31987L0094

7.2.1987 ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV L 38/1

SMERNICA KOMISIE

z 8. decembra 1986

o aproximácii právnych predpisov členských štátov o postupoch kontroly vlastností, limitov a odolnosti voči výbuchu pri jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka

(87/94/EHS)

KOMISIA EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho hospodárskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu Rady 80/876/EHS z 15. júla 1980 o aproximácii právnych predpisov členských štátov o jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka ([1]), najmä na jej článok 8,

so zreteľom na smernicu Rady 76/116/EHS z 18. decembra 1975 o aproximácii právnych predpisov členských štátov o hnojivách ([2]), najmä na jej článok 9 ods. 2,

keďže smernica 76/116/EHS stanovuje vlastnosti, limity a skúšky odolnosti voči výbuchu spomínaných hnojív; keďže jej článok 8 stanovuje, že metódy overovania, analýzy a skúšky sa majú ustanoviť v súlade s postupom ustanoveným v článku 11 smernice 76/116/EHS;

keďže smernica 76/116/EHS stanovuje úradnú kontrolu pre hnojivá spoločenstva s cieľom overovania zhody s požiadavkami ustanovenými predpismi spoločenstva o kvalite a zložení hnojív;

keďže sa zdalo nutným, so zreteľom na špecifickú povahu jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka a na požiadavky na verejnú bezpečnosť, zdravie a ochranu pracovníkov s ňou spojenými, stanoviť dodatočné pravidlá spoločenstva pre tieto hnojivá;

keďže pre jednozložkové hnojivá typu dusičnanu amónneho, vzorkovanie a analýzy pre úradnú kontrolu hnojív spoločenstva sú opatrenia v súlade s metódami popísanými v smernici Komisie 77/535/EHS ([3]), zmenenej a doplnenej smernicou 79/138/EHS ([4]);

keďže v súlade s tým istým postupom počet tepelných cyklov, ktoré má podstúpiť vzorka pred skúšaním na odolnosť voči výbuchu, je ustanovený v prílohe II smernice 80/876/EHS a platný limit pre ťažké kovy je ustanovený v prílohe I tej istej smernice;

keďže spomínaná metóda uzavretých tepelných cyklov sa považuje za metódu dostatočne stimulujúcu podmienky, ktoré sa majú zobrať do úvahy v medziach uplatnenia smernice 80/876/EHS; keďže však táto metóda nemusí nevyhnutne simulovať všetky podmienky, ktoré nastávajú počas vodnej nákladnej dopravy;

keďže opatrenia uvedené v tejto smernici sú v súlade so stanoviskom Výboru pre prispôsobovanie smerníc týkajúcich sa odstraňovania technických prekážok obchodu s hnojivami technickému pokroku,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

1. Členské štáty prijmú potrebné opatrenia, aby sa úradné kontroly jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka, metódy overovania, analyzovania a skúšania stanovené smernicou 80/876/EHS vykonávali v súlade s metódami popísanými v prílohách II a III tejto smernice.

([1]) Ú. v. ES L 250, 23.9.1980, s. 7.
([2]) Ú. v. ES L 24, 30.1.1976, s. 21.
([3]) Ú. v. ES L 213, 22.8.1977, s. 1.
([4]) Ú. v. ES L 39, 14.2.1972, s. 3.

2. Príloha I upravuje:

— povolený obsah ťažkých kovov,

— požadovaný počet tepelných cyklov, ktoré má podstúpiť vzorka pred skúšaním na odolnosť voči výbuchu.

Článok 2

1. Členské štáty prijmú opatrenia potrebné na dosiahnutie súladu s touto smernicou do 31. decembra 1987. Bezodkladne o tom informujú Komisiu.

2. Členské štáty oznámia Komisii znenie vnútroštátnych právnych predpisov, ktoré prijmú v oblasti pôsobnosti tejto smernice.

Článok 3

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 8. decembra 1986

Za Komisiu

COCKFIELD

podpredseda

PRÍLOHA I

1. **Limity pre ťažké kovy podľa prílohy I, bod 6, smernice Rady 80/876/EHS.**

1.1. Obsah medi nesmie byť väčší ako 10 mg/kg.

1.2. Nie sú špecifikované limity pre ďalšie ťažké kovy.

2. **Počet tepelných cyklov v súlade s prílohou II smernice Rady 80/876/EHS.**

Počet aplikovaných tepelných cyklov je 5.

PRÍLOHA II

METÓDY OVERENIA ZHODY S LIMITAMI ŠPECIFIKOVANÝMI V PRÍLOHÁCH I A II K SMERNICI RADY 80/876/EHS

METÓDA 1. METÓDA NA POUŽITIE TEPELNÝCH CYKLOV

1. **Rozsah a oblasť uplatňovania**

Tento dokument definuje postupy pri používaní tepelných cyklov pred vykonaním testu retencie oleja a testu výbušnosti pri jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka

2. **Tepelné cykly popísané v prílohe I k smernici Rady 80/876 EHS**

2.1. *Oblasť uplatňovania*

Tento postup je pre tepelné cykly predchádzajúce stanoveniu retencie oleja hnojív.

2.2. *Princíp a definícia*

Skúšaná vzorka sa zahreje z normálnej teploty na 50 °C a udržiava sa na tejto teplote 2 hodiny (fáza pri 50 °C); teplota sa zníži na 25 °C a udržiava 2 hodiny (fáza pri 25 °C).

Tieto dve za sebou idúce fázy pri 50 °C a 25 °C spolu tvoria tepelný cyklus.

Po prebehnutí dvoch tepelných cyklov sa skúšaná vzorka udržiava pri teplote 20 (± 3) °C s cieľom určenia retencie oleja.

2.3. *Náradie*

Normálne laboratórne náradie, najmä:

— vodný kúpeľ, udržiavaný na stálej teplote pri 25 (± 1) respektíve 50 (± 1) °C,

— Erlenmayerové banky, každá s objemom 150 ml.

2.4. *Postup*

Každá skúšaná vzorka o hmotnosti 70 ± 5 g sa vloží do Erlenmayerovej banky, ktorá sa potom uzavrie zátkou.

Každá banka sa každé 2 hodiny premiestni z kúpeľa 50 °C do kúpeľa 25 °C a naopak.

Voda v oboch kúpeľoch sa udržiava na konštantnej teplote a v pohybe rýchlym miešaním tak, aby hladina vody vystúpila nad úroveň hladiny vzorky. Zátka sa chráni pred kondenzáciou použitím penového gumeného uzáveru.

3. **Tepelné cykly, ktoré majú byť použité pre prílohu II k smernici Rady 80/876/EHS**

3.1. *Oblasť uplatňovania*

Tento postup je pre tepelné cykly predchádzajúce vykonaniu testu výbušnosti.

3.2. *Princíp a definícia*

Vo vodotesnej skrinke sa vzorka zahreje z teploty prostredia na 50 °C a udržuje pri tejto teplote 1 hodinu (fáza pri 50 °C). Potom sa schladí na teplotu 25 °C a udržuje pri tejto teplote 1 hodinu (fáza pri 25 °C). Kombinácia za sebou idúcich fáz pri 50 °C a 25 °C tvorí jeden tepelný cyklus. Po požadovanom počte cyklov sa pred vykonaním testu výbušnosti vzorka udržiava pri teplote 20 (± 3) °C.

