

31987L0094

1987.2.7.

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

L 38/1

A BIZOTTSÁG IRÁNYELVE

(1986. december 8.)

a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák jellemzőinek, határértékeinek és robbanékonyságának ellenőrzését szabályozó eljárásokra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről

(87/94/EGK)

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyákra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1980. július 15-i 80/876/EGK tanácsi irányelvre⁽¹⁾ és különösen annak 8. cikkére,

tekintettel a műtrágyákra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1975. december 18-i 76/116/EGK tanácsi irányelvre⁽²⁾ és különösen annak 9. cikke (2) bekezdésére,

mivel a 80/876/EGK irányelv rendelkezik a kérdéses műtrágyák robbanékonysági vizsgálatáról, jellemzőiről és határértékeiről; mivel az említett irányelv 8. cikke előírja, hogy az ellenőrzés, az elemzés és a vizsgálat módszereit a 76/116/EGK irányelv 11. cikkének megfelelően kell megállapítani;

mivel a 76/116/EGK irányelv előírja a közösségi műtrágyák hivatalos ellenőrzését annak érdekében, hogy ellenőrizni lehessen a műtrágyák minőségére és összetételére vonatkozó közösségi rendelkezésekből fakadó követelményeknek való megfelelést;

mivel tekintettel a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák sajátos természetére és az ebből következő közbiztonsági, közegészségügyi és munkavédelmi követelményekre, szükségesnek tűnt további közösségi szabályokat megállapítani e műtrágyák vonatkozásában;

mivel az egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák esetében a közösségi műtrágyák hivatalos ellenőrzés céljából történő mintavétele és vizsgálata a 79/138/EGK irányelvvel⁽³⁾ módosított 77/535/EGK bizottsági irányelvben⁽⁴⁾ leírt módszereknek megfelelően történik;

mivel ugyanezen eljárásnak megfelelően a termikus ciklusok száma, amelyeknek a 80/876/EGK irányelv II. mellékletében előírtak szerint a mintát alá kell vetni a robbanékonysági vizsgálatot megelőzően, valamint a nehézfémek határértéke ugyanezen irányelv I. mellékletében előírtak szerint került megállapításra;

mivel a leírt, zárt termikus ciklusok módszere úgy tekinthető, hogy megfelelő módon szimulálja a 80/876/EGK irányelv alkalmazási körén belül figyelembe veendő körülményeket; mivel ugyanakkor e módszer szükségszerűen nem szimulálja a vízi úton történő ömlesztett szállítás esetében esetlegesen felmerülő összes körülményt;

mivel az ezen irányelv által előírt intézkedések összhangban vannak a műtrágya-kereskedelem technikai akadályainak felszámolásáról szóló irányelveknek a műszaki fejlődéshez történő hozzáigazításáért felelős bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

(1) A tagállamok megtesznek minden szükséges intézkedést annak biztosítására, hogy a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák a 80/876/EGK irányelvben előírt hivatalos ellenőrzés céljából történő ellenőrzését, elemzését és vizsgálatát ennek az irányelvnek a II. és III. mellékletében leírt módszereknek megfelelően hajtsák végre.

⁽¹⁾ HL L 250., 1980.9.23., 7. o.

⁽²⁾ HL L 24., 1976.1.30., 21. o.

⁽³⁾ HL L 213., 1977.8.22, 1. o.

⁽⁴⁾ HL L 39., 1979.2.14., 3. o.

- (2) Az I. melléklet rögzíti:
- a megengedhető legmagasabb nehézfém tartalmat,
 - a robbanékonysági vizsgálatnak alávetett minták esetében kötelezően alkalmazandó termikus ciklusok számát.

2. cikk

- (1) A tagállamok meghozzák azokat az intézkedéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek legkésőbb 1987. december 31-ig megfeleljenek. Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.
- (2) A tagállamok közlik a Bizottsággal nemzeti joguknak azokat a rendelkezéseit, amelyeket az ezen irányelv által szabályozott területen fogadnak el.

3. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 1986. december 8-án.

a Bizottság részéről
COCKFIELD
alelnök

I. MELLÉKLET

1. **A nehézfémek határértékei a 80/876/EGK tanácsi irányelv I. melléklete 6. pontjának megfelelően.**
 - 1.1. A réztartalom maximum 10 mg/kg lehet.
 - 1.2. A többi nehézfém számára nincs határérték meghatározva.
2. **A termikus ciklusok száma a 80/876/EGK tanácsi irányelv II. mellékletének megfelelően.**

Az alkalmazandó termikus ciklusok száma öt.

II. MELLÉKLET

A TANÁCS 80/876/EGK IRÁNYELVÉNEK I. ÉS II. MELLÉKLETÉBEN MEGHATÁROZOTT HATÁRÉRTÉKEK-
NEK VALÓ MEGFELELÉS ELLENŐRZÉSÉT SZOLGÁLÓ MÓDSZEREK

1. MÓDSZER. A TERMIKUS CIKLUSOK ALKALMAZÁSÁNAK MÓDSZEREI

1. Cél és alkalmazási kör

Ez a dokumentum meghatározza az olaj-visszatartási és robbanékonysági vizsgálat végrehajtása előtti termikus ciklusok alkalmazására vonatkozó eljárásokat a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák esetében.

2. A 80/876/EGK tanácsi irányelv I. mellékletében említett termikus ciklusok

2.1. Alkalmazási kör

Ez az eljárás a műtrágya olajvisszatartásának meghatározása előtt alkalmazott termikusciklus-eljárásra vonatkozik.

2.2. Alapelv és fogalom meghatározás

A vizsgálati minta felmelegítése normális hőmérsékletre 50 °C-os hőmérsékletre és e hőmérsékleten való tartása két órán keresztül (50 °C-os fázis); a minta lehűtése 25 °C-ra és e hőmérsékleten való tartása két órán keresztül (25 °C-os fázis).

A két egymást követő 50 °C-os és 25 °C-os fázis alkot egy termikus ciklust.

Két termikus ciklus elvégzése után a mintát 20 (± 3) °C-os hőmérsékleten kell tartani az olajvisszatartás meghatározása céljából.

2.3. Eszközök

Szokásos laboratóriumi eszközök, különösen:

- 25 (± 1), illetve 50 (± 1) °C-on termosztált vízfürdők,
- Erlenmeyer-lombikok egyenként 150 ml-es befogadóképességgel.

2.4. Eljárás

Az egyes 70 (± 5) grammos vizsgálati mintákat helyezük egy Erlenmeyer-lombikba, amelyet dugóval zárunk le.

Az egyes lombikokat helyezük át minden két órában az 50 °C-os fürdőből a 25 °C-os fürdőbe és vizont.

Az egyes fürdőkben a víz hőmérsékletét tartjuk állandó értéken, valamint a vizet tartjuk gyors keveréssel mozgásban annak érdekében, hogy a vízszint a minta szintje felett legyen. A dugót a kondenzációtól habgumi kupakkal védjük meg.

3. A 80/876/EGK tanácsi irányelv II. mellékletének vonatkozásában alkalmazandó termikus ciklusok

3.1. Alkalmazási kör

Ez az eljárás a robbanékonysági vizsgálat előtti termikus ciklusos vizsgálatra vonatkozik.

3.2. Alapelv és fogalom meghatározás

Vízálló tartályban a mintát a környezeti hőmérsékletre melegítjük fel 50 °C-ra és tartjuk ezen a hőmérsékleten egy órán keresztül (50 °C-os fázis). Ezután a mintát hűtsük le 25 °C-ra, és tartjuk ezen a hőmérsékleten egy órán keresztül (25 °C-os fázis). Az 50 °C-os és a 25 °C-os fázis egymás utáni kombinációja alkot egy termikus ciklust. A megfelelő számú termikus ciklus után a mintát tartjuk 20 (± 3) °C-os hőmérsékleten a robbanékonysági vizsgálat végrehajtásáig.

