

## II

(Atti per i quali la pubblicazione non è una condizione di applicabilità)

## COMMISSIONE

## DIRETTIVA DELLA COMMISSIONE

dell'8 dicembre 1986

per il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri relative alle procedure di controllo delle caratteristiche, dei limiti e della detonabilità di concimi semplici a base di nitrato di ammonio ad elevato titolo di azoto

(87/94/CEE)

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

vista la direttiva 80/876/CEE del Consiglio, del 15 luglio 1980, per il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri relative ai concimi semplici a base di nitrato d'ammonio ad elevato titolo di azoto<sup>(1)</sup>, in particolare l'articolo 8,

vista la direttiva 76/116/CEE del Consiglio, del 18 dicembre 1975, per il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri relative ai concimi<sup>(2)</sup>, in particolare l'articolo 9, paragrafo 2,

considerando che la direttiva 80/876/CEE prevede per i concimi che ne formano oggetto caratteristiche e limiti nonché una prova di detonabilità; che l'articolo 8 di detta direttiva prescrive che i metodi di controllo, di analisi e di prova devono essere stabiliti secondo la procedura di cui all'articolo 11 della direttiva 76/116/CEE;

considerando che la direttiva 76/116/CEE prevede controlli ufficiali dei concimi per verificare che le condizioni prescritte dalle disposizioni comunitarie in merito alla quantità e alla composizione dei concimi siano rispettate;

considerando che, data la natura particolare dei concimi semplici a base di nitrato d'ammonio ad elevato titolo di azoto e le esigenze che ne derivano in materia di sicurezza pubblica, salute e protezione dei lavoratori, è apparso necessario fissare norme comunitarie complementari per questi concimi;

considerando che nel caso dei concimi semplici a base di nitrato d'ammonio i prelievi di campioni e i metodi di analisi

per i controlli ufficiali dei concimi CEE sono effettuati conformemente alla direttiva 77/535/CEE della Commissione<sup>(3)</sup>, modificata dalla direttiva 79/138/CEE<sup>(4)</sup>;

considerando che con la stessa procedura è fissato il numero di cicli termici ai quali deve essere sottoposto il campione prima dell'esecuzione della prova di detonabilità in conformità dell'allegato II della direttiva 80/876/CEE nonché il valore limite per i metalli pesanti conformemente all'allegato I della stessa direttiva;

considerando che il metodo dei cicli termici chiusi descritto è considerato simulare sufficientemente le condizioni da prendere in esame nell'ambito del campo di applicazione della direttiva 80/876/CEE; che, ciò nonostante, tale metodo non simula necessariamente tutte le circostanze che possono verificarsi nel caso del trasporto alla rinfusa per via marittima;

considerando che le misure previste dalla presente direttiva sono conformi al parere del comitato per l'adeguamento al progresso tecnico delle direttive volte all'eliminazione degli ostacoli tecnici agli scambi nel settore dei concimi,

HA ADOTTATO LA PRESENTE DIRETTIVA:

*Articolo 1*

1. Gli Stati membri adottano tutte le misure necessarie per accertare che, in occasione dei controlli ufficiali dei concimi semplici a base di nitrato d'ammonio ad elevato titolo di azoto, previsti dalla direttiva 80/876/CEE, i metodi di controllo, di analisi e di prova siano applicati conformemente alle disposizioni degli allegati II e III della presente direttiva. —

<sup>(1)</sup> GU n. L 250 del 23. 9. 1980, pag. 7.

<sup>(2)</sup> GU n. L 24 del 30. 1. 1976, pag. 21.

<sup>(3)</sup> GU n. L 213 del 22. 8. 1977, pag. 1.

<sup>(4)</sup> GU n. L 39 del 14. 2. 1979, pag. 3.

2. Nell'allegato I sono fissati:
- il tenore ammissibile di metalli pesanti,
  - il numero prescritto di cicli termici cui sottoporre il campione destinato alla prova di detonabilità.

*Articolo 2*

1. Gli Stati membri adottano le misure necessarie per conformarsi alla presente direttiva al più tardi entro il 31 dicembre 1987. Essi ne informano immediatamente la Commissione.

2. Gli Stati membri comunicano alla Commissione il testo delle disposizioni di diritto interno che essi adottano nel settore disciplinato dalla presente direttiva.

*Articolo 3*

Gli Stati membri sono destinatari della presente direttiva.

Fatto a Bruxelles, l'8 dicembre 1986.

*Per la Commissione*

COCKFIELD

*Vicepresidente*

---

*ALLEGATO I*

1. **Limiti da applicare ai metalli pesanti in conformità al punto 6 dell'allegato I della direttiva 80/876/CEE.**
  - 1.1. Il tenore di rame non deve essere superiore a 10 mg/kg.
  - 1.2. Per gli altri metalli pesanti non viene fissato alcun limite.
  
2. **Numero di cicli termici in conformità all'allegato II della direttiva 80/876/CEE**

Il campione deve essere sottoposto a cinque cicli termici.

## ALLEGATO II

## METODI DI CONTROLLO DELLA CONFORMITÀ AI VALORI FISSATI DALL'ALLEGATO I DELLA DIRETTIVA 80/876/CEE

## METODO 1. METODO DI APPLICAZIONE DEI CICLI TERMICI

## 1. Oggetto e campo di applicazione

Il presente documento definisce i procedimenti da seguire per sottoporre il campione ai cicli termici che precedono l'esecuzione delle prove di ritenzione di olio e di detonabilità per i concimi semplici a base di nitrato d'ammonio ad elevato titolo di azoto.

## 2. Cicli termici di cui all'allegato I della direttiva 80/876/CEE

## 2.1. Oggetto e campo di applicazione

Il seguente procedimento si riferisce ai cicli termici che precedono la determinazione della ritenzione di olio del concime.

## 2.2. Principio e definizione

Il campione da sottoporre alla prova viene riscaldato dalla temperatura ambiente sino a 50 °C e mantenuto a tale temperatura per due ore (fase a 50 °C).

Viene quindi raffreddato ad una temperatura di 25 °C e mantenuto a tale temperatura per due ore (fase a 25 °C).

L'insieme delle due fasi successive a 50 °C e a 25 °C costituisce un ciclo termico.

Dopo aver subito due cicli termici il campione viene conservato ad una temperatura di 20 (± 3) °C in attesa della determinazione della ritenzione di olio.

## 2.3. Apparecchiatura

Normale apparecchiatura di laboratorio, in particolare:

- bagnimaria termostataci rispettivamente a 25 (± 1) °C e a 50 (± 1) °C;
- beute della capacità di 150 ml.

## 2.4. Procedimento

Versare il campione di 70 (± 5) g in una beuta e chiuderla quindi ermeticamente.

Trasferire ogni due ore ciascuna beuta dal bagno a 50 °C al bagno a 25 °C e viceversa.

Mantenere l'acqua di ciascun bagno a temperatura costante ed agitarla rapidamente avendo cura che il livello dell'acqua si mantenga al di sopra del campione.

Proteggere il tappo dalla condensazione con un cappuccio di gomma spugnosa.

## 3. Cicli termici di cui all'allegato II della direttiva 80/876/CEE

## 3.1. Campo di applicazione

Il presente procedimento concerne i cicli termici a cui sottoporre il campione prima dell'esecuzione della prova di detonabilità.

## 3.2. Principio e definizione

Riscaldare il campione in un recipiente ermetico dalla temperatura ambiente fino a 50 °C mantenendolo a tale temperatura per un'ora (fase a 50 °C). Raffreddare quindi a 25 °C mantenendo il campione a tale temperatura per un'ora (fase a 25 °C). L'insieme delle due fasi successive, a 50 e a 25 °C, costituisce un ciclo termico. Dopo aver sottoposto il campione ai cicli termici previsti conservarlo ad una temperatura di 20 (± 3) °C in attesa che venga sottoposto alla prova di detonabilità.

## 3.3. Apparecchiatura

- Un bagnomaria termostato a temperature comprese tra 20 e 51 °C con velocità di riscaldamento e di raffreddamento di 10 °C/h, oppure due bagnimaria, uno termostato alla temperatura di 20 °C

e l'altro a quella di 51 °C. L'acqua del bagno o dei bagni viene agitata continuamente ed il volume del bagno deve essere tale da garantire una buona circolazione dell'acqua.

