

31987L0094

7.2.1987

DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH

L 38/1

DYREKTYWA KOMISJI**z dnia 8 grudnia 1986 r.****w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do procedur kontroli charakterystyk, granic i odporności na detonację prostych nawozów sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu**

(87/94/EWG)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Europejską Wspólnotę Gospodarczą,

uwzględniając dyrektywę Rady 80/876/EWG z dnia 15 lipca 1980 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do prostych amonowych nawozów azotanowych o wysokiej zawartości azotu ⁽¹⁾, w szczególności jej art. 8,uwzględniając dyrektywę Rady 76/116/EWG z dnia 18 grudnia 1975 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do nawozów ⁽²⁾, w szczególności jej art. 9 ust. 2,

a także mając na uwadze, co następuje:

dyrektywa 80/876/EWG ustanawia charakterystyki, granice i odporność na detonację nawozów sztucznych o których mowa; art. 8 niniejszej dyrektywy stanowi, że metody kontrolowania, analizy i testowania zostaną ustanowione zgodnie z procedurą przewidzianą w art. 11 dyrektywy 76/116/EWG;

dyrektywa 76/116/EWG ustanawia urzędowe kontrole nawozów wspólnotowych w celu sprawdzenia zgodności z wymaganiami wynikającymi z przepisów wspólnotowych dotyczących jakości i składu nawozów sztucznych;

wydaje się konieczne, uwzględniając specyficzny charakter prostych nawozów sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu oraz wymogi dotyczące bezpieczeństwa publicznego, zdrowia i ochrony pracowników, ustanowienie dodatkowych przepisów związanych z tymi nawozami sztucznymi;

w przypadku prostych nawozów sztucznych amonowych pobieranie próbek i analizy do oficjalnej kontroli nawozów sztucznych we Wspólnocie przeprowadzane jest zgodnie z metodami określonymi w dyrektywie Komisji 77/535/EWG ⁽³⁾, zmienionej dyrektywą 79/138/EWG ⁽⁴⁾;

zgodnie z tą samą procedurą liczba cykli termicznych, którym poddawana jest próbka, zanim zostanie przetestowana pod kątem oporności na detonację, określona jest w załączniku II do dyrektywy 80/876/EWG, a wartość graniczna dla metali ciężkich jest określona w załączniku I do tej samej dyrektywy;

opisana metoda zamkniętych cykli termicznych polega na odpowiednim symulowaniu warunków, jakie bierze się pod uwagę w zakresie zastosowania dyrektywy 80/876/EWG; uwzględniając jednak, iż metoda ta może nie być skuteczna w symulowaniu wszystkich wymaganych warunków podczas wodnego transportu luzem;

środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Komitetu ds. Dostosowania do Postępu Technicznego Dyrektyw w Celu Usuwania Barrier Technicznych w Handlu Nawozami Sztucznymi,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

1. Państwa Członkowskie podejmą konieczne kroki w celu zapewnienia, iż metody kontrolowania, analizy i testowania do celów urzędowych kontroli zawartości prostych nawozów sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu ustanowione w dyrektywie 80/876/EWG przeprowadzane są zgodnie z metodami opisanymi w załącznikach II oraz III do niniejszej dyrektywy.

⁽¹⁾ Dz.U. L 250 z 23.9.1980, str. 7.⁽²⁾ Dz.U. L 24 z 30.1.1976, str. 21.⁽³⁾ Dz.U. L 213 z 22.8.1977, str. 1.⁽⁴⁾ Dz.U. L 39 z 14.2.1979, str. 3.

2. Załącznik I ustala:

Artykuł 3

- dopuszczalną zawartość metali ciężkich,
- wymaganą liczbę cykli termicznych stosowanych do próbek poddawanych testowi detonacyjnemu.

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Artykuł 2

Sporządzono w Brukseli, dnia 8 grudnia 1986 r.

1. Państwa Członkowskie podejmują środki niezbędne w celu wykonania niniejszej dyrektywy najpóźniej do dnia 31 grudnia 1987 r. i niezwłocznie powiadomią o tym Komisję.

2. Państwa Członkowskie prześlą Komisji teksty podstawowych przepisów prawa krajowego, przyjętych w dziedzinach objętych niniejszą dyrektywą.

W imieniu Komisji

COCKFIELD

Wiceprzewodniczący

ZAŁĄCZNIK I

1. Granice zawartości metali ciężkich zgodnie z pkt 6 załącznika I do dyrektywy Rady 80/876/EWG.

- 1.1. Zawartość miedzi nie może być większa niż 10 mg/kg.
- 1.2. Dla innych metali ciężkich granice zawartości nie są określone.

2. Liczba cykliów termicznych zgodnie z załącznikiem II do dyrektywy Rady 80/876/EWG.

Liczba stosowanych cykliów termicznych wynosi pięć.

ZAŁĄCZNIK II

METODY SPRAWDZANIA ZGODNOŚCI Z GRANICAMI OKREŚLONYMI W ZAŁĄCZNIKACH I ORAZ II DO DYREKTYWY RADY 80/876/EWG

METODA 1. METODY ZASTOSOWANIA CYKLÓW TERMICZNYCH

1. Zakres i dziedzina zastosowania

Niniejszy dokument określa procedury w celu zastosowania cykli termicznych przed przystąpieniem do testu na retencję oleju i testu detonacyjnego w prostych nawozach sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu.

2. Cykle termiczne określone w załączniku I do dyrektywy 80/876/EWG**2.1. Zakres zastosowania**

Niniejsza procedura dotyczy zastosowania cykli termicznych przed oznaczeniem retencji oleju w nawozie sztucznym.

2.2. Zasada i definicja

W kolbie Erlenmeyera podgrzać próbkę od temperatury otoczenia do temperatury 50 °C i utrzymywać w tej temperaturze przez dwie godziny (faza w temperaturze 50 °C). Następnie chłodzić próbkę aż do otrzymania temperatury 25 °C i utrzymywać w takiej temperaturze przez dwie godziny (faza w temperaturze 25 °C).

Połączenie dwu następujących po sobie faz w temperaturze 50 °C i 25 °C tworzy jeden cykl termiczny.

Po poddaniu próbki dwóm cyklom termicznym próbka jest utrzymywana w temperaturze 20 (± 3) °C w celu oznaczenia retencji oleju.

2.3. Aparatura

Normalna aparatura laboratoryjna, w szczególności:

- łaźnie wodne termostатовane odpowiednio 25 (± 1) i 50 (± 1) °C,
- kolby Erlenmeyera o pojemności 150 ml każda.

2.4. Procedura

Umieścić każdą próbkę testową o masie 70 (± 5) gramów w kolbach Erlenmeyera, które następnie należy uszczelnić przy pomocy korka.

Przenosić kolby co dwie godziny z łaźni o temperaturze 50 °C do łaźni o temperaturze 25 °C i na odwrót.

Utrzymywać stałą temperaturę wody w łaźniach i utrzymywać ją w ruchu poprzez gwałtowne mieszanie, tak aby poziom wody utrzymywał się powyżej poziomu próbki. Chronić korek przed kondensacją przy pomocy pokrywki z gumy piankowej.

3. Cykle termiczne do zastosowania w załączniku II do dyrektywy Rady 80/876/EWG**3.1. Zakres zastosowania**

Niniejsza procedura dotyczy zastosowania cykli termicznych przed przeprowadzeniem testu detonacyjnego.

3.2. Zasada i definicja

W naczyniu wodoszczelnym podgrzać próbkę od temperatury otoczenia do 50 °C i utrzymywać w tej temperaturze przez okres jednej godziny (faza w temperaturze 50 °C). Następnie schłodzić próbkę, aż do osiągnięcia temperatury 25 °C i utrzymywać w tej temperaturze przez godzinę (faza w temperaturze 25 °C). Połączenie dwu następujących po sobie faz w temperaturze 50 °C i 25 °C tworzy jeden cykl termiczny. Po poddaniu próbki testowanej wymaganej liczbie cykli termicznych próbka przechowywana jest w temperaturze 20 °C (± 3) °C do czasu przeprowadzenia testu detonacyjnego.