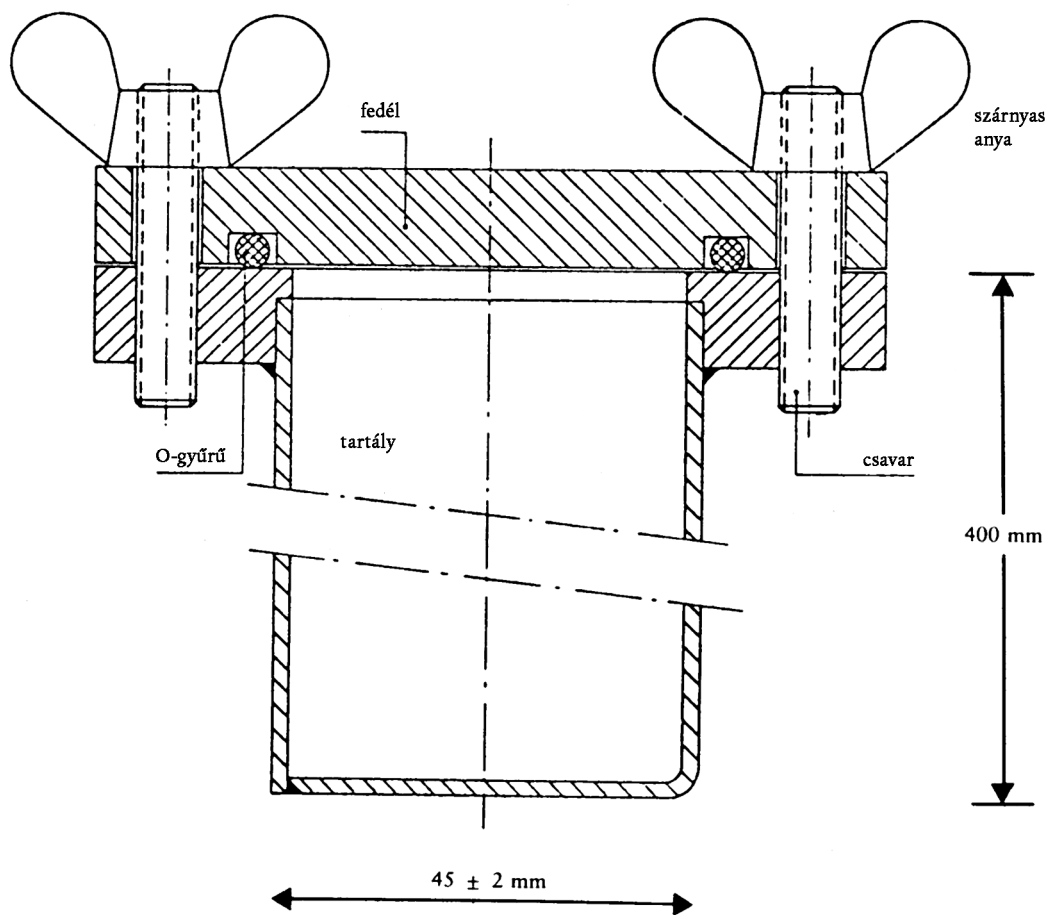
3.3. Eszközök

- 20 és 51 °C között termosztált vízfürdő, amelynek minimális melegedési és hűlési teljesítmény legalább 10 °C/h, vagy két vízfürdő, amelyek közül az egyik 20 °C-on termosztált, a másik 51 °C-on. A vizet a vízfürdő(k)ben folyamatosan kell keverni; a vízfürdő mennyiségének elég nagynek kell lennie ahhoz, hogy biztosítsa a víz megfelelő áramlását.

- Rozsdamentes acéltartály, amely mindenütt vízálló és a közepén termoelemmel van ellátva. A tartály külső szélessége $45 (\pm 2)$ mm, falvastagsága 1,5 mm (lásd az 1. ábrát). A tartály magassága és hosszúsága a vízfürdő mennyiségének megfelelően választható meg, pl. a hosszúság 600 mm, a magasság 400 mm.

3.4. Eljárás

Helyezzünk egy robbanáshoz megfelelő mennyiségű műtrágyát a tartályba, és zárjuk le a fedelét. Helyezzük a tartályt a vízfürdőbe. Melegítsük fel a vizet $51\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ra, és mérjük meg a hőmérsékletet a műtrágya közepén. Egy órával azután, hogy a hőmérséklet a középpontban elérte az $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ -t, a vizet hűtsük le. Egy órával azt követően, hogy a hőmérséklet a középpontban $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ra süllyedt, a vizet újra melegítsük fel a második ciklus megkezdéséhez.



1. ábra

2. MÓDSZER. AZ OLJVISSZATARTÁS MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a dokumentum eljárást ír elő a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák olajviszatarthatóságának meghatározására vonatkozóan.

A módszer alkalmazható mind szemcsézett, mind granulált műtrágyáknál, amelyek nem tartalmaznak olajban oldódó anyagokat.

2. Fogalommeghatározás

A műtrágya olajviszatarthatása: a műtrágya által visszatarthatott olaj tömegszázalékban kifejezett mennyisége meghatározott működési feltételek között.

3. Alapelv

A vizsgálati mennyiség meghatározott időre teljes bemelegítésre kerül gázolajba, amit a főlös olaj meghatározott feltételek mellett történő eltávolítása követ. Ezután a vizsgált anyagmennyiség tömegnövekedésének mérése következik.

4. Reagens

Gázolaj

Maximális viszkozitás: 5 mPas 40 °C-on.

Sűrűség: 0,8 és 0,85 g/ml között 20 °C-on.

Kéntartalom: ≤ 1,0 % (tömegszázalék)

Hamu: ≤ 0,1 % (tömegszázalék)

5. Eszközök

Szokásos laboratóriumi felszerelés:

- 5.1. 0,01 gramm pontosságú mérleg
- 5.2. 500 ml űrtartalmú főzőpoharak.
- 5.3. Műanyagból készült tölcser, lehetőleg henger alakú fallal a felső végénél, az átmérő megközelítőleg 200 mm.
- 5.4. A tölcserbe (5.3.) illő vizsgálati szita, lyukméret 0,5 mm.

Megjegyzés: A tölcser és a szita méretének olyannak kell lennie, hogy csupán néhány szemcse legyen egymáson és az olaj könnyen eltávozhasson.
- 5.5. Gyors szűrőképességű szűrőpapír, kreppelt, puha, tömege 150 g/m².
- 5.6. Abszorbens kendő (laboratóriumi minőség).

6. Eljárás

- 6.0. Két különböző meghatározás történik gyors egymásutánban ugyanannak a vizsgálati mintának a különböző részletein.
- 6.1. A vizsgálati szita (5.4.) segítségével távolítsuk el a 0,5 mm-nél kisebb részecskéket. 0,01 gramm pontossággal mérjük ki 50 grammos mintát a főzőpohárba (5.2.). Adjunk megfelelő mennyiségű gázolajat (4. rész) úgy, hogy teljesen befedje a szemcséket, és óvatosan kevergessük, hogy az összes szemcse teljes felülete benedvesedjen. Fedjük be a főzőpoharat óraüveggel és hagyjuk állni egy órán keresztül 25 (± 2) °C-on.
- 6.2. Szűrjük meg a főzőpohár teljes tartalmát a vizsgálati szitával (5.4.) ellátott tölcseren keresztül (5.3). Hagyjuk a szitán a fennmaradt mennyiséget egy órán keresztül, hogy a főlösleges olaj legnagyobb része eltávozhasson.
- 6.3. Egy sima felületen fektessünk két szűrőpapírt (5.5.) (500×500 mm) egymásra; hajtsuk mindkét szűrőpapír négy szélét felfelé körülbelül 40 mm szélességben, hogy ez megakadályozza a szemcsék leszóródását. Helyezzünk két réteg abszorbens kendőt a szűrőpapírok közé. Öntsük ki a szita (5.4.) teljes tartalmát az abszorbens anyagra, és puha, sima ecsettel osszuk el egyenletesen a szemcséket. Két perc elteltével emeljük fel az abszorbens kendők egyik oldalát, hogy a szemcsék átkerüljenek az alul lévő szűrőpapírokra, és osszuk el egyenletesen a szemcséket az ecsettel. Helyezzünk egy másik szűrőpapírt a mintára – hasonlóan felfelé hajtott szélekkel – és körkörös mozdulatokkal, gyenge nyomást gyakorolva görgessük a szemcséket a szűrőpapírok között. Minden nyolcadik kör után tartsunk szünetet, hogy felemelhessük a szűrőpapírok szemben lévő oldalait, és hogy a szélre került szemcsék visszakerüljenek középre. Alkalmazzuk a következő eljárást: végezzünk négy teljes körzést, először az óramutató járásával megegyezően, majd az óramutató járásával ellenkezően. Ezután görgessük vissza a szemcséket a fent leírt módon. Ezt az eljárást háromszor ismételjük meg (24 körzés, a szélek kétszer kerülnek felemelésre). Óvatosan helyezzünk új szűrőpapírt az alsó és a felette lévő lap közé és a felső lap szélét felemelve engedjük a szemcséket legurulni az új lapra. Borítsuk be a szemcséket új szűrőpapírral és ismételjük meg a fent leírt eljárást. Közvetlenül a görgetés után öntsük a szemcséket kitarázott edénybe, és a visszatartott gázolaj tömegének meghatározásához újra mérjük meg 0,01 gramm pontossággal.

6.4. A görgetési eljárás megismétlése és újbóli mérés

Ha a visszatartott gázolaj mennyisége a vizsgálati anyagban meghaladja a 2,00 grammot, helyezzük a vizsgálati anyagot új szűrőpapírokra, és ismétljük meg a görgetési eljárást a sarkokat a 6.3. résznek megfelelően felemelve (kétszer nyolc körzés, egy felemelés). Ezután mérjük meg újra a vizsgálati mennyiséget.

7. Az eredmények megadása

7.1. A számítás módja és a képlet

Az olajvisszatartás mértékét az egyes meghatározások esetében (6.0.) a megszárt vizsgálati anyagmennyiség tömegszázalékában kifejezve a következő egyenlet adja meg:

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

ahol:

m_1 a szárt vizsgálati tétel (6.1.) tömege grammban kifejezve;

m_2 a 6.3., illetve a 6.4. résznek megfelelő vizsgálati tétel tömege grammban kifejezve az utolsó mérés alapján.

Eredményként a két külön végzett meghatározás számtani közepét vegyük.

3. MÓDSZER. AZ ÉGHETŐ ÖSSZETEVŐK MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a dokumentum eljárást ír le a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák éghetőanyag-tartalmának meghatározására.

2. Alapelv

A szervesen töltőanyagok által termelt szén-dioxidot előzetesen savval eltávolítjuk. A szerves összetevőket krómsav/kénsav keverék segítségével oxidáljuk. A képződött szén-dioxidot bárium-hidroxid oldatban abszorbeáljuk. A csapadékot sósavoldatban oldjuk fel és nátrium-hidroxid oldattal történő visszatitrálással mérjük.

