31987L0094

7.2.1987 IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ L 38/1

# ID-DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI

## tat-8 ta' Diċembru 1986

## dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li jirrelataw ma' proċeduri għall-kontroll tal-karatteristiċi ta', limiti għal u reżistenza għad-detonazzjoni ta' fertilizzanti tan-nitrat ta' l-ammonju pur b'kontenut għoli ta' nitroġenu

(87/94/KEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

Wara li kkunsidrat it-Trattat li jistabbilixxi l-Komunità Ekonomika Ewropea,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 80/876/KEE tal-15 ta' Lulju 1980 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li jirrigwardaw fertilizzanti tan-nitrat ta' l-ammonju pur b'kontenut għoli ta' nitroġenu [1], u b'mod partikolari Artikolu 8 tagħha,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 76/116/KEE tat-18 ta' Diċembru 1975 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li jirrigwardaw il-fertilizzanti [2], u b'mod partikolari Artikolu 9(2) tagħha,

Billi d-Direttiva 80/876/KEE tipprovdi għall-karatteristiċi ta', limiti għal u test ta' reżistenza għad-detonazzjoni tal-fertilizzanti in kwistjoni; billi Artikolu 8 tagħha jipprovdi li l-metodi ta' ċċekkjar, analiżi u testjar jiġu stabbiliti skond il-proċedura preskritta f'Artikolu 11 tad-Direttiva 76/116/KEE;

Billi d-Direttiva 76/116/KEE tipprovdi għal kontroll uffiċjali għall-fertilizzanti tal-Komunità għall-għan li tiġi ċċekkjata konformità mal-ħtiġiet li jitqajjmu fid-dispożizzjonijiet tal-Komunità li jikkonċernaw il-kwalità u l-komposizzjoni tal-fertilizzanti;

Billi deher meħtieġ, wara li ġiet ikkunsidrata n-natura partikolari ta' fertilizzanti tan-nitrat ta' l-ammonju pur b'kontenut għoli ta' nitroġenu u lill-ħtiġiet li jinvolvu fejn jirrigwardaw s-sigurtà pubblika, is-saħħa u protezzjoni tal-ħaddiema, li jkunu preskritti regoli addizzjonali tal-Komunità għal dawn il-fertilizzanti;

Billi għall-fertilizzanti tan-nitrat ta' l-ammonju pur, il-kampjunatura u l-analiżi għall-kontrolli uffiċjali tal-fertilizzanti tal-Komunità jsiru skond il-metodi deskritti fid-Direttiva tal-Kummissjoni 77/535/KEE [3] kif emendata bid-Direttiva 79/138/KEE [4];

Billi skond l-istess proċedura n-numru ta' ċikli termali li għalihom jiġi sommess il-kampjun qabel jiġi ttestjat għar-resistenza għad-detonazzjoni ikun stabbilit kif provdut f'Anness II tad-Direttiva 80/876/KEE, u l-valur tal-limitu għall-metalli tqal huwa stabbilit kif provdut fl-Anness ta' l-istess Direttiva;

Billi l-metodu taċ-ċikli termali magħluqa kif deskritt huwa kkunsidrat li jistimula biżżejjed il-kondizzjonijiet li għandhom jitqiesu fi ħdan ta' l-iskop ta' l-applikazzjoni tad-Direttiva 80/876/KEE; billi, iżda, dan il-metodu mhux neċessarjament jissimula l-kondizzjonijiet kollha li jitqajmu waqt trasport tal-balk bl-ilma;

Billi l-miżuri provduti f'din id-Direttiva huma skond l-opinjoni tal-Kumitat dwar l-Adattament għall-Progress Tekniku tad-Direttivi għat-Tneħħija tal-Barrieri Tekniċi għall-Kummerċ fil-Fertilizzanti,

ADOTTA DAN IR-REGOLAMENT:

*Artikolu 1*

1. L-Istati Membri għandhom jieħdu l-miżuri neċessarji biex jiżguraw li l-metodi ta' verifika, l-analiżi u t-testijiet għall-kontrolli uffiċjali ta' fertilizzanti tan-nitrat ta' l-ammonju pur b'kontenut ta' nitroġenu għoli provdut fid-Direttiva 80/876/KEE isiru b'mod konformi mal-metodi deskritti f'Annessi II u III ta' din id-Direttiva.

[1] ĠU L 250, tat-23.9.1980, p. 7
[2] ĠU L 24, tat-30.1.1976, p. 21)
[3] ĠU L 213, tat-22.8.1977, p. 1.
[4] ĠU L 39, ta' l-14.2.1979, p. 3.

2. Anness I jiffissa:

— il-kontenut permessibbli ta' metalli tqal,

— in-numru meħtieġ ta' ċikli termali applikabbli lill-kampjuni sommessi lill-eżami ta' detonazzjoni.

*Artikolu 2*

1. L-Istati Membri għandhom jieħdu l-miżuri kollha meħtieġ sabiex jikkonformaw ma' din id-Direttiva mhux aktar tard mill-31 ta' Diċembru 1987. Għandhom jgħarrfu lill-Kummissjoni minnufih dwar dan.

2. L-Istati Membri għandhom jibagħtu lill-Kummissjoni t-test tad-dispożizzjonijiet tal-liġi nazzjonali li jadottaw fil-qasam regolat minn din id-Direttiva.

*Artikolu 3*

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fit-8 ta' Diċembru 1986.

*Għall-Kummissjoni*

COCKFIELD

*Viċi-President*

*ANNESS I*

1. **Limiti għall-metalli tqal skond Anness I, punt 6, tad-Direttiva tal-Kunsill 80/876/KEE.**

1.1. Il-kontenut ta' ramm m'għandux ikun għola minn 19mg/kg.

1.2. L-ebda limutu m'hu speċifikat għall-metalli tqal l-oħra.

2. **Numru ta' ċikli termali skond Anness II tad-Direttiva tal-Kunsill 80/876/KEE.**

In-numru ta' ċikli termali li għandhom jiġu applikati għandu jkun ħamsa.

*ANNESS II*

## METODI TA' KIF TIĠI ĊĊEKKJATA KONFORMITÀ MAL-LIMITI SPEĊIFIKATI FL-ANNESSI I U II TAD-DIRETTIVA TAL-KUNSILL 80/876/KEE

METODU 1. METODI GĦALL-APPLIKAZZJONI TA' ĊIKLI TERMALI

1. **Skop u kamp ta' applikazzjoni**

Dan id-dokument jiddefinixxi l-proċeduri għall-applikazzjoni ta' ċikli termali qabel l-esekuzzjoni tat-test taż-żamma taż-żejt u tat-test ta' detonabbiltà fil-fertilizzant nitrat ta' l-ammonju pur ta' kontenut għoli ta' nitroġenu.

2. **Numru ta' ċikli termali msemmija f'Anness I tad-Direttiva tal-Kunsill 80/876/KEE.**

2.1. *Kamp ta' applikazzjoni*

Din il-proċedura hija għaċ-ċiklar termali qabel ma tiġi determinata ż-żamma taż-żejt tal-fertilizzant.

2.2. *Prinċipju u definizzjoni*

Billi jissaħħan il-kampjun tal-prova minn temperature normali għal 50 °C u tinżamm f'dik it-temperatura għal sagħtejn (fażi f'temperatura ta' °C); jiġi mkessaħ għal temperatura ta' 25 °C u jinżamm f'dik it-temperatura għal sagħtejn (fażi f'temperatura ta' 25 °C).

Iż-żewġ fażijiet suċċessivi f'temperaturi ta' 50 °C u 25 °C flimkien joħolqu ċiklu termali.

Wara li jiġi suġġett għal żewġ ċikli termali, il-kampjun tal-prova jinżamm f'temperatura ta' 20 (± 3) °C għad-determinazzjoni taż-żamma taż-żejt.

2.3. *Apparat*

Apparat normali tal-laboratorju, b'mod partikolari:

— banjijiet bl-ilma b'temperatura kontrollata b'termostat ta' 25 (± 1) u 50 (± 1) °C rispettivament,

— *Flasks* tat-tip Erlenmeyer b'kapaċità individwali ta' 150 ml.

2.4. *Proċedura*

Qiegħed kull kampjun għat-test ta' (± 5) gramma fi *flask* tat-tip Erlenmeyer li imbagħad jiġi siġġillat permezz ta' tapp.

Ressaq kull flask kull saghtejn mill-banju ta' 50 °C għall-banju ta' 25 °C u viċi-versa.

Żomm l-ilma f'kull banju f'temperatura kontinwa u żomm f'moviment b'taħwid mgħaġġel sabiex tiżgura li l-livell ta' l-ilma jitla aktar mill-livell tal-kampjun. Ipproteġi t-tapp mill-kondensazzjoni permezz ta' kappa tal-gomma fowm.

3. **Ċikli termali li għandhom jintużaw għal Anness II tad-Direttiva tal-Kunsill 80/876/KEE.**

3.1. *Kamp ta' applikazzjoni*

Din il-proċedura hija għaċ-ċiklar termali qabel l-esekuzzjoni tat-test tad-detonazzjoni.

3.2. *Prinċipju u definizzjoni*

F'kaxxa ssiġillata sabiex ma joħroġx ilma, saħħan il-kapjun minn temperatura ambjentali għal temperatura ta' 50 °C u żomm din it-temperatura għal perjodu ta' siegħa (fażi f'temperatura ta' 50 °C). Minnufih kessaħ il-kampjun sakemm tinkiseb temperatura ta' 25 °C u żomm f'din it-temperatura għal perjdu ta' siegħa (fażi f'temperatura ta' 25 °C). L-għaqda taż-żewġ fażijiet suċċessivi ta' temperaturi ta' 50 °C u 25 °C flimkien joħolqu ċiklu termali wieħed. Wara n-numru meħtieġ ta' ċikli, il-kampjun jinżamm f'temperatura ta' 20 (± 3) °C sakemm issir l-esekuzzjoni tat-test tad-detonazzjoni.

3.3. *Apparat*

— Banju bl-ilma, kkontrollat permezz ta' termostat f'varjazzjoni tat-temperatura ta' bejn 20 sa 51 °Ċ bir-rata minima li ssaħħan u tkessaħ ta' 10 °Ċ fis-siegħa, jew żewġ banjijet, wieħed ikkontrollat bit-termostat f'temperatura ta' 20 °Ċ, l-ieħor f'temperatura ta' 51 °Ċ. L-ilma fil-banju/banjijiet huwa mħawwad kontinwament; il-volum tal-banju għandu jkun kbir biżżejjed li jiggarantixxi ċirkulazzjoni xierqa ta' l-ilma.