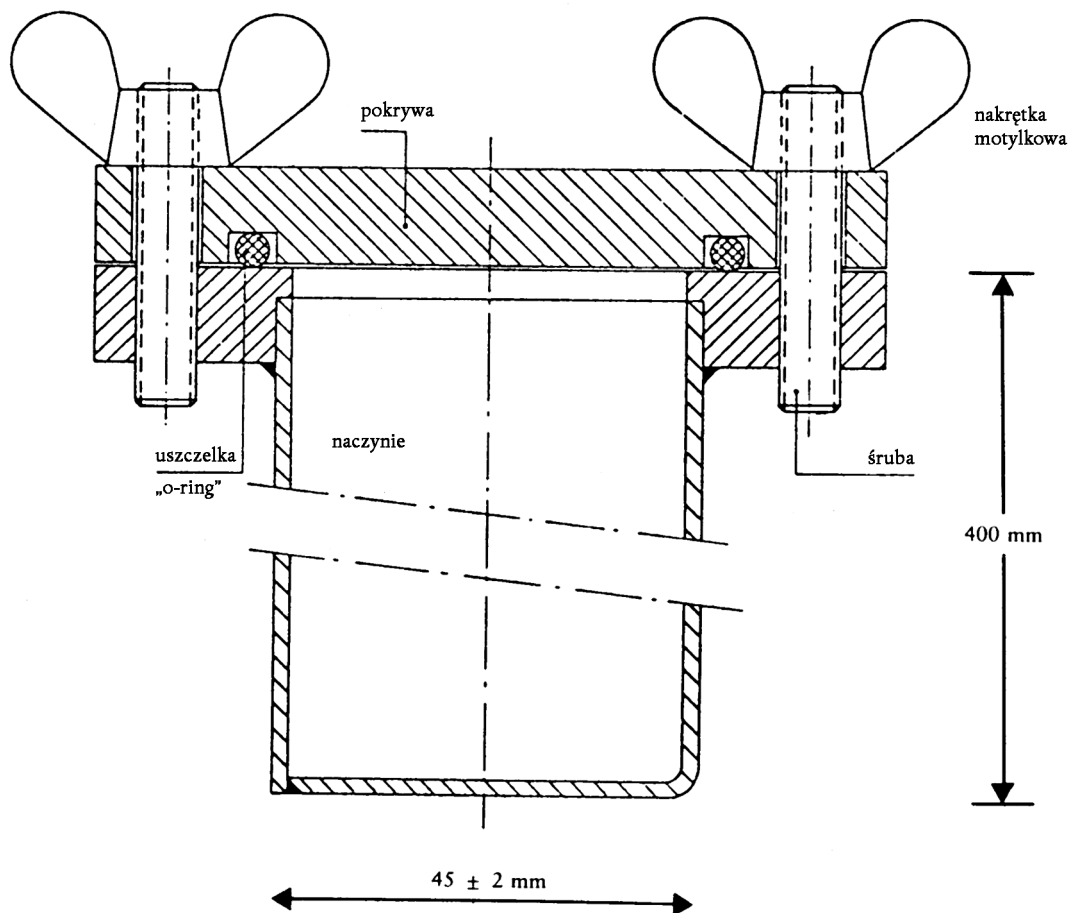
3.3. Aparatura

- łaźnia wodna o stałej temperaturze wahającej się między 20–51 °C o minimalnej szybkości podgrzewania i chłodzenia 10 °C/h, lub dwie łaźnie wodne, jedna o stałej temperaturze 20 °C, druga 51 °C. Woda w łaźni(-ach) jest bez przerwy mieszana; objętość łaźni ma być na tyle duża, by zapewnić wystarczającą cyrkulację wody.

- nierdzewne stalowe naczynie, wodoszczelne ze wszystkich stron i wyposażone w termoogniwo w środku. Zewnętrzna szerokość naczynia wynosi $45 (\pm 2)$ mm, grubość ścianki wynosi 1,5 mm (patrz rysunek 1); wysokość i długość naczynia może być dopasowana do wymiarów łaźni wodnej, np. długość 600 mm, wysokość 400 mm.

3.4. Procedura

Umieścić określoną ilość nawozu sztucznego wystarczającą do przeprowadzenia jednej detonacji w naczyniu i zamknąć pokrywę. Umieścić naczynie w łaźni wodnej. Podgrzać wodę do temperatury 51 °C i zmierzyć temperaturę wewnątrz nawozu sztucznego. Godzinę po osiągnięciu przez wnętrze nawozu sztucznego temperatury 51 °C schłodzić wodę. Godzinę po osiągnięciu przez wnętrze nawozu sztucznego temperatury 25 °C podgrzać wodę, by rozpocząć drugi cykl. W przypadku dwóch łaźni wodnych, przenieść naczynie do drugiej łaźni po każdym cyklu podgrzewania/chłodzenia.



Rysunek 1

METODA 2. OZNACZANIE RETENCJI OLEJU

1. Zakres i dziedzina zastosowania

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania retencji oleju w prostych nawozach amonowych o wysokiej zawartości azotu.

Niniejsza metoda jest odpowiednia zarówno dla bryłowych, jak i dla ziarnistych nawozów, które nie zawierają materiałów rozpuszczalnych w oleju.

2. Definicja

Retencja oleju w nawozie sztucznym – ilość oleju, zostawiona przez nawóz, ustalona w określonych warunkach pracy i wyrażona jako procent masy.

3. Zasada

Całkowite zanurzenie próbki testowej w oleju gazowym na określony czas, następnie odsączanie nadwyżki oleju w specjalnych warunkach. Pomiary wzrostu masy próbki testowej.

4. Odczynnik

Olej gazowy

Współczynnik lepkości oleju gazowego max: 5 mPas w temperaturze 40 °C

gęstość: 0,8–0,85 g/ml w temperaturze 20 °C

zawartość siarki: $\leq 1,0$ % (m/m)

popiół: $\leq 0,1$ % (m/m)

5. Aparatura

Zwykła aparatura laboratoryjna, jak również:

5.1. Waga, przystosowana do ważenia z dokładnością do 0,01 grama.

5.2. Zlewki o pojemności 500 ml.

5.3. Lejek z masy plastycznej, preferowany lejek z cylindryczną ścianką w górnej części, średnica maksymalnie 200 mm.

5.4. Sito testowe o otworach wielkości 0,5 mm, odpowiednie do lejka (ppkt 5.3).

Uwaga: rozmiar lejka i sita ma być taki, by tylko kilka granulek mogło leżeć jedna na drugiej, a olej miał możliwość swobodnego odsączania.

5.5. Papier filtrujący o wysokim stopniu filtracji, krep, miękki, masa 150 g/m².

5.6. Tkanina absorpcyjna (jakość laboratoryjna).

6. Procedura

6.0. Dwa poszczególne oznaczenia przeprowadzane są na oddzielnych porcjach tej samej próbki testowej w niewielkich odstępach czasowych.

6.1. Usunąć cząstki mniejsze niż 0,5 mm przy użyciu sita testowego (ppkt 5.4). Umieścić w zlewce 50 gramów próbki, odważonych z dokładnością do 0,1 grama (ppkt 5.2). Dodać odpowiedni olej gazowy (pkt 4), tak aby całkowicie pokrył bryłki i dokładnie zamieszać, by powierzchnia wszystkich bryłek była całkowicie zamoczona. Przykryć zlewkę szkłem zegarkowym i pozostawić na godzinę w temperaturze 25 ($\pm$ 2) °C.

6.2. Przefiltrować całą zawartość zlewki przez lejek (ppkt 5.3) z zainstalowanym sitem (ppkt 5.4). To, co osadziło się na sicie, pozostawić na godzinę, tak by odsączył się nadmiar oleju.

6.3. Na gładkiej powierzchni umieścić dwa arkusze papieru filtrującego (ppkt 5.5) (około 500 × 500 mm) jeden na drugim; zawinąć cztery krawędzie obydwóch arkuszy papieru filtrującego ku górze na szerokość około 40 mm, by zabezpieczyć bryłki przed wytaczaniem się. Umieścić dwie warstwy tkaniny absorpcyjnej (ppkt 5.6) między arkuszami papieru filtrującego. Przesypać całą zawartość sita (ppkt 5.4) na tkaninę absorpcyjną i równo rozmieścić bryłki przy pomocy miękkiego płaskiego pędzla. Po upływie dwóch minut podnieść jedną stronę tkaniny, by przemieścić bryłki na papier filtrujący poniżej i równo je na nim rozmieścić przy pomocy pędzla. Położyć na próbce jeszcze jeden papier filtrujący, z krawędziami podobnie odgiętymi ku górze i przetoczyć bryłki między arkuszami papieru filtrującego ruchami okrężnymi, wywierając niewielki nacisk. Zatrzymać się po każdym ósmym ruchu okrężnym, by podnieść przeciwne krawędzie papierów filtrujących, a następnie sprowadzić do środka bryłki, które przetoczyły się na krawędzie. Trzymać się następującej procedury: wykonać cztery kompletne ruchy okrężne, najpierw w kierunku wskazówek zegara, a następnie w przeciwnym. Przetoczyć bryłki do środka, jak opisano powyżej. Powtórzyć procedurę trzykrotnie (24 ruchy okrężne, krawędzie podnoszone dwukrotnie). Ostrożnie umieścić nowy papier filtrujący między arkuszem na dnie i tym, który znajduje się na nim i pozwolić bryłkom przetoczyć się na nowy arkusz papieru, podnosząc krawędzie górnego arkusza. Przykryć bryłki nowym arkuszem papieru filtrującego i powtórzyć tę samą procedurę, jak opisano powyżej. Zaraz po przetoczeniu bryłek umieścić je w wytarowanej miseczce i ponownie zważyć z dokładnością do 0,01 grama celem oznaczenia masy oleju gazowego, który pozostał.

6.4. Powtarzanie procedury przetaczania i ponownego ważenia

Jeśli ilość oleju gazowego, jaki pozostał, jest większa niż 2,00 gramy, umieścić porcję substancji na nowym zestawie papierów filtrujących i powtórzyć procedurę przetaczania, podnoszenia rogów papieru zgodnie z tym, co zostało opisane w ppkt 6.3 (dwukrotnie osiem ruchów okrężnych, jednokrotne podniesienie). Następnie zważyć ponownie porcję substancji.

7. Sposób prezentowania wyników

7.1. Metoda obliczeń i wzór

Retencja oleju, z każdego oznaczenia (ppkt 6.0) wyrażona jako procent masy przesianej porcji testowej, wyraża się wzorem:

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

gdzie:

m_1 to masa, w gramach, przesianej porcji testowej (ppkt 6.1);

m_2 to masa, w gramach, porcji testowej zgodnie z ppkt 6.3 lub ppkt 6.4, odpowiednio jako wynik ostatniego ważenia.

