



ČESKÝ OBRANNÝ STANDARD

137608 1. vydání	SUROVINY K VÝROBĚ VOJENSKÝCH VÝBUŠNIN IV. HEXOGEN, TRITOL, OKTOGEN A PENTRIT
----------------------------	---

ZAVÁDÍ	STANAG 4022, Ed. 4 EXPLOSIVES, SPECIFICATION FOR RDX (HEXOGENE) Technické podmínky výbušniny hexogenu (RDX) STANAG 4023, Ed. 5 EXPLOSIVES, SPECIFICATION FOR PENTHRITE (PETN) Technické podmínky výbušniny pentrit (PETN) STANAG 4025, Ed. 3 SPECIFICATION FOR TNT (TOLITE) FOR DELIVERIES FROM ONE NATO NATION TO ANOTHER Technické podmínky výbušniny tritolu (TNT) pro dodávky mezi členskými státy NATO STANAG 4284, Ed. 1 HMX (OCTOGENE), PHYSICAL AND CHEMICAL REQUIREMENTS, SPECIFICATION FOR DELIVERIES FROM ONE NATO NATION TO ANOTHER Technické podmínky výbušniny oktogenu (HMX) pro dodávky mezi členskými státy NATO
NAHRAZUJE	Tento standard nahrazuje kapitoly 7, 8, 11 a 16 v ČOS 137602, 3. vydání, Oprava 2

(VOLNÁ STRANA)

ČESKÝ OBRANNÝ STANDARD

SUROVINY K VÝROBĚ VOJENSKÝCH VÝBUŠNIN IV. HEXOGEN, TRITOL, OKTOGEN A PENTRIT

Základem pro tvorbu tohoto standardu byly originály následujících dokumentů:

STANAG 4022, Ed. 4	EXPLOSIVES, SPECIFICATION FOR RDX (HEXOGENE) Technické podmínky výbušniny hexogenu (RDX)
STANAG 4023, Ed. 5	EXPLOSIVES, SPECIFICATION FOR PENTHRITE (PETN) Technické podmínky výbušniny pentrit (PETN)
STANAG 4025, Ed. 3	SPECIFICATION FOR TNT (TOLITE) FOR DELIVERIES FROM ONE NATO NATION TO ANOTHER Technické podmínky výbušniny tritolu (TNT) pro dodávky mezi členskými státy NATO
STANAG 4284, Ed. 1	HMX (OCTOGENE), PHYSICAL AND CHEMICAL REQUIREMENTS, SPECIFICATION FOR DELIVERIES FROM ONE NATO NATION TO ANOTHER Technické podmínky výbušniny oktogenu (HMX) pro dodávky mezi členskými státy NATO

© Úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a státní ověřování jakosti

Praha 2020

OBSAH

	Strana
1 Předmět standardu	5
2 Nahrazení standardů (norem).....	5
3 Související dokumenty	5
4 Zpracovatel ČOS	5
5 Použité zkratky, značky a definice	5
5.1 Zkratky a značky	5
5.2 Definice	6
6 Hexogen	6
6.1 Všeobecné požadavky	6
6.2 Požadavky na kvalitu	7
6.3 Metody zkoušení	8
7 Tritol.....	20
7.1 Všeobecné požadavky	20
7.2 Požadavky na kvalitu	21
7.3 Metody zkoušení	22
8 Oktogen	30
8.1 Všeobecné požadavky	30
8.2 Požadavky na kvalitu	30
8.3 Metody zkoušení	32
9 Pentrit	53
9.1 Všeobecné požadavky	53
9.2 Požadavky na kvalitu	53
9.3 Metody zkoušení	54

1 Předmět standardu

ČOS 137608, 1. vydání, zavádí STANAG 4022, Ed. 4, STANAG 4023, Ed. 5, STANAG 4025, Ed. 3 a STANAG 4284, Ed. 1 do prostředí ČR. Standard stanovuje kvalitativní požadavky na výbušniny hexogen, oktogen, tritol a pentrit, určené pro dodávky mezi členskými státy NATO a uvádí jednotné metody zkoušek pro hodnocení jejich kvality.

2 Nahrazení standardů (norem)

Tento standard nahrazuje kapitoly 7, 8, 11 a 16 v ČOS 137602, 3. vydání, Oprava 2.

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).

ČOS 137601	– ORGANIZACE A METODY SCHVALOVÁNÍ ZPŮSOBILOSTI VÝBUŠNIN PRO VOJENSKÉ ÚČELY
ČSN ISO 3310-1	– ZKUŠEBNÍ SÍTA – TECHNICKÉ POŽADAVKY A ZKOUŠENÍ – ČÁST 1: ZKUŠEBNÍ SÍTA Z KOVOVÉ TKANINY
MIL-STD-650	– EXPLOSIVE: SAMPLING, INSPECTION AND TESTING Vzorkování, kontrola a zkoušení výbušnin
STANAG 4556	– EXPLOSIVES: VACUUM STABILITY TEST Vakuový stabilitní test pro výbušniny

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
ČOS		Český obranný standard
ČR		Česká republika
DAD	Diode-Array Detector	detektor s diodovým polem
DSC	Differential Scanning Calorimetry	diferenciální snímací kalorimetrie
HMX		Oktogen (cyklotetrametylentetranitramin)
HPLC	High-Performance Liquid Chromatography	vysokoučinná kapalinová chromatografie

Zkratka	Název v originálu	Český název
IČ		infračervený
LALLS	Low Angle Laser Light Scattering	rozptyl laserového paprsku při malém úhlu, laserová difrakce
meq		miliequivalent
MIL-STD	Military Standard	vojenský standard USA
NATO	North Atlantic Treaty Organization	Organizace Severoatlantické smlouvy
p.a.		pro analýzu
PETN		Pentrit, pentaerythritoltetranitrát
RDX		Hexogen, cyklotrimetylentrinitramin
STANAG	NATO Standardization Agreement	Standardizační dohoda NATO
TNT		Tritol, trinitrotoluen
UV	Ultraviolet	ultrafialový
UV/VIS	Ultraviolet/Visible	ultrafialová/viditelná oblast spektra
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 Při kontinuálním způsobu výroby je výrobní série tvořena celkovým množstvím produktu nabízeným/předkládaným k převzetí v danou dobu. Při diskontinuální výrobě může být výrobní série tvořena množstvím produktu, buď vyrobeným v jedné šarži, nebo vzniklým homogenizací několika šarží vyrobených jedním výrobcem za stejných provozních podmínek.

6 Hexogen

6.1 Všeobecné požadavky

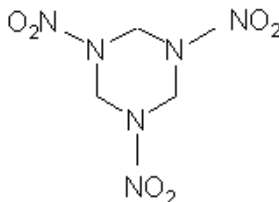
Účelem této kapitoly je stanovit takové požadavky na vlastnosti hexogenu (RDX, cyklotrimetylentrinitraminu), které zajistí jeho použitelnost pro vojenské účely, a zároveň tak poskytnout vhodnou základnu pro jeho dodávky a certifikaci v rámci NATO.

Hexogen je určen pro použití ve střelivnách a především jako trhavina.

Hexogen, určený pro vojenské účely, musí splňovat kvalitativní požadavky uvedené v čl. 6.2 tohoto standardu, které jsou stanovovány postupy uvedenými v čl. 6.3. V protokolu o zkouškách musí být uvedeny výsledky zkoušek a použité metody zkoušení (vzorový protokol lze nalézt ve STANAG 4022, Annex C).

V průběhu zpracování a zkoušení hexogenu a při manipulaci s ním musí být dodržována bezpečnostní opatření k ochraně osob před úrazem, požárem nebo výbuchem a k zamezení škod na zařízení a výrobních prostorech.

Strukturní vzorec hexogenu je uveden na obrázku 1.



OBRÁZEK 1 – Strukturní vzorec hexogenu

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.

6.2 Požadavky na kvalitu

Na základě výrobního procesu jsou definovány dva typy hexogenu:

- Typ A – vyrobený s použitím kyseliny dusičné.
- Typ B – vyrobený s použitím acetanhydridu.

Každý nový nebo modifikovaný výrobní proces musí být zaznamenán a údaje o něm musí být na vyžádání poskytnuty v dohodnutém rozsahu odběrateli. Takto vyrobený hexogen lze předat odběrateli až po odsouhlasení změn z jeho strany.

Hexogen musí mít formu bílého krystalického prášku, bez jakékoli zjevné barevné nesourodosti nebo viditelných cizorodých látek. Na vyžádání odběratele musí být poskytnuty mikrofotografie zobrazující tvar a povrch krystalů.

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

Pro účely zkoušek se z každé výrobní série náhodně odebere reprezentativní vzorek o hmotnosti minimálně 200 g postupem odsouhlaseným odběratelem.

Hexogen Typ B je velmi heterogenní materiál s nečistotami oktogenu (HMX) přítomnými v poměrně značném množství ve formě relativně jemných krystalků. Typ A je rovněž heterogenní, ale problém není tak závažný z důvodu nižší koncentrace HMX.

Velká pozornost musí být věnována zajištění reprezentativnosti vzorků odebíraných pro analýzu.

Pokud je vzorek vlhký, musí se přesušit v tenké vrstvě při $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$ do konstantní hmotnosti.

TABULKA 1 – Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti hexogenu

Vlastnost	Požadovaná hodnota		Metoda zkoušení (viz čl.)
	Typ A	Typ B	
Obsah HMX [hm. %]	max. 1	max. 17 min. 4	6.3.1
Obsah RDX + HMX [hm. %]	min. 99	min. 99	6.3.2
Bod tání [°C]	min. 200	min. 187	6.3.3
Obsah látek nerozpustných v acetonu [%]	max. 0,05	max. 0,05	6.3.4
Obsah anorganických látek (popela) [%]	max. 0,03	max. 0,03	6.3.5
Kyselost [%] • kvalitativní třída 1 (pro rozbušky) • kvalitativní třída 1A (pro jiné použití)	(jako HNO ₃) max. 0,01 max. 0,05	(jako CH ₃ COOH) max. 0,01 max. 0,02	6.3.6
Obsah pískovitých částic • zbytek na síti o velikosti ok 0,25 mm • zbytek na síti o velikosti ok 0,42 mm	max. 5 částic / 50 g 0 částic / 50 g	max. 5 částic / 50 g 0 částic / 50 g	6.3.7
Citlivost k nárazu	viz čl. 6.3.8	viz čl. 6.3.8	6.3.8
Vakuový stabilitní test při 120 °C po dobu 24 hodin ^{a)} [ml/g]	< 0,25	< 0,25	6.3.9
Zrnitost	dle požadavků odběratele	dle požadavků odběratele	6.3.10

^{a)} Od požadavku na provedení vakuového stabilitního testu může být na základě rozhodnutí odběratele upuštěno. Zkouška se nevyžaduje v případě, kdy je RDX součástí kompozice (směsné trhavin) při splnění podmínky, že u finální kompozice je zkouška za stanovených kritérií povinná.

6.3 Metody zkoušení

6.3.1 Stanovení obsahu oktogenu v hexogenu (metoda HPLC)

Podmínky metody HPLC se liší v závislosti na tom, zda zkoušený vzorek RDX je Typ A nebo Typ B. Z důvodu značné velikosti vzorku potřebné pro měření nízkých úrovní přítomnosti HMX není níže popsána metoda vhodná pro přímou kvantifikaci RDX.

6.3.1.1 Chemikálie a činidla

Rozpouštědla (např. acetonitril, aceton, metanol, voda), o čistotě pro HPLC.

HMX vhodný k použití jako základní analytický standard, o čistotě větší než 99,5 %. Může být připraven opakovanou rekrytalizací průmyslově vyráběného HMX (přednostně Typ III) z acetonitrilu. Celková plocha píků nečistot absorbujících v UV oblasti v kalibračním standardu HMX nesmí překročit 0,5 % plochy píku HMX při vlnové délce 230 nm (bez plochy píku rozpouštědla).

RDX vhodný k použití jako základní analytický standard, o čistotě větší než 99,5 %. Může být připraven opakovanou rekrytalizací průmyslově vyráběného RDX (přednostně Typ A) z acetonitrilu. Celková plocha píků nečistot absorbujících v UV oblasti v kalibračním standardu RDX nesmí překročit 0,5 % plochy píku RDX při vlnové délce 230 nm (bez plochy píku rozpouštědla).

Vhodný vnitřní standard (např. dietylftalát nebo etylcentralit), o čistotě p.a.

6.3.1.2 Přístroje a zařízení

HPLC chromatograf s dávkovací smyčkou vhodné velikosti (např. 5 µl), detekčním systémem vybaveným UV detektorem a integrátorem nebo počítačovým systémem sběru dat.

Analytická kolona, jako je např. RESTEK Ultra Cyano (CN) s velikostí částic 5 µm, vnitřním průměrem 4,6 mm a délkou 250 mm, nebo ekvivalentní.

Skleněné odměrné baňky třídy A o velikosti 10 ml, 25 ml a 100 ml. Pro vynechání kroku ředění při přípravě vzorku jsou povoleny odměrné baňky o větším objemu.

Analytické váhy.

6.3.1.3 Vzorové podmínky HPLC

Níže uvedené parametry představují jedno možné přístrojové uspořádání, které bylo ověřeno v praxi. Mohou být použity i jiné podmínky, musí však být dosaženo oddělení píků rozpouštědla, vnitřního standardu, HMX a RDX na základní (nulové) linii.

Eluční činidlo:	acetonitril/voda/metanol 30/60/10 (objemově).
Rychlost průtoku:	1,0 ml/min.
Objem nástřiku:	5 µl.
Vlnová délka UV detektoru:	230 nm nebo 254 nm.
Ohřev kolony:	30 °C.

6.3.1.4 Příprava kalibračních standardů RDX/HMX

Musí se připravit tři nebo více kalibračních standardů překlenujících předpokládaný rozsah koncentrací RDX/HMX ve vzorku. Pro vzorky RDX Typ A, připravené v souladu s níže uvedeným postupem, se doporučují koncentrace přibližně odpovídající údajům uvedeným v tabulce 2 a pro vzorky RDX Typ B koncentrace uvedené v tabulce 3.

TABULKA 2 – Složení standardů RDX/HMX pro RDX Typ A

RDX		HMX	
Koncentrace [mg/ml]	Hmotnost [g] v 25 ml	Koncentrace [mg/ml]	Objem zásobního roztoku HMX [ml] v 25 ml
5,2	0,130	0,005	0,250
5,0	0,125	0,020	1,0
4,8	0,120	0,100	5,0

TABULKA 3 – Složení standardů RDX/HMX pro RDX Typ B

RDX			HMX	
Koncentrac e [mg/ml]	Hmotnost [g] v 25 ml	Objem zásobního roztoku RDX [ml] ve 100 ml	Koncentrace [mg/ml]	Objem zásobního roztoku HMX [ml] ve 100 ml
0,55	0,055	11	0,005	1
0,47	0,047	9	0,025	5
0,40	0,040	8	0,100	20

Zásobní standardní roztok HMX se připraví tak, že do 100ml odměrné baňky se s přesností na 0,1 mg naváží přibližně 50 mg HMX a 50 mg vnitřního standardu, vše se rozpustí v acetonitrilu, doplní se dalším acetonitrem po rysku a dobře promíchá.

Jednotlivé kalibrační standardy se připraví vložením příslušného množství RDX a HMX do 25ml odměrné baňky u standardů pro Typ A a 100ml odměrné baňky u standardů pro Typ B. RDX je možno do baňky buď přímo navážit, nebo převést postupným ředěním zásobního roztoku. Z důvodu nízkých koncentrací HMX se dává přednost postupnému ředění.

Do každé baňky se přidá přibližně 10 ml až 15 ml acetonitrilu a míchá se až do úplného rozpuštění RDX a do rovnoměrného promíchání roztoku. K tomu je možno využít ultrazvukovou lázeň. Před doplněním na konečný objem je však třeba vzorky nechat vychladit na teplotu okolí.

Odměrné baňky se doplní po rysku acetonitrem.

6.3.1.5 Příprava vzorků

Do čisté 100ml odměrné baňky se s přesností na 0,1 mg naváží přibližně 500 mg suchého vzorku. Do téže odměrné baňky se s přesností na 0,1 mg naváží přibližně 50 mg vnitřního standardu. Každý vzorek se připraví trojmo.

Přidá se přibližně 60 ml až 75 ml acetonitrilu a míchá se až do úplného rozpuštění vzorku a do rovnoměrného promíchání roztoku. K tomu je možno využít ultrazvukovou lázeň. Před doplněním na konečný objem je však třeba vzorky nechat vychladit na teplotu okolí.

Odměrná baňka se doplní po rysku acetonitrem.

Před vložením do chromatografu se vzorek přefiltruje přes filtr s velikostí otvorů 0,45 μ m.

U RDX Typ B se přenesou 1 ml přefiltrovaného roztoku do čisté 10ml odměrné baňky a doplní se po rysku acetonitrem. Před vlastní analýzou musí být vzorek rovnoměrně promíchán.

6.3.1.6 Postup zkoušky

Do chromatografu se pomocí injekční stříkačky nebo automatického vzorkovače předloží roztoky standardu a vzorku – doporučuje se objem nástřiku 5 μ l. Všechny nástřiky musí být realizovány za stejných provozních podmínek. Pro zajištění reprodukovatelnosti u chromatografického systému se musí provést dostatečný počet

nástřiků každého roztoku. Pro pracovní kalibrační standardy a vzorky se doporučují nejméně dva nástřiky. Před měřením a po měření vzorků s intervalem mezi kalibrací a verifikací nepřesahujícím šest hodin se má provést srovnávací analýza kontrolního kalibračního standardu.

V souladu s návodem k použití se spustí chromatografický systém za podmínek uvedených v čl. 6.3.1.3. Chromatograf se nechá ustálit po dobu nejméně 10 min až 20 min nebo do okamžiku, kdy jsou výstupní údaje UV detektoru a průtok elučního činidla neměnné.

Po ustálení systému se dávkovací (vzorkovací) smyčka nástřikového systému naplní poměrnou částí vzorku nebo standardu a spustí se měření.

6.3.1.7 Výpočet odezvového faktoru pro HMX (RF_{HMX})

Za použití systému sběru dat se vypočítají plochy píků HMX a vnitřního standardu pro všechny nástřiky kalibračního standardu a vzorku a výsledky se zprůměrují. Výsledky se u jednotlivých nástřiků nemají vzájemně lišit o více než 1 %. Jestliže toto kritérium není splněno, vzorek má být vyřazen a pro analýzu se má připravit nový vzorek.

Odezvový faktor RF_{HMX} se stanoví ze vztahu:

$$RF_{HMX} = \frac{w_{H-C} \times A_{IS-C}}{w_{IS-C} \times A_{H-C}} \quad (1),$$

kde	w_{H-C}	-	hmotnost čistého HMX v kalibračním standardu [g],
	w_{IS-C}	-	hmotnost vnitřního standardu v kalibračním standardu [g],
	A_{H-C}	-	průměrná plocha píku HMX z nástřiků roztoku kalibračního standardu [mAU·min],
	A_{IS-C}	-	průměrná plocha píku vnitřního standardu z nástřiků roztoku kalibračního standardu [mAU·min].

6.3.1.8 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah HMX v každém vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ HMX} = \frac{A_H \times w_{IS} \times RF_{HMX}}{A_{IS} \times w} \times 100 \quad (2),$$

kde	RF_{HMX}	-	odezvový faktor pro HMX, viz rovnice (1) [1],
	A_H	-	průměrná plocha píku HMX z pěti nástřiků [mAU·min],
	A_{IS}	-	průměrná plocha píku vnitřního standardu z pěti nástřiků [mAU·min],
	w_{IS}	-	hmotnost vnitřního standardu [mg],
	w	-	navážka vzorku [mg].

Do protokolu se uvedou:

- chromatografické podmínky a výsledky analýz vzorků,
- procentuální obsahy HMX u každého ze tří připravených vzorků a jejich průměrná hodnota (na dvě desetinná místa).

6.3.2 Stanovení obsahu hexogenu (metoda HPLC)

6.3.2.1 Chemikálie a činidla

Rozpouštědla (např. acetonitril, aceton, metanol, voda), o čistotě pro HPLC.

RDX vhodný k použití jako základní analytický standard, o čistotě větší než 99,5 % (viz čl. 6.3.1.1).

Vhodný vnitřní standard (např. diethylftalát nebo etylcentralit), o čistotě p.a.

6.3.2.2 Přístroje a zařízení

HPLC chromatograf s dávkovací smyčkou vhodné velikosti (např. 5 µl), detekčním systémem vybaveným UV detektorem a integrátorem nebo počítačovým systémem sběru a zpracování.

Analytická kolona, jako je např. RESTEK Ultra Cyano (CN) s velikostí částic 5 µm, vnitřním průměrem 4,6 mm a délkou 250 mm, nebo ekvivalentní.

Skleněné odměrné baňky třídy A o velikosti 10 ml, 25 ml a 100 ml. Pro vynechání kroku ředění při přípravě vzorku jsou povoleny odměrné baňky o větším objemu.

Analytické váhy.

6.3.2.3 Vzorové podmínky HPLC

Analytické podmínky uvedené v čl. 6.3.1.3 jsou použitelné i pro tuto metodu.

6.3.2.4 Příprava kalibračních standardů RDX/HMX

Musí se připravit tři nebo více kalibračních standardů překlenujících předpokládaný rozsah koncentrací RDX ve vzorku. Jednotlivé kalibrační standardy se připraví vložением příslušného množství RDX do 100ml odměrné baňky, ke kterému se přidá stejné množství vnitřního standardu. Mohou se použít menší (může být nezbytné další zředění) nebo větší odměrné baňky za splnění podmínky, že nedojde ke snížení přesnosti či shodnosti operace navažování. Při větších navažkách se může použít ředění koncentrovanějších standardních roztoků.

