



中华人民共和国国家标准

GB/T 16627—1996

二 硝 基 重 氮 酚

Diazodinitrophenol



C9713707

1996-11-28 发布

1997-07-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
二 硝 基 重 氮 酚
GB/T 16627—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 10 千字
1997 年 6 月第一版 1997 年 6 月第一次印刷
印数 1—600

*

书号: 155066·1-13824 定价 8.00 元

*

标 目 312—007

前 言

本标准是依据 WJ 1045—78《二硝基重氮酚》的实施效果,结合二硝基重氮酚的发展状况而制定的。

制定本标准时,考虑我国二硝基重氮酚生产工艺的差异,主要原材料质量的差别,以及指标对生产及使用的安全保证,从而设置了外观、水分及挥发分、pH 值、硬杂质、假密度、丙酮不溶物和重氮基七个项目。

本标准规定的对象除雷管始发装药外,还包括电引火头用小结晶二硝基重氮酚。

制定本标准时,还进行了国际标准和国外先进标准的检索工作,但仅得 JAN-D-552《二硝基重氮酚(片状)》。该标准规定为片状结晶,这与我国半成品组装雷管的球状或近于球状结晶有明显的区别。其粒度要求是为规定片状结晶尺寸而设置的,因此本标准未作同类要求。

本标准由中国兵器工业总公司提出。

本标准由中国兵器工业标准化研究所归口。

本标准起草单位:辽宁华丰化工厂。

本标准主要起草人:张永利、杨铭辅、汪素文。

本标准首次发布:1996 年 11 月。

9713707

中华人民共和国国家标准

GB/T 16627—1996

二 硝 基 重 氮 酚

Diazodinitrophenol

1 范围

本标准规定了二硝基重氮酚的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则及其标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于二硝基重氮酚的制造与验收。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

WJ 1867—89 火工品药剂假密度测定法

3 产品分类

产品分类应符合表 1 规定。

表 1 产品分类

类 别	工 艺 方 法	用 途
一	无控制剂及以碳酸氢铵为控制剂的钠盐法	雷管始发装药
二	以邻苯三酚为控制剂的钠盐法	雷管始发装药
三	克拉克法	电引火头用药

4 技术要求

技术要求应符合表 2 规定。

表 2 技术要求

序 号	项 目 名 称	指 标			试 验 方 法
		一类	二类	三类	
1	外观	黄棕色到棕紫色松散颗粒,无肉眼可见杂质		淡黄至黄棕色小结晶,无肉眼可见杂质	5.1
2	水分及挥发分, %	≤0.15	≤0.2	≤0.3	5.2

表 2(完)

序 号	项目名称	指 标			试验方法
		一类	二类	三类	
3	pH 值	≥4.0			5.3
4	杂质	不应有玻璃、硅土等硬杂质。允许有微量橡胶、纤维等软杂质			5.4
5	丙酮不溶物,%	≤0.10			5.5
6	假密度,g/cm ³	0.48~0.70		—	5.6
7	重氮基,%	≥12.8			5.7

5 试验方法

5.1 外观检查

采用目视法检查。

5.2 水分及挥发分质量分数的测定

5.2.1 测定步骤

称取 2~3 g 干试样,精确至 0.000 2 g,置于已恒量的称量瓶(φ50 mm)中,于(60±2)℃烘箱中干燥 2 h,取出放入干燥器中冷却 30 min,称量。

5.2.2 测定结果计算及表述

水分及挥发分质量分数按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: W_1 ——水分及挥发分质量分数,%;

m_1 ——称量瓶及试料干燥前质量,g;

m_2 ——称量瓶及试料干燥后质量,g;

m_3 ——试料的质量,g。

平行测定两个结果,允许差不大于 0.02%,取其算术平均值,一类样品表示至二位小数,二类、三类样品表示至一位小数。

注:允许用真空烘箱法,但以上述测定方法为仲裁法。

5.3 pH 值的测定

5.3.1 仪器和溶剂

- a) 酸度计:分度值 0.1pH;
- b) 水(GB 6682—88):调整 pH 值为 6.0~7.0。

5.3.2 测定步骤

取湿试样 3 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,摇动并放置 15~20 min。用定性滤纸过滤,滤液注入小烧杯中,用酸度计测定滤液的 pH 值,精确至 0.1 pH。

平行测定两个结果,允许差不大于 0.2pH,取其算术平均值,表示至一位小数。

5.4 杂质的测定

5.4.1 仪器和试剂

- a) 平板玻璃:60 mm×20 mm,二片;

b) 丙酮(GB 686—89):经聚乙烯漏斗过滤。

5.4.2 测定步骤

取湿试样 3 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 丙酮,摇至完全溶解。用滤纸过滤,并用丙酮把锥形瓶中物质全部移到滤纸上,再用丙酮洗涤滤纸至浅黄色,风干后轻轻展开滤纸观察有无杂质。如有可疑硬杂质,可取之放在二片平板玻璃之间轻轻碾压,以判定是否为硬杂质。

5.5 丙酮不溶物质量分数的测定

5.5.1 仪器和试剂

a) 坩埚式玻璃过滤器 G4:于 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒量;

b) 丙酮(GB 686—89)。

5.5.2 测定步骤

称取干试样 1~1.5 g,精确至 0.000 2 g,于 250 mL 烧杯中加入约 50 mL 丙酮,摇动直至溶解。于已恒量的过滤器中吸滤,继续用丙酮洗涤烧杯和过滤器至无色。将过滤器置于 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中干燥 1 h,于干燥器中冷却 30 min,称量。

