



ČESKÝ OBRANNÝ STANDARD

137613 1. vydání	ENERGETICKÉ MATERIÁLY, SPECIFIKACE PRO AMORFNÍ MIKROKAPSULOVANÝ ČERVENÝ FOSFOR (PRO POUŽITÍ V PYROTECHNICKÝCH SLOŽÍCH)
-----------------------------------	---

ZAVÁDÍ	STANAG 4679, Ed. 1 ENERGETIC MATERIALS, SPECIFICATION FOR RED PHOSPHORUS AMORPHOUS MICROENCAPSULATED (FOR USE IN PYROTECHNICS) Energetické materiály, specifikace amorfního červeného fosforu v mikrokapslích (pro použití v pyrotechnice) AOP-4679, Ed. A ENERGETIC MATERIALS, SPECIFICATION FOR RED PHOSPHORUS AMORPHOUS MICROENCAPSULATED (FOR USE IN PYROTECHNICS) Energetické materiály, specifikace amorfního červeného fosforu v mikrokapslích (pro použití v pyrotechnice)
NAHRAZUJE	Nenahrazuje žádnou normu nebo standard

(VOLNÁ STRANA)

ČESKÝ OBRANNÝ STANDARD

**ENERGETICKÉ MATERIÁLY, SPECIFIKACE PRO AMORFNÍ
MIKROKAPSULOVANÝ ČERVENÝ FOSFOR (PRO POUŽITÍ
V PYROTECHNICKÝCH SLOŽÍCH)**

Základem pro tvorbu tohoto standardu byly originály následujících dokumentů:

STANAG 4679, Ed. 1	ENERGETIC MATERIALS, SPECIFICATION FOR RED PHOSPHORUS AMORPHOUS MICROENCAPSULATED (FOR USE IN PYROTECHNICS) Energetické materiály, specifikace amorfního červeného fosforu v mikrokapslích (pro použití v pyrotechnice)
AOP-4679, Ed. A	ENERGETIC MATERIALS, SPECIFICATION FOR RED PHOSPHORUS AMORPHOUS MICROENCAPSULATED (FOR USE IN PYROTECHNICS) Energetické materiály, specifikace amorfního červeného fosforu v mikrokapslích (pro použití v pyrotechnice)

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
6 Všeobecné požadavky.....	6
7 Požadavky na kvalitu	6
8 Metody zkoušení.....	7
8.1 Stanovení celkového obsahu fosforu	7
8.2 Stanovení obsahu bílého fosforu	8
8.3 Stanovení těkavých látek	10
8.4 Stanovení kyselosti	10
8.5 Stanovení látek nerozpustných v lučavce královské	11
8.6 Stanovení obsahu kovových příměsí	12
8.7 Stanovení distribuce velikosti částic	13
8.8 Stanovení náchylnosti k tvorbě fosfanu	13

1 Předmět standardu

ČOS 137613, 1. vydání, zavádí STANAG 4679, Ed. 1 a AOP-4679, Ed. A do prostředí ČR. Cílem standardu je stanovit a definovat společné zkušební postupy a kvalitativní požadavky na mikrokapsulovaný amorfni červený fosfor, týkající se jeho použití v munici zvláštního určení, především v munici dýmové, a také v pyrotechnických složích.

2 Nahrazení standardů (norem)

Tento standard nenahrazuje žádný předchozí standard nebo předpis ani žádnou normu.

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 137611 – ENERGETICKÉ MATERIÁLY, ZKUŠEBNÍ METODY PRO PŘÍSADY

ČSN ISO 3310-1 – Zkušební síta. Technické požadavky a zkoušení. Část 1: Zkušební síta z kovové tkaniny

4 Zpracovatel ČOS

Vojenský technický ústav, s.p., odštěpný závod VTÚVM Slavičín, Mgr. Josef Maryáš.

5 Použité zkratky, značky a definice

5.1 Zkratky a značky

Zkratka	Název v originálu	Český název
ČOS		český obranný standard
ČR		Česká republika
ICP	Inductively Coupled Plasma	indukčně vázané plazma
NATO	North Atlantic Treaty Organization	Organizace Severoatlantické smlouvy
p.a.		pro analýzu
STANAG	NATO Standardization Agreement	standardizační dohoda NATO
UV/VIS	Ultraviolet/Visible	ultrafialová/viditelná oblast spektra
VTÚVM		Vojenský technický ústav výzbroje a munice

6 Všeobecné požadavky

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

Mikrokapsulovaný amorfní červený fosfor je určen především pro použití v dýmové munici a pyrotechnických složích.