Do každé baňky se přidá přibližně 10 ml až 15 ml acetonitrilu a míchá se až do úplného rozpuštění RDX a do rovnoměrného promíchání roztoku. K tomu je možno využít ultrazvukovou lázeň. Před doplněním na konečný objem je však třeba vzorky nechat vychladit na teplotu okolí.

Odměrné baňky se doplní po rysku acetonitrem.

U RDX Typ B mohou být získány procentuální obsahy RDX i HMX za podmínky, že kalibrační standardy obsahují obě látky v množstvích překlenujících předpokládané rozsahy koncentrací a je dosaženo dostatečné rozlišení píků. Výpočty odezvového faktoru RF_{HMX} a procentuálního obsahu HMX by se provedly analogicky k výpočtům u RDX.

Připraví se samostatný kontrolní kalibrační standard o koncentraci rovnající se přibližně střední koncentraci kalibračních standardů. Má obsahovat jak RDX, tak HMX, aby se zajistilo, že obě tyto látky budou dostatečně rozlišeny pro integraci píku RDX.

6.3.2.5 Příprava vzorků

Do čisté 100ml odměrné baňky se s přesností na 0,1 mg naváží přibližně 500 mg suchého RDX a 200 mg vnitřního standardu. Každý vzorek se připraví trojmo.

Přidá se přibližně 60 ml až 75 ml acetonitrilu a míchá se až do úplného rozpuštění vzorku a do rovnoměrného promíchání roztoku. K tomu je možno využít ultrazvukovou lázeň. Před doplněním na konečný objem je však třeba vzorky nechat vychladit na teplotu okolí.

Odměrná baňka se doplní po rysku acetonitrem.

Před vložením do chromatografu se vzorek přefiltruje přes filtr s velikostí otvorů 0,45 μ m.

Poté se přenese 1 ml přefiltrovaného roztoku do čisté 10ml odměrné baňky a doplní se po rysku acetonitrem. Před vlastní analýzou musí být vzorek rovnoměrně promíchán.

6.3.2.6 Postup zkoušky

Do chromatografu se pomocí injekční stříkačky nebo automatického vzorkovače předloží roztoky standardu a vzorku – doporučuje se objem nástřiku 5 μ l. Všechny nástřiky musí být realizovány za stejných provozních podmínek. Pro zajištění reprodukovatelnosti u chromatografického systému se musí provést dostatečný počet nástřiků každého roztoku. Pro pracovní kalibrační standardy a vzorky se doporučují nejméně dva nástřiky. Před měřením a po měření vzorků s intervalem mezi kalibrací a verifikací nepřesahujícím šest hodin se má provést srovnávací analýza kontrolního kalibračního standardu.

V souladu s návodem k použití se spustí chromatografický systém za podmínek uvedených v čl. 6.3.2.3. Chromatograf se nechá ustálit po dobu nejméně 10 min až 20 min nebo do okamžiku, kdy jsou výstupní údaje UV detektoru a průtok elučního činidla neměnné.

Po ustálení systému se dávkovací (vzorkovací) smyčka nástřikového systému naplní poměrnou částí vzorku nebo standardu a spustí se měření.

S využitím systému sběru a zpracování se vypočítají plochy píků získaných z chromatogramu pro RDX a vnitřní standard v kalibračních standardech a vzorcích.

6.3.2.7 Výpočet odezvového faktoru pro RDX (RF_{RDX})

Za použití systému sběru a zpracování se vypočítají plochy píků RDX a vnitřního standardu pro všechny nástřiky kalibračního standardu a vzorku a výsledky se zprůměrují. Výsledky se u jednotlivých nástřiků nemají vzájemně lišit o více než 1 %. Jestliže toto kritérium není splněno, vzorek má být vyřazen a pro analýzu se má připravit nový vzorek.

Odezvový faktor RF_{RDX} se stanoví ze vztahu:

$$RF_{RDX} = \frac{w_{R-C} \times A_{IS-C}}{w_{IS-C} \times A_{R-C}} \quad (3),$$

kde w_{R-C} - hmotnost čistého RDX v kalibračním standardu [g],
 w_{IS-C} - hmotnost vnitřního standardu v kalibračním standardu [g],

A_{R-C}	-	průměrná plocha píku RDX z nástřiků roztoku kalibračního standardu [mAU·min],
A_{IS-C}	-	průměrná plocha píku vnitřního standardu z nástřiků roztoku kalibračního standardu [mAU·min].

6.3.2.8 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah RDX v každém vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ RDX} = \frac{A_R \times w_{IS} \times RF_{RDX}}{A_{IS} \times w} \times 100 \quad (4), \text{kde}$$

kde	RF_{RDX}	-	odezvoový faktor pro RDX, viz rovnice (3) [1],
	A_R	-	plocha píku RDX, průměr z nástřiků [mAU·min],
	A_{IS}	-	plocha píku vnitřního standardu, průměr z nástřiků [mAU·min],
	w_{IS}	-	hmotnost vnitřního standardu [mg],
	w	-	navážka vzorku [mg].

Do protokolu se uvádí:

- chromatografické podmínky a výsledky analýz vzorků,
- procentuální obsahy RDX u každého ze tří připravených vzorků a jejich průměrná hodnota (na dvě desetinná místa),
- obsah RDX + HMX, který je součtem průměrných hodnot stanovení procentuálního obsahu RDX (viz bod b) výše) a HMX (viz bod b) v čl. 6.3.1.8).

6.3.3 Stanovení bodu tání

Bod tání RDX může být stanoven buď diferenciální snímací kalorimetrií (DSC) v kapilární trubičce, nebo ve Fischer-Johnsově přístroji s Kochlerovým blokem (nebo v ekvivalentním přístroji). Použitá metoda musí být uvedena v protokolu o zkoušce. Při použití DSC musí být přiložen i termogram.

6.3.3.1 Metoda DSC

6.3.3.1.1 Chemikálie a činidla

Inertní referenční materiál, který nesmí být v použitém teplotním rozsahu tepelně aktivní. Pro většinu aplikací se osvědčil Al_2O_3 . U novějších přístrojů s modifikovaným uspořádáním měřicí části může však být použit inertní referenční materiál kontrproduktivní – je třeba se řídit návodem k použití.

6.3.3.1.2 Přístroje a zařízení

Přístroj pro DSC s rychlostí ohřevu 5 °C/min a automatickým záznamem diferenciálního tepelného toku mezi vzorkem a referenčním materiálem s požadovanou citlivostí a shodností. Pro účely srovnání musí být jak pro kalibraci, tak pro analýzu použity stejné rychlosti ohřevu a podmínky prostředí.

Analytické váhy s přesností 0,01 mg.

Pouzdra na vzorky vyrobená z materiálu, který je nejen inertní k případnému výbuchu za podmínek zkoušky, ale má mít i vysokou tepelnou vodivost. Takovým vhodným materiálem je např. hliník, zlato nebo platina.

Zdroj (přívod) plynu pro proplachování. Průtok plynu má v průběhu zkoušky zůstat konstantní. Při nízkých teplotách se doporučuje použít helium, při vysokých (zhruba nad 100 °C) je vhodný dusík.

6.3.3.1.3 Postup zkoušky

Zařízení se zkalibruje v souladu s ČOS 137601, čl. 6.2 za stejných podmínek (typu držáku vzorku, rychlosti ohřevu, proplachovacího plynu a rychlostí jeho průtoku), jaké budou použity pro měření vzorku RDX.

Do předem zváženého pouzdra na vzorek se odváží 0,5 mg až 1,0 mg reprezentativního podílu vzorku. Musí se zajistit dobrý tepelný kontakt mezi vzorkem a pouzdrem.

Zkouška se pak provede v souladu s postupem uvedeným v ČOS 137601, čl. 6.2 za použití rychlosti ohřevu 5 °C/min v celém teplotním rozsahu od 160 °C do konce endotermického píku. Vytvořený termogram se zaznamená.

6.3.3.1.4 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Bod tání se stanoví jako teplota, při které extrapolovaná základní linie před endotermickým onsetem protíná tečnu extrapolovanou z nejstrmější části endotermického onsetu.

6.3.3.2 Metoda s kapilární trubičkou

Tato metoda má být použita pouze jako záložní k metodě DSC, protože při rychlosti ohřevu menší než 5 °C/min může být zaznamenání bodu tání znejasněno rozkladem vzorku.

6.3.3.2.1 Princip metody

Princip této metody spočívá ve stanovení bodu tání krystalů RDX vložených do kapilární trubičky. Krystaly jsou zahřívány v trubičce umístěné v ohřívací lázni nebo termostatu s konstantní rychlostí ohřevu. Bod tání je detekován vizuálně nebo opticky jako teplota, při které polovina materiálu přejde do kapalného stavu.

6.3.3.2.2 Chemikálie a činidla

Část vzorku suchého RDX, opatrně rozmělněného na jemný prášek.

6.3.3.2.3 Přístroje a zařízení

Přístroj pro stanovení bodu tání, u kterého může být řízeno zahřívání vzorku rychlostí 1 °C/min a umožněna vizuální nebo optická detekce bodu tání.

Vhodně kalibrované teploměry pokrývající nejméně rozsahy 185 °C až 195 °C a 195 °C až 205 °C a dělené po 0,1 °C.

Trubičky pro stanovení bodu tání, tenkostěnné a na jednom konci uzavřené. Typické rozměry: vnější průměr 1,8 mm, vnitřní průměr 1,6 mm a délka 90 mm.

6.3.3.2.4 Postup zkoušky

Do kapilární trubičky se vloží takové množství suchého vzorku, aby se naplnila do výšky 10 mm. Ovládání přístroje se nastaví tak, aby se rychle dosáhla teplota o 10 °C nižší než předpokládaný bod tání.

Rychlost zahřívání vzorku se sníží na 1 °C až 2 °C za minutu a do přístroje se vloží kapilární trubička. Vzorek se umístí vodorovně do vzdálenosti 2 mm až 3 mm od rtuťové nádoby teploměru a svisle do její úrovně.

Zaznamená se bod tání vzorku jako teplota, při které jeho polovina přejde do kapalného stavu. Když se teplota blíží bodu tání, může dojít k poklesu materiálu v trubičce a změně jeho barvy, což však nelze zaměňovat s jeho přeměnou v kapalinu. Hexogen se při tání rozkládá a uvolňuje bublinky plynu.

6.3.3.2.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Použijí se všechny nezbytné opravy vzhledem ke kalibrovanému teploměru. Do protokolu se uvede zaznamenaná teplota bodu tání s přesností na 0,1 °C.

6.3.3.3 Metoda Fischer-Johnsova

Tato metoda má být použita pouze jako záložní k metodě DSC, protože při rychlosti ohřevu menší než 5 °C/min může být zaznamenání bodu tání ovlivněno rozkladem vzorku.

6.3.3.3.1 Chemikálie a činidla

Část vzorku suchého RDX, opatrně rozmělněného na jemný prášek.

6.3.3.3.2 Přístroje a zařízení

Fischer-Johnsův přístroj s Kochlerovým blokem na stanovení bodu tání (nebo v ekvivalentní).

Dvě krycí sklíčka o odpovídající velikosti.

Achátová třecí miska s tloučkem.

Teploměry s úzkým rozsahem měření, krátkým stonkem, určené pro úplné ponoření (rozsahy 185 °C až 195 °C a 195 °C až 205 °C, dělené po 0,1 °C).

6.3.3.3.3 Postup zkoušky

Přibližně 0,05 g jemně rozmělněného vzorku se vloží mezi dvě čistá krycí sklíčka. Jemně, ale pevně se stlačí k sobě a položí se na Kochlerův blok.

Zapne se napájení a jednotka se nechá vyhřát. Do teploty přibližně o 15 °C nižší než předpokládaný bod tání může být zahřívání velmi rychlé, poté se musí snížit na přibližně 1 °C.

Když vzorek začne tát, zaznamená se teplota jako bod tání RDX.

6.3.4 Stanovení obsahu látek nerozpustných v acetonu

6.3.4.1 Postup zkoušky

Podíl přibližně 10 g vysušeného vzorku zvážený s přesností na 0,1 mg (hmotnost w_1) se nasype do 400ml kádinky a přidá se 200 ml acetonu. Kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem a vhodným způsobem se rozpustí (např. na parní lázni, ultrazvukem, mícháním). Acetonový roztok vzorku se přefiltruje přes 25ml zvážený filtrační kelímek o střední pórovitosti, který byl předem promyt acetonem, přežláhán při teplotě $(700 \pm 20) ^\circ\text{C}$, ochlazen na teplotu okolí a zvážen s přesností na 0,1 mg (hmotnost w_2). Nerozpustný zbytek se třikrát promyje 20 ml acetonu, kelímek se nechá 30 minut sušit v sušárně při teplotě 105 °C, ochladí se v exsikátoru a zváží s přesností na 0,1 mg (hmotnost w_3).

6.3.4.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných v acetonu se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek nerozpustných v acetonu} = \frac{w_3 - w_2}{w_1} \times 100 \quad (5),$$

kde w_1 - navážka vzorku RDX [g],
 w_2 - hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],
 w_3 - hmotnost filtračního kelímku s nerozpuštěným zbytkem [g].

6.3.5 Stanovení obsahu anorganických látek

Tato zkouška se vyžaduje, jestliže množství látek nerozpustných v acetonu (viz čl. 6.3.4) je větší než 0,03 %.

6.3.5.1 Postup zkoušky

Veškeré organické látky se odstraní přežiháním materiálu shromážděného ve filtračním kelímku při zkoušce popsané v čl. 6.3.4 při teplotě (700 ± 20) °C. Kelímek se nechá ochladit a opětovně se zváží s přesností na 0,1 mg (hmotnost w_4).

6.3.5.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah anorganických látek ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ anorganických látek} = \frac{w_4 - w_2}{w_1} \times 100 \quad (6),$$

kde w_1 - navážka vzorku RDX [g],
 w_2 - hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],
 w_4 - hmotnost filtračního kelímku po přežihání [g].

6.3.6 Stanovení kyselosti

6.3.6.1 Chemikálie a činidla

Standardizovaný 0,05M roztok hydroxidu sodného.

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

Aceton, čistý.

6.3.6.2 Přístroje a zařízení

Extrakční baňka o objemu 500 ml.

Mikrobyreta s dělením po 0,02 ml.

Odměrný válec o objemu 100 ml.

6.3.6.3 Postup zkoušky

Do 500ml ekstrakční baňky se odváží $(10 \pm 0,01)$ g suchého RDX, přidá se 100 ml acetonu odměřeného ve 100ml odměrném válci a na hrdlo baňky se nasadí malý chladič. Baňka se zahřívá ve vodní lázni a obsah se ručně protřepává, až se RDX úplně rozpustí. Roztok se pak nechá vychladnout na teplotu okolí.

Roztok se vysráží pomalým přiléváním (po dobu 20 s až 30 s) 100 ml destilované vody, odměřené ve 100ml odměrném válci, a počká se, až se vysrážená výbušnina usadí (1 min až 2 min). Ke směsi se přidá 8 až 10 kapek indikátorového roztoku metylčerveň-metylenmodř a titruje se 0,05M roztokem NaOH. Titrace se provádí s použitím mikrobyrety a odměrný roztok se přidává po kapkách za stálého míchání až do dosažení bodu ekvivalence. V tomto okamžiku se zaznamená spotřebovaný objem odměrného roztoku NaOH jako V_1 .

Za stejných podmínek se provede slepé stanovení. Do 500ml se nalije 100 ml acetonu, 100 ml destilované vody a přidá se 8 až 10 kapek indikátorového roztoku. Titruje se 0,05M roztokem NaOH a zaznamená se odpovídající spotřeba odměrného roztoku V_2 v bodě ekvivalence.

6.3.6.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah kyselosti ve vzorku se pro RDX Typ A vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ kyselosti (jako HNO}_3) = \frac{C_{\text{NaOH}} \times (V_1 - V_2) \times 63,01}{1000 \times w_{\text{RDX}}} \times 100 \quad (7),$$

kde	C_{NaOH}	-	koncentrace NaOH [mol/l],
	V_1	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci vzorku [ml],
	V_2	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při slepém stanovení [ml],
	w_{RDX}	-	navážka vzorku RDX [g],
	63,0	-	molekulová hmotnost HNO ₃ (g/mol),
	1 000	-	konverzní faktor pro přepočítání litrů na mililitry (ml/l).

Procentuální obsah kyselosti ve vzorku se pro RDX Typ B vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ kyselosti (jako CH}_3\text{COOH)} = \frac{C_{\text{NaOH}} \times (V_1 - V_2) \times 60,05}{1000 \times w_{\text{RDX}}} \times 100 \quad (8),$$

kde	C_{NaOH}	-	koncentrace NaOH [mol/l],
	V_1	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při titraci vzorku [ml],
	V_2	-	objem roztoku NaOH spotřebovaného při slepém stanovení [ml],
	w_{RDX}	-	navážka vzorku RDX [g],
	60,05	-	molekulová hmotnost CH ₃ COOH [g/mol],
	1 000	-	konverzní faktor pro přepočítání litrů na mililitry [ml/l].

6.3.7 Stanovení obsahu pískovitých částic

Vzorek RDX o hmotnosti přibližně 50 g navážený s přesností na 1 mg se nasype na síto s otvory o velikosti 0,25 mm. Síto se vzorkem se vloží do přizpůsobeného Soxhletova nebo jiného vhodného extraktoru. Do baňky se přidá 300 ml až 500 ml acetonu a extrahuje se na parní lázni, až se všechn RDX rozpustí. Síto se vyjme a následně se spočítají a zkontrolují zbylé částice. Částice se poté smetou na síto s otvory o velikosti 0,42 mm a stanoví se počet částic zadržovaných na tomto síti.

Zaznamená se, zda mají nerozpuštěné částice pískovitý charakter, který se vyznačuje nestejnou hustotou materiálu a skřípavým zvukem při rozmačkávání a roztírání hladkou ocelovou špachtlí na hladké skleněné destičce.

6.3.8 Stanovení citlivosti k nárazu

Odběratel může od výrobce vyžadovat poskytnutí údajů o citlivosti k nárazu. V takovém případě musí být tento parametr posouzen v souladu s postupem uvedeným v ČOS 137601. Odběratel může požadovat i další informace o funkčních vlastnostech použitého zařízení.

6.3.9 Stanovení stability vakuovým stabilitním testem

Stanovení stability vakuovým stabilitním testem se provede v souladu s postupem uvedeným v ČOS 137601. U RDX se hmotnost vzorku pohybuje mezi 1,0 g až 5,0 g v závislosti na přesnosti použitého přístroje a objemu plynů, který může být tolerován. Zkušební teplota je $120 \pm 0,5$ °C a doba trvání zkoušky 24 hodin.

6.3.10 Stanovení zrnitosti

6.3.10.1 Metoda síťové analýzy

6.3.10.1.1 Chemikálie a činidla

Dioktylsulfosukcinát sodný nebo ekvivalentní povrchově aktivní látka (smáčedlo).

6.3.10.1.2 Přístroje a zařízení

Sada vhodných sít odpovídajících požadavkům ČSN ISO 3310-1 (nebo ekvivalentních).

Laboratorní sušárna.

Vhodný rozprašovač pro reprodukovatelné zvlhčení (smáčení) materiálu na sítě.

6.3.10.1.3 Postup zkoušky

Všechna prázdná síta se vysuší při 60 °C po dobu 8 hodin a zvaží se.

S přesností na 0,01 g se naváží $50 \pm 0,05$ g vzorku suchého RDX a nasype se do 600ml kádinky obsahující přibližně 300 ml dvouprocentního roztoku vhodné povrchově aktivní látky, např. dioktylsulfosukcinátu sodného. Pomocí skleněné tyčinky s pryžovým návlekiem se směs několik minut promíchává, aby došlo k důkladnému smočení vzorku a případnému rozrušení aglomerátů (hrudek).

Sestaví se sada určených sít tak, aby nejhrubší síto bylo nahoře. Musí být učiněna opatření k zamezení úniku výbušniny do odpadu. Pomocí sprchové růžice se směs vzorku a povrchově aktivní látky kvantitativně přenesou na horní síto.

Tlak vody ve sprchovací růžici se nastaví tak, aby při působení proudu vody na síta v kolmém směru ze vzdálenosti přibližně 50 mm až 75 mm bylo možno pohybovat vzorkem po celé ploše síta bez rozstříkávání vzorku přes okraje síta. Proudem vody by mělo být pohybováno tak rychle, aby proudící voda prošla průměrem síta jednou až dvakrát za sekundu.

Vlhké aglomeráty na horním síti se zlehka rozměňují pomocí skleněné tyčinky s pryžovým návlekiem a pokračuje se v promývání materiálu na horním síti až do okamžiku, kdy na síti zůstávají jen jednotlivé krystaly větší než oka síta (pokud není odběratelem požadováno zachování a kvantifikace aglomerátů).

Odstraní se horní síto, k materiálu na dalším síti se přidá několik kapek dvouprocentního roztoku povrchově aktivní látky, a promývá se až do doby, kdy nejsou

pozorovány žádné změny množství materiálu na sítě. Tento postup se opakuje u všech sítí.

Síta se zbylým materiálem se suší 8 hodin v sušárně nastavené na 60 °C, pak se nechají vychladit v exsikátoru a zváží se. Stanoví se čistá hmotnost materiálu zbylého na každém sítě. Jestliže se ukáže, že vzorek je již vysušen do konstantní hmotnosti, lze dobu sušení zkrátit.

