Slaviša Stojiljković,
kapetan, dipl. inž.

ANALIZA METODA ZA PRAĆENJE HEMIJSKE STABILNOSTI BARUTA I RAKETNIH GORIVA PREMA SNO 8069/91

Rezime:

Ispitivanje hemijske stabilnosti baruta i raketnih goriva laborisanih u uskladištenim UbS, (ubojnim sredstvima) propisano je standardom SNO 8069/91. U ovom radu je dat sažet pregled i opis metoda za ispitivanje hemijske stabilnosti baruta i RG (raketnih goriva), i izvršena analiza propisanih metoda na osnovu karakterističnih rezultata ispitivanja uzoraka radi njihovog daljeg razvoja i usavršavanja.

Ključne reči: barut, raketno gorivo, hemijska stabilnost, metode ispitivanja, kategorizacija.

ANALYSIS OF METHOD FOR MONITORING THE STABILITY OF GUNPOWDERS AND ROCKET FUELS ACCORDING TO SNO 8069/91 STANDARD

Summary:

Testing of chemical stability of gunpowders and rocket fuels in the stored munitions is prescribed by the SNO 8069/91 standard. In the article are presented a brief review and description of methods for testing the chemical stability of gunpowders and rocket fuels, with an analysis of the prescribed testing methods, based on characteristic results of testing of samples, with the aim of their further development and upgrading.

Key words: gunpowder, rocket fuel, chemical stability, testing methods, categorization.

Uvod

Baruti i raketna goriva (RG) su elementi UbS koji u toku skladištenja menjaju svoje fizičko-hemijske karakteristike, što direktno utiče i na karakteristike UbS u kojima je barut (RG) laborisan. Pored uticaja na balističke karakteristike i pouzdanost UbS, postoji i znatna opasnost od samozapaljenja baruta i RG, što rezultira destrukcijom sredstva i ima reperkusije na bezbednost ljudstva, uskladištenih UbS i objekata.

Osnovne komponente koloidnih baruta (estri azotne kiseline) podložni su dekompoziciji na temperaturama uskladištenja. Proizvodi razgradnje su azotni oksidi koji se ponašaju kao autokatalizatori dalje dekompozicije nitroestara i uzrokuju promene fizičko-hemijskih osobina baruta i RG. Da bi se sprečila autokataliza procesa razgradnje nitroestera, barutima se dodaju stabilizatori — supstance koje lako reaguju sa azotnim oksidima [3]. Same reakcije stabilizatora sa azotnim

oksidima, kao i reakcije dekompozicije nitroestara su egzotermne. One uzrokuju povećanje temperature u masi baruta što je, s obzirom na termičke karakteristike baruta, i najopasnija posledica njegove samorazgradnje, jer može prouzrokovati stvaranje kritičnih uslova za pojavu samozapaljenja [5]. S obzirom na to da je barut relativno loš provodnik toplote, pri određenim uslovima, sva toplota, oslobođena usled egzoternosti reakcija dekompozicije nitroestara i reakcija stabilizatora sa azotnim oksidima, neće moći da se razmeni sa okolinom već će se akumulirati u masi baruta uzrokujući povećanje temperature, a samim tim i povećanje brzine hemijskih reakcija sa novim prirastom toplote [10]. Ovaj mehanizam samoubrzavanja reakcija vodi stvaranju kritičnih uslova za samozapaljenje baruta i RG, a samim tim i destrukciju UbS u kome se oni nalaze.

Od samog nastanka koloidnih baruta nametala se potreba opisivanja stanja baruta u smislu sigurnosti tokom skladištenja i manipulacije. U tom smislu se i danas proučavaju procesi koji prate hemijsku degradaciju baruta i RG sa ciljem da ukažu na stepen rizika pri čuvanju i manipulaciji ubojnim sredstvima, a pojam koji opisuje stanje baruta i RG i izražava verovatno vreme čuvanja bez rizika je hemijska stabilnost baruta i RG.

