

II

(Actes dont la publication n'est pas une condition de leur applicabilité)

COMMISSION

DIRECTIVE DE LA COMMISSION

du 8 décembre 1986

concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux procédures visant le contrôle des caractéristiques, des limites et de la détonabilité des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote

(87/94/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu la directive 80/876/CEE du Conseil, du 15 juillet 1980, concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote ⁽¹⁾, et notamment son article 8,

vu la directive 76/116/CEE du Conseil, du 18 décembre 1975, concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux engrais ⁽²⁾, et notamment son article 9 paragraphe 2,

considérant que la directive 80/876/CEE prévoit pour les engrais qui en font l'objet des caractéristiques, des limites et un essai de détonabilité; que l'article 8 de cette directive prévoit que les méthodes de contrôle, d'analyse et d'essai sont établies selon la procédure prévue à l'article 11 de la directive 76/116/CEE;

considérant que la directive 76/116/CEE prévoit des contrôles officiels pour les engrais CEE, en vue de constater que les conditions prescrites en vertu des dispositions communautaires concernant la qualité et la composition des engrais sont respectées;

considérant que, eu égard à la nature particulière des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote, et aux exigences qu'elle pose en ce qui concerne la sécurité et la santé publique, ainsi que la protection des travailleurs, il apparaît nécessaire d'arrêter des règles communautaires supplémentaires pour ces engrais;

considérant que, en ce qui concerne les engrais simples à base de nitrate d'ammonium, l'échantillonnage et les analyses

pour les contrôles officiels des engrais CEE sont effectués selon les méthodes décrites dans la directive 77/535/CEE de la Commission ⁽³⁾, modifiée par la directive 79/138/CEE ⁽⁴⁾;

considérant que, conformément à la même procédure, le nombre de cycles thermiques auxquels l'échantillon doit être soumis avant l'essai de détonabilité est fixé conformément à l'annexe II de la directive 80/876/CEE et que la valeur limite pour les métaux lourds est fixée conformément à l'annexe I de la même directive;

considérant que la méthode des cycles thermiques clos décrite est réputée simuler suffisamment les conditions à prendre en considération dans le champ d'application de la directive 80/876/CEE; que cette méthode ne simule cependant pas nécessairement toutes les circonstances possibles dans le cas de transports en vrac par voie d'eau;

considérant que les mesures prévues à la présente directive sont conformes à l'avis du comité pour l'adaptation au progrès technique des directives visant l'élimination des entraves techniques aux échanges dans le secteur des engrais,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE:

Article premier

1. Les États membres prennent toutes les mesures utiles pour que, lors des contrôles officiels des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote prévus par la directive 80/876/CEE, les méthodes de contrôle, d'analyse et d'essai soient appliquées conformément aux dispositions des annexes II et III de la présente directive.

⁽¹⁾ JO n° L 250 du 23. 9. 1980, p. 7.

⁽²⁾ JO n° L 24 du 30. 1. 1976, p. 21.

⁽³⁾ JO n° L 213 du 22. 8. 1977, p. 1.

⁽⁴⁾ JO n° L 39 du 14. 2. 1979, p. 3.

2. Dans l'annexe I sont fixés:

- la teneur admissible en métaux lourds,
- le nombre de cycles thermiques qui doivent être appliqués à l'échantillon soumis à l'essai de détonabilité.

Article 2

1. Les États membres prennent les mesures nécessaires pour se conformer à la présente directive au plus tard le 31 décembre 1987. Ils en informent la Commission sans délai.

2. Les États membres communiquent à la Commission le texte des dispositions de droit interne qu'ils adoptent dans le domaine régi par la présente directive.

Article 3

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 8 décembre 1986.

Par la Commission
COCKFIELD
Vice-président

ANNEXE I

1. **Limites applicables aux métaux lourds conformément à l'annexe I n° 6 de la directive 80/876/CEE du Conseil**
 - 1.1. La teneur en cuivre ne doit pas dépasser 10 ppm.
 - 1.2. Aucune limite n'est fixée pour d'autres métaux lourds.

2. **Nombre de cycles thermiques conformément à l'annexe II de la directive 80/876/CEE du Conseil**

Le nombre de cycles thermiques applicables est de cinq.

ANNEXE II

MÉTHODES DE CONTRÔLE DU RESPECT DES LIMITES FIXÉES AUX ANNEXES I ET II DE LA DIRECTIVE 80/876/CEE DU CONSEIL

MÉTHODE 1. MÉTHODES POUR L'APPLICATION DES CYCLES THERMIQUES

1. Objet et champ d'application

Le présent document définit les procédures d'exécution des cycles thermiques préalablement à l'essai de rétention d'huile et à l'essai de détonabilité sur un engrais simple à base de nitrate d'ammonium à forte teneur en azote.

2. Cycles thermiques visés à l'annexe I de la directive 80/876/CEE du Conseil

2.1. *Champ d'application*

La présente procédure s'applique à l'exécution de cycles thermiques avant la détermination de la rétention d'huile de l'engrais.

2.2. *incipe et définition*

La prise d'essai est portée de la température ambiante à la température de 50 °C, et maintenue à cette température pendant deux heures (phase à 50 °C).

La prise d'essai est ensuite refroidie à la température de 25 °C, et maintenue à cette température pendant deux heures (phase à 25 °C).

L'ensemble des deux phases successives à 50 °C et à 25 °C constitue un cycle thermique.

Après avoir subi deux cycles thermiques, la prise d'essai est conservée à une température de $20 (\pm 3)$ °C en vue de la détermination de la rétention d'huile.

2.3. *Appareillage*

Appareillage de laboratoire classique avec, en particulier:

- des bains-marie thermostatés à $25 (\pm 1)$ et $50 (\pm 1)$ °C respectivement,
- des flacons Erlenmeyer à capacité propre de 150 ml.

2.4. *Mode opératoire*

Introduire chaque prise d'essai d'un poids de $70 (\pm 5)$ g dans un flacon Erlenmeyer, puis obturer ce dernier.

Toutes les deux heures, transférer chaque flacon du bain-marie à 50 °C au bain-marie à 25 °C, et *vice versa*.

Maintenir l'eau de chaque bain à température constante et assurer un mouvement permanent en agitant rapidement de façon à ce que le niveau d'eau dépasse le niveau de l'échantillon.

Protéger le bouchon contre la condensation au moyen d'un capuchon en caoutchouc mousse.

3. Cycles thermiques pour l'application de l'annexe II de la directive 80/876/CEE du Conseil

3.1. *Champ d'application*

Exécution de cycles thermiques avant l'essai de détonabilité.

3.2. *Principe et définition*

La prise d'essai est placée dans un récipient étanche. On la chauffe de la température ambiante jusqu'à 50 °C, et on la maintient à cette température pendant une heure (phase à 50 °C).

La prise d'essai est ensuite refroidie jusqu'à obtention d'une température de 25 °C. Cette température est maintenue pendant une heure (phase à 25 °C). L'ensemble des deux phases successives à 50 °C et à 25 °C constitue un cycle thermique. Après avoir subi le nombre requis de cycles, la prise d'essai est maintenue à une température de $20 (\pm 3)$ °C en attendant l'essai de détonabilité.

3.3. *Appareillage*

- Un bain-marie thermostaté entre 20 et 51 °C d'une capacité de réchauffement et de refroidissement d'au moins 10 °C à l'heure, ou deux bains-marie, dont l'un est thermostaté à 20 °C et l'autre à