Mikrokapsulovaný amorfní červený fosfor, musí splňovat kvalitativní požadavky uvedené v kapitole 7 tohoto standardu, které jsou stanovovány postupy uvedenými v kapitole 8. V protokolu o zkouškách musí být uvedeny výsledky zkoušek a použité metody zkoušení.

V průběhu zpracování a zkoušení mikrokapsulovaného amorfního červeného fosforu 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.

7 Požadavky na kvalitu

Stanovení fyzikálně-chemických vlastností se provádí u vzorků mikrokapsulovaného amorfního červeného fosforu ve formě tmavě červeného prášku nebo, pro zvýšení bezpečnosti, ve formě vodní suspenze, kterou je nutno před stanovením vysušit. Červený fosfor musí být mikrokapsulován vhodným polymerem a může obsahovat i aditiva pro snížení prašnosti, která minimalizují tvorbu fosfanu a kyseliny fosforečné během zpracování, přepravy a především skladování

Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti mikrokapsulovaného amorfního červeného fosforu jsou uvedeny v tabulce 1.

TABULKA 1 – Požadavky na fyzikálně-chemické vlastnosti mikrokapsulovaného amorfního červeného fosforu

Vlastnost	Požadovaná hodnota	Metoda zkoušení (viz čl.)
Celkový obsah fosforu [hm. %]	min. 90	8.1
Obsah bílého fosforu [hm. %]	max. 0,02	8.2
Obsah těkavých látek [hm. %]	max. 0,5	8.3
Stanovení kyselosti	acidita – titrace na metyloranž (v blízkosti barevného přechodu indikátoru)	8.4
Látky nerozpustné v lučavce královské zachycené na sítu s velikostí ok 250 µm [hm. %]	< 0,1	8.5
Kovové příměsi • železo [hm. %] • měď [hm. %]	max. 0,1 max. 0,01	8.6

Vlastnost	Požadovaná hodnota	Metoda zkoušení (viz čl.)
Velikost částic	dle požadavků zákazníka	8.7
Tvorba fosfanu (PH ₃)	vývin max. 10 ppm PH ₃ při expozici vzorku teplotě 40 °C a 100 % relativní vlhkosti po dobu 24 hodin	8.8
	vývin max. 10 ppm PH ₃ při expozici vzorku teplotě 25 °C a 75 % relativní vlhkosti po dobu 48 hodin	
Obsah mikrokapsulantu [hm. %]	max. 10	dle informací dodavatele

8 Metody zkoušení

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.

Není-li uvedeno jinak, všechny dále zmiňované chemikálie musí být v čistotě p.a.

8.1 Stanovení celkového obsahu fosforu

8.1.1 Chemikálie a činidla

kyselina dusičná, koncentrovaná (hustota = 1,40 g·cm⁻³)

kyselina fosforečná, koncentrovaná (60 %)

kyselina dusičná, ředěná v poměru 1:2 (objemově) ve vodě

Roztok vanadičnanu amonného: 2,5 g vanadičnanu amonného se rozpustí v 500 ml horké destilované vody. Po ochlazení se k roztoku přidá 20 ml koncentrované kyseliny dusičné a roztok se naředí na objem 1000 ml. Pro získání čistého roztoku je nutná filtrace.

Roztok molybdenanu amonného: 50 g tetrahydrátu molybdenanu amonného se rozpustí v teplé destilované vodě. Po ochlazení se roztok naředí na objem 1000 ml a v případě potřeby přefiltruje.

Standardní roztok fosforečnanu: 1,0982 g digydrogenfosforečnanu draselného, vysušeného v sušárně při teplotě 105 °C, se rozpustí v odměrné baňce v 250 ml destilované vody. 50 ml takto připraveného roztoku se přenesou do nové odměrné baňky a doplní destilovanou vodou do 1000 ml. 1 ml takto připraveného roztoku obsahuje 0,05 mg fosforu.

