

31987L0094

7.2.1987

URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI

L 38/1

DIREKTIVA KOMISIJE**z dne 8. decembra 1986****o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi s postopki nadzora značilnosti, omejitev in odpornosti proti eksploziji enojnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika**

(87/94/EGS)

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

ker se pri enojnih gnojilih iz amonijevega nitrata vzorčenje in analiza za uradne kontrole gnojil Skupnosti izvajata v skladu z metodami, opisanimi v Direktivi Komisije 77/535/EGS⁽¹⁾, kakor je bila spremenjena z Direktivo 79/138/EGS⁽²⁾;

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske gospodarske skupnosti,

ker je v skladu z enakim postopkom uvedeno število toplotnih ciklov, ki naj jim bo izpostavljen vzorec pred preskušanjem odpornosti proti eksploziji, kakor je določeno v Prilogi II k Direktivi 80/876/EGS, mejna vrednost za težke kovine pa je uvedena, kakor je določeno v Prilogi I k tej direktivi;

ob upoštevanju Direktive Sveta 80/876/EGS z dne 15. julija 1980 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi z enojnimi gnojili iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika⁽¹⁾ in zlasti člena 8 te direktive,

ker metoda zaprtih toplotnih ciklov, kakor je opisana, dovolj spodbuja okoliščine, ki naj se upoštevajo v okviru področja uporabe Direktive 80/876/EGS; ker pa ta metoda ne spodbuja nujno vseh okoliščin, ki se pojavijo med prevozom razsutega tovora po vodi;

ob upoštevanju Direktive Sveta 76/116/EGS z dne 18. decembra 1975 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi z gnojili⁽²⁾ in zlasti člena 9(2) te direktive,

ker so ukrepi, predvideni v tej direktivi, v skladu z mnenjem Odbora za prilagajanje tehničnemu napredku direktiv, ki se nanašajo na odpravljanje tehničnih ovir v trgovini z gnojili,

ker Direktiva 80/876/EGS predvideva značilnosti, omejitve in preskus odpornosti proti eksploziji za zadevna gnojila; ker je v členu 8 direktive določeno, da se uvedejo metode preverjanja, analize in preskušanja v skladu s postopkom, določenim v členu 11 Direktive 76/116/EGS;

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

ker je v Direktivi 76/116/EGS predvidena uradna kontrola gnojil Skupnosti zaradi preverjanja skladnosti z zahtevami, ki izhajajo iz določb Skupnosti o kakovosti in sestavi gnojil;

Člen 1

ker se je zdelo potrebno, ob upoštevanju posebne narave enojnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika in zahtev, ki izhajajo iz nje, glede javne varnosti, zdravja in varovanja delavcev določiti dodatne predpise Skupnosti za ta gnojila;

1. Države članice sprejmejo potrebne ukrepe za zagotovitev, da se metode preverjanja, analize in preskušanja za uradno kontrolo enojnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika, ki so predvideni v Direktivi 80/876/EGS, izvajajo v skladu z metodami, opisanimi v Prilogah II in III k tej direktivi.

⁽¹⁾ UL L 250, 23.9.1980, str. 7.

⁽²⁾ UL L 24, 30.1.1976, str. 21.

⁽³⁾ UL L 213, 22.8.1977, str. 1.

⁽⁴⁾ UL L 39, 14.2.1979, str. 3.

2. V Prilogi I sta določena:

- dovoljena vsebnost težkih kovin,
- zahtevano število toplotnih ciklov za vzorce, katerih eksplozivnost se bo preskušala.

Člen 2

1. Države članice sprejmejo potrebne ukrepe, potrebne za uskladitev s to direktivo, najpozneje do 31. decembra 1987. O tem takoj obvestijo Komisijo.
2. Države članice sporočijo Komisiji besedila nacionalne zakonodaje, sprejete na področju, ki ga ureja ta direktiva.

Člen 3

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 8. decembra 1986

Za Komisijo
COCKFIELD
Podpredsednik

PRILOGA I

1. Omejitve za težke kovine v skladu s točko 6 Priloge I k Direktivi Sveta 80/876/EGS

1.1 Vsebnost bakra ne bi smela biti večja od 10 mg/kg.

1.2 Za druge težke kovine niso določene omejitve.

2. Število toplotnih ciklov v skladu s Prilogo II k Direktivi Sveta 80/876/EGS

Število toplotnih ciklov, ki se uporabljajo, naj bo pet.

PRILOGA II

METODE PREVERJANJA SKLADNOSTI Z OMEJITVAMI, NATANČNO DOLOČENIMI V PRILOGAH I IN II K DIREKTIVI SVETA 80/876/EGS

METODA 1. METODE ZA UPORABO TOPLOTNIH CIKLOV

1. Namen in področje uporabe

V tem dokumentu so opredeljeni postopki uporabe toplotnih ciklov pred izvajanjem preskusa zadrževanja olja in preskusa eksplozivnosti na enojnem gnojilu iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. Toplotni cikli, navedeni v Prilogi I k Direktivi Sveta 80/876/EGS**2.1 Področje uporabe**

Ta postopek je namenjen toplotnim ciklom pred določanjem zadrževanja olja gnojila.

2.2 Princip in opredelitev

V erlenmajerici segrejte preskusni vzorec s sobne temperature na 50 °C in ga vzdržujte pri tej temperaturi dve uri (stopnja pri 50 °C). Nato vzorec ohladite do temperature 25 °C in ga vzdržujte pri tej temperaturi dve uri (stopnja pri 25 °C).

Kombinacija dveh zaporednih stopenj pri 50 °C in 25 °C tvori en toplotni cikel.

Po dveh toplotnih ciklih se preskusni vzorec vzdržuje pri temperaturi 20 (± 3) °C za določitev vrednosti zadrževanja olja.

2.3 Aparature

Običajne laboratorijske aparature, zlasti:

— vodne kopeli, nastavljene na 25 (± 1) °C in 50 (± 3) °C, ali

— erlenmajerice s kapaciteto 150 ml.

2.4 Postopek

Vsak preskusni vzorec, težak 70 (± 5) gramov, prenesite v erlenmajerico in jo nato zamašite.

Vsako bučko prenesite vsaki dve uri iz kopeli, segrete na 50 °C, v kopol, segreto na 25 °C, in nasprotno.

Vodo v obeh kopelih vzdržujte pri stalni temperaturi in v neprestanem gibanju s hitrim mešanjem, da bi zagotovili višino vode nad višino vzorca. Zamašek zavarujte pred kondenzacijo s pokrovčkom iz penaste gume.

3. Toplotni cikli, ki se uporabljajo v Prilogi II k Direktivi Sveta 80/876/EGS**3.1 Področje uporabe**

Ta postopek je namenjen toplotnim ciklom pred izvajanjem preskusa eksplozivnosti.

3.2 Princip in opredelitev

V posodi, neprepustni za vodo, segrejte vzorec s sobne temperature na 50 °C in ga vzdržujte pri tej temperaturi eno uro (stopnja pri 50 °C). Nato vzorec ohlajajte, da doseže temperaturo 25 °C, in ga vzdržujte pri tej temperaturi eno uro (stopnja pri 25 °C). Kombinacija zaporednih stopenj pri 50 °C in 25 °C tvori en toplotni cikel. Po koncu zahtevanega števila toplotnih ciklov se preskusni vzorec vzdržuje pri temperaturi 20 (± 3) °C, dokler se ne izvede preskus eksplozivnosti.