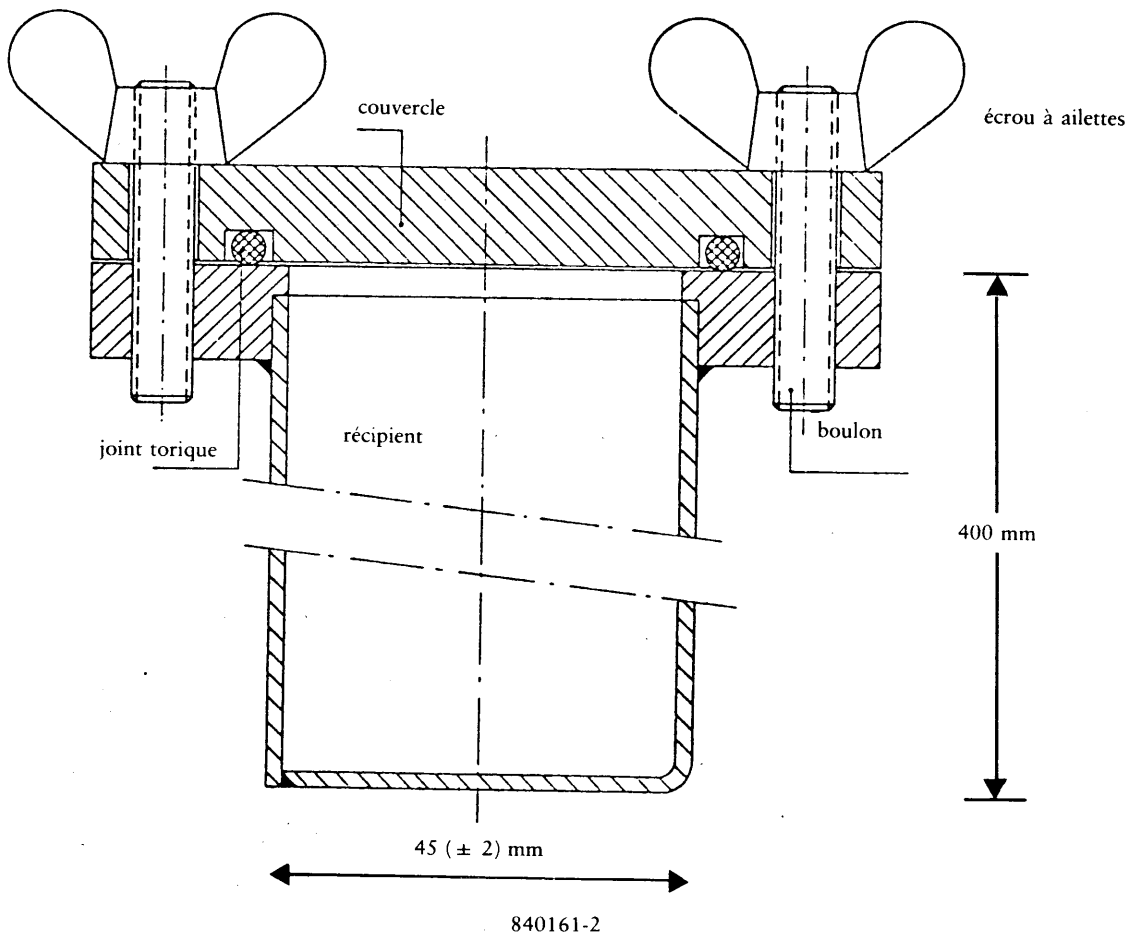
- 51 °C. Agiter sans discontinuer l'eau du ou des bains, dont le volume doit être suffisant pour assurer une bonne circulation de l'eau,
 - un récipient en acier inoxydable, étanche de partout et pourvu en son centre d'un thermocouple. Sa largeur hors tout doit être de $45 (\pm 2)$ mm, ses parois doivent avoir 1,5 mm d'épaisseur (voir figure 1).
- La hauteur et la longueur du récipient peuvent être choisies en fonction des dimensions du bain-marie, par exemple 600 mm de long, 400 mm de haut.

3.4. Mode opératoire

Introduire dans le récipient une quantité d'engrais suffisante pour une seule détonation. Fermer le couvercle. Placer le récipient dans le bain-marie. Chauffer l'eau à 51 °C, puis mesurer la température au centre de l'engrais.

Une heure après que la température au centre a atteint 50 °C, refroidir l'eau. Une heure après que la température au centre ait atteint 25 °C, chauffer l'eau pour commencer le deuxième cycle.

Figure 1



MÉTHODE 2. DÉTERMINATION DE LA RÉTENTION D'HUILE

1. Objet et champ d'application

Le présent document décrit la méthode à appliquer pour déterminer la rétention d'huile des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

Cette méthode est applicable aussi bien aux engrais perlés qu'aux engrais granulés ne contenant pas de matières solubles dans l'huile.

2. Définition

On entend par rétention d'huile d'un engrais la quantité d'huile retenue par l'engrais déterminée dans les conditions opératoires prescrites. Cette quantité est exprimée en pourcentage en masse.

3. Principe

La prise d'essai est immergée entièrement dans du gazole pendant un temps déterminé, puis le gazole excédentaire est égoutté dans des conditions bien précises. L'accroissement de masse de la prise d'essai est alors mesuré.

4. Réactif

Gazole

Viscosité maximale: 5 mPa.s à 40 °C

Densité: 0,8 à 0,85 g/ml à 20 °C

Teneur en soufre: $\leq 1\%$ (m/m)

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

5. Appareillage

Matériel de laboratoire classique et, en outre:

- 5.1. une balance précise à 0,01 g;
- 5.2. des béchers d'une capacité de 500 ml;
- 5.3. un entonnoir en matière plastique, de préférence pourvu d'un rebord supérieur vertical cylindrique, d'environ 200 mm de diamètre;
- 5.4. un tamis d'essai d'ouverture de maille 0,5 mm s'emboîtant dans l'entonnoir (5.3);
NB: choisir la dimension de l'entonnoir et du tamis de façon à ce qu'un petit nombre seulement de granulés se superposent et que le gazole puisse s'égoutter facilement;
- 5.5. du papier-filtre à filtration rapide, crêpé, doux, d'un grammage de 150 g/m²;
- 5.6. du papier absorbant (qualité laboratoire).

6. Mode opératoire

- 6.0. Effectuer deux déterminations à intervalle rapproché sur des quantités partielles différentes de la même prise d'essai.
- 6.1. Retirer les particules inférieures à 0,5 mm au moyen du tamis (5.4).
Peser à 0,01 g près environ 50 g de la prise d'essai dans le bécher (5.2). Ajouter suffisamment de gazole (4) pour recouvrir complètement les granulés. Remuer doucement, afin d'assurer une humidification complète de la surface de tous les granulés. Recouvrir d'un verre de montre et laisser reposer pendant une heure à 25 (± 2) °C.
- 6.2. Filtrer tout le contenu du bécher dans l'entonnoir (5.3) muni du tamis (5.4). Laisser reposer la partie retenue par le tamis pendant une heure, afin de permettre l'écoulement de la plus grande partie du gazole.
- 6.3. Poser deux feuilles de papier-filtre (5.5) d'environ 500 x 500 mm l'une sur l'autre sur une surface lisse. Replier les quatre bords des deux feuilles vers le haut sur une largeur d'environ 40 mm pour éviter que les granulés ne s'échappent en roulant. Placer au centre des feuilles de papier-filtre deux couches de papier absorbant (5.6). Verser tout le contenu du tamis sur le papier absorbant et assurer une répartition régulière au moyen d'un pinceau plat et souple. Au bout de deux minutes, soulever un côté du papier absorbant pour transférer les granulés sur les feuilles de papier-filtre situées en-dessous, et les répartir uniformément sur ces derniers au moyen du pinceau. Placer sur la prise d'essai une nouvelle feuille de papier-filtre, dont les bords sont également relevés.

Faire rouler les granulés entre les feuilles de papier-filtre par des mouvements circulaires, en exerçant une légère pression. Interrompre l'opération tous les huit mouvements circulaires; à chaque interruption, soulever les bords opposés des feuilles de papier-filtre afin de ramener vers le centre les granulés ayant roulé à la périphérie. Maintenir le rythme suivant: après quatre mouvements circulaires complets effectués d'abord dans le sens des aiguilles d'une montre, puis en sens contraire, ramener vers le centre les granulés de la manière décrite ci-avant. Refaire l'opération trois fois (soit 24 mouvements circulaires et deux relèvements des bords). Introduire ensuite avec précaution une nouvelle feuille de papier-filtre entre la feuille inférieure et la feuille supérieure, puis faire rouler les granulés sur la nouvelle feuille en soulevant les bords de la feuille supérieure. Recouvrir les granulés d'une nouvelle feuille de papier-filtre et répéter l'opération décrite ci-dessus. Immédiatement après les avoir fait rouler, verser les granulés dans un cristalliseur taré, puis peser une nouvelle fois à 0,01 g près pour déterminer le poids de la quantité de gazole retenue.

6.4. Répétition de l'opération de roulement et nouvelle pesée

Si la quantité de gazole retenue dans la quantité partielle est supérieure à 2,00 g, placer cette dernière sur un nouveau jeu de feuilles de papier-filtre et refaire l'opération de roulement en soulevant les bords conformément au point 6.3 (c'est-à-dire 2 × 8 mouvements circulaires, un soulèvement). Procéder ensuite à une nouvelle pesée de la quantité partielle.