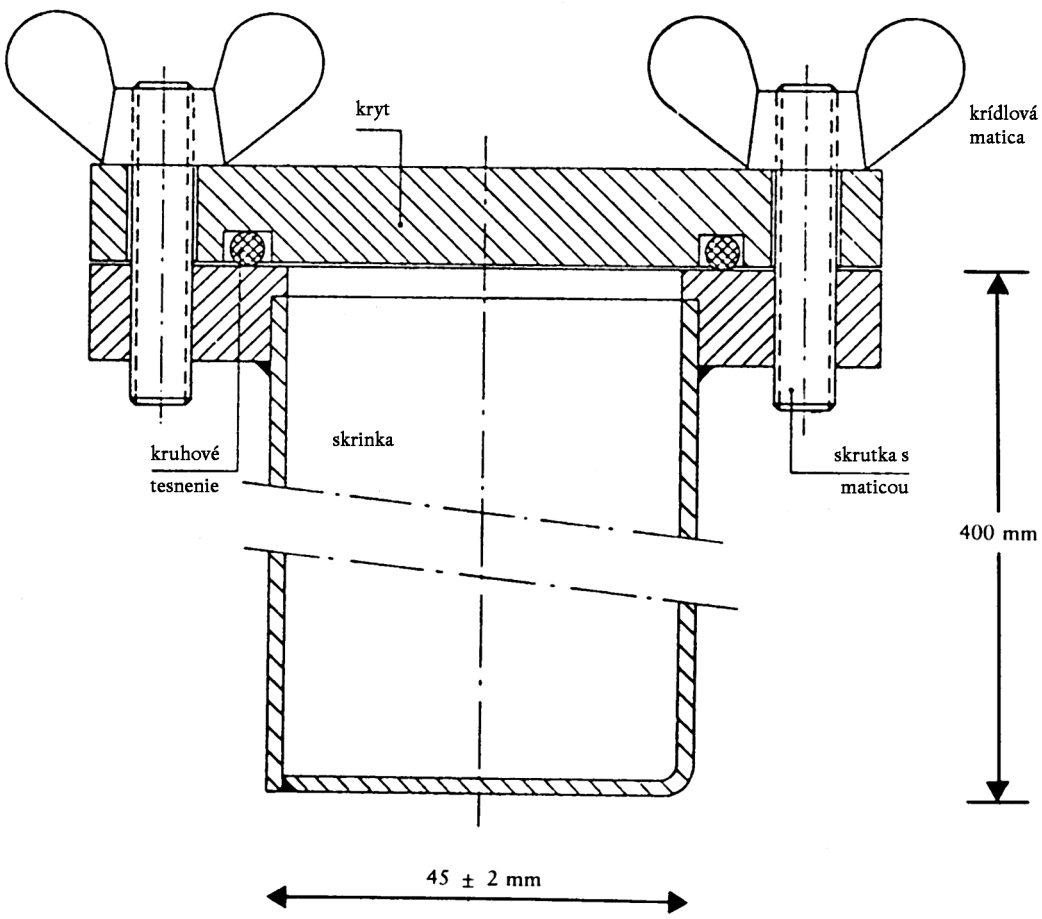
3.3. *Náradie*

— Vodný kúpeľ, udržiavaný v teplotnom rozsahu od 20 do 51 °C s minimálnym zahrievacím a chladiacím pomerom 10 °C za hodinu, alebo 2 vodné kúpele, jeden udržiavaný na teplote 20 °C, druhý na 51 °C. Voda v kúpeli/kúpeľoch je nepretržite miešaná; objem kúpeľa by mal byť dostatočne veľký, aby sa zaručila dostatočná cirkulácia vody.

— Skrinka z nehrdzavejúcej ocele, kompletne vodotesná, vybavená v strede termočlánkom. Vonkajšia šírka skrinky je 45 (± 2) mm a hrúbka steny je 1,5 mm (pozri obrázok 1). Výška a dĺžka skrinky môže byť zvolená tak, aby boli vhodné pre rozmery vodného kúpeľa, napr. dĺžka 600 mm; výška 400 mm.

3.4. *Postup*

Do skrinky sa umiestni také množstvo hnojiva, ktoré postačuje pre jednu detonáciu, a kryt sa uzavrie. Skrinka sa umiestni do vodného kúpeľa. Voda sa zahreje na 51 °C a zmeria sa teplota v strede hnojiva. Jednu hodinu po tom, ako teplota v strede dosiahne 50 °C, sa dá voda ochladiť. Jednu hodinu po tom, čo teplota v strede dosiahne 25 °C, sa dá voda zohriať, a tak sa začne druhý cyklus.



Obrázok 1

METÓDA 2. URČENIE RETENCIE OLEJA

1. **Rozsah a oblasť uplatňovania**

Tento dokument stanovuje postup pre určenie retencie oleja v jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

Táto metóda je použiteľná pre hnojivá prilované aj granulované, ktoré neobsahujú materiály rozpustné v oleji.

2. **Definícia**

Retencia oleja hnojív: množstvo zadržaného oleja v hnojive, ktoré je vystavené špecifikovaným pracovným podmienkam, vyjadrené ako percento hmotnosti

3. **Princíp**

Úplné ponorenie skúšanej vzorky vo výhrevnom oleji na presne určenú dobu, nasledované odčerpaním nadbytočného oleja za presne určených podmienok. Meranie nárastu hmotnosti skúšanej časti.

4. **Reagens**

Výhrevný olej

Viskozita maximálne: 5 m Pas pri 40 °C

Hustota: 0,8 do 0,85 g/ml pri 20 °C

Obsah síry: ≤ 1,0 % (m/m)

Popol: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Náradie**

Bežné laboratórne náradie a:

5.1. Váhy s presnosťou 0,01 g

5.2. Kadičky, objem 500 ml

5.3. Lievik z plastického materiálu, ideálne s valcovitou stenou na hornom konci, priemer približne 200 mm

5.4. Skúšobné sito s veľkosťou otvorov 0,5 mm, vhodné do lievika (5.3)

Poznámka: Veľkosť lievika a sita je taká, aby len niekoľko granúl ležalo jedno na druhom a olej mohol ľahko pretiecť.

5.5. Filtračný papier, rýchlo filtrujúci, krepový, jemný, váha 150 g/m^2

5.6. Absorbčná vata (laboratórna)

6. **Postup**

6.0. Dve oddelené určovania sa vykonajú v rýchlom slede za sebou na rôznych dávkach tej istej skúšanej vzorky.

6.1. Odstránia sa častice menšie ako 0,5 mm použitím skúšobného sita (5.4). Do kadičky (5.2) sa odváži približne 50 g vzorky s presnosťou 0,01 g. Pridá sa dostatočné množstvo výhrevného oleja (bod 4), aby sa úplne pokryli častice (prily) vzorky, a opatrne sa zamieša tak, aby povrchy všetkých častí príl boli úplne mokré. Kadička sa zakryje hodinovým sklíčkom a nechá sa stáť jednu hodinu pri 25 (± 2) °C.

6.2. Prefiltruje sa celý obsah kadičky cez lievik (5.3), v ktorom je vložené skúšobné sito (5.4). Porcia zachytená sitom sa nechá odstáť po dobu približne jednej hodiny, aby mohla väčšina prebytočného oleja odtiecť.

6.3. Dva hárky filtračného papiera (5.5) (asi 500 x 500 mm) sa položia na seba na hladký povrch; prehnú sa ich štyri rohy nahor do šírky asi 40 mm, aby sa prily neodkotúľali. Umiestnia sa dve vrstvy absorbčnej vaty (5.6) do stredu filtračných papierov. Vysype sa celý obsah sita (5.4) na absorbčné vaty a rovnomerne sa prily rozprestrú jemným plochým štetcom. Po dvoch minútach sa zdvihne jedna strana vaty, aby sa prily presypali na filtračné papiere, a rozprestrú sa rovnomerne štetcom. Na vzorku sa položí ďalší hárok filtračného papiera, podobne s rohmi prehnutými nahor, a jemne pritláčajúc sa valká krúživými pohybmi prily medzi filtračnými papiermi. Po každom ôsmom krúživom pohybe sa prestane a zdvihnú sa protiľahlé rohy filtračných papierov a vrátia sa do stredu prily, ktoré sa odkotúľali k okraju. Dodržuje sa nasledujúci postup: urobia sa 4 celé krúživé pohyby, najskôr v smere hodinových ručičiek a potom v protismere. Potom sa vrátia prily späť do stredu tak, ako je popísané hore. Tento postup sa vykoná trikrát (24 krúživých pohybov, rohy sa zdvihnú dvakrát). Opatrne sa vloží nový hárok filtračného papiera medzi spodný hárok a tým nad ním a skotúľajú sa prily na nový hárok tak, že sa zdvihnú rohy vrchného hárku. Prily sa zakryjú novým hárkom filtračného papiera a zopakuje sa ten istý postup, tak ako je popísané hore. Ihneď po valkaní sa prily vysypú do vopred odváženej misky a znova sa odváži vzorka s presnosťou na 0,01 g, a tak sa stanoví váha množstva výhrevného oleja, ktorý sa vo vzorke zadržal.

6.4. *Opakovanie vaľkania a opätovné odváženie.*

Ak je množstvo výhrevného oleja, ktorý sa zadržal v skúmanej časti vzorky, väčšie než 2,00 g, skúmaná časť vzorky sa umiestni na novú sadu filtračných papierov a zopakuje sa vaľkanie, zdvíhajúc rohy v súlade s bodom 6.3 (dvakrát osem krúživých pohybov, zdvihnutie raz). Potom sa opätovne odváži skúmaná časť vzorky.

7. **Vyjadrenie výsledku**

7.1. *Metóda vypočítania a vzorec*

Retencia oleja z každého určovania (6.0) je vyjadrená ako percento hmotnosti skúmanej testovacej vzorky presypanej cez sito a je určená rovnicou:

$$\text{Retencia oleja} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100,$$

kde:

m_1 je hmotnosť v gramoch skúmanej testovacej vzorky presypanej cez sito (6.1),

m_2 je hmotnosť v gramoch testovanej vzorky uvedenej v zárážke 6.3 respektíve 6.4 meraná pri poslednom vážení.

Ako výsledok sa berie aritmetický priemer z dvoch jednotlivých určovaní.