6.3.10.1.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální množství vzorku, které prošlo daným sítem, se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ vzorku prošlého } i\text{-tým sítem} = \frac{\left(W - \sum_{i=1}^n w_i \right)}{W} \times 100 \quad (9),$$

kde W - celková navážka vzorku RDX [g],
 w_i - hmotnost RDX zachyceného na i -tém sítě [g],
 n - celkový počet sítí [1].

6.3.10.2 Metoda LALLS

6.3.10.2.1 Princip metody

Metoda je založena na různém rozptylu laserového paprsku při průchodu přes suspenzi částic. Úhel rozptylu paprsku závisí na velikosti a tvaru částic. Metoda LALLS neposkytuje výsledky identické s výsledky síťové analýzy.

6.3.10.2.2 Chemikálie a činidla

Vhodné rozpouštědlo pro LALLS, ve kterém je RDX nerozpustný.

6.3.10.2.3 Přístroje a zařízení

LALLS spektrometr.

6.3.10.2.4 Postup zkoušky

Zkouška se provede v souladu s návodem k použití daného LALLS spektrometru.

6.3.10.2.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Analyzuje se grafické znázornění objemového rozdělení, tj. průměr částic vs. objemové procento nebo kumulativní objemové procento částic zachycených na ekvivalentním sítu.

Výsledek se uvádí jako procentuální množství vzorku, které by prošlo daným sítem a rovněž jako průměry částic [μm], které odpovídají kumulativnímu průchodu 10 obj. %, 50 obj. % a 90 obj. % částic. Uvede se i specifikace spektrometru a podmínky zkoušky.

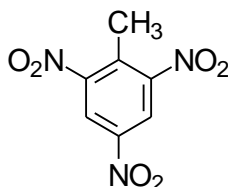
7 Tritol

7.1 Všeobecné požadavky

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

Tritol, určený pro vojenské účely, musí splňovat kvalitativní požadavky uvedené v čl. 7.2 tohoto standardu, které jsou stanovovány postupy uvedenými v čl. 7.3. Požadavky se týkají pouze tritolu vyrobeného přímou nitrací toluenu a přečištěného siřičitanem sodným.

Tritol musí být v zásadě tvořen čistým 2,4,6-trinitrotoluenem se strukturním vzorcem uvedeným na obrázku 2.



OBRÁZEK 2 – Strukturní vzorec tritolu

Odběratel může požadovat důkaz čistoty materiálu, zejména z hlediska obsahu mononitrotoluenu a/nebo jeho náchylnosti k vypocování pomocí zkoušek specifikovaných odběratelem.

7.2 Požadavky na kvalitu

Podle bodu tuhnutí jsou definovány čtyři kvalitativní třídy tritolu – pro všeobecné použití, pro speciální účely, pro pomocné účely a velmi čistý tritol. Požadavky na minimální hodnoty bodu tuhnutí jsou uvedeny v tabulce 4 a stanoví se postupem uvedeným v čl. 7.3.3.

TABULKA 4 – Požadavky na bod tuhnutí tritolu

Kvalitativní třída tritolu	Minimální bod tuhnutí [°C]
Tritol pro pomocné účely	79,5
Tritol pro všeobecné použití	80,2
Tritol pro speciální účely	80,4
Velmi čistý tritol	80,6

Tritol pro všeobecné použití musí být tvořen žlutými šupinkami a je určen pro plnění dělostřeleckých střel, leteckých pum, ženijního náloživa a k výrobě trhavinových směsí (směsných trhavin). Průměrná tloušťka šupinek nesmí být větší než 0,63 mm a tloušťka každé jednotlivé šupinky nesmí být větší než 1,0 mm. Pokud je tritol této kvalitativní třídy dodáván např. ve formě krystalů, granulí nebo hrudek (kusový tritol), musí být požadavky na jeho rozměry definovány odběratelem.

Tritol pro speciální účely může být dle své fyzikální formy vhodný pro laboraci rozbušek nebo počinových, přenosových a zesilovacích náplní (krystalický nebo drcený šupinkový tritol) nebo pro výrobu směsných trhavin s požadavkem na vysokou čistotu tritolu (šupinkový tritol).

Tritol pro pomocné účely má podobné charakteristiky jako tritol pro všeobecné použití a používá se i pro stejné aplikace. Je však o něco nižší kvality, vyjádřený nižším bodem tuhnutí.

Velmi čistý tritol musí mít podobu šupinek, drcených šupinek nebo žlutých krystalů a je používán v případech, kdy je zapotřebí materiálu nejvyšší čistoty.

Požadovaná barva vzorku je specifikována v objednávce a stanovuje se pomocí standardů odběratele.

Vzorky tritolu se posuzují z hlediska přítomnosti cizorodých látek a jiných abnormalit (dle specifikace v objednávce). Přítomnost kalu, suspendovaných částic nebo sedimentu se zjišťuje postupem uvedeným v čl. 7.3.10.

Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti všech kvalitativních tříd tritolu jsou uvedeny v tabulce 5.

TABULKA 5 – Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti tritolu

Vlastnost	Požadovaná hodnota	Metoda zkoušení (viz čl.)
Obsah vlhkosti, max.	0,1 %	7.3.4
Kyselost, max.	0,005 % (jako H ₂ SO ₄) nebo 1,0 meq/kg	7.3.5
Alkalita	0	7.3.5
Obsah látek nerozpustných v toluenu, max.	0,05 %	7.3.6
Obsah sodíku, max.	0,001 %	7.3.9
Obsah pískovitých částic zachycených na síť 0,25 mm	0	7.3.7
Obsah pískovitých částic zachycených na síť 0,063 mm, max.	0,05 %	7.3.7
Přítomnost kalu, suspendovaných částic nebo sedimentu	0	7.3.10
Obsah síranového popela, max.	0,05 %	7.3.8

7.3 Metody zkoušení

Pro stanovení vlastností materiálu se používají standardní laboratorní postupy. Dále uvedené popisy se omezují pouze na definování specifických podmínek a postupů, které musí být při provádění zkoušek dodrženy.

7.3.1 Stanovení zrnitosti

Vzorek o hmotnosti $(100 \pm 0,1)$ g se nasype na síto (nebo sadu sít) s požadovanou velikostí otvorů, opatřené horním víkem a spodní sběrnou miskou. Síty se třepe ručně nebo s použitím vhodného mechanického zařízení po dobu tří minut a poté se zváží množství vzorku zachycené na každém síti a případně také množství vzorku prošlé nejjemnějším sítem. Zaznamenají se procentuální podíly vzorku zachycené na jednotlivých sítích, případně i podíl prošlý spodním sítem.

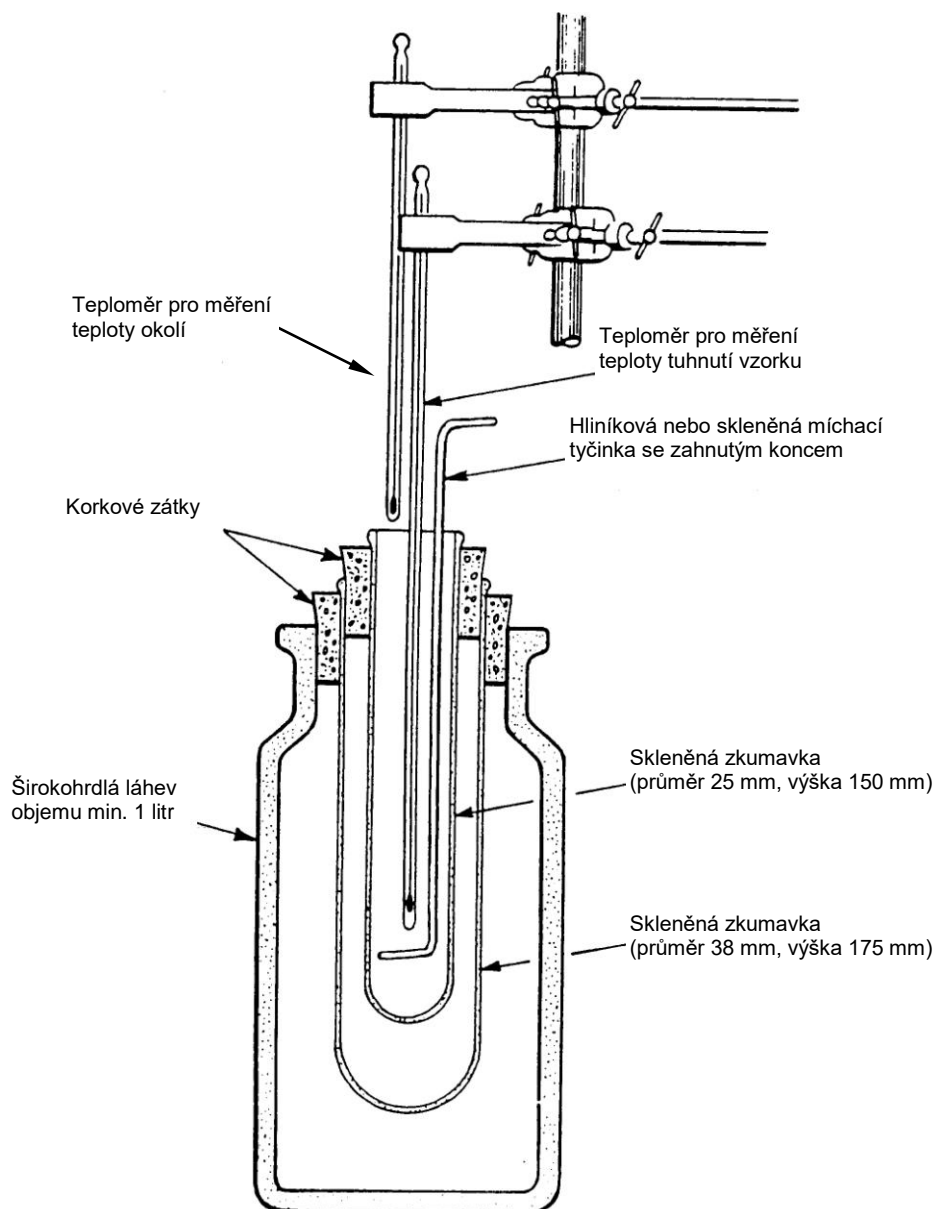
7.3.2 Stanovení tloušťky šupinek

Mikrometrem se s přesností na 0,025 mm změří tloušťka dvaceti šupinek a výsledek se zaznamená.

7.3.3 Stanovení bodu tuhnutí (krystalizace)

7.3.3.1 Přístroje a zařízení

Vhodný přístroj pro stanovení bodu tuhnutí je zobrazen na obrázku 3. Pokud není vnější láhev vyrobena z tmavého skla, je ji nutno omotat hliníkovou fólií, aby byl vzorek při zkoušce chráněn před přímým slunečním zářením. Pro měření bodu tuhnutí vzorku se použije přesně kalibrovaný teploměr s dělením po 0,01 °C nejméně v rozsahu 79 °C až 81 °C.



OBRÁZEK 3 – Přístroj pro stanovení bodu tuhnutí tritolu

7.3.3.2 Postup zkoušky

Přibližně 50 g vzorku se roztaví v přikryté kádince jejím ponořením do vodní lázně o teplotě 95 °C až 100 °C nebo vložení do vhodné sušárny. Tavenina vzorku se nalije do vnitřní zkumavky přístroje do výšky 25 mm až 35 mm od vrchu. Teplota

taveniny při tom nemá být nižší než 85 °C. Je-li to nezbytné, zkumavka se vzorkem se může ohřát v lázni s horkou vodou a poté se vloží zpět do přístroje. Do zkumavky se vloží teploměr a míchadlo, které by měly být předeřhřáté pro zabránění tuhnutí tritolu na jejich povrchu. Nádobka teploměru by měla být ve středu zkumavky přibližně 25 mm ode dna. Vertikálním pohybem míchadla se taveninou nepřetržitě míchá. V okamžiku, kdy teplota taveniny přestane klesat, se míchání zastaví a zaznamená se nejnižší teplota před začátkem nárůstu teploty.

Teplota taveniny dosáhne za určitou dobu maxima a zůstane několik minut konstantní. Teploměrem se lehce poklepe, aby se ověřilo, že rtuť neuvázla, a zjištěná nejvyšší teplota se zaznamená.

Jestliže je rozdíl mezi zaznamenanou minimální a maximální teplotou větší než 1,5 °C, může být stanovený bod tuhnutí z důvodu podchlazení nižší než skutečný. V takovém případě je nutno stanovení zopakovat s novým vzorkem.

7.3.3.3 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Maximální zaznamenaná teplota se uvede jako bod tuhnutí. Pokud rtuťový sloupec plně ponořeného teploměru vyčníval nad hladinu vzorku, k bodu tuhnutí se připočte hodnota opravy C stanovená ze vztahu:

$$C = 0,00016 \times (T_0 - T_1) \times n \quad (10),$$

kde	C	-	oprava na vyčnívající rtuťový sloupec [°C],
	T_0	-	zaznamenaná teplota [°C],
	T_1	-	střední teplota naměřená druhým teploměrem v blízkosti vyčnívajícího rtuťového sloupce [°C],
	n	-	počet dílků označujících stupně Celsia na stupnici teploměru podél vyčnívajícího rtuťového sloupce [1].

7.3.4 Stanovení obsahu vlhkosti

Stanovení obsahu vlhkosti se provádí metodou zpětné titrace dle Karl Fischera s elektrometrickou detekcí bodu ekvivalence. Použije se 8 g až 10 g přesně naváženého vzorku, rozpuštěného v přibližně 100 ml směsi stejných dílů suchého toluenu a suchého metanolu. Vhodným postupem pro tento účel je metoda 101.4 uvedená ve standardu MIL-STD-650.

7.3.5 Stanovení kyselosti nebo alkality

7.3.5.1 Metoda 1

7.3.5.1.1 Postup zkoušky

Přesně navážený podíl přibližně 10 g vzorku se nasype do 250ml baňky na stanovení jodového čísla se skleněnou zátkou (nebo ekvivalentní) a odměrným válcem se přilije 40 ml toluenu. Stejný objem toluenu se nalije i do druhé baňky, která slouží jako nádoba pro slepé stanovení. Obě baňky se zazátkují a baňkou se vzorkem se třepe, až se vzorek zcela rozpustí. Do 100ml odměrného válce se nalije 0,75 ml (přibližně 20 kapek) 0,05% vodného roztoku indikátoru bromthymolové modři a doplní se na 100 ml destilovanou vodou bez obsahu rozpuštěného oxidu uhličitého. 100 ml připraveného roztoku s indikátorem se nalije do baňky se vzorkem, totéž se opakuje i se slepým vzorkem. Obě baňky se intenzivně protřepávají po dobu 10 s až 20 s, aby byla zajištěna interakce mezi vodnou a toluenovou vrstvou. Protřepávání by však nemělo být příliš prudké, aby se zabránilo vzniku emulze.

Nejprve se titruje slepý vzorek. Pokud je nižší (vodná) vrstva modrá, přidává se po kapkách odměřené množství 0,005M kyseliny sírové, až se barva změní na zelenou nebo žlutou. Stejně množství kyseliny sírové se poté přidá i do roztoku vzorku. Jestliže je na začátku vodná vrstva žlutá nebo zelená, titruje se 0,01M odměrným roztokem hydroxidu sodného. Roztok NaOH se přidává po kapkách, přičemž po každém přidání se baňka zazátkuje a protřepává po dobu 5 s až 10 s. Za bod ekvivalence se bere vznik modrého zbarvení, které přetrvává po dobu dvou minut po oddělení vrstev toluenu a vody a po dalších 5 s až 10 s protřepávání. Modrá barva roztoku může po posledním protřepání poněkud zeslábnout nebo získat nádech zelené; tento jev je přípustný.

Obdobným způsobem se titruje i vzorek tritolu. Za bod ekvivalence se považuje, stejně jako v případě slepého vzorku, stálá modrá barva vodné vrstvy, což se musí kontrolovat horizontálně proti bílému nebo bezbarvému pozadí, protože prošlé nebo odražené světlo ze žlutého toluenového roztoku vzorku může způsobit zelené zbarvení vodné vrstvy. Kromě toho neúplné oddělení toluenové a vodné vrstvy může způsobit zakalení, které vodnou vrstvu rovněž zbarvuje do zelena.

7.3.5.1.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Obsah kyselosti ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\text{obsah kyselosti [meq/kg]} = \frac{1000 \times (V_1 - V_2) \times M}{W} \quad (11),$$

nebo

$$\% \text{ kyselosti (jako H}_2\text{SO}_4) = \frac{4,9 \times (V_1 - V_2) \times M}{W} \quad (12),$$

kde	V_1	-	spotřeba odměrného roztoku NaOH při titraci vzorku [ml],
	V_2	-	spotřeba odměrného roztoku NaOH při slepém stanovení [ml],
	M	-	molární koncentrace odměrného roztoku NaOH [mol/l],
	W	-	navážka vzorku [g].

7.3.5.2 Metoda 2

7.3.5.2.1 Postup zkoušky

Vzorek tritolu o hmotnosti 10 g se s přesností na 0,01 g naváží do 500ml baňky a rozpustí se v 50 ml acetonu. Přidá se 150 ml destilované vody, dobře se protřepe a vysrážený TNT se nechá usadit (jednu až dvě minuty). Poté se přidá deset kapek indikátorového roztoku metylčerveně/metylemodř (0,1 g metylčerveně a 0,05 g metylemodři ve 100 ml 96% etanolu) a titruje se 0,005M odměrným roztokem uhličitanu sodného nebo 0,005M kyselinou sírovou či 0,01M kyselinou chlorovodíkovou – podle toho, zda indikátor indikuje kyselé (fialová barva) nebo alkalické (zelená barva) prostředí. Zaznamená se objem spotřebovaného titračního roztoku V_1 v bodě ekvivalence. Obdobným způsobem se zaznamená odpovídající objem V_2 při titraci slepého vzorku.

7.3.5.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Obsah kyselosti ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\text{obsah kyselosti [meq/kg]} = \frac{1000 \times (V_1 - V_2) \times N}{2 \times W} \quad (13),$$

nebo

$$\% \text{ kyselosti (jako H}_2\text{SO}_4) = \frac{4,9 \times (V_1 - V_2) \times N}{W} \quad (14),$$

kde	V_1	-	spotřeba odměrného roztoku při titraci vzorku [ml],
	V_2	-	spotřeba odměrného roztoku při slepém stanovení [ml],
	N	-	normální koncentrace odměrného roztoku [val/l],
	W	-	navážka vzorku [g].

Objemy se berou jako kladné, jestliže se provádí titrace alkálií, a záporné, titruje-li se kyselinou.

7.3.5.3 Alkalita

Vzorek bude považován za nevyhovující z hlediska alkality, jestliže:

- v postupu uvedeném v čl. 7.3.5.1 (Metoda 1) zůstává roztok vzorku i po opravě na alkalitu slepého vzorku stále alkalický nebo pokud je objem V_2 větší než V_1 ,
- v postupu uvedeném v čl. 7.3.5.2 (Metoda 2) je při stanovení kyselosti objem V_2 větší než V_1 a jestliže při titraci kyselinou jsou použity záporné hodnoty objemu, resp. pokud při titraci zásadou jsou použity kladné hodnoty objemu.

7.3.6 Stanovení obsahu látek nerozpustných v toluenu

7.3.6.1 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti ($10 \pm 0,1$) g se nasype do 400ml kádinky, přidá se 150 ml suchého toluenu, kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem a vloží do lázně s horkou vodou. Směs se pro usnadnění rozpouštění občas promíchá a poté se nechá stát bez míchání v lázni pro usazení nerozpustného podílu. Po minimálně 30 minutách se roztok přelije přes zvážený filtrační kelímek o pórovitosti G4 nebo ekvivalentní (hmotnost W_1). Zbytek na fritě se promývá horkým suchým toluenem, až se z něj odstraní stopy tritolu. Kelímek se zbytkem se vysuší při 100 °C, poté se nechá ochladit v exsikátoru a zváží se (hmotnost W_2).

7.3.6.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných v toluenu se vypočítá ze vztahu.

$$\% \text{ látek nerozpustných v toluenu} = 10 \times (W_2 - W_1) \quad (15),$$

kde	W_1	-	hmotnost filtračního kelímku [g],
	W_2	-	hmotnost filtračního kelímku s vysušeným zbytkem [g].

7.3.7 Stanovení obsahu pískovitých částic

Pískovité částice jsou definovány jako anorganické částice větší než 63 μm , které jsou nerozpustné v lučavce královské.

7.3.7.1 Přístroje a zařízení

Síto o průměru 4 cm, vysoké 9 cm, s velikostí otvorů 63 μm.

Síto o průměru 4 cm, vysoké 1 cm, s velikostí otvorů 250 μm.

7.3.7.2 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti 50 g vzorku se nasype na vysoké síto o velikosti otvorů 63 μm. Síto se usadí do 400ml kádinky, přidá se 200 ml toluenu a vše se vloží do lázně s horkou vodou. Pro usnadnění rozpouštění se materiálem opatrně míchá. Síto se pak vloží do jiné kádinky a postup se opakuje, až se všechen tritol rozpustí. Síto se promyje toluenem a vysuší se na plotně ohříváné horkou vodou nebo ve vhodné sušárně.

Zbytek ze síta se přenese do 50ml kádinky, přidá se 5 ml lučavky královské a zahřívá se na topné desce, až se objem roztoku sníží na 2 ml až 3 ml. Směs se nechá ochladit, zředí se vodou, přidá se pár kapek fenolftaleinového indikátorového roztoku a mírně se zalkalizuje roztokem NaOH o koncentraci 100 g/l. Alternativně lze opakovaně promýt nerozpuštěný zbytek vodou a zdekantovat, až se odstraní stopy kyseliny.

