

31987L0094

1987 2 7

EUROPOS BENDRIJŲ OFICIALUSIS LEIDINYS

L 38/1

**KOMISIJOS DIREKTYVA****1986 m. gruodžio 8 d.****dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su paprastųjų amonio nitrato trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, sprogumo savybių, ribinių charakteristikų ir atsparumo jam kontrolės tvarkos, suderinimo**

(87/94/EEB)

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

kadangi vykdant Bendrijoje naudojamų trąšų oficialią kontrolę, paprastųjų amonio nitrato trąšų mėginiai imami ir analizuojami pagal Komisijos direktyvoje 77/535/EEB<sup>(1)</sup> su pakeitimais, padarytais Direktyva 79/138/EEB<sup>(2)</sup>, nurodytus metodus;

atsižvelgdama į Europos ekonominės bendrijos steigimo sutartį,

kadangi laikantis tos pačios procedūros šiluminių ciklų, taikomų bandiniui prieš atliekant sprogumo nustatymo bandymus, skaičius nustatomas pagal Direktyvos 80/876/EEB II priedą, o sunkiųjų metalų ribiniai dydžiai nustatomos pagal šios direktyvos I priedą;

atsižvelgdama į 1980 m. liepos 15 d. Tarybos direktyvą 80/876/EEB dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su paprastosiomis amonio nitrato trąšomis, turinčiomis didelį azoto kiekį, suderinimo<sup>(1)</sup>, ypač į jos 8 straipsnį,

kadangi laikoma, kad nurodytas uždarytųjų šiluminių ciklų metodas pakankamai modeliuoja sąlygas, į kurias būtina atsižvelgti taikant Direktyvą 80/876/EEB; tačiau kadangi šis metodas nebūtinai modeliuoja visas sąlygas, kurios susidaro gabenant nefasuotas trąšas vandens transportu;

atsižvelgdama į 1975 m. gruodžio 18 d. Tarybos direktyvą 76/116/EEB dėl valstybių narių įstatymų, reglamentuojančių trąšas, suderinimo<sup>(2)</sup>, ypač į jos 9 straipsnio 2 dalį,

kadangi šioje direktyvoje nurodytos priemonės atitinka Direktyvų dėl techninių kliūčių panaikinimo trąšų prekybos srityje derinimo su technikos pažanga komiteto nuomonę,

kadangi Direktyva 80/876/EEB nustato šių trąšų sprogumo savybes, ribines charakteristikas ir nurodo, kaip ištirti jų atsparumą sprogumui; kadangi šios direktyvos 8 straipsnis nurodo, kad tikrinimo, analizės ir bandymų metodai turi būti parengti Direktyvos 76/116/EEB 11 straipsnyje nustatyta tvarka;

PRIĖMĖ ŠIĄ DIREKTYVĄ:

kadangi Direktyva 76/116/EEB numato oficialią Bendrijoje naudojamų trąšų kontrolę, tikrinant, ar jos atitinka reikalavimus, keliamus pagal Bendrijos nuostatas dėl trąšų kokybės ir sudėties;

1 straipsnis

kadangi atsižvelgiant į paprastųjų amonio nitrato trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, specifines savybes ir su jomis susijusius visuomenės saugos, sveikatos ir darbininkų saugos reikalavimus, atrodo, kad reikia nustatyti papildomas Bendrijos taisykles, taikomas šioms trąšoms;

1. Valstybės narės imasi visų būtinų priemonių, kurios užtikrintų, kad tikrinimo, analizės ir bandymų metodai vykdant paprastųjų amonio nitrato trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, oficialią kontrolę, nurodytą Direktyvoje 80/876/EEB, atitiktų šios direktyvos II ir III prieduose apibūdintus metodus.

<sup>(1)</sup> OL L 250, 1980 9 23, p. 7.<sup>(2)</sup> OL L 24, 1976 1 30, p. 21.<sup>(3)</sup> OL L 213, 1977 8 22, p. 1.<sup>(4)</sup> OL L 39, 1979 2 14, p. 3.

2. I priedas nustato:

3 straipsnis

— leistiną sunkiųjų metalų kiekį,

— būtiną šiluminių ciklų, taikomų bandiniams prieš atliekant jų atsparumo sprogumui tyrimą, skaičių.

Ši direktyva skirta valstybėms narėms.

2 straipsnis

Priimta Briuselyje, 1986 m. gruodžio 8 d.

1. Valstybės narės imasi reikalingų priemonių, kurios, įsigaliojusios iki 1987 m. gruodžio 31 d., įgyvendina šią direktyvą. Apie tai jos nedelsdamos praneša Komisijai.

2. Valstybės narės pateikia Komisijai šios direktyvos taikymo srityje priimtų nacionalinės teisės aktų nuostatų tekstus.

Komisijos vardu

COCKFIELD

Pirmininko pavaduotojas

*I PRIEDAS*

1. **Sunkiųjų metalų ribos pagal Tarybos direktyvos 80/876/EEB I priedo 6 punktą.**
  - 1.1. Vario neturi būti daugiau kaip 10 mg/kg.
  - 1.2. Kitiems sunkiesiems metalams ribos nenustatomos.
2. **Šiluminių ciklų skaičius pagal Tarybos direktyvos 80/876/EEB II priedą.**

Taikomi penki šiluminiai ciklai.

---

## II PRIEDAS

METODAI, TAIKOMI TIKRINANT, AR LAIKOMASI TARYBOS DIREKTYVOS 80/876/EEB I IR II PRIEDUOSE  
NUSTATYTŲ RIBINIŲ DYDŽIŲ

## 1 METODAS. ŠILUMINIŲ CIKLŲ METODAI

1. **Taikymo apimtis ir sritis**

Šis dokumentas apibūdina metodų procedūras prieš atliekant naftos sulaikymo ir sprogoimo bandymus paprastosiame amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį.

2. **Tarybos direktyvos 80/876/EEB I priede nurodyti šiluminiai ciklai**2.1. *Taikymo sritis*

Šie šiluminiai ciklai taikomi prieš nustatant naftos sulaikymą trąšose.

2.2. *Metodo esmė*

Bandinys kaitinamas nuo kambario temperatūros iki 50 °C temperatūros dvi valandas (50 °C temperatūros fazė). Po to bandinys atvėsinamas iki 25 °C ir laikomas šioje temperatūroje dvi valandas (25 °C temperatūros fazė).

Dvi viena paskui kitą einančios 50 °C ir 25 °C temperatūros fazės sudaro šiluminį ciklą.

Pasibaigus šiems dviems šiluminiams ciklams, bandinys laikomas 20 (± 3) °C temperatūroje ir nustatoma naftos sulaikymo vertė.

2.3. *Įrenginiai*

Naudotini įprastiniai laboratoriniai įrenginiai, visų pirma:

- vandens vonios, kuriose palaikoma 25 (± 1) °C ir 50 (± 1) °C temperatūra,
- 150 ml tūrio Erlenmeyer'io kolbos.

2.4. *Procedūra*

Į kiekvieną Erlenmeyer'io kolbą įdedamas 70 (± 5) gramų bandinys ir ji sandariai užkemšama kamščiu.

Kas dvi valandas visos kolbos perkeliamos iš vonios, kurios temperatūra 50 °C, į vonią, kurios temperatūra 25 °C, ir atvirkščiai.

Kiekvienoje vonioje palaikoma pastovi vandens temperatūra. Vanduo turi būti greitai maišomas, nuolat judėti ir apsemti bandinį. Siekiant apsaugoti kamštį nuo kondensacijos, uždedamas guminis putplasčio gaubtuvas.

3. **Šiluminiai ciklai, naudotini taikant Tarybos direktyvos 80/876/EEB II priedą**3.1. *Taikymo sritis*

Šie šiluminiai ciklai taikomi prieš atliekant sprogoimo nustatymo bandymą.

3.2. *Metodo esmė*

Bandinys, esantis vandens nepraleidžiančioje dėžėje, kaitinamas nuo kambario temperatūros iki 50 °C ir šioje temperatūroje laikoma dvi valandas (50 °C temperatūros fazė). Po to bandinys atvėsinamas iki 25 °C ir laikomas šioje temperatūroje dvi valandas (25 °C temperatūros fazė). Viena paskui kitą einančios 50 °C ir 25 °C temperatūros fazės sudaro vieną šiluminį ciklą. Po dviejų šiluminių ciklų, iki sprogoimo nustatymo bandymo, bandinys laikomas 20 (± 3) °C temperatūroje.