5.5.3 测定结果计算及表述

丙酮不溶物质量分数按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: W_2 ——丙酮不溶物质量分数, %;

m_4 ——过滤器与不溶物的质量, g;

m_5 ——过滤器的质量, g;

m_6 ——试料的质量, g。

平行测定两个结果,允许差不大于 0.02%,取其算术平均值,表示至二位小数。

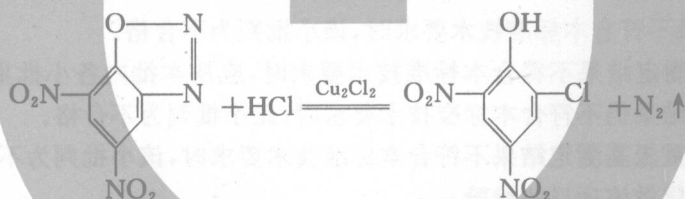
5.6 假密度的测定

按 WJ 1867 的规定方法进行测定。平行测定两个结果,允许差不大于 0.02 g/cm³。取其算术平均值,表示至二位小数。

5.7 重氮基质量分数的测定

5.7.1 测定原理

试料在氯化亚铜催化作用下与盐酸反应生成氮气,测量氮气体积计算重氮基质量分数。



5.7.2 仪器和溶液

a) 量气管:70 mL;

b) 注射器:100 mL;

c) 气压计:BQY-1B;

d) 盐酸-氯化亚铜混合溶液:取浓盐酸(GB 622—89)45 mL,加氯化亚铜(HG 3-1287-80)9 g 和水(GB 6682—88)60 mL,摇动至溶解;

e) 煮沸冷却水。

5.7.3 测定步骤

于美浓纸上称取干试样 0.45~0.50 g,精确至 0.000 2 g。包裹严密,放入真空管中,加水浸没药包,在真空度 80 kPa 以下抽出气泡。取出药包投入注射器中,吸进 10 mL 水,排出注射器中空气。吸进盐酸

-氯化亚铜混合溶液 40~45 mL,给注射器加帽。将注射器放入 60~70℃的水浴中,当放出约 10 mL 气体时,振荡注射器破坏药包,再放回水浴中使反应完全。取出后,放入室温的水中,冷却至室温。把生成的气体排入量气管中,当量气管内外温度差不超过 0.5℃时,记录气体毫升数和量气管内的温度,记录大气压值。

5.7.4 测定结果计算及表述

重氮基质量分数按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{0.003\,372 \times (P - P_{H_2O}) \times V}{(273.15 + t) \times m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: W_3 ——重氮基质量分数, %;

P ——大气压, kPa;

P_{H_2O} —— t ℃时,饱和水蒸气压, kPa;

V ——氮气体积, mL;

t ——量气管内温度, ℃;

0.003 372——换算系数;

m_1 ——试料的质量, g。

平行测定两个结果,允许差不大于 0.15%,取其算术平均值,表示至一位小数。

6 检验规则

6.1 组批

二硝基重氮酚以每次重氮化沉淀为一小批,以每昼夜生产的各小批编为一批。

6.2 抽样检验

6.2.1 逐小批按 5.1 检验外观。

6.2.2 从每批的各小批中随机抽取湿试样 15 g,混合均匀组成混合样,按 5.3、5.4 分别测定 pH 值、杂质。

6.2.3 每月从任一小批中随机抽取干试样 10 g,按 5.5、5.7 分别测定丙酮不溶物、重氮基。在原材料发生变化或产品质量波动时须连续检查 5~10 个小批,合格后转为正常检查。

6.2.4 从每一小批中随机抽取干试样 30 g,按 5.2、5.6 分别测定水分及挥发分、假密度。

6.3 结果处理

6.3.1 当外观检查结果不符合本标准技术要求时,该小批判为不合格。

6.3.2 当 pH 值、杂质测定结果不符合本标准技术要求时,应从本批内各小批重新取样逐小批做该项目的检验。如杂质测定结果仍不符合本标准技术要求时,此小批判为不合格。

6.3.3 当丙酮不溶物、重氮基测定结果不符合本标准技术要求时,该小批判为不合格。并对本批内其余各小批及本批前三批取样做该项目的检验。

6.3.4 当水分及挥发分、假密度、pH 值测定结果不符合本标准技术要求时,允许返修,重新提交检验。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 湿品二硝基重氮酚应装于纯棉质滤袋内并浸入水中,也允许装于专用的塑料袋内,但水分及挥发分应不小于 35%。

7.2 干品二硝基重氮酚应装于专用的药盒内,每盒不得超过 300 g,贴上标签,注明产品名称、批号、质量及生产日期。

7.3 二硝基重氮酚的运输必须严格按有关技安规则执行。

7.4 产品应贮存于温度 16~35℃、相对湿度不超过 70%的库房内。库房内不应有直射阳光。贮存条件必须符合起爆药贮存的技术安全要求。

7.5 湿品二硝基重氮酚贮存时间超过三个月时,使用前应重新测定全项。

7.6 干品二硝基重氮酚,一类和三类产品贮存时间超过三个月、二类产品超过一个月时,使用前应重新测定水分及挥发分。超过一年时应重新测定全项。