Kapalina se přelije přes 63μm síto, dobře se promyje vodou a nakonec acetonem. Síto se vysuší, ochladí a zachycený podíl se zváží (hmotnost W). Zbytek se nasype na síto s velikostí otvorů 250 μm a spočítají se zachycené pískovité částice.

7.3.7.3 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální podíl pískovitých částic zachycených na síti s velikostí otvorů 63 μm se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ pískovitých částic} = 2 \times W \quad (16),$$

kde W - hmotnost částic zachycených na síti [g].

Do protokolu se uvede i počet částic z 50 g vzorku zachycených na síti s velikostí otvorů 250 μm.

7.3.8 Stanovení obsahu síranového popela

7.3.8.1 Postup zkoušky

Porcelánový kelímek o průměru 6 cm až 7 cm se přežhává plamenem Bunsenova hořáku, nechá se ochladit v exsikátoru po dobu 20 minut a zváží se (hmotnost W_1). Do kelímku se naváží ($5 \pm 0,1$) g vzorku a přidá se 1 ml koncentrované kyseliny sírové. Kelímek s obsahem se zahřívá 30 minut ve vroucí vodní lázni a poté se vloží do křemenného nebo keramického trianglu na trojnožce umístěné v digestoři. Kelímek se zahřívá 4 cm až 5 cm dlouhým plamenem Bunsenova kahanu. V okamžiku, kdy obsah kelímku začne vyvíjet dýmy, se plamen usměrní na povrch směsi, až se vzorek tritolu vznítí. Pokud vzorek hoří prudce, plamen kahanu se oddálí a takto se opakovaně udržuje stabilita hoření vzorku.

Ke konci se vzorek zahřívá již jen slabě pro vypuzení kyseliny sírové a potom zase silněji pro spálení zbytkového uhlíku.

Kelímek se následně ochladí v exsikátoru po dobu 20 minut a následně se zváží (hmotnost W_2).

Při spalování vzorku musí být oči chráněny ochrannými brýlemi.

7.3.8.2 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah síranového popela se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ síranového popela} = 20 \times (W_2 - W_1) \quad (18),$$

kde W_1 - hmotnost kelímku [g],
 W_2 - hmotnost kelímku s vysušeným zbytkem [g].

7.3.9 Stanovení obsahu sodíku

7.3.9.1 Princip metody

Obsah sodíku v tritolu se stanovuje atomovou absorpční spektrofotometrií nebo plamenovou fotometrií. Dále jsou popsány dvě doporučené metody – při první se stanovuje obsah sodíku v roztoku tritolu, při druhé ve vodném extraktu tritolu. Ke stanovení mohou být použity i alternativní metody, pokud mají srovnatelnou přesnost.

7.3.9.2 Přístroje a zařízení

Vhodný spektrofotometr, udržovaný a provozovaný dle pokynů výrobce.

7.3.9.3 Chemikálie a činidla

Voda bez obsahu sodíku, případně je nutno u použité vody provést odpovídající opravu na obsah sodíku.

Salicylát sodný, o čistotě p.a.

7.3.9.4 Nastavení spektrofotometru

Přístroj se nastaví na parametry pro stanovení sodíku. Pokud se použije plamenový fotometr, vlnová délka se nastaví na 589 nm a dále se doladí pro získání maximální odezvy detektoru při měření roztoku o přibližné koncentraci sodíku 10 ppm.

7.3.9.5 Metoda s přímým rozpuštěním vzorku

7.3.9.5.1 Koncentrovaný roztok salicylátu sodného

Do suché a čisté odměrné baňky o objemu 1 000 ml se naváží přesně 0,696 3 g salicylátu sodného a rozpustí se v 700 ml acetonu doplněného po rysku vodou. Takový roztok obsahuje 100 ppm sodíku.

7.3.9.5.2 Kalibrační roztoky

Do jednotlivých 100ml odměrných baněk se odpipetuje 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml a 12 ml koncentrovaného roztoku salicylátu sodného, přidá se 70 ml acetonu, doplní vodou po rysku a dobře promíchá. Připravené roztoky obsahují v daném pořadí 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm a 12 ppm sodíku.

7.3.9.5.3 Kalibrační křivka

Nejprve se v plameni spektrofotometru změří slepý vzorek obsahující směs 70 ml acetonu a 30 ml vody a zaznamená se odezva detektoru.

Pokračuje se měřením kalibračních roztoků popsaných v čl. 7.3.9.5.2 a sestrojí se graf závislosti koncentrace sodíku v ppm na odezvě detektoru.

7.3.9.5.4 Postup zkoušky

Odváží se ($5 \pm 0,05$) g vzorku tritolu, přesype se do 100ml odměrné baňky, přidá se 70 ml acetonu a protřepává se, až se tritol rozpustí. Roztok v baňce se poté doplní vodou po rysku, důkladně se promíchá a rozpráší se do plamene za stejných podmínek jako při kalibraci. Z odezvy detektoru se na kalibrační křivce odečte odpovídající koncentrace sodíku C ve vzorku.

7.3.9.5.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah sodíku ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ sodíku} = C \times 0,002 \quad (19),$$

kde C - koncentrace sodíku v roztoku vzorku [ppm].

7.3.9.6 Metoda s vodným extraktem

7.3.9.6.1 Standardní roztok sodíku

Naváží se 0,254 5 g chloridu sodného o čistotě p.a., vysušeného při 105 °C po dobu 1 hodiny, rozpustí se ve vodě v jedolitrové odměrné baňce a doplní se vodou po rysku. Takový standardní roztok obsahuje 100 ppm sodíku.

7.3.9.6.2 Kalibrační roztoky

Do jednotlivých 100ml odměrných baněk se odpipetuje 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml a 12 ml standardního roztoku sodíku, doplní vodou po rysku a dobře promíchá. Připravené kalibrační roztoky obsahují v daném pořadí 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm a 12 ppm sodíku.

7.3.9.6.3 Kalibrační křivka

Nejprve se v plameni spektrofotometru změří slepý vzorek obsahující vodu použitou pro přípravu roztoků a zaznamená se odezva detektoru.

Pokračuje se měřením kalibračních roztoků popsaných v čl. 7.3.9.6.2 a sestrojí se graf závislosti koncentrace sodíku v ppm na odezvě detektoru.

7.3.9.6.4 Postup zkoušky

Do čisté platinové misky se odváží ($5 \pm 0,05$) g vzorku tritolu a přidá se 1 ml koncentrované kyseliny sírové. Platinová miska se smění se 30 minut zahřívá na parní lázni, poté se vloží do keramického nebo křemenného trianglu na trojnožce umístěné v digestoři a zahřívá se 4 cm až 5 cm dlouhým plamenem Bunsenova kahanu. V okamžiku, kdy obsah misky začne vyvíjet dýmy, nasměruje se plamen na povrch směsi a zahřívá se tak dlouho, až se vzorek vznítí. Pokud vzorek hoří prudce, plamen kahanu se oddálí a takto se opakovaně udržuje stabilita hoření vzorku. Ke konci se vzorek zahřívá již jen slabě pro vypuzení kyseliny sírové. Miska se vzorkem se následně přežihá v muflové peci při teplotě 600 °C pro odstranění uhlíkatých látek, poté se ochladí na teplotu okolí a zbytek na misce se rozpustí ve vodě, kvantitativně se přenese do 25ml odměrné baňky, doplní vodou po rysku a důkladně promíchá.

Roztok se rozpráší do plamene za stejných podmínek jako při kalibraci. Z odezvy detektoru se na kalibrační křivce odečte odpovídající koncentrace sodíku C v roztoku vzorku.

7.3.9.6.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah sodíku ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ sodíku} = C \times 0,0005 \quad (20),$$

kde C - koncentrace sodíku v roztoku vzorku [ppm].

7.3.10 Stanovení přítomnosti kalu, suspendovaných částic nebo sedimentu

Minimálně 50 g vzorku se roztaví v kádince nebo porcelánové misce a tavenina se zkontroluje na přítomnost kalu, suspendovaných částic nebo sedimentu.

8 Oktogen

8.1 Všeobecné požadavky

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

Tento standard 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.

Každý nový nebo modifikovaný výrobní proces musí být zaznamenán a údaje o něm musí být na vyžádání poskytnuty v dohodnutém rozsahu odběrateli. Takto vyrobený oktogen lze předat odběrateli až po odsouhlasení změn z jeho strany.

Oktogen, určený pro vojenské účely, musí splňovat kvalitativní požadavky uvedené v čl. 8.2 tohoto standardu (pokud se nejedná o materiál objednaný pro speciální účely), které jsou stanovovány postupy uvedenými v čl. 8.3.

8.2 Požadavky na kvalitu

Oktogen musí být v zásadě tvořen čistým cyklotetrametylentetranitraminem. Musí mít formu beta-krystalů s případnými stopami alfa formy krystalů. Může rovněž obsahovat určitý podíl cyklotrimetyltrinitraminu (hexogenu, RDX).

Podle obsahu hexogenu jsou definovány tři kvalitativní třídy oktogenu:

- Typ I – obsah hexogenu maximálně 7 %.
- Typ II – obsah hexogenu maximálně 2 %.
- Typ III – obsah hexogenu maximálně 0,2 %.

Oktogen musí mít formu bílých krystalů různých tvarů. Odběratel musí ve své objednávce jasně specifikovat, který typ oktogenu požaduje. Stejně tak může specifikovat i rozdělení velikosti částic.

Pro účely zkoušek se z každé výrobní série odebere reprezentativní vzorek o hmotnosti minimálně 200 g, a to postupem odsouhlaseným odběratelem.

Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti jednotlivých typů oktogenu jsou uvedeny v tabulce 6.

TABULKA 6 – Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti oktogenu

Vlastnost	Požadovaná hodnota			Metoda zkoušení (viz čl.)		
	Typ I	Typ II	Typ III	Typ I	Typ II	Typ III
Obsah hexogenu [%], max.	7	2	0,2	8.3.1 nebo 8.3.2		8.3.1 nebo 8.3.3
Obsah alfa-oktogenu [%], max.	0,5	0,5	---	8.3.2 nebo 8.3.5		
(a) Sekvenční počet alfa-krystalů o maximálních rozměrech 30 μm až 120 μm:	---	---				
- Max. počet alfa-krystalů na 600 krystalů			2 ^{b)}			8.3.4
- Max. počet alfa-krystalů na 1 000 krystalů			8 ^{b)}			8.3.4
- Max. počet alfa-krystalů na 2 000 krystalů	---	---	20			8.3.4
(b) Max. počet alfa-krystalů nad 10 μm nejmenšího rozměru nebo nad 120 μm největšího rozměru			0			8.3.4
(c) Dodatečná absorpce IČ záření kromě absorpce vyvolané čistým beta-oktogenem v pásmech 848 cm ⁻¹ až 850 cm ⁻¹ a 1 030 cm ⁻¹ až 1 035 cm ⁻¹	---	---	0			8.3.5
Bod tání [°C], min. ^{a)}	---	282	---		8.3.6	
	277	277	---	8.3.8	8.3.7	
	275	275	270	8.3.9	8.3.8	8.3.9
Obsah nerozpustných látek [%], max.	0,05	0,05	0,05	8.3.10 nebo 8.3.11		8.3.12 nebo 8.3.13
(a) Z toho anorganických látek [%], max.	---	---	0,02	---		
Obsah pískovitých částic (na 50 g)						
(a) Max. počet částic větších než 0,42/0,50 mm	0	0	---	8.3.14 nebo 8.3.15		8.3.16
(b) Max. počet částic větších než 0,25 mm	5	5	0			
(c) Max. % částic větších než 0,063 mm	---	---	0,01			
Obsah popela [%], max.	0,03	0,03	---	8.3.17 nebo 8.3.18		
Kyselost [meq/kg], max.	3,3	3,3	1,7	8.3.19 nebo 8.3.20		
Alkalita [meq/kg], max.	---	---	4,0			8.3.19 nebo 8.3.20
Vakuový stabilitní test při 120 °C po dobu 40 hodin [ml/g], max.	---	---	1,0			8.3.21
Obsah cyklohexanonu [%], max.	---	---	0,2			8.3.22
Citlivost k nárazu [min.]	---	---	^{c)}			8.3.23

^{a)} Při měření bodu tání se z možných metod vybere a použije pouze jedna z nich.
^{b)} Jestliže se při příslušném sekvenčním kroku napočítají více než 2 alfa-krystalů, resp. více než 8 alfa-krystalů, počítání musí pokračovat pro ověření maximální hodnoty 20 alfa-krystalů na 2 000 krystalů.
^{c)} Mezní hodnotu citlivosti k nárazu určí odběratel.

U oktogenu Typ I a Typ II musí být výrobce na žádost odběratele schopen vhodnou zkouškou prokázat, že výbušnina má dostatečně nízkou citlivost zaručující nepřítomnost zcitlivujících příměsí.

8.3 Metody zkoušení

8.3.1 Stanovení obsahu hexogenu kapalinovou chromatografií

8.3.1.1 Princip metody

Stanovení se provádí rozpuštěním vzorku, společně s vhodným vnitřním standardem, v acetonu a následnou analýzou roztoku kapalinovou chromatografií (HPLC).

8.3.1.2 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

Metanol, o čistotě p.a.

Acetonitril, o čistotě pro HPLC.

Čistý oktogen.

Čistý hexogen.

Čistý dimethylftalát.

8.3.1.3 Přístroje a zařízení

HPLC chromatograf se samočinnou regulací průtoku.

UV detektor s měnitelnou vlnovou délkou.

Potenciometrický zapisovač.

Integrátor a systém sběru a zpracování dat.

Filtrační zařízení s pórovitostí 0,5 µm.

Odplyňovací systém rozpouštědla.

Běžné laboratorní skleněné pomůcky a vybavení.

8.3.1.4 Postup zkoušky

8.3.1.4.1 Podmínky HPLC

Eluční činidlo: odplyněná směs acetonitril/voda/metanol 5/55/40 (objemově).

Kolona: silikagelový nosič se stacionární fází C18.

Vlnová délka UV detektoru: 220 nm.

8.3.1.4.2 Příprava standardního roztoku

S přesností na 0,01 mg se naváží přibližně 10 mg RDX, 10 mg HMX a 10 mg dimethylftalátu a rozpustí se ve 100 ml acetonu.

8.3.1.4.3 Příprava analyzovaného roztoku vzorku

Roztok vzorku se připraví rozpuštěním 1 g analyzovaného HMX (nebo RDX), naváženého s přesností na 1 mg, a přibližně 10 mg dimethylftalátu, naváženého s přesností na 0,1 mg, ve 100 ml acetonu s následnou filtrací přes filtr o pórovitosti 0,5 µm.

8.3.1.4.4 Dávkování

Do chromatografu se nastříkují 3 μ l roztoků, přičemž roztoky standardu i vzorku se musí analyzovat za stejných provozních podmínek.

8.3.1.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Odezvový koeficient KF_i analyzované látky i se vypočítá ze vztahu:

$$KF_i = \frac{m_i \times A_E}{m_E \times A_i} \quad (21),$$

kde A_i - výška píku analyzované látky i [mAU],
 A_E - výška píku dimetylfталátu [mAU],
 m_i - navážka vzorku analyzované látky i [g],
 m_E - navážka dimetylfталátu [g].

Procentuální obsah analyzované látky i ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ analyzované látky } i = \frac{m_E}{M} \times \frac{KF_i \times A_i \times 100}{A_E} \quad (22),$$

kde A_i - výška píku analyzované látky i [mAU],
 A_E - výška píku dimetylfталátu [mAU],
 M - navážka vzorku [g],
 m_E - navážka dimetylfталátu ,
 KF_i - odezvový koeficient – viz rovnice (21) [1].

8.3.2 Stanovení obsahu hexogenu a alfa-oktogenu rentgenovou difrakcí

8.3.2.1 Princip metody

Obsah alfa-oktogenu, beta-oktogenu a hexogenu ve vzorku oktogenu se stanoví rentgenovou difrakcí. Difrakční spektra těchto složek vykazují v přítomnosti beta-oktogenu charakteristické difrakce při hodnotách úhlu 2θ rovnajících se $17,710^\circ$ (hexogen) a $25,10^\circ$ (alfa-oktogen). Intenzity pozadí mohou být měřeny při úhlech 2θ pro hexogen $16,90^\circ$ a pro alfa-oktogen $24,10^\circ$. Obsah beta-oktogenu jako hlavní složky se stanoví z rozdílu obsahů.

8.3.2.2 Chemikálie a činidla

Aceton, 50% vodný roztok.

1,2-dichlorethan.

Dietyléter.

Dimetylsulfoxid.

Destilovaná voda.

Ledová kyselina octová.

Oktogen (o vysoké čistotě).

Kyselina dusičná o koncentraci 70 hm. %.

Hexogen (o vysoké čistotě).

Octan sodný.

8.3.2.3 Přístroje a zařízení

Rentgenový difraktometr (např. Philips Electronic Instrument nebo ekvivalentní) vybavený stabilizátorem napětí a proudu, scintilačním detektorem a měděnou terčovou trubicí. Zdroj energie přístroje by měl mít schopnost buzení na 40 kV a žhavicí proud 20 mA. Analyzátor výšky impulzu má propouštět K-záření mědi, k odstranění tohoto záření může být použit niklový filtr. Vhodné hodnoty napětí rentgenové lampy a žhavicího proudu mohou být zvoleny na základě analýzy pěti kalibračních standardů při dvou různých nastaveních.

Kádinka o objemu 1 l.

Filtrační kelímek o střední pórovitosti.

Vakuová sušárna.

Váhy.

Třepačka.

Skleněná fritra o jemné pórovitosti.

Filtrační baňka.

Kónická baňka.

Vývěva.

Erlenmeyerova baňka o objemu 250 ml.

Milimetrový papír.

Moždíř.

8.3.2.4 Postup zkoušky

8.3.2.4.1 Příprava zkoušky

Práce s rentgenovým difraktometrem se musí provádět v souladu s pokyny výrobce.

Beta-oktogen. Naváží se přibližně 225 g vzorku vysoce čistého oktogenu, vloží se do kádinky a přidají se čtyři hmotnostní díly pufovacího roztoku (pH 4,6) připraveného zředěním 6,0 ml ledové kyseliny octové a 13,6 g octanu sodného vodou na objem 1 litr. Směs se zahřívá dvě hodiny při 90 °C, poté se přefiltruje přes filtrační kelímek o střední pórovitosti a zbytek na filtru (HMX) se suší při 100 °C po dobu dvou hodin.

Alfa-oktogen. Do 80 ml 70% kyseliny dusičné se přidají 4 g přečištěného beta-oktogenu. Směs se zahřívá až do rozpuštění oktogenu, poté se roztok přefiltruje přes filtrační papír a nechá se pomalu ochladit na 30 °C. Po jedné hodině stání se směs přefiltruje přes filtrační kelímek o střední pórovitosti. Zbytek zachycený na filtru se důkladně promyje destilovanou vodou a suší se ve vakuové sušárně při teplotě 60 °C po dobu dvou hodin.

Hexogen. Naváží se přibližně 100 g vzorku vysoce čistého hexogenu, vloží se do kádinky a přidají se čtyři hmotnostní díly pufovacího roztoku (pH 4,6) připraveného zředěním 6,0 ml ledové kyseliny octové a 13,6 g octanu sodného vodou na objem 1 litr. Směs se zahřívá dvě hodiny při 90 °C, poté se přefiltruje přes filtrační kelímek o střední pórovitosti a zbytek na filtru (hexogen) se suší při 100 °C po dobu dvou hodin. Směs 1 hmotnostního dílu hexogenu a 1 až 1,5 objemového dílu

dimetylsulfoxidu se zahřeje na 92 °C až 96 °C (s případným přidáním dalšího 1 dílu dimetylsulfoxidu pro úplné rozpuštění hexogenu). Roztok se pak zahřívá 30 minut při 92 °C až 96 °C. K roztoku se poté přidává destilovaná voda, až se roztok začne kalit. Směs se zase zahřeje až do opětovného vyčeření a poté se rychle zchladí na pokojovou teplotu a přefiltruje. Malý vzorek sraženiny se promyje a vysuší pro analýzu čistoty popsanou v čl. 8.3.2.4.2. Výše uvedený postup se opakuje tak dlouho, až se získá velmi čistý produkt. Sraženina na filtru se poté promyje 50% vodným roztokem acetonu a suší se při 100 °C po dobu dvou hodin.

8.3.2.4.2 Analýza čistoty standardu hexogenu

Pro analýzu čistoty standardu hexogenu se nejprve připraví rozpouštědlo hexogenu promícháváním krystalů oktogenu s 1,2-dichloretanem za teploty okolí po dobu čtyř hodin. Rozpustnost oktogenu v 1,2-dichloretanu za teploty 24 °C je 0,02 g na 100 ml. S přesností na 0,1 mg se do zvážené skleněné kónické baňky se zátkou o objemu 125 ml naváží přibližně 0,2 g kalibračního standardu hexogenu (hmotnost W_g). Přidá se 100 ml 1,2-dichloretanu nasyceného oktogenem, baňka se zazátkuje a baňkou se jednu hodinu třepe. Přesně se zváží skleněná fritta o jemné pórovitosti a objemu 30 ml a usadí se na filtrační baňku. Za spuštěného odsávání se obsah kónické baňky s pomocí oktogenem nasyceného 1,2-dichloretanu přelije na frittu. Zbytek na fritě se dvakrát promyje 100 ml dietyléteru.