Za sistematsko ispitivanje i praćenje hemijske stabilnosti baruta i RG laborisanih u uskladištena UbS zadužena je Laboratorija za ispitivanje i kolekcioniranje elemenata UbS. Ispitivanja se u Laboratoriji realizuju prema SNO 8069/91 »Praćenje hemijske stabilnosti baruta i raketnih goriva« na kolekcioniranim uzorcima baruta i RG koji se za tu svrhu posebno izdvajaju i čuvaju u kolekcijama baruta i RG. U ovom radu je, na osnovu iskus-

tava iz dosadašnjeg rada, izvršena analiza propisanih metoda sa aspekta njihove praktične primene u ispitivanju hemijske stabilnosti baruta i RG.

Cilj i metode ispitivanja hemijske stabilnosti baruta i raketnih goriva i kriterijumi za njihovu kategorizaciju

Prema SNO 8069/91 hemijska stabilnost baruta i raketnih goriva prati se isključivo sa aspekta samozapaljenja i to sa ciljem [1]:

- isključivanja ili svođenja na najmanji rizik od samozapaljenja,
- svođenja na najmanji rizik pri upotrebi,
- održavanja municije u stanju bojne gotovosti,
- prognoziranja preostalog veka upotrebljivosti baruta i RG radi planiranja blagovremene zamene, popune ili remonta.

Osnovne metode za praćenje hemijske stabilnosti baruta i RG i njihovu kategorizaciju u toku skladištenja su:

- metoda grejanja na 100°C (metoda 8.1. SNO 8069/91);
- metoda određivanja kritičnog prečnika samozapaljenja praćenjem toplotne aktivnosti baruta pomoću mikrokolorimetra (metoda 8.5. SNO 8069/91);
- metoda određivanja sadržaja stabilizatora u uzorku (metoda 8.6. SNO 8069/91).

Na osnovu rezultata ispitivanja hemijske stabilnosti uzoraka baruta i RG iz kolekcija ili skladišta, vrši se kategorizacija baruta u jednu od sledećih kategorija [1]:

- 50 — barut (RG) dobar za čuvanje, sledeća provera po planu;
- 51 — barut (RG) dobar za čuvanje, prioritet pri trošenju municije la-

borisane tim barutom (RG), sledeća provera nakon 2 godine, zabrana čuvanja po merama stalne bojeve gotovosti.

52 — barut (RG) smanjene stabilnosti. Može se čuvati ali uz kontrolu jednom godišnje. Zabrana za upotrebu u miru i čuvanje u otežanim uslovima i po merama stalne bojeve gotovosti.

58 — barut (RG) nestabilan, municija se mora ukloniti iz skladišta u roku od 12 meseci, uništiti ili delaborisati. Delaborisani barut (RG) se: uništava spaljivanjem, potapa pod vodu radi daljeg čuvanja i korištenja, odmah navlaži sa 10 do 20% vode radi transporta do eventualnog korisnika, korišćenjem ambalaže prema SNO 4025;

59 — barut (RG) nestabilan, municija se mora ukloniti iz skladišta u roku od 30 dana uz postupak kao kod 58.

Kategorizacija baruta vrši se prema kriterijumima datim u tabelama 1 i 2 [1].

Prema navedenim metodama hemijska stabilnost uskladištenih uzoraka baruta i RG ispituje se prvi put nakon 10 godina od proizvodnje, a potom svakih 5 godina. U slučaju da se na osnovu kriterijuma datih u tabelama 1 i 2 ne može jednoznačno utvrditi kategorija baruta i RG, odluka se donosi na osnovu sledećeg redosleda vrednovanja metoda:

— metoda određivanja sadržaja stabilizatora u uzorku (metoda 8.6. SNO 8069/91);

— metoda određivanja kritičnog prečnika samozapaljenja praćenjem toplotne aktivnosti baruta pomoću mikrokolorimetra (metoda 8.5. SNO 8069/91);

— metoda grejanja na 100°C (metoda 8.1. SNO 8069/91).