METÓDA 3. URČENIE HORĽAVÝCH ZLOŽIEK

1. **Rozsah a oblasť uplatňovania**

Tento dokument stanovuje postup pre určenie prítomnosti horľavých zložiek v jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Oxid uhličitý vyprodukovaný anorganickými plnidlami sa vopred odstráni kyselinou. Organické zlúčeniny sa oxidujú pomocou zmesi kyseliny chrómovej a sírovej. Vzniknutý oxid uhličitý sa absorbuje v roztoku hydroxidu bárnatého. Zrazenina sa rozpustí v roztoku kyseliny chlorovodíkovej a odmeria sa spätnou titráciou roztokom hydroxidu sodného.

3. **Reagens**

3.1. Oxid chromitý Cr_2O_3 (pre analýzu);

3.2. Hustota kyseliny sírovej pri 20 °C = 1,83 g/ml: 60 % objemu

360 ml vody sa vleje do jednolitrovej kadičky a opatrne sa pridá 640 ml kyseliny sírovej.

3.3. Dusičnan strieborný: 0,1 M roztok;

3.4. Hydroxid bárnatý:

Odváži sa 15 g hydroxidu bárnatého $[Ba(OH)_2.8H_2O]$ a úplne sa rozpustí v horúcej vode. Roztok sa schladí a preleje do jednolitrovej banky. Naplní sa po značku a zamieša. Prefiltruje sa cez skladaný filtračný papier.

3.5. Kyselina chlorovodíková: 0,1 M štandardný roztok;

3.6. Hydroxid sodný: 0,1 M štandardný roztok;

3.7. Brómofenolová modrá: roztok 0,4 g na liter vody;

3.8. Fenolftaleín: roztok 2 g na liter v 60 % roztoku etanolu;

3.9. Vápnová sóda: rozmery častíc asi 1,0 až 1,5 mm.

3.10. Demineralizovaná voda, čerstvo prevarená, aby sa odstránil oxid uhličitý.

4. **Náradie**

4.1. Bežné laboratórne náradie, najmä:

— filtračný kelímok s miskou zo sintrovaného skla a objemom 15 ml; priemer misky: 20 mm; celková výška: 50 mm; pórovitosť 4 (póry o priemere od 5 do 15 μm),

— 600 ml kadička.

4.2. Zásoba stlačeného dusíka

4.3. Prístroj vyrobený z nasledujúcich častí a vyhotovený, ak je možné, pomocou sférických brúsených spojov (pozri obrázok 2).

4.3.1. Absorpčná trubica A asi 200 mm dlhá a 30 mm v priemere, naplnená vápnovou sódou (3.9), uzavretá zátkami z vláknitého skla.

4.3.2. 500 ml reakčná banka B s bočným ramenom a okrúhlym dnom.

4.3.3. Vigreuxov frakčný stĺpec asi 150 mm dlhý (C′).

4.3.4. Kondenzátor s dvojitým povrchom C, 200 mm dlhý.

4.3.5. Drechselova fľaša D fungujúca ako lapač akejkoľvek prebytočnej kyseliny, ktorá sa ešte vydestiluje.

4.3.6. Ľadový kúpeľ E na schladenie Drechselovej fľaše.

4.3.7. Dve absorpčné nádoby F_1 a F_2, 32 až 35 mm v priemere, ktorých plynový rozdeľovač obsahuje 10 mm disk z nízkoporézneho sintrovaného skla.

4.3.8. Sacia pumpa a zariadenie regulujúce satie G, skladajúce sa zo sklenenej časti v tvare T zapojenej do obvodu, voľné rameno, ktoré je spojené s kapilárovou trubicou krátkou gumenou hadicou so šraubovou svorkou.

Upozornenie:

Používanie vriaceho roztoku kyseliny chrómovej v prístroji pri zníženom tlaku je nebezpečnou operáciou a vyžaduje si príslušné bezpečnostné opatrenia.

5. **Postup**

5.1. *Vzorka pre analýzu*

Odváži sa približne 10 g dusičnanu amónneho s presnosťou na 0,001 gramov.

5.2. *Odstránenie uhličitanov*

Analyzovaná vzorka sa vloží do reakčnej banky B. Pridá sa 100 ml H_2SO_4 (3.2). Prily sa rozpustia za asi 10 minút pri izbovej teplote. Prístroj sa zostaví tak, ako je naznačené v diagrame: spojí sa jeden koniec absorpčnej trubice (A) so zdrojom dusíka (4.2) cez nevratné prietokové zariadenie obsahujúce 5 až 6 mm ortuti a druhý koniec do plniacej trubice reakčnej banky. Pripraví sa Vigreuxov frakčný stĺpec (C′) a kondenzátor (C) so zásobou chladiacej vody. Nastaví sa prietok dusíka tak, aby cez zmes prechádzal mierny tok, privedie sa roztok do varu a zohrieva sa dve minúty. Na konci tejto doby by malo prestať šumenie. Ak bubliny stále vidieť, pokračuje sa v zohrievaní 30 minút. Roztok sa chladí najmenej 20 minút s dusíkom prúdiacim cezeň.

Zostaví sa prístroj tak, ako je naznačené v diagrame – spojením kondenzačnej trubice s Drechselovou fľašou (D) a fľaše s absorpčnými nádobami F_1 a F_2. Dusík musí prechádzať roztokom počas zostavovania. Urýchlene sa vleje 50 ml roztoku hydroxidu bárnatého (3.4) do oboch absorpčných nádob (F_1 a F_2).

Speňuje sa tokom dusíka asi 10 minút. Roztok musí byť v absorpčných nádobách čistý. Ak sa tak nestane, postup na odstránenie uhličitanov sa musí upraviť.

5.3. *Oxidácia a absorpcia*

Po prerušení prílevu dusíka sa urýchlene vsype cez bočné rameno reakčnej banky (B) 20 g oxidu chromitého (3.1) a 6 ml roztoku dusičnanu strieborného (3.3). Spojí sa prístroj so sacou pumpou a upraví sa prietok dusíka tak, aby stály tok plynových bubliniek prechádzal cez sklenené absorpčné nádoby F_1 a F_2 zo sintrovaného skla.

Zohreje sa reakčná banka (B), kým kvapalina nezovrie, a var sa udržiava 1 1/2 hodiny [1]. Je možné, že bude potrebné upraviť regulačný ventil satia (G), aby sa upravil tok dusíka, keďže je možné, že uhličitan bária, ktorý sa zrážal počas skúšky, zablokoval sklenené disky zo sintrovaného skla. Proces je uspokojivý, keď roztok hydroxidu bárnatého v absorpčnej nádobe F_2 zostane čistý. Ak nie, tak sa zopakuje test. Prestane sa zohrievať a rozloží sa prístroj. Umyjú sa oba rozdeľovače z vnútra aj z vonku a tým sa odstráni hydroxid bárnatý a zozbierajú sa umyté zbytky v príslušných absorpčných nádobách. Rozdeľovače sa umiestnia jeden po druhom do 600 ml kadičky, ktorá bude následne použitá na určovanie.

Urýchlene sa filtruje pod vákuom najskôr obsah absorpčnej nádoby F_2 a potom absorpčnej nádoby F_1 použitím kelímka zo sintrovaného skla. Zozbiera sa usadenina vypláchnutím absorpčných nádob vodou (3.10) a premyje sa kelímok 50 ml tej istej vody. Kelímok sa umiestni do 600 ml kadičky a pridá sa asi 100 ml vody. Vleje sa 50 ml vriacej vody do oboch absorpčných nádob a pustí sa prietok dusíka cez rozdeľovače po dobu piatich minút. Zmieša sa voda s tou z kadičky. Zopakuje sa postup ešte raz, aby sme sa uistili, že rozdeľovače boli dôkladne prepláchnuté.

5.4. *Meranie uhličitanov pochádzajúcich z organického materiálu.*

Pridá sa päť kvapiek fenolftaleínu (3.8) do obsahu kadičky. Roztok sčervená. Titruje sa kyselina chlorovodíková (3.5), kým ružová farba nezmizne. Roztok sa dobre zamieša v kelímku, aby sa skontrolovalo, či sa ružová farba znova neobjaví. Pridá sa päť kvapiek brómfenolovej modrej a titruje sa s kyselinou chlorovodíkovou, kým sa roztok nesfarbí na žlto. Pridá sa ďalších 10 ml kyseliny chlorovodíkovej.

Zohreje sa roztok na bod varu a udržiava sa vo vare maximálne jednu minútu. Dôsledne sa kontroluje, či nezostala zrazenina v kvapaline.

Roztok sa ochladí a opäť sa titruje roztokom hydroxidu sodného (3.6).

