31987L0094

7.2.1987 *EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA* L 38/1

KOMISJONI DIREKTIIV,

8. detsember 1986,

suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste omaduste kontrolli menetlusi, piiranguid ja detonatsioonikindlust käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta

(87/94/EMÜ)

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Majandusühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 15. juuli 1980. aasta direktiivi 80/876/EMÜ suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetisi käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, [1] eriti selle artiklit 8,

võttes arvesse nõukogu 18. detsembri 1975. aasta direktiivi 76/116/EMÜ väetisi käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, [2] eriti selle artikli 9 lõiget 2,

ning arvestades, et:

direktiivis 80/876/EMÜ nähakse ette kõnesolevate väetiste iseloomustamine, piirangud nende suhtes ning nende detonatsioonikindluse katsetamine; selle direktiivi artiklis 8 nähakse ette, et kontrollimis-, analüüsi- ja katsemeetodid kehtestatakse direktiivi 76/116/EMÜ artiklis 11 sätestatud korras;

direktiivis 76/116/EMÜ nähakse ette ühenduse väetiste ametlik kontrollimine selle kindlakstegemiseks, kas need vastavad ühenduse väetiste kvaliteeti ja koostist käsitlevate sätete kohaselt kehtestatud nõuetele;

võttes arvesse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste eripära ja sellest tulenevaid nõudeid seoses avaliku julgeoleku ning töötajate tervise ja kaitsega, peetakse vajalikuks kehtestada täiendavad ühenduse eeskirjad nende väetiste kohta;

ammooniumnitraat-lihtväetiste puhul võetakse ühenduse väetiste ametlikuks kontrollimiseks mõeldud proovid ja tehakse nende analüüsid meetodite kohaselt, mida on kirjeldatud komisjoni direktiivis 77/535/EMÜ [3]; muudetud direktiiviga 79/138/EMÜ [4];

enne detonatsioonikindluse katsetamist proovidega tehtavate termotsüklite arv kehtestatakse samas korras direktiivi 80/876/EMÜ II lisa kohaselt ja raskmetallide sisalduse piirväärtused sama direktiivi I lisa kohaselt;

loetakse, et kirjeldatud suletud termotsüklite meetodi abil saavutatakse tingimused, mis on piisavad selleks, et neid direktiivi 80/876/EMÜ kohaldusalas arvestada; selle meetodi abil ei pruugi tekkida kõiki tingimusi, mis kujunevad pakendamata väetise veol veeteed mööda;

käesolevas direktiivis sätestatud meetmed on kooskõlas väetisekaubanduses tehniliste tõkete kõrvaldamist käsitlevate direktiivide tehnika arengule kohandamise komitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

1. Liikmesriigid võtavad vajalikud meetmed selle tagamiseks, et direktiivis 80/876/EMÜ ettenähtud kõrge lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste kontrollimise, analüüsi ja katsetamise meetodeid kasutataks käesoleva direktiivi II ja III lisas kirjeldatud meetodite kohaselt.

[1] EÜT L 250, 23.9.1980, lk 7.
[2] EÜT L 24, 30.1.1976, lk 21.
[3] EÜT L 213, 22.8.1977, lk 1.
[4] EÜT L 39, 14.2.1979, lk 3.

2. I lisas kehtestatakse:

— lubatud raskmetallisisaldus,

— detonatsioonikatsetusteks esitatud proovide puhul nõutav termotsüklite arv.

Artikkel 2

1. Liikmesriigid võtavad käesoleva direktiivi järgimiseks vajalikud meetmed hiljemalt 31. detsembriks 1987. Liikmesriigid teatavad neist viivitamata komisjonile.

2. Liikmesriigid edastavad komisjonile käesoleva direktiiviga reguleeritavas valdkonnas nende poolt vastuvõetud siseriiklike õigusnormide teksti.

Artikkel 3

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 8. detsember 1986.

Komisjoni nimel

asepresident

COCKFIELD

I LISA

1. **Nõukogu direktiivi 80/876/EMÜ I lisa punkti 6 kohased raskmetallide piirsisaldused**

1.1. Vasesisaldus ei tohi olla üle 10 mg/kg.

1.2. Muude raskmetallide piirsisaldusi ei kehtestata.

2. **Nõukogu direktiivi 80/876/EMÜ II lisa kohaselt nõutav termotsüklite arv**

Rakendatakse viit termotsüklit.

II LISA

NÕUKOGU DIREKTIIVI 80/876/EMÜ LISADES I JA II KINDLAKSMÄÄRATUD PIIRSISALDUSTELE VASTAVUSE KONTROLLIMISE MEETODID

1. MEETOD. TERMOTSÜKLITE RAKENDAMISE MEETOD

1. **Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratletakse termotsüklite rakendamise protseduurid, mis tehakse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetistega enne õliretensiooni- ja detonatsioonikatset.

2. **Nõukogu direktiivi 80/876/EMÜ I lisas mainitud termotsüklid**

2.1. *Rakendusala*

Käesolevat protseduuri rakendatakse termotsüklite puhul enne väetise õliretensiooni määramist.

2.2. *Põhimõte ja määratlus*

Uuritavat proovi soojendatakse Erlenmeyeri kolvis välistemperatuurilt temperatuurini 50 °C ja hoitakse 50 °C juures kaks tundi (50 °C-staadium). Seejärel jahutatakse proov temperatuurini 25 °C ja hoitakse mainitud temperatuuril kaks tundi (25 °C-staadium).

Kaks järjestikust staadiumi 50 °C ja 25 °C juures koos kujutavad endast üht termotsüklit.

Pärast kahe termotsükli läbimist hoitakse uuritavat proovi 20 ± 3 °C juures õliretensiooniarvu määramiseks.

2.3. *Seadmed*

Harilik laboratooriumivarustus, eelkõige järgmised seadmed:

— 25 ± 1 ja 50 ± 1 °C juures termostateeritavad veevannid,

— Erlenmeyeri kolvid mahutavusega à 150 ml.

2.4. *Protseduur*

Iga uuritav 70 ± 5 g proov pannakse Erlenmeyeri kolbi ja kolvid suletakse korkidega.

Iga kahe tunni järel tõstetakse iga kolb 50 °C-vannist 25 °C-vanni ja ümberpöördult.

Kummaski veevannis hoitakse vett püsival temperatuuril ja liikuvana, segades seda kiiresti ja jälgides, et vee tase ulatuks proovi tasemest kõrgemale. Korkide kaitseks kondensaadi eest kaetakse need vahtkummist kapslitega.

3. **Nõukogu direktiivi 80/876/EMÜ II lisa kohaselt kasutatavad termotsüklid**

3.1. *Rakendusala*

Käesolevat protseduuri rakendatakse termotsüklite puhul enne detonatsioonikatset.

3.2. *Põhimõte ja määratlus*

Veekindlasse kapslisse asetatud proov soojendatakse tavatemperatuurilt temperatuurini 50 °C ja hoitakse seda saavutatud temperatuuril üks tund (50 °C-staadium). Seejärel jahutatakse proov temperatuurini 25 °C ja hoitakse sellel temperatuuril üks tund (25 °C-staadium). Kaks järjestikust staadiumi 50 °C ja 25 °C juures koos kujutavad endast üht termotsüklit. Pärast nõutava arvu tsüklite läbimist hoitakse proovi kuni detonatsioonikatse tegemiseni 20 ± 3 °C juures.