7. Expression des résultats**7.1. Méthode de calcul et formule**

Dans les deux déterminations visées au paragraphe 6.0, la rétention d'huile, exprimée en pourcentage de masse de la quantité partielle d'essai filtrée, est donnée par la formule suivante:

$$\text{rétention d'huile} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100,$$

où

m_1 est la masse en grammes de la quantité partielle tamisée (6.1),

m_2 est la masse en grammes de la quantité partielle conformément au point 6.3 ou 6.4 respectivement, à la suite de la dernière pesée.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

MÉTHODE 3. DÉTERMINATION DES COMPOSANTS COMBUSTIBLES**1. Objet et champ d'application**

Le présent document décrit la méthode à appliquer pour le dosage de la partie combustible des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

2. Principe

Le dioxyde de carbone produit par la charge inorganique est éliminé préalablement au moyen d'un acide. Les composés organiques sont oxydés par un mélange d'acide chromique et d'acide sulfurique. Le dioxyde de carbone formé est absorbé dans une solution d'hydroxyde de baryum. Le précipité est dissous dans une solution d'acide chlorhydrique et mesuré par titrage en retour par une solution d'hydroxyde de sodium.

3. Réactifs

3.1. Trioxyde de chrome (Cr_2O_3) de qualité analytique.

3.2. Acide sulfurique d'une densité de 1,83 g/ml à 20 °C (60 % en volume):

verser 360 ml d'eau dans un bécber d'un litre de capacité, puis verser avec précaution 640 ml d'acide sulfurique.

3.3. Nitrate d'argent: solution 0,1 M.

3.4. Hydroxyde de baryum:

peser 15 g d'hydroxyde de baryum [$\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$]; dissoudre complètement cette quantité dans de l'eau chaude. Laisser refroidir, puis transvaser la solution dans une fiole d'un litre de capacité. Compléter le niveau, puis mélanger. Filtrer sur papier-filtre plissé.

3.5. Acide chlorhydrique: solution titrée 0,1 M.

3.6. Hydroxyde de sodium: solution titrée 0,1 M.

3.7. Bleu de bromophénol: solution de 0,4 g par litre dans de l'eau.

3.8. Phénolphthaléine: solution à 2 g par litre dans de l'éthanol à 60 % en volume.

3.9. Amiante sodé: particules d'environ 1,0 à 1,5 mm.

3.10. Eau déminéralisée venant d'être bouillie pour éliminer le dioxyde de carbone.

4. Appareillage

4.1. Matériel courant de laboratoire, et notamment:

- un creuset filtrant à plaque de verre fritté, de 15 ml de capacité; diamètre de la plaque: 20 mm; hauteur totale: 50 mm; porosité 4 (diamètre des pores de 5 à 15 μm),
- b cher de 600 ml.

4.2. Azote comprim .

4.3. Appareillage compos  des parties suivantes, assembl es si possible par des joints r d s sph riques (voir figure 2).

- 4.3.1. Tube d'absorption A d'environ 200 mm de long et 30 mm de diam tre rempli d'amiant  sod  (3.9), maintenu en place par des tampons en fibre de verre.
- 4.3.2. Ballon de r action B de 500 ml   tubulure lat rale et   fond rond.
- 4.3.3. Colonne de fractionnement de Vigreux d'environ 150 mm de long (C').
- 4.3.4. R frig rant C   double surface de 200 mm de long.
- 4.3.5. Bouteille de Drechsel D destin e   retenir l'acide  ventuellement distill  en exc s.
- 4.3.6. Bain de glace E pour refroidir la bouteille de Drechsel.
- 4.3.7. Deux absorbeurs F₁ et F₂ de 32   35 mm de diam tre, dont le distributeur de gaz est constitu  par un disque de 10 mm en verre fritt  de faible porosit .
- 4.3.8. Pompe aspirante et dispositif r gulateur d'aspiration G constitu  par une pi ce en verre en forme de T ins r e dans le circuit, et dont le bras libre est reli  au tube capillaire fin par un court tuyau en caoutchouc muni d'une pince   vis.

Attention:

L'emploi d'une solution bouillante d'acide chromique dans un appareil sous pression r duite pr sente certains risques. Pri re de prendre les pr cautions appropri es:

5. Mode op ratoire

5.1. *Prise d'essai*

Peser   0,001 g pr s environ 10 g de nitrate d'ammonium.

5.2. * limination des carbonates*

Introduire la prise d'essai dans le ballon   r action B. Ajouter 100 ml de H₂SO₄ (3.2). Les granul s se dissolvent en dix minutes environ   la temp rature ambiante. Monter l'appareil conform ment au sch ma: brancher une des extr mit s du tube d'absorption (A) sur la source d'azote (4.2) *via* une garde hydraulique contenant 5   6 mm de mercure; raccorder l'autre extr mit  au tube d'amen e qui plonge dans le ballon   r action. Mettre en place le tube   pointes (C') et le r frig rant (C) aliment  en eau de refroidissement. R gler le d bit d'azote de fa on   obtenir un courant mod r    travers la solution. Porter celle-ci    bullition, et chauffer pendant deux minutes.   l'expiration de ce laps de temps, il ne doit plus y avoir d'effervescence. S'il y a des bulles, continuer   chauffer pendant trente minutes. Laisser refroidir la solution pendant vingt minutes au moins sous courant d'azote.

Compl ter le montage de l'appareil conform ment au sch ma en reliant le tube du r frig rant   la bouteille de Drechsel (D), et celle-ci aux absorbeurs F₁ et F₂. Le courant d'azote doit  tre maintenu pendant le montage. Introduire rapidement 50 ml de solution d'hydroxyde de baryum (3.4) dans chacun des absorbeurs (F₁ et F₂).

Faire barboter un courant d'azote pendant dix minutes environ. La solution doit rester claire dans les absorbeurs. Dans la n gative, rectifier le processus d' limination des carbonates.

5.3. *Oxydation et absorption*

Apr s avoir retir  le tube d'amen e d'azote, introduire rapidement par la tubulure lat rale du ballon   r action (B) 20 g de trioxyde de chrome (3.1) et 6 ml de solution de nitrate d'argent (3.3).

Raccorder l'appareil   la pompe aspirante et r gler le courant d'azote de mani re   ce qu'un courant de gaz constant barbote   travers les absorbeurs F₁ et F₂ en verre fritt .

Chauffer le contenu du ballon à réaction (B) à ébullition et l'y maintenir pendant une heure et demie (1). Il peut se révéler nécessaire de régler la vanne régulatrice de l'aspiration (G) pour régulariser la courant d'azote, car il est possible que le carbonate de baryum précipité pendant l'essai engorge les disques en verre fritté. L'opération est bien menée quand la solution d'hydroxyde de baryum de l'absorbeur F₂ reste claire. Dans la négative, recommencer l'essai. Arrêter le chauffage et démonter l'appareil. Laver chacun des distributeurs à l'intérieur et à l'extérieur pour enlever l'hydroxyde de baryum. Recueillir l'eau de lavage dans l'absorbeur correspondant. Placer l'un après l'autre les distributeurs dans un bécher de 600 ml, qui servira au dosage ultérieurement.

Filtrer rapidement sous vide de contenu de l'absorbeur F₂ puis de l'absorbeur F₁ sur le creuset en verre fritté. Recueillir le précipité en rinçant les absorbeurs avec de l'eau (3.10), puis laver le creuset au moyen de 50 ml de la même eau. Placer le creuset dans le bécher de 600 ml et ajouter environ 100 ml d'eau. Introduire 50 ml d'eau bouillie dans chacun des absorbeurs et faire passer un courant d'azote au travers des distributeurs pendant cinq minutes. Mélanger l'eau à celle du bécher. Refaire l'opération une fois de façon à assurer un rinçage parfait des distributeurs.

5.4. *Mesure des carbonates provenant des matières organiques*

Introduire dans le bécher cinq gouttes de phénolphtaléine (3.8). La solution vire alors au rouge. Titrer au moyen d'acide chlorhydrique (3.5) jusqu'au moment précis où la couleur rouge disparaît. Bien agiter la solution dans le creuset pour vérifier si la couleur rouge ne réapparaît pas. Ajouter cinq gouttes de bleu de bromophénol et titrer au moyen d'acide chlorhydrique jusqu'à ce que la solution vire au jaune. Ajouter encore 10 ml d'acide chlorhydrique.

Chauffer la solution à ébullition, en maintenant l'ébullition pendant une minute au maximum. Vérifier soigneusement si le liquide ne contient plus de précipité.

Laisser refroidir, puis titrer en retour par la solution d'hydroxyde de sodium (3.6).

6. **Essai à blanc**

Effectuer un essai à blanc en appliquant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs.