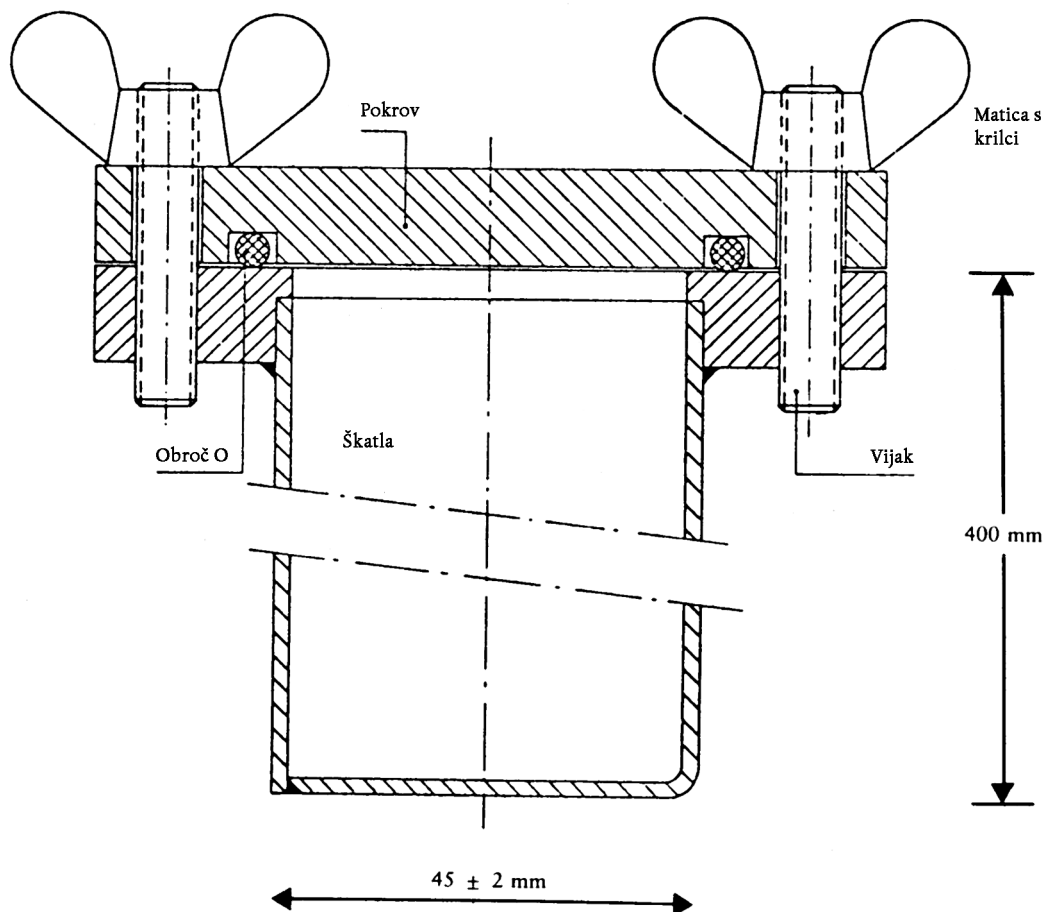
3.3 Aparature

— Vodna kopol, termostatirana v temperaturnem območju med 20 in 51 °C z najmanjšo hitrostjo segrevanja in ohlajanja 10 °C/h ali dve vodni kopeli, prva termostatirana pri temperaturi 20 °C in druga pri 51 °C. Vodo v kopeli(-h) je treba neprestano mešati; prostornina kopeli mora biti dovolj velika, da zagotovi zadostno kroženje vode.

- Škatla iz nerjavečega jekla, za vodo neprepustna na vseh mestih in v sredini opremljena s termoelementom. Zunanja širina te škatle je $45 (\pm 2)$ mm, debelina sten pa 1,5 mm (glej sliko 1); višina in dolžina škatle se lahko izbereta tako, da ustrežata dimenzijam vodne kopeli, tj. dolžina 600 mm in višina 400 mm.

3.4 Postopek

Količino gnojila, ki zadošča za eno samo eksplozijo, prenesite v škatlo in zaprite pokrov. Škatlo postavite v vodno kopel. Vodo segrejte na $51\text{ }^{\circ}\text{C}$ in izmerite temperaturo v sredini gnojila. Po eni uri, ko temperatura v sredini gnojila doseže $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, ohladite vodo. Po eni uri, ko temperatura v sredini gnojila doseže $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, segrejte vodo, da se lahko začne drugi cikel. Pri dveh kopelih prenesite škatlo v drugo kopel po vsakem segrevanju/ohlajevanju.



Slika 1

METODA 2. DOLOČANJE ZADRŽEVANJA OLJA

1. Namen in področje uporabe

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja zadrževanja olja enojnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

Metoda je uporabna za gnojila v kepah in gnojila v zrnih, ki ne vsebujejo v olju topnih snovi.

2. Opredelitev

Zadrževanje olja v gnojilu: količina olja, ki ga gnojilo zadrži, določena pod natančno opredeljenimi delovnimi pogoji, izražena kot masni odstotek.

3. Princip

Popolno potapljanje preskusnega deleža v plinsko olje za natančno določeno obdobje, čemur sledi izsušitev presežka olja pod natančno določenimi pogoji. Merjenje povečanja mase preskusnega deleža.

4. Reagenti

Plinsko olje

Največja viskoznost: 5 mPas pri 40 °C

Gostota: od 0,8 do 0,85 g/ml pri 20 °C

Vsebnost žvepla: ≤ 1,0 % (m/m)

Pepel: ≤ 0,1 % (m/m)

5. Aparature

Običajne laboratorijske aparature in:

5.1 tehtnica, z natančnostjo 0,01 g.

5.2 Čaše kapacitete 500 ml.

5.3 Plastični lij, po možnosti z valjasto steno na zgornjem koncu in premerom približno 200 mm.

5.4 Preskusno sito z odprtini 0,5 mm, ki se prilega liju (5.3).

Opomba: Velikost lija in sita zagotavlja, da le nekaj zrnč leži drugo na drugem, tako da se olje lažje osuši.

5.5 Filtrirni papir z veliko hitrostjo filtriranja, naguban in mehak, težak 150 g/m².

5.6 Vpojni robčki (laboratorijska čistoča).

6. Postopek

6.0 Dve posamezni določanji se opravita v hitrem zaporedju na ločenih deležih istega preskusnega vzorca.

6.1 S preskusnim sitom (5.4) odstranite delce, manjše od 0,5 mm. V čašo (5.2) na 0,01 g natančno odtehtajte približno 50 gramov vzorca. Dodajte dovolj plinskega olja (razdelek 4), da z njim popolnoma prekrijete kepe, in pazljivo premešajte, da bi zagotovili popolno namočenost površin vseh kep. Čašo prekrijte z urnim steklom in pustite stati eno uro pri 25 (± 2) °C.

6.2 Celotno vsebino čaše filtrirajte skozi lij (5.3) s preskusnim sitom (5.4). Pustite delež, ki ga zadrži sito, tu eno uro, da lahko izsušite večino presežka olja.

6.3 Dva lista filtrirnega papirja (5.5) (približno 500 × 500 mm) na gladki površini položite drugega na drugega; štiri robove obeh filtrirnih papirjev prepognite do višine približno 40 mm, da bi preprečili uhajanje kep. Na sredino filtrirnih papirjev položite dva sloja vpojnih robčkov (5.6). Celotno vsebino sita (5.4) zlijte na vpojne robčke in z mehkim, ploščatim čopičem enakomerno razporedite kepe. Po dveh minutah dvignite eno stran robčkov, da bi prenesli kepe na filtrirne papirje pod robčki, in jih s čopičem enakomerno razporedite po njih. Na vzorec položite še en list filtrirnega papirja, katerega robove podobno zavihate navzgor, ter s krožnimi gibi in rahlim pritiskom povaljajte kepe med listi filtrirnih papirjev. Po vsakih osmih krožnih gibih naredite premor, medtem dvignite nasprotno robove filtrirnih papirjev in vrnite v sredino kepe, ki so se skotalile na rob. Upoštevajte naslednji postopek: naredite štiri polne krožne gibe, najprej v smeri urinega kazalca in nato še v drugo smer. Za tem vrnite kepe v sredino, kakor je opisano zgoraj. Postopek je treba trikrat ponoviti (24 krožnih gibov, dve privzdigovanji filtrirnega papirja). Med list papirja na dnu in listom, ki leži na njem, previdno vstavite list filtrirnega papirja in z dvigom robov vrhnjega lista pustite, da se kepe skotalijo na nov list. Prekrijte jih z novim listom filtrirnega papirja in ponovite zgoraj opisani postopek. Takoj po kotaljenju kepe zlijte v tarirano posodo, jih znova stehtajte na 0,01 g natančno in tako določite količino zadržanega plinskega olja.

6.4 Ponavljanje postopka valjanja in ponovno tehtanje

Če je količina zadržanega plinskega olja večja od 2,00 gramov, postavite delež na skupino svežih filtrirnih papirjev ter ponovite postopek valjanja in dvigovanja robov papirjev v skladu z razdelkom 6.3 (dvakrat po osem krožnih gibov in eno privzdigovanje). Nato delež znova stehtajte.

7. Izražanje rezultatov

7.1 Metoda računanja in formula

Zadrževanje olja se iz vsakega določanja (6.0) izrazi kot masni odstotek presejanega preskusnega deleža in zračuna po enačbi:

$$\text{zadrževanje olja} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100,$$

pri čemer je:

m_1 masa presejanega preskusnega deleža (6.1), v gramih,

m_2 masa preskusnega deleža v skladu z razdelkom 6.3 ali 6.4, kot rezultat zadnjega tehtanja, v gramih.