8.1.2 Příprava vzorku

Do kádinky o objemu 400 ml se přesně naváží 0,040–0,042 g vzorku (m₁). Ke vzorku se následně přidá 20 ml destilované vody a 30 ml koncentrované kyseliny dusičné (ρ = 1,40 g·cm⁻³) a provede se extrakce fosforu.

Kádinka se vzorkem se překryje hodinovým sklíčkem a pomalu zahřívá do doby, kdy dojde k zahájení reakce. Po zahájení reakce se rychlost zahřívání zvýší, a když roztok svou konzistencí připomíná sirup, přidá se opatrně (kapátkem) deset kapek kyseliny chloristé a roztok se dále zahřívá, dokud nedojde k vývoji dýmů. Obsah kádinky se poté ochladí a kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1000 ml.

20 ml tohoto roztoku se napipetuje do 100ml odměrné baňky, do které se následně přidá 10 ml kyseliny dusičné naředěné v objemovém poměru 1:2, 10 ml roztoku vanadičnanu amonného a 10 ml roztoku molybdenanu amonného. Baňka se poté důkladně protřepe, doplní destilovanou vodou po rysku a ponechá stát po dobu 30 minut ve tmě.

Roztok blanku se připraví stejným způsobem, avšak vynechá se extrakce fosforu.

8.1.3 Postup zkoušky – kolorimetrické stanovení

Ze standardního roztoku fosforečnanu se připraví kalibrační roztoky fosforu.

Do 100ml odměrných baněk se napipetuje 5, 10, 15, 20 a 30 ml standardního roztoku fosforečnanu což odpovídá 0,25; 0,5; 0,75; 1,0 a 1,5 mg fosforu. Do každé baňky se poté přidá 10 ml kyseliny dusičné naředěné v objemovém poměru 1:2, dále 10 ml roztoku vanadičnanu amonného a 10 ml roztoku molybdenanu amonného, přičemž následný postup je stejný jako v případě přípravy testovaného vzorku, viz 8.1.2.

Po vývinu zbarvení se pomocí UV/VIS spektrofotometru při vlnové délce 465 nm změří absorbance blanku, absorbance jednotlivých kalibračních roztoků a absorbance testovaného vzorku.

Z naměřených hodnot absorbance kalibračních roztoků se vytvoří kalibrační graf, na jehož základě se poté stanoví množství fosforu v testovaném vzorku (mg).

8.1.4 Výpočet procentuálního obsahu celkového fosforu

Procentuální obsah celkového fosforu se stanoví ze vztahu:

$$\text{Celkový fosfor (\%)} = \frac{mgP}{m_1} \cdot 5000 \quad (1),$$

kde $mg P$ – je hmotnost fosforu [mg] stanovená z kalibračního grafu,
 m_1 – je hmotnost vzorku [mg].

8.2 Stanovení obsahu bílého fosforu

8.2.1 Chemikálie a činidla

Sirouhlík

Kyselina dusičná, koncentrovaná (hustota = 1,40 g·cm⁻³).

Jod (purifikovaný resublimací).

Kyselina fosforečná, koncentrovaná (60 %).

Roztok vanadičnanu amonného: viz 8.1.1.

Roztok molybdenanu amonného: viz 8.1.1.

Standardní roztok fosforečnanu: viz 8.1.1.

POZNÁMKA 1 Jako alternativu lze, u této metody použít místo sirouhlíku tetrachlormetan.

8.2.2 Příprava vzorku

Do erlenmayerovy baňky opatřené zátkou se naváží 25 ±0,1 g vzorku a provede se extrakce bílého fosforu.