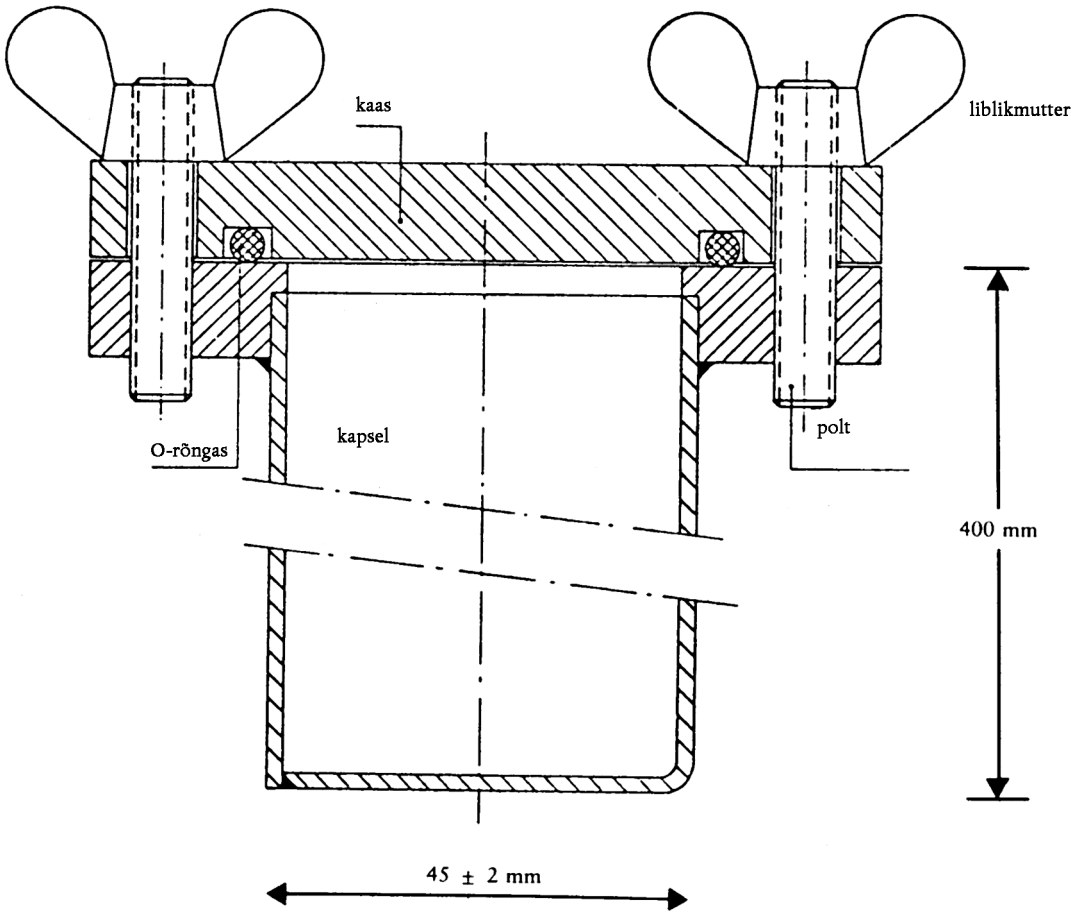
3.3. *Seadmed*

— Temperatuurivahemikus 20–51 °C termostateeritav veevann, mida saab soojendada ja jahutada kiirusega vähemalt 10 °C/h, või kaks veevanni, millest üks on termostateeritav 20 ja teine 51 °C juures. Vett veevanni(de)s segatakse pidevalt; veevanni mahutavus peab olema küllaldane selleks, et tagada vee tugev ringlemine.

— Üleni veekindel roostevabast terasest kapsel, millel on keskel termopaar. Kapsli laius väljastpoolt on 45 ± 2 mm ja seinte paksus 1,5 mm (vt joonis 1); Kapsli kõrguse ja pikkuse võib valida vastavalt veevanni mõõtmetele, nt pikkus 600 mm, kõrgus 400 mm.

3.4. *Protseduur*

Kapslisse pannakse üheks detonatsiooniks küllaldane kogus väetist ja kaas suletakse. Kapsel asetatakse veevanni. Vesi soojendatakse temperatuurini 51 °C ja mõõdetakse temperatuur väetiseproovi keskel. Ühe tunni möödumisel sellest, kui temperatuur proovi keskel on saavutanud 50 °C, vesi jahutatakse. Ühe tunni möödumisel sellest, kui temperatuur proovi keskel on saavutanud 25 °C, vesi soojendatakse ning alustatakse teist termotsüklit. Juhul kui kasutatakse kaht veevanni, asetatakse kapsel pärast iga soojendus/jahutustsüklit teise veevanni.



Joonis 1

2. MEETOD. ÕLIRETENSIOONI MÄÄRAMINE

1. **Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratletakse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste õliretensiooni määramise protseduur.

See meetod on rakendatav nii piisksulatatud kui muul viisil granuleeritud väetiste puhul, mis ei sisalda õlis lahustuvaid aineid.

2. **Mõiste**

Väetise õliretensioon: väetises talletuv massiprotsentides väljendatud õlikogus, mis määratakse töötingimustes.

3. **Põhimõte**

Proovi kaalutis sukeldatakse kindlaksmääratud ajaks täielikult gaasiõlisse ning seejärel eemaldatakse kindlaksmääratud tingimustes õli liig. Mõõdetakse proovi kaalutise massi juurdekasv.

4. **Reaktiiv**

Gaasiõli

Suurim viskoossus: 5 mPas, 40 °C

Tihedus: 0,8–0,85 g/ml, 20 °C

Väävlisisaldus: ≤ 1,0 massiprotsenti

Tuhasus: ≤ 0,1 massiprotsenti

5. **Seadmed**

Harilik laboratooriumivarustus ja:

5.1. Kaal, mis võimaldab kaaluda täpsusega 0,01 grammi.

5.2. 500 ml keeduklaasid.

5.3. Plastlehter, ülaosas eelistatavalt silindriliste seintega, läbimõõt ligikaudu 200 mm

5.4. Lehtrisse (5.3) sobiv proovisõel, avade läbimõõt 0,5 mm.

Märkus: Lehtri ja sõela mõõtmed peavad tagama, et ainult mõned graanulid satuvad ülestikku, nii et õli saab kergesti eemaldada.

5.5. Kiirfilterpaber, kurdudega, pehme, 150 g/m^2.

5.6. Imipaber (laboratoorseks kasutamiseks).

6. **Protseduur**

6.0. Ühe ja sama uuritava proovi kahe eraldi kaalutisega tehakse kiiresti teineteise järel kaks eraldi määramist.

6.1. Proovisõela (5.4) abil eemaldatakse osakesed, mille läbimõõt on alla 0,5 mm. 0,01 grammi täpsusega kaalutud 50 g proov pannakse keeduklaasi (5.2). Lisatakse piisavalt gaasiõli (punkt 4), nii et graanulid oleksid täielikult kaetud, ja segatakse hästi, et tagada kõigi graanulite pinna märgumine. Keeduklaas kaetakse uuriklaasiga ja jäetakse seisma üheks tunniks 25 ± 2 °C juures.

6.2. Kogu keeduklaasi sisu filtritakse läbi lehtri (5.3), milles on proovisõel (5.4). Sõelale jäänud osa jäetakse sinna üheks tunniks, selleks et suurem osa õli liiast ära valguks.

6.3. Tasasele pinnale asetatakse ülestikku kaks filterpaberi (5.5) lehte (ligikaudu 500 × 500 mm); selleks et graanulid ei veereks maha, murtakse kummagi filterpaberi neli serva umbes 40 mm laiuselt üles. Filterpaberite keskele asetatakse kaks kihti imipaberit (5.6). Kogu sõela (5.4) sisu puistatakse imipaberitele ja graanulid jaotatakse pehme lameda harja abil ühtlaselt laiali. Kahe minuti pärast kergitatakse imipaberite ühte serva, graanulid kantakse üle alumisele filterpaberile ja jaotatakse harja abil ühtlaselt laiali. Proovile asetatakse veel üks filterpaberileht, mille servad on samuti üles keeratud, ja graanuleid veeretatakse filterpaberite vahel ringliigutuste abil, seejuures nendele kergelt surudes. Iga kaheksa ringi järel peatutakse, kergitatakse filterpaberite vastasservi ja asetatakse servadesse veerenud graanulid tagasi keskele. Jätkatakse järgmise protseduuriga: tehakse neli täisringi kõigepealt kellaosuti liikumise suunas ja seejärel vastassuunas. Seejärel veeretatakse graanulid tagasi keskele, nagu eespool kirjeldatud. Seda protseduuri korratakse kolm korda (24 ringi, kaks servade tõstmist). Alumise ja ülemise filterpaberilehe vahele asetatakse ettevaatlikult uus filterpaberileht ja ülemise lehe servi kergitades lastakse graanulitel veereda uuele lehele. Graanulid kaetakse uue filterpaberilehega ja korratakse eespool kirjeldatud protseduuri. Kohe pärast veeretamise lõpetamist puistatakse graanulid kaalutud anumasse ja kaalutakse uuesti proovi jäänud gaasiõli kaalu määramiseks.

6.4. *Veeretamise kordamine ja uus kaalumine*

Kui leitakse, et uuritavasse prooviosasse jäänud gaasiõli kogus on suurem kui 2,00 grammi, asetatakse see prooviosa uutele filterpaberitele ja korratakse punkti 6.3 kohaselt veeretamist ning nurkade kergitamist (kaks korda kaheksa ringi, üks kergitamine). Seejärel kaalutakse prooviosa uuesti.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Arvutamismeetod ja valem*

Protsentides sõelutud prooviosa massist väljendatud õliretensioon arvutatakse järgmise valemi abil:

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

kus:

m_1 on sõelutud prooviosa (6.1) mass grammides;

m_2 on punkti 6.3 või 6.4 kohaselt viimase kaalumise abil leitud proovi mass grammides.

Tulemuseks loetakse kahe eraldi määramise aritmeetilist keskmist.

3. MEETOD. PÕLEVATE KOMPONENTIDE MÄÄRAMINE

1. **Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratletakse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetistes põlevate komponentide sisalduse määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Eelnevalt eemaldatakse happe abil anorgaanilistest täiteainetest eraldunud süsinikdioksiid. Orgaanilised ühendid oksüdeeritakse kroomhappe/väävelhappe segu abil. Moodustuv süsinikdioksiid absorbeeritakse baariumhüdroksiidi lahusesse. Sade lahustatakse vesinikkloriidhappe lahuses ja määratakse naatriumhüdroksiidi lahusega tagasitiitrimise abil.