Kot rezultat vzemite aritmetično sredino dveh posamičnih določanj.

METODA 3. DOLOČANJE GORLJIVIH SESTAVIN

1. Namen in področje uporabe

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja gorljivih sestavin enojnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. Princip

Ogljikov dioksid, pridobljen iz anorganskih polnil, se vnaprej odstrani s kislino. Organske spojine se oksidirajo z mešanico kromove in žveplove kisline. Nastali ogljikov dioksid absorbira raztopina barijevega hidroksida. Oborina se raztopi v raztopini solne kisline in določi z retitracijo z raztopino natrijevega hidroksida.

3. Reagenti

3.1 Kromov (VI) trioksid CrO_3 analitske čistote;

3.2 žveplova kislina, razredčena na 60 % (V/V)

– vlijte 360 ml vode v enolitrsko čašo in previdno dodajte 640 ml žveplove kisline (gostota pri 20 °C = 1,83 g/ml).

3.3 Srebrov nitrat: 0,1 M raztopina;

3.4 barijev hidroksid:

stehtajte 15 gramov barijevega hidroksida ($\text{Ba(OH)}_2 \times 8\text{H}_2\text{O}$) in ga popolnoma raztopite v vroči vodi. Pustite, da se ohladi, in ga prenesite v litrsko bučko. Dopolnite do oznake in premešajte. Filtrirajte skozi naguban filtrirni papir.

3.5 Solna kislina: 0,1 M standardna raztopina;

3.6 natrijev hidroksid: 0,1 M standardna raztopina;

3.7 bromofenol modro: raztopina 0,4 grama na liter vode;

3.8 fenoltalein: raztopina 2 gramov na liter v 60 % (V/V) etanolu;

3.9 mešanica natrijevega hidroksida in kalcijevega hidroksida: velikost delcev približno od 1,0 do 1,5 mm.

3.10 Demineralizirana voda, sveže prevreta, da se odstrani ogljikov dioksid.

4. Aparature

4.1 Običajne laboratorijske aparature, zlasti:

— filtrirni lonček s frito iz taljenega stekla in kapaciteto 15 ml; premer frite: 20 mm; skupna višina: 50 mm; poroznost 4 (premer por od 5 do 15 μm),

— 600-mililitrska čaša.

4.2 Dovod dušika pod pritiskom.

4.3 Priprava, izdelana iz naslednjih delov in sestavljena, če je mogoče, iz krogelnih učvrščenih povezav (glej sliko 2).

4.3.1 Absorpcijska cev A, dolga približno 200 mm in s premerom 30 mm, napolnjena z apnom natrijevega bikarbonata (3.9) in pritrjena s čepi iz fibreglasa.

4.3.2 500-mililitrska reakcijska bučka B s stransko cevko in okroglim dnom.

4.3.3 Kolona za frakcioniranje Vigreux, dolga približno 150 mm (C).

4.3.4 Kondenzator z dvojno površino C, dolg 200 mm.

4.3.5 Drechslova steklenička D, delujoča kot zbirnik za vso odvečno kislino, ki lahko destilira prek.

4.3.6 Ledena kopel E za hlajenje Drechslove stekleničke.

4.3.7 Dve absorpcijski posodi F_1 in F_2 s premerom od 32 do 35 mm, katerih razdelilnik plina je sestavljen iz 10-milimetrskega diska iz slabo poroznega taljenega stekla.

4.3.8 Sesalna črpalka in priprava za uravnavanje sesanja G, ki jo sestavlja stekleni del v obliki T, vstavljen v sklop, katerega prosta ročica je s kratko gumijasto cevjo, opremljeno s prižemo, povezana s tanko kapilarno cevjo.

Opozorilo:

Uporaba vrele raztopine kromove kisline v pripravi pri znižanem pritisku je zelo nevarna in zahteva ustrezne varnostne ukrepe.

5. Postopek

5.1 Vzorec za analizo

Na 0,001 grama natančno odtehtajte približno 10 gramov amonijevega nitrata.

5.2 Odstranjevanje karbonatov

Vzorec za analizo vnesite v reakcijsko bučko B. Dodajte 100 ml H_2SO_4 (3.2). Kepe se pri sobni temperaturi raztopijo v približno 10 minutah. Pripravo sestavite, kakor je prikazano na sliki: en konec absorpcijske cevi (A) povežite po napravi, ki preprečuje povratni tok in vsebuje od 5 do 6 mm živega srebra, z virom dušika (4.2), drugi konec pa z dovodno cevjo reakcijske bučke. Kolono za frakcioniranje Vigreux (C) in kondenzator (C) z dovodom hladilne vode postavite na svoje mesto. Pretok dušika naravnajte tako, da bo skozi raztopino tekel v zmernih količinah, raztopino segrejte do vrelišča, in potem segrevajte še dve minuti. Ob koncu tega časovnega obdobja ne bi več smelo biti burnega vretja. Če opazite burno vretje, segrevajte še 30 minut. Pustite, da se raztopina hladi vsaj 20 minut, pri tem pa naj skozi njo teče dušik.

Kakor je prikazano na sliki, dokončajte postopek sestavljanja aparature tako, da povežete cev kondenzatorja z Drechslovo stekleničko (D), to pa z absorpcijskima posodama F_1 in F_2 . Dušik se mora med postopkom sestavljanja še vedno pretakati skozi raztopino. V vsako izmed absorpcijskih posod (F_1 in F_2) hitro vnesite 50 ml raztopine barijevega hidroksida (3.4).

Skozi raztopino približno 10 minut spuščajte tok dušika v obliki mehurčkov. Raztopina mora ostati v absorpcijskih posodah bistra. Če se to ne zgodi, ponovite proces odstranjevanja ogljika.

5.3 Oksidacija in absorpcija

Po odklopu dovodne cevi za dušik po stranski ročici reakcijske bučke (B) hitro vnesite 20 gramov kromovega trioksida (3.1) in 6 ml raztopine srebrovega nitrata (3.3). Napravo povežite s sesalno črpalko, tok dušika pa prilagodite tako, da bo skozi absorpcijski posodi iz taljenega stekla F_1 in F_2 tekel enakomeren tok.

Reakcijsko bučko (B) segrevajte, dokler tekočina ne zavre, nato pa jo segrevajte še eno uro in pol.⁽¹⁾ Za nadzor pretoka dušika bo morda treba naravnati ventil za nadzor sesanja (G), saj je mogoče, da barijev karbonat, oborjen med preskusom, zamaši plošče iz taljenega stekla. Postopek je zadovoljiv, ko raztopina barijevega hidroksida v absorpcijski posodi F₂ ostane bistra, sicer ponovite preskus. Končajte segrevanje in razstavite pripravo. Vsak razdelilnik operite z zunanje in notranje strani, da bi odstranili barijev hidroksid, in zberite vodo, s katero ste prali, v ustrezno absorpcijsko posodo. Razdelilnike postavite drugega za drugim v 600-mililitrsko čašo, ki jo boste pozneje uporabili za določanje.

Z vakuumom prek filtrirnega lončka iz taljenega stekla hitro filtrirajte najprej vsebino absorpcijske posode F₂ in nato še vsebino absorpcijske posode F₁. Oborino zberite s spiranjem absorpcijskih posod z vodo (3.10), filtrirni lonček pa očistite s 50 ml iste vode. Postavite ga v 600-mililitrsko čašo in dodajte približno 100 ml vrele vode (3.10). V vsako absorpcijsko posodo vlijte 50 ml vrele vode in nato skozi razdelilnike pet minut spuščajte dušik. Tako dobljeno vodo zmešajte z vodo iz čaše. Postopek enkrat ponovite, da bi zagotovili čistost razdelilnikov.

5.4 *Merjenje karbonatov, ki izvirajo iz organskih snovi*

Vsebini čaše dodajte pet kapljic fenolftaleina (3.8). Raztopina se obarva rdeče. Po kapljicah dodajte solno kislino (3.5), dokler ne zgine rožnata barva. Raztopino v čaši dobro premešajte, da bi preverili, ali se znova pojavi rožnata barva. Dodajte pet kapljic bromofenolno modre in titrirajte s solno kislino, dokler raztopina ne postane rumena. Dodajte še 10 ml solne kisline.

Raztopino segrejte do vrelišča in jo potem segrevajte največ eno minuto. Pozorno preverite, ali je v tekočini ostalo še kaj oborine.

Pustite, da se ohladi, in spet titrirajte z raztopino natrijevega hidroksida (3.6).