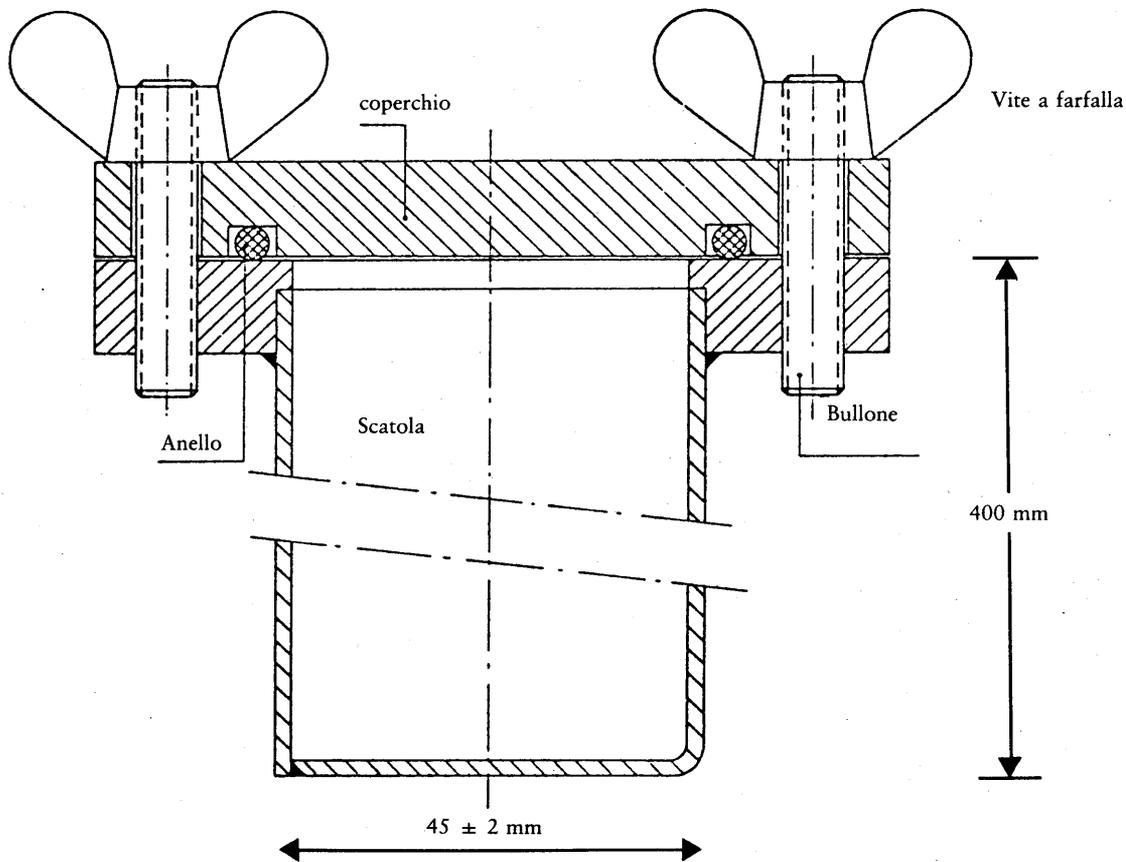
- Un recipiente di acciaio inossidabile, a tenuta stagna e dotato al centro di una termocoppia. La larghezza esterna del recipiente deve essere di  $45 (\pm 2)$  mm e lo spessore della parete di 1,5 mm (vedi figura 1). L'altezza e la larghezza del recipiente possono variare in funzione delle dimensioni del bagnomaria, ad esempio: lunghezza 600 mm e altezza 400 mm.

#### 3.4. Procedimento

Introdurre nel recipiente una quantità di concime sufficiente per una prova di detonabilità e chiuderlo con il coperchio. Porre il recipiente nel bagnomaria. Riscaldare l'acqua a 51 °C e misurare la temperatura al centro del campione di concime. Un'ora dopo aver raggiunto la temperatura di 50 °C al centro del campione iniziare il raffreddamento. Un'ora dopo aver raggiunto al centro del campione la temperatura di 25 °C riscaldare nuovamente dando inizio al secondo ciclo.

Figura 1

840161-2



### METODO 2. DETERMINAZIONE DELLA RITENZIONE DI OLIO

#### 1. Oggetto e campo di applicazione

Il presente documento definisce il procedimento da seguire per determinare la ritenzione di olio dei concimi semplici a base di nitrato di ammonio ad elevato titolo di azoto.

Il metodo è applicabile a concimi perlati e granulati che non contengono sostanze solubili in olio.

#### 2. Definizione

Ritenzione di olio di un concime: la quantità di olio trattenuta dal concime determinata nelle condizioni operative descritte ed espressa in percentuale di massa.

**3. Principio**

Immersione totale del campione in gasolio per un tempo determinato seguita da sgocciolamento dell'eccesso di gasolio nelle condizioni specificate. Misura dell'aumento di massa della sostanza da analizzare.

**4. Reattivo**

Gasolio

Viscosità massima: 5 mPa.s a 40 °C

Densità: da 0,8 a 0,85 g/ml a 20 °C

Contenuto in zolfo:  $\leq 1,0\%$  (m/m)

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

**5. Apparecchiatura**

Normale attrezzatura di laboratorio, e inoltre:

5.1. Bilancia analitica, sensibilità 0,01 g.

5.2. Becher da 500 ml.

5.3. Imbuto in plastica, preferibilmente con la parte superiore cilindrica ed avente un diametro di circa 200 mm.

5.4. Setaccio di controllo a maglie di 0,5 mm, che possa essere inserito nell'imbuto (5.3).

Nota:

Le dimensioni dell'imbuto e del setaccio devono essere tali che si sovrappongano soltanto pochi granuli e che il gasolio possa sgocciolare facilmente.

5.5. Carta da filtro a filtrazione rapida, crespada, morbida, densità 150 g/m<sup>2</sup>.

5.6. Salviette assorbenti tipo kleenex.

**6. Procedimento**

6.0. Si eseguono due determinazioni in rapida successione su due diverse porzioni dello stesso campione.

6.1. Scartare le particelle inferiori a 0,5 mm per mezzo del setaccio di prova (5.4). Per una singola determinazione pesare 50 g del campione del becher (5.2) con una precisione di 0,01 g. Aggiungere gasolio (paragrafo 4) in modo tale da coprire completamente i granuli e agitare con cautela onde bagnare completamente la loro superficie. Lasciare il campione per un'ora nel becher ad una temperatura di 25 ( $\pm 2$ ) °C coperto da un vetro da orologio.

6.2. Filtrare quantitativamente il contenuto del becher attraverso l'imbuto (5.3) munito di un setaccio di prova (5.4). Lasciare il quantitativo sul setaccio per un'ora per far defluire la maggior parte dell'eccesso di gasolio.

6.3. Stendere un doppio foglio di carta da filtro (5.5) (circa 500 × 500 mm) su una superficie liscia, piegando verso l'alto i quattro bordi dei due fogli per una larghezza di circa 40 mm onde evitare che i granuli rotolino via. Disporre al centro della carta da filtro due salviette assorbenti sovrapposte (5.6). Versare tutto il contenuto del setaccio (5.4) su tale tessuto e spargerlo uniformemente con una spazzola soffice e piatta. Dopo due minuti sollevare un lato del tessuto per versare i granuli sulla carta da filtro sottostante e spargerli uniformemente con la spazzola. Stendere, sul campione, un altro foglio di carta da filtro, anche questo con i bordi ripiegati verso l'alto, e fare rotolare i granuli tra i fogli di carta da filtro con movimenti circolari esercitando nel contempo una leggera pressione. Ogni otto movimenti circolari fermarsi e sollevare i bordi opposti dei fogli di carta da filtro in modo da riportare al centro i granuli che sono rotolati verso il bordo del foglio. Seguire il seguente ritmo: effettuare quattro movimenti circolari completi prima in senso orario e poi in senso antiorario riportando quindi i granuli al centro come sopra descritto. Questa operazione va ripetuta tre volte (24 movimenti circolari, sollevando il bordo dei fogli due volte). Inserire con precauzione un nuovo foglio di carta da filtro tra i due fogli inferiori; sollevare quindi i bordi del foglio su cui poggiano i granuli facendo rotolare questi ultimi sopra il nuovo foglio. Subito dopo l'operazione, versare i granuli in un cristallizzatore e ripesare con l'approssimazione di 0,01 g per determinare il peso della quantità di gasolio trattenuto.

**6.4. Ripetere l'operazione di rotolamento e ripesare**

Se la quantità di gasolio ritenuta dalla porzione di campione risulta essere < 2,00 g, porre il campione su un nuovo strato di carta da filtro e ripetere l'operazione di rotolamento, sollevando i bordi come descritto al punto 6.3 (2 × 8 movimenti circolari, sollevando una volta). Tornare quindi a pesare il campione.

**7. Espressione dei risultati****7.1. Metodo di calcolo e formula**

La ritenzione di olio espressa in percentuale di massa del campione setacciato (6.0), è data dalla formula:

$$\text{Ritenzione d'olio} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

dove:

$m_1$  = la massa in grammi del campione setacciato (6.1);

$m_2$  = la massa in grammi del campione (paragrafo 6.3 o 6.4 rispettivamente) risultante dall'ultima pesata.

Prendere come risultato la media aritmetica delle due determinazioni.