3. **Reaktiivid**

3.1. Analüüsipuhas kroom(VI)trioksiid, CrO_3.

3.2. Väävelhape, lahjendatud 60 mahuprotsendini

– üheliitrisesse keeduklaasi valatakse 360 ml vett ja lisatakse ettevaatlikult 640 ml väävelhapet (tihedus 1,83 g/ml, 20°C).

3.3. Hõbenitraat: 0,1 M lahus.

3.4. Baariumhüdroksiid:

kaalutakse 15 grammi baariumhüdroksiidi [$Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$] ja lahustatakse täielikult kuumas vees. Lastakse jahtuda ja kantakse üle üheliitrisesse kolbi. Kolb täidetakse mahumärgini ja segatakse. Filtritakse läbi kurdfiltri.

3.5. Vesinikkloriidhape: 0,1 M standardlahus.

3.6. Naatriumhüdroksiid: 0,1 M standardlahus.

3.7. Bromofenoolsinine: 0,4 grammi bromofenoolsinist lahustatakse ühes liitris vees.

3.8. Fenoolftaleiin: 2 grammi fenoolftaleiini lahustatakse ühes liitris 60 mahuprotsendilises etanoolis.

3.9. Naatronlubi: osakeste mõõtmed ligikaudu 1,0–1,5 mm.

3.10. Demineraliseeritud vesi, värskelt keedetud süsinikdioksiidi eemaldamiseks.

4. **Seadmed**

4.1. Harilik laboratooriumivarustus, eelkõige järgmised seadmed:

— klaasfiltertiigel, mahutavus 15 ml, filtri läbimõõt 20 mm, kogu kõrgus 50 mm, poorsus 4 (pooride läbimõõt 5–15 mm),

— 600 ml keeduklaas.

4.2. Surulämmastiku allikas.

4.3. Seade, mis koosneb järgmistest võimaluse korral ümarlihvühenduste abil kokkupandud osadest (vt joonis 2):

4.3.1. Ligikaudu 200 mm pikkune 30 mm diameetriga absorptsioonitoru A, täidetud naatronlubjaga (3.9), mida hoiavad kohal klaaskiudkorgid.

4.3.2. 500 ml ümarapõhjaline külgharuga reaktsioonikolb B.

4.3.3. Ligikaudu 150 mm pikkune Vigreux' rektifikatsioonikolonn C'.

4.3.4. 200 mm pikkune kahepinnaline jahuti C.

4.3.5. Drechseli pudel D, mida kasutatakse võimaliku üledestilleerunud happe liia püüdurina.

4.3.6. Jäävann E Drechseli pudeli jahutamiseks.

4.3.7. kaks 32–35 mm läbimõõduga absorptsioonianumat F_1 ja F_2, mille gaasipihusti kujutab endast 10 mm läbimõõduga väikese poorsusega klaasfiltrit.

4.3.8. Imipump ja imemise regulaator G, mis kujutab endast voolukontuuri lülitatud klaasist T-toru, mille vaba haru on kruvinäpitsaga varustatud lühikese kummivooliku abil ühendatud peene kapillaartoruga.

Ettevaatust:

Kuna keeva kroomhappelahuse kasutamine seadmes vähendatud rõhu all on ohtlik, tuleb rakendada vajalikke ettevaatusabinõusid.

5. **Protseduur**

5.1. *Proovi analüüs*

Kaalutakse ligikaudu 10 grammi ammooniumnitraati 0,001 grammi täpsusega.

5.2. *Karbonaatide eemaldamine*

Analüüsitav proov pannakse reaktsioonikolbi B. Lisatakse 100 ml H_2SO_4 (3.2). Graanulid lahustuvad tavatemperatuuril ligikaudu 10 minutiga. Koostatakse diagrammil kujutatud seade: absorptsioonitoru A üks ots ühendatakse 5–6 mm elavhõbedat sisaldava tagasivoolu blokeeriva seadme abil lämmastikuallikaga (4.2) ning teine ots reaktsioonikolbi siseneva toitetoruga. Paigaldatakse Vigreux' rektifikatsioonikolonn C' ja ühendatakse jahuti C jahutusveeallikaga. Lämmastikuvool läbi lahuse reguleeritakse keskmisele tugevusele, lahus kuumutatakse keemistemperatuurini ja kuumutatakse veel kaks minutit. Pärast seda ei tohi lahusest enam mulle eralduda; kui mullide eraldumine siiski jätkub, kuumutatakse veel 30 minutit. Seejärel lastakse lahusel jahtuda vähemalt 20 minutit, voolutades sellest läbi lämmastikku.

Seadme lõplikuks diagrammi kohaseks koostamiseks ühendatakse jahuti toru Drechseli pudeliga D ning Drechseli pudel absorptsioonianumatega F_1 ja F_2. Koostamise kestel peab jätkuma lämmastiku vool läbi lahuse. Kummassegi absorptsioonianumasse F_1 ja F_2 lisatakse kiiresti 50 ml baariumhüdroksiidi lahust (3.4).

Barboteeritakse läbi lämmastikku ligikaudu 10 minutit. Absorptsioonianumates olev lahus peab jääma selgeks. Kui lahus hägustub, tuleb karbonaadid eemaldada.

5.3. *Oksüdatsioon ja absorptsioon*

Eemaldatakse lämmastikutoitetoru ja reaktsioonikolbi B lisatakse kiiresti külgharu kaudu 20 grammi kroomtrioksiidi (3.1) ja 6 milliliitrit hõbenitraadi lahust. Seade ühendatakse imipumbaga ja reguleeritakse lämmastikuvool selliseks, et läbi klaasfiltritega absorptsioonianumate liiguks statsionaarne gaasimullide vool.

Vedelik reaktsioonikolvis B kuumutatakse keemiseni ja keedetakse poolteist tundi [1]. Võib olla vaja sättida imemist reguleerivat ventiili G, sest katse ajal sadestunud baariumkarbonaat võib ummistada klaasfiltrid. Seadme töö on rahuldav, kui baariumhüdroksiidi lahus absorptsioonianumas F_2 jääb selgeks. Vastasel juhul katset korratakse. Kuumutamine lõpetatakse ja seade võetakse koost lahti. Mõlemat pihustit pestakse nii seest kui ka väljast baariumhüdroksiidi eemaldamiseks ja pesuvesi kogutakse vastavasse absorptsioonianumasse. Pihustid asetatakse teineteise järel 600 ml keeduklaasi, mida kasutatakse hiljem määramiseks.

Kasutades klaasfiltertiiglit, filtritakse vaakumis kõigepealt absorptsioonianuma F_2 ja seejärel absorptsioonianuma F_1 sisu. Sade kogutakse, loputades absorptsioonianumaid veega (3.10), ning klaasfiltertiiglit pestakse 50 ml sama veega. Klaasfiltertiigel asetatakse 600 ml keeduklaasi ja lisatakse ligikaudu 100 ml keedetud vett (3.10). Kumbagi absorptsioonianumasse pannakse 50 ml keedetud vett ja juhitakse läbi pihustite viie minuti jooksul lämmastikku. Need veed ühendatakse keeduklaasis oleva veega. Seda operatsiooni korratakse üks kord, selleks et tagada pihustite täielik loputamine.

5.4. *Orgaanilisest ainest pärinevate karbonaatide mõõtmine*

Keeduklaasi sisule lisatakse viis tilka fenoolftaleiini (3.8). Lahus muutub punaseks. Lisatakse tilkhaaval vesinikkloriidhapet (3.5), kuni roosa värvus kaob. Lahust segatakse hoolikalt klaasfiltertiiglis, selleks et veenduda, et roosa värvus ei ilmu uuesti. Lisatakse viis tilka bromofenoolsinist ja tiitritakse vesinikkloriidhappega, kuni lahus muutub kollaseks. Lisatakse veel 10 ml soolhapet.

Lahus kuumutatakse keemistemperatuurini ja keedetakse mitte üle ühe minuti. Kontrollitakse hoolikalt, et lahusesse ei oleks jäänud sadet.

Lastakse jahtuda ja tiitritakse tagasi naatriumhüdroksiidi lahusega (3.6).

6. **Pimekatse**

Pimekatse tehakse sama protseduuri kohaselt, kasutades kõiki reaktiive samades kogustes.