Ke vzorku se přidá 50 ml sirouhlíku, baňka se dobře protřepe a ponechá po dobu 10 hodin stát ve tmě. Po 10 hodinách se 20 ml roztoku přefiltruje přes filtrační nálevku s filtračním papírem (Whatman No 2 či ekvivalentní), přikrytou hodinovým sklíčkem pro zamezení odpařování sirouhlíku. Filtrát se jímá do kádinky o objemu 100 ml. Po ukončení filtrace se do kádinky s filtrátem přidá přibližně 10 g koncentrované kyseliny dusičné a 0,5 ±0,05 g jódu. Kádinka se poté umístí do horké vodní lázně a zahřívá se, dokud se všechny sirouhlík neodpaří a stěny kádinky se nepokryjí krystalky jodu. Následně se kádinka umístí na laboratorní vaříč či topnou desku a zahřívá se, dokud roztok nezíská sirupovitou konzistenci, přičemž je nutno dbát, aby nedošlo k jeho vyschnutí. Když je roztok téměř vyschlý, přidá se k němu po kapkách cca 1 ml kyseliny chloristé a pokračuje se v zahřívání, dokud nedojde k vývinu dýmů. Poté se kádinka ochladí a její obsah se kvantitativně převede do 100ml odměrné baňky a doplní destilovanou vodou po rysku.

50 ml takto připraveného extraktu se napipetuje do nové 100ml odměrné baňky, do které se následně přidá 10 ml naředěné kyseliny dusičné (1:2), 10 ml roztoku vanadičnanu amonného a 10 ml roztoku molybdenanu amonného.

Baňka se poté důkladně protřepe, doplní destilovanou vodou po rysku a ponechá stát po dobu 30 minut ve tmě.

Roztok blanku se připraví stejným způsobem, avšak vynechá se extrakce fosforu.

8.2.3 Postup zkoušky – kolorimetrické stanovení

Ze standardního roztoku fosforečnanu se připraví kalibrační roztoky fosforu.

Do 100ml odměrných baněk se napipetuje 2, 10, 20, 30, 40 a 50 ml standardního roztoku fosforečnanu což odpovídá 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 a 2,5 mg fosforu. Do každé baňky se poté přidá 10 ml kyseliny dusičné (1:2), 10 ml roztoku vanadičnanu amonného a 10 ml roztoku molybdenanu amonného, přičemž následný postup je stejný jako v případě přípravy testovaného vzorku, viz 8.2.2.

Po vývinu zbarvení se pomocí UV/VIS spektrofotometru při vlnové délce 465 nm změří absorbance blanku, absorbance jednotlivých kalibračních roztoků a absorbance testovaného vzorku.

Z naměřených hodnot absorbance kalibračních roztoků se vytvoří kalibrační graf, na jehož základě se poté stanoví množství bílého fosforu v testovaném vzorku (mg).

8.2.4 Výpočet procentuálního obsahu celkového fosforu

Procentuální obsah celkového fosforu se stanoví ze vztahu:

$$\text{Bílý fosfor (\%)} = mgP \cdot 10^{-2} \quad (2),$$

kde mgP – je hmotnost bílého fosforu [mg] stanovená z kalibračního grafu.

8.3 Stanovení těkavých látek

8.3.1 Postup zkoušky

Suchá a čistá hliníková miska s volně nasazeným víkem se zváží a zjištěná hmotnost se zaznamená jako m_1 . Následně se z misky sejme víčko a naváží se do ní $5 \pm 0,05$ g vzorku. Miska se poté opět volně zakryje víčkem, převáží a získaný údaj se zaznamená jako m_2 . Víčko se poté znovu sejme a společně s miskou se umístí do vakuového exikátoru naplněného čerstvě aktivovaným silikagelem. Následně se tlak v exikátoru po dobu 24 hodin sníží na hodnotu, která nesmí překročit 10 mm rtuťového sloupce resp. 1333 Pa. Po 24 hodinách se vytvořené vakuum opatrně uvolní, nejlépe vzduchem procházejícím přes vhodnou sušicí nádobu naplněnou aktivovaným silikagelem. Miska se vzorkem se zakryje víčkem a opět zváží, přičemž zjištěná hmotnost se zaznamená jako m_3 . Je velmi důležité, aby při odstraňování vakua nedošlo k rozvíření vzorku, který může být přítomen ve formě velmi jemného amorfního prášku.

POZNÁMKA 2 Postup stanovení těkavých látek je shodný s postupem uvedeným v ČOS 137611, kapitola 8.3.2.

8.3.2 Výpočet procentuálního obsahu těkavých látek

Procentuální obsah těkavých látek se stanoví ze vztahu:

$$\text{Těkavé látky (\%)} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100 \quad (3),$$

kde m_1 – hmotnost vzorku [g],
 m_2 – hmotnost misky se vzorkem před sušením [g],
 m_3 – hmotnost misky se vzorkem po sušení [g].