Jako wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z dwóch osobnych oznaczeń.

METODA 3. OZNACZANIE SKŁADNIKÓW PALNYCH

1. Zakres i dziedzina zastosowania

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania zawartości substancji palnych w prostych nawozach sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu.

2. Zasada

Ditlenek węgla wytworzony przez substancje nieorganiczne usuwany jest wcześniej przy pomocy kwasu. Związki organiczne są utleniane w reakcjach z mieszaniną kwasu chromowego i kwasu siarkowego. Powstały ditlenek węgla wchłaniany jest przez roztwór wodorotlenku sodowego. Osad rozpuszczany jest w roztworze kwasu chlorowodorowego i odmierzony przez odmiareczkowanie nadmiaru roztworem wodorotlenku sodowego.

3. Odczynniki

3.1. Tritlenek chromowy(VI) CrO_3 , czystości analitycznej.

3.2. Kwas siarkowy rozcieńczony do 60 % w stosunku objętościowym –

wlać 360 ml wody do jednolitrowej zlewki i ostrożnie dodać 640 ml kwasu siarkowego (gęstość w temperaturze 20 °C = 1,83 g/ml).

3.3. Azotan srebrny: roztwór 0,1 m.

3.4. Wodorotlenek barowy:

odważyć 15 gramów wodorotlenku barowego ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), rozpuścić całkowicie w gorącej wodzie. Pozostawić do ostygnięcia i przelać do jednolitrowej kolby. Napełnić do oznaczonego miejsca i wymieszać. Przefiltrować przez karbowany papier filtrujący.

3.5. Kwas chlorowodorowy: roztwór wzorcowy 0,1 M;

3.6. Wodorotlenek sodowy: roztwór wzorcowy 0,1 M;

3.7. Błękit bromofenolowy: Roztwór 0,4 grama na litr wody;

3.8. Fenoloftaleina: roztwór 2 gramy na litr w 60 % objętościowo etanolu;

3.9. Wapno sodowane: rozmiar cząstek około 1,0 do 1,5 mm.

3.10. Woda zdemineralizowana, świeżo przegotowana celem usunięcia ditlenku węgla.

4. Aparatura

4.1. Standardowy sprzęt laboratoryjny, w szczególności:

- tygiel filtracyjny z płytką ze szkła spieczonego o pojemności 15 ml; średnica płytki 20 mm; całkowita wysokość 50 mm; porowatość 4 (średnica porów 5–15 μm);
- zlewka o pojemności 600 ml.

4.2. Zasilanie sprężonym azotem.

4.3. Aparatura skonstruowana z następujących elementów i zainstalowana, w miarę możliwości, przy pomocy sferycznych złączy szlifowanych (patrz rysunek 2).

- 4.3.1. Rurka absorpcyjna A o długości około 200 mm i o średnicy 30 mm wypełniona wapnem sodowanym (ppkt 3.9) utrzymywanym na miejscu przy pomocy korka z włókna szklanego.
- 4.3.2. Kolba do przeprowadzania reakcji B o pojemności 500 ml z bocznym odgałęzieniem i okrągłym dnem.
- 4.3.3. Kolumna frakcjonująca Vigreux o długości około 150 mm.
- 4.3.4. Kondenser C o podwójnej powierzchni i o długości 200 mm.
- 4.3.5. Butla Drechsela D pełniąca funkcję zbiornika na wszelkie nadwyżki kwasu, jakie mogą się wydestylować.
- 4.3.6. Łażnia lodowa E do chłodzenia butli Drechsela.
- 4.3.7. Dwa naczynia absorpcyjne F_1 i F_2 o średnicy 32–35 mm, dystrybutor gazu, na który składa się 10-mm krążek ze szkła spieczonego o niskiej porowatości.
- 4.3.8. Pompa ssąca i urządzenie regulujące ssanie G, na które składa się kawałek szkła w kształcie litery T umieszczony w obwodzie, swobodne ramię, które jest połączone z czystą kapilarą krótką gumową rurką za pomocą zwornicy śrubowej.

Uwaga:

Użycie wrzącego roztworu kwasu chromowego w aparaturze pod obniżonym ciśnieniem jest niebezpieczne i wymaga odpowiednich środków ostrożności.

5. Procedura

5.1. Próbkę do analizy

Masa maksymalnie 10 gramów azotanu amonowego z dokładnością do 0,001 gramów.

5.2. Usuwanie węglanów

Umieścić próbkę do analizy w kolbie do reakcji B. Dodać 100 ml H_2SO_4 (ppkt 3.2). Bryłki rozpuszczają się w ciągu około 10 minut w temperaturze otoczenia. Zainstalować aparaturę tak jak zostało pokazane na rysunku: połączyć jeden koniec rurki absorpcyjnej (A) ze źródłem azotu (ppkt 4.2) przez jednokierunkowe urządzenie przepływowe zawierające 5–6 mm rtęci, a drugi koniec do rurki zasilającej, która łączy się z kolbą do reakcji. Umieścić kolumnę frakcjonującą Vigreux (C) i kondenser (C) z zapasem wody chłodzącej na swoim miejscu. Zapewnić umiarkowany przepływ azotu przez roztwór, doprowadzić roztwór do temperatury wrzenia i podgrzewać przez dwie minuty. Pod koniec tego procesu roztwór nie powinien musować. Jeśli musowanie jest widoczne, kontynuować podgrzewanie przez 30 minut. Pozostawić roztwór do ostygnięcia na co najmniej 20 minut, zapewniając swobodny przepływ azotu.

Zakończyć instalację aparatury tak jak pokazano na rysunku podłączając rurkę kondensatora do butli Drechsela (D), a butelkę do naczyń absorpcyjnych F_1 i F_2 . Azot nadal musi swobodnie przepływać podczas czynności instalacyjnych. Gwałtownie wlać 50 ml roztworu wodorotlenku barowego (ppkt 3.4) do każdego z naczyń absorpcyjnych (F_1 i F_2).

Przepuszczać strumień bąbelków azotu przez około 10 minut. Roztwór w aparatach absorpcyjnych musi pozostać klarowny. Jeśli tak nie jest, należy powtórzyć proces usuwania węglanów.

5.3. Utlenianie i absorpcja

Po wycofaniu azotu z rurki zasilającej, gwałtownie wprowadzić 20 gramów tritlenku chromowego (ppkt 3.1) i 6 ml roztworu azotanu srebrowego (ppkt 3.3) przez ramię boczne kolby do reakcji (B). Połączyć aparaturę z pompą ssącą i podłączyć źródło azotu, tak aby stały strumień bąbelków gazu przepływał przez naczynia absorpcyjne ze szkła spieczonego F_1 i F_2 .

Podgrzać kolbę do reakcji (B) aż ciecz zacznie wrzeć i utrzymywać wrzenie przez półtorej godziny (¹). Może być konieczne dostosowanie zaworu regulującego ssanie (G), by kontrolować przepływ azotu, gdyż osad węglanu baru, który wytrącił się podczas testu może blokować krążki ze szkła spieczonego. Operacja ta przynosi rezultaty kiedy roztwór wodorotlenku barowego w aparacie absorpcyjnym F₂ pozostaje klarowny. W przeciwnym razie należy powtórzyć test. Zatrzymać podgrzewanie i zdemontować aparaturę. Umyć każdy dystrybutor tak wewnątrz jak i na zewnątrz, by usunąć wodorotlenek barowy i zgromadzić popłuczyny w odpowiednim aparacie absorpcyjnym. Umieścić tygle jeden za drugim w 600-ml zlewce, która następnie zostanie użyta do oznaczania.

Gwałtownie przefiltrować w warunkach próżniowych najpierw zawartość aparatu absorpcyjnego F₂, a następnie aparatu absorpcyjnego F₁ używając w tym celu tygla ze szkła spieczonego. Zgromadzić osad płuczając aparaty absorpcyjne wodą (ppkt 3.10) i umyć tygiel 50 ml tej samej wody. Umieścić tygiel w zlewce o pojemności 600 ml i dodać około 100 ml przegotowanej wody (ppkt 3.10). Wprowadzić 50 ml przegotowanej wody do każdego aparatu absorpcyjnego i przepuszczać azot przez dystrybutory przez pięć minut. Połączyć wodę z wodą ze zlewki. Powtórzyć operację, by upewnić się, że dystrybutory zostały starannie wypłukane.

5.4. *Pomiary węglanów pochodzących z substancji organicznych*

Dodać pięć kropli fenoloftaleiny (ppkt 3.8) do zawartości zlewki. Roztwór zabarwi się na czerwono. Dodawać kropla po kropli kwas chlorowodorowy (ppkt 3.5) aż zniknie różowe zabarwienie. Dobrze rozmieszać roztwór w tygliku celem sprawdzenia, czy różowe zabarwienie znów się nie pojawia. Dodać pięć kropli błękitu bromofenolowego i miareczkować kwasem chlorowodorowym aż roztwór osiągnie barwę żółtą. Dodać kolejne 10 ml kwasu chlorowodorowego.

Podgrzać roztwór do temperatury wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze przez maksymalnie jedną minutę. Sprawdzić dokładnie, czy w cieczy nie pozostał żaden osad.

Pozostawić do ostygnięcia i odmiareczkować nadmiar roztworem wodorotlenku sodowego (ppkt 3.6).