**METODO 3. DOSAGGIO DEI COMPONENTI COMBUSTIBILI****1. Oggetto e campo di applicazione**

Il presente documento fissa il procedimento da seguire per il dosaggio dei componenti combustibili nei concimi semplici a base di nitrato di ammonio ad elevato titolo di azoto.

**2. Principio**

Si elimina innanzitutto con un acido il biossido di carbonio prodotto dagli additivi inorganici. Si ossidano i composti organici con una miscela acido cromico/acido solforico. Si fa assorbire da una soluzione di idrossido di bario il biossido di carbonio che si forma. Si scioglie il precipitato in una soluzione di acido cloridrico e lo si determina per titolazione di ritorno con una soluzione di idrossido di sodio.

**3. Reattivi**

3.1. Triossido di cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) p.a.

3.2. Acido solforico (20 °C = 1,83 g/ml) al 60 % in volume:

versare in un becher da 1 litro 360 ml di acqua ed aggiungere con cautela 640 ml di acido solforico.

3.3. Soluzione di nitrato d'argento: 0,1 M.

3.4. Idrossido di bario: pesare 15 g di idrossido di bario ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ ). Sciogliere completamente in acqua calda. Lasciare raffreddare e versare in un matraccio da un litro. Completare a volume e agitare. Filtrare su un filtro a pieghe.

3.5. Soluzione titolata di acido cloridrico: 0,1 M.

3.6. Soluzione titolata di idrossido di sodio: 0,1 M.

3.7. Soluzione di blu di bromofenolo in acqua: 0,4 g/l.

3.8. Soluzione di fenolftaleina in etanolo al 60 % in volume: 2 g/l.

3.9. Amianto sodato: dimensione delle particelle: 1,0—1,5 mm circa.

3.10. Acqua distillata, bollita di recente per eliminare il biossido di carbonio.

#### 4. Apparecchiatura

##### 4.1. Comune attrezzatura di laboratorio e segnatamente:

- crogiolo filtrante con setto di vetro sinterizzato, della capacità di 15 ml; diametro del setto: 20 mm; altezza totale: 50 mm; porosità 4 (diametro dei pori 5-15  $\mu\text{m}$ );
- becher da 600 ml.

##### 4.2. Azoto compresso.

##### 4.3. Apparecchiatura composta dalle parti seguenti, raccordate possibilmente con giunti sferici smerigliati (vedi figura 2):

- 4.3.1. Tubo di assorbimento A, lungo circa 200 mm e con un diametro di 30 mm, riempito di amianto sodato (3.9), ivi trattenuto da tamponi di lana di vetro.
- 4.3.2. Pallone di reazione a fondo rotondo B da 500 ml, munito di tubo laterale.
- 4.3.3. Colonna di Vigreux lunga circa 150 mm (C').
- 4.3.4. Refrigerante C a doppia parete, lungo circa 200 mm.
- 4.3.5. Bottiglia di Drechsel D avente lo scopo di trattenere l'acido eventualmente distillato in eccesso.
- 4.3.6. Bagno di ghiaccio E per il raffreddamento della bottiglia di Drechsel.
- 4.3.7. Due assorbitori  $F_1$  e  $F_2$  con diametro da 32 a 35 mm, il cui distributore di gas è costituito da un disco di 10 mm in vetro sinterizzato a bassa porosità.
- 4.3.8. Pompa aspirante e dispositivo G per regolare l'aspirazione costituito da un elemento a T in vetro inserito nel circuito e il cui braccio libero è collegato ad un sottile tubo capillare per mezzo di un corto tubo di gomma munito di pinza a vite.

##### Attenzione!

L'impiego di una soluzione bollente di acido cromico in un'apparecchiatura sotto vuoto è pericoloso e richiede che si prendano adeguate precauzioni.

#### 5. Modo di operare

##### 5.1. *Campione per le analisi*

Pesare con l'approssimazione di 0,001 g circa 10 g di nitrato d'ammonio.

##### 5.2. *Eliminazione dei carbonati*

Porre il campione nel pallone di reazione B. Aggiungere 100 ml di  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (3.2). A temperatura ambiente i prills si dissolvono in 10 minuti circa. Montare l'apparecchiatura come indicato in figura: collegare un'estremità del tubo di assorbimento (A) con la fonte di azoto (4.2) attraverso una guardia idraulica contenente 5-6 mm di mercurio, e l'altra estremità con il tubo di alimentazione che pesca nel pallone di reazione. Montare la colonna di Vigreux (C') ed il refrigerante (C) alimentato con acqua di raffreddamento. Dopo aver regolato il flusso di azoto in modo da ottenere una moderata corrente attraverso la soluzione, portare ad ebollizione e riscaldare ancora per due minuti. Lasciare raffreddare per almeno 20 minuti sotto corrente d'azoto.

Completare il montaggio dell'apparecchiatura come indicato in figura collegando il tubo del refrigerante alla bottiglia di Drechsel (D) e quest'ultima agli assorbitori  $F_1$  e  $F_2$ . Mantenere durante il montaggio la circolazione della corrente di azoto. Introdurre rapidamente 50 ml di soluzione di idrossido di bario (3.4) in ciascuno degli assorbitori ( $F_1$  e  $F_2$ ).

Far gorgogliare per circa 10 minuti una corrente di azoto. La soluzione negli assorbitori deve restare limpida; in caso contrario, regolare il processo di eliminazione dei carbonati.

##### 5.3. *Ossidazione ed assorbimento*

Dopo aver estratto il tubo di alimentazione dell'azoto, introdurre rapidamente attraverso il collo laterale del pallone di reazione (B) 20 g di triossido di cromo (3.1) e 6 ml della soluzione di nitrato d'argento (3.3). Collegare l'apparecchiatura alla pompa aspirante per regolare il flusso di azoto in modo da far gorgogliare una quantità costante di gas attraverso gli assorbitori in vetro sinterizzato  $F_1$  e  $F_2$ .

Riscaldare il pallone di reazione (B) mantenendo in ebollizione il suo contenuto per un'ora e mezzo <sup>(1)</sup>. Potrebbe essere necessario intervenire sul dispositivo regolatore (G) per regolare il flusso di azoto nel caso in cui il carbonato di bario ostruisca i dischi sinterizzati. L'operazione è condotta bene quando la soluzione di idrossido di bario nell'assorbitore F<sub>2</sub> resta limpida. In caso contrario occorre ripetere la prova. Interrompere il riscaldamento e smontare l'apparecchiatura. Lavare ogni distributore internamente ed esternamente per rimuovere l'idrossido di bario e raccogliere le acque di lavaggio nell'assorbitore corrispondente. Disporre i distributori l'uno dopo l'altro in un becher di 600 ml che servirà successivamente per il dosaggio.

Filtrare rapidamente sottovuoto il contenuto dell'assorbitore F<sub>2</sub> e quindi dell'assorbitore F<sub>1</sub> sul crogiolo in vetro sinterizzato. Riutilizzando gli assorbitori asportare il precipitato con acqua (3.10) e lavare il crogiolo con 50 ml nella stessa acqua. Collocare il crogiolo nel becher di 600 ml ed aggiungere circa 100 ml di acqua. Versare 50 ml di acqua bollita in ogni assorbitore e far passare per 5 minuti attraverso i distributori una corrente di azoto. Unire queste acque a quelle del becher. Ripetere ancora una volta l'operazione per essere sicuri della perfetta efficienza dei distributori.

5.4. *Determinazione dei carbonati provenienti da materiale organico*

Aggiungere nel becher 5 gocce di fenolftaleina (3.8). La soluzione diventa rossa. Titolare con acido cloridrico (3.5) sino a completa decolorazione. Agitare bene la soluzione nel crogiolo per verificare che non compaia la colorazione rosa. Aggiungere 5 gocce di blu di bromofenolo e titolare con l'acido cloridrico sino al viraggio al giallo. Aggiungere altri 10 ml di acido cloridrico.

Portare ad ebollizione la soluzione e mantenervela per non più di un minuto. Verificare attentamente che nel liquido non si abbia più precipitato.

6. **Prova in bianco**

Effettuare una prova in bianco seguendo lo stesso procedimento ed utilizzando la stessa quantità dei vari reattivi.