7. **Expression des résultats**

La teneur en composants combustibles (C), exprimée en pourcentage en masse de carbone, est donnée par la formule suivante:

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

où

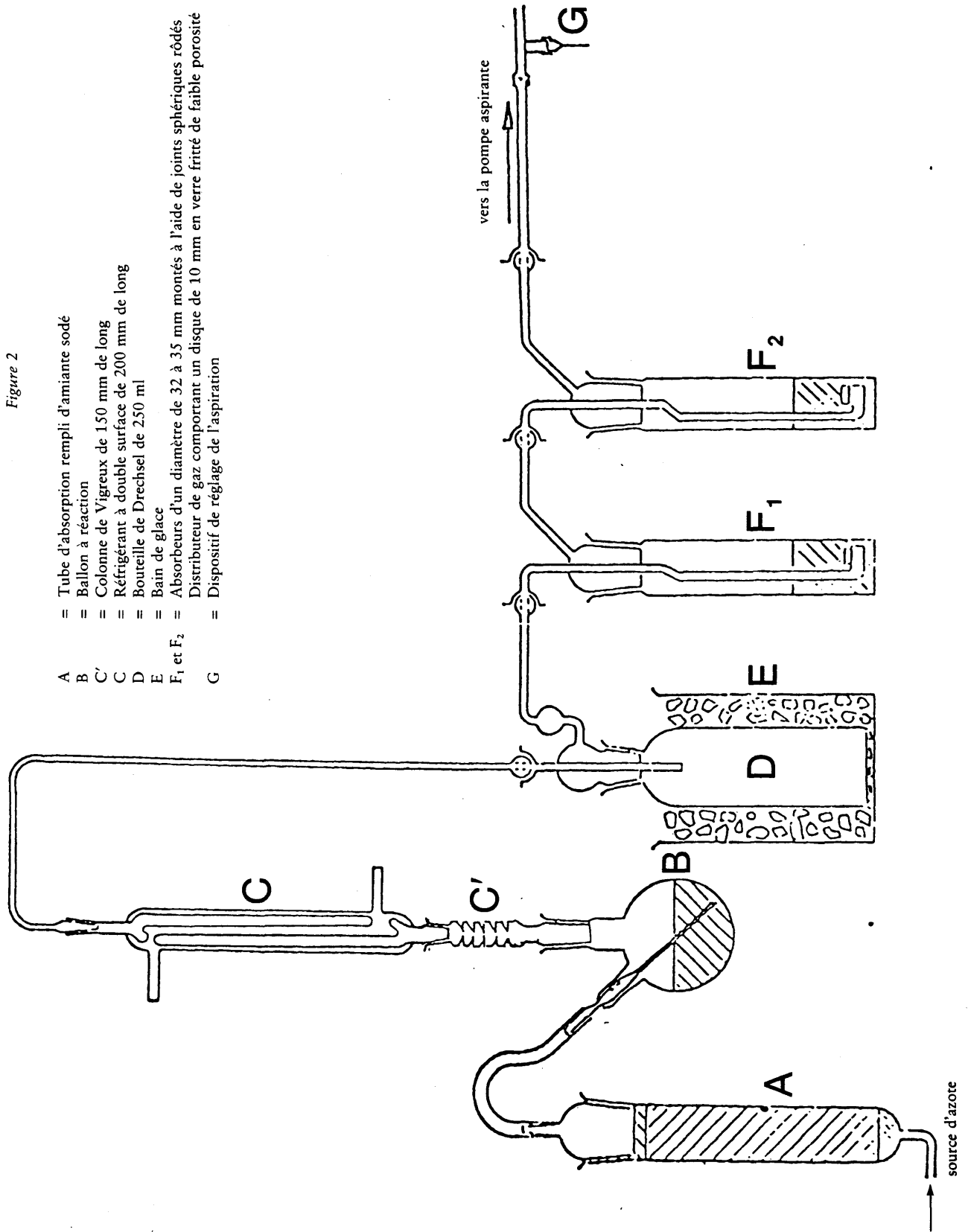
E = la masse en grammes de la portion d'essai,

V₁ = le volume total en millilitres d'acide chlorhydrique 0,1 M ajouté après le changement de couleur de la phénolphtaléine,

V₂ = le volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour le titrage en retour.

(1) Un temps de réaction d'une heure et demie est suffisant pour la plupart des substances organiques en présence d'un catalyseur au nitrate d'argent.

Figure 2



- A = Tube d'absorption rempli d'amianté sodé
- B = Ballon à réaction
- C = Colonne de Vigreux de 150 mm de long
- C' = Réfrigérant à double surface de 200 mm de long
- D = Bouteille de Drechsel de 250 ml
- E = Bain de glace
- F₁ et F₂ = Absorbours d'un diamètre de 32 à 35 mm montés à l'aide de joints sphériques rodés
- G = Distributeur de gaz comportant un disque de 10 mm en verre fritté de faible porosité

MÉTHODE 4. MESURE DU pH

1. **Objet et champ d'application**

Le présent document définit la méthode à utiliser pour mesurer le pH d'une solution d'engrais simple à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

2. **Principe**

Mesure du pH d'une solution de nitrate d'ammonium à l'aide d'un pH-mètre.

3. **Réactifs**

Eau distillée ou déminéralisée, exempte de gaz carbonique.

3.1. *Solution tampon, pH 6,88 à 20 °C*

Dissoudre 3,4 ($\pm 0,01$) g de dihydrogène-orthophosphate de potassium (KH_2PO_4) dans environ 400 ml d'eau. Dissoudre ensuite 3,55 ($\pm 0,01$) g de monohydrogène-orthophosphate de sodium (Na_2HPO_4) dans environ 400 ml d'eau. Transvaser quantitativement les deux solutions dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et mélanger. Conserver cette solution dans un récipient hermétique.

3.2. *Solution tampon, pH 4,00 à 20 °C*

Dissoudre 10,21 ($\pm 0,01$) g d'hydrogène-phthalate de potassium ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$) dans de l'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et mélanger. Conserver cette solution dans un récipient hermétique.

3.3. On peut utiliser des solutions à pH standard disponibles dans le commerce.

4. **Appareillage**

pH-mètre, avec électrodes en verre et au calomel, d'une sensibilité de 0,05 unité de pH.

5. **Mode opératoire**5.1. *Étalonnage du pH-mètre*

Étalonner le pH-mètre (4) à une température de 20 (± 1) °C, en utilisant les solutions tampons (3.1), (3.2) ou (3.3). Faire passer un courant d'azote lent sur la surface de la solution, en le maintenant pendant toute la durée de l'essai.

5.2. *Détermination*

Verser 100 ml d'eau sur 10 ($\pm 0,01$) g de la prise d'essai dans un bécher de 250 ml. Éliminer les fractions insolubles par filtrage, décantation ou centrifugation du liquide. Mesurer le pH de la solution claire à une température de 20 (± 1) °C, selon le même mode opératoire que celui utilisé pour l'étalonnage du pH-mètre.

6. **Expression des résultats**

Exprimer les résultats en unités de pH, à 0,1 unité près, et indiquer la température utilisée.

MÉTHODE 5. GRANULOMÉTRIE

1. **Objet et champ d'application**

Le présent document définit la méthode à appliquer pour le tamisage d'essai des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

2. **Principe**

La prise d'essai est tamisée, à la main ou mécaniquement, au moyen d'un ensemble de trois tamis emboîtés. La quantité recueillie dans chaque tamis est notée; et les pourcentages de matière traversant les tamis sont ensuite calculés.
3. **Appareillage**
 - 3.1. Tamis d'essai en fil métallique tissé de 200 mm de diamètre, d'une largeur de maille de 2 mm, 1 mm et 0,5 mm respectivement, de séries standard. Un couvercle et un récipient pour ces tamis.
 - 3.2. Balance d'une sensibilité de 0,1 g.
 - 3.3. Dispositif mécanique apte à imprimer des mouvements verticaux et horizontaux aux tamis d'essai (si disponible).
4. **Mode opératoire**
 - 4.1. Diviser représentativement l'échantillon en fractions d'environ 100 g.
 - 4.2. Peser une de ces fractions à 0,1 g près.
 - 4.3. Disposer le jeu de tamis par ordre croissant d'ouverture (0,5 mm, 1 mm, 2 mm). Placer l'échantillon préalablement pesé sur le tamis supérieur. Ajuster le couvercle sur le tamis supérieur.
 - 4.4. Secouer horizontalement et verticalement, à la main ou mécaniquement. En cas de traitement manuel, tapoter de temps en temps. Continuer pendant 10 minutes, ou jusqu'au moment où la quantité passant à travers chaque tamis en une minute devient inférieure à 0,1 g.
 - 4.5. Désemboîter les tamis l'un après l'autre; recueillir la matière qu'ils contiennent. Le cas échéant, brosser légèrement la face inférieure à l'aide d'une brosse douce.
 - 4.6. Peser à 0,1 g près la matière contenue dans chaque tamis, et celle recueillie dans le récipient.
5. **Évaluation des résultats**
 - 5.1. Traduire les masses des fractions recueillies en un pourcentage du total des masses des fractions (et non de la masse initiale faisant l'objet de l'essai). Calculer le pourcentage de matière recueillie dans le récipient (particules inférieures à 0,5 mm), soit A %.

