

II

(Besluiten waarvan de publikatie niet voorwaarde is voor de toepassing)

COMMISSIE

RICHTLIJN VAN DE COMMISSIE

van 8 december 1986

betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake methoden ter controle van de kenmerken, de grenswaarden en de detonatiegevoeligheid van enkelvoudige meststoffen op basis van ammoniumnitraat en met hoog stikstofgehalte

(87/94/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op Richtlijn 80/876/EEG van de Raad van 15 juli 1980 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake enkelvoudige meststoffen op basis van ammoniumnitraat en met een hoog stikstofgehalte ⁽¹⁾, inzonderheid op artikel 8,

Gelet op Richtlijn 76/116/EEG van de Raad van 18 december 1975 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake meststoffen ⁽²⁾, inzonderheid op artikel 9, lid 2,

Overwegende dat in Richtlijn 80/876/EEG kenmerken van en grenswaarden voor de meststoffen die daarvan het voorwerp uitmaken worden aangegeven, alsmede een beproevingsmethode voor de detonatiegevoeligheid daarvan; dat in artikel 8 van die richtlijn wordt bepaald dat de controleanalyse- en beproevingsmethoden moeten worden vastgesteld volgens de procedure van artikel 11 van Richtlijn 76/116/EEG;

Overwegende dat in Richtlijn 76/116/EEG officiële controles worden voorgeschreven voor EEG-meststoffen aan de hand waarvan de overeenstemming wordt vastgesteld met de op grond van de communautaire voorschriften vastgelegde eisen inzake kwaliteit en samenstelling van de meststoffen;

Overwegende dat het in verband met de bijzondere aard van enkelvoudige meststoffen op basis van ammoniumnitraat en met hoog stikstofgehalte en de hieruit voortvloeiende eisen inzake de openbare veiligheid, de volksgezondheid en de bescherming van de werknemers noodzakelijk is gebleken aanvullende communautaire voorschriften voor deze meststoffen vast te stellen;

Overwegende dat bij enkelvoudige meststoffen op basis van ammoniumnitraat voor de officiële controles van EEG-meststoffen bemonsteringen en analyses moeten worden uitgevoerd die in overeenstemming zijn met de in Richtlijn 77/535/EEG van de Commissie ⁽³⁾, gewijzigd bij Richtlijn 79/138/EEG ⁽⁴⁾ beschreven methoden;

Overwegende dat volgens dezelfde procedure het aantal temperatuurcycli waaraan het monster voor de uitvoering van de detonatieproef moet worden onderworpen overeenkomstig bijlage II van Richtlijn 80/876/EEG en de grenswaarde voor zware metalen overeenkomstig bijlage I van die richtlijn moeten worden vastgesteld;

Overwegende dat aan de beschreven methode van gesloten temperatuurcycli een toereikende simulatiemogelijkheid wordt toegekend voor de omstandigheden waarmede binnen het toepassingsgebied van Richtlijn 80/876/EEG rekening dient te worden gehouden; dat die methode echter niet noodzakelijk alle omstandigheden simuleert die zich bij bulkvervoer te water kunnen voordoen;

Overwegende dat de in deze richtlijn vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Comité voor de aanpassing van de richtlijnen inzake de opheffing van technische handelsbelemmeringen in de sector meststoffen aan de technische vooruitgang,

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

Artikel 1

1. De Lid-Staten nemen alle dienstige maatregelen opdat bij de in Richtlijn 80/876/EEG bedoelde officiële controles van enkelvoudige meststoffen op basis van ammoniumnitraat en met een hoog stikstofgehalte, de controle-, analyse- en beproevingsmethoden worden toegepast overeenkomstig het bepaalde in de bijlagen II en III.

⁽¹⁾ PB nr. L 250 van 23. 9. 1980, blz. 7.

⁽²⁾ PB nr. L 24 van 30. 1. 1976, blz. 21.

⁽³⁾ PB nr. L 213 van 22. 8. 1977, blz. 1.

⁽⁴⁾ PB nr. L 39 van 14. 2. 1979, blz. 3.

2. In bijlage I worden vastgelegd:
- het toegelaten gehalte aan zware metalen;
 - het vereiste aantal thermische cycli waaraan het monster moet worden onderworpen voorafgaande aan de detonatieproef.

Artikel 2

1. De Lid-Staten treffen de nodige maatregelen om uiterlijk op 31 december 1987 aan deze richtlijn te voldoen.

Zij stellen de Commissie hiervan onverwijld in kennis.

2. De Lid-Staten delen de Commissie de tekst mede van de bepalingen van intern recht die zij op het onder deze richtlijn vallende gebied vaststellen.

Artikel 3

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 8 december 1986.

Voor de Commissie

COCKFIELD

Vice-Voorzitter

BIJLAGE I

1. **Grenswaarden voor zware metalen volgens bijlage I, punt 6, van Richtlijn 80/876/EEG**
 - 1.1. Het gehalte aan koper mag niet groter zijn dan 10 mg/kg.
 - 1.2. Voor andere zware metalen worden geen grenswaarden aangegeven.

2. **Aantal thermische cycli volgens bijlage II van Richtlijn 80/876/EEG**

Er moeten vijf thermische cycli worden uitgevoerd.

BIJLAGE II

METHODEN VOOR DE CONTROLE OP DE IN DE BIJLAGEN I EN II VAN RICHTLIJN 80/876/EEG
VASTGELEGDE GRENSWAARDEN

METHODE 1. METHODEN VOOR DE UITVOERING VAN DE THERMISCHE CYCLI

1. Omvang en toepassingsgebied

In dit document worden de werkwijzen omschreven voor de uitvoering van de thermische cycli voorafgaande aan de uitvoering van de olieretentieproef en detonatieproef met enkelvoudige meststoffen op basis van ammoniumnitraat en met een hoog stikstofgehalte.

2. Thermische cycli volgens bijlage I van Richtlijn 80/876/EEG

2.1. Toepassingsgebied

Het betreft hier de werkwijze voor de temperatuurcycli voordat de olieretentie van de meststof wordt bepaald.

2.2. Principe en definitie

Het monster wordt verwarmd van kamertemperatuur tot 50 °C en gedurende twee uur op deze temperatuur gehouden (fase bij 50 °C); daarna wordt het afgekoeld tot een temperatuur van 25 °C en gedurende twee uur op deze temperatuur gehouden (fase bij 25 °C). De combinatie van de twee opeenvolgende fasen bij 50 °C en bij 25 °C vormt een temperatuurcyclus.

Nadat het monster twee temperatuurcycli heeft doorlopen wordt het, in afwachting van de bepaling van de olieretentie, op een temperatuur van 20 (\pm 3) °C gehouden.

2.3. Apparatuur

Standaard-laboratoriumapparatuur met onder meer:

- waterbaden, waarvoor de thermostaat is ingesteld op respectievelijk 25 (\pm 1) en 50 (\pm 1) °C,
- Erlenmeyers die elk een inhoud hebben van 150 ml.

2.4. Werkwijze

Elk monster van 70 (\pm 5) g wordt in een Erlenmeyer gebracht, welke vervolgens wordt afgesloten.

Om de twee uur wordt elke Erlenmeyer overgebracht van het waterbad van 50 °C naar dat van 25 °C.

Houdt het water van elk bad op constante temperatuur en door snel roeren in beweging, zodat het waterpeil boven het monster blijft. Bescherm de stop tegen condensatie door gebruik te maken van een dop van schuimrubber.

3. Voor bijlage II van Richtlijn 80/876/EEG te gebruiken temperatuurcyclussen

3.1. Toepassingsgebied

Toepassing van temperatuurcycli voorafgaande aan de uitvoering van de detonatieproef.

3.2. Principe en definities

Het monster wordt in een waterdicht vat verwarmd van kamertemperatuur tot 50 °C en gedurende een uur op deze temperatuur gehouden (fase bij 50 °C). Daarna wordt het monster afgekoeld tot een temperatuur van 25 °C en gedurende een uur op deze temperatuur gehouden (fase bij 25 °C). De combinatie van de opeenvolgende fasen bij 50 °C en 25 °C vormt een temperatuurcyclus. Nadat het monster het benodigde aantal temperatuurcycli heeft doorgelopen wordt het in afwachting van de uitvoering van de detonatieproef op een temperatuur van 20 (\pm 3) °C gehouden.

