387L0094

7.2.87 *EUROOPAN YHTEISÖJEN VIRALLINEN LEHTI* N:o 38/1

KOMISSION DIREKTIIVI,

annettu 8 päivänä joulukuuta 1986,

runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden ominaisuuksien, raja-arvojen ja räjähtämättömyyden valvontaa koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä

(87/94/ETY)

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan talousyhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon runsastyppisiä yksiravinteisia ammoniumnitraattilannoitteita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 15 päivänä heinäkuuta 1980 annetun neuvoston direktiivin 80/876/ETY([1]) ja erityisesti sen 8 artiklan,

ottaa huomioon jäsenvaltioiden lannoitteita koskevan lainsäädännön lähentämisestä 18 päivänä joulukuuta 1975 annetun neuvoston direktiivin 76/116/ETY([2]) ja erityisesti sen 9 artiklan 2 kohdan,

sekä katsoo, että

direktiivissä 80/876/ETY säädetään kyseisten lannoitteiden ominaisuudet, raja-arvot ja räjähtämättömyyskokeet; saman direktiivin 8 artiklassa säädetään, että tarkastus-, analyysi- ja koemenetelmät on toteutettava direktiivin 76/116/ETY 11 artiklassa säädetyn menettelyn mukaisesti,

direktiivissä 76/116/ETY säädetään ETY-lannoitteiden virallisesta valvonnasta sen tarkastamiseksi, että lannoitteiden laatua ja koostumusta koskevia, yhteisön säännöksissä asetettuja vaatimuksia noudatetaan,

ottaen huomioon runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden erityisluonne ja sen mukanaan tuomat vaatimukset yleisen turvallisuuden, kansanterveyden ja työsuojelun suhteen, on ilmeisesti tarpeen antaa näitä lannoitteita koskevia täydentäviä yhteisön sääntöjä,

puhtaiden ammoniumnitraattilannoitteiden näytteenotto ja analyysi ETY-lannoitteiden virallista tarkastusta varten suoritetaan niillä menetelmillä, jotka on selostettu komission direktiivissä 77/535/ETY([3]), sellaisena kuin se on muutettuna direktiivillä 79/138/ETY([4]),

saman menettelytavan mukaisesti vahvistetaan niiden lämpökäsittelyjen määrä, jotka näytteen on läpikäytävä ennen räjähtämättömyyskokeita, direktiivin 80/876/ETY liitteen II mukaisesti ja raskasmetallien raja-arvo vahvistetaan saman direktiivin liitteen I mukaisesti,

kuvatun kaltaisen suljettujen lämpökäsittelyjen menetelmän katsotaan aikaansaavan riittävän hyvin ne olosuhteet, jotka on otettava huomioon direktiivin 80/876/ETY soveltamisalalla; tämä menetelmä ei kuitenkaan välttämättä jäljittele kaikkia olosuhteita, jotka syntyvät kuljetettaessa lannoitteita irtotavarana vesitse, ja

tässä direktiivissä säädetyt toimenpiteet ovat lannoitteita koskevien kaupan teknisten esteiden poistamiseksi annettujen direktiivien mukauttamista tekniikan kehitykseen käsittelevän komitean lausunnon mukaisia,

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

1 artikla

1. Jäsenvaltioiden on toteutettava tarvittavat toimenpiteet sen varmistamiseksi, että direktiivissä 80/876/ETY annetut runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden virallisen valvonnan tarkastusmenetelmät, analyysit ja kokeet suoritetaan tämän direktiivin liitteessä II ja III vahvistettuja menetelmiä noudattaen.

([1]) EYVL N:o L 250, 23.9.1980, s. 7
([2]) EYVL N:o L 24, 30.1.1976, s. 21
([3]) EYVL N:o L 213, 22.8.1977, s. 1
([4]) EYVL N:o L 39, 14.2.1979. s. 3

2. Liitteessä I määritellään:

— sallittu raskasmetallipitoisuus,

— niiden lämpökäsittelyjen määrä, jotka näytteiden on läpikäytävä räjähtämättömyyskokeissa.

2 artikla

1. Jäsenvaltioiden on toteutettava tämän direktiivin noudattamisen edellyttämät toimenpiteet viimeistään 31 päivänä joulukuuta 1987. Niiden on ilmoitettava tästä komissiolle viipymättä.

2. Jäsenvaltioiden on toimitettava tässä direktiivissä tarkoitetuista kysymyksistä antamansa kansalliset säännökset kirjallisina komissiolle.

3 artikla

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

Tehty Brysselissä 8 päivänä joulukuuta 1986.

Komission puolesta
COCKFIELD
Varapuheenjohtaja

LIITE I

1. **Neuvoston direktiivin 80/876/ETY liitteen I 6 kohdan mukaiset raskasmetallien raja-arvot.**

1.1 Kuparipitoisuus ei saa ylittää 10 mg/kg.

1.2 Muille raskasmetalleille ei määrätä raja-arvoja.

2. **Neuvoston direktiivin 80/876/ETY liitteen II mukainen lämpökäsittelyjen määrä.**

Lämpökäsittelyjä on oltava viisi.

LIITE II

MENETELMÄT, JOILLA TARKASTETAAN, NOUDATETAANKO NEUVOSTON DIREKTIIVIN 80/876/ETY LIITTEESSÄ I JA II MÄÄRITELTYJÄ RAJA-ARVOJA

MENETELMÄ 1. LÄMPÖKÄSITTELYJEN SOVELTAMISMENETELMÄT

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tässä asiakirjassa määritellään runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden öljynpidätyskyky- ja räjähtämättömyyskokeita edeltävien lämpökäsittelyjen suorittaminen.

2. **Neuvoston direktiivin 80/876/ETY liitteessä I tarkoitetut lämpökäsittelyt**

2.1 *Soveltamisala*

Tätä menetelmää käytetään lämpökäsittelyyn ennen lannoitteen öljynpidätyskyvyn määrittämistä.

2.2 *Periaate ja määritelmä*

Näyte lämmitetään erlenmeyerpullossa huoneen lämpötilasta 50 °C:en ja pidetään tässä lämpötilassa kahden tunnin ajan (50 °C:n vaihe).

Näytettä jäähdytetään, kunnes saavutetaan 25 °C:n lämpötila ja näyte pidetään siinä lämpötilassa kahden tunnin ajan (25 °C:n vaihe). Peräkkäiset 50 °C:n ja 25 °C:n vaiheet muodostavat yhden lämpökäsittelyn.

Kun näyte on läpikäynyt kaksi lämpökäsittelyä, se pidetään 20 ± 30 °C:n lämpötilassa öljynpidätyskyvyn määrittelemiseksi.

2.3 *Laitteisto*

Tavalliset laboratoriolaitteet, erityisesti:

— vesialtaat, joiden lämpötila voidaan termostaatin avulla säätää 25(±1) ja 50(±1) °C:seen,

— erlenmeyerpulloja, joiden tilavuus on 150 ml.

2.4 *Menettely*

Kukin 70(±5) gramman näyte pannaan erlenmeyerpulloon, joka sen jälkeen suljetaan tulpalla.

Kukin pullo siirretään kahden tunnin välein 50 °C:n altaasta 25 °C:n altaaseen ja päinvastoin.

Allasveden lämpötila pidetään vakiona ja vesi pidetään liikkeessä sekoittamalla sitä nopeasti, jotta vedenpinta ulottuu näytteen pinnan yläpuolelle. Tulppa suojataan kondensaatiolta vaahtokumisuojuksella.

3. **Neuvoston direktiivin 80/876/ETY liitteen II mukaiset lämpökäsittelyt**

3.1 *Soveltamisala*

Tätä menetelmää käytetään räjähtävyyskoetta edeltävässä lämpökäsittelyssä.

3.2 *Periaate ja määritelmä*

Näyte lämmitetään vedenpitävässä laatikossa huoneen lämpötilasta 50 °C:seen ja pidetään tässä lämpötilassa tunnin ajan (50 °C:n vaihe). Sitten näytettä jäähdytetään, kunnes saavutetaan 25 °C:n lämpötila ja näyte pidetään siinä lämpötilassa tunnin ajan (25 °C:n vaihe). Peräkkäiset 25 °C:n ja 50 °C:n vaiheet muodostavat yhden lämpökäsittelyn. Kun näyte on läpikäynyt vaadittavan määrän lämpökäsittelyä, se pidetään 20 ± 3 °C:n lämpötilassa räjähtämättömyyskokeeseen saakka.