— Kaxxa ta' l-azzar inossidabbli, issiġillata minn kullimkien sabiex ma joħroġx ilma u provduta b'termokoppja fiċ-ċentru. Il-wisgħa ta' barra tal-kaxxa hija 45 (± 2) mm u l-ħxuna tal-ħitan hija 1,5 mm (ara Figura 1); L-għoli u t-tul tal-kaxxa jistgħu jingħażlu sabiex jaqblu mad-dimensjonijiet tal-banju bl-ilma, eż. tul 600 mm, għoli 400 mm.

3.4. *Proċedura*

Poġġi kwantità ta' fertilizzant li hija biżżejjed għal detonazzjoni waħda fil-kaxxa u għalaq l-għatu. Poġġi l-kaxxa fil-banju bl-ilma. Saħħan l-ilma sa temperatura ta' 51 °Ċ u kejjel it-temperatura fiċ-ċentru tal-fertilizzant. Siegħa wara li t-temperatura fiċ-ċentru tilħaq it-temperatura ta' 50 °Ċ kessaħ l-ilma. Siegħa wara li t-temperatura fiċ-ċentru tilħaq it-temperatura ta' 25 °Ċ saħħan l-ilma sabiex tibda t-tieni ċiklu.

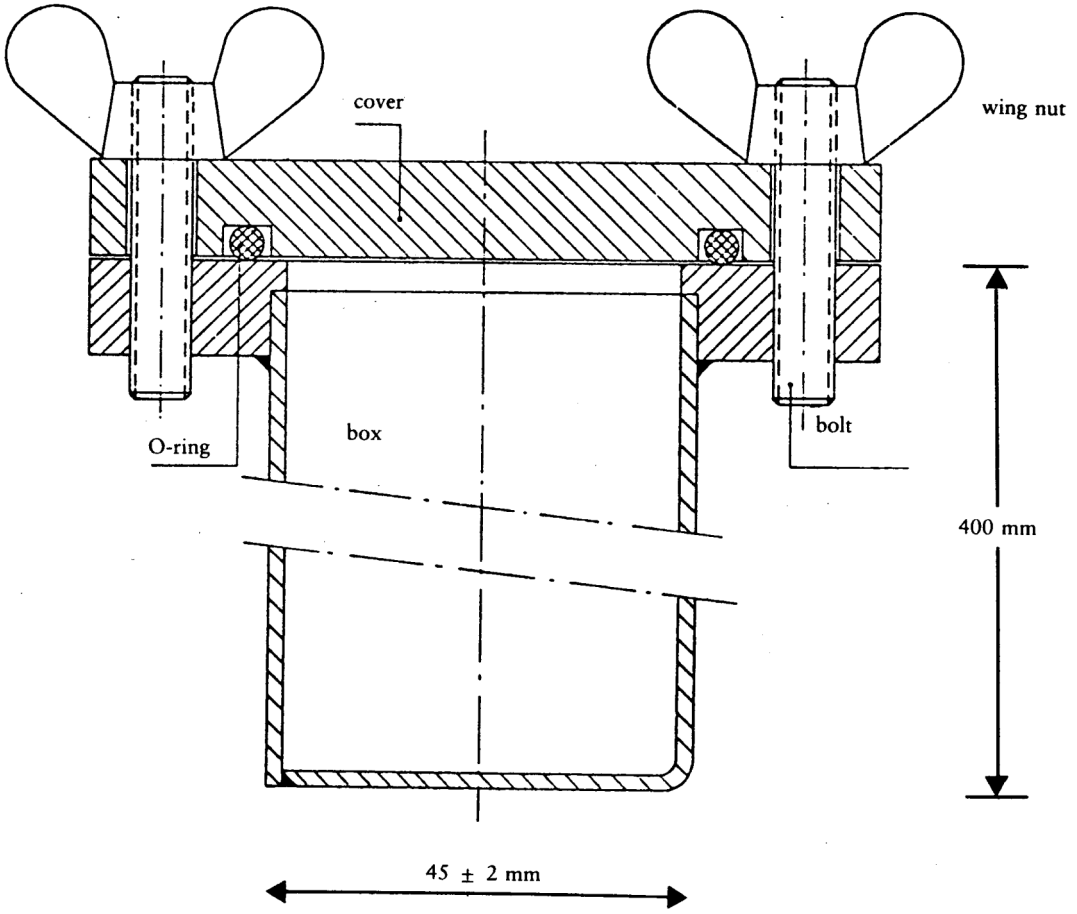



*Figura 1*

METODU 2. DETERMINAZZJONI TA' ŻAMMA TAŻ-ŻEJT

1. **Skop u kamp ta' applikazzjoni**

Dan id-dokument jiddefinixxi l-proċedura tad-determinazzjoni taż-żamma taż-żejt ta' fertilizzanti tan-nitrat ta' l-ammonju b'kontenut għoli ta' nitroġenu.

Dan il-metodu huwa applikabbli sew għall-fertillizzanti prilled u sew għal dawk imrammla li ma jikkontjenux materjali li jinħallu fiż-żejt.

2. **Definizzjoni**

Żamma taż-żejt ta' fertilizzant: il-kwantità ta' żejt miżmuma mill-fertilizzant determinat taħt kondizzjonijiet ta' operazzjoni speċifikati, u espressi bħala persentaġġ skond il-massa.

3. **Prinċipju**

Tagħdis totali tal-porzjon tat-test f'żejt tal-gass għal perjodu speċifikat, segwit mit-tneħħija taż-żejt żejjed taħt kondizzjonijiet speċifikati. Tkejjil taż-żieda fil-massa tal-porzjon tat-test.

4. **Reaġent**

Żejt tal-gass

Viskosità mass.: 5 mPas f'temperatura ta' 40 °C

Densità: 0,8 sa 0,85 g/ml f'temperatura ta' 20 °C

Kontenut ta' kubrit: = 1,0 % (m/m)

Irmied: = 1,0 % (m/m)

5. **Apparat**

Apparat ta' laboratorju ordinarju, u:

5.1. Miżien, kapaċi li jkejjel sa' l-eqreb 0,01 ta' gramma.

5.2. Tazzi b'kapaċità ta' 500 ml.

5.3. Lembut, ta' materjali plastiċi, preferibbilment b'ħajt ċilindriku fin-naħa ta' fuq, diametru bejn wieħed u ieħor 200 mm.

5.4. Passatur, apertura 0,5mm, li joqgħod fil-lembut (5.3).

Notament: Id-daqs tal-lembut u l-passatur huwa tali li jiżgura li ftit frak biss joqgħod fuq xulxin u ż-żejt ikun jista' jgħaddi faċilment.

5.5. Fitru tal-karta, ta' grad li jiffiltra malajr, ikkreppjat, artab, piż 150 g/m2.

5.6. Tessut assorbenti (grad tal-laboratorju).

6. **Proċedura**

6.0. Żewġ determinazzjonijiet individwali jsiru wara xulxin malajr fuq porzjonijiet separati ta' l-istess kampjun tal-prova.

6.1. Neħħi l-frak iżgħar minn 0,5mm bl-użu tal-passatur (5.4). Iżen sa l-eqreb 0,01 gramma bejn wieħed u ieħor 50 gramma tal-kampjun fit-tazza (5.2). Żid biżżejjed żejt tal-gass (sezzjoni 4) sabiex tgħatti l-prills kompletament u ħawwad b'attenzjoni sabiex tiżgura li l-uċuħ kollha tal-prills huma mxarrba totalment. Għatti t-tazza bi ħġieġa u ħalliha toqgħod għal siegħa f'temperatura ta' 25 (2p 2) °Ċ.

6.2. Iffiltra l-kontenut kollu tat-tazza mil-lembut (5.3) li fih il-passatur (5.4). Ħalli l-porzjon miżmum mill-passatur joqgħod għal siegħa ħalli kemm jista' jkun miż-żejt żejjed ikun jista' joħroġ.

6.3. Qiegħed żewġ folji ta' filtru tal-karta (5.5) (bejn wieħed u ieħor 500 × 500 mm) fuq xulxin fuq wiċċ lixx, itwi l-erba truf taż-żewġ filtri tal-karta 'l fuq għal wisgħa ta' bejn wieħed u ieħor 40mm sabiex tipprevjeni li l-*prills* joħorġu. Qiegħed żewġ legi tessut assorbenti (5.6) fiċ-ċentru tal-filtri tal-karta. Ferra l-kontenut kollu tal-passatur (5.4) fuq it-tessuti assorbenti u ferrex il-*prills* ugwalment b'pinżell artab u ċatt. Wara żewġ minuti, erfa ġenb wieħed tat-tessuti sabiex titrasferixxi l-prills għal fuq il-filtri tal-karta li hemm taħt u ferrixhom ugwalment fuq dawn bil-pinzell. Qiegħed folja oħra ta' filtru tal-karta, b'mod simili bit-truf milwijin 'il fuq, fuq il-kampjun u rrombla l-*prills* bejn il-filtri tal-karta b'movimenti fit-tond filwaqt li tagħfas ftit. Ieqaf wara kull tmien movimenti fit-tond sabiex terfa t-truf fuq in-naħa opposta tal-filtri tal-karta u rritorna l-*prills* li rrolljaw lejn it-tarf għan-nofs. Żomm mal-proċedura li ġejja: għamel erba' movimenti għat-tond sħaħ, l-ewwel favur l-arloġġ imbgħad kontra l-arloġġ. Imbagħad irrombla l-*prills* lura għaċ-ċentru kif deskritt hawn fuq. Din il-proċedura għandha ssir tliet darbiet (24 moviment għat-tond, it-truf jintrefgħu darbtejn). B'attenzjoni daħħal folja ġdida ta' filtru tal-karta bejn il-folja ta' taħt u dik ta' fuqha u ħalli l-prills jirroljaw għal fuq il-folja l-ġdida billi terfa t-truf tal-folja ta' fuq. Għatti l-prills b'folja tal-filtru tal-karta ġdida u rrepeti l-istess proċedura deskritta hawn fuq. Minnufih wara li tirrombllhom, ferra l-*prills* għal fuq dixx *tared* u erġa iżen għall-eqreb 0,01 gramma sabiex tiddetermina l-piż taż-żejt tal-gass miżmum.

6.4. *tennija tal-proċedura ta' rrolljar u l-użin mill-ġdid*

Jekk il-kwantità ta' żejt tal-gass miżmum fil-porzjoni jinsab li huwa aktar minn 2,00 grammi, poġġi l-porzjon fuq sett frisk ta' filtri tal-karta u rripeti l-proċedura ta' rrolljar, billi terfa l-ġnub skond is-sezzjoni 6.3 (tmien movimenti għat-tond, u terfa' darba, għal darbtejn). Imbagħad erġa iżen il-porzon.