3.3. Apparatuur

- een waterbad, waarvan de thermostaat een temperatuurbereik heeft van 20 tot 51 °C en dat kan worden verwarmd en afgekoeld met een snelheid van 10 °C/uur, of twee waterbaden waarvan het

ene is ingesteld op een temperatuur van 20 °C en het andere op 51 °C. Het water in het bad (c.q. de baden) wordt voortdurend geroerd en het bad moet zo groot zijn dat de circulatie van het water in ruim voldoende mate wordt gegarandeerd;

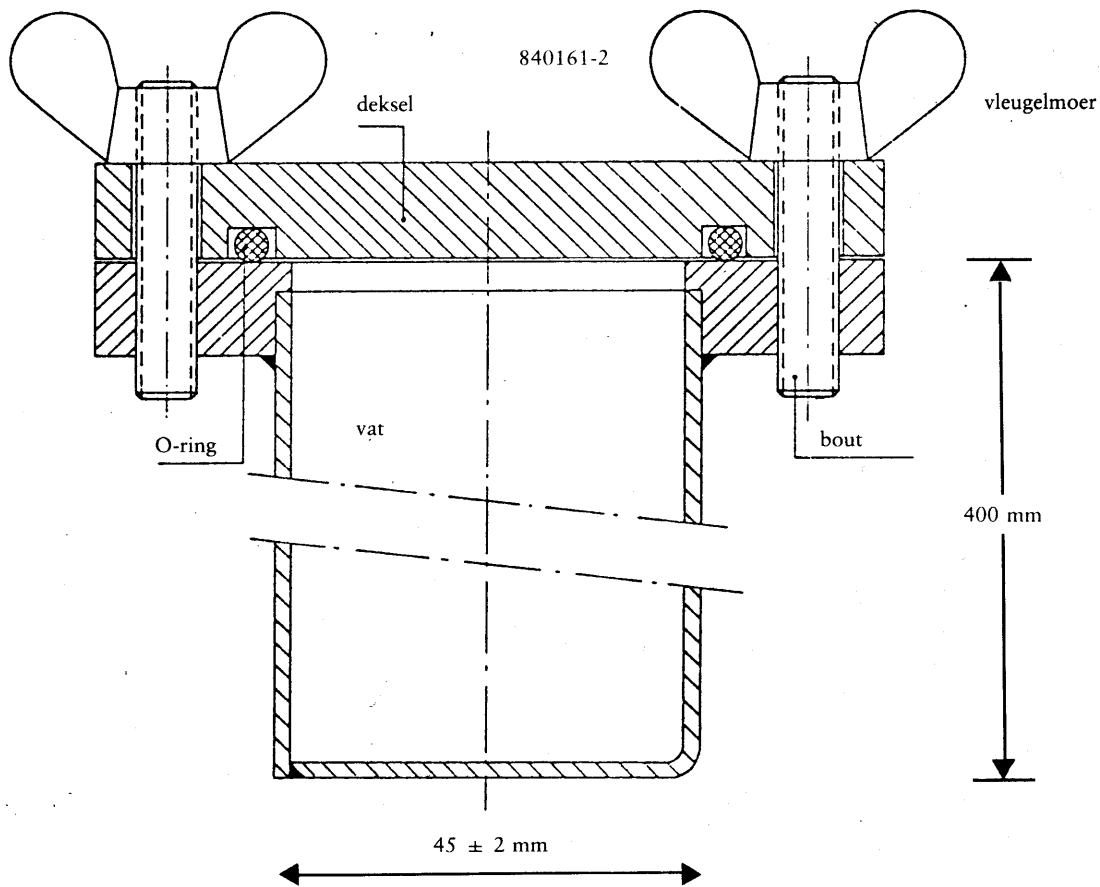
- een geheel waterdicht roestvrij stalen vat, voorzien van een thermokoppel in het midden. De buitendiameter van het vat is $45 (\pm) 2$ mm en de dikte van de wand 1,5 mm (zie figuur 1).

De hoogte en de lengte van het vat kunnen afhankelijk van de afmetingen van het waterbad worden gekozen, bijv. lengte 600 mm en hoogte 400 mm.

3.4. Procedure

Breng een voor één detonatie toereikende hoeveelheid meststof in het vat en sluit dit af met het deksel. Plaats het vat in het waterbad. Verwarm het water tot 51 °C en meet de temperatuur midden in de kunstmest. Een uur nadat de temperatuur in het midden 50 °C heeft bereikt wordt de koeling ingeschakeld en het water afgekoeld. Een uur nadat midden in de kunstmest een temperatuur van 25 °C is bereikt, wordt de verwarming weer ingeschakeld en begint de tweede cyclus.

Figuur 1



METHODE 2. BEPALING VAN DE OLIERETENTIE

1. Omvang en toepassingsgebied

In dit document wordt de methode beschreven voor de bepaling van de olieretentie van enkelvoudige ammoniumnitraatmeststoffen en met een hoog stikstofgehalte.

De methode is van toepassing op kunstmestprills en -granules die geen in olie oplosbare stoffen bevatten.

2. Definitie

Onder de olieretentie van een meststof wordt verstaan de hoeveelheid olie die door de meststof onder de aangegeven omstandigheden wordt vastgehouden, uitgedrukt als gewichtspercentage.

3. Principe

Het monster wordt gedurende de voorgeschreven tijd volledig in dieselolie ondergedompeld; vervolgens verwijdert men de overmaat olie volgens een voorgeschreven procedure, waarna wordt gemeten hoeveel de massa van het monster is toegenomen.

4. Reagens

Dieselolie

Max. viscositeit: 5 mPas bij 40 °C

Dichtheid: 0,8 – 0,85 g/ml bij 20 °C

Zwavelgehalte: \leq 1,0 % (m/m)

Asgehalte: \leq 0,1 % (m/m)

5. Apparatuur

Normale laboratoriumuitrusting en bovendien:

5.1. Balans met een nauwkeurigheid van 0,01 g.

5.2. Bekerglazen met een inhoud van 500 ml.

5.3. Kunststoftrechter, bij voorkeur met een cilindervormig bovendeeel en met een diameter van ongeveer 200 mm.

5.4. Zeef, maaswijdte 0,5 mm, passend in de trechter (5.3).

Opmerking: Afmetingen van trechter en zeef worden zodanig gekozen dat slechts enkele granules boven elkaar liggen en de olie gemakkelijk kan aflopen.

5.5. Filtreerpapier, snelfilterkwaliteit, crêpe, zacht, oppervlaktedichtheid 150 g/m².

5.6. Absorberende celstofissues (laboratoriumkwaliteit).

6. Procedure

6.0. Er worden snel na elkaar twee afzonderlijke bepalingen uitgevoerd in twee afzonderlijke porties van het laboratoriummonster.

6.1. Met behulp van de zeef (5.4) worden alle deeltjes kleiner dan 0,5 mm verwijderd. Weeg voor één bepaling 50 g van het gezeefde monster af in het bekeerglas (5.2) op 0,01 g nauwkeurig. Voeg voldoende dieselolie (4) toe om de prills volledig te bedekken en roer voorzichtig om ervoor te zorgen dat het oppervlak van alle prills volledig wordt bevochtigd. Dek het bekeerglas af met een horlogeglas en laat het gedurende een uur staan bij een temperatuur van 25 (\pm 2) °C.

6.2. Filtreer de volledige inhoud van het bekeerglas door de in de trechter (5.3) geplaatste zeef (5.4). Laat het residu op de filter nog een uur uitlekken om het grootste gedeelte van de overtollige olie te laten wegllopen.

6.3. Leg twee vellen filtreerpapier (5.5) (ca. 500 × 500 mm) over elkaar op een gladde ondergrond en vouw de vier zijden van beide vellen ca. 40 mm naar boven zodat de prills niet kunnen weggrollen. In het midden van de vellen worden twee lagen celstofissues (5.6) gelegd. Spreid de volledige inhoud van de zeef (5.4) over de tissues uit en verdeel deze inhoud gelijkmatig met een zacht plat penseel. Licht na twee minuten de tissues aan één kant op, zodat de prills op het daaronder liggende filtreerpapier worden geschoven en verdeel de prills daarop gelijkmatig met het penseel. Leg een ander vel filtreerpapier, eveneens met de hoeken omhoog gevouwen, op het monster en rol de prills met rondgaande bewegingen tussen de vellen filtreerpapier waarbij een lichte druk wordt uitgeoefend. Telkens na acht rondgaande bewegingen wordt het rollen onderbroken en worden tegenover elkaar liggende kanten van het filtreerpapier opgeheven zodat de naar de omtrek gerolde prills weer naar het midden worden verplaatst. Volg hierbij de volgende procedure: maak vier volledig rondgaande bewegingen, eerst rechtsom, dan linksom; rol de prills vervolgens terug naar het midden, zoals hierboven omschreven. Deze werkwijze moet drie maal worden herhaald (24 rondgaande bewegingen, tweemaal opheffen van de zijkanten). Vervolgens wordt voorzichtig een nieuw vel filtreerpapier tussen het onderste en het daarbovenliggende vel geschoven en worden de prills op het nieuwe vel gerold door het opheffen van het bovenste vel. Leg een nieuw vel filtreerpapier op de prills en herhaal de hierboven beschreven procedure. Breng de prills onmiddellijk na het rollen over in een getarreedde schaal en weeg deze ten einde de massa van de achtergebleven hoeveelheid dieselolie tot op 0,01 g nauwkeurig te bepalen.

6.4. Herhaling van de rolbewegingsprocedure en hernieuwde weging

Indien wordt vastgesteld dat de hoeveelheid dieselolie die in het monster is achtergebleven gelijk is aan of meer bedraagt dan 2,00 g, wordt het monster op een nieuw stel vellen filtreerpapier overgebracht en wordt de rolprocedure herhaald, waarbij de hoeken overeenkomstig 6.3 (2 x 8 rondgaande bewegingen, een maal opheffen) worden opgeheven. Daarna wordt het monster opnieuw gewogen.