V odsávání se pokračuje dalších 15 minut pro vysušení zfiltrovaného zbytku hexogenu, poté se fritta vloží do exsikátoru, nechá se vytemperovat na teplotu okolí a zváží se. Nerozpustný zbytek o hmotnosti W_r na fritě je oktogen. Procentuální obsah hexogenu ve vzorku se tedy vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ hexogenu} = \frac{(W_g - W_r) \times 100}{W_g} \quad (23),$$

kde W_g - původní hmotnost vzorku [g],
 W_r - hmotnost nerozpustného zbytku na fritě [g].

8.3.2.4.3 Kalibrační standardy

Pro kalibraci přístroje se připraví směsné kalibrační standardy o složení uvedeném v tabulce 7 a hmotnosti po 5 g (s přesností na 0,1 mg). K přípravě směsného standardu se používají přečištěné materiály prosáté přes síto s velikostí ok 60 μm v takových navážkách, aby poskytly celkem 5,0 g směsi. Navažování složek se provádí s přesností na 0,1 mg. Po navážení se nasypou do Erlenmeyerových baněk o objemu 250 ml a nechají se třepat v třepačce po dobu minimálně tří hodin.

TABULKA 7 – Složení směsných kalibračních standardů

Beta-oktogen [%]	Alfa-oktogen [%]	Hexogen [%]
99,70	0,30	0,00
99,40	0,60	0,00
99,00	1,00	0,00
98,00	2,00	0,00
97,00	3,00	0,00
96,00	4,00	0,00

Beta-oktogen [%]	Alfa-oktogen [%]	Hexogen [%]
95,00	5,00	0,00
99,00	0,00	1,00
98,00	0,00	2,00
97,00	0,00	3,00
96,00	0,00	4,00
95,00	0,00	5,00
94,00	0,00	6,00
93,00	0,00	7,00
92,00	0,00	8,00
91,00	0,00	9,00
90,00	0,00	10,00

8.3.2.4.4 Postup kalibrace

Vlastní kalibrace se provádí měřením intenzit směsných kalibračních standardů při úhlech 2θ o velikostech $16,90^\circ$, $17,81^\circ$, $24,10^\circ$ a $25,10^\circ$ postupem uvedeným v čl. 8.3.2.4.5. Ze získaných výsledků se zpracuje kalibrační křivka hexogenu grafickým vynesemím závislosti opravené intenzity [cps] při úhlu 2θ o velikosti $17,81^\circ$ na koncentraci hexogenu [hm. %]. Analogicky se vypracuje kalibrační křivka alfa-oktogenu z dat získaných při úhlu 2θ o velikosti $25,10^\circ$. Rovněž se vytvoří opravná kalibrační křivka pro stanovení alfa-oktogenu za přítomnosti hexogenu grafickým vynesemím závislosti opravené intenzity [cps] při úhlu 2θ o velikosti $25,10^\circ$ na koncentraci hexogenu [hm. %] pro vzorky bez obsahu alfa-oktogenu.

8.3.2.4.5 Příprava a analýza vzorku oktogenu

Pro analýzu se použije vzorek oktogenu o velikosti částic menší než $62\ \mu\text{m}$. Pokud má vzorek (zejména rekrystalizovaný oktogen) částice větší, je vzorek nutno lehce podrtit v moždíři. Drcení se provádí opatrně po 0,1 g; celkově je ke zkoušce potřeba 0,4 g vzorku. Hliníkový držák vzorků se položí na velmi jemný povrch typu leštěné nerezové oceli, drážkovanou stranou dolů. Do dutiny držáku se nasype vzorek a slisuje se špachtlí. Následně se přidá další podíl práškového vzorku a ručně se slisuje nerezovým blokem silou 250 N až 500 N. Poté se zkoumá povrch vzorku na drážkované straně držáku. Povrch vzorku nesmí vykazovat žádné dutiny, praskliny nebo jiné defekty. Neslisovaný prášek vzorku se z držáku odstraní a rovněž drážkovaná strana držáku vzorku musí být před vložením do difraktometru bez volných částic.

Při vlastním měření se odstraní kryt difraktometru a při zavřených krytkách rentgenové lampy se vloží vzorek tak, aby drážka na držáku vzorku splývala s drážkou na goniometrické ose rotace. Na přístroj se opět nasadí kryt tak, aby se nepohnulo vzorkem. Spustí se přístroj a nastaví se hodnota úhlu 2θ na $16,900^\circ$. Krytky na rentgenové lampě se co nejvíce otevrou.

Po 30 sekundách se kolébkový přepínač přepne na měření a zápis dat. Poté se goniometr nastaví na úhel 2θ o velikosti $17,810^\circ$ a měření se opakuje. Další měření se provádí při úhlech 2θ $24,100^\circ$ a $25,100^\circ$. Po skončení měření

se zavřou krytky rentgenové lampy a pokud nejsou žádné další vzorky k měření, přístroj se vypne.

8.3.2.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Vyhodnotí se reprezentativní počet impulzů za 1 sekundu [cps] pro jednotlivé měřené úhly. Počet impulzů obdržných při úhlu 2θ $16,900^\circ$ se odečte od počtu impulzů získaných při úhlu 2θ $17,810^\circ$. Rozdíl těchto hodnot se rovná intenzitě [cps] odpovídající určitému procentuálnímu obsahu hexogenu; z kalibrační křivky se pak získá koncentrace hexogenu ve vzorku. Podobně se odečte počet impulzů obdržných při úhlu 2θ $24,10^\circ$ od počtu impulzů při úhlu 2θ $25,10^\circ$ a daný rozdíl odpovídá intenzitě (a tedy i obsahu) alfa-oktogenu. Z kalibrační křivky se poté stanoví koncentrace alfa-oktogenu ve vzorku. Pokud je koncentrace hexogenu ve vzorku vyšší než 1 %, provede se oprava obsahu alfa-oktogenu. Pro tento účel se z třetí kalibrační křivky (závislost intenzity při úhlu 2θ $25,100^\circ$ na koncentraci hexogenu) odečte počet impulzů [cps] odpovídající zjištěné koncentraci hexogenu. Tato oprava se odečte od počtu impulzů dříve zjištěných u alfa-oktogenu a z kalibrační křivky alfa-oktogenu se stanoví skutečný obsah alfa-oktogenu ve vzorku.

8.3.3 Stanovení obsahu hexogenu kolorimetrickou (spektrofotometrickou) metodou

8.3.3.1 Princip metody

Principem je interakce hexogenu a nitroprusidu sodného v alkalickém vodném acetonu za vzniku zeleného roztoku s absorpčním pásem od 625 nm do 635 nm, jehož optická hustota se měří spektrofotometrem. Za použitých podmínek stanovení oktogen s daným činidlem nereaguje. Kvantifikace se provádí metodou kalibrační křivky sestavené na základě výsledků měření oktogen se známým obsahem hexogenu. Pro přesnost stanovení je nezbytné přísně dodržovat popsané podmínky analýzy.

8.3.3.2 Chemikálie a činidla

Vodný 50% aceton připravený smícháním stejných objemových dílů vody a acetonu o teplotě $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Roztok nitroprusidu sodného připravený rozpuštěním $(0,16 \pm 0,001)$ g nitroprusidu sodného ve vodě na celkový objem roztoku 300 ml. Musí se připravovat každý den čerstvý.

Roztok hydroxidu sodného o koncentraci $(0,250 \pm 0,002)$ M.

Oktogen bez obsahu hexogenu. Do papírové extrakční patrony se naváží (25 ± 1) g oktogenu Typ III a extrahuje se 500 ml vodného acetonu. Po ochlazení se odfiltruje vyextrahovaný oktogen a promyje se nejprve vodným acetonem a poté vodou. Ověř se, zda extrakcí nevznikly citlivé polymorfy oktogenu a suší se dvě hodiny při teplotě $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$.

8.3.3.3 Přístroje a zařízení

Vhodný UV/VIS spektrofotometr.

Lázeň voda-led.

8.3.3.4 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti $(10 \pm 0,1)$ g, sušený v sušárně po dobu dvou hodin při teplotě (103 ± 2) °C, se nasype do papírové extrakční patry a extrahuje se ve vodní lázni prostřednictvím 50 ml vodného acetonu s použitím trubice pro extrakci párou a baňky s plochým dnem o objemu 100 ml jako kondenzátoru par.

Po skončení extrakce se nechá obsah baňky za občasného promíchání ochladit na teplotu okolí. Extrakční kapalina se doplní acetonem na objem 55 ml, přičemž přídavek nemá být větší než 5 ml acetonu.

Kousek skleněné trubičky vyplněné skelnou vatou se pomocí krátké pryžové hadičky nasadí na špičku pipety o objemu 5 ml. S použitím takového filtru se odpipetuje 5 ml extraktu vzorku do baňky se zátkou o objemu 25 ml (filtr se před vyprázdněním pipety odstraní). Ze samostatných byret se poté do baňky k extraktu přidá v uvedeném pořadí 7,5 ml acetonu, 7,5 ml roztoku nitroprusidu sodného, 1,0 ml roztoku hydroxidu sodného a baňkou se po každém přidání zatřepe.

Baňka se na čtyři hodiny ponoří do lázně voda-led, poté se z lázně vyjme a změří se optická hustota roztoku v pásmu mezi 625 nm až 630 nm. Dle intenzity zabarvení se použijí měřicí kyvety o tloušťce vzorku 1 cm nebo 4 cm. Jako referenční látka pro odečet optické hustoty pozadí se používá voda.

Pro zabránění interferencí, způsobených kondenzací par na vnějším povrchu kyvet, je doporučeno přetřít měřicí plochy kyvet zředěným roztokem povrchově aktivní látky.

Pro sestavení kalibrační křivky se připraví sada standardů přesným navážením 0,001 g až 0,026 g suchého hexogenu do papírové extrakční patry a přidáním $(10 \pm 0,1)$ g oktogenu bez obsahu hexogenu (viz čl. 8.3.3.2). U těchto standardů se provede výše popsaným způsobem extrakce a spektrofotometrické stanovení optických hustot. Ze získaných výsledků se sestaví kalibrační křivka vynesemím závislosti optické hustoty roztoku standardu na množství obsaženého hexogenu.

8.3.3.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah hexogenu ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ hexogenu} = W_l \times 10 \quad (24),$$

kde W_l - hmotnost hexogenu ve vzorku [g].

8.3.4 Stanovení obsahu alfa-oktogenu mikroskopickou metodou

8.3.4.1 Princip metody

Malé množství vzorku se disperguje v kapalině o indexu lomu $1,563 \pm 0,001$ při teplotě 23 °C a přítomné krystaly alfa-oktogenu se detekují pomocí polarizačního mikroskopu. Metoda je vhodná pro krystaly mající největší rozměr větší než 30 μm nebo nejmenší rozměr větší než 10 μm .

Za nejmenší rozměr krystalu viditelný pod mikroskopem se pro účely této metody považuje rozměr kolmý ke směru největšího rozměru. Za velký krystal alfa-oktogenu se považuje krystal o největším rozměru větším než 120 μm nebo o nejmenším rozměru větším než 10 μm .

8.3.4.2 Chemikálie a činidla

Imerzní kapalina připravená přidáváním 1-bromnaftalenu k brombenzenu až do stavu, kdy index lomu směsi získá hodnotu $1,563 \pm 0,001$ při 23 °C.

8.3.4.3 Přístroje a zařízení

Polarizační mikroskop s 60násobným až 90násobným zvětšením, opatřený otáčivým stolcem, připojitelným mechanickým držákem a okulárem s kalibrovaným čtvercovým rastrem. Rastr se používá pro vymezení zorného pole a stanovení velikosti krystalů.

8.3.4.4 Postup zkoušky

Z různých míst vzorku se po malých dávkách odebere přibližně 2g navážka, která se nasype do kádinky o objemu 10 ml a nechá vysušit v sušárně při teplotě (103 ± 2) °C po dobu dvou hodin. Malé množství vysušeného vzorku se smočí minimálním množstvím imerzní kapaliny. Část smočeného vzorku se odebere a spolu s imerzní kapalinou se přenese na podložní sklíčko. Sklíčko se uchytlí na mechanický držák a okraj směsi krystalů se posune do zorného pole mikroskopu s nastaveným polarizátorem.

V zorném poli mikroskopu se stanoví celkový počet krystalů libovolného typu, které jsou obsaženy v rastru a které mají největší rozměr větší než 30 μm nebo nejmenší rozměr větší než 10 μm . Krystaly alfa-modifikace ve směsi krystalů se identifikují otáčením stolku mezi dvěma polohami zatemnění v 90° rozestupu, přičemž při nejméně jedné z nich krystaly alfa-oktogenu zmizí. Spočítají se krystaly alfa-oktogenu. Pokud jejich největší rozměr překročí 120 μm nebo jejich nejmenší rozměr přesáhne 10 μm , zaznamená se jejich velikost. Otáčivý stolek se vrátí do své původní pozice a mechanický držák sklíčka se posune do dalšího zorného pole. Se zkoumáním se pokračuje až do dosažení počtu 200 spočítaných krystalů. Poté se připraví vzorky na nová podložní sklíčka a stanovení se opakuje až do spočítání potřebného počtu krystalů.

8.3.4.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Stanoví se a do protokolu se uvede:

- a) počet krystalů alfa-oktogenu o největších rozměrech v rozsahu 30 μm až 120 μm na 600, 1 000 a 2 000 krystalů vzorku oktogenu,
- b) počet krystalů alfa-oktogenu s nejmenším rozměrem větším než 10 μm nebo největším rozměrem větším než 120 μm .

8.3.5 Stanovení obsahu alfa-oktogenu infračervenou spektrofotometrií

8.3.5.1 Princip metody

Vzorek výbušniny se rozetře za přítomnosti čistého parafínového oleje a obsah alfa-oktogenu ve vzniklé kašovitě hmotě se stanoví IČ spektrofotometrií.

8.3.5.2 Chemikálie a činidla

Čistý parafínový olej.

8.3.5.3 Přístroje a zařízení

Dvoupaprskový IČ spektrofotometr se zapisovačem.

Leštěné destičky z kamenné soli o rozměrech (40 × 40 × 5) mm.

Hliníková, olověná nebo teflonová fólie o nominální tloušťce 0,05 mm.

Kulový mlýn o vnitřním průměru přibližně 130 mm (vnitřní objem přibližně 1 litr) s těsnicím víčkem, obsahující dvacet keramických kuliček o průměru 25 mm a pět kuliček o průměru 20 mm.

8.3.5.4 Postup zkoušky

Keramické kuličky se nasypou do čisté a suché nádoby kulového mlýna a pomocí injekční stříkačky se přidají 2,0 ml čistého parafínového oleje. Nádobou se protřepává, až jsou všechny kuličky a vnitřní povrch nádoby pokryty vrstvou oleje. Poté se do mlýna přidá $(4 \pm 0,01)$ g vzorku oktogenu sušeného v sušárně po dobu dvou hodin při teplotě (103 ± 2) °C a vzorek se mele (30 ± 1) minut rychlostí přibližně 80 otáček za minutu. Mletí musí být prováděno bez přítomnosti obsluhy.

Po skončení mletí se malý klínek vzniklé pasty nanese na střed destičky z kamenné soli. Dva tenké pásy hliníkové, olověné nebo teflonové fólie o šířce maximálně 5 mm a tloušťce 0,05 mm se uloží na protilehlé okraje destičky. Destička s distančními pásky se překryje jinou destičkou a mírně se stlačí, až se pasta rozprostře po středu destičky a vrchní destička pevně spočívá na obou páscích.

Takto připravená kyveta se vzorkem se vloží do měrného paprsku dvoupaprskového IČ spektrofotometru a do referenčního paprsku se vloží analogicky připravená kyveta obsahující čistý beta-oktogen. Spektrofotometr se opticky nastaví tak, aby při vlnočtu 995 cm^{-1} poskytoval vzorek 90% prostupu záření. Poté se proměří spektrum v rozsahu vlnočtů $1\ 100 \text{ cm}^{-1}$ až 950 cm^{-1} .

Při nepřítomnosti hexogenu by spektrum vzorku nemělo vykazovat žádnou absorpci v pásmu $1\ 035 \text{ cm}^{-1}$ až $1\ 030 \text{ cm}^{-1}$ kromě normální absorpce odpovídající čistému beta-oktogenu. Pokud je hexogen přítomen, pak ke stejnému vyhodnocení může být použit rozsah vlnočtů mezi 850 cm^{-1} až 848 cm^{-1} , ale citlivost stanovení přítomnosti alfa-oktogenu je v této oblasti menší.

Měřením píkové absorpance kalibračních standardů oktogenu se známým obsahem alfa-oktogenu v uvedených rozsazích vlnočtů lze sestavit kalibrační křivku pro stanovení procentuálního obsahu alfa-oktogenu ve vzorku.

8.3.5.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Do protokolu se uvede procentuální obsah alfa-oktogenu ve vzorku.

8.3.6 Stanovení bodu tání pomocí Maquenneho bloku

8.3.6.1 Princip metody

Za bod tání se při této zkoušce považuje minimální teplota, při níž dojde k tání vzorku výbušniny za méně než 30 sekund od vložení vzorku na vyhřívaný Maquenneho blok. Bod tání se stanovuje ve srovnání s bodem tání standardní výbušniny.

8.3.6.2 Chemikálie a činidla

Standardní vzorek oktogenu.

8.3.6.3 Přístroje a zařízení

Maquenneho blok s elektrickým vyhříváním a stíněním proti proudění vzduchu.

Teploměr s dělením po 0,5 °C.

8.3.6.4 Postup zkoušky

Několik gramů homogenizovaného vzorku se suší při teplotě 100 °C po dobu jedné hodiny a poté se roztře na jemný prášek.

Baňka teploměru musí být umístěna ve středové části Maquenneho bloku a jeho sloupec musí být co nejkratší. Poloha baňky na bloku se zaznamená. Povrch bloku musí být dokonale čistý.

Ohřev bloku se nastaví tak, aby rychlost vzrůstu teploty v oblasti očekávaného bodu tání byla 1 °C za dvě až tři minuty.

Na blok se nasype velmi malé množství vzorku tak, aby krystaly byly v kontaktu s baňkou teploměru. Během méně než 30 sekund dojde k jejich tavení.

Zkouška se zopakuje se standardní výbušninou se stejným teploměrem umístěným přesně na stejném místě jako u měření vzorku.

8.3.6.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Bod tání vzorku t se stanoví ze vztahu:

$$t = t_1 + t_0 - t_2 \quad (25),$$

kde	t	-	bod tání zkoušeného materiálu [°C],
	t_0	-	známý bod tání standardní výbušniny [°C],
	t_1	-	pozorovaná teplota tání zkoušeného materiálu [°C],
	t_2	-	pozorovaná teplota tání standardní výbušniny [°C].

8.3.7 Stanovení bodu tání Fisher–Johnsovou metodou

8.3.7.1 Princip metody

Principem je stanovení teploty, při které dojde u vzorku oktogenu k přechodu z pevného do kapalného stavu.

8.3.7.2 Chemikálie a činidla

Reprezentativní vzorek oktogenu ze zkoušené šarže.

8.3.7.3 Přístroje a zařízení

Fisher–Johnsův přístroj s topnou deskou pro stanovení bodu tání.

Malá achátová třecí miska.

Krycí sklíčka o průměru 18 mm.

8.3.7.4 Postup zkoušky

Teploměr přístroje se kalibruje pomocí vhodných standardů se stanovenými body tání. Vzorek se roztře v achátové misce na jemný prášek a jeho malá část o hmotnosti přibližně 0,05 g se umístí mezi dvě čistá krycí sklíčka o průměru 18 mm. Sklíčka se opatrně, ale pevně stlačí proti sobě a vloží se do kruhové prohlubně v topné desce přístroje. Zapne se vyhřívání přístroje a teplota se nechá rychle vzrůstat až k dosažení hodnoty přibližně 15 °C pod očekávaným bodem tání a poté se rychlost zahřívání sníží na přibližně 1 °C za minutu.

8.3.7.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Když vzorek začne tát, zaznamená se teplota na teploměru a po opravě na kalibraci teploměru se uvede do protokolu jako bod tání vzorku.

8.3.8 Stanovení bodu tání metodou Heraeus Fus-O-Mat

8.3.8.1 Přístroje a zařízení

Přístroj pro stanovení bodu tání metodou Heraeus Fus-O-Mat.

8.3.8.2 Postup zkoušky

Vzorek se jemně rozetře v achátové misce na jemný prášek a jeho malá část o hmotnosti 5 mg až 10 mg se nasype do mikrozkušavky o průměru 1 mm tak, aby vznikl sloupec vysoký 3 mm až 5 mm.

Termočlánek s pláštěm z nerezové oceli se vloží do vzorku až na samé dno mikrozkušavky. Mikrozkušavka s termočlánkem se poté vloží do topné pícky, nastaví se odpovídající rozsah zapisovače přístroje Fus-O-Mat a spustí se zahřívání.

Zahřívání může do dosažení teploty 30 °C až 40 °C pod očekávaným bodem tání probíhat rychlostí 100 °C/min. Poté se rychlost zahřívání sníží na 10 °C/min a pomocí zapisovače se zaznamenává teplotní křivka průběhu tání.

Po dokončení procesu tání vzorku, který je u oktogenu spojen se začátkem rozkladu, se vypne zahřívání pícky i zapisovač, termočlánek se vytáhne z taveniny, očistí se acetonelem a uloží se do čisté zkumavky. Použitá mikrozkušavka se vyřadí.

8.3.8.3 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Proces tání se na záznamu zkoušky (závislost teploty na čase) projeví dočasným poklesem rychlosti nárůstu teploty (bod koalescence) následovaným exotermickou rozkladnou reakcí oktogenu. Bod tání se poté vyjádří jako teplota, při níž byla tato změna započata.