Tabela 1

Kriterijumi za kategorizaciju jednobaznih baruta

DFA (% m/m)	Aktivni stabilizator (% m/m)	Termička aktiv. Poređenje D_c i D (m)	100°C (dan)	Kategorija baruta
$\geq 0,5$	—	$D_c(60) > D$	≥ 4	50
$\geq 0,2$	$\geq 0,5$	$D_c(60) > D$	< 4	51
		$D_c(60) < D$		52
		$D_c(50) < D$		58
		$D_c(40) < D$		59
		$D_c(60) > D$		52
	$< 0,5$	$D_c(60) < D$		58
		$D_c(50) < D$		59
		$D_c(60) > D$		52
$\leq 0,2$	$\geq 0,3$	$D_c(60) < D$		58
		$D_c(50) < D$		59
		$D_c(60) > D$		58
	$< 0,3$	$D_c(60) > D$		58
		$D_c(60) < D$		59
		$D_c(60) < D$		59

Kriterijumi za kategorizaciju dvobaznih i trobaznih baruta

Sadržaj stabilizatora (% m/m)	Termička aktiv. Poređenje D_c i D (m)	100°C (dan)	Kategorija baruta
$\geq$ (početni — 50%)	$D_c(60) > D$	$\geq 4 (2,5)^*$	50
$\geq$ (početni — 70%)	$D_c(60) > D$	$< 4 (2,5)^*$	51
	$D_c(60) < D$		52
	$D_c(50) < D$		58
	$D_c(40) < D$		59
$\geq$ (početni — 80%)	$D_c(60) > D$		52
	$D_c(60) < D$		58
	$D_c(50) < D$		59

* Posebni zahtevi za barute tipa NGB po metodi grejanja na 100°C.

Analiza metoda za ispitivanje hemijske stabilnosti baruta i raketnih goriva

Metoda grejanja na 100°C

Metoda se zasniva na ubrzanoj razgradnji baruta pri grejanju na povišenoj temperaturi, a kvalitet baruta se ocenjuje vizuelnim uočavanjem produkata degradacije nitroestara. Naime, iz uzorka nestabilnijeg baruta će se, za kraće vreme grejanja, početi izdvajati azotni oksidi, što se manifestuje tamnomrkim obojenjem unutrašnjosti ep-ruvete u kojoj se barut greje. Mera hemijske stabilnosti je vreme od početka grejanja uzorka do početka izdvajanja vidljivih gasova (azotnih oksida). Navedena metoda se već niz godina primenjuje za periodično ispitivanje hemijske stabilnosti kolekcioniranih uzoraka baruta i RG. Osnovni nedostaci ove metode su sledeći [5, 9]:

— ocena o kvalitetu baruta donosi se na osnovu vizuelno uočenih produkata razgradnje. Međutim, ne postoji eksperimentalno potvrđena i dokazana relacija između količine azotnih oksida, nastalih tokom dekompozicije

baruta, i njegovog samozapaljenja. Ako bi takva relacija i postojala, po ovoj metodi se ne može oceniti mogućnost samozapaljenja, jer se ne uzimaju u obzir osnovni faktori koji utiču na akumuliranje toplote, a to su veličina uzorka (kalibar municije), oblik uzorka baruta, debljina svoda i uticaj spoljnih faktora;

— kriterijumi na osnovu kojih se ocenjuje stabilnost baruta tj. minimalne vrednosti koje uzorak mora da zadovolji nisu rezultat eksperimenata vezanih za mogućnost samozapaljenja ili neke značajnije promene u barutu. To su, u stvari, unapred dogovorene iskusvene vrednosti dobijene na osnovu upoređivanja sa vrednostima navedenog testa kod istih takvih ranije proizvedenih baruta kod kojih se tokom dugogodišnjeg čuvanja u municiji nije ništa nepoželjno dogodilo, već su samo početne vrednosti stabilnosti umanjene.