Calculer le pourcentage de matière recueillie par le tamis de 0,5 mm, soit B %. Calculer le pourcentage de matière d'une granulométrie inférieure à 1,0 mm, soit (A + B) %.

Le poids total des fractions obtenues ne doit pas différer de plus de 2 % du poids de la masse initiale.
 - 5.2. Effectuer au moins deux analyses séparées. Les résultats obtenus pour A ne doivent pas différer de plus de 1 % en valeur absolue, ni ceux obtenus pour B de plus de 1,5 % en valeur absolue. Dans le cas contraire, refaire l'essai.
6. **Expression des résultats**

Indiquer la moyenne des deux résultats obtenus pour A et pour A + B.

MÉTHODE 6. DÉTERMINATION DU CHLORE (DES CHLORURES)

1. **Objet et champ d'application**

Le présent document décrit la méthode à appliquer pour la détermination du chlore (sous forme d'ions chlorures) contenu dans les engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.
2. **Principe**

Les chlorures dissous dans l'eau sont dosés par titrage potentiométrique au moyen d'une solution de nitrate d'argent en milieu acide.

3. Réactifs

Eau distillée ou déminéralisée, exempte de chlorures.

3.1. Acétone.

3.2. Acide nitrique concentré (densité à 20 °C = 1,40 g/ml).

3.3. Solution étalon de nitrate d'argent 0,1 M. Conserver cette solution dans un flacon brun.

3.4. Solution étalon de nitrate d'argent 0,004 M. Préparer au moment de l'emploi.

3.5. Solution étalon de référence de chlorure de potassium à 0,1 M.

Peser, à 0,1 mg près, 3,7276 g de chlorure de potassium de qualité analytique, préalablement séché pendant une heure dans une étuve à 130 °C et ramené à la température ambiante dans un dessiccateur. Dissoudre dans un peu d'eau, puis transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume, puis mélanger.

3.6. Solution étalon de référence de chlorure de potassium 0,004 M. Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4. Appareillage

4.1. Potentiomètre avec électrode indicatrice en argent et électrode de référence au calomel, sensibilité 2 mV, potentiel de - 500 à + 500 mV.

4.2. Un pont contenant une solution saturée de nitrate de potassium connecté à l'électrode au calomel (4.1), fixé aux extrémités par des bouchons poreux.

Not e: Ce pont est superflu si l'on utilise de l'argent et des électrodes au sulfate de mercure.

4.3. Agitateur magnétique, avec barreau enrobé de téflon.

4.4. Microburette à pointe effilée, graduée en 0,01 ml.

5. Mode opératoire

5.1. Normalisation de la solution au nitrate d'argent

Prélever 5,00 ml et 10,00 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (3.6). Verser ces quantités dans deux béchers de forme de capacité adéquate (par exemple, 250 ml). Procéder comme suit au titrage du contenu de chaque bécher.

Ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique (3.2), 120 ml de l'acétone (3.1) et une quantité d'eau suffisante pour porter le volume total à 150 ml environ. Placer le barreau de l'agitateur magnétique (4.3) dans le bécher et mettre en marche l'agitateur.

Plonger l'électrode en argent et l'extrémité libre du pont (4.2) dans la solution, raccorder les électrodes au potentiomètre (4.1) et, après avoir vérifié le zéro de l'appareil, noter la valeur du potentiel de départ.

Titrer au moyen de la microburette (4.4) en ajoutant d'abord 4 ou 9 ml respectivement de la solution de nitrate d'argent correspondant à la solution étalon de référence de chlorure de potassium. Continuer à ajouter la solution par portions de 0,1 ml en ce qui concerne les solutions 0,004 M et par portions de 0,05 ml en ce qui concerne les solutions 0,1 M.

Après chaque adjonction de solution, attendre que le potentiel se stabilise. Noter dans les deux premières colonnes d'un tableau les quantités ajoutées ainsi que les valeurs du potentiel correspondantes.

Dans une troisième colonne du tableau, noter les incréments successifs (ΔE) du potentiel E. Dans une quatrième colonne, noter les différences ($\Delta_2 E$), positives ou négatives, entre les incréments du potentiel ($\Delta_1 E$).

La fin du titrage correspond à l'adjonction de la portion de 0,1 ou de 0,05 ml (V_1) de la solution de nitrate d'argent qui fournit la valeur maximale de $\Delta_1 E$. Pour calculer le volume exact (V_{eq}) de la solution de nitrate d'argent correspondant à la fin de la réaction, utiliser la formule suivante:

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

où

V_0 est le volume total en ml de la solution de nitrate d'argent immédiatement inférieur au volume qui a fourni l'incrément maximal de $\Delta_1 E$,

V_1 est le volume en ml de la dernière adjonction de solution de nitrate d'argent (0,1 ou 0,05 ml),

- b est la dernière valeur positive de Δ_2E ,
 B est la somme des valeurs absolues de la dernière valeur positive de Δ_2E et de la première valeur négative de Δ_2E (voir exemples au tableau 1).

5.2. *Essai à blanc*

Effectuer un essai à blanc, dont il sera tenu compte dans le calcul du résultat final.

Le résultat V_4 de l'essai à blanc sur les réactifs est fourni, en ml, par la formule suivante:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

où

V_2 est la valeur en ml du volume exact (Veq) de la solution de nitrate d'argent correspondant au titrage des 10 ml de solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisés,

V_3 est la valeur en ml du volume exact (Veq) de la solution de nitrate d'argent correspondant au titrage des 5 ml de solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisés.

5.3. *Essai de contrôle*

L'essai à blanc peut servir en même temps à contrôler le bon fonctionnement de l'appareillage et la mise en œuvre correcte du mode opératoire de l'essai.

5.4. *Dosage*

Prélever 10 à 20 g de la prise d'essai; peser à 0,01 g près.

Transvaser quantitativement dans un bécher de 250 ml. Ajouter 20 ml d'eau, 5 ml de solution d'acide nitrique (3.2), 120 ml d'acétone (3.1) et une quantité d'eau suffisante pour porter le volume total à 150 ml environ.

Introduire le barreau de l'agitateur magnétique (4.3) dans le bécher; placer le bécher sur l'agitateur et mettre en marche ce dernier. Plonger l'électrode en argent (4.1) ainsi que l'extrémité libre du pont (4.2) dans la solution, raccorder les électrodes au potentiomètre (4.1).

Après avoir vérifié le zéro de l'appareil, noter la valeur du potentiel de départ.

Titrer au moyen de la solution de nitrate d'argent, en ajoutant des incréments de 0,1 ml au moyen de la microburette (4.4). Après chaque adjonction, attendre la stabilisation du potentiel.

Poursuivre le titrage conformément au paragraphe 5.1, en partant du quatrième alinéa: «Noter dans les deux premières colonnes d'un tableau les quantités ajoutées ainsi que les valeurs du potentiel correspondantes.»

6. **Expression de résultats**

Exprimer les résultats de l'analyse en pourcentage du chlore contenu dans l'échantillon tel qu'il a été reçu aux fins d'analyse. Calculer le pourcentage de chlore (CL) au moyen de la formule suivante:

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

où

T est la molarité de la solution de nitrate d'argent utilisée,

V_4 est le résultat en ml de l'essai à blanc (5.2),

V_5 est la valeur en ml du Veq correspondant au dosage (5.4),

m est la masse en g de la prise d'essai.

Tableau 1

EXEMPLE

Volume de la solution de nitrate d'argent V	Potentiel E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	- 49
5,10	306	23	- 10
5,20	319	13	

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

MÉTHODE 7. DÉTERMINATION DU CUIVRE

1. **Objet et champ d'application**

Le présent document définit la méthode à appliquer pour déterminer la teneur en cuivre des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

2. **Principe**

L'échantillon est dissous dans de l'acide chlorhydrique dilué, puis on détermine la teneur en cuivre par spectrophotométrie d'absorption atomique.