7. **Espressione dei risultati**

Il tenore dei componenti combustibili (C), espresso come percentuale in massa del carbonio presente nel campione, è dato dalla formula:

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

dove:

E = la massa in grammi del campione di prova;

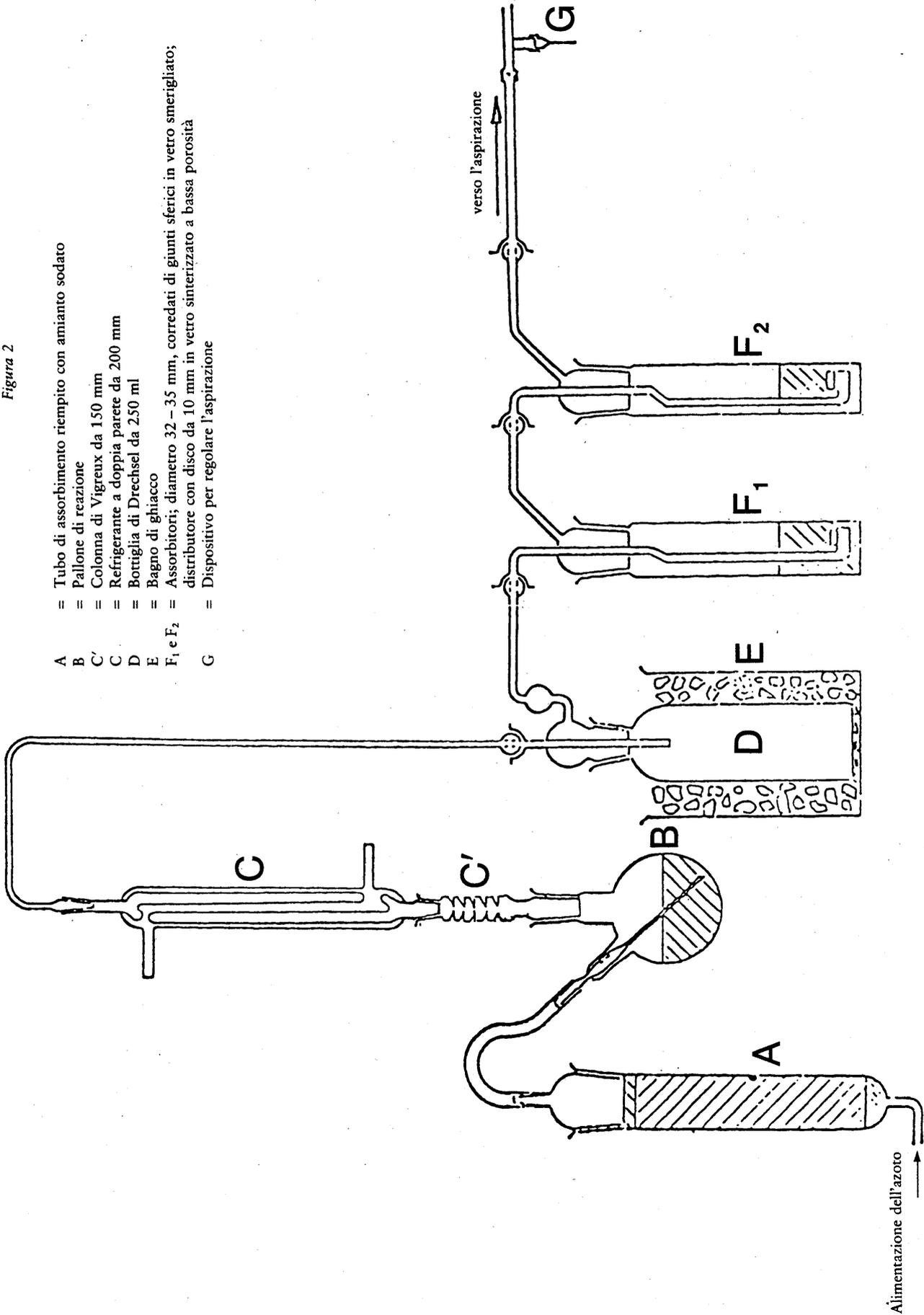
V<sub>1</sub> = il volume totale in millilitri di acido cloridrico 0,1 M aggiunto dopo il cambiamento di colore della fenolftaleina;

V<sub>2</sub> = il volume in millilitri della soluzione di idrossido di sodio usato per la titolazione di ritorno.

<sup>(1)</sup> Per la maggior parte delle sostanze organiche, in presenza di catalizzatore al nitrato d'argento, è sufficiente un tempo di reazione di 1 ora e mezza.

Figura 2

- = Tubo di assorbimento riempito con amianto sodato
- = Pallone di reazione
- = Colonna di Vigreux da 150 mm
- = Refrigerante a doppia parete da 200 mm
- = Bottiglia di Drechsel da 250 ml
- = Bagno di ghiaccio
- = Assorbitori; diametro 32 - 35 mm, corredati di giunti sferici in vetro smerigliato; distributore con disco da 10 mm in vetro sinterizzato a bassa porosità
- = Dispositivo per regolare l'aspirazione



Alimentazione dell'azoto

verso l'aspirazione

## METODO 4. DETERMINAZIONE DEI VALORI DEL pH

1. **Oggetto e campo d'applicazione**

Il presente documento fissa il procedimento per determinare il pH di una soluzione di un concime semplice a base di nitrato d'ammonio ad elevato titolo di azoto.

2. **Principio**

Misurazione del pH di una soluzione di nitrato d'ammonio con un pH-metro.

3. **Reattivi**

Acqua distillata o demineralizzata, esente da biossido di carbonio.

3.1. *Soluzione tampone, pH 6,88 a 20 °C*

Sciogliere 3,40 ( $\pm 0,01$ ) g di fosfato monopotassico ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) in circa 400 ml di acqua. Sciogliere inoltre 3,55 ( $\pm 0,01$ ) g di fosfato monosodico ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) in circa 400 ml di acqua. Trasferire quantitativamente le due soluzioni in un pallone tarato da 1 000 ml, portare a volume e omogeneizzare. Conservare tale soluzione in un recipiente a chiusura ermetica.

3.2. *Soluzione tampone pH = 4,00 a 20 °C*

Sciogliere 10,21 ( $\pm 0,01$ ) g di ftalato monopotassico ( $\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$ ) in acqua, trasferire quantitativamente in un pallone tarato da 1 000 ml, portare a volume ed omogeneizzare.

Conservare tale soluzione in un recipiente a chiusura ermetica.

## 3.3. Si possono usare le soluzioni titolate reperibili in commercio.

4. **Apparecchiatura**

pH-metro, con un elettrodo di vetro ed uno a calomelano o elettrodi equivalenti, sensibilità di 0,05 unità pH.

5. **Modo di operare**5.1. *Taratura del pH-metro*

Tarare il pH-metro (4) alla temperatura di 20 ( $\pm 1$ ) °C, usando le soluzioni tampone (3.1), (3.2) o (3.3). Far passare una leggera corrente di azoto sulla superficie della soluzione mantenendola per tutta la durata della prova.

5.2. *Determinazione*

Versare 100 ml di acqua su 10 ( $\pm 0,01$ ) g di campione in un becher da 250 ml. Rimuovere gli insolubili per filtrazione, decantazione o centrifugazione del liquido. Misurare il pH della soluzione limpida alla temperatura di 20 ( $\pm 1$ ) °C seguendo lo stesso procedimento adottato per la taratura del pH-metro.

6. **Espressione dei risultati**

Esprimere il risultato in unità pH, con l'approssimazione di 0,1 unità, e specificare la temperatura a cui si è operato.

## METODO 5. ANALISI GRANULOMETRICA

1. **Oggetto e campo di applicazione**

Il presente documento fissa il procedimento da seguire per la setacciatura di prova dei concimi semplici a base di nitrato d'ammonio ad elevato titolo di azoto.

2. **Principio**

Il campione da sottoporre a prova viene vagliato manualmente o meccanicamente con una serie di tre setacci. Si registra quindi la massa trattenuta da ciascuno di essi e si calcolano le percentuali del materiale che passa attraverso determinati setacci.
3. **Apparecchiatura**
  - 3.1. Setacci di prova a rete metallica del diametro di 200 mm con maglie rispettivamente di 2,0 mm, di 1,0 mm e 0,5 mm di serie normalizzate. Un coperchio ed un contenitore per i setacci.
  - 3.2. Bilancia con sensibilità sino a 0,1 g.
  - 3.3. Vibratore meccanico (se disponibile) in grado di imprimere ai setacci un movimento verticale e orizzontale al campione.
4. **Modo di operare**
  - 4.1. Il campione è suddiviso in modo rappresentativo in porzioni di circa 100 g.
  - 4.2. Pesare una di queste porzioni con l'approssimazione di 0,1 g.
  - 4.3. Disporre i setacci in ordine ascendente; contenitore, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm e collocare la frazione preventivamente pesata nel setaccio superiore. Fissare il coperchio sopra la serie di setacci.
  - 4.4. Agitare manualmente o meccanicamente, imprimendo un movimento al tempo stesso verticale e orizzontale e, nel caso del procedimento manuale, battere ogni tanto leggermente. Continuare quest'operazione per 10 minuti oppure sino a quando la quantità che passa in un minuto attraverso ogni setaccio sia inferiore a 0,1 g.
  - 4.5. Togliere nell'ordine i setacci dal contenitore e raccogliere il materiale in essi contenuto; spazzolare delicatamente, se necessario, il rovescio del setaccio con un pennello morbido.
  - 4.6. Pesare, con l'approssimazione di 0,1 g, il materiale rimasto su ciascun setaccio e quello raccolto nel contenitore.
5. **Valutazione dei risultati**
  - 5.1. Esprimere la massa di ciascuna frazione in percentuale della massa totale delle frazioni (e non della carica iniziale).