Rezultati ispitivanja različitih tipova baruta po ovoj metodi, u zavisnosti od vremena skladištenja uzorka, prikazani su u tabelama 3 do 9.

Tabela 3

Rezultati ispitivanja po metodi grejanja na 100°C za tri uzorka NC baruta tipa A

Oznaka uzorka	Godina proizv.	Rezultati ispitivanja / vreme skladištenja (godine)								
		4	6	8	10	12	13	16	18	21
1306	1970.	6d 12č	7d	7d	7d	7d	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č
1308	1970.	6d 18č	7d	7d	7d	7d	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č
1310	1970.	6d 18č	7d	7d	7d	7d	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č

Tabela 4

Rezultati ispitivanja po metodi grejanja na 100°C za tri uzorka NC baruta tipa B

Oznaka uzorka	Godina proizv.	Rezultati ispitivanja / vreme skladištenja (godine)									
		5	7	9	11	13	14	17	19	22	25
1305	1969.	6d 12č	7d	7d	7d	7d	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d
1319	1969.	7d	7d	7d	7d	7d	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d 12č
1320	1969.	7d	7d	7d	7d	7d	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d 12č

Tabela 5

Rezultati ispitivanja po metodi grejanja na 100°C za četiri uzorka NC baruta tipa V

Oznaka uzorka	Godina proizv.	Rezultati ispitivanja / vreme skladištenja (godine)								
		7	9	11	13	15	17	19	21	24
2224	1967.	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d 6č	6d 6č	6d 6č	6d 6č	6d
2225	1968.	7d	7d	6d 18č	6d 18č	6d 6č	6d	6d	6d	6d
2227	1968.	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d 12č	6d 12č	6d 12č	6d 12č
2226	1969.	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d 12č	6d 12č	6d 12č	6d 12č	6d 12č

Tabela 6

Rezultati ispitivanja po metodi grejanja na 100°C za uzorke NC baruta tipa G

Oznaka uzorka	Godina proizv.	Rezultati ispitivanja / vreme skladištenja (godine)										
		29	31	33	35	37	39	41	43	46	48	50
1374	1945.	7d	7d	7d	7d	7d	7d	7d	6d	6d	6d 6č	4d 18č
1375	1945.	7d	7d	7d	7d	7d	7d	7d	6d	6d	6d 6č	4d 18č
1376	1945.	7d	7d	7d	7d	7d	7d	7d	6d	6d	6d 6č	4d 18č
1377	1945.	7d	7d	7d	6d 18č	6d 18č	6d 18č	6d 12č	6d	6d	6d	4d 18č
1378	1945.	7d	7d	7d	6d 18č	7d	6d 18č	6d 12č	5d 12č	5d 12č	6d	4d 12č

Tabela 7

Rezultati ispitivanja po metodi grejanja na 100°C za uzorke NGH baruta tipa A

Oznaka uzorka	Godina proizv.	Rezultati ispitivanja / godina u kojoj je uzorak ispitan								
2156	1965.	7d/74.	6d/76.	6d/78.	6d/80.	6d/82.	6d/84.	6d/86.	6d/88.	6d/91.
2159	1965.	7d/74.	6d/76.	6d/78.	6d/80.	6d/82.	6d/84.	6d/86.	6d/88.	6d/91.
2177	1970.	6d/74.	7d/78.	7d/80.	7d/82.	7d/84.	7d/86.	6d 18č/90.	6d 18č/91.	—
4334	1980.	9d 18č/80.	7d/84.	7d/86.	7d/88.	7d/91.	—	—	—	—

Tabela 8

Rezultati ispitivanja po metodi grejanja na 100°C za uzorke NGT baruta tipa A

Oznaka uzorka	Godina proizv.	Rezultati ispitivanja / godina u kojoj je uzorak ispitan								
2454	1960.	7d/75.	7d/76.	7d/78.	7d/80.	7d/82.	7d/84.	7d/88.	—	—
2456	1960.	7d/75.	7d/76.	7d/78.	7d/80.	7d/82.	7d/84.	7d/86.	7d/88.	—