3.3. *Įrenginiai*

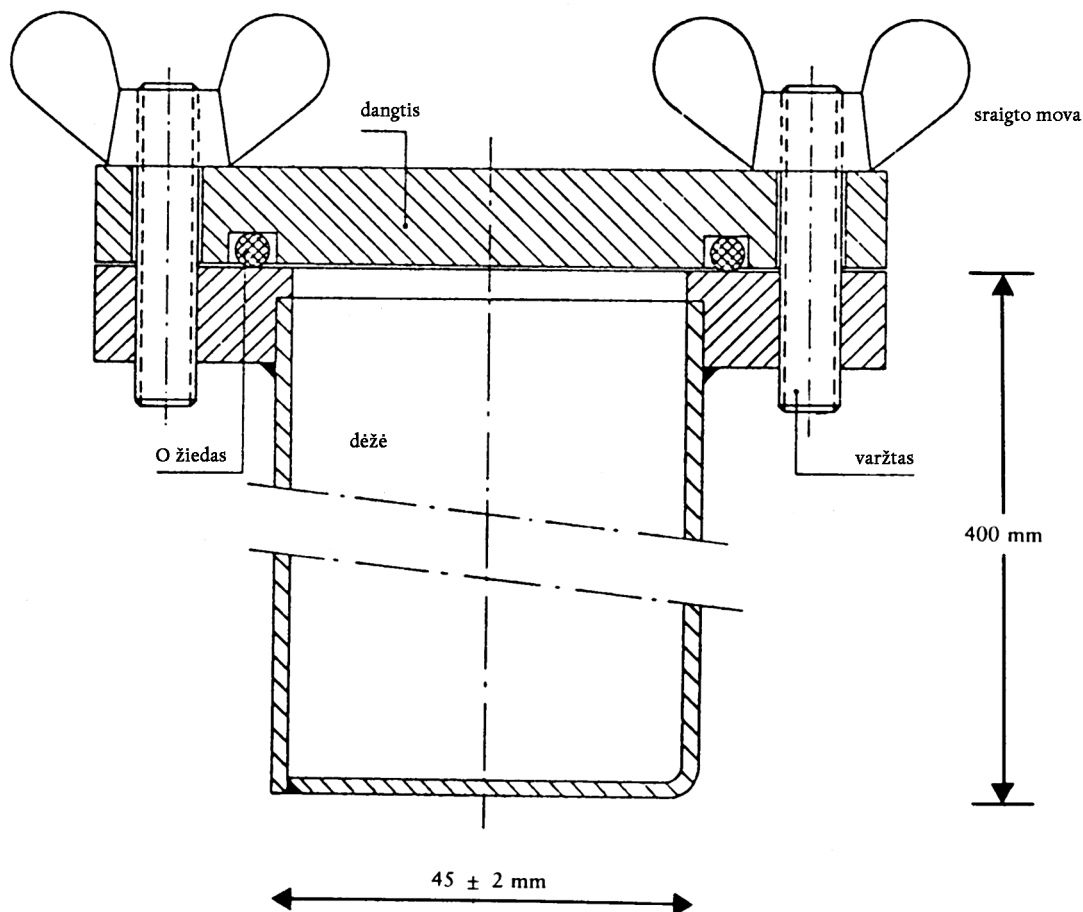
Įprastiniai laboratoriniai įrengimai:

- vandens vonia, kurioje palaikoma nuo 20 °C iki 51 °C temperatūra ir kurios mažiausias šilimo ir atvėsimo greitis yra 10 °C/h, arba dvi vandens vonios, kurių vienoje palaikoma 20 °C temperatūra, o kitoje – 51 °C temperatūra. Vanduo vonioje (-se) visą laiką maišomas. Vonia turi būti pakankamai didelės talpos, kad vanduo joje galėtų laisvai cirkuliuoti,

— nepraleidžianti vandens nerūdijančio plieno dėžė, kurios centrinėje dalyje įtaisytas termoelementas. Dėžės išorinis plotis –  $45 (\pm 2)$  mm, sienų storis – 1,5 mm (žr. 1 pav.). Dėžės aukštis ir ilgis turi atitikti vandens vonios matmenis, pvz., ilgis – 600 mm, aukštis – 400 mm.

#### 3.4. Procedūra

Į dėžę įdedama tiek trąšų, kad pakaktų vienam sprogimui, ir uždaroma dangčiu. Dėžė panardinama į vonią su vandeniu. Vanduo šildomas iki  $51\text{ }^{\circ}\text{C}$ , išmatuojama temperatūra trąšų masės viduriniame taške. Praėjus vienai valandai po to, kai temperatūra trąšų masės viduriniame taške pakyla iki  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ , vanduo kaitinamas, kad prasidėtų antrasis ciklas. Jei naudojamos dvi vandens vonios, pasibaigus kiekvienam šildymo/atvėsinimo laikotarpiu dėžė perkeliama į kitą vonią.



1 pav.

## 2 METODAS. NAFTOS SULAIKIMO TRĄŠOSE NUSTATYMAS

### 1. Taikymo apimtis ir sritis

Šis dokumentas apibūdina procedūrą, kurios metu nustatomas naftos sulaikymas paprastuosiose amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį.

Šis metodas taikomas granuliuotoms ir miltelinėms trąšoms, kurios neturi naftoje tirpstančių medžiagų.

### 2. Apibrėžimas

Naftos sulaikymas trąšose – tai trąšose likęs naftos kiekis, nustatytas nurodytomis bandymo sąlygomis ir išreikštas masės procentais.

### 3. **Metodo esmė**

Bandinio dalis tam tikram laikui visiškai panardinama gazolyje, o po to, drenuojant nurodytomis sąlygomis, pašalinamas naftos perteklius. Išmatuojamas bandinio dalies masės padidėjimas.

### 4. **Reagentas**

Gazolis

Didžiausias klampumas: 5 mPas, kai temperatūra 40 °C.

Tankis: 0,8–0,85 g/ml, kai temperatūra 20 °C.

Sieros kiekis: ≤1,0 % (m/m).

Peleningumas: ≤0,1 % (m/m).

### 5. **Įrenginiai**

Įprastiniai laboratoriniai įrenginiai ir:

5.1. Svarstyklės, 0,01 g tikslumo.

5.2. 500 ml talpos laboratorinės stiklinės.

5.3. Plastikinis piltuvas, kurio viršutinė dalis yra cilindro formos, apytiksliai 200 mm skersmens.

5.4. Bandymo sietas su 0,5 mm dydžio akutėmis, kurių būtų galima įdėti į piltuvą (5.3).

Pastaba: Piltuvas ir sietas turi būti tokio dydžio, kad tik kelios granulės būtų viena ant kitos ir kad būtų galima drenuojant lengvai pašalinti naftą.

5.5. Krepinis, minkštas greito filtravimo popierius, kurio plotinis tankis – 150 g/m<sup>2</sup>.

5.6. Sugeriamoji medžiaga (naudojama laboratorijose).

### 6. **Procedūra**

6.0. Vienas po kito greitai atliekami du atskiri bandymai, naudojant skirtingas to paties bandinio dalis.

6.1. Sijojant atskiriamos mažesnės kaip 0,5 mm daleles (5.4). 0,01 g tikslumu pasveriami apytiksliai 50 gramų bandinio ir įdedama į laboratorinę stiklinę (5.2). Pridedama pakankamai gazolio (4 punktas), kad būtų padengtos visos granulės, ir lėtai maišoma, kad visų granulių paviršius būtų visiškai drėgnas. Laboratorinė stiklinė uždengiama laikrodžio stiklu ir laikoma vieną valandą 25 (± 2) °C temperatūroje.

6.2. Visas laboratorinės stiklinės turinys perfiltruojamas per piltuvą (5.3), kuriame yra bandymo sietas (5.2). Sieto sulaukta bandinio dalis laikoma vieną valandą, kad nutektų naftos perteklius.

6.3. Ant lygaus paviršiaus vienas ant kito padedami du filtravimo popieriaus lapai (5.5) (maždaug 500 x 500 mm). Abiejų filtravimo popieriaus lapų keturi kraštai užlenkiami į viršų (plotis – apytiksliai 40 mm), kad nenuriedėtų granulės. Du sugeriamosios medžiagos sluoksniai (5.6) padedami filtravimo popieriaus viduryje. Visas sieto (5.4) turinys išpilamas ant sugeriamosios medžiagos ir minkštu, lygiu šepetėliu vienodai paskleidžiamos granulės. Po dviejų minučių pakeliamas vienas sugeriamosios medžiagos kraštas ir granulės perkeliama ant apačioje esančio filtravimo popieriaus; šepetėliu granulės lygiai paskleidžiamos ant filtravimo popieriaus. Ant bandinio uždedamas dar vienas filtravimo popieriaus lapas, kurio kraštai taip pat užlenkti į viršų, ir sukamaisiais judesiais, šiek tiek spaudžiant, granulės ritinėjamos tarp filtravimo popieriaus lapų. Po kiekvienų aštuonių sukamųjų judesių padaroma pertrauka ir pakeliami priešingi filtravimo popieriaus kraštai, kad nuriedėjusios į pakraščius granulės vėl būtų centre. Laikomasi šios procedūros: iki galo atliekami keturi sukamieji judesiai iš pradžių pagal laikrodžio rodyklę, paskui prieš laikrodžio rodyklę. Tada anksčiau nurodytu būdu granulės nužeriamos į centrą. Ši procedūra atliekama tris kartus (24 sukamieji judesiai, du kartus kraštai pakeliami į viršų). Atsargiai įdedamas naujas filtravimo popieriaus lapas tarp apatinio ir virš jo esančio lapo, pakeliami viršutinio lapo kraštai ir leidžiama granulėms nuriedėti ant naujo lapo. Granulės uždengiamos nauju filtravimo popieriaus lapu ir pakartojama anksčiau aprašyta procedūra. Po to granulės nedelsiant įberiamos į pasvertą indą ir dar kartą pasveriamos 0,01 g tikslumu, siekiant nustatyti likusio gazolio svorį.

#### 6.4. Ritinėjimo ir svėrimo procedūros kartojimas

Jeigu bandinyje lieka daugiau kaip 2,00 g gazolio, bandinys padedamas ant naujų filtravimo popieriaus lapų ir pakartojama 6.3 papunktyje aprašyta ritinėjimo procedūra užlenkiant kraštus (du kartus atliekami aštuoni sukamieji judesiai, vieną kartą pakeliant kraštus). Bandinys dar kartą pasveriamas.

#### 7. Rezultatų išraiška

##### 7.1. Apskaičiavimo metodas ir formulė

Abu kartus (6.0) nustatytas naftos sulaikymas, išreikštas procentais pagal nusijotos bandinio dalies masę, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\text{Naftos sulaikymas} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100,$$

čia:

$m_1$  – nusijotos bandinio dalies (6.1) masė, išreikšta gramais;

$m_2$  – bandinio dalies masė, išreikšta gramais, kuri nustatyta per paskutinį svėrimą, atliktą pagal 6.3 arba 6.4 punktus.