6. **Slepi preskus**

Slepi preskus opravite po enakem postopku in ob uporabi enake količine vseh reagentov.

7. **Izražanje rezultatov**

Vsebnost gorljivih sestavin (C), izraženih kot ogljik, se kot masni odstotek vzorca zračuna po formuli:

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

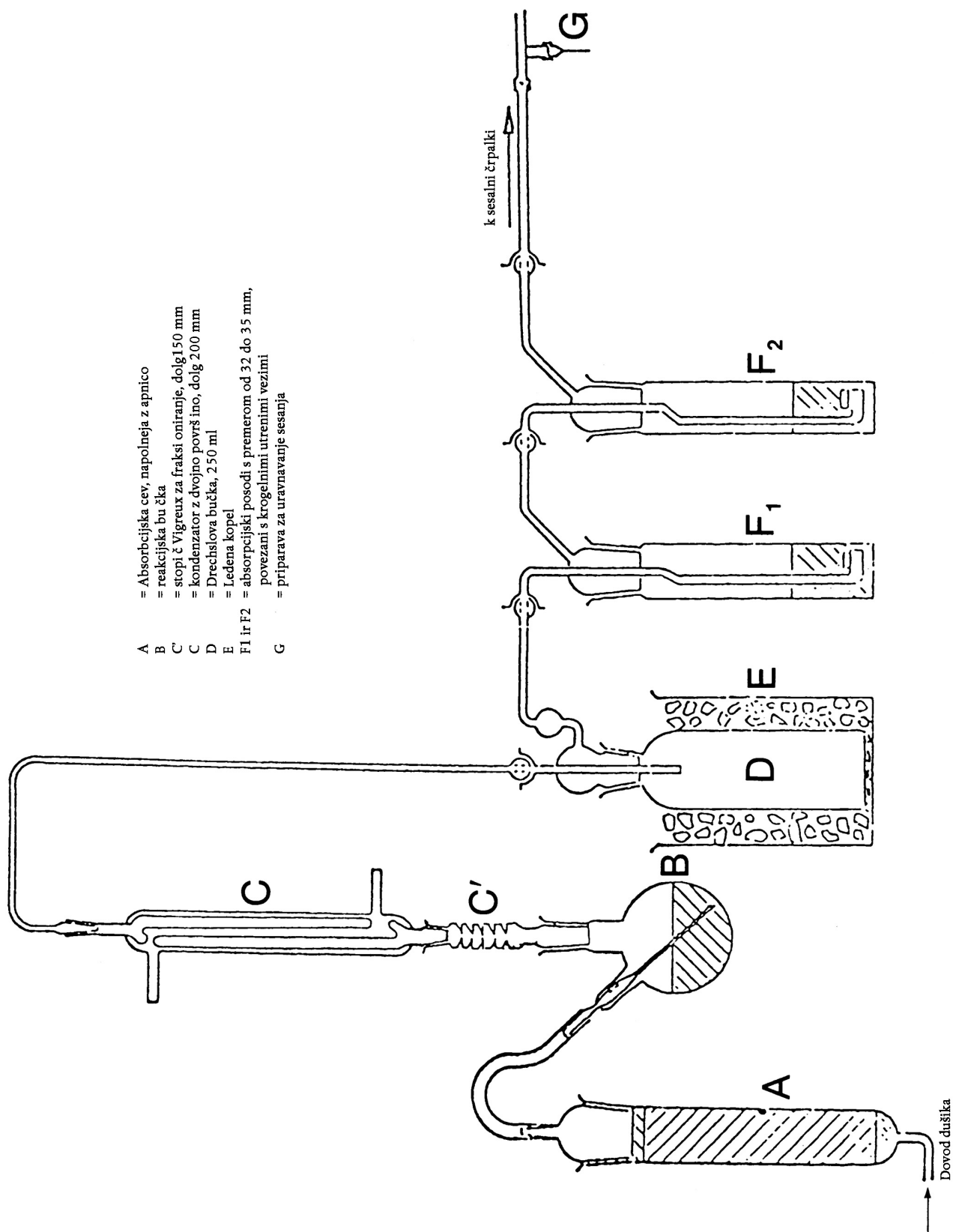
pri čemer je:

E = masa preskusnega deleža, v gramih;

V₁ = celotni volumen 0,1 M solne kisline, dodane po spremembi barve fenolftaleina, v ml;

V₂ = volumen 0,1 M raztopine natrijevega hidroksida, uporabljene med retitracijo, v ml.

⁽¹⁾ Reakcijski čas ene ure in pol zadostuje pri večini organskih spojin v navzočnosti katalizatorja srebrovega nitrata.



METODA 4. DOLOČANJE VREDNOSTI pH

1. Namen in področje uporabe

V tem dokumentu je opredeljen postopek merjenja vrednosti pH raztopine enojnega gnojila iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. Princip

Merjenje vrednosti pH raztopine amonijevega nitrata s pH-metrom.

3. Reagenti

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida.

3.1 Pufrska raztopina, pH 6,88 pri 20 °C

V približno 400 ml vode raztopite $3,40 \pm 0,01$ grama kalijevega dihidrogen ortofosfata (KH_2PO_4). Nato v približno 400 ml vode raztopite $3,55 \pm 0,01$ grama dinatrijevega hidrogen ortofosfata (Na_2HPO_4). Obe raztopini kvantitativno prenesite v 1 000-mililitrsko merilno bučko, dopolnite do oznake z vodo in premešajte. To raztopino shranite v posodi, ki ne prepušča zraka.

3.2 Pufrska raztopina, pH 4,00 pri 20 °C

V vodi raztopite $10,21 \pm 0,01$ grama kalijevega hidrogen ftalata ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$), kvantitativno prenesite v 1 000-mililitrsko merilno bučko, dopolnite do oznake z vodo in premešajte.

Raztopino shranite v posodi, ki ne prepušča zraka.

3.3 Lahko se uporabijo komercialno dostopne standardne raztopine pH.**4. Aparatura**

pH-meter, opremljen s stekleno in kalomelno elektrodo ali njunimi ekvivalenti, z občutljivostjo 0,05 enote pH.

5. Postopek**5.1 Umerjanje pH-metra.**

Umerite pH-meter (4) pri temperaturi $20 (\pm 1) ^\circ\text{C}$ s pufersko raztopino (3.1), (3.2) ali (3.3). Čez površino raztopine usmerite počasen tok dušika in ga tu vzdržujte med celotnim preskusom.

5.2 Določanje

Na $10 (\pm 0,01)$ gramov vzorca, ki je v 250-mililitrski čaši, vlijte 100,0 ml vode. Netopne snovi odstranite s filtriranjem, odlitjem ali centrifugiranjem tekočine. Vrednost pH bistre raztopine izmerite pri temperaturi $20 (\pm 1) ^\circ\text{C}$ v skladu s postopkom, uporabljenim za umerjanje metra.

6. Izražanje rezultatov

Rezultate izrazite v enotah pH na 0,1 enote natančno in navedite tudi temperaturo merjenja.

METODA 5. DOLOČANJE VELIKOSTI DELCEV

1. Namen in področje uporabe

V tem dokumentu je opredeljen postopek preskusnega sejanja enojnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. Princip

Preskusni vzorec se preseje skozi tri sita, ročno ali z mehanskimi sredstvi. Masa, ki ostane na posameznem situ, se zapiše in izračuna odstotek snovi, ki prehaja skozi zahtevana sita.

3. Aparature

3.1 Preskusna sita iz pletene žice s premerom 200 mm in odprtiniami 2,0 mm, 1,0 mm in 0,5 mm standardnih obsegov. En pokrov in ena sprejemna posoda za ta sita.

3.2 Tehtnica, z natančnostjo 0,01 g.

3.3 Mehanski stresalnik sit (če je na voljo) z možnostjo stresanja vzorcev v navpični in tudi vodoravni smeri.

4. Postopek

4.1 Vzorec se razdeli na približno 100-gramske deleže.

4.2 Enega izmed teh deležev stehtajte na 0,1 grama natančno.

4.3 Sita razvrstite v naraščajočem zaporedju, sprejemnik 0,5 mm, 1 mm, 2 mm, stehtan preskusni delež pa postavite na vrhnje sito. Pokrov namestite na vrh sit.

4.4 Pretresite ročno ali s pripravo v navpični in vodoravni smeri, in če stresate ročno, občasno narahlo potrepljajte. Ta postopek nadaljujte 10 minut ali dokler količina, ki gre skozi vsako sito v eni minuti, ni manjša od 0,1 grama.