6. **Slepý pokus**

Vykoná sa slepý pokus tým istým postupom a použijú sa tie isté množstvá všetkých činidiel.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

Obsah horľavých zložiek (C), vyjadrený uhlíkom, je vyjadrený percentom hmotnosti vzorky, ktoré sa vypočíta týmto vzorcom:

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

kde:

E = hmotnosť testovanej vzorky v g,

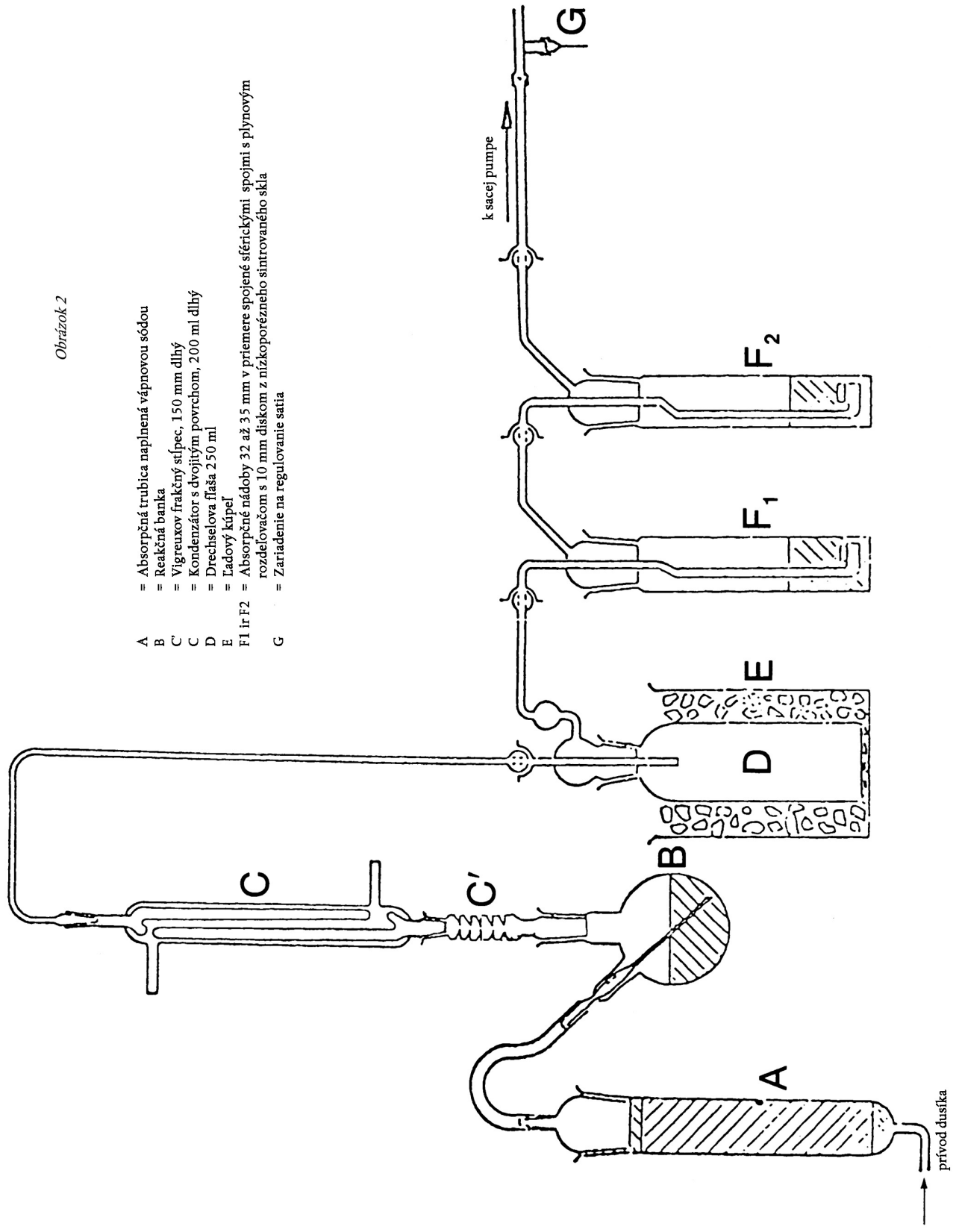
V_1 = celkový objem v ml 0,1 M kyseliny chlorovodíkovej pridanej po zmene farby fenolftaleínu,

V_2 = objem v ml 0,1 M roztoku hydroxidu sodného použitého na spätnú titráciu.

[1] Reakčný čas 1 1/2 hodiny je dostatočný pri väčšine organických látok za prítomnosti dusičňanu strieborného ako kaltalyzátora.

Obrázok 2

A = Absorpčná trubica naplnená vápnovou sódou
B = Reakčná banka
C' = Vigreuxov frakčný stĺpec, 150 mm dlhý
C = Kondenzátor s dvojitým povrchom, 200 ml dlhý
D = Drechselova fľaša 250 ml
E = Ľadový kúpeľ
F1 ir F2 = Absorpčné nádoby 32 až 35 mm v priemere spojené sférickými spojmi s plynovým rozdeľovačom s 10 mm diskom z nízkoporézneho sintrovaného skla
G = Zariadenie na regulovanie satia



METÓDA 4. STANOVENIE HODNOTY pH

1. **Rozsah a oblasť uplatňovania**

Tento dokument stanovuje postup pre meranie hodnoty pH jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Meranie pH roztoku dusičnanu amónneho pomocou pH metra.

3. **Reagens**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého.

3.1. *Pufrovací roztok, pH 6,88 pri 20 °C*

Rozpustí sa 3,40 ± 0,01 gramov ortofosforečňanu dihydrogén-draselného (KH_2PO_4) v približne 400 ml vody. Potom sa rozpustí 3,55 ± 0,01 gramov hydrogénortofosforečňanu sodného (Na_2HPO_4) v približne 400 ml vody. Prelejú sa oba roztoky bezo zvyšku do 1 000 ml štandardnej banky, doplní sa po značku a zamieša sa. Tento roztok sa uzavrie do vzduchotesnej nádoby.

3.2. *Pufrovací roztok, pH 4,00 pri 20 °C*

Rozpustí sa 10,21 ± 0,01 gramov hydrogénftalátu draselného($KHC_8O_4H_4$) vo vode, preleje sa bezo zvyšku do 1 000 ml štandardnej banky, doplní sa po značku a zamieša sa.

Roztok sa uzavrie do vzduchotesnej nádoby.

3.3. Smú byť použité na trhu dostupné štandardné roztoky pH.

4. **Náradie**

pH meter, vybavený sklenenou kalomelovou elektródou alebo jej ekvivalentom, citlivosť 0,05 pH jednotky.

5. **Postup**

5.1. *Kalibrácia pH metra*

pH meter (4) sa kalibruje pri teplote 20 (± 1) °C použitím pufrovacieho roztoku (3.1), (3.2) alebo (3.3). Pomalý prúd dusíka sa pustí na hladinu roztoku a udržiava sa po celý test.

5.2. *Určenie*

100,0 ml vody sa naleje na 10 ± (0,01) g vzorky v 250 ml kadičke. Odstránia sa nerozpustné časti filtráciou, oddelením alebo centrifúgou kvapaliny. Zmeria sa pH hodnota čistého roztoku pri teplote 20 (± 1) °C takým istým spôsobom ako pri kalibrácii pH metra.

6. **Vyjadrenie výsledkov**

Výsledok sa vyjadrí v jednotkách pH s presnosťou na 0,1 jednotky a zaznamená sa použitá teplota.

METÓDA 5. URČENIE VEĽKOSTI ČASTÍC

1. **Rozsah a oblasť uplatňovania**

Tento dokument stanovuje postup pre preosievaciu skúšku jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Skúšaná vzorka je preosievaná cez sústavu troch sít buď ručne, alebo pomocou stroja. Množstvo zachytené v každom site je zapísané a vypočíta sa percentuálny podiel množstva, ktoré prešlo požadovanými sitami.

3. **Náradie**

3.1. Štandardné drôtené testovacie sitá s priemerom 200 mm s veľkosťou otvorov 2,0 mm, 1,0 mm, respektíve 0,5 mm, vrchnák a zberná nádoba

3.2. Váhy s presnosťou 0,1 gramu

3.3. Mechanická sitová trepačka (ak je dostupná) schopná uviesť do vertikálneho aj horizontálneho pohybu skúšanú vzorku

4. **Postup**

4.1. Vzorka sa rozdelí na reprezentatívne časti približne po 100 g

4.2. Jedna táto časť sa odváži s presnosťou na 0,1 g

4.3. Zostaví sa sústava sít v stúpajúcom poradí; zberná nádoba, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm a odvážená časť sa položí na vrchné sito. Vrchnákom sa uzavrie vrch sústavy sít.

4.4. Trasie sa ručne alebo strojom, uvedením do vertikálneho a horizontálneho pohybu a ak sa trasie ručne, tak sa príležitostne poklepe. Pokračuje sa týmto spôsobom 10 minút alebo dovtedy, kým množstvo prechádzajúce cez každé sito za minútu je menšie než 0,1 gramu.

4.5. Postupne sa sitá zo zariadenia odkladajú a zbiera sa materiál, ktorý sa zadržal, ak by to bolo potrebné, miska sa z opačnej strany vyčistí jemným štetcom.

4.6. Odváži sa zadržaný materiál na každom site a aj to, čo sa nahromadilo v zbernej nádobe, s presnosťou na 0,1 gramu.

5. **Vyhodnotenie výsledkov**

5.1. Prepočíta sa podiel hmotnosti získanej z každého sita na percentá z celkovej hmotnosti získanej vo všetkých hmoty (nie pôvodnej náplne).

