

MATERIAŁY WYBUCHOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Materiały wybuchowe inicjujące Azydek ołowiawy	6092-04
		Zamiast BN-78/6092-04
		Grupa katalogowa 1073

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest azydek ołowiawy, poddany preparacji antyelektrostatycznej¹⁾. Jest on solą ołowiawą kwasu azotowodorowego i ma:

- a) wzór chemiczny $Pb(N_3)_2$,
- b) wzór budowy $Pb(\ddot{N} = \ddot{N} = \ddot{N}:)_2 \longleftrightarrow Pb(\ddot{N} - N \equiv N:)_2$,
- c) masę molową 291,2502 (1961 r.).

Azydek ołowiawy stosuje się jako materiał wybuchowy inicjujący do elaboracji spłonek oraz do wyrobu mieszanin inicjujących i zapalczych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy produkcji i odbiorze azydku ołowiawego.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od technologii wytwarzania azydku ołowiawego rozróżnia się dwa rodzaje:

K — krystaliczny,
D — dekstrynowany.

2.2. Gatunki. W zależności od przeznaczenia rozróżnia się trzy gatunki azydku ołowiawego dekstrynowanego:

S (specjalny) — stosowany do produkcji specjalnej,
G (górnicy) — stosowany do produkcji spłonek górniczych,
Z (zapalnikowy) — stosowany do produkcji zapalników elektrycznych.

2.3. Przykład oznaczenia azydku ołowiawego dekstrynowanego (D) specjalnego (S):

AZYDEK OŁOWIAWY DS BN-90/6092-04

3. WYMAGANIA

Wymagania dotyczące poszczególnych rodzajów i gatunków azydku ołowiawego — wg tabl. 1.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

Tablica 1

Pozycja	Wymagania	Rodzaje			
		krystaliczny (K)	dekstrynowany (D)		
			Gatunki		
			specjalny (S)	górnicy (G)	zapalnikowy (Z)
1	2	3	4	5	6
a)	Barwa	biała do lekko szarej, dopuszczalna jasnoróżowa	biała do jasnobrązowej		ciemnożółta do oranżowej
b)	Wygląd zewnętrzny	powinien mieć postać proszku o budowie krystalicznej	powinien mieć postać sypkiej drobno-krystalicznej substancji; badany pod mikroskopem nie powinien mieć kryształów w postaci igieł, dużych rozwiniętych gwiazd, wydłużonych słupków		równomiernie zaokrąglone kryształy
		niedopuszczalne są obce domieszki widoczne nie uzbrojonym okiem			
c)	Zawartość wody i substancji lotnych, %, nie więcej niż	0,03	0,15	0,3	0,7
d)	Zawartość azydku ołowiawego, %, nie mniej niż	97,5	93,0	91,0	88,0
e)	Zawartość ołowiu, %	70,0 ÷ 71,2	68,0 ÷ 70,2	67,0 ÷ 69,2	66,0 ÷ 69,0

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Organicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 19 grudnia 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 sierpnia 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1991, poz. 5)

cd. tabl. 1

Pozycja	Wymagania	Rodzaje			
		krystaliczny (K)	dekstrynowany (D)		
			Gatunki		
			specjalny (S)	górnicy (G)	zapalnikowy (Z)
1	2	3	4	5	6
f)	Zawartość dekstryny, %	—	2,0 ÷ 4,0	2,0 ÷ 5,0	max 7,0
g)	Zawartość substancji nierozpuszczalnych w 25%(m/m) roztworze kwasu azotowego	nie dopuszczalne wg 5.5.7 ¹⁾			
h)	Gęstość nasypowa, g/cm ³	nie normalizuje się		1,4 ÷ 2,2	min 1,6
i)	Dolna granica wrażliwości na tarcie wg Koenena, g, powyżej	nie normalizuje się	10 ²⁾ lub 20 ³⁾		10
j)	Dolna granica wrażliwości na uderzenie wg Kasta, przy masie 1 kg, cm, powyżej	nie normalizuje się	50		

¹⁾ Dopuszczalna jest obecność śladów pozostałości nierozpuszczalnej: włókien, sączka, tkaniny, cząsteczek gumy i śladów grafitu.
²⁾ Obowiązuje dla technologii w Zakładach Tworzyw Sztucznych NITRON-ERG.
³⁾ Obowiązuje dla technologii w Zakładach Tworzyw Sztucznych ERG-Tychy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Azydek ołowiawy należy przechowywać w słoikach wykonanych z gumy lub tworzywa sztucznego, przewodzących prąd w ilości nie większej niż 1,5 kg netto w każdym słoiku.

Do każdego słoika należy dołączyć etykietę, zawierającą:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.3,
- nr partii,
- datę produkcji,
- masę netto.

4.2. Przechowywanie. Azydek ołowiawy należy przechowywać w 1 warstwie w magazynach odpowiadających przepisom bezpieczeństwa pracy przy produkcji, składowaniu i transporcie wewnątrzzakładowym materiałów wybuchowych.

Temperatura w magazynie powinna być utrzymana w granicach 15 ÷ 40°C, a wilgotność względna nie powinna przekraczać 65%.

Czas przechowywania azydku ołowiawego nie powinien być dłuższy niż trzy miesiące. Po tym okresie, przed użyciem go do produkcji, należy sprawdzić zawartość wody i substancji lotnych.

4.3. Transport. Transport azydku ołowiawego poza zakład wytwarzający go jest niedopuszczalny. Na terenie zakładu wytwarzającego należy przenosić go ręcznie w nosilkach, najwyżej po 2 słoiki o łącznej masie nie przekraczającej 2 kg.

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

5.5.1. Badania pełne należy wykonywać okresowo raz na miesiąc oraz przy każdej zmianie technologii.

5.1.2. Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii azydku ołowiawego.

Tablica 2

Rodzaje badań	Badania		Wymagania, wg
	pełne	niepełne	
a) Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego i barwy	+	+	rozd. 3 poz. a) i b)
b) Oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych	+	+	rozd. 3 poz. c)
c) Oznaczanie zawartości azydku ołowiawego	+	+	rozd. 3 poz. d)
d) Oznaczanie zawartości ołowiu	+		rozd. 3 poz. e)
e) Oznaczanie zawartości dekstryny	+	+	rozd. 3 poz. f)
f) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym	+	+	rozd. 3 poz. g)
g) Sprawdzanie gęstości nasypowej	+	+	rozd. 3 poz. h)
h) Sprawdzanie wrażliwości na tarcie wg Koenena	+	+	rozd. 3 poz. i)
i) Sprawdzanie wrażliwości na uderzenie wg Kasta	+		rozd. 3 poz. j)
Znak + oznacza obowiązek wykonywania oznaczania.			

5.2. Wielkość partii. Partię azydku ołowiawego stanowi przy metodzie ciągłej jednozmianowa produkcja, a przy metodzie periodycznej nie mieszane ze sobą oddzielne strącania (szarże) z dobowej produkcji.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę azydku ołowiawego po suszeniu należy pobierać w sposób losowy przed lub po przesiewaniu, w zależności od liczby tac lub słoików w partii, wg tabl. 3 lub w sposób automatyczny podczas przesiewania.

Do oznaczania zawartości dekstryny, azydku ołowiawego i substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym dopuszcza się pobieranie próbek azydku ołowiawego mokrego z każdego sita po odsączeniu i przemyciu.

Tablica 3

Liczba tac lub słoików w partii	Liczba tac lub słoików wybranych do pobierania próbek
do 8	3
9 ÷ 16	5
17 ÷ 25	7

Próbki jednostkowe należy pobierać za pomocą sztywnego papieru, specjalnego urządzenia do pobierania próbek lub automatycznie podczas przesiewania.

W przypadku azydku ołowiawego K, DS i DZ, próbki jednostkowe należy pobierać do słoików z każdego strącenia oddzielnie, a w przypadku azydku ołowiawego DG — jedną średnią próbkę z całej partii wg tabl. 3.

Wielkość próbek jednostkowych należy dobrać tak, aby łączna masa próbki laboratoryjnej przeznaczonej do badań wynosiła około 20 g.

Do słoików powinny być dołączone etykiety, zawierające:

- nazwę materiału,
- rodzaj wg 2.1,
- gatunek wg 2.2,
- numer partii,
- datę strącenia,
- datę pobrania próbki.

5.4. Przygotowanie próbki do badań. Próbkę wilgotną, pobraną wg 5.3 należy przesypać do parownicy i suszyć w temperaturze $50 \div 60^\circ\text{C}$ do stałej masy. Tak przygotowaną próbkę należy używać do wykonywania oznaczeń.

5.5. Opis badań

5.5.1. Sprawdzanie barwy i nieobecności zanieczyszczeń mechanicznych należy sprawdzić nie uzbrojonym okiem.

5.5.2. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego należy wykonać pod mikroskopem przy powiększeniu 100-krotnym.

5.5.3. Oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych. Z próbki pobranej wg 5.3 należy odważyć około 3 g azydku ołowiawego z dokładnością do 0,0002 g do wysuszonego do stałej masy naczynka wagowego ze szlifem zewnętrznym i suszyć w suszarce w temperaturze $60 \pm 5^\circ\text{C}$ przez 3 h. Naczynko wagowe należy przykryć pokrywką i wstawić na 30 min do eksykatora ze środkiem suszącym, a następnie zważyć.

Zawartość wody i substancji lotnych (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m — masa naczynka z azydkiem ołowiawym przed suszeniem, g,
 m_1 — masa naczynka z azydkiem ołowiawym po suszeniu, g,

m_2 — masa odważki, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,03%.

5.5.4. Oznaczanie zawartości azydku ołowiawego

5.5.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-81/C-04530/03 p. 2.1.

b) Siarczan żelazowo-amonowy, roztwór nasycony przygotowany wg PN-81/C-06501, p. 2.10, tabl. 9 lp. 8.

c) Kwas azotowy, roztwór 28%(m/m) przygotowany wg PN-89/C-06500 p. 2.2.75.

d) Octan amonowy, roztwór o $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4) = 10 \text{ mol/l}$, pH=7.

e) Tiocyjanian amonowy, roztwór o $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/03 p. 2.2.

5.5.4.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.4 należy odważyć 0,3 g azydku ołowiawego z dokładnością do 0,0002 g. Odważkę próbki umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml, dodać 10 ml roztworu octanu amonowego i lekko podgrzewając rozpuścić. Następnie dodać 100 ml wody destylowanej i 50 ml roztworu azotanu srebrowego. Zamknąć kolbę korkiem i wstrząsać przez 15 min, po czym dopełnić kolbę wodą destylowaną do kreski.

Zawartość kolby dokładnie wymieszać i odstawić w ciemnym miejscu, aby opadł osad powstałego azydku srebrowego. Po 1 h roztwór należy przesączyć do suchej kolby przez suchy sączek do osadów drobnoziarnistych lub przez suchy tygiel G4 z dnem porowatym ze szkła spiekanego. Odmierzyć pipetą 100 ml przesączu, dodać 2 ml roztworu siarczanu żelazowo-amonowego i zakwasić dwoma kroplami kwasu azotowego. Nadmiar azotanu srebrowego odmiareczkować roztworem rodanku amonowego do momentu powstania trwałego brunatnoczerwonego zabarwienia.

Zawartość azydku ołowiawego (X_2) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - 2,5 V_2) \cdot 0,014562 \cdot 100}{m_3} \quad (2)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu azotanu srebrowego o stężeniu 0,1 mol/l pobranego do analizy, ml,

V_2 — objętość roztworu rodanku amonowego o stężeniu 0,1 mol/l zużytego do miareczkowania, ml,

2,5 — stosunek ogólnej objętości badanego roztworu do objętości roztworu pobranego do miareczkowania,

0,014562 — masa azydku ołowiawego równoważna 1 ml azotanu srebrowego o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, g,

m_3 — masa odważki, g.

5.5.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,4%.

5.5.5. Oznaczanie zawartości ołowiu

5.5.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Octan amonowy, roztwór o $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4) = 10 \text{ mol/l}$.

b) Roztwór buforowy II, $\text{pH} = 5,5 \div 6,0$, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.4.3.

c) Kwas winowy, roztwór $10\%(m/m)$.

d) Wersenian dwusodowy, roztwór o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5b).

e) Oranż ksilenolowy, roztwór $0,1\%(m/m)$ przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.6, tabl. 5 lp. 25.

5.5.5.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.4 należy odważyć $0,3 \text{ g}$ azydku ołowiaowego, z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$. Odważkę próbki umieścić w kolbie stożkowej pojemności $250 \div 300 \text{ ml}$, dodać 10 ml roztworu octanu amonowego i rozpuścić.

Następnie dodać 5 ml roztworu buforowego, 2 ml roztworu kwasu winowego i całość rozcieńczyć do objętości 50 ml , po czym dodać $0,5 \text{ ml}$ roztworu oranżu ksilenolowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia roztworu z fioletowoczerwonego na cytrynowożółte.

Zawartość ołowiu (X_3) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,01036 \cdot 100}{m_4} \quad (3)$$

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o stężeniu $0,05 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml ,

$0,01036$ — masa ołowiu równoważna 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, g ,

m_4 — masa odważki, g .

5.5.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza $0,3\%$.

5.5.6. Oznaczanie zawartości dekstryny

5.5.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

b) Alkohol etylowy rektyfikowany.

c) Chromian potasowy, roztwór $10\%(m/m)$ przygotowany wg PN-89/C-06500 p. 2.2.39.

5.5.6.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.4 należy odważyć $0,5 \text{ g}$ azydku ołowiaowego z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$. Odważkę próbki umieścić w zlewce pojemności $100 \div 500 \text{ ml}$, dodać 50 ml kwasu octowego, całość ostrożnie zamieszać i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze $60 \pm 10^\circ\text{C}$ do całkowitego rozpuszczenia azydku ołowiaowego. W roztworze pozostaje dekstryna w postaci lekkiego osadu (zawiesiny). Roztwór należy ochłodzić do temperatury $18 \div 23^\circ\text{C}$, przesączyć przez tygiel G4 z dnem porowatym ze szkła spiekanego, uprzednio przemyty 20 ml kwasu octowego i 30 ml alkoholu etylowego, wysuszony w temperaturze $130 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałej masy i zważony z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$.

Osad w tyglu należy przemyć 50 ml kwasu octowego.

Obecność soli ołowiu w osadzie należy sprawdzić próbą chromianową, która polega na dodaniu do ostatnich kropeł sączonego kwasu octowego kropli chromianu potasowego. Jeżeli powstaje żółtawomleczny osad chromianu ołowiaowego, to tygiel należy ponownie przemyć 20 ml kwasu octowego i 50 ml alkoholu etylowego. W celu odparowania alkoholu zostawić tygiel przez 15 min na powietrzu, potem suszyć przez 1 h w suszarce w temperaturze $130 \pm 2^\circ\text{C}$, ochłodzić w eksykatorze ze środkiem suszącym przez 30 min i zważyć z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$.

Zawartość dekstryny (X_4) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m_5 - m_6) \cdot 100}{m_7} \cdot \frac{100}{100 - X_1} \quad (4)$$

w którym:

m_5 — masa tygla z osadem, g ,

m_6 — masa pustego tygla, g ,

m_7 — masa odważki, g ,

X_1 — zawartość wody i substancji lotnych, oznaczonych wg 5.5.3, $\%$,

$\frac{100}{100 - X_1}$ — współczynnik korekcyjny, uwzględniający procentową zawartość wody i substancji lotnych.

5.5.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza $0,2\%$.

5.5.7. Sprawdzanie obecności substancji nierozpuszczalnych w $25\%(m/m)$ roztworze kwasu azotowego. Z próbki przygotowanej wg 5.4 należy odważyć 3 g azydku ołowiaowego z dokładnością do $0,01 \text{ g}$.

Odważkę próbki należy rozpuścić w 50 ml roztworu kwasu azotowego cz.d.a. o stężeniu $25\%(m/m)$, po czym dodać 50 ml wody destylowanej. Jeżeli po dodaniu wody stwierdzi się obecność nierozpuszczalnej pozostałości, należy przesączyć roztwór przez tygiel G4 z dnem porowatym ze szkła spiekanego i oglądać osad pod mikroskopem dla sprawdzenia zgodności z wymaganiami wg rozdz. 3, tabl. 1 poz. g).

5.5.8. Oznaczanie gęstości nasypowej. Zważyć z dokładnością do $0,01 \text{ g}$ cylinder o średnicy 13 mm , wysokości 50 mm i pojemności 5 cm^3 , po czym wsypać do niego, do poziomu zaznaczonego kreską, przez lejek utworzony z gładkiego papieru, azydek ołowiaowy z próbki pobranej wg 5.4.

Cylinder z azydkiem ołowiaowym zważyć z dokładnością do $0,01 \text{ g}$.

Gęstość nasypową (X_5) należy obliczyć w g/cm^3 wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_8 - m_9}{5} \quad (5)$$

w którym:

m_8 — masa cylindra z azydkiem ołowiaowym, g ,

m_9 — masa cylindra, g ,

5 — pojemność cylindra, cm^3 .

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,05 g/cm³.

5.5.9. Oznaczanie dolnej granicy wrażliwości na tarcie należy wykonać wg BN-70/6092-02.

5.5.10. Sprawdzanie dolnej granicy wrażliwości na uderzenie należy wykonać wg BN-72/6092-01.

5.6. Ocena wyników badań

5.6.1. Partia zgodna z wymaganiami normy. Partię azydku ołowiawego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki wszystkich badań są zgodne z wymaganiami normy.

5.6.2. Partia niezgodna z wymaganiami normy. Partię azydku ołowiawego należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy, jeżeli którykolwiek z wyników badań jest niezgodny z wymaganiami normy.

6. POSTĘPOWANIE Z PARTIĄ UZNANĄ ZA NIEZGODNĄ Z WYMAGANIAMI NORMY

a) W przypadku otrzymania wyniku niezgodnego w zakresie zawartości wody i substancji lotnych, partię należy zwrócić do ponownego suszenia.

b) Jeżeli wyniki badań azydku ołowiawego rodzaju K są niezgodne z wymaganiami normy, partię należy odrzucić i zniszczyć zgodnie z ustalonymi przepisami bezpieczeństwa.

c) Jeżeli badana partia azydku ołowiawego rodzaju D nie odpowiada wymaganiom normy, należy przeprowadzić ponownie badanie parametru niezgodnego z normą dla każdej szarży oddzielnie i z tych szarży, które odpowiadają wymaganiom normy, skompletować nową partię. Szarże odrzucone należy zniszczyć zgodnie z przepisami bezpieczeństwa.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Tworzyw Sztucznych NITRON-ERG, Krupski Młyn.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/6092-04

a) dla odmiany azydku ołowiawego dekstrynowanego wprowadzono nowy gatunek, oznaczony symbolem Z,

b) wprowadzono nowe wymagania dotyczące barwy, wyglądu zewnętrznego, zawartości wody i substancji lotnych, zawartości azydku ołowiawego, zawartości ołowiu i gęstości nasypowej dla gatunku DZ.

3. Normy i dokumenty związane

PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

BN-62/6092-01 Materiały wybuchowe inicjujące. Oznaczanie wrażliwości na uderzenie metodą Kasta

BN-70/6092-02 Materiały wybuchowe inicjujące. Oznaczanie wrażliwości na tarcie metodą Koenena

Rozporządzenie Ministra Przemysłu z dnia 8 sierpnia 1990 r. w sprawie bezpieczeństwa i higieny pracy przy produkcji, magazynowaniu i transporcie wewnątrzzakładowym materiałów wybuchowych (Dz. U. nr 58 poz. 341 z 1990 r.)

4. Symbol wg SWW — 1331-1.

5. Autor projektu normy — mgr inż. Teresa Szydłowska — Zakłady Tworzyw Sztucznych NITRON-ERG — Krupski Młyn.

6. Informacje uzupełniające. Preparację antyelektrostatyczną zapewnia odpowiednia technologia. Zawartość preparatu antyelektrostatycznego Rokanolu O-18 w azydku ołowiawym jest śladowa.