7. Weergave van de resultaten**7.1. Berekeningmethode en formule**

De olieretentie bij elke bepaling (6.0) uitgedrukt in een gewichtspercentage van het gezeefde monster, resulteert uit de volgende vergelijking:

$$\text{olieretentie} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100, \text{ waarin:}$$

m_1 = de massa van het gezeefde monster (6.1) in grammen

m_2 = de massa van het monster overeenkomstig 6.3 of 6.4 in grammen na de laatste weging.

Als resultaat wordt het rekenkundig gemiddelde van de twee afzonderlijke bepalingen genomen.

METHODE 3. BEPALING VAN DE BRANDBARE BESTANDELEN**1. Omvang en toepassingsgebied**

In dit hoofdstuk wordt de procedure omschreven voor de bepaling van de brandbare bestanddelen in enkelvoudige kunstmeststoffen op basis van ammoniumnitraat en met hoog stikstofgehalte.

2. Principe

Kooldioxide afkomstig van anorganische vulstoffen wordt vooraf met behulp van zuur verwijderd. De organische verbindingen worden geoxideerd door middel van een mengsel van chroomzuur en zwavelzuur. Het gevormde kooldioxide wordt geabsorbeerd in een oplossing van bariumhydroxide. Het neerslag wordt opgelost in een zoutzuuroplossing en bepaald door terugtitrering met een natriumhydroxydeoplossing.

3. Reagentia

3.1. Chroomtrioxide (Cr_2O_3) pro analyse

3.2. Zwavelzuur met een dichtheid van 1,83 g/ml bij 20 °C, 60 volumeprocent: in een bekeerglas van 1 l wordt 360 ml water gebracht en daarna wordt voorzichtig 640 ml zwavelzuur toegevoegd.

3.3. Zilvernitraat: oplossing 0,1 M.

3.4. Bariumhydroxide:

15 g bariumhydroxide ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$) wordt afgewogen en volledig in warm water opgelost. De oplossing wordt in een maatkolf van 1 l overgebracht, afgekoeld, tot de maatstreep aangevuld, gemengd en door een vouwfilter gefiltreerd.

3.5. Zoutzuur: 0,1 M standaardoplossing.

3.6. Natriumhydroxide: 0,1 M standaardoplossing.

3.7. Broomfenolblauw: oplossing van 0,4 g/l in water.

3.8. Fenoltaleïne: oplossing van 2 g/l in 60 % volume ethanol.

3.9. Natronasbest: deeltjesgrootte 1,0 tot 1,5 mm.

3.10. Gedemineraliseerd water, versgekookt ter verwijdering van kooldioxide.

4. Apparatuur

4.1. Gangbare laboratoriumuitrusting waaronder:

- filterkroes met filterplaat van gesinterd glas, inhoud 15 ml, plaatdoorsnede 20 mm, totale hoogte 50 mm, porositeit 4 (poriëndiameter 5—15 micrometer);
- beker van 600 ml.

4.2. Stikstof onder druk.

4.3. Opstelling bestaande uit de volgende delen, zo mogelijk gekoppeld met bolvormige slijpstukverbindingen (zie fig. 2):

- 4.3.1. absorptiebuis A, lengte ongeveer 200 mm, doorsnede 30 mm, gevuld met natronasbest (3.9) dat met glasvezelproppen op zijn plaats wordt gehouden,
- 4.3.2. reactiekolf B, inhoud 500 ml, met ronde bodem en zijopening,
- 4.3.3. Vigreuxkolom van ongeveer 150 mm (C'),
- 4.3.4. koeler C met dubbel koeloppervlak, lengte 200 mm,
- 4.3.5. Drechselfles D voor het opvangen van eventueel overgedestilleerd zuur,
- 4.3.6. ijsbad E voor het koelen van de Drechselfles,
- 4.3.7. twee absorptieflessen F₁ en F₂, doorsnede 32—35 mm, waarvan de gasverdeler bestaat uit een gesinterd glazen schijf van 10 mm met lage porositeit,
- 4.3.8. afzuigpomp en ventiel G bestaande uit een glazen T-stuk in de afvoerleiding waarvan het vrije uiteinde via een rubberslang met slangklep is verbonden met een capillair.

Opgepast!

Het gebruik van een kokende chroomzuuroplossing in een apparaat onder verminderde druk is gevaarlijk en vereist gepaste voorzorgsmaatregelen.

5. Werkwijze

5.1. *Monsterneming*

Ongeveer 10 g ammoniumnitraatkorrels worden op 0,001 g nauwkeurig afgewogen.

5.2. *Verwijdering van carbonaten*

Breng de monstervhoeveelheid in reactiekorf B. Voeg hieraan 100 ml H₂SO₄ (3.2) toe. De prills zijn bij kamertemperatuur in ongeveer 10 minuten opgelost. Bouw de opstelling op zoals aangegeven in de figuur: sluit absorptiebuis A aan een zijde via een reduceerventiel met een kwikkolom van 5 à 6 mm op de stikstofbron (4.2) en aan de andere kant op de gasinleidbuis in de reactiekolf aan. Plaats de vigreuxopzet (C') en de op koelwater aangesloten koeler (C). Stel in de oplossing een kalme stikstofstroom in, verwarm de oplossing tot koken en houdt deze 2 minuten aan de kook. Daarna mag deze niet meer bruisen. Indien er belvorming te zien is wordt de verwarming 30 minuten voortgezet. Laat vervolgens ten minste 20 minuten onder doorstromende stikstof afkoelen.

Bouw de opstelling verder op volgens de figuur, waarbij de koeler wordt verbonden met de Drechselfles (D) en deze met de absorptieflessen F₁ en F₂. Tijdens het monteren blijft er stikstof stromen.

Breng in elk van de absorptieflessen snel 50 ml bariumhydroxideoplossing (3.4).

Leid gedurende ongeveer 10 minuten stikstof door. De oplossing in de absorptieflessen moet helder blijven. Zoniet, dan moet de verwijdering van carbonaten worden herhaald.

5.3. *Oxidatie en absorptie*

Verwijder de stikstofinleidbuis, breng via deze opening snel 20 g chroomtrioxide (3.1) en 6 ml zilvernitraatoplossing (3.3) in de reactiekolf (B) en breng de inleidbuis weer op zijn plaats. Sluit de opstelling op de afzuigpomp aan en stel een zodanige stikstofstroom in dat er door de gesinterde glazen schijven in de absorptieflessen F₁ en F₂ voldoende gas stroomt.

Verwarm de inhoud van reactiekolf B tot koken en houd het mengsel gedurende 1 uur 30 minuten aan de kook ⁽¹⁾. Omdat het bariumcarbonaatneerslag de gasverdeler van gesinterd glas soms verstopt, kan het nodig zijn de afzuigpomp in werking te stellen en de stikstofstroom met behulp van het ventiel G bij te regelen. De bariumhydroxideoplossing in absorptiefles F₂ dient helder te blijven anders moet de proef worden herhaald.

Schakel na het verstrijken van de kooktijd de verwarming uit en demonteer de opstelling. Was beide gasverdelers aan binnen- en buitenkant met vers gekookt gedistilleerd water en vang het waswater in een bijhorende absorptiefles op. Plaats beide gasverdelers in een bekersglas van 600 ml dat later voor de bepaling wordt gebruikt.

Filtreer achtereenvolgens de inhoud van absorptiefles F₂ en die van absorptiefles F₁ snel onder afzuiging door de glasfilterkroes. Spoel de resten neerslag met 50 ml versgekookt gedistilleerd water op de filterkroes en was het neerslag op de kroes met nog eens 50 ml van dat water. Plaats de kroes in het bekersglas van 600 ml en voeg hieraan 100 ml water toe. Breng in elk van de absorptieflessen 50 ml gekookt water en leid gedurende 5 minuten stikstof door de gasverdelers. Voeg dit water bij de inhoud van het bekersglas. Herhaal deze spoelgang zodat de gasverdelers goed gespoeld zijn.

5.4. *Bepaling van de carbonaten afkomstig van het organisch materiaal*

Voeg aan de oplossing in het bekersglas vijf druppels fenolftaleïne (3.8) toe. De oplossing wordt rood. Titreer met zoutzuur (3.5) totdat de kleur juist volledig is verdwenen. Roer de oplossing goed door de filterkroes om te controleren of de rose kleur niet opnieuw verschijnt. Voeg vervolgens vijf druppels broomfenolblauw (3.7) toe en titreer met zoutzuur (3.5) tot de kleur omslaat naar geel. Voeg vervolgens een overmaat van 10 ml zoutzuur toe.

Kook de oplossing ten hoogste 1 minuut. Controleer zorgvuldig of er geen neerslag meer over is.

Koel de oplossing af en titreer de overmaat zuur vervolgens terug met de natriumhydroxideoplossing (3.6)

6. **Blancobepaling**

Parallel aan de bepaling wordt volgens dezelfde werkwijze en met dezelfde hoeveelheid van alle reagentia een blanco bepaling uitgevoerd.