Vypočíta sa percentuálny podiel v zbernej nádobe (i.e. < 0,5 mm): A %

Vypočíta sa percentuálny podiel zadržaný na 0,5 mm site: B %

Vypočíta sa percentuálny podiel častíc prechádzajúcich 1 mm sitom, i.e. A + B %

Suma frakcií by mala byť v medziach 2 % počiatočného množstva.

5.2. Mali by sa vykonať najmenej dve oddelené stanovenia a jednotlivé výsledky pre A by nemali byť rozdielne celkovo o viac ako 1,0 % a pre B celkovo o viac ako 1,5 %. V opačnom prípade sa skúška zopakuje.

6. **Vyjadrenie výsledkov**

Zapíše sa priemer dvoch hodnôt pre A a pre A + B.

METÓDA 6. URČENIE OBSAHU CHLÓRU (AKO CHLORIDOVÉHO IÓNU)

1. **Rozsah a oblasť uplatňovania**

Tento dokument stanovuje postup pre určenie obsahu chlóru v jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Chloridové ióny rozpustné vo vode sa zistia potenciometrickou titráciou dusičnanu strieborného v kyslom prostredí.

3. **Reagens**

Destilovaná alebo demineralizovaná voda, bez chloridových iónov.

3.1. Acetón

3.2. Koncentrovaná kyselina dusičná (hustota pri 20 °C = 1,40 g/ml)

3.3. Štandardný roztok dusičnanu strieborného 0,1 M. Tento roztok sa skladuje v hnedej sklenenej fľaši.

3.4. Štandardný roztok dusičnanu strieborného 0,004 M – pripraví sa v čase použitia.

3.5. Chlorid draselný. 0,1 M štandardný referenčný roztok. S presnosťou na 0,1 mg sa odváži 3,7276 g chloridu draselného p. a., ktorý sa predtým sušil jednu hodinu v peci pri 130 °C a schladil v desikátore na izbovú teplotu. Rozpustí sa v malom množstve vody, roztok sa preleje bezo zvyšku do 500 ml štandardnej banky, ktorá sa naplní po značku, a zamieša sa.

3.6. Chlorid draselný, 0,004 M štandardný referenčný roztok – pripraví sa v čase použitia

4. **Náradie**

4.1. Potenciometer so striebornou indikačnou elektródou a kalomelovou referenčnou elektródou, citlivosť 2 mV s rozsahom od – 500 do + 500 mV

4.2. Mostík obsahujúci nasýtený roztok dusičnanu draselného, napojený na kalomelovú elektródu 4.1, utesnený na koncoch poréznymi zátkami.

Poznámka: Toto premostenie nie je potrebné, ak sa použijú elektródy zo síranu strieborného a síranu ortutnatého (1).

4.3. Magnetické miešadlo s tyčou pokrytou teflónom

4.4. Mikrobireta s presným špicom so stupnicou delenou na 0,01 ml dieliky

5. **Postup**

5.1. *Štandardizácia roztoku dusičnanu strieborného*

5,00 ml a 10,00 ml štandardného referenčného roztoku chloridu draselného (3.6) sa vleje do dvoch nízkych kadičiek vhodného objemu (napríklad 250 ml). Vykoná sa nasledovná titrácia obsahu oboch kadičiek.

Pridá sa 5 ml roztoku kyseliny dusičnej (3.2), 120 ml acetónu (3.1) a dostatočné množstvo vody, aby bol celkový objem asi 150 ml. Do kadičky sa vloží tyč magnetického miešadla (4.3) a zapne sa. Do roztoku sa ponorí strieborná elektróda (4.1) a voľný koniec mostíka (4.2). Elektródy sa zapoja do potenciometra (4.1) a potom, čo sa uistíme, že prístroj je vynulovaný, sa zapíše hodnota počiatočného potenciálu.

Nasleduje titrácia použitím mikrobiretu (4.4), pridaním na začiatku 4 alebo respektíve 9 ml roztoku dusičnanu strieborného, zodpovedajúceho použitému štandardnému referenčnému roztoku chloridu draselného. Pokračuje sa v pridávaní po 0,1 ml pri 0,004 M roztoku a po 0,05 ml 0,1 M roztokov. Po každom pridaní sa počká, kým sa potenciál stabilizuje.

Zapíšu sa pridané objemy a zodpovedajúce hodnoty potenciálu do prvých dvoch stĺpcov tabuľky.

Do tretieho stĺpca tabuľky sa zapíšu postupné prírastky (Δ_1E) potenciálu E. Do štvrtého stĺpca tabuľky sa zapíšu kladné alebo záporné rozdiely (Δ_2E) medzi potenciálnymi prírastkami (Δ_1E). Koniec titrácie nastane vtedy, keď pridaním dávky 0,1 alebo 0,05 ml (V_1) do roztoku dusičnanu strieborného sa dosiahne najvyššia hodnota Δ_1E.

Presný objem (V_{eq}) roztoku dusičnanu strieborného na konci reakcie sa vypočíta použitím vzorca:

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

kde:

V_0 je celkový objem v ml roztoku dusičnanu strieborného, o jednu dávku nižší než objem, ktorým vznikne najvyšší prírastok Δ_1E;

V_1 je objem v ml poslednej pridanej dávky roztoku dusičnanu strieborného (0,1 alebo 0,05 ml);

b je posledná kladná hodnota $\Delta_2 E$;

B je súčet absolútnych hodnôt posledných kladných hodnôt $\Delta_2 E$ a prvej zápornej hodnoty $\Delta_2 E$ (príklad pozri v tabuľke 1).

5.2. *Slepý pokus*

Vykoná sa slepý pokus a počíta sa s ním pri vypočítavaní konečného výsledku.

Výsledok V_4 slepého pokusu na činidlách sa vypočíta v ml vzorcom:

$$V_4 = 2V_3 - V_2,$$

kde:

V_2 je hodnota v ml presného objemu (V_{eq}) roztoku dusičnanu strieborného pri titrácii 10 ml štandardného referenčného roztoku chloridu draselného;

V_3 je hodnota v ml presného objemu (V_{eq}) roztoku dusičnanu strieborného pri titrácii 5 ml štandardného referenčného roztoku chloridu draselného.

5.3. *Kontrolná skúška*

Slepý pokus môže taktiež poslúžiť ako kontrola, či prístroj funguje tak, ako má, a či je skúšobný postup vykonávaný správne.

5.4. *Určenie*

Časť vzorky o hmotnosti v rozpätí od 10 do 20 g sa odváži s presnosťou na 0,01 g. Prenesie sa kvantitatívne do 250 ml kadičky. Pridá sa 20 ml vody, 5 ml roztoku kyseliny dusičnej (3.2), 120 ml acetónu (3.1) a dostatočné množstvo vody, aby sa celkový objem doplnil na asi 150 ml.

Tyč magnetického miešadla sa vloží (4.3) do kadičky, kadička sa položí na miešadlo a to sa zapne. Strieborná elektróda (4.1) a voľný koniec mostíka (4.2) sa ponoria do roztoku, napoja sa elektródy na potenciometer (4.1) a potom, čo sa uistíme, že prístroj je vynulovaný, sa zapíše hodnota počiatočného potenciálu.

Titruje sa roztokom dusičnanu strieborného, pridávaním prírastkov po 0,1 ml z mikrobirety (4.4). Po každom pridaní sa počká, kým sa potenciál stabilizuje.

Pokračuje sa v titrácii tak, ako to je popísané v 5.1, počínajúc od 4. paragrafu. „Zapíšu sa pridané objemy a zodpovedajúce hodnoty potenciálu do prvých dvoch stĺpcov tabuľky...“

6. **Vyjadrenie výsledkov**

Výsledok analýzy sa vyjadrí ako percentuálny pomer chlóru vo vzorke prijatej na analýzu.

Percentuálny podiel obsahu chlóru (Cl) sa vypočíta vzorcom:

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

kde:

T je molarita použitého roztoku dusičnanu strieborného;

V_4 je výsledok v ml slepého pokusu (5.2);

V_5 je hodnota v ml V_{eq} zodpovedajúca stanoveniu (5.4);

m je hmotnosť v g skúšanej vzorky.

Tabuľka 1

PRÍKLAD

Objem roztoku dusičnanu strieborného V	Potenciál E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
v ml	mV		
4,80	176		
		35	
4,90	211		+ 37
		72	
5,00	283		- 49
		23	
5,10	306		- 10
		13	
5,20	319		

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

METÓDA 7. URČENIE MEDI

1. **Rozsah a oblasť uplatňovania**

Tento dokument stanovuje postup pre určenie obsahu medi v jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Vzorka je rozpustená v zriedenej kyseline chlorovodíkovej a obsah medi sa určí atómovou absorpčnou spektrofotometriou.