8.3.9 Stanovení bodu tání metodou Townsona a Mercera

8.3.9.1 Princip metody

Bod tání se stanoví u jemně rozetřeného vzorku oktogenu obsaženého v kapilární trubičce, a to s použitím elektricky vyhřívaného přístroje. Bodem tání je teplota, při které se objeví první příznaky přechodu trhaviny do kapalného stavu.

8.3.9.2 Přístroje a zařízení

Elektricky vyhřívaný přístroj pro stanovení bodu tání.

Kapilární trubičky dodávané výrobcem přístroje.

Skleněné teploměry s rozsahem 140 °C až 300 °C dělené po 0,5 °C.

8.3.9.3 Postup zkoušky

Přibližně 1 g reprezentativního vzorku se rozetře na jemný prášek libovolnou schválenou metodou a nechá se sušit v sušárně při teplotě (103 ± 2) °C po dobu čtyř hodin. Rozetřený vzorek se nasype do kapilární trubičky v takovém množství, aby po sklepní vytvořil sloupec o výšce přibližně 5 mm. Přístroj se nechá vyhřívat a trubička se vzorkem se do ní vloží při dosažení teploty 250 °C. Teplota se dále zvyšuje

rychlostí 2 °C až 3 °C·za minutu a zaznamená se hodnota, při níž byly zpozorovány první příznaky tání (objevení kapek). Zjištěná teplota se opraví na kalibraci teploměru.

8.3.9.4 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Do protokolu se jako bod tání uvede teplota (opravená), při které se objevily první příznaky přechodu oktogenu do kapalného stavu.

8.3.10 Stanovení obsahu látek nerozpustných v dimetylsulfoxidu

8.3.10.1 Princip metody

Vzorek se rozpustí v dimetylsulfoxidu, roztok se přefiltruje a zbytek na filtru se vysuší a zváží.

8.3.10.2 Chemikálie a činidla

Dimetylsulfoxid.

8.3.10.3 Přístroje a zařízení

Kádinka o objemu 250 ml.

Křemenný filtrační kelímek s pórovitostí 20 µm až 40 µm.

Vodní lázeň.

8.3.10.4 Postup zkoušky

Do 250ml kádinky se s přesností na 0,1 g naváží (10 ± 2) g suchého vzorku (hmotnost m). Vzorek se rozpustí v 50 ml dimetylsulfoxidu, přičemž se kádinka zahřívá ve vodní lázni. Roztok se přefiltruje přes filtrační kelímek, který se předem přežihá při teplotě (700 ± 50) °C a následně přesně zváží (hmotnost m_1). Kelímek se po filtraci promyje 50 ml acetonu, vysuší se při teplotě 100 °C po dobu jedné hodiny a zváží se s přesností na 0,1 mg (hmotnost m_2).

8.3.10.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných v dimetylsulfoxidu se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ nerozpustných látek} = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m} \quad (26),$$

kde m - navážka vzorku oktogenu [g],
 m_1 - hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],
 m_2 - hmotnost filtračního kelímku s nerozpustným zbytkem [g].

Tato zkouška se může provádět i s vlhkým vzorkem oktogenu (s obsahem vlhkosti přibližně do 20 %), přítomnost vlhkosti však musí zdůvodněna v protokolu o zkoušce. Procentuální obsah látek nerozpustných v dimetylsulfoxidu se pak vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ nerozpustných látek} = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m \times (100 - H)} \quad (27),$$

kde m - navážka vlhkého vzorku [g],
 m_1 - hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],
 m_2 - hmotnost filtračního kelímku s nerozpustným zbytkem [g],
 H - obsah vlhkosti ve vzorku [%].

8.3.11 Stanovení obsahu látek nerozpustných v acetonu – metoda 1

8.3.11.1 Princip metody

Vzorek se rozpustí v horkém acetonu, vzniklý roztok se přefiltruje přes filtrační kelímek se skleněnou fritou a zbytek na filtru se vysuší a zváží.

8.3.11.2 Chemikálie a činidla

Aceton, technický.

8.3.11.3 Přístroje a zařízení

Kádinka o objemu 600 ml.

Filtrační kelímek střední pórovitosti z tepelně odolného skla pyrex.

Muflová pec.

Analytické váhy.

Motor poháněný stlačeným vzduchem nebo tyčinka na míchání.

Hodinové sklíčko.

Topná deska vyhřívaná párou.

8.3.11.4 Postup zkoušky

S přesností na 0,001 g se odváží přibližně 10 g vzorku (hmotnost W), nasype se do 600ml kádinky a přidá se 400 ml přefiltrovaného acetonu. Kádinka se překryje hodinovým sklíčkem a položí se na parní lázeň. Směs se míchá, až se všechny oktogen rozpustí. V případě potřeby je možno přidat další aceton. Roztok oktogenu se přefiltruje přes filtrační kelímek, který byl předtím přežhán v muflové peci při teplotě $(700 \pm 20) ^\circ\text{C}$ a zvážen s přesností na 0,000 1 g (hmotnost B). Případný nerozpustný zbytek v kádince se na filtrační kelímek spláchne proudem acetonu ze stříčky. Nerozpustný zbytek v kelímku se třikrát promyje 20 ml acetonu a odsává se tak dlouho, až není patrný zápach acetonu. Kelímek se poté suší v sušárně při teplotě $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$ po dobu 30 minut, ochladí se v exsikátoru na teplotu okolí a zváží s přesností na 0,000 1 g (hmotnost A). Kelímek s nerozpustným zbytkem se dále použije pro stanovení obsahu nerozpustných anorganických látek.

8.3.11.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných v acetonu se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek nerozpustných v acetonu} = \frac{(A - B) \times 100}{W} \quad (28),$$

kde	A	-	konečná hmotnost filtračního kelímku s nerozpuštěnými látkami [g],
	B	-	hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],
	W	-	navážka vzorku oktogenu [g].

8.3.12 Stanovení obsahu látek nerozpustných v acetonu – metoda 2

8.3.12.1 Princip metody

Vzorek se rozpustí v horkém acetonu, vzniklý roztok se přefiltruje přes filtrační kelímek se skleněnou fritou a zbytek na filtru se vysuší a zváží.

8.3.12.2 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

8.3.12.3 Přístroje a zařízení

Filtrační kelímeček se skleněnou fritou o pórovitosti G4 (P16).

8.3.12.4 Postup zkoušky

Vzorek o ekvivalentní hmotnosti sušiny ($10,0 \pm 0,1$) g se nasype do kádinky o objemu 1 litr a přidá se 600 ml až 700 ml acetonu. Kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem a zahřívá ve vroucí vodní lázni až do úplného rozpuštění vzorku. Horký roztok se přefiltruje přes předem zvážený filtrační kelímeček (hmotnost W_1) tak, aby se případný nerozpuštěný podíl kvantitativně převedl na fritu. Kelímeček se promyje 100 ml horkého acetonu, aby se rozpustily případné zbylé krystaly oktogenu na fritě, poté se 30 až 35 minut suší při teplotě (103 ± 2) °C, nechá se ochladit v exsikátoru a znovu se zváží (hmotnost W_2).

8.3.12.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální celkový obsah látek nerozpustných v acetonu se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ látek nerozpustných v acetonu} = (W_2 - W_1) \times 10 \quad (29),$$

kde W_1 - hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],
 W_2 - konečná hmotnost filtračního kelímku s nerozpuštěnými látkami [g].

Pokud výsledek překročí stanovenou mez, vzorek nerozpustného podílu je nutno uchovat pro další zkoumání.

8.3.13 Stanovení obsahu látek nerozpustných v acetonu – metoda 3

8.3.13.1 Princip metody

Vzorek výbušniny se při stanovení rozpustí v acetonu, přefiltruje se přes vrstvu papíroviny, ta se následně spálí při 600 °C a stanoví se množství nespáleného zbytku.

8.3.13.2 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

8.3.13.3 Přístroje a zařízení

Papírovina, která se připraví tak, že směs filtračního papíru pro vážkové stanovení a vody se třepe ve vysoké láhvi, až dojde k rozpadnutí papíru. Vzniklá papírovina se nanese na perforovaný porcelánový disk v běžné filtrační nálevce (jako při přípravě Goochova kelímku) a poté se promyje acetonem.

8.3.13.4 Postup zkoušky

Vzorek o ekvivalentní hmotnosti sušiny ($10,0 \pm 0,1$) g se za tepla rozpustí v 600 ml až 700 ml acetonu a horký roztok se za odsávání přefiltruje přes připravený filtr s vrstvou papíroviny. Filtr se poté důkladně promyje horkým acetonem a v odsávání se pokračuje ještě přibližně jednu minutu pro odstranění většiny zbytkového acetonu.

Papírovina se zachycenými nerozpustnými částicemi se vloží do předem zváženého kelímku (hmotnost W_3). Vnitřek nálevky se očistí kouskem filtračního papíru, který se rovněž vloží do kelímku. Papírovina se v kelímku zapálí a po shoření všech

organických složek se kelímek v digestoři při zapnutém odsávání přežihá při teplotě (600 ± 10) °C po dobu 10 až 15 minut. Kelímek se po přežihání nechá ochladit v exsikátoru na teplotu okolí a znovu se zváží (hmotnost W_4).

8.3.13.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek anorganických nerozpustných v acetonu se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ anorganických látek nerozpustných v acetonu} = (W_4 - W_3) \times 10 \quad (30),$$

kde W_3 - hmotnost prázdného filtračního kelímku [g],
 W_4 - konečná hmotnost filtračního kelímku
s nerozpuštěnými látkami po přežihání [g].

Jestliže výsledek překročí stanovenou mez, vzorek nerozpustného podílu je nutno uchovat pro další zkoumání.

8.3.14 Stanovení obsahu pískovitých částic – metoda 1

8.3.14.1 Princip metody

Principem metody je extrakce výbušniny přes síto pomocí vhodného rozpouštědla a zjištění charakteru zbylých pískovitých částic.

8.3.14.2 Chemikálie a činidla

Dimetylsulfoxid.

8.3.14.3 Přístroje a zařízení

Kovová síta s velikostí ok 0,5 mm a 0,25 mm s doporučeným průměrem 5 cm.

8.3.14.4 Postup zkoušky

Síto s velikostí ok 0,5 mm se položí na síto s velikostí ok 0,25 mm, na vrchní síto se nasype (50 ± 2) g vzorku a extrahuje se dimetylsulfoxidem. Po skončení extrakce se sesbírají částice zbývající na obou sítích. Ostrohranný charakter částic se ověří jejich postupným ukládáním mezi dvě skleněné desky, mezi nimiž se pak třou. Pískovité částice budou dřít a škrábat sklo. Stanoví se počet pískovitých částic zachycených na každém síti.

8.3.14.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Do protokolu se uvede počet pískovitých částic zachycených na síti s velikostí ok 0,5 mm (označuje se n_1) a počet pískovitých částic zachycených na síti s velikostí ok 0,25 mm (označuje se n_2).

8.3.15 Stanovení obsahu pískovitých částic – metoda 2

8.3.15.1 Princip metody

Výbušnina se extrahuje s acetonem v Soxhletově extraktoru a následně se stanoví počet částic zachycených na sítích s velikostí ok 420 μm a 250 μm .

8.3.15.2 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

8.3.15.3 Přístroje a zařízení

Soxhletův extraktor.

Parní lázeň.

Síta s velikostí ok 420 μm a 250 μm .

8.3.15.4 Postup zkoušky

Vzorek o ekvivalentní hmotnosti sušiny ($50 \pm 0,5$) g se nasype do extrakční patrony a vloží do Soxhletova extraktoru. Do baňky se přidá dostatečné množství acetonu a vzorek se extrahuje na parní lázni až do úplného rozpuštění. Případný nerozpustný zbytek v extrakční patroně se nasype na síto s velikostí ok 250 μm , proseje se a zaznamená se počet zachycených částic. Poté se zachycené částice přenesou na síto s velikostí ok 420 μm , prosejí se a opět se zaznamená počet částic zachycených na tomto síti.

8.3.15.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Do protokolu se uvede počet částic zachycených na síti s velikostí ok 250 μm a počet pískovitých částic zachycených na síti s velikostí ok 420 μm .

8.3.16 Stanovení obsahu pískovitých částic zachycených na sítích 250 μm a/nebo 63 μm

8.3.16.1 Princip metody

Výbušnina se extrahuje s acetonem v upraveném Soxhletově extraktoru. Zbytek po extrakci se zváží a zjistí se charakter případných pískovitých částic.

8.3.16.2 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

8.3.16.3 Přístroje a zařízení

Upravený Soxhletův extraktor tvořený extrakční nádobou opatřenou vhodným kondenzátorem par a obsahující vysoké válcové síto s velikostí ok 63 μm a o rozměrech 90 mm \times 38 mm, uložené na trianglu ve skleněné misce (viz obrázek 4).

Síta s velikostí ok 63 μm a 250 μm .

8.3.16.4 Postup zkoušky

Vzorek o ekvivalentní hmotnosti sušiny (50 ± 1) g se nasype do vysokého válcového síta s velikostí ok 63 μm , vloží do Soxhletova extraktoru s acetonem a vloží do párou vyhřívané vodní lázně. Aceton se nechá tak dlouho refluxovat, až rozpustí všechny oktogen. Síto se poté odstraní a vysuší.

Zachycený nerozpustný zbytek se přesype na hodinové sklíčko předem zvážené s přesností na 0,000 1 g (hmotnost W_7) a vše se zváží (hmotnost W_8). Zbytek se potom přesype na síto s velikostí ok 250 μm , proseje se a zjistí se přítomnost pískovitých částic zachycených na síti.

8.3.16.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

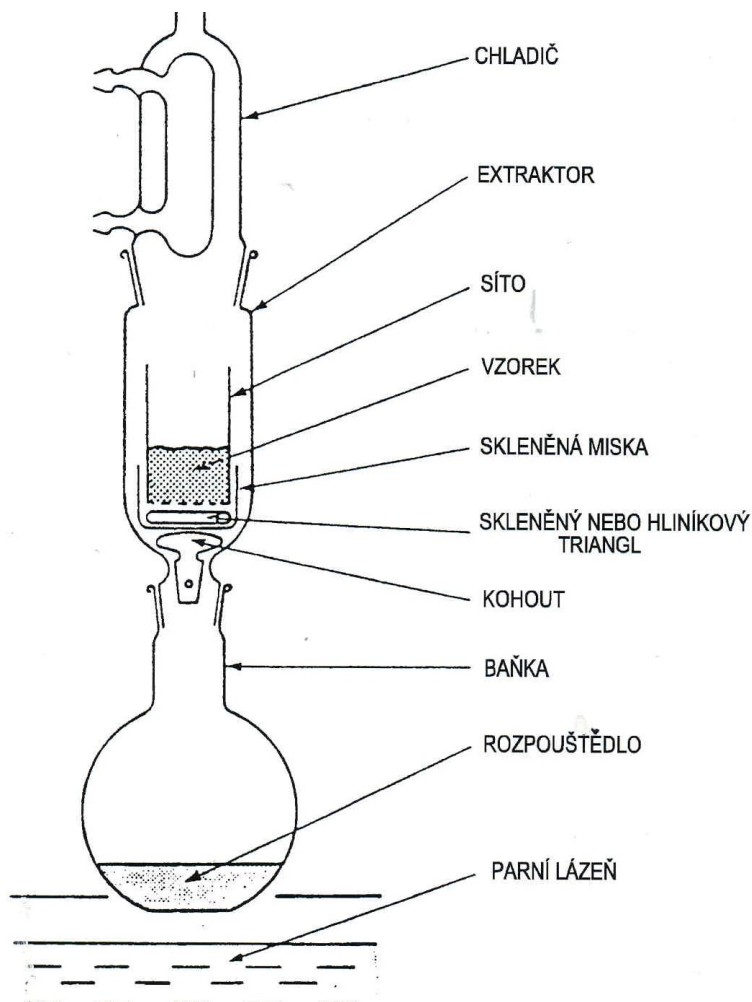
Procentuální obsah pískovitých částic zachycených na síti s velikostí ok 63 μm se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ pískovitých částic na síti } 63 \mu\text{m} = (W_8 - W_7) \times 2 \quad (31),$$

kde W_7 - hmotnost prázdného hodinového sklíčka [g],

W_8 - hmotnost hodinového sklíčka s nerozpuštěnými látkami [g].

Do protokolu se zaznamená i počet pískovitých částic zachycených na síti s velikostí ok 250 μm .



OBRÁZEK 4 – Upravený Soxhletův extraktor pro stanovení obsahu pískovitých částic

8.3.17 Stanovení obsahu popela – metoda 1

8.3.17.1 Princip metody

Principem metody je přežhánání zbytku po stanovení látek nerozpustných v dimetylsulfoxidu (viz čl. 8.3.10) a zjištění hmotnosti zůstatku.

8.3.17.2 Přístroje a zařízení

Muflová pec nastavená na $(700 \pm 50) ^\circ\text{C}$.

8.3.17.3 Postup zkoušky

Nerozpustný zbytek, získaný postupem popsáním v čl. 8.3.10, se v původním křemenném kelímku žihá v muflové peci do červeného žáru při teplotě $(700 \pm 50) ^\circ\text{C}$. Přežhánaný kelímek se nechá ochladit v exsikátoru a zváží se s přesností na 1 mg.

8.3.17.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah popela ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ popela} = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m} \quad (32),$$

kde m_1 - hmotnost prázdného kelímku [g],
 m_2 - hmotnost kelímku po přežihání [g],
 m - původní navážka vzorku oktogenu před extrakcí [g].

8.3.18 Stanovení obsahu popela – metoda 2

8.3.18.1 Princip metody

Principem metody je přežihání zbytku po stanovení látek nerozpustných v acetonu (viz čl. 8.3.11) a zjištění hmotnosti zůstatku.

8.3.18.2 Přístroje a zařízení

Muflová pec.

Analytické váhy.

8.3.18.3 Postup zkoušky

Kelímek se zbytkem po stanovení obsahu látek nerozpustných v acetonu dle čl. 8.3.11 se přežihá v muflové peci při teplotě $(700 \pm 10)^\circ\text{C}$ po dobu (30 ± 5) minut, nechá se ochladit v exsikátoru a zváží se s přesností na 0,000 1 g.

8.3.18.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah anorganických nerozpustných látek ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ anorganických nerozpustných látek} = \frac{(C - B) \times 100}{W} \quad (33),$$

kde C - hmotnost kelímku s obsahem po přežihání [g],
 B - hmotnost prázdného kelímku [g],
 W - původní navážka vzorku oktogenu [g].

8.3.19 Stanovení kyselosti nebo alkality

8.3.19.1 Princip metody

Vzorek výbušniny se při stanovení rozpustí v okyseleném acetonu a přítomná kyselost nebo alkalita se stanoví zpětnou titrací roztokem hydroxidu barnatého.

8.3.19.2 Chemikálie a činidla

Roztok chloridu draselného, který se připraví přidáním 5 ml nasyceného roztoku KCl do 1 litru převařené vody a uchovává se tak, aby byl chráněn před působením vzdušného oxidu uhličitého.

Okyselený aceton připravený přidáním 1 ml 0,1M kyseliny octové do 1 litru převařeného a zchlazeného acetonu. Uchovává se tak, aby byl chráněn před působením vzdušného oxidu uhličitého.

Odměrný roztok hydroxidu barnatého o koncentraci 0,01 M. Uchovává se tak, aby byl chráněn před působením vzdušného oxidu uhličitého.

Indikátorový roztok kresolové červeně (0,3% roztok v lihu denaturovaném metanolem).
Vzduch nebo dusík s odstraněným obsahem oxidu uhličitého (průchodem sérií alkalických promývaček).

8.3.19.3 Postup zkoušky

Do každé ze tří očíslovaných baněk na stanovení jodového čísla o objemu 500 ml se nalije voda, nechá se 5 minut vařit, poté se vylije a baňky se nechají ochladit. Do baněk 1 a 3 se naváží vzorek oktogenu o ekvivalentní hmotnosti sušiny ($3,0 \pm 0,1$) g a do všech baněk se přidá 100 ml okyseleného acetonu. Baňky se opatří chladiči a jejich obsah se vaří ve vroucí vodní lázni, až se všechnen oktogen rozpustí. Poté se chladiče odstraní a do baněk se za stálého míchání přidá 100 ml roztoku chloridu draselného. Baňky se zazátkují a rychle se ochladí proudem studené vody.

Proud plynu procházející přes promývačky se trubičkou zavede do baňky 1 a plyn bez obsahu oxidu uhličitého se nechá baňkou probublávat. Přidá se 10 kapek indikátorového roztoku a titruje se roztokem hydroxidu barnatého do bodu ekvivalence projevujícího se stálým růžovým zbarvením. Kapalina nad sraženinou oktogenu v baňce 1 se zdekantuje a do baňky se přilije obsah baňky 2. Za probublávání plynem se obsah baňky znovu titruje hydroxidem barnatým (objem v bodě ekvivalence V_1) s přidáním dalších 10 kapek indikátoru.

Za stejných podmínek se ztitruje obsah baňky 3 a stanoví se objem titračního činidla V_2 v bodě ekvivalence.

8.3.19.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Pokud je rozdíl ($V_2 - V_1$) kladný, vzorek je kyselý. Pokud je tento rozdíl záporný, vzorek je alkalický.

Obsah kyselosti nebo alkality ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\text{obsah kyselosti nebo alkality [meq/kg]} = (V_2 - V_1) \times 6,67 \quad (34),$$

kde V_2 - spotřeba odměrného roztoku při titraci obsahu baňky 1 po přidání obsahu baňky 2 [ml],
 V_1 - spotřeba odměrného roztoku při titraci obsahu baňky 3 [ml].