8.4 Stanovení kyselosti

8.4.1 Postup zkoušky

Do büchnerovy nálevky se vloží dvě vrstvy filtračního papíru, které strukturou a pórovitostí odpovídají Whatman No 42. Nálevka se umístí na čistou a suchou odsávací baňku o objemu 500 až 1000 ml a zapne se odsávání.

Do suché a čisté kádinky o objemu 250 ml se naváží $15 \pm 0,1$ g vzorku a napipetuje 100 ml čerstvě převařené a ochlazené vody. Směs se po dobu 10 minut míchá a poté se 5 minut nechá usadit, přičemž předepsané doby je nutné dodržet, aby byla minimalizována nežádoucí oxidace fosforu.

Po usazení se tekutina dekantuje pomocí připravené büchnerovy nálevky a k sedimentu se opět přidá 100 ml čerstvě převařené a ochlazené vody. Směs se po dobu 5 minut míchá, poté se nechá 5 minut usadit a opět dekantuje přes büchnerovu nálevku. Tento postup se ještě jednou zopakuje, přičemž kádinka ani nálevka se po poslední dekantaci nepromývají, nálevka se pouze odsaje do sucha.

Obsah odsávací baňky se důkladně promíchá a převede do vhodného odměrného válce, přičemž objem získaného vodného extraktu by měl být 300 ± 3 ml.

100 ml vodného extraktu se napipetuje do erlenmayerovy baňky o objemu 250 ml a přidá se několik kapek indikátorového roztoku fenolftaleinu. Extrakt se poté titruje standardním roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 M až do vzniku červeného zbarvení a objem spotřebovaného NaOH se zaznamená jako V_1 . Stejným

způsobem se provede stanovení titru blanku, který je tvořen 100 ml čerstvě převařené a ochlazené vody, spotřebovaný objem NaOH se zaznamená jako V_4 .
Dalších 100 ml vodného extraktu se napipetuje do erlenmayerovy baňky o objemu 250 ml a přidá se několik kapek indikátorového roztoku metyloranže. Je-li indikováno kyselé prostředí, titruje se standardním roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 M (V_2). Je-li indikována zásaditá reakce, titruje se standardním roztokem kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 M. Opět se provede také stanovení titru blanku, který je tvořen 100 ml čerstvě převařené a ochlazené vody (V_5).

8.4.2 Výpočet acidity (H_2SO_4 %) resp. alkality (Na_2CO_3 %)

Procentuální obsah acidity resp. alkality se stanoví ze vztahů:

$$\text{Acidita – titrace na fenolftalein (jako } H_2SO_4 \text{) \%} = (V_1 - V_4) \cdot 0,098 \quad (4),$$

$$\text{Acidita – titrace na metyloranž (jako } H_2SO_4 \text{) \%} = (V_2 - V_5) \cdot 0,098 \quad (5),$$

$$\text{Alkalita – titrace na metyloranž (jako } Na_2CO_3 \text{) \%} = (V_3 - V_5) \cdot 0,106 \quad (6),$$

kde V_1 – objem spotřebovaného NaOH při titraci vzorku na fenolftalein [ml],
 V_2 – objem spotřebovaného NaOH při titraci vzorku na metyloranž [ml],
 V_3 – objem spotřebované HCl při titraci vzorku na metyloranž [ml],
 V_4 – objem spotřebovaného NaOH při titraci blanku na fenolftalein [ml],
 V_5 – objem spotřebovaného NaOH resp. HCl při titraci blanku na metyloranž [ml].

8.5 Stanovení látek nerozpustných v lučavce královské

8.5.1 Přístroje a zařízení

Síto dle ČSN ISO 3310-1 o průměru 50 mm a velikosti ok 250 μm .

8.5.2 Chemikálie a činidla

Lučavka královská, připravená opatrným smísením 1 objemového dílu kyseliny dusičné ($\rho = 1,42 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) a 3 objemových dílů kyseliny chlorovodíkové ($\rho = 1,18 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$).