7. **Espressjoni ta' riżultati**

7.1. *Metodu ta' kalkulazzoni u formula*

Iż-żamma taż-żejt, minn kull determinazzjoni (6.0) tiġi espressa bħala persentaġġ skond il-massa tal-porzjon tal-test mgħoddi mill-passatur, tingħata bl-ekwazzjoni:

$$\text{Żamma taż-żejt} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

fejn:

$m_1$ hija l-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test mgħoddi mill-passatur (6.1);

$m_2$ hija l-massa, fi grammi, tal-proporzjon tat-test skond is-sezzjoni 6.3 jew 6.4 rispettivament bħala r-riżultat ta' l-aħħar użin.

Ħu bħala riżultat il-medja aritmetika taż-żewġ determinazzjonijiet individwali.

METODU 3. DETERMINAZZJONI TA' L-INGREDJENTI KUMBUSTIBBLI

1. **Skop u kamp ta' applikazzjoni**

Dan id-dokument jiddefinixxi l-proċedura għad-determinazzjoni tal-kontenut kumbustibbli fertilizzanti tannitrat ta' l-ammonju pur b'kontenut għoli ta' nitroġenu.

2. **Prinċipju**

Id-dijossidu tal-karbonju prodott mill-fillers inorganiċi jiġi mneħħi minn qabel bl-aċidu. Il-komposizzjonijiet organiċi jiġu ossidati permezz ta' taħlita ta' aċidu kromiku/sulfuriku. Id-dijossidu tal-karbonju jiġi assorbit f'soluzzjoni ta' hydroxide tal-barju. Il-preċipitat jinħall f'soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku u mkejjel b'titrazzjoni b'lura bis-soluzzjoni ta' *hydroxide* tas-sodju.

3. **Reaġenti**

3.1. Trioxide tal-kromju ta' grad analitiku Cr2O3;

3.2. Densità ta' l-aċidu sulfuriku f'temperatura ta' 20 °C = 1,83 g/ml: 60 % bil-volum

ferra 360 ml ilma f'tazza tal-litru u b'attenzjoni żid 640 ml aċidu sulfuriku.

3.3. Nitrat tal-fidda: soluzzjoni 0,1 M;

3.4. *Hydroxide* tal-barju

iżen 15-il gramma hydroxide tal-barium (Ba(OH)2.8H2O), u dewweb kompletament fil-mishun. Ħalli jibred u ttrasferrixxi fi flask tal-litru. Imla sal-marka u ħawwad. Iffiltra minn filtru tal-karta bil-piegi.

3.5. Aċidu idrokloriku: soluzzjoni standard 0,1 M;

3.6. *Hydroxide* tas-sodju: soluzzjoni standard 0,1 M;

3.7. *Bromophenol* blu: soluzzjoni ta' 0,4 grammi għal kull litru ilma;

3.8. *Phenolphtalein*: soluzzjoni ta' 2 grammi għal kull etanol ta' 60 % skond il-volum;

3.9 *Soda lime*: Dimensjonijiet tal-frak, bejn wieħed u ieħor 1,0 sa 1,5 mm.

3.10. Ilma demineralizzat, mgħolli frisk sabiex jitneħħa d-dijossidju tal-karbonju

4. **Apparat**

4.1. Apparat normali tal-laboratorju, b'mod partikolari:

— iffiltra l-griġjol bi platt ta' ħġieġ sintered u b'kapaċità ta' 15-il ml; dijametru tal-platt: 20 mm; għoli totali: 50 mm; porosità 4 (dijametru tal-pori minn 5 sa 15-il μm);

— tazza ta' 600 ml

4.2. Provista ta' nitroġenu kompressat.

4.3. Apparat magħmul mill-partijiet li ġejjin u armat, jekk possibbli, permezz ta' ġonot ta' l-art sferiċi (ara Figura 2).

4.3.1. Tubu t'assorbiment A bejn wieħed u ieħor 200 mm twil u 30 mm f'dijametru mimli bis-*soda lime* (3.9) miżmum fil-post b'tappijiet tal-fibra tal-ħġieġ.

4.3.2. Flask tar-reazzjoni ta' 500 ml B b'id fil-ġenb u b'qiegħ tond

4.3.3. Kolonna ta' vigreux fractionating ta' tul ta' bejn wieħed u ieħor 150 mm (Ċm).

4.3.4. Kondenser b'wiċċ doppju Ċ, b'tul ta' 200 mm

4.3.5. Flixkun Drechsel D li jaħdem bħala nassa għal kull aċidu eċċessiv li jista' jiddistilla żejjed.

4.3.6. Banju tas-silġ E biex ikessaħ il-flixkun *Drechsel*.

4.3.7. Żewġ kontenituri għall-assorbazzjoni F1 u F2, b'dijametru minn 32 sa 35 mm, li d-distributur tal-gass tagħhom fih: diska ta' 10 mm ta' ħġieġ *sintered* ta' porożità baxxa.

4.3.8. Pompa tal-ġbid u apparat li jirregola l-ġbid G li fih biċċa ħġieġ b'forma ta' T imdaħħal-fiċ-ċirkuwitu, l-id libera tagħha tinqabad mat-tubu rqieq kapillari b'tubu qasir tal-gomma ffittjat bi klamp li jinvita ruħu.

Attenzjoni:

L-użu ta' soluzzjoni tagħli ta' aċidu kromiku f'apparat bi pressa mnaqqsa huwa operazzjoni perikoluża u jeħtieġu l-prekawzjonijiet xierqa.

5. **Proċedura**

5.1. *Kampjun għall-analiżi*

Iżen bejn wieħed u ieħor 10 grammi ta' nitrat ta' l-ammonju sa l-eqreb 0,001 gramma.

5.2. *Tneħħija ta' karbonati*

Poġġi l-kampjun għall-analiżi fil-flask tar-reazzjoni B. Żid 100 ml $H_2SO_4$ (3.2). Il-*prills* idubu bejn wieħed u ieħor f'10 minuti f'temperatura ambjentali. Arma l-apparat kif indikat fid-dijagramma: qabbad naħa tat-tubu ta'assorbiment (A) mal-provista tan-nitroġenu (4.2) permezz ta' apparat li ma jippertmettix li ċ-ċirkolazzjoni ssir b'lura li jikkontjeni 5 sa 6 mm merkurju u man-naħa l-oħra qabbad it-tubu ta' provista li jidħol fil-flask ta' reazzjoni. Poġġi l-kolonna *vigreux fractionating* (Ċ') u l-kondenser (Ċ) mal-provista ta' ilma għat-tkessiħ fil-pożizzjoni. Aġġusta n-nitroġenu sabiex jipprovdi ċirkolazzjoni moderata permezz tas-soluzzjoni, saħħan is-soluzzjoni sakemm tagħli u kompli saħħan għal żewġ minuti. Fi tmiem dan il-ħin, m'għandux ikun hemm aktar tfexfix. Jekk jidhru xi bżieżaq, kompli saħħan għal 30 minuta. Ħalli s-soluzzjoni tibred għal mill-inqas 20 minuta bin-nitroġenu jiċċirkola fiha.

Lesti l-armar ta' l-apparat kif indikat fid-dijagramma billi tqabbad it-tubu tal-kondenser mal-flixkun Drechsel (D) u l-flixkun mal-kontenituri ta' assorbiment F1 u F2. In-nitroġenu għandu jkompli jgħaddi mis-soluzzjoni waqt l-operazzjoni ta' armar. Introduċi malajr 50 ml soluzzjoni ta' hydroxide tal-barju (3.4) f'kull wieħed mill-kontenituri ta' assorbiment (F1 u F2).

Għaddi kwantità ta' nitroġenu għal bejn wieħed u ieħor 10 minuti. Is-soluzzjoni għandha tibqa' ċara fl-assorbaturi. Jekk dan ma jseħħx, il-proċess ta' tneħħija tal-karbonati għandha tiġi aġġustata.

5.3 *Ossidazzjoni u assorbiment*

Wara li tneħħi t-tubu li jissupplixxi n-nitroġenu, rapidament introduċi 20 gramma trioxide tal-kromju (3.1) u 6 ml soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda (3.3) permezz l-id tal-ġenb tal-flask ta' reazzjoni (B). Qabbad l-apparat mal-pompa tal-ġbid u aġġusta ċ-ċirkolazzjoni tan-nitroġenu sabiex xmara kontinwa ta' bżieżaq tal-gass tgħaddi mill-assorbaturi tal-ħġieġ sintered F1 u F2.

Saħħan il-flask ta' reazzjoni (B) sakemm il-likwidu jagħli u ħallih jagħli għal siegħa u nofs ([1]). Jista' jkun meħtieġ li taġġusta l-valv li jirregola l-ġbid (G) sabiex tikkontrolla ċ-ċirkolazzjoni tan-nitroenu għaliex huwa possibbli li l-karbonat tal-barju preċipitat waqt it-test jista' jinblokka d-diski ta' ħġieġ sintered. L-operazzjoni tkun sodisfaċenti meta s-soluzzjoni tal-hydroxide tal-barju fl-assorbatur F2 jibqa' ċar. Inkella rrepeti t-test. Tkomplix issaħħan u żarma l-apparat. Aħsel kull distributur sew minn barra u sew minn ġewwa biex tneħħi l-hydroxide tal-barju u iġbor il-ħasliet fl-assorbatur korrespondenti. Poġġi d-distributuri wieħed wara l-ieħor f'tazza ta' 600 ml li tintuża sussegwentament għad-determinazzjoni.

Iffiltra taħt vakum rapidament l-ewwel il-kontenuti ta' l-assorbatur F2 imbagħad ta' l-assorbatur F1 bl-użu tal-griġjol ta' ħġieġ sintered. Iġbor il-preċipitat billi tlaħlaħ l-assorbaturi bl-ilma (3.10) u aħsel il-griġjol b'50 ml ta' l-istess ilma. Poġġi l-griġjol fit-tazza ta' 600 ml u żid bejn wieħed u ieħor 100 ml ilma. Introduċi 50 ml ilma mgħolli f'kull assorbatur u għaddi n-nitroġenu mid-distributuri għal ħames minuti. Għaqqad l-ilma ma' dak mit-tazza. Irrepeti l-proċedura darba sabiex tiżgura li d-distributuri ġew imlaħalħa sew.

5.4. *Tkejjil tal-karbonati li joriġinaw minn materjal organiku*

Żid ħames qatriet phenolphthalein (3.8) mal-kontenuti tat-tazza. Is-soluzzjoni ssir ta' lewn aħmar. Iddoża bl-aċidu idrokloriku (3.5) sakemm jisparixxi l-lewn roża. Ħawwad is-soluzzjoni sew fil-griġjol sabiex tiċċekkja li l-lewn roża ma jerġax jidher. Żid ħames qatriet bromphenol blue u ddoża bl-aċidu idrokloriku sakemm is-soluzzjoni ssir safra. Żid 10 ml oħra spirtu tal-melħ.