3.3 *Laitteisto*

— vesiallas, jonka lämpötilaa voidaan säädellä termostaatilla 20 °C:sta 51 °C:seen ja jonka pienin mahdollinen lämpenemis- ja jäähtymisnopeus on 10 °C/h, tai kaksi vesiallasta,

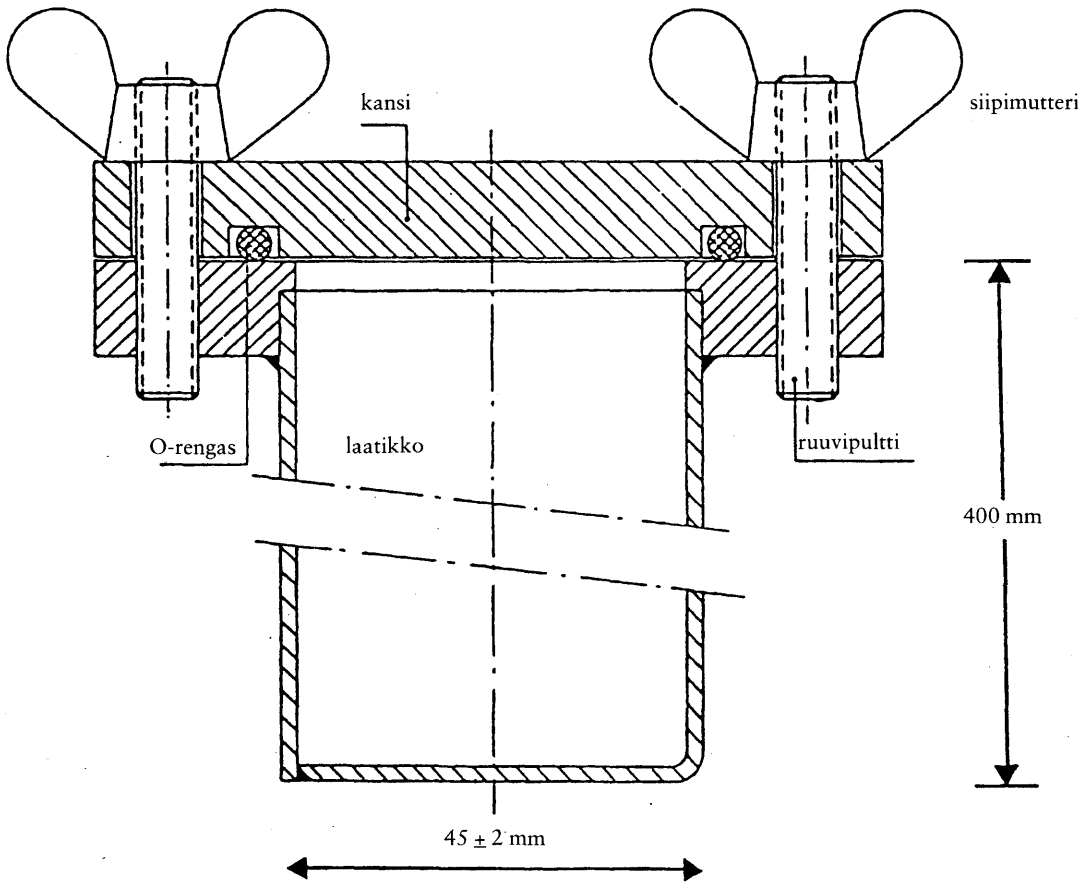
joista toisen lämpötila on termostaatilla säädetty 20 °C:seen ja toisen 51 °C:seen. Altaiden vettä sekoitetaan koko ajan; altaan tilavuus pitäisi olla niin suuri, että vesi pääsee kiertämään riittävästi.

— ruostumattomasta teräksestä valmistettu laatikko, joka on kaikkialta vedenpitävä ja jonka keskellä on lämpöanturi. Laatikon ulkoleveys on 45(±2)mm ja seinämien paksuus 1,5 mm (katso kuva 1); laatikon korkeus ja pituus voidaan valita niin, että ne sopivat vesihauteen mittoihin, esim. pituus 600 mm, korkeus 400 mm.

3.4 *Menettely*

Yhteen räjähdykseen riittävä määrä lannoitetta pannaan laatikkoon ja kansi suljetaan. Laatikko asetetaan vesialtaaseen. Vesi lämmitetään 51 °C:seen ja mitataan lämpötila lannoitteen keskeltä. Vesi jäähdytetään tunti sen jälkeen, kun lämpötila keskellä on noussut 50 °C:seen. Vettä lämmitetään jälleen tunti sen jälkeen. Kun lämpötila keskellä on 25 °C, vettä lämmitetään ja aloitetaan toinen lämpökierto. Jos käytetään kahta vesiallasta, laatikko siirretään toiseen altaaseen kunkin lämmittämis- tai jäähdyttämisjakson jälkeen.

Kuvio 1



MENETELMÄ 2. ÖLJYNPIDÄTYSKYVYN MÄÄRITTELEMINEN

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tässä asiakirjassa määritellään runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden öljynpidätyskyvyn määrityksessä käytettävä menetelmä.

Tätä menetelmää voidaan soveltaa sekä pellettimuotoisiin että rakeisiin lannoitteisiin, jotka eivät sisällä öljyyn liukenevia ainesosia.

2. **Määritelmä**

Lannoitteen öljynpidätyskyky: Lannoitteeseen jäävän öljyn määrä, joka määritetään tietyissä käyttöolosuhteissa ja ilmaistaan painoprosentteina.

3. **Periaate**

Koe-erän upottaminen kokonaan kaasuöljyyn tietyksi ajaksi ja sitä seuraava ylijäämäöljyn suodattaminen tietyissä olosuhteissa. Koe-erän massan lisäyksen mittaus.

4. **Reagenssit**

Kaasuöljy

Viskositeetti enimmillään: 5 mPas 40 °C:ssa

Tiheys: 0,8–0,85 g/ml 20 °C:ssa

Rikkipitoisuus: ≤ 1,0 % (m/m)

Tuhka: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Laitteisto**

Tavalliset laboratoriolaitteet ja:

5.1 Vaaka, jolla voidaan punnita 0,01 gramman tarkkuudella.

5.2 Dekantterilasi, jonka tilavuus on 500 ml.

5.3 Muovisuppilo, yläpäässä mielellään lieriömäinen seinämä, halkaisija noin 200 mm.

5.4 Koeseula, 0,5 mm:n aukot, suppiloon sopiva (5.3).

Huom. Tämä suppilon ja seulan koko takaa, että vain muutamia rakeita on päällekkäin ja että öljy suodattuu helposti.

5.5 Suodatinpaperia, nopeaa suodatuslaatua, poimutettua, pehmeää, paino 150 g/m^2.

5.6 Imupaperia (laboratoriolaatua)

6. **Menettely**

6.0 Saman koenäytteen eri osista suoritetaan kaksi erillistä määritystä nopeasti peräkkäin.

6.1 0,5 mm pienemmät hiukkaset poistetaan koeseulalla (5.4). Näytettä punnitaan 50 grammaa 0,01 gramman tarkkuudella dekantterilasiin (5.2). Lisätään niin paljon kaasuöljyä (kohta 4), että se peittää rakeet kokonaan. Sekoitetaan varovasti ja varmistetaan, että kaikkien rakeiden pinta on kokonaan kastunut. Dekantterilasi peitetään kellolasilla ja jätetään tunniksi 25(± 2) °C:seen.

6.2 Dekantterilasin sisältö suodatetaan kokonaan suppilon läpi (5.3), jossa on koeseula (5.4). Aines jätetään seulaan tunniksi, jotta suurin osa ylimääräisestä öljystä pääsee suodattumaan pois.

6.3 Kaksi suodatinpaperia (5.5) (noin 500 x 500 mm) asetetaan päällekkäin tasaiselle pinnalle; molempien suodatinpapereiden neljä reunaa taitetaan ylöspäin noin 40 mm:n leveydeltä, jotta rakeet eivät pyöri pois. Suodatinpapereiden keskelle asetetaan kaksi kerrosta imupaperia (5.6). Seulan (5.4) koko sisältö kaadetaan imupapereille ja rakeet levitetään tasaisesti pehmeällä, laakealla harjalla. Kahden minuutin kuluttua kankaita nostetaan toiselta laidalta ja rakeet siirretään alla oleville suodatinpapereille ja ne levitetään papereille tasaisesti harjalla. Toinen suodatinpaperi asetetaan reunat samalla tavoin ylös käännettyinä näytteen päälle ja rakeita pyöritetään papereiden välissä pyörivillä liikkeillä hiukan painaen. Pysähdytään aina kahdeksan pyörittävän liikkeen jälkeen ja nostetaan suodatinpapereiden vastakkaisia reunoja niin, että reunoille pyörineet rakeet palaavat keskustaan. Menetellään seuraavasti: Pyöritetään neljä täyttä ympyrää, ensin myötäpäivään ja sitten vastapäivään. Sitten rakeet vieritetään takaisin keskelle edellä kuvatulla tavalla. Koko sarja toistetaan kolme kertaa (24 pyöritystä, reunoja nostetaan kaksi kertaa). Uusi suodatinpaperi asetetaan varovasti alimman ja sen yllä olevan paperin väliin ja rakeet vieritetään uudelle paperille nostamalla ylemmän paperin reunoja. Rakeet peitetään uudella suodatinpaperilla ja yllä kuvattu sarja toistetaan. Rakeet kaadetaan välittömästi pyörittämisen jälkeen taarattuun kulhoon, ja rakeet punnitaan uudelleen 0,01 gramman tarkkuudella niiden sisältämän kaasuöljyn määrän määrittämiseksi.

6.4 *Pyörityksen toistaminen ja uudelleenpunnitus*

Jos erän sisältämän kaasuöljyn määrä ylittää 2,00 grammaa, erä levitetään uusille suodatinpapereille, pyörittäminen toistetaan ja kulmia nostetaan kohdan 6.3 mukaisesti (kaksi kertaa kahdeksan pyöritystä, nosto kerran). Sen jälkeen erä punnitaan uudelleen.