4.5 Odstranite serijo sit, zberite zadržano snov in po potrebi z mehko ščetko nežno očistite spodnjo stran sita.

4.6 Snov, ki se zadrži na vsakem situ, in tisto, ki se zbere v sprejemni posodi, stehtajte na 0,1 grama natančno.

5. Ovrednotenje rezultatov

5.1 Mase frakcij spremenite v odstotke skupne mase posameznih frakcij (ne prvotnega vzorca).

Izračunajte odstotek v sprejemni posodi (tj. < 0,5 mm): A %

Izračunajte odstotek, ohranjen na 0,5-milimetrskem situ: B %

Izračunajte odstotek, ki gre skozi 1,0 mm, tj. (A + B) %

Vsota mas frakcij mora biti znotraj 2 % začetne mase.

5.2 Treba je opraviti vsaj dve ločeni analizi, posamezni rezultati za A pa se ne bi smeli razlikovati za več kakor 1,0 % absolutno in za B ne več kakor 1,5 % absolutno. Če ni tako, ponovite preskus.

6. Izražanje rezultatov

Navedite povprečno vrednost dveh vrednosti, dobljenih za A na eni strani in za A + B na drugi.

METODA 6. DOLOČANJE VSEBNOSTI KLORA (KOT KLORIDNEGA IONA)

1. Namen in področje uporabe

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja vsebnosti klora (kot kloridnega iona) v enojnih gnojilih iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. Princip

Kloridni ioni, raztopljeni v vodi, se določijo s potenciometrično titracijo s srebrovim nitratom v kislem mediju.

3. Reagenti

Destilirana ali demineralizirana voda brez kloridnih ionov.

3.1 Aceton AR.

3.2 Koncentrirana dušikova kislina (gostota pri 20 °C = 1,40 g/ml)

3.3 0,1 M standardna raztopina srebrovega nitrata. To raztopino shranite v steklenici iz rjavega stekla.

3.4 0,004 M standardna raztopina srebrovega nitrata – to raztopino pripravite pred uporabo.

3.5 0,1 M standardna referenčna raztopina kalijevega klorida. 3,7276 grama kalijevega klorida analitske čistote, ki ste ga predhodno sušili eno uro v pečici pri 130 °C in nato ohladili v eksikatorju na sobno temperaturo, stehtajte na 0,1 mg natančno. Raztopite v malo vode, raztopino kvantitativno prenesite v 500-mililitrsko standardno bučko, razredčite do oznake in premešajte.

3.6 Kalijev klorid, 0,004 M standardna referenčna raztopina – to raztopino pripravite tik pred uporabo.

4. Aparature

4.1 Potenciometer s srebrvo merilno elektrodo in kalomelno referenčno elektrodo, z občutljivostjo 2 mV, in območjem merjenja od -500 do + 500 mV.

4.2 Most, ki vsebuje nasičeno raztopino kalijevega nitrata in je povezan s kalomelno elektrodo (4.1) in na obeh koncih opremljen z luknjičastimi zamaški.

Opomba: Ta most ni potreben, če se uporabijo elektrode iz srebra in živosrebrovega (1) sulfata.

4.3 Magnetni mešalec z mešalno paličico, prevlečeno s teflonom.

4.4 Mikrobireta z ozkim koničastim vrhom in 0,01-mililitrskimi razdelki.

5. Postopek

5.1 *Standardizacija raztopine srebrovega nitrata*

V dve nizki čaši ustrezne kapacitete (na primer 250 ml) pipetirajte 5,00 ml in 10,00 ml standardne referenčne raztopine kalijevega klorida (3.6). Vsebinsko vsake izmed omenjenih čaš titrirajte po naslednjem postopku.

Dodajte 5 ml raztopine dušikove kisline (3.2), 120 ml acetona (3.1) in toliko vode, da celotno prostornino povečate na 150 ml. Mešalno palico magnetnega mešalca (4.3) postavite v čašo in vključite mešalec. Srebrno elektrodo (4.1) in prosti konec mostu (4.2) postavite v raztopino. Elektrode povežite s potenciometrom (4.1) in po preverjanju ničlišča aparature zapišite vrednost začetnega potenciala.

Titrirajte z mikrobireto (4.4) tako, da najprej dodate 4 ali 9 ml raztopine srebrovega nitrata, ki ustreza uporabljeni standardni referenčni raztopini kalijevega klorida. Nadaljujte dodajanje po 0,1 ml 0,004 M raztopine in po 0,05 ml 0,1 M raztopine. Po vsakem dodajanju počakajte na stabilizacijo potenciala.

Dodane prostornine in ustrezne vrednosti potenciala zapišite v prva dva stolpca tabele.

V tretji stolpec tabele zapišite zaporedne prirastke (ΔE) potenciala E. V četrti stolpec zapišite razlike ($\Delta_2 E$), pozitivne ali negativne, med prirastki potencialov (ΔE). Konec titracije ustreza dodatku 0,1- ali 0,05-mililitrskega deleža (V_1) raztopine srebrovega nitrata, ki daje najvišjo vrednost $\Delta_1 E$.

Za natančen izračun prostornin (V_{eq}) raztopine srebrovega nitrata, ki ustreza koncu reakcije, uporabite formulo:

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

pri čemer je:

V_0 skupna prostornina raztopine srebrovega nitrata, ki je takoj pred prostornino, ki da največji prirastek $\Delta_1 E$, v ml;

V_1 prostornina zadnjega deleža dodane raztopine srebrovega nitrata (0,1 ali 0,05 ml), v ml;

b zadnja pozitivna vrednost Δ_2E ;

B vsota absolutnih vrednosti zadnje pozitivne vrednosti Δ_2E in prve negativne vrednosti Δ_2E (glej zgled v tabeli 1).

5.2 Slepí preskus

Opravite slepi preskus in ga upoštevajte pri računanju končnega rezultata.

Rezultat V_4 slepega preskusa na reagentih je izražen s formulo, v ml:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

pri čemer je:

V_2 natančna vrednost prostornine (V_{eq}) raztopine srebrovega nitrata, ki ustreza titraciji 10 ml uporabljene standardne raztopine kalijevega klorida, v ml;

V_3 natančna vrednost prostornine (V_{eq}) raztopine srebrovega nitrata, ki ustreza 5 ml standardne referenčne raztopine kalijevega klorida, v ml.

5.3 Test preverjanja

S slepim preskusom je mogoče obenem preveriti, ali aparatura deluje zadovoljivo in ali je bil preskusni postopek pravilno opravljen.

5.4 Določanje

Na 0,01 grama natančno odtehtajte delež vzorca v razponu od 10 do 20 gramov. Kvantitativno ga prenesite v 250-mililitrsko čašo. Dodajte 20 ml vode, 5 ml raztopine dušikove kisline (3.2), 120 ml acetona (3.1) in toliko vode, da celotno prostornino povečate na 150 ml.

Palico magnetnega mešalca (4.3) postavite v čašo, to pa na mešalec, ki ga nato vklopite. Srebrno elektrodo (4.1) in prosti konec mostu (4.2) potopite v raztopino, elektrode povežite s potenciometrom (4.1) in po preverjanju ničlišča aparature zapišite vrednost začetnega potenciala.

Titrirajte z raztopino srebrovega nitrata z dodajanjem po 0,1 ml z mikrobireto (4.4). Po vsakem dodajanju počakajte na stabilizacijo potenciala.

Titracijo nadaljujte, kakor je določeno v 5.1, začenši od četrtega odstavka: „Zapišite dodane prostornine in ustrezne vrednosti potenciala v prva dva stolpca tabele...“

6. Izražanje rezultatov

Rezultate analize izrazite kot odstotek klora v vzorcu, sprejetega za analizo.

Po formuli Izračunajte odstotek vsebnosti klora (Cl):

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

pri čemer je:

T molarlost uporabljene raztopine srebrovega nitrata;

V_4 rezultat slepega preskusa (5.2), v ml;

V_5 vrednost V_{eq} , ki ustreza določanju (5.4), v ml;

m masa preskusnega deleža, v gramih.

Tabela 1

PRIMER

Prostornina raztopine srebrovega nitrata V	Potencial E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	MV		
4,80	176	35	+37
4,90	211		
5,00	283	72	-49
5,10	306	23	-10
5,20	319	13	

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

METODA 7. DOLOČANJE KOLIČINE BAKRA

1. Namen in področje uporabe

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja vsebnosti bakra v enojnih gnojilih iz čistega amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika.

2. Princip

Vzorec se raztopi v razredčeni solni kislini, količina bakra pa se določi z atomsko absorpcijsko spektrometrijo.