3. Reagensek

3.1. Analitikai minőségű króm-trioxid Cr_2O_3 ;

3.2. Kénsav, sűrűség 20 °C-on = 1,83 g/ml: 60 térfogatszázalék

töltsünk 360 ml vizet egy egyliteres főzőpohárba, és óvatosan adjunk hozzá 640 ml kénsavat.

3.3. Ezüst-nitrát: 0,1 M-os oldat;

3.4. Bárium-hidroxid:

mérjük ki 15 gramm bárium-hidroxidot ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), és teljesen oldjuk fel forró vízben. Hagyjuk kihűlni, és töltsük át egy egyliteres lombikba. Töltsük fel a jelég, és keverjük össze. Szűrjük át redős szűrőpapíron.

3.5. Sósav: 0,1 M-os standard oldat;

3.6. Nátrium-hidroxid: 0,1 M-os standard oldat;

3.7. Tetrabróm-szulfotalein: 0,4 gramm/literes vizes oldat;

3.8. Fenoltalein: 2 gramm/liter-es oldata 60 térfogatszázalékos etanolban;

3.9. Nátrium-karbonát: részecskeméret 1,0 és 1,5 mm között;

3.10. Frissen forralt, ioncserélt víz a szén-dioxid eltávolításához.

4. Eszközök

4.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés, különösen:

- 15 ml kapacitású szűrőtégely zsugorítottüveg-lemezzel; a lemez átmérője: 20 mm; teljes magasság: 50 mm; porozitás 4 (pórusátmérő 5 és 15 μm között),
- 600 ml-es főzőpohár.

4.2. Sűrítettnitrogén-adagoló.

4.3. A berendezés a következő alkatrészekből áll, és lehetőség szerint csiszolt csuklós csőegyesítéssel kerül összeszerelésre (lásd a 2. ábrát).

4.3.1. Körülbelül 200 mm hosszú és 30 mm átmérőjű, nátrium-karbonáttal (3.9.) töltött abszorpciós cső (A), amelyet üvegszálas tömítés tart a helyén.

4.3.2. Oldalcsővel ellátott és gömbölyű aljú 500 ml-es reakciós lombik (B).

4.3.3. Körülbelül 150 mm Vigreux frakcionálóoszlop (C').

4.3.4. dupla felületű kondenzáló (C), 200 mm hosszú.

4.3.5. Drechsel-palack (D), amely az esetlegesen desztillálódó, felesleges sav felfogására szolgál.

4.3.6. jégfürdő a Drechsel-palack hűtésére (E).

4.3.7. Két darab 32 és 35 mm közötti átmérőjű F_1 és F_2 abszorpciós edény, amelynek gázelosztó vezetéke 10 mm-es, alacsony porozitású, zsugorítottüveg-lemezt tartalmaz.

4.3.8. G szívópumpa és szíváyszabályozó készülék, amely T üvegidomot tartalmaz az áramlási körbe helyezve, és amely elem szabad vége egy csavarszorítóval ellátott rövid gumicsövön keresztül a finom hajszálcsőhöz csatlakozik.

Figyelmeztetés:

Forrásban lévő krómsav oldat használata csökkentett nyomás alatt levő készülékben veszélyes művelet, és megfelelő óvintézkedések megtételét igényli.

5. Eljárás

5.1. Mintavétel vizsgálat céljára

Mérjük ki körülbelül 10 gramm ammónium-nitrátot 0,001 gramm pontossággal.

5.2. A karbonátok eltávolítása

Helyezzük a vizsgálandó mintát a B. reakciós lombikba. Adjunk hozzá 100 ml H_2SO_4 -et (3.2.). Környezeti hőmérsékleten a szemcsék körülbelül 10 perc alatt feloldódnak. Állítsuk össze a készüléket a rajzon látható módon: csatlakoztassuk az abszorpciós cső (A) egyik végét a nitrogénforráshoz (4.2.) egy köráramú szerelvényen keresztül, amely 5 és 6 mm közötti higanyt tartalmaz, a másik végét pedig a reakciós lombikba vezető tápcsőhöz. Helyezzük a Vigreux frakcionálóoszlopot (C') és a hűtővíz-adagolót tartalmazó kondenzátort (C) megfelelő helyzetbe. Állítsuk be a nitrogént úgy, hogy mérsékelten áramoljon az oldaton keresztül, forraljuk fel az oldatot és hevítsük két percig. Ennek az időnek a lejártával már nem szabad buborékolásnak fennállnia. Amennyiben buborékok figyelhetők meg, folytassuk a hevítést további harminc percig. Hagyjuk az oldatot legalább 20 percig hűlni, miközben a nitrogén tovább áramlik rajta keresztül.

Fejezzük be a készülék a rajz szerinti összeszerelését úgy, hogy a kondenzáló csövet a Drechsel-palackhoz (D), a palackot pedig az F_1 és F_2 abszorpciós edényhez csatlakoztatjuk. Az összeszerelési művelet alatt a nitrogénnek folyamatosan áramolnia kell az oldaton keresztül. Gyorsan adjunk 50 ml bárium-hidroxid oldatot (3.4.) az abszorpciós edények (F_1 és F_2) mindegyikébe.

Buborékoltassunk keresztül nitrogént körülbelül 10 percen át. Az oldatnak tisztának kell maradnia az abszorbereken. Amennyiben nem így lenne, a karbonátelvonó eljárást be kell állítani.

5.3. Oxidáció és abszorpció

Miután leszereltük a nitrogéntápcsövet, gyorsan vezessünk be 20 gramm króm-trioxidot (3.1.) és 6 ml ezüst-nitrát oldatot (3.3.) a reakciós lombik (B) oldalcsövén keresztül. Csatlakoztassuk a készüléket a szívópumpához, és állítsuk be úgy a nitrogénáramlást, hogy az F_1 és F_2 zsugorítottüveg-abszorbereken keresztül a buborékok állandó árama haladjon keresztül.

Hevítsük a reakciós lombikot (B), amíg a folyadék forrni kezd, és tartsuk forrásban másfél órán keresztül ⁽¹⁾. A nitrogénáramlás szabályozása miatt szükségesnek bizonyulhat a szívásszabályozó szelep (G) utánállítása, mivel lehetséges, hogy a vizsgálat alatt kicsapódott bárium-karbonát blokkolja a zsugorítottüveg-lemezeket. A művelet akkor kielégítő, ha az F₂ abszorberben lévő bárium-hidroxid oldat tiszta marad. Ellenkező esetben ismételjük meg a vizsgálatot. Hagyjuk abba a hevítést, és szedjük szét a készüléket. A bárium-hidroxid eltávolításához mossuk el mindegyik elosztót mind kívül, mind belül, és gyűjtsük össze a mosásterméket a megfelelő abszorberben. Helyezzük az elosztókat, egyiket a másik után egy 600 ml-es főzőpohárba, amelyet később a meghatározás során fogunk használni.

A zsugorítottüveg-tégelyt használva gyorsan szűrjük meg vákuum alatt először a az F₂, majd az F₁ abszorber tartalmát. Gyűjtsük össze a csapadékot az abszorberek vízzel (3.10.) történő átmosásával, és mossuk át a tégelyt az ugyanebből a vízből vett 50 ml-es mennyiséggel. Helyezzük a tégelyt a 600 ml-es főzőpohárba, és adjunk hozzá körülbelül 100 ml vizet. Vezessünk körülbelül 50 ml forralt vizet mindegyik abszorberbe, és öt percen át vezessünk nitrogént az elosztókon keresztül. Keverjük össze a vizet a főzőpohárból származóval. Ismételjük meg a műveletet még egyszer, hogy az elosztók átmosása alapos legyen.

5.4. *A szerves anyagból származó karbonátok mérése*

Adjunk öt csepp fenolftaleint (3.8.) a főzőpohár tartalmához. Az oldat színe pirosra változik. Titráljuk sósavval (3.5.), amíg a pirosas szín éppen eltűnik. Jól keverjük fel az oldatot a tégelyben, hogy biztosak legyünk benne, a piros szín nem tér vissza. Adjunk hozzá öt csepp tetrabrom-szulfotoaleint, és titráljuk sósavval, amíg az oldat színe sárgává nem válik. Adjunk hozzá további 10 ml sósavat.

Hevítsük az oldatot forráspontig és folytassuk a forralását legfeljebb egy percig. Gondosan ellenőrizzük, hogy ne maradjon csapadék a folyadékban.

Hagyjuk kihűlni, és titráljuk vissza nátrium-hidroxid oldattal (3.6).

6. **Vakpróba**

Hajtsunk végre vakpróbát ugyanezt az eljárást követve és az összes reagensből ugyanilyen mennyiséget használva.