7. **Tulosten laskeminen**

7.1 *Laskemismenetelmä ja kaava*

Jokaisessa määrityksessä (6.0) öljynpidätyskyky ilmaistuna prosentteina seulotun koe-erän massasta saadaan yhtälöstä:

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

jossa:

m_1 on seulotun erän (6.1) massa grammoina;

m_2 on kohtien 6.3 tai 6.4 mukainen viimeisessä punnituksessa saatu koe-erän massa grammoina.

Tulokseksi otetaan kahden määrityksen aritmeettinen keskiarvo.

MENETELMÄ 3. PALAVIEN AINESOSIEN MÄÄRITTELY

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tässä asiakirjassa määritellään menetelmä runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden palavan sisällön määrittämiseksi.

2. **Periaate**

Epäorgaanisten täyteaineiden tuottama hiilidioksidi poistetaan etukäteen hapolla. Orgaaniset yhdisteet hapetetaan kromihapon ja rikkihapon seoksella. Muodostuva hiilidioksidi absorboidaan bariumhydroksidiliuokseen. Sakka liuotetaan suolahappoliuokseen ja mitataan titraamalla se takaisin natriumhydroksidiliuoksen kanssa.

3. **Reagenssit**

3.1 Kromi(VI)trioksidi C_2rO_3, analyysilaatua.

3.2 Rikkihappo, laimennettu 60 tilavuusprosenttiin — (tiheys 20 °C:ssa = 1,83 g/ml):

kaadetaan 360 ml vettä yhden litran dekatterilasiin ja lisätään varovasti 640 ml rikkihappoa.

3.3 Hopeanitraatti: 0,1 M liuos;

3.4 Bariumhydroksidi:

Punnitaan 15 grammaa bariumhydroksidia ($Ba(OH)_2.8H_2O$), liuotetaan se kokonaan kuumaan veteen. Annetaan jäähtyä ja siirretään yhden litran pulloon. Täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Suodatetaan taitetun suodatinpaperin läpi.

3.5 Suolahappo: 0,1 M liuos;

3.6 Natriumhydroksidi: 0,1 M liuos;

3.7 Bromfenolisininen: liuos, jossa 0,4 grammaa litrassa vettä;

3.8 Fenolftaleiini: liuos, jossa 2 g/l, 60 %:ssa etanolissa (t/t).

3.9 Natronkalkki: hiukkaskoko noin 1,0–1,5 mm.

3.10 Ionipuhdistettu vesi, juuri keitetty hiilidioksidin poistamiseksi.

4. **Laitteisto**

4.1 Tavalliset laboratoriolaitteet, etenkin:

— suodatinupokas, jossa on sintterilevy (= lasisuodatin) ja jonka tilavuus on 15 ml; levyn läpimitta: 20 mm; kokonaiskorkeus 50 mm huokoisuus 4 (huokosen läpimitta 5–15 μm);

— 600 ml:n dekantterilasi.

4.2 Paineistettua typpeä.

4.3 Laitteisto, joka on valmistettu seuraavista osista ja koottu, mikäli mahdollista, pallohioksilla (ks. kuvio 2).

4.3.1 Noin 200 mm pitkä ja noin 30 mm:n läpimittainen absorptioputki A, joka on täytetty natronkalkilla (3.9) joka pysyy paikallaan lasivillatuppojen avulla.

4.3.2 500 ml:n pyöreäpohjainen reaktiopullo B, jossa on sivuputki.

4.3.3 Noin 150 mm:n pituinen Vigreux-jakotislauskolonni (C').

4.3.4 Kaksipintalauhdutin C, 200 mm:n pituinen.

4.3.5 Drechsel-pullo D, johon kertyy ylimääräinen, ylitihkuva happo.

4.3.6 Jäähaude E, joka pitää Drechsel-pullon viileänä.

4.3.7 Kaksi absorptioastiaa F_1 ja F_2, läpimitaltaan 32–35 mm, joiden kaasunjakajana on 10 mm:n pienihuokoinen lasisintteri.

4.3.8 Imupumppu ja imunsäätölaite G, T-haara, jonka sivuputki on yhdistetty ohueen kapillaariputkeen, jossa on jatkona kumiletku ja letkun kiristin.

Varoitus:

Kiehuvan kromihappoliuoksen käyttö laitteistossa alhaisessa paineessa on vaarallinen toimenpide ja vaatii asiaankuuluvia varotoimia.

5. **Menettely**

5.1 *Analyysinäyte*

Punnitaan noin 10 grammaa ammoniumnitraattia 0,001 gramman tarkkuudella.

5.2 *Karbonaattien poisto*

Analyysinäyte pannaan reaktiopulloon B. Lisätään 100 ml H_2SO_4:ta (3.2). Rakeet liukenevat noin 10 minuutissa huoneen lämpötilassa. Laitteisto kootaan kaavakuvan mukaan: absorptioputken (A) toinen pää liitetään typpisäiliöön (4.2) 5–6 mm elohopeaa sisältävän yksisuuntaisen virtauslaitteen kautta ja toinen pää sisääntuloputkeen, joka johtaa reaktiopulloon. Vigreux-jakotislauskolonni (C') ja lauhdutin (C) vesikiertoineen asennetaan paikoilleen. Typen virtaus säädetään niin, että sitä virtaa kohtuullinen määrä liuoksen läpi, liuos kuumennetaan kiehumispisteeseen ja sitä lämmitetään kaksi minuuttia. Tämän ajan kuluttua ei enää pitäisi esiintyä kuplintaa; jos kuplintaa kuitenkin näkyy, jatketaan lämmittämistä 30 minuuttia. Liuoksen annetaan jäähtyä ainakin 20 minuuttia typen virratessa sen läpi.

Laitteisto kootaan valmiiksi kaavakuvan mukaisesti yhdistämällä lauhdutinputki Drechsel-pulloon (D) ja pullo absorptioastioihin F_1 ja F_2. Typen on virrattava liuoksen läpi kokoamisenkin aikana. Kumpaankin absorptioastiaan (F_1 ja F_2) kaadetaan nopeasti 50 ml bariumhydroksidiliuosta (3.4).

Typpikuplien annetaan virrata noin 10 minuuttia. Liuoksen on pysyttävä kirkkaana absorptioastioissa. Jos näin ei tapahdu, karbonaatinpoistoprosessia on tarkistettava.

5.3 *Hapetus ja absorptio*

Kun typen sisääntuloputki on vedetty pois, kaadetaan joukkoon nopeasti 20 grammaa kromitrioksidia (3.1) ja 6 ml hopeanitraattiliuosta (3.3) reaktiopullon (B) sivuhaaran kautta. Laitteisto yhdistetään imupumppuun ja typpivirtaa säädetään niin, että absorptioastioiden F_1 ja F_2 sinttereiden kautta kulkee tasainen virta kaasukuplia.

Reaktiopulloa (B) lämmitetään, kunnes neste kiehuu ja se pidetään kiehumistilassa puolitoista tuntia([1]). Imua säätelevää venttiiliä (G) on ehkä säädettävä typpivirran ohjaamiseksi, sillä kokeen aikana sakkautuva bariumkarbonaatti saattaa tukkia sintterilevyt. Toimenpide tapahtuu tyydyttävästi, kun absorptioastiassa F_2 oleva bariumhydroksidiliuos pysyy kirkkaana. Muutoin koe on toistettava. Lämmittäminen lopetetaan ja laitteisto puretaan. Jokainen jakaja pestään sekä sisäettä ulkopuolelta bariumhydroksidin poistamiseksi ja pesuvesi kerätään vastaavaan absorptioastiaan. Jakajat pannaan yksitellen 600 ml:n dekantteriin, jota myöhemmin käytetään määrityksessä.

Suodatetaan nopeasti imusuodatuksella ensin absorptioastian F_2 sisältö ja sen jälkeen astian F_1 käyttäen sintteriupokasta. Sakka kerätään huuhtelemalla absorptioastiat vedellä (3.10) ja upokas pestään 50 ml:lla samaa vettä. Upokas asetetaan 600 ml:n dekantteriin ja lisätään noin 100 ml keitettyä vettä (3.10). Kumpaankin absorptioastiaan kaadetaan 50 ml keitettyä vettä ja typen annetaan kulkea jakajien läpi viiden minuutin ajan. Vesi yhdistetään dekantterissa olevan veden kanssa. Toimenpide toistetaan, kunnes jakajat on huuhdeltu perusteellisesti.

5.4 *Orgaanisesta aineksesta peräisin olevien karbonaattien mittaaminen*

Lisätään viisi tippaa fenolftaleiinia (3.8) dekantterin sisältöön. Liuoksesta tulee väriltään punaista. Titrataan suolahapolla (3.5) kunnes vaaleanpunainen väri katoaa. Upokkaassa olevaa liuosta sekoitetaan hyvin ja tarkistetaan näin, ettei vaaleanpunainen väri ilmesty uudelleen. Lisätään viisi tippaa bromfenolisinistä ja titrataan suolahapolla, kunnes liuos muuttuu keltaiseksi. Lisätään vielä 10 ml suolahappoa.

Liuos lämmitetään kiehumispisteeseen ja kiehumisen annetaan jatkua korkeintaan minuutin. Varmistetaan, ettei nesteeseen jää sakkaa.

Annetaan jäähtyä ja titrataan takaisin natriumhydroksidiliuoksella (3.6).