8.5.3 Postup zkoušky

Do kádinky o objemu 600 ml se naváží $5 \pm 0,05 \text{ g}$ vzorku (m_1) a přidá se 50 ml vody a 20 ml lučavky královské. Kádinka se zakryje hodinovým sklíčkem a pro iniciaci reakce se zahřeje. Po započetí reakce se zdroj tepla odstraní a do kádinky se přidá dalších 20 ml lučavky královské. Reakce se následně udržuje v chodu dalším zahříváním a přidáváním lučavky královské (po kapkách), dokud není přidáno celkově 120 ml tohoto reagensia. Po odeznění prudké reakce se roztok přivede k varu a po dobu 5 minut se vaří. Poté se roztok ochladí na okolní teplotu a naředí vodou na objem přibližně 300 ml.

Po naředění se roztok zfiltruje přes filtrační nálevku s filtračním papírem (Whatman No 42 či ekvivalentní). Veškerý obsah kádinky se kvantitativně převede na filtr, který se poté důkladně promyje vodou a na konec acetonem. Filtrační papír se následně vloží do vyžíhaného, ochlazeného a zváženého porcelánového kelímku o hmotnosti m_2 a vysuší se v sušárně při teplotě $103 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$. Po vysušení se kelímek i s filtračním papírem žihá při teplotě $700 \text{ }^\circ\text{C}$, dokud nedojde ke spálení veškerého uhlíku. Po vyžihání se kelímek ochladí a znovu zváží (m_3).

Nespálené zbytky se z kelímku převedou na síto s velikostí ok 250 µm. Pomocí štětce se štětinami z přírodních vláken, se nespálené zbytky na sítu jemně roztírají, až do doby, kdy nedochází k žádnému propadu materiálu sítím. Částice o velikosti větší než 250 µm, které zůstaly na sítu, se poté zváží (m_4).

POZNÁMKA 3 Postup stanovení látek nerozpustných v lučavce královské je shodný s postupem uvedeným v ČOS 137611, kapitola 8.4.2.

8.5.4 Výpočet procentuálního obsahu látek nerozpustných v lučavce královské

Procentuální obsah všech látek nerozpustných v lučavce královské se stanoví ze vztahu:

$$\text{Látky nerozpustné v lučavce královské (\%)} = \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100 \quad (7).$$

Procentuální obsah látek nerozpustných v lučavce královské, které zůstávají na sítu s velikostí ok 250 µm, se stanoví ze vztahu:

$$\text{Látky nerozpustné v lučavce královské zůstávající na sítu (\%)} = \frac{m_4}{m_1} \cdot 100 \quad (8),$$

- kde m_1 – hmotnost vzorku [g],
 m_2 – hmotnost vyžíhaného porcelánového kelímku [g],
 m_3 – hmotnost kelímku s nespálenými zbytky [g],
 m_4 – hmotnost materiálu na sítu s velikostí ok 250 µm [g].

8.6 Stanovení obsahu kovových příměsí

Stanovení obsahu příměsí mědi a železa ve vzorcích mikrokapsulovaného amorfního červeného fosforu se provede pomocí ICP spektrometrie popř. jiné vhodné metody.

8.6.1 Přístroje a zařízení

ICP spektrometr.

8.6.2 Postup zkoušky

Do 400ml kádinky se s přesností 0,05 g naváží 0,2 g vzorku červeného fosforu a přidá se 50 ml vody, 25 ml koncentrované kyseliny dusičné a 25 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Obsah kádinky se pomalu zahřívá, dokud se celkový objem nesníží na cca 30 ml. Poté se zahřívání ukončí, a je-li reakce příliš bouřlivá, kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem. Pokud jsou v roztoku stále přítomny nerozpuštěné částice vzorku, přidá se dalších 10 ml koncentrované kyseliny dusičné a stěny kádinky se opláchnou destilovanou vodou. Obsah kádinky se opět odpaří, přibližně na objem 30 ml, ochladí a zfiltruje přes filtr s velmi jemnou porositou do 100ml odměrné baňky. Filtrát se následně naředí destilovanou vodou po rysku.

Připravený roztok se podrobí analýze pomocí ICP spektrometru a srovná s kalibrační křivkou. ICP spektrometr se nastaví dle pokynů výrobce, přičemž stanovení mědi se provede při emisní vlnové délce 223,008 nm a stanovení železa při vlnové délce 238,204 nm. Kalibrační křivka se vytvoří měřením standardních roztoků železa resp. mědi o koncentraci 1 až 5 ppm.