Rezultati ispitivanja po metodi grejanja na 100°C za uzorke NGR baruta
tipa A

Oznaka uzorka	Godina proizv.	Rezultati ispitivanja / godina u kojoj je uzorak ispitan								
		6d 18č/81.	7d/85.	7d/87.	7d/89.	—	—	—	—	—
4689	1980.	6d 18č/81.	7d/85.	7d/87.	7d/89.	—	—	—	—	—
4691	1980.	9d/82.	7d/85.	6d 12č/87.	6d 12č/89.	—	—	—	—	—
4872	1985.	5d/86.	6d 18č/89.	—	—	—	—	—	—	—

*Metoda određivanja kritičnog
prečnika samozapaljenja
merenjem toplotne aktivnosti
baruta pomoću
mikrokalorimetra*

Metoda je razvijena za ocenu sklonosti baruta ka samozapaljenju na osnovu merenja brzine razvijanja toplote, kao posledice egzotermnosti hemijskih reakcija dekompozicije nitroestara u uzorku, mogućnosti njene razmene sa okolinom, i mogućnosti njenog akumuliranja u barutu. Princip metode je da se meri temperatura u najkritičnijem delu uzorka (geometrijski centar) za vreme termostiranja, na dve različite temperature na kojima je hemizam reakcija dekompozicije identičan. Poznavanjem količine toplote koja se pri dekompoziciji uzorka baruta oslobađa u jedinici vremena (*brzina razvijanja toplote*) na definisanim temperaturama, kao i poznavanjem fizičkih i termičkih karakteristika baruta, može se izračunati [5]:

— energija aktivacije procesa dekompozicije baruta;

— vreme do razvijanja određene količine toplote u uslovima skladištenja;

— veličina kritičnog prečnika na osnovu kojeg se može proceniti mogućnost samozapaljenja baruta.

Naime, toplota stvorena spontanom dekompozicijom nitroestara, uko-

liko se ne razmenjuje sa okolinom akumulira se, što dovodi do povećanja temperature u masi baruta. Sa povećanjem temperature raste i brzina egzotermnih reakcija dekompozicije čime se omogućava dostizanje kritičnih uslova za samozapaljenje. Kritični uslovi su u praksi obično određeni kritičnim iznosima parametara, kao što su temperatura, razvijena toplota, dimenzija uzorka i sl. Količina akumulirane toplote zavisi ne samo od osobina materije u kojoj se akumulacija odvija, već i od mase i dimenzija te materije. Onaj prečnik uzorka koji na određenoj temperaturi uslovljava takvu akumulaciju toplote da se može uspostaviti stacionarno stanje između nastale toplote, toplote razmenjene sa okolinom i toplote akumulirane u uzorku, naziva se *kritični prečnik* D_{kr} , a temperatura u tom stanju naziva se *kritična temperatura* T_{kr} (temperatura na kojoj je kritični prečnik samozapaljenja jednak stvarnom prečniku uzorka). Poređenjem kritičnog prečnika samozapaljenja na određenim temperaturama sa stvarnim prečnikom uzorka, opisuje se stepen hemijske stabilnosti uzorka baruta i RG, i vrši kategorizacija uzorka prema kriterijumima datim u tabelama 1 i 2. Kritični prečnik samozapaljenja uzima se kao kriterijum hemijske stabilnosti koji ukazuje na mogućnost samozapaljenja. Za određenu temperaturu i toplotnu aktivnost ba-

ruta, smeštenog u čauri prečnika D , rizik od samozapaljenja je manji ukoliko je odnos D_{kr}/D veći, i obrnuto. D_{kr} se izračunava na osnovu toplotne teorije eksplozije iz sledećeg izraza [5, 6]:

$$D_c = \sqrt{\frac{\lambda \cdot \delta \cdot R \cdot T^2}{E \cdot \rho \cdot q}}$$

gde je:

λ — toplotna provodljivost baruta i RG;

δ — bezdimenzionalni parametar oblika uzorka koji označava kritičnu vrednost termalne eksplozije. Ako su sve ostale veličine konstantne on zavisi samo od oblika barutnog punjenja i za oblik cilindra ima vrednost 2,00;

R — univerzalna gasna konstanta;

E — energija aktivacije procesa razlaganja;

T — temperatura za koju se izračunava D_{kr} ;

q — brzina razvijanja toplote (toplotna aktivnost) izračunata za kritični prečnik uzorka;

ρ — gustina baruta i RG.