6. **Sokeakoe**

Sokeakoe suoritetaan samaa menettelytapaa noudattaen ja käyttäen samoja määriä kaikkia reagensseja.

7. **Tulosten laskeminen**

Palavien aineiden määrä (C) ilmaistuna hiilenä ja painoprosenttina näytteestä saadaan kaavasta:

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

jossa:

E = koe-erän massa grammoina;

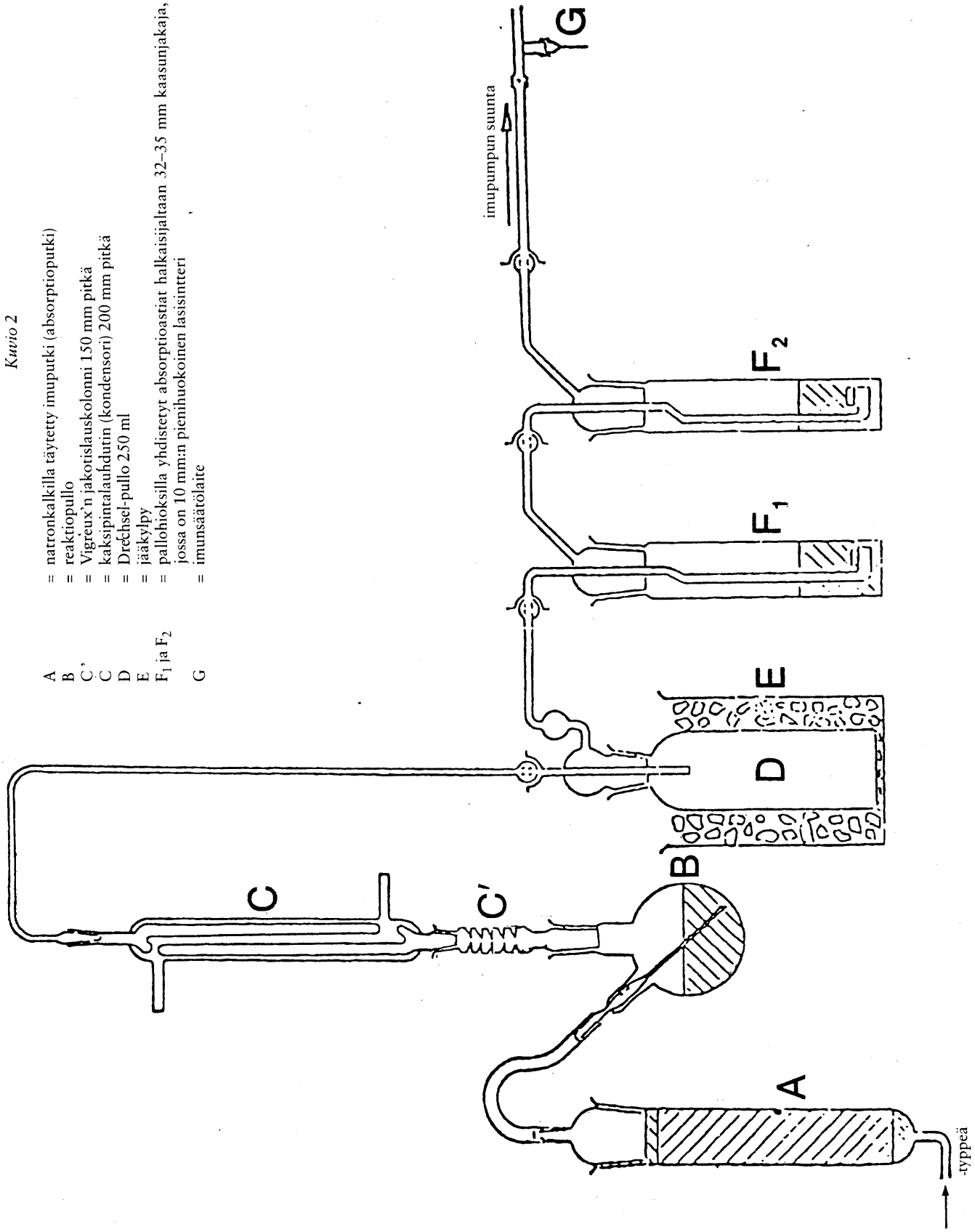
V_1 = lisätyn 0,1 M suolahapon kokonaistilavuus ml:na fenolftaleiinin värinmuutoksen jälkeen;

V_2 = takaisintitrauksessa käytetyn 0,1 M natriumhydroksidiliuoksen tilavuus ml:na

([1]) Puolentoista tunnin reaktioaika riittää useimmille orgaanisille aineille, kun katalysaattorina käytetään hopeanitraattia.

Kuvio 2

A = natronkalkilla täytetty imuputki (absorptioputki)
B = reaktiopullo
C' = Vigreux'n jakotislauskolonni 150 mm pitkä
C = kaksipintalauhdutin (kondensori) 200 mm pitkä
D = Drechsel-pullo 250 ml
E = jäähylpy
F_1 ja F_2 = pallohioksilla yhdisteryt absorptioastiat halkaisijaltaan 32–35 mm kaasunjakaja, jossa on 10 mm:n pienihuokoinen lasisintteri
G = imunsäätölaite



MENETELMÄ 4. pH-ARVON MÄÄRITTELY

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tällä asiakirjalla määritellään menetelmä runsastyppisen yksiravinteisen ammoniumnitraattilannoiteliuoksen pH-arvon mittaamiseksi.

2. **Periaate**

Ammoniumnitraattiliuoksen pH-arvo mitataan pH-mittarilla.

3. **Reagenssi**

Hiilidioksiditon tislattu vesi tai hiilidioksiditon ionipuhdistettu vesi.

3.1 *Puskuriliuos, pH 6.88 20 °C:ssa*

3,4 ± 0,01 grammaa kaliumvetyortofosfaattia (KH_2PO_4) liuotetaan noin 400 ml:aan vettä. 3,55 ± 0,01 grammaa dinatriumvetyrotofosfaattia (NA_2HPO_4) liuotetaan noin 400 ml:aan vettä. Liukset kaadetaan

1 000 ml:n mittapulloon, täytetään merkkiin ja sekoitetaan. Liuosta säilytetään ilmatiiviissä astiassa.

3.2 *Puskuriliuos, pH 4,00 20 °C:ssa*

10,21 ± 0,01 grammaa kaliumvetyftalaattia ($KHC_8O_4H_4$) liuotetaan veteen, siirretään 1 000 ml:n mittapulloon, täytetään merkkiin ja sekoitetaan.

Liuosta säilytetään ilmatiiviissä astiassa.

3.3 Kaupallisilta markkinoilta saatavaa pH-standardiliuosta voidaan käyttää.

4. **Laitteisto**

pH-mittari, varustettu lasi- ja kalomelielektrodilla tai vastaavalla. Herkkyys 0,05 pH-yksikköä.

5. **Menettely**

5.1 *pH-mittarin kalibrointi*

pH-mittari (4) kalibroidaan 20 (± 1) °C:ssa käyttämällä puskuriliuosta (3.1), (3.2) tai (3.3). Liuoksen pintaan johdetaan hidas typpivirta ja virtausta pidetään yllä koko kokeen ajan.

5.2 *Määritys*

100,0 ml vettä kaadetaan 250 ml:n dekantteriin, jossa on 10 (± 0,01) grammaa näytettä. Kirkkaan liuoksen pH-arvo mitataan 20 (± 1) °C:ssa samalla tavalla kuin mittaria kalibroitaessa.

6. **Tulosten laskeminen**

Tulos ilmoitetaan pH-yksikkönä pyöristettynä lähimpään kymmenesosayksikköön ja käytetty lämpötila mainitaan.

MENETELMÄ 5. HIUKKASKOON MÄÄRITYS

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tällä asiakirjalla määritellään menetelmä runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden seulomiseksi.

2. **Periaate**

Näyte seulotaan kolmesta sisäkkäisestä seulasta muodostuneessa yksikössä joko käsin tai koneellisesti. Kuhunkin seulaan jäävä massa merkitään muistiin ja seulan läpäisseen materiaalin prosenttiosuus lasketaan.

3. **Laitteisto**

3.1 200 mm:n läpimittaiset metallilangasta valmistetut koeseulat, joiden aukot ovat 2,0 mm, 1,00 mm ja 0,5 mm. Näillä seuloilla on yksi kansi ja säiliö.

3.2 Vaaka, jolla voidaan punnita 0,1 gramman tarkkuudella.

3.3 Mekaaninen seulantäristin (jos käytettävissä), joka liikuttaa koekappaletta sekä pysty- että vaakasuunnassa.

4. **Menettely**

4.1 Näyte jaetaan edustavasti noin 100 gramman annoksiin.

4.2 Yksi annoksista punnitaan 0,1 g:n tarkkuudella.

4.3 Seulat asetetaan suuruusjärjestykseen seuraavasti: säiliö, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm ja punnittu koeannos pannaan ylimpään seulaan. Kansi ja pohjasäiliö kiinnitetään.

4.4 Seulaa ravistetaan joko käsin tai koneella sekä pysty- että vaakasuunnassa. Jos ravistetaan käsin, seulaa kopautetaan toisinaan. Tätä jatketaan 10 minuuttia tai siihen asti, että määrä, joka läpäisee kunkin seulan minuutissa jää alle 0,1 gramman.