6. **Próba zerowa**

Przeprowadzić próbę zerową zgodnie z tą samą procedurą i przy użyciu tej samej ilości wszystkich odczynników.

7. **Sposób prezentowania wyników**

Zawartość składników palnych (C), w postaci węgla, określonych jako procent masy próbki, wyrażona jest wzorem:

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

gdzie:

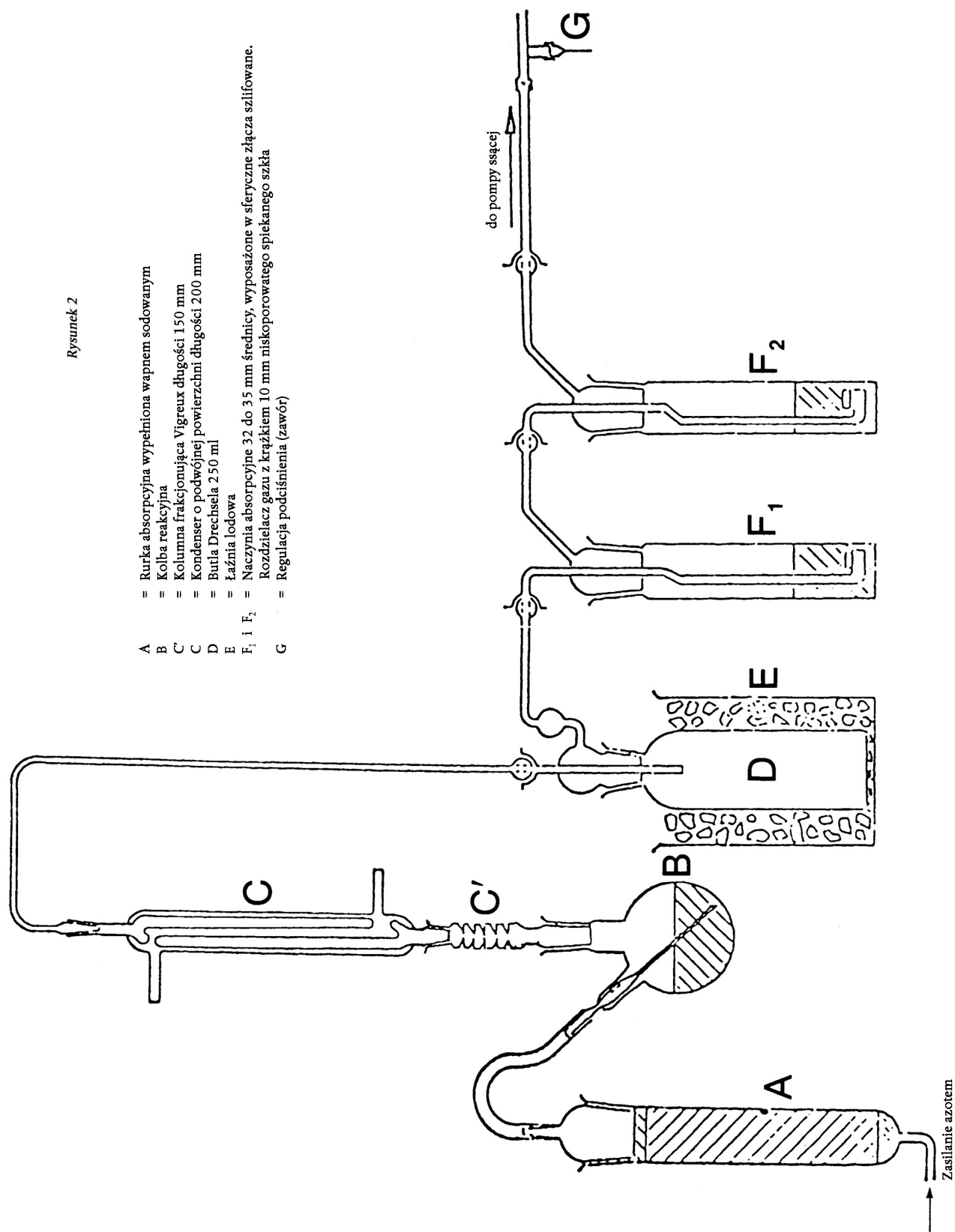
E = masa porcji testowej w gramach;

V₁ = całkowita objętość, w ml, 0,1 M kwasu chlorowodorowego dodanego po zmianie zabarwienia fenoloftaleiny;

V₂ = objętość w ml 0,1 M roztworu wodorotlenku sodowego użytego do odmiareczkowania nadmiaru.

(¹) Czas reakcji – półtorej godziny – jest odpowiedni w przypadku większości substancji organicznych w obecności katalizatora azotanu srebrowego.

Rysunek 2



METODA 4. OZNACZANIE WARTOŚCI pH

1. Zakres i dziedzina zastosowania

Niniejszy dokument określa procedurę pomiaru wartości pH roztworu prostego nawozu sztucznego amonowego o wysokiej zawartości azotu.

2. Zasada

Pomiar pH roztworu azotanu amonowego przy pomocy pehametru.

3. Odczynniki

Woda destylowana lub zdemineralizowana, pozbawiona ditlenku węgla.

3.1. Roztwór buforowy, pH 6,88 w temperaturze 20 °C

Rozpuścić $3,40 \pm 0,01$ gramów diwodoroortofosforanu potasu (KH_2PO_4) w maksymalnie 400 ml wody. Następnie rozpuścić $3,55 \pm 0,01$ grama wodoroortofosforanu sodowego (Na_2HPO_4) w maksymalnie 400 ml wody. Przebrać obydwa roztwory bez strat do standardowej kolby o pojemności 1 000 ml, uzupełnić do zaznaczonego miejsca i wymieszać. Przechowywać ten roztwór w hermetycznym naczyniu.

3.2. Roztwór buforowy, pH 4,00 w temperaturze 20 °C

Rozpuścić $10,21 \pm 0,01$ gramów wodoroftalanu potasowego ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$) w wodzie, przebrać bez strat do standardowej kolby o pojemności 1 000 ml, uzupełnić do zaznaczonego miejsca i wymieszać.

Przechowywać ten roztwór w hermetycznym naczyniu.

3.3. Mogą być użyte roztwory o wzorcowym pH, dostępne w handlu.

4. Aparatura

Pehametr zaopatrzony w elektrody szklane i kalomelowe lub inne zastępcze, o czułości 0,05 jednostki pH.

5. Procedura

5.1. Kalibracja pehametru

Kalibrować pehametr (pkt 4) w temperaturze 20 (± 1) °C, używając w tym celu roztworów buforowych (ppkt 3.1), (ppkt 3.2) lub (ppkt 3.3). Puścić powoli strumień azotu na powierzchnię roztworu i utrzymywać ten stan przez cały czas trwania testu.

5.2. Oznaczanie

Wlać 100,0 ml wody do 10 ($\pm 0,01$) gramów próbki, która znajduje się w zlewce o pojemności 250 ml. Usunąć związki nierozpuszczalne poprzez filtrowanie, zlewanie lub odwirowanie cieczy. Zmierzyć wartość pH czystego roztworu w temperaturze 20 (± 1) °C zgodnie z tą samą procedurą, jak w przypadku kalibrowania pehametru.

6. Wyniki

Wyniki wyrazić w jednostkach pH z dokładnością do 0,1 jednostki oraz określić zastosowaną temperaturę.

METODA 5. OZNACZANIE WIELKOŚCI CZĄSTEK

1. Zakres i dziedzina zastosowania

Niniejszy dokument określa procedurę testowego przesiewania prostych nawozów sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu.

2. Zasada

Próbka testowa przesiewana jest przez zestaw trzech sit, ręcznie lub mechanicznie. Masa substancji pozostałej na każdym sicie jest odnotowana i obliczany jest procent masy substancji przesianej przez wymagane sita.

3. Aparatura

- 3.1. Sita testowe tkane z drutu o średnicy 200 mm, z otworami o wielkości odpowiednio 2,00 mm, 1,00 mm i 0,5 mm. Jedna pokrywa i jeden odbieralnik do tych sit.
- 3.2. Waga o dokładności do 0,1 grama.
- 3.3. Mechaniczna wstrząsarka do sit (jeśli jest dostępna) przystosowana do nadawania próbce testowej ruchu poziomego i pionowego.

4. Procedura

- 4.1. Podzielić próbkę na odpowiednie porcje o maksymalnej masie 100 gramów.
- 4.2. Zważyć te porcje z dokładnością do 0,1 grama.
- 4.3. Ustawić sita w porządku wstępującym: odbieralnik, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm i umieścić zważoną porcję testową na najwyższym sicie. Dopasować pokrywę do najwyższego sita z zestawu.
- 4.4. Wstrząsnąć ręcznie lub mechanicznie, nadając jednocześnie ruch poziomy i pionowy; jeśli ręcznie – od czasu do czasu stukać. Kontynuować proces przez 10 minut lub do momentu, gdy ilość substancji przesianej przez każde sito w ciągu jednej minuty będzie mniejsza niż 0,1 grama.
- 4.5. Następnie usunąć sita z zestawu i zebrać materiał, który pozostał; jeśli to konieczne, zmieść go delikatnie z przeciwnej strony przy pomocy miękkiego pędzla.
- 4.6. Zważyć materiał pozostały na każdym sicie i materiał zgromadzony w odbieralniku z dokładnością do 0,1 grama.