Calcolare la percentuale raccolta nel contenitore (cioè, <0,5 mm) A%.

Calcolare la percentuale trattenuta dal setaccio di 0,5 mm B%.

Calcolare la percentuale che ha attraversato il setaccio di 1,0 mm, cioè (A + B)%.

La somma delle masse delle frazioni non deve differire dalla massa iniziale di più del 2%.
  - 5.2. Effettuare almeno due analisi separate; i singoli risultati per A non devono discostarsi fra di loro di più dell'1% e per B di più dell'1,5%. In caso contrario ripetere la prova.
6. **Espressione dei risultati**
  - 6.1. Riportare la media dei due valori per A e per A + B.

#### METODO 6. DETERMINAZIONE DEL TENORE DI CLORO (CLORURI)

1. **Oggetto e campo di applicazione**

Il presente documento fissa il procedimento per la determinazione del tenore di cloro (cloruri) nei concimi semplici a base di nitrato d'ammonio ad elevato titolo di azoto.
2. **Principio**

I cloruri sciolti in acqua vengono determinati per titolazione potenziometrica con nitrato d'argento in soluzione acida.

3. **Reattivi**

Acqua distillata o demineralizzata, esente da cloruri

## 3.1. Acetone

## 3.2. Acido nitrico concentrato densità a 20 °C = 1,40 g/ml

## 3.3. Soluzione titolata di nitrato d'argento 0,1 M. Conservare in bottiglie di vetro scuro.

## 3.4. Soluzione titolata di nitrato d'argento 0,004 M (preparare al momento dell'uso).

## 3.5. Soluzione standard (B) di riferimento di cloruro di potassio 0,1 M. Pesare, con l'approssimazione di 0,1 mg, 3,7276 g di cloruro di potassio p.a., preventivamente essiccato per un'ora in una stufa a 130 °C e raffreddato in un essiccatore fino a temperatura ambiente. Scioglierli in poca acqua e trasferire quantitativamente la soluzione in un pallone tarato da 500 ml, portando a volume e agitando.

## 3.6. Soluzione standard (di riferimento) di cloruro di potassio 0,004 M (preparare al momento dell'uso).

4. **Apparecchiatura**

## 4.1. Potenzimetro con elettrodo indicatore d'argento ed elettrodo di riferimento al calomelano; sensibilità 2 mV (potenziale da -500 a +500 mV).

## 4.2. Ponte salino, contenente una soluzione satura di nitrato di potassio, collegato con l'elettrodo al calomelano (4.1) provvisto all'estremità di setti porosi.

Nota: Il ponte non è necessario se si impiegano elettrodi d'argento e di solfato di mercurio.

## 4.3. Agitatore magnetico con barretta rivestita in teflon.

## 4.4. Microburetta a punto sottile, con diversioni da 0,01 ml.

5. **Modo di operare**5.1. *Standardizzazione della soluzione di nitrato d'argento*

Prelevare 5,00 ml e 10,00 ml della soluzione standard di cloruro di potassio (3.6) e versarla in due becher a base larga di capacità adeguata (ad esempio 250 ml). Effettuare sul contenuto di ciascun becher la seguente titolazione. Aggiungere 5 ml della soluzione di acido nitrico (3.2), 120 ml di acetone (3.1) e l'acqua necessaria per portare il volume complessivo a circa 150 ml. Introdurre nel becher la barretta dell'agitatore magnetico (4.3) e metterlo in moto. Immergere l'elettrodo di argento (4.1) e l'estremità libera del ponte (4.2) nella soluzione. Collegare gli elettrodi al potenziometro (4.1) e annotare il valore del potenziale iniziale dopo aver controllato lo zero dello strumento.

Con la microburetta (4.4), titolare aggiungendo 4 o 9 ml rispettivamente della soluzione di nitrato d'argento corrispondente alla soluzione standard di cloruro di potassio utilizzata. Continuare ad aggiungere quantità successive di 0,1 ml per le soluzioni 0,004 M e di 0,05 ml per le soluzioni 0,1 M. Dopo ogni aggiunta attendere la stabilizzazione del potenziale.

Annotare, nelle prime due colonne di una tabella, i volumi aggiunti ed i valori corrispondenti del potenziale.

In una terza colonna, annotare gli incrementi successivi ( $\Delta E$ ) del potenziale E. In una quarta colonna, annotare le differenze ( $\Delta_2 E$ ), positive o negative, tra gli incrementi di potenziale ( $\Delta_1 E$ ). La fine della titolazione corrispondente all'aggiunta di quella porzione di 0,1 o 0,05 ml ( $V_1$ ) della soluzione di nitrato d'argento che dà il valore massimo di  $\Delta_1 E$ .

Il volume esatto ( $V_{eq}$ ) della soluzione di nitrato d'argento corrispondente alla fine della reazione è dato dalla formula:

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

dove:

$V_0$  il volume totale, in millilitri, della soluzione di nitrato d'argento immediatamente inferiore al volume che ha dato il massimo incremento di  $\Delta_1 E$ ;

$V_1$  il volume, in millilitri, dell'ultima porzione della soluzione di nitrato d'argento aggiunta (0,1 o 0,05 ml);

- b l'ultimo valore positivo di  $\Delta_2E$ ;  
 B la somma dei valori assoluti dell'ultimo valore positivo di  $\Delta_2E$  e del primo valore negativo di  $\Delta_2E$  (vedi esempio nella tabella 1).

5.2. *Prova in bianco*

Effettuare una prova in bianco e tenerne conto nel calcolo del risultato finale.

Il valore  $V_4$  della prova in bianco dei reattivi è dato, in millilitri, dalla formula:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

dove:

$V_2$  = il valore, in millilitri, del volume esatto ( $V_{eq}$ ) della soluzione di nitrato d'argento corrispondente alla titolazione dei 10 ml della soluzione standard di cloruro di potassio utilizzata;

$V_3$  = il valore, in millilitri, del volume esatto ( $V_{eq}$ ) della soluzione di nitrato d'argento corrispondente alla titolazione di 5 ml della soluzione standard di cloruro di potassio utilizzata.

5.3. *Prova di controllo*

La prova in bianco può servire, al tempo stesso, a controllare il buon funzionamento dell'apparecchio e la corretta esecuzione del procedimento.

5.4. *Dosaggio*

Prelevare una porzione del campione di massa compresa fra 10 e 20 g e pesarla con l'approssimazione di 0,01 g. Trasferirla quantitativamente in un becher da 250 ml. Aggiungere 20 ml di acqua, 5 ml di soluzione di acido nitrico (3.2), 120 ml di acetone (3.1) e l'acqua necessaria a portare il volume totale a circa 150 ml.

Introdurre nel becher la barretta dell'agitatore magnetico (4.3), porre il becher nell'agitatore e mettere questo in moto. Immergere l'elettrodo d'argento (4.1) e l'estremità libera del ponte salino (4.2) nella soluzione, collegare gli elettrodi al potenziometro (4.1) ed annotare il valore del potenziale iniziale dopo aver controllato lo zero dello strumento.

Titolare con la soluzione di nitrato d'argento, per mezzo della microburetta (4.4), con aggiunte successive di 0,1 ml. Dopo ogni aggiunta, aspettare la stabilizzazione del potenziale.

Continuare la titolazione come specificato in 5.1, cominciando dal quarto paragrafo: «Annotare, nelle prime due colonne di una tabella, i volumi aggiunti ed i valori corrispondenti del potenziale . . .».

6. **Espressione dei risultati**

Esprimere il risultato dell'analisi in percentuale di cloro contenuto nel campione tal quale.

Calcolare la percentuale in cloro (C1) per mezzo della formula:

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

dove:

T = il numero (0,004) che indica la molarità della soluzione di nitrato d'argento utilizzata;

$V_4$  = il risultato, in millilitri, della prova in bianco (5.2);

$V_5$  = il valore, in millilitri, di  $V_{eq}$  corrispondente al dosaggio (5.4);

m = la massa, in grammi, del campione.

Tabella 1

## ESEMPIO

Volume della soluzione di nitrato d'argento V	Potenziale 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	
5,20	319	13	- 10

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

## METODO 7. DETERMINAZIONE DEL RAME

## 1. Oggetto e campo di applicazione

Il presente documento fissa il procedimento per la determinazione del tenore di rame nei concimi semplici a base di nitrato d'ammonio ad elevato tenore di azoto.

## 2. Principio

Si scioglie il campione in acido cloridrico diluito e si determina il tenore di rame per spettrofotometria d'assorbimento atomico.