7. **Az eredmények megadása**

A minta tömegszázalékában, szénként kifejezett éghetőanyag-tartalmat (C) a következő képlet adja meg

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

ahol:

E = a vizsgálat tétel tömege grammban kifejezve;

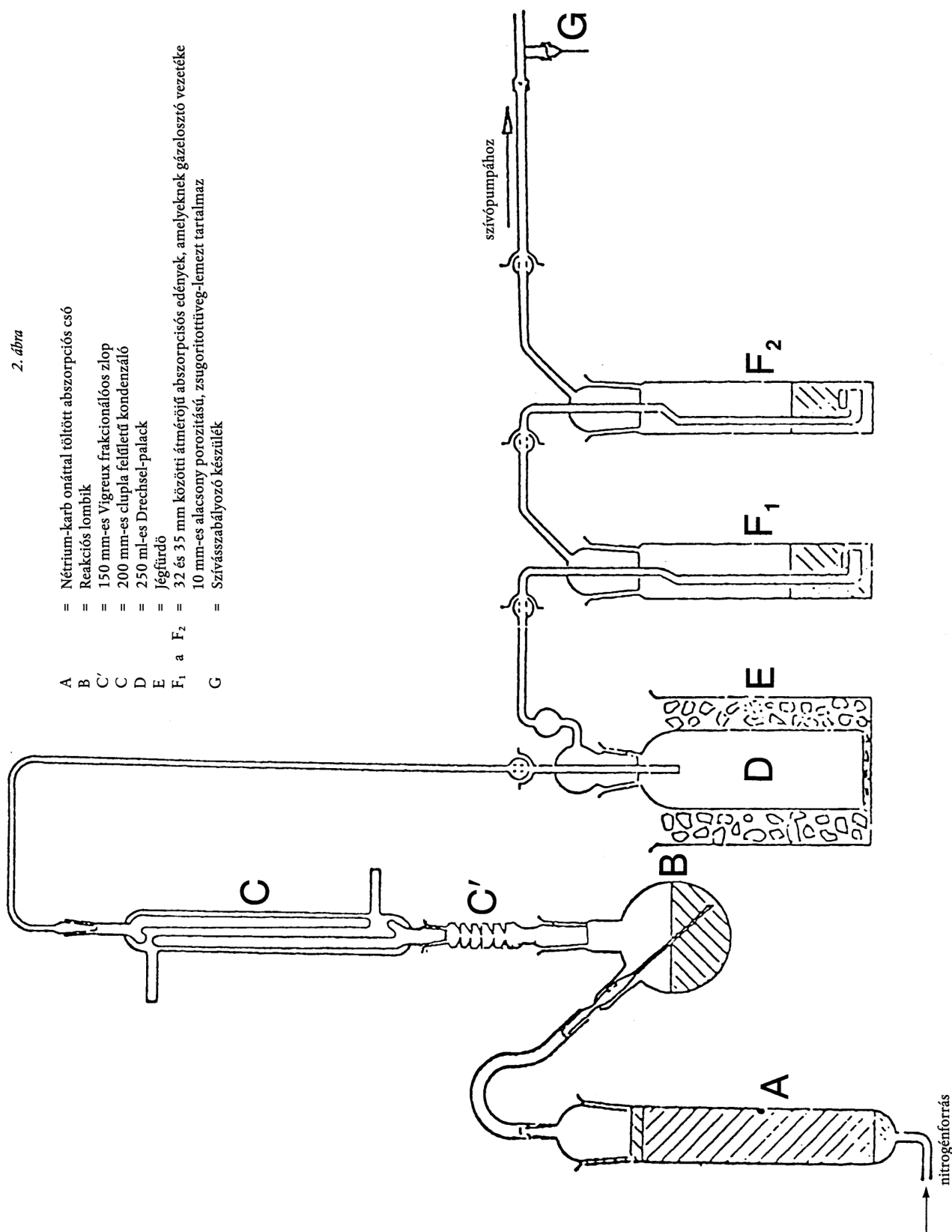
V₁ = a fenolftalein színében bekövetkezett változás után hozzáadott 0,1 M-os sósav teljes térfogata ml-ben kifejezve;

V₂ = a visszatitrálásra használt 0,1 M-os nátrium-hidroxid térfogata ml-ben kifejezve.

⁽¹⁾ Ezüst-nitrát katalizátor jelenlétében a szerves anyagok nagyobb részének esetében a másfél órás reakcióidő elégségesnek bizonyul.

2. ábra

- A = Néktrium-karb onáttal töltött abszorpciós cső
 B = Reakciós lombik
 C = 150 mm-es Vigreux frakcionálóoszlop
 C' = 200 mm-es clupla felületű kondenzáló
 D = 250 ml-es Drechsel-palack
 E = Jégfürdő
 F₁ a F₂ = 32 és 35 mm közötti átmérőjű abszorpciós edények, amelyeknek gázelosztó vezetéke
 G = 10 mm-es alacsony porozitású, zsugorítottüveg-lemezt tartalmazó Szívásabályozó készülék



4. MÓDSZER. A PH-ÉRTÉK MEGHATÁROZÁSA

1. **Cél és alkalmazási kör**

Ez a dokumentum a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágya oldatok pH-értékének mérési eljárását állapítja meg.

2. **Alapelv**

Az ammónium-nitrát oldat pH-értékének mérése pH-mérő segítségével.

3. **Reagensek**

Szén-dioxidtól mentes desztillált vagy ioncserélt víz.

3.1. *20 °C-on 6,88 pH-értékű pufferoldat*

Oldjunk fel $3,40 \pm 0,01$ gramm kálium-dihidrogén ortofoszfátot (KH_2PO_4) körülbelül 400 ml vízben. Azután oldjunk fel $3,55 \pm 0,01$ gramm dinátrium-hidrogén-ortofoszfátot (Na_2HPO_4) körülbelül 400 ml vízben. Veszteség nélkül töltsük át a két oldatot egy szabványos 1000 ml-es lombikba, töltsük fel a jelig és keverjük össze. Tartsuk ezt a folyadékot légmentes edényben.

3.2. *20 °C-on 4,00 pH-értékű pufferoldat*

Oldjunk fel $10,21 \pm 0,01$ gramm kálium-hidrogén-ftalátot ($\text{KHC}_3\text{O}_4\text{H}_4$) vízben, töltsük át veszteség nélkül egy szabványos 1000 ml-es lombikba, töltsük fel a jelölésig, és keverjük össze.

Tartsuk ezt a folyadékot légmentes edényben.

3.3. A kereskedelmi forgalomban beszerezhető pH-szabványoldatok használhatók.

4. **Eszközök**

Üveg- és kalomel- vagy ezzel egyenértékű elektródákkal felszerelt, 0,05 pH-egység érzékenységu pH-mérő.

5. **Eljárás**5.1. *A pH-mérő kalibrálása.*

Kalibráljuk a pH-mérőt (4) 20 (± 1) °C-on a (3.1.), (3.2.) vagy (3.3.) pufferoldatok használatával. Vezessünk az oldat felületére lassú nitrogénáramot, és ezt az áramot tartsuk fenn az egész vizsgálat során.

5.2. *Meghatározás*

Töltsünk 100,0 ml vizet 10 ($\pm 0,01$) grammnyi mintára egy 250 ml-es főzőpohárba. Távolítsuk el a nem oldható anyagokat szűrés, dekantálás vagy centrifugálás útján. Mérjük meg a tiszta oldat pH-értékét 20 (± 1) °C fokony ugyanazzal az eljárással, mint a mérő kalibrálásakor.

6. **Az eredmény kifejezése**

Fejezzük ki az eredményeket pH-egységekben 0,1 egység pontossággal, és tüntessük fel az alkalmazott hőmérsékletet.

5. MÓDSZER. A SZEMCSEMÉRET MEGHATÁROZÁSA

1. **Cél és alkalmazási kör**

Ez a dokumentum a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák szitavizsgálatának eljárását határozza meg.

2. Alapelv

A vizsgálati minta szitálása három egymásra illesztett szitából álló egységen kézzel vagy mechanikus módon történik. Az egyes szitákon fennmaradt anyag tömege rögzítésre kerül, és kiszámítják a megfelelő szitákon áthaladó anyag százalékos arányát.

3. Eszközök

- 3.1. 200 mm átmérőjű drótszövet vizsgálati sziták egyenként 2,0 mm-es, 1,0 mm-es és 0,5 mm-es lyukmérettel a szabványos méreteknak megfelelően. Egy-egy fedél és egy-egy gyűjtőtartály mindegyik szitához.
- 3.2. 0,1 gramm mérési pontosságú mérleg.
- 3.3. Mechanikus szitarázó (ha rendelkezésre áll), amely képes a vizsgálati minta mind függőleges, mind vízszintes irányú mozgására.

4. Eljárás

- 4.1. A mintát körülbelül 100 grammos reprezentatív részekre osztjuk.
- 4.2. Mérjük meg az egyik ilyen részt 0,1 gramm pontossággal.
- 4.3. Rendezzük el a szitából álló szitaegységet emelkedő sorrendben: gyűjtőedény, 0,5 mm-es, 1,0 mm-es, 2 mm-es, és helyezzük a lemért vizsgálati tételt a legfelső szitára. Illesszük a fedőt a felső szita tetejére.
- 4.4. Rázzuk fel kézzel vagy géppel, mind függőlegesen, mind vízszintesen mozgatva, és amennyiben a rázás kézzel történik, néha ütögetjük meg. Folytassuk ezt az eljárást 10 percig vagy amíg az egyes szitákon egy perc alatt áthaladó mennyiség kevesebb, mint 0,1 gramm.
- 4.5. Távolítsuk el sorban a szitákat és gyűjtjük össze az általuk felfogott anyagot, szükség esetén finom ecsettel seperjük le az anyagot a szita hátoldaláról.
- 4.6. Mérjük meg az egyes sziták által felfogott és az edényben összegyűlt anyagot 0,1 grammos pontossággal.