Galutinis rezultatas yra dviejų atskirai nustatytų verčių aritmetinis vidurkis.

### 3 METODAS. DEGIŲ INGREDIENTŲ NUSTATYMAS

#### 1. Taikymo apimtis ir sritis

Šis dokumentas apibūdina procedūrą, kurios metu nustatomas degių ingredientų kiekis paprastosiame amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį.

#### 2. Metodo esmė

Paveikus rūgštimi iš anksto pašalinamas anglies dioksidas, išsiskyres iš neorganinių užpildų. Organiniai junginiai oksiduojami naudojant chromato rūgšties ir sulfato rūgšties mišinį. Susidaręs anglies dioksidas absorbuojamas bario hidroksido tirpale. Nuosėdos ištirpinamos druskos rūgšties tirpale ir jų kiekis nustatomas atvirkštinio titravimo su natrio hidroksido tirpalu būdu.

#### 3. Reagentai

3.1. Analiziškai grynas chromo (VI) trioksidas  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ .

3.2. Sulfato rūgštis, atskiesta iki 60 % tūrio –

įpilama 360 ml vandens į vieno litro laboratorinę stiklinę ir atsargiai įpilama 640 ml sulfato rūgšties (tankis esant 20 °C temperatūrai = 1,83 g/ml).

3.3. Sidabro nitratas: 0,1 M tirpalas.

3.4. Bario hidroksidas.

Pasveriamas 15 gramų bario hidroksido ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) ir ištirpinama karštame vandenyje. Tirpalui atvėsus, perpilama į vieno litro talpos kolbą. Praskiedžiama iki žymės ir sumaišoma. Filtruojama per lankstyjamą filtravimo popierių;

3.5. Druskos rūgštis: 0,1 M standartinis tirpalas.

3.6. Natrio hidroksidas: 0,1 M standartinis tirpalas.

3.7. Bromfenolio mėlynasis: 0,4 gramai ištirpinti viename litre vandens.

3.8. Fenolftaleinas: 2 gramai ištirpinti viename litre 60 % pagal tūrį etanolio.

3.9. Natrio kalkės: dalelių dydis apytiksliai 1,0–1,5 mm.

3.10. Demineralizuotas vanduo: ką tik užvirtas, kad būtų pašalintas anglies dioksidas.

#### 4. Įrenginiai

##### 4.1. Įprastiniai laboratoriniai įrenginiai, tarp jų:

— 15 ml talpos stiklinis filtra -tiglis, kurio sukepinamojo stiklo plokštelės skersmuo – 20 mm, visas aukštis – 50 mm, akytumas - 4 (akučių skersmuo – 5–15 μm),

— 600 ml talpos laboratorinė stiklinė.

##### 4.2. Suslėgto azoto tiekimo sistema.

##### 4.3. Įranga, surinkta iš toliau nurodytų dalių, jei įmanoma, sujungiant apvaliosiomis prišlifuotomis jungtimis (šlifais) (žr. 2 pav.):

4.3.1. Absorbcijos vamzdis A, kurio ilgis yra apytiksliai 200 mm, o skersmuo – 30 mm, pripildytas natrio kalkių (3.9), kurios stiklo pluošto kaiščiu nustumiamos į reikiamą vietą.

4.3.2. Apvaliadugnė, dvigurklė 500 ml tūrio reakcijos kolba B.

4.3.3. Apytiksliai 150 mm ilgio (C) Vigreux rektifikacijos kolona.

4.3.4. 200 mm ilgio dvigubo paviršiaus kondensatorius C.

4.3.5. Drechsel'io indas D, naudojamas sulaikyti bet kokį rūgšties perteklių, kuris gali išsilieti per kraštus.

4.3.6. Ledo vonia E Drechsel'io indui atvėsinti.

4.3.7. Du 32–35 mm skersmens absorberiai  $F_1$  ir  $F_2$ , kurių dujų skirstytuvas turi 10 mm skersmens apskritą mažo akytumo sukepinamojo stiklo filtrą.

4.3.8. Siurblys ir įsiurbimo reguliavimo įtaisas G, sujungtas su T formos stikliniu trišakiu, kurio laisvoji atšaka prijungiama prie plono stiklinio vamzdelio naudojant trumpą guminę žarnelę su uždėtu sraigtiniu spaustuku.

Įspėjimas:

Verdantį chromato rūgšties tirpalą pavojinga naudoti sumažinto slėgio įrenginyje, todėl reikalingos tinkamos saugos priemonės.

#### 5. Procedūra

##### 5.1. Tiriamasis mėginys

Apytiksliai 10 gramų amonio nitrato pasveriami 0,001 g tikslumu.

##### 5.2. Karbonatų šalinimas

Tiriamasis mėginys suberiamas į reakcijos kolbą B. Įpilama 100 ml  $H_2SO_4$  (3.2). Kambario temperatūroje granulės ištirpsta per dešimt minučių. Surenkamas įrenginys, kaip nurodyta schemeje (2 pav.): vienas absorbcijos vamzdelio galas (A) prijungiamas prie azoto šaltinio (4.2) naudojant negrįžtamo srauto įtaisą, kuriame yra 5–6 mm gyvsidabrio stulpelis, o kitą galą - prie tiekimo vamzdelio, kuris įvedamas į reakcijos kolbą. Įstatoma Vigreux rektifikacijos kolona (C) ir kondensatorius (C), aušinamą vandeniu. Dujinis azotas per tirpalą leidžiamas vidutinio greičio srautu; tirpalas užvirinamas ir šildomas dvi minutes. Praėjus šiam laikui tarpui turėtų pasibaigti burbuliukų skyrimasis; jeigu matyti burbuliukai, šildoma dar 30 minučių. Tirpalas vėsinamas ne trumpiau kaip 20 minučių, nenutraukiant azoto tiekimo į jį.

Baigiamas įrenginio surinkimas, kaip nurodyta schemeje, prijungiant kondensatoriaus vamzdelį prie Drechsel'io indo (D), o šį indą prie absorberių  $F_1$  ir  $F_2$ . Surenkant įrenginį azotas turi būti leidžiamas per tirpalą. Į kiekvieną absorberį ( $F_1$  ir  $F_2$ ) greitai įpilama 50 ml bario hidroksido tirpalo (3.4).

Azotas leidžiamas 10 minučių. Tirpalas absorberiuose turi likti skaidrus. Jeigu jis nėra skaidrus, būtina pakartoti karbonatų šalinimo procedūrą.

##### 5.3. Oksidacija ir absorbcija

Ištraukus azoto tiekimo vamzdį, per reakcijos kolbos kitą gurklį (B) greitai įberiami 20 gramų chromo trioksido (3.1) ir įpilama 6 ml sidabro nitrato tirpalo (3.3). Įrenginys prijungiamas prie siurblio ir sureguliuojamas azoto srautas, kol pastovus dujų burbuliukų srautas pradeda eiti per absorberių ( $F_1$  ir  $F_2$ ) sukepinamojo stiklo filtrus.



Reakcijos kolba (B) šildoma, kol užverda skystis, jis virinamas pusantros valandos <sup>(1)</sup>. Išsiurbimo reguliavimo įtaiso (G) vožtuvo pagalba būtina kontroliuoti azoto srautą, nes reakcijos metu nusėdęs bario karbonatas gali užblokuoti sukepinamojo stiklo filtrus. Laikoma, kad bandymas pavyko, jeigu bario hidroksido tirpalas F<sub>2</sub> absorberyje išlieka skaidrus. Priešingu atveju bandymą būtina pakartoti. Nustojama šildyti ir įrenginys išardomas. Kiekvienas skirstytuvai išplaunamas iš abiejų pusių, kad neliktų bario hidroksido, nuoplovos surenkamos atitinkamame absorberyje. Skirstytuvai vienas po kito įstatomi į 600 ml talpos laboratorinę stiklinę, kuri vėliau bus naudojama nustatymui.

Vakuume sparčiai filtruojamas pirmiausia F<sub>2</sub> absorberio turinys, po to F<sub>1</sub> absorberio turinys, naudojant stiklinį filtrą-tiglį. Nuosėdos surenkamos plaunant absorberius vandeniu (3.10), tiglis išplaunamas su 50 ml to paties vandens. Tiglis įdedamas į 600 ml talpos laboratorinę stiklinę ir įpilama apytiksliai 100 ml virinto vandens (3.10). Į kiekvieną absorberį įpilama 50 ml virinto vandens ir penkias minutes per skirstytuvus leidžiamas azotas. Vanduo iš absorberių sumaišomas su vandeniu, esančiu laboratorinėje stiklinėje. Ši procedūra pakartojama siekiant užtikrinti, kad skirstytuvai būtų tikrai švariai išplauti.

5.4. *Karbonatų, susidariusių iš organinių medžiagų, kiekio nustatymas*

Į laboratorinės stiklinės turinį įlašinami penki lašai fenolftaleino (3.8). Tirpalas nusidažo raudonai. Lašinama druskos rūgštis (3.5), kol išnyks rausva spalva. Tirpalas gerai išmaišomas ir patikrinama, ar jis vėl nenusidažė rausvai. Įlašinami penki lašai bromfenolio ir titruojama su druskos rūgštimi, kol tirpalas nusidažys geltonai. Įpilama dar 10 ml druskos rūgštis.

Tirpalas šildomas iki virimo temperatūros ir virinamas ne ilgiau kaip vieną minutę. Patikrinama, kad skystyje neliktų nuosėdų.

Atvėsinus tirpalą atliekamas atvirkštinis titravimas su hidroksido tirpalu (3.6).

6. **Tuščiasis bandymas**

Atliekant tuščiąjį bandymą, laikomasi tos pačios procedūros ir naudojami tie patys visų reagentų kiekiai.