3. **Reagens**

3.1. Kyselina chlorovodíková (hustota pri 20 °C = 1,18 g/ml)

3.2. Kyselina chlorovodíková, 6 M roztok

3.3. Kyselina chlorovodíková 0,5 M roztok

3.4. Dusičnan amónny

3.5. Peroxid vodíka, 30 %

3.6. Roztok medi ([1]) (zásoba): s presnosťou na 0,001 gramu sa odváži 1 gram čistej medi, ktorý sa rozpustí v 25 ml 6 M roztoku kyseliny chlorovodíkovej (3.2), po častiach sa pridá 5 ml peroxidu vodíka (3.5) a zriedi sa na 1 liter vody. 1 ml tohto roztoku obsahuje 1 000 µg medi (Cu).

3.6.1. Roztok medi (zriedený): vodou sa zriedi 10 ml zásobného roztoku (3.6) na 100 ml a potom sa vodou zriedi 10 ml výsledného roztoku na 100 ml, 1 ml konečného zriedeného roztoku obsahuje 10 µg medi (Cu).

Tento roztok sa pripravuje v čase použitia.

4. **Náradie**

Atómový absorpčný spektofotometer s medenou lampou (324,8 nm).

([1]) Smie byť použitý komerčne dostupný štandardný roztok medi.

5. **Postup**

5.1. *Príprava roztoku pre analýzu*

S presnosťou na 0,001 gramu sa odváži 25 gramov vzorky, vloží sa do 400 ml kadičky, opatrne sa pridá 20 ml kyseliny chlorovodíkovej (3.1) (môže vzniknúť prudká reakcia, keďže sa bude tvoriť oxid uhličitý). Ak to je nutné, tak sa pridá viac kyseliny chlorovodíkovej. Keď sa šumenie zastaví, roztok sa odparí na parnom kúpeli na sušinu, pričom tá sa príležitostne zamieša sklenenou tyčou. Pridá sa 15 ml 6 M roztoku kyseliny chlorovodíkovej (3.2) a 120 ml vody. Zamieša sa sklenenou tyčou, ktorá by mala byť v kadičke, a kadička sa zakryje hodinovým sklíčkom. Roztok sa pomaly privedie do varu, kým sa rozpúšťanie úplne neukončí, a roztok sa ochladí.

Roztok sa preleje kvantitatívne do 250 ml odmernej banky umytím kadičky 5 ml 6 M kyselinou chlorovodíkovou (3.2) a dva razy 5 ml vriacou vodou. Doplní sa po značku 0,5 M kyselinou chlorovodíkovou (3.3) a opatrne sa zamieša.

Filtruje sa cez filtračný papier neobsahujúci meď ([1]), odstráni sa prvých 50 ml.

5.2. *Slepý roztok pre slepý pokus*

Pripraví sa čistý roztok, z ktorého bola vypustená len testovacia vzorka, a zahrnie sa pri výpočte konečných výsledkov.

5.3. *Určenie*

5.3.1. Príprava roztoku vzorky a roztoku pre slepý pokus

Roztok vzorky (5.1) a roztok pre slepý pokus (5.2) sa zriedia 0,5 M roztokom kyseliny chlorovodíkovej (3.3), až kým sa dosiahne koncentrácia medi v optimálnom meracom rozsahu spektrofotometra. Normálne nie je zriedenie potrebné.

5.3.2. Príprava kalibrovaných roztokov

Zriedením štandardného roztoku (3.6) s 0,5 M roztokom kyseliny chlorovodíkovej (3.3) sa pripraví najmenej päť štandardných roztokov, ktoré zodpovedajú optimálnemu meraciemu rozsahu spektrofotometra (0 do 5,0 mg/l Cu). Pred doplnením po značku sa pridá do každého roztoku dusičnan amónny (3.4), aby bola jeho koncentrácia 10 hmotnostných percent objemu.

5.4. *Meranie*

Spektrofotometer sa nastaví (4) na vlnovú dĺžku 324,8 nm použitím oxidačného vzducho-acetylénového plameňa. Nastrekuje sa za sebou trikrát kalibračný roztok (5.3.2), roztok vzorky a slepý roztok a medzi každým striekaním sa premyje prístroj destilovanou vodou. Zakreslí sa kalibračná krivka priemerných absorpcií každého použitého štandardu ako súradnice y a príslušné koncentrácie medi v µg/ml ako súradnice x.

Z kalibračnej krivky sa určí koncentrácia medi v konečnej vzorke a v čistých roztokoch.

6. **Vyjadrenie výsledkov**

Vypočíta sa obsah medi vzorky, berúc do úvahy hmotnosť skúšanej vzorky, vykonané zriedenia v priebehu analýzy a hodnoty slepého pokusu. Výsledky sa vyjadria v mg Cu/kg.

([1]) Whatman 541 alebo jeho ekvivalent.

PRÍLOHA III

URČENIE ODOLNOSTI VOČI VÝBUCHU

1. **Rozsah a oblasť uplatňovania**

Tento dokument stanovuje postup pre stanovenie odolnosti voči výbuchu jednozložkový hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. **Princíp**

Skúšaná vzorka sa uzavrie v oceľovej trubici a vystaví detonačnému otrasu z výbušnej nálože. Šírenie detonácie je určené zo stupňa stlačenia olovených valcov, na ktorých počas skúšky je trubica vodorovne postavená.

3. **Materiály**

3.1. Plastická výbušnina obsahujúca 83 až 86 % pentritu

Hustota: 1 500 až 1 600 kg/m^3

Detonačná rýchlosť: 7 300 až 7 700 m/s

Váha: 500 ± 1 gram

3.2. Sedem dĺžok ohybnej detonačnej šnúry s nekovovou objímkou

Váha náplne: 11 až 13 g/m

Dĺžka každej šnúry: 400 ± 2 mm

3.3. Stlačená guľka sekundárnej výbušniny zapustená tak, aby mohla prijať detonátor

Výbušnina: hexogen/vosk 95/5 alebo tetryl alebo podobná sekundárna výbušnina s alebo bez grafitu

Hustota: 1 500 až 1 600 kg/m^3

Priemer: 19 až 21 mm

Výška: 19 až 23 mm

Centrálny vstup pre detonátor: priemer 7 až 7,3 mm, hĺbka 12 mm

3.4. Oceľová trubica bez švov, ako je špecifikovaná v ISO 65 – 1981 – Ťažké

Série so základnými rozmermi DN 100 (4″)

Vonkajší priemer: 113,1 až 115,0 mm

Hrúbka steny: 5,0 až 6,5 mm

Dĺžka: 1 005 (± 2) mm

3.5. Spodný plech

Materiál: oceľ dobrej zváracej kvality

Rozmery: 160 x 160 mm

Hrúbka: 5 až 6 mm

3.6. Šesť olovených valcov

Priemer: 50 (± 1) mm

Výška: 100 až 101 mm

Materiály: čisté olovo najmenej 99,5 % čisté

3.7. Oceľový blok

Dĺžka: najmenej 1 000mm

Šírka: najmenej 150 mm

Výška: najmenej 150 mm

Váha: najmenej 300 kg, ak nemáme k dispozícii pevný podklad pre oceľový blok

3.8. Plastický alebo lepenkový valec pre zosilňovaciu nálož

Hrúbka steny: 1,5 až 2,5 mm

Priemer: 92 až 96 mm

Výška: 64 až 67 mm

3.9. Detonátor (elektrický alebo neelektrický) so silou 8 až 10

3.10. Drevený disk

Priemer: 92 až 96 mm. Priemer sa musí hodiť do vnútorného priemeru oceľovej trubice (3.4)

Hrúbka: 20 mm

3.11. Drevená tyč rovnakých rozmerov ako detonátor (3.9)

3.12. Krajčírske špendlíky (maximálna dĺžka 20 mm) a sponkovacia pištoľ

4. **Postup**

4.1. *Príprava zosilňovacej nálože, ktorú vložíme oceľovej trubice*

Sú dve metódy iniciácie výbušniny v zosilňovacej náloži, závisia na dostupnosti zariadenia.

4.1.1. Sedembodová súčasná iniciácia

Zosilňovacia nálož pripravená na použitie je zobrazená na obrázku 1.

4.1.1.1. Do dreveného disku (3.10) sa navŕtajú diery paralelne s osou disku cez stred a cez 6 bodov symetricky rozmiestnených na sústredenom kruhu s priemerom 55 mm. Priemer dier musí byť 6 až 7 mm (pozri sekcia A-B, obrázok 1), závislý na priemere použitej detonačnej šnúry (3.2.).

4.1.1.2. Odreže sa sedem dĺžok ohybnej detonačnej šnúry (3.2), každá 400 mm dlhá, úniku akéhokoľvek výbušného materiálu z koncov sa zabráni tak, že sa urobí čistý rez a okamžite sa konce zalepia lepiacou páskou. Každá zo siedmich šnúr sa vtlačí cez sedem dier v drevenom disku (3.10), až kým ich konce nevyčnievajú niekoľko cm na druhej strane disku. Potom sa vloží malý krajčírsky špendlík (3.12) priečne do textilného obalu šnúr 5 až 6 mm z oboch strán a oblepí sa zvonku šnúry lepiacou páskou 2 cm pri špendlíku. Nakoniec sa natiahne dlhá časť každej šnúry tak, aby sa spojili špendlíky s dreveným diskom.