5. Az eredmények értékelése

- 5.1. Számoljuk ki az egyes összegyűjtött részek tömegértékét a résztömegértékek összegének százalékos arányában (nem az eredeti mennyiséghez viszonyított százalékos arányra).

Számoljuk ki a százalékos arányt a gyűjtőedényben (vagyis < 0,5 mm): A%

Számoljuk ki a százalékos arányt a 0,5 mm-es szitán fennmaradt anyag vonatkozásában: B%

Számoljuk ki az 1,0 mm-es lyukméretű szitán áthaladt anyag mennyiségét, ami (A + B)%

A résztömegek összegének az eredeti tömeg 2 %-án belül kell maradnia.

- 5.2. Legalább két külön elemzést kell elvégezni, és az A esetében az eredmények abszolút értékben nem térhetnek el 1,0 %-nál nagyobb mértékben, a B esetében pedig 1,5 %-nál nagyobb mértékben. Egyéb esetben ismételjük meg a vizsgálatot.

6. Az eredmények megadása

Rögzítsük a kétszeri méréssel kapott A és az A + B értékek középértékét.

6. MÓDSZER. A KLÓRTARTALOM (KLORIDIONKÉNT) MEGHATÁROZÁSA

1. Cél és alkalmazási terület

Ez a dokumentum a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák klórtartalmának (kloridionként való) meghatározására vonatkozó eljárást állapítja meg.

2. Alapelv

A vízben feloldott kloridionokat ezüst-nitráttal savas közegben potenciometrikus titrálással határozzuk meg.

3. Reagensok

Kloridionoktól mentes desztillált vagy ioncserélt víz.

- 3.1. Aceton
- 3.2. Koncentrált salétromsav (sűrűség 20 °C-on = 1,40 g/ml)
- 3.3. Ezüst-nitrát 0,1 M-os standard oldat. Ezt az oldatot barna üvegben tároljuk.
- 3.4. Ezüst-nitrát 0,004 M-os standard oldat – ezt az oldatot felhasználáskor készítjük el.
- 3.5. Kálium-klorid, 0,1 M-os referencia standard oldat. Mérjük ki 0,1 gramm pontossággal 3,7276 gramm analitikai minőségű kálium-kloridot, amelyet előzőleg kemencében 130 °C-on egy órán keresztül szárítottunk, majd exsikkátorban hűtöttünk le környezeti hőmérsékletre. Oldjuk fel kevés vízben, töltjük át az oldatot veszteség nélkül 500 ml-es standard lombikba, hígítsuk fel a jelig és keverjük fel.
- 3.6. Kálium-klorid, 0,004 M-os referencia standard oldat – ezt az oldatot felhasználáskor készítjük el.

4. Eszközök

- 4.1. Ezüst indikátorkatódos és kalomel referenciaelektrodos potenciométer, amelynek érzékenysége 2 mV, és –500-tól + 500 mV-ig használható.
- 4.2. Telített kálium-nitrát oldatot tartalmazó mérőhíd, amely a kalomelektrodához (4.1.) csatlakozik és amely a végein porózus dugaszokkal van ellátva.

Megjegyzés: A hídra nincs szükség, amennyiben ezüst- és higany(1)-szulfát elektrodát használunk.
- 4.3. Mágneses keverő, teflonbevonatú rúddal.
- 4.4. Finom végű, 0,01 ml-es osztásokkal ellátott mikrobüretta.

5. Eljárás

- 5.1. Az ezüst-nitrát oldat titerjének beállítása

Vegyünk 5,00 ml és 10,00 ml referencia kálium-klorid standard oldatot (3.6.) és töltjük két megfelelő méretű (például 250 ml-es), alacsony főzőpohárba. Végezzük el mindkét főzőpohár titrálását az alábbiak szerint.

Adjunk 5 ml-t a salétromsav oldatból (3.2.), 120 ml-t az acetontól (3.1.) és megfelelő mennyiségű vizet, hogy a teljes mennyiség nagyjából 150 ml legyen. Helyezzük a mágneses keverő (4.3.) rúdját a főzőpohárba, és indítsuk be a keverőt. Merítsük be az ezüstelektrodát (4.1.) és a mérőhíd (4.2) szabad végét az oldatba. Kössük össze az elektrodákat a potenciométerrel (4.1.), és miután meggyőződünk róla, hogy a készülék nullán áll, jegyezzük fel a kiinduló potenciál értékét.

Titráljunk a mikrobüretta (4.4.) használatával, először 4, illetve 9 ml ezüst-nitrát oldatot adagolva a használt szabvány referencia kálium-klorid standard oldatnak megfelelően. Folytassuk az adagolást 0,1 ml-es adagokban a 0,004 M-os oldatok és 0,05 ml-es adagokban a 0,1 M-os oldatok esetében. Az egyes hozzáadások után várjuk meg a potenciál stabilizálódását.

Egy táblázat első két oszlopába jegyezzük fel a hozzáadott mennyiségeket és a megfelelő potenciálértékeket.

A táblázat harmadik oszlopában jegyezzük fel az E potenciál egymás utáni növekményeit ($\Delta_1 E$). A negyedik oszlopban jegyezzük fel a potenciálnövekmények ($\Delta_1 E$) közötti negatív vagy pozitív különbségeket ($\Delta_2 E$). A titrálásnak akkor érünk a végére, amikor az ezüst-nitrát oldathoz hozzáadott 0,1 vagy 0,05 ml-es adag (V_1) a $\Delta_1 E$ -nek maximális értéket biztosít.

A reakció végének megfelelő ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) kiszámítására használjuk a következő képletet:

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

ahol:

V_0 az ezüst-nitrát oldat összes mennyisége ml-ben kifejezve, amely közvetlenül alacsonyabb annál a mennyiségnél, amely a $\Delta_1 E$ -nek maximális növekményt biztosít;

V_1 az ezüst-nitrát oldat utolsó hozzáadott adagjának (0,1 vagy 0,05 ml) mennyisége ml-ben kifejezve;

b a Δ_2E utolsó pozitív értéke;

B az utolsó pozitív és első negatív Δ_2E abszolút értékének összege (lásd a példákat az 1. táblázatban).

5.2. Vakpróba

Végezzünk vakpróbát, és vegyük figyelembe a végső eredmény kiszámolásánál.

A reagenseken végzett vakpróba V_4 eredményét ml-ben a következő képlet adja meg:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

ahol:

V_2 a használt kálium-klorid referencia standard oldat 10 ml-es titrált mennyiségének megfelelő ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) értéke ml-ben kifejezve;

V_3 a használt kálium-klorid referencia standard oldat 5 ml-es titrált mennyiségének megfelelő ezüst-nitrát oldat pontos mennyiségének (V_{eq}) értéke ml-ben kifejezve;

5.3. Ellenőrző próba

A vakpróba egyúttal annak ellenőrzésére is szolgál, hogy a készülék megfelelően működik és a vizsgálati eljárást helyesen hajtották végre.

5.4. Meghatározás

Vegyünk egy tételt a mintából 10 és 20 gramm közötti mennyiségben és mérjük meg 0,01 gramm pontossággal. Tegyük át veszteség nélkül egy 250 ml-es főzőpohárba. Adjunk hozzá 20 ml vizet, 5 ml salétromsav oldatot (3.2.), 120 ml acetont (3.1.) és annyi vizet, hogy a teljes mennyiség körülbelül 150 ml legyen.

Helyezzük a mágneses keverő (4.3.) rúdját a főzőpohárba, helyezzük a főzőpoharat a keverőre, és hozzuk mozgásba a keverőt. Merítsük bele az ezüstelektrodát (4.1.) és a mérőhid (4.2.) szabad végét az oldatba, kössük össze az elektrodákat a potenciométerrel (4.1.), majd miután meggyőződünk róla, hogy a készülék nullán áll, jegyezzük fel a kiinduló potenciál értékét.

Mikrobürettából (4.4.) 0,1 ml-es adagok hozzáadásával történő adagolással titráljunk az ezüst-nitrát oldattal. Az egyes hozzáadások után várjuk meg, amíg a potenciál stabilizálódik.

Folytassuk a titrást az 5.1.-ben meghatározott módon, a negyedik bekezdéstől kezdve: „Jegyezzük be a hozzáadott mennyiségeket és a megfelelő potenciálértékeket egy táblázat első két oszlopába...”

6. Az eredmények megadása

A vizsgálat eredményét a vizsgálatához kapott mintában található klór százalékos mennyiségként fejezzük ki.

A klór (Cl) százalékos mennyiségét a következő képlet alapján számoljuk ki:

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

ahol:

T a használt ezüst-nitrát oldat molaritása;

V_4 a vakpróba (5.2.) eredménye ml-ben kifejezve;

V_5 a V_{eq} ml-ben kifejezett értéke a meghatározásnak (5.4.) megfelelően;

m a vizsgálati tétel tömege grammal kifejezve.

1. táblázat

PÉLDA

Az ezüst-nitrát oldat mennyisége V	Potenciál E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176	35	
4,90	211	72	+ 37
5,00	283	23	- 49
5,10	306	13	- 10
5,20	319		

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

7. MÓDSZER. A RÉZ MEGHATÁROZÁSA

1. **Cél és alkalmazási kör**

Ez a dokumentum eljárást ír le a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák réztartalmának meghatározására.