7. **Weergave van de resultaten**

Het gehalte aan brandbare bestanddelen (C) uitgedrukt in massapercentage totaal koolstof, wordt berekend met de volgende formule

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

waarbij

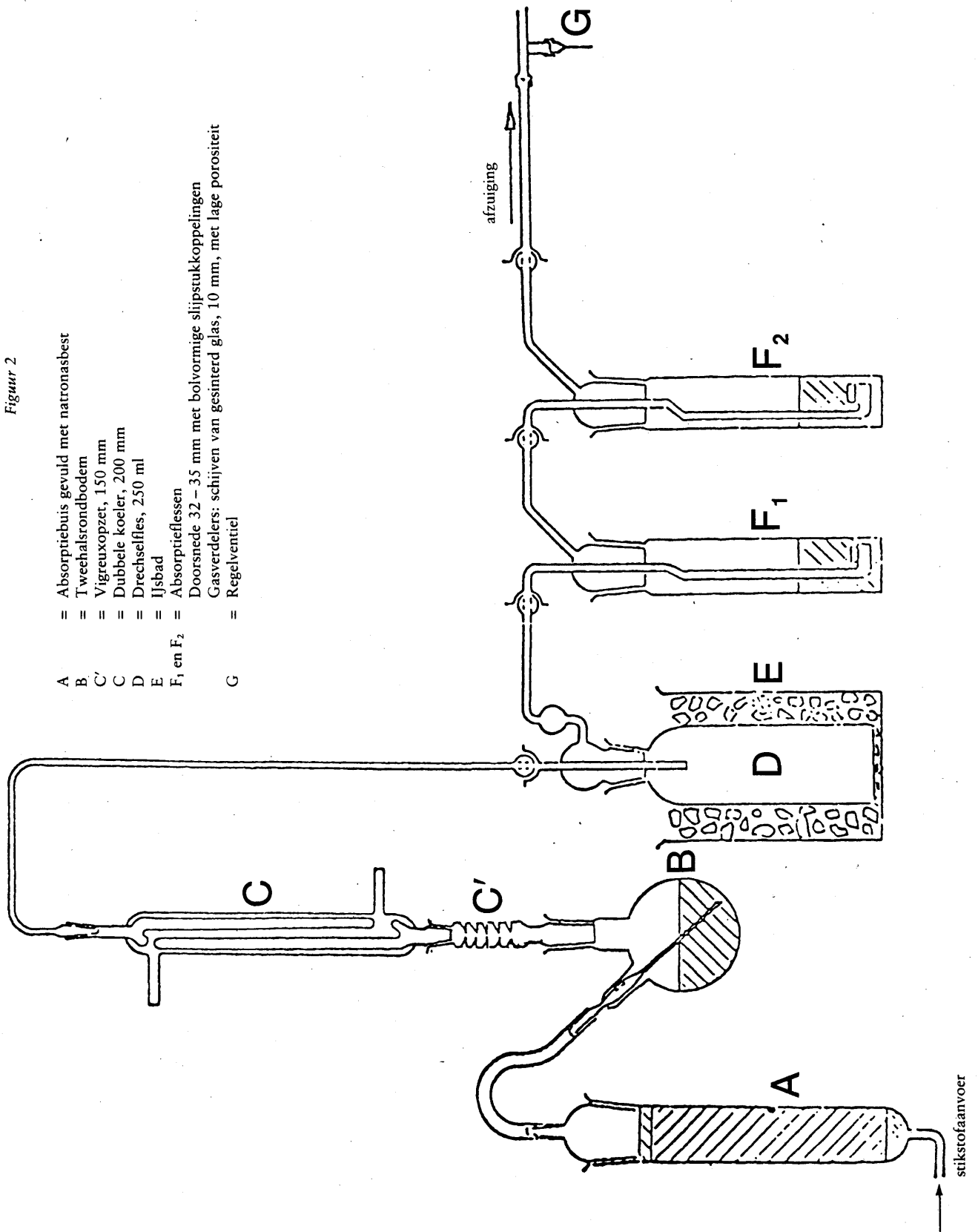
E = de massa in gram van de testhoeveelheid

V₁ = het totaal volume in milliliters van 0,1 M zoutzuur toegevoegd na de verandering van kleur van de fenolftaleïnen

V₂ = het volume in milliliters van de 0,1 M natriumhydroxideoplossing gebruikt voor terugtitrering

⁽¹⁾ Voor de meeste organische stoffen is bij gebruik van zilvernitraat als katalysator een reactietijd van 1 uur en 30 minuten voldoende.

Figuur 2



- A = Absorptiebuis gevuld met natronasbest
- B = Tweehalsrondbodern
- C' = Vigreuxkopzet, 150 mm
- C = Dubbele koeler, 200 mm
- D = Drechselfles, 250 ml
- E = Ijsbad
- F₁ en F₂ = Absorptieflessen
- Doorsnede 32 - 35 mm met bolvormige slijpsrukkoppelingen
- Gasverdelers: schijven van gesinterd glas, 10 mm, met lage porositeit
- G = Regelventiel

METHODE 4. BEPALING VAN DE pH-WAARDE

1. **Omvang en toepassingsgebied**

In dit document wordt de methode beschreven voor de meting van de pH-waarde van een oplossing van een enkelvoudige ammoniumnitraatmeststof met een hoog stikstofgehalte.

2. **Principe**

Meting van de pH van een ammoniumnitraat-oplossing door middel van een pH-meter.

3. **Reagentia**

Kooldioxide-vrij gedistilleerd of gedemineraliseerd water.

3.1. *Bufferoplossing met een pH van 6,88 bij 20 °C*

Los 3,40 ($\pm 0,01$) g kaliumdihydrogeenorthofosfaat (KH_2PO_4) op in ongeveer 400 ml water. Los vervolgens 3,55 ($\pm 0,01$) g dinatriumhydrogeenorthofosfaat (Na_2HPO_4) op in ongeveer 400 ml water. Breng de twee oplossingen kwantitatief over in een maatkolf van 1 000 ml, vul aan tot de maatstreep en meng. Bewaar deze oplossing in een luchtdicht afgesloten vat.

3.2. *Bufferoplossing met een pH van 4,00 bij 20 °C*

Los 10,21 ($\pm 0,01$) g kaliumhydrogeenftalaat ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$) op in water, breng het kwantitatief over in een maatkolf van 1 000 ml, vul aan tot de maatstreep en meng.

Bewaar deze oplossing in een luchtdicht afgesloten vat.

3.3. Ook in de handel verkrijgbare pH-standaardoplossing mogen worden gebruikt.

4. **Apparatuur**

pH-meter met glas- en calomel- of gelijkwaardige elektroden, met een gevoeligheid van 0,05 pH-eenheid.

5. **Methode**5.1. *Ijking van de pH-meter*

De pH-meter (4) wordt bij een temperatuur van $20(\pm 1)^\circ\text{C}$ geijkt met behulp van de bufferoplossingen (3.1, 3.2 of 3.3). Gedurende de gehele bepaling wordt met een lage stroomsnelheid stikstof over het oppervlak van de oplossing geleid.

5.2. *Bepaling*

Voeg aan $10(\pm 0,01)$ g van het monster in een bekersglas van 250 ml, 100,0 ml water toe. Verwijder de onoplosbare deeltjes door de vloeistof te filteren, te decanteren of te centrifugeren. Meet de pH-waarde van de heldere oplossing bij een temperatuur van $20(\pm 1)^\circ\text{C}$; volg hierbij dezelfde procedure als bij de ijking van de meter.

6. **Weergave van de resultaten**

Druk het resultaat uit in pH-eenheden met een nauwkeurigheid van 0,1 eenheid; vermeld hierbij de gebruikte temperatuur.

METHODE 5. BEPALING VAN DE KORRELGROOTTE

1. **Omvang en toepassingsgebied**

In dit document wordt de methode beschreven voor het zeven van enkelvoudige ammoniumnitraat-meststoffen met een hoog stikstofgehalte.

2. Principe

Het monster wordt op een kolom van drie zeven met de hand of mechanisch gezeefd. Van de op iedere zeef achtergebleven hoeveelheid wordt het gewicht bepaald en er wordt berekend welk percentage van het materiaal de benodigde zeven is gepasseerd.

3. Apparatuur

- 3.1. Standaarddraadzeven met een diameter van 200 mm en een maaswijdte van respectievelijk 2,0 mm, 1,0 mm en 0,5 mm. Een deksel en een opvangbodem voor deze zeven.
- 3.2. Balans met een nauwkeurigheid van 0,1 g.
- 3.3. Zeefmachine (indien beschikbaar) die zeven zowel in verticale als in horizontale richting kan schudden.

4. Werkwijze

- 4.1. Verdeel het monster in representatieve porties van ongeveer 100 g.
- 4.2. Weeg een van deze porties met een nauwkeurigheid van 0,1 g.
- 4.3. Stel de zeefkolom op in volgorde van oplopende maaswijdte (opvangbodem, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm) en breng de afgewogen portie op de bovenste zeef. Bevestig het deksel aan de bovenzijde van de zeefkolom.
- 4.4. Schud de kolom met de hand of machinaal zowel in verticale als in horizontale richting; tik, indien met de hand wordt geschud, zo nu en dan tegen de kolom. Schud gedurende tien minuten of totdat de hoeveelheid die in één minuut iedere zeef passeert minder bedraagt dan 0,1 g.
- 4.5. Verwijder beurtelings de zeven van de kolom en verzamel het daarop achtergebleven materiaal; borstel indien nodig met een zachte borstel aan de onderzijde.
- 4.6. Weeg het op iedere zeef achtergebleven en in de vergaarbak opgevangen materiaal met een nauwkeurigheid van 0,1 g.