Saħħan is-soluzzjoni sakemm tagħli u kompli għalli għal massimu ta' minuta. Iċċekkja b'attenzjoni li ma jifdal l-ebda preċipitat fil-likwidu.

Ħalli jibred u ddoża b'lura bis-soluzzjoni ta' hydroxide tas-sodju (3.6).

6. **Test vojt**

Għamel test vojt billi ssegwi l-istess proċedurabl-użu ta' l-istess kwantitajiet tar-reaġenti kollha.

7. **Espressjoni ta' riżultati**

Il-kontenut ta' ingredjenti kumbustibbli (Ċ), espress bħala karbonju, bħala persentaġġ bil-massa tal-kampjun, jingħata bil-formula:

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

fejn:

E = huwa l-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test;

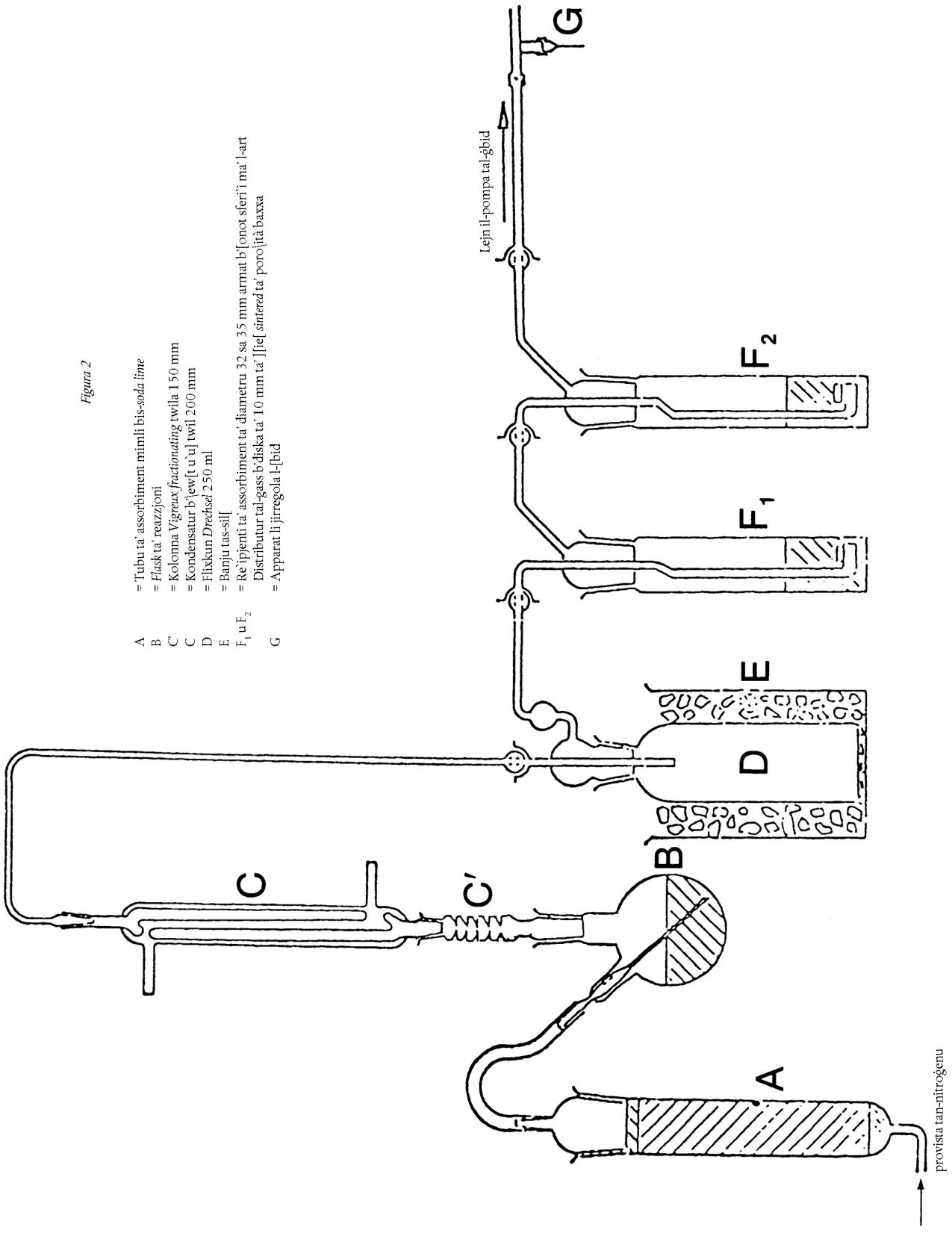
V1 = huwa il-volum totali f'ml ta' 0,1 M spirtu tal-melħ miżjud wara li jinbidel il-lewn tal-phenolphthalein;

V2 = huwa Il-volum f'ml tas-soluzzjoni ta' hydroxide tas-sodju 0,1 M użat għall-iddożar b'lura.

([1]) Ħin ta' reazzjoni ta' siegħa u nofs, huwa biżżejjed fil-każ tal-maġġor parti tas-sustanzi organiċi fil-preżenza ta' katalist ta' nitrat tal-fidda.

*Figura 2*

A = Tubu ta' assorbiment mimli bis-*soda lime*
B = *Flask* ta' reazzjoni
C' = Kolonna *Vigreux fractionating* twila 150 mm
C = Kondensatur b'ġew[t u`u] twil 200 mm
D = Flixkun *Drechsel* 250 ml
E = Banju tas-sil[
$F_1$ u $F_2$ = Re`ipjenti ta' assorbiment ta' dijametru 32 sa 35 mm armat b'[onot sferi`i ma`l-art
Distributur tal-ġass b'diska ta' 10 mm ta' ][ie[ *sintered* ta' poroġità baxxa
G = Apparat li jirregola l-[bid



METODU 4. DETERMINAZZJONI TAL-VALUR pH

1. **Skop u kamp ta' applikazzjoni**

Dan id-dokument jiddefinixxi l-proċedura għat-tkejjil tal-valur pH ta' soluzzjoni ta' fertilizzant ta' nitrat ta' l-ammonju pur b'kontenut għoli ta' nitroġenu.

2. **Prinċipju**

Tkejjil tal-pH ta' soluzzjoni ta' nitrat ta' l-ammonju permezz ta' miter tal-pH.

3. **Reaġenti**

Ilma distillat jew demineralizzat, liberu minn dijossidju tal-karbonju.

3.1. *Soluzzjoni buffer, pH 6,88 f'temperatura ta' 20 °C*

Dewweb 3,40 ± 0,01 grammi dihydrogen orthophosphate tal-potassju (KH2PO4) f'bejn wieħed u ieħor 400 ml ilma. Imbagħad dewweb 3,55 ± 0,01 grammi of disodium hydrogen orthophosphate (Na2HPO4) f'bejn wieħed u ieħor 400 ml ilma. Ittrasferixxi ż-żewġ soluzzjonijiet mingħajr ma titlef xejn fi flask standard ta' 1 000-ml, imla sal-marka u ħawwad. Żomm din is-soluzzjoni f'kontenitur issiġillat mill-arja.

3.2. *Soluzzjoni buffer, pH 4,00 f'temperatura ta' 20 °C*

Dewweb 10,21 ± 0,01 grammi of hydrogen phthalate tal-potassju (KHC8O4H4) fl-ilma, ittrasferixxi mingħajr ma titlef xejn fi flask standard ta' 1 000 ml, imla sal-marka u ħawwad.

Żomm din is-soluzzjoni f'kontenitur issiġillat mill-arja.

3.3. Soluzzjonijiet standard tal-pH disponibbli kummerċjalment jistgħu jintużaw.

4. **Apparat**

miter tal-pH, armat b'elettrodi tal-ħġieġ u kalomelan jew ekwivalenti, b'sensitività ta' unità a' pH ta' 0,05.

5. **Proċedura**

5.1. *Kalibrazzjoni tal-miter tal-pH.*

Ikkalibra l-miter tal-pH (4) f'temperatura ta' (± 1) °Ċ, bl-użu tas-soluzzjonijiet buffer (3.1), (3.2) jew (3.3). Għaddi kwantità ta' nitroġenu bil-mod għal fuq il-wiċċ tas-soluzzjoni u żomm din tul it-test.

5.2. *Determinazzjoni*

Ferra 100,0 ml ilma għal fuq 10 (± 0,01) grammi tal-kampjun f'tazza ta' 250-ml. Neħħi l-materjali li ma jdubux billi tiffiltra, tferra minn flixkun għal ieħor jew tiċċenfrifuga l-likwidu. Kejjel il-valur pH tas-soluzzjoni ċara f'temperatura ta' 20 (± 1) °Ċ skond l-istess proċedura li tintuża għall-kalibrazzjoni tal-miter.

6. **Espressjoni ta' riżultati**

Fisser ir-riżultat f'unitajiet ta' pH, sa l-eqreb 0,1 ta' unità, u semmi t-temperatura użata.

METODU 5. DETERMINAZZJONI TAD-DAQS TAL-PARTIKLI 1.

1. **Skop u kamp ta' applikazzjoni**

Dan id-dokument jiddefinixxi l-proċedura għall-għarbiel b'test ta' fertilizzanti ta' nitrati ta' l-ammonju pur b'kontenut għoli ta' nitroġenu.

2. **Prinċipju**

Dan il-kampjun tal-prova jiġi mgħarbel fuq grupp ta' tliet passaturi, jew bl-idejn jew b'mezz mekkaniku Il-massa miżmuma f'kull passatur tiġi rrekordjata u l-persentaġġ ta' materjal li jgħaddi mill-passaturi meħtieġa ikunu ikkalkulati.

3. **Apparat**

3.1. Passaturi għat-test ta' xibka tal-wajer b'dijametru ta' 200-mm, b'aperturi ta' 2,0 mm, 1,0 mm u 0,5 mm, rispettivament tal-varjazzjonijiet standard. Għatu wieħed u riċevitur wieħed għal dawn il-passaturi.

3.2. Miżien li jiżen sa 0,1 gramma.

3.3. Taħrika mekkanika tal-passatur (jekk disponibbli) li kapaċi taqsam iċ-ċaqlieq sew vertikalment u sew orizzontalment tal-kampjun tal-prova.

4. **Proċedura**

4.1. Il-kampjun jitqassam rappreżentattivament f'porzjonijiet ta' bejn wieħed u ieħor 100 gramma.

4.2. Iżen wieħed minn dawn il-porzjonijiet sa l-eqreb 0,1 gramma.

4.3. Irranġa l-grupp ta' passaturi f'ordni li jitla; riċevitur, 0,5 mm, 1 mm, 2 m u qiegħed il-porzjon tat-test miżun fuq il-passatur ta' fuq. Waħħal l-għatu fuq il-grupp ta' passaturi ta' fuq.