2. **Alapelv**

A mintát hígított sósavban oldjuk fel és a réztartalmat atomabszorpciós spektrofotometriával határozzuk meg.

3. **Reagensek**

- 3.1. Sósav (sűrűség 20 °C-on = 1,18 g/ml).
- 3.2. Sósav, 6 M-os oldat.
- 3.3. Sósav 0,5 M-os oldat.
- 3.4. Ammónium-nitrát.
- 3.5. Hidrogén-peroxid, 30 %-os.
- 3.6. Rézoldat ⁽¹⁾ (törzsoldat): mérjük ki 0,001 gramm pontossággal 1 gramm tiszta rezet, oldjuk fel 25 ml 6 M-os sósav oldatban (3.2.), adjunk hozzá fokozatosan 5 ml hidrogén-peroxidot (3.5.), és hígítsuk fel 1 literre vízzel. Ebből az oldatból 1 ml 1000 µg rezet (Cu) tartalmaz.
- 3.6.1. Rézoldat (hígított): hígítsunk fel 10 ml törzsoldatot (3.6.) 100 ml-re vízzel, majd a kapott oldatból 10 ml-t hígítsunk fel újra 100 ml-re vízzel, a legvégén kapott oldat 1 ml-je 10 µg rezet (Cu) tartalmaz.

Ezt az oldatot közvetlenül a felhasználás előtt készítsük el.

4. **Eszközök**

Atomabszorpciós spektrométer rézlámpával (324,8 nm).

⁽¹⁾ A kereskedelemben kapható szabvány rézoldatot is használhatunk.

5. Eljárás

5.1. Az oldat előkészítése a vizsgálatra

Mérjük ki 0,001 gramm pontossággal 25 grammot a mintából, helyezük egy 400 ml-es főzőpohárba, óvatosan adjunk hozzá 20 ml sósavat (3.1.) (a szén-dioxidképződés miatt heves reakció jöhet létre). Szükség esetén adjunk hozzá még sósavat. Amikor a pezsgés abbamaradt, párologtassuk el egészen száraz állapotig, néha üvegpálcával kavargatva. Adjunk hozzá 15 ml 6 M-os sósav oldatot (3.2.) és 120 ml vizet. Keverjük meg az üvegpálcával, amelyet hagyjunk a főzőpohárban, és fedjük be a főzőpoharat óraüveggel. Forraljuk finoman az oldatot, amíg teljesen fel nem oldódik, majd hűtsük le.

Töltsük át veszteség nélkül az oldatot egy 250 ml-es, egy mérőskálával ellátott lombikba, a főzőpoharat 5 ml 6 M-os sósavval (3.2.) és kétszer 5 ml forrásban lévő vízzel kimosva. Töltsük fel a jelölésig 0,5 M-os sósavval (3.3.), és óvatosan keverjük össze.

Szűrjük át rézmentes szűrőpapíron⁽¹⁾ keresztül, az első 50 ml-t kiöntve.

5.2. Vakoldat

Készítsünk vakoldatot, amelyből csupán a mintát hagytuk ki. Ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításánál.

5.3. Meghatározás

5.3.1. A minta és a vakpróbaoldatok előkészítése

Oldjuk fel a mintaoldatot (5.1.) és a vakpróbára szánt oldatot (5.2.) 0,5 M-os sósav oldattal (3.3.), hogy a réz optimális koncentrációját kapjuk a spektrofotométer mérési tartományán belül. Rendes körülmények között hígításra nincsen szükség.

5.3.2. A kalibráló oldatok előkészítése

A 3.6.-os standard oldat 0,5 M-os sósav oldattal való feloldásával (3.3.) készítsünk legalább öt, a spektrofotométer optimális mérési tartományának (0-tól 5,0 mg/l Cu) megfelelő standard oldatot. Mielőtt feltöltenénk a jelölésig, adjunk mindegyik oldathoz ammónium-nitrátot (3.4.), hogy a koncentráció 10 tömegszázalék legyen.

5.4. Mérés

Állítsuk be a spektrofotométert (4) 324,8 nm hullámhosszra oxidáló levegő-acetilén láng használatával. Permetezzük egymás után háromszor: a kalibráló oldatot (5.3.2.), a mintaoldatot és a vakoldatot (5.3.1.), és a készüléket mindegyik permetezés előtt mossuk át desztillált vízzel. Szerkesszük meg a kalibrációs görbét az átlagos abszorpciók képességét az ordinátán, a hozzá tartozó, µg/ml-ben kifejezett rézkoncentrációkat pedig az abszcisszán jelölve.

A kalibrációs görbe segítségével határozzuk meg a rézkoncentrációt az utolsó mintában és a vakoldatban.

6. Az eredmények megadása

A vizsgálati minta súlyának, az elemzés során végrehajtott hígításoknak és a vakpróba értékének figyelembevételével számoljuk ki a minta réztartalmát. Az eredményt mg Cu/kg-ban fejezzük ki.

(¹) Whatman 541 vagy ezzel egyenértékű.

III. MELLÉKLET

A ROBBANÁSELLENÁLLÓ KÉPESSÉG MEGHATÁROZÁSA

1. **Cél és alkalmazási kör**

Ez a dokumentum eljárást állapít meg a magas nitrogéntartalmú, egyszerű ammónium-nitrát műtrágyák robbanékonyági képességének meghatározására.

2. **Alapelv**

A vizsgálati mintát acélcsőbe zárjuk, és detonációs lökésnek vetjük alá robbanásindító töltet segítségével. A robbanás szétterjedését, a csövet a vizsgálat alatt vízszintesen tartó ólomhengerek összenyomódásának mértékéből határozzuk meg.

3. **Anyagok**3.1. **Plasztik robbanóanyag, amely 83–86 % pentritet tartalmaz**

Sűrűség: 1500–1600 kg/m³

Detonációs sebesség: 7300–7700 m/s

Súly: 500 ± 1 gramm

3.2. **Hét hajlékony gyújtózsínórदारab nem fém hüvelyben**

Töltőszúly: 11–13 g/m

Az egyes zsinórok hossza: 400 ± 2 mm

3.3. **Másodlagos robbanóanyagból sajtolt pellet, mélyedéssel ellátva a detonátor befogadására.**

Robbanóanyag: hexogén/viasz 95/5, tetril vagy más hasonló másodlagos robbanóanyag hozzáadott grafittal vagy anélkül.

Sűrűség: 1500–1600 kg/m³

Átmérő: 19–21 mm

Magasság: 19–23 mm

Középső mélyedés a detonátor befogadására: átmérő 7–7,3 mm, mélység 12 mm

3.4. **ISO 65 – 1981 – nehéz sorozatban meghatározott varrat nélküli**

acélcső, nominális méret DN 100 (4')

Külső átmérő: 113,1–115,0 mm

Falvastagság: 5,0–6,5 mm

Hossz: 1005 (± 2) mm

3.5. **Alsó lemez**

Anyag: jó hegesztési minőségű acél

Méreték: 160 × 160 mm

Vastagság: 5–6 mm

3.6. **Hat ólomhenger**

Átmérő: 50 (± 1) mm

Magasság: 100–101 mm

Anyaguk: legalább 99,5 %-os tisztaságú finomított ólom

3.7. **Acéltömb**

Hosszúság: legalább 1000 mm

Szélesség: legalább 150 mm

Magasság: legalább 150 mm

Tömeg: legalább 300 kg, ha nincs stabil alap az acéltömb számára

3.8. **Műanyag- vagy kartonpapírhenger az indítótöltet számára**

Falvastagság: 1,5–2,5 mm

Átmérő: 92–96 mm

Magasság: 64–67 mm

3.9. Detonátor (elektromos vagy nem elektromos) 8-tól 10-ig terjedő iniciáló erővel

3.10. Falemez

Átmérő: 92–96 mm. Az átmérőnek illeszkednie kell az acélcső (3.4.) belső átmérőjéhez

Vastagság: 20 mm

3.11. A detonátorral (3.9.) egyező méretű farúd

3.12. Gombostű (maximális hosszúság: 20 mm), valamint tűzőgép

4. Eljárás

4.1. Az indítótöltet előkészítése az acélcsőbe való behelyezésre

A szükséges felszerelés meglététől függően két módszer közül választhatunk az indítótöltet robbanóanyagának beindításához.

4.1.1. Hétpontos egyidejű iniciálás

A használatra előkészített indítótöltetet az 1. ábra mutatja.

4.1.1.1. Fúrjunk lyukakat a falemezbe (3.10.) a lemez tengelyével párhuzamosan a középponton és hat lyukon keresztül, amelyek egy 55 mm átmérőjű koncentrikus kör mentén szimmetrikusan helyezkednek el. A lyukak átmérője a használt gyújtózsínór (3.2.) átmérőjétől függően 6 és 7 mm között legyen (ld. az 1. ábra A–B részét).

4.1.1.2. Vágjunk le hét, egyenként 400 mm-es darabot a hajlékony detonációs zsinórból (3.2.). Tiszta vágásokkal és a végék azonnali leragasztásával kerüljük el a robbanóanyag bárminemű veszteségét a végeknél. Dugjuk át a hét zsinórdarabot a falemez (3.10.) hét lyukán úgy, hogy a lemez másik oldalán néhány cm kiálljon a végükből. 5–6 mm-re az egyes zsinórdarabok végétől szúrjunk gombostűt (3.12.) átlósan a zsinórdarabok textilhüvelyébe, és használjunk ragasztót a zsinórdarabok külsején a gombostűk körüli 2 cm-es sávban. Végül húzzuk meg a zsinórok hosszabbik végét, hogy a gombostűk érintkezzenek a falemezzel.