POZNÁMKA 4 Je velmi důležité, aby laboratorní sklo použité k přípravě vzorků pro ICP spektrometrii neobsahovalo žádné, ani stopové, zbytky kovů. Před použitím je tedy nutné sklo namočit do 5% kyseliny dusičné, opláchnout destilovanou vodou, poté namočit do 5% kyseliny chlorovodíkové a znovu opláchnout.

8.6.3 Výpočet procentuálního obsahu kovových příměsí

Procentuální obsah kovových příměsí ve vzorku červeného fosforu se stanoví ze vztahu:

$$\% \text{ obsah železa (resp. mědi)} = \frac{A}{W} \cdot 0,01 \quad (9),$$

kde A – koncentrace kovu [$\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$],
 W – hmotnost vzorku [g].

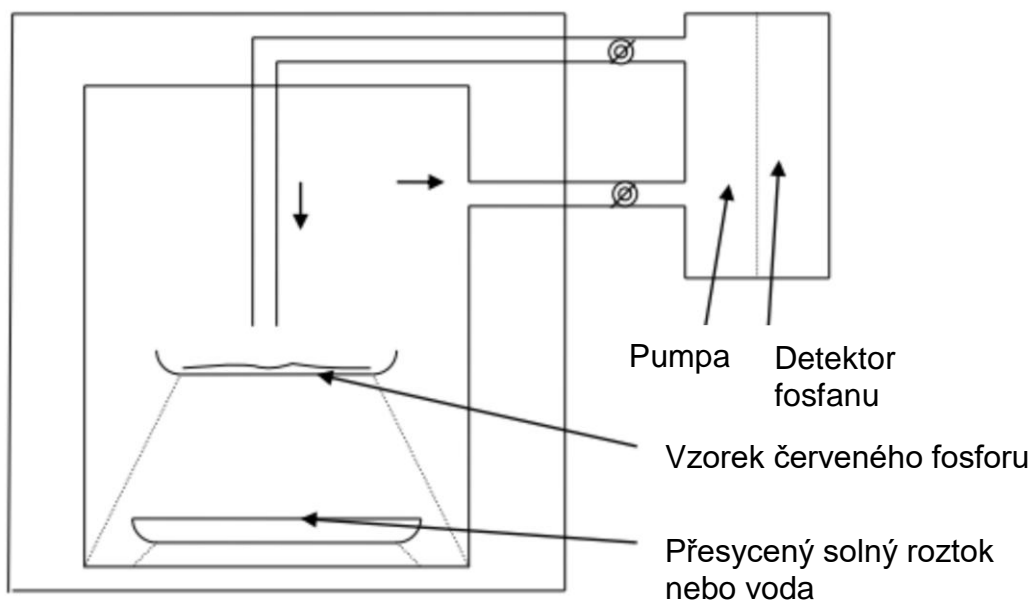
8.7 Stanovení distribuce velikosti částic

Distribuce velikosti částic se stanoví pomocí laserového záření s malým úhlem rozptylu (tzv. metoda LALLS). Postup stanovení je uveden v ČOS 137611, kapitola 7.4.3.

8.8 Stanovení náchylnosti k tvorbě fosfanu

8.8.1 Přístroje a zařízení

Zkušební zařízení je znázorněno na Obrázku 1 a skládá se z hermetické skleněné nádoby o známém objemu (V_{app}), která je přes recirkulační plynovou pumpu připojena k detektoru fosfanu. Konstrukce zařízení musí umožňovat umístění vzorku červeného fosforu přibližně v centrální části nádoby a umístění skleněné misky s činidlem pro ustanovení dané relativní vlhkosti na jejím dně. Skleněná nádoba může být zhotovena např. z vícehrdlé baňky či skleněného zvonu. Plynová pumpa a detektor fosfanu musí být propojeny se skleněnou nádobou vhodnými hadičkami. Materiál hadiček a veškeré kohouty musí být plynotěsné a inertní vůči fosfanu, alespoň po celou dobu trvání zkoušky. V průběhu zkoušky je také žádoucí kontrolovat teplotu zařízení, která se nesmí od požadované teploty odchýlit o více než 1°C .