5. Berekening van de resultaten

- 5.1. Het gewicht van de fracties wordt omgerekend in een percentage van het totaal gewicht van de fracties (niet van de oorspronkelijk opgebrachte hoeveelheid).
Bereken het percentage in de opvangbodem (d.w.z. < 0,5 mm): A %.
Bereken het op de zeef van 0,5 mm achtergebleven percentage: B %.
Bereken het percentage dat de zeef van 1,0 mm passeert: (A + B) %.
Het totaal gewicht van de fracties mag niet meer dan 2% afwijken van het gewicht van de overgebrachte hoeveelheid.
- 5.2. Er moeten ten minste twee afzonderlijke bepalingen worden uitgevoerd; het verschil tussen de afzonderlijke resultaten mag voor A niet groter zijn dan 1,0% absoluut en voor B niet groter dan 1,5% absoluut. Als dit niet het geval is moet de bepaling worden herhaald.

6. Weergave van de resultaten

- 6.1. Vermeld het gemiddelde van de twee waarden voor A en voor A + B.

METHODE 6. BEPALING VAN HET CHLOORGEHALTE (ALS CHLORIDE-ION)**1. Omvang en toepassingsgebied**

In dit document wordt de methode beschreven voor de bepaling van chloorgehalte (als chloride-ion) van enkelvoudige meststoffen op basis van ammoniumnitraat met een hoog stikstofgehalte.

2. Principe

Het gehalte aan chloride-ionen opgelost in water wordt door middel van een potentiometrische titratie met zilvernitraat in zuur milieu bepaald.

3. Reagentia

Gedistilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van chloorionen.

3.1. Aceton, p.a.

3.2. Salpeterzuur, geconcentreerd (dichtheid bij 20 °C: 1,40 g/ml)

3.3. Zilvernitraat, 0,1 M-standaardoplossing.

Bewaar deze oplossing in een bruine glazen fles.

3.4. Zilvernitraat, 0,004 M-standaardoplossing; bereid deze oplossing vlak voor gebruik.

3.5. Kaliumchloride, 0,1 M-standaardreferentieoplossing.

Weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig af, 3,7276 g kaliumchloride p.a. die vooraf één uur in een oven bij 130 °C is gedroogd en in een exsiccator tot kamertemperatuur is afgekoeld. Los op in een weinig water en breng de oplossing kwantitatief over in een maatkolf van 500 ml, vul aan tot de maatstreep en meng.

3.6. Kaliumchloride, 0,004 M-standaardreferentieoplossing. Bereid deze oplossing vlak voor gebruik.

4. Apparatuur

4.1. Potentiometer met zilverindicatorelektrode en calomelreferentie-elektrode, gevoeligheid 2 mV, meetgebied - 500 tot ± 500 mV.

4.2. Zoutbrug met een verzadigde kaliumnitraatoplossing, verbonden met de calomelelektrode (4.1), aan de uiteinden voorzien van poreuze stoppen.

Opmerking: deze zoutbrug is niet nodig indien elektroden van zilver en kwiksulfaat worden gebruikt.

4.3. Magneetroerder, met een met teflon bekleed roerstaafje.

4.4. Microburet, met fijne punt, met maatverdeling van 0,01 ml.

5. Werkwijze

5.1. *Standaardisering van de zilvernitraatoplossing*

Breng in twee lagen bekeerglazen van geschikte inhoud (bijvoorbeeld 250 ml), 5,00 ml respectievelijk 10,00 ml van de juiste standaardreferentieoplossing kaliumchloride. Titreer de inhoud van elk bekeerglas als volgt:

Voeg 5 ml salpeterzuur (3.2), 120 ml aceton (3.1) en voldoende water toe zodat het totale volume ongeveer 150 ml wordt.

Breng het roerstaafje (4.3) in het bekeerglas en zet de roerder in werking. Breng de zilverelektrode (4.1) en het vrije einde van de zoutbrug (4.2) in de oplossing, verbind de elektroden met de potentiometer (4.1) en noteer, nadat de nulinstelling van het apparaat is gecontroleerd, de waarde van de beginpotentiaal.

Titreer met de microburet (4.4); voeg eerst toe 4 respectievelijk 9 ml zilvernitraatoplossing die overeenkomt met de gebruikte standaardreferentieoplossing kaliumchloride. Vervolg de toevoeging van 0,0004 M-oplossingen met 0,1 ml tegelijk en van 0,1 M-oplossingen met 0,05 ml tegelijk. Wacht na elke toevoeging tot de potentiaal is gestabiliseerd.

Noteer in een tabel in de eerste twee kolommen de toegevoegde volumes en de bijhorende waarden van de potentiaal.

Noteer in een derde kolom van de tabel de stapsgewijze verhogingen ($\Delta_1 E$) van de potentiaal E. In een vierde kolom komen de verschillen ($\Delta_2 E$), positief of negatief tussen de potentiaalstijgingen ($\Delta_1 E$) te staan. Het einde van de titratie wordt gevormd door de toevoeging van 0,1 dan wel 0,05 ml (V_1) zilvernitraatoplossing die de maximale waarde van $\Delta_1 E$ geeft.

Voor het berekenen van het juiste volume (V_{eq}) van de zilvernitraatoplossing die overeenkomt met het eindpunt van de reactie wordt gebruik gemaakt van de formule

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

waarin:

V_0 = het totale volume in milliliters van de zilvernitraatoplossing dat direct onder het volume ligt dat de grootste waarde van $\Delta_1 E$ geeft;

V_1 = het volume in milliliters van de laatste toegevoegde hoeveelheid zilvernitraatoplossing (0,1 of 0,05 ml);

- b = de laatste positieve waarde van Δ_2E ;
B = de som van de absolute waarden van de laatste positieve waarde van Δ_2E en de eerste negatieve waarde van Δ_2E (zie voorbeeld tabel 1).

5.2. *Blanco bepaling*

Er wordt een blanco bepaling uitgevoerd en het resultaat daarvan wordt in de berekening van het eindresultaat verwerkt.

Het resultaat V_4 van de blanco proef op de reagentia wordt, in milliliters, gegeven door de formule

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

waarin:

- V_2 = het exacte aantal milliliters (V_{eq}) van de zilvernitraatoplossing dat overeenkomt met de titratie van 100 ml van de gebruikte standaardreferentieoplossing van kaliumchloride;
 V_3 = het exacte aantal milliliters (V_{eq}) van de zilvernitraatoplossing dat overeenkomt met de titratie van 5 ml van de gebruikte standaardreferentieoplossing van kaliumchloride.

5.3. *Controle bepaling*

De blanco bepaling kan tegelijkertijd dienen als controle op de bevredigende werking van apparatuur en op de juiste afwikkeling van de testprocedure.

5.4. *Bepaling*

Weeg een hoeveelheid monster tussen 10 en 20 g, op 0,01 g nauwkeurig af en breng dit kwantitatief over in een bekersglas van 250 ml. Voeg hieraan 20 ml water, 5 ml salpeterzuur (3.2), 120 ml aceton (3.1) en voldoende water toe zodat het totale volume ongeveer 150 ml wordt.

Breng het roerstaafje (4.3) in het bekersglas, plaats het bekersglas op de roerder en stel de roerder in werking. Plaats de zilverelektrode (4.1) en het vrije uiteinde van de brug (4.2) in de oplossing, verbind de elektroden met de potentiometer (4.1) en noteer, nadat de nulinstelling van het apparaat is gecontroleerd, de waarde van de beginpotentiaal.

Titreer met de zilvernitraatoplossing uit de microburet (4.4) in hoeveelheden van 0,1 ml tegelijk. Wacht na elke toevoeging tot de potentiaal gestabiliseerd is.

Ga verder met de titratie als aangegeven in 5.1 beginnende bij de vierde alinea: „Noteer in een tabel in de eerste twee kolommen de toegevoegde volumes en de bijhorende waarden van de potentiaal . . .”

6. **Weergave van de resultaten**

Het resultaat van de analyse wordt weergegeven als het percentage chloor dat in het voor analyse ontvangen monster aanwezig is. Het chloorgehalte (Cl) wordt berekend uit de formule:

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

waarin:

- T = het getal dat de molariteit van de gebruikte zilvernitraatoplossing weergeeft;
 V_4 = het resultaat in milliliters van de blanco bepaling (5.2);
 V_5 = de waarde in milliliters van V_{eq} voor de bepaling (5.4);
m = de massa in gram van het monster.

Tabel 1

Voorbeeld

Volume van de zilvernitraatoplossing V	Potentiaal E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	- 49
5,10	306	23	- 10
5,20	319	13	

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

METHODE 7. BEPALING VAN KOPER

1. Omvang en toepassingsgebied

In dit document wordt de methode beschreven voor de bepaling van het kopergehalte van enkelvoudige ammoniumnitraatmeststoffen en met een hoog stikstofgehalte.

2. Principe

Het monster wordt opgelost in verdund zoutzuur en het kopergehalte wordt bepaald door middel van atomaire absorptie spectrofotometrie.