4.1.1.3. Formáljuk a plasztik robbanóanyagot (3.1.) henger alakúra, amelynek átmérője a henger (3.8.) átmérőjétől függően 92 és 96 mm között van. Állítsuk ezt a hengert a talpára egy vízszintes felületen, és helyezzük bele a megformázott robbanóanyagot. Ezután helyezzük a hét gyújtózsínórt tartó falemezt⁽¹⁾ a henger tetejére és nyomjuk le, bele a robbanóanyagba. Állítsuk be úgy a henger magasságát (64 és 67 mm között), hogy a legfelső pereme ne legyen feljebb a fa szintjénél. Végül kapcsok használatával rögzítsük a hengert a falemezhez körben az egész kerületén.

4.1.1.4. Csoportosítsuk úgy a hét gyújtózsínór szabad végeit a farúd (3.11.) körül, hogy mind a rúdra merőleges síkba kerüljön. Ragasztószalaggal rögzítsük őket egy kötegbe a farúd körül⁽²⁾.

4.1.2. Központi iniciálás sajtolt pellettel

A használatra előkészített indítótöltetet a 2. ábra mutatja.

4.1.2.1. A sajtolt pellet előkészítése

A szükséges biztonsági intézkedések megtétele után helyezzünk 10 grammot a másodlagos robbanóanyagból (3.3.) egy 19 és 21 mm közötti átmérőjű formába és sajtoljuk össze a megfelelő alakra és sűrűsége.

(Az átmérő: magasság aránynak durván 1:1-nek kell lennie.)

A forma aljának közepén egy rögzítőpeceknek kell lennie, amely 12 mm magas 7,0–7,3 mm átmérőjű (a használt detonátor átmérőjétől függően), amely egy henger alakú mélyedést alakít ki a töltetben a detonátor későbbi behelyezéséhez.

4.1.2.2. Az indítótöltet előkészítése

Helyezzük a plasztik robbanóanyagot a hengerbe (3.8.), amely függőlegesen áll egyenletes felszínén, majd nyomjuk le a sajtolószerszámmal, hogy a robbanóanyag henger alakú formát kapjon a közepén mélyedéssel. Helyezzük be az összesajtolt pelletet ebbe a mélyedésbe. Egy falemezzel, amely középen 7,0–7,3 mm közötti méretű lyukat tartalmaz a detonátor behelyezésére, fedjük be a henger alakúra formált és az összesajtolt pelletet tartalmazó robbanóanyagot. Kereszt alakban ragasztószalaggal rögzítsük egymáshoz a falemezt és a hengert. Győződjünk meg róla, hogy a lemezbe fúrt lyuk és az összesajtolt pelletben lévő mélyedés a farúd behelyezésével közös tengelyűvé vált.

⁽¹⁾ A lemez átmérőjének minden esetben egyeznie kell a henger belső átmérőjével.

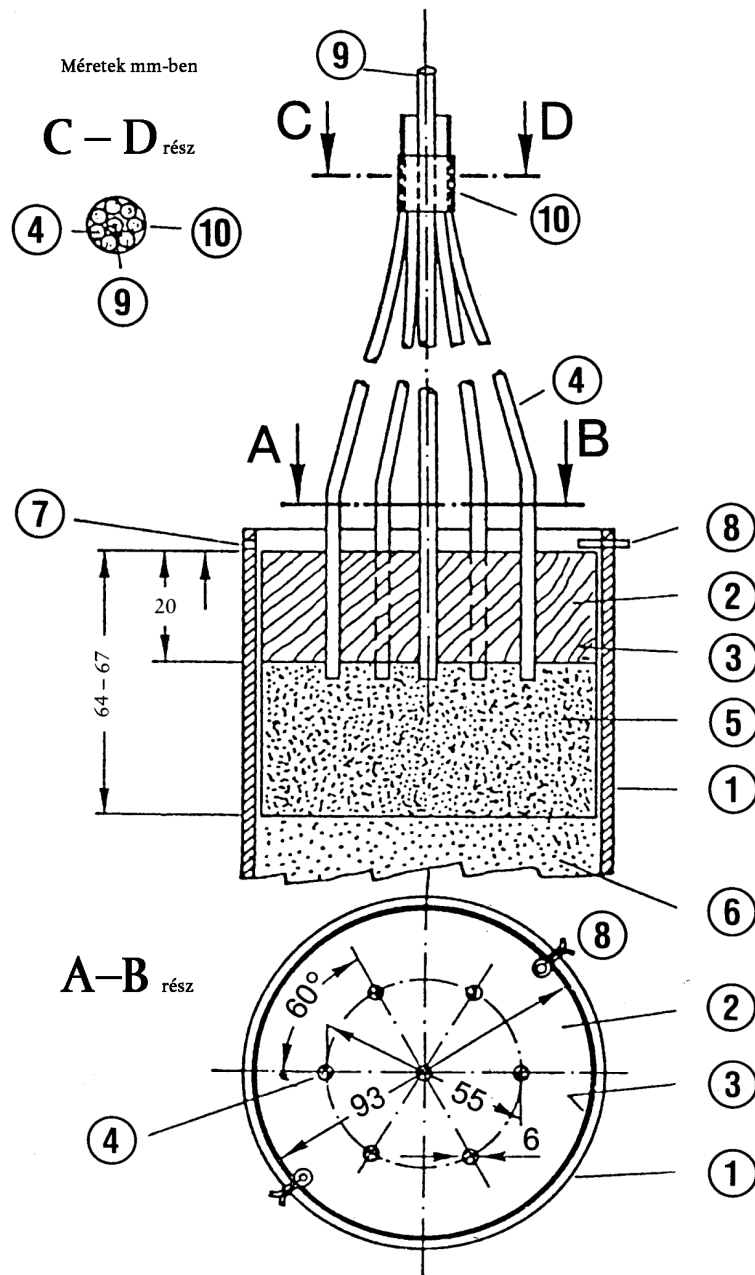
⁽²⁾ Megjegyzés: amíg a hat szélső, a kerületen elhelyezkedő zsinórnak feszesnek kell lennie az összeállítás után, a középső zsinórnak némileg lazának kell maradnia.

- 4.2. *Az acélcsövek előkészítése a robbanékonysági vizsgálatához*
- Az acélcső (3.4.) egyik végénél fúrjunk az oldalfalra merőlegesen két áttelnes helyen lévő 4 mm átmérőjű lyukat a széltől 4 mm-re.
- Rögzítsük hegesztés útján az alsó lapot (3.5.) a cső másik végéhez, teljesen kitöltve az alsó lap és a cső fala közötti derékszöget olvasztott fémmel a cső teljes kerülete körül.
- 4.3. *Az acélcső megtöltése és feltöltése*
- (Lásd az 1., 2. és 3. ábrát)
- 4.3.1. A vizsgálati mintát, az acélcsövet és az indítótöltetet $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ -ra kell kondicionálni. Két robbanékonysági vizsgálatához 16–18 kg vizsgálati anyag szükséges.
- 4.3.2. Állítsuk a csövet függőleges helyzetbe, hogy a négyzet alakú alsó fenéklemez szilárd, sima felületre, lehetőleg betonra támaszkodjon. Töltsük meg a csövet körülbelül magasságának egyharmadáig a vizsgálati mintával, és egymás után ötször ejtsük függőlegesen 10 cm-ről a földre, hogy a szemcséket vagy granulátumokat, amennyire csak lehetséges, összenyomjuk a csőben. Az összenyomás gyorsításának érdekében a leejtések között összesen 10-szer üssük meg az oldalfalat 750–1000 grammos kalapáccsal.
- Ismételjük meg ezt a töltési módszert a vizsgálati minta újabb körbeforgatásával. Végül további mennyiséget adagoljunk, hogy a cső 10-szer végzett felemelése és leejtése, valamint az összesen 20 közbülső kalapácsütés által végzett összenyomás után a töltet a nyílástól 70 mm-es távolságra töltse meg a csövet.
- Az acélcsőben a vizsgálati minta töltési magasságát úgy kell beállítani, hogy a később behelyezendő indítótöltet (4.1.1. vagy 4.1.2.) szoros érintkezésben legyen a mintával, annak teljes felületén.
- 4.3.3. Helyezzük be az indítótöltetet a csőbe úgy, hogy érintkezzen a mintával; a falemez felső felületének 6 mm-rel a cső vége alatt kell lennie. Kis mennyiségeknek a mintából való elvételével vagy a mintához való hozzáadásával gondoskodjunk róla, hogy a robbanóanyag és a vizsgálati minta megfelelően szoros érintkezésben legyen. Az 1. és 2. ábrán látható módon a cső nyitott végénél helyezzünk sasszegeket a lyukakon keresztül, hogy a két végük a csőre támaszkodjon.
- 4.4. *Az acélcső és az ólomhengerek elhelyezése*
- 4.4.1. Számozzuk meg az ólomhengerek alját (3.6.) 1-től 6-ig. Csináljunk hat jelölést egymástól 150 mm-re a vízszintes alapon nyugvó acéltömb (3.7.) középvonalán úgy, hogy az első jelölés legalább 75 mm-re legyen a tömb szélétől. Helyezzünk függőlegesen minden egyes jelölésre egy ólomhengert úgy, hogy az egyes hengerek aljának közepét a jelölésre állítjuk.
- 4.4.2. A 4.3. szerint előkészített acélcsövet fektessük le vízszintesen az ólomhengerekre oly módon, hogy a cső tengelye párhuzamos legyen az acéltömb középvonalával és a cső hegesztett vége 50 mm-rel nyúljon túl a 6. számú ólomhengeren. Hogy megakadályozzuk a cső legurulását, helyezzünk kisméretű faékeket az ólomhengerek és cső fala közé (egyet minden oldalra), vagy helyezzünk kereszt alakban fadarabokat a cső és az acéltömb közé.
- Megjegyzés: Győződjünk meg róla, hogy a cső érintkezik mind a hat ólomhengerrel; a cső felületének enyhe görbületét kiegyenlíthetjük a cső hosszanti tengelye körüli forgatásával; ha bármely ólomhenger túl hosszú lenne (100 mm), óvatosan ütögessük a kérdéses hengert kalapáccsal, ameddig kívánt magasságú nem lesz.
- 4.5. *Előkészület a robbantásra*
- 4.5.1. Állítsuk össze a készüléket a 4.4. szerint egy bunkerben vagy más megfelelően előkészített föld alatti helyen (pl. bányában vagy alagútban). Ügyeljünk arra, hogy az acélcső hőmérséklete a robbantás előtt $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ -on maradjon.
- Megjegyzés: Amennyiben a fenti robbantási helyek nem lennének biztosíthatóak, a művelet el lehet végezni egy fagerendákkal betakart, betonbélelésű gödörben. A robbanás hatására acélszilánkok csapódhatnak szét nagy mozgási energiával, ezért a robbantást lakott területtől vagy közforgalmú utaktól megfelelő távolságra kell végezni.
- 4.5.2. Ha hétpontos iniciálással ellátott indítótöltetet használunk, ügyeljünk arra, hogy a gyújtószinórokat a 4.1.1.4. ponthoz tartozó lábjegyzetben leírt módon feszítsük ki, és amennyire csak lehetséges, vízszintesen rendezzük el.
- 4.5.3. Végezetül távolítsuk el a farudat és tegyük be helyette a detonátort. A robbantást addig ne hajtsuk végre, ameddig a veszélyzónából nem evakuáltunk mindenkit és a vizsgálatot végző személyzet nem vonult védett helyre.
- 4.5.4. Robbantsuk fel a robbanóanyagot.
- 4.6. Hagyjunk elég időt, hogy a füst (gáznemű és esetleg mérgező bomlástermékek, például salétromos gázok) eloszoljon, azután gyűjtsük be az ólomhengereket, és mérjük meg magasságukat nóniuszos tolmércével.