4.5 Seulat irrotetaan kukin vuorollaan ja niihin kasaantunut materiaali kerätään. Tarvittaessa harjataan kevyesti pehmeällä harjalla seulan kääntöpuolelta.

4.6 Kuhunkin seulaan sekä säiliöön kertynyt aines punnitaan 0,1 g:n tarkkuudella.

5. **Tulosten arviointi**

5.1 Muunnetaan hiukkasmassat kokonaishiukkasmassan (ei alkuperäismäärän) prosenttiosaksi.

Lasketaan säiliössä olevan materiaalin prosenttiosuus (ts. > 0,5 mm): A %

Lasketaan 0,5 mm:n seulalla saatu materiaali: B %

Lasketaan 1,0 mm:n seulan läpäisseen materiaalin prosenttiosuus ts. (A + B) %

Hiukkasmassojen summan tulisi olla enintään 2 % alkuperäisestä massasta.

5.2 On tehtävä vähintään kaksi erillistä analyysia. A:n rinnakkaistulosten ei tulisi erota enempää kuin 1,0 % toisistaan eikä B:n enempää kuin 1,5 % (absoluuttisesti). Mikäli näin ei ole, koe toistetaan.

6. **Tulosten ilmoittaminen**

Tulos ilmoitetaan kahden määrityksen keskiarvona A:lle (> 0,5 mm) ja A + B:lle (> 1 mm).

MENETELMÄ 6. KLORIDI-IONINA OLEVAN KLOORIPITOISUUDEN MÄÄRITTÄMINEN

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tällä asiakirjalla määritellään menetelmä runsastyppisten yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden kloridi-ionina olevan klooripitoisuuden määrittämiseksi.

2. **Periaate**

Veteen liuonneet kloridi-ionit määritetään potentiometrisellä titrauksella hopeanitraatilla happamassa liuoksessa.

3. **Reagenssit**

Kloriditon tislattu vesi tai kloriditon ionipuhdistettu vesi.

3.1 Asetoni AR

3.2 Väkevä typpihappo (tiheys 20 °C:ssa = 1,40 g/ml)

3.3 Hopeanitraatti 0,1 M standardiliuos. Liuosta säilytetään ruskeassa lasipullossa.

3.4 Hopeanitraatti 0,004 M standardiliuos — Liuos valmistetaan käyttöhetkellä.

3.5 Kaliumkloridi. 0,1 M standardireferenssiliuos. Punnitaan 0,1 mg:n tarkkuudella 3,7276 grammaa kaliumkloridia a.p., jota on juuri kuivattu tunnin ajan 130 °C:ssa uunissa ja jäähdytetty eksikkaattorissa huoneenlämpöiseksi. Liuotetaan pieneen vesimäärään, kaadetaan liuos 500 ml:n mittapulloon, laimennetaan merkkiin asti ja sekoitetaan.

3.6 Kaliumkloridi, 0,004 M standardireferenssiliuos — Liuos valmistetaan käyttöhetkellä.

4. **Laitteisto**

4.1 Potentiometri, jossa on hopeaindikaattori- ja kalomelireferenssielektrodi, herkkyys 2 mV, joka kattaa alueen -500 — +500 mV.

4.2 Kyllästynyttä kaliumnitraattiliuosta sisältävä mittasilta, joka on kytketty kalomelielektrodiin (4.1.) ja jonka päissä on huokoiset tulpat.

H u o m. Mittasiltaa ei tarvita, jos käytetään hopea- ja elohopea(1)sulfaattielektrodeja.

4.3 Magneettisekoitin, jossa on teflonpeitteinen sauva

4.4 Ohutkärkinen mikrobyretti, jossa on asteikko 0,01 ml:n välein

5. **Menettely**

5.1 *Hopeanitraattiliuoksen standardointi*

Pipetoidaan 5,00 ml ja 10,00 ml standardireferenssi-kaliumkloridiliuosta (3.6) kahteen matalaan, esim 250 ml:n kokoiseen keittolasiin. Kummankin keittolasin sisältö titrataan seuraavasti:

Keittolasiin lisätään 5 ml typpihappoliuosta (3.2), 120 ml asetonia (3.1) ja riittävästi vettä niin, että nesteen kokonaismäärä on noin 150 ml. Magneetti- sekoittimen sauva (4.3) asetetaan keittolasiin ja sekoitin käynnistetään. Hopeaelektrodi (4.1.) sekä mittasillan vapaa pää (4.2) upotetaan liuokseen. Elektrodit yhdistetään potentiometriin (4.1) ja kun laitteen 0-kohta on varmistettu, merkitään aloitusjännitteen arvo.

Titrataan mikrobyretillä (4.4) ja lisää aluksi 4 (5 ml:n pipetointi) tai 9 ml (10 ml:n pipetointi) hopeanitraattiliuosta. Jatketaan lisäämistä 0,1 ml:n annoksilla 0,004 M liuosta tai 0,05 ml annoksilla 0,1 M liuosta. Kunkin lisäyksen jälkeen odotetaan jännitteen tasaantumista.

Lisätyt määrät sekä vastaavat jännitearvot merkitään taulukon kahteen ensimmäiseen palstaan.

Merkitään taulukon kolmanteen palstaan toisiaan seuraavat jännitteen E lisäykset ($\Delta_1 E$). Neljänteen palstaan merkitään jännitteen lisäysten ($\Delta_1 E$) positiiviset tai negatiiviset erot ($\Delta_2 E$). Titraustulos vastaa 0,1 tai 0,05 ml:n annoksen hopeanitraattiliuoksen lisäystä, jonka maksimiarvo on $\Delta_1 E$.

Titrauksen päätepisteen tulosta vastaavan hopeanitraattiliuoksen tarkan määrän (V_{eq}) laskemiseksi käytetään seuraavaa kaavaa:

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

jossa

V_0 on hopeanitraattiliuoksen kokonaismäärä millilitroina suurinta potentiaalinhyppäystä edeltävässä kohdassa

V_1 on viimeisen lisätyn hopeanitraattiliuosannoksen (0,1 tai 0,05) määrä millilitroina

b on Δ_2E:n viimeinen positiivinen arvo

B on Δ_2E:n viimeisen positiivisen arvon ja ensimmäisen negatiivisen arvon itseisarvojen summa (ks. taulukko 1).

5.2 *Sokeakoe*

Suoritetaan sokeakoe ja se otetaan huomioon lopputulosta laskettaessa.

Reagenttien sokeakokeen tulos V_4 ilmaistaan millilitroina seuraavalla kaavalla:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

jossa

V_2 on käytetyn 10 ml:n kaliumkloridistandardireferenssiliuoksen titrausta vastaavan hopeanitraattiliuoksen tarkan määrän (V_{eq}) arvo millilitroina;

V_3 on käytetyn 5 ml:n kaliumkloridistandardireferenssiliuoksen titrausta vastaavan hopeanitraattiliuoksen tarkan määrän (V_{eq}) arvo millilitroina.

5.3 *Tarkistuskoe*

Sokeakoetta voidaan käyttää myös tarkistuskokeena laitteen tyydyttävän toiminnan ja menetelmän oikein soveltamisen toteamiseksi.

5.4 *Määrittely*

Punnitaan 250 ml:n keittolasiin 10—20 g näytettä 0,01 g:n tarkkuudella. Lisätään 20 ml vettä, 5 ml typpihappoliuosta (3.2), 120 ml asetonia (3.1) ja riittävästi vettä niin että liuoksen kokonaismäärä on noin 150 ml.

Pannaan magneettisekoittimen sauva (4.3) keittolasiin, asetetaan keittolasi sekoittimeen ja käynnistetään sekoitin. Asetetaan hopeaelektrodi (4.1) ja mittasillan (4.2) vapaa pää liuokseen, yhdistetään elektrodit potentiometriin (4.1) ja sen jälkeen kun laitteen 0-kohta on todettu, huomioidaan alkujännitteen arvo.

Titrataan hopeanitraattiliuoksella lisäämällä mikrobyretillä (4.4) 0,1 ml. Kunkin lisäyksen jälkeen odotetaan kunnes jännite tasaantuu.

Jatketaan titrausta 5.1 kohdan mukaisesti tavalla alkaen 4. kappaleesta : "Merkitään lisätyt määrät sekä vastaavat jännitearvot taulukon kahteen ensimmäiseen palstaan".

6. **Tulosten laskeminen**

Tulos ilmaistaan analyysista saatuna näytteen klooriprosenttina.

Lasketaan klooripitoisuuden (Cl) prosenttiosuus seuraavalla kaavalla:

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

jossa

T on käytetyn hopeanitraattiliuoksen molaarisuus;

V_4 on sokeakokeen (5.2) tulos millilitroina;

V_5 on määrittelyä (5.4) vastaavan V_{eq}:n arvo millilitroina;

m on koeannoksen massa grammoina.

Taulukko 1

ESIMERKKI

Hopeanitraattiliuoksen määrä V	Jännite E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176		
		35	
4,90	211		+ 37
		72	
5,00	283		- 49
		23	
5,10	306		- 10
		13	
5,20	319		

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

MENETELMÄ 7. KUPARIN MÄÄRITTÄMINEN

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tällä asiakirjalla määritellään menetelmä runsaasti typpiä sisältävien yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden kuparisisällön määrittämiseksi.