3. Reagentia

3.1. Zoutzuur (dichtheid bij 20 °C: 1,18 g/ml)

3.2. Zoutzuur, 6 M — oplossing

3.3. Zoutzuur, 0,5 M — oplossing

3.4. Ammoniumnitraat

3.5. Waterstofperoxide, 30 %

3.6. Koperoplossing ⁽¹⁾ (stockoplossing): weeg 1 g zuiver koper af met een nauwkeurigheid van 0,001 g, los dit op in 25 ml van 6 M-zoutzuuroplossing (3.2), voeg 5 ml waterstofperoxide (3.5) in delen toe en vul aan het water tot 1 liter. 1 ml van deze oplossing bevat 1 000 mcg koper (Cu).

3.6.1. Koperoplossing (verdund): pipetteer 10,0 ml van de stockoplossing in een maatkolf van 100 ml, vul aan met water tot de maatstreep en meng. Pipetteer hieruit 10 ml in een maatkolf van 100 ml, vul aan met water tot de maatstreep en meng. 1 ml van de uiteindelijke oplossing bevat 10 mcg koper (Cu).

Maak deze oplossing vlak voor het gebruik gereed.

4. Apparatuur

Atomaire absorptiespectrofotometer met een koperlamp (324,8 nm)

⁽¹⁾ Er mag ook gebruik worden gemaakt van in de handel verkrijgbare standaardkoperoplossingen.

5. Werkwijze

5.1. *Monstervoorbereiding*

Weeg 25 g van het monster af met een nauwkeurigheid van 0,001 g, breng deze hoeveelheid over in een bekersglas van 400 ml en voeg voorzichtig 20 ml zoutzuur (3.1) toe (er kan een heftige reactie ontstaan door de vorming van kooldioxide). Voeg, indien nodig, meer zoutzuur toe. Wanneer het bruisen is opgehouden, wordt de oplossing op een stoombad drooggedampt; hierbij wordt zo nu en dan geroerd met een glazen roerstaaf. Voeg 15 ml 6 M-zoutzuuroplossing (3.2) en 120 ml water toe. Roer met de glazen roerstaaf en laat deze in het bekersglas staan; dek het bekersglas af met een horlogeglas. Kook de oplossing voorzichtig tot het residu volledig is opgelost en laat afkoelen.

De oplossing wordt kwantitatief overgebracht in een maatkolf van 250 ml; was het bekersglas met 5 ml 5 M-zoutzuur (3.2) en twee maal met 5 ml kokend water. Vul tot de maatstreep aan met 0,5 M-zoutzuur (3.3) en meng voorzichtig.

De oplossing wordt gefiltreerd door kopervrij filterpapier ⁽¹⁾, waarbij de eerste 50 ml niet wordt opgevangen.

5.2. *Blanco oplossing*

Bereid een blanco oplossing waarbij alleen het monster wordt weggelaten en houdt hiermede rekening bij de berekening van de eindresultaten.

5.3. *Bepaling*

5.3.1. *Bereiding van de monster- en blanco oplossingen*

Verdun de monsteroplossing (5.1) en de blanco oplossing (5.2) met de 0,5 M-zoutzuuroplossing (3.3) tot een koperconcentratie waarbij het meetresultaat binnen het optimale meetgebied van de spectrofotometer valt. In normale gevallen behoeft de oplossing niet te worden verdund.

5.3.2. *Bereiding van de ijkoplossingen*

Bereid door verdunning van de standaardoplossingen (3.6) met de 0,5 M-zoutzuuroplossing (3.3) ten minste vijf standaardoplossingen die overeenkomen met het optimale meetgebied van de spectrofotometer (0 tot 5,0 mg/l Cu). Alvorens aan te vullen tot de maatstreep wordt aan elke oplossing ammoniumnitraat (3.4) toegevoegd tot een concentratie van 10 % gewichtsvolume.

5.4. *Meting*

Stel de spectrofotometer (4) in op een golflengte van 324,8 nm en gebruik een oxiderende lucht/acetylenevlam. Verstuf achtereenvolgens in drievoud de ijkoplossing (5.3.2), de monsteroplossing en de blanco oplossing (5.3.1); spoel het instrument na elke verstufing met gedistilleerd water. Teken de ijkcurve door verticaal de gemiddelde absorptie van elke standaard uit te zetten en horizontaal de bijbehorende koperconcentraties in mcg/ml.

Bepaal aan de hand van de ijkcurve de koperconcentratie in het uiteindelijke monster en de blanco oplossingen.

6. Weergave van de resultaten

Bereken het kopergehalte van het monster, rekening houdend met het gewicht van het monster en de tijdens de analyse uitgevoerde verdunningen en de waarde van de blanco. Het resultaat wordt uitgedrukt als mg Cu/kg.

⁽¹⁾ Whatman 541 of gelijkwaardig.

BIJLAGE III

BEPALING VAN DE DETONATIEGEVOELIGHEID

1. Omvang en toepassingsgebied

In dit document wordt de methode beschreven ter vaststelling van de detonatiegevoeligheid van enkelvoudige meststoffen op basis van ammoniumnitraat en met een hoog stikstofgehalte.

2. Principe

Het monster wordt na opsluiting in een stalen buis blootgesteld aan de detonatie van een explosieve donorlading. De voortplanting van de detonatie wordt bepaald uit de mate van compressie van loden cilinders waarop de buis tijdens de proef in horizontale stand steunt.

3. Materialen

3.1. Kneedbare springstof met 83—86 % pentriet

Dichtheid: 1 500—1 600 kg/m³

Detonatiesnelheid: 7 300—7 700 m/s

Massa: 500 (± 1) g

3.2. Zeven stukken soepel slagsnoer met niet-metalen omhulsel

Vulgewicht: 11—13 g/m

Lengte van elk slagsnoerstuk: 400 (± 2) mm

3.3. Geperst springstofpatroon met opening voor plaatsing van een slagpijpje

Springstof: Hexogeen/was 95/5, tetryl of vergelijkbare secundaire springstof, met of zonder toevoeging van grafiet

Dichtheid: 1 500—1 600 kg/m³

Diameter: 19—21 mm

Hoogte: 19—23 mm

Centrale ligplaats voor slagpijpje: diameter 7—7,3 mm diepte 12 mm

3.4. Naadloos getrokken stalen buis volgens ISO 65—1981, zware uitvoering, nominale afmetingen DN 100 (4")

Uitwendige diameter: 113,1—115,0 mm

Wanddikte: 5,0—6,5 mm

Lengte: 1 005 (± 2) mm

3.5. Bodemplaat

Materiaal: goed lasbaar staal

Afmetingen: 160 × 160 mm

Dikte: 5—6 mm

3.6. Loden cilinders

Aantal: zes

Diameter: 50 (± 1) mm

Hoogte: 100—101 mm

Materiaal: zacht lood, 99,5% lood

3.7. Stalen blok

Lengte: minimaal 1 000 mm

Breedte: minimaal 150 mm

Hoogte: minimaal 150 mm

Massa: minimaal 300 kg indien het stalen blok niet op een vaste ondergrond steunt.