- Jegyezzük fel az összes jelöléssel ellátott henger esetében az összenyomódás mértékét a 100 mm-es eredeti magasság százalékában kifejezve. Amennyiben a hengerek ferdén nyomódtak össze, mérjük meg a legkisebb és a legmagasabb értéket, és vegyük ezek középértékét.
- 4.7. Szükség esetén a robbanási sebesség folyamatos mérésére érzékelőt alkalmazhatunk; az érzékelőt a cső tengelyével egyező hosszanti irányban vagy az oldalfal mentén kell behelyezni.
- 4.8. Mintánként két robbantási vizsgálatot kell végrehajtani.
5. **Vizsgálati jelentés**
- Az egyes robbantási vizsgálatok vizsgálati jelentéseiben a következő paraméterek értékeit kell feltüntetni
- az acélcső külső átmérőjének és falvastagságának ténylegesen mért értéke,
 - az acélcső Brinell-keménysége,
 - a cső és a minta hőmérséklete közvetlenül a robbantás előtt,
 - az acélcsőben levő minta tényleges sűrűsége (kg/m^3),
 - az egyes ólomhengerek magassága a robbantás után, megadva a henger megfelelő sorszámát,
 - az indítótöltet iniciálásának módját.
- 5.1. *A vizsgálati eredmények értékelése*
- Amennyiben minden egyes robbantás esetén legalább egy ólomhenger összenyomódása nem haladja meg az 5 %-os értéket, a vizsgálatot bizonyító erejűnek kell tekinteni, és a minta megfelel a 80/876/EGK irányelv II. mellékletében foglalt követelményeknek.

1. ábra

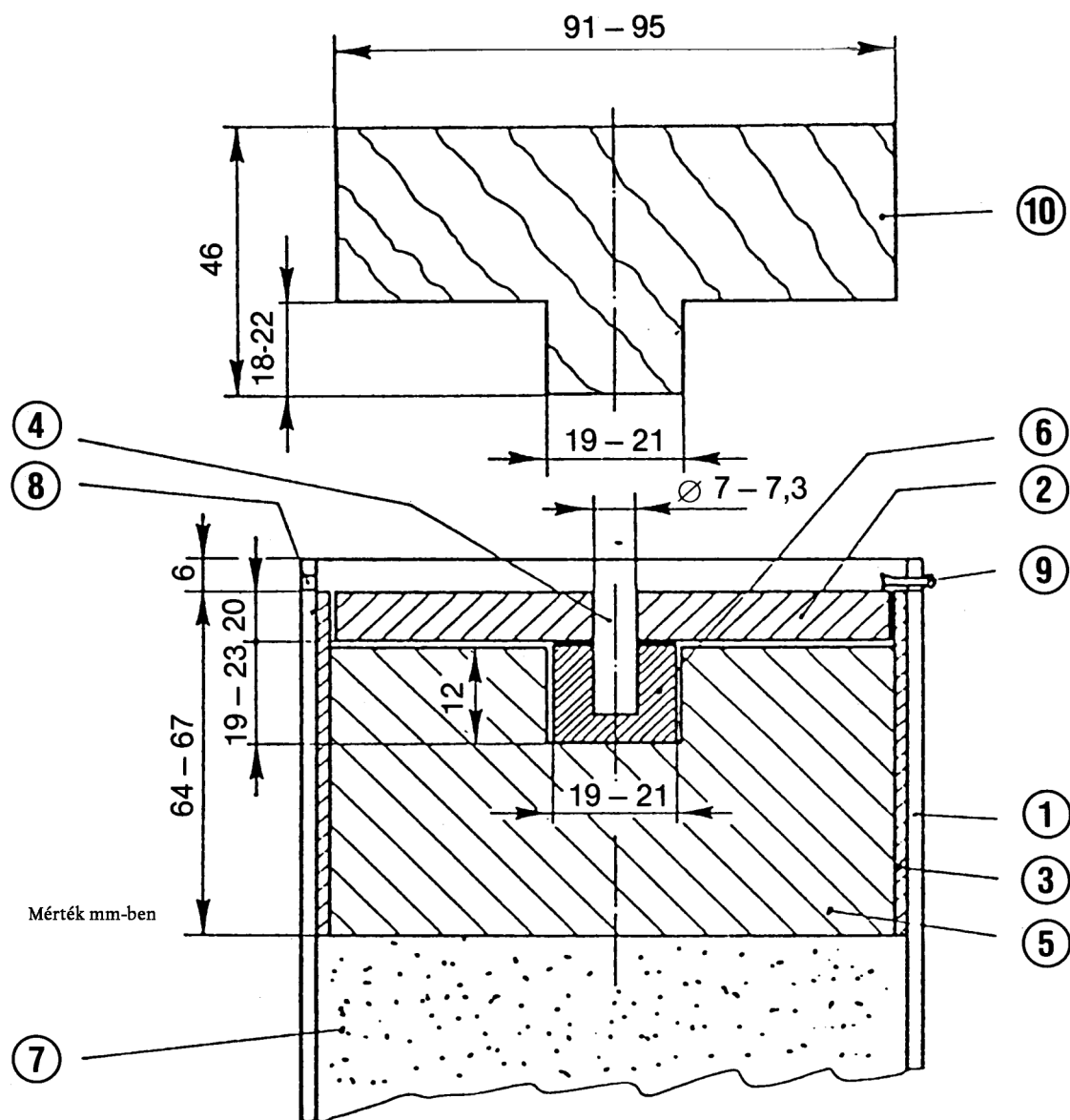
Indítótöltet hét pontos iniciálással



- | | |
|-----------------------------------|---|
| ① Acélcső | ⑥ Vizsgálati minta |
| ② Falemez hét lyukkal | ⑦ 4 mm átmérőjű fűrt lyuk a sasszeg befogására ⑧ |
| ③ Műanyag vagy kartonpapír henger | ⑧ Sasszeg |
| ④ Gyújtózsínórok | ⑨ A ④-essel körülvevő farúd |
| ⑤ Plasztik robbanóanyag | ⑩ Ragasztószalag a ④-es rögzítéséhez a ⑨-es körül |

2. ábra

Indítótöltet központi iniciálással



- | | |
|-----------------------------------|--|
| ① Acélcső | ⑥ Sajtoló pellet |
| ② Falemez | ⑦ Vizsgáló minta |
| ③ Műanyag vagy kartonpapír henger | ⑧ 4 mm átmérőjű fúrt lyuk a sasszeg befogására ⑨ |
| ④ Farúd | ⑨ Sasszeg |
| ⑤ Plasztik robbanóanyag | ⑩ Fa sajtolószerszám az ⑤ -öshöz |

3. ábra

Az acélcső elhelyezése a robbantási helyen

