. Методы определения содержания калиевой селитры
Black powders. Methods for determination of potassium nitrate content determination methods

ПОРОХА ДЫМНЫЕ

Методы определения содержания калиевой селитры

Black powders.
Methods for determination
of potassium nitrate content

ГОСТ
8061-72*

Взамен
ГОСТ 8061-56

ОКСТУ 7277

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 4 апреля 1972 г. № 683 срок введения установлен

с 01.07.73

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на дымные пороха и пороховую мякоть, выпускаемые по стандартам и технической документации, утвержденной в установленном порядке, и устанавливает два метода определения содержания в них калиевой селитры:

1 — кондуктометрический, основанный на извлечении калиевой селитры из навески горячей водой, термостатировании полученного раствора и определении его электропроводности (сопротивления);

2 — весовой, основанный на извлечении калиевой селитры из навески горячей водой, выпаривании раствора и взвешивании сухого остатка.

1. КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Отбор проб

Пробы для определения содержания калиевой селитры отбирают по технической документации на дымные пороха, утвержденной в установленном порядке.

1.2. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы:

кондуктометр типа ММ 34-04;

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★
* Переиздание (август 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1983 г., январе 1986 г. (ИУС 11-83, 5-86).

центрифуга с частотой вращения не менее 4000 об/мин;
ультратермостат с погрешностью регистрации температуры $\pm 0,2^\circ\text{C}$;

колбы стеклянные лабораторные вместимостью 250 см³ по ГОСТ 1770—74;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

стаканы стеклянные вместимостью 150 см³ по ГОСТ 25336—82;

калий азотнокислый «ХЧ» по ГОСТ 4217—77 0,1 н. раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Допускается применять другую аппаратуру, посуду и материалы, пригодные для проведения анализа.

1.3. Подготовка к испытанию

1.3.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в стаканы емкостью 100—150 см³ помещают навески пороховой мякоти или пороха, измельченного до порошкообразного состояния, взятые из расчета, чтобы в них содержалось калиевой селитры 2,30; 2,40; 2,50; 2,55; 2,60; 2,65; 2,70; 2,75; 2,80; 2,90; 3,00 г. Из этих навесок готовят растворы и проводят измерения их электропроводности или сопротивления в порядке, описанном в пп. 1.3.2—1.5.

По результатам измерения каждого раствора строят график зависимости сопротивления или электропроводности от содержания калиевой селитры в 250 см³ раствора. По графику может быть составлена градуировочная таблица. Проверку калибровочного графика проводят раз в месяц.

1.3.2. Кондуктометр, электроды, ультратермостат, центрифугу подготавливают к работе согласно инструкциям, прилагаемым к приборам.

Измерение электропроводности растворов проводят при температуре $(20 \pm 0,2)^\circ\text{C}$. Время термостатирования растворов в ультратермостате 20 мин. При каждой серии измерений проверяют постоянную прибора по стандартному раствору. В качестве стандартного раствора применяют 0,1 н. раствор калиевой селитры.

1.4. Проведение испытаний

1.4.1. 3—3,5 г пороха, измельченного до порошкообразного состояния, взвешенного с погрешностью до 0,0002 г, помещают в стакан емкостью 150 см³, смачивают 1—2 см³ горячей дистиллированной воды тщательно перемешивая и добавляют еще 30—40 см³ горячей воды. Раствор из стакана количественно, вместе с осадком, переносят в мерную колбу емкостью 250 см³. Содержимое колбы после термостатирования доводят водой до метки и взбалтывают. Около 150 см³ полученного раствора цент-

рифугируют на центрифуге 2—3 минуты при 3000 об/мин. Затем 100 см³ центрифугата осторожно сливают с осадка в химический стакан емкостью 100—150 см³, термостатируют и, не вынимая из ультратермостата, измеряют сопротивление или электропроводность.

1.4.2. При измерении сопротивления или электропроводности исследуемых растворов определяют постоянную прибора путем измерения сопротивления или электропроводности 100 см³ стандартного раствора (0,1 н. раствор калиевой селитры), затем определяют поправку K (Ом, См), на показание прибора по формуле

$$K = R_{ст} - R'_{ст} \text{ или } K = H_{ст} - H'_{ст},$$

где $R_{ст}$, $H_{ст}$ — сопротивление в омах или сименсах стандартного раствора, взятого по градуировочному графику или таблице;

$R'_{ст}$, $H'_{ст}$ — сопротивление или электропроводность стандартного раствора в момент измерения тех же показателей исследуемого раствора.

Характеристики каждого раствора измеряют три раза. Из трех измерений вычисляют средний результат.

1.5. Обработка результатов

Сопротивление (R) и электропроводность (H) исследуемого раствора вычисляют по формулам

$$R = R_{изм} + K \text{ (Ом)}; \quad H = H_{изм} + K \text{ (См)},$$

где $R_{изм}$, $H_{изм}$ — показания прибора при измерении.

По значению сопротивления или электропроводности исследуемого раствора на графике или в таблице находят содержание калиевой селитры в граммах в 250 см³ раствора.

Содержание селитры (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m(100 - W)},$$

где a — содержание калиевой селитры в 250 см³ исследуемого раствора, определенное по графику или таблице;

m — навеска пороха, г;

W — влажность пороха, %.

Проводят два параллельных определения, по результатам которых определяют среднее арифметическое значение с погрешностью до 0,1%.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,5%.

1.6. Требования безопасности

Работы с дымными порохами должны проводиться в соответствии с действующими правилами эксплуатации производств и специальными инструкциями, утвержденными в установленном порядке.

Разд. 1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД

2.1. Выбор проб

2.2. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г;

плитка электрическая с закрытым нагревателем по ГОСТ 14919—83;

шкаф сушильный;

эксикатор по ГОСТ 25336—82 с хлористым кальцием по ГОСТ 4161—77 или ГОСТ 450—77, прокаленным;

асбест листовой;

фильтры бумажные диаметром 110 мм или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76;

стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 и 250 см³;

воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 с наибольшим наружным диаметром (75±5) мм;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

дифениламин по ГОСТ 5825—70, 1%-ный раствор в серной кислоте;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применять другую аппаратуру, посуду и материалы, пригодные для проведения анализа.

2.3. Проведение анализа

Около 2—3 г пороха, измельченного до порошкообразного состояния, или пороховой мякоти, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 100 см³ и приливают 30—40 см³ воды, нагретой до 60—70°C.

Раствор в стакане перемешивают стеклянной палочкой и фильтруют через бумажный фильтр во взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г стакан вместимостью 250 см³; при этом осадок из стакана переносят на фильтр.

Осадок на фильтре промывают горячей водой до полного удаления селитры. Последняя порция фильтрата должна давать отрицательную реакцию на нитрат-ион с раствором дифениламина. Стакан с фильтратом помещают на электроплитку, покрытую асбестом, и содержимое выпаривают досуха.

Остаток в стакане высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—110°C до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

2.4. Обработка результатов

Содержание калиевой селитры (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса стакана с навеской калиевой селитры в г;

m_2 — масса стакана в г;

m — навеска пороха в г;

W — влажность пороха в %.

Производят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое с погрешностью не более 0,1%. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,5%.

2.5. Требования безопасности — по п. 1.6.

(Измененная редакция, Изм. № 1).