

31987L0094

7.2.1987

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ

L 38/1

SMĚRNICE KOMISE

ze dne 8. prosince 1986

o sblížení právních předpisů členských států týkajících se postupů pro kontrolu charakteristik a limitních hodnot jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku a jejich odolnosti vůči výbuchu

(87/94/EHS)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského hospodářského společenství,

s ohledem na směrnici Rady 80/876/EHS ze dne 15. července 1980 o sblížení právních předpisů členských států týkajících se jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku ⁽¹⁾, a zejména na článek 8 uvedené směrnice,

s ohledem na směrnici Rady 76/116/EHS ze dne 18. prosince 1975 o sblížení právních předpisů členských států týkajících se hnojiv ⁽²⁾, a zejména na čl. 9 odst. 2 uvedené směrnice,

vzhledem k tomu, že směrnice 80/876/EHS stanoví pro dotyčná hnojiva jejich charakteristiky a limitní hodnoty a zkoušku jejich odolnosti vůči výbuchu; že článek 8 uvedené směrnice stanoví, že metody kontroly, analýzy a zkoušení budou stanoveny postupem podle článku 11 směrnice 76/116/EHS;

vzhledem k tomu, že směrnice 76/116/EHS stanoví provádění úřední kontroly hnojiv EHS pro ověření, zda splňují požadavky stanovené předpisy Společenství ohledně jakosti a složení hnojiv;

vzhledem k tomu, že s ohledem na zvláštní povahu jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku a na požadavky, které z ní vyplývají pro zajištění veřejné bezpečnosti, zdraví a ochrany pracovníků, se jeví nezbytným stanovit pro tato hnojiva dodatečná pravidla Společenství;

vzhledem k tomu, že odběr vzorků a analýzy jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného pro úřední kontroly hnojiv Společenství jsou prováděny podle metod popsaných ve směrnici Komise 77/535/EHS ⁽³⁾ ve znění směrnice 79/138/EHS ⁽⁴⁾;

vzhledem k tomu, že stejným postupem je podle přílohy II směrnice 80/876/EHS stanoven počet tepelných cyklů, kterými vzorek projde před provedením zkoušky odolnosti vůči výbuchu, a podle přílohy I téže směrnice je stanovena limitní hodnota pro těžké kovy;

vzhledem k tomu, že metoda popsaných uzavřených tepelných cyklů je považována za dostatečnou pro simulování podmínek, které je třeba brát v úvahu v oblasti působnosti směrnice 80/876/EHS; že však tato metoda nutně nesimuluje všechny možné okolnosti, které mohou nastat při lodní dopravě volně loženého hnojiva;

vzhledem k tomu, že opatření této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Výboru pro přizpůsobení směrnic pro odstranění technických překážek obchodu s hnojivy technickému pokroku,

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

1. Členské státy přijmou veškerá nezbytná opatření s cílem zajistit, aby při úředních kontrolách jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku, stanovených ve směrnici 80/876/EHS, byly metody kontroly, analýzy a zkoušení používány v souladu s metodami popsanými v přílohách II a III této směrnice.

⁽¹⁾ Úř. věst. L 250, 23.9.1980, s. 7.

⁽²⁾ Úř. věst. L 24, 30.1.1976, s. 21.

⁽³⁾ Úř. věst. L 213, 22.8.1977, s. 1.

⁽⁴⁾ Úř. věst. L 39, 14.2.1979, s. 3.

2. V příloze I se stanoví

Článek 3

— přípustný obsah těžkých kovů,

— požadovaný počet tepelných cyklů, kterými musí projít vzorky určené ke zkoušce výbušnosti.

Tato směrnice je určena členskými státy.

Článek 2

V Bruselu dne 8. prosince 1986.

1. Členské státy přijmou opatření nezbytná pro dosažení souladu s touto směrnicí nejpozději do 31. prosince 1987. Neprodleně o nich uvědomí Komisi.

2. Členské státy sdělí Komisi znění vnitrostátních právních předpisů, které přijmou v oblasti působnosti této směrnice.

Za Komisi
COCKFIELD
místopředseda

*PŘÍLOHA I***1. Limitní hodnoty pro těžké kovy podle bodu 6 přílohy I směrnice Rady 80/876/EHS.**

- 1.1 Obsah mědi nesmí být větší než 10 mg/kg.
- 1.2 Pro ostatní těžké kovy nejsou stanoveny žádné limitní hodnoty.

2. Počet tepelných cyklů podle přílohy II směrnice Rady 80/876/EHS.

Použije se pět tepelných cyklů.

PŘÍLOHA II

METODY KONTROLY SOULADU S LIMITNÍMI HODNOTAMI STANOVENÝMI V PŘÍLOHÁCH I A II SMĚRNICE RADY 80/876/EHS

METODA 1. METODY POUŽITÍ TEPELNÝCH CYKLŮ

1. Předmět a oblast použití

V tomto dokumentu jsou stanoveny postupy pro používání tepelných cyklů, které předcházejí zkoušce zadržení oleje a zkoušce výbušnosti prováděné u jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. Tepelné cykly podle přílohy I směrnice Rady 80/876/EHS**2.1 Oblast použití**

Tento postup se používá pro tepelné cyklování hnojiva před stanovením zadržení oleje.

2.2 Podstata a definice

V Erlenmeyerově baňce se zkušební vzorek zahřeje z teploty okolí na 50 °C a udrží se při této teplotě po dobu dvou hodin (fáze při 50 °C). Poté se zkušební vzorek ochladí na 25 °C a udrží se při této teplotě po dobu dvou hodin (fáze při 25 °C).

Tyto dvě po sobě jdoucí fáze při 50 °C a 25 °C tvoří tepelný cyklus.

Poté, co zkušební vzorek projde dvěma tepelnými cykly, uchová se při teplotě 20 (± 3) °C pro stanovení hodnoty zadržení oleje.

2.3 Přístroje a pomůcky

Běžné laboratorní vybavení, zejména:

- vodní lázně temperované na 25 (± 1) a 50 (± 1) °C,
- Erlenmeyerovy baňky na 150 ml.

2.4 Postup

Do každé Erlenmeyerovy baňky se odváží 70 (± 5) gramů zkušební vzorku a uzavře se zátkou.

Každé dvě hodiny se baňky přenesou z lázně o teplotě 50 °C do lázně o teplotě 25 °C a naopak.

V obou lázních se voda udržuje na konstantní teplotě a rychlým mícháním se udržuje v pohybu tak, aby hladina vody v lázni byla nad hladinou vzorku. Kondenzaci na zátku se zabrání čepičkou z pěnové gumy.

3. Používané tepelné cykly podle přílohy II směrnice Rady 80/876/EHS**3.1 Oblast použití**

Tento postup slouží pro tepelné cyklování před provedením zkoušky výbušnosti.

3.2 Podstata a definice

Zkušební vzorek se vloží do vodotěsné nádržky. Zahřeje se z teploty okolí na teplotu 50 °C a na této teplotě se udržuje po dobu jedné hodiny (fáze při 50 °C). Poté se ochladí až na teplotu 25 °C a na této teplotě se udržuje po dobu jedné hodiny (fáze při 25 °C). Tyto dvě po sobě jdoucí fáze při 50 °C a 25 °C tvoří jeden tepelný cyklus. Po požadovaném počtu tepelných cyklů se zkušební vzorek udržuje při teplotě 20 (± 3) °C až do provedení zkoušky výbušnosti.