3. **Réactifs**

- 3.1. Acide chlorhydrique (densité à 20 °C = 1,18 g/ml).
- 3.2. Acide chlorhydrique, solution 6 M.
- 3.3. Acide chlorhydrique, solution 0,5 M.
- 3.4. Nitrate d'ammonium.
- 3.5. Eau oxygénée, 30 %.
- 3.6. Solution mère de cuivre ⁽¹⁾: peser 1 g de cuivre pur à 0,001 g près; dissoudre cette quantité dans 25 ml d'une solution d'acide chlorhydrique 6 M (3.2); ajouter 5 ml d'eau oxygénée (3.5) par quantités successives, puis diluer à 1 l par de l'eau.
Un ml de cette solution contient 1 000 mcg de cuivre (Cu).
- 3.6.1. Solution diluée de cuivre: diluer 10 ml de la solution mère (3.6) à 100 ml par de l'eau, puis diluer 10 ml de la solution résultante à 100 ml par de l'eau.
1 ml de la dilution finale contient 10 mcg de cuivre (Cu).
Préparer cette solution au moment de son utilisation.

4. **Appareillage**

Spectrophotomètre d'absorption atomique avec une lampe au cuivre (324,8 nm).

⁽¹⁾ On peut utiliser une solution de cuivre étalon disponible dans le commerce.

5. Mode opératoire

5.1. Préparation de la solution aux fins d'analyse

Peser à 0,001 g près, 25 g de l'échantillon. Introduire cette quantité dans un bécher de 400 ml. Ajouter prudemment 20 ml d'acide chlorhydrique (3.1) (il peut en effet y avoir une réaction assez vive due à la formation de dioxyde de carbone). Le cas échéant, rajouter de l'acide chlorhydrique. Lorsque l'effervescence s'est arrêtée, évaporer à sec sur un bain de vapeur, en agitant de temps en temps avec une tige de verre. Ajouter 15 ml d'une solution d'acide chlorhydrique 6 M (3.2) et 120 ml d'eau. Agiter avec la tige de verre, qu'il importe de laisser dans le bécher, et couvrir ce dernier avec un verre de montre. Faire bouillir doucement jusqu'à dissolution complète, puis refroidir.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole graduée de 250 ml, en lavant le bécher d'abord par 5 ml d'acide chlorhydrique 6 M (3.2), puis deux fois par 5 ml d'eau bouillante. Compléter au volume par de l'acide chlorhydrique 0,5 M (3.3) et mélanger soigneusement.

Filtrer à travers un papier-filtre exempt de cuivre ⁽¹⁾, en rejetant les 50 premiers ml.

5.2. Solution à blanc

Préparer une solution à blanc dont a seulement été retiré l'échantillon. Tenir compte de ce fait dans le calcul des résultats finals.

5.3. Détermination

5.3.1. Préparation de la solution d'essai de l'échantillon et de la solution pour l'essai à blanc

Diluer la solution d'échantillon (5.1) et la solution pour l'essai à blanc (5.2) avec une solution d'acide chlorhydrique 0,5M (3.3), jusqu'à obtenir une concentration de cuivre entrant dans la gamme de mesure optimale du spectrophotomètre. Aucune dilution n'est normalement nécessaire.

5.3.2. Préparation des solutions d'étalonnage

En diluant la solution étalon (3.6) avec une solution d'acide chlorhydrique 0,5 M (3.3), préparer au moins cinq solutions étalons correspondant à la gamme de mesure optimale du spectrophotomètre (0 à 5,0 mg/l de Cu). Avant de compléter au volume, ajouter à chaque solution du nitrate d'ammonium (3.4) jusqu'à obtention d'une concentration de 10 % en poids.

5.4. Mesure

Régler le spectrophotomètre (4) sur une longueur d'onde de 324,8 nm au moyen d'une flamme air-acétylène oxydante. Vaporiser successivement, à trois reprises, les solutions étalons (5.3.2), la solution d'échantillon et la solution d'essai à blanc (5.3.1), en prenant soin de rincer à fond l'instrument à l'eau distillée entre chaque vaporisation. Tracer la courbe d'étalonnage en portant les absorbances moyennes en ordonnée et les concentrations correspondantes de cuivre en mcg/ml en abscisse.

Déterminer la concentration de cuivre dans la solution d'échantillon et dans la solution à blanc finales par référence à la courbe d'étalonnage.

6. Expression des résultats

Calculer la teneur en cuivre de l'échantillon en prenant en considération le poids de la prise d'essai, les dilutions effectuées au cours de l'analyse, et la valeur de la solution à blanc. Exprimer le résultat en mg Cu/kg.

(1) Whatman 541 ou équivalent.

ANNEXE III

DÉTERMINATION DE LA DÉTONABILITÉ

1. **Objet et champ d'application**

Le présent document définit la méthode à appliquer pour déterminer la détonabilité des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

2. **Principe**

La prise d'essai, confinée en tube d'acier, est soumise au choc détonant d'une charge explosive d'amorçage. La propagation de la détonation est déterminée à partir du degré de compression des cylindres en plomb sur lesquels le tube repose horizontalement pendant l'essai.

3. **Matériaux**

- 3.1. **Plastic contenant de 83 à 86 % de penthrite**
Densité: 1 500 à 1 600 kg/m³
Vitesse de détonation: 7 300 à 7 700 m/s
Poids: 500 (± 1) g
- 3.2. **Sept brins de cordeau détonant souple à enveloppe non métallique:**
charge nominale: 11 à 13 g/m
Longueur de chaque brin: 400 (± 2) mm
- 3.3. **Comprimé d'explosif secondaire pourvu d'un alvéole destiné à recevoir un détonateur.**
Explosif: hexogène/cire 95/5 ou Tétryl ou explosif secondaire analogue, avec ou sans addition de graphite
Densité: 1 500 à 1 600 kg/m³
Diamètre: 19 à 21 mm
Hauteur: 19 à 23 mm
Alvéole central pour le détonateur: diamètre 7 à 7,3 mm, profondeur 12 mm.
- 3.4. **Tube en acier sans soudure conforme à la norme ISO 65 — 1981, série forte, de dimensions nominales DN 100 (4")**
Diamètre extérieur: 113,1 à 115,0 mm
Épaisseur de paroi: 5,0 à 6,5 mm
Longueur: 1 005 (± 2) mm
- 3.5. **Plaque de fond**
Matière: acier facilement soudable
Dimensions: 160 × 160 mm
Épaisseur: 5 à 6 mm
- 3.6. **6 cylindres de plomb**
Diamètre: 50 (± 1) mm
Hauteur: 100 à 101 mm
Matériau: plomb tendre titrant au moins 99,5 %
- 3.7. **Lingot d'acier**
Longueur: au moins 1 000 mm
Largeur: au moins 150 mm
Hauteur: au moins 150 mm
Poids: au moins 300 kg, si le lingot ne repose pas sur une assise indéformable
- 3.8. **Manchon en matière plastique ou en carton pour la charge d'amorçage**
Épaisseur de paroi: 1,5 à 2,5 mm
Diamètre: 92 à 96 mm
Hauteur: 64 à 67 mm