2. **Periaate**

Näyte liuotetaan laimeaan kloorivetyhappoon ja kuparipitoisuus määritetään atomiabsorptiospektrofotometrillä.

3. **Reagenssit**

3.1 Kloorivetyhappo (tiheys 20 °C asteessa = 1,18 g/ml)

3.2 Kloorivetyhappo, 6 M liuos

3.3 Kloorivetyhappo, 0,5 M liuos

3.4 Ammoniumnitraatti

3.5 Vetyperoksidi, 30 %

3.6 Kupariliuos([1]) (varastoliuos): punnitaan 1 gramma puhdasta kuparia 0,001 g:n tarkkuudella, liuotetaan 25 ml:aan 6 M kloorivetyhappoliuosta (3.2), lisätään 5 ml vetyperoksidia (3.5) annoksittain ja laimennetaan 1 litraksi vedellä. 1 ml tätä liuosta sisältää 1 000 mikrogrammaa kuparia (Cu).

3.6.1 Kupariliuos (laimennettu): pipetoidaan 10 ml varastoliuosta (3.6) 100 ml:aan vettä ja pipetoidaan 10 ml tätä liuosta 100 ml:aan vettä. 1 ml lopullista liuosta sisältää 10 mikrogrammaa kuparia (Cu).

Valmistetaan liuos käyttöhetkellä.

4. **Laitteisto**

Atomiabsorptiospektrofotometri, johon kuuluu kuparilamppu (324,8 nm)

([1]) Kaupallisesti saatavaa kuparistandardiliuosta voidaan käyttää.

5. **Menettely**

5.1 *Liuoksen valmistus analyysia varten*

Punnitaan 25 grammaa näytettä 0,001 g:n tarkkuudella 400 ml:n keittolasiin, lisätään varovasti 20 ml kloorivetyhappoa (3.1) (hiilidioksidin muodostuminen voi aiheuttaa voimakkaan reaktion). Tarvittaessa lisätään kloorivetyhappoa. Kun kuohunta on päättynyt, haihdutetaan näyte kuivaksi höyryhauteessa sekoittaen joskus lasisauvalla. Lisätään keittolasiin 15 ml 6 M kloorivetyhappoliuosta (3.2) sekä 120 ml vettä. Sekoitetaan lasisauvalla, joka pitäisi jättää keittolasiin, ja peitetään astia kellonlasilla. Keitetään liuosta varovasti kunnes näyte on täysin liuennut ja jäähdytetään.

Siirretään liuos kvantitatiivisesti 250 ml:n mittapulloon huuhtomalla keittolasi 5 ml:lla 6 M kloorivetyhappoa (3.2) ja kaksi kertaa kiehuvalla vedellä, täytetään 0,5 M kloorivetyhapolla (3.3) merkkiin ja sekoitetaan huolellisesti.

Suodatetaan kuparittoman suodatinpaperin([1]) läpi poistaen ensimmäiset 50 ml.

5.2 *Sokealiuos*

Valmistetaan sokealiuos, josta on jätetty pois ainoastaan näyte, ja se huomioidaan lopullisten tulosten laskemisessa.

5.3 *Määritys*

5.3.1 Näyte — ja sokeakoeliuoksen valmistaminen

Laimennetaan näyteliuos (5.1) ja sokealiuos (5.2) 0,5 M kloorivetyhappoliuoksella (3.3) sopivaksi spektrometrin optionaaliselle mittausalueelle. Tavallisesti laimentamista ei tarvita.

5.3.2 Kalibrointiliuosten valmistaminen

Standardiliuos (3.6) laimennetaan 0,5 M suolahappoliuoksella (3.3) ja valmistetaan näin vähintään viisi standardiliuosta, jotka vastaavat spektrometrin optimaalista mittausalaa (0—5,0 µg/ml Cu). Ennen kuin lasi täytetään merkkiin asti, lisätään jokaiseen ammoniumnitraattiliuokseen (3.4) liuosta niin, että lopullinen väkevyys on 100 mg/ml.

5.4 *Mittaaminen*

Spektrometri (4) säädetään 324,8 nm:n aallonpituudelle. Käytetään hapettavaa ilma-asetyleeniliekkiä. Suihkutetaan peräkkäin kolme kertaa kalibrointiliuosta (5.3.2), näyteliuosta ja sokealiuosta (5.3.1). Laite huuhdotaan tislatulla vedellä jokaisen suihkutuksen välillä. Piirrä kalibrointikäyrä käyttämällä kunkin käytetyn standardin absorbanssia ordinaattana sekä abskissana (x-akselina) vastaavaa kuparin konsentraatiota (mikrog/ml.).

Määritetään näyte- ja sokealiuoksen kuparipitoisuus kalibrointikäyrän avulla.

6. **Tulosten laskeminen**

Näytteen kuparipitoisuus lasketaan ottamalla huomioon alkupunnitus, analyysin aikana tehdyt laimennukset sekä sokeakokeen tulos. Tulos ilmoitetaan mg Cu/kg.

([1]) Whatman 541 tai vastaava

LIITE III

RÄJÄHTÄVYYDEN MÄÄRITTÄMINEN

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Tällä asiakirjalla määritellään menetelmä runsaasti typpeä sisältävien yksiravinteisten ammoniumnitraattilannoitteiden räjähtävyyden määrittämiseksi.

2. **Periaate**

Näytekappale suljetaan teräsputkeen, jossa se altistetaan räjähdyspanoksen aiheuttamalle tärähdykselle. Räjähdyksen eteneminen määritetään niiden lyijysylinterien kokoonpainumisesta, joiden päälle putki asettuu vaakatasossa kokeen aikana.

3. **Materiaalit**

3.1 83—86 % pentriittiä sisältävä muoviräjähde
Tiheys: 1 500—1 600 kg/m^3
Räjähdysnopeus: 7 300—7 700 m/s
Paino: 500 ± 1 g

3.2 Seitsemän pituussuunnassa joustavaa sytytyslankaa, joiden päällys ei sisällä metallia
Täytepaino/täyttöpaino: 11—13 g/m
Kunkin langan pituus: 400 ± 2 mm

3.3 Sekundaarisesta räjähdysaineesta puristettu pelletti sytyttimen asettamista varten.
Räjähde: heksogeeni/vaha 95/5 tai tetryyli tai samankaltainen sekundääriräjähde, voi sisältää grafiittia
Tiheys: 1 500—1 600 kg/m^3
Halkaisija: 19—21 mm
Korkeus: 19—23 mm
Keskussyvennys sytytintä varten: halkaisija 7—7,3 mm, syvyys 12 mm

3.4 ISO 65—1981 — Raskaat sarjat mukainen saumaton teräsputki, jonka nimellisdimensiot (ulottuvuus) DN 100(4″)
Ulkohalkaisija: 113,1—115,0 mm
Seinän paksuus: 5,0—6,5 mm
Pituus: 1 005 (± 2) mm

3.5 Pohjalevy
Materiaali: hyvin hitsautuva teräs
Ulottuvuudet: 160 x 160 mm
Paksuus: 5—6 mm

3.6 Kuusi lyijysylinteriä
Halkaisija: 50 (± 1) mm
Korkeus: 100—101 mm
Materiaali: pehmeä lyijy, jonka puhtausaste on vähintään 99,5 %

3.7 Teräsharkko
Pituus: vähintään 1 000 mm
Leveys: vähintään 150 mm
Korkeus: vähintään 150 mm
Paino: vähintään 300 kg, ellei teräsharkolla ole vakaata perustaa

3.8 Lisälataukseen tarvittava muovi- tai pahvisylinteri
Seinän paksuus: 1,5—2,5 mm
Halkaisija: 92—96 mm
Korkeus: 64—67 mm

3.9 Mahdollisesti sähköinen sytytin, jonka sytytysvoima on 8—10

3.10 Puukiekko
Halkaisija: 92—96 mm, halkaisijan sovittava muovi- tai pahvisylinterin (3.4) sisähalkaisijaan
Paksuus: 20 mm

3.11 Puusauva, jonka ulottuvuudet ovat samat kuin sytyttimellä (3.9)

3.12 Nuppineuloja (maksimipituus 20 mm)

4. **Menettely**

4.1 *Teräsputkeen työnnettävän räjähdyspanoksen valmistaminen*

Tarvikkeiden mukaan räjähdyspanos voidaan sytyttää kahdella tavalla.

4.1.1 Seitsemän kohdan samanaikainen sytytys

Käyttövalmis räjähdyspanos on esitetty kuvassa 1.

4.1.1.1 Porataan puukiekkoon (3.10) reiät kiekon akselin keskuksen läpi sekä rinnakkain symmetrisesti 55 mm halkaisijasta sijaitsevan samankeskisen kehän läpi. Reikien halkaisijan tulee olla 6—7 mm (ks. Kuvan 1 palstat A-B) riippuen käytettävän sytytyslangan halkaisijasta (3.2).

4.1.1.2 Leikataan seitsemän 400 mm:n mittaista joustavaa sytytyslankaa (3.2). Räjähdysaineen valumista sytytyslangan päistä vältetään leikkaamalla lanka siististi ja sulkemalla leikkauspäät liimalla. Kukin lanka työnnetään puukiekossa (3.10) olevien reikien läpi siten, että lankojen päät työntyvät muutaman senttimetrin päähän kiekon toiselta puolelta. Pieni nuppineula (3.12) työnnetään poikittain kunkin sytytyslangan tekstiilisuojukseen 5—6 mm langan päästä ja langan ympärille pannaan liimaa 2 cm:n levyiseen, nuppineulan vieressä olevaan nauhaan. Lopuksi vedetään jokaista lankaa sen pitkästä päästä, niin että nuppineula ja puukiekko koskevat toisiaan.

4.1.1.3 Muotoillaan muoviräjähde (3.1) 92—96 mm:n läpimittaiseksi sylinteriksi siten, että se mahtuu sylinteriin (3.8). Tämä sylinteri asetetaan pystyasentoon tasaiselle alustalle ja työnnetään muovailtu räjähde sisään. Työnnetään tämän jälkeen sylinterin yläosaan puukiekko([1]), johon on kiinnitetty seitsemän sytytyslankaa ja painetaan se alas räjähteeseen. Sylinterin korkeus (64—67 mm) säädetään siten, että sen yläreuna ei ulotu puutason yläpuolelle. Lopuksi sylinteri kiinnitetään puukiekkoon esim. niiteillä tai pienillä nauloilla, koko ympärykseltään.

4.1.1.4 Ryhmitetään sytytyslankojen vapaat päät puusauvan (3.11) ympärysmitan ympärille siten, että lankojen päät ovat kaikki sauvan kanssa kohtisuorassa tasossa. Kiinnitetään kimpuksi sauvan ympärille teipillä([2]).

4.1.2 Puristepallon keskussytytys

Käyttövalmis räjähdyspanos esitetään kuvassa 2.

4.1.2.1 Puristepallon valmistaminen

Noudattaen tarpeellista varovaisuutta pannaan 10 grammaa sekundääristä räjähdettä muottiin, jonka sisähalkaisija on 19—21 mm ja painetaan räjähde oikean muotoiseksi ja tiheydeksi.

(Läpimitan suhde korkeuteen pitäisi olla likimain 1:1)

Muotin pohjan keskiosassa on 12 mm:n korkuinen ja halkaisijaltaan 7,0—7,3 mm suuruinen tappi/naula (suuruus riippuu käytettävän sytyttimen halkaisijasta), joka muodostaa puristettuun hylsyyn sylinterin muotoisen syvennyksen sytyttimen lopulliseksi sisääntyöntämiseksi.

4.1.2.2 Räjähdyspanoksen valmistaminen

Muoviräjähde pannaan sylinteriin (3.8) pystyasentoon tasaiselle alustalle, räjähde painetaan alas puulaatalle, jotta se muotoutuu sylinteriksi, jonka keskellä on syvennys. Puristepelletti työnnetään tähän syvennykseen. Sylinterinmuotoinen räjähde, joka sisältää puristepelletin, peitetään puukiekolla (3.10), jonka keskellä 7,0—7,3 mm päässä halkaisijasta on reikä, johon sytytin pannaan. Puukiekko ja sylinteri kiinnitetään toisiinsa teipillä. Varmistetaan, että kiekkoon poratut reiät ja puristepelletin syvennys ovat samakeskisiä työntämällä puusauva niiden läpi.

([1]) Puukiekon halkaisijan täytyy vastata sylinterin sisähalkaisijaa.
([2]) Kun kuutta ulompaa lankaa kiristetään asennuksen jälkeen, keskuslangan on oltava hieman löysä.

4.2 *Räjähdyskokeisiin tarvittavien teräsputkien valmistus*

Porataan teräsputken (3.4) toiseen päähän kaksi halkaisijaltaan 4 mm:n mittaista vastakkain olevaa reikää reunaseinän läpi 4 mm:n päähän reunasta.

Hitsataan puskusaumaan pohjalaatta (3.5) putken vastakkaiseen päähän siten, että pohjalaatan ja putken seinän välinen suorassa kulmassa oleva hitsaussauma täyttyy kokonaan hitsausmetallilla kauttaaltaan putken ympäri.

4.3 *Teräsputken täyttäminen ja lataaminen*

(ks. kuviot 1,2 ja 3)

4.3.1 Näyte, teräsputki ja räjähdyspanos tulee olla säädetty 20 (± 5) °C:een. Kahteen räjähdyskokeeseen tarvitaan 16—18 kg:n näyte.

4.3.2 Asetetaan putki pystysuoraan asentoon siten, että sen nelikulmainen pohja lepää vakaata, tasaista, mielellään betonista alustaa vasten. Täytetään noin kolmasosa putkesta näytteellä ja pudota putki viisi kertaa maahan pystysuorassa asennossa noin 10 cm:n korkeudelta sulloaksesi rakeet mahdollisimman tiiviisti putkeen. Tiivistymisen edistämiseksi putkea täristetään iskemällä sen sivuseinää 750—1 000 gramman vasaralla aina pudotusten välillä yhteensä 10 kertaa.

Lataaminen toistetaan toisella näyte-erällä. Lopuksi lisätään näytettä vielä niin paljon, että tiivistämisen jälkeen kun putki on nostettu ja pudotettu kymmenen kertaa ja kun sitä on isketty vasaralla yhteensä 20 kertaa, putkessa on tyhjää tilaa 70 mm.

Näytteen täyttökorkeus tulee sovittaa teräsputkeen siten, että räjähdyspanos (4.1.1 tai 4.1.2), joka työnnetään sisään myöhemmin, tulee tiiviiseen kosketukseen näytteen kanssa koko pinnaltaan.

4.3.3 Työnnetään räjähdyspanos putkeen siten, että se on kosketuksissa näytteen kanssa; puukiekon yläpinta tulee olla 6 mm putken reunan alapuolella. On varmistettava, että räjähde ja näyte koskettavat toisiaan lisäämällä tai poistamalla vähän näytettä. Kuvien 1 ja 2 mukaisesti sokat on työnnettävä reikien läpi putken avoimen pään lähellä ja niiden haarat on avattava putken seiniä myöten.

4.4 *Teräsputken ja lyijysylinterien asettaminen*

4.4.1 Numeroidaan lyijysylinterien (3.6) pohjat yhdestä kuuteen. Tehdään 6 merkkiä 150 mm välein tasaisella alustalla makaavan terästharkon (3.7) keskilinjalle: 1. merkki vähintään 75 mm harkon reunasta. Lyijysylinteri asetetaan pystyyn kuhunkin merkkiin siten, että kunkin sylinterin pohja on merkin keskellä.

4.4.2 Asetetaan kohdan 4.3 mukaan valmistettu sylinteri vaakatasoon lyijysylinterien päälle siten, että putken pituusakseli on terästharkon keskilinjan suuntainen ja putken hitsattu pää ylittää 50 mm:llä lyijysylinteri nro 6:n. Putken pyörimisen estämiseksi työnnetään pieniä puukiiloja lyijysylinterien yläosien ja putken seinän väliin (yksi kullakin puolella) tai putken ja terästharkon väliin pannaan puuristi.

Huom. Varmistetaan, että putki koskettaa jokaista kuutta sylinteriä. Putken pinnan vähäistä kaarevuutta voidaan tasata pyrittämällä putkea sen pituusakselinsa ympäri; jos jokin lyijysylintereistä on liian korkea, kyseistä sylinteriä kopautetaan varovasti vasaralla, kunnes se on toivotun mittainen.

4.5 *Räjähdyksen valmistaminen*

4.5.1 Sijoitetaan laite 4.4. kohdan mukaisesti bunkkeriin tai sopivaan maanalaiseen tilaan, esim. kaivokseen tai tunneliin. Varmistetaan, että ennen räjäytystä teräsputken lämpötila pysyy 20 (± 5) °C:ssa.

Huom. Jollei tällaista räjäytyspaikkaa ole, räjäytys voidaan tehdä betonivuoratussa kuopassa, joka on peitetty puutukeilla. Räjähdyksessä voi syntyä suurella nopeudella lentäviä terässirpaleita, joten räjäytys on tehtävä riittävän etäisyyden päässä asunnoista ja läpikulkuteistä.

4.5.2 Jos seitsemän kohdan samanaikaista räjähdysmenetelmää käytetään, on varmistettava, että sytytyslangat on asetettu kohdan 4.1.1.4. alaviitteen mukaisesti ja että ne on asetettu vaakatasoon.

4.5.3 Poistetaan lopuksi puusauva ja pannaan sen tilalle sytytin. Ei saa räjäyttää ennen kuin vaaravyöhyke on evakuoitu ja kokeeseen osallistuva henkilöstö on suojassa.

4.5.4 Räjäytetään räjähde.

4.6 Annetaan savujen haihtua riittävän kauan (kaasut ja joskus toksiset hajaantumistuotteet kuten typenoksidikaasut) ja kerätään lyijysylinterit ja mitataan niiden pituudet mikrometrillä.

Merkitään kunkin merkityn sylinterin kokoonpainuma prosentteina alkuperäisestä 100 mm:n pituudesta. Jos sylinterit ovat painuneet kokoon vinosti, merkitään korkein ja matalin arvo ja lasketaan niiden keskiarvo.

4.7 Räjähdysnopeuden jatkuvaan mittaukseen tarkoitettua koetinta voidaan käyttää tarvittaessa; koetin tulisi työntää sisään akselin pituussuunnassa tai sivuseinää pitkin.