7. **Rezultatų išraiška**

Degiųjų ingredientų kiekis (C), išreikštas mėginyje esančios anglies masės procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

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

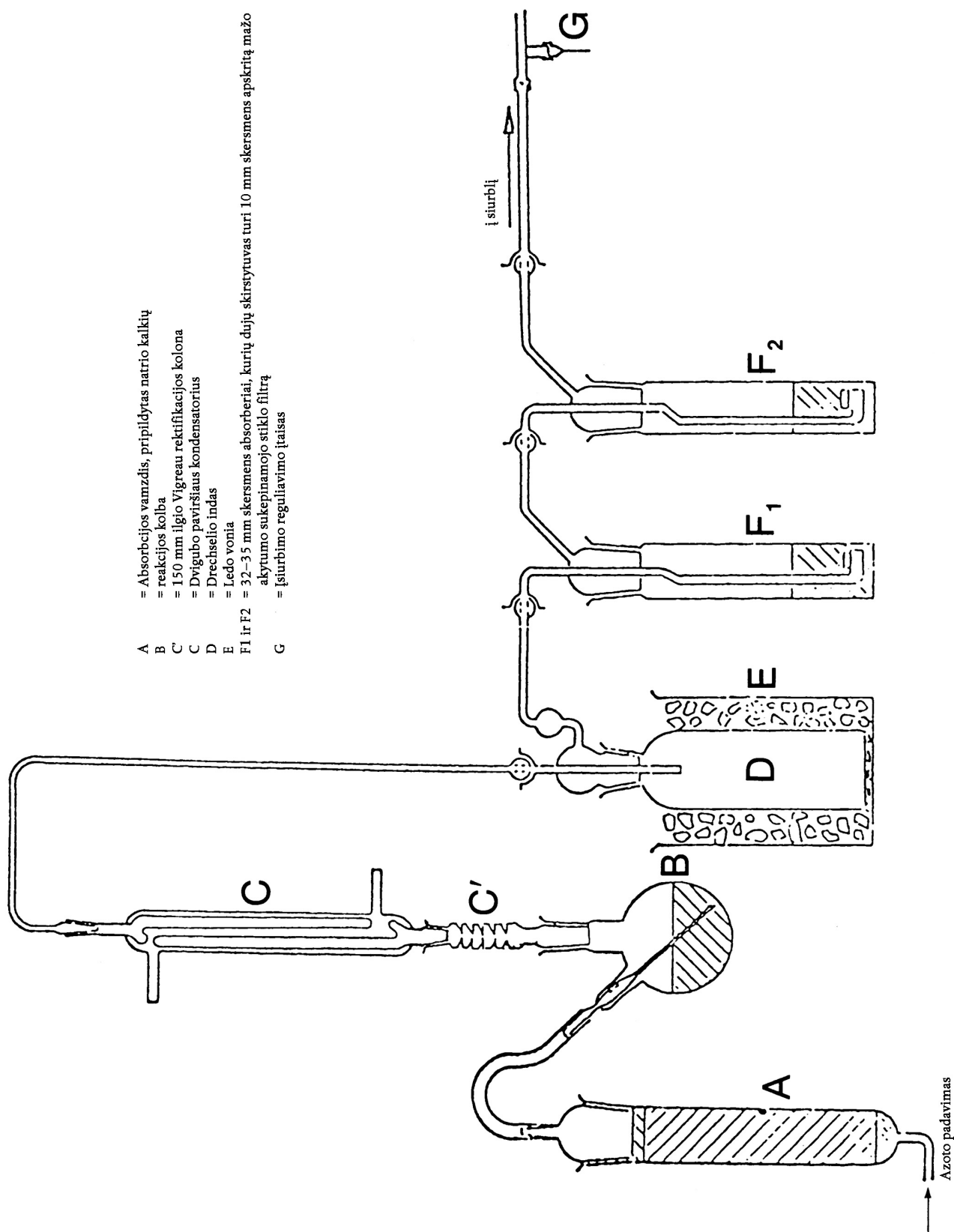
čia:

E<sub>1</sub> = mėginio dalies masė gramais;

V<sub>1</sub> = 0,1 M druskos rūgštis, sunaudotos titruojant su fenolftaleinu, tūris mililitrais;

V<sub>2</sub> = 0,1 M natrio hidroksido tirpalo, sunaudoto atliekant atvirkštinį titravimą, tūris mililitrais.

<sup>(1)</sup> Jei naudojamas sidabro nitrato katalizatorius, pusantros valandos reakcijos trukmė yra pakankama daugelio organinių medžiagų atveju.



A = Absorbent tube, filled with calcium nitrate

B = reaction flask

C = 150 mm long Vigreux rectification column

D = Double-surface condenser

E = Ice bath

F1 ir F2 = 32-35 mm diameter absorption vessels, each containing a 10 mm diameter nitrogen-sieving filter

G = gas outlet to the pump

## 4 METODAS. pH NUSTATYMAS

1. **Taikymo apimtis ir sritis**

Šis dokumentas apibūdina procedūrą, kurios metu nustatomas tirpalo pH paprastosiame amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį.

2. **Metodo esmė**

Amonio nitrato tirpalo pH nustatomas pH-metru.

3. **Reagentai**

Distiliuotas ir demineralizuotas vanduo be anglies dioksido.

3.1. *Buferinis tirpalas, kurio pH = 6,88, kai temperatūra 20 °C.*

Ištirpinama 3,40 ( $\pm$  0,01) gramai kalio dihidroortofosfato ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) apytiksliai 400 ml vandens. Tada ištirpinama 3,55 ( $\pm$  0,01) gramai natrio hidroortofosfato ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) apytiksliai 400 ml vandens. Abu tirpalai neišlaistant perpilami į 1 000 ml tūrio standartinę kolbą, praskiedžiama iki žymės ir sumaišoma. Tirpalas laikomas oro nepraleidžiančiame inde.

3.2. *Buferinis tirpalas, kurio pH = 4,00, kai temperatūra 20 °C.*

Ištirpinama 10,21 ( $\pm$  0,01) gramai kalio hidro ftalato ( $\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$ ) vandenyje. Neišlaistant perpilama į 1000 ml tūrio standartinę kolbą, praskiedžiama iki žymės ir sumaišoma.

Tirpalas laikomas oro nepraleidžiančiame inde.

## 3.3. Galima naudotis prekiaujamais standartiniais buferiniais tirpalais.

4. **Įrenginys**

pH-metras su stiklo ir kalomelio elektrodais arba lygiaverčiais elektrodais; jautrumas – 0,05 pH vieneto.

5. **Procedūra**5.1. *pH-metro kalibravimas*

pH-metras kalibruojamas 20 ( $\pm$  1) °C temperatūroje, naudojant (3.1), (3.2) arba (3.3) buferinius tirpalus. Matuojant tirpalo paviršiumi leidžiamas lėtas azoto srautas.

5.2. *pH nustatymas*

Ant 10 ( $\pm$  0,01) gramų mėginio, esančio 250 ml talpos laboratorinėje stiklinėje, užpilama 100 ml vandens. Netirpstančios dalelės pašalinamos filtruojant, nupilant nuo nuosėdų arba centrifuguojant skystį. Išmatuojamas skaidraus tirpalo pH, kai temperatūra 20 ( $\pm$  1) °C, atliekant matavimą pagal prietaiso kalibravimo procedūrą.

6. **Rezultatų išraiška**

Rezultatai išreiškiami pH vienetais 0,1 tikslumu, nurodant tirpalo temperatūrą.

## 5 METODAS. DALELIŲ DYDŽIO NUSTATYMAS

1. **Taikymo apimtis ir sritis**

Šis dokumentas apibūdina paprastųjų amonio nitrato trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, siojimo bandymą.

## 2. **Metodo esmė**

Bandiniui sijoti naudojamas trijų sietų paketas. Sijojama rankiniu arba mechaniniu būdu. Užrašoma kiekvieno sieto sulaikyta masė ir apskaičiuojama praėjusios per nurodytus sietus medžiagos procentinė koncentracija.

## 3. **Įrenginiai**

- 3.1. 200 mm skersmens metalinio tinklo skirtingo akytumo bandymo sietai, kurių standartiškai išdėstytų akučių dydis – 2,0 mm, 1,0 mm ir 0,5 mm. Šie sietai turi bendrą dangtį ir vieną rinktuvą.
- 3.2. Svarstyklės, sveriančios 0,01 g tikslumu.
- 3.3. Mechaninis sieto kratytuvas (jeigu yra), galintis kratyti bandinį vertikaliai ir horizontaliai.

## 4. **Procedūra**

- 4.1. Bandinys padalijamas į reprezentuojančias dalis apytiksliai po 100 gramų.
- 4.2. Kiekviena šių dalių pasverama 0,1 g tikslumu.
- 4.3. Sietų paketas sudedamas akučių didėjimo tvarka: rinktuvas, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm akučių sietai; pasverta bandinio dalis padedama ant viršutinio sieto. Sietų paketas uždengiamas dangčiu.
- 4.4. Sietų paketas kratomas rankiniu arba mechaniniu būdu, vertikaliais ir horizontaliais judesiais, kartais krestelint. Ši procedūra tęsiama dešimt minučių arba tol, kol pro kiekvieną sietą praeina mažiau kaip 0,1 g medžiagos per vieną minutę.
- 4.5. Sietai paeiliui nuimami nuo laikiklio ir surenkama kiekvieno jų sulaikyta medžiaga; prireikus medžiaga švelniai nubraukiama nuo sieto išorinės pusės su šepetėliu.
- 4.6. Kiekvieno sieto sulaikyta medžiaga pasverama 0,1 g tikslumu, taip pat pasverama rinktuve esanti medžiaga.