- 3.9. Détonateur (électrique ou autre) de force 8 à 10
- 3.10. Disque en bois
Diamètre: 92 à 96 mm. Ce diamètre doit correspondre au diamètre interne du tube d'acier (3.4)
Épaisseur: 20 mm
- 3.11. Tige en bois ayant les mêmes dimensions que le détonateur (3.9)
- 3.12. Épingles de couturière (longueur maximale: 20 mm); pistolet àagrafer.
4. **Mode opératoire**
- 4.1. *Préparation de la charge d'amorçage en vue de son introduction dans le tube d'acier*
Il existe deux méthodes de mise à feu de l'explosif de la charge d'amorçage, à choisir en fonction des disponibilités en matériel.
- 4.1.1. **Mise à feu simultanée en sept points**
(La figure 1 montre la charge d'amorçage prête à l'emploi.)
- 4.1.1.1. Forer dans le disque en bois (3.10) parallèlement à son axe un trou au centre et six trous disposés symétriquement sur un cercle concentrique de 55 mm de diamètre. Les trous doivent avoir de 6 à 7 mm de diamètre (voir coupe A-B de la figure 1), en fonction du diamètre du cordeau détonant (3.2) utilisé.
- 4.1.1.2. Préparer sept tronçons de cordeau détonant souple (3.2) de 400 mm de long. Opérer une coupure nette et sceller immédiatement l'extrémité au moyen de colle pour éviter toute perte d'explosif par les extrémités. Introduire chacun des sept tronçons dans les sept trous du disque en bois (3.10) de façon à ce que leurs extrémités dépassent de quelques centimètres de l'autre côté du disque.
Introduire ensuite une épingle (3.12) transversalement dans l'enveloppe textile des brins de cordeau, à une distance de 5 à 6 mm à partir de chacune des extrémités. Enduire de colle la partie extérieure des brins de cordeau sur une largeur de 2 cm au niveau de l'épingle. Tirer chaque brin par son trou de façon à amener l'épingle au contact du disque en bois.
- 4.1.1.3. Donner au plastic (3.1) la forme d'un cylindre de 92 à 96 mm de diamètre, en fonction du diamètre du manchon (3.8). Mettre le manchon debout sur une surface horizontale, puis y introduire l'explosif. Introduire ensuite dans la partie supérieure du manchon et enfoncer sur l'explosif le disque en bois pourvu des sept brins de cordeau détonant ⁽¹⁾. Ajuster la hauteur du manchon (64 à 67 mm) de façon à ce que son bord supérieur ne dépasse pas le niveau du disque en bois. Fixer enfin le manchon au disque en bois au moyen d'agrafes appliquées sur tout son pourtour.
- 4.1.1.4. Regrouper les extrémités libres des sept brins de cordeau détonant autour de la tige en bois (3.11) de façon à ce qu'elles soient situées dans un plan perpendiculaire à la tige. Fixer le faisceau de brins autour de la tige au moyen de bande adhésive ⁽²⁾.
- 4.1.2. **Mise à feu centrale au moyen d'un comprimé d'explosif**
(La figure 2 montre la charge d'amorçage prête à l'emploi.)
- 4.1.2.1. **Préparation d'un comprimé d'explosif**
Avec la prudence nécessaire, introduire 10 g d'explosif secondaire (3.3) dans un moule d'un diamètre intérieur de 19 à 21 mm.
Donner par compression la forme et la densité adéquates à l'explosif (le rapport diamètre/hauteur doit être proche de l'unité).
Le fond du moule comporte en son centre un tenon de 12 mm de haut et de 7,0 à 7,3 mm de diamètre [selon le diamètre du détonateur (2.6) utilisé], qui ménage dans le comprimé un alvéole cylindrique dans lequel le détonateur sera installé.
- 4.1.2.2. **Préparation de la charge d'amorçage**
Introduire le plastic dans le manchon (3.8) disposé verticalement sur une surface plane. Tasser au moyen d'une forme en bois de façon à donner à l'explosif une forme cylindrique comprenant une cavité en son centre. Introduire le comprimé d'explosif dans cette cavité. Mettre en place un couvercle en bois pourvu d'un trou central de 7,0 à 7,3 mm de diamètre, dans lequel un détonateur sera introduit. Fixer le disque en bois au manchon au moyen de bande adhésive placée en croix. Assurer au moyen de la tige en bois la coïncidence du trou foré dans le disque et de l'alvéole creusé dans le comprimé.

⁽¹⁾ Le diamètre du disque doit toujours correspondre au diamètre intérieur du manchon.

⁽²⁾ Lorsque les six cordeaux périphériques sont tendus après le montage, le cordeau central doit conserver un léger mou.

4.2. *Préparation du tube d'acier pour les essais de détonation*

À une des extrémités du tube d'acier (3.4), forer perpendiculairement à travers la paroi, à 4 mm du bord, deux trous diamétralement opposés de 4 mm de diamètre.

Souder en bout la plaque de fond (3.5) à l'extrémité opposée du tube, en veillant à remplir complètement au moyen de métal d'apport sur toute la circonférence du tube l'angle droit formé par la plaque de fond et la paroi du tube.

4.3. *Remplissage du tube et mise en place de la charge*

(Voir figures 1, 2 et 3)

4.3.1. La prise d'essai, le tube d'acier et la charge d'amorçage doivent être conditionnés à une température de $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$. Deux essais de détonation nécessitent 16 à 18 kg d'échantillon.

4.3.2. Disposer le tube debout, la plaque de fond carrée reposant sur une surface plate, stable, de préférence en béton. Remplir le tube d'échantillon d'essai sur environ un tiers de sa hauteur. Laisser tomber cinq fois de suite le tube verticalement, d'une hauteur de 10 cm sur le sol pour tasser au maximum les prills ou granulés dans le tube. Pour accélérer le compactage, frapper la paroi du tube entre chaque chute au moyen d'un marteau d'un poids de 750 à 1 000 g. Donner au total dix coups de marteau.

Introduire dans le tube une nouvelle quantité d'échantillon, puis recommencer le processus. Choisir la dernière quantité à ajouter pour que, après avoir été compactée par dix chutes et vingt coups de marteau intermédiaires, l'échantillon d'essai remplisse le tube jusqu'à 70 mm de son orifice.

La hauteur de remplissage doit être ajustée dans le tube d'acier de façon à ce que la charge d'amorçage (4.1.1 ou 4.1.2) qui sera introduite soit en contact parfait avec l'échantillon sur toute sa surface.

4.3.3. Introduire la charge d'amorçage dans le tube de façon à ce qu'elle soit en contact avec l'échantillon sur toute sa surface. La face supérieure du disque en bois doit se trouver à 6 mm en dessous du bord du tube.

Assurer le contact étroit indispensable entre l'explosif et l'échantillon en ajoutant ou en enlevant de petites quantités d'échantillon. Introduire ensuite des goupilles dans les trous situés près de l'orifice du tube et écarter leurs pattes à plat sur le tube (voir figures 1 et 2).

4.4. *Disposition du tube d'acier et des cylindres de plomb*

4.4.1. Numéroté de 1 à 6 la base des cylindres de plomb (3.6). Pratiquer six marques à intervalle de 150 mm sur la ligne médiane d'un lingot d'acier (3.7) reposant sur une assise horizontale, la première marque se trouvant à au moins 75 mm de l'extrémité du lingot. Disposer verticalement un cylindre de plomb sur chacune de ces marques, en centrant la base de chaque cylindre sur sa marque.

4.4.2. Coucher le tube d'acier préparé conformément au paragraphe 4.3 sur les cylindres de plomb, de façon à ce que son axe soit parallèle à la ligne médiane du lingot d'acier et que son extrémité soudée dépasse de 50 mm le cylindre de plomb n° 6. Pour empêcher le tube de rouler, intercaler de petits coins en bois entre les sommets de cylindres de plomb et la paroi du tube (un coin de chaque côté), ou intercaler une croix en bois entre le tube et le lingot d'acier.

NB: Veiller à ce que le tube touche tous les cylindres en plomb. On peut compenser une légère courbure de la surface du tube en le faisant rouler autour de son axe longitudinal. Si l'un des cylindres est trop long (la longueur prévue est de 100 mm), il importe de le raccourcir à la longueur voulue à coups de marteau prudents.

4.5. *Préparation du tir*

4.5.1. Installer le dispositif monté conformément au paragraphe 4.4 dans un bunker ou dans un site souterrain aménagé à cette fin (galerie de mine, tunnel). Veiller à maintenir à $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ la température du tube d'acier avant le tir.

NB: Si on ne dispose d'aucun site de tir de ce type, l'essai peut avoir lieu, le cas échéant, dans une fosse bétonnée fermée au moyen de poutres en bois. Étant donné que la détonation peut projeter des éclats d'acier animés d'une énergie cinétique élevée, il importe de procéder au tir à une distance suffisante des lieux habités ou des voies de communication.

4.5.2. En cas d'utilisation d'une charge d'amorçage à sept points de mise à feu, veiller à tendre les cordeaux détonants conformément à la note relative au paragraphe 4.1.1.4 et à les disposer de la manière la plus horizontale possible.

4.5.3. Retirer la tige de bois et mettre en place le détonateur. Ne procéder au tir qu'après évacuation de la zone dangereuse et qu'après que les opérateurs se soient mis à l'abri.

4.5.4. Déclencher l'explosion.

4.6. Attendre un laps de temps suffisant pour permettre la dissipation des fumées produites par le tir (produits de décomposition gazeux, dont certains sont toxiques, tels que les gaz nitreux). Recueillir les cylindres de plomb, puis en mesurer la longueur au moyen d'un pied à coulisse.

Noter l'écrasement, exprimé en pour cent de la longueur originelle de 100 mm, de chaque cylindre numéroté. Si l'écrasement s'est produit obliquement, prendre la moyenne des valeurs les plus élevées et des valeurs les plus faibles.

- 4.7. Le cas échéant, on peut utiliser une sonde pour mesurer en continu la vitesse de détonation. Cette sonde doit être disposée dans l'axe longitudinal du tube ou sur sa paroi.
- 4.8. Il importe de procéder à deux tirs par échantillon.