3.8. Cilindervormig omhulsel van kunststof of karton voor donorlading

Wanddikte: 1,5—2,5 mm

Diameter: 92—96 mm

Hoogte: 64—67 mm

- 3.9. Elektrisch of ander slagpijpe met een sterkte van 8—10
- 3.10. Houten schijf
Diameter 92—96 mm, aan te passen aan de inwendige diameter van de stalen buis (3.4)
Dikte: 20 mm
- 3.11. Houten pen van dezelfde afmetingen als het slagpijpe (3.9)
- 3.12. Spelden (met een maximale lengte van 20 mm) en nietpistool
4. **Werkwijze**
- 4.1. *Gereedmaken van de donorlading voor plaatsing in de stalen buis*
Voor de initiatie van de springstof in de donorlading bestaan twee methoden die afhankelijk zijn van de hiervoor beschikbare middelen.
- 4.1.1. 7-punts simultaaninitiëring
(Een gebruiksklare donorlading is afgebeeld in figuur 1)
- 4.1.1.1. De houten schijf (3.10) wordt in het midden en op zes symmetrisch op een concentrische cirkel (diameter 55 mm) verdeelde punten evenwijdig aan de aslijn van de schijf doorboord. De diameter van de boorgaten moet 6—7 mm bedragen (zie doorsnede A—B in figuur 1), afhankelijk van de diameter van het gebruikte slagkoord (3.2).
- 4.1.1.2. Van een soepel slagsnoer (3.2) worden zeven stukken met een lengte van 400 mm zodanig afgesneden dat elk springstofverlies aan de uiteinden wordt vermeden; hiertoe wordt elk van de uiteinden direct verlijmd. De zeven stukken worden elk door één van de daarvoor bestemde boorgaten in de houten schijf (3.10) geschoven, en wel zodanig dat de uiteinden van de stukken enkele centimeters aan de andere zijde van de schijf uitsteken.
Vervolgens wordt op 5 tot 6 mm van elk uiteinde in het textielgedeelte van het snoer in dwarsrichting een kleine speld (3.12) gestoken; vanaf dit punt wordt het snoer aan de buitenzijde over een lengte van ongeveer 2 cm met lijm bestreken. Tenslotte wordt door het aantrekken in de lengterichting van elk stuk de speld in contact gebracht met de houten schijf.
- 4.1.1.3. De kneedspringstof (3.1) wordt gekneet in de vorm van een cilinder met een doorsnede van 92—96 mm, welke is aangepast aan de diameter van het cilindrisch omhulsel (3.8) waar hij wordt ingeschoven, waarbij het cilindrisch omhulsel verticaal op een vlakke ondergrond staat. Daarna wordt de houten schijf (1) met de zeven snoerstukken hierop geplaatst en op de springstof vastgedrukt. De hoogte van het cilindrisch omhulsel (64—67 mm) dient zo te worden aangepast dat de bovenrand niet boven de houten schijf uitsteekt. Tenslotte wordt het cilindrisch omhulsel over de gehele omtrek vastgeniet aan de houten schijf.
- 4.1.1.4. De vrije uiteinden van de zeven stukken slagsnoer moeten zodanig over de buitenomtrek van de pen (3.11) worden aangebracht dat zij zich ten opzichte hiervan in een loodrecht hierop staand vlak bevinden; daarna worden zij met behulp van plakband om de pen gebundeld (2).
- 4.1.2. Centrale initiëring door een springstofpatroon
Een gebruiksklare donorlading is in fig. 2 afgebeeld.
- 4.1.2.1. *Vervaardiging van een springstofpatroon*
Met de nodige voorzorgsmaatregelen wordt 10 g van de secundaire springstof (3.3) in een perspot gebracht met een inwendige diameter tussen 19 en 21 mm en tot de juiste vorm en dichtheid samengeperst. (Er dient zo veel mogelijk gestreefd te worden naar een verhouding tussen diameter en hoogte van 1:1).
In het centrum van het bodemvlak van de perspot bevindt zich een stift met een hoogte van 12 mm en een diameter van 7—7,3 mm (afhankelijk van de diameter van het te gebruiken slagpijpe), waardoor in de patroon een cilindervormige uitsparing wordt gevormd waarin later het slagpijpe wordt geplaatst.
- 4.1.2.2. *Vervaardiging van de donorlading*
De kneedspringstof wordt in het verticaal op een vlak oppervlak staand cilindrisch omhulsel (3.8) geplaatst en omlaag gedrukt met een houten vorm waardoor de springstof de vorm aanneemt van een cilinder die in het midden is uitgediept. De geperste patroon wordt in deze uitdieping geplaatst. De cilindrisch voorgevormde kneedspringstof en de patroon worden afgedekt door een houten schijf die voor het inbrengen van een slagpijpe voorzien is van een centraal boorgat met een diameter van 7—7,3 mm. De houten schijf en het cilindrisch omhulsel worden kruisgewijs met plakband aan elkaar verbonden. De centrering van het boorgat in de schijf en de ligplaats in de springstofpatroon wordt gewaarborgd door het inbrengen van de houten pen.

(1) De diameter van de schijf en de binnendiameter van het cilindrisch omhulsel moeten in elk geval overeenstemmen.

(2) Terwijl de zes perifere snoerstukken na afwerking strak liggen moet het centrale snoer enige speling behouden.

- 4.2. *Voorbereiding van de stalen buis voor de detonatieproeven*
In een uiteinde van de stalen buis (3.4) worden in de buiswand diametraal tegenover elkaar twee gaten met een diameter van 4 mm op een afstand van 4 mm van de rand van de buis geboord.
De bodemplaat (3.5) wordt door middel van stomplassen aan het andere uiteinde van de buis bevestigd, waarbij de hoek tussen bodemplaat en buiswand over de gehele omtrek van de buis met lasmateriaal wordt gevuld.
- 4.3. *Vullen en laden van de springstofbuis*
(zie figuren 1, 2 en 3)
- 4.3.1. De temperatuur van proefmonster, stalen buis en donorlading dient $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ te zijn.
Voor twee detonatieproeven zijn 16 tot 18 kg van het monster nodig.
- 4.3.2. De buis wordt met de vierkante bodemplaat loodrecht op een vlakke, stevige ondergrond, bij voorkeur van beton, geplaatst. De buis wordt tot een derde van zijn hoogte met het monster gevuld en vervolgens telkens vijf maal tot een hoogte van 10 cm opgetild en losgelaten zodat hij verticaal op de ondergrond valt ten einde de prills resp. granules zo veel mogelijk in de buis te verdichten. Ten einde deze verdichting te bespoedigen wordt de buis, tussen het opheffen en het vallen op de ondergrond, door middel van tien hamerslagen (met een hamer met een massa van 750 tot 1 000 g) op het manteloppervlak in trilling gebracht.
Deze vulprocedure wordt herhaald na toevoeging van een tweede monsterhoeveelheid. Bij de laatste vulling dient de hoeveelheid zo te worden gekozen dat het monster, na verdichting door tien maal optillen en vallen van de buis, alsmede door in totaal twintig intermitterende hamerslagen, tot ca. 70 mm onder de bovenrand van de buis reikt.
Bij de keuze van de vulhoogte van het monster in de stalen buis dient ervoor te worden gezorgd dat de later in te brengen donorlading (4.1.1 of 4.1.2) over het gehele oppervlak in nauw contact is met het monster.
- 4.3.3. De donorlading wordt in het open uiteinde van de buis op het monster geplaatst, waarbij de bovenrand van de houten schijf 6 mm onder de rand van de buis ligt. De juiste hoogte voor het noodzakelijke nauwe contact tussen springstof en monster, wordt bereikt door het toevoegen, respectievelijk wegnemen, van kleine hoeveelheden van het monster. Zoals in de figuren 1 en 2 is aangegeven worden in de boorgaten aan de bovenrand van de buis splitpennen aangebracht die aan de buitenzijde tegen de buis worden uitgebogen.
- 4.4. *Plaatsing van de stalen buis en loden cilinders*
- 4.4.1. De grondvlakken van de loden cilinders (3.6) worden gemerkt van 1 tot en met 6. Op een horizontaal geplaatst stalen blok (3.7) worden op de middellijn van het horizontale vlak zes markeringen op een onderlinge afstand van 150 mm aangebracht, waarbij de afstand van de eerste markering tot de rand van het stalen blok ten minste 75 mm bedraagt. Op elk van deze markeringen wordt een loden cilinder geplaatst met de middelpunten van de grondvlakken van de cilinders op de markeringen.
- 4.4.2. De overeenkomstig 4.3 gereedgemaakte stalen buis wordt horizontaal op de loden cilinders geplaatst, waarbij de aslijn van de buis parallel moet lopen aan de middellijn van het stalen blok en de gelaste achterrand van de buis zich op een afstand van 50 mm van loden cilinder nr. 6 bevindt. Ten einde zijdelings weggrollen van de buis te voorkomen, kunnen kleine houten wiggen tussen de bovenste cirkelvlakken van de loden cilinders en de buiswand worden geschoven (telkens één aan elke kant) of twee draaibaar met elkaar verbonden houten latten, in de vorm van een kruis, tussen buis en stalen blok worden aangebracht.
Opmerking: Let erop dat de buis met alle zes loden cilinders in contact is; een geringe kromming in het oppervlak van de buis kan worden gecompenseerd door draaiing van de buis om zijn lengteas; indien een loden cilinder te hoog is (100 mm) kan deze door lichte hamertikken op de vereiste hoogte worden gebracht.
- 4.5. *Voorbereiding van de detonatieproef*
- 4.5.1. De proefopstelling volgens 4.4. dient in een bunker of in een dienovereenkomstig daarvoor ingerichte ruimte onder de grond (mijn, tunnel) te worden opgebouwd. Zorg ervoor dat de temperatuur van de stalen buis vóór de detonatie op $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ wordt gehouden.
Opmerking: Indien men niet over een dergelijke explosieruimte zou beschikken, kan eventueel gebruik worden gemaakt van een groeve met betonnen wanden die met houten balken is afgedekt. In verband met bij de explosie mogelijk vrijkomende stalen scherven met grote kinetische energie, dient een daarop afgestemde afstand in acht te worden genomen tot plaatsen waar zich woningen of wegen bevinden.
- 4.5.2. Bij gebruik van een donorlading met 7-punts simultaaninitiëring dient ervoor te worden gezorgd dat de overeenkomstig de in de voetnoot bij 4.1.1.4 gespannen slagsnoeren zo horizontaal mogelijk liggen.
- 4.5.3. Tenslotte wordt de houten pen vervangen door het slagpijpje. Pas na ontruiming van de gevaarlijke zone en nadat de met de proef belaste personen in dekking zijn gegaan, kan de lading tot ontploffing worden gebracht.
- 4.5.4. Laat de lading ontploffen.
- 4.6. Na de explosie en na een zekere wachttijd voor het optrekken van de rook (gasvormige, soms giftige reactieproducten zoals bijv. nitreuze dampen) worden de loden cilinders verzameld en de hoogte met behulp van een schuifmaat gemeten.

De omvang van de stuiking in procenten resulteert uit het verschil met de oorspronkelijke hoogte van 100 mm en wordt voor elke cilinder genoteerd. Bij een schuin verlopende stuiking wordt de hoogste en laagste waarde genoteerd en het gemiddelde daarvan berekend.

- 4.7. Eventueel kan voor continue meting van de detonatiesnelheid gebruik worden gemaakt van een meetdraad; deze kan in de lengtes van de buis of tegen de buiswand worden aangebracht.
- 4.8. Per monster moeten twee detonatieproeven worden uitgevoerd.