4.1.1.3. Plastická výbušnina (3.1) sa vytvaruje do tvaru valca v priemere 92 až 96 mm, v závislosti na priemere valca (3.8). Tento valec sa postaví (3.8) kolmo na rovnú plochu a vloží sa doň vytvarovaná výbušnina. Potom sa vloží drevený disk [1], opatrený siedmimi detonačnými šnúrami do vrchnej časti valca, a vtlačí sa dnu do výbušniny. Výška valca (64 až 67 mm) sa upraví tak, aby jeho vrchol nebol nad úrovňou dreva. Nakoniec sa valec upevní spinkami okolo celého obvodu k drevenému disku.

4.1.1.4. Voľné konce detonačných šnúr sa zoskupia okolo obvodu drevenej tyče (3.11) tak, aby ich konce boli všetky kolmé na tyč. Zaviažu sa do klbka okolo tyče lepiacou páskou [2].

4.1.2. Centrálna iniciácia stlačenou guľou

Zosilňovacia nálož sa pripravuje na použitie tak, ako to je naznačené na obrázku 2.

4.1.2.1. Pripravenie stlačenej guľky

Pri dodržiavaní potrebných bezpečnostné opatrení sa umiestni 10 gramov sekundárnej výbušniny (3.3) do formy s vnútorným priemerom 19 až 21 mm a stlačí sa na správny tvar a hustotu.

(Pomer priemeru k výške by mal byť zhruba 1:1.)

V strede dna formy je kolík 12 mm vysoký a má 7,0 až 7,3 mm v priemere (v závislosti od priemeru použitého detonátora), ktorý tvorí valcovitú priehlbinu v stlačenom náboji, kam sa neskôr vloží detonátor.

4.1.2.2. Pripravenie zosilňovacej nálože

Plastická výbušnina sa umiestni do valca (3.8) postaveného kolmo rovnú plochu, potom sa stlačí dolu s drevenou matricou, aby sa výbušnine dal valcovitý tvar s priehlbinou v strede. Do priehlbiny sa vloží stlačená guľka. Valcovito vytvarovaná výbušnina obsahujúca stlačenú guľku sa prikryje dreveným diskom, ktorého otvor na vloženie detonátora v strede má priemer 7,0 až 7,3 mm. Drevený disk a valec sa spojí spolu lepiacou páskou. Uistíme sa vložením drevenej tyče, že diera vyvŕtaná v disku a priehlbina v stlačenej guľke sú na spoločnej osi.

([1]) Priemer disku musí vždy zodpovedať vnútornému priemeru valca.

([2]) *NB:* Ak je šesť šnúr okolo obvodu napnutých po zložení, stredná šnúra musí byť trochu voľná.

4.2. *Pripravovanie oceľových trubíc na detonačné skúšky*

Na jednom konci oceľovej trubice (3.4) sa vyvŕtajú dve diametrálne protiľahlé diery 4 mm v priemere kolmo cez bočnú stenu vo vzdialenosti 4 mm od konca trubice.

Spodný plech sa prizvára (3.5) k opačnému koncu trubice tak, že sa pravý uhol medzi spodným plechom a stenou trubice úplne vyplní zvarným kovom po celom obvode trubice.

4.3. *Naplnenie a nabitie oceľovej trubice*

(Pozri obrázky 1, 2 a 3)

4.3.1. Skúšaná vzorka, oceľová trubica a zosilňovacia nálož musia byť udržiavané pri teplote 20 (± 5) °C. Na dve detonačné skúšky potrebujeme 16 až 18 kg skúšanej vzorky.

4.3.2. Trubica sa koncom uzatvoreným plechom položí kolmo na pevný rovný povrch, najlepšie na betón. Trubica sa naplní do asi 1/3 jej výšky skúšanou vzorkou a päťkrát sa nechá z 10 cm padnúť zvisle na zem, aby sa čo najviac stlačili prily alebo granule v trubici. Aby sa urýchlilo stláčanie, tak sa trubica rozochveje údermi 750 až 1 000 gramového kladiva v čase medzi pádmi dokopy v počte 10-krát.

Táto metóda nabíjania sa zopakuje ďalšou dávkou skúšanej vzorky. Nakoniec, ďalšie pridanie by malo byť také, aby po zhutňovaní zdvihnutím a spustením desaťkrát a celkovo 20 prerušovanými údermi kladiva nálož naplnila do trubicu do vzdialenosti 70 mm od jej otvoru.

Výška plnenia vzorky má byť v oceľovej trubici taká, aby zosilňovacia nálož (4.1.1 alebo 4.1.2.), ktorá bude vložená neskoršie, bola so vzorkou v tesnom kontakte celým jej povrchom.

4.3.3. Zosilňovacia nálož sa vloží do trubice tak, aby bola v kontakte so vzorkou, horný povrch dreveného disku musí byť 6 mm pod vrcholom trubice. Nevyhnutný tesný kontakt medzi výbušninou a skúšanou vzorkou sa zaistí pridávaním alebo odstraňovaním malých množstiev vzorky. Ako je vidieť na obrázkoch 1 a 2, zatváracie špendlíky by sa mali vložiť cez diery blízko otvoreného konca a ich ramená by mali byť otvorené kolmo na trubicu.

4.4. *Umiestnenie oceľovej trubice a olovených valcov*

4.4.1. Olovené valce (3.6.) sa označia číslami 1 až 6. Urobí sa šesť značiek 150 mm od seba vzdialených na stredovej čiare oceľového bloku (3.7.) ležiaceho na vodorovnej základni, s prvou značkou najmenej 75 mm od okraja bloku. Olovené valce sa umiestnia kolmo na každú z týchto značiek so základňou každého valca sústredeného na jeho značku.

4.4.2. Oceľová trubica pripravená podľa 4.3 sa položí vodorovne na olovené valce tak, aby os trubice bola paralelná so stredovou čiarou oceľového bloku a zavarený koniec trubice presahoval 50 mm za olovený valec č. 6. Aby sa predišlo tomu, že sa trubica skotúľa, položia sa malé drevené kliny medzi vrcholy olovených valcov a stenu trubice (jeden na každú stranu) alebo sa umiestni priečne drevo medzi trubicu a oceľový blok.

Poznámka: Uistíme sa, že trubica je v kontakte so všetkými šiestimi olovenými valcami, ľahká krivosť povrchu trubice môže byť vyriešená rotáciou trubice okolo jej pozdĺžnej osi; ak je nejaký z olovených valcov príliš vysoký (100 mm), opatrne sa kladivom dotyčný valec upraví do požadovanej výšky.

4.5. *Príprava na detonáciu*

4.5.1. Prístroj sa nastaví podľa 4.4. v bunkri alebo vo vhodne pripravenom podzemnom mieste (napríklad baňa alebo tunel). Zaistí sa, aby teplota oceľovej trubice bola udržiavaná pri 20 (± 5) °C pred detonáciou.

Poznámka: Ak takéto miesta nie sú dostupné, test sa môže vykonať, ak je to potrebné, v spevnených šachtách podoprených drevenými nosníkmi. Detonácia môže zapríčiniť, že oceľové úlomky sú vyvrhnuté s veľkou kinetickou energiou a tak odstrel musí byť vykonaný vo vhodnej vzdialenosti od sídel alebo ciest.

4.5.2. Ak sa použije zosilňovacia nálož so sedembodovou iniciáciou, uistíme sa, že detonačné šnúry sú natiahnuté tak, ako je popísané v poznámke pod čiarou 4.1.1.4., a nastavené tak vodorovne, ako je len možné.

4.5.3. Nakoniec sa odstráni drevená tyč a nahradí sa detonátorom. Odstrel sa nevykoná, kým ohrozená zóna nie je evakuovaná a obsluha testu sa neukryla.

4.5.4. Výbušnina sa detonuje.

4.6. Počká sa dostatočne dlho, kým sa plyny (plynné a niekedy produkty toxického rozpadu ako napríklad plyny dusíka) rozptýlia, a potom sa pozbierajú olovené valce a odmeria sa ich výška posuvným meradlom.

Zapíše sa pre každý označený olovený valec stupeň stlačenia vyjadrený v percentách pôvodnej výšky 100 mm. Ak sú valce rozdrvené šikmo, zaznamenajú sa najvyššie a najnižšie hodnoty a vypočíta sa priemer.

4.7. Ak je potrebné, sonda pre neustále meranie detonačnej rýchlosti sa môže použiť. Sonda by mala byť vložená pozdĺžne k osi trubice alebo pozdĺž jej bočnej steny.