3. Reagenti

- 3.1 Solna kislina (gostota pri 20 °C = 1,18 g/ml).
- 3.2 Solna kislina, 6 M raztopina.
- 3.3 Solna kislina, 0,5 M raztopina.
- 3.4 Amonijev nitrat.
- 3.5 Vodikov peroksid, 30-odstoten.
- 3.6 Raztopina bakra⁽¹⁾ (vnaprej pripravljena): na 0,001 grama natančno odtehtajte 1 gram čistega bakra, ga raztopite v 25 ml 6 M raztopini solne kisline (3.2), po delih dodajte 5 ml vodikovega peroksida (3.5) in z vodo razredčite na prostornino enega litra. 1 ml te raztopine vsebuje 1 000 µg bakra (Cu).
- 3.6.1 Raztopina bakra (razredčena): 10 ml vnaprej pripravljene raztopine (3.6) z vodo razredčite na 100 ml, nato pa 10 ml tako dobljene raztopine razredčite z vodo na 100 ml. 1 ml te končne raztopine vsebuje 10 µg bakra (Cu).

Raztopino pripravite tik pred uporabo.

4. Priprava

Atomski absorpcijski spektrometer z bakrovo žarnico (324,8 nm).

⁽¹⁾ Mogoče je uporabiti komercialno standardno raztopino bakra.

5. Postopek

5.1 Priprava raztopine za analizo

Na 0,001 grama natančno odtehtajte 25 gramov vzorca, ga prenesite v 400-mililitrsko čašo in previdno dodajte 20 ml solne kisline (3.1) (zaradi nastajanja ogljikovega dioksida se lahko pojavi burna reakcija). Po potrebi dodajte več solne kisline. Ko se konča burno vretje, pustite izhlapevati na parni kopeli do suhega in občasno premešajte s stekleno paličico. Dodajte 15 ml 6 M raztopine solne kisline (3.2) in 120 ml vode. Premešajte s stekleno paličico, ki jo morate pustiti v čaši, čašo pa pokrijte z urnim steklom. Raztopino rahlo segrevajte, dokler se raztapljanje ne konča, nato pa ohladite.

Raztopino sperite enkrat s 5 ml 6 M solne kisline (3.2) in dvakrat s 5 ml vrele vode ter kvantitativno prenesite v 250-mililitrsko merilno bučko. Do oznake dolijte 0,5 M solno kislino (3.3) in previdno premešajte.

Filtrirajte skozi filtrirni papir, ki ne vsebuje bakra, (1) pri čemer zavržite prvih 50 ml filtrata.

5.2 Slepa raztopina

Pripravite slepo raztopino, ki se od predhodne razlikuje le po odsotnosti vzorca, in jo uporabite pri izračunu končnih rezultatov.

5.3 Določanje količine

5.3.1 Priprava raztopine vzorca in slepe raztopine

Raztopino vzorca (5.1) in slepo preskusno raztopino (5.2) razredčite z 0,5 M raztopino solne kisline (3.3), tako da bo koncentracija bakra ustrezala optimalnemu merilnemu območju spektrometra. Običajno razredčevanje ni potrebno.

5.3.2 Priprava kalibracijskih raztopin

Z razredčevanjem standardne raztopine (3.6) z 0,5 M raztopino solne kisline (3.3) pripravite vsaj pet standardnih raztopin, ki ustrezajo optimalnemu merilnemu območju spektrometra (od 0 do 5,0 mg/lCu). Pred dopolnjevanjem prostornine do oznake dodajte vsaki raztopini amonijev nitrat (3.4), da bi dobili končno koncentracijo 100 mg na ml.

5.4 Merjenje

Spektrometer (4) nastavite na valovno dolžino 324,8 nm. Uporabite oksidirajoč plamen zraka-acetilen. V navedenem zaporedju po trikrat razpršujte kalibracijske raztopine (5.3.2), raztopino vzorca in slepo raztopino (5.3.1), aparaturo pa med vsakim razprševanjem dobro sperite z destilirano vodo. Umeritveno krivuljo narišite tako, da povprečne vrednosti absorbanca vsake uporabljene standardne raztopine nanese na ordinatno os, ustrezne koncentracije bakra v µg/ml pa na abscisno os.

Iz podatkov z umeritvene krivulje določite koncentracijo bakra v raztopini končnega vzorca in slepi raztopini.

6. Izražanje rezultatov

Vsebnost bakra v vzorcu Izračunajte ob upoštevanju mase preskusnega vzorca in razredčenj, opravljenih med analizo, in vrednosti slepe raztopine. Rezultate izrazite kot mg Cu/kg.

(1) Whatman 541 ali ekvivalent.

PRILOGA III

DOLOČANJE ODPORNOSTI PROTI EKSPLOZIJ

1. **Namen in področje uporabe**

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja odpornosti enojnih gnojil iz amonijevega nitrata z visoko vsebnostjo dušika proti eksploziji.

2. **Princip**

Preskusni vzorec se zapre v železno cev in izpostavi šoku ob eksploziji, ki ga povzroči eksplozivni spodbujevalni naboj. Širjenje eksplozije se določi po stopnji drobljenja svinčenih valjev, na katerih med preskusom vodoravno leži cev.

3. **Materiali**

3.1 Plastični eksploziv, ki vsebuje od 83 do 86 % pentrita

Gostota: od 1 500 do 1 600 kg/m³

Hitrost širjenja eksplozije: od 7 300 do 7 700 m/s

Teža: 500 ± 1 gram

3.2 Sedem delov upogljive zažigalne vrvice z nekovinskim varovalnim plaščem

Teža polnila: od 11 do 13 g/m

Dolžina posamezne vrvice: 400 ± 2 mm

3.3 Stisnjena kroglica sekundarnega eksploziva, izdolbena za nastavitev detonatorja

Eksploziv: heksogen/vosek 95/5, tertil ali podoben sekundarni eksploziv z dodanim grafitom ali brez njega

Gostota: od 1 500 do 1 600 kg/m³

Premer: od 19 do 21 mm

Višina: od 19 do 23 mm

V sredi postavljena vdolbina za sprejem detonatorja: premer od 7 do 7,3 mm, globina 12 mm

3.4 Brezšivna jeklena cev, kakor je določeno v ISO 65 – 1981 – Heavy

Serije z nominalnimi dimenzijami DN 100 (4")

Zunanji premer: od 113,1 do 115,0 mm

Debelina sten: od 5,0 do 6,5 mm

Dolžina: 1 005 (± 2) mm

3.5 Plošča na dnu

Material: jeklo, kakovost za varjenje

Dimenzije: 160 × 160 mm

Debelina: od 5 do 6 mm

3.6 Šest svinčenih valjev

Premer: 50 (± 1) mm

Višina: od 100 do 101 mm

Materiali: mehki svinec, vsaj 99,5-odstotne čistoče

3.7 Jeklena kocka

Dolžina: vsaj 1 000 mm

Širina: vsaj 150 mm

Višina: vsaj 150 mm

Teža: vsaj 300 kg, če za jekleno kocko ni trdne opore

3.8 Plastični ali kartonasti valj za spodbujevalni naboj

Debelina sten: od 1,5 do 2,5 mm

Premer: od 92 do 96 mm

Višina: od 64 do 67 mm

3.9 Detonator (električni ali neelektrični) z začetno silo od 8 do 10

3.10 Lesena plošča

Premer: od 92 do 96 mm. Premer naj ustreza notranjemu premeru plastičnega ali kartonastega valja (3.4).

Debelina: 20 mm

3.11 Lesena palica z enakimi dimenzijami kakor detonator (3.9)

3.12 Krojaške igle (največja dolžina 20 mm)

4. Postopek

4.1 Priprava spodbujevalnega naboja, ki se vstavi v jekleno cev

Za sproženje razstreliva v spodbujevalnem naboju obstajata dve metodi, izbira pa je odvisna od dostopnosti opreme.

4.1.1 Sočasno sproženje na sedmih točkah

Spodbujevalni naboj, pripravljen za uporabo, je prikazan na sliki 1.

4.1.1.1 V leseno ploščo (3.10) zvrtejate vzporedno z njeno osjo luknje, od katerih poteka prva skozi sredino, preostalih šest pa simetrično po obodu kroga s premerom 55 mm. Premer lukenj mora biti od 6 do 7 mm (glej razdelek A-B na sliki 1), odvisno od premera uporabljane zažigalne vrvice (3.2).