Merenja se realizuju na mikroklorimetru MIKRO III koji se sastoji od sledećih delova i sklopova:

— termostata tipa OEEM — 3.89.1. koji održava temperaturu u području 40°C do 80°C sa tačnošću od $\pm 0,01^\circ\text{C}$;

— elektronskog regulatora temperature;

— kvarcnog termometra HP-2804A sa sondama tipa NR-18110A;

— uređaja za registrovanje i obradu podataka koji se sastoji od personalnog računara, HP-IB interfejsa i printera;

— standardne posude od mesinga cilindričnog oblika prema SNO 8069/91, t.8.5.3.

Uzorak baruta ili RG pripremi se prema SNO 8069/91, t.8.5.4. i postavi u prethodno pripremljen i baždaren mikroklorimetar, nakon čega se pristupa merenju brzine razvijanja toplote na osnovu merenja razlike u temperaturi ΔT između ispitivanog i inertnog uzorka u stacionarnim uslovima na 60°C i 70°C sukcesivno. Rezultat se digitalno registruje u kvarcnom termometru i očitava na displeju ili memorije u računaru. U program računara

Sl. 1 — Izlazni dokument sa mikroklorimetra — grafička zavisnost $D_c(T)$ i $q_c(T)$

unos se baždarni koeficijent (K) i odnos masa (m), tako da izlazni rezultat bude količina toplote koja se razvija u sredini uzorka u jedinici vremena po jedinici mase [W/kg]. Na osnovu izlaznog dokumenta sa mikrokalorimetrijskih merenja u grafičkom (slika 1), i tabelarnom obliku može se odrediti kritični prečnik samozapaljenja za zadanu temperaturu, kao i vrednosti kritične temperature i brzine razvijanja toplote u kritičnim uslovima.

Metoda predstavlja nov pristup u rešavanju problema praćenja hemijske stabilnosti baruta i RG sa aspekta samozapaljenja, s obzirom da uvažava faktore koji direktno utiču na stvaranje kritičnih uslova za samozapaljenje (prečnik i masa uzorka, termičke karakteristike baruta, parametri dinamike nastajanja i razmene toplote i sl.). Sama aparatura originalno je rešenje koje omogućava realizaciju opisane metode.

Rezultati za kritični prečnik samozapaljenja, za neke uzorke različitih tipova baruta prikazani su u tabeli 10.

Tabela 10

Kritični prečnik samozapaljenja na 333K

Oznaka uzorka	Vrsta uzorka	Godina proizvodnje	Kritični prečnik samozap. na 333K (m)
2156	NGH	1965.	0,58
2159	NGH	1965.	0,62
2177	NGH	1970.	0,63
4334	NGH	1980.	0,99
2454	NGT	1960.	0,63
2456	NGT	1960.	0,61
4689	NGR	1980.	0,62
4691	NGR	1980.	0,50
4872	NGR	1985.	0,48

Tokom realizacije merenja toplotne aktivnosti baruta kod jednog broja uzoraka uočena je pojava da, i pored dugotrajnog sušenja i temperiranja uzorka (čak i do 10 dana na 70°C), ne postoji mogućnost određivanja kritičnog prečnika samozapaljenja s obzirom na to da je izmerena vrednost toplote degradacije baruta negativna.

Ova pojava je uočena kod novijih baruta tipa NGH i NGT, i kod veoma starih baruta (NC tip G, tabela 6).