4.8. Sú vykonané dve detonačné skúšky na vzorku.

5. **Protokol**

Hodnoty pre nasledujúce parametre sa uvádzajú do protokolu pre každú z detonačných skúšok

— hodnoty skutočne namerané vonkajšieho priemeru oceľovej trubice a hrúbky steny,

— tvrdosť podľa Brinella oceľovej trubice,

— teplota trubice a vzorky krátko pred odstrelom,

— zjavná hustota (kg/m^3) vzorky v oceľovej trubici,

— výška každého oloveného valca po odstrele, špecifikujeme číslo valca,

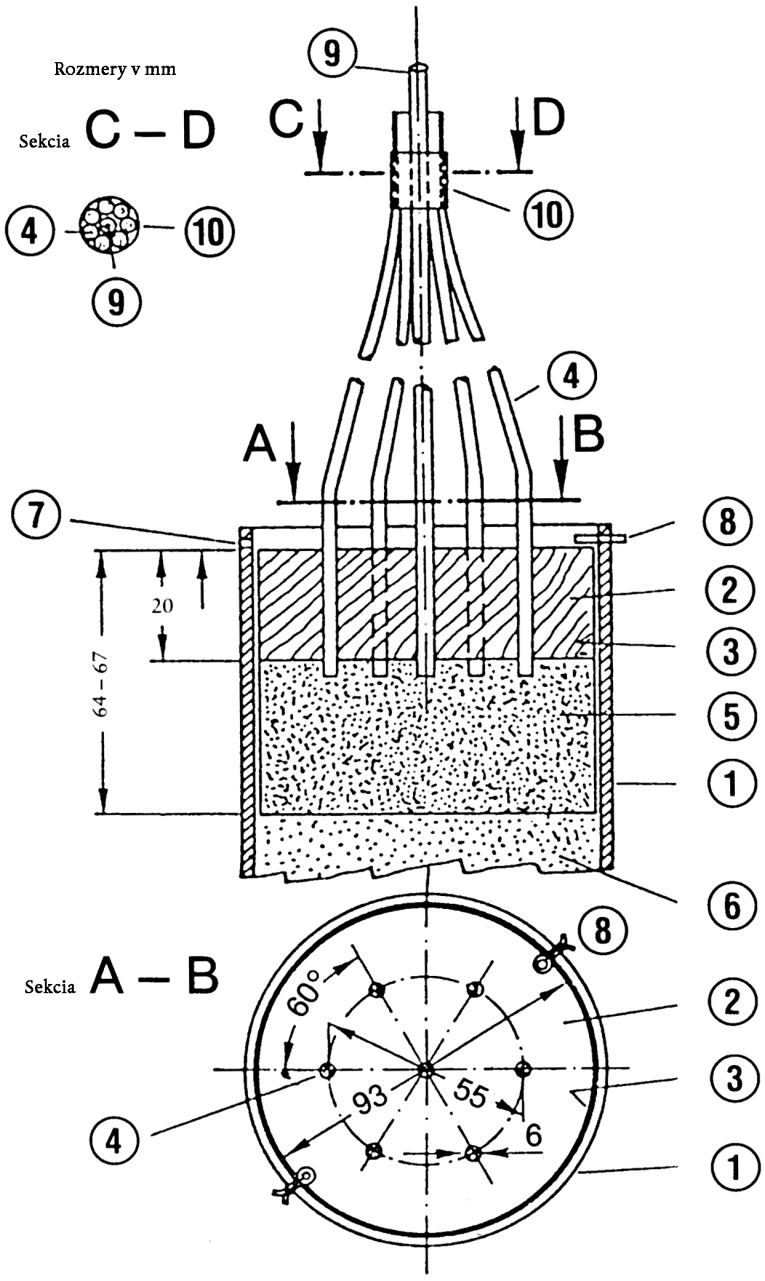
— metóda iniciácie použitá na zosilnenú nálož.

5.1. *Vyhodnotenie výsledkov*

Ak pri každom odstrele stlačenie aspoň jedného oloveného valca neprekročilo 5 %, skúška sa vezme do úvahy záväzne a vzorka je v zhode s požiadavkami prílohy II k smernici 80/876/EHS.

Obrázok 1

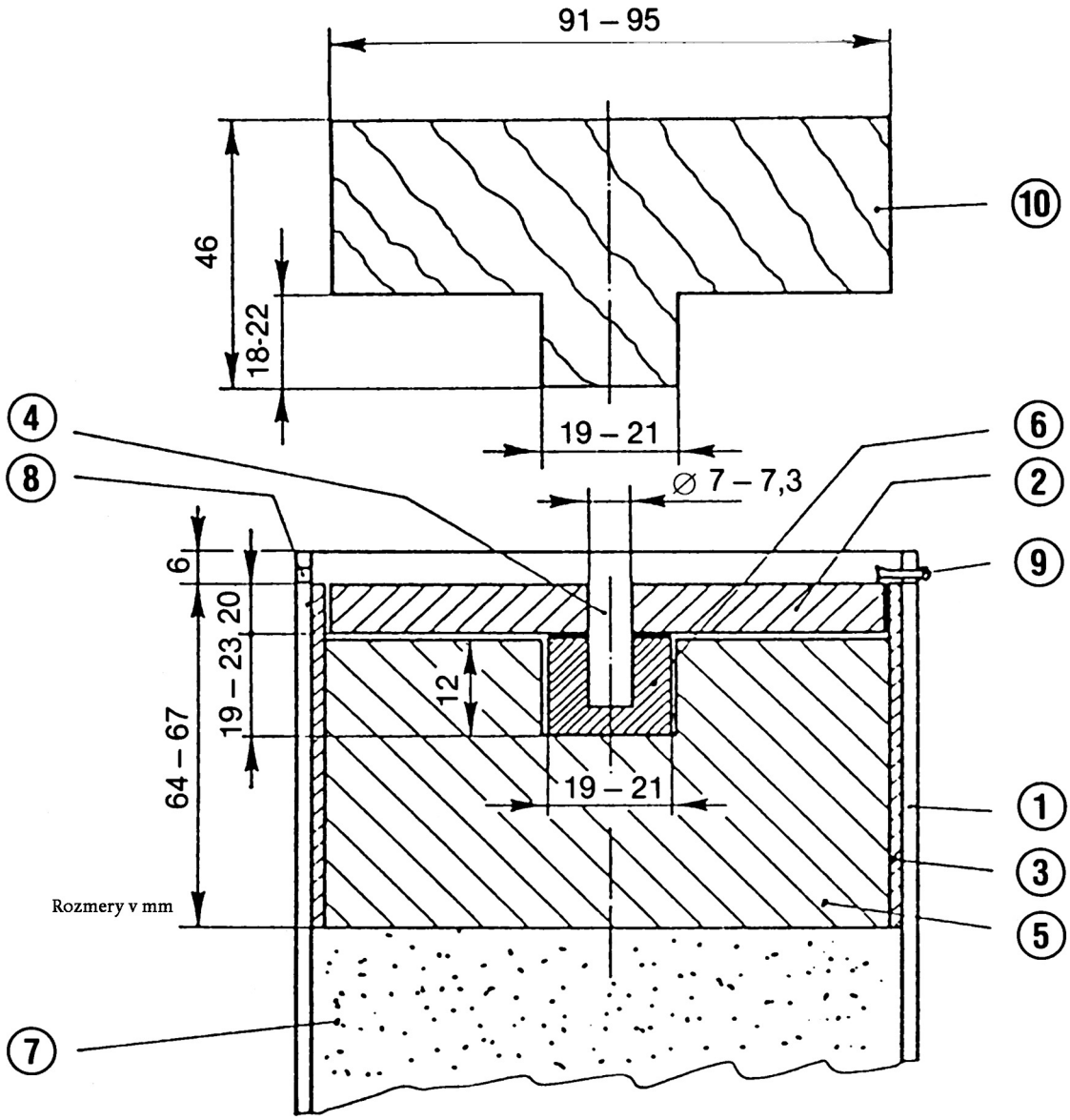
Zosilňovacia nálož so sedembodovou iniciáciou



1. Oceľová trubica
2. Drevený disk so siedmimi dierami
3. Plastický alebo lepenkový valec
4. Detonačné šnúry
5. Plastická výbušnina
6. Testovaná vzorka
7. Vyvŕtaná diera s priemerom 4 mm na spínací špendlík 8
8. Spínací špendlík
9. Drevená tyč obklopená 4
10. Lepiaca páska pre zabezpečenie 4 okolo 9

Obrázok 2

Zosilňovacia nálož s centrálnou iniciáciou



① Oceľová trubica

② Drevený disk

③ Plastický alebo lepenkový valec

④ Drevená tyč

⑤ Plastická výbušnina

⑥ Stlačená guľka

⑦ Testovaná vzorka

⑧ Vyvŕtaná diera s priemerom 4 mm na spínací špendlík ⑨

⑨ Spínací špendlík

⑩ Drevená matrica pre ⑤

Obrázok 3

Postavenie oceľovej trubice pri odstrele