8.3.20 Stanovení kyselosti

8.3.20.1 Princip metody

Vzorek výbušniny se rozpustí v acetonu a přítomná kyselost se stanoví titrací roztokem hydroxidu sodného.

8.3.20.2 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

Indikátorový roztok fenolftaleinu (1% roztok v etanolu) nebo metylové červeně (0,1 g v 60 ml etanolu).

Odměrný 0,05M roztok hydroxidu sodného.

Destilovaná voda.

8.3.20.3 Přístroje a zařízení

Kádinka o objemu 800 ml.

Parní lázeň.

Byreta.

8.3.20.4 Postup zkoušky

Odváží se přibližně 10 g vysušeného vzorku s přesností na 0,001 g, nasype se do čisté kádinky o objemu 800 ml a přidá se 500 ml acetonu. Kádinka se umístí na parní lázeň a zahřívá se za občasného míchání až do úplného rozpuštění vzorku. Poté se přidá 100 ml destilované vody a 3 až 4 kapky indikátorového roztoku fenolftaleinu nebo metylčerveně a titruje se do bodu ekvivalence 0,05M odměrným roztokem hydroxidu sodného. Stejným postupem, ale bez použití vzorku oktogenu, se provede slepé stanovení.

8.3.20.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Obsah kyselosti ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\text{obsah kyselosti [meq/kg]} = \frac{6,0 \times (S - B) \times M}{W} \quad (35),$$

kde	<i>S</i>	-	spotřeba odměrného roztoku NaOH při titraci vzorku [ml],
	<i>B</i>	-	spotřeba odměrného roztoku při slepém stanovení [ml],
	<i>M</i>	-	molární koncentrace odměrného roztoku [mol/l],
	<i>W</i>	-	navážka vzorku [g].

8.3.21 Vakuový stabilitní test

Vakuový stabilitní test se provádí v souladu s postupem popsáním v ČOS 137601, čl. 6.4. Podmínky zkoušení oktogenu jsou definovány navážkou 5 g vzorku sušeného 4 hodiny při teplotě (103 ± 2) °C, teplotou zkoušky 120 °C a dobou zkoušky 40 hodin. V případě dovozu oktogenu ze zahraničí se přijímají i výsledky zkoušek provedených jinými aparaturami uvedenými ve STANAG 4284, který je touto kapitolou ČOS zaváděn do prostředí ČR.

8.3.22 Stanovení obsahu cyklohexanonu plynovou chromatografií

8.3.22.1 Princip metody

Vzorek výbušniny se rozpustí v gama-butyrolaktonu (nebo acetonu) a obsah cyklohexanonu se stanoví plynovou chromatografií.

8.3.22.2 Chemikálie a činidla

Gama-butyrolakton (doporučené rozpouštědlo) bez obsahu nečistot, které se chromatograficky překrývají s píkem cyklohexanonu. Před použitím by měl být gama-butyrolakton frakčně předestilován za sníženého tlaku (přibližně 2,67 kPa) s odstraněním prvních 15 % a posledních 10 % destilátu a použitím zbytku ke zkoušce.

Aceton (alternativní rozpouštědlo), o čistotě p.a.

8.3.22.3 Přístroje a zařízení

Plynový chromatograf vyhovující následujícím požadavkům:

- a) chromatografická kolona musí být temperovaná na teplotu přibližně 160 °C, regulovanou s přesností na 0,1 °C;
- b) nastavení detektoru a zesilovače výstupního signálu musí být takové, aby 5,0 mm³ 0,001% roztoku cyklohexanonu v gama-butyrolaktonu nebo acetonu vytvořilo signál odpovídající 75 % nastaveného rozsahu stupnice, hladina šumu byla menší než ±0,2 % rozsahu a odklon základní linie menší než 1 % za hodinu. Doporučeným způsobem detekce je plamenová ionizace;
- c) použitá kolona musí být schopna dokonalého rozdělení cyklohexanonu od gama-butyrolaktonu nebo acetonu za méně než 5 minut;
- d) průtok nosného plynu musí být regulován s přesností ±1 %.

Přesné injekční stříkačky schopné dávkovat 5,0 mm³ kapalného vzorku.

8.3.22.4 Postup zkoušky

8.3.22.4.1 Příprava kalibrační křivky

Pro přípravu kalibrační křivky se do odměrných baněk o objemu 100 ml naváží různá množství cyklohexanonu pokrývající rozsah 0,001 g až 0,020 g. Baňky se po rysku doplní gama-butyrolaktonem nebo acetonem. Část každého připraveného kalibračního roztoku o objemu 5,0 mm³ se nastříkne do plynového chromatografu a vyhodnotí se výška píku nebo plocha pod píkem cyklohexanonu. Ze získaných výsledků se vynese grafická závislost této odezvy (výška nebo plocha) na použité navážce cyklohexanonu.

8.3.22.4.2 Analýza vzorku

Reprezentativní vzorek o hmotnosti přibližně 40 g se nasype do čisté skleněné misky a nechá se sušit v sušárně při teplotě (103 ± 2) °C po dobu 2 hodin. Podíl vysušeného vzorku o hmotnosti (10 ± 0,1) g se (s případným zahřátím) rozpustí v 90 ml gama-butyrolaktonu nebo acetonu. Roztok se ochladí na teplotu okolí a přelije se do odměrné baňky o objemu 100 ml a použitým rozpouštědlem se doplní po rysku. Roztok vzorku o objemu 5,0 mm³ se nastříkne do plynového chromatografu a měří se výška píku nebo plocha pod píkem odpovídající cyklohexanonu.

Z kalibračního grafu se odečte množství cyklohexanonu (W_1) odpovídající získané odezvě detektoru.

8.3.22.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah cyklohexanonu ve vzorku se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ cyklohexanonu} = W_1 \times 10 \quad (36),$$

kde W_1 - hmotnost cyklohexanonu ve vzorku [g].

8.3.23 Stanovení citlivosti k nárazu

Stanovení citlivosti oktogenu k nárazu se provádí postupem uvedeným v ČOS 137601, čl. 6.14. Výsledek se pro daný vzorek uvádí ve srovnání s výsledky pro čistý hexogen a pentrit stanovenými na stejné aparatuře a stejným postupem jako byl použit u vzorku oktogenu. Pro dodávky oktogenu ze zahraničí se přijímají i výsledky stanovené metodou popsanou ve STANAG 4284, který je touto kapitolou ČOS zaváděn do prostředí ČR.

9 Pentrit

9.1 Všeobecné požadavky

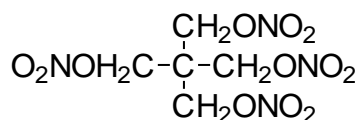
Účelem této kapitoly je stanovit takové požadavky na vlastnosti pentritu (PETN, pentaerythritoltetranitrátu), které zajistí jeho použitelnost pro vojenské účely, a zároveň tak poskytnout vhodnou základnu pro jeho dodávky a certifikaci v rámci NATO.

Tento standard vyžaduje použití látek a zkušebních postupů, které mohou ohrozit lidské zdraví. Musí být proto přijata taková odpovídající bezpečnostní opatření, která tato rizika snižují na nejmenší možnou míru. Je nezbytné se řídit informacemi uvedenými v bezpečnostních listech a požadavky zákonných předpisů.

Každý nový nebo modifikovaný výrobní proces musí být zaznamenán a údaje o něm musí být na vyžádání poskytnuty v dohodnutém rozsahu odběrateli. Takto vyrobený pentrit lze předat odběrateli až po odsouhlasení změn z jeho strany.

Pentrit, určený pro vojenské účely, musí splňovat kvalitativní požadavky uvedené v čl. 9.2 tohoto standardu (pokud se nejedná o materiál objednaný pro speciální účely), které jsou stanovovány postupy uvedenými v čl. 9.3. V protokolu o zkouškách musí být uvedeny výsledky zkoušek a použité metody zkoušení (vzorový protokol lze nalézt ve STANAG 4023, Annex C).

Pentrit musí být tvořen pentaerythritoltetranitrátem se sumárním chemickým vzorcem $C_5H_8O_{12}N_4$ a strukturním vzorcem uvedeným na obrázku 5.



OBRAZEK 5 – Strukturní vzorec pentritu

9.2 Požadavky na kvalitu

Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti pentritu jsou uvedeny v tabulce 8. Pokud je u některých požadavků uvedeno více metod zkoušení, výrobce může zvolit libovolnou z nich. Typ vybrané zkoušky však musí uvést do protokolu o zkoušce spolu se získanými výsledky.

TABULKA 8 – Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti pentritu

Vlastnost	Požadovaná hodnota	Metoda zkoušení (viz čl.)
Čistota	min. 98 % PETN	9.3.1
Bod tání [°C]	141,0 ± 1,0	9.3.2 nebo 9.3.3
Kyselost (jako HNO ₃) [%], max.	0,01	9.3.4
Alkalita (jako Na ₂ CO ₃) [%], max.	0,01	9.3.4
Obsah látek nerozpustných v acetonu [%], max.	0,10	9.3.5
Obsah pískovitých částic	Maximálně tři částice (na 50 g vzorku) zachycené na síti s velikostí ok 0,25 mm. Žádná částice zachycená na síti s velikostí ok 0,42 mm	9.3.6

Vlastnost	Požadovaná hodnota	Metoda zkoušení (viz čl.)
Vakuový stabilitní test při 100 °C po dobu 48 hodin [ml/g], max.	0,2	9.3.7
Sítová analýza	Podle požadavku odběratele	9.3.8 nebo 9.3.9 nebo 9.3.10

Pentrit musí mít formu bílých krystalů a musí splňovat granulometrické požadavky specifikované ve smluvním dokumentu uzavřeném mezi výrobcem a odběratelem. Ve své objednávce musí odběratel jednoznačně specifikovat požadovanou granulometrii produktu. Příklady tříd zrnitosti pentritu včetně typického použití jsou uvedeny v tabulce 9. Odběratel však může podle svých potřeb vyžadovat jinou granulometrii pentritu.

TABULKA 9 – Typické třídy zrnitosti pentritu

Velikost otvoru síta [mm]	Procentuální podíl vzorku procházející daným sítem				
	Třída 1	Třída 2	Třída 3	Třída 4	Třída 5
0,800	-	-	-	-	min. 99,5
0,600	-	-	min. 95	min. 100	-
0,500	-	-	-	-	min. 65
0,315	-	-	-	-	15 až 45
0,200	-	-	-	-	max. 10
0,180	min. 100	-	-	-	-
0,150	min. 85	min. 95	-	5 až 20	-
0,106	max. 55	-	-	-	-
0,075	max. 30	65 až 80	max. 30	-	-
Typické použití	bleskovice	zápalky malorážových nábojů	pentolit	rozbušky	všeobecné použití

Na žádost odběratele musí výrobce poskytnout mikrofotografii krystalů pentritu. Zvětšení mikrofotografie musí umožnit zřetelné zobrazení tvaru jednotlivých krystalů (jehličky, kuličky, nepravidelné krystaly apod.).

Pro účely zkoušek se z každé výrobní série náhodně odebere reprezentativní vzorek o hmotnosti minimálně 200 g postupem odsouhlaseným odběratelem.

Pokud je vzorek vlhký, musí se přesušit v tenké vrstvě v sušárně při teplotě 60 °C po dobu minimálně 8 hodin.

9.3 Metody zkoušení

9.3.1 Stanovení čistoty pentritu metodou HPLC

9.3.1.1 Princip metody

Chemická čistota vzorku pentritu se stanoví vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC) s použitím standardního přístroje.

9.3.1.2 Chemikálie a činidla

Acetonitril, o čistotě pro HPLC.

Aceton, o čistotě p.a.

Voda, o čistotě pro HPLC.

Standard pentritu o čistotě větší než 99,5 %.

Vhodný vnitřní standard (např. etylcentralit), o čistotě p.a.

9.3.1.3 Přístroje a zařízení

Vysokoučinný kapalinový chromatograf (HPLC) vybavený UV detektorem nebo detektorem s diodovým polem (DAD) a integrátorem nebo spojením s počítačem pro přenos a zpracování dat.

Kolona pro HPLC s obrácenými fázemi (např. RP-8 nebo RP-18).

Injekční filtry 0,45 µm.

Odměrné baňky o objemu 100 ml.

Pipeta.

9.3.1.4 Vzorové podmínky HPLC

Níže uvedené chromatografické podmínky jsou uváděny pouze jako informativní, protože použité konkrétní přístrojové vybavení může vyžadovat specifické podmínky. Zvolené chromatografické podmínky však musí zajistit spolehlivé oddělení základní linie píku pentritu od píků jeho hlavních nečistot (dipentaerythritolhexanitratu a tripentaerythritoloktanitratu) a vnitřního standardu.

Eluční činidlo:	acetonitril/voda 60/40.
Rychlost průtoku:	1,0 ml/min.
Objem nástřiku:	5 µl.
Vlnová délka UV detektoru:	230 nm.
Šířka pásma UV detektoru:	2 nm.
Ohřev kolony:	35 °C.
Doba analýzy:	5 min.

9.3.1.5 Postup zkoušky

9.3.1.5.1 Příprava kalibračního standardu pentritu

Jako kalibrační standard se používá pentrit o čistotě vyšší než 99,5 %. Takto čistý pentrit může být připraven frakční rekrystalizací průmyslově vyráběného pentritu z acetonu nebo směsi acetonu a vody. Nečistoty jako dipentaerythritolhexanitrat nebo tripentaerythritoloktanitrat se v těchto rozpouštědlech rozpouští lépe než pentrit. Nečistoty absorbující UV záření musí v takovémto kalibračním standardu představovat méně než 0,5 % celkové plochy píků na chromatogramu (bez započtení píku rozpouštědla).

9.3.1.5.2 Příprava vzorku

Přibližně 40 mg suchého vzorku pentritu a 40 mg vnitřního standardu se s přesností na 0,1 mg naváží do odměrné baňky o objemu 100 ml. Přidá se aceton v množství potřebném k rozpuštění vzorku a vzniklý roztok se doplní acetonem po rysku. Připravený roztok se přefiltruje přes injekční filtr 0,45 µm a dále se používá k nástřiku

do kolony. Uvedené navážky a objemy jsou pouze doporučené a mohou být upraveny v závislosti na použitých chromatografických podmínkách.

Stejným způsobem se připraví i kalibrační roztok s použitím kalibračního standardu pentritu a vnitřního standardu.

9.3.1.5.3 Analýza vzorku

Po ustálení chromatografických podmínek a signálu detektoru se provede kalibrace a analýza roztoku vzorku. Nejprve se analyzují tři nástřiky kalibračního roztoku následované třemi nástřiky roztoku vzorku a zakončené opět třemi nástřiky kalibračního roztoku. Mezi nástřiky kalibračních roztoků může být analyzováno maximálně pět vzorků pentritu. Všechny nástřiky musí být provedeny za stejných chromatografických podmínek.

9.3.1.6 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Pro kvalitativní vyhodnocení analyzovaného vzorku se porovnávají retenční časy píků pentritu ve vzorku a kalibračním roztoku, které by měly být identické. Pro kontrolu chemické identity píku pentritu může být rovněž použita verifikace UV spektra získaného DAD detektorem.

Pro každý ze tří nástřiků kalibračního roztoku a roztoku vzorku se stanoví odpovídající plochy pod píkem pentritu a vnitřního standardu. Výsledky těchto tří nástřiků se pro kalibrační roztok a roztok vzorku zprůměrují. Plochy tří nástřiků stejného vzorku se nesmí vzájemně lišit o více než 1 %.

Odezvový faktor RF pro kalibrační roztok pentritu se vypočítá z následujícího vztahu:

$$RF = \frac{w_{P-C} \times A_{IS-C}}{w_{IS-C} \times A_{P-C}} \quad (37),$$

kde	RF	-	odezvový faktor pro kalibrační roztok pentritu [1],
	w_{P-C}	-	hmotnost čistého pentritu v kalibračním roztoku [g],
	w_{IS-C}	-	hmotnost vnitřního standardu v kalibračním roztoku [g],
	A_{P-C}	-	průměrná plocha píku pentritu ze tří nástřiků kalibračního roztoku [mAU·s],
	A_{IS-C}	-	průměrná plocha píku vnitřního standardu ze tří nástřiků kalibračního roztoku [mAU·s].

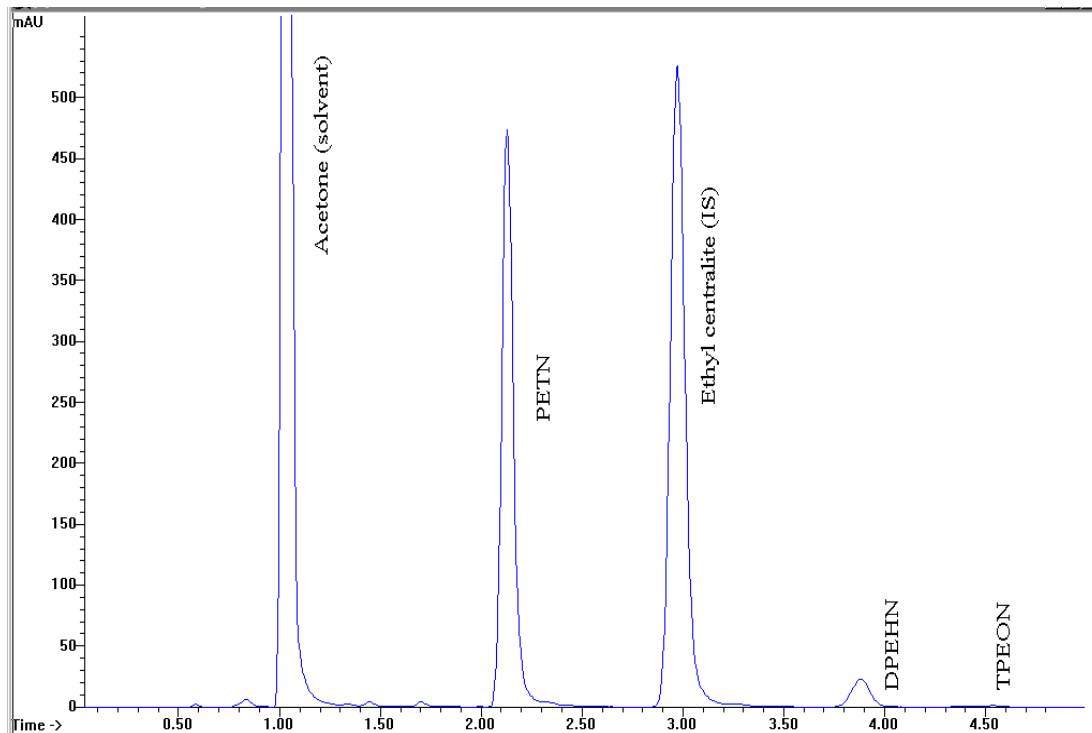
Procentuální obsah pentritu ve vzorku se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ pentritu} = \frac{A_P \times w_{IS} \times RF \times 100}{A_{IS} \times w} \quad (38),$$

kde	RF	-	odezvový faktor pro kalibrační roztok pentritu [1],
	A_P	-	průměrná plocha píku pentritu ze tří nástřiků roztoku vzorku [mAU·s],
	A_{IS}	-	průměrná plocha píku vnitřního standardu ze tří nástřiků roztoku vzorku [mAU·s],
	w_{IS}	-	navážka vnitřního standardu [g],
	w	-	navážka vzorku [g].

9.3.1.7 Příklad chromatogramu

Příklad originálu chromatogramu vzorku pentritu získaného s použitím chromatografických podmínek dle čl. 9.3.1.4 a kolony Hypersil BDS 100 mm × 4 mm (zrno 3 µm) je uveden na obrázku 5.



OBRÁZEK 5 – Příklad chromatogramu vzorku pentritu s vysokým obsahem nečistot (6 % dipentaerythritolhexanitrátu)

9.3.2 Stanovení bodu tání v kapilární trubičce

9.3.2.1 Princip metody

Metoda je založena na stanovení bodu tání krystalů pentritu vložených do kapilární trubičky. Krystaly v trubičce se zahřívají konstantní rychlostí v termostatu nebo ohřívací lázni a bod tání se detekuje vizuálně nebo opticky jako teplota, při které polovina materiálu přejde do kapalného stavu.

9.3.2.2 Přístroje a zařízení

Přístroj pro stanovení bodu tání umožňující regulaci zahřívání vzorku rychlostí 1 °C/min a vizuální nebo optickou detekci bodu tání.

Kalibrovaný teploměr pokrývající rozmezí nejméně 130 °C až 145 °C a dělený po 0,1 °C.

Trubičky pro stanovení bodu tání, tenkostěnné a na jednom konci uzavřené. Typické rozměry: vnější průměr 1,8 mm, vnitřní průměr 1,6 mm a délka 90 mm.

9.3.2.3 Postup zkoušky

Do kapilární trubičky se vloží takové množství suchého vzorku, aby se naplnila do výšky 10 mm. Ovládání přístroje se nastaví tak, aby se rychle dosáhla teplota 130 °C.

Rychlost zahřívání vzorku se sníží na 1 °C až 2 °C za minutu a do přístroje se vloží kapilární trubička. Vzorek se umístí vodorovně do vzdálenosti 2 mm až 3 mm od rtuťové nádoby teploměru a svisle do její úrovně.

Zaznamená se bod tání vzorku jako teplota, při které jeho polovina přejde do kapalného stavu. Když se teplota blíží bodu tání, může dojít k poklesu materiálu v trubičce a změně jeho barvy, což však nelze zaměňovat s jeho přeměnou v kapalinu.