4.1.1.2 Odrežite sedem upogljivih zažigalnih vrvic (3.2) v dolžini 400 mm, pri čemer se zgubi razstreliva na koncu vrvice izognete s čistim rezom in zapečatenjem omenjenega konca z lepilom. Vsakega od sedmih delov potisnite skozi sedem lukenj v leseni plošči (3.10), dokler na drugi strani plošče ne izstopijo za nekaj centimetrov. Nato vstavite prečno v tekstilni varnostni ovoj vsake vrvice, od 5 do 6 mm od konca, majhno krojaško iglo (3.12), vrvice pa nato v 2 cm širokem traku od igle po vsej dolžini premažite z lepilom. Na koncu potegnite za daljše konce teh vrvic, dokler igle ne pridejo v stik z leseno ploščo.

4.1.1.3 Plastično razstrelivo (3.1) oblikujte v valj s premerom od 92 do 96 mm, odvisno od premera valja (3.8). Ta valj na položni površini postavite pokončno in nato vstavite oblikovano razstrelivo. Nato v vrh valja vstavite leseno ploščo, (1) ki nosi sedem kosov zažigalne vrvice, in ga potisnite navzdol na razstrelivo. Višino valja (od 64 do 67 mm) prilagodite tako, da vrhnji rob ne sega čez leseno ploščo. Nazadnje valj po celotnem robu pritrdite na leseno ploščo, na primer s sponkami ali žeblički.

4.1.1.4 Proste konce vseh sedmih kosov zažigalne vrvice zberite okoli oboda lesene palice (3.11), tako da bodo v višini ravnine, ki je pravokotna na palico. Okoli palice jih z lepilnim trakom oblikujte v snop (2).

4.1.2 Sredinska sprožitev s stisnjeno kroglico

Spodbujevalni naboj, pripravljen za uporabo, je prikazan na sliki 2.

4.1.2.1 Priprava stisnjene kroglice

Ob ustreznih varnostnih ukrepih vnesite 10 gramov sekundarnega razstreliva (3.3) v kalup z notranjim premerom od 19 do 21 mm in stisnite kroglico v ustrezno obliko in na ustrezno gostoto.

(Razmerje premera: višina bi moralo biti približno 1: 1.)

V sredini dna kalupa je klin, visok 12 mm in s premerom od 7,0 do 7,3 mm (odvisno od premera uporabljenega detonatorja), ki v stisnjem vložku ustvari valjasto vdolbino za poznejše vstavljanje detonatorja.

4.1.2.2 Priprava spodbujevalnega naboja

Plastično razstrelivo vnesite v valj (3.8), ki je na vodoravni površini postavljen navpično, in ga nato potisnite navzdol z lesenim rezilom, da bi dobilo razstrelivo valjasto obliko z vdolbino na sredini. Stisnjeno kroglico postavite v omenjeno vdolbinico. Valjasto oblikovano razstrelivo, ki vsebuje stisnjeno kroglico, prekrijte z leseno ploščo, ki ima v sredini luknjo premera od 7,0 do 7,3 mm, za vstavljanje detonatorja. Leseno ploščo in valj pritrdite skupaj s križem iz lepilnega traku. Z leseno palico poskrbite, da bosta luknja, zvrтана v ploščo, in vdolbina v stisnjeni kroglici vzporedni.

(1) Premer plošče mora vedno ustrezati notranjemu premeru valja.

(2) Opomba: Ko vseh šest kosov vrvice po sestavljanju nategnemo, mora vrstica v sredini ostati nekoliko ohlapna.

4.2 Priprava jeklenih cevi za preskuse eksplozivnosti

Na enem koncu jeklene cevi (3.4), 4 mm stran od roba, pod pravim kotom zvrtaite dve nasproti postavljeni luknji s premerom 4 mm.

Zavarite spodnjo ploščo (3.5) na nasprotni konec cevi tako, da popolnoma zapolnite pravi kot med spodnjo ploščo in steno cevi s kovino za varjenje po vsej dolžini oboda cevi.

4.3 Polnjenje in natovarjanje jeklene cevi

(Glej slike 1, 2 in 3)

4.3.1 Preskusni vzorec, jekleno cev in spodbujevalni naboj je treba naravnati na temperaturo $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$. Za dva preskusa eksplozivnosti potrebujete od 16 do 18 kg preskusnega vzorca.

4.3.2 Cev postavite pokončno, tako da kvadratna plošča dna leži na trdni vodoravni površini, priporočamo uporabo cementa. Cev napolnite približno do ene tretjine s preskusnim vzorcem in jo nato petkrat spustite z 10 cm navpično na tla, da bi se kroglice v cevi čim bolj stisnile. Za pospešitev stiskanja tresite cev tako, da jo med posameznimi spusti desetkrat udarite po stranski steni s 750- do 1 000-gramskim kladivom.

To metodo polnjenja ponovite s še enim delom preskusnega vzorca. Na koncu opravite še eno dodajanje tako, da po stiskanju cevi z desetkratnim dviganjem in spuščanjem in 20-kratnim udarjanjem s kladivom, naboj zapolnjuje tako cev do 70 mm stran od odprtine.

Polnilno višino vzorca je treba v jekleni cevi prilagoditi tako, da bo spodbujevalni naboj (4.1.1 ali 4.1.2), ki ga vstavite pozneje, v tesnem stiku z vzorcem na celotni površini.

4.3.3 Spodbujevalni naboj vstavite v cev tako, da bo v stiku z vzorcem; vrhnja površina lesene plošče mora biti 6 mm pod zgornjim robom cevi. Zagotovite tesen stik razstreliva s preskusnim vzorcem z dodatkom ali odstranitvijo majhne količine vzorca.

4.4 Nastavljanje jeklene cevi in svinčenih valjev

4.4.1 Oštevilčite osnovne ploskve svinčenih valjev (3.6) z 1 do 6. Na sredinski črti jeklene kocke (3.7) naredite šest oznak, ki so med seboj oddaljene po 150 mm in ležijo na vodoravni osnovni ploskvi tako, da je prva oznaka vsaj 75 mm od roba kocke. Na vsako od narejenih oznak postavite svinčeni valj tako, da je sredina osnovne ploskve vsakega takega valja postavljena natančno na oznako.

4.4.2 Jekleno cev, pripravljeno v skladu s 4.3, postavite vodoravno na svinčene valje tako, da nastavite os cevi vzporedno s sredinsko črto jeklene kocke, zavarjeni konec cevi pa se razteza še 50 mm za svinčnim valjem številka 6.

Opomba: Zagotovite, da je cev v stiku z vsemi šestimi svinčnimi valji; rahla ukrivitev jeklene cevi se lahko nadomesti z vrtenjem cevi okoli njene vzdolžne osi; če je katerikoli izmed svinčenih valjev previsok, omenjeni valj previdno potaplajte s kladivom na zahtevano višino.

4.5 Priprava za eksplozijo

4.5.1 Pripravo nastavite v skladu s 4.4. v zaklonišče ali ustrezno pripravljen podzemni prostor (tj. rudnik ali rov). Poskrbite, da ostane temperatura jeklene cevi pred samo eksplozijo $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$.

Opomba: Če taki prostori za razstreljevanje niso na voljo, lahko delo po potrebi opravite v jami, obdani z betonom in prekriti z lesenimi tramovi. Eksplozija lahko raztroši delce z visoko kinetično energijo, zaradi česar je treba razstreljevanje opraviti na ustrezni razdalji od bivališč ali ulic.

4.5.2 Če uporabljate spodbujevalni naboj s sproženjem na sedmih točkah, poskrbite, da so zažigalne vrvice nastavljene, kakor je opisano v opombi k 4.1.1.4, in razvrščene čim bolj vodoravno.

4.5.3 Na koncu odstranite leseno palico in jo nadomestite z detonatorjem. Same razstrelitve ne opravite, dokler vsi ne zapustijo nevarnega območja in se preskusno osebe ne umakne v zaklonišče.

4.5.4 Razstrelite razstrelivo.

4.6 Počakajte dovolj dolgo, da se dim (plin in včasih strupeni produkti razpadanja, kakor so na primer dušikovi plini) razprši, nato zberite svinčene valje in izmerite njihovo višino s šestilom vernier.

Za vsakega izmed označenih valjev si zapišite stopnjo drobljenja, izraženo kot odstotek začetne višine 100 mm. Če so valji zdrobljeni v prečni smeri, si zapišite najvišjo in najnižjo vrednost in nato Izračunajte povprečje.

- 4.7 Lahko uporabite tudi sondo za stalno merjenje hitrosti eksplozije; sondo morate vstaviti vzdolž osi cevi ali vzdolž stranske stene omenjene cevi.
- 4.8 Opraviti morate dva detonacijska preskusa na vzorec.

