



## ČESKÝ OBRANNÝ STANDARD

<b>137606</b> <b>1. vydání</b> <b>Změna 1</b>	<b>SUROVINY K VÝROBĚ VOJENSKÝCH VÝBUŠNIN II. -</b> <b>CHLORISTAN AMONNÝ, HLINÍKOVÝ PRÁŠEK A</b> <b>DUSIČNAN AMONNÝ</b>
---	--

ZAVÁDÍ	<p>STANAG 4024, Ed. 3 AMMONIUM NITRATE (AN) (FOR USE IN EXPLOSIVES), PHYSICAL AND CHEMICAL REQUIREMENTS, SPECIFICATION Technické podmínky a fyzikální a chemické požadavky na dusičnan amonný pro použití ve výbušninách AOP-4355(A)</p> <p>STANAG 4299, Ed. 1 SPECIFICATION AMMONIUM PERCHLORATE (NH<sub>4</sub>ClO<sub>4</sub>) FOR DELIVERIES FROM ONE NATO NATION TO ANOTHER Technické podmínky chloristanu amonného (NH<sub>4</sub>ClO<sub>4</sub>) pro dodávky mezi členskými státy NATO</p> <p>STANAG 4300, Ed. 2 ENERGETIC MATERIALS, TEST PROCEDURES FOR ASSESSING THE QUALITY OF ALUMINIUM POWDER FOR USE IN ENERGETIC MATERIAL FORMULATIONS Energetické materiály, zkušební postupy pro hodnocení kvality hliníkového prášku k použití do energetických materiálů</p> <p>AOP 4300, Ed. A ENERGETIC MATERIALS, TEST PROCEDURES FOR ASSESSING THE QUALITY OF ALUMINIUM POWDER FOR USE IN ENERGETIC MATERIAL FORMULATIONS Energetické materiály, zkušební postupy pro hodnocení kvality hliníkového prášku k použití do energetických materiálů</p>
NAHRAZUJE	<p>ČOS 137606, 1. vydání SUROVINY K VÝROBĚ VOJENSKÝCH VÝBUŠNIN II. - CHLORISTAN AMONNÝ, HLINÍKOVÝ PRÁŠEK A DUSIČNAN AMONNÝ</p>

ČOS 137606  
1. vydání  
Změna 1

Praha 2019

## ČESKÝ OBRANNÝ STANDARD

### SUROVINY K VÝROBĚ VOJENSKÝCH VÝBUŠNIN II. CHLORISTAN AMONNÝ, HLINÍKOVÝ PRÁŠEK A DUSIČNAN AMONNÝ

Základem pro tvorbu tohoto standardu byly originály následujících dokumentů:

- STANAG 4024, Ed. 3 AMMONIUM NITRATE (AN) (FOR USE IN EXPLOSIVES), PHYSICAL AND CHEMICAL REQUIREMENTS, SPECIFICATION  
Technické podmínky a fyzikální a chemické požadavky na dusičnan amonný pro použití ve výbušninách
- STANAG 4299, Ed. 1 SPECIFICATION AMMONIUM PERCHLORATE (NH<sub>4</sub>ClO<sub>4</sub>) FOR DELIVERIES FROM ONE NATO NATION TO ANOTHER  
Technické podmínky chloristanu amonného (NH<sub>4</sub>ClO<sub>4</sub>) pro dodávky mezi členskými státy NATO
- STANAG 4300, Ed. 2 ENERGETIC MATERIALS, TEST PROCEDURES FOR ASSESSING THE QUALITY OF ALUMINIUM POWDER FOR USE IN ENERGETIC MATERIAL FORMULATIONS  
Energetické materiály, zkušební postupy pro hodnocení kvality hliníkového prášku k použití do energetických materiálů
- AOP 4300, Ed. A ENERGETIC MATERIALS, TEST PROCEDURES FOR ASSESSING THE QUALITY OF ALUMINIUM POWDER FOR USE IN ENERGETIC MATERIAL FORMULATIONS  
Energetické materiály, zkušební postupy pro hodnocení kvality hliníkového prášku k použití do energetických materiálů

© Úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a státní ověřování jakosti

Praha 2019

## OBSAH

	<b>Strana</b>
1 Předmět standardu.....	5
2 Nahrazení standardů (norem).....	5
3 Související dokumenty.....	5
4 Zpracovatel ČOS.....	6
5 Použité zkratky, značky a definice.....	6
5.1 Zkratky a značky.....	6
5.2 Definice.....	7
6.1 Všeobecné požadavky.....	8
6.2 Požadavky na kvalitu.....	8
6.3 Metody zkoušení.....	9
7 Hliníkový prášek.....	21
7.1 Všeobecné požadavky.....	21
7.2 Požadavky na kvalitu.....	21
7.3 Metody zkoušení.....	21
8 Dusičnan amonný.....	29
8.1 Všeobecné požadavky.....	29
8.2 Požadavky na kvalitu.....	29
8.3 Metody zkoušení.....	29

## 1 Předmět standardu

ČOS 137606, 1. vydání, Změna 1, zavádí STANAG 4024, Ed. 3, STANAG 4299, Ed. 1 a STANAG 4300, Ed. 2 (AOP-4300, Ed. A) do prostředí ČR. Standard stanovuje kvalitativní požadavky na suroviny chloristan amonný, hliníkový prášek a dusičnan amonný určené pro výrobu vojenských výbušnin a uvádí jednotné metody zkoušek pro hodnocení kvality těchto surovin.

## 2 Nahrazení standardů (norem)

Tento standard nahrazuje ČOS 137606, 1. vydání.

## 3 Související dokumenty

V tomto ČOS jsou normativní odkazy na následující citované dokumenty (celé nebo jejich části), které jsou nezbytné pro jeho použití. U odkazů na datované citované dokumenty platí tento dokument bez ohledu na to, zda existují novější vydání/edice tohoto dokumentu. U odkazů na nedatované dokumenty se používá pouze nejnovější vydání/edice dokumentu (včetně všech změn).

AOP-4682	– ENERGETIC MATERIALS TEST METHODS FOR INGREDIENTS Energetické materiály, metody zkoušení složek
ASTM B214	– STANDARD TEST METHOD FOR SIEVE ANALYSIS OF METAL POWDERS Standardní zkušební metoda síťové analýzy kovových prášků
ASTM B330	– STANDARD TEST METHODS FOR ESTIMATING AVERAGE PARTICLE SIZE OF METAL POWDERS AND RELATED COMPOUNDS USING AIR PERMEABILITY Standardní zkušební metody pro stanovení průměrné velikosti částic kovových prášků a směsí síťováním v proudu vzduchu
ASTM B329	– STANDARD TEST METHOD FOR APPARENT DENSITY OF METAL POWDERS AND COMPOUNDS USING THE SCOTT VOLUMETER Standardní zkušební metoda pro stanovení sypné hustoty kovových prášků a směsí pomocí Scottova volumetru
ASTM B417	– STANDARD TEST METHOD FOR APPARENT DENSITY OF NON-FREE-FLOWING METAL POWDERS USING THE CARNEY FUNNEL Standardní zkušební metoda pro stanovení sypné hustoty volně neproudících kovových prášků pomocí Carneyho nálevky

- ASTM D480 – STANDARD TEST METHODS FOR SAMPLING AND TESTING OF FLAKED ALUMINUM POWDERS AND PASTES  
Standardní zkušební metody pro odběr vzorků a testování lístkových hliníkových prášků a past
- ASTM D1348 – STANDARD TEST METHODS FOR MOISTURE IN CELLULOSE  
Standardní zkušební metody pro stanovení vlhkosti v celulóze
- ASTM E101 – TEST METHOD FOR SPECTROGRAPHIC ANALYSIS OF ALUMINUM AND ALUMINUM ALLOYS BY THE POINT-TO-PLANE TECHNIQUE  
Zkušební metoda pro spektrografickou analýzu hliníku a hliníkových slitin s použitím bodové a dvojdimenzionální (plošné) analýzy
- ASTM E203 – STANDARD TEST METHOD FOR WATER USING VOLUMETRIC KARL FISCHER TITRATION  
Standardní zkušební metoda pro stanovení obsahu vody volumetrickou titrací dle Karl Fischera
- ČOS 137601 – ORGANIZACE A METODY SCHVALOVÁNÍ ZPŮSOBILOSTI VÝBUŠNIN PRO VOJENSKÉ ÚČELY
- ČSN EN ISO 3923-1 – KOVOVÉ PRÁŠKY – STANOVENÍ SYPNÉ HUSTOTY – ČÁST 1: METODA S NÁLEVKOU
- ČSN EN ISO 3953 – KOVOVÉ PRÁŠKY – STANOVENÍ SETŘEPNÉ HMOTNOSTI
- ČSN EN 23923-2 – KOVOVÉ PRÁŠKY. STANOVENÍ SYPNÉ HUSTOTY. ČÁST 2: METODA SE SCOTTOVÝM VOLUMETREM (ISO 3923-2:1981)
- ISO 4793 – LABORATORY SINTERED (FRITTED) FILTERS – POROSITY GRADING, CLASSIFICATION AND DESIGNATION  
Laboratorní slinuté (fritové) filtry – třídění dle pórovitosti, klasifikace a označování

## 4 Zpracovatel ČOS

Vojenský technický ústav, s.p., odštěpný závod VTÚVM, Ing. Lumír Kučera.

## 5 Použité zkratky, značky a definice

### 5.1 Zkratky a značky

Zkratka	Název v originálu	Český název
AAS	Atomic Absorption Spectroscopy	Atomová absorpční spektroskopie

<b>Zkratka</b>	<b>Název v originálu</b>	<b>Český název</b>
AN	Ammonium Nitrate	Dusičnan amonný
ASTM	American Society for Testing and Materials	Americká společnost pro zkoušení a materiály
ČOS		Český obranný standard
ČR		Česká republika
ČSN		Česká technická norma
DSC	Differential Scanning Calorimetry	Diferenciální snímací kalorimetrie
DTA	Differential Thermal Analysis	Diferenciální termická analýza
EN		Evropská norma
ISO	International Standardization Organization	Mezinárodní organizace pro normalizaci
LALLS	Low Angle Laser Light Scattering	Rozptyl laserového paprsku při malém úhlu, laserová difrakce
NATO	North Atlantic Treaty Organization	Organizace Severoatlantické smlouvy
p.a.		Pro analýzu
PSAN	Phase Stabilized Ammonium Nitrate	Fázově stabilizovaný dusičnan amonný
STANAG	NATO Standardization Agreement	Standardizační dohoda NATO
VTÚVM		Vojenský technický ústav výzbroje a munice

## 5.2 Definice

Níže uvedená definice je specifická pro tento standard a je zařazena k usnadnění jeho použití.

**Výrobní série** Výrobní série produktu je tvořena celkovým množstvím homogenizovaného materiálu. Pro nehomogenizovaný materiál je výrobní série tvořena množstvím vyrobeným v jedné šarži. Při kontinuálním způsobu výroby je výrobní série tvořena celkovým množstvím produktu nabízeným/předkládaným k převzetí v danou dobu.

## **6 Chloristan amonný**

### **6.1 Všeobecné požadavky**

Účelem této kapitoly je stanovit takové požadavky na vlastnosti chloristanu amonného, které zajistí jeho použitelnost pro vojenské účely, a zároveň tak poskytnout vhodnou základnu pro jeho dodávky a certifikaci v rámci NATO.

Chloristan amonný, určený pro vojenské účely, musí splňovat kvalitativní požadavky uvedené v tabulce 1, které jsou stanovovány postupy uvedenými v článku 6.3 tohoto standardu.

Definovány jsou tři kvalitativní typy chloristanu amonného, lišící se svým určením:

- Typ I pro použití v heterogenních tuhých pohonných hmotách.
- Typ II pro použití v trhavinách.
- Typ III pro použití v pyrotechnických složích.

### **6.2 Požadavky na kvalitu**

Materiál musí mít podobu bílého sypkého prášku splňujícího požadavky na velikost nebo tvar částic specifikovaných v objednávce nebo kupní smlouvě. Pokud není požadováno v objednávce jinak, materiál nesmí obsahovat žádné protispékavé přísady.

Jestliže je požadován obsah protispékavých přísad, musí být výsledky relevantních stanovení (např. obsah síranového popela, pH, obsahu sodíku, draslíku nebo vápníku, obsahu nerozpustných částic) korigovány vzhledem k procentuálnímu obsahu těchto přísad specifikovaných v objednávce. V článku 6.3.21 je uveden postup pro stanovení fosforečnanu vápenatého, který je některými dodavateli používán jako protispékavá přísada.

Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti jednotlivých typů chloristanu amonného jsou uvedeny v tabulce 1.

Požadavky na obsah olova a olovnatých sloučenin, dusičnanů, chromanů, látek rozpustných v dietyléteru, pískovitých částic či stanovení úbytku hmotnosti, intenzity zbarvení a stability mohou být po rozhodnutí odběratele vypuštěny.

Ke zkoušení mohou být rovněž použity alternativní analytické metody v souladu s pokrokem v přístrojovém vybavení, a to za předpokladu, že tyto metody jsou povoleny odběratelem a získané výsledky jsou ekvivalentní s výsledky získanými při použití metod specifikovaných v této kapitole.

Pro účely zkoušek se z každé výrobní série náhodně odebírají nejméně dva reprezentativní vzorky o hmotnosti minimálně 150 g.



**TABULKA 1 – Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti chloristanu amonného**

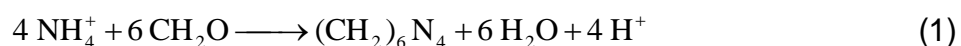
Vlastnost	Požadovaná hodnota pro chloristan amonný		
	Typ I	Typ II	Typ III
Čistota, min. [%]	99,0	99,5	99,5
Obsah chloridů, max. [%] jako NH <sub>4</sub> Cl	0,1	0,01	0,2
Obsah chlorečnanů, max. [%] jako NH <sub>4</sub> ClO <sub>3</sub>	0,02	0,01	0,01
Obsah bromičnanů, max. [%] jako NH <sub>4</sub> BrO <sub>3</sub>	0,004	0,005	0,005
Obsah síranového popela, max. [%]	0,15	0,25	0,25
Obsah látek nerozpustných ve vodě, max. [%]	0,03	0,05	0,05
Obsah celkové vlhkosti, max. [%]	0,05	0,05	0,2
Obsah povrchové vlhkosti, max. [%]	0,02	-	-
pH	4,3 až 5,8	4,5 až 6,5	4,5 až 6,5
Obsah síranů, max. [%] jako (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,20	0,12	0,12
Obsah železa, max. [%] jako Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0035	0,007	0,007
Celkový obsah sodíku, draslíku a vápníku, max. [%]	0,08	-	-
Obsah chromanů, max. [%] jako K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	0,015	-	-
Obsah dusičnanů, max. [%] jako NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	0,001	0,001	0,001
Celkový obsah olova a sloučenin olova, max. [%]	0,005	0,03	0,03
Obsah látek rozpustných v dietyléteru, max. [%]	0,01	-	-
Úbytek hmotnosti při 177 °C, max. [%]	0,04	-	-
Intenzita zbarvení	Ne tmavší než standard	-	-
Pískovité částice zachycené na síť 63 μm, max. [%]	0,01	0,01	0,01
Pískovité částice zachycené na síť 250 μm, max. [%]	0,00	0,00	0,00
Stabilita	Bezbarvý roztok po 3 hodinách zkoušky		

### 6.3 Metody zkoušení

#### 6.3.1 Stanovení čistoty

##### 6.3.1.1 Princip metody

Principem stanovení je polymerizace (kondenzace) formaldehydu v přítomnosti amonných iontů za vzniku urotropinu dle rovnice:



Uvolněné kyselé ionty H<sup>+</sup> se titrují zásadou.

### 6.3.1.2 Chemikálie a činidla

Ke stanovení se používá směs 1 : 1 vody a roztoku formaldehydu (o koncentraci minimálně 37 %) stabilizovaného 10 % metanolu (p.a.). Hodnota pH tohoto roztoku se upraví na 8,5 přidáváním 0,1M roztoku hydroxidu sodného.

### 6.3.1.3 Přístroje a zařízení

Erlenmeyerova baňka o objemu 200 ml se zábrusem.

Byreta o objemu 50 ml.

Vhodný pH-metr.

### 6.3.1.4 Postup zkoušky

Do Erlenmeyerovy baňky se naváží 0,5 g suchého vzorku chloristanu amonného, přidá se 40 ml vody, vzorek se rozpustí a poté se k němu přidá 40 ml roztoku formaldehydu. Baňka se zazátkuje, prudce se protřepe a nechá se 30 minut stát. Směs se poté titruje 0,1M roztokem hydroxidu sodného (přesná koncentrace připraveného roztoku NaOH se zjistí standardním titračním způsobem) na hodnotu pH 8,5 stanovenou pH-metrem. Stanovení se provádí dvakrát; vypočítá se a zaznamená průměr obou výsledků.

### 6.3.1.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah chloristanu amonného ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{NH}_4\text{ClO}_4 = \frac{11,75 \times A \times N}{E} \quad (2)$$

kde	11,75	je faktor pro NH <sub>4</sub> ClO <sub>4</sub> [1],
	<i>A</i>	- spotřeba odměrného roztoku NaOH v bodě ekvivalence [ml],
	<i>N</i>	- molární koncentrace NaOH [mol/l],
	<i>E</i>	- navážka vzorku [g].

## 6.3.2 Stanovení obsahu chloridů (jako NH<sub>4</sub>Cl)

### 6.3.2.1 Princip metody

Stanovení obsahu chloridů se provádí Volhardovou metodou srážením chloridů přebytkem dusičnanu stříbrného a zpětnou titrací nezreagovaného AgNO<sub>3</sub>.

### 6.3.2.2 Chemikálie a činidla

0,1M odměrný roztok dusičnanu stříbrného.

0,1M odměrný roztok thiokyanatanu amonného NH<sub>4</sub>SCN.

Nitrobenzen, čistoty p.a.

Kyselina dusičná o koncentraci 65 %, zředěná vodou v poměru 1 : 1.

Jako indikátor se používá za studena nasycený roztok síranu železitoamonného, připravený např. rozpuštěním 110 g této soli v 200 ml vody s přidávkem 10 ml kyseliny dusičné.

### 6.3.2.3 Přístroje a zařízení

Kádinka o objemu 250 ml.

Magnetická míchačka.

Byreta o objemu 50 ml.

### 6.3.2.4 Postup zkoušky

Do kádinky se naváží 15 g vzorku a rozpustí se ve 150 ml destilované vody. Za míchání se k roztoku přidá přesně 20 ml 0,1M odměrného roztoku dusičnanu stříbrného. Následně se ke směsi přidá 5 ml indikátorového roztoku, 2 ml nitrobenzenu a 5 ml kyseliny dusičné. Směs se titruje odměrným roztokem thiokyanatanu amonného do bodu ekvivalence, který se projevuje slabě hnědým zbarvením roztoku. Paralelně se provádí slepé stanovení se stejným množstvím činidel jako při samotném stanovení.

### 6.3.2.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah chloridů ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ chloridů (jako NH}_4\text{Cl)} = 5,35 \times \frac{(A \times a - B \times b)}{E} \quad (3)$$

kde	5,35	je	faktor pro NH <sub>4</sub> Cl [1],
	<i>A</i>	-	přidaný objem roztoku dusičnanu stříbrného [ml],
	<i>a</i>	-	molární koncentrace dusičnanu stříbrného [mol/l],
	<i>B</i>	-	spotřeba odměrného roztoku thiokyanatanu amonného v bodě ekvivalence [ml],
	<i>b</i>	-	molární koncentrace odměrného roztoku thiokyanatanu amonného [mol/l],
	<i>E</i>	-	navážka vzorku [g].

## 6.3.3 Stanovení obsahu chlorečnanů (jako NH<sub>4</sub>ClO<sub>3</sub>)

### 6.3.3.1 Princip metody

Principem stanovení je redukce chlorečnanů na chloridy a jejich srážení stříbrnou solí.

### 6.3.3.2 Chemikálie a činidla

Roztok síranu železnatého připravený rozpuštěním 176 g síranu železnatého ve 400 ml destilované vody v zazátkované odměrné baňce o objemu 1000 ml. K roztoku se opatrně přidá 500 ml zředěné (1 : 1) kyseliny sírové, směs se nechá ochladit a doplní destilovanou vodou po rysku. Před použitím se roztok přefiltruje.

Roztok dusičnanu stříbrného o koncentraci 10 %.

Kyselina dusičná o koncentraci 65 %.

### 6.3.3.3 Postup zkoušky

Do kádinky o objemu 400 ml se naváží přesně 20 g vzorku, nechá se rozpustit ve 100 ml destilované vody a k roztoku se přidá 10 ml 10% roztoku dusičnanu stříbrného. Směs se přefiltruje filtrem střední pórovitosti do kádinky objemu 600 ml a filtr se promyje vodou. Ke směsi se následně přidá 50 ml roztoku síranu železnatého, kádinka se přikryje a její obsah se nechá vařit na topné desce po dobu

15 minut. Poté se kádinka nechá 15 minut ochladit a za míchání se přidá 10 ml kyseliny dusičné. Směs se nechá dalších 5 minut vařit a opět se ochladí na pokojovou teplotu. Roztok se přefiltruje přes zváženou fritu G4, sraženina se promyje zředěnou kyselinou dusičnou a poté destilovanou vodou a nechá se vysušit do konstantní hmotnosti v sušárně při teplotě 135 °C. Frita se ochladí v exsikatoru a zváží se.

#### 6.3.3.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah chlorečnanů ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ chlorečnanů (jako NH}_4\text{ClO}_3) = \frac{70,8 \times B}{E} \quad (4)$$

kde 70,8 je faktor pro NH<sub>4</sub>ClO<sub>3</sub> [1],  
B - hmotnost sraženiny [g],  
E - navážka vzorku [g].

#### 6.3.4 Stanovení obsahu dusičnanů (jako NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>)

##### 6.3.4.1 Princip metody

Principem stanovení je redukce dusičnanů přítomných ve vzorku zinkem a kyselinou octovou za vzniku kyseliny dusité diazotující kyselinu sulfanilovou, která následně reaguje s 1-naftylamin-7-sulfonovou kyselinou (Cleveho kyselinou) za vzniku azobarviva, jehož intenzita se měří kolorimetricky.

##### 6.3.4.2 Chemikálie a činidla

Roztok kyseliny sulfanilové, který se připraví přidáním 30 ml ledové (17M) kyseliny octové do 70 ml vody a rozpuštěním 1 g kyseliny sulfanilové v této směsi (za případného zahřátí).

Roztok Cleveho kyseliny, který se připraví rozpuštěním 0,5 g 1-naftylamin-7-sulfonové kyseliny ve 120 ml vody při zahřívání na vodní lázni. Roztok se zfiltruje a ochladí a poté se k němu přidá 30 ml ledové (17M) kyseliny octové. Skladuje se v hnědé láhvi.

Standardní roztok dusičnanu připravený rozpuštěním 1,00 g dusičnanu amonného v destilované vodě ve 100ml odměrné baňce a doplněním destilovanou vodou po rysku. 1,0 ml tohoto roztoku se odpipetuje do odměrné baňky objemu 1 litru a doplní se vodou po rysku. 1 ml tohoto standardního roztoku obsahuje 0,01 mg dusičnanu amonného a odpovídá obsahu 0,001 % dusičnanu amonného v 1 g vzorku. Před stanovením musí být roztok vždy čerstvě připraven.

Chloristan amonný neobsahující dusičnany, chemicky čistý.

##### 6.3.4.3 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti (1 ± 0,1) g se rozpustí v 30 ml vody v Nesslerově zkumavce o objemu 50 ml. Připraví se sada standardů rozpuštěním (1 ± 0,1) g čistého chloristanu amonného neobsahujícího dusičnany v 30 ml vody v pěti dalších Nesslerových zkumavkách. Do jednotlivých zkumavek se standardy se přidá 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml a 5 ml standardního roztoku dusičnanu. Roztok vzorku i tyto roztoky standardů se dále zpracovávají stejným způsobem.

Teplota roztoků se po celou dobu zkoušky musí udržovat pod 15 °C. Ke každému roztoku se přidá asi 0,1 g zinkového prášku a 2 ml ledové kyseliny octové a obě se promíchá. Následně se přidají 2,0 ml roztoku kyseliny sulfanilové a 2,0 ml roztoku Cleveho kyseliny. Směs se poté doplní po rysku vodou, dobře se promíchá a nechá se odstát 15 minut. Zbarvení roztoku vzorku se porovnává se zbarvením roztoků standardů.

#### 6.3.4.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah dusičnanů ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ dusičnanů (jako NH}_4\text{NO}_3) = n \times 0,001 \quad (5)$$

kde  $n$  je objem standardního roztoku dusičnanu přidaného ke standardu, jehož zbarvení nejvíce odpovídá zbarvení roztoku vzorku [ml].

#### 6.3.5 Stanovení obsahu bromičnanů (jako NH<sub>4</sub>BrO<sub>3</sub>)

##### 6.3.5.1 Princip metody

Bromičnany se stanovují redukcí jodidem draselným v prostředí zředěné kyseliny chlorovodíkové a následným titračním stanovením uvolněného jódu odměrným roztokem thiosíranu sodného.

##### 6.3.5.2 Chemikálie a činidla

Kyselina chlorovodíková, zředěná v poměru 1 : 4.

Roztok thiosíranu sodného, 0,01M.

Roztok 10 g jodidu draselného ve 100 ml destilované vody.

Roztok 1 g škrobu ve 100 ml destilované vody.

##### 6.3.5.3 Přístroje a zařízení

Erlenmeyerova baňka o objemu 250 ml.

##### 6.3.5.4 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti 20 g se odváží s přesností na 0,01 g a nasype se do Erlenmeyerovy baňky o objemu 250 ml. Vzorek se za míchání rozpustí ve 150 ml destilované vody, přidá se 0,5 g jodidu draselného, 5 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové a 5 ml roztoku škrobu. Baňka se zazátkuje, protřepe a nechá se stát na tmavém místě po dobu 1 hodiny. Baňka se poté otevře a její stěny se opláchnou destilovanou vodou.

Uvolněný jód se s přesností na 0,01 ml titruje 0,01M odměrným roztokem thiosíranu sodného do bodu ekvivalence, který se projevuje zmizením modrého zbarvení. Paralelně se provádí slepé stanovení se stejným množstvím činidel jako při analýze vzorku.

##### 6.3.5.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah bromičnanů (a jodičnanů) ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ bromičnanů (jako NH}_4\text{BrO}_3, \text{ včetně NH}_4\text{IO}_3) = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 2,43}{E} \quad (6)$$

kde	$V_1$	je	spotřeba odměrného roztoku při titraci vzorku [ml],
	$V_2$	-	spotřeba odměrného roztoku při slepém stanovení [ml],
	$N$	-	molární koncentrace odměrného roztoku thiosíranu sodného [mol/l],
	$E$	-	navážka vzorku [g].

### 6.3.6 Stanovení obsahu síranového popela

#### 6.3.6.1 Postup zkoušky

Vysušený a jemně rozetřený vzorek o hmotnosti 5,0 g se nasype do vysušeného a zváženého křemenného kelímku. Kelímek se vzorkem se uzavře a opatrně se zahřívá plamenem Bunsenova kahanu, až dojde k rozkladu vzorku. Se žíháním se opatrně pokračuje, až se celý vzorek zcela rozloží a odstraní se těkavé soli. Kelímek se poté nechá ochladit, ke zbytku v kelímku se přidají 3 ml koncentrované kyseliny sírové a směs se znova zahřívá až do úplného odpaření kyseliny sírové v tmavě červeném žáru. Kelímek se následně ochladí v exsikátoru a zváží se. Popel se uschová pro stanovení obsahu železa.

#### 6.3.6.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah síranového popela ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ síranového popela} = \frac{W \times 100}{E} \quad (7)$$

kde	$W$	je	hmotnost zbytku [g],
	$E$	-	navážka vzorku [g].

### 6.3.7 Stanovení obsahu látek nerozpustných ve vodě

#### 6.3.7.1 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti 25 g se rozpustí ve 175 ml destilované vody a roztok se zfiltruje přes fritu s jemnou pórovitostí (G4). Zachycený zbytek se promyje destilovanou vodou, vysuší při teplotě 105 °C po dobu 1,5 hodiny, ochladí se a zváží.

#### 6.3.7.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných ve vodě se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek nerozpustných ve vodě} = \frac{W \times 100}{E} \quad (8)$$

kde	$W$	je	hmotnost zbytku [g],
	$E$	-	navážka vzorku [g].

### 6.3.8 Stanovení obsahu celkové vlhkosti

Stanovení obsahu celkové vlhkosti se provádí titrací dle Karl Fischera v prostředí směsi metanolu a pyridinu 1 : 3. Použije se metodika uvedená v ASTM E203 (nebo ekvivalentní).

### 6.3.9 Stanovení obsahu povrchové vlhkosti

Povrchová vlhkost se stanovuje titrací dle Karl Fischera v prostředí směsi metanolu a toluenu 1 : 1. V případě přímé titrace se použije metodika dle ASTM E203, při nepřímé titraci metodika uvedená v ASTM D1348.

### 6.3.10 Stanovení pH

Padesát mililitrů horké čerstvě převařené destilované vody se smísí s 20,0 g vzorku, směs se míchá, ochladí na pokojovou teplotu (20 °C až 25 °C) a nerozpustný zbytek se nechá usadit. Po dobu ochlazování se kádinka přikryje a zavádí se do ní plynný dusík neobsahující oxid uhličitý. Vhodným potenciometrem se skleněnou a kalomelovou elektrodou se změří pH této směsi.

### 6.3.11 Stanovení obsahu chromanů (jako $K_2CrO_4$ )

#### 6.3.11.1 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti 1 g, navážený s přesností na 0,1 mg, se rozpustí v přibližně 95 ml vody, zfiltruje se a filtrát se doplní v Nesslerově zkumavce vodou po rysku na objem 100,0 ml. K roztoku se následně přidá 3,0 ml zředěné (1 : 5) kyseliny sírové, směs se zamíchá a poté se k ní přidá 1,0 ml 0,25% roztoku difenylkarbazidu v etanolu a opět se zamíchá. Stejným způsobem se připraví slepý vzorek a postupně se k němu přidává standardní roztok chromanu draselného o koncentraci 0,4 g/l, až zbarvení směsi odpovídá zbarvení roztoku vzorku.

#### 6.3.11.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah chromanů ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ chromanů (jako } K_2CrO_4) = \frac{0,04 \times A}{W} \quad (9)$$

kde  $A$  je stanovený objem standardního roztoku chromanu draselného přidaného ke slepému vzorku [ml],  
 $W$  - navážka vzorku [g].

### 6.3.12 Stanovení obsahu síranů (jako $(NH_4)_2SO_4$ )

#### 6.3.12.1 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti  $(10 \pm 0,1)$  g se rozpustí v destilované vodě v kádince o objemu 400 ml. K roztoku se přidají 2 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové a směs se zahřeje k varu. Ke směsi se následně za stálého míchání přidá 10 ml roztoku chloridu barnatého o koncentraci 100 g/l. Kádinka se vloží do vroucí vodní lázně, zahřívá se asi 30 minut a pak se nechá přes noc (min. pět hodin) odstát. Vzniklá sraženina se přefiltruje přes skleněnou fritu pórovitosti G4 a pečlivě se promyje vodou. Frita se sraženinou se nechá 1 hodinu sušit při teplotě  $(120 \pm 2)$  °C, ochladí se v exsíkátoru a zváží se.

#### 6.3.12.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah síranů ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ síranů /jako } (NH_4)_2SO_4/ = 5,66 \times (W_2 - W_1) \quad (10)$$

kde  $W_1$  je hmotnost prázdné frity [g],  
 $W_2$  - hmotnost frity se sraženinou [g].

### 6.3.13 Stanovení obsahu železa (jako $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

#### 6.3.13.1 Chemikálie a činidla

Kyselina chlorovodíková, koncentrovaná, čistoty p.a.

Kyselina dusičná, koncentrovaná, čistoty p.a.

Kyselina sírová, koncentrovaná, čistoty p.a.

Thiokyanatan amonný, 1% roztok, čistoty p.a.

Železný drát, čistoty p.a.

Manganistan draselný, 1% roztok, čistoty p.a.

#### 6.3.13.2 Přístroje a zařízení

Nesslerovy zkumavky o objemu 50 ml.

#### 6.3.13.3 Postup zkoušky

Odváží se přesně 0,07 g drátu z čistého železa a rozpustí se v 5 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Roztok se nalije do odměrné baňky objemu 1 litru a doplní destilovanou vodou po rysku. Tento standardní roztok může být získán i z jiného standardu o ekvivalentní hmotnosti železa a s odpovídajícím způsobem přípravy.

K síranovému popelu, získanému postupem uvedeným v článku 6.3.6.1, se přidá 1 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové a 1 ml koncentrované kyseliny dusičné. Směs se přelije do 50ml kádinky pomocí minimálního množství destilované vody a na topné desce se odpaří do sucha. Zbytek se ovlhčí dvěma kapkami koncentrované kyseliny chlorovodíkové a spláchne destilovanou vodou do odměrné baňky o objemu 100 ml. Pro chloristan amonný Typu I se z roztoku standardu odpipetuje 1,75 ml do další 100ml odměrné baňky, u chloristanu amonného Typu II nebo III se odpipetuje 3,5 ml roztoku standardu. Do každé baňky se přidají 2,0 ml koncentrované kyseliny sírové, dvě kapky roztoku manganistanu draselného a 10 ml roztoku thiokyanatanu amonného. Směs se doplní destilovanou vodou po rysku, dobře promíchá a přelije do Nesslerovy zkumavky o objemu 50 ml.

Pro vyhovující výsledek zkoušky nesmí být roztok vzorku tmavší než roztok standardu.

### 6.3.14 Stanovení obsahu sodíku, draslíku a vápníku plamenovou fotometrií

#### 6.3.14.1 Kalibrační roztoky

Do tří odměrných baněk o objemu 1 litru, obsahujících po 250 ml vody, se odděleně naváží 1,906 6 g chloridu draselného, 2,541 6 g chloridu sodného a 2,769 2 g chloridu vápenatého. Soli se za míchání rozpustí a poté se jejich roztoky doplní destilovanou vodou po rysku. Připravené roztoky obsahují příslušné kationty v koncentraci 1 mg/ml. Z těchto zásobních roztoků se do dalších odměrných baněk odpipetují takové objemy roztoků, aby po doplnění vodou po rysku poskytovaly sadu kalibračních roztoků v koncentračním rozsahu 0,005 mg/ml až 0,030 mg/ml pro draselný iont, 0,001 mg/ml až 0,005 mg/ml pro sodný iont a 0,008 mg/ml až 0,040 mg/ml pro vápenatý iont.



#### 6.3.14.2 Kalibrační grafy

Plamenovou fotometrií se stanoví čisté emise připravených kalibračních roztoků vyjádřené v procentech transmitance při vlnové délce 766,5 nm pro draselný iont, 589 nm pro sodný iont a 422,7 nm pro vápenatý iont, a to při minimální potřebné šířce štěrbiny. Z výsledků se připraví kalibrační grafy závislosti absorbance na koncentraci příslušného iontu v lineárních souřadnicích nebo závislosti procent transmitance na koncentraci příslušného iontu v semilogaritmických souřadnicích. Jednotlivými body grafů se proloží přímka.

#### 6.3.14.3 Analýza vzorku

Vzorek o hmotnosti 4,0 g se zváží s přesností na 1 mg a kvantitativně se převede do odměrné baňky o objemu 100 ml, rozpustí se v destilované vodě a doplní se vodou po rysku. Stanoví se procenta transmitance vzorku a každého kalibračního roztoku při jednotlivých vlnových délkách a z kalibračních grafů se odečte koncentrace jednotlivých iontů ve vzorku.

#### 6.3.14.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Souhrnný procentuální obsah draslíku, sodíku a vápníku ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ draslíku, sodíku a vápníku} = 10 \times \frac{R_K + R_{Na} + R_{Ca}}{W} \quad (11)$$

kde	$R_K$	je	koncentrace draslíku odečtená z kalibračního grafu [mg/ml],
	$R_{Na}$	-	koncentrace sodíku odečtená z kalibračního grafu [mg/ml],
	$R_{Ca}$	-	koncentrace vápníku odečtená z kalibračního grafu [mg/ml],
	$W$	-	navážka vzorku [g].

#### 6.3.15 Stanovení obsahu látek rozpustných v dietyléteru

##### 6.3.15.1 Postup zkoušky

Čistá baňka Soxhletova extraktoru o objemu 400 ml se zváží. Vzorek o hmotnosti  $(25 \pm 0,1)$  g se vloží do extrakční patrony Soxhletova extraktoru a extrahuje se prostřednictvím 100 ml bezvodého dietyléteru po dobu 2 hodin. Éterový extrakt se nechá odpařit na vodní lázni. Stejným způsobem se provede slepé stanovení se 100 ml dietyléteru.

##### 6.3.15.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek rozpustných v dietyléteru se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek rozpustných v dietyléteru} = \frac{(W - B) \times 100}{E} \quad (12)$$

kde	$W$	je	hmotnost odparku ze vzorku [g],
	$B$	-	hmotnost odparku při slepém stanovení [g],
	$E$	-	navážka vzorku [g].

### 6.3.16 Stanovení úbytku hmotnosti při 177 °C

#### 6.3.16.1 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti 10 g se zváží s přesností na 0,1 mg, nasype se na širokou misku a vše se zase zváží. Miska se vzorkem se poté vloží do sušárny a nechá se zde zahřívat při teplotě  $(177 \pm 2)$  °C po dobu 2 hodin. Následně se miska nechá ochladit v exsikátoru a opět se zváží.

#### 6.3.16.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah těkavých látek ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ těkavých látek} = \frac{(W_1 - W_2) \times 100}{S} \quad (13)$$

kde  $W_1$  je hmotnost misky se vzorkem před zkouškou [g],  
 $W_2$  - hmotnost misky se vzorkem po zkoušce [g],  
 $S$  - navážka vzorku [g].

### 6.3.17 Stanovení intenzity zbarvení

Vzorek o hmotnosti 10 g se rozpustí ve 100 ml vody a roztok se přelije do Nesslerovy zkumavky. Zbarvení roztoku se porovnává se standardním roztokem obsahujícím 0,005 g chromanu draselného v 1 litru vody. Roztok vzorku by neměl být tmavší než roztok standardu.

### 6.3.18 Stanovení obsahu pískovitých částic

#### 6.3.18.1 Princip metody

Pískovité částice jsou definovány jako anorganické látky nerozpustné v lučavce královské a zachycené na sítích s velikostí ok 63  $\mu\text{m}$  a 250  $\mu\text{m}$ .

#### 6.3.18.2 Přístroje a zařízení

Síta o průměru 50 mm a velikosti ok 63  $\mu\text{m}$  a 250  $\mu\text{m}$ .

#### 6.3.18.3 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti  $(50 \pm 0,5)$  g se vloží do kádinky o objemu 600 ml a přidá se 200 ml horké vody. Směs se 2 až 3 minuty míchá, nerozpuštěné částice se nechají usadit a roztok se opatrně zdekantuje a přefiltruje přes filtrační papír Whatman No. 42. Dekantace se opakuje s dalšími 200 ml horké vody, až se další částice již nerozpouštějí.

Nerozpuštěné částice se spláchnou na filtrační papír, důkladně se promyjí horkou vodou a papír se poté přenese do porcelánového kelímku o objemu 30 ml. Obsah kelímku se nechá sušit při teplotě  $(103 \pm 2)$  °C a poté se žihá při teplotě okolo 700 °C po dobu 30 minut.

Po ochlazení se k přežíhanému zbytku přidá 10 ml lučavky královské a slabě se vaří v digestoři po dobu 10 minut. Kelímek se znovu ochladí, ke kyselině se přidá 20 ml vody a celý obsah kelímku se přefiltruje přes filtrační papír Whatman No. 42 o průměru 7 cm. Zachycený zbytek v kelímku se důkladně promyje vodou, vysuší a znovu přežihá při 700 °C. Kelímek se následně nechá ochladit (nejdříve na vzduchu, poté v exsikátoru), zbytek v kelímku se přesype na síto o velikosti otvorů 63  $\mu\text{m}$  a lehce se rozetře. Zjistí se hmotnost  $W$  částic zachycených na sítě.

Zachycené částice se přesypou na síto s velikostí ok 250  $\mu\text{m}$ , lehce se rozetřou a zaznamená se počet a charakter všech zachycených částic.

#### **6.3.18.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky**

Procentuální obsah pískovitých částic se stanoví jako dvojnásobek hodnoty  $W$  částic zachycených na síte s velikostí ok 63  $\mu\text{m}$ . Zaznamenává se rovněž počet a charakter částic případně zachycených na síte s velikostí ok 250  $\mu\text{m}$ .

#### **6.3.19 Stanovení stability**

Stanovení termické stability se provádí se čtyřmi podíly vzorku po 10 g umístěnými na plochých hliníkových miskách o průměru 60 mm, které byly před zkouškou zahřáty na teplotu přibližně 200 °C a ochlazeny. Vzorky se vloží do sušárny a udržují se na teplotě  $(177 \pm 2)$  °C. První vzorek se ze sušárny vyjme po 2 hodinách zkoušky a zbývající vzorky v dalších jednohodinových intervalech. Misky se vzorky se nechají 20 až 30 minut ochlazovat v exsikátoru, přibližně 5 g vzorku se poté nasype do směsi 100 ml destilované vody, 0,5 g jodidu draselného a 5 ml 0,2% roztoku škrobu a míchá se až do rozpuštění vzorku. Roztok musí zůstat téměř bezbarvý. Okamžitý vznik fialového nebo modrého zbarvení ukazuje na rozklad vzorku. Tento postup se opakuje se všemi vzorky vyjmutými ze sušárny.

#### **6.3.20 Stanovení obsahu olova**

##### **6.3.20.1 Princip metody**

Principem stanovení je reakce vzorku s 2M kyselinou chlorovodíkovou, při níž se přítomné olovo a jeho sloučeniny převádí na chlorid olovnatý. Po úpravě pH na hodnotu 5 až 7 se olovo stanoví jako sulfid turbidimetricky v porovnání se standardy.

##### **6.3.20.2 Chemikálie a činidla**

Kalibrační roztok olova, který se připraví rozpuštěním 1,598 g dusičnanu olovnatého v 1 litru vody. 5,0 ml tohoto roztoku se zředí v odměrné baňce na objem 250 ml. 1 ml takto připraveného roztoku obsahuje 0,02 mg olova a odpovídá obsahu 0,01 % olova v 0,2 g vzorku.

Roztok hydroxidu amonného, který se připraví zředěním jednoho objemového dílu koncentrovaného roztoku amoniaku (18M) třemi objemovými díly vody.

Roztok octanu amonného připravený rozpuštěním 10 g této soli ve vodě a doplněním na 100 ml roztoku.

Roztok citrátu amonného připravený rozpuštěním 10 g této soli ve vodě a doplněním na 100 ml roztoku.

Roztok kyanidu draselného (POZOR, JED!) připravený rozpuštěním 1 g této soli ve vodě a doplněním na 10 ml roztoku.

Roztok sulfidu sodného připravený rozpuštěním 1 g této látky ve vodě a doplněním na 10 ml roztoku – tento roztok je nutno pro každé stanovení připravovat čerstvý.

Roztok kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 2 mol/l.

##### **6.3.20.3 Postup zkoušky**

Vzorek o hmotnosti  $(10 \pm 0,1)$  g se vloží do kádinky o objemu 400 ml, přidá se 100 ml 2M kyseliny chlorovodíkové a vše se zahřeje na vodní lázni až do úplného

rozpuštění vzorku. Poté se k roztoku za míchání pomalu přidává bezvodý uhličitán sodný, až se docílí hodnoty pH 5 až 7 (stanovené indikátorovými papírky). Pokud byl přidán přebytek uhličitánu, neutralizuje se kyselinou chlorovodíkovou. Roztok se přelije do odměrné baňky o objemu 250 ml a doplní se vodou po rysku.

5,0 ml připraveného roztoku se nalije do Nesslerovy zkumavky o objemu 50 ml. V digestoři se ke vzorku přidávají jednotlivá činidla v následujícím pořadí: 10 ml roztoku octanu amonného, 5 ml roztoku citrátu amonného, 2 ml roztoku hydroxidu amonného, 1 ml roztoku kyanidu draselného, voda k doplnění na objem 50 ml, dvě kapky (přibližně 0,1 ml) roztoku sulfidu sodného. Po přidání každého činidla se směs důkladně promíchá.

Výsledná barva směsi vzorku s činidly se srovnává se zbarvením vytvořeným stejným postupem a ve stejnou dobu s kalibračními standardy obsahujícími 0,5 ml, 1 ml, 2 ml a 3 ml kalibračního roztoku olova. Tyto roztoky odpovídají obsahu 0,005 %, 0,01 %, 0,02 %, resp. 0,03 % olova ve vzorku. Zaznamená se procentuální obsah olova v kalibračním standardu, jehož zbarvení se nejvíce přibližuje zbarvení vzorku.

### **6.3.21 Stanovení obsahu fosforečnanu vápenatého**

#### **6.3.21.1 Princip metody**

Obsah fosforečnanu vápenatého jako protispékavé přísady ve vzorku se stanovuje atomovou absorpční spektroskopií (AAS).

#### **6.3.21.2 Chemikálie a činidla**

Dusičnan draselný, čistoty p.a.

Uhličitán vápenatý, čistoty p.a.

Kyselina chlorovodíková, koncentrovaná.

Oxid dusný.

Acetylén.

#### **6.3.21.3 Přístroje a zařízení**

Atomový absorpční spektrofotometr pro vlnovou délku 422,7 nm.

#### **6.3.21.4 Kalibrační roztoky**

Pro kalibraci se připraví zásobní roztok vápníku o koncentraci 500 mg/l smíšením 1,249 g uhličitánu vápenatého s 50 ml destilované vody a přidáváním po kapkách kyseliny chlorovodíkové v minimálním objemu potřebném k rozpuštění uhličitánu vápenatého (asi 10 ml) a poté doplněním vodou na objem 1 litr. Z tohoto zásobního roztoku se ředěním připravují kalibrační roztoky o koncentraci vápníku 1 mg/l, 2 mg/l a 4 mg/l.

#### **6.3.21.5 Postup zkoušky**

Vzorek o hmotnosti 7 g až 8 g se rozpustí v destilované vodě v odměrné baňce o objemu 1 litru. K roztoku se přidá 1 ml zředěné (1 : 2) kyseliny chlorovodíkové a 5,12 g dusičnanu draselného a směs se doplní vodou po rysku. Změří se absorbance kalibračních standardů i vzorku při vlnové délce 422,7 nm a koncentrace vápníku ve vzorku se stanoví z kalibračního grafu.

### 6.3.21.6 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah fosforečnanu vápenatého ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ fosforečnanu vápenatého} = \frac{W \times 2,58 \times 100}{E} \quad (14)$$

kde	$W$	je	zjištěné množství vápníku ve vzorku [mg],
	2,58	-	faktor pro výpočet obsahu fosforečnanu vápenatého ze zjištěné koncentrace vápníku [1],
	$E$	-	navážka vzorku [mg].

## 7 Hliníkový prášek

### 7.1 Všeobecné požadavky

Účelem této kapitoly je standardizovat zkušební metody pro hodnocení kvality hliníkového prášku určeného k výrobě trhavin, hnacích hmot a pyrotechnických složí. Použití uvedených metod má usnadnit dodávky této suroviny a zajistit, aby hliníkový prášek byl zkoušen všeobecně přijatelným způsobem. Uvedené metody nejsou určeny pro účely řízení kvality při výrobě hliníkového prášku. Tato kapitola vyžaduje použití látek a zkušebních postupů, které mohou ohrozit lidské zdraví. Musí být proto přijata odpovídající bezpečnostní opatření, která tato rizika snižují na nejmenší možnou míru. Je nezbytné se řídit informacemi uvedenými v bezpečnostních listech a požadavky zákonných předpisů.

### 7.2 Požadavky na kvalitu

Hliníkový prášek určený k výrobě vojenských trhavin, hnacích hmot nebo pyrotechnických složí se připravuje atomizací, drcením nebo mletím kovového hliníku. Atomizací se získávají sférické nebo podlouhlé částice, drcení poskytuje lístkovité částice a mletí poskytuje podlouhlé částice nepravidelného tvaru.

Použité metody zkoušení závisí na typu a specifikaci odebíraného hliníkového prášku. Požadavky na fyzikální a chemické vlastnosti tohoto materiálu jsou určovány jeho konečným použitím. Vzhledem k velké různorodosti dostupných hliníkových prášků neprovádí tento standard identifikaci různých typů a kvalitativních tříd tohoto materiálu. Specifikace vlastností, jako je např. tvar a velikost částic, rozdělení velikostí částic, chemická čistota, musí být uvedena v objednávce odběratele.

O případných odchylkách od uvedených standardních postupů musí být odběratel informován.

### 7.3 Metody zkoušení

#### 7.3.1 Vizuální kontrola

Vzorek hliníkového prášku se kontroluje pod mikroskopem s takovým zvětšením, aby byly patrné jednotlivé částice. Atomizované částice musí mít přibližně sférický tvar. Lístkové částice musí mít nepravidelný plochý tvar s roztrpenými nepravidelnými obrysy. Mleté částice musí mít nepravidelný podlouhlý tvar.

### 7.3.2 Sítová analýza

Sítová analýza se provádí na standardní prosévačce se sadou sít složenou tak, aby nejhrubší síto bylo nahoře a nejjemnější dole nad záchytnou miskou. Vzorek o hmotnosti 50 g se odváží s přesností na 0,02 g a nasype se na horní síto, sada sít se přikryje a umístí do prosévačky. Síty se třepe po dobu 15 minut. Nejjemnější frakce se smete do váženky a zváží se s přesností na 0,01 g. K této frakci se poté přidá prášek zachycený na dalším vyšším sítu a opět se zváží. Tímto způsobem se pokračuje až do sesypání celého množství vzorku. Jednotlivé zjištěné hmotnosti se vynásobí dvěma pro získání kumulativního procentuálního podílu procházejícího jednotlivými síty. Pokud je celkové množství shromážděného materiálu menší než 99 % vstupní hmotnosti, je nutno analýzu zopakovat. Prosévání lístkového hliníku může někdy způsobovat problémy. V těchto případech se vzorek smočí lihem a proplachuje se sadou sít proudem lihu. Podíly vzorku zachycených na jednotlivých sítích se promyjí acetonem, vysuší a zváží.

### 7.3.3 Stanovení průměrné velikosti částic

Stanovení průměrné velikosti částic se provádí pomocí přístroje Fisher Sub-Sieve Sizer nebo ekvivalentního typu, a to v souladu s příslušným návodem k použití. Přípouští se také provedení stanovení dle ASTM B330.

### 7.3.4 Stanovení rozdělení velikosti částic

Stanovení rozdělení sférických částic se provádí s použitím přístroje Malvern Particle Sizer 2 600 nebo 3 600 nebo jiného vhodného přístroje určeného pro daný účel a založeného na principu rozptylu laserového paprsku na částicích vzorku suspendovaných v kapalině.

Při použití přístroje typu Malvern se do přístroje proti čočkám nainstaluje neregulovatelná kyveta malého objemu (15 ml) a naplní se isopropanolem. Připraví se disperze 2 g až 5 g hliníkového prášku v asi 50 ml isopropanolu v kádince o objemu 150 ml a disperze se rozmíchá v ultrazvukové lázni. Odečte se signál pozadí měřicí kyvety a pomocí kapátka se přidá několik kapek hliníkové disperze, až zastínění dosáhne hodnoty 0,1 až 0,4 a poté se spustí měření. Pomocí vhodného analytického modelu se stanoví rozdělení velikosti částic vzorku a průměrná velikost částic. Stanovení rozdělení velikosti částic lze alternativně provést dle ASTM B214 či ASTM D480.

### 7.3.5 Stanovení sypané hustoty

Sypaná hustota hliníkového prášku volně procházejícího výtakovým otvorem o průměru 5 mm se provádí v souladu s normou ČSN EN ISO 3923-1, alternativně lze použít metodu dle ASTM B329 (Standardní zkušební metoda pro stanovení sypané hustoty kovových prášků a směsí pomocí Scottova volumetru). U ostatních vzorků se stanovení sypané hustoty provádí podle normy ČSN EN 23923-2, alternativně pak dle ASTM B417 (Standardní zkušební metoda pro stanovení sypané hustoty volně neproudících kovových prášků pomocí Carneyho nálevky).

### 7.3.6 Stanovení setřepné hmotnosti

Setřepná hmotnost se stanovuje pomocí kalibrovaných odměrných válců o objemu 25 ml s výškou přibližně 15 cm a o objemu 100 ml s výškou asi 25 cm, které jsou opatřeny pryžovými zátkami. Povrch dřevěného podstavce se překryje tvrdou kůží a pomocí dvou dřevěných kroužků uchycených nad sebou se připraví

vodicí systém tak, aby dolní kroužek omezoval dráhu pohybu odměrného válce na 6,5 cm. Jako ekvivalentní lze použít postup popsany v ČSN EN ISO 3953.

U hliníkového prášku nelístkového tvaru se  $(20 \pm 0,1)$  g vzorku nasype do odměrného válce o objemu 25 ml a uzavře pryžovou zátkou. Válec se položí do dřevěného podstavce a 30krát se s ním klepne z výšky 6,5 cm na koženou podložku. Hladina prášku se urovná co nejjemnějším poklepáním na stěny a na stupnici odměrného válce se odečte objem zaujímaný vzorkem.

U vzorků lístkového tvaru se  $(15 \pm 0,1)$  g vzorku nasype do odměrného válce o objemu 100 ml a přidá se 60 ml 92% metanolu. Odměrný válec se zazátkuje a třepe se jím asi 5 minut. Prášek ulpěný na stěnách se spláchne proudem metanolu a válec se nechá stát ve svislé poloze po dobu 1 hodiny. Poté se na stupnici odměrného válce odečte objem zaujímaný hliníkovým práškem.

Setřepná hmotnost  $[g/cm^3]$  se v obou případech vyjádří jako poměr navážky  $[g]$  a stanoveného objemu  $[ml]$ .

### 7.3.7 Stanovení obsahu těkavin

#### 7.3.7.1 Postup zkoušky

Prázdna váženka se nechá sušit při teplotě asi 105 °C po dobu 2 hodin, poté se 30 minut s odstraněným víčkem chladí v exsikátoru a spolu s víčkem zváží s přesností na 0,1 mg a hodnota se zaznamená jako  $W_1$ . Do váženky se nasype asi 5 g vzorku a po přikrytí víčkem se zváží s přesností na 0,1 mg (hmotnost  $W_2$ ). Poté se víčko odstraní a váženka se vzorkem a samotné víčko se suší v sušárně při teplotě 105 °C po dobu 3 hodin, nejlépe v proudu suchého dusíku. Následně se váženka a víčko vyjmou ze sušárny, nechají se 30 minut chladit v exsikátoru a společně se zváží s přesností na 0,1 mg (hmotnost  $W_3$ ).

#### 7.3.7.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah těkavin ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ těkavin} = \frac{(W_2 - W_3) \times 100}{W_2 - W_1} \quad (15)$$

kde	$W_1$	je	hmotnost prázdné vysušené váženky $[g]$ ,
	$W_2$	-	hmotnost váženky se vzorkem $[g]$ ,
	$W_3$	-	hmotnost váženky s vysušeným vzorkem $[g]$ .

### 7.3.8 Stanovení obsahu látek rozpustných v dietyléteru

#### 7.3.8.1 Postup zkoušky

Čistá baňka Soxhletova extraktoru o objemu 400 ml se vysuší v sušárně při teplotě 90 °C, nechá se ochladit v exsikátoru do konstantní hmotnosti a poté se zváží s přesností na 0,1 mg (hmotnost  $W_1$ ). Odváží se asi 10 g vzorku s přesností na 0,1 mg (hmotnost  $E$ ), nasype se do extrakční patrony (např. Whatman s jednotnou tloušťkou a bez stop tuku) a extrahuje se v Soxhletově extraktoru pomocí 100 ml dietyléteru po dobu 4 hodin. Po skončení extrakce se dietyléter odpaří na vroucí vodní lázni skoro do sucha. Zbytek se vysuší v sušárně při teplotě 90 °C do konstantní hmotnosti, ochladí se v exsikátoru a zváží (hmotnost  $W_2$ ). Paralelně se provede slepé stanovení a čistá hmotnost odparku se zaznamená jako  $W_3$ .

### 7.3.8.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek rozpustných v dietyléteru se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek rozpustných v dietyléteru} = \frac{[(W_2 - W_1) - W_3] \times 100}{E} \quad (16)$$

kde	$W_1$	je	hmotnost prázdné vysušené baňky extraktoru [g],
	$W_2$	-	hmotnost baňky s vysušeným vzorkem po extrakci [g],
	$W_3$	-	hmotnost odparku po slepém stanovení [g],
	$E$	-	navážka vzorku [g].

### 7.3.9 Stanovení pH vodného extraktu

Stanovení pH vodného extraktu hliníkového prášku se provádí pomocí standardního

pH-metru s přesností na 0,05 jednotek pH a kalibrovaného pomocí vhodných roztoků pufrů. Vzorek o hmotnosti ( $5 \pm 0,1$ ) g se nasype do kádinky o objemu 250 ml, přidá se 50 ml vody a míchá se po dobu 2 minut. Prášek se nechá usazovat po dobu asi 1 minuty a poté se stanoví hodnota pH vodného extraktu.

### 7.3.10 Stanovení obsahu látek nerozpustných v kyselině chlorovodíkové

#### 7.3.10.1 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti ( $10 \pm 0,1$ ) g se nasype do kádinky o objemu 600 ml a přidá se 50 ml vody. K suspenzi se po kapkách přidává kyselina chlorovodíková o hustotě  $1,18 \text{ g/cm}^3$ , přičemž rychlost reakce se reguluje přidáváním kyseliny až do úplného rozpuštění vzorku. Kádinka s roztokem se 10 minut mírně zahřívá, poté se její obsah zředí vodou, pevné částice se nechají usadit a čirá kapalina se zdekantuje. Pevný zbytek v kádince se promyje čistou vodou a dekantace se opakuje. Zbytek se poté přelije do kádinky o objemu 400 ml, přidá se 20 ml 50% roztoku hydroxidu sodného a směs se mírně vaří po dobu 10 minut. Poté se roztok okamžitě zředí 200 ml vody, nerozpustný zbytek se nechá usadit a kapalina nad ním se opatrně zdekantuje. Proprání zbytku se opakuje dvakrát čistou vodou a nakonec 2% kyselinou chlorovodíkovou. Zbytek v kádince se přefiltruje přes filtrační papír typu Whatman No. 40 nebo ekvivalentní a na filtru se dobře promyje horkou vodou. Filtrační papír se vysuší a žihá při teplotě  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  po dobu 30 minut v předem přežíhaném a zváženém (hmotnost  $W_1$ ) porcelánovém kelímku. Kelímek s vyžíhaným zbytkem se nechá ochladit 30 minut v exsikátoru a poté se zváží (hmotnost  $W_2$ ). Kelímek se zbytkem se dále uchová pro stanovení pískovitých částic.

#### 7.3.10.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných v kyselině chlorovodíkové se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek nerozpustných v HCl} = \frac{(W_2 - W_1) \times 100}{E} \quad (17)$$

kde	$W_1$	je	hmotnost prázdného přežíhaného kelímku [g],
	$W_2$	-	hmotnost kelímku s vyžíhaným vzorkem [g],
	$E$	-	navážka vzorku [g].



### 7.3.11 Stanovení obsahu pískovitých částic

#### 7.3.11.1 Postup zkoušky

Směšením jednoho objemového dílu kyseliny dusičné o hustotě 1,42 g/cm<sup>3</sup> a tří objemových dílů kyseliny chlorovodíkové o hustotě 1,18 g/cm<sup>3</sup> se připraví lučavka královská. Zbytek po stanovení obsahu látek nerozpustných v kyselině chlorovodíkové (viz čl. 7.3.10.1) se vloží do kádinky objemu 100 ml, přidá se 5 ml lučavky královské a mírně se vaří po dobu 5 minut. Poté se směs ochladí, zředí se vodou a neutralizuje roztokem hydroxidu sodného. Následně se kapalina s nerozpuštěnými částicemi přelije přes síto o velikosti ok 63 μm. Zbytek zachycený na síti se důkladně promyje vodou a síto se vysuší v sušárně při teplotě (103 ± 2) °C. Zbytek na síti se lehce rozetře jemným štětcem a nepropadlé částice se nasypou na předem zvážené hodinové sklíčko (hmotnost  $W_1$ ) a sklíčko se zbytkem se zváží (hmotnost  $W_2$ ). Částice ze sklíčka se přesypou na síto o velikosti ok 250 μm a opět jemně rozetrou štětcem. Částice nepropadlé 250 μm sítím se nasypou na předem zvážené hodinové sklíčko (hmotnost  $W_3$ ) a sklíčko s částicemi se zváží (hmotnost  $W_4$ ).

#### 7.3.11.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah pískovitých částic zachycených na síti o velikosti ok 63 μm se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ pískovitých částic na síti } 63 \mu\text{m} = \frac{(W_2 - W_1) \times 100}{E} \quad (18)$$

kde  $W_1$  je hmotnost prázdného hodinového sklíčka [g],  
 $W_2$  - hmotnost sklíčka se zbytkem na síti 63 μm [g],  
 $E$  - navážka vzorku ze stanovení obsahu látek nerozpustných v kyselině chlorovodíkové [g].

Procentuální obsah pískovitých částic zachycených na síti o velikosti ok 250 μm se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ pískovitých částic na síti } 250 \mu\text{m} = \frac{(W_4 - W_3) \times 100}{E} \quad (19)$$

kde  $W_3$  je hmotnost prázdného hodinového sklíčka [g],  
 $W_4$  - hmotnost sklíčka s zbytkem na síti 250 μm [g],  
 $E$  - navážka vzorku ze stanovení obsahu látek nerozpustných v kyselině chlorovodíkové [g].

### 7.3.12 Stanovení obsahu volného kovového hliníku

#### 7.3.12.1 Princip metody

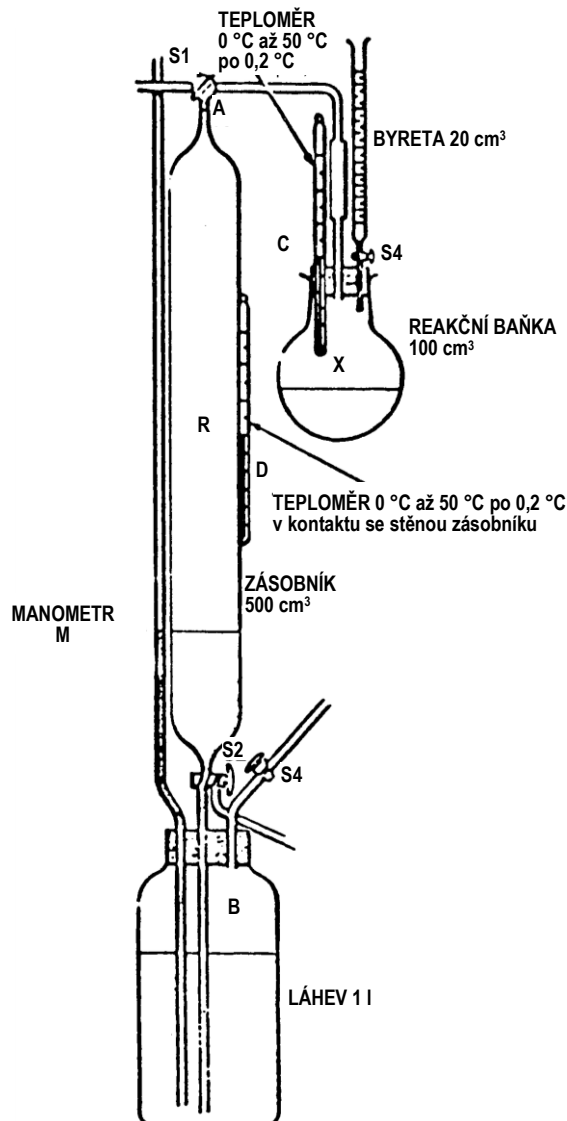
Stanovení obsahu volného kovového hliníku ve vzorku se provádí určením objemu plynného vodíku uvolněného při rozpouštění odváženého množství vzorku v roztoku hydroxidu sodného na základě rovnice:



Přípustné jsou i jiné metody s principem ekvivalentním níže popsanému postupu.

### 7.3.12.2 Přístroje a zařízení

Základní aparatura pro stanovení je vyobrazena na obrázku 1. Doporučuje se ji umístit v samostatné místnosti a chránit před průvanem, přímým slunečním zářením nebo zdroji tepla.



**OBRÁZEK 1 – Aparatura pro stanovení obsahu volného kovového hliníku**

### 7.3.12.3 Chemikálie a činidla

Roztok hydroxidu sodného o koncentraci 20 %.

### 7.3.12.4 Kalibrace zásobníku

Před kalibrací se aparatura (viz obrázek 1) vyčistí nasátím kyseliny chromsírové do zásobníku R připojením trubičky na výstup ventilu S2, zavedením konce trubičky do láhve s kyselinou, otevřením ventilů S1 a S2 a sáním přes ventil S1. Stejným způsobem se poté zásobník opakovaně promyje čistou vodou. Láhev B se do tří čtvrtin naplní vodou, zbytky vody ve ventilu S2 se vyfouknou působením tlaku přes ventil S1. Ventilem S2 se otočí pro spojení láhve B se zásobníkem R a působením tlaku přes ventil S3 s použitím manometru M jako vodítka se zásobník R naplní

vodou až po rysku A. Ověří se, že na stěnách zásobníku nejsou zachyceny žádné vzduchové bubliny, uzavře se ventil S2 a uvolní se tlak působící přes ventil S3. Ventil S2 se otočí do vypouštěcího ramene a celé množství vody obsažené v zásobníku R se vypustí do vhodné zvážené nádoby o hmotnosti  $W_1$  stanovené s přesností na 10 mg a po naplnění se znovu zváží (hmotnost  $W_2$  stanovená s přesností na 10 mg). Zaznamená se rovněž teplota vody  $T_1$  [°C].

Objem zásobníku označený jako  $V_1$  [ml] se stanoví ze vztahu:

$$\text{Objem zásobníku } V_1 = \frac{W_2 - W_1}{d_1} \quad (21)$$

kde	$W_1$	je	hmotnost prázdné nádoby pro vypuštění kapaliny [g],
	$W_2$	-	hmotnost nádoby s vypuštěnou kapalinou [g],
	$d_1$	-	hustota vody při teplotě $T_1$ [g/cm <sup>3</sup> ].

### 7.3.12.5 Postup zkoušky

Stejným způsobem jako v článku 7.3.12.4 se zásobník R opět naplní vodou až po rysku A. Třicestný ventil S1 se nastaví tak, aby zásobník R i reakční baňka X byly spojeny s okolním prostředím. Byreta se naplní roztokem hydroxidu sodného až po nulovou rysku a ze špičky byrety se odstraní kapky louhu pro zabránění předčasné reakce se vzorkem. Odváží se přesně 0,355 g až 0,365 g vzorku (hmotnost  $W_3$ ) a kvantitativně se přenesou do reakční baňky X. Ke vzorku se přidá 20 ml vody a reakční baňka X se okamžitě pevně připojí k přístroji. Obsah baňky se nechá ustálit a po ověření, že hladina vody v zásobníku R stále dosahuje rysku A, se otočí ventilem S1 tak, aby zásobník R byl propojen pouze s reakční baňkou X. Uzavře se ventil S3 a ventilem S2 se otočí tak, aby zásobník R byl propojen s lahví B. Zaznamená se teplota  $T_2$  na teploměru C, zkontroluje správná poloha všech ventilů a poté se z byrety po kapkách přidává roztok hydroxidu sodného do reakční baňky X takovou rychlostí, aby se plyn neuvolňoval příliš prudce. Pokud je to nezbytné, reakční baňka může být chlazena ponořením do nádoby se studenou vodou. Tlak v zásobníku R, indikovaný manometrem M, se udržuje mírně pod úrovní atmosférického tlaku občasným otevíráním ventilu S3 při vývinu vodíku.

S přidáváním roztoku hydroxidu sodného se pokračuje až do celkové spotřeby 20 ml roztoku (objem  $V_2$ ). Obsahem reakční baňky X se mírně zakrouží, aby nezůstaly žádné nezreagované částice vzorku. Aparatura se pro ustálení teploty nechá přibližně 1 hodinu v klidu stát. Zaznamenají se teploty  $T_3$  a  $T_4$  indikované teploměry C a D. Teplota  $T_3$  by se od počáteční teploty  $T_2$  neměla lišit o více než 0,2 °C. Hladina vody v zásobníku R se srovná s hladinou v manometru M otevřením ventilu S3 nebo naopak působením tlaku přes tento ventil. Ventil S2 se uzavře. V důsledku kapilárních jevů jsou hladiny v zásobníku R a manometru M v rovnováze tehdy, když je spodní meniskus kapaliny v manometru na stejné úrovni jako horní meniskus kapaliny v zásobníku. Ventil S1 se pro propojení zásobníku R s okolním prostředím otevře a zbylá voda ze zásobníku R se přes ventil S2 vypustí do zvážené (hmotnost  $W_4$  stanovená s přesností na 10 mg) kónické baňky objemu 250 ml. Baňka se pak okamžitě zváží (hmotnost  $W_5$  stanovená s přesností na 10 mg) a zaznamená se atmosférický tlak  $P$ .

### 7.3.12.6 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Objem vody  $V_3$  [ml] zbylý v zásobníku R se vypočítá ze vztahu:

$$V_3 = \frac{W_5 - W_4}{d_2} \quad (22)$$

kde  $W_4$  je hmotnost prázdné kónické baňky [g],  
 $W_5$  - hmotnost nádoby s vypuštěnou vodou [g],  
 $d_2$  - hustota vody při teplotě  $T_4$  [g/cm<sup>3</sup>].

Neopravený procentuální obsah  $A$  volného kovového hliníku ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$A = \frac{(P - x - y) \times (V_1 - V_3 - V_2) \times 0,02884}{(273,15 + T_4) \times W_3} \quad (23)$$

kde  $P$  je barometrický tlak [mm Hg],  
 $x$  - tlak vodních par při teplotě  $T_3$  [mm Hg],  
 $y$  - barometrická oprava na mosaznou stupnici [mm Hg],  
 $V_1$  - objem zásobníku R [ml],  
 $V_2$  - objem přidaného roztoku hydroxidu sodného [ml],  
 $V_3$  - objem vody zbylé v zásobníku [ml],  
 $T_4$  - teplota okolí přístroje [°C],  
 $W_3$  - navážka vzorku [g].

Jestliže vzorek obsahuje určité množství elementárního zinku a křemíku, musí se provést oprava procentuálního obsahu  $A$  vypočítaného z rovnice (23). Opravený procentuální obsah volného kovového hliníku  $A_{opr}$  se pak stanoví ze vztahu:

$$A_{opr} = A - (\% \text{ obsahu zinku} \times 0,27) - (\% \text{ obsahu křemíku} \times 1,28) \quad (24).$$

### 7.3.12.7 Oprava na mrtvý prostor

Objem vzniklého vodíku  $V$  se stanoví ze vztahu:

$$V = (V_1 - V_2 - V_3) + C \quad (25)$$

kde  $V_1$  je objem zásobníku R [ml],  
 $V_2$  - objem přidaného roztoku hydroxidu sodného [ml],  
 $V_3$  - objem vody zbylé v zásobníku [ml],  
 $C$  - oprava objemu na expanzi nebo kontrakci plynu v mrtvém prostoru [ml].

Jestliže se teplota  $T_2$  liší od teploty  $T_3$ , pak:

$$C = \frac{V_{ds} \times (T_2 - T_3)}{273,15} \quad (26)$$

kde  $V_{ds}$  je objem mrtvého prostoru [ml],  
 $T_2$  - počáteční teplota na teploměru C [°C],  
 $T_3$  - ustálená konečná teplota na teploměru C [°C],  
 $C$  - oprava objemu na expanzi nebo kontrakci plynu v mrtvém prostoru [ml].

Pokud je  $T_3 > T_2$ , pak hodnota  $C$  je záporná.

### 7.3.13 Stanovení elementárních nečistot

Procentuální obsah elementárních nečistot, jako je křemík, měď, železo, zinek, hořčík, olovo, chrom aj., se stanovuje v souladu s postupem uvedeným v ASTM E101 nebo ekvivalentní metodou povolenou odběratelem (např. atomovou absorpční spektroskopií nebo chemickou analýzou).

## 8 Dusičnan amonný

### 8.1 Všeobecné požadavky

Účelem této kapitoly je stanovit takové požadavky na vlastnosti dusičnanu amonného (AN), které zajistí jeho použitelnost pro vojenské účely, a současně poskytnout vhodný základ pro jeho výrobu a certifikaci v rámci NATO.

Dusičnan amonný, určený pro vojenské účely (kromě speciálních požadavků), musí splňovat kvalitativní požadavky uvedené v tabulce 2, které jsou stanovovány postupy uvedenými v článku 8.3 tohoto standardu.

### 8.2 Požadavky na kvalitu

Dusičnan amonný obsahuje buď čistý AN, AN s povrchovými aditivy, nebo fázově stabilizovaný materiál. Vždy musí být uveden typ AN, druh aditiva (přídavné látky) a jejich obsah.

Všechny tři typy AN mohou existovat buď v krystalické formě, nebo jako pórovitý sférický materiál.

V případě, že AN obsahuje přídavné látky (např. protispékavé přísady), musí odběratel přesně specifikovat formu a typ požadovaného výrobku.

Vzhledem k tomu, že velikost částic může být hlavní charakteristikou výrobku, musí být odběratelem specifikována.

Způsob odběru vzorku pro účely zkoušek musí být odsouhlasen odběratelem. Minimální množství vzorku musí být 200 g z každé výrobní série.

### 8.3 Metody zkoušení

#### 8.3.1 Stanovení obsahu látek rozpustných v dietyléteru – gravimetrická metoda

##### 8.3.1.1 Princip metody

Některé technické produkty na bázi AN mohou obsahovat organické látky jako aditiva (např. estery kyseliny dusičné, vosk) a organické nečistoty. Tyto látky mohou způsobit problémy při stanovení obsahu AN titrací a lze je odstranit extrakcí dietyléterem s využitím Twisselmannova nebo Soxhletova extraktoru. Zbytek se vysuší a zváží a vypočítá se úbytek hmotnosti.

**TABULKA 2 – Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti dusičnanu amonného**

Vlastnost	Požadovaná hodnota pro dusičnan amonný		
	čistý AN	AN s přidavkem povrchových aditiv	fázově stabilizovaný AN
Obsah látek rozpustných v dietyléteru, max. [%]	0,1	Dle požadavků odběratele	
Čistota (obsah AN), min. [%]	99,0	Dle požadavků odběratele	
Obsah látek nerozpustných ve vodě, max. [%]	0,18	Dle požadavků odběratele	
Obsah vlhkosti (v okamžiku zabalení), max. [%]	0,15	0,15	0,25
Kyselost (jako HNO <sub>3</sub> ), max. [%]	0,02	0,02	0,02
Alkalita (jako NaOH)	0,00	0,00	0,00
Obsah dusitanů	Dle požadavků odběratele		
Obsah síranů /jako (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /, max. [%]	0,02	0,02	0,02
Obsah chloridů (jako NH <sub>4</sub> Cl), max. [%]	0,02	0,02	0,02
Rozdělení velikosti částic	Dle požadavků odběratele		
Obsah protispékavých přísad	-	Dle požadavků odběratele	
Obsah dalších aditiv	-	Dle požadavků odběratele	
Obsah fázových stabilizátorů	-	-	Dle požadavků odběratele
Fázové přechody/přeměny	-	-	Dle požadavků odběratele

### 8.3.1.2 Přístroje a zařízení

Twisselmannův nebo Soxhletův extraktor.

Parní lázeň.

Analytické váhy.

Extrakční patrona o pórovitosti D4 (nová klasifikace P16 dle ISO 4793) s velikostí pórů 10 μm až 16 μm.

Exsikátor.

Laboratorní sušárna.

### 8.3.1.3 Chemikálie a činidla

Dietyléter, čistoty p.a.

### 8.3.1.4 Postup zkoušky

Extrakční patrona se promyje dietyléterem, přesuší po dobu 1 hodiny při 80 °C a ponechá zchladit v exsikátoru. Poté se zváží s přesností na 0,001 g (hmotnost  $W_1$ ). Do patrony se naváží přibližně 10 g homogenizovaného vzorku s přesností na

0,001 g (hmotnost  $W_2$ ), vloží se do extraktoru a extrahuje se pomocí 150 ml dietyléteru po dobu 5 hodin v parní lázni při teplotě 80 °C. Patrona s nerozpuštěným zbytkem se pak suší v sušárně při teplotě 80 °C po dobu 1 hodiny. Po vychlazení se zváží (hmotnost  $W_3$ ). Takto získaný zbytek v dietyléteru nerozpustných látek se použije na stanovení čistoty AN titračními metodami (viz články 8.3.2 a 8.3.3 tohoto standardu).

### 8.3.1.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných v dietyléteru ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek nerozpustných v dietyléteru} = \frac{(W_3 - W_1) \times 100}{W_2} \quad (27)$$

kde	$W_1$	je	hmotnost prázdné extrakční patrony [g],
	$W_2$	-	navážka vzorku [g],
	$W_3$	-	hmotnost extrakční patrony po extrakci dietyléterem [g].

Procentuální obsah látek rozpustných v dietyléteru ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek rozpustných v dietyléteru} = 100 \% - \% \text{ látek nerozpustných v dietyléteru} \quad (28).$$

## 8.3.2 Stanovení čistoty (obsahu AN) – titrační metoda 1

### 8.3.2.1 Princip metody

AN a ve vodě rozpustná aditiva nebo nečistoty se rozpustí ve vodě. Obsah AN se stanoví titrací vodným roztokem hydroxidu sodného na hodnotu pH 11.

### 8.3.2.2 Přístroje a zařízení

Analytické váhy.

Extrakční patrona o pórovitosti D4 (nová klasifikace P16 dle ISO 4793) s velikostí pórů 10 µm až 16 µm.

Odměrná baňka o objemu 500 ml.

Elektroda na měření pH (pH-metr).

Filtrační baňka s nástavcem.

Pipeta o objemu 50 ml.

Kádinka o objemu 250 ml.

Titrační přístroj.

### 8.3.2.3 Chemikálie a činidla

Destilovaná voda, čistá.

Titrační 0,5M vodný roztok hydroxidu sodného, čistoty p.a.

Hydrogenftalát draselný, čistoty p.a.

Nesslerovo činidlo, čistoty p.a.

Standardní roztoky o pH 7 a 11 pro kalibraci pH-metru.

### 8.3.2.4 Postup zkoušky

Extrakční patrona s látkami nerozpustnými v dietyléteru (viz článek 8.3.1) se vloží do nástavce filtrační baňky a promývá se studenou vodou (teplota asi 20 °C). Roztok s rozpuštěnými látkami se přelije do odměrné baňky. Ve zbytku nesmí být přítomny amonné ionty (zkouška pomocí Nesslerova činidla).

Odměrná baňka se doplní po rysku vodou. Do 250ml kádinky se odebere alikvotní podíl o objemu 50 ml a titruje se roztokem hydroxidu sodného do hodnoty pH 11. Spotřebované množství odměrného roztoku hydroxidu sodného se zaznamená jako  $V_1$ .

Stejným způsobem se provede slepé stanovení s 50 ml vody. Potřebné množství odměrného roztoku hydroxidu sodného se zaznamená jako  $V_2$ .

Odvážením 3 g hydrogenftalátu draselného s přesností na 0,000 1 g do 150ml kádinky (hmotnost  $W$ ), rozpuštěním v 80 ml vody a titrací do hodnoty pH 7 se stanoví faktor hydroxidu sodného. Spotřebované množství odměrného roztoku hydroxidu sodného se označí jako  $V_3$ .

Stejným způsobem se provede slepé stanovení s 80 ml vody. Potřebné množství odměrného roztoku hydroxidu sodného se zaznamená jako  $V_4$ .

### 8.3.2.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Faktor roztoku hydroxidu sodného se vypočítá pomocí následujících vztahů:

$$\text{Teoretická hodnota [ml]} = \frac{W \times 1\,000}{204,221 \times 0,5} \quad (29)$$

kde	$W$	je	hmotnost hydrogenftalátu draselného [g],
	1 000		- konverzní faktor pro převod litrů na mililitry,
	0,5	-	nominální molární koncentrace titračního roztoku hydroxidu sodného [mol/l],
	204,221	-	molekulová hmotnost hydrogenftalátu draselného [g/mol].

$$\text{Faktor} = \text{Teoretická hodnota} \times \frac{1}{V_3 - V_4} \quad (30)$$

kde	$V_3$	je	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci hydrogenftalátu draselného [ml],
	$V_4$	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci 80 ml vody (slepém stanovení) [ml].

Procentuální obsah AN ve vzorku (čistota) se pak stanoví pomocí vztahu:

$$\% \text{ AN} = \frac{(V_1 - V_2) \times \text{Faktor} \times 40,0215 \times 10 \times 0,5}{W_2 \times 1000} \quad (31)$$

kde	$V_1$	je	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci vzorku AN [ml],
	$V_2$	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci 50 ml vody (slepém stanovení) [ml],
	$\text{Faktor}$	-	viz rovnice (30) [1],



$W_2$	-	navážka vzorku ze stanovení látek rozpustných v dietyléteru – viz čl. 8.3.1 [g],
40,0215	-	molekulová hmotnost NaOH [g/mol],
10	-	násobek 50 ml, které byly odebrány z celkového objemu 500 ml,
0,5	-	nominální molární koncentrace titračního roztoku hydroxidu sodného [mol/l],
1 000	-	konverzní faktor pro převod mililitrů na litry.

### 8.3.3 Stanovení čistoty (obsahu AN) – titrační metoda 2

#### 8.3.3.1 Princip metody

AN a ve vodě rozpustná aditiva nebo nečistoty se rozpustí ve vodě. Po přidání roztoku formaldehydu se uvolní kyselina dusičná, kterou lze stanovit titrací vodným roztokem hydroxidu sodného stanovení na fenolftalein.

#### 8.3.3.2 Přístroje a zařízení

Analytické váhy.

Extrakční patrona o pórovitosti D4 (nová klasifikace P16 dle ISO 4793) s velikostí pórů 10  $\mu\text{m}$  až 16  $\mu\text{m}$ .

Odměrná baňka o objemu 500 ml.

Elektroda na měření pH (pH-metr).

Filtrační baňka s nástavcem.

Pipeta o objemu 50 ml.

Pipeta o objemu 5 ml.

Kádinka o objemu 250 ml.

Titrační přístroj.

#### 8.3.3.3 Chemikálie a činidla

Destilovaná voda, čistoty p.a.

Roztok formaldehydu o koncentraci 37 %, neutralizovaný na fenolftalein.

Titrační 0,5M vodný roztok hydroxidu sodného, čistoty p.a.

Chlorid amonný, čistoty p.a.

Fenolftaleinový indikátor, čistoty p.a., připravený rozpuštěním 0,1 g fenolftaleinu ve 100 ml etanolu.

#### 8.3.3.4 Postup zkoušky

Připraví se roztok ve vodě rozpustných látek dle článku 8.3.2.4. Místo titrace roztokem hydroxidu sodného se přidá 10 ml roztoku formaldehydu, promíchá se a po 2 minutách se přidá několik kapek fenolftaleinového indikátoru a uvolněná kyselina dusičná se titruje roztokem hydroxidu sodného tak, aby světle červené zabarvení po přidavku posledního množství hydroxidu sodného zůstalo stabilní po dobu 1 minuty. Objem hydroxidu sodného potřebného k titraci se označí jako  $V_1$ .

Stejným způsobem se provede slepé stanovení s 50 ml vody. Potřebné množství odměrného roztoku hydroxidu sodného se zaznamená jako  $V_2$ .

Faktor roztoku hydroxidu sodného se stanoví odvážením 250 mg až 300 mg (přesušeného 2 hodiny při teplotě 100 °C) chloridu amonného s přesností na

0,000 1 g do kádinky (hmotnost  $W_1$ ), jeho rozpuštěním v 50 ml vody, přidáním 10 ml roztoku formaldehydu a dále stejným postupem jako v článku 8.3.2.4. Objem hydroxidu sodného potřebného k titraci se zaznamená jako  $V_3$ .

### 8.3.3.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Faktor roztoku hydroxidu sodného, vyjádřený v miligramech AN na 1 ml 0,5M roztoku hydroxidu sodného, se vypočítá pomocí následujícího vztahu:

$$Faktor = \frac{W_1 \times 1,4964}{V_3 - V_2} \quad (32)$$

kde	$W_1$	je	hmotnost přesušeného chloridu amonného [g],
	$V_2$	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci 50 ml vody (slepém stanovení) [ml],
	$V_3$	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci roztoku chloridu amonného [ml],
	1,496 4	-	poměr hmotností dusičnanu amonného a chloridu amonného.

Procentuální obsah AN ve vzorku (čistota) se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ AN} = \frac{(V_1 - V_2) \times Faktor \times 1000}{W_2} \quad (33)$$

kde	$V_1$	je	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci uvolněné kyseliny dusičné [ml],
	$V_2$	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci 50 ml vody (slepém stanovení) [ml],
	<i>Faktor</i>	-	viz rovnice (32) [mg/ml],
	$W_2$	-	navážka vzorku ze stanovení látek rozpustných v dietyléteru – viz čl. 8.3.1 [g],
	1 000	-	konverzní faktor pro převod gramů na miligramy.

## 8.3.4 Stanovení obsahu látek nerozpustných ve vodě

### 8.3.4.1 Princip metody

AN a ve vodě rozpustná aditiva se rozpustí ve vodě a přefiltruje se za použití filtračního kelímku. Látky nerozpustné ve vodě se stanoví gravimetricky.

### 8.3.4.2 Přístroje a zařízení

Analytické váhy.

Filtrační kelímek s fritou D4 (nová klasifikace P16 dle ISO 4793) o velikostí pórů 10  $\mu\text{m}$  až 16  $\mu\text{m}$ .

Filtrační baňka s nástavcem.

Exsikátor.

Laboratorní sušárna.

### 8.3.4.3 Chemikálie a činidla

Destilovaná voda, čistá.

Nesslerovo činidlo, čistoty p.a.

#### 8.3.4.4 Postup zkoušky

Filtrační kelímek se promyje dietyléterem, vysuší 1 hodinu v sušárně při teplotě 80 °C, nechá se vychladnout v exsikátoru a zváží s přesností na 0,001 g (hmotnost  $W_1$ ). Do kelímku se naváží s přesností na 0,001 g přibližně 10 g homogenizovaného vzorku (hmotnost  $W_2$ ) a umístí do nástavce filtrační baňky. Přidá se 25 ml vody o teplotě cca 20 °C, promíchá a odsátím se odstraní extrakt. Extrakce se opakuje, dokud roztok není zbaven amonných iontů (zkouška Nesslerovým činidlem).

Zbytek ve filtračním kelímku (látky nerozpustné ve vodě) se přesuší v sušárně po dobu 2 hodin při teplotě 100 °C, nechá vychladnout v exsikátoru na okolní teplotu a zváží (hmotnost  $W_3$ ).

#### 8.3.4.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných ve vodě se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ látek nerozpustných ve vodě} = \frac{(W_3 - W_1) \times 100}{W_2} \quad (34)$$

kde  $W_1$  je hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],  
 $W_2$  - navážka vzorku [g],  
 $W_3$  - hmotnost filtračního kelímku po extrakci vodou [g].

### 8.3.5 Stanovení obsahu vlhkosti – gravimetrická metoda

#### 8.3.5.1 Princip metody

Obsah vlhkosti v AN se stanoví výpočtem úbytku hmotnosti při vystavení vzorku určité teplotě. Není však vyloučeno, že do hodnoty vlhkosti může být zahrnut i obsah těkavých látek.

#### 8.3.5.2 Přístroje a zařízení

Analytické váhy.

Exsikátor.

Laboratorní sušárna.

Váženka s těsnícím víčkem, o minimálním průměru 60 mm.

#### 8.3.5.3 Postup zkoušky

Váženka s víčkem se odváží s přesností na 0,000 1 g (hmotnost  $W_1$ ) a pak se do ní naváží 10 g vzorku AN s přesností na 0,000 1 g (hmotnost  $W_2$ ). Váženka se vzorkem se umístí do sušárny vyhřáté na teplotu 70 °C na dobu 5 hodin, poté se nechá vychladnout v exsikátoru, přiklopí se víčkem a zváží (hmotnost  $W_3$ ).

#### 8.3.5.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah vlhkosti ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ vlhkosti} = \frac{W_2 - (W_3 - W_1) \times 100}{W_2} \quad (35)$$

kde  $W_1$  je hmotnost prázdné váženky s víčkem [g],  
 $W_2$  - navážka vzorku [g],  
 $W_3$  - hmotnost váženky s víčkem a vysušeného vzorku [g].

### 8.3.6 Stanovení obsahu vlhkosti titrací dle Karl Fischera

#### 8.3.6.1 Princip metody

AN se rozpustí v bezvodém metanolu a obsah vlhkosti se stanoví titrací dle Karl Fischera (do mrtvého bodu).

#### 8.3.6.2 Přístroje a zařízení

Titrační přístroj dle Karl Fischera.

Kádinka o objemu 100 ml.

Injekční mikrostříkačka.

Analytické váhy.

#### 8.3.6.3 Chemikálie a činidla

Roztok Karl Fischera.

Vinan sodný, dihydrát, čistoty p.a.

Metanol, bezvodý, čistoty p.a.

#### 8.3.6.4 Postup zkoušky

Do vysušené 100ml kádinky se odváží 6 g AN s přesností na 0,000 1 g (hmotnost  $W$ ) a nádoba se okamžitě uzavře. Přidá se 50 ml bezvodého metanolu a počká se, dokud se AN nerozpustí. Poté se roztok ručně titruje až do barevného přechodu (mrtvého bodu). Spotřeba roztoku Karl Fischera se zaznamená jako  $V_1$ .

Souběžně se provede slepé stanovení s 50 ml metanolu pro stanovení obsahu vlhkosti v rozpouštědle. Spotřeba roztoku Karl Fischera se zaznamená jako  $V_2$ .

Stanovení titru roztoku Karl Fischera se provede titrací roztoku vianu sodného nebo alternativně přímým přidáním malého množství vody (50,0 mg) pomocí injekční mikrostříkačky.

Při použití automatického titračního přístroje dle Karl Fischera se navážka vzorku (6 g AN) vloží do vysušené odměrné baňky (50 ml) a doplní se po rysku bezvodým metanolem. Změřený alikvotní podíl se pak z baňky přidá do automatického titrátoru na titraci do 30s bodu ekvivalence. Poté se provede slepé stanovení s 50 ml metanolu.

#### 8.3.6.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah vlhkosti ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ vlhkosti (vody)} = \frac{T \times (V_1 - V_2)}{10 \times W} \quad (36)$$

kde	$V_1$	je	objem roztoku Karl Fischera spotřebovaného při titraci vzorku [ml],
	$V_2$	-	objem roztoku Karl Fischera spotřebovaného při titraci 50 ml metanolu (slepém stanovení) [ml],
	$T$	-	titr roztoku Karl Fischera stanovený titrací roztoku vianu sodného [mg vody / ml činidla],
	$W$	-	navážka vzorku AN [g].

### 8.3.7 Stanovení kyselosti (jako HNO<sub>3</sub>)

#### 8.3.7.1 Princip metody

Kyselost AN se stanoví titrací vzorku roztokem hydroxidu sodného.

#### 8.3.7.2 Přístroje a zařízení

Analytické váhy.

Kádinka o objemu 250 ml.

Titrační přístroj.

Odměrný válec o objemu 250 ml.

#### 8.3.7.3 Chemikálie a činidla

Destilovaná voda, čistoty p.a.

Titrační 0,05M roztok hydroxidu sodného, čistoty p.a.

Indikátor metylčerveně/metylemodř (0,1 g metylčerveně a 0,05 g metylemodři ve 100 ml 95% etanolu).

Hydrogenftalát draselný, čistoty p.a. (pro stanovení faktoru roztoku NaOH).

#### 8.3.7.4 Postup zkoušky

Do kádinky se odváží 10 g vzorku AN s přesností na 0,000 1 g (hmotnost  $W_1$ ). Přidá se 200 ml destilované vody a obsah kádinky se čas od času protřepe, dokud se všechny AN nerozpustí. Přidá se 8 až 10 kapek roztoku indikátoru a titruje se 0,05M roztokem hydroxidu sodného do dosažení bodu ekvivalence (barva roztoku se změní z červené na zelenou). Spotřeba roztoku hydroxidu sodného se zaznamená jako  $V_2$ .

Současně se provede slepé stanovení s 200 ml destilované vody. Přidá se 8 až 10 kapek roztoku indikátoru a titruje se roztokem hydroxidu sodného do dosažení bodu ekvivalence. Spotřeba roztoku hydroxidu sodného se zaznamená jako  $V_1$ .

Faktor roztoku hydroxidu sodného se stanoví dle bodu 8.3.2.4 tohoto standardu, ale s navázkou  $W$  pouze 0,3 g.

#### 8.3.7.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Faktor roztoku hydroxidu sodného se vypočítá pomocí následujících vztahů:

$$\text{Teoretická hodnota [ml]} = \frac{W \times 1\,000}{204,221 \times 0,05} \quad (37)$$

kde	$W$	je	hmotnost hydrogenftalátu draselného [g],
	1 000		- konverzní faktor pro převod litrů na mililitry,
	0,05	-	nominální molární koncentrace titračního roztoku
			hydroxidu sodného [mol/l],
	204,221	-	molekulová hmotnost hydrogenftalátu draselného
			[g/mol].

$$\text{Faktor} = \text{Teoretická hodnota} \times \frac{1}{V_3 - V_4} \quad (38)$$

kde	$V_3$	je	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci
			roztoku hydrogenftalátu draselného [ml],

$V_4$  - objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci vody (slepém stanovení) [ml].

Procentuální obsah kyselosti ve vzorku se pak stanoví pomocí vztahu:

$$\% \text{ kyselosti (jako HNO}_3) = \frac{(V_2 - V_1) \times \text{Faktor} \times 0,315}{W_1} \quad (39)$$

kde  $V_1$  je objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci destilované vody (slepém stanovení) [ml],  
 $V_2$  - objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci vzorku AN [ml],  
*Faktor* - korekce nominální hodnoty koncentrace na skutečnou molaritu roztoku hydroxidu sodného – viz rovnice (38),  
 $W_1$  - navážka vzorku [g],  
0,315 - molekulová hmotnost HNO<sub>3</sub> (63,0) × nominální molární koncentrace roztoku NaOH (0,05) × konverzní faktor pro převod litrů na mililitry (0,001) × převod na procenta (100).

### 8.3.8 Stanovení alkality (jako NaOH)

#### 8.3.8.1 Princip metody

Alkalita AN se stanoví titrací vzorku roztokem kyseliny sírové. Alkalita je stanovována pouze v případě, kdy nebyla prokázána žádná kyselost vzorku a jestliže roztok, připravený pro stanovení kyselosti, je zásaditý na metylčerveň.

#### 8.3.8.2 Přístroje a zařízení

Analytické váhy.  
Kádinka o objemu 250 ml.  
Titrační přístroj.  
Odměrný válec o objemu 250 ml.

#### 8.3.8.3 Chemikálie a činidla

Destilovaná voda, čistoty p.a.  
Titrační vodný 0,05M roztok kyseliny sírové, čistoty p.a.  
Indikátor metylčerveň (0,1 g metylčerveně v 60 ml etanolu).  
Hydrogenuhlíčan draselný, čistoty p.a. (pro stanovení faktoru).

#### 8.3.8.4 Postup zkoušky

Do kádinky se s přesností na 0,000 1 gramu naváží 10 g vzorku AN (hmotnost  $W_1$ ). Přidá se 200 ml destilované vody a protřepe se, dokud není všechn AN rozpuštěn. Přidá se 8 až 10 kapek roztoku indikátoru a titruje se 0,05M roztokem kyseliny sírové do dosažení bodu ekvivalence (barva roztoku se změní ze žluté na načervenalou). Spotřeba roztoku kyseliny sírové se zaznamená jako  $V_2$ .

Slepý pokus se provede s 200 ml destilované vody. Přidá se 8 až 10 kapek roztoku indikátoru a titruje se 0,05M roztokem kyseliny sírové do dosažení bodu ekvivalence. Spotřeba roztoku kyseliny sírové se zaznamená jako  $V_1$ .

Faktor roztoku kyseliny sírové se stanoví odvážením 150 mg hydrogenuhličitanu draselného s přesností na 0,000 1 g (hmotnost  $W$ ), jeho rozpuštěním v kádince v 80 ml vody a titrací roztoku do hodnoty pH 7. Spotřeba roztoku kyseliny sírové se zaznamená jako  $V_3$ .

Slepé stanovení se provede titrací 80 ml vody na hodnotu pH 7. Spotřeba roztoku kyseliny sírové se zaznamená jako  $V_4$ .

### 8.3.8.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Faktor roztoku kyseliny sírové se vypočítá pomocí následujících vztahů:

$$\text{Teoretická hodnota [ml]} = \frac{W \times 1\,000}{100,12 \times 0,05 \times 2} \quad (40)$$

kde	$W$	je	hmotnost hydrogenuhličitanu draselného [g],
	1 000	-	konverzní faktor pro převod litrů na mililitry,
	0,05	-	nominální molární koncentrace titračního roztoku kyseliny sírové [mol/l],
	100,12	-	molekulová hmotnost hydrogenuhličitanu draselného [g/mol],
	2	-	vyjadřuje skutečnost, že 2 moly hydrogenuhličitanu sodného reagují s 1 molem kyseliny sírové.

$$\text{Faktor} = \text{Teoretická hodnota} \times \frac{1}{V_3 - V_4} \quad (41)$$

kde	$V_3$	je	objem roztoku kyseliny sírové spotřebovaného při titraci roztoku hydrogenuhličitanu draselného [ml],
	$V_4$	-	objem roztoku kyseliny sírové spotřebovaného při titraci 80 ml vody (slepém stanovení) [ml].

Procentuální obsah alkality ve vzorku se pak stanoví pomocí vztahu:

$$\% \text{ alkality (jako NaOH)} = \frac{(V_2 - V_1) \times \text{Faktor} \times 0,400}{W_1} \quad (42)$$

kde	$V_1$	je	objem roztoku kyseliny sírové spotřebovaného při titraci 200 ml destilované vody (slepém pokusu) [ml],
	$V_2$	-	objem roztoku kyseliny sírové spotřebovaného při titraci vzorku AN [ml],
	$\text{Faktor}$	-	korekce nominální hodnoty koncentrace na skutečnou molaritu roztoku kyseliny sírové – viz rovnice (41),
	$W_1$	-	navážka vzorku [g],
	0,400	-	molekulová hmotnost kyseliny sírové (40,00) × nominální molární koncentrace roztoku kyseliny sírové (0,05) × konverzní faktor pro převod molů kyseliny sírové na moly NaOH (2) × konverzní faktor pro převod litrů na mililitry (0,001) × převod na procenta (100).

### **8.3.9 Stanovení obsahu dusitanů, síranů a chloridů (metoda iontové chromatografie)**

#### **8.3.9.1 Princip metody**

Kvantitativní analýza dusitanů, síranů a chloridů se provádí současně pomocí iontové chromatografie s vodivostní detekcí. Mohou se rovněž použít jiné metody (např. chromatografie iontových párů, kapilární elektroforéza, přímá potenciometrie nebo titrace s iontově selektivními elektrodami), pokud vykazují odpovídající přesnost.

#### **8.3.9.2 Přístroje a zařízení**

Analytické váhy.

Iontový chromatograf:

- Kolona IonPac AS10 nebo srovnatelná.
- Supresor AMMS-II nebo srovnatelný.
- Vodivostní nebo srovnatelný detektor.
- Injekční dávkovač (loop) 50  $\mu$ l.
- Průtok 1 ml/min.

Odměrná baňka o objemu 1 000 ml.

Odměrná baňka o objemu 100 ml.

Pipeta o objemu 10 ml.

Pipeta o objemu 200  $\mu$ l.

#### **8.3.9.3 Chemikálie a činidla**

Destilovaná voda, čistoty p.a. (na ředění).

Eluční činidlo: 0,1M vodný roztok hydroxidu sodného, čistoty p.a.

Standardní zásobní roztok 1: standardní dusitanový roztok (dusitanu sodného ve vodě) o koncentraci 1000 mg/l, čistoty p.a.

Standardní zásobní roztok 2: standardní síranový roztok (síranu sodného ve vodě) o koncentraci 1000 mg/l, čistoty p.a.

Standardní zásobní roztok 3: standardní chloridový roztok (chloridu sodného ve vodě) o koncentraci 1000 mg/l, čistoty p.a.

Zásobní vodný roztok vzorku dusičnanu amonného o koncentraci 13 g/l.

#### **8.3.9.4 Postup zkoušky**

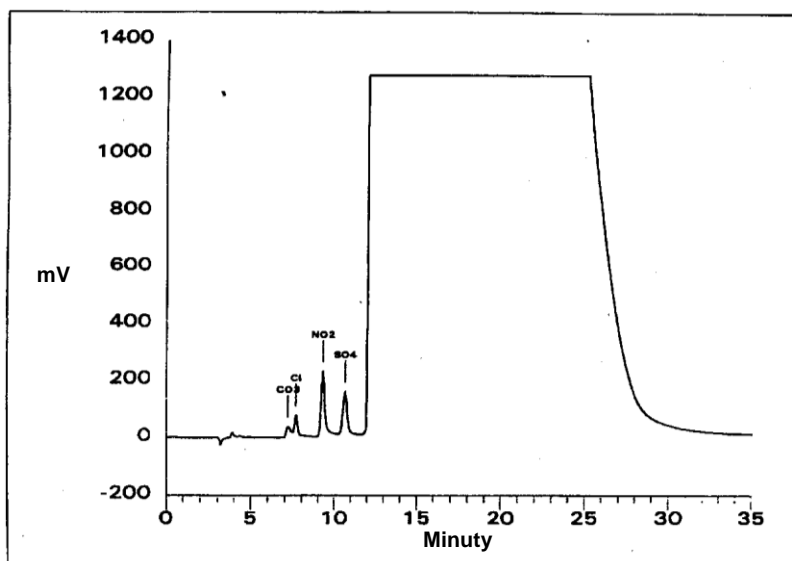
Z každého zásobního roztoku standardu se odebere 100  $\mu$ l do 1 000ml odměrné baňky a doplní se vodou po rysku (naředění 1 : 10 000). Obdobným způsobem se připraví roztoky s 200  $\mu$ l a 300  $\mu$ l zásobních roztoků standardu.

Provede se stanovení retenčního času a plochy píku pro všechny různě naředěné standardní roztoky. Postup se opakuje dvakrát. Zjištěné plochy píků se nesmí lišit o více než 10 % od střední hodnoty plochy, jinak se musí celé měření opakovat.

Zásobní roztok vzorku se naředí v poměru 1 : 10 a provede se měření stejným způsobem jako v případě standardů. Příklad chromatogramu roztoku kyseliny



dusičné (o 37 hm. %, zředěné v poměru 1 : 100) obsahující dusitany, chloridy a sírany je znázorněn na obrázku 2.



**OBRÁZEK 2 – Chromatogram zředěné kyseliny dusičné obsahující dusitany, chloridy a 0,012 % síranů**

#### 8.3.9.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Software chromatografu porovná velikost střední plochy píku aniontového standardu s odpovídající plochou píku vzorku a vypočítá procentuální obsah dusitanů, síranů a chloridů.

Pro uvádění procentuálního obsahu dusitanů, síranů a chloridů formou odpovídajících amonných solí musí být provedeny následující opravy:

$$\% \text{ dusitanu amonného} = \% \text{ dusitanů} \times \frac{64,044}{46,006} \quad (43)$$

kde 64,044 je molekulová hmotnost dusitanu amonného [g/mol],  
46,006 - molekulová hmotnost dusitanového iontu [g/mol].

$$\% \text{ síranu amonného} = \% \text{ síranů} \times \frac{132,14}{95,058} \quad (44)$$

kde 132,14 je molekulová hmotnost síranu amonného [g/mol],  
95,058 - molekulová hmotnost síranového iontu [g/mol].

$$\% \text{ chloridu amonného} = \% \text{ chloridů} \times \frac{53,492}{35,453} \quad (45)$$

kde 53,492 je molekulová hmotnost chloridu amonného [g/mol],  
35,453 - molekulová hmotnost chloridového iontu [g/mol].

### **8.3.10 Stanovení obsahu dusitanů (kolorimetrická metoda)**

#### **8.3.10.1 Princip metody**

Kolorimetrická metoda stanovení obsahu dusitanů je založena na jejich reakci s kyselinou sírovou a m-fenylendiaminem za vzniku žlutohnědého roztoku. Intenzita zabarvení roztoku je porovnána se standardním roztokem o známé koncentraci dusitanů (většinou specifikované odběratelem). Porovnání se provede vizuálně nebo pomocí spektrofotometru.

#### **8.3.10.2 Přístroje a zařízení**

Odměrná baňka o objemu 100 ml.

Pipeta o objemu 1 ml.

Pipeta o objemu 2 ml.

Analytické váhy.

Kádinka o objemu 50 ml.

Odměrný válec o objemu 50 ml.

#### **8.3.10.3 Chemikálie a činidla**

Destilovaná voda, čistoty p.a.

Vodný roztok kyseliny sírové o koncentraci 10 hm. %, čistoty p.a.

Vodný roztok m-fenylendiaminu o koncentraci 0,5 hm. %, čistoty p.a.

Vodný roztok dusitanu sodného, čistoty p.a., koncentrace podle specifikace odběratele (koncentrace 0,1360 g/l odpovídá 0,01 % obsahu dusitanů).

#### **8.3.10.4 Postup zkoušky**

Připraví se zkušební roztok obsahující 1 g vzorku rozpuštěného ve 20 ml vody, 1 ml kyseliny sírové a 1 ml roztoku m-fenylendiaminu.

Dále se připraví porovnávací roztok obsahující 19 ml vody, 1 ml roztoku dusitanu sodného, 1 ml 10% roztoku kyseliny sírové a 1 ml roztoku m-fenylendiaminu. Porovnává se zabarvení zkušebního a srovnávacího roztoku.

#### **8.3.10.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky**

Jestliže je zabarvení prvního zkušebního roztoku méně intenzivní než roztoku porovnávacího, je obsah dusitanů nižší než maximální hodnota specifikovaná odběratelem. Jestliže je zabarvení intenzivnější, pak koncentrace dusitanů překračuje předepsanou mez.

### **8.3.11 Stanovení obsahu chloridů (gravimetrická metoda)**

Tato gravimetrická metoda se má použít pouze v případě, pokud není k dispozici žádná jiná metoda (iontová chromatografie, titrace s iontově selektivními elektrodami). Množství vzorku pro tuto metodu stanovení je velmi vysoké – maximální povolený obsah chloridu amonného ve 100 g vzorku AN je 20 mg.

#### **8.3.11.1 Princip metody**

Rozpuštěné chloridy reagují se stříbrnými ionty v prostředí kyseliny dusičné za vzniku sraženiny chloridu stříbrného, který se stanoví gravimetricky.

### 8.3.11.2 Přístroje a zařízení

Analytické váhy.

Filtrační kelímeček s fritou D4 (nová klasifikace P16 dle ISO 4793) o velikosti pórů 10 µm až 16 µm.

Filtrační baňka s nástavcem.

Exsikátor.

Odměrná baňka o objemu 250 ml.

Kádinka o objemu 400 ml.

Pipeta o objemu 100 ml.

Laboratorní sušárna.

### 8.3.11.3 Chemikálie a činidla

Destilovaná voda, čistoty p.a.

Vodný 0,1M roztok dusičnanu stříbrného, čistoty p.a.

Vodný 2M roztok kyseliny dusičné, čistoty p.a.

### 8.3.11.4 Postup zkoušky

Filtrační kelímeček se vysuší 1 hodinu v sušárně při 120 °C a nechá se vychladnout v exsikátoru. Poté se zváží s přesností na 0,000 1 g (hmotnost  $W_2$ ).

Do předem zvážené odměrné baňky se naváží přibližně 100 g vzorku AN s přesností na 0,000 1 g (hmotnost  $W_1$ ), rozpustí se v destilované vodě a doplní vodou po rysku. Podíl roztoku o velikosti 100 ml se odpipetuje do kádinky, přidá se několik kapek kyseliny dusičné, aby hodnota pH roztoku byla 2 až 2,5 a po kapkách se přidá 10 ml roztoku dusičnanu stříbrného. Vzhledem k tomu, že sraženina chloridu stříbrného je citlivá na světlo, je nutno provést filtraci co nejrychleji. Filtrační kelímeček se sraženinou chloridu stříbrného se přesuší za stejných podmínek jako prázdný kelímeček a zváží se (hmotnost  $W_3$ ).

### 8.3.11.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah chloridů ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ chloridů} = \frac{0,3732 \times 100 \times (W_3 - W_2) \times 2,5}{W_1} \quad (46)$$

kde	$W_1$	je	navážka vzorku [g],
	$W_2$	-	hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],
	$W_3$	-	hmotnost filtračního kelímku se sraženinou [g],
	0,3732	-	poměr molekulových hmotností chloridu amonného a chloridu stříbrného [1],
	2,5	-	poměr objemu roztoku vzorku AN a podílu tohoto roztoku odebraného ke zkoušce [1].

### 8.3.12 Stanovení rozdělení velikosti částic (metoda LALLS)

#### 8.3.12.1 Princip metody

Metoda je založena na různém rozptylu laserového paprsku při průchodu přes suspenzi částic. Úhel rozptylu paprsku závisí především na velikosti částic.

### 8.3.12.2 Přístroje a zařízení

LALLS spektrometr (např. Malvern MasterSizer) včetně kyvety a disperzní jednotky Spatula.

### 8.3.12.3 Chemikálie a činidla

Disperzní činidlo.

### 8.3.12.4 Postup zkoušky

Podle předpokládaného rozdělení velikosti částic se vybere příslušné optické vybavení. Do disperzní jednotky se nalije disperzní činidlo a nechá se cirkulovat. Proveďte nastavení přístroje a měření pozadí. Do disperzní jednotky se poté vloží malé množství vzorku. Hodnoty zastínění (ztemnění) musí být mezi 0,1 až 0,3. Poté se zahájí měření vzorku.

### 8.3.12.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Software spektrometru vypočítá rozdělení velikosti částic na základě rozdělení intenzity laserového paprsku. Měření je možno stanovit početní rozdělení, rozdělení dle délek, povrchů a objemů. Jako výsledek má být uvedeno rozdělení velikosti částic vztahených na jejich objem. V protokolu musí být rovněž popsán typ LALLS spektrometru, disperzního činidla, optické jednotky a rychlost míchadla disperzní jednotky.

## 8.3.13 Stanovení rozdělení velikosti částic (sítová analýza)

### 8.3.13.1 Princip metody

Částice jsou rozděleny do kategorií pouze na základě své velikosti. Zkouška se provádí na sadě sít, která jsou naskládána na sobě. Síto s největšími otvory je nahoře, síto s nejmenšími otvory dole. Síta jsou uložena ve vibračním (prosévacím) přístroji. Prosévání se provádí tak dlouho, dokud není prosévání jednotlivých frakcí dokončeno. Frakce na každém síti se zváží.

### 8.3.13.2 Přístroje a zařízení

Prosévací přístroj.

Síta.

Kopist.

Analytické váhy.

### 8.3.13.3 Chemikálie a činidla

Saze k zamezení ulpívání a spékání částic (alternativně se může použít fosforečnan vápenatý).

### 8.3.13.4 Postup zkoušky

Všetchna prázdná síta se zváží (hmotnosti  $W_{1i}$ , kde  $i=1, 2, \dots, n$  pro sadu  $n$  sít včetně misky pod spodním sítem). Na horní síto se s přesností na 0,1 g naváží cca 30 g vzorku (hmotnost  $W_2$ ). Síta se vloží do prosévacího přístroje, zajistí se a spustí se vibrační program. Po ukončení vibrací se síta opět zváží (hmotnosti  $W_{3i}$ ).

### 8.3.13.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Celková hmotnost zpracovaného vzorku  $W_4$  [g] se stanoví ze vztahu:

$$W_4 = \sum_{i=1}^n (W_{3i} - W_{1i}) \quad (47)$$

kde  $W_{1i}$  je hmotnost prázdného  $i$ -tého síta [g],  
 $W_{3i}$  - hmotnost  $i$ -tého síta se zbytkem po prosévání [g].

V protokolu se uvede procentuální množství vzorku, které zůstane na každém sítu, společně s velikostí ok síta:

$$\% \text{ zadrženého vzorku na } i\text{-tém sítě } (m_i) = \frac{(W_{3i} - W_{1i}) \times 100}{W_4} \quad (48)$$

kde  $W_{1i}$  je hmotnost prázdného  $i$ -tého síta [g],  
 $W_{3i}$  - hmotnost  $i$ -tého síta se zbytkem po prosévání [g],  
 $W_4$  - celková hmotnost zpracovaného vzorku – viz rovnice (47) [g],  
 $m_i$  - velikost ok  $i$ -tého síta [ $\mu\text{m.}$ ]

### 8.3.14 Stanovení fázových přechodů/přeměn (metoda DTA/DSC)

#### 8.3.14.1 Princip metody

Diferenciální termickou analýzou (DTA) a diferenciální snímací kalorimetrií (DSC) se měří teplotní rozdíly v průběhu zahřívání a chlazení vzorku vzhledem k tepelně inertním materiálům. Křivka DTA/DSC zaznamenává tyto rozdíly během reakcí ve vzorku a ukazuje tepelné efekty jako odchylky od nulové linie. Podle toho, zda chemická reakce nebo fázový přechod teplo spotřebovává (endotermická reakce) nebo uvolňuje (exotermická reakce), se mění tvar křivky vzhledem k nulové (základní) linii.

#### 8.3.14.2 Přístroje a zařízení

Analytické váhy.

Malá kopist.

Hliníkový kelímek, otevřený nebo uzavřený perforovaným víčkem.

Přístroj pro DTA nebo DSC.

#### 8.3.14.3 Chemikálie a činidla

Alfa forma oxidu hlinitého ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) jako referenční materiál.

#### 8.3.14.4 Postup zkoušky

Do hliníkového kelímku se s přesností na 0,1 mg naváží 10 mg až 20 mg (pro DTA) nebo 3 mg až 5 mg (pro DSC) homogenizovaného vzorku. Kelímek se vloží do přístroje a provede se zkouška za těchto podmínek:

Počáteční teplota:  $\leq -50$  °C.

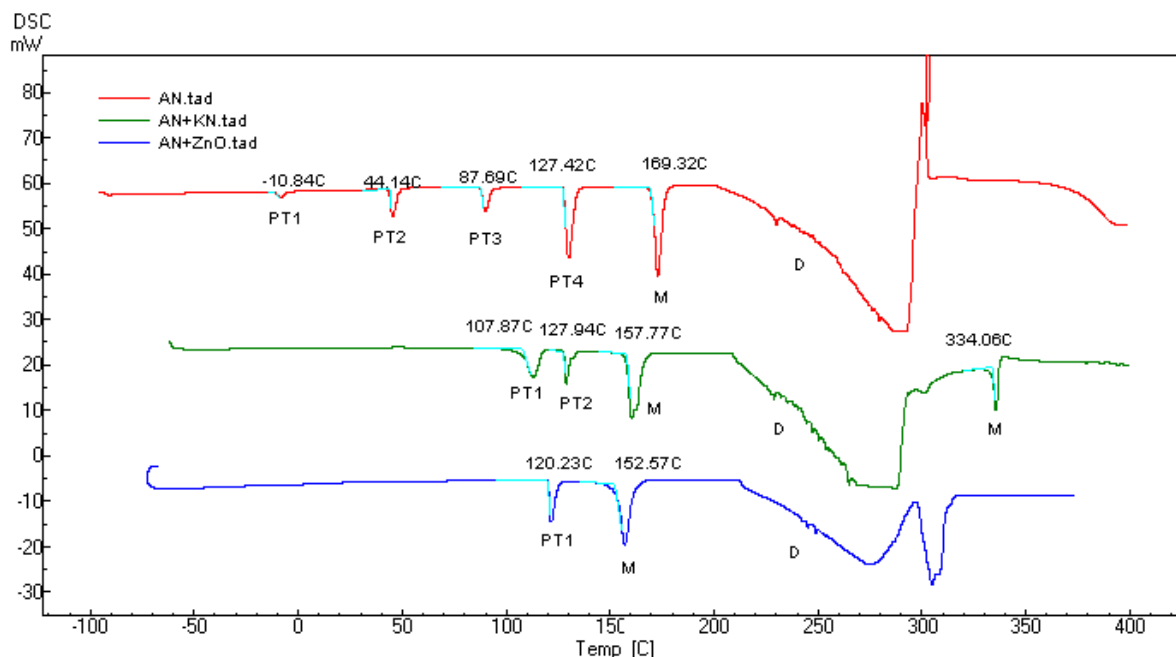
Rychlost ohřevu: 5 °C/min.

Prostředí: suchý vzduch, průtok 30 ml/min až 50 ml/min.

Konečná teplota: 400 °C.

Pro dosažení jasné nulové linie je možno použít jako referenční materiál  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

Originální DSC křivky AN a PSAN (fázově stabilizovaného AN) s teplotami fázového přechodu a tání těchto dvou látek jsou znázorněny na obrázku 3.



**OBRÁZEK 3 – DSC křivky čistého AN (horní křivka) a dvou různých typů PSAN**

Teplota fázového přechodu *PT2* čistého AN závisí na obsahu vlhkosti a může se pohybovat od 30 °C do 50 °C.

#### 8.3.14.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Fázový přechod (*PT*) a tání (*M*) čistého AN nebo PSAN mají být v protokolu charakterizovány teplotou onsetu  $T_m$  (viz ČOS 137601, články 6.1 a 6.2). Tato teplota se stanoví jako průsečík prodloužené nulové linie a ohybové (obratové) tečny v místě píku. Druhý fázový přechod AN (*PT2*) se někdy neprojeví. PSAN je charakterizován absencí některých fázových přechodů nebo jejich posunutím mimo určený teplotní rozsah.

(VOLNÁ STRANA)

Účinnost českého obranného standardu od: **2. června 2017**

Změny:

Změna číslo	Účinnost od	Změnu zapracoval	Datum zapracování	Poznámka
1	14. 1. 2019	Úř OSK SOJ/ odbor obranné standardizace	14. 1. 2019	

**Upozornění:** Oznámení o českých obranných standardech jsou uveřejňována měsíčně ve Věstníku Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví v oddíle „Ostatní oznámení“ a Věstníku MO.

V případě zjištění nesrovnalostí v textu tohoto ČOS zasílejte připomínky na adresu distributora.

---

Rok vydání: 2019, obsahuje 24 listů  
Tisk: Ministerstvo obrany ČR  
Distribuce: Odbor obranné standardizace Úř OSK SOJ, nám. Svobody 471, 160 01 Praha 6  
Vydal: Úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a státní ověřování jakosti  
[www.oos.army.cz](http://www.oos.army.cz)  
**NEPRODEJNÉ**

---