4.4. Ħarrek bl-idejn jew bil-makna, billi tifred sew il-mozzjoni vertikali u sew dik orizzjontali, u jekk bl-idejn, tektek minn ħin għall-ieħor. Kompli dan il-proċess għal 10 minuti jew sakemm il-kwantità li tgħaddi bejn kull passatur f'minuta huwa anqas minn 0,1 gramma.

4.5. Neħħi l-passatur mill-grupp wieħed u iġbor il-materjal li jibqa', neħħi bil-mod minn naħa l-oħra b'pinzell artab, jekk meħtieġ.

4.6. Iżen il-materjal miżmum fuq kull passatur u dak miġbur fir-riċevitur, sa l-eqreb 0,1 gramma.

5. **Valutazzjoni tar-riżultati**

5.1. Ikkonverti l-masses fi frazzjoni għal persentaġġ tat-total tal-masses fi frazzjoni (mhux taċ-*charge* oriġinali).

Ikkalkula l-persentaġġ fir-riċevitur (i.e. <0,5 mm): A %

Ikkalkula l-persentaġġ miżmum fuq il-passatur ta' 0,5 mm: B %

Ikkalkula l-persentaġġ li jaqbeż il-1,0 mm, i.e. (A + B) %

Is-somma tal-masses fi frazzjoni għandhom ikunu fi ħdan 2 % tal-massa inizjali meħuda.

5.2. Mill-inqas żewġ analiżijiet separati għandhom isiru u r-riżultati individwali għal A m'għandhomx jiddiferixxu b'aktar minn 1,0 % assolut u għal B b'aktar minn 1,5 % assolut. Irrepeti l-eżami jekk dan m'huwiex il-każ.

6. **Espressjoni ta' riżultati**

Irraporta l-medja taż-żewġ valuri għal A u għal A + B.

METODU 6. DETERMINAZZJONI TAL-KONTENUT TA' KLORU (BĦALA JONE TAL-KLORUR)

1. **Skop u kamp ta' applikazzjoni**

Dan id-dokument jiddefinixxi l-proċedura għad-determinazzjoni tal-kontenut tal-kloru (bħala jone tal-klorur) ta' fertilizzanti tan-nitrat ta' l-ammonju pur b'kontenut għoli ta' nitroġenu.

2. **Prinċipju**

Jonejiet tal-klorur imdewwba fl-ilma huma deteminati bl-iddożar potenzjometriku bin-nitrat tal-fidda f'mezz aċiduż.

3. **Reaġenti**

Ilma distillat jew demineralizzat, liberu minn jonejiet tal-klorur.

3.1. Aċetonu.

3.2. Aċidu nitriku konċentrat (densità f'temperatura ta' 20 °C = 1,40 g/ml)

3.3. Soluzzoni standard ta' nitrat tal-fidda (0,1 M). Aħżen din is-soluzzjoni fi flixkun tal-ħġieġ kannella.

3.4. Soluzzjoni standard ta' nitrat tal-fidda 0,004 M – ipprepara din is-soluzzjoni fil-ħin li tkun ser tituża.

3.5. Klorur tal-Potassju. soluzzjoni standard ta' referenza 0,1 M. Iżen, sa l-eqreb 0,1 mg, 3,7276 grammi ta' klorur tal-potassju ta' grad analitiku, li qabel ġie mnixxef għal siegħa f'forn f'temperatura ta' 130 °C u mkessaħ sa temperatura ambjentali f'dessikkatur. Dewweb fi ftit ilma, itrassferixxi s-soluzzjoni mingħajr ma titlef xejn fi flask standard ta' 500 ml, iddilwixxi sal-marka u ħawwad.

3.6. Soluzzjoni standard ta' referenza tal-klorur tal-potassju, 0,004 M - ipprepara din is-soluzzjoni fil-ħin li tkun ser tituża.

4. **Apparat**

4.1. Potenzjometru b'elettrodu li jindika l-fidda u elettrodu li jirreferi għal kalomelan, sensittività ta' 2 mV, li jkopri l-varjazzjoni minn −500 sa + 500 mV.

4.2. Pont, li jikkontjeni soluzzjoni saturata ta' nitrat tal-potassju, imqabbad ma' l-elettrodu tal-kalomelan (4.1), iffittjat fiż-żewġt itruf b'tappijiet porużi.

Notament: Dan il-pont m'huwiex meħtieġ jekk jintużaw elettrodi tal-fidda u sulfat tal-merkurju (1).

4.3. Oġġett li jħawwad manjetiku, b'virga miksija bit-Teflon.

4.4. Mikroburetta b'ponta fina, gradwat f'diviżjonijiet ta' 0,01 ml.

5. **Proċedura**

5.1. *Standardizzazzjoni tas-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda*

Ħu 5,00 ml u 10,00 tas-soluzzjoni standard ta' referenza ta' klorur tal-potassju (3.6) u qiegħed f'żewġ tazzi b'forma baxxa ta' kapaċità konvenjenti (per eżempju 250 ml). Għamel it-titrazzjoni li ġejja tal-kontenuti ta' kull tazza.

Żid 5 ml mis-soluzzjoni ta' aċidu nitriku (3.2), 120 ml mill-aċetonu (3.1) u biżżejjed ilma sabiex iġġib volum totali ta' bejn wieħed u ieħor 150 ml. Qiegħed il-virga ta' l-oġġett li jħawwad manjetiku (4.3) fit-tazza u ħaddem l-oġġett li jħawwad. Daħħal l-elettrodu tal-fidda (4.1) u t-tarf liberu tal-pont (4.2) fis-soluzzjoni. Qabbad l-elettrodi mal-potenzjometru (4.1) u, wara li tivverifika ż-żero ta' l-apparat, innota l-valur tal-potenzjal tal-bidu.

Iddoża, bl-użu tal-mikroburetta (4.4), billi żżid għall-ewwel 4 jew 9 ml rispettivament tas-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda li tikkorrespondi mas-soluzzjoni standard ta' referenza ta' klorur tal-potassju użat. Kompli ż-żieda f'porzjonijiet ta' 1,0 ml għas-soluzzjonijiet 0,004 M u f'porzjonijiet ta' 0,05 ml għas-soluzzjonijiet 0,1 M. Wara kull żieda, stenna l-istabilizzazzjoni tal-potenzjal.

Irrekordja l-volumi miżjuda u l-valuri korrespondenti tal-potenzjal fl-ewwel żewġ kolonni ta' tabella.

Fit-tielet colonna tat-tabella, irrekordja ż-żidiet suċċessivi (Δ1E) tal-potenzjal E. Fir-raba colonna, irrekordja d-differenzi (Δ2E) pożittivi jew negattivi, bejn iż-żidiet potenzjali (Δ1E). Tmiem it-titrazzjoni jikkorrespondi maż-żieda tal-porzjon ta' 0,1 jew 0,05 (V1) tas-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda li jagħti l-valur massimu ta' Δ1E.

Sabiex tikkalkula l-volum eżatt (Veq) tas-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda li tikkorrispondi ma' tmiem ir-reazzjoni, uża l-formula:

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

fejn:

$V_0$ huwa l-volum totali, f'ml, is-soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda immedjatament aktar baxx mill-volum li jagħti ż-żieda massima ta' Δ1E;

$V_1$ huwa l-volum, f'ml, ta' l-aħħar porzjon tas-soluzzjoni tan-nitrat tal-fidda miżjuda (0,1 jew 0,05 ml);

b huwa l-aħħar valur pożittiv ta' Δ2E;

B hija s-somma tal-valuri assoluti ta' l-aħħar valuri pożittivi ta' Δ2E u l-ewwel valur negattiv ta' Δ2E (ara l-eżempju fil-Tabella 1).

5.2. *Test vojt*

Għamel test vojt u nnota dan meta tikkalkula r-riżultat finali.

Ir-riżultat V4 tat-test vojt fuq ir-reaġenti huwa mogħti, f'ml, bil-formula:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

fejn:

$V_2$ huwa l-valur, f'ml, tal-volum eżatt (Veq) tas-soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda li tikkorrespondi mat-titrazzjoni ta' 10 ml tas-soluzzjoni standard tal-klorur tal-potassju użat;

$V_3$ huwa l-valur, f'ml, tal-volum eżatt (Veq) tas-soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda li tikkorrespondi mat-titrazzjoni ta' 5 ml mis-soluzzjoni standard ta' referenza tal-klorur tal-potassju wżat.

5.3. *Eżami tal-verifika*

It-test vojt fl-istess ħin iservi bħala verifika li l-apparat qiegħed jaħdem sew u li l-proċedura tat-test qiegħda tiġi implimentata b'mod korrett.

5.4. *Determinazzjoni*

Ħu porzjon mill-kampjun ta' bejn 10 u 20 gramma u iżen sa l-eqreb 0,01 gramma. Ittrasferixxi b'mod kwantitattiv f'tazza ta' 250-ml. Żid 20 ml ilma, 5 ml soluzzjoni ta' aċidu nitriku (3.2), 120 ml aċetonu (3.1) u biżżejjed ilma sabiex iġġib il-volum totali ta' bejn wieħed u ieħor 150 ml.

Qiegħed il-virga ta' l-oġġett li jħawwad manjetiku (4.3) fit-tazza, poġġi t-tazza fuq l-oġġett li jħawwad u ħaddmu. Daħħal l-elettrodu tal-fidda (4.1) u n-naħa libera tal-pont (4.2) fis-soluzzjoni, qabbad l-elettrodi mal-potenzjomatur (4.1) u, wara li tkun ivverifikajt iż-żero ta' l-apparat, innota l-valur tal-potenzjal tal-bidu.

Ittitra bis-soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda, b'żidiet mill-mikroburetta (4.4) f'żidiet ta' 0,1 ml. Wara kull żieda, stenna l-istabilizzazzjoni tal-potenzjal.

Kompli ddoża kif speċifikat f'5.1, billi tibda mir-raba' paragrafu: 'Irrekordja l-volumi miżjuda u l-valuri korrespondenti tal-potenzjal fl-ewwel żewġ kolonni ta' tabella....'.

6. **Espressjoni ta' riżultati**

Fisser ir-riżultat bħala l-persentaġġ tal-kloru kontenut fil-kampjun kif ġie riċevut għall-analiżi.

Ikkalkula l-persentaġġ ta' kontenut tal-kloru (Ċ1) mill-formula:

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

fejn:

T huwa il-polarità tas-soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda użat;

$V_4$ huwa ir-riżultat, f'ml, tat-test vojt (5.2);

$V_5$ huwa l-valur, f'ml, ta' Veq li jikkorrespondi mad-determinazzjoni (5.4);

m hija l-massa, fi grammi, tal-porzjon tat-test.