5. Beproeversverslag

In het verslag moeten voor elke proef de volgende parameters worden vermeld:

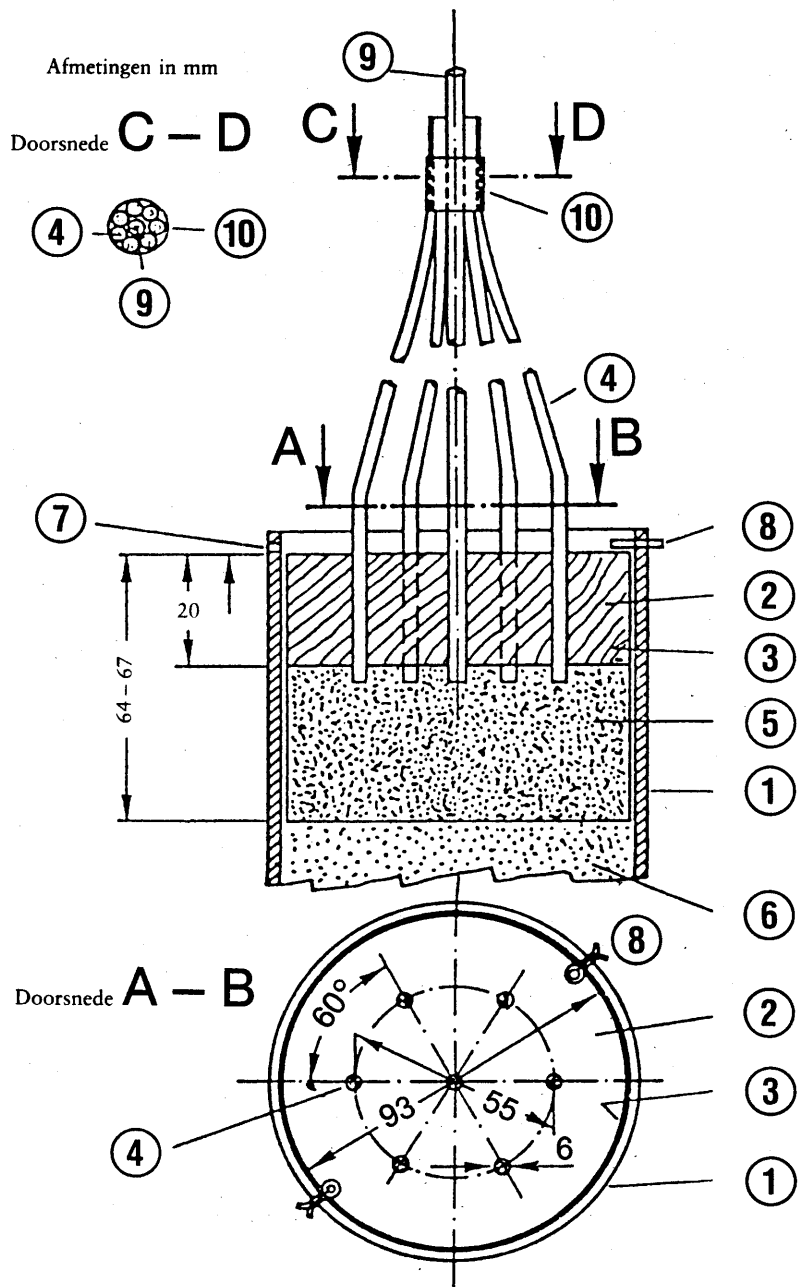
- concrete meetwaarden voor de buitendiameter van de stalen buis en voor de wanddikte,
- Brinell-hardheid van de stalen buis,
- temperatuur van buis en monster vlak voor de ontploffing,
- vuldichtheid (kg/m^3) van het monster in de buis,
- hoogte van elke loden cilinder na de proef met vermelding van het nummer van de betreffende cilinder,
- wijze van initiëring van de donorklading.

5.1. *Evaluatie van de beproevingsresultaten*

Indien bij elk van de proeven ten minste één loden cilinder niet meer dan 5 % werd gestuikt, wordt de proef geslaagd geacht en het monster in overeenstemming beschouwd met de eisen van bijlage II van Richtlijn 80/876/EEG.

Figuur 1

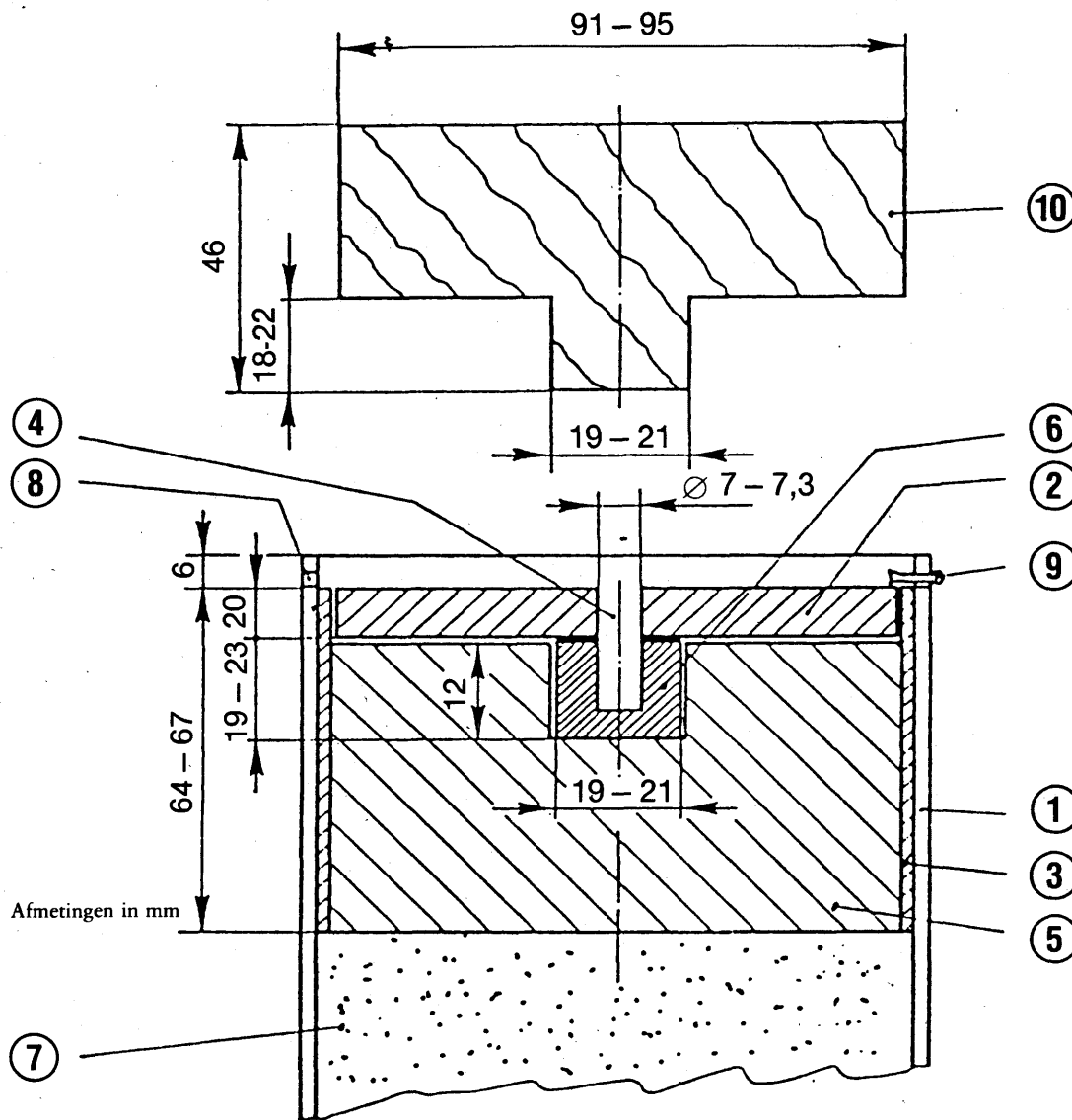
Donorlading voor 7-punts simultaaninitiatie



- | | |
|--|--|
| ① Stalen buis | ⑤ Kneedspringstof |
| ② Houten schijf met zeven boorgaten | ⑥ Monster |
| ③ Cilindrisch omhulsel van kunststof of karton | ⑦ Boorgat \varnothing 4 mm voor splitpen ⑧ |
| ④ Stukken slagsnoer | ⑧ Splitpen |
| | ⑨ Houten pen omsloten door ④ |
| | ⑩ Plakband ter bevestiging van ④ om ⑨ |

Figuur 2

Donorlading voor centrale initiëring



Afmetingen in mm

- | | |
|--|--|
| ① Stalen buis | ⑤ Kneedspringstof |
| ② Houten schijf | ⑥ Geperste patroon |
| ③ Cilindrisch omhulsel van kunststof of karton | ⑦ Monster |
| ④ Houten pen | ⑧ Boorgat \varnothing 4 mm voor splitpen ⑨ |
| | ⑨ Splitpen |
| | ⑩ Houten vorm voor ⑤ |

Figuur 3
Aanbrengen van de stalen buis op de plaats van de detonatie