## 5. **Rezultatų įvertinimas**

- 5.1. Nustatoma kiekvienos frakcijos dalelių procentinė masė visų frakcijų dalelių masės atžvilgiu (tačiau ne pradinės įkrovos atžvilgiu).

Apskaičiuojama procentinė koncentracija rinktuve (pvz., <0,5 mm): A%.

Apskaičiuojama sieto, kurio akučių dydis 0,5 mm, sulaikytų dalelių procentinė koncentracija: B%.

Apskaičiuojama praėjusių pro 1,0 mm dydžio akutes dalelių procentinė koncentracija, t. y. (A + B)%.

Dalelių frakcijų masių suma turėtų skirtis nuo pradinės įkrovos masės ne daugiau kaip 2 %.

- 5.2. Būtina atlikti ne mažiau kaip du atskirus bandymus. A rezultatai neturi skirtis daugiau kaip 1,0 procentiniu punktu, o B rezultatai negali skirtis daugiau kaip 1,5 procentinio punkto. Jei taip nėra, bandymas kartojamas.

## 6. **Rezultatų išraiška**

Rezultatas išreiškiamas dviejų verčių, gautų A ir A + B atvejais, vidurkiais.

### 6 METODAS. CHLORO (CHLORIDO JONŲ) NUSTATYMAS

## 1. **Taikymo apimtis ir sritis**

Šis dokumentas taikomas nustatyti chloro (chlorido jonų) kiekį paprastosiame amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį.

## 2. **Metodo esmė**

Chlorido jonai vandenyje nustatomi rūgštineje terpėje potenciometrinio titravimo būdu, naudojant sidabro nitrata.

### 3. Reagentai

Distiliuotas arba demineralizuotas vanduo be chlorido jonų.

- 3.1. Acetonas AR.
- 3.2. Koncentruota nitrato rūgštis, kurios tankis 1,40 g/ml, kai temperatūra 20 °C.
- 3.3. Sidabro nitrato 0,1 M standartinis tirpalas. Šis tirpalas laikomas rudo stiklo butelyje.
- 3.4. Sidabro nitrato 0,004 M standartinis tirpalas; šis tirpalas ruošiamas prieš pat vartojimą.
- 3.5. Kalio chloridas. 0,1 M standartinis etaloninis tirpalas. 0,1 mg tikslumu pasveriami 3,7276 gramo analiziškai gryno kalio chlorido, kuris prieš tai buvo vieną valandą džiovintas 130 °C temperatūros krosnelėje ir atvėsintas džiovinimo spintoje iki kambario temperatūros. Ištirpinamas nedideliame vandens kiekyje, visas tirpalas perpilamas į 500 ml tūrio standartinę kolbą, praskiedžiama iki žymės ir sumaišoma.
- 3.6. Kalio chlorido 0,004 M standartinis etaloninis tirpalas; šis tirpalas ruošiamas prieš pat vartojimą.

### 4. Įrenginiai

- 4.1. Potenciometras su sidabro indikatoriniu elektrodu ir kalomelio standartiniu elektrodu; jautrumas: 2 mV, veikimo diapazonas nuo -500 mV iki + 500 mV.
- 4.2. Tiltelis užpildytas sočiuoju kalio nitrato tirpalu, prijungtas prie kalomelio elektrodo (4.1); užkemšamas poringais kamščiais.

Pastaba: Šis tiltelis nėra būtinas, jeigu naudojami sidabro ir gyvsidabrio (1) sulfato elektrodai.

- 4.3. Magnetinė maišyklė su strypelio pavidalo maišikliu, padengtu teflonu.
- 4.4. Mikrobiuretė smailiu galiuku ir 0,01 ml padalomis.

### 5. Procedūra

#### 5.1. Sidabro nitrato tirpalo titravimas

Į dvi žemas tinkamos talpos laboratorines stiklines (pvz., 250 ml) įpilama 5,00 ml ir 10,00 ml standartinio etaloninio kalio nitrato tirpalo (3.6). Atliekamas toliau aprašytas kiekvienos laboratorinės stiklinės turinio titravimas.

Įpilama 5 ml nitrato rūgšties tirpalo (3.2), 120 ml acetono (3.1) ir praskiedžiama vandeniu apytiksliai iki 150 ml. Laboratorinė stiklinė pastatoma ant magnetinės maišyklės, įdedamas maišiklis (4.3) ir įjungiama maišyklė. Sidabro elektrodas (4.1) ir laisvasis tiltelio galas (4.2) panardinamas į tirpalą. Elektrodai sujungiami su potenciometru (4.1) ir, patikrinus prietaiso nulinę padėtį, pažymima pradinio potencialo vertė.

Titruojama naudojant mikrobiuretę (4.4), prieš tai, priklausomai nuo paimto standartinio etaloninio kalio chlorido tirpalo tūrio, įlašinus atitinkamai 4 arba 9 ml sidabro nitrato tirpalo. Tada lašinami 0,004 M tirpalai po 0,1 ml ir 0,1 M tirpalai po 0,05 ml. Kiekvieną kartą įlašinus dar vieną dalį, laukiama, kol nusistovės potencialas.

Titruojant, įpilto tirpalo tūrių ir atitinkamų potencialų vertės įrašomos pirmose dvejose lentelės skiltyse.

Trečiojoje lentelės skiltyje įrašomi vienas paskui kitą einantys potencialų E skirtumai ( $\Delta_1 E$ ). Ketvirtojoje skiltyje įrašomi potencialų skirtumų ( $\Delta_2 E$ ) teigiamos arba neigiamos vertės ( $\Delta_1 E$ ). Baigiama titruoti, kai įlašinus 0,1 ml arba 0,05 ml sidabro nitrato tirpalo dalį ( $V_1$ ), būna didžiausia  $\Delta_1 E$  vertė.

Apskaičiuojamas sidabro nitrato tirpalo ekvivalentinis tūris ( $V_{eq}$ ) reakcijos pabaigoje naudojant formulę:

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

čia:

$V_0$  – bendras sidabro nitrato tūris mililitrais, mažesnis už tūrį, prie kurio  $\Delta_1 E$  vertė yra didžiausia;

$V_1$  – paskutinės įlašintos sidabro nitrato tirpalo dalies (0,1 arba 0,05 ml) tūris mililitrais;

b – paskutinė teigiama  $\Delta_2E$  vertė;

B – paskutinės teigiamos  $\Delta_2E$  absoliutinės vertės ir pirmosios neigiamos  $\Delta_2E$  absoliutinės vertės suma (žr. pavyzdį 1 lentelėje).

#### 5.2. Tuščiasis bandymas

Į tuščiąjį bandymą atsižvelgiama apskaičiuojant galutinį rezultatą.

Tuščiojo bandymo, naudojant reagentus rezultatas – tūris  $V_4$  – apskaičiuojamas mililitrais pagal formulę:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

čia:

$V_2$  – sidabro nitrato tirpalo ekvivalentinis tūris ( $V_{eq}$ ) mililitrais, sunaudotas titruojant 10 ml kalio chlorido standartinį etaloninį tirpalą;

$V_3$  – sidabro nitrato tirpalo ekvivalentinis tūris ( $V_{eq}$ ) mililitrais, sunaudotas titruojant 5 ml kalio chlorido standartinį etaloninį tirpalą.

#### 5.3. Tikrinamasis bandymas

Tikrinamojo bandymo metu galima patikrinti prietaisų kokybę ir analizės procedūros atlikimo tikslumą.

#### 5.4. Nustatymas

Pasveriami 10–20 g mėginio dalis 0,01 g tikslumu. Ši mėginio dalis kiekybiškai suberiama į 250 ml tūrio laboratorinę stiklinę. Įpilama 20 ml vandens, 5 ml nitrato rūgšties tirpalo (3.2), 120 ml acetono (3.1) ir praskiedžiama vandeniu apytiksliai iki 150 ml.

Laboratorinė stiklinė pastatoma ant magnetinės maišyklės, įdedamas maišiklis (4.3) ir įjungiama maišyklė. Sidabro elektrodas (4.1) ir laisvasis tiltelio galas (4.2) panardinamas į tirpalą; elektrodai sujungiami su potenciometru (4.1) ir, patikrinus prietaiso nulinę padėtį, pažymima pradinio potencialo vertė.

Titruojama naudojant sidabro nitrato tirpalą, naudojant mikrobiuretę (4.4) ir lašinant po 0,1 ml. Kiekvieną kartą įlašinus dar vieną dalį, laukiama, kol nusistovės potencialas.

Toliau titruojama pagal 5.1 punkte nuo ketvirtosios pastraipos aprašytą procedūrą.

### 6. Rezultatų išraiška

Rezultatas išreiškiamas chloro, kuris buvo analizei pateiktame mėginyje, kiekiu procentais.

Chloro (Cl) procentas apskaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

T – titruojant naudojamo sidabro nitrato tirpalo moliariškumas;

$V_4$  – tūris, nustatytas tuščioju bandymu (5.2.), mililitrais;

$V_5$  – tūris, atitinkantis  $V_{eq}$  (5.4), mililitrais;

m – mėginio dalies masė, gramais.

## 1 lentelė

## SIDABRO NITRATO TIRPALO TŪRIO APSKAIČIAVIMO

## PAVYZDYS

Sidabro nitrato tirpalo tūris (V)	Įtampa (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		

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

## 7 METODAS. VARIO NUSTATYMAS

1. **Taikymo apimtis ir sritis**

Šis dokumentas taikomas nustatyti vario kiekiui paprastuosiose amonio nitrato trąšose, turinčiose didelį azoto kiekį.

2. **Metodo esmė**

Mėginys ištirpinamas skiestojoje druskos rūgštyje ir vario kiekis nustatomas atominės absorbcinės spektrofotometrijos būdu.