Metoda određivanja sadržaja stabilizatora u barutu i raketnom gorivu

Stabilizator je komponenta baruta i RG koja se dodaje sa ciljem da spreči ili bar uspori autokatalizu reakcija razlaganja nitroestra, vezujući azotne okside nastale u toku reakcija razlaganja. To su aromatična organska jedinjenja čije su najvažnije karakteristike da se mogu nitrovati proizvodima dekompozicije baruta, da ne reaguju sa nitroestrima, da su slabo isparljivi i da ne stvaraju higroskopna jedinjenja, kao i da tokom vremena ne utiču na balističke osobine baruta [7]. Najčešće primenjivani stabilizatori su defenilamin kod jednobaznih baruta i dietildifenilkarboamid (centralit I) kod dvobaznih baruta. Pri kontaktu stabilizatora sa nitroznim gasovima nastalim razgradnjom nitroestara, dolazi do njihove nitracije i stvaranja proizvoda koji nemaju katalitičko dejstvo na reakciju razlaganja nitroestara. Sam mehanizam reakcije nitrovanja stabilizatora dosta je složen i nepotpuno ispitan s obzirom na veliki broj nitroderivata koji nastaju i veliku zavisnost mehanizma reakcija od temperature [3]. Neki od nitroderivata stabilizatora takođe imaju stabilizirajuće dejstvo na barut i njihovo prisustvo u masi bitno utiče na njegovu stabilnost.

Nakon ekstrakcije uzorka baruta ili RG metilenhloridom iz ekstrakta se određuje stabilizator metodom tečne hromatografije sa UV detektorom. Metoda se koristi za određivanje difenilamina (DFA), N-nitrozodifenilamina (NNODFA), 2- i 4- nitrodifenilamina (2NDFA i 4NDFA) u jednobaznim i sferičnim barutima, etilcentralita (CI ili EC) i 2-nitrodifenilamina u dvobaznim barutima i RG [8]. Na taj način stiče se celovita slika o sadržaju aktivnog stabilizatora u barutu.

Određivanje sadržaja aktivnog stabilizatora je u laboratoriji za ispitivanje i kolekcioniranje elemenata UbS privremeno zamenjeno spektrofotometrijskim metodama za određivanje preostalog stabilizatora i to [4]:

— *metodom 307.4 iz SNO 1008/85*
— određivanje difenilamina bez prisustva drugih stabilizatora u barutu UV-spektrofotometrijskom metodom,

— *metodom 309.4 iz SNO 1008/85*
— određivanje sadržaja stabilizatora etilcentralita u dvobaznim barutima i RG bez prisustva drugih stabilizatora,

— *metodom 311.3 iz SNO 1008/85*
— određivanje sadržaja etilcentralita i difenilamina kada se nalaze zajedno u barutu.

Ove UV-spektrofotometrijske metode određivanja sadržaja stabilizatora mogu se koristiti kod baruta čiji sadržaj stabilizatora nije manji od 50% od početnog sadržaja.

Pregled rezultata preostalog stabilizatora, za neke uzorke koji su ispitani i drugim metodama, dat je u tabeli 11.

Diskusija rezultata

Ako se dobijeni rezultati ispitivanja hemijske stabilnosti baruta uporede sa kriterijumima za kategorizaciju

Oznaka uzorka	Vrsta uzorka	Godina proizvodnje	Sadržaj preostalog stabilizatora (% mase)
2156	NGH	1965.	2,65
2159	NGH	1965.	2,65
2177	NGH	1970.	2,90
4334	NGH	1980.	2,78
2454	NGT	1960.	3,54
2456	NGT	1960.	3,66
4689	NGR	1980.	2,46
4691	NGR	1980.	2,40
4872	NGR	1985.	2,56
1374	NC tip G	1945.	0,35*
1376	NC tip G	1945.	0,15*
1377	NC tip G	1945.	0,04*
1378	NC tip G	1945.	0,04*

* rezultati se odnose na preostali stabilizator i izneti su zbog poređenja sa rezultatima drugih metoda.