7. **Tulemuste väljendamine**

Süsinikule arvestatud ja protsentides proovi massist väljendatud põlevate komponentide sisaldus C saadakse järgmise valemi abil:

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

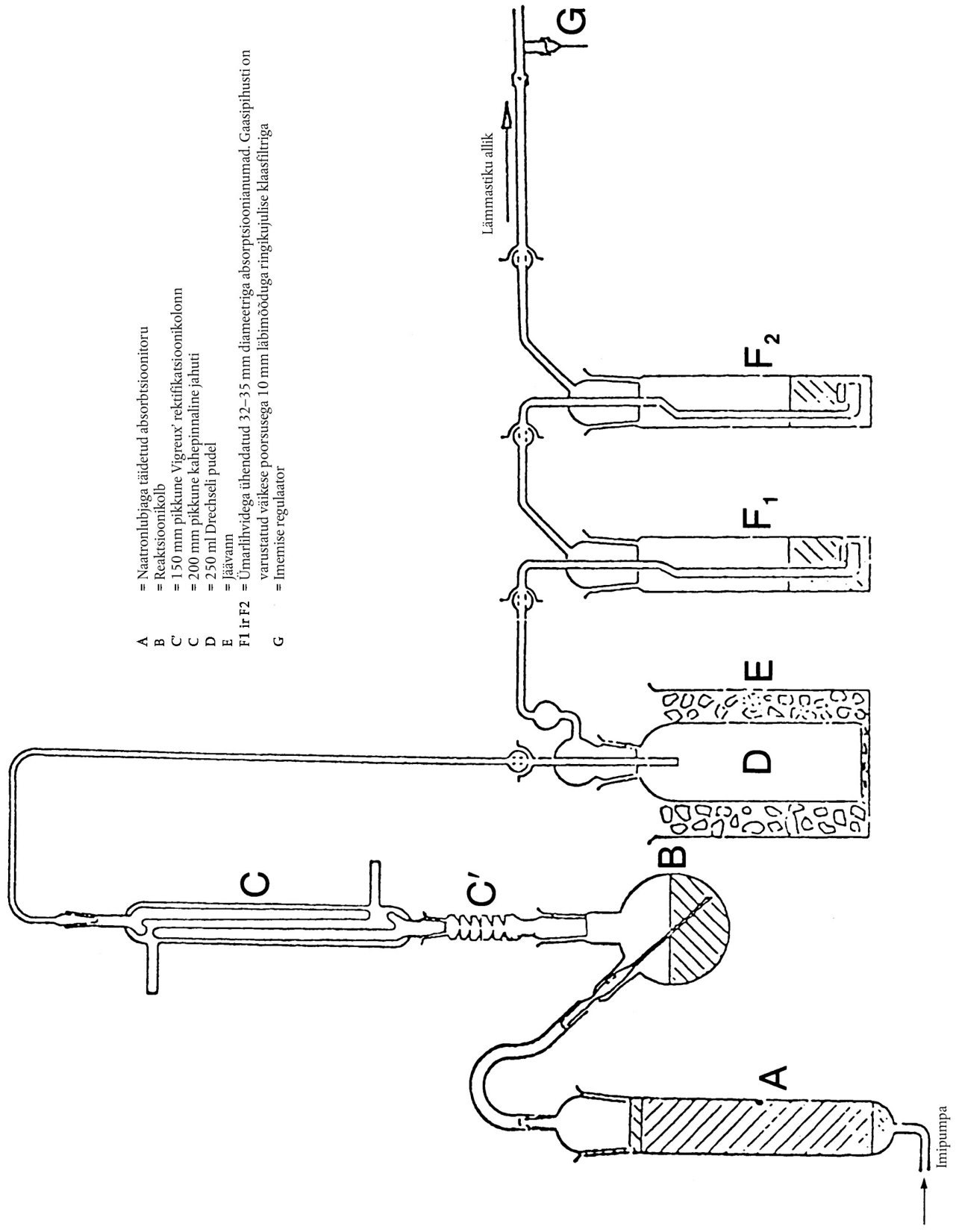
kus:

E = prooviosa mass grammides;

V_1 = pärast fenoolftaleiini värvi muutumist lisatud 0,1 M vesinikkloriidhappe kogu maht milliliitrites;

V_2 = tagasitiitrimiseks kasutatud 0,1 M naatriumhüdroksiidi lahuse maht milliliitrites.

[1] Hõbenitraatkatalüsaatori juuresolekul on pooleteisetunnine reaktsiooniaeg enamiku orgaaniliste ainete korral küllaldane.


A = Naatronlubjaga täidetud absorbtsioonitoru
B = Reaktsioonikolb
C' = 150 mm pikkune Vigreux' rektifikatsioonikolonn
C = 200 mm pikkune kahepinnaline jahuti
D = 250 ml Drechseli pudel
E = Jäävann
F1 ir F2 = Ümarilihvidega ühendatud 32–35 mm diameetriga absorptsioonianumad. Gaasipihusti on varustatud väikese poorsusega 10 mm läbimõõduga ringikujulise klaasfiltriga
G = Imemise regulaator
Lämmastiku allik
Imipumpa

4. MEETOD. pH VÄÄRTUSE MÄÄRAMINE

1. **Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratletakse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste lahuste pH väärtuse määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Ammooniumnitraadi lahuse pH mõõdetakse pH-meetri abil.

3. **Reaktiivid**

Süsihappegaasivaba destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

3.1. *Puhverlahus, pH 6,88, 20 °C*

3,40 ± 0,01 grammi kaaliumdivesinikortofosfaati (KH_2PO_4) lahustatakse ligikaudu 400 ml vees. Seejärel lahustatakse 3,55 ± 0,01 grammi dinaatriumvesinikortofosfaati (Na_2HPO_4) ligikaudu 400 ml vees. Mõlemad lahused kantakse kadudeta 1 000 ml mõõtekolbi, täiendatakse mahumärgini ja segatakse. Saadud lahust säilitatakse õhukindlas anumas.

3.2. *Puhverlahus, pH 4,00, 20 °C*

10,21 ± 0,01 grammi kaaliumvesinikftalaati ($KHC_8O_4H_4$) lahustatakse vees, kantakse kadudeta 1 000 ml mõõtekolbi, täiendatakse mahumärgini ja segatakse.

Saadud lahust säilitatakse õhukindlas anumas.

3.3. Võib kasutada ka müügilolevaid pH standardlahuseid.

4. **Seadmed**

Klaas- ja kalomel- või samaväärsete elektroodidega varustatud pH-meeter, tundlikkus 0,05 pH ühikut.

5. **Protseduur**

5.1. *pH-meetri kaliibrimine*

pH-meeter (4) kaliibritakse 20 ± 1 °C juures, kasutades puhverlahuseid (3.1), (3.2) või (3.3). Lahuse pinna kohale juhitakse kogu katse kestel aeglast lämmastikuvoolu.

5.2. *Määramine*

10 ± 0,01 grammile proovile 250 ml keeduklaasis lisatakse 100,0 milliliitrit vett. Lahustumatud komponendid eemaldatakse vedeliku filtrimise, dekanteerimise või tsentrifuugimise abil. Selge lahuse pH väärtus mõõdetakse 20 ± 1 °C juures sama protseduuri kohaselt nagu pH-meetri kaliibrimise korral.

6. **Tulemuste väljendamine**

Tulemus väljendatakse pH-ühikutes 0,1 ühiku täpsusega, märkides ka kasutatud temperatuuri.

5. MEETOD. OSAKESTE SUURUSE MÄÄRAMINE

1. **Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratletakse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste sõelkatsetamise protseduur.

2. **Põhimõte**

Uuritav proov sõelutakse läbi kolmekordse liitsõela kas käsitsi või mehaaniliste vahendite abil. Registreeritakse igale sõelale jäänud osakeste mass ja iga sõela läbinud väljaarvutatud materjali protsent.

3. **Seadmed**

3.1. 200 mm läbimõõduga traadist punutud standardsõelad avade läbimõõduga 2,0, 1,0 ja 0,5 mm. Ühine kaas ja kogur nende sõelte jaoks.

3.2. Kaal, mis võimaldab kaaluda täpsusega 0,1 grammi.

3.3. Mehaaniline sõelavõnguti (olemasolu korral), mis võimaldab liigutada uuritavat proovi nii vertikaalselt kui ka horisontaalselt.

4. **Protseduur**

4.1. Proov jagatakse ligikaudu 100 grammisteks representatiivseteks osadeks.

4.2. Üks osa kaalutakse täpsusega 0,1 grammi.

4.3. Liitsõel reastatakse avade suurenemise järjekorras, kogur, 0,5, 1 ja 2 mm sõel, ning proovi kaalutis asetatakse ülemisele sõelale. Liitsõel kaetakse kaanega.

4.4. Sõelu võngutatakse käsitsi või mehaaniliselt, liigutades nii vertikaalselt kui horisontaalselt ja käsitsitöö korral aeg-ajalt koputades. Võngutatakse 10 minutit või seni, kui igast sõelast ühes minutis läbipudenev kogus on alla 0,1 grammi.

4.5. Sõelad võetakse üksteise järel välja ja kogutakse sõeltele jäänud materjal, pühkides tagumist külge vajaduse korral pehme harjaga.