4.8 Kutakin näytettä kohti on suoritettava kaksi räjähdyskoetta.

5. **Koeraportti**

Seuraavien muuttujien arvot on ilmaistava kunkin räjähdyskokeen koeraportissa

— teräsputken ulkohalkaisijan ja seinän paksuuden mitatut arvot,

— teräsputken Brinell-kovuus,

— putken ja näytteen lämpötila hiukan ennen räjäyttämistä,

— näytteen pakkaustiheys (kg/m^3) teräsputkessa,

— kunkin lyijysylinterin korkeus räjäytyksen jälkeen erittelemällä vastaava sylinterinumero,

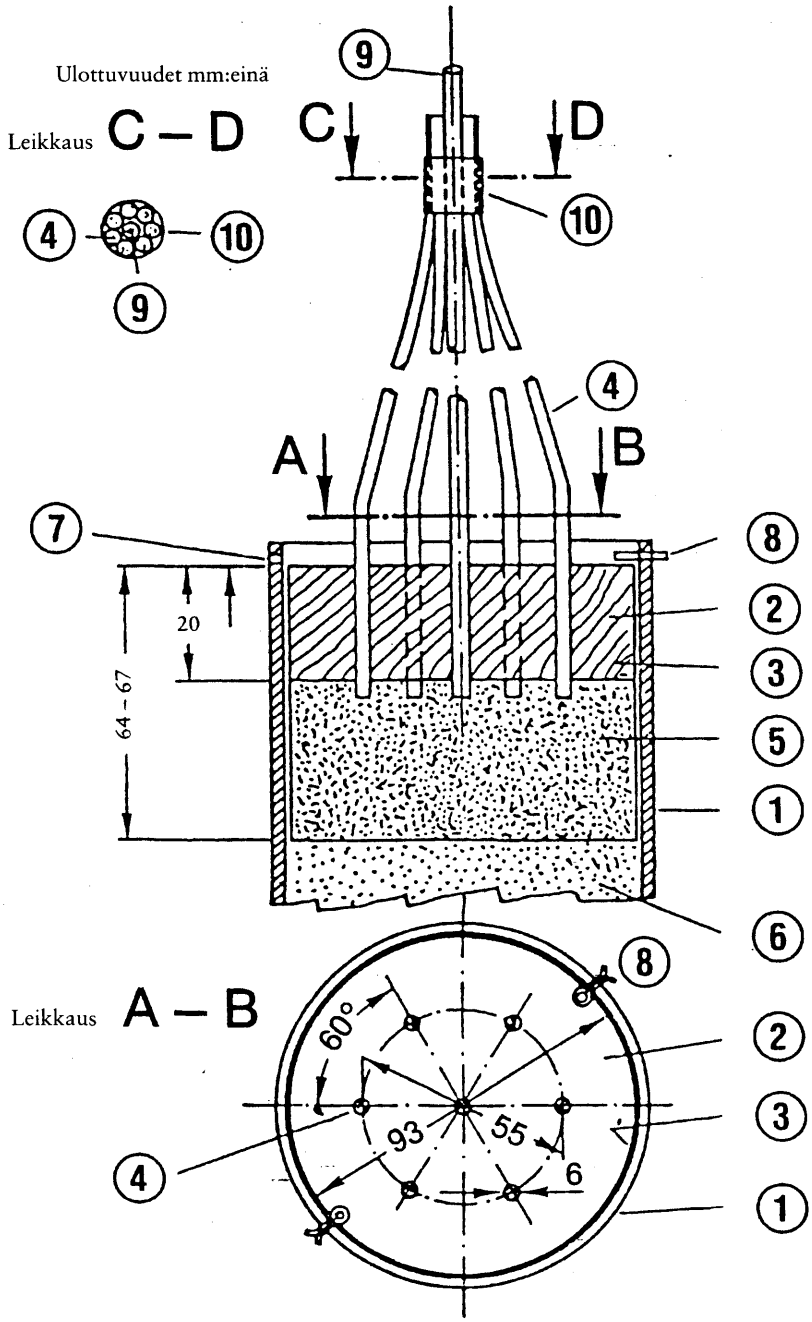
— räjähdyspanokseen käytetty sytytysmenetelmä.

5.1 *Koetulosten arvioiminen*

Jos jokaisessa räjäytyksessä vähintään yhden sylinterin kokoonpainuma jää alle 5 %, koetta voidaan pitää vakuuttavana ja näyte täyttää direktiivin 80/876/ETY liitteen II vaatimukset.

Kuvio 1

Seitsemän kohdan samanaikainen tehostinlataus



① Teräsputki

② Seitsemänreikäinen puukiekko

③ Muovi- tai pahvisylinteri

④ Sytytyslangat

⑤ Muoviräjähde

⑥ Näyte

⑦ Saksiokkaan (8) porattu halkaisijaltaan 4 mm:n mittainen reikä

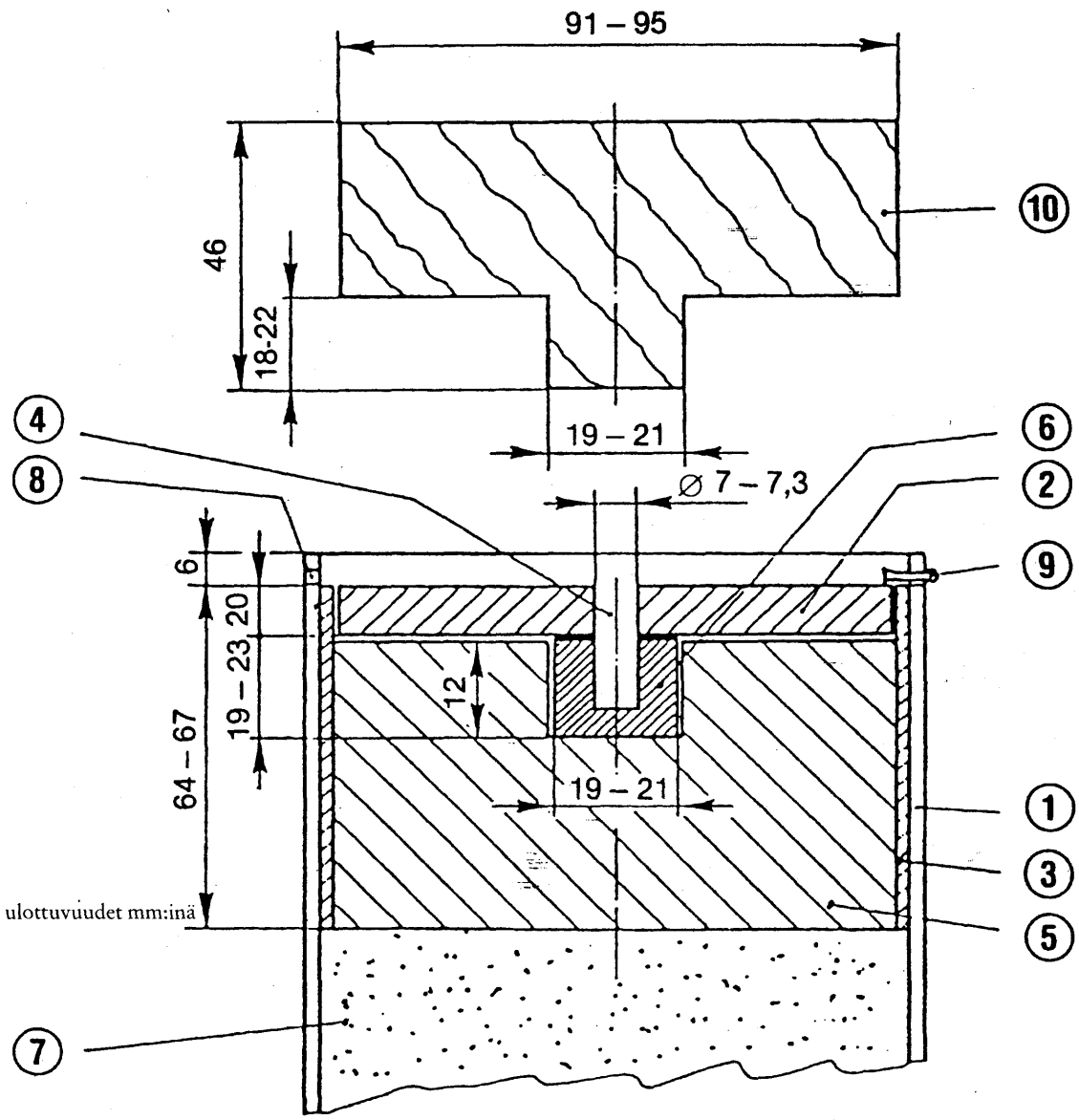
⑧ Saksiokka

⑨ Puusauva, joka on ympäröity sytytyslangalla (4)

⑩ Kiinnitysteippi, jolla sytytyslanka (4) kiinnitetään lujasti puusauvan (9) ympärille

Kuvio 2

Keskeltä sytytettävä tehostinlataus



① Teräsputki

② Puukiekko

③ Muovi- tai pahvisylinteri

④ Puusauva

⑤ Muoviräjähde

⑥ Puristepelletti

⑦ Näyte

⑧ Saksisokkaan (8) porattu halkaisijaltaan 4 mm:n mittainen reikä

⑨ Saksisokka

⑩ Puulaatta muoviräjähdettä (5) varten

Kuvio 3

Teräsputken sijoittaminen räjäyttämispaikalle