5. Ocena wyników

- 5.1. Przeliczyć masy częściowe na procent całości mas częściowych (nie masy wejściowej).

Obliczyć procent w odbieralniku (tj. < 0,5 mm): A %

Obliczyć procent substancji pozostałej na sicie 0,5 mm: B %

Obliczyć procent substancji przesianej przez sito 1,0 mm, tj. (A + B) %

Suma mas częściowych powinna wynosić około 2 % masy początkowej.

- 5.2. Powinny być przeprowadzone co najmniej dwie analizy, a poszczególne wyniki dla A nie powinny różnić się bardziej niż o 1 % bezwzględny, a dla B bardziej niż o 1,5 % bezwzględnego. Powtórzyć test jeśli nie są spełnione niniejsze wymagania.

6. Sposób prezentowania wyników

Przedstawić średnią dwóch wartości, uzyskanych z jednej strony dla A i z drugiej dla A + B.

METODA 6. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CHLORU (W POSTACI JONU CHLORKOWEGO)**1. Zakres i dziedzina zastosowania**

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania zawartości chloru (w postaci jonu chlorkowego) prostych nawozów sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu.

2. Zasada

Jony chlorkowe rozpuszczone w wodzie oznaczane są przez miareczkowanie potencjometryczne przy pomocy azotanu srebrowego w środowisku kwasowym.

3. Odczynniki

Woda destylowana lub zdemineralizowana, pozbawiona jonów chlorkowych.

- 3.1. Aceton czystości analitycznej.
- 3.2. Stężony kwas azotowy (gęstość w temperaturze 20 °C = 1,40 g/ml)
- 3.3. Wzorcowy roztwór 0,1 M azotanu srebrowego. Przechowywać ten roztwór w brązowej szklanej butelce.
- 3.4. Wzorcowy roztwór 0,004 M azotanu srebrowego – przygotować ten roztwór w momencie użycia.
- 3.5. Chlorek potasowy. Wzorcowy roztwór odniesienia 0,1 M. Odważyć z dokładnością do 0,1 mg 3,7276 gramów chlorku potasowego o czystości analitycznej, uprzednio suszonego w piecu w temperaturze 130 °C przez godzinę i schłodzonego w eksykatorze do temperatury otoczenia. Rozpuścić w niewielkiej ilości wody, przelać roztwór bez strat do standardowej kolby o pojemności 500 ml, rozcieńczyć do kreski i wymieszać.
- 3.6. Chlorek potasowy, wzorcowy roztwór odniesienia 0,004 M. Przygotować ten roztwór w momencie użycia.

4. Aparatura

- 4.1. Potencjometr ze srebrną elektrodą wskaźnikową i kalomelową elektrodą porównawczą, czułość 2 mV, obejmującą zakres od – 500 do + 500 mV.
- 4.2. Mostek wypełniony nasyconym roztworem azotanu potasowego, połączony z elektrodą kalomelową (ppkt 4.1), na końcach zamknięty porowatymi korkami.

Uwaga: Mostek nie jest konieczny, jeśli zostaną użyte elektrody ze srebra i siarczanu rtęciowego (pkt 1).

- 4.3. Mieszadło indukcyjne z prętem pokrytym teflonem.
- 4.4. Mikrobiureta z cienko zaostrzonym końcem i z podziałką co 0,01 ml.

5. Procedura

5.1. Normalizacja roztworu azotanu srebrowego

Wziąć 5,00 ml i 10,00 ml wzorcowego roztworu odniesienia chlorku potasowego (ppkt 3.6) i umieścić go w dwóch niskich zlewkach o dogodnej pojemności (np. 250 ml). Przeprowadzić następujące miareczkowanie zawartości każdej zlewki.

Dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego (ppkt 3.2), 120 ml acetonu (ppkt 3.1) i odpowiednią ilość wody do całkowitej objętości około 150 ml. Umieścić pręt mieszadła indukcyjnego (ppkt 4.3) w zlewce i wprawić mieszadło w ruch. Zanurzyć srebrną elektrodę (ppkt 4.1) i wolny koniec mostka w roztworze. Podłączyć elektrody do potencjometra (ppkt 4.1) i, po wyzerowaniu aparatu, zanotować wartość potencjału początkowego.

Miareczkować przy pomocy mikrobiurety (ppkt 4.4), dodając początkowo odpowiednio 4 lub 9 ml roztworu azotanu srebrowego, odpowiadającego użytemu wzorcowemu roztworowi odniesienia chlorku potasowego. Kontynuować dodawanie w porcjach 0,1 ml dla roztworów 0,004 M i w porcjach 0,05 ml dla roztworów 0,1 M. Po każdym dodaniu odczekać, aż ustabilizuje się potencjał.

Zanotować objętość dodanych substancji i odpowiadające wartości potencjałów w pierwszych dwóch kolumnach tabeli.

W trzeciej kolumnie tabeli zanotować następujące po sobie wartości przyrostów ($\Delta_i E$) potencjału E. W czwartej kolumnie zanotować różnice ($\Delta_i E$), dodatnie lub ujemne, między wartościami przyrostów potencjału ($\Delta_i E$). Koniec miareczkowania odpowiada dodaniu porcji 0,1 lub 0,05 ml (v1) roztworu azotanu srebrowego, który daje największą wartość $\Delta_i E$.

W celu obliczenia dokładnej objętości (V_{eq}) roztworu azotanu srebrowego odnoszącego się do końca reakcji, należy zastosować wzór:

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

gdzie:

V_0 to całkowita objętość, w ml, roztworu azotanu srebrowego minimalnie mniejsza niż objętość, jaką daje maksymalny przyrost $\Delta_i E$;

V_1 to objętość, w ml, ostatniej porcji dodanego roztworu azotanu srebrowego (0,1 lub 0,05 ml);

b to ostatnia wartość dodatnia Δ_2E ;

B to suma wartości bezwzględnych ostatnich dodatnich wartości Δ_2E i pierwszej wartości ujemnej Δ_2E (patrz przykład w tabeli 1).

5.2. *Test zerowy*

Przeprowadzić test zerowy i wziąć go pod uwagę podczas obliczania wyników końcowych.

Wynik V_4 testu zerowego na odczytnikach wyrażony jest w ml, wzorem:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

gdzie:

V_2 to wartość w ml, dokładnej objętości (V_{eq}) roztworu azotanu srebrowego odpowiadająca miareczkowaniu 10 ml użytego wzorcowego roztworu odniesienia chlorku potasu;

V_3 to wartość w ml, dokładnej objętości (V_{eq}) roztworu azotanu srebrowego odpowiadająca miareczkowaniu 5 ml użytego wzorcowego roztworu odniesienia chlorku potasu.

5.3. *Test kontrolny*

Test zerowy może jednocześnie kontrolować, czy praca aparatury jest zadowalająca, a procedura testu właściwie zastosowana.

5.4. *Oznaczanie*

Wziąć porcję próbki w zakresie 10–20 gramów i zważyć z dokładnością do 0,01 grama. Przenieść do zlewki o pojemności 250 ml. Dodać 20 ml wody, 5 ml roztworu kwasu azotowego (ppkt 3.2), 120 ml acetonu (ppkt 3.1) i odpowiednią ilość wody do objętości około 150 ml.

Umieścić pręt mieszadła indukcyjnego (ppkt 4.3) w zlewce, umieścić zlewkę w mieszadle i wprawić je w ruch. Zanurzyć srebrną elektrodę (ppkt 4.1) i wolny koniec mostka (ppkt 4.2) w roztworze, podłączyć elektrody do potencjometru (ppkt 4.1) i, po wyzerowaniu aparatu, odnotować wartość potencjału początkowego.

Miareczkować roztworem azotanu srebrowego, dodając z mikrobiurety (ppkt 4.4) porcje 0,1 ml. Po każdym dodaniu odczekać, aż ustabilizuje się potencjał.

Kontynuować miareczkowanie, jak opisano w ppkt 5.1, zaczynając od czwartego akapitu: „Zanotować objętość dodanych substancji i odpowiadające wartości potencjałów w pierwszych dwóch kolumnach tabeli...”.

6. **Sposób prezentowania wyników**

Wyrazić wyniki analizy jako procent chloru zawartego w próbce, otrzymanego dla analizy.

Obliczyć procent zawartości chloru (Cl) według wzoru:

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

gdzie:

T to stężenie molowe użytego roztworu azotanu srebrowego;

V_4 to wynik, w ml, testu zerowego (ppkt 5.2);

V_5 to wartość, w ml, dokładnej objętości, odpowiadająca oznaczeniu (ppkt 5.4);

m to masa, w gramach, porcji testowej.

Tabela 1

PRZYKŁAD

Objętość roztworu azotanu srebrowego V	Potencjał 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. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI MIEDZI

1. Zakres i dziedzina zastosowania

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania zawartości miedzi w prostych nawozach sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu.

2. Zasada

Próbka rozpuszczona jest w rozcieńczonym kwasie chlorowodorowym, zawartość miedzi oznaczana jest metodą spektrofotometrii absorpcyjnej atomowej.

3. Odczynniki

- 3.1. Kwas chlorowodorowy (gęstość w temperaturze 20 °C = 1,18 g/ml).
- 3.2. Kwas chlorowodorowy, roztwór 6 M.
- 3.3. Kwas chlorowodorowy, roztwór 0,5 M.
- 3.4. Azotan amonowy.
- 3.5. Nadtlenek wodoru, 30 %.
- 3.6. Roztwór miedzi ⁽¹⁾ (stały): zważyć z dokładnością do 0,001 grama, 1 gram czystej miedzi, rozpuścić w 25 ml 6 M roztworu kwasu chlorowodorowego (ppkt 3.2), dodać 5 ml nadtlenu wodoru (ppkt 3.5) w porcjach i rozcieńczyć wodą do objętości 1 litra. 1 ml takiego roztworu zawiera 1 000 µg miedzi (Cu).
- 3.6.1. Roztwór miedzi (rozcieńczony): rozcieńczyć wodą 10 ml roztworu stałego (ppkt 3.6) do objętości 100 ml, a następnie rozcieńczyć wodą 10 ml otrzymanego roztworu do objętości 100 ml. 1 ml takiego roztworu zawiera 10 µg miedzi (Cu).

Przygotować ten roztwór w momencie użycia.

4. Aparatura

Spektrofotometr absorpcyjny atomowy z lampą miedziową (324,8 nm).

⁽¹⁾ Mogą być użyte wzorcowe roztwory miedzi, dostępne w handlu.

5. Procedura**5.1. Przygotowanie roztworu do analizy**

Zważyć z dokładnością do 0,001 grama 25 gramów próbki, umieścić ją w zlewce o pojemności 400 ml, dodać ostrożnie 20 ml kwasu chlorowodorowego (ppkt 3.1) (może nastąpić gwałtowna reakcja, ze względu na tworzenie się ditlenku węgla. Dodać więcej kwasu chlorowodorowego, jeśli jest to konieczne. Kiedy zakończy się musowanie, odparować do suchości w łaźni parowej, mieszając od czasu do czasu szklaną pałeczką. Dodać 15 ml 6 M roztworu kwasu chlorowodorowego (ppkt 3.2) i 120 ml wody. Mieszać szklaną pałeczką, która musi pozostać w zlewce i przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym. Stopniowo podgrzewać roztwór aż wszystkie składniki się rozpuszczą, a następnie schłodzić.

Przeleć roztwór ilościowo do wyskalowanej kolby o pojemności 250 ml, myjąc zlewkę 5 ml 6 M kwasu chlorowodorowego (ppkt 3.2) i dwukrotnie 5 ml wrzącej wody. Dopełnić do kreski 0,5 M kwasem chlorowodorowym (ppkt 3.3) i ostrożnie wymieszać.

Przefiltrować przez papier filtrujący nie zawierający miedzi (⁽¹⁾), odlać pierwsze 50 ml.

5.2. Roztwór do testu zerowego

Przygotować roztwór do testu zerowego, z którego tylko próbka została pominięta, co należy uwzględnić w obliczaniu wyników końcowych.

5.3. Oznaczanie**5.3.1. Przygotowanie próbek i roztworów do testu zerowego**

Rozcieńczyć próbkę roztworu (ppkt 5.1) i roztwór z testu zerowego (ppkt 5.2) 0,5 M roztworem kwasu chlorowodorowego (ppkt 3.3) do stężenia miedzi w optymalnym zakresie pomiarowym spektrofotometru. W normalnych warunkach rozcieńczanie nie jest wymagane.

5.3.2. Przygotowanie roztworów kalibracyjnych

Przez rozcieńczanie roztworów wzorcowych (ppkt 3.6.1) 0,5 M roztworem kwasu chlorowodorowego (ppkt 3.3). Przygotować co najmniej pięć roztworów wzorcowych odpowiadających optymalnemu zakresowi pomiarowemu spektrofotometru (0 do 5,0 mg/ml Cu). Przed dopełnieniem do kreski dodać do każdego roztworu azotan amonowy (ppkt 3.4) celem uzyskania końcowego stężenia 100 mg/ml.

5.4. Pomiary

Ustawić spektrometr (pkt 4) na długość fali 324,8 nm. Użyć acetylenowo - powietrzny płomień utleniający. Rozpylać sukcesywnie połączone trzy składniki: roztwór kalibracyjny (ppkt 5.3.2), roztwór próbny i roztwór do testu zerowego (ppkt 5.3.1), przemywając przyrząd wodą destylowaną między rozpyleniami. Wykreślić krzywą wzorcowania umieszczając średnie wartości absorpcji każdego użytego wzorca na osi rzędnej i odpowiadające im stopnie koncentracji miedzi w µg/ml na osi odciętej.

Określić stopień stężenia miedzi w próbce końcowej i w roztworach do testu zerowego w odniesieniu do krzywej kalibracyjnej.

6. Sposób prezentowania wyników

Obliczyć zawartość miedzi w próbce, biorąc pod uwagę masę próbki testowej, rozcieńczenia dokonane podczas analizy oraz wartość testu zerowego. Wyrzucić wyniki w mg Cu/kg.

(¹) Whatman 541 lub ekwiwalent.

ZAŁĄCZNIK III

OZNACZANIE OPORNOŚCI NA DETONACJĘ

1. Zakres i dziedzina zastosowania

Niniejszy dokument określa procedurę oznaczania oporności na detonację prostych nawozów sztucznych amonowych o wysokiej zawartości azotu.

2. Zasada

Próbka testowa zamknięta jest w rurze stalowej i poddana wstrząsowi detonacyjnemu ładunkiem wybuchowym bustera. Rozprzestrzenianie się detonacji uwarunkowane jest stopniem zgniotu cylindrów ołowianych, na których poziomo spoczywa rura podczas testu.

3. Materiały

3.1. Plastyczny materiał wybuchowy zawierający 83–86 % pentrytu

Gęstość: 1 500–1 600 kg/m³

Prędkość detonacji: 7 300–7 700 m/s

Masa: 500 ± 1 gram

3.2. Siedem odcinków giętkiego lontu detonującego z niemetaliczną osłoną izolującą

Masa wypełnienia: 11–13 g/m

Długość każdego przewodu: 400 ± 2 mm

3.3. Sprasowana pastylka wtórnego materiału wybuchowego, z zagłębieniem do odbioru detonatora

Materiał wybuchowy: heksogen/wosk 95/5, tetryl lub podobny wtórny materiał wybuchowy z dodatkiem lub bez dodatku grafitu

Gęstość: 1 500–1 600 kg/m³

Średnica: 19–21 mm

Wysokość: 19–23 mm

Centralne zagłębienie do odbioru detonatora: średnica 7–7,3 mm, głębokość 12 mm

3.4. Stalowa rura bez szwów, określona przez zalecenia ISO 65–1981 –

Szeregi ciężkie, o wymiarach nominalnych DN 100 (4")

Średnica zewnętrzna: 113,1–115,0 mm

Grubość ścianki: 5,0–6,5 mm

Długość: 1 005 (± 2) mm

3.5. Materiał z płytki na dnie:

Stal o wysokiej jakości zgrzewalnej

Wymiary: 160 × 160 mm

Grubość: 5–6 mm

3.6. Sześć cylindrów ołowianych

Średnica: 50 (± 1) mm

Wysokość: 100–101 mm

Materiały: ołów miękki, o czystości co najmniej 99,5 %

3.7. Blok stalowy

Długość: co najmniej 1 000 mm.

Szerokość: co najmniej 150 mm

Wysokość: co najmniej 150 mm

Masa: co najmniej 300 kg jeśli nie ma stabilnej podstawy dla bloku stalowego

3.8. Plastikowy lub tekturowy cylinder do ładunku bustera

Grubość ścianki: 1,5–2,5 mm

Średnica: 92–96 mm

Wysokość: 64–67 mm

- 3.9. Detonator (elektryczny lub nieelektryczny) o sile inicjującej 8–10
- 3.10. Krążek drewniany
- Średnica: 92–96 mm. Średnica musi być dopasowana do wewnętrznej średnicy plastikowego lub kartonowego cylindra (ppkt 3.8).
- Grubość: 20 mm
- 3.11. Drewniana pałka o takich samych wymiarach jak detonator (ppkt 3.9)
- 3.12. Szpilki krawieckie (o maksymalnej długości 20 mm)

4. Procedura

4.1. Przygotowanie ładunku bustera do instalacji wewnątrz stalowej rury

Istnieją dwie metody inicjacji materiału wybuchowego w ładunku bustera, w zależności od dostępności sprzętu.

4.1.1. Siedmiopunktowa jednoczesna inicjacja.

Ładunek bustera przygotowany jest do użycia, jak pokazano na rysunku 1.

4.1.1.1. Wywiercić otwory w drewnianym krążku (ppkt 3.10) równoległe do osi krążka przez środek i przez sześć punktów rozmieszczonych symetrycznie na okręgu współśrodkowym o średnicy 55 mm. Średnica otworów ma wynosić 6–7 mm (patrz sekcja A-B na rysunku 1), w zależności od średnicy użytego lontu detonującego (ppkt 3.2).

4.1.1.2. Odciąć siedem odcinków giętkiego lontu detonującego (ppkt 3.2), każdy o długości 400 mm, unikając wszelkich strat materiału wybuchowego, wykonując z każdego końca ostre cięcia i natychmiast zaklejając końce. Przeciągnąć każdy z siedmiu odcinków lontu detonującego przez siedem otworów w drewnianym krążku (ppkt 3.10), aż końce będą wystawać na kilka centymetrów po drugiej stronie krążka. Następnie wpiąć małą szpilkę krawiecką (ppkt 3.12) poprzecznie w tkaninę, z jakiej wykonana jest osłona izolująca lontu, 5–6 mm od każdego końca, nałożyć warstwę kleju dookoła zewnętrznej długości lontu i zakleić taśmą o szerokości 2 cm w sąsiedztwie szpilki. Na koniec pociągnąć dłuższy odcinek każdego lontu, by szpilka zetknęła się z drewnianym krążkiem.

4.1.1.3. Ukształtować plastyczny materiał wybuchowy (ppkt 3.1) w formę cylindra o średnicy 92–96 mm, w zależności od średnicy cylindra (ppkt 3.8). Ustawić cylinder na równej powierzchni i umieścić w nim uformowany materiał wybuchowy. Następnie umieścić krążek drewniany⁽¹⁾ przenosząc siedem odcinków lontu detonującego na wierzch cylindra i przycisnąć go do materiału wybuchowego. Dostosować wysokość cylindra (64–67 mm), tak aby jego górna krawędź nie wystawała poza poziom drewna. Na koniec przymocować cylinder do drewnianego krążka na przykład pineskami, lub małymi gwoździkami na całym jego obwodzie.

4.1.1.4. Zgromadzić wolne końce siedmiu odcinków lontu detonującego wokół obwodu drewnianej pałki (ppkt 3.11), tak aby ich końce były równe na płaszczyźnie prostopadłej do pałki. Zabezpieczyć je tworząc wiązkę przymocowaną do pałki taśmą samoklejącą⁽²⁾.

4.1.2. Inicjacja centralna sprasowanej pastylki

Ładunek bustera przygotowany jak na rysunku 2.

4.1.2.1. Przygotowanie sprasowanej pastylki

Przy zachowaniu warunków bezpieczeństwa umieścić 10 gramów wtórnego materiału wybuchowego (ppkt 3.3) w formie o średnicy wewnętrznej 19–21 mm i ścisnąć go do odpowiedniego kształtu i gęstości.

(Stosunek średnicy do wysokości ma wynosić w przybliżeniu 1:1.)

Na środku dna formy znajduje się kolek o wysokości 12 mm i o średnicy 7,0–7,3 mm (w zależności od średnicy detonatora), który tworzy cylindryczne wgłębienie w skompresowanej wkładce, przeznaczone do umieszczenia detonatora.

4.1.2.2. Przygotowanie ładunku bustera

Umieścić plastyczny materiał wybuchowy (ppkt 3.1) w cylindrze (ppkt 3.8) ustawionym pionowo na równej powierzchni, następnie przycisnąć go drewnianą matrycą, by materiałowi wybuchowemu nadać kształt cylindryczny z gniazdem w środku. Umieścić sprasowaną pastylkę w tym wgłębieniu. Przykryć cylindrycznie uformowany materiał wybuchowy zawierający sprasowaną pastylkę drewnianym krążkiem (ppkt 3.10) z centralnym otworem o średnicy 7,0–7,3 mm przeznaczonym do umieszczenia detonatora. Połączyć drewniany krążek z cylindrem przy pomocy taśmy samoklejącej. Upewnić się, że otwory wywiercone w krążku i wgłębienie w sprasowanej pastylce są współosiowe, umieszczając drewnianą pałkę (ppkt 3.11).

⁽¹⁾ Średnica krążka zawsze musi odpowiadać wewnętrznej średnicy cylindra.

⁽²⁾ UWAGA: podczas gdy sześć skrajnych odcinków lontu naciągnięte jest na zestaw, odcinek środkowy musi pozostać nieco luźniejszy.

4.2. Przygotowanie rury stalowej do testu detonacyjnego

Na jednym końcu stalowej rury (ppkt 3.4) przez ściankę boczną przewiercić dwa otwory ułożone diametralnie, o średnicy 4 mm w odległości 4 mm od krawędzi.

Zgrzać czołowo płytkę z dna (ppkt 3.5) z przeciwnym krańcem rury, wypełniając całkowicie kąt prosty między płytką z dna i ścianką rury stopiwem wokół całego obwodu rury.

4.3. Wypełnianie i ładowanie stalowej rury

(Patrz rysunki 1, 2 i 3).

4.3.1. Próbką testową, rura stalowa i ładunek bustera muszą mieć zapewnioną temperaturę $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$. Do dwóch testów detonacyjnych potrzeba 16–18 kg próbki testowej.

4.3.2. Ustawić rurę pionowo, kwadratowa płytkę dna ma spoczywać na stałej, płaskiej powierzchni, najlepiej betonowej. Wypełnić rurę do około jednej trzeciej wysokości próbką testową i rzucić nią pięć razy pionowo o podłoże, by ubić bryłki lub granulki w rurze tak gęsto, jak jest to możliwe. W celu przyspieszenia ubijania wprowadzić rurę w drgania, uderzając jej ściankę boczną 750- lub 1 000-gramowym młotkiem 10 razy między rzutami.

Powtórzyć tę metodę ładowania dla drugiej porcji próbki testowej. Na koniec należy dodać, że po ubiciu przez 10-krotne uderzanie rurą o podłoże i 20-krotne uderzanie jej młotkiem, ładunek wypełnia rurę do wysokości 70 mm poniżej jej kryzy.

Wysokość próbki musi być dostosowana do rury stalowej, tak aby ładunek bustera (ppkt 4.1.1 lub 4.1.2), który ma zostać umieszczony później, pozostawał w bliskiej styczności z próbką ponad całą jej powierzchnią.

4.3.3. Umieścić ładunek bustera w rurze, tak aby pozostawał on w styczności z próbką; górna powierzchnia drewnianego krążka musi pozostać 6 mm poniżej końca rury. Upewnić się, że materiał wybuchowy i próbka testowa stykają się, dodając lub ujmując małe ilości próbki. Jak pokazano na rysunkach 1 i 2, zawlecзки muszą być umieszczone w otworach tuż przy otwartym krańcu rury, a ich odnogi pozostawione luźno naprzeciw rury.

4.4. Umieszczanie rury stalowej i cylindrów ołowianych

4.4.1. Ponumerować podstawy ołowianych cylindrów (ppkt 3.6) 1–6. Zrobić sześć oznaczeń w odległości 150 mm na linii środkowej bloku stalowego (ppkt 3.7), leżącego na podstawie poziomej; pierwsze oznaczenie co najmniej 75 mm od krawędzi bloku. Ustawić pionowo ołowiany cylinder na każdym z tych oznaczeń; podstawa każdego cylindra ustawiona centralnie na swoim oznaczeniu.

4.4.2. Położyć przygotowaną stalową rurę zgodnie z ppkt 4.3 poziomo na ołowianych cylindrach, tak aby oś rury była równoległa do linii środkowej bloku stalowego, a zgrzany koniec rury wystawał na 50 mm poza ołowiany cylinder nr 6. Aby zapobiec przetaczaniu się rury, między górnymi częściami cylindrów i ścianką rury należy umieścić małe drewniane kliny (jeden po każdej stronie) lub umieścić drewniany krzyżak między rurą i stalowym blokiem.

Uwaga: należy się upewnić, że rura styka się z wszystkimi sześcioma ołowianymi cylindrami; niewielka krzywizna rury może zostać zniwelowana przez toczenie jej wokół osi wzdłużnej; jeśli któryś z cylindrów jest zbyt wysoki, ostrożnie uderzyć cylinder, o którym mowa, młotkiem, aż osiągnie pożądaną wysokość.

4.5. Przygotowanie do detonacji

4.5.1. Zainstalować aparaturę zgodnie z ppkt 4.4 w bunkrze lub innym odpowiednio przygotowanym miejscu pod powierzchnią ziemi (np. kopalnia lub tunel). Upewnić się, że przed detonacją utrzymywana jest temperatura $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$.

Uwaga: jeśli takie miejsca do przeprowadzenia wybuchu nie są dostępne, próba może być przeprowadzona w zagłębieniu wylanym betonem i przykrytym drewnianymi belami. Detonacja może spowodować wyrzucenie fragmentów stali z dużą energią kinetyczną, wybuch musi zatem zostać przeprowadzony w odpowiednio dużej odległości od miejsc zamieszkania i ulic.

4.5.2. Jeśli wykorzystywany jest ładunek bustera o siedmiopunktowej inicjacji, należy upewnić się, że lonty detonujące przeciągnięte są tak, jak opisano w przypisie do ppkt 4.1.1.4 i ułożone w miarę możliwości poziomo.

4.5.3. Na koniec usunąć drewnianą pałkę i umieścić zamiast niej detonator. Nie przeprowadzać wybuchu dopóki nie zostanie przeprowadzona ewakuacja ze strefy zagrożenia, a personel testujący znajdzie się w bezpiecznym miejscu.