9.3.2.4 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Použijí se všechny nezbytné opravy vzhledem ke kalibrovanému teploměru. Do protokolu se uvede zaznamenaná teplota bodu tání s přesností na 0,1 °C.

9.3.3 Stanovení bodu tání diferenciální snímací kalorimetrií (DSC)

9.3.3.1 Princip metody

DSC měří tepelný tok ze vzorku v závislosti na teplotě udržováním vzorku a referenční látky na stejné teplotě pomocí změny vkládané elektrické energie (zahřívání či ochlazování probíhá lineární rychlostí). Vzorek a referenční látka se vloží do oddělených pouzder a současně se zahřívají regulovanou rychlostí v ustálené atmosféře. Změna energie (příkonu) se zaznamenává jako funkce teploty. Alternativně může být teplota vzorku a referenční látky zvyšována na předem stanovenou hodnotu a změna energie se zaznamená jako funkce času. Při změně entalpie látky se tato změna projeví jako odklon od původní základní linie teplotního záznamu.

9.3.3.2 Chemikálie a činidla

Inertní referenční materiál, který nesmí být v použitém teplotním rozsahu tepelně aktivní. Pro většinu aplikací se osvědčil Al_2O_3 .

9.3.3.3 Přístroje a zařízení

Přístroj pro DSC s rychlostí ohřevu 5 °C/min a automatickým záznamem diferenciálního tepelného toku mezi vzorkem a referenční látkou s požadovanou citlivostí a shodností. Pro účely srovnání musí být jak pro kalibraci, tak pro analýzu použity stejné rychlosti ohřevu a podmínky prostředí.

Analytické váhy s přesností 0,01 mg.

Pouzdra na vzorky vyrobená z materiálu, který je nejen inertní k případnému výbuchu za podmínek zkoušky, ale má mít i vysokou tepelnou vodivost. Takovým vhodným materiálem je např. hliník, zlato nebo platina.

Zdroj (přívod) plynu pro proplachování. Průtok plynu má v průběhu zkoušky zůstat konstantní. Doporučuje se použití dusíku.

9.3.3.4 Postup zkoušky

Vzorky pro zkoušku musí být reprezentativní a připraveny tak, aby byl zajištěn dobrý tepelný kontakt mezi vzorkem a pouzdrům.

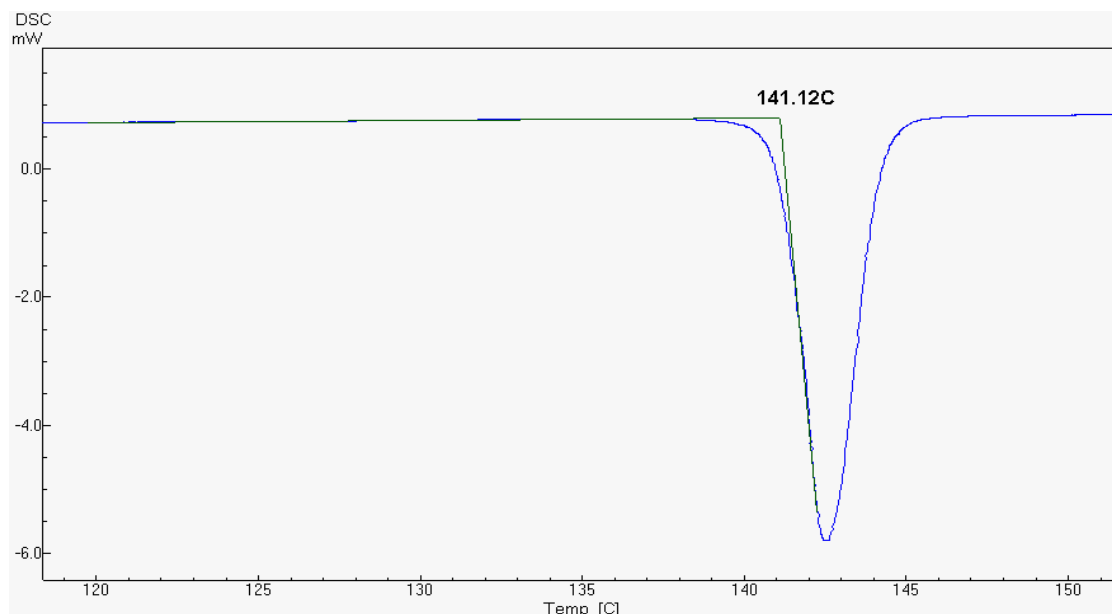
Zařízení se zkalibruje za stejných podmínek (typu držáku vzorku, rychlosti ohřevu, proplachovacího plynu a rychlostí jeho průtoku), jaké budou použity pro měření vzorku pentritu. Jako materiál pro teplotní kalibraci se doporučuje indium (bod tání 156,6 °C).

Do pouzdra na vzorek se naváží 0,5 mg až 1,0 mg reprezentativního podílu suchého vzorku a pouzdro se utěsní víčkem tak, aby prostor mezi víčkem a vzorkem byl co nejmenší. Pouzdro se vzorkem se vloží do přístroje, spustí se proplachování měřicí

komory zvoleným průtokem plynu a vzorek se zahřívá rychlostí 5 °C/min na teplotu 150 °C se současným zaznamenáním termogramu. Zkouška se poté zopakuje s dalším reprezentativním podílem vzorku.

9.3.3.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Bod tání vzorku se vyjádří jako teplota onsetu endotermie (příklad na obrázku 6); do protokolu se uvede průměrná hodnota ze dvou stanovení.



OBRÁZEK 6 – Příklad stanovení bodu tání pentritu pomocí DSC

9.3.4 Stanovení kyselosti nebo alkality

9.3.4.1 Princip metody

Stanovení kyselosti nebo alkality pentritu se provádí zpětnou titrací známého množství kyseliny sírové přidané v přebytku k roztoku pentritu. Ke zpětné titraci se používá odměrný roztok hydroxidu sodného a bod ekvivalence se určuje pomocí indikátoru nebo elektrodou na měření pH.

9.3.4.2 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

Odměrný roztok hydroxidu sodného o koncentraci přibližně 0,02 M, standardizovaný před použitím vhodným standardem (např. dihydrátem kyseliny šťavelové).

Odměrný roztok kyseliny sírové o koncentraci přibližně 0,01 M, standardizovaný před použitím vhodným standardem (např. hydrogenuhličitanem sodným).

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

Destilovaná voda.

Elektrodový roztok (volitelné).

Dva nebo více pufrů se známým pH (volitelné).

9.3.4.3 Přístroje a zařízení

Odměrný válec o objemu 50 ml.

Semi-mikrobyreta o objemu 5 ml, dělená po 0,02 ml.

Pipeta o objemu 5 ml.

Kádinka o objemu 250 ml.

pH-metr nebo automatický titrátor s odpovídajícími konektory (volitelně).

Kombinovaná elektroda na měření pH.

9.3.4.4 Postup zkoušky

Suchý pentrit o hmotnosti ($10 \pm 0,01$) g se rozpustí v 50 ml acetonu v 250ml kádince. Přidají se přesně 2 ml odměrného roztoku 0,01M kyseliny sírové, vše se dobře promísí a nechá stát po dobu jedné hodiny.

Do roztoku se poté přidá několik kapek indikátoru a přebytek kyseliny se zpětně titruje přidáváním odměrného roztoku 0,02M hydroxidu sodného ze semi-mikrobyrety za stálého míchání až do dosažení bodu ekvivalence, kdy se barva indikátoru změní z fialové na zelenou. Zaznamená se spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného V_1 .

Alternativně může být bod ekvivalence stanoven s použitím elektrody na měření pH. Stanovení se provádí v souladu s návodem k použití elektrody a postupem kalibrace a analýzy předepsaným výrobcem elektrody. Ze semi-mikrobyrety se přidává odměrný roztok v dávkách po 0,02 ml a po každém přidání se odečte odpovídající napětí [mV] měřené elektrodou. Po skončení titrace se vynese závislost objemu přidaného odměrného roztoku [ml] na napětí [mV]. Spotřeba odměrného roztoku v bodě ekvivalence V_1 odpovídá inflexnímu bodu v části prudké změny napětí na křivce. Bod ekvivalence může být rovněž nalezen jako minimum na křivce závislosti objemu přidaného odměrného roztoku [ml] na rychlosti změny napětí [mV/ml]. Bod ekvivalence může být detekován i automaticky s použitím automatických titrátů založených na uvedených principech.

Za stejných podmínek jako výše uvedené stanovení se provede i analýza slepého vzorku s použitím 50 ml acetonu a 2 ml 0,01M kyseliny sírové. Spotřeba odměrného roztoku pro dosažení bodu ekvivalence při slepém stanovení se označí jako V_2 .

9.3.4.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Jestliže platí vztah $V_1 < V_2$, pak je vzorek alkalický. Alkalita pentritu, vyjádřená procentuálním obsahem uhličitanu sodného ve vzorku, se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ alkality (jako Na}_2\text{CO}_3) = \frac{5,3 \times c_{\text{NaOH}} \times (V_2 - V_1)}{w} \quad (39),$$

kde	V_1	-	objem odměrného roztoku spotřebovaného při titraci vzorku [ml],
	V_2	-	objem odměrného roztoku spotřebovaného při slepém stanovení [ml],
	c_{NaOH}	-	koncentrace odměrného roztoku NaOH [mol/l],
	w	-	navážka vzorku [g].

Pokud platí vztah $V_1 > V_2$, pak je vzorek kyselý. Kyselost pentritu, vyjádřená procentuálním obsahem kyseliny dusičné ve vzorku, se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ kyselosti (jako HNO}_3) = \frac{6,3 \times c_{\text{NaOH}} \times (V_1 - V_2)}{w} \quad (40),$$

kde	V_1	-	objem odměrného roztoku spotřebovaného při titraci vzorku [ml],
	V_2	-	objem odměrného roztoku spotřebovaného při slepém stanovení [ml],
	c_{NaOH}	-	koncentrace odměrného roztoku NaOH [mol/l],
	w	-	navážka vzorku [g].

9.3.5 Stanovení obsahu látek nerozpustných v acetonu

9.3.5.1 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

9.3.5.2 Přístroje a zařízení

Odměrný válec o objemu 250 ml.

Topná deska nebo parní lázeň.

Goochův kelímek o pórovitosti D3, případně filtrační kelímek se skleněnou fritou o ekvivalentní pórovitosti.

Sušárna.

Exsikátor naplněný bezvodým chloridem vápenatým.

Analytické váhy o přesnosti 0,001 g.

9.3.5.3 Postup zkoušky

Vzorek o hmotnosti $(50 \pm 0,01)$ g se rozpustí v 250 ml mírně vroucího acetonu na elektrickém vařiči nebo parní lázni. Roztok se kompletně, včetně suspendovaných částic, přefiltruje přes zvážený Goochův nebo filtrační kelímek tak, aby se všechny částice dostaly do kelímku. Ten se pak důkladně promyje horkým acetonem a suší v sušárně při teplotě (100 ± 2) °C po dobu dvou hodin. Následně se fritu chladí jednu hodinu v exsikátoru a opakovaně se zváží.

9.3.5.4 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Procentuální obsah látek nerozpustných v acetonu se vypočítá ze vztahu:

$$\% \text{ látek nerozpustných v acetonu} = \frac{(W_2 - W_1) \times 100}{W} \quad (41),$$

kde	W_1	-	hmotnost prázdného kelímku [g],
	W_2	-	hmotnost kelímku s nerozpuštěnými látkami [g],
	W	-	navážka vzorku [g].

9.3.6 Stanovení obsahu pískovitých částic

9.3.6.1 Princip metody

Stanovením obsahu pískovitých částic se zjišťuje počet ostrohranných částic ve vzorku pentritu, které se zachytí na sítích o velikosti ok 0,25 mm a 0,42 mm.

9.3.6.2 Chemikálie a činidla

Aceton, o čistotě p.a.

9.3.6.3 Přístroje a zařízení

Soxhletův extraktor nebo jiný vhodný typ extraktoru.

Parní lázeň nebo jiný vhodný systém ohřevu.

Síta o velikosti ok 0,25 mm a 0,42 mm.

Analytické váhy o přesnosti 0,001 g.

9.3.6.4 Postup zkoušky

Vzorek pentritu o hmotnosti $(50 \pm 0,01)$ g se nasype na síto o velikosti ok 0,25 mm a síto se vzorkem se vloží do extraktoru. Do zásobní baňky extraktoru se přidá dostatečné množství acetonu a provede se extrakce na parní lázni až do rozpuštění veškerého pentritu na sítu.

Po rozpuštění pentritu se síto vyjme a spočítají se všechny nerozpuštěné částice. Částice se poté ze síta o velikosti ok 0,25 mm opatrně smetou na síto o velikosti ok 0,42 mm a spočítá se počet částic zůstávajících na tomto síti. Přitom se zkoumá, zda mají částice pískovitý charakter, především jestli vydávají skřípavý zvuk při tření hladkou ocelovou špachtlí na hladké skleněné destičce.

9.3.6.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Do protokolu se uvedou počty pískovitých částic zachycených na sítích o velikosti ok 0,25 mm a 0,42 mm.

9.3.7 Vakuový stabilitní test

9.3.7.1 Princip metody

Vakuovým stabilitním testem se ve vzorku pentritu stanovuje přítomnost destabilizujících nečistot. Stanovení se provádí zahříváním vzorku pentritu po určenou dobu v odsáté zkumavce, udržované na určené konstantní teplotě, a měřením objemu uvolněných rozkladných plynů.

9.3.7.2 Přístroje a zařízení

Aparatura popsaná v ČOS 137601, čl. 6.4 nebo ve STANAG 4556.

9.3.7.3 Postup zkoušky

Kalibrace aparatury a samotná zkouška se provede se suchým pentritem v souladu s ČOS 137601, čl. 6.4 nebo STANAG 4556 za níže uvedených podmínek.

Hmotnost vzorku:	1 g.
Teplota:	100 °C.
Doba zahřívání:	48 hodin.

9.3.7.4 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Vyhodnocení množství uvolněných plynů se provede v souladu s ČOS 137601, čl. 6.4 nebo STANAG 4556. Výsledek se uvede jako průměrná hodnota objemu plynů získaná z minimálně dvou stanovení.

9.3.8 Stanovení zrnitosti síťovou analýzou za mokra

9.3.8.1 Princip metody

Zrnitost se stanoví proséváním vzorku pentritu za použití proudu vody a sady specifikovaných sítí.

9.3.8.2 Chemikálie a činidla

Dvouprocentní roztok povrchově aktivní látky (např. dioktylsulfosukcinátu sodného).

9.3.8.3 Přístroje a zařízení

Sada sítí o velikosti ok odpovídající požadavkům odběratele na granulometrii pentritu (viz čl. 9.2 a tabulka 9), s průměrem síta minimálně 150 mm.

Analytické váhy o přesnosti 10 mg.

Sušárna.

Kádinka o objemu 600 ml.

Stříčka.

9.3.8.4 Postup zkoušky

Každé použité síto se před stanovením vysuší při teplotě 60 °C po dobu 8 hodin a zjistí se jeho hmotnost.

Naváží se (50 ± 0,05) g suchého pentritu, nasype se do 600ml kádinky obsahující přibližně 300 ml 2% roztoku vhodné povrchově aktivní látky a pomocí skleněné tyčinky s pryžovým návlekiem se suspenze několik minut důkladně míchá pro rozrušení co největšího počtu aglomerátů (hrudek). Ty se však nesmí rozbít, pokud je stanovení jejich obsahu požadováno odběratelem pentritu.

Sestaví se sada určených sítí v pořadí s klesající velikostí ok odshora dolů (s nejhrubším sítem nahoře) a umístí se poblíž přívodu vody. Pomocí sprchovací růžice připojené na přívod vody se suspenze pentritu v roztoku povrchově aktivní látky kvantitativně převede na horní síto. Celou operaci je zapotřebí provádět a zabezpečit tak, aby se pentrit nemohl dostat do odpadu ve výlevce.

Tlak vody ve sprchovací růžici se nastaví tak, aby při působení proudu vody na síta v kolmém směru ze vzdálenosti přibližně 50 mm až 75 mm bylo možno pohybovat vzorkem po celé ploše síta bez rozstříkování vzorku přes okraje síta. Proudem vody by mělo být pohybováno tak rychle, aby proudící voda prošla průměrem síta jednou až dvakrát za sekundu.

Vlhké aglomeráty na horním síti se zlehka rozmělnují pomocí skleněné tyčinky s pryžovým návlekiem a pokračuje se v promývání materiálu na horním síti až do okamžiku, kdy na síti zůstávají jen jednotlivé krystaly větší než oka síta (pokud není odběratelem požadováno zachování a kvantifikace aglomerátů).

Odstraní se horní síto, k materiálu na dalším síti se přidá několik kapek dvouprocentního roztoku povrchově aktivní látky, a promývá se až do doby, kdy nejsou pozorovány žádné změny množství materiálu na síti. Tento postup se opakuje u všech sítí.

Síta ze zbylým materiálem se suší 8 hodin v sušárně nastavené na 60 °C, pak se nechají vychladit v exsikátoru a zváží se. Stanoví se čistá hmotnost materiálu zbylého na každém síti.

9.3.8.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Vypočítá se procentuální podíl vzorku pentritu procházející jednotlivými síty. Pro sadu n sít, kde s_1 je horní síto a s_n spodní síto, platí vztah:

$$\% \text{ vzorku prošlého sítem } s_i = \frac{\left(W - \sum_{i=1}^n w_i \right)}{W} \times 100 \quad (42),$$

kde W - celková navážka vzorku pentritu [g],
 w_i - hmotnost pentritu zachyceného na i -tém síti [g],
 n - celkový počet sít [1].

9.3.9 Stanovení zrnitosti akustickou síťovou analýzou

9.3.9.1 Princip metody

Vzorek se buď v suchém stavu nebo zvlhčený antistatickým prostředkem prosévá na sadě sít.

9.3.9.2 Chemikálie a činidla

Antistatický roztok připravený jako 0,1% roztok neiontové povrchově aktivní látky v deionizované vodě.

Antistatické utěrky nebo aerosolové spreje pro úpravu sady sít a/nebo vnitřku akustické prosévačky.

9.3.9.3 Přístroje a zařízení

Akustická prosévačka (nebo ekvivalentní zařízení) s diafragmou, distančními vložkami, horní násypkou a sběračem jemných prachových částic.

Sada sít o velikosti ok odpovídající požadavkům odběratele na granulometrii pentritu (viz čl. 9.2 a tabulka 9), s průměrem síta minimálně 150 mm.

Analytické váhy o přesnosti 0,1 mg.

Štětec s tuhými štětinami.

9.3.9.4 Postup zkoušky

K prosévání se použije vzorek suchého pentritu o hmotnosti přibližně 2 g až 10 g. Vzorky, které na sobě po vysušení kumulují elektrostatický náboj, mohou být ošetřeny zředěným vodným roztokem antistatického prostředku a poté vysušeny do konstantní hmotnosti.

Každé síto a každá sběrná miska prosévačky se předem samostatně zváží, poskládají se do sestavy dle velikosti nejhrubším sítem nahoru, vzorek se nasype na horní síto a sada sít se vloží do akustické prosévačky. Režim prosévačky (druh pulzů) se nastaví na vhodnou amplitudu, odpovídající minimální úrovni amplitudy, při níž krystalky vzorku poskakují na horním sítu. Doba prosévání se nastaví na 4 minuty. Po ukončení prosévání se opětovně zváží každé síto a každá sběrná miska.

9.3.9.5 Výpočet a uvádění výsledků zkoušky

Vypočítá se procentuální podíl vzorku pentritu procházející jednotlivými sítí. Pro sadu n sít, kde s_1 je horní síť a s_n spodní síť, platí vztah:

$$\% \text{ vzorku prošlého sítím } s_i = \frac{\left(W - \sum_{i=1}^n w_i \right)}{W} \times 100 \quad (43),$$

kde W - celková navážka vzorku pentritu [g],
 w_i - hmotnost pentritu zachyceného na i -tém sítě [g],
 n - celkový počet sít [1].

9.3.10 Stanovení zrnitosti metodou LALLS

9.3.10.1 Princip metody

Rozdělení velikosti částic vzorku pentritu může být stanoveno s použitím komerčně dostupného přístroje využívajícího metody LALLS založené na měření rozptylu usměrněného paprsku laserového světla na částicích v suspenzi, kdy úhel tohoto rozptylu závisí na velikosti částic.

9.3.10.2 Chemikálie a činidla

Vhodná disperzní kapalina pro LALLS, v níž je pentrit nerozpustný.

9.3.10.3 Přístroje a zařízení

LALLS spektrometr.

9.3.10.4 Postup zkoušky

Stanovení se provádí v souladu s návodem k použití daného přístroje pro LALLS.

9.3.10.5 Vyhodnocení a uvádění výsledků zkoušky

Analyzuje se grafické znázornění objemového rozdělení, tj. průměr částic vs. objemové procento nebo kumulativní objemové procento částic zachycených na ekvivalentním sítu. Výsledek se uvádí jako procentuální podíl vzorku procházejícího určeným sítím (viz čl. 9.2 a tabulka 9). Dále se stanoví průměr částic [μm] odpovídající kumulativnímu průchodu 10 obj. %, 50 obj. % a 90 obj. % částic.

K protokolu o zkoušce má být připojena technická specifikace přístroje a podmínky zkoušky.

(VOLNÁ STRANA)

(VOLNÁ STRANA)

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

Změny:

Změna číslo	Účinnost od	Změnu zpracoval	Datum zpracování	Poznámka

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: 2017, obsahuje 34 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

NEPRODEJNÉ