*Tabella 1*

**EŻEMPJU**

| Volum tas-soluzzjoni ta' nitrat tal-fidda V | Potenzjal 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 | | |

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

METODU 7. DETERMINAZZJONI TA' RAMM

1. **Skop u kamp ta' applikazzjoni**

Dan id-dokument jiddefinixxi l-proċedura għad-determinazzjoni tal-kontenut ta' ramm f'fertilizzanti tan-nitrati ta' l-ammonju pur b'kontenut għoli ta' nitroġenu.

2. **Prinċipju**

Il-kampjun jiġi mdewweb f'aċidu idroklorikudilwit u l-kontenut ta' ramm jiġi determinat bi spettrofotometrija ta' assorbiment atomiku.

3. **Reaġenti**

3.1. Aċidu idrokloriku (densità f'temperatura ta' 20 °C = 1,18 g/ml).

3.2. Soluzzjoni ta' Aċidu idrokloriku 6 M.

3.3. Soluzzjoni ta' Aċidu idrokloriku 0,5 M.

3.4. Nitrat ta' l-Ammonju.

3.5. Perossidu ta' idroġenu, 30 %.

3.6. Soluzzjoni tar-ramm [1] (*stock*): iżen, sa l-eqreb 0,001 gramma, gramma ta' ramm pur, dewweb f'25 ml soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku 6 M (3.2), żid 5 ml perossidu ta' l-idroġenu (3.5) f'porzjonijiet u ddilwa sa litru bl-ilma. 1 ml ta' din is-soluzzjoni tikkontjeni 1 000 µg ramm (Cu).

3.6.1. Soluzzjoni tar-ramm [5] (dilwit): iddilwixxi 10 ml soluzzjoni stock (3.6) sa 100 ml bl-ilma imbagħad iddilwixxi 10 ml tas-soluzzjoni li tirriżulta, sa 100 ml bl-ilma, 1 ml tad-dilwizzjoni finali tikkontjeni 10 µg ramm (Cu).

Ipprepara din is-soluzzjoni fil-ħin li ser tintuża.

4. **Apparat**

Spetrofometru ta' assorbiment atomiku b'lampa tar-ramm (324,8 nm).

[1] Tista' tintuża soluzzjoni tar-ramm disponibbli kummerċjalment.

5. **Proċedura**

5.1. *Preparazzjoni tas-soluzzjoni għall-analiżi*

Iżen, sa l-eqreb 0,001 grammi, 25 gramma tal-kampjun, qiegħed f'tazza ta' 400 ml, żid b'attenzjoni 20 ml aċidu idrokloriku (3.1) (jista' jkun hemm reazzjoni viguruża minħabba formazzjoni ta' dijossidju tal-karbonju. Żid aktar aċidu idrokloriku, jekk meħtieġ. Meta jieqaf it-tfexfix, evapora sakemm jinxef fuq banju tal-fwar, ħawwad kultant b'virga tal-ħġieġ. Żid 15 ml soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku 6 M (3.2) u 120 ml ilma. Ħawwad bil-virga tal-ħġieġ, li għandha titħalla fit-tazza, u għatti l-beaker bi ħġieġa. Għalli s-soluzzjoni bil-mod sakemm titlesta d-dissoluzzjoni, imbagħad:

Itrasferixxi s-soluzzjoni b'mod kwantitattiv fi flask gradwat ta' 250 ml, billi taħsel it-tazza b'5 ml aċidu idrokloriku 6 M (3.2), u darbtejn b'5 ml miskun, imla sal-marka bl-aċidu idrokloriku 0,5 M (3.3) u ħawwad b'attenzjoni.

Iffiltra minn filtru tal-karta liberu mir-ramm ([1]), u armi l-ewwel 50 ml.

5.2. *Soluzzjoni vojta*

Ipprepara soluzzjoni vojta li minnha tneħħa biss il-kampjun u ppermetti għal dan fil-kalkolazzjoni tar-riżultati finali.

5.3. *Determinazzjoni*

5.3.1. Preparament tal-kampjun u tas-soluzzjonijiet għat-test vojta

Iddilwixxi s-soluzzjoni tal-kampjun (5.1) u s-soluzzjoni tat-test vojt (5.2) bis-soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku 0,5 M (3.3) għal konċentrazzjoni ta' ramm fi ħdan l-aħjarmedda ta' tkejjil ta' l-ispetrofometru. Normalment m'hemm bżonn l-ebda dilwizzjoni.

5.3.2. Preparament tas-soluzzjonijiet għal kalibrazzjoni

Billi tiddilwixxi s-soluzzjoni standard 3.6 bis-soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku 0,5 M (3.3), ipprepara mill-inqas ħames soluzzjonijiet standard li jikkorrespondu mal-varjazzjoni ta' tkejjil ottimu ta' l-ispetrofometru. (0 sa 5,0 mg/l Cu). Qabel ma timla sal-marka, żid ma kull soluzzjoni nitrat ta' l-ammonju (3.4) sabiex jagħti konċentrazzjoni ta' 10 % volum tal-piż.

5.4. *Tkejjil:*

Arma l-ispetrofometru (4) għal wavelength ta' 324,8 nm bl-użu ta' fjamma ossidizzanti ta' arja u aċitilena. Sprejja wara xulxin, għal tliet darbiet, is-soluzzjoni ta' kalibrazzjoni (5.3.2), il-soluzzjoni ta' kampjun u s-soluzzjoni vojta (5.3.1), aħsel l-istrument sew bl-ilma distillat wara kull darba li tisprejja. Pinġi l-kurva ta' kalibrazzjoni bl-użu ta' assorbanzi medji ta' kull standard użat bħala l-ordinati u l-konċentrazzjoni korrispondenti ta' ramm f'mg/ml bħala l-*abscissae*.

Iddetermina l-konċentrazzjoni ta' ramm fil-kampjun finali u s-soluzzjonijiet vojta b'referenza mal-kurva ta' kalibrazzjoni.

6. **Espressjoni ta' riżultati**

Ikkalkula l-kontenut ta' ramm fil-kampjun billi tinnota l-piż tal-kampjun tal-prova, id-dilwizzjonijiet magħmula fi-korsa ta' l-analiżi u l-valur tal-vojt. Fisser ir-riżultat bħala mg Cu/kg.

([1]) 6 Whatman 541 jew ekwivalenti

*ANNESS III*

## DETERMINAZZJONI TA' REŻISTENZA GĦAD-DETONAZZJONI

1. **Skop u kamp ta' applikazzjoni**

Dan id-dokument jiddefinixxi l-proċedura tad-determinazzjoni jew reżistenza għad-detonazzjoni tal-fertilizzanti tan-nitrat ta' l-ammonju b'kontenut għoli ta' nitroġenu.

2. **Prinċipju**

Il-kampjun għat-test jinqafel f'tubu ta' l-azzar u suġġett għal xokk ta' detonazzjoni minn charge ta' booster splussiv. Il-propagazzjoni ta' l-isplużjoni tiġi determinata mill-grad ta' kompressjoni taċ-ċilindri taċ-ċomb li fuqhom jistrieħ orizzontalment it-tubu waqt it-test.

3. **Materjali**

3.1. Splussiv tal-plastik li jikkontjeni minn 83 sa 86 % penthrite

Densità: 1 500 sa 1 600 kg/m3

Veloċita tad-detonazzjoni: 7 300 sa 7 700 m/s

Piż: 500 ± 1 gramma

3.2. Seba' tulijiet ta' korda għad-detonazzjoni b'qoxra mhux metallika

Piż tal-mili:11 sa 13 g/m

Tul ta' kull korda: 400 ± 2 mm

3.3. Boċċa kompressa ta' splussiv sekondarju, iritrata sabiex tirċievi d-detonatur.

Splussiv: hexogen/xemgħa 95/5 jew tetryl jew splussiv sekondarju simili, bil-grafite miżjuda jew mingħajra.

Densità: 1 500 sa 1 600 kg/m3

Dijametru 19 sa 21 mm

Għoli: 19 sa 23 mm

Daħla fiċ-ċentru sabiex tirċievi d-detonatur: Dijametru 7 sa 7,3 mm, fond 12 mm

3.4. Tubu ta' l-azzar mingħajr saldaturi kif speċifikat fl-ISO 65 – 1981 - Tqil

Serje, b'dimensjonijiet nominali DN 100 (4″)

Dijametru ta' barra: 113,1 sa 115,0 mm

Ħxuna tal-ħajt: 5,0 sa 6,5 mm

Tul: 1 005 (± 2) mm

3.5. Pjanċa tal-qiegħ

Materjal: azzar ta' kwalità li fuqu jista' jsir weldjar tajjeb

Dimensjonijiet: 160 × 160 mm

Ħxuna: 5 sa 6 mm

3.6. Sitt ċilindri taċ-ċomb

Dijametru 50 (± 1) mm

Għoli: 100 sa 101 mm

Materjali: Ċomb raffinat, ta' purità ta' mill-inqas 99,5 %

3.7. Blokka ta' l-azzar

Tul: Mill-inqas 1 000 mm

Wisgħa: Mill-inqas 150 mm

Għoli: Mill-inqas 150 mm

Piż: mill-inqas 300 kg jekk m'hemmx bażi soda għall-blokka ta' l-azzar

3.8. Ċilindru tal-plastik jew kartun għaċ-charge tal-booster

Ħxuna tal-ħajt: 1,5 sa 2,5 mm

Dijametru 92 sa 96 mm

Għoli: 64 sa 67 mm

3.9. Detonatur (ta' l-elettriku jew mhux ta' l-elettriku) b'forza tal-bidu ta' 8 jew

3.10. Diska ta' l-injam

Dijametru: 92 sa 96 mm. Id-dijametru għandhu jitqabbel mad-dijametru intern tat-tubu ta' l-azzar (3.4)

Ħxuna: 20 mm

3.11. Virga ta' l-injam ta' l-istess dimensjonijiet tad-detonatur (3.9)

3.12. Labar tal-ħjata (tul massimu 20 mm) u stejpler.

4. **Proċedura**

4.1. *Preparament taċ-charge tal-booster għall-inseriment fit-tubu ta' l-azzar*

Hemm żewġ metodi ta' introduzzjoni ta' l-isplussiv fiċ-charge tal-booster, li jiddependu fuq id-disponibilità ta' l-apparat

4.1.1. Introduzzjoni simultanja minn seba' punti

Iċ-charge tal-booster preparat għall-użu huwa muri fil-Figura 1.

4.1.1.1. Taqqab id-diska ta' l-injam (3.10) paralleli ma' l-assi tad-diski miċ-ċentru u ġewwa sitt punti mqassma b'mod simettriku madwar ċirku konċentriku b'dijametru ta' 55 mm. Id-dijametru tat-toqob għandu jkun minn 6 sa 7 mm (ara Sezzjoni A-B fil-Figura 1), li jiddependi mid-dijametru tal-korda ta' d-detonazzjoni użata (3.2).