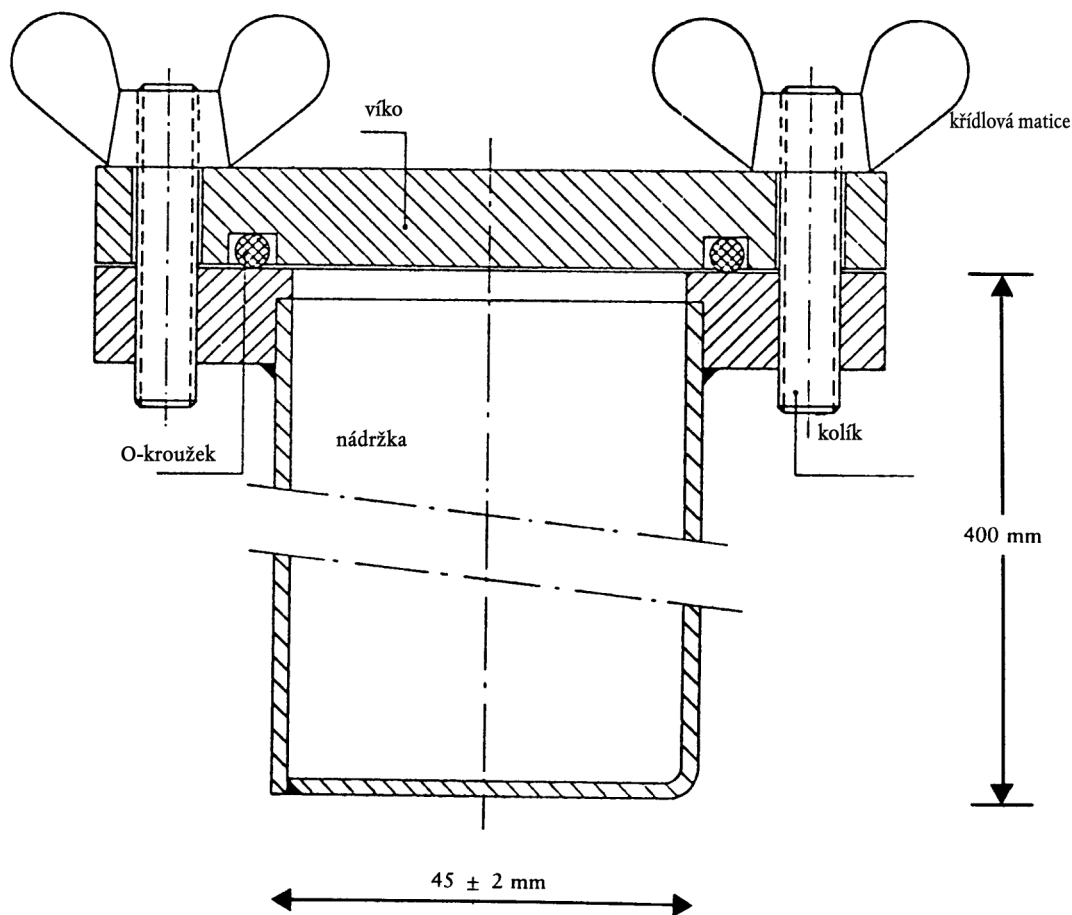
3.3 Přístroje a pomůcky

- Vodní lázeň, temperovaná v teplotním rozmezí 20 až 51 °C a s rychlostí ohřevu a chlazení minimálně 10 °C za hodinu, nebo dvě vodní lázně, z nichž jedna je temperovaná na teplotu 20 °C a druhá na 51 °C. Voda v lázni, respektive v lázních se neustále míchá; objem lázně musí být tak velký, aby zajistil dostatečnou cirkulaci vody.

— Vodotěsná nádržka z nerezavějící oceli, v jejímž středu je umístěn termočlánek. Vnější šířka nádržky je $45 (\pm 2)$ mm a tloušťka stěn je 1,5 mm (viz obrázek 1). Výšku a délku nádržky lze zvolit tak, aby vyhovovaly rozměrům vodní lázně, např. délka 600 mm, výška 400 mm.

3.4 Postup

Do nádržky se umístí množství hnojiva dostačující pro jeden výbuch a uzavře se víkem. Nádržka se umístí do vodní lázně. Voda se ohřeje na $51\text{ }^{\circ}\text{C}$ a změří se teplota uprostřed hnojiva. Za jednu hodinu poté, co teplota uprostřed dosáhne $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, se voda ochladí. Za jednu hodinu poté, co teplota uprostřed dosáhne $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, se voda zahřeje, aby začal druhý cyklus. V případě dvou vodních lázní se nádržka přenáší do druhé vodní lázně po každém zahřátí, respektive ochlazení.



Obrázek 1

METODA 2. STANOVENÍ SCHOPNOSTI ZADRŽET OLEJ

1. Předmět a oblast použití

V tomto dokumentu je určen postup při stanovení schopnosti zadržet olej u jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

Tato metoda se používá jak pro prilovaná, tak pro granulovaná hnojiva, která neobsahují látky rozpustné v oleji.

2. Definice

Schopnost zadržet olej hnojivem: množství oleje zadrženo hnojivem, stanovené za vymezených pracovních podmínek, vyjádřené v hmotnostních procentech.

3. Podstata metody

Zkušební vzorek se na určitou dobu zcela ponoří do plynového oleje; poté přebytečný olej odkapá za přesně vymezených podmínek. Následuje stanovení nárůstu hmotnosti zkušební vzorku.

4. Chemikálie

Plynový olej

Viskozita: max. 5 mPa při 40 °C

Hustota: 0,8 až 0,85 g/ml při 20 °C

Obsah síry \leq 1,0 % (m/m)

Popel \leq 0,1 % (m/m)

5. Přístroje a pomůcky

Běžné laboratorní vybavení a:

5.1 Váha s přesností vážení na 0,01 gramů.

5.2 Kádinky na 500 ml.

5.3 Nálevka z plastické hmoty nejlépe s válcovou stěnou na horním konci, o průměru přibližně 200 mm.

5.4 Zkušební síto s otvory 0,5 mm zasazené do nálevky (5.3).

Poznámka: Velikost nálevky a síta musí být taková, aby na sobě leželo jen několik granulí a aby olej snadno odkapával.

5.5 Filtrační papír pro rychlou filtraci, krepový, měkký, hmotnost 150 g/m².

5.6 Buničina (laboratorní).

6. Pracovní postup

6.0 Dvě jednotlivá stanovení se provedou rychle po sobě na oddělených částech stejného zkušební vzorku.

6.1 Pomocí zkušební síta (5.4) se odstraní částice menší než 0,5 mm. S přesností na 0,01 gramu se do kádinky (5.2) naváží přibližně 50 gramů vzorku. Přidá se dostatečné množství plynového oleje (bod 4), aby se zcela zakryly všechny částice, a opatrně se promíchá, aby povrch všech částic byl plně smočen. Kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem a nechá se stát jednu hodinu při 25 (\pm 2) °C.

6.2 Celý obsah kádinky se zfiltruje přes nálevku (5.3) se zkušebním sítem (5.4). Sítem zachycená část se zde nechá jednu hodinu, aby mohla odkapat většina přebytečného oleje.

6.3 Na hladkou plochu se na sebe položí dva listy filtračního papíru (5.5) (asi 500 × 500 mm); čtyři okraje obou filtračních papírů se ohnou nahoru v šířce asi 40 mm, aby se zabránilo skutálení částic. Do středu filtračních papírů se umístí dvě vrstvy buničiny (5.6). Veškerý obsah síta (5.4) se vysype na buničinu a částice se rovnoměrně rozprostřou pomocí měkkého plochého štětce. Po dvou minutách se jedna strana buničiny zvedne, aby se částice přesunuly na filtrační papíry pod ní, a rovnoměrně se na nich štětcem rozprostřou. Na vzorek se položí další filtrační papír rovněž s okraji ohnutými nahoru. Částice se mírným tlakem krouživým pohybem válejí mezi filtračními papíry. Vždy po osmi krouživých pohybech se ustane, aby se protější okraje filtračních papírů zvedly a aby se částice, které se skutálely na okraj, vrátily do středu. Postupuje se takto: provedou se čtyři úplné krouživé pohyby, nejprve ve směru hodinových ručiček a poté proti směru hodinových ručiček. Poté se částice odkutálí zpět do středu, jak je popsáno výše. Tento postup se opakuje třikrát (24 krouživých pohybů, dvakrát zvednuté okraje). Mezi dva spodní listy filtračního papíru se opatrně vsune nový list filtračního papíru. Zvednutím okrajů horního listu se částice skutálí na tento nový list filtračního papíru. Částice se přikryjí novým listem filtračního papíru a opakuje se postup popsáný výše. Ihned po vyvážení se částice přemístí do vytávané misky a znovu se zváží s přesností na 0,01 gramu pro stanovení hmotnosti zachyceného plynového oleje.

6.4 Opakování postupu válení a nové zvážení

Pokud je stanovené množství plynového oleje zachyceného na vzorku větší než 2,00 gramy, umístí se vzorek na čerstvou sadu filtračních papírů a postup válení za zvedání rohů podle odstavce 6.3 se opakuje (dvakrát osm krouživých pohybů, jedno zvednutí). Poté se vzorek znovu zváží.

7. Vyjádření výsledků

7.1 Způsob výpočtu a vzorec

Schopnost zadržet olej z každého stanovení (6.0), vyjádřená v hmotnostních procentech proseté části zkušební vzorku, je dána rovnicí:

$$\text{Schopnost zadržet olej} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

kde:

m_1 je hmotnost prosetého zkušební vzorku (6.1) (g),

m_2 je hmotnost zkušební vzorku podle odstavců 6.3 nebo 6.4 získaná jako výsledek posledního vážení (g).

Jako výsledek se bere aritmetický průměr dvou jednotlivých stanovení.

METODA 3. STANOVENÍ SPALITELNÝCH SLOŽEK

1. Předmět a oblast použití

V tomto dokumentu je určen postup při stanovení obsahu spalitelných složek v jednosložkových hnojivech typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. Podstata metody

Nejdříve se kyselinou odstraní oxid uhličitý vznikající z anorganických plnidel. Organické sloučeniny se oxidují směsí kyseliny chromové a sírové. Vytvořený oxid uhličitý se absorbuje v roztoku hydroxidu barnatého. Sraženina se rozpustí v roztoku kyseliny chlorovodíkové a měří se zpětnou titrací roztokem hydroxidu sodného.

3. Chemikálie

3.1 Oxid chromový CrO_3 , p.a.

3.2 Kyselina sírová, hustota při 20 °C = 1,83 g/ml: 60 % (obj.)

Do litrové kádinky se nalije 360 ml vody a opatrně se přidá 640 ml kyseliny sírové.

3.3 Dusičnan stříbrný: 0,1M roztok;

3.4 Hydroxid barnatý:

Naváží se 15 gramů hydroxidu barnatého ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) a dokonale se rozpustí v horké vodě. Nechá se vychladnout a převede se do litrové baňky. Doplní se po značku a promíchá. Zfiltruje se přes skládaný filtrační papír.

3.5 Kyselina chlorovodíková: 0,1M standardní roztok;

3.6 Hydroxid sodný: 0,1M standardní roztok;

3.7 Bromfenolová modř: roztok 0,4 gramu v litru vody;

3.8 Fenoltalein: roztok 2 gramy v litru 60 % (obj.) ethanolu;

3.9 Natronové vápno: velikost částic 1,0 až 1,5 mm.

3.10 Demineralizovaná voda, čerstvě převařená, aby se odstranil oxid uhličitý.

4. Přístroje a pomůcky

4.1 Standardní laboratorní vybavení, a zejména:

- filtrační kelímek s fritovou destičkou na 15 ml; průměr frity: 20 mm; celková výška: 50 mm; hustota frity 4 (průměr póru 5 až 15 μm),
- kádinka na 600 ml.

4.2 Zdroj stlačeného dusíku.

4.3 Aparatura složená z následujících součástí a pokud možno sestavená pomocí kulových zábrusů (viz obrázek 2).

- 4.3.1 Absorpční trubice A o délce asi 200 mm a průměru 30 mm naplněná natronovým vápnem (3.9) fixovaným zátkami ze skelné vaty.
- 4.3.2 reakční baňka B s postranním hrdlem a kulatým dnem na 500 ml.
- 4.3.3 Vigreuxova dělicí kolona o délce asi 150 mm (C).
- 4.3.4 Dvouplášťový chladič C o délce 200 mm.
- 4.3.5 Drechselova láhev D sloužící k zachycení přebytečné kyseliny, která může vydestilovat.
- 4.3.6 Ledová lázeň E pro chlazení Drechselovy láhve.
- 4.3.7 Dvě absorpční nádoby F_1 a F_2 o průměru 32 až 35 mm, jejichž rozvod plynu tvoří 10 mm fritový kotouč o nízké hustotě.
- 4.3.8 Vývěva a vybavení pro regulaci sání G tvořené skleněným T-kusem vloženým do obvodu, jehož volný vývod je připojen krátkou pryžovou hadičkou se šroubovací svorkou k jemné kapiláře.

Pozor:

Použití vroucího roztoku kyseliny chromové za sníženého tlaku v aparatuře je nebezpečná operace a vyžaduje odpovídající bezpečnostní opatření.

5. Pracovní postup

5.1 Vzorek pro analýzu

S přesností na 0,001 g se naváží přibližně 10 gramů dusičnanu amonného.

5.2 Odstranění uhličitánů

Zkušební vzorek se umístí do reakční baňky B. Přidá se 100 ml H_2SO_4 (3.2). Částice se rozpouštějí asi 10 minut při okolní teplotě. Způsobem uvedeným na nákresu se sestaví aparatura: jeden konec absorpční trubice (A) se přes tlakoměr obsahující 5 až 6 mm rtuti připojí ke zdroji dusíku (4.2) a druhý konec se připojí k zaváděcí trubičce, která ústí do reakční baňky. Nasadí se Vigreuxova dělicí kolona (C) a chladič (C) s připojeným zdrojem chladičí vody. Nastaví se mírný průtok dusíku roztokem, roztok se přivede k varu a zahřívá se dvě minuty. Na konci této doby by již nemělo docházet k šumění. Je-li vidět šumění, pokračuje se v zahřívání po dobu 30 minut. Roztok se nechá za průtoku dusíku chladnout po dobu alespoň 20 minut.

Sestavení aparatury se dokončí podle nákresu připojením trubice chladiče k Drechselově láhvi (D) a láhve k absorpčním nádobám F_1 a F_2 . Při sestavování aparatury musí roztokem ještě stále procházet dusík. Do každé absorpční nádoby (F_1 a F_2) se rychle vlije po 50 ml roztoku hydroxidu barnatého (3.4).

Asi 10 minut se probublává proudem dusíku. V absorberech musí zůstat čirý roztok. Není-li tomu tak, musí se postup odstranění uhličitánů opakovat.

5.3 Oxidace a absorpce

Po vytažení zaváděcí trubičky pro dusík se postranním hrdlem reakční baňky (B) rychle přidá 20 gramů oxidu chromového (3.1) a 6 ml roztoku dusičnanu stříbrného (3.3). Aparatura se připojí k vývěvě a proud dusíku se nastaví tak, aby fritovými absorbermi F_1 a F_2 procházel stálý proud bublinek plynu.

Obsah reakční baňky (B) se zahřeje k varu a udržuje se ve varu jednu a půl hodiny⁽¹⁾. Může být zapotřebí nastavit regulaci sacího ventilu (G) pro seřízení proudu dusíku, protože je možné, že uhlíčan barnatý, vysrážený během zkoušky, ucpe fritové kotouče. Postup je vyhovující, pokud v absorberu F₂ zůstane čirý roztok hydroxidu barnatého. Není-li tomu tak, zkouška se opakuje. Přestane se zahřívat a aparatura se rozebere. Všechny rozvaděče se z vnitřní i vnější strany omyjí, aby se odstranil hydroxid barnatý. Oplachová voda se shromáždí do příslušného absorberu. Rozvaděče se jeden po druhém umístí do kádinky na 600 ml, která bude následně použita pro stanovení.

Filtračním kelímkem s fritou se rychle za sníženého tlaku filtruje nejprve obsah absorberu F₂ a poté obsah absorberu F₁. Sraženina se shromáždí vypláchnutím absorberů vodou (3.10) a kelímek se vymyje 50 ml vody stejné čistoty. Kelímek se umístí do kádinky na 600 ml a přidá se asi 100 ml vařící vody (3.10). Do každého absorberu se dá po 50 ml vařící vody a rozvaděčem se nechá 5 minut procházet dusík. Voda se přidá k vodě z kádinky. Operace se opakuje ještě jednou, aby se zajistilo dokonalé opláchnutí rozvaděčů.

5.4 Měření uhlíčanů pocházejících z organického materiálu

K obsahu v kádince se přidá pět kapek fenolftaleinu (3.8). Roztok zčervená. Po kapkách se přidává kyselina chlorovodíková (3.5), dokud růžové zbarvení nezmizí. Roztok v kelímku se dokonale promíchá a zkontroluje se, zda se růžové zbarvení neobjeví znovu. Přidá se pět kapek bromfenolové modři a titruje se kyselinou chlorovodíkovou až do zežloutnutí roztoku. Přidá se dalších 10 ml kyseliny chlorovodíkové.

Roztok se zahřeje k varu a vaří se nejdéle jednu minutu. Pečlivě se zkontroluje, zda v kapalině nezůstala žádná sraženina.

Nechá se vychladnout a provede se zpětná titrace roztokem hydroxidu sodného (3.6).

6. Slepý pokus

Stejným postupem a za použití stejného množství všech reakčních činidel se provede slepý pokus.

7. Vyjádření výsledků

Obsah spalitelných složek (C), vyjádřený jako uhlík, v hmotnostních procentech vzorku, je dán vzorcem:

$$C \% = 0,06 \times \frac{V_1 - V_2}{E}$$

kde:

E = hmotnost zkušební vzorku (g),

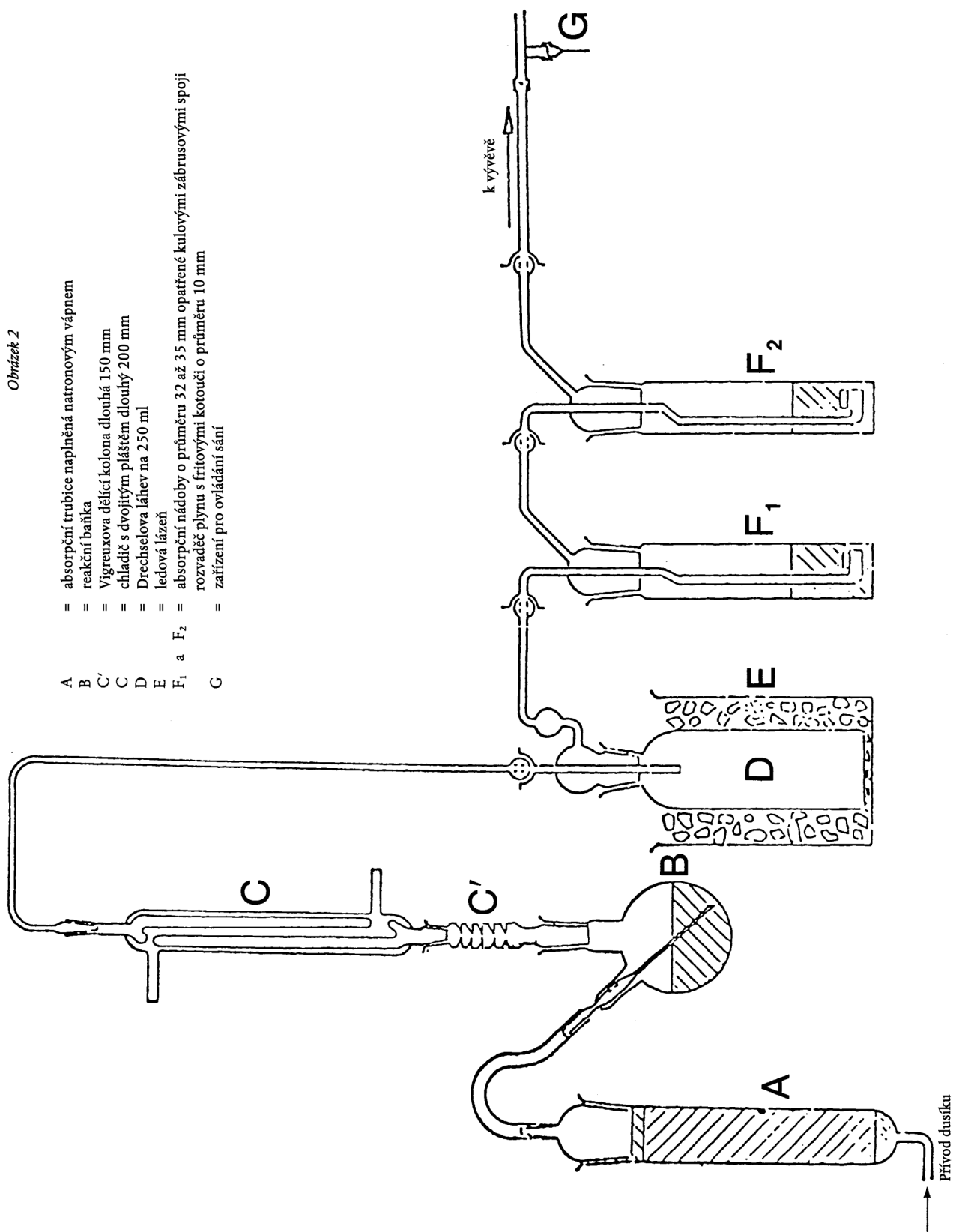
V₁ = celkový objem 0,1M kyseliny chlorovodíkové přidané po změně zbarvení fenolftaleinu (ml),

V₂ = objem 0,1M roztoku hydroxidu sodného použitého pro zpětnou titraci (ml).

⁽¹⁾ Reakční doba jedna a půl hodiny je pro většinu organických látek v přítomnosti katalyzátoru dusičnanu stříbrného dostatečná.

Obrázek 2

- = absorpční trubice naplněná natronovým vápnem
 = reakční baňka
 = Vigreuxova dělicí kolona dlouhá 150 mm
 = chladič s dvojitým pláštěm dlouhý 200 mm
 = Drechselova láhev na 250 ml
 = ledová lázeň
 = absorpční nádoby o průměru 32 až 35 mm opatřené kulovými zábrusovými spoji
 = rozvaděč plynu s fritovými kotouči o průměru 10 mm
 = zařízení pro ovládání sání



METODA 4. STANOVENÍ HODNOTY pH

1. Předmět a oblast použití

V tomto dokumentu je určen postup při měření hodnoty pH roztoků jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. Podstata metody

Měření pH roztoku dusičnanu amonného pomocí pH-metru.

3. Chemikálie

Destilovaná nebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého.

3.1 Tlumivý roztok, pH 6,88 při 20 °C

Rozpustí se 3,40 (\pm 0,01) gramů dihydrogenorthofosforečnanu draselného (KH_2PO_4) v přibližně 400 ml vody. Poté se rozpustí 3,55 (\pm 0,01) gramů hydrogenorthofosforečnanu disodného (Na_2HPO_4) v přibližně 400 ml vody. Oba roztoky se beze ztrát převedou do odměrné baňky na 1000 ml, doplní po značku a promíchají. Tento roztok se uchovává ve vzduchotěsné nádobě.

3.2 Tlumivý roztok, pH 4,00 při 20 °C

Ve vodě se rozpustí 10,21 (\pm 0,01) gramů hydrogenfталátu draselného ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$), převede se beze ztrát do odměrné baňky na 1000 ml, doplní po značku a promíchá.

Tento roztok se uchovává ve vzduchotěsné nádobě.

3.3 Lze použít komerčně dostupné roztoky pH standardů.**4. Přístroje a pomůcky**

pH-metr vybavený skleněnou a kalomelovou elektrodou nebo jejich ekvivalenty, citlivost 0,05 pH.

5. Pracovní postup**5.1 Kalibrace pH-metru**

pH-metr (4) se kalibruje při teplotě 20 (\pm 1) °C za použití tlumivých roztoků (3.1), (3.2) nebo (3.3). V průběhu zkoušky proudí na povrch roztoku pomalý proud dusíku.

5.2 Stanovení

Na 10 (\pm 0,01) gramů vzorku v kádince na 250 ml se nalije 100,0 ml vody. Nerozpustné látky se odstraní filtrací, dekantací nebo odstředěním kapaliny. Hodnota pH čirého roztoku při 20 (\pm 1) °C se měří stejným postupem jako při kalibraci pH-metru.

6. Vyjádření výsledků

Výsledky se vyjadřují v pH s přesností na 0,1 a uvede se použitá teplota.

METODA 5. STANOVENÍ VELIKOSTI ČÁSTIC

1. Předmět a oblast použití

V tomto dokumentu je určen postup při prosévání vzorku jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. Podstata metody

Zkušební vzorek se prosévá sadou tří sít, buď ručně nebo mechanicky. Zaznamená se hmotnost podílu zadrženého na každém ze sít a v procentech se vypočte podíl materiálu, který prošel požadovanými síty.

3. Přístroje a pomůcky

- 3.1 Standardní zkušební síta o průměru 200 mm z drátěného pletiva s velikostí ok 2,0 mm, 1,0 mm a 0,5 mm. Síta s jedním víkem a jednou miskou.
- 3.2 Váhy s přesností vážení na 0,1 gramu.
- 3.3 Mechanická třepačka síť (je-li k dispozici), která je schopna pohybovat se zkušebním vzorkem svisle a vodorovně.

4. Pracovní postup

- 4.1 Vzorek se rozdělí na reprezentativní díly o hmotnosti přibližně 100 gramů.
- 4.2 Jeden z těchto dílů se zváží s přesností na 0,1 gramu.
- 4.3 Sada sít se uspořádá ve vzestupném pořadí: miska, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm a na horní síto se umístí zvážený díl. Na horní síto sady se nasadí víko.
- 4.4 Třepe se ručně nebo třepačkou, vodorovně i svisle. Při ručním třepání se občas poklepe rukou. Tento proces se provádí 10 minut nebo tak dlouho, dokud není množství, které projde každým ze sít za jednu minutu, menší než 0,1 gramu.
- 4.5 Sada sít se rozebere a zadržený materiál se shromáždí. V případě potřeby se opačná strana síta jemně setře měkkým štětcem.
- 4.6 Materiál zadržený na každém ze sít a v misce se zváží s přesností na 0,1 gramu.

5. Vyhodnocení výsledků

- 5.1 Hmotnost jednotlivých podílů se přepočítá na procenta celkové hmotnosti podílů (nikoliv původní navážky).

Vypočítá se procentuální podíl v misce (tj. < 0,5 mm): A %

Vypočítá se procentuální podíl zachycený na 0,5 mm síte: B %

Vypočítá se procentuální podíl prošlý 1,0 mm, tj. (A + B) %

Součet hmotnostních podílů by se neměl lišit od počáteční hmotnosti o více než 2 %.
- 5.2 Měly by být provedeny alespoň dvě analýzy a jednotlivé výsledky pro A by se neměly lišit o více než 1,0 % absolutně a výsledky pro B o více než 1,5 % absolutně. Není-li tomu tak, zkouška se opakuje.

6. Vyjádření výsledků

Uvede se střední hodnota obou výsledků pro A a pro A + B.

METODA 6. STANOVENÍ OBSAHU CHLORU (JAKO CHLORIDOVÉHO IONTU)

1. Předmět a oblast použití

V tomto dokumentu je určen postup při stanovení obsahu chloru (jako chloridového iontu) v jednosložkových hnojivech typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. Podstata metody

Chloridové ionty rozpuštěné ve vodě se stanoví potenciometrickou titrací dusičnanem stříbrným v kyselém prostředí.

3. Chemikálie

Destilovaná nebo demineralizovaná voda, bez chloridových iontů.

3.1 Aceton AR.

3.2 Koncentrovaná kyselina dusičná (hustota při 20 °C = 1,40 g/ml).

3.3 Dusičnan stříbrný 0,1M standardní roztok. Tento roztok se uchovává v hnědé skleněné láhvi.

3.4 Dusičnan stříbrný 0,004M standardní roztok - tento roztok se připravuje těsně před použitím.

3.5 Chlorid draselný. 0,1M standardní referenční roztok. S přesností na 0,1 mg se naváží 3,7276 gramu chloridu draselného p.a., který se předtím jednu hodinu suší v sušárně při 130°C a poté se ochladí v exsíkátoru na teplotu okolí. Rozpustí se v malém množství vody, roztok se beze ztrát převede do odměrné baňky na 500 ml, doplní po značku a promíchá.

3.6 Chlorid draselný, 0,004M standardní referenční roztok; tento roztok se připravuje těsně před použitím.

4. Přístroje a pomůcky

4.1 Potenciometr s měřicí stříbrnou elektrodou a referenční kalomelovou elektrodou, citlivost 2 mV, rozsah od -500 do +500 mV.

4.2 Můstek obsahující nasycený roztok dusičnanu draselného, spojený s kalomelovou elektrodou (4.1), opatřený na koncích porézními zátkami.

Poznámka: Tento můstek není zapotřebí, použije-li se stříbrná a merkuro(I)sulfátová elektroda.

4.3 Magnetická míchačka s míchadlem potaženým teflonem.

4.4 Mikrobyreta s jemně vytaženou špičkou, dělená po 0,01 ml.

5. Pracovní postup

5.1 Standardizace roztoku dusičnanu stříbrného

Odebere se 5,00 ml a 10,00 ml standardního referenčního roztoku chloridu draselného (3.6) a umístí se do dvou širokých kádinek vhodného objemu (například 250 ml). Proveďte se následující titrace obsahu všech kádinek.

Přidá se 5 ml roztoku kyseliny dusičné (3.2), 120 ml acetonu (3.1) a dostatečné množství vody tak, aby celkový objem činil asi 150 ml. Do kádinky se vloží míchadlo magnetické míchačky (4.3) a míchačka se uvede do chodu. Do roztoku se ponoří stříbrná elektroda (4.1) a volný konec můstku (4.2). Elektrody se připojí k potenciometru (4.1) a po ověření nulového bodu přístroje se zaznamená hodnota výchozího potenciálu.

Titruje se za použití mikrobyrety (4.4). Nejprve se přidá podle použitého standardního referenčního roztoku chloridu draselného 4 nebo 9 ml roztoku dusičnanu stříbrného. Pokračuje se v přidávání po 0,1 ml u 0,004M roztoků a po 0,05 ml u 0,1M roztoků. Po každém přidávku se počká, až se potenciál ustálí.

Do prvních dvou sloupců tabulky se zaznamenají přidané objemy a odpovídající hodnoty potenciálu.

Do třetího sloupce tabulky se zaznamenají postupné přírůstky ($\Delta_1 E$) potenciálu E. Do čtvrtého sloupce se zaznamenají kladné nebo záporné rozdíly ($\Delta_2 E$) mezi přírůstky potenciálů ($\Delta_1 E$). Konec titrace odpovídá přidávku 0,1 nebo 0,05 ml roztoku dusičnanu stříbrného (V_1), který dá maximální hodnotu $\Delta_1 E$.

Pro výpočet přesného objemu (V_{eq}) roztoku dusičnanu stříbrného odpovídajícímu konci reakce se použije vzorec: $V_{eq} = V_0 + \left(\frac{V_1}{B} \right)$ kde:

V_0 je nejbližší nižší celkový objem roztoku dusičnanu stříbrného než je objem, který dává nejvyšší přírůstek $\Delta_1 E$ (ml),

V_1 je objem posledního přidávku roztoku dusičnanu stříbrného (0,1 nebo 0,05 ml) (ml),

b je poslední kladná hodnota Δ_2E ,

B je součet absolutních hodnot poslední kladné hodnoty Δ_2E a první záporné hodnoty Δ_2E (viz příklad v tabulce 1).

5.2 Slepý pokus

Provede se slepý pokus, který se bere v úvahu při výpočtu konečného výsledku.

Výsledek V_4 slepého pokusu s reakčními činidly (ml) je dán vzorcem:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

kde:

V_2 je hodnota přesného objemu (V_{eq}) roztoku dusičnanu stříbrného odpovídajícího titraci 10 ml použitého standardního referenčního roztoku chloridu draselného (ml),

V_3 je hodnota přesného objemu (V_{eq}), roztoku dusičnanu stříbrného, odpovídajícího titraci 5 ml použitého standardního referenčního roztoku chloridu draselného (ml).

5.3 Kontrolní zkouška

Slepý pokus může zároveň sloužit k ověření, zda zařízení správně funguje a zda je přesně dodržován postup zkoušení.

5.4 Stanovení

Odebere se část vzorku v rozmezí 10 až 20 gramů a zváží se s přesností na 0,01 gramu. Převéde se kvantitativně do kádinky na 250 ml. Přidá se 20 ml vody, 5 ml roztoku kyseliny dusičné (3.2), 120 ml acetonu (3.1) a dostatečné množství vody tak, aby celkový objem činil asi 150 ml.

Do kádinky se vloží míchadlo magnetické míchačky (4.3), kádinka se umístí na míchačku a míchačka se uvede do chodu. Do roztoku se ponoří se stříbrná elektroda (4.1) a volný konec můstku (4.2). Elektrody se připojí k potenciometru (4.1) a po ověření nulového bodu přístroje se zaznamená hodnota výchozího potenciálu.

Titruje se roztokem dusičnanu stříbrného přidávaného z mikrobyrety (4.4) po 0,1 ml. Po každém přidavku se počká, až se potenciál ustálí.

V titraci se pokračuje způsobem uvedeným v 5.1, počínaje čtvrtým odstavcem: „Do prvních dvou sloupců tabulky se zaznamenají přidané objemy a odpovídající hodnoty potenciálu...“.

6. Vyjádření výsledků

Výsledky analýzy se vyjadřují v procentech chloru obsaženého v původním vzorku odebraném k analýze.

Procento chloru (Cl) se vypočítá ze vzorce:

$$\text{Cl \%} = \frac{0,03545 \times T \times (V_5 - V_4) \times 100}{m}$$

kde:

T je molarita použitého roztoku dusičnanu stříbrného,

V_4 je výsledek slepého pokusu (5.2) (ml),

V_5 je hodnota V_{eq} odpovídající stanovení (5.4) (ml),

m je hmotnost zkušební vzorku (g).

Tabulka 1

PŘÍKLAD

Objem roztoku dusičnanu stříbrného V	Potenciál E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176	35	
4,90	211	72	+ 37
5,00	283	23	- 49
5,10	306	13	- 10
5,20	319		

$$V_{\text{eq}} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$$

METODA 7. STANOVENÍ MĚDI

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu je určen postup při stanovení obsahu mědi v jednosložkových hnojivech typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku.

2. **Podstata metody**

Vzorek se rozpustí ve zředěné kyselině chlorovodíkové a obsah mědi se stanoví atomovou absorpční spektrofotometrií.

3. **Chemikálie**

- 3.1 Kyselina chlorovodíková (hustota při 20 °C = 1,18 g/ml).
- 3.2 Kyselina chlorovodíková, 6M roztok.
- 3.3 Kyselina chlorovodíková, 0,5M roztok.
- 3.4 Dusičnan amonný.
- 3.5 Peroxid vodíku, 30 %.
- 3.6 Roztok mědi ⁽¹⁾ (zásobní): s přesností na 0,001 gramu se naváží 1 gram čisté mědi a rozpustí se v 25 ml 6M roztoku HCl (3.2), po částech se přidá 5 ml peroxidu vodíku (3.5) a zředí se na 1 litr vodou. 1 ml tohoto roztoku obsahuje 1000 µg mědi (Cu).
- 3.6.1 Roztok mědi (zředěný): 10 ml zásobního roztoku (3.6) se zředí vodou na 100 ml a poté se 10 ml výsledného roztoku zředí vodou na 100 ml. 1 ml konečného roztoku obsahuje 10 µg mědi (Cu).

Tento roztok se připravuje těsně před použitím.

4. **Přístroje a pomůcky**

Atomový absorpční spektrofotometr s Cu lampou (324,8 nm).

⁽¹⁾ Lze použít komerčně dostupný standardní roztok mědi.

5. Pracovní postup**5.1 Příprava analyzovaného roztoku**

Do kádinky na 400 ml se s přesností na 0,001 gramu odváží 25 gramů vzorku a opatrně se přidá 20 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1) (vzhledem ke vzniku oxidu uhličitého může dojít k bouřlivé reakci). V případě potřeby se přidá více kyseliny chlorovodíkové. Po ukončení šumění se na parní lázni za občasného míchání skleněnou tyčinkou odpaří do sucha. Přidá se 15 ml 6M roztoku kyseliny chlorovodíkové (3.2) a 120 ml vody. Míchá se skleněnou tyčinkou, která by měla zůstat v kádince, a kádinka se přikryje hodinovým sklíčkem. Roztok se mírně vaří až do úplného rozpuštění a poté se ochladí.

Roztok se kvantitativně převede do odměrné baňky na 250 ml tak, že se kádinka vymyje 5 ml 6M roztoku kyseliny chlorovodíkové (3.2) a dvakrát 5 ml vroucí vody. Doplní se po značku 0,5M kyselinou chlorovodíkovou (3.3) a pečlivě se promíchá.

Filtruje se filtračním papírem neobsahujícím měď⁽¹⁾, a tím se odstraní prvních 50 ml.

5.2 Roztok pro slepý pokus

Připraví se roztok pro slepý pokus, v němž je vynechán pouze vzorek. Slepý vzorek se bere v úvahu při výpočtu konečných výsledků.

5.3 Stanovení**5.3.1 Příprava roztoku vzorku a roztoku pro slepý pokus**

Roztok vzorku (5.1) a roztok slepého vzorku (5.2) se zředí 0,5 M roztokem kyseliny chlorovodíkové (3.3) na koncentraci mědi ležící v optimálním měřicím rozsahu spektrofotometru. Obvykle není ředění potřebné.

5.3.2 Příprava kalibračních roztoků

Ředěním standardního roztoku (3.6) 0,5M roztokem kyseliny chlorovodíkové (3.3) se připraví nejméně pět standardních roztoků odpovídajících optimálnímu měřicímu rozsahu spektrofotometru (0 až 5,0 mg/ml Cu). Před doplněním po značku se do každého roztoku přidá dusičnan amonný (3.4) tak, aby konečná koncentrace činila 100 µg/ml.

5.4 Měření

Spektrofotometr (4) se nastaví na vlnovou délku 324,8 nm. Použije se oxidační plamen vzduch-acetylen. Třikrát za sebou se rozpráší kalibrační roztoky (5.3.2), roztok vzorku a slepý vzorek (5.3.1). Mezi jednotlivým rozprašováním se přístroj dokonale propláchně destilovanou vodou. Vynesením průměrné hodnoty absorbancí všech standardních roztoků na vodorovnou osu a odpovídajících koncentrací mědi v µg/ml na svislou osu se sestrojí kalibrační křivka.

Z kalibrační křivky se určí koncentrace mědi v konečném vzorku a ve slepém vzorku.

6. Vyjádření výsledků

Při výpočtu obsahu mědi ve vzorku se bere v úvahu hmotnost analytického vzorku, ředění prováděné v průběhu analýzy a hodnota slepého vzorku. Výsledek se vyjádří v mg Cu/kg.

(¹) Whatman 541 nebo ekvivalentní.

PŘÍLOHA III

STANOVENÍ ODOLNOSTI VŮČI VÝBUCHU

1. **Předmět a oblast použití**

V tomto dokumentu je určen postup při stanovení odolnosti jednosložkových hnojiv typu dusičnanu amonného s vysokým obsahem dusíku vůči výbuchu.

2. **Podstata metody**

Zkušební vzorek se uzavře do ocelové trubky a podrobí se detonačnímu rázu z výbušné náplně rozbušky. Šíření detonace se stanoví ze stupně stlačení olovených válečků, na kterých trubka v průběhu zkoušky leží ve vodorovné poloze.

3. **Materiály**

3.1 Plastická výbušnina obsahující 83 až 86 % pentritu

Hustota: 1500 až 1600 kg/m³

Rychlost detonace: 7300 až 7700 m/s

Hmotnost: 500 ± 1 gram

3.2 Sedm kusů ohebné zápalné šňůry s nekovovou návlačkou

Hmotnost náplně: 11 až 13 g/m

Délka každého kusu: 400 ± 2 mm

3.3 Lisované tablety sekundární výbušniny s vybráním pro rozbušku

Výbušnina: hexogen/vosk 95/5 nebo tetryl nebo podobná sekundární výbušnina, s přidaným grafitem nebo bez něj

Hustota: 1500 až 1600 kg/m³

Průměr: 19 až 21 mm

Výška: 19 až 23 mm

Středové vybrání pro rozbušku: průměr 7 až 7,3 mm, hloubka 12 mm.

3.4 Bezešvá ocelová trubka odpovídající specifikacím podle ISO 65 – 1981,

Heavy Series o jmenovitých rozměrech DN 100 (4")

Vnější průměr: 113,1 až 115,0 mm

Tloušťka stěny: 5,0 až 6,5 mm

Délka: 1005 (± 2) mm

3.5 Spodní podložka

Materiál: ocel s dobrou svařovatelností

Rozměry: 160 × 160 mm

Tloušťka: 5 až 6 mm

3.6 Šest olovených válečků

Průměr: 50 (± 1) mm

Výška: 100 až 101 mm

Materiál: měkké olovo, o čistotě minimálně 99,5 %

3.7 Ocelový blok

Délka: minimálně 1000 mm

Šířka: minimálně 150 mm

Výška: minimálně 150 mm

Hmotnost: minimálně 300 kg, pokud není pro ocelový blok žádný pevný základ

3.8 Plastový nebo lepenkový válec pro náplň rozbušky

Tloušťka stěny: 1,5 až 2,5 mm

Průměr: 92 až 96 mm

Výška: 64 až 67 mm

- 3.9 Rozbuška (elektrická nebo neelektrická) s iniciační silou 8 až 10
- 3.10 Dřevěný kotouč
Průměr: 92 až 96 mm. Průměr má odpovídat vnitřnímu průměru plastového nebo lepenkového válce (3.8)
Tloušťka: 20 mm
- 3.11 Dřevěná tyčinka stejných rozměrů jako rozbuška (3.9)
- 3.12 Krejčovské špendlíky (maximální délka 20 mm).

4. Pracovní postup

4.1 Příprava náplně rozbušky pro vložení do ocelové trubky

V závislosti na dostupnosti zařízení existují dvě metody iniciace výbušniny v náplni rozbušky.

4.1.1 Sedmibodová simultánní iniciace

Připraví se náplň rozbušky podle obrázku 1.

4.1.1.1 Do dřevěného kotouče (3.10) se paralelně s jeho osou vyvrtají otvory, jeden uprostřed a šest symetricky rozmístěných kolem středu v soustředné kružnici o průměru 55 mm. Průměr otvorů musí být 6 až 7 mm (viz část A-B obrázku 1), podle průměru použité zápalné šňůry.

4.1.1.2 Odřízne se sedm kusů ohebné zápalné šňůry (3.2), každý v délce 400 mm tak, aby se zamezilo jakýmkoliv ztrátám výbušniny na koncích. Za tímto účelem se provede ostrý řez a konec se ihned utěsní lepicí páskou. Každý ze sedmi kusů se protáhne jedním ze sedmi otvorů v dřevěném kotouči (3.10), dokud jejich konce nevyčnívají několik cm na druhé straně kotouče. Poté se do textilní vrstvy kusů zápalných šňůr kolmo napíchlají malé krejčovské špendlíky (3.12) 5 až 6 mm od konce a vnější strana kusů zápalných šňůr se kolem špendlíků v pruhu širokém 2 cm oblepí lepicí páskou. Nakonec se zatáhne za delší konec každé zápalné šňůry tak, aby se špendlíky dotýkaly dřevěného kotouče.

4.1.1.3 Plastická výbušnina (3.1) se vytvaruje do tvaru válce o průměru 92 až 96 mm podle průměru válce (3.8). Tento válec se postaví zpříma na rovnou plochu a do něj se vloží vytvarovaná výbušnina. Poté se dřevěný kotouč⁽¹⁾, kterým vede sedm kusů zápalné šňůry, vloží do horní části válce a zatlačí se dolů na výbušninu. Výška válce (64 až 67 mm) se upraví tak, aby jeho horní hrana nepřesahovala přes plochu dřeva. Nakonec se válec připevní po celém obvodu k dřevěnému kotouči, například pomocí sešívacích svorek nebo malých hřebíčků.

4.1.1.4 Volné konce sedmi kusů zápalné šňůry se spojí okolo obvodu dřevěné tyčinky (3.11) tak, aby jejich konce byly v jedné rovině kolmé k tyčince. Kolem tyčinky se zajistí lepicí páskou⁽²⁾.

4.1.2 Centrální iniciace lisovanou tabletou

Náplň rozbušky připravená k použití je zobrazena na obrázku 2.

4.1.2.1 Příprava lisované tablety

Při dodržení nezbytných bezpečnostních opatření se do formy o vnitřním průměru 19 až 21 mm umístí 10 gramů sekundární výbušniny (3.3) a slisuje se tak, aby měla správný tvar a hustotu

(poměr průměru k výšce musí být přibližně 1: 1).

Uprostřed dna formy je kolík 12 mm vysoký, o průměru 7,0 až 7,3 mm (v závislosti na průměru použité rozbušky), který ve slisované tabletě vytvoří válcové vybrání pro následné vložení rozbušky.

4.1.2.2 Příprava náplně rozbušky

Plastická výbušnina (3.1) se umístí do válce (3.8), stojícího zpříma na rovné ploše, poté se stlačí dolů dřevěnou raznicí tak, aby dostala válcový tvar se středovým vybráním. Do tohoto vybrání se vloží vylisovaná tableta. Výbušnina válcového tvaru, která obsahuje vylisovanou tabletu, se přikryje dřevěným kotoučem (3.10) se středovým otvorem o průměru 7,0 až 7,3 mm pro vložení rozbušky. Dřevěný kotouč se k válci připevní křížem nalepenou lepicí páskou. Vložením dřevěné tyčinky (3.11) se zajistí souosost vyvrtaného otvoru v kotouči a vybrání ve vylisované tabletě.

(1) Průměr kotouče musí vždy odpovídat vnitřnímu průměru válce.

(2) Poznámka: Když je po sestavení šest obvodových kusů zápalné šňůry napnutých, musí středová zápalná šňůra zůstat mírně uvolněná.

4.2 Příprava ocelových trubek pro zkoušky výbušnosti

Na jednom konci ocelové trubky (3.4) se vyvrtají dva protilehlé otvory o průměru 4 mm, kolmo skrz stěnu, ve vzdálenosti 4 mm od okraje.

Spodní podložka (3.5) se čelně navaří k opačnému konci trubky tak, aby pravý úhel mezi spodní podložkou a stěnou trubky byl kolem celého obvodu trubky zcela zaplněn svařovacím kovem.

4.3 Plnění a nabíjení ocelové trubky

(Viz obrázky 1, 2 a 3)

4.3.1 Zkušební vzorek, ocelová trubka a náplň rozbušky musí být vytemperovány na teplotu 20 (\pm 5) °C. Pro dvě zkoušky výbušnosti je zapotřebí 16 až 18 kg zkušebního vzorku.

4.3.2 Trubka se postaví zpříma spodní čtvercovou podložkou na pevnou rovnou plochu, nejlépe beton. Trubka se naplní zkušebním vzorkem asi do jedné třetiny výšky a pětkrát se z výšky 10 cm upustí kolmo na podlahu, aby se zrnitý materiál v trubce co nejvíce upěchoval. Pro urychlení upěchování se trubka mezi jednotlivými pády celkem desetkrát uvede do vibrace uhozením kladivem o hmotnosti 750 až 1000 gramů na boční stěnu.

Tato metoda nabíjení se opakuje s další dávkou zkušebního vzorku. Nakonec se další dávka přidá tak, aby po upěchování desetinásobným zvednutím a upuštěním trubky a celkem dvacetinásobným periodickým poklepáním kladivem vyplňovala náplň trubku do výšky 70 mm od ústí trubky.

Výška náplně vzorku v ocelové trubce musí být upravena tak, aby náplň rozbušky (4.1.1 nebo 4.1.2), která se vkládá později, byla po celé ploše v těsném kontaktu se vzorkem.

4.3.3 Do trubky se vloží náplň rozbušky tak, aby byla v kontaktu se vzorkem; horní plocha dřevěného kotouče musí být 6 mm pod koncem trubky. Přidáním nebo odebráním malého množství vzorku se zajistí nezbytný těsný styk mezi výbušninou a zkušebním vzorkem. Jak je znázorněno na obrázcích 1 a 2, do otvorů u otevřeného konce trubky by se měly vložit závlačky a konce závlaček by se měly rozevřít naplocho k trubce.

4.4 Umístění ocelové trubky a olověných válečků

4.4.1 Základny olověných válečků (3.6) se očíslovají 1 až 6. Na střední linii ocelového bloku (3.7) ležícího na horizontální základně se udělá šest značek vzdálených od sebe 150 mm; první značka musí být nejméně 75 mm od hrany bloku. Olověné válečky se postaví zpříma na každou z těchto značek tak, aby značka byla ve středu základny.

4.4.2 Ocelová trubka připravená podle 4.3 se položí vodorovně na olověné válečky tak, aby osa trubky byla rovnoběžná se středovou linií ocelového bloku a aby navařený konec trubky přesahoval 50 mm za ocelový váleček číslo 6. S cílem zabránit otáčení trubky se mezi horní části olověných válečků a stěnu trubky vloží malé dřevěné klíny (jeden na každou stranu), nebo se mezi trubku a ocelový blok umístí dřevěný kříž.

Poznámka: Je třeba dbát na to, aby se trubka dotýkala všech šesti olověných válečků; mírné zakřivení povrchu trubky lze kompenzovat otáčením trubky kolem její podélné osy; je-li některý z olověných válečků příliš vysoký, poklepe se dotýčný váleček opatrně kladivem, dokud nebude mít požadovanou výšku.

4.5 Příprava k výbuchu

4.5.1 Zařízení sestavené podle 4.4 se umístí v bunkru nebo v podzemních prostorách k tomuto účelu upravených (např. v dole nebo tunelu). Je nezbytné, aby teplota ocelové trubky byla před výbuchem udržována na 20 (\pm 5) °C.

Poznámka: Pokud takové odpalovací místo není k dispozici, může být zkouška případně provedena ve vybetonované jámě přikryté dřevěnými trámy. Výbuch může způsobit, že dojde k vystřelení ocelových úlomků o velké kinetické energii, a proto se odpálení musí provádět v dostatečné vzdálenosti od obydlí nebo komunikací.

4.5.2 Použije-li se náplň rozbušky se sedmibodovou iniciací, je nutné dbát na to, aby zápalné šňůry byly napnuty tak, jak je uvedeno v poznámce k 4.1.1.4, a aby byly uspořádány vodorovně v maximální možné míře.

4.5.3 Nakonec se vyjme dřevěná tyčinka a nahradí se rozbuškou. Odpálení se neprovádí, dokud není evakuována nebezpečná zóna a dokud se neuchýlí do úkrytu pracovníci provádějící zkoušku.

4.5.4 Výbušnina se odpálí.

4.6 Počká se tak dlouho, dokud se nerozptýlí dýmy (plynné a někdy toxické rozkladné produkty, jako jsou nitrosní plyny), poté se posbírají olověné válečky a změří se jejich výška posuvným měřítkem s noniem.

Pro každý označený olověný váleček se zaznamená stupeň drcení vyjádřený v procentech původní výšky 100 mm. Jsou-li válečky zmáčkuty šikmo, zaznamená se nejvyšší a nejmenší hodnota a vypočítá se průměr.

- 4.7 Lze použít snímač pro kontinuální měření rychlosti detonace; tento snímač by měl být umístěn podélně s osou trubky nebo podél její boční stěny.
- 4.8 U jednoho vzorku se provádějí dvě detonační zkoušky.

5. **Protokol o zkoušce**

V protokolu o zkoušce je nutno pro každou detonační zkoušku uvést hodnoty následujících parametrů:

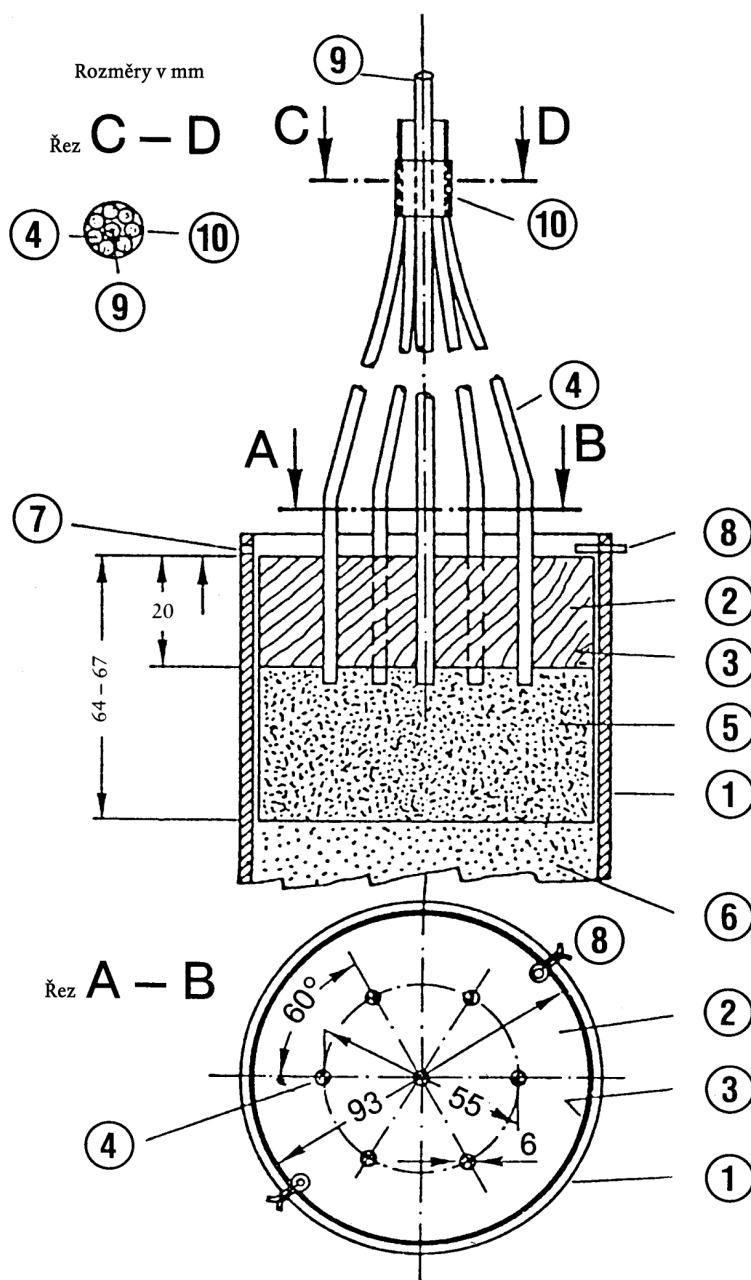
- skutečně naměřené hodnoty vnějšího průměru ocelové trubky a tloušťky stěny,
- tvrdost ocelové trubky podle Brinella,
- teplota trubky a vzorku krátce před výbuchem,
- hustota stěsnání (kg/m^3) vzorku v ocelové trubce,
- výška jednotlivých olověných válečků po výbuchu, s uvedením příslušného čísla válečku,
- metoda iniciace použitá pro náplň rozbušky.

5.1 *Vyhodnocení výsledků zkoušky*

Jestliže při každém výbuchu nepřesáhne rozdrčení alespoň jednoho olověného válečku 5 %, považuje se zkouška za průkaznou a vzorek tak splňuje požadavky stanovené v příloze II směrnice 80/876/EHS.

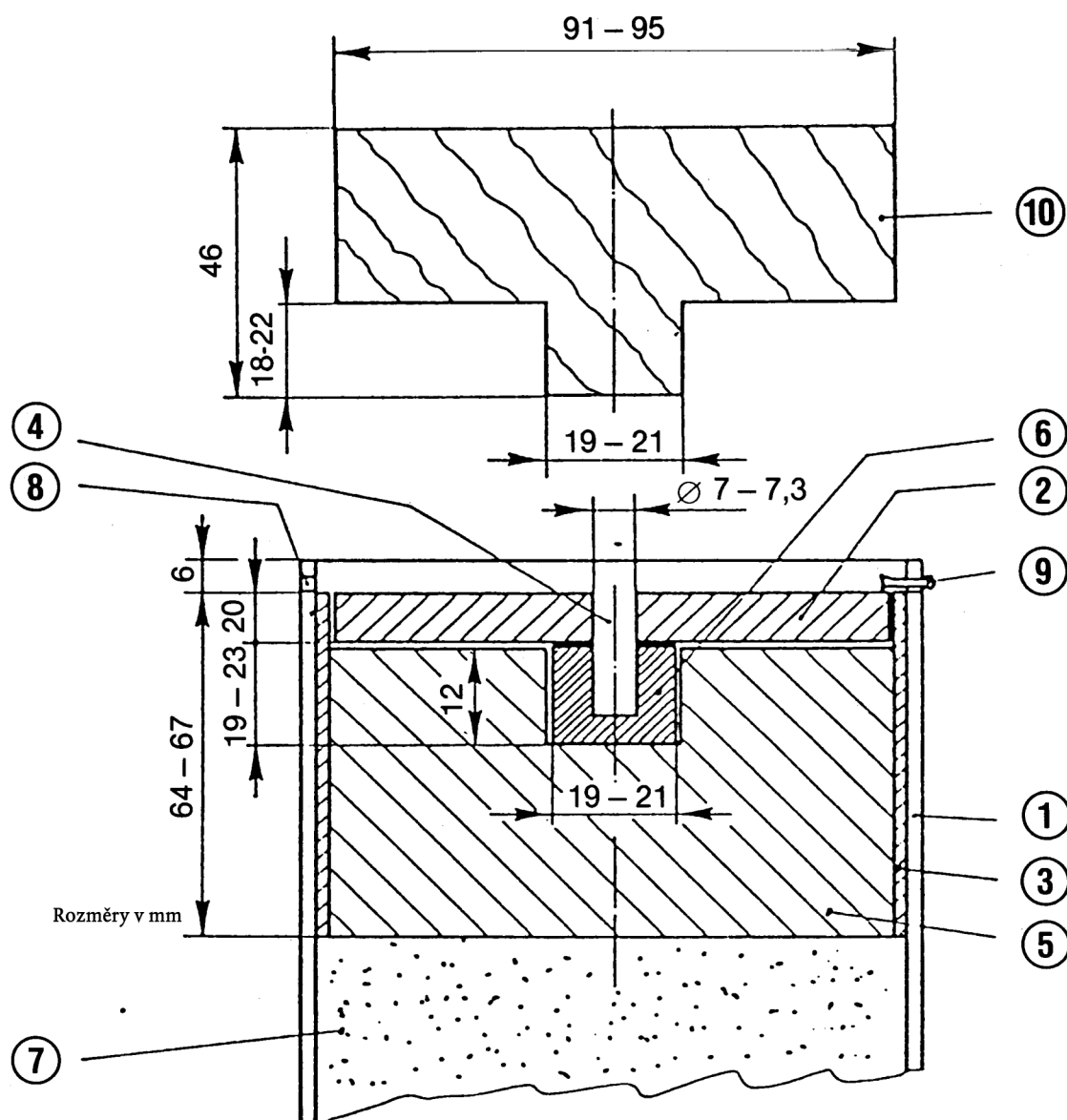
Obrázek 1

Náplň rozbušky se sedmibodovou iniciací



Obrázek 2

Náplň rozbušky s centrální iniciací



- | | |
|---------------------------------|--|
| ① Ocelová trubka | ⑥ Lisovaná tableta |
| ② Dřevěný koutoř | ⑦ Zkušební vzorek |
| ③ Plastový nebo lepenkový válec | ⑧ Otvor o průměru 4 mm vyvrtaný pro závlačku ⑨ |
| ④ Dřevěná tyčinka | ⑨ Závlačka |
| ⑤ Plastická výbušnina | ⑩ Dřevěná raznice pro ⑤ |

Obrázek 3
Umístění ocelové trubky na odpalovacím místě