## 3. Reattivi

3.1. Acido cloridrico densità a 20 °C = 1,18 g/ml.

3.2. Soluzione 6 M di acido cloridrico.

3.3. Soluzione 0,5 M di acido cloridrico.

3.4. Nitrato d'ammonio.

3.5. Acqua ossigenata al 30 %.

3.6. Soluzione di rame <sup>(1)</sup> (soluzione madre): pesare, con l'approssimazione di 0,001 g, 1 g rame puro; scioglierlo in 25 ml di una soluzione 6 M (3.2), di acido cloridrico, aggiungere 5 ml di acqua ossigenata e diluire con acqua fino ad un litro.

1 ml di questa soluzione contiene 1 000 mcg di rame (Cu).

3.6.1. Soluzione di rame (diluita): diluire 10 ml della soluzione madre (3.6) con acqua fino a 100 ml e diluire quindi 10 ml della soluzione ottenuta con acqua fino a 100 ml, 1 ml di quest'ultima soluzione contiene 10 mcg di rame (Cu).

Preparare questa soluzione al momento dell'uso.

## 4. Attrezzatura

Spettrofotometro di assorbimento atomico con lampada al rame (324,8 nm).

<sup>(1)</sup> Si può utilizzare una soluzione di rame campione disponibile in commercio.

**5. Modo di operare****5.1. Preparazione della soluzione per l'analisi**

Pesare, con l'approssimazione di 0,001 g, 25 g del campione, porlo in un becher da 400 ml; aggiungere con cautela 20 ml di acido cloridrico (3.1) (la reazione può essere violenta per lo sviluppo di biossido di carbonio). Se necessario, aggiungere altro acido cloridrico. Quando l'effervescenza avrà avuto termine, fare essiccare a bagnomaria, rimescolando di tanto in tanto con una bacchetta di vetro. Aggiungere 15 ml della soluzione 6 M di acido cloridrico (3.2) e 120 ml di acqua. Rimescolare con la bacchetta di vetro, che deve essere lasciata nel becher, e coprire il becher con un vetro da orologio. Far bollire lentamente la soluzione fino a completa dissoluzione e raffreddare.

Trasferire quantitativamente la soluzione in un matraccio tarato da 250 ml, lavando il becher una volta con 5 ml di acido cloridrico 6 M (3.2) e due volte con 5 ml di acqua bollente. Completare al volume con acido cloridrico 0,5 M (3.3) e omogeneizzare accuratamente. Filtrare su carta da filtro esente da rame <sup>(1)</sup>, scartando i primi 50 ml di filtrato.

**5.2. Soluzione in bianco**

Preparare una soluzione in bianco priva soltanto del campione da analizzare e tenerne conto nel calcolo dei risultati finali.

**5.3. Determinazione****5.3.1. Preparazione delle soluzioni contenenti il campione e di quella in bianco per la prova**

Diluire le soluzioni contenenti il campione (5.1) e la soluzione in bianco (5.2) con la soluzione 0,5 M di acido cloridrico (3.3) fino ad una concentrazione compresa nel campo di misurazione ottimale dello spettrofotometro. Di solito non è necessario diluire.

**5.3.2. Preparazione della soluzione di taratura**

Preparare almeno 5 soluzioni di riferimento corrispondenti al campo di misurazione ottimale dello spettrofotometro (da 0 a 5,0 ppm di Cu) diluendo, con soluzione 0,5 M di acido cloridrico (3.3), la soluzione standard (3.6). Prima di completare al volume, aggiungere a ciascuna soluzione nitrato d'ammonio (3.4) fino al 10% in peso.

**5.4. Misurazione**

Predisporre lo spettrofotometro (4) ad una lunghezza d'onda di 324,8 nm usando una fiamma ossidante aria-acetilene. Spruzzare successivamente per tre volte la soluzione di riferimento (5.3.2), la soluzione contenente il campione e la soluzione in bianco (5.3.1), lavando a fondo lo strumento ad ogni vaporizzazione con acqua distillata. Tracciare la curva di taratura riportando in ordinate gli assorbimenti medi di ciascuno degli standard usati e in ascisse le concentrazioni corrispondenti di rame in mcg/ml.

Determinare la concentrazione di Cu nelle soluzioni finali contenenti il campione ed in quella in bianco tramite la curva di taratura.

**6. Espressione dei risultati**

Calcolare il tenore di rame del campione tenendo conto del peso del campione di prova, delle diluizioni effettuate nel corso dell'analisi e del valore del bianco. Esprimere il risultato in mg Cu/kg.

<sup>(1)</sup> Whatman 541 o equivalente.

## ALLEGATO III

## DETERMINAZIONE DELLA RESISTENZA ALLA DETONAZIONE

## 1. Oggetto e campo di applicazione

Il presente documento definisce il procedimento da seguire per la determinazione della resistenza alla detonazione dei concimi semplici a base di nitrato d'ammonio ad elevato titolo di azoto.

## 2. Principio

Si introduce il campione in esame in un tubo di acciaio e lo si espone all'urto della detonazione di una carica di innesco esplosiva. La propagazione della detonazione viene determinata in base al grado di compressione dei cilindri di piombo sui quali viene disposto orizzontalmente il tubo durante la prova.

## 3. Materiali

## 3.1. Esplosivo plastico con un tenore di pentrite dell'83-86 %:

densità: 1 500-1 600 kg/m<sup>3</sup>;

velocità di detonazione: 7 300-7 700 m/s;

massa: 500 g (± 1) g.

## 3.2. Sette pezzi di miccia detonante con involucro non metallico:

carica nominale: 11-13 g/m;

lunghezza di ciascuno spezzone: 400 (± 2) mm.

## 3.3. Elemento compresso di esplosivo secondario, con una cavità per alloggiare il detonatore:

esplosivo: exogene/cera 95/5, o tetrile o altro esplosivo secondario equivalente, con o senza aggiunta di grafite;

densità: 1 500-1 600 kg/m<sup>3</sup>;

diametro: 19-21 mm;

altezza: 19-23 mm;

cavità centrale per il detonatore: diametro 7-7,3 mm, profondità 12 mm.

## 3.4. Tubo di acciaio privo di saldatura conforme alla norma ISO 65-1981, serie pesante, con dimensioni nominali DN 100 (4''):

diametro esterno: 113,1-115,0 mm;

spessore della parete: 5,0-6,5 mm;

lunghezza: 1 055 (± 2) mm.

## 3.5. Piastra di base:

materiale: acciaio con buone caratteristiche di saldabilità;

dimensioni: 160 × 160 mm;

spessore: 5-6 mm.

## 3.6. Sei cilindri di piombo:

diametro: 50 (± 1) mm;

altezza: 100-101 mm;

materiale: piombo dolce con purezza superiore al 99,5%.

## 3.7. Blocco di acciaio:

lunghezza: 1 000 mm;

larghezza: 150 mm;

altezza: 150 mm;

massa: 300 kg se il blocco non poggia su una base indeformabile.

## 3.8. Manicotto di plastico o di cartone per la carica d'innesco:

spessore della parete: 1,5-2,5 mm;

diametro: 92-96 mm;

altezza: 64-67 mm.

- 3.9. Spoletta (elettrica o non elettrica) con potenza da 8 a 10.
- 3.10. Disco di legno:  
diametro: 92-96 mm. Il diametro deve corrispondere al diametro interno del tubo di acciaio (3.4);  
spessore: 20 mm.
- 3.11. Asta di legno delle stesse dimensioni del detonatore (3.9).
- 3.12. Spilli (con lunghezza massima di 20 mm) e cucitrice a punti metallici.

#### 4. Procedimento

##### 4.1. Preparazione della carica d'innesco da inserire nel tubo di acciaio

A seconda dei materiali disponibili, per innescare l'esplosivo della carica d'innesco esistono due metodi.

##### 4.1.1. Innesco simultaneo in sette punti

(La carica d'innesco pronta all'uso è riprodotta nella figura 1).

- 4.1.1.1. Praticare nel disco di legno (3.10) parallelamente al suo asse un foro in corrispondenza del centro ed altri sei fori distribuiti simmetricamente su una circonferenza concentrica del diametro di 55 mm. Il diametro dei fori deve essere di 6-7 mm (vedi sezione A-B della figura 1), a seconda del diametro della miccia detonante utilizzata (3.2).

- 4.1.1.2. Tagliare sette spezzoni di miccia detonante morbida (3.2), ciascuno della lunghezza di 400 mm, effettuando un taglio netto ed incollando subito l'estremità con un adesivo in modo da evitare perdite di esplosivo. Ciascuno dei sette spezzoni viene fatto passare attraverso i sette fori del disco di legno (3.10), finché le sue estremità superino di alcuni centimetri l'altro lato del disco.

Inserire quindi trasversalmente nella tela degli spezzoni di miccia, ad una distanza di 5-6 mm da ciascuna estremità, uno spillo da sarto (3.12) ed a partire da questo spalmare di colla lo spezzone stesso per circa 2 cm. Tirare infine ciascuno spezzone dall'altra estremità in modo da portare lo spillo a contatto con il disco di legno.