4.6. Igale sõelale jäänud ja kogurisse pudenenud materjal kaalutakse täpsusega 0,1 grammi.

5. **Tulemuste hindamine**

5.1. Massiosad arvutatakse ümber protsentideks massiosade summast (mitte algkogusest).

Arvutatakse kogurisse sattunud materjali (< 0,5 mm) protsent: A %

Arvutatakse 0,5 mm sõelale jäänud materjali protsent: B %

Arvutatakse 1,0 mm sõela läbinud materjali protsent, s.o (A + B) %

Massiosade summa peab olema algmassist 2 % piires.

5.2. Tehakse vähemalt kaks eraldi analüüsi; määramistulemused ei tohi erineda A puhul üle 1 protsendipunkti ja B puhul üle 1,5 protsendipunkti. Kui see tingimus ei ole täidetud, katset korratakse.

6. **Tulemuste väljendamine**

Nii A kui ka A + B puhul esitatakse kahe väärtuse keskmised.

6. MEETOD. KLOORI (KLORIIDIOONIDE) SISALDUSE MÄÄRAMINE

1. **Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratletakse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetistes kloori (kloriidioonide) sisalduse määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Kloriidioonid lahustatakse vees ja määratakse happelises keskkonnas hõbenitraadiga potentsiomeetrilise tiitrimise abil.

3. **Reaktiivid**

Kloriidioonidevaba destilleeritud või demineraliseeritud vesi.

3.1. Atsetoon, analüüsipuhas.

3.2. Kontsentreeritud lämmastikhape (tihedus 1,40 g/ml, 20 °C)

3.3. Hõbenitraat, 0,1 M standardlahus. Lahust säilitatakse tumedas klaaspudelis.

3.4. Hõbenitraat, 0,004 M standardlahus – lahus valmistatakse värskelt enne kasutamist.

3.5. Kaaliumkloriid, standardne 0,1 M võrdluslahus. Kaalutakse 0,1 milligrammi täpsusega 3,7276 grammi analüüsipuhast kaaliumkloriidi, mida on eelnevalt kuivatatud kuivatuskapis 130 °C juures ühe tunni jooksul ja jahutatud eksikaatoris tavatemperatuurini. Kaalutis lahustatakse väheses vees, lahus kantakse kadudeta 500 ml mõõtekolbi, lahjendatakse mahumärgini ja segatakse.

3.6. Kaaliumkloriid, standardne 0,004 M võrdluslahus – lahus valmistatakse värskelt enne kasutamist.

4. **Seadmed**

4.1. Hõbeindikaatorelektroodi ja kalomelvõrdluselektroodiga potentsiomeeter, tundlikkus 2 mV, mõõtepiirkond – 500 kuni + 500 mV.

4.2. Kalomelelektroodiga (4.1) ühendatud sild, milles on küllastatud kaaliumnitraadi lahus ning mille otstes on poorsed korgid.

Märkus: Kui kasutatakse hõbe- ja elavhõbe(I)sulfaatelektroode, ei ole silda vaja.

4.3. Teflonkattega segamispulgaga magnetsegur.

4.4. Teravaotsaline mikrobürett, gradueeritud 0,01 ml jaotiste kaupa.

5. **Protseduur**

5.1. *Hõbenitraadi lahuse standardimine*

Kahte madalasse sobiva mahutavusega (nt 250 ml) keeduklaasi pannakse 5,00 ja 10,00 ml kaaliumkloriidi standardlahust (3.6). Kummagi keeduklaasi sisu tiitritakse järgmiselt.

Keeduklaasi lisatakse 5 ml lämmastikhappe lahust (3.2), 120 ml atsetooni (3.1) ja piisavalt vett, nii et lahuse kogu maht oleks ligikaudu 150 ml. Lahusesse asetatakse segamispulk (4.3) ja käivitatakse magnetsegur. Lahusesse sukeldatakse hõbeelektrood (4.1) ja silla (4.2) vaba ots. Elektroodid ühendatakse potentsiomeetriga (4.1) ja pärast aparaadi nulli kontrollimist registreeritakse algpotentsiaali väärtus.

Tiitritakse mikrobüreti (4.4) abil, kusjuures alguses lisatakse 4 või 9 ml hõbenitraadi lahust, vastavalt kasutatud standardse kaaliumkloriidi võrdluslahuse kogusele. Hõbenitraadi lisamist jätkatakse 0,1 ml haaval 0,004 M lahuse puhul ja 0,05 ml haaval 0,1 M lahuse puhul. Pärast iga portsjoni lisamist oodatakse potentsiaali stabiliseerumiseni.

Tabeli esimeses kahes veerus registreeritakse lisatud lahuse mahud ja vastavad potentsiaali väärtused.

Tabeli kolmandas veerus registreeritakse potentsiaali E järjestikused juurdekasvud $\Delta_1 E$. Neljandas veerus registreeritakse potentsiaali juurdekasvude $\Delta_1 E$ positiivsed ja negatiivsed vahed $\Delta_2 E$. Tiitrimise lõpp vastab hõbenitraadi selle 0,1 või 0,05 ml portsjoni (V_1) lisamisele, mis annab suurima $\Delta_1 E$ väärtuse.

Reaktsiooni lõpulejõudmisele vastava hõbenitraadi lahuse täpse mahu V_{eq} arvutamiseks kasutatakse järgmist valemit:

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

kus:

V_0 on lisatud hõbenitraadi lahuse kogu maht milliliitrites, mis vahetult eelnes suurima juurdekasvu $\Delta_1 E$ andnud mahule;

V_1 on viimase lisatud hõbenitraadi portsjoni maht (0,1 või 0,05 ml);

b on viimane positiivne $\Delta_2 E$ väärtus;

B on $\Delta_2 E$ viimase positiivse ja esimese negatiivse väärtuse absoluutväärtuste summa (vt näide tabelis 1).

5.2. *Pimekatse*

Tehakse pimekatse ja see võetakse arvesse lõpptulemuste arvutamisel.

Pimekatse tulemus V_4 milliliitrites reaktiivide mõju arvestamiseks väljendatakse järgmise valemiga:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

kus:

V_2 on 10 ml kaaliumkloriidi standardse võrdluslahuse tiitrimiseks kasutatud hõbenitraadi lahuse täpne maht V_{eq} milliliitrites;

V_3 on 5 ml kaaliumkloriidi standardse võrdluslahuse tiitrimiseks kasutatud hõbenitraadi lahuse täpne maht V_{eq} milliliitrites.

5.3. *Kontrollkatse*

Pimekatse abil võib samal ajal ka kontrollida, kas seade töötab rahuldavalt ja kas katseprotseduuri on rakendatud õigesti.

5.4. *Määramine*

Proovist võetakse 10–20 grammine kaalutis täpsusega 0,01 grammi ja kantakse see kvantitatiivselt 250 ml keeduklaasi. Lisatakse 20 ml vett, 5 ml lämmastikhappe lahust (3.2), 120 ml atsetooni (3.1) ja piisavalt vett ligikaudu 150 ml kogumahuni.

Keeduklaasi asetatakse magnetseguri pulk (4.3), keeduklaas asetatakse segurile ja segur käivitatakse. Lahusesse sukeldatakse hõbeelektrood (4.1) ja silla (4.2) vaba ots, elektroodid ühendatakse potentsiomeetriga (4.1) ja pärast aparaadi nulli kontrollimist registreeritakse algpotentsiaal.

Tiitritakse hõbenitraadi lahusega, lisades mikrobüretist (4.4) lahust 0,1 ml haaval. Pärast iga portsjoni lisamist oodatakse potentsiaali stabiliseerumiseni.

Tiitrimist jätkatakse punkti 5.1 kohaselt alates neljandast lõigust: "Tabeli esimeses kahes tulbas registreeritakse lisatud lahuse mahud ja vastavad potentsiaali väärtused…".

6. **Tulemuste väljendamine**

Analüüsi tulemused väljendatakse analüüsiks saadud proovis sisalduva kloori protsentides.

Protsentides väljendatud kloori (Cl) sisaldus arvutatakse järgmise valemi abil:

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

kus:

T on kasutatud hõbenitraadi lahuse molaarsus;

V_4 on pimekatse (5.2) tulemus milliliitrites;

V_5 on punkti 5.4 kohaselt määratud V_{eq} väärtus milliliitrites;

m on katsetatava prooviosa mass grammides.

Tabel 1

NÄIDE

Hõbenitraadi lahuse maht V	Potentsiaal 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		

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

7. MEETOD. VASE MÄÄRAMINE

1. **Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratletakse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetistes vase sisalduse määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Proov lahustatakse lahjendatud vesinikkloriidhappes ja vasesisaldus määratakse aatomiabsorptsioonspektrofotomeetriliselt.