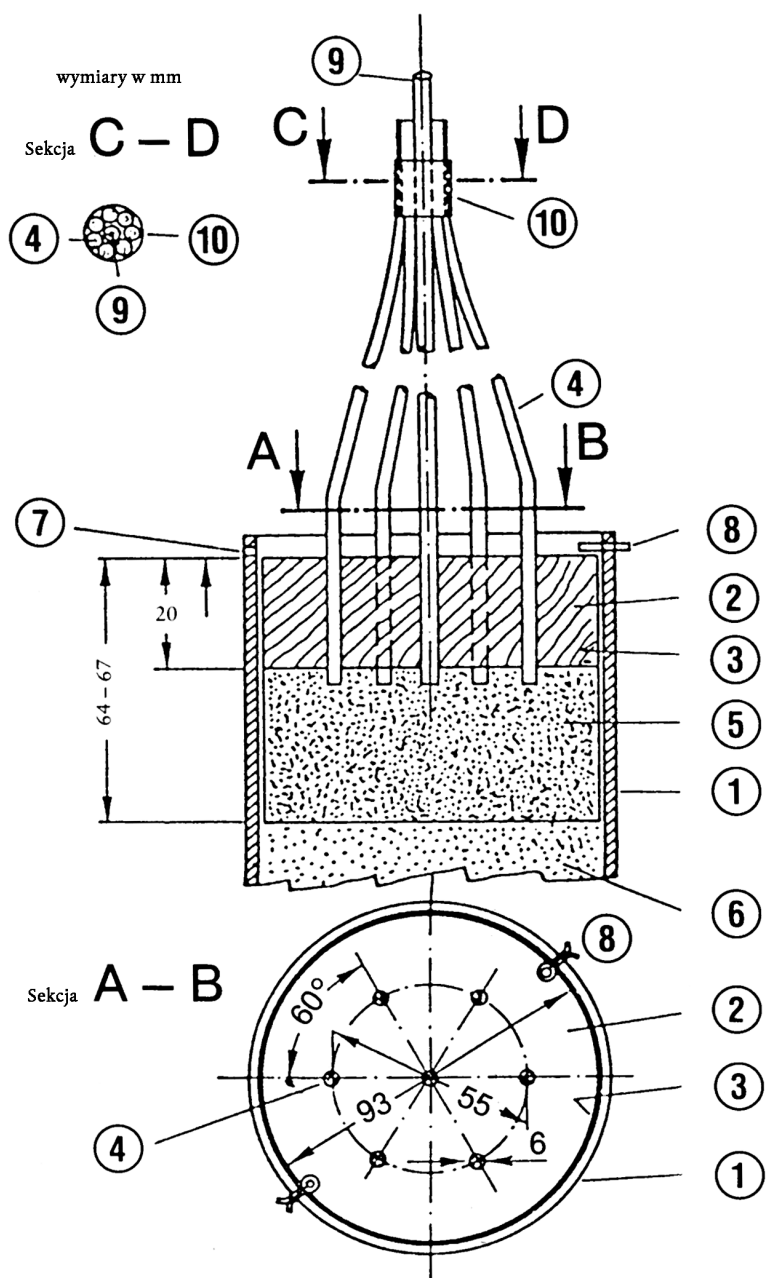
4.5.4. Przeprowadzić detonację materiału wybuchowego.

4.6. Odczekać odpowiedni okres czasu, aż opary (gazowe i niekiedy toksyczne produkty rozpadu, jak gazy azotawe) ulegną rozproszeniu, a następnie zebrać cylindry ołowiane i zmierzyć ich wysokość suwmiarką z noniuszem.

- Odnotować, dla każdego z oznaczonych cylindrów ołowianych, stopień zgniotu wyrażony jako procent oryginalnej wysokości 100 mm. Jeśli cylindry zostały zgniecione ukośnie, odnotować najwyższą i najniższą wysokość i obliczyć średnią.
- 4.7. Jeśli to konieczne, może zostać użyta sonda do przeprowadzania ciągłych pomiarów prędkości detonacji; sonda powinna być umieszczona wzdłuż osi rury lub wzdłuż jej ścianki bocznej.
- 4.8. Należy przeprowadzić dwie detonacje na każdej próbce.
5. **Sprawozdanie z testu**
- Wartości dla następujących parametrów mają być podane w sprawozdaniu z testu dla każdego z testów detonacyjnych
- wartości rzeczywiste mierzone dla średnicy zewnętrznej rury stalowej i dla grubości ścianki,
 - twardość według Brinella rury stalowej,
 - temperatura rury i próbki tuż przed wybuchem,
 - gęstość upakowania (kg/m^3) próbki w rurze stalowej,
 - wysokość każdego cylindra ołowianego po wybuchu, przy dokładnym określeniu odpowiedniego numeru cylindra,
 - metoda inicjacji zastosowana do ładunku bustera.
- 5.1. *Ocena wyników testu*
- Jeśli w każdym wybuchu zgniot przynajmniej jednego cylindra ołowianego nie przekroczy 5 %, test można uznać za ostateczny, a próbkę za zgodną z wymogami określonymi w załączniku II do dyrektywy 80/876/EWG.

Rysunek 1

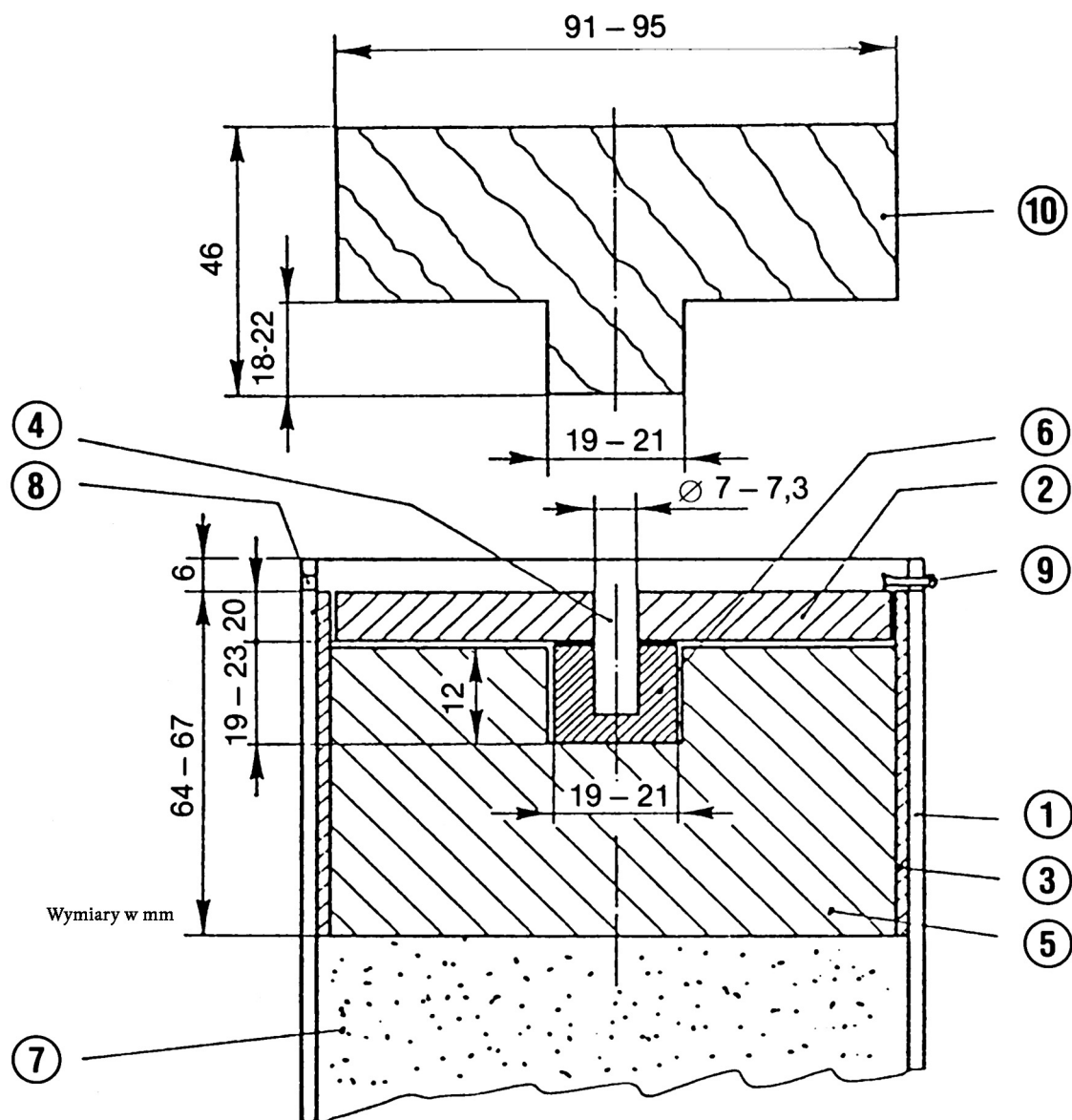
Załadunek bustera o siedmiopunktowej inicjacji



- | | |
|---|--|
| ① Rura stalowa | ⑥ Próbkę testowaną |
| ② Drewniany krążek z siedmioma otworami | ⑦ 4-mm średnicy otwór przewiercony dla zawleczonej ⑧ |
| ③ Plastikowy lub kartonowy cylinder | ⑧ Zawleczone |
| ④ Lont detonacyjny | ⑨ Drewniana pałka otoczona przez ④ |
| ⑤ Materiał wybuchowy plastyczny | ⑩ Taśma samoklejąca do zabezpieczenia ④ wokół ⑨ |

Rysunek 2

Załadunek bustera o centralnej inicjacji



- | | |
|-------------------------------------|--|
| ① Stalowa rura | ⑥ Sprasowane pastylki |
| ② Drewniany krążek | ⑦ Próbką testowana |
| ③ Plastikowy lub tekturowy cylinder | ⑧ 4-mm otwór przewiercony dla
zawlecзки ⑨ |
| ④ Drewniany pręt | ⑨ Zawlecзка |
| ⑤ Materiał wybuchowy plastyczny | ⑩ Drewniana matryca dla ⑤ |