- 4.1.1.3. Dare all'esplosivo plastico (3.1) una forma cilindrica del diametro di 92-96 mm secondo il diametro del manicotto (3.8) ed introdurlo nel manicotto stesso operando verticalmente su un tavolo liscio. Inserire quindi dall'alto nel manicotto il disco di legno <sup>(1)</sup> con i sette spezzoni di miccia detonante pressandolo sull'esplosivo. L'altezza del manicotto (64-67 mm) deve essere adattata in modo che il bordo superiore del disco di legno sia a filo con il manicotto. Fissare infine quest'ultimo per tutta la sua circonferenza al bordo del disco con punti metallici.

- 4.1.1.4. Raggruppare attorno all'asta di legno (3.11) le estremità libere dei sette spezzoni di miccia detonante in modo che siano allineate sullo stesso piano perpendicolare a quest'ultima. Fissarle quindi con nastro adesivo attorno all'asta stessa <sup>(2)</sup>.

##### 4.1.2. Innesco centrale mediante una compressa di esplosivo

(La carica di innesco pronta per l'uso è rappresentata nella figura 2).

##### 4.1.2.1. Fabbricazione di una compressa

Con le precauzioni del caso, versare 10 g di un esplosivo secondario (3.3) in una forma avente un diametro interno di 19-21 mm compattandoli sino a riempire la forma e ad ottenere una densità adeguata (il rapporto diametro/peso deve essere di circa 1:1).

Al centro del fondo della forma, collocare un perno di 12 mm di altezza e di 7,0-7,3 mm di diametro (a seconda del diametro del detonatore (2.6) utilizzato) in modo da formare nell'elemento compresso un vano cilindrico per il successivo inserimento del detonatore.

##### 4.1.2.2. Fabbricazione della carica d'innesco

Collocare l'esplosivo plastico (3.8) in un manicotto posizionato verticalmente su una superficie liscia e comprimerlo quindi con una sagoma di legno in modo da dare all'esplosivo una forma cilindrica con una cavità centrale. Inserire in questa cavità la compressa. Ricoprire l'esplosivo di forma cilindrica contenente la compressa con un disco di legno munito di un foro centrale di 7,0-7,3 mm per l'introduzione di un detonatore. Fissare il disco di legno al manicotto con un nastro adesivo incrociato. Assicurarsi che il foro del disco e la cavità della compressa siano coassiali inserendo l'asta di legno.

<sup>(1)</sup> Il diametro del disco deve sempre corrispondere al diametro interno del manicotto.

<sup>(2)</sup> Quando, dopo l'assemblaggio, si tendono i sei spezzoni periferici, quello centrale deve rimanere leggermente più allentato.

#### 4.2. *Preparazione del tubo di acciaio per le prove di scoppio*

Ricavare ad una estremità della parete del tubo (3.4), ad una distanza di 4 mm dal bordo e perpendicolarmente alla generatrice, due fori diametralmente opposti del diametro di 4 mm.

Saldare di testa la piastra di base (3.5) all'estremità opposta del tubo in modo che l'angolo retto compreso tra la piastra di base e la parete del tubo sia colmato con il metallo d'apporto sull'intero perimetro del tubo.

#### 4.3. *Riempimento e caricamento del tubo di acciaio*

(Vedi figure 1, 2 e 3).

4.3.1. Mantenere il campione, il tubo d'acciaio, e la carica d'innesco ad una temperatura di  $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ . Per effettuare due prove occorrono da 16 a 18 kg di campione.

4.3.2. Disporre il tubo verticalmente con la piastra di base quadrata appoggiata su una base fissa e piana, preferibilmente di cemento. Riempire il tubo con il campione per un terzo della sua altezza; sollevarlo quindi di 10 cm e lasciarlo ricadere verticalmente sul piano di lavoro per cinque volte in modo da compattare al massimo i prills o i granulati. Per accelerare il compattamento, far vibrare il tubo percuotendolo fra una ricaduta e l'altra sulla parete esterna, per un totale di 10 volte, con un martello del peso di 750-1 000.

Ripetere il procedimento dopo un'altra aggiunta di campione. Aggiungere infine un'ultima quantità in modo che dopo il compattamento mediante dieci sollevamenti e ricadute del tubo, intervallati complessivamente da 20 colpi di martello, la carica riempia il tubo fino a 70 mm dal suo orifizio.

Regolare il livello di riempimento del tubo di acciaio in modo da garantire che la carica di innesco da introdurre successivamente (4.1.1 o 4.1.2) risulti aderente all'intera superficie nel campione.

4.3.3. Inserire la carica d'innesco nel tubo a contatto con il campione in modo che il bordo superiore del disco di legno venga a trovarsi 6 mm al di sotto dell'estremità del tubo. Realizzare lo stretto contatto dell'esplosivo con il campione mediante opportune aggiunte o prelievi di piccole quantità del campione stesso. Come indicato nelle figure 1 e 2, inserire nei fori ricavati nel bordo superiore del tubo delle copiglie e ripiegarne le estremità contro il tubo.

#### 4.4. *Posizionamento del tubo di acciaio e dei cilindri di piombo*

4.4.1. Numerare da 1 a 6 le basi dei cilindri di piombo (3.6). Riportare sulla linea mediana di un blocco di acciaio (3.7) disposto su una base orizzontale sei contrassegni distanziati fra di loro di 150 mm ed in modo che il primo contrassegno disti meno di 75 mm dallo spigolo del blocco di acciaio. Porre verticalmente su ciascuno dei questi contrassegni un cilindro di piombo in modo che i centri della basi dei cilindri cadano sui contrassegni.

4.4.2. Disporre orizzontalmente il tubo di acciaio preparato conformemente al punto 4.3 sui cilindri di piombo in modo che la sua generatrice risulti parallela alla mediana del blocco di acciaio e che il bordo del tubo saldato alla piastra di base disti 50 mm dal cilindro di piombo n. 6. Per impedire il rotolamento del tubo inserire tra le superfici superiori dei cilindri di piombo e la parete del tubo dei piccoli cunei di legno (uno da ciascuna parte) oppure situare tra il tubo e il blocco di acciaio una croce di legno.

Nota: Accertarsi che il tubo sia in contatto con tutti i cilindri di piombo; si possono compensare eventuali leggere curvature della superficie del tubo rotandolo lungo il suo asse; se qualche cilindro risulta troppo alto (100 mm) battere leggermente il cilindro in questione con un martello sino ad ottenere l'altezza prescritta.

#### 4.5. *Preparazione della detonazione*

4.5.1. Sistemare il dispositivo di prova di cui al punto 4.4 in un bunker o in un vano sotterraneo opportunamente attrezzato (galleria di miniera, tunnel). Controllare che la temperatura del tubo di acciaio sia mantenuta a  $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$  prima della detonazione.

Nota: Qualora non si disponesse di vari adatti per l'esplosione si può eventualmente effettuare la prova in una fossa rivestita di calcestruzzo e ricoperta con travi di legno. Poiché nel corso dell'esplosione si può avere la proiezione di schegge di acciaio dotate di elevata energia cinetica, occorre mantenersi ad un'opportuna distanza da abitazioni e vie di transito.

4.5.2. Se si adopera una carica di innesco con accensione in sette punti, verificare che gli spezzi di miccia detonante siano tesi come indicato nella nota del punto 4.1.1.4 ed abbiano una posizione il più possibile orizzontale.

4.5.3. Sostituire infine l'asta di legno con la spoletta. Non accendere le micce prima che la zona sia stata evacuata e che gli addetti si siano messi al riparo.

4.5.4. Fare detonare l'esplosivo.

4.6. Attendere il tempo necessario per lo smaltimento dei fumi (prodotti di decomposizione gassosi e a volte tossici come ad esempio i gas nitrosi) e recuperare i cilindri di piombo misurandone l'altezza con un calibro a corsoio.

Per ciascuno dei cilindri di piombo contrassegnati, annotare l'entità dello schiacciamento espressa come percentuale dell'altezza iniziale di 100 mm. Nel caso di schiacciamento obliquo dei cilindri, registrare il valore massimo e il minimo e ricavare la media.

- 4.7. Se necessario, si può impiegare un provino per la misurazione in continuo della velocità di detonazione attraverso una sonda; esso va inserito nel senso dell'asse longitudinale del tubo o lungo la parete laterale dello stesso.
- 4.8. Eseguire per ogni campione due prove di scoppio.

5. **Certificato di prova**

Nel certificato di prova si devono riportare i seguenti parametri per ciascuna delle due prove di scoppio:

- i valori misurati del diametro esterno del tubo di acciaio e dello spessore della parete;
- la durezza Brinell del tubo di acciaio;
- la temperatura del campione e del tubo immediatamente prima dello scoppio;
- la densità apparente ( $\text{kg/m}^3$ ) del campione caricato nel tubo d'acciaio;
- l'altezza di ciascuno dei cilindri di piombo a prova avvenuta, accanto al numero d'ordine del cilindro cui corrisponde;
- il metodo di accensione adottato per la carica d'innesco.