Termostatované zkušební zařízení

OBRÁZEK 1 – Zkušební zařízení pro stanovení náchylnosti k tvorbě fosfanu

POZNÁMKA 5 Jako detektor fosfanu lze použít jakýkoli komerčně dostupný detektor, typicky s měřicím rozsahem 0–1000 ppm a rozlišením 1 ppm. Příklady některých komerčně dostupných detektorů fosfanu jsou uvedeny v Tabulce 2.

TABULKA 2 – Příklady komerčně dostupných detektorů fosfanu

Dodavatel	Model	Rozsah/ppm	Poznámka
Dräger mezinárodní distribuční síť	PAC 7000	0–20 ppm / 0,01 ppm	Dostupné nejrůznější konfigurace
Honeywell mezinárodní distribuční síť	ToxiPro	0–20 ppm / 0,01 ppm	Elektrochemický senzor
Uniphos Envirotronic PVT Ltd Bombaj, Indie	350 PH3	0–20 ppm / 0,01 ppm	Elektrochemický senzor
Sensidyne-Kitegawa mezinárodní distribuční síť	121U 146S 121SG	0,05–2 ppm, 0,1–20 ppm, 5–150 ppm	Detekční trubičky
Honeywell mezinárodní distribuční síť	PHD6	0–20 ppm	Elektrochemický senzor No 54 54 13

8.8.2 Chemikálie a činidla

Roztok chloridu sodného: připraví se nasycený roztok chloridu sodného v horké vodě, ochladí se a přidá se další NaCl pro vytvoření husté suspenze. Vzduch nad touto suspenzí bude mít ve zkušebním zařízení o teplotě 25 °C relativní vlhkost přibližně 75 %.

Voda. Vzduch nad hladinou vody bude mít 100% vlhkost.

8.8.3 Postup zkoušky

Do zkušebního zařízení se umístí vzorek červeného fosforu společně se skleněnou miskou s činidlem pro ustavení dané relativní vlhkosti. Uzavřou se plynové kohouty a teplota zařízení se udržuje po celou dobu zkoušky na předepsané hodnotě. Pro stanovení náchylnosti k tvorbě fosfanu byly schváleny dvě zkušební metody (A, B), přičemž jejich parametry: použité reagensie, relativní vlhkost, teplota a doba trvání zkoušky, jsou uvedeny v Tabulce 3. Po uplynutí příslušné doby zkoušky se otevřou plynové kohouty a atmosféra ve skleněné nádobě se pomocí pumpy přivede k detektoru fosfanu, kde se změří koncentrace uvolněného fosfanu.

Objem fosfanu uvolněného z 1 g vzorku se pro oba zkušební postupy stanoví ze vztahu:

$$V(\text{PH}_3) = X \cdot \frac{V}{m} \quad (10),$$

kde $V(\text{PH}_3)$ – objem uvolněného fosfanu vztažen na 1 g vzorku [$\mu\text{l}\cdot\text{g}^{-1}$],
 X – koncentrace fosfanu [ppm],
 V – objem zkušebního zařízení [l],
 m – hmotnost vzorku červeného fosforu [g].

TABULKA 3 – Parametry zkušebních metod pro stanovení náchylnosti k tvorbě fosfanu

Metoda	Reagensie	Relativní vlhkost	Teplota	Doba trvání	Max. množství uvolněného PH_3
A	NaCl	75 %	25 ± 1 °C	48 hodin	$10 \mu\text{l}^{(\text{PH}_3)}/\text{g}^{(\text{P})}$
B	Voda	100 %	40 ± 1 °C	24 hodin	$10 \mu\text{l}^{(\text{PH}_3)}/\text{g}^{(\text{P})}$

Účinnost českého obranného standardu od: **20. dubna 2020**

Změny:

Změna číslo	Účinnost od	Změnu zapracoval	Datum zapracování	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: 2020, obsahuje 8 listů

Distribuce: Odbor obranné standardizace Úř OSK SOJ, nám. Svobody 471/4, 160 01 Praha 6

Vydal: Úřad pro obrannou standardizaci, katalogizaci a státní ověřování jakosti
www.oos.army.cz

NEPRODEJNÉ
