ZBIERKA ZÁKONOV
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

Ročník 2003

Vyhlásené: 18.10.2003 Vyhlásená verzia v Zbierke zákonov Slovenskej republiky

Obsah tohto dokumentu má informatívny charakter.

419

NARIADENIE VLÁDY

Slovenskej republiky

z 30. septembra 2003

o postupoch kontroly vlastností, limitov a odolnosti proti výbuchu pri jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka

Vláda Slovenskej republiky podľa § 2 ods. 1 písm. h) zákona č. 19/2002 Z. z., ktorým sa ustanovujú podmienky vydávania aproximačných nariadení vlády Slovenskej republiky nariaďuje:

§ 1

(1) Týmto nariadením sa transponujú do právneho poriadku Slovenskej republiky smernice Európskych spoločenstiev uvedené v prílohe č. 1.

(2) Príloha č. 2 upravuje

a) povolený obsah ťažkých kovov,

b) požadovaný počet tepelných cyklov, ktorým sa podrobí vzorka pri skúšaní odolnosti proti výbuchu.

(3) Úradné kontroly jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka, overovanie, analyzovanie a skúšanie sa vykonáva podľa metód a postupov opísaných v prílohách č. 3 a 4.

§ 2

Technické predpisy[1]) prijaté v oblasti tohto nariadenia podliehajú informačnej povinnosti podľa osobitných predpisov.[2])

§ 3

Toto nariadenie vlády nadobúda účinnosť 1. novembra 2003.

Mikuláš Dzurinda v. r.

Príloha č. 1
k nariadeniu vlády č. 419/2003 Z. z.

ZOZNAM TRANSPONOVANÝCH SMERNÍC

Týmto nariadením sa transponujú smernice:

1. Smernica Komisie č. 87/94/EHS z 8. decembra 1986 o aproximácii právnych predpisov členských štátov o postupoch kontroly vlastností, limitov a odolnosti proti výbuchu pri jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka (Úradný vestník Európskych spoločenstiev, čiastka L 38, vydaný 7. 2. 1987, s. 1).
2. Smernica Komisie č. 88/126/EHS z 22. decembra 1987,ktorou sa mení a dopĺňa smernica č. 87/94/EHS o aproximácii právnych predpisov členských štátov o postupoch kontroly vlastností, limitov a odolnosti proti výbuchu pri jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka (Úradný vestník Európskych spoločenstiev, čiastka L 63, vydaný 9. 3. 1988, s. 12).
3. Preklady týchto smerníc sú uložené v Centrálnej prekladateľskej jednotke Inštitút pre aproximáciu práva Úradu vlády Slovenskej republiky.

Príloha č. 2
k nariadeniu vlády č. 419/2003 Z. z.

TECHNICKÉ POŽIADAVKY

1. Povolený obsah ťažkých kovov[1])

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

1.2. Ďalšie ťažké kovy nemajú špecifikované limity.

2. Požadovaný počet tepelných cyklov, ktorým sa podrobí vzorka pri skúšaní odolnosti proti výbuchu.[1])

Počet aplikovaných tepelných cyklov je päť.

Príloha č. 3
k nariadeniu vlády č. 419/2003 Z. z.

METÓDY OVERENIA ZHODY SO ŠPECIFIKOVANÝMI LIMITMI[1])

Metóda č. 1: Metóda použitia tepelných cyklov

1. Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda definuje postupy pri používaní tepelných cyklov pred vykonaním testu retencie oleja a testu výbušnosti jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. Tepelné cykly vzťahujúce sa na stanovenie retencie oleja

2.1. Oblasť použitia

Tento postup je určený pre tepelné cykly predchádzajúce určeniu retencie oleja hnojív.

2.2. Princíp a definícia

Skúšaná vzorka sa zahreje z teploty okolia na 50 °C a udržiava sa na tejto teplote dve hodiny (fáza pri 50 °C). Následne sa teplota zníži, pokým vzorka nedosiahne teplotu 25 °C a udržiava sa na tejto teplote dve hodiny (fáza pri 25 °C).

Kombinácia za sebou idúcich fáz pri 50 °C a 25 °C tvorí tepelný cyklus.

Po uskutočnení dvoch tepelných cyklov sa skúšaná vzorka udržiava na teplote 20 °C (3 °C) na určenie hodnoty retencie oleja.

2.3. Zariadenie
Laboratórne zariadenie, najmä
– vodný kúpeľ udržiavaný na stálej teplote 25 °C (±1 °C) alebo 50 °C (±1 °C),
– Erlenmayerove banky s objemom 150 ml.

2.4. Postup

Skúšaná vzorka s hmotnosťou 70 g (±5 g) sa vloží do Erlenmayerovej banky a uzavrie sa zátkou.

Banka sa každé dve hodiny premiestni z kúpeľa s teplotou 50 °C do kúpeľa s teplotou 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 vzťahujúce sa na skúšku výbušnosti

3.1. Oblasť použitia

Tento postup je pre tepelné cykly predchádzajúce vykonaniu testu výbušnosti.

3.2. Princíp a definícia

Vo vodotesnej skrinke sa vzorka zahreje z teploty okolia na 50 °C a udržuje sa na tejto teplote jednu hodinu (fáza pri 50 °C). Následne sa vzorka schladí, pokým nedosiahne teplotu 25 °C a udržiava sa na tejto teplote jednu hodinu (fáza pri 25 °C). Kombinácia za sebou idúcich fáz pri 50 °C a 25 °C tvorí jeden tepelný cyklus. Potom, ako sa vzorka podrobí požadovanému počtu tepