

## II

(Retsakter hvis offentliggørelse ikke er obligatorisk)

## KOMMISSIONEN

## KOMMISSIONENS DIREKTIV

af 8. december 1986

om tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning vedrørende metoder til efterprøvning af karakteristika, grænseværdier og detonerbarhed for ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold

(87/94/EØF)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE  
FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det europæiske økonomiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv 80/876/EØF af 15. juli 1980 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning vedrørende ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold<sup>(1)</sup>, særlig artikel 8,

under henvisning til Rådets direktiv 76/116/EØF af 18. december 1975 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om gødning<sup>(2)</sup>, særlig artikel 9, stk. 2, og

ud fra følgende betragtninger:

I direktiv 80/876/EØF er der fastsat karakteristika, grænseværdier og en detonerbarhedsprøve for gødning omhandlet i samme direktiv; i medfør af artikel 8 fastsættes kontrol-, analyse- og prøvningsmetoderne efter fremgangsmåden i artikel 11 i Rådets direktiv 76/116/EØF;

i direktiv 76/116/EØF er der fastsat officiel kontrol af EØF-gødning med henblik på at konstatere, at betingelserne i fællesskabsbestemmelserne for gødningens kvalitet og sammensætning overholdes;

i betragtning af ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindholds særlige egenskaber og de heraf følgende krav vedrørende den offentlige sikkerhed og arbejdstagernes sundhed og beskyttelse har det vist sig nødvendigt at fastsætte supplerende fællesskabsregler for sådan gødning;

ved den officielle kontrol af EØF-gødning benyttes for ren ammoniumnitratgødning de prøveudtagnings- og analysemetoder, der er fastsat i Kommissionens direktiv 77/535/EØF<sup>(3)</sup>, ændret ved direktiv 79/138/EØF<sup>(4)</sup>;

efter samme fremgangsmåde fastsættes antallet af varmecyklusser, som prøven i henhold til bilag II til direktiv 80/876/EØF udsættes for inden for gennemførelsen af detonerbarhedstesterne, samt grænseværdien for tungmetaller i henhold til bilag I i samme direktiv;

den beskrevne metode, der er baseret på lukkede varmecyklusser, anses for tilfredsstillende, hvad angår de betingelser, som må tages i betragtning i forbindelse med anvendelsesområdet for direktiv 80/876/EØF; metoden simulerer ikke nødvendigvis alle de omstændigheder, som kan forekomme i forbindelse med transport som løsvare ad vandveje;

de i dette direktiv fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Udvalget for tilpasning til den tekniske udvikling af direktiver om fjernelse af tekniske handelshindringer vedrørende Gødning —

UDSTEDT FØLGENDE DIREKTIV:

Artikel 1

1. Medlemsstaterne træffer alle nødvendige foranstaltninger for, at de kontrol-, analyse- og prøvningsmetoder, der benyttes ved den offentlige kontrol af ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold i henhold til direktiv 80/876/EØF, er i overensstemmelse med bestemmelserne i dette direktivs bilag II og III.

<sup>(1)</sup> EFT nr. L 250 af 23. 9. 1980, s. 7.

<sup>(2)</sup> EFT nr. L 24 af 30. 1. 1976, s. 21.

<sup>(3)</sup> EFT nr. L 213 af 22. 8. 1977, s. 1.

<sup>(4)</sup> EFT nr. L 39 af 14. 2. 1979, s. 3.

2. I bilag I fastsættes
- det tilladte tungmetalindhold;
  - det krævede antal varmecykler for den prøve, der skal underkastes detonerbarhedsprøven.

*Artikel 2*

1. Medlemsstaterne træffer alle de nødvendige foranstaltninger for senest den 31. december 1987 at efterkomme dette direktiv. De underretter straks Kommissionen herom.

2. Medlemsstaterne meddeler Kommissionen ordlyden af de nationale retsforskrifter, som de udsteder på det område, der er omfattet af dette direktiv.

*Artikel 3*

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

Udfærdiget i Bruxelles, den 8. december 1986.

*På Kommissionens vegne*

COCKFIELD

*Næstformand*

*BILAG I*

1. **Grænser for tungmetaller i henhold til bilag I, nr. 6, til direktiv 80/876/EØF.**
    - 1.1. Kobberindholdet må ikke overstige 10 mg/kg.
    - 1.2. Der gælder ingen grænseværdier for andre tungmetaller.
  
  2. **Antal varmecykler i henhold til bilag II til direktiv 80/876/EØF.**

Der skal gennemføres fem varmecykler.
-

## BILAG II

## METODER TIL KONTROL AF, AT GRÆNSEVÆRDIERNE I BILAG I OG II TIL DIREKTIV 80/876/EØF OVERHOLDES

## METODE 1: METODER TIL GENNEMFØRELSE AF VARMECYKLER

## 1. Formål

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåderne for gennemførelse af varmecykler forud for bestemmelsen af olieabsorption og detonerbarhed i ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold.

## 2. Varmecykler omhandlet i bilag I til direktiv 80/876/EØF

## 2.1. Anvendelsesområde

Denne fremgangsmåde angår gennemførelse af cyklisk varmpåvirkning før bestemmelse af gødnings olieabsorption.

## 2.2. Princip og definition

Måleprøven opvarmes fra normal temperatur til 50 °C og holdes ved denne temperatur i to timer (fase ved 50 °C).

Den afkøles dernæst til 25 °C og holdes ved denne temperatur i to timer (fase ved 25 °C).

En fase ved 50 °C efterfulgt af en fase ved 25 °C udgør tilsammen en varmecyklus.

Efter at have gennemgået to varmecykler opbevares måleprøven ved en temperatur på 20 (± 3) °C, indtil olieabsorptionen bestemmes.

## 2.3. Apparatur

Sædvanligt laboratorieapparat, herunder:

- termostaterede vandbade på henholdsvis 25 (± 1) °C og 50 (± 1) °C,
- Erlenmeyerkolber på 150 ml.

## 2.4. Fremgangsmåde

Hver måleprøve på 70 (± 5) anbringes i en Erlenmeyerkolbe, som lukkes med en prop.

Alle kolberne flyttes hver anden time fra 50 °C-badet til 25 °C-badet og tilbage igen.

Vandet i hvert bad holdes ved konstant temperatur og holdes i bevægelse ved hurtig omrøring. Vandet skal nå op til prøvens niveau.

Propperne beskyttes mod kondensation med en skumgumihætte.

## 3. Varmecykler til brug i bilag II til direktiv 80/876/EØF

## 3.1. Anvendelsesområde

Denne fremgangsmåde angår gennemførelse af cyklisk varmpåvirkning før gennemførelse af detonerbarhedsprøven.

## 3.2. Princip og definition

Måleprøven opvarmes fra normal temperatur til 50 °C og holdes ved denne temperatur i en time (fase ved 50 °C). Den afkøles dernæst til 25 °C og holdes ved denne temperatur i en time (fase ved 25 °C). En fase ved 50 °C efterfulgt af en fase ved 25 °C udgør tilsammen en varmecyklus.

Efter at have gennemgået varmecyklerne opbevares prøven ved 20 (± 3) °C, indtil detonerbarhedsprøvningen gennemføres.

## 3.3. Apparatur

- et vandbad, der kan termostateres i temperaturområdet 20 til 51 °C, med en opvarmnings- og afkølingshastighed på mindst 10 °C/h, eller to vandbade, hvoraf det ene er termostateret ved

20 °C, det andet ved 51 °C. Vandet i badet (badene) holdes under stadig omrøring, og vandbadet skal være stort nok til at sikre rigelig vandcirkulation;

- en fuldstændig vandtæt beholder af rustfrit stål med et termoelement midt i. Beholderens udvendige bredde er 45 (± 2) mm, og vægtykkelsen er 1,5 mm (se figur 1).

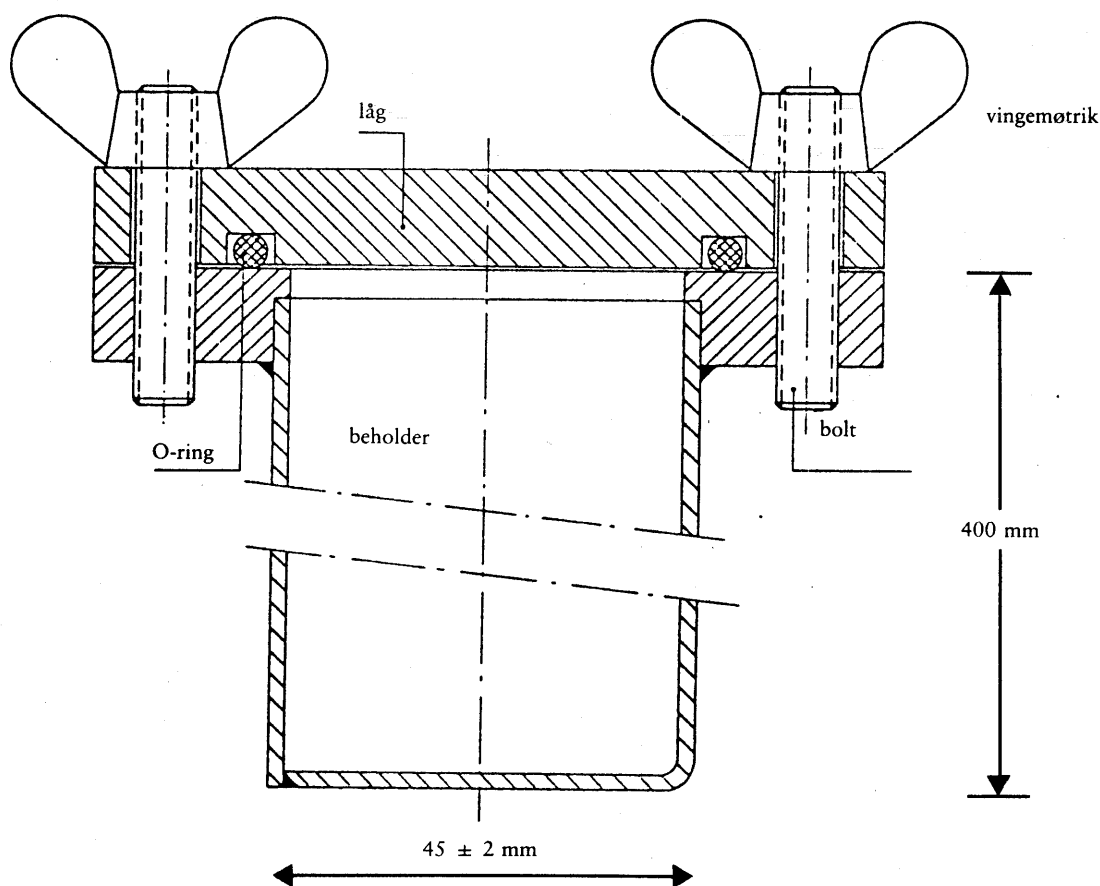
Beholderens højde og længde kan vælges i overensstemmelse med vandbadets dimensioner, f.eks. længde 600 mm og højde 400 mm.

#### 3.4. Fremgangsmåde

En tilstrækkelig mængde gødning til en enkelt detonationsprøve anbringes i beholderen, som dernæst lukkes med låget.

Beholderen anbringes i vandbadet, vandet opvarmes til 51 °C, og temperaturen midt i gødningen måles. En time efter at temperaturen i prøvens midte er nået op på 50 °C, afkøles vandet. En time efter at temperaturen i prøvens midte er nået ned på 25 °C, startes opvarmningen på ny, og den anden cyklus er begyndt.

Figur 1



#### METODE 2: BESTEMMELSE AF OLIEABSORPTION

##### 1. Formål og anvendelsesområde

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af olieabsorptionen i rene ammonium-nitratgødninger med højt nitrogenindhold.

Metoden kan anvendes til både prillede og granulerede gødninger, der ikke indeholder olieopløselige stoffer.

##### 2. Definition

En gødningens olieabsorption: Den mængde olie, gødningen absorberer, bestemt under de specificerede betingelser og udtrykt i vægtprocent.

**3. Princip**

Fuldstændig nedsænkning af prøven i gasolie i et givet tidsrum, efterfulgt af fjernelse af overskydende olie under specificerede betingelser. Måling af prøveportionens masseforøgelse.

**4. Reagens**

Gasolie

Viscositet max.: 5 mPa.s. ved 40 °C

Massefylde: 0,8 til 0,85 g/ml ved 20 °C

Svovlindhold:  $\leq 1,0\%$  (m/m)

Aske:  $\leq 0,1\%$  (m/m).

**5. Apparatur**

Sædvanligt laboratorieapparat samt:

5.1. Vægt til vejning med 0,01 g nøjagtighed.

5.2. Bægerglas på 500 ml.

5.3. Tragt af plast, helst med cylinderformet overdel, diameter ca. 200 mm.

5.4. Sigte, der passer i tragten (5.3), med maskevidde 0,5 mm.

NB: Tragten og sigtens størrelse er afpasset, så at kun få korn ligger oven på hinanden, og olien let kan løbe af.

5.5. Filtrerpapir, hurtig blød kvalitet, vægt 150 g/m<sup>2</sup>.

5.6. Papirservietter (laboratorie kvalitet).

**6. Udførelse**

6.0. Der gennemføres to enkeltbestemmelser hurtigt efter hinanden på en og samme prøve.

6.1. Partikler på under 0,5 mm udskilles ved hjælp af prøvesigten (5.4). Til en enkelt bestemmelse afvejes ca. 50 g af prøven med 0,01 g nøjagtighed i bægerglasset (5.2).

Der tilføres så meget gasolie (4), at partiklerne er fuldstændig dækket, og der omrøres forsigtigt for at sikre, at deres overflade er fuldstændigt fugtede. Prøven står tildækket under urglas en time ved 25 ( $\pm 2$ ) °C.

6.2. Bægerglassets indhold filtreres gennem tragten (5.3), hvorpå sigten (5.4) er anbragt. Delmængden henstår på sigten i en time, således at størstedelen af den overskyldende olie kan dryppe af.

6.3. På et glat underlag lægges to ark filtrerpapir (5.5) (ca. 500 × 500 mm) oven på hinanden. Ca. 4 cm fra kanten bøjes alle fire sider på begge ark op, så partiklerne ikke kan rulle ned. Midt på filtrerpapiret lægges to lag sugende papirservietter (5.6), hvorpå sigtens (5.4) indhold kvantitativt hældes op og fordeles jævnt med en blød flad pensel. Efter to minutter trækkes servietterne væk, så partiklerne ruller ned på filtrerpapiret nedenunder, hvor de fordeles jævnt med en pensel.

Et nyt ark filtrerpapir, hvis kanter er bøjet om som beskrevet ovenfor, lægges oven på prøven, og med en cirkulær bevægelse rulles partiklerne rundt mellem filtrerpapirarkene under let tryk. For hver ottende cirkulære bevægelse afbrydes aftørringen, og filtrerpapirets modstående kanter løftes op to og to, så de partikler, der er rullet ud til kanten, atter kommer ind på midten. Der gås frem på følgende måde: Når der er foretaget fire cirkulære bevægelser med og fire mod uret, rulles partiklerne ind på midten som beskrevet ovenfor. Denne operation foretages i alt tre gange (24 cirkulære bevægelser, opløftning af kanten to gange). Derefter skubbes forsigtigt et nyt ark filtrerpapir ind mellem det nederste og det næstnederste ark, og ved at løfte kanterne på sidstnævnte ark op, rulles partiklerne over på det nye ark. Partiklerne dækkes med et nyt ark filtrerpapir, og den ovenfor beskrevne aftørringsoperation gentages. Umiddelbart herefter hældes partiklerne ned i en tareret skål, og ved tilbagevejning bestemmes måleprøvens vægt og dens indhold af gasolie med en nøjagtighed på 0,01 g.

6.4. *Gentagelse af aftørningsoperationen og tilbagevejning*

Hvis måleprøven har absorberet mere end 2,00 g gasolie, hældes den over på nye ark filterpapir, og der gennemføres en ny aftørningsoperation ved at løfte hjørnerne som beskrevet ovenfor i afsnit 6.3 (2 × 8 cirkulære bevægelser, opløftning af kanten en gang). Derefter tilbagevejes måleprøven.

7. **Angivelse af resultater**7.1. *Beregningsmåde og -formel*

Olieabsorptionen for hver enkelt bestemmelse i vægtprocent af den sigtede prøve er givet ved ligningen:

$$\text{olieabsorption} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

hvor

$m_1$  = massen i gram af den sigtede måleprøve (6.1), og

$m_2$  = massen i gram af måleprøven, henholdsvis 6.3 eller 6.4, som resultat af den sidste tilbagevejning.

To enkeltbestemmelser noteres, og som endeligt resultat angives deres aritmetiske gennemsnit.

**METODE 3: BESTEMMELSE AF BRÆNDBARE BESTANDDELE**1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af brændbare bestanddele i ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold.

2. **Princip**

Først fjernes med en syre carbondioxid hidrørende fra uorganiske fyldstoffer. De organiske forbindelser oxideres med chromsvovlsyre. Det dannede carbondioxid absorberes i en bariumhydroxidopløsning. Bundfaldet opløses i saltsyre og måles ved tilbagetitrering med en natriumhydroxidopløsning.

3. **Reagenser**

3.1. Chrom(VI)-oxid,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ .

3.2. Svovlsyre, massefylde ved 20 °C = 1,83 g/ml, fortyndet til 60 % (v/v): 640 ml svovlsyre (Massefylde ved 20 °C = 1,83 g/ml) hældes forsigtigt ned i 360 ml vand i et 1 liters bægerglas.

3.3. Sølnitratopløsning, 0,1 M.

3.4. Bariumhydroxidopløsning:

15 g bariumhydroxid ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ ) afvejes og opløses fuldstændigt i varmt vand. Efter afkøling overføres opløsningen til en 1 liters målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand. Der filtreres gennem foldefilter.

3.5. Standard saltsyreopløsning, 0,1 M.

3.6. Standard natriumhydroxidopløsning, 0,1 M.

3.7. Vandig bromphenolblåt-opløsning, 0,4 g/l.

3.8. Phenolphthaleinopløsning, 2 g/l i 60 % (v/v) ethanol.

3.9. Natronasbest med en partikelstørrelse på 1,0 til 1,5 mm.

3.10. Demineraliseret vand, frisk afkogt (fjernelse af  $\text{CO}_2$ ).

4. **Apparatur**
- 4.1. Sædvanligt laboratorieudstyr, herunder specielt:
- filterdigel på 15 ml med plade af sintret glas; pladediameter: 20 mm; højde i alt: 50 mm; porøsitet 4 (porediameter 5 til 15  $\mu\text{m}$ )
  - 600 ml bægerglas.
- 4.2. Komprimeret nitrogen.
- 4.3. Apparat bestående af følgende dele, om muligt samlet med kugleslib (se figur 2):
- 4.3.1. absorptionsrør A, ca. 200 mm langt og med en diameter på 30 mm, fyldt med natronasbest (3.9), som holdes på plads med glasuldspropper,
  - 4.3.2. reaktionskolbe B på 500 ml, rundbundet og med siderør,
  - 4.3.3. punktopdelt fraktioneringsrør på ca. 150 mm (C),
  - 4.3.4. svaler C, med dobbelt overflade, ca. 200 mm lang,
  - 4.3.5. drechselflaske D, der skal tilbageholde eventuelt overdestilleret syre,
  - 4.3.6. isbad E til afkøling af drechselflasken,
  - 4.3.7. to absorptionsflasker F<sub>1</sub> og F<sub>2</sub> med en diameter på 32 til 35 mm og med gasfordeler bestående af en 10 mm plade af sintret glas med lav porøsitet,
  - 4.3.8. vakuumpumpe samt vakuumregulator G bestående af et T-rør, der er indskudt i ledningen, og hvis siderør er forbundet med et kapillarrør ved hjælp af et stykke gummislange, hvorpå der er anbragt en skrueklemme.

**Advarsel:**

Brugen af kogende chromsvovlsyre i et apparat med reduceret tryk er en farlig operation og kræver visse nødvendige foranstaltninger.

5. **Fremgangsmåde**

5.1. *Afvejning*

Der afvejes ca. 10 g ammoniumnitrat med en nøjagtighed på 0,001 g.

5.2. *Fjernelse af carbonater*

Den afvejede prøve anbringes i reaktionskolben B, og der tilsættes 100 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (3.2). Prøven opløses i ca. 10 min. ved stuetemperatur. Apparatet samles som vist på figuren: absorptionsrøret (A) forbindes i den ene ende til nitrogenkilden (4.2) via en gaslås (fælde) med en 5 til 6 mm kviksølvøjle og i den anden ende til tilførselsrøret, som befinder sig i reaktionskolben. Det punktopdelte fraktioneringsrør (C) og svaleren (C) anbringes, og der åbnes for kølevandet til svaleren. Efter indstilling af nitrogenstrømmen, så der fremkommer en moderat gasstrøm gennem opløsningen, bringes denne til moderat kogning i 2 min. Hvis der stadig udvikles bobler fortsættes kogningen i 30 min. Opløsningen afkøles dernæst i mindst 20 min. under en nitrogenstrøm.

Monteringen af apparatet færdiggøres som vist på figuren ved at forbinde svaleren med drechselflasken (D) og denne med absorptionsflaskerne F<sub>1</sub> og F<sub>2</sub>. Nitrogenstrømmen må ikke afbrydes under monteringen. Der hældes hurtigt 50 ml bariumhydroxidopløsning (3.4) i hver af absorptionsflaskerne.

Der ledes en nitrogenstrøm gennem opløsningen i ca. 10 min. Opløsningen skal forblive klar i absorptionsflaskerne. Hvis ikke, tilpasses (gentages) processen til fjernelse af carbonater.

5.3. *Oxidation og absorption*

Efter fjernelse af tilledningsrøret for nitrogen tilsættes hurtigt via siderøret til reaktionskolben (B) 20 g chromtrioxid (3.1) og 6 ml sølvnitratopløsning (3.3). Apparatet forbindes med vakuumpumpen, og nitrogenstrømmen indstilles på en sådan måde, at der fremkommer en konstant gasstrøm gennem de sintrede plader i de to absorptionsflasker F<sub>1</sub> og F<sub>2</sub>.



Reaktionskolben (B) opvarmes til kogning, som fortsætter i halvanden time<sup>(1)</sup>. Det kan være nødvendigt at benytte vakuumregulatoren (G) til indstilling af nitrogenstrømmen, da det udfældede bariumcarbonat kan tilstoppe de sintrede plader. Procesdelen er tilfredsstillende gennemført, når bariumhydroxidopløsningen i absorptionsflasken F<sub>2</sub> ikke bliver uklær. Hvis den gør dette, gentag proceduren. Opvarmningen standses, og apparatet adskilles. Begge fordelere skylles indvendigt og udvendigt, idet skyllevandet opsamles i den tilsvarende absorptionsflaske. Efter tur anbringes de to fordelere i et 600 ml bægerglas, som senere skal benyttes til bestemmelsen.

Indholdet af absorptionsflaske F<sub>2</sub> og derefter indholdet af absorptionsflaske F<sub>1</sub> vakuumfiltreres hurtigt på glasfilterdigelen. Bundfaldet skylles ud med vand (3.10) og vaskes på filterdigelen med 50 ml af dette vand. Digelen anbringes i bægerglasset på 600 ml, og der tilsættes ca. 100 ml vand. Der hældes 50 ml kogt vand i hver absorptionsflaske, og en nitrogenstrøm sendes gennem fordelerne i 5 min., hvorefter vandet overføres til bægerglasset. Denne procedure gentages for at sikre, at fordelerne renses omhyggeligt.

5.4. *Bestemmelse af carbonatindhold stammende fra organisk kulstof*

Der sættes fem dråber phenolphthaleïn (3.8) til bægerglasset, hvorved opløsningen bliver rød. Derefter tilsættes saltsyre (3.5) indtil omslagspunktet. Opløsningen skylles godt ind i digelen, og det kontrolleres, at opløsningen ikke farves rød. Efter tilsætning af fem dråber bromphenolblåt titreres der med saltsyre (3.5) til omslag til gult, hvorefter der tilsættes oveskud på 10 ml saltsyre.

Opløsningen koges i højst 1 min. Det kontrolleres nøje, at der i væsken ikke er uopløst bundfald.

Efter afkøling tilbages titreres der med natriumhydroxidopløsning (3.6).

6. **Blindprøve**

Der foretages en blindprøve, hvor der følges samme fremgangsmåde og anvendes samme mængder af alle reagenser.

7. **Angivelse af resultater**

Indholdet af brandbare bestanddele udtrykt i vægtprocent kulstof af prøven er givet ved formlen:

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

hvor

E er massen i g af prøvmængden,

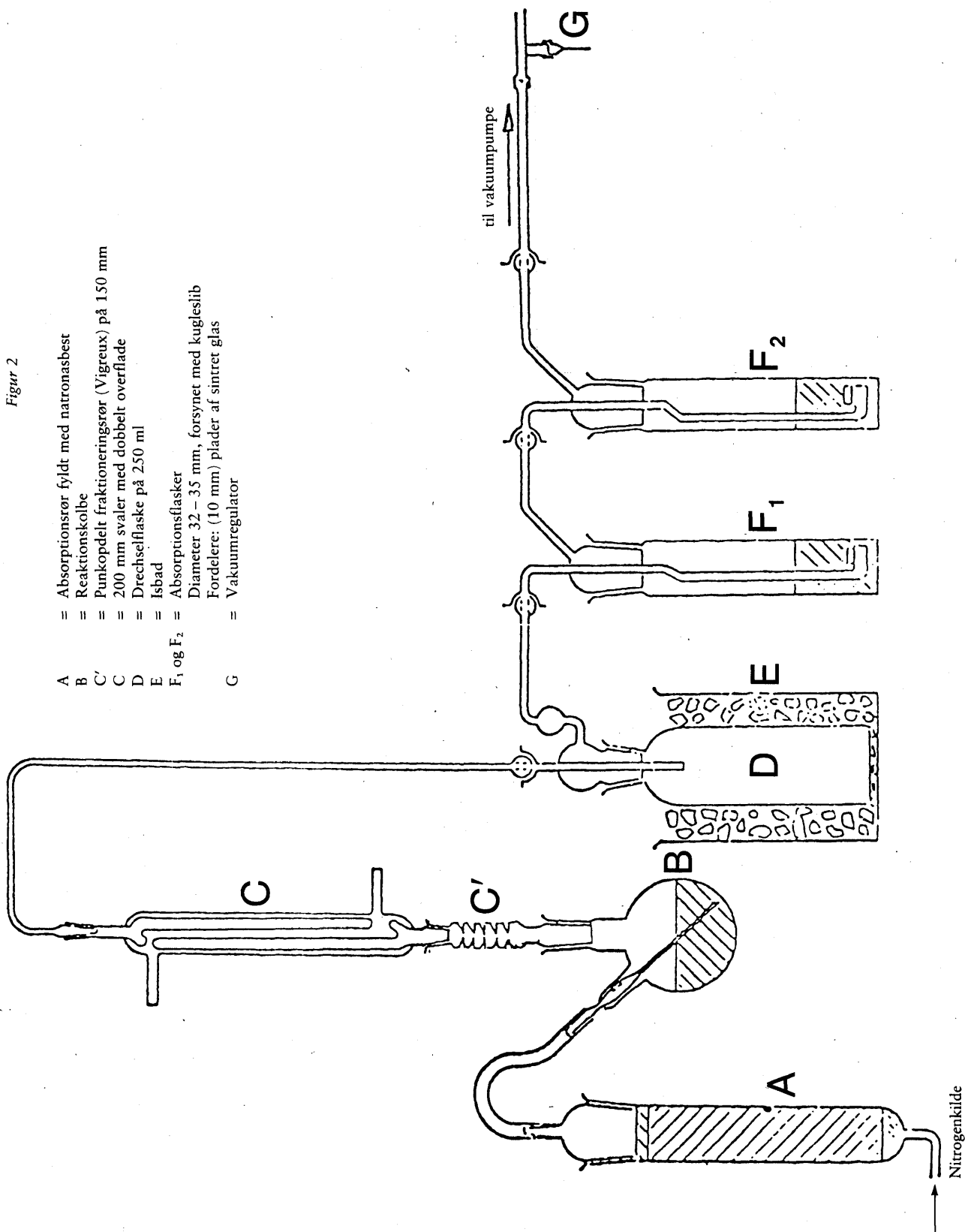
V<sub>1</sub> er det samlede volumen i ml af 0,1 M saltsyre, der er tilsat efter phenolphthaleïnets omslag, og

V<sub>2</sub> er volumet i ml af 0,1 M natriumhydroxidopløsning, der er anvendt til tilbages titreringen.

<sup>(1)</sup> For de fleste organiske stoffer er en reaktionstid på 1½ time tilstrækkeligt, når der er sølvnitrat til stede som katalysator.

Figur 2

- A = Absorptionsrør fyldt med natronasbest
- B = Reaktionskolbe
- C' = Punkopdelt fraktioneringsrør (Vigreux) på 150 mm
- C = 200 mm svaler med dobbelt overflade
- D = Drehselsflaske på 250 ml
- E = Isbad
- F<sub>1</sub> og F<sub>2</sub> = Absorptionsflasker
- = Diameter 32 - 35 mm, forsynet med kugleslib
- = Fordelere: (10 mm) plader af sintret glas
- G = Vakuumpumpe



## METODE 4: BESTEMMELSE AF pH-VÆRDIEN

## 1. Formål og anvendelsesområde

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for måling af pH-værdien i en opløsning af ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold.

## 2. Princip

Måling af pH i en ammoniumnitratopløsning ved hjælp af et pH-meter.

## 3. Reagenser

Carbondioxidfrit destilleret eller demineraliseret vand.

## 3.1. Bufferopløsning, pH 6,88 ved 20 °C

3,40 ( $\pm 0,01$ ) g kaliumdihydrogenortophosphat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) opløses i ca. 400 ml vand. Dernæst opløses 3,55 ( $\pm 0,01$ ) g dinatriumhydrogenortophosphat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) i ca. 400 ml vand. De to opløsninger overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket og blandes. Denne opløsning opbevares i en lufttæt beholder.

## 3.2. Bufferopløsning, pH 4,00 ved 20 °C

10,21 ( $\pm 0,01$ ) g kaliumhydrogenphthalat ( $\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$ ) opløses i vand og overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket og blandes.

Denne opløsning opbevares i en lufttæt beholder.

## 3.3. De i handelen værende pH-standardopløsninger kan benyttes.

## 4. Apparatur

pH-meter med glas- og kalomelektrode eller tilsvarende og med en følsomhed på 0,05 pH-enheder.

## 5. Fremgangsmåde

## 5.1. Kalibrering af pH-meteret

pH-meteret (4) kalibreres ved 20 ( $\pm 1$ ) °C ved hjælp af bufferopløsningerne (3.1), (3.2) eller (3.3). En svag nitrogenstrøm ledes hen over opløsningens overflade under hele målingen.

## 5.2. Bestemmelse

Der hældes 100,0 ml vand på 10 ( $\pm 0,01$ ) g prøve i et 250 ml bægerglas. Uopløselige bestanddele fjernes ved filtrering, dekantering eller centrifugering af væsken. Den klare opløsnings pH-værdi måles ved 20 ( $\pm 1$ ) °C på samme måde som ved kalibrering af pH-meteret.

## 6. Angivelse af resultater

Resultatet angives i pH-enheder med 0,1 enheds nøjagtighed, og temperaturen anføres.

## METODE 5: BESTEMMELSE AF PARTIKELSTØRRELSER

## 1. Formål og anvendelsesområde

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for sigtning af ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold.

2. **Princip**

Måleprøven sigtes enten manuelt eller mekanisk over tre sigter. Når den på hver sigte tilbageholdte masse er bestemt, beregnes den procentdel materiale, der har passeret de krævede sigter.
3. **Apparatur**
  - 3.1. Standardkontrolsigter med diameter 200 mm og med trådvæv med maskevidder på henholdsvis 2,0 mm, 1,0 mm og 0,5 mm, samt et låg og en opsamlingskål hertil.
  - 3.2. Vægt til vejning med 0,1 g nøjagtighed.
  - 3.3. Mekanisk rysteapparat til sigterne (eventuelt), som kan bevæge måleprøven i både vertikal og horisontal retning.
4. **Fremgangsmåde**
  - 4.1. Prøven deles repræsentativt i portioner på ca. 100 g.
  - 4.2. En af disse portioner vejes med 0,1 g nøjagtighed.
  - 4.3. Sigtesættet anbringes i følgende rækkefølge (nedefra): opsamlingskål, 0,5 mm, 1 mm og 2 mm, og den vejede målerprøve anbringes på den øverste sigte. Låget sættes på sigtesættet.
  - 4.4. Der rystes manuelt eller på rysteapparat i såvel vertikal som horisontal retning, idet der ved manuel rystning bankes let af og til. Der rystes i 10 min., eller indtil den mængde, der passerer gennem hver sigte i 1 min; er mindre end 0,1 g.
  - 4.5. Sigterne fjernes en efter en, og det tilbageholdte materiale opsamles, eventuelt ved forsigtig børstning fra bagsiden med en blød børste.
  - 4.6. Det på hver sigte tilbageholdte materiale og materialet i opsamlingskålen vejes med 0,1 g nøjagtighed.
5. **Vurdering af resultaterne**
  - 5.1. De enkelte masser omregnes til procentdelen af summen af disse masser (ikke af den oprindelige mængde).

Procentdelen i opsamlingskålen (dvs. < 0,5 mm) beregnes: A %.  
Procentdelen tilbageholdt på 0,5 mm-sigten beregnes: B %.  
Den procentdel, der er passeret 1,0 mm beregnes: (A + B) %.

Summen af de enkelte masser skal ligge inden for 2 % af den oprindeligt udtagne masse.
  - 5.2. Der foretages mindst to særskilte analyser, og de enkelte resultater for A må højst afvige 1 % absolut fra hinanden, og for B højst 1,5 % absolut. Hvis dette ikke er tilfældet, gentages prøven.
6. **Angivelse af resultater**

Gennemsnittet af de to værdier for A og for A + B anføres.

#### METODE 6: BESTEMMELSE AF CHLORINDHOLDET (MÅLT SOM CHLORIDION)

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af chlorindholdet (målt som chloridion) i ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold.
2. **Princip**

Chloridioner opløst i vand, bestemmes ved potentiometrisk titrering med sølvnitrat i surt medium.

3. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand uden indhold af chlorid.

## 3.1. Acetone.

## 3.2. Koncentreret salpetersyre (massefylde 1,40 g/ml ved 20 °C).

3.3. Sølvnitrat, 0,1 M standardopløsning. Denne opløsning opbevares i en brun glasflaske.  
Ca. 17 g sølvnitrat opløses i vand og fortyndes til 1 l.

## 3.4. Sølvnitrat, 0,004 M standardopløsning; denne opløsning tilberedes umiddelbart forud for anvendelsen ved fortynding af 3.3.

## 3.5. Kaliumchlorid, 0,1 M standardreferenceopløsning. Der afvejes med en nøjagtighed på 0,1 mg 3,7276 g kaliumchlorid, som forinden er tørret i en time i en ovn ved 130 °C og afkølet til stuetemperatur i en eksikkator. Denne mængde opløses i lidt vand, hvorefter opløsningen overføres kvantitativt til en 500 ml målekolbe; der fyldes op til mærket og blandes.

## 3.6. Kaliumchlorid, 0,004 M standardreferenceopløsning; denne opløsning tilberedes umiddelbart forud for anvendelsen.

4. **Apparatur**

## 4.1. Potentiometer med sølvindikatorelektrode og calomel-referenceelektrode, med følsomhed 2 mV og måleområde -500 til +500 mV.

## 4.2. Bro indeholdende en mættet kaliumnitratopløsning, forbundet med calomelektroden (4.1) og lukket i enderne med porøse propper.

Bemærk: Denne bro er ikke nødvendig, såfremt der anvendes elektroder af sølv og kviksølv(I)sulfat.

## 4.3. Magnetomrører med teflonbelagt pind.

## 4.4. Mikroburette med fin spids, med streginddeling på 0,01 ml.

5. **Fremgangsmåde**5.1. *Standardisering af sølvnitratopløsningen*

5,00 ml og 10,00 ml standardreference-kaliumchloridopløsning (3.6) anbringes i to lave bægerglas af passende størrelse (f.eks. 250 ml). Den nedenfor omhandlede titrering udføres på indholdet af hvert bægerglas.

5 ml salpetersyreopløsning (3.2) og 120 ml acetone (3.1) tilsættes tillige med så meget vand, at det samlede rumfang bliver ca. 150 ml. Magnetpinden (4.3) placeres i bægerglasset, hvorefter omrøreren sættes i bevægelse.

Søvelektroden (4.1) og den frie ende af broen (4.2) nedsænkes i opløsningen, elektroderne tilsluttes potentiometeret (4.1), og startpotentialer registreres, efter at apparatet er nulstillet.

Der titreres med anvendelse af mikroburetten (4.4), idet der først tilsættes henholdsvis 4 eller 9 ml af den sølvnitratopløsning, der svarer til den standardreference-kaliumchloridopløsning, der anvendes. Tilsætningen af opløsningen fortsættes i portioner på 0,1 ml for så vidt angår 0,004 M opløsningerne og i portioner på 0,05 ml for så vidt angår 0,1 M opløsningerne. Efter hver tilsætning ventes der, indtil potentialer er stabiliseret.

De tilsatte rumfang og de tilsvarende potentialværdier opføres i de første to kolonner i en tabel.

I tabellens tredje kolonne noteres de successive stigninger ( $\Delta_1 E$ ) i potentialer E. I den fjerde kolonne noteres de positive eller negative forskelle ( $\Delta_2 E$ ) mellem stigningerne i potentialer ( $\Delta_1 E$ ). Titreringens slutpunkt er nået, når tilsætning af 0,1 eller 0,05 ml ( $V_1$ ) sølvnitratopløsning giver den maksimale værdi af  $\Delta_1 E$ . Til beregning af det nøjagtige volumen ( $V_{eq}$ ) sølvnitratopløsning, der er tilsat indtil reaktionens slutpunkt, anvendes formlen

$$V_{eq} = V_0 + (V_1 \times \frac{b}{B})$$

hvor

$V_0$  er det samlede volumen (i milliliter) sølvnitratopløsning, umiddelbart inden tilsætning af den portion, som giver den største stigning i  $\Delta_1 E$ ;

$V_1$  er volumenet (i milliliter) af den sidst tilsatte portion sølvnitratopløsning (0,1 eller 0,05 ml);

- b er den sidste positive værdi af  $\Delta_2E$ ;  
B er summen af de numeriske værdier af den sidste positive værdi af  $\Delta_2E$  og den første negative værdi af  $\Delta_2E$ , se tabel 1.

### 5.2. *Blindprøve*

Der udføres en blindprøve, som der tages hensyn til ved beregningen af det endelige resultat.

Resultatet  $V_4$  af blindprøven på reagenserne gives i milliliter ved formlen

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

hvor

$V_2$  er værdien i milliliter af det nøjagtige volumen ( $V_{eq}$ ) sølvnitratopløsning, der er anvendt til titrering af 10 ml af den anvendte kaliumchloridstandardreferenceopløsning;

$V_3$  er værdien i milliliter af det nøjagtige volumen ( $V_{eq}$ ) sølvnitratopløsning, der er anvendt til titrering af 5 ml af den anvendte kaliumchloridstandardreferenceopløsning.

### 5.3. *Kontrollforsøg*

Blindprøven kan samtidig tjene som kontrol med, at apparaturet fungerer tilfredsstillende, og at analysen udføres korrekt.

### 5.4. *Bestemmelse*

Der udtages en prøve på 10 til 20 g, som afvejes med en nøjagtighed på 0,01 g.

Den afvejede portion overføres kvantitativt til et 250 ml bægerglas. Der tilsættes 20 ml vand, 5 ml salpetersyreopløsning (3.2) og 120 ml acetone (3.1), hvorefter der fortyndes med vand op til et samlet volumen på ca. 150 ml.

Magnetpinden (4.3) placeres i bægerglasset, som anbringes på omrøreren, der derefter sættes i bevægelse. Søvelektroden (4.1) og den frie ende af broen (4.2) nedsænkes i opløsningen, elektroderne tilsluttes potentiometeret (4.1), og startpotentialet noteres, efter at apparatet er nulstillet.

Der titreres med sølvnitratopløsningen, som tilsættes i portioner på 0,1 ml fra mikroburetten (4.4). Efter hver tilsætning afventes stabilisering af potentialet. Titreringen fortsættes som specificeret under 5.1 begyndende fra det 4. afsnit: »De tilsatte rumfang og de tilsvarende potentialværdier opføres i de første to kolonner i en tabel . . .«

## 6. *Angivelse af resultaterne*

Resultaterne af analysen udtrykkes som det procentvise chlorindhold i prøven, som den er modtaget til analyse.

Det procentvise chlorindhold (Cl) beregnes ved hjælp af formlen:

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

hvor

T er den anvendte sølvnitratopløsningsmolaritet;

$V_4$  er resultatet i milliliter af blindprøven (5.2);

$V_5$  er værdien i milliliter af  $V_{eq}$  fundet under bestemmelsen (5.4);

m er prøvemassen i gram.

Tabel 1

## EKSEMPEL

Volumen af sølvnitratopløsning V	Potential	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
	E mV		
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	- 49
5,10	306	23	
5,20	319	13	- 10

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

## METODE 7: BESTEMMELSE AF KOBBER

## 1. Formål og anvendelsesområde

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af kobber i ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold.

## 2. Princip

Prøven opløses i fortyndet saltsyre, og kobberindholdet bestemmes ved atomabsorptionsspektrofotometri.

## 3. Reagenser

3.1. Saltsyre (d = 1,18 g/ml)

3.2. Saltsyre, 6 M

3.3. Saltsyre, 0,5 M

3.4. Ammoniumnitrat

3.5. Hydrogenperoxid, 30 %

3.6. Kobberopløsning (stamopløsning)<sup>(1)</sup>: 1 g rent kobber afvejes med 0,001 g nøjagtighed og opløses i 25 ml 6 M saltsyre (3.2), hvorefter der tilsættes 5 ml hydrogenperoxid (3.5.) i portioner og fortyndes til 1 l med vand. 1 ml af denne opløsning indeholder 1 000 mcg kobber (Cu).

3.6.1. Kobberopløsning (fortyndet): 10 ml stamopløsning (3.6) fortyndes til 100 ml med vand, hvorefter 10 ml af denne opløsning fortyndes til 100 ml med vand. 1 ml af den endelige opløsning indeholder 10 mcg kobber (Cu). Denne opløsning fremstilles umiddelbart før brugen.

## 4. Apparatur

Atomabsorptionsspektrofotometer med kobberlampe (324,8 nm).

<sup>(1)</sup> De i handelen værende standardkobberopløsninger kan benyttes.

**5. Fremgangsmåde****5.1. Fremstilling af analyseopløsninger**

Med 0,001 g nøjagtighed afvejes 25 g af prøven, som anbringes i et 400 ml bægerglas, hvorefter der forsigtigt tilsættes 20 ml saltsyre (3.1) (der kan indtræde en voldsom reaktion som følge af carbondioxidudvikling). Om nødvendigt tilsættes mere saltsyre. Når gasudviklingen er standset, inddampes der til tørhed på dampbad, medens der af og til omrøres med en glasstav. Der tilsættes 15 ml 6 M saltsyre (3.2) og 120 ml vand. Der omrøres med glasstaven, som man lader stå i bægerglasset, og dette tildækkes med et urglas. Opløsningen koges svagt, indtil alt materialet er opløst, og der afkøles.

Opløsningen overføres kvantitativt til en 250 ml målekolbe, idet bægerglasset skylles med 5 ml 6 M saltsyre (3.2) og to gange med 5 ml kogende vand. Der fyldes op til mærket med 0,5 M saltsyre (3.3) og blandes omhyggeligt.

Der filtreres gennem kobberfrit filtrerpapir <sup>(1)</sup>, idet de første 50 ml bortkastes.

**5.2. Blindprøve**

Der fremstilles en blindprøve, hvor kun prøvematerialet er udeladt, og der tages hensyn hertil ved beregningen af de endelige resultater.

**5.3. Bestemmelse****5.3.1. Fremstilling af analyse- og blindprøveopløsninger**

Analyseprøveopløsningerne (5.1) og blindprøveopløsningen (5.2) fortyndes med 0,5 M saltsyre (3.3) til en kobberkoncentration, der ligger inden for spektrofotometerets optimale måleområde. Der kræves normalt ingen fortynding.

**5.3.2. Fremstilling af kalibreringsopløsningerne**

Ved fortynding af standardopløsningen (3.6) med 0,5 M saltsyre (3.3) fremstilles mindst fem standardopløsninger inden for spektrofotometerets optimale måleområde (0 til 5,0 µg/l Cu). Først der fyldes op til mærket, sættes der til hver opløsning ammoniumnitrat (3.4) til en koncentration på 10% (w/v).

**5.4. Måling**

Spektrofotometeret (4) indstilles ved en bølgelængde på 324,8 nm med en oxiderende luft/acetylen-flamme. Tre gange indsprøjtes i rækkefølge kalibreringsopløsningen (5.3.2), analyseprøveopløsningen og blindprøveopløsningen (6.3.1), idet instrumentet skylles igennem med destilleret vand mellem hver indsprøjtning. Kalibreringskurven optegnes med absorbansgennemsnittet for hver standardopløsning som ordinat og den tilsvarende kobberkoncentration i mcg/ml som abscisse. Kobberkoncentrationen i de endelige analyse- og blindprøveopløsninger bestemmes ud fra kalibreringskurven.

**6. Angivelse af resultater**

Prøvens kobberindhold beregnes under hensyntagen til måleprøvens vægt og fortyndingerne under analysen. Resultatet angives som mg Cu/kg.

<sup>(1)</sup> Whatman 541 eller tilsvarende.



## BILAG III

## BESTEMMELSE AF DETONERBARHED

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af detonerbarhed af ren ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold.
2. **Princip**

Prøven indesluttet i et stålrør og udsættes for et detonationschok fra en eksplosiv tændkæde. Forplantningen bestemmes ud fra sammentrykningen af blycylindre, på hvilke røret var anbragt under prøvegennemførelsen.
3. **Materialer**
  - 3.1. Plastisk sprængstof med et PETN-indhold på 83 til 86 %  
Massefylde: 1 500 til 1 600 kg/m<sup>3</sup>  
Detonationshastighed: 7 300 til 7 700 m/s  
Masse: 500 g (+ 1) g.
  - 3.2. Syv længder af fleksibel sprængsnor uden metalkappe  
Fyldvægt: 11 til 13 g/m  
Længde af hver enkelt snor: 400 (± 2) mm.
  - 3.3. Presset legeme af sekundært sprængstof med central fordybning til detonator: Ø 7,0 til 7,3 mm, dybde 12 mm  
Sprængstof: hexogen/voks 95/5, tetryl, eller tilsvarende sekundært sprængstof med eller uden tilsætning af grafit  
Massefylde: 1 500 til 1 600 kg/m<sup>3</sup>  
Diameter: 19 til 21 mm  
Højde: 19 til 23 mm.
  - 3.4. Sømløst stålrør efter ISO-standard 65-1981, svær serie, med nominelle dimensioner DN 100 (4'')  
Ydre diameter: 113,1 mm til 115,0 mm  
Vægtykkelse: 5,0 mm til 6,5 mm  
Rørlængde: 1 005 (± 2) mm.
  - 3.5. Bundplade af svejsbart stål  
Dimension: 160 × 160 mm  
Tykkelse: 5,0 til 6,0 mm.
  - 3.6. 6 blycylindre  
Diameter: 50 ± 1 mm  
Højde: 100 til 101 mm  
Materiale: Blødt bly, mindst 99,5 % bly.
  - 3.7. Stålblok  
Længde: mindst 1 000 mm  
Bredde: mindst 150 mm  
Højde: mindst 150 mm  
Masse: mindst 300 kg, såfremt blokken ikke hviler på et fast underlag.
  - 3.8. Plast- eller kartonhylster til tændkæden  
Vægtykkelse: 1,5 til 2,5 mm  
Diameter: 92 til 96 mm  
Højde: 64 til 67 mm.

- 3.9. Detonator (elektrisk eller ikke-elektrisk) af styrke 8 til 10.
- 3.10. Træskive: diameter: 92 til 96 mm. Diameteren tilpasses stålrørets (3.4) indre diameter.  
Tykkelse: 20 mm.
- 3.11. Træstift med samme dimensioner som detonatoren (3.9).
- 3.12. Små knappenåle (længde maksimalt 20 mm) og hæftepistol.
4. Fremgangsmåde
- 4.1. Fremstilling af tændkæden til indsættelse i stålrøret
- Der er alternative metoder til imitering af sprængstoffet i tændkæden, afhængig af det til rådighed værende materiel.
- 4.1.1. 7-punkts-simultan-initiering
- En tegning af den færdige tændkæde er vist på figur 1.
- 4.1.1.1. En træskive (3.10) gennembøres parallelt med skivens akse i centrum og i seks punkter fordelt symmetrisk på en koncentrisk cirkel (diameter 55 mm). Huldiameteren skal være 6 til 7 mm (jf. snit A—B i figur 1), alt efter diameteren af den anvendte sprængsnor (3.2).
- 4.1.1.2. Af en sprængsnor (3.2) afskæres syv stykker på hver 400 mm på en sådan måde, at man undgår ethvert spild af eksplosivstof fra enderne, opnået ved øjeblikkeligt at smøre lim på skærefladerne. De syv stykker på hver 400 mm trækkes gennem de syv huller i træskiven (3.10), således at de stikker nogle centimetre ud på den anden side af skiven. I en afstand af 5 til 6 mm fra enden indstikkes derefter en lille knappenål (3.12) på tværs i kappen på hver af sprængsnorene, og regnet herfra påføres sprængsnorene lim på ydersiden i en længde af ca. 2 cm. Ved at trække i den lange ende af hver af sprængsnorsstykkerne bringes knappenålen derefter i kontakt med træskiven.
- 4.1.1.3. Det plastiske PETN-sprængstof (3.1) formes til en cylinder på 92 til 96 mm i diameter alt efter diameteren af hylsteret (3.8), hvori man indfører det med hylsteret stående på et glat underlag. Derefter sættes træskiven <sup>(1)</sup> med de syv sprængsnore oven på hylsteret og trykkes fast mod sprængstoffet. Højden af hylsteret (64 til 67 mm) tilpasses derefter på en sådan måde, at den øverste kant flugter med træoverfladen. Endelig fastgøres hylsteret hele vejen rundt til træskiven med hæfteklammer.
- 4.1.1.4. De frie ender af de syv stykker sprængsnor anbringes rundt om træstiften (3.11), således at enderne befinder sig i samme plan, vinkelret på denne, hvorefter de med klæbebånd fastgøres omkring stiften <sup>(2)</sup>.
- 4.1.2. Central initiering ved hjælp af et presset tændlegeme
- Den færdige tændkæde, klar til brug, er vist på figur 2.
- 4.1.2.1. Fremstilling af det pressede tændlegeme
- Under iagttagelse af de nødvendige sikkerhedsforanstaltninger anbringes 10 g af et sekundært sprængstof (3.3) i en form med en indvendig diameter på 19 til 21 mm og presses sammen til korrekt form og massefylde. (Forholdet mellem højde og diameter skal være ca. 1:1).
- I centrum af formens bund findes en 12 mm høj stift med en diameter på 7,0 til 7,3 mm (afhængigt af diameteren af den anvendte detonator (3.9)), således at der i det pressede tændlegeme opstår et cylindrisk hulrum til placering af detonatoren.
- 4.1.2.2. Fremstilling af den færdige tændkæde
- Det plastiske sprængstof anbringes i et hylster (3.8) stående på et glat underlag og presses derefter ned med et træstempel, hvorved sprængstoffet får cylinderform med en fordybning i midten. Det pressede tændlegeme anbringes i denne fordybning. Det cylinderformede nedpressede sprængstof indeholdende det pressede tændlegeme dækkes med en træskive, som i centrum er forsynet med et 7,0 til 7,3 mm stort hul til anbringelse af en detonator. Træskiven og hylsteret samles med tape over kors. Koaxialitet mellem hullet i skiven og fordybningen i det pressede tændlegeme sikres ved indførelse af træstiften.

<sup>(1)</sup> Skivens diameter skal i alle tilfælde svare til hylsterets indvendige diameter.

<sup>(2)</sup> NB: Bemærk, at efter denne montage bevarer sprængsnoren i midten nødvendigvis en vis slaphed, når man trækker samtidig i de omgivende seks stykker.

- 4.2. *Forberedelse af stålrørene til sprængningsforsøg*  
I rørets ene ende (3.4) bores der diametralt over for hinanden og vinkelret på rørvæggen i en afstand af 4 mm fra rørets kant to huller på 4 mm Ø.  
Bundpladen (3.5) svejses på den modsatte ende af røret, således at den rette vinkel mellem bundplade og rørvæg fyldes ud med svejsemateriale langs hele rørets omkreds.
- 4.3. *Påfyldning og ladning af stålrøret*  
(Se figur 1, 2 og 3).
- 4.3.1. Gødningsprøve, stålrør og tændkæde bringes på en temperatur på 20 ( $\pm$  5) °C. Der skal anvendes 16 til 18 kg af prøven til to sprængningsforsøg.
- 4.3.2. Røret anbringes stående med den kvadratiske bundplade hvilende på et plant og fast underlag, helst beton. Røret fyldes først op med prøvemasse til ca.  $\frac{1}{3}$  af sin højde og løftes derefter 10 cm, hvorefter man lader det falde lodret ned på underlaget, fem gange efter hinanden, således at det prillede eller granulerede produkt rystes sammen, og røret bliver pakket så tæt som muligt. For at fremskynde sammenpakningen sættes røret i svingninger ved i alt ti slag med en hammer (hammerens masse 750 til 1 000 g) på siden af røret mellem faldene mod underlaget.  
Denne operation gentages med endnu en del af prøvemassen. Endelig skal der til sidst tilføres en sådan mængde, at prøvemassen efter sammenpakningen efter henholdsvis hævnning og fald af røret ti gange og efter i alt tyve hammerslag står ca. 70 mm under rørets øverste kant.  
Ved indstilling af prøvemængdens højde i stålrøret er det absolut nødvendigt at sikre, at den senere indsatte tændkæde (4.1.1 eller 4.1.2) er i nær kontakt med prøven over hele overfladen.
- 4.3.3. Tændkæden anbringes i den øverste åbne ende af røret mod prøven, således at træskivens øverste kant ligger 6 mm under rørets kant. Der skal sikres den nødvendige nære kontakt mellem sprængstof og prøve ved at tilsætte eller fjerne små mængder af prøven. Som vist på figur 1 og 2 stikkes dernæst en sikringssplit ind i hullerne i rørets øverste kant, og splitterens ben bøjes fra hinanden, så de er i kontakt med røret.
- 4.4. *Anbringelse af stålrør og blycylindre*
- 4.4.1. Blycylindrenes (3.6) endeflader mærkes forinden med et tal fra 1 til 6. På horisontalt liggende stålblok (3.7) afsættes på midterlinjen seks mærker med 150 mm mellemrum, idet afstanden fra første mærke til stålblokkens kant skal være mindst 75 mm. De seks blycylindre anbringes lodret på disse mærker, idet midten af hver cylinders endeflade placeres oven på mærket.
- 4.4.2. Stålrøret, klargjort som angivet under 4.3, anbringes vandret på blycylindrene, således at rørets akse er parallel med stålblokkens midterlinje, og rørets svejste ende befinder sig i en afstand af 50 mm fra blycylinder nr. 6. For at forhindre at røret ruller, kan der skubbes små trækiler ind mellem blycylinderens øverste endeflade og rørvæggen (én på hver side), eller der anbringes to korslagte trælistor mellem rør og stålblok.  
Anmærkning: Det skal sikres, at røret er i kontakt med alle blycylindre; en let krumning af rørfladerne kan udlignes ved at dreje røret omkring længdeaksen; hvis én af cylindrene er for høj, slås den forsigtigt med en hammer til den har den ønskede højde.
- 4.5. *Forberedelse af sprængningen*
- 4.5.1. Forsøgsopstillingen som beskrevet under punkt 4.4 skal anbringes i en bunker eller et tilsvarende indrettet hulrum under jorden (minegang eller tunnel). Man skal sikre, at forsøgstemperaturen på 20 ( $\pm$  5) °C er holdt for prøven og stålrøret før påtænding.  
Anmærkning: I mangel af sådanne sprængningspladser kan der eventuelt anvendes en betonbeklædt grube overdækket med træbjælker. Da der ved sprængningen fremkommer stålsplinter med høj kinetisk energi, skal der sørges for passende afstand til steder, hvor mennesker opholder sig, og til trafikerede veje.
- 4.5.2. Ved anvendelse af 7-punktinitieringen skal det sikres, at sprængsnorerne ligger så plant og udstrakt som muligt, som angivet i fodnoten under 4.1.1.4.
- 4.5.3. Afslutningsvis erstattes træstiften med detonatoren. Påtændingen må først finde sted efter evakuering af farezonen, og når operatørerne befinder sig i dækning.
- 4.5.4. Påtænd tændkæden.
- 4.6. Efter at have ventet den tid, som er nødvendig, for at røgen efter sprængningen har spredt sig (denne består af gasformige, til dels giftige omdannelsesprodukter, f.eks. nitrose gasser), samles de enkelte blycylindre op. Blycylindrenes højde måles ved hjælp af en skydelære.

Den procentvise sammentrykning af den oprindelige højde på 100 mm registreres for hver af de mærkede blycylindre. Ved skrå sammentrykning af blycylindrene registreres den højeste og den laveste værdi, hvorefter man finder frem til middelværdien.

4.7. Om nødvendigt kan der benyttes en sonde til kontinuerlig måling af detonationshastigheden. Sonden anbringes parallelt med rørets akse eller op ad dets væg.

4.8. Der skal udføres to sprængningsforsøg pr. prøve.

## 5. Prøverapport

I prøverapporten skal anføres følgende parametre for hvert af de to sprængningsforsøg:

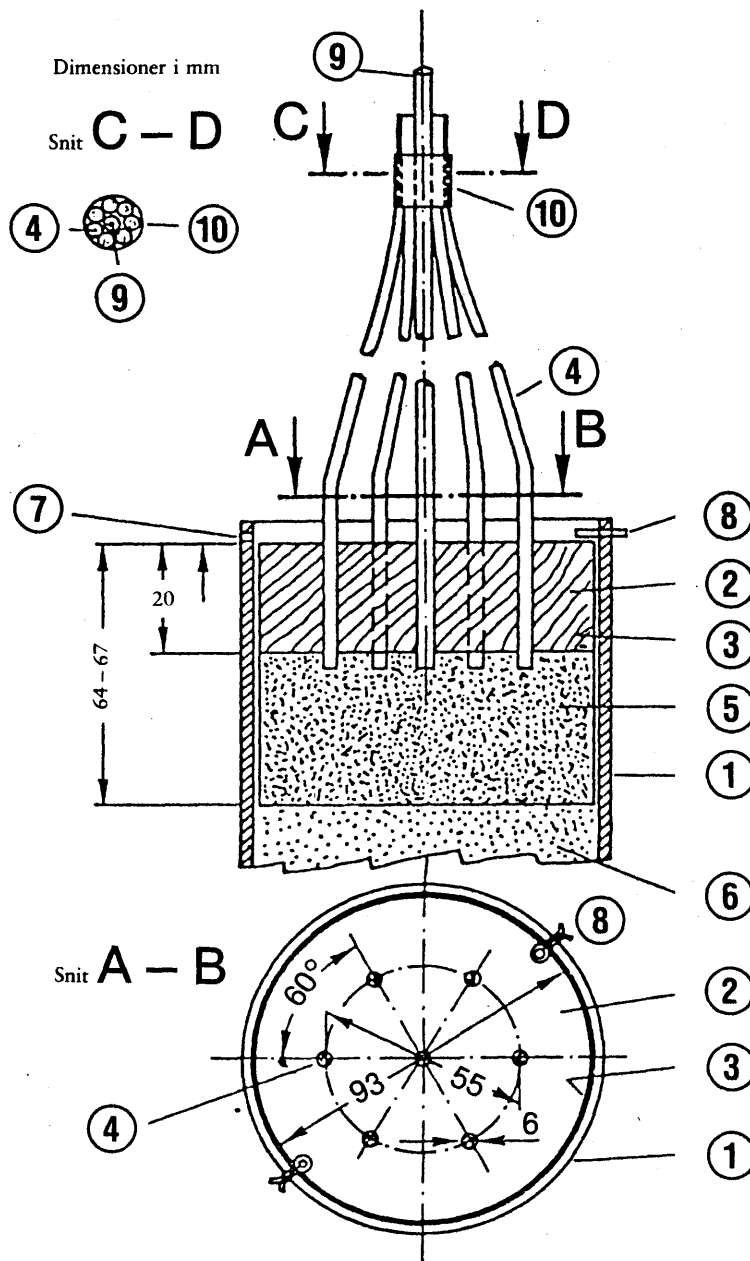
- de faktisk målte værdier for rørets yderdiameter og vægtykkelse;
- rørets Brinell-hårdhed;
- prøvens og rørets temperatur umiddelbart før sprængningen;
- prøvens tilsyneladende massefylde i røret,  $\text{kg/m}^3$ ;
- højden af hver enkelt blycylinder efter forsøget, opstillet i nummerorden;
- hvilken initieringsmetode der er anvendt.

### 5.1. Bedømmelse af prøveresultaterne

Såfremt der for hvert af de to forsøg er mindst én blycylinder, der er sammentrykket mindre end 5 %, har gødningssprøven bestået detonerbarhedsprøven og opfylder dermed kravene i bilag II til direktiv 80/876/EØF.

Figur 1

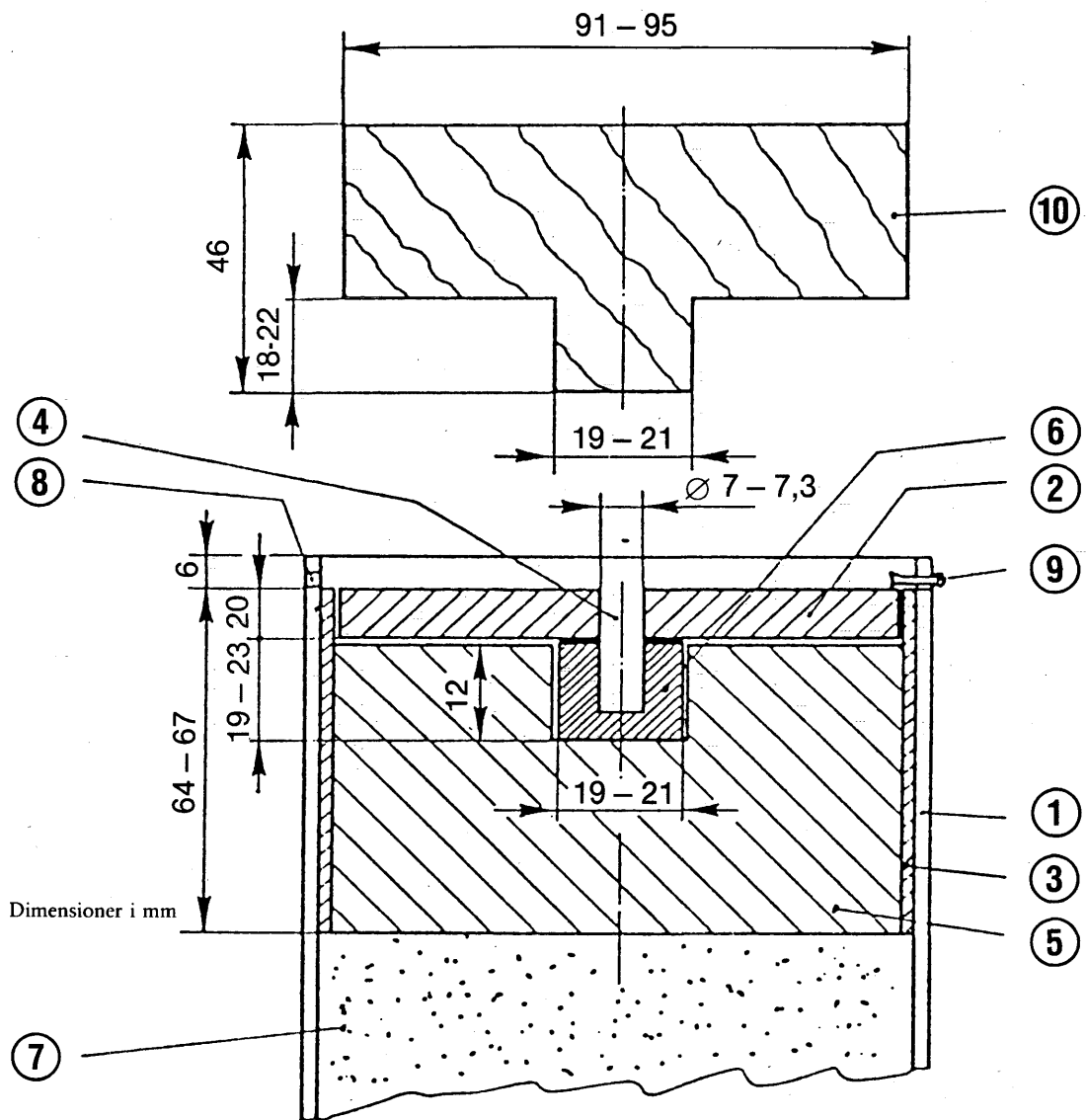
## Tændkæde med 7-punkts-initiering



- |                                    |  |
|------------------------------------|--|
| ① Stålrør                          | ⑥ Prøve                                    |
| ② Træskive forsynet med syv huller | ⑦ Hul med diameter 4 mm til sikringsplit ⑧ |
| ③ Plast- eller paphylster          | ⑧ Sikringsplit                             |
| ④ Sprængsnore                      | ⑨ Stift omgivet af ④                       |
| ⑤ Plastisk sprængstof              | ⑩ Tape til fastgørelse af ④ omkring ⑨      |

Figur 2

Tændkæde med central initiering



- |                           |   |
|---------------------------|---|
| ① Stålrør                 | ⑥ Presset tændlegeme  |
| ② Træskive                | ⑦ Prøve   |
| ③ Plast- eller paphylster | ⑧ Hul med diameter på $\varnothing$ 4 mm til sikringsplit ⑨ |
| ④ Træstift                | ⑨ Sikringsplit  |
| ⑤ Plastisk sprængstof     | ⑩ Stempel af træ til stampning af ⑤                         |