(tabela 1 i 2) može se konstatovati da su svi ispitivani baruti stabilni i da se mogu svrstati u kategoriju 50, sem najstarijih — trofejnih baruta sa oznakama 1374—1378 kod kojih je sadržaj ukupnog stabilizatora sveden na minimum.

Metoda grejanjem na 100°C pokazuje da još nije nastupila ubrzana degradacija — što potvrđuje činjenicu da u njemu još postoji dovoljna količina aktivnog stabilizatora. Određivanje toplotne aktivnosti pokazuje da je ona veoma mala, čak manja od gubitaka toplotne usled isparavanja vlage i lako isparljivih rastvarača.

Sve to pokazuje da navedeni trofejni barut još nije kritičan s obzirom na samozapaljenje. U slučaju da je on perspektivan i da ga treba duže čuvati predlažu se dodatna ispitivanja određivanja vremena upotrebe postupkom ubrzanog starenja, merenjem brzine utroška stabilizatora i brzine akumuliranja toplote.

Zaključak

Metoda grejanja na 100°C je standardna klasična metoda koja se niz godina primenjivala kao osnovna metoda za određivanje hemijske stabilnosti baruta. Pored navedenih nedostataka u kombinaciji sa egzturnijim analitičkim metodama ona daje korisne informacije pri donošenju odluke o postupku sa barutom.

Metoda *toplotna aktivnost baruta* perspektivna je jer određuje faktore koji direktno utiču na samozapaljenje baruta. Treba povećati njen kapacitet

nabavkom (kao što je i predviđeno njenim uvođenjem) potrebnog broja mikrokolorimetara. U dogledno vreme, kada se obavi dovoljan broj ispitivanja, na osnovu analize dobijenih rezultata treba izvršiti selekcioniranje baruta i frekvencije ispitivanja. U principu, ona treba da bude prva metoda pri donošenju odluke šta treba učiniti sa perspektivnim barutima koji nisu zadovoljili kriterijume koje propisuje SNO 8069/91.

Određivanje sadržaja preostalog stabilizatora pomoću UV-spektrofotometrije, ne daje celovitu sliku o količini i prirodi produkata nastalih u barutu tokom njegove sagradacije. U tom smislu treba obezbediti uslove za nabavku aparata za tečnu kromatografiju.

Može se konstatovati da je VJ u Centru za praćenje stanja municije, preko SNO 8069/91, dobila veoma efikasne metode kojima se garantuje bezbednost skladišta od samozapaljenja baruta i mogućnost predviđanja vremena upotrebe municije.

Literatura:

- [1] SNO 8069/91 — Praćenje hemijske stabilnosti baruta i raketnih goriva.
- [2] Uputstvo za ispitivanje hemijske stabilnosti baruta TU-V, 12.
- [3] Maksimović, P.: Eksplozivne materije, VIZ, 1985.
- [4] SNO 1008/85 — Metode analitičkih ispitivanja malodimnih baruta.
- [5] Čolaković, M.: Metode za kontrolu mogućnosti samozapaljenja baruta laborisanih u klasičnoj i raketnoj municiji, VVTŠ KoV, Zagreb, 1986.
- [6] Čolaković, M.: Probability Estimation for the Self-Ignition of the Gun Powder, Propellants, Explosives, Pyrotechnics 17, 1—4 (1992).
- [7] Hristovski, M.: Određivanje hemijske stabilnosti i veka upotrebljivosti baruta praćenjem sadržaja stabilizatora, izveštaj VTI — TI 729.
- [8] Lindblom: Determination of stabilizer and its Nitroderivates in Double Base Powders by HPLC, V Symposium on chemical problems connected with the stability of explosives, Bastad, May 28—30, 1979, 107—127.
- [9] Grbović, L.: Hemijska degradacija baruta, izveštaj, VVTŠ KoV Zagreb, 1985.
- [10] Isler, J.: Auto-inflammation de poudres a simple base, Propellants, Explosives, Pyrotechnics 11, (1986), 40—44.