4.1.1.2. Aqta' seba biċċiet ta' kordi ta' splużjoni flessibbli (3.2) kull wieħed 400 mm twil, evita t-telf ta' splussiv f'kull naħa billi tagħmel qatgħa nadifa u billi tissiġilla kull tarf bil-kolla. Għaddi kull wieħed mis-seba' biċċiet mis-seba' toqob fid-diska ta' l-injam (3.10) sakemm it-truf tagħhom joħorġu ftit ċm minn naħa l-oħra tad-diska. Imbagħad daħħal labra tal-ħjata żgħira (3.12) transversalment fil-qoxra magħmula minn tessut tal-kordi minn 5 sa 6 mm minn kull wieħed mit-tulijiet tagħhom u applika l-kolla madwar in-naħa ta' barra tal-korda f'ċirku b'wisgħa ta' 2 ċm ma' ġenb il-labra. Finalment, iġbed il-biċċa t-twila ta' kull korda sabiex iġġib il-labra f'kuntatt mad-diska ta' l-injam.

4.1.1.3. Ifforma l-isplussiv tal-plastik (3.1) sabiex jifforma ċilindru b'dijametru minn 92 sa 96 mm, li jiddependi fuq id-dijametru taċ-ċilindru (3.8). Waqqaf dan iċ-ċilindru fuq wiċċ ċatt u daħħal l-isplussiv li ġie ffurmat. Imbagħad daħħal id-diska ta' l-injam ([1]) li fiha s-seba' tulijiet ta' korda tad-detonazzjoni fin-naħa ta' fuq taċ-ċilindru u għafsu l-isfel għal fuq l-isplussiv. Aġġusta l-għoli taċ-ċilindru (64 sa 67 mm) sabiex it-tarf ta' fuq ma jestendix aktar mill-livell ta' l-injam. Finalment, waħħal iċ-ċilindru mad-diska ta' l-injam bl-istejpils madwar iċ-ċirkumferenza kollha tagħha.

4.1.1.4. Għaqqad it-truf liberi tas-seba' tulijiet ta' korda ta' d-detonazzjoni madwar iċ-ċirkumferenza tal-virga ta' l-injam (3.11) sabiex it-truf tagħhom huma kollha livell fi pjan perpendikulari mal-virga. Għaqqadhom f'mazz madwar il-virga b'mezz ta' tejp li jwaħħal ([2]).

4.1.2. Introduzzjoni ċentrali b'boċċa kompressa

Iċ-charge tal-booster preparat għall-użu huwa muri fil-Figura 2.

4.1.2.1. Il-preparament ta' boċċa kompressa

Billi tieħu l-prekawzjonijiet neċessarji tas-sigurtà, qiegħed 10 grammi ta' splussiv sekondarju (3.3) f'forma b'dijametru intern ta' 19 sa 21 mm u kkompressa għall-forma u densità korretti.

(Il-proporzjon tad-dijametru: l-għoli għandu jkun bejn wieħed u ieħor 1:1.)

Fiċ-ċentru tal-qiegħ tal-forma hemm musmar, 12 mm għoli u minn 7,0 sa 7,3 mm f'dijametru (li jiddependi mid-dijametru tad-detonatur użat), li jifforma riċess ċilindriku fl-iskartoċċ kompressat għall-inseriment sussegwenti tad-detonatur.

4.1.2.2. Preparazzjoni taċ-charge tal-booster

Qiegħed l-isplussiv tal-plastik fiċ-ċilindru (3.8) li hu mwaqqaf fuq wiċċ livell, imbagħad għafsu l-isfel b'puntill ta' l-injam sabiex tagħti forma ċilindrika b'daħla ċentrali lill-isplussiv. Daħħal il-boċċa kompressa f'dan ir-riċess. Għatti l-isplussiv f'forma ċilindrika li tikkontjeni l-boċċa kompressa b'diska ta' l-injam li fiha toqba ċentrali minn 7,0 sa 7,3 mm f'dijametru għall-inseriment ta' detonatur. Waħħal id-diska ta' l-injam u ċ-ċilindru flimkien b'salib magħmul minn tejp li jwaħħal. Iżgura li t-toqba mtaqqba fid-diska u r-riċess fil-boċċa kompressa huma b'assi komuni billi ddaħal il-virga ta' l-injam.

([1]) Id-dijametru tad-diska għandu jaqbel dejjem mad-dijametru intern taċ-ċilindru.
([2]) NB: Meta s-sitt tulijiet tal-korda periferali huma ssikkati wara l-armar, il-korda ċentrali għandha tibqa' xi ftit laxka.

4.2. *Ipprepara t-tubi ta' l-azzar għat-testijiet tad-detonazzjoni.*

F'tarf tat-tubu ta' l-azzar (3.4), taqqab żewġ toqbiet opposti dijametrikament b'dijametru ta' 4 mm perpendikularment mill-ħajt tal-ġenb f'distanza ta' 4 mm mit-tarf.

Iwweldja l-pjanċa ta' taħt (3.5) mat-tarf oppost tat-tubu, imla l-angolu rett ta' bejn il-pjanċa tal-qiegħ u l-ħajt tat-tubu bil-metall ta' l-iwweldjar madwar iċ-ċirkumferenza kollha tat-tubu.

4.3. *Mili u charging tat-tubu ta' l-azzar*

(Ara figuri 1, 2 u 3)

4.3.1. Il-kampjun tal-prova, it-tubu ta' l-azzar u ċ-charge tal-booster għandhom ikunu kondizzjonati għal temeraturi ta 20 (± 5) °C. Minn 16 sa 18-il kg tal-kampjun għat-test huma bżonnjużi għall-żewġ testijiet ta' detonazzjoni.

4.3.2. Waqqaf it-tubu bil-pjanċa tal-qiegħ kwadra tistriet fuq wiċċ sod u ċatt, preferibbilment konkos. Imla t-tubu sa bejn wieħed u ieħor terz ta' l-għoli tiegħu bil-kampjun għat-test u waqqgħu 10 ċm vertikali għal ma' l-art ħames darbiex sabiex tikkumpattja l-prills jew frak kemm jista' jkun b'mod dens fit-tubu. Sabiex taċċellera l-kumpattezza, ivvibra t-tubu billi tolqot il-ħajt tal-ġenb b'martell ta' bejn 750 – sa 1 000 gramma bejn it-twaqqiegħ għal totali ta' 10 darbiet.

Irrepeti dan il-metodu ta' charging b'rotazzjoni oħra tal-kampjun għat-test. Finalment, żieda oħra għandha ssir sabiex, wara l-kumpattezza billi tgħolli u twaqqa' it-tubu 10 darbiet u total ta' 20 daqqa intermittenti ta' martell, iċ-charge jimla t-tubu sa distanza ta' 70 mm mill-fetħa tiegħu.

L-għoli tal-mili tal-kampjun għandu jiġi aġġustat fit-tubu ta' l-azzar sabiex iċ-charge tal-booster (4.1.1 jew 4.1.2) li għandu jiġi mdaħħal wara għandu jkun f'kuntatt viċin mal-kampjun fuq il-wiċċ tiegħu kollu.

4.3.3. Daħħal iċ-charge tal-booster fit-tubu sabiex ikun f'kuntatt mal-kampjun; il-wiċċ ta' fuq tad-diska ta' l-injam għandu jkun 6 mm taħt it-tarf tat-tubu. Iżgura kuntatt viċin essenzjali bejn l-isplussiv u l-kampjun tal-prova billi żżid jew tnaqqas kwantitajiet żgħar tal-kampjun. Kif muri fil-Figuri 1 u 2, għandhom jiddaħħlu labar maqsumin mit-toqob fit-toqob viċin tat-tarf miftuħ tat-tubu u saqajhom jinfetħu ċatti mat-tubu.

4.4. *Posizzjonar tat-tubu ta' l-azzar u ċilindri taċ-ċomb*

4.4.1. Innumera l-bażijiet taċ-ċilindri taċ-ċomb (3.6) minn 1 sa 6. Għamel sitt marki 150 mm il-bogħod minn xulxin fuq il-linja ċentrali ta' blokka ta' l-azzar (3.7) imqiegħda fuq bażi orizzontali bl-ewwel marka mill-inqas 75 mm mit-tarf tal-blokka. Waqqaf ċilindru taċ-ċomb fuq kull wieħed minn dawn il-marki, bil-bażi ta' kull ċilindru ċċentrat fuq kull marka.

4.4.2. Mejjel it-tubu ta' l-azzar preparat skond 4.3 b'mod orizzontali fuq iċ-ċilindri taċ-ċomb sabiex kull assi tat-tubu huwa paralleli mal-linja taċ-ċentru tal-blokka ta' l-azzar u t-tarf iwweldjat ta' kull tubu testendi 50 mm il-barra miċ-ċilindru taċ-ċomb Nru 6. Sabiex tipprevjeni t-tubu milli jirrollja, daħħal feles żgħir ta' l-injam bejn in-naħa ta' fuq taċ-ċilindri taċ-ċomb u l-ħajt tal-tubu (wieħed fuq kull naħa) jew qiegħed salib ta' l-injam bejn it-tubu u l-blokka tal-ħadid.

Notament: Kun żgur li t-tubu huwa f'kuntatt mas-sitt ċilindri kollha; kurvatura żgħira fil-wiċċ tat-tubu jista' jiġi kkumpensat billi ddawwar it-tubu fuq l-assi lonġitudinali; jekk xi ċilindru taċ-ċomb huwa twil wisq (100 mm) tektek iċ-ċilindru in kwistjoni b'attenzjoni b'martell sakemm jilħaq l-għoli meħtieġ.

4.5. *Preparament għald-detonazzjoni*

4.5.1. Arma l-apparat skond il-4.4 f'bunker jew sit xieraq ippreparat taħt l-art (eż. minjiera jew mina). Iżgura li t-temperatura tat-tubu ta' l-azzar tinżamm f' 20 (± 5) °C qabel id-detonazzjoni.

Notament: Jekk m'humiex disponibbli siti għall-isparar bħal dawn, ix-xogħol jista, jekk meħtieġ, isir f'foss tal-konkos mgħotti bit-travi ta' l-injam. Id-detonazzjoni tista' tikkawża frak ta' l-azzar biex itiru b'enerġija kinetika għolja, għalhekk, l-isparar għandu jsir f'distanza xierqa mid-djar jew toroq.

4.5.2. Jekk jintuża ċ-charge tal-booster b'introduzzjoni minn seba' punti, kun ċert li l-kordi ta' splużżjoni huma mġebbda kif deskritt fin-nota tal-qiegħ lill-4.1.1.4 u rranġati bl-aktar mod orizzontali li jista' jkun.