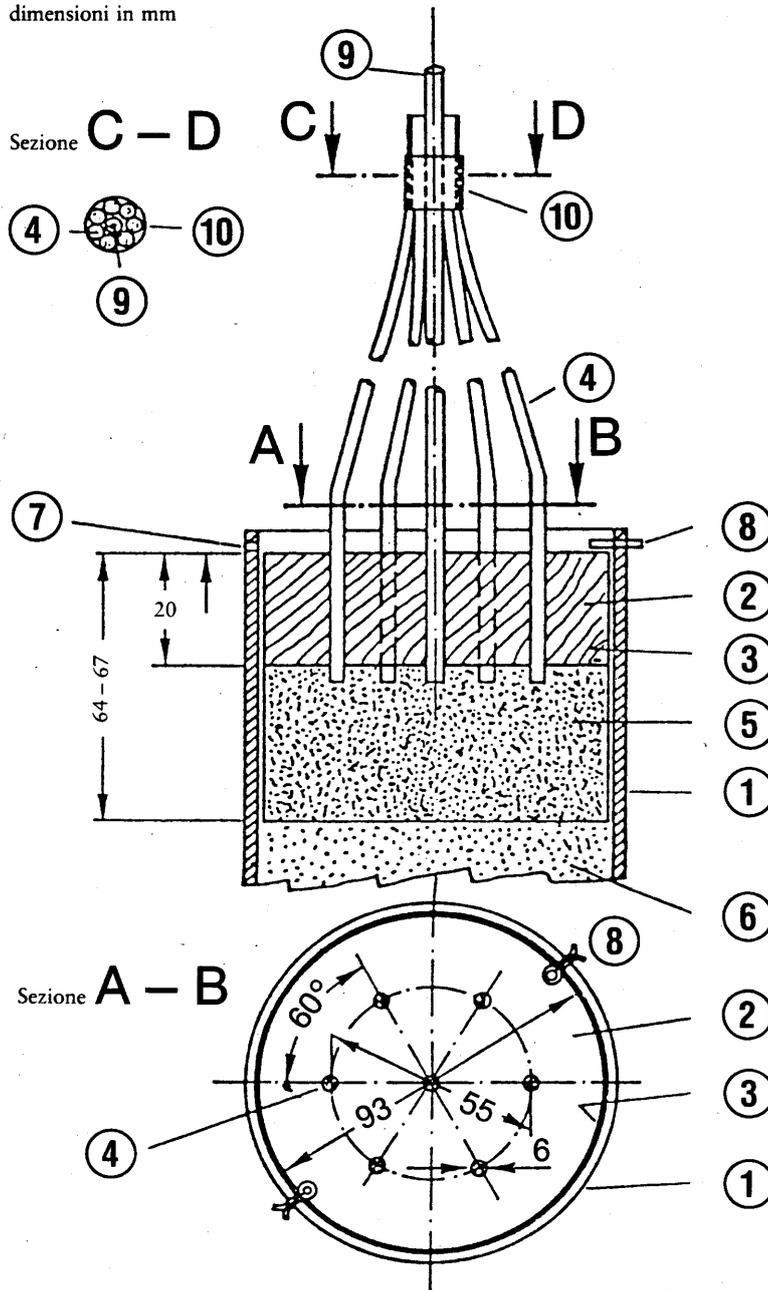
5.1. *Valutazione dei risultati della prova*

Se, per ciascuna prova di scoppio, la compressione subita da almeno un cilindro di piombo non supera il 5%, la prova va ritenuta conclusa ed il campione conforme ai requisiti dell'allegato 2 della direttiva 80/876/CEE.

Figura 1

## Carica d'innesco simultaneo in 7 punti

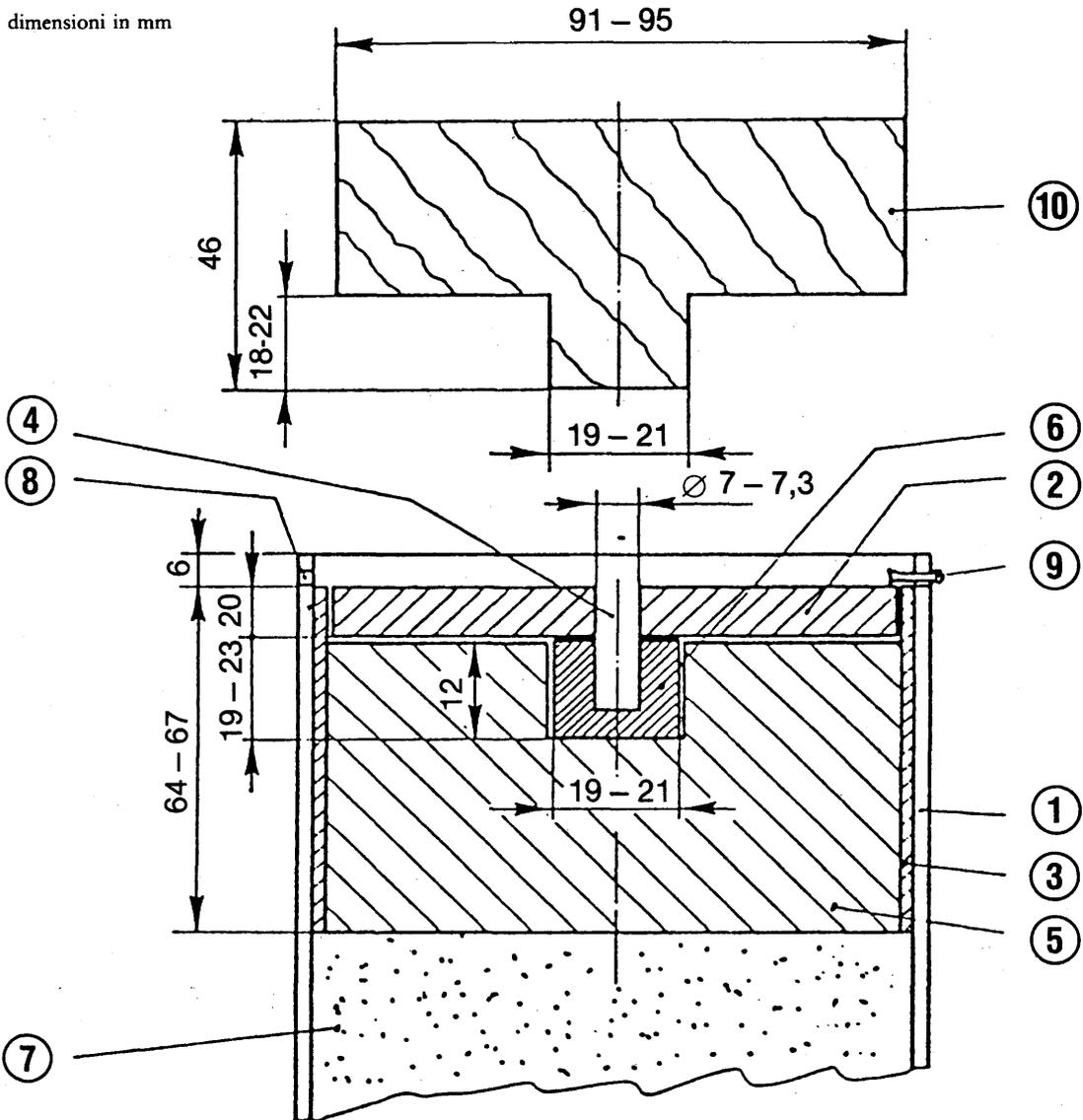
dimensioni in mm



- |                                   |  |
|-----------------------------------|--|
| ① Tubo di acciaio                 | ⑥ Campione   |
| ② Disco di legno munito di 7 fori | ⑦ Foro del diametro di 4 mm per alloggiare la copiglia |
| ③ Manicotto in plastica o cartone | ⑧ Copiglia   |
| ④ Spezzoni di miccia detonante    | ⑨ Asta di legno circondata da ④                        |
| ⑤ Esplosivo plastico              | ⑩ Nastro adesivo per il fissaggio di ④ attorno a ⑨     |

Figura 2

Carica con innesco centrale



- |                                   |  |
|-----------------------------------|--|
| ① Tubo di acciaio                 | ⑥ Elemento compresso esplosivo               |
| ② Disco di legno                  | ⑦ Campione                                   |
| ③ Manicotto in plastica o cartone | ⑧ Foro di 4 mm di diametro per la copiglia ⑨ |
| ④ Asta di legno                   | ⑨ Copiglia                                   |
| ⑤ Esplosivo plastico              | ⑩ Sagoma di legno ⑤                          |