5. **Poročilo o preskusu**

Vrednosti za naslednje spremenljivke morajo biti navedene v poročilu o preskusu za vsak detonacijski preskus:

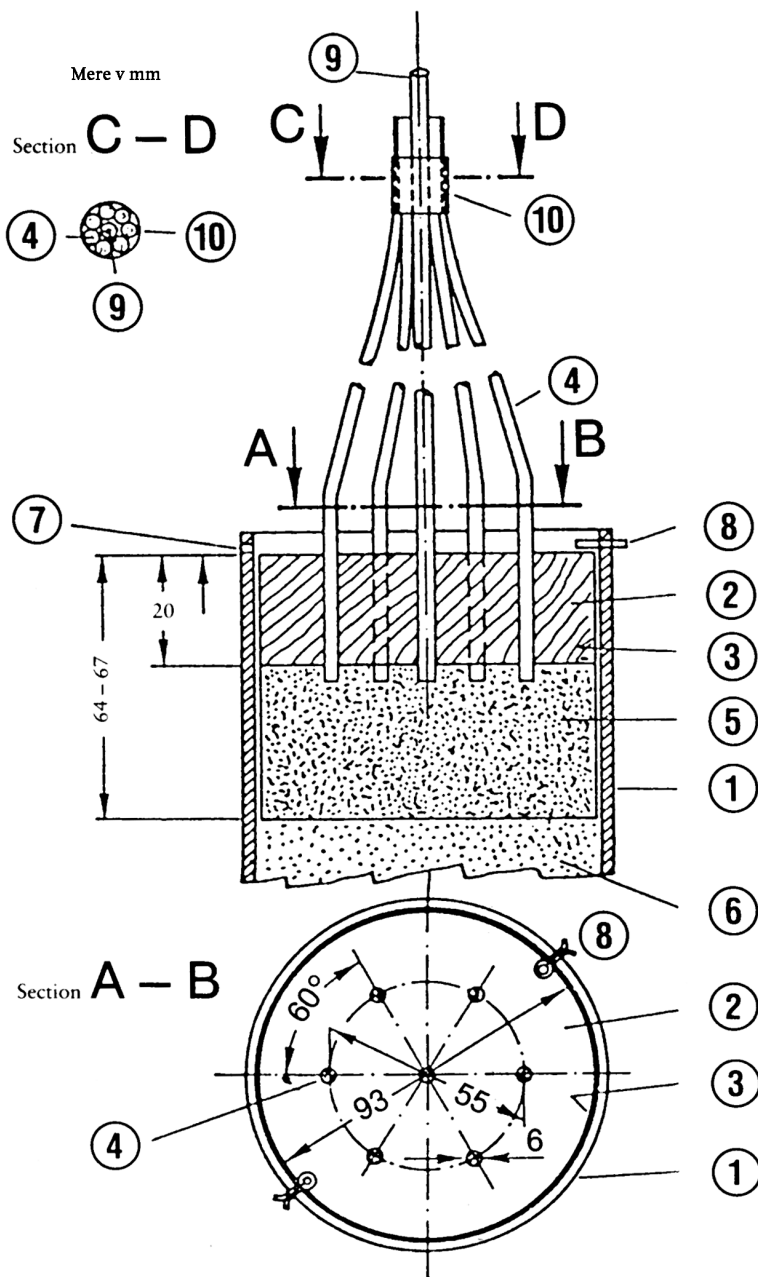
- vrednosti, izmerjene za zunanji premer jeklene cevi in debelino stene,
- Brinellova trdnost jeklene cevi,
- temperatura cevi in vzorca tik pred razstrelitvijo,
- gostota polnjenja (kg/m^3) vzorca in jeklene cevi,
- višina vsakega svinčenega valja po razstrelitvi, skupaj s številko valja,
- uporabljena metoda sprožitve spodbujevalnega naboja.

5.1 *Ovrednotenje rezultatov preskusa*

Če je pri vsaki razstrelitvi drobljenje vsaj enega svinčenega valja manjše od 5 %, se preskus šteje za dokončnega, vzorec pa v skladu z zahtevami iz Priloge II k Direktivi 80/876/EGS.

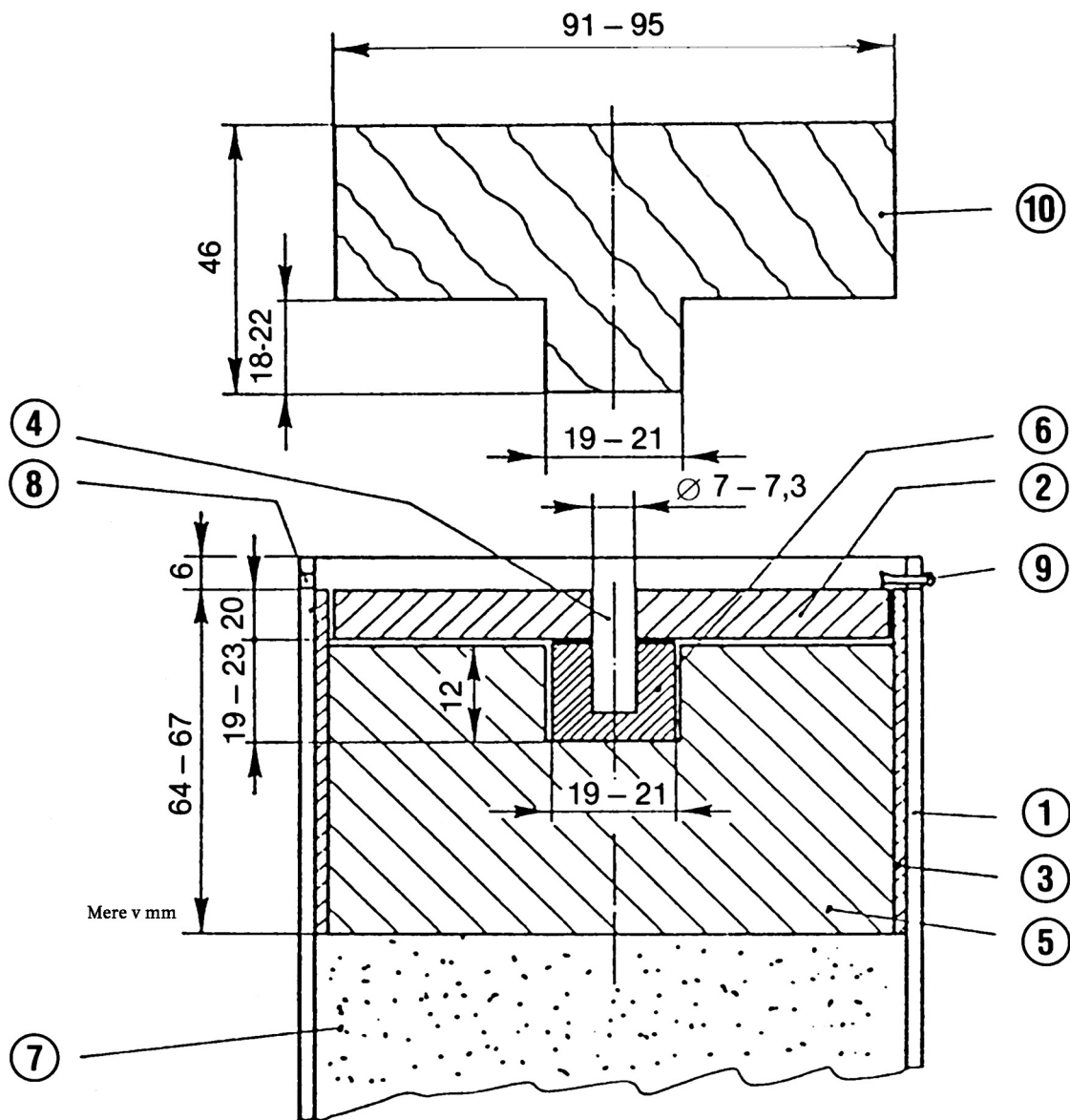
Slika 1

Spodbujevalni naboj s sproženjem na sedmih točkah



Slika 2

Spodbujevalni naboj s sredinskim sproženjem



- | | |
|--------------------------------|--|
| ① jeklena cev | ⑥ stisnjena kroglica |
| ② lesena plošča | ⑦ preskusni vzorec |
| ③ plastični ali kartonski valj | ⑧ luknja s premerom 4 mm, zvrtna za sprejem razcepljenega zatiča ⑨ |
| ④ lesena palica | ⑨ razcepljeni zatič |
| ⑤ plastično razstrelivo | ⑩ leseno rezilo za ⑤ |