3. **Reaktiivid**

3.1. Vesinikkloriidhape, tihedus 1,18 g/ml, 20 °C

3.2. Vesinikkloriidhape, 6 M lahus.

3.3. Vesinikkloriidhape, 0,5 M lahus

3.4. Ammooniumnitraat.

3.5. Vesinikperoksiid, 30 %.

3.6. Vase lahus ([1]) (emalahus): kaalutakse 1 gramm puhast vaske täpsusega 0,001 grammi, lahustatakse 25 milliliitris 6 M vesinikkloriidhappe lahuses (3.2), lisatakse portsjonide haaval 5 ml vesinikperoksiidi (3.5) ja lahjendatakse veega 1 liitrini. 1 ml saadud lahust sisaldab 1 000 µg vaske (Cu).

3.6.1. Vase lahus (lahjendatud lahus): 10 ml emalahust (3.6) lahjendatakse veega 100 milliliitrini ja 10 ml saadud lahust lahjendatakse omakorda veega 100 milliliitrini; 1 ml lõpplahjenduses sisaldub 10 µg vaske (Cu).

Lahus valmistatakse värskelt enne kasutamist.

4. **Seadmed**

Vasklambiga (324,8 nm) aatomiabsorptsioonspektrofotomeeter.

([1]) Võib kasutada ka müügilolevaid vase standardlahuseid.

5. **Protseduur**

5.1. *Lahuse ettevalmistamine analüüsiks*

Kaalutakse 25 grammi proovi täpsusega 0,001 grammi, pannakse see 400 ml keeduklaasi ja lisatakse ettevaatlikult 20 ml vesinikkloriidhapet (3.1) (süsinikdioksiidi moodustumise tõttu võib reaktsioon kulgeda tormiliselt). Vajaduse korral lisatakse veel vesinikkloriidhapet. Kui mullide eraldumine on lõppenud, aurutatakse lahus auruvannil kuivaks, aeg-ajalt klaaspulgaga segades. Lisatakse 15 ml 6 M vesinikkloriidhappe lahust (3.2) ja 120 ml vett. Segatakse klaaspulgaga, mis jäetakse keeduklaasi, ning keeduklaas kaetakse uuriklaasiga. Keedetakse tasa kuni täieliku lahustumiseni ja jahutatakse.

Lahus kantakse kvantitatiivselt üle 250 ml mõõtekolbi, pestes keeduklaasi 5 ml 6 M vesinikkloriidhappega (3.2) ja kaks korda 5 ml keeva veega, lisatakse 0,5 M vesinikkloriidhapet (3.3) mahumärgini ja segatakse hoolikalt.

Filtritakse läbi vasevaba filterpaberi ([1]), kusjuures esimesed 50 ml visatakse ära.

5.2. *Pimelahus*

Valmistatakse pimelahus, milles puudub üksnes proov, ja võetakse sellega saadud tulemus arvesse lõpptulemuse arvutamisel.

5.3. *Määramine*

5.3.1. Proovilahuse ja pimelahuse ettevalmistamine

Proovilahust (5.1) ja pimelahust (5.2) lahjendatakse 0,5 M vesinikkloriidhappe lahusega (3.3) nii, et vasesisaldus oleks spektrofotomeetri optimaalses mõõtepiirkonnas. Harilikult ei ole lahjendamist vaja.

5.3.2. Kaliibrimislahuste valmistamine

Valmistatakse vähemalt viis spektrofotomeetri optimaalsele mõõtepiirkonnale (Cu sisaldus 0 kuni 5,0 mg/l) vastavat standardlahust, lahjendades emalahust (3.6.1) 0,5 M vesinikkloriidhappelahusega (3.3). Enne täiendamist mahumärgini lisatakse igale lahusele ammooniumnitraati (3.4), nii et selle lõppsisaldus oleks 100 mg/ml.

5.4. *Mõõtmine*

Spektrofotomeeter (4) reguleeritakse lainepikkusele 324,8 nm. Kasutatakse oksüdeerivat õhk-atsetüleenleeki. Leeki pihustatakse kolmes korduses järjestikku kaliibrimislahust (5.3.2), proovilahust ja pimelahust (5.3.1), kusjuures pihustamiste vahel pestakse instrument läbi destilleeritud veega. Joonestatakse kaliibrimiskõver, kandes ordinaatteljele keskmise neelduvuse iga standardi puhul ja abstsissteljele vastava vasesisalduse (µg/ml).

Kaliibrimiskõvera abil määratakse vasesisaldus proovi lõpplahuses ja pimelahuses.

6. **Tulemuste väljendamine**

Proovi vasesisalduse arvutamisel võetakse arvesse uuritava proovi massi, analüüsil tehtud lahjendusi ja pimekatse tulemust. Tulemus väljendatakse vase (Cu) milligrammides kilogrammi kohta.

([1]) Whatman 541 või samaväärne filterpaber.

III LISA

DETONATSIOONIKINDLUSE MÄÄRAMINE

1. **Eesmärk ja rakendusala**

Käesolevas dokumendis määratletakse suure lämmastikusisaldusega ammooniumnitraat-lihtväetiste detonatsioonikindluse määramise protseduur.

2. **Põhimõte**

Uuritav proov suletakse terastorusse ja proovile antakse võimenduslõhkelaengu abil detonatsiooniimpulss. Detonatsiooni levik määratakse katses rõhtsat toru kandvate pliisilindrite muljutuse määra järgi.

3. **Seadmed ja vahendid**

3.1. Plastne lõhkeaine, pentriidi sisaldus 83–86 %

Tihedus 1 500–1 600 kg/m^3

Detonatsiooni kiirus 73 00–7 700 m/s

Kaal: 500 ± 1 grammi

3.2. Seitse painduvat mittemetall-mähiskestaga detoneernööri

Täidise kaal: 11–13 g/m

Iga detoneernööri pikkus: 400 ± 2 mm

3.3. Pressitud sekundaarlõhkeaine tablett, milles on pesa detonaatori jaoks

Lõhkeaine: heksogeen/vaha 95/5, tetrüül või samalaadne sekundaarlõhkeaine, grafiidilisandiga või grafiidilisandita

Tihedus 1 500–1 600 kg/m^3

Läbimõõt: 19–21 mm

Kõrgus: 19–23 mm

Tsentraalne pesa detonaatori jaoks: läbimõõt 7–7,3 mm, sügavus 12 mm

3.4. ISO 65–1981–Heavy Series

spetsifikaadile vastav õmblusteta terastoru nominaalläbimõõduga DN 100 (4˝)

Välisläbimõõt: 113,1–115,0 mm

Seina paksus: 5,0–6,5 mm

Pikkus: 1 005 ± 2 mm

3.5. Alusplaat

Materjal: heakvaliteediline keevitatav teras

Mõõtmed: 160 × 160 mm

Paksus 5–6 mm

3.6. Kuus pliisilindrit

Läbimõõt 50 ± 1 mm

Kõrgus: 100–101 mm

Materjal: pehme plii, puhtus vähemalt 99,5 %

3.7. Terasplokk

Pikkus: vähemalt 1 000 mm

Laius: vähemalt 150 mm

Kõrgus: vähemalt 150 mm

Kaal: vähemalt 300 kg, kui puudub kindel terasploki alus

3.8. Plast- või pappsilinder võimenduslaengu jaoks

Seina paksus: 1,5–2,5 mm

Läbimõõt 92–96 mm

Kõrgus: 64–67 mm

3.9. Detonaator (elektrodetonaator või mitteelektriline detonaator), initsiatsiooniimpulss 8–10

3.10. Puuketas

Läbimõõt 92–96 mm. Puuketta läbimõõt peab sobima plast- või pappsilindri (3.4) siseläbimõõduga.

Paksus: 20 mm

3.11. Puupulk, mille mõõtmed on samad kui detonaatoril (3.9)

3.12. Nööpnõelad (maksimaalpikkus 20 mm).

4. **Protseduur**

4.1. *Võimenduslaengu ettevalmistamine terastorusse asetamiseks*

Olenevalt seadmete kättesaadavusest võib võimenduslaengus lõhkeaine initsieerimiseks kasutada kaht meetodit.

4.1.1. Samaaegne initsieerimine seitsmes punktis

Kasutamiseks ettevalmistatud võimenduslaeng on näidatud joonisel 1.

4.1.1.1. Läbi puuketta (3.10) keskme ja 55 mm läbimõõduga kontsentrilisel ringjoonel sümmeetriliselt jaotunud kuue punkti puuritakse teljega paralleelsed avad. Avade läbimõõt on 6–7 mm (vt joonis 1, lõige A–B), olenevalt kasutatava detoneernööri (3.2) läbimõõdust.

4.1.1.2. Lõigatakse seitse 400 mm pikkust painduva detoneernööri (3.2) tükki, kusjuures lõiked tehakse siledad, nii et tükkide otstest ei läheks lõhkeainet kaduma, ja otsad kaetakse viivitamata kleepribaga. Kõik seitse detoneernööri pistetakse puuketta (3.10) seitsmesse avasse, nii et otsad eenduksid ketta teisest küljest mõne sentimeetri võrra. Seejärel torgatakse iga detoneernööri tekstiilkesta põiki 5–6 mm kaugusele otsast väike nööpnõel (3.12) ja ümber detoneernööri nööpnõela kõrvale mähitakse 2 cm laiune kleepriba. Seejärel tõmmatakse nööri pikemast otsast nööpnõel vastu puuketast.

4.1.1.3. Plastsest lõhkeainest (3.1) vormitakse 92–96 mm läbimõõduga silinder, olenevalt silindri (3.8) läbimõõdust. Silinder (3.8) asetatakse püsti rõhtsale pinnale ja pannakse sisse vormitud lõhkeaine. Seejärel asetatakse silindri ülemisse otsa puuketas [1] seitsme detoneernööri tükiga ja surutakse see lõhkeaine vastu. Silindri kõrgus reguleeritakse selliseks (64–67 mm), et selle ülemine serv ei ulatuks puukettast kõrgemale. Seejärel kinnitatakse silinder kogu välispinna ulatuses näiteks klambrite või väikeste naeltega puuketta külge.

4.1.1.4. Seitsme detoneernööri tüki vabad otsad seatakse ümber puupulga (3.11) nii, et nad kõik asuksid ühel puupulgaga ristuval tasandil. Otsad kinnitatakse puupulga ümber kimpu kleepriba abil. [2]

4.1.2. Initsieerimine presstableti abil tsentrist

Kasutamiseks ettevalmistatud võimenduslaeng on näidatud joonisel 2.

4.1.2.1. Presstableti valmistamine

Rakendades vajalikke ettevaatusabinõusid, pannakse 10 grammi sekundaarset lõhkeainet (3.3) 19–21 mm siseläbimõõduga vormi ja pressitakse nõutava kuju ja tihedusega tabletiks.

(Tableti läbimõõdu ja kõrguse suhe peab olema ligikaudu 1:1.)

Vormi põhja keskel on 12 mm kõrgune 7–7,3 mm läbimõõduga (olenevalt kasutatava detonaatori läbimõõdust) kärn, mis tekitab presstabletis silindrikujulise pesa, kuhu hiljem asetatakse detonaator.

4.1.2.2. Võimenduslaengu ettevalmistamine

Rõhtsal pinnal püsti seisvasse silindrisse (3.8) pannakse plastne lõhkeaine (3.1) ja surutakse seda puutempliga, nii et lõhkeaine omandab tsentraalpesaga silindri kuju. Mainitud pessa asetatakse presstablett. Presstabletiga silindrikujuline lõhkeaine kaetakse puukettaga (3.10), milles on 7,0–7,3 mm läbimõõduga tsentraalava detonaatori sissepanemiseks. Puuketas ja silinder kinnitatakse kokku ristuvate kleepribadega. Puukettasse puuritud ava ja presstabletis oleva pesa ühistelgsuse tagamiseks torgatakse läbi ava puupulk (3.11).

[1] Ketta läbimõõt peab vastama silindri siseläbimõõdule.
[2] *NB*: Kui pärast koostamist on kuus välimist detoneernööri pingul, võib keskmine detoneernöör olla pisut lõdvem.

4.2. *Terastoru ettevalmistamine detonatsioonikatseks*

Terastoru (3.4) ühest otsast 4 mm kaugusel puuritakse teineteise vastas risti läbi seina kaks 4 mm läbimõõduga ava.

Toru teise otsa külge kinnitatakse põkk-keevituse abil alusplaat (3.5), kusjuures täisnurk alusplaadi ja toru seina vahel täidetakse kogu liite ulatuses keevismetalliga.

4.3. *Terastoru täitmine ja laadimine*

(Vt joonised 1 ja 2)

4.3.1. Uuritavat proovi, terastoru ja võimenduslaengut konditsioneeritakse 20 ± 5ºC juures. Kahe detonatsioonikatse tegemiseks on vaja 16–18 kg uuritavat proovi.

4.3.2. Terastoru pannakse püsti, nii et selle nelinurkne alusplaat toetuks kindlale tasasele, soovitatavalt betoonist alusele. Terastoru täidetakse ligikaudu ühe kolmandikuni tema kõrgusest uuritava prooviga ja lastakse tal viis korda kukkuda 10 cm kõrguselt vertikaalselt vastu põrandat, selleks et graanulid asetuksid torus nii tihedalt kui võimalik. Tihendamise kiirendamiseks põrutatakse toru, lüües teda kukkumiste vahel kokku 10 korda 750–1 000 grammise haamriga.

Laadimist korratakse teise uuritava proovi portsjoniga samal viisil. Viimane täitmine tehakse nii, et pärast toru tõstmist ja kukkuda laskmist kokku 10 korda ja 20 vahepealset haamrilööki täidaks proov toru 70 mm kauguseni tema suudmest.

Terastorusse laaditud proovi tase reguleeritakse selliseks, et hiljem torusse pandav võimenduslaeng (4.1.1 või 4.1.2) puutuks kogu pinna ulatuses tihedalt kokku prooviga.

4.3.3. Võimenduslaeng asetatakse torusse nii, et see puutuks kokku prooviga; puuketta ülemine pind peab asetsema 6 mm allpool toru suuet. Väikeste proovikoguste lisamise või eemaldamise abil saavutatakse oluline tihe kokkupuude lõhkeaine ja uuritava proovi vahel. Nagu joonistel 1 ja 2 näidatud, tuleb toru suudme lähedal olevatest avadest torgata läbi splindid ja painutada nende harud laiali vastu toru.

4.4. *Terastoru ja pliisilindrite asetus (vt joonis 3)*

4.4.1. Pliisilindrite (3.6) põhjad nummerdatakse ühest kuueni. Rõhtsal alusel oleva teraspoki (3.7) keskjoonele tehakse kuus märki 150 mm vahemaadega, kusjuures esimene märk peab olema vähemalt 75 mm kaugusel ploki servast. Iga märgi kohale pannakse püsti pliisilinder nii, et iga silindri põhja keskpunkt asetseks märgil.

4.4.2. Punkti 4.3 kohaselt ettevalmistatud terastoru asetatakse rõhtsalt pliisilindritele, nii et terastoru telg oleks teraspoki keskjoonega paralleelne ja toru kinnikeevitatud ots ulatuks 50 mm üle pliisilindri nr 6. Selleks et toru ei veereks, pannakse pliisilindrite ülemiste otste ja toru seina vahele väikesed puukiilud (üks kiil kummalegi poole) või asetatakse toru ja teraspoki vahele puust risttugi.

Märkus: Tuleb kontrollida, et toru puudutaks kõiki kuut pliisilindrit; väikesi toru kõverusi võib kompenseerida, pöörates toru ümber tema pikitelje; kui mõni pliisilinder on liiga kõrge, antakse ettevaatlikult haamriga lüües talle nõutav kõrgus.

4.5. *Detonatsiooni ettevalmistamine*

4.5.1. Seade koostatakse punkti 4.4 kohaselt pommivarjendis või nõuetekohaselt ettevalmistatud maa-aluses rajatises (nt kaevandus või tunnel). Kontrollitakse, et terastoru oleks enne detonatsiooni hoitud 20 ± 5 ºC juures.

Märkus: Kui kõnesolevaid initsieerimiseks sobivaid kohti ei ole, võib vajaduse korral tööks kasutada ka puitprussidega kaetud betoonvoodriga varjendit. Detonatsioon võib tekitada suure kineetilise energiaga lendavaid terasekilde, sellepärast peab laenguid initsieerima elumajadest ja liiklusteedest nõutaval kaugusel.

4.5.2. Kui kasutatakse seitsme initsiatsioonipunktiga võimenduslaengut, tuleb kontrollida, et detoneernöörid oleksid punkti 4.1.1.4 kohaselt välja sirutatud ja asetseksid nii rõhtsalt kui võimalik.

4.5.3. Puupulk eemaldatakse ja asemele asetatakse detonaator. Enne laengu initsieerimist evakueeritakse inimesed ohutsoonist ja katsepersonal varjub.

4.5.4. Lõhkeaine detoneeritakse.

4.6. Suitsul (gaasilised ning mõnikord mürgised laguproduktid nagu nitroosgaasid) lastakse piisava aja jooksul hajuda, seejärel korjatakse pliisilindrid kokku ja mõõdetakse nende kõrgused nooniusnihkkaliibri abil.

Registreeritakse iga nummerdatud pliisilindri muljutuse määr, mis väljendatakse protsentides esialgsest 100 millimeetrisest kõrgusest. Kui silinder on muljutud kaldu, registreeritakse suurim ja väikseim väärtus ning arvutatakse keskmine.

4.7. Võib kasutada ka detonatsioonikiiruse pidevmõõtmise sondi; sond asetatakse piki toru telge või seina.

4.8. Iga prooviga tehakse kaks detonatsioonikatset.

5. **Katseprotokoll**

Iga detonatsioonikatse protokollis esitatakse järgmiste parameetrite väärtused:

— tegeliku mõõtmise abil leitud terastoru välisläbimõõt ja seina paksus,

— terastoru Brinelli kõvadus,

— toru ja proovi temperatuur vahetult enne laengu initsieerimist,

— torus oleva proovi pakketihedus (kg/m^3),

— iga pliisilindri kõrgus pärast laengu initsieerimist ja vastava silindri number,

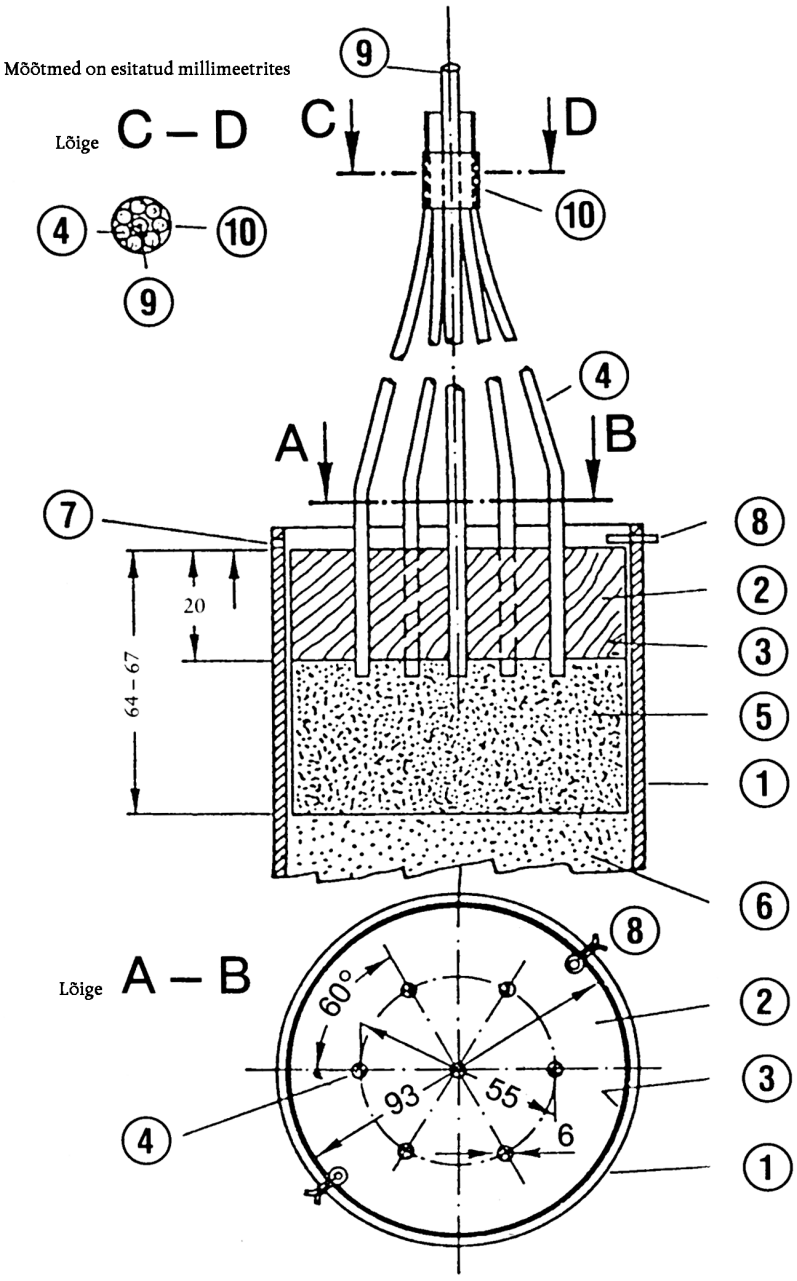
— võimenduslaengu initsieerimise meetod.

5.1. *Katsetulemuste hindamine*

Katse loetakse lõplikuks ja proov vastavaks direktiivi 80/876/EMÜ II lisa nõuetele, kui kummagi initsieerimise korral vähemalt ühe pliisilindri muljutuse määr on alla 5 %.

Joonis 1

Seitsme initsiatsioonipunktiga võimenduslaeng



① Terastoru

② Seitsme avaga puuketas

③ Plast- või pappsilinder

④ Detoneernöörid

⑤ Plastne lõhkeaine

⑥ Uuritav proov

⑦ 4 millimeetrise läbimõõduga ava splindi ⑧ jaoks

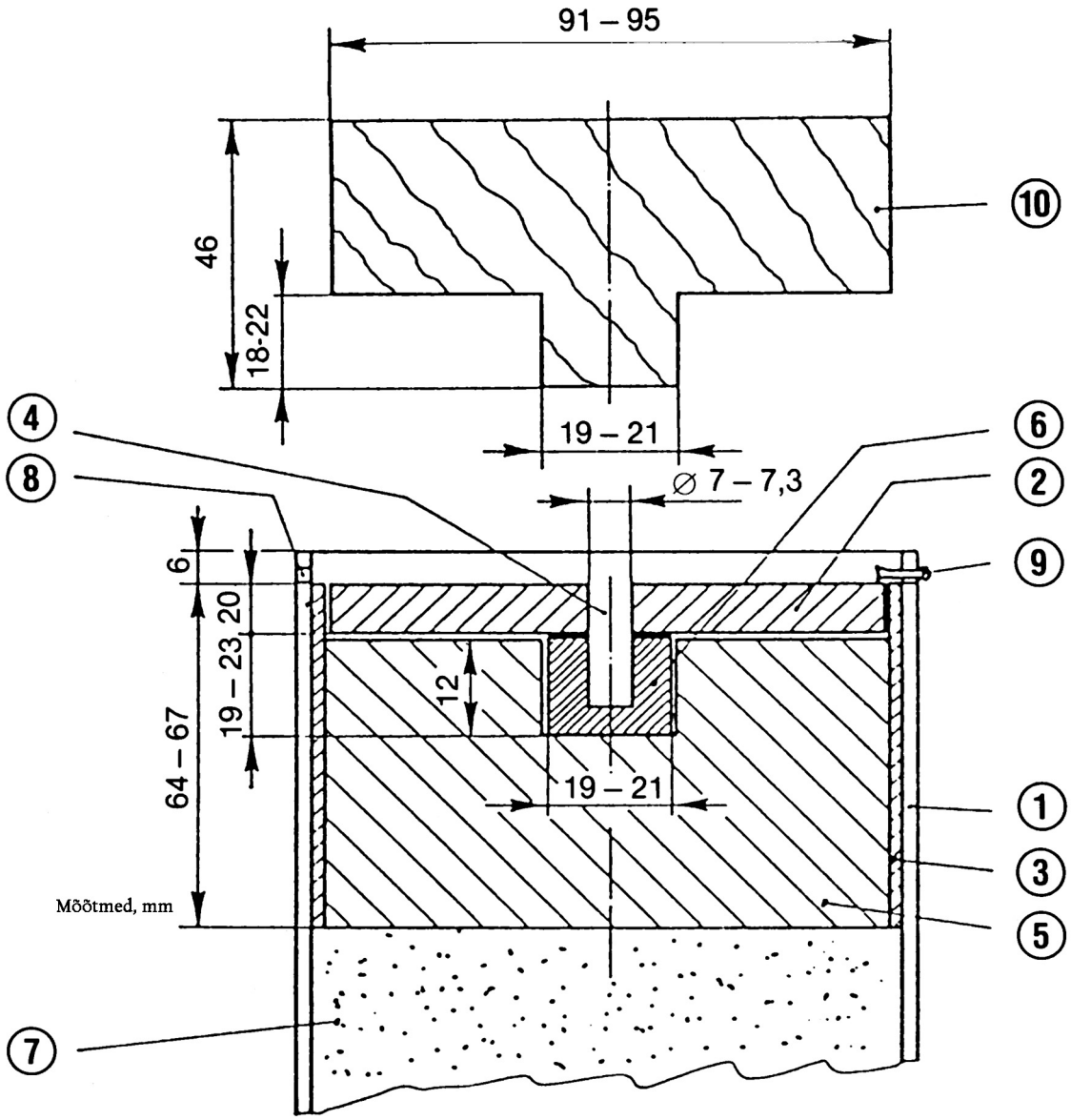
⑧ Splint

⑨ Detoneernööridega ④ ümbritsetud puupulk

⑩ Kleepriba detoneernööride ④ kinnitamiseks ümber puupulga ⑨

Joonis 2

Tsentrist initsieeritav võimenduslaeng



① Terastoru

② Puuketas

③ Plast- või pappsilinder

④ Puupulk

⑤ Plastne lõhkeaine

⑥ Presstablett

⑦ Uuritav proov

⑧ millimeetrise läbimõõduga ava splindi ⑨ jaoks

⑨ 9 Splint

⑩ Puutempel plastse lõhkeaine ⑤ vormimiseks

Joonis 3

Terastoru asetus initsieerimiskohas