4.5.3. Finalment, neħħi l-virga ta' l-injam u ibdlu bid-detonatur. Tisparax sakemm iż-żona ta' periklu tiġi evakwata u l-personal li jagħmlu t-test ikunu ħadu l-kenn.

4.5.4. Splodi l-isplussiv.

4.6. Ħalli ħin xieraq biex jinxterrdu d-dħaħen (li fihom il-gass u xi kultant prodotti ta' dikomposizzjoni tossika bħal gassijiet nitrużi), imbagħad iġbor iċ-ċilindri taċ-ċomb u kejjel it-tul tagħhom b'vernier caliper.

Irrekordja, għal kull wieħed miċ-ċilindri immarkat, il-grad ta' kompressjoni espressa bħala persentaġġ ta' l-għoli oriġinali ta' 100 mm. Jekk iċ-ċilindri jitgħaffġu bil-liwi, irrekordja l-valuri l-aktar għolja u l-aktar baxxi u kkalkula l-medja.

4.7. Jekk meħtieġ, tista' tintuża sonda għal tkejjil kontinwu tal-veloċità ta' d-detonazzjoni; is-sonda għandha tiddaħħar longitudinament ma' l-assi tat-tubu jew matul il-ħajt tal-ġenb.

4.8. Għandhom isiru żewġ testijiet għal kull kampjun.

5. **Rapport tat-test**

Il-valuri għall-parametri li ġejjin għandhom jingħataw fir-rapport tat-test għal kull test ta' detonazzjoni

— il-valuri attwalment użati għad-dijametru ta' barra tat-tubu ta' l-azzar u għall-ħxuna tal-ħajt,

— l-ebbusija Brinell tat-tubu ta' l-azzar,

— it-temperatura tat-tubu u tal-kampjun ftit qabel ma jsir l-isparar

— id-densità apparenti (kg/m3) tal-kampjun fit-tubu ta' l-azzar,

— l-għoli ta' kull ċilindru taċ-ċomb wara l-isparar, li jispeċifika n-numru taċ-ċilindru korrespondenti,

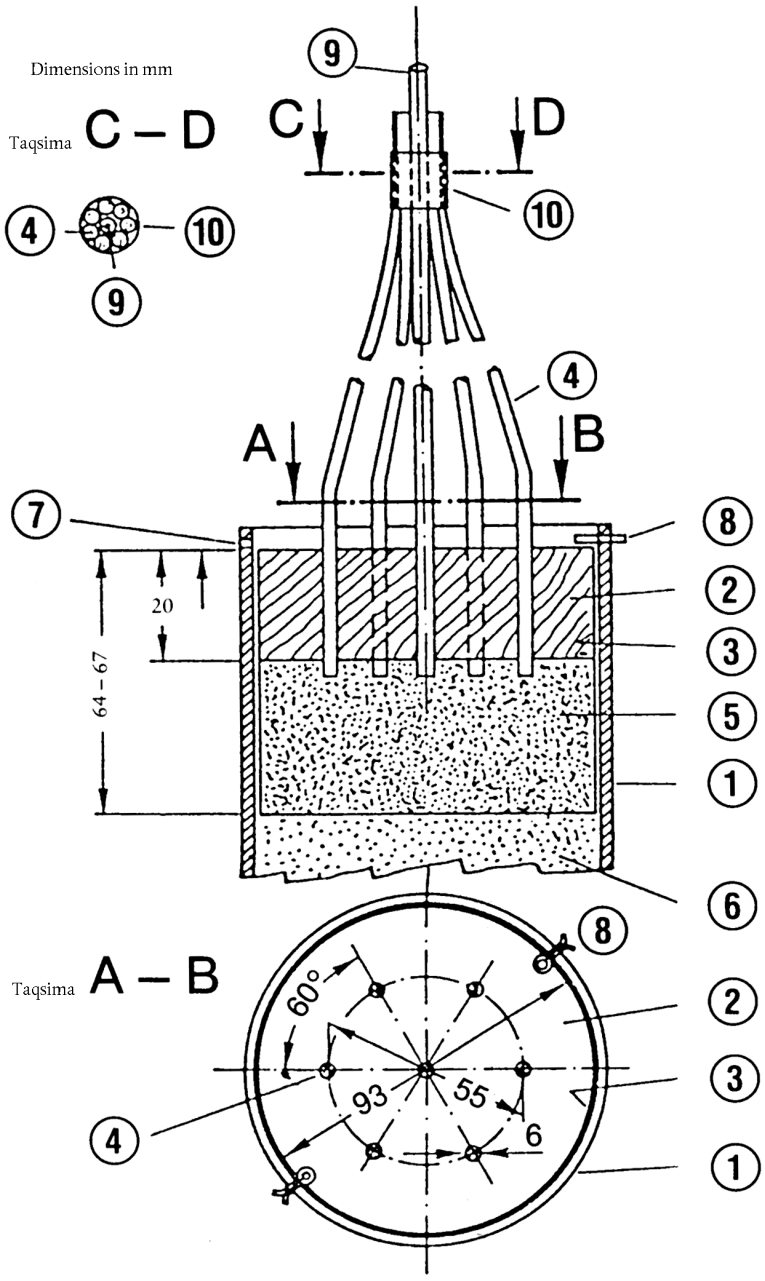
— metodu ta' l-introduzzjoni użata għaċ-charge tal-booster.

5.1. *Valutazzjoni tar-riżultati tat-test*

Jekk, f'kull sparatura, il-kumpressjoni ta' mill-inqas ċilindru taċ-ċomb wieħed ma jaqbiżx il-5 %, it-test għandu jkun ikkunsidrat konklussiv u l-kampjun f'konformità mal-ħtiġiet ta' Anness II tad-Direttiva 80/876/KEE.

*Figura 1*

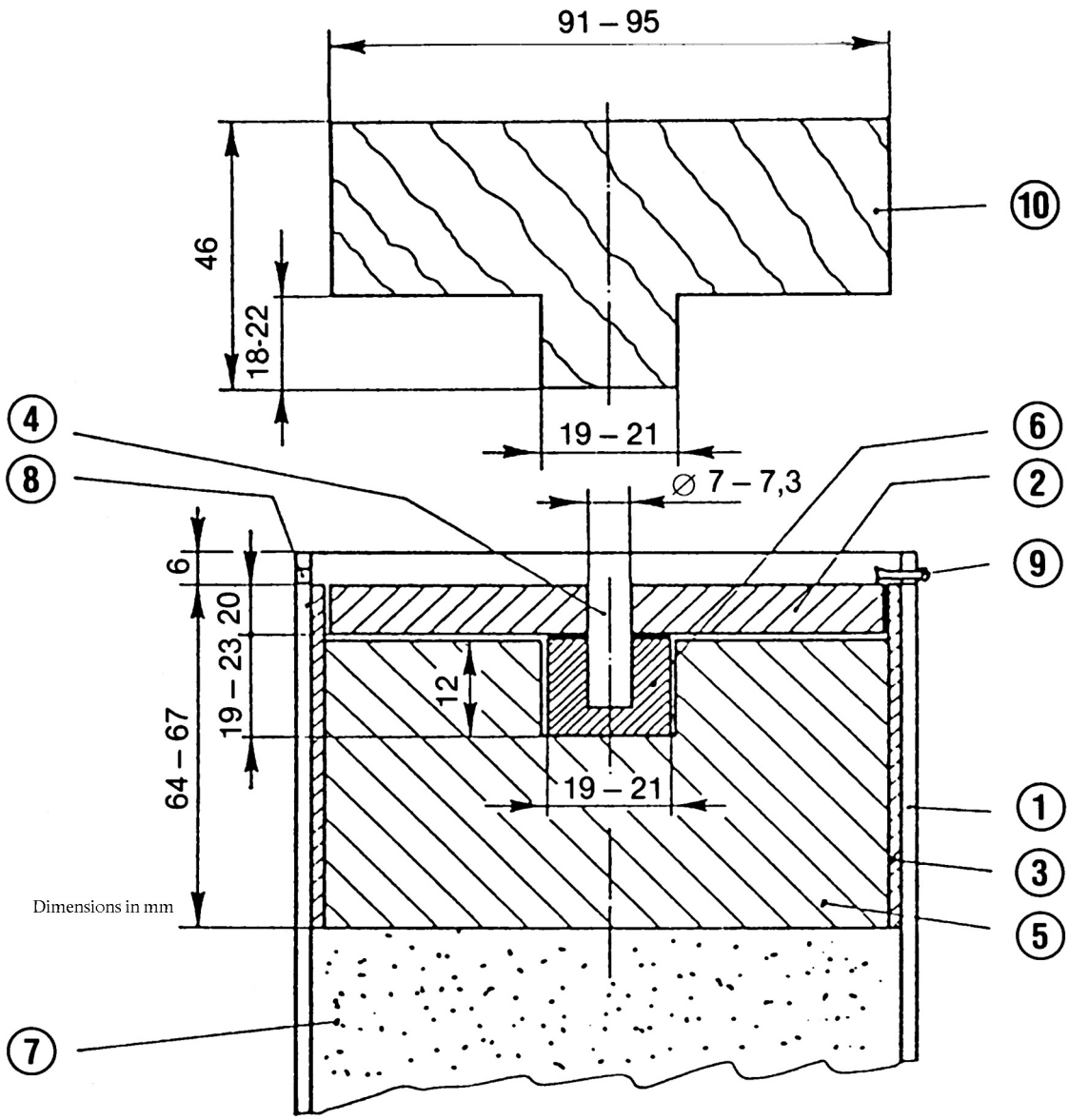
***Charge* tal-*booster* b'introduzzjoni minn seba' punti**




1. Tubu ta' l-azzar
2. Diska ta' l-injam b'seba' toqbiet
3. Ċilindru tal-plastik jew kartun
4. Kordi ta' splużżjoni
5. Splussiv tal-plastik
6. Kampjun għat-test
7. Toqba b'dijametru ta' 4 mm imtaqqba fil-labra maqsuma ta' riċeviment 8
8. Labra maqsuma
9. Virga ta' l-injam imdawwra b' 4
10. Tejp li jwaħħal sabiex jgħaqqad 4 madwar 9

*Figura 2*

***Charge* tal-*booster* b'introduzzjoni ċentrali**




① Tubu ta' l-azzar

② Diska ta' l-injam

③ Ċilindru tal-plastik jew kartun

④ Virga ta' l-injam

⑤ Splussiv tal-plastik

⑥ Boċċa kompressa

⑦ Kampjun għat-test

⑧ Toqba b'dijametru ta' 4 mm imtaqqba fil-labra maqsuma ta' riċeviment ⑨

⑨ Labra maqsuma

⑩ Puntill ta' l-injam għal ⑤

*Figura 3*

**Posizzjonar tat-tubu ta' l-azzar fis-sit ta' l-isparar**