3. **Reagentai**

3.1. Druskos rūgštis, kurios tankis 1,18 g/ml, kai temperatūra 20 °C.

3.2. 6 M druskos rūgšties tirpalas.

3.3. 0,5 M druskos rūgšties tirpalas.

3.4. Amonio nitratas.

3.5. 30 % vandenilio peroksidas.

3.6. Pradinis vario tirpalas<sup>(1)</sup>: 0,001 g tikslumu pasveriamas 1 gramas gryno vario; ištirpinamas 25 ml 6 M druskos rūgšties tirpale (3.2), dalimis įpilama 5 ml vandenilio peroksido (3.5) ir praskiedžiama vandeniu iki 1 l tirpalo. 1 ml šio tirpalo yra 1 000 µg vario (Cu);

3.6.1. Praskiestas vario tirpalas: vandeniu praskiedžiamas 10 ml pradinis vario tirpalas (3.6) iki 100 ml ir 10 ml gauto tirpalo praskiedžiama vandeniu iki 100 ml; 1 ml galutinio tirpalo yra 10 µg vario (Cu).

Šis tirpalas ruošiamas prieš pat vartojimą.

4. **Prietaisai**

Atominės absorbcijos spektrofotometras su vario lempa (324,8 nm).

<sup>(1)</sup> Galima naudoti prekiaujamu standartiniu vario tirpalu.

## 5. Procedūra

### 5.1. Tirpalo paruošimas analizei

Pasverto 0,001 g tikslumu 25 g mėginio, įdedama į 400 ml tūrio laboratorinę stiklinę, atsargiai įpilama 20 ml druskos rūgšties (3.1) (anglies dioksido išsiskyrimo reakcija gali būti smarki). Esant reikalui, įpilama dar druskos rūgšties. Kai nustoja išsiskirti burbuliukai, mišinys išgarinamas iki sausos liekanos ant garų vonios, retkarčiais maišant stikline lazdele. Įpilama 15 ml 6 M druskos rūgšties tirpalo (3.2) ir 120 ml vandens. Maišoma stikline lazdele, kuri paliekama laboratorinėje stiklinėje. Stiklinė uždengiama laikrodiniu stiklu. Mišinys lėtai virinamas, kol viskas ištirps, po to tirpalas atvėsინamas.

Visas tirpalas kiekybiškai perpilamas į 250 ml matavimo kolbą, laboratorinė stiklinė išplaunama 5 ml druskos rūgšties 6 M tirpalo (3.2) ir dar du kartus išplaunama, panaudojant po 5 ml virinto vandens. Praskiedžiama iki žymės druskos rūgšties 0,5 M tirpalu (3.3) ir atsargiai išmaišoma.

Perfiltruojama per vario neturintį filtravimo popierių<sup>(1)</sup> ir atskiriami pirmieji 50 ml.

### 5.2. Tuščiojo bandymo tirpalas

Tuščiajam bandymui paruošiamas tirpalas be mėginio. Į tuščiojo bandymo rezultatus atsižvelgiama apskaičiuojant galutinius rezultatus.

### 5.3. Nustatymas

#### 5.3.1. Mėginio ir tuščiojo bandymo tirpalų paruošimas

Mėginio tirpalas (5.1) ir tuščiojo bandymo tirpalas (5.2) atskiedžiamas druskos rūgšties 0,5 M tirpalu (3.3) tiek, kad būtų galima matuojant spektrofotometru tiksliausiai nustatyti vario koncentraciją. Paprastai skiesti nereikia.

#### 5.3.2. Kalibracinių tirpalų paruošimas

Skiedžiant standartinį tirpalą (3.6) druskos rūgšties 0,5 M tirpalu (3.3) paruošiami ne mažiau kaip penki standartiniai tirpalai, atitinkantys spektrofotometro tiksliausio matavimo intervalą (0–5,0 mg/ml Cu). Prieš praskiedžiant iki žymės, į kiekvieną tirpalą įpilama tiek amonio nitrato (3.4), kad praskiedus galutinė jo koncentracija būtų 10 mg/ml.

### 5.4. Matavimas

Spektrofotometras (4) nustatomas prie bangos ilgio 324,8 nm. Naudojamas oksiduojantis oro ir acetileno liepsnos šviesos šaltinis. Tris kartus iš eilės purškiami kalibraciniai tirpalai (5.3.2), mėginio tirpalas ir tuščiojo bandymo tirpalas (5.3.1), po kiekvieno purškimo įrenginiai išplaunami distiliuotu vandeniu. Brėžiama kalibravimo kreivė, ordinačių ašyje pažymint kiekvieno standartinio tirpalo absorbcijos vidurkį, abscisų ašyje – atitinkamas vario koncentracijas, išreikštas mg/ml.

Nustatoma vario koncentracija galutiniuose mėginio ir tuščiojo bandymo tirpaluose pagal kalibravimo kreivę.

## 6. Rezultatų išraiška

Vario kiekis mėginyje apskaičiuojamas atsižvelgiant į mėginio svorį, analizės metu atliktus skiedimus ir tuščiojo bandymo rezultatus. Rezultatas yra vario kiekis mg/kg.

<sup>(1)</sup> Vatmanas 541 arba kitas tokių pačių savybių popierius.



## III PRIEDAS

## SPROGUMO NUSTATYMO METODAS

1. **Taikymo apimtis ir sritis**

Šis dokumentas taikomas paprastųjų amonio nitrato trąšų, turinčių didelį azoto kiekį, sprogumui nustatyti.
2. **Metodo esmė**

Bandinys įdedamas į plieninį vamzdį ir veikiamas detonacijos įkrovos sukeltu sprogimu. Sprogimo plitimas nustatomas pagal švino cilindrus, ant kurių bandymo metu horizontaliai padedamas vamzdis, suardymo laipsnį.
3. **Medžiagos**
  - 3.1. Plastiškoji sprogstamoji medžiaga, turinti 83 %–86 % pentaeritritolio tetranitrato.

Tankis: 1500–1600 kg/m<sup>3</sup>.  
Sprogimo greitis: 7300–7700 m/s.  
Masė: 500 (± 1) g.
  - 3.2. Septyni gabalai lankstaus detonacijos laido su nemetalinėmis movomis.

Užpildo svoris: 11–13 g/m.  
Kiekvieno laido ilgis: 400 (± 2) mm.
  - 3.3. Supresuota antrinės sprogstamosios medžiagos granulė su įduba sprogdikliui.

Sprogstamoji medžiaga: heksogenas:parafinas (95:5) arba tetrilas, arba panaši antrinė sprogstamoji medžiaga su grafitu arba be jo.  
Tankis: 1 500–1 600 kg/m<sup>3</sup>.  
Skersmuo: 19–21 mm.  
Aukštis: 19–23 mm.  
Centrinės įdubos sprogdikliui skersmuo: 7–7,3 mm; gylis: 12 mm.
  - 3.4. Besiūlis plieninis vamzdis, nurodytas ISO 65 – 1981; sunkiųjų gaminių serija; vardiniai matmenys DN 100 (4 mm).

Vamzdžio išorės skersmuo: 113,1–115,0 mm.  
Sienelės storis: 5,0–6,5 mm.  
Ilgis: 1 005 (± 2) mm.
  - 3.5. Apatinė plokštė.

Medžiaga: lengvai suvirinamas plienas.  
Plokštės matmenys: 160 x 160 mm.  
Storis: 5–6 mm.
  - 3.6. Šeši švininiai cilindrai.

Skersmuo: 50 (± 1) mm,  
Aukštis: 100–101 mm.  
Medžiagos: minkštas švinas, ne mažesnis kaip 99,5 % grynumo.
  - 3.7. Plieninis blokas.

Ilgis: ne mažesnis kaip 1 000 mm.  
Plotis: ne mažesnis kaip 150 mm.  
Aukštis: ne mažesnis kaip 150 mm.  
Masė: ne mažesnė kaip 300 kg, jeigu nėra tvirto pagrindo, ant kurio būtų galima pastatyti plieninį bloką.
  - 3.8. Plastikinis arba kartoninis cilindras detonacijos įkrovai.

Sienelių storis: 1,5–2,5 mm.  
Skersmuo: 92–96 mm.  
Aukštis: 64–67 mm.

3.9. Sprogdiklis (elektrinis arba neelektrinis), kurio sužadinimo jėga – 8–10.

3.10. Medinis diskas.

Skersmuo: 92–96 mm. Skersmuo turi atitikti plastikinio ar kartoninio cilindro (3.8) vidaus skersmenį.

Storis: 20 mm.

3.11. Medinis strypas, kurio matmenys tokie patys kaip sprogdiklio (3.9).

3.12. Siuvimo smaigai (didžiausias ilgis 20 mm).

#### 4. **Procedūra**

4.1. *Detonacijos įkrovos paruošimas, prieš įdedant į plieninį vamzdį*

Pagal esamų įrenginių tipus galima išskirti du sprogstamosios medžiagos sužadinimo detonacijos įkrovoje būdus.

4.1.1. Septynių taškų viena laikis sužadinimas

Naudoti paruošta detonacijos įkrova parodyta 1 pav.

4.1.1.1. Medinio disko (3.10) centre ir šešiuose taškuose, kurie būtų simetriškai išdėstyti 55 mm skersmens koncentrinio apskritimu, išgręžiamos lygiagrečios ašiai skylės. Skylių skersmuo turi būti 6–7 mm (žr. 1 pvz., A–B skirsnius) pagal naudojamo detonacijos laido skersmenį (3.2).

4.1.1.2. Atpjaunami septyni gabalai (po 400 mm) lankstaus detonacijos laido (3.2); visi pjūviai turi būti tiesūs ir tvarkingi; abu laido galai iš karto sandariai užkljuojami lipnia juosta, kad neišbyrėtų sprogstamoji medžiaga. Veriant kiekvienas iš septynių laidų įkišamas į septynis medinio disko skyles (3.10), kad kitoje disko pusėje išlįstų keli centimetrai. Tada į kiekvieno laido medžiaginę movą 5–6 mm nuo jų galų skersai įsmeigiamas mažas siuvimo smaigas (3.12) ir lipnia juosta apvyniojami 2 centimetrai išorinės laidų pusės prie smaigo. Tada patraukiami visi ilgieji laidų galai, kad smaigas liestų medinį diską.

4.1.1.3. Plastiškai sprogstamajai medžiagai (3.1) suteikiama cilindro forma, kurio skersmuo – 92–96 mm, priklausomai nuo cilindro (3.8) skersmens. Šis cilindras pastatomas statmenai ant lygaus paviršiaus ir įdedama suformuota sprogstamoji medžiaga. Tada medinis diskas (\*) su septyniais detonacijos laidais uždedamas ant cilindro viršaus ir išpaudžiamas į sprogstamąją medžiagą. Pakoreguojamas cilindro aukštis (64–67 mm), kad jo viršutinė briauna nebūtų aukštesnė už medinį diską. Tada, pavyzdžiui, smaigais arba mažomis vinutėmis cilindras pritvirtinamas prie medinio disko per visą apskritimo ilgį.

4.1.1.4. Laisvieji septynių detonacijos laidų galai uždedami aplinkui medinį strypą (3.11), kad jų galai būtų vienoje plokštumoje, statmenoje strypui. Naudojant lipnią juostą, šie galai pritvirtinami prie strypo (†).

4.1.2. Centrinis sužadinimas, naudojant supresuotą granulę

Darbui paruošta detonacijos įkrova parodyta: 2 pav.

4.1.2.1. Granulės presavimas

Granulė presuojama laikantis būtinos saugos: 10 gramų antrinės sprogstamosios medžiagos (3.3) padedama į liejimo formą, kurios vidaus skersmuo – 19–21 mm, ir suspaudžiama, suteikiant reikiamą formą ir tankį.

(Skersmens ir aukščio santykis - apytiksliai 1:1).

Liejimo formos dugno centre turi būti 12 mm aukščio ir 7,0–7,3 mm skersmens smaigas (atsižvelgiant į naudojamo sprogdiklio skersmenį), presuojant suformuojantis granulėje cilindro formos įdubą, į kurią vėliau įdedamas sprogdiklis.

4.1.2.2. Detonacijos įkrovos paruošimas

Plastiška sprogstamoji medžiaga (3.1) įdedama į cilindrą (3.8), kuris stovi stačiai ant lygaus paviršiaus, ir suspaudžiama mediniu spaustuviu, suteikiant sprogstamajai medžiagai cilindro formą su įduba centre. Granulę įdedama į šį įdubimą. Cilindro formos sprogstamoji medžiaga su suspausta granulė uždengiama mediniu disku (3.10), kurio centre yra 7,0–7,3 mm skersmens skylė, į kurią bus įdėtas sprogdiklis. Medinis diskas pritvirtinamas prie cilindro sukryžiuotomis lipniomis juostomis. Įstatant medinį strypą (3.11) reikia patikrinti, ar diske išgręžta skylė ir įduba granulėje sutampa.

(\*) Disko skersmuo turi atitikti cilindro vidaus skersmenį.

(†) NB: Šeši šoniniai laidai įštempia, o vidurinis turi būti šiek tiek laisvas.

#### 4.2. Plieninio vamzdžio paruošimas sprogo nustatymo bandymui

Viename plieninio vamzdžio (3.4) gale, priešinguose taškuose, išgręžiamos dvi 4 mm skersmens skylės, statmenos šoninei sienelėi ir 4 mm atstumu nutolusios nuo krašto.

Apatinė plokštė (3.5) įstumiami į kitą vamzdžio galą, lydmetaliu visiškai užpildant tarpą tarp apatinės plokštės ir vamzdžio sienelės aplinkui visą vamzdį.

#### 4.3. Plieninio vamzdžio pripildymas ir įkrovimas

(žr. 1, 2 ir 3 pav.)

4.3.1. Bandinys, plieninis vamzdis ir detonacijos įkrova laikoma 20 ( $\pm$  5) °C temperatūroje. Dviem sprogo nustatymo bandymams reikia 16–18 kg bandinio;

4.3.2. Vamzdis pastatomas statmenai; jo apatinė kvadratinė plokštė turi būti ant tvirto ir lygaus, geriau betoninio, paviršiaus. Apytiksliai trečdalis (pagal ilgį) vamzdžio užpildoma bandiniu, vamzdžiui leidžiama penkis kartus 10 cm vertikaliai kristi ant grindų, kad granulės būtų kuo labiau sutankinamos. Greičiau sutankinama, jei tarp kritimų į vamzdžio šoninę sieną suduodama 750–1 000 g svorio plaktuku (iš viso 10 kartų).

Vamzdis pakraunamas kita bandinio dalimi. Tolimesnis vamzdžio papildymas bandiniu turi būti atliekamas taip, kad, po sutankinimo, atliekamo pakeliant ir numetant vamzdį 10 kartų, tarp kritimų iš viso 20 kartų suduodant plaktuku, tarp įkrovos ir vamzdžio viršaus būtų 70 mm atstumas.

Pripildymo aukštis plieniniame vamzdyje koreguojamas taip, kad vėliau įdėta detonacijos įkrova (4.1.1 arba 4.1.2) visu paviršiumi glaudžiai liestųsi su bandiniu.

4.3.3. Detonacijos įkrova įdedama į vamzdį, tokiu būdu, kad ji liestų bandinį; viršutinis medinio disko paviršius turi būti 6 mm atstumu nuo vamzdžio galo. Pridedant arba pašalinant mažus bandinio kiekius užtikrinama, kad sprogstamoji medžiaga ir bandinys labai glaudžiai liestųsi. Pagal 1 ir 2 pvz., atsišakoję smaigai įkišami per skylės, esančias prie atviro vamzdžio galo, jų atsišakojimai priglaudžiami prie vamzdžio.

#### 4.4. Plieninio vamzdžio ir švininių cilindrių padėties nustatymas

4.4.1. Švino cilindrių (3.6) pagrindai pažymimi skaičiais nuo 1 iki 6. Ant plieninio bloko (3.7), padėto ant horizontalaus pagrindo, centrinės linijos padaromos šešios žymės, tarp kurių būtų atstumai po 150 mm; pirmoji žymė turi būti nutolusi nuo bloko krašto ne mažiau kaip 75 mm. Švino cilindrai pastatomi statmenai ant kiekvienos žymės; kiekvieno cilindro pagrindo centras turi liestis su žyme.

4.4.2. Plieninis vamzdis, paruoštas pagal šio metodo 4.3 punkte aprašytą procedūrą, padedamas horizontaliai ant švino cilindrių; vamzdžio ašis turi būti lygiagreti plieninio bloko centrinei linijai, o suvirintas vamzdžio galas turi būti išsikišęs 50 mm toliau už šeštąjį švino cilindrą. Kad vamzdis neriedėtų, tarp švino cilindrių viršaus ir vamzdžio sienelės įstatomi maži mediniai pleištai (po vieną pleišną kiekvienoje pusėje) arba tarp vamzdžio ir plieninio bloko padedamos kryžmai sudėtos lentos.

Pastaba: Svarbu, kad vamzdis liestųsi su visais šešiais cilindrais; nežymus vamzdžio paviršiaus kreivumas gali būti kompensuojamas sukant vamzdį apie jo išilginę ašį; jeigu kuris nors iš švino cilindrių yra per aukštas (100 mm), jis atsargiai padaužomas plaktuku, kol taps reikiamo ilgio.

#### 4.5. Pasiruošimas sprogdinimui

4.5.1. Įrenginiai, paruošti pagal šio metodo 4.4 punkte aprašytą procedūrą, padedama bunkeryje arba tinkamai paruoštoje požeminėje patalpoje (pvz., kasykloje arba tunelyje). Plieninio vamzdžio temperatūra prieš sproginimą turi būti 20 ( $\pm$  5) °C.

Pastaba: Jeigu tokių patalpų nėra, galima sprogdinti betoninėje duobėje, uždengtoje mediniais rasta. Sprogimo metu plieninės detalės įgauna didelės kinetinės energijos, todėl turi būti sprogdinama tinkamu atstumu nuo gyvenamųjų namų arba kelių.

4.5.2. Naudojant detonacijos įkrovą su septynių taškų sužadavimo sistema, būtina užtikrinti, kad detonacijos laidai būtų ištempti taip, kaip nurodyta šio metodo 4.1.1.4 punkto išnašoje, ir kad jų padėtis būtų visiškai horizontali.

4.5.3. Medinis strypas ištraukiamas ir vietoj jo įdedamas sprogdiklis. Prieš sprogdinant būtina įsitikinti, kad iš pavojingos zonos evakuoti žmonės, o bandymą atliekantis personalas pasislėpė už priedangos.

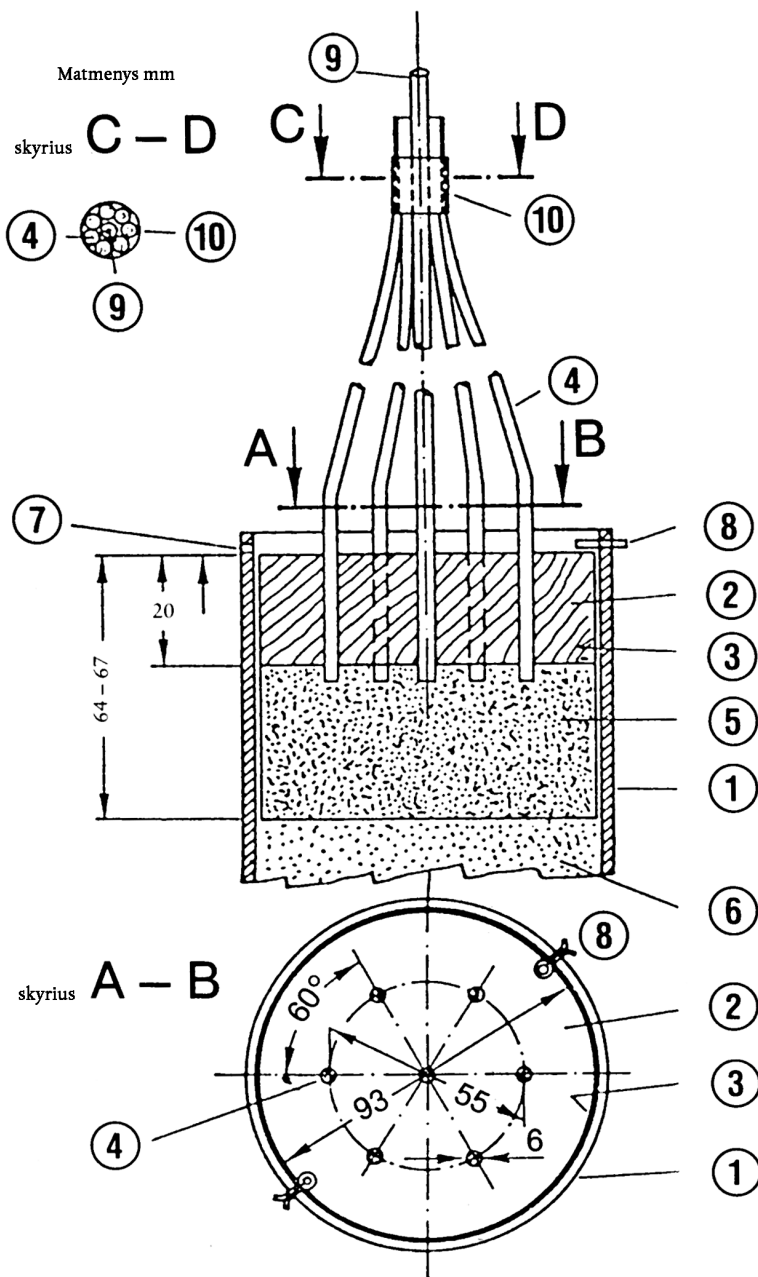
4.5.4. Sprogstamoji medžiaga susprogdinama.

4.6. Išsisklaidžius dūmams (dujoms ir kartais nuodingiems skilimo produktams, pvz., nitritinėms dujoms) surenkami švininiai cilindrai ir su nonijaus stormačiu išmatuojamas jų aukštis.

- Užrašomas kiekvieno pažymėto švininio cilindro suardymo laipsnis, išreikštas procentais nuo pradinio aukščio 100 mm. Jeigu cilindrai sutrupinami įžambiai, užrašomi didžiausios ir mažiausios aukščio vertės ir apskaičiuojamas jų vidurkis.
- 4.7. Nuolatiniam sproginimo greičio matavimui galima naudoti jutiklį; jutiklis įstatomas išilgai vamzdžio ašies arba palei šoninę sienelę.
- 4.8. Su kiekvienu bandiniu atliekami du sproginimo bandymai.
5. **Bandymo protokolas**
- Atlikus kiekvieną sproginimo bandymą, būtina pateikti šių parametrų dydžius:
- plieninio vamzdžio išorinio skersmens ir sienelės storio išmatuotas vertes,
  - plieninio vamzdžio kietumą pagal Brinell'į,
  - vamzdžio ir bandinio temperatūrą prieš pat sproginimą,
  - bandinio pakuotės tankį ( $\text{kg/m}^3$ ) plieniniame vamzdyje,
  - kiekvieno švininio cilindro aukštį po sproginimo, nurodant atitinkamą cilindro numerį,
  - detonacijos įkrovos sužadavimo būdą.
- 5.1. *Bandymo rezultatų įvertinimas*
- Jeigu sproginimo metu suardoma mažiau kaip 5 % bent vieno švino cilindro, laikoma, kad bandymas yra galutinis, o bandinys atitinka Direktyvos 80/876/EEB II priedo reikalavimus.

1 pav.

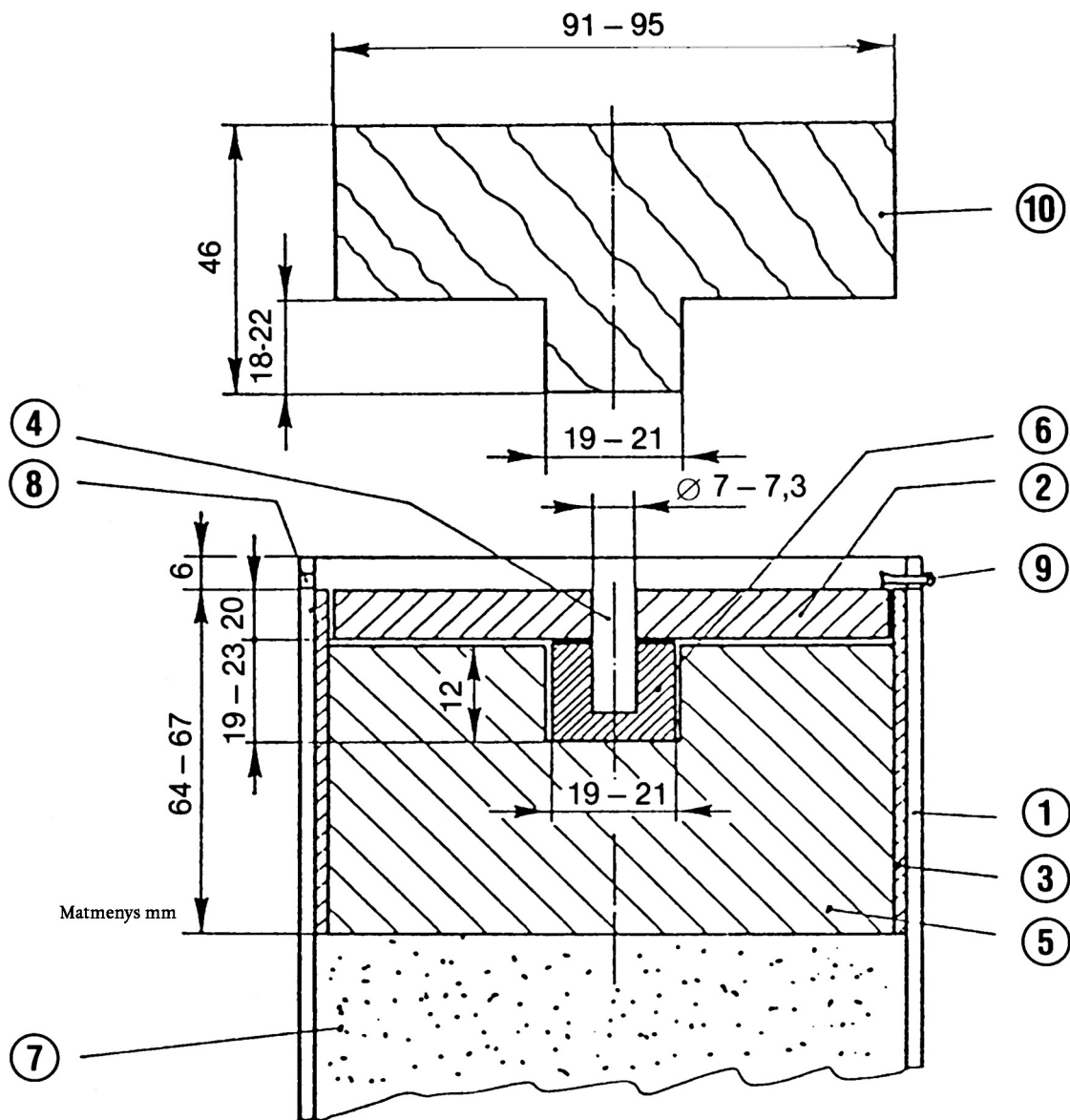
## Detonacijos įkrova su septynių taškų sužadinimo sistema



- |                                          |                                           |
|------------------------------------------|-------------------------------------------|
| ① Plieninis vamzdis                      | ⑥ Bandinys                                |
| ② Medinis diskas su septyniomis skylėmis | ⑦ 4 mm skersmens skylė, išgręžta ⑧ įkišti |
| ③ Plastinikis ar kartoninis cilindras    | ⑧ Smaigas                                 |
| ④ Detonacijos laidai                     | ⑨ Medinis strypas, ④ apsuptas             |
| ⑤ Plastiškoji sprogtamoji medžiaga       | ⑩ Lipnioji juosta ④ pritvirtinti prie ⑨   |

2 pav.

Detonacijos įkrova su centrine sužadimo sistema



- |                                       |                               |
|---------------------------------------|-------------------------------|
| ① Plieninis vamzdis                   | ⑥ Suspausta granulė           |
| ② Medinis diskas                      | ⑦ Bandinys                    |
| ③ Plastikinis ar kartoninis cilindras | ⑧ 4 mm skylė, išgręžta įkišti |
| ④ Medinis strypas                     | ⑨ Smaigas                     |
| ⑤ Plastiškoji sprogstamoji medžiaga   | ⑩ Medinis antgalis, skirtas ⑤ |

3 pav.  
 Plieninio vamzdžio pritvirtinimas sprogdinimo vietoje sprogdinimo aikštelėj