5. **Rapport d'essai**

Le rapport d'essai doit indiquer les paramètres suivants pour chaque tir:

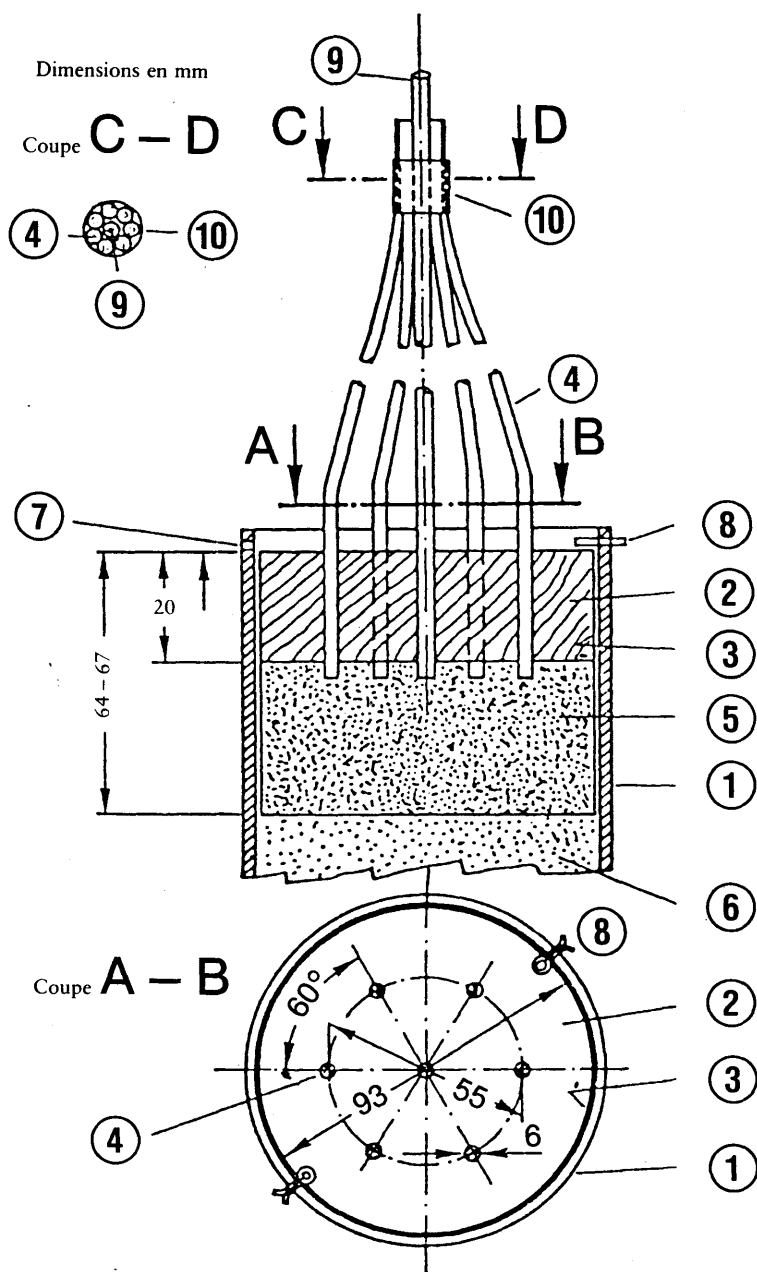
- le diamètre extérieur et l'épaisseur de la paroi du tube d'acier effectivement mesurés,
- la dureté Brinell du tube d'acier,
- la température du tube et de l'échantillon juste avant le tir,
- la densité apparente (en kg/m^3) de l'échantillon contenu dans le tube d'acier,
- la longueur de chacun des cylindres de plomb après le tir, en indiquant les numéros des cylindres,
- la méthode de mise à feu utilisée pour la charge d'amorçage.

5.1. *Évaluation des résultats d'essai*

L'essai est considéré comme concluant et l'échantillon est réputé conforme aux exigences de l'annexe II de la directive 80/876/CEE, si, lors de chaque tir, l'écrasement d'au moins un cylindre en plomb est inférieur à 5 %.

Figure 1

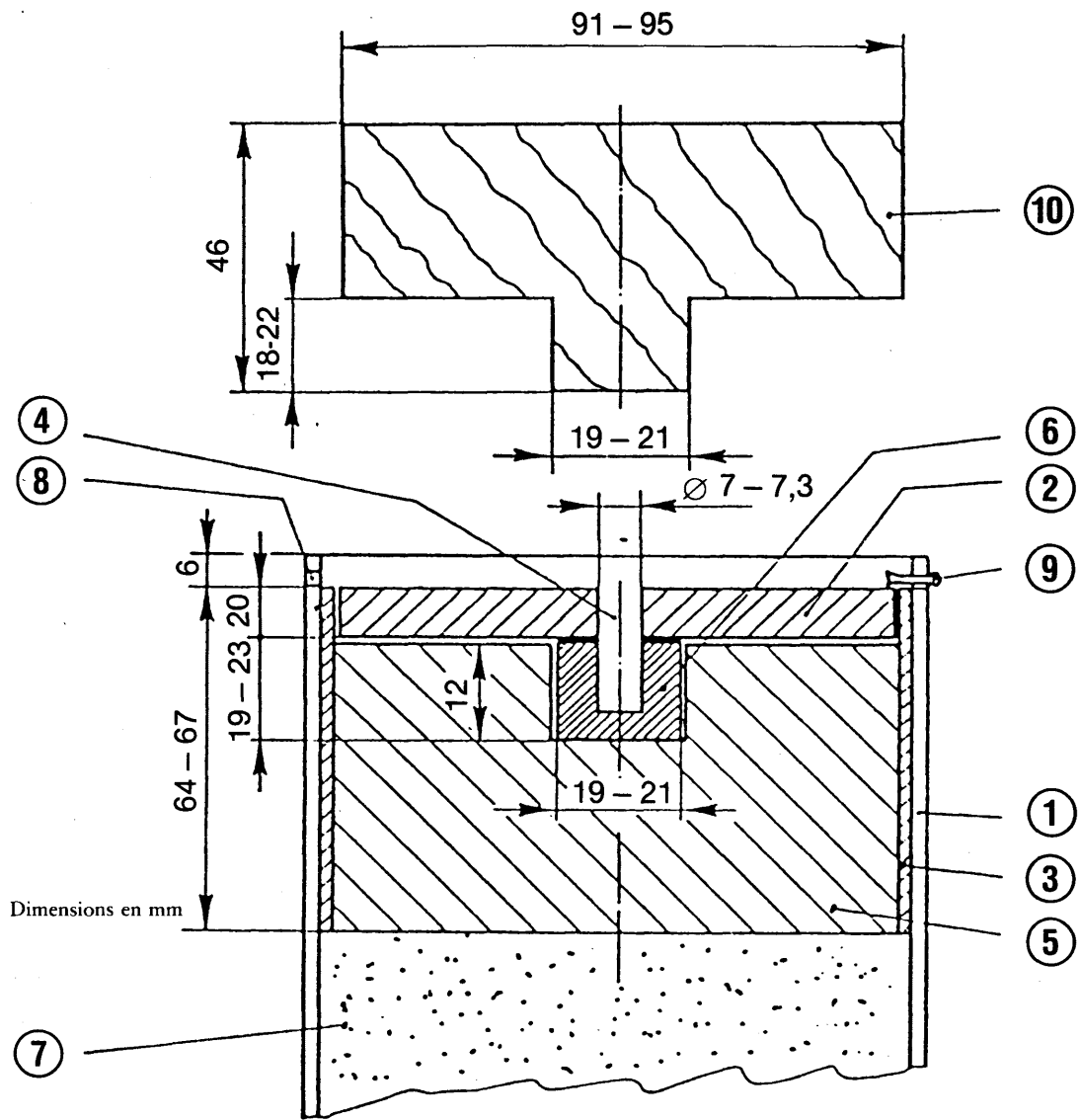
Charge d'amorçage à 7 points de mise à feu



- | | |
|---|---|
| ① Tube d'acier | ⑥ Échantillon |
| ② Disque en bois pourvu de sept trous | ⑦ Trou \varnothing 4 mm pour goupillé |
| ③ Manchon en matière plastique ou en carton | ⑧ Goupille |
| ④ Brins de cordeau détonant | ⑨ Tige en bois entourée de ④ |
| ⑤ Plastic | ⑩ Bande adhésive pour fixation de ④ autour de ⑨ |

Figure 2

Charge d'amorçage à mise à feu centrale



- ① Tube d'acier
- ② Disque en bois
- ③ Manchon en matière plastique ou en carton
- ④ Tige en bois
- ⑤ Plastic
- ⑥ Comprimé d'explosif
- ⑦ Échantillon
- ⑧ Trou \varnothing 4 mm pour goupille ⑨
- ⑨ Goupille
- ⑩ Forme en bois pour ⑤

Figure 3

Disposition du tube d'acier au site de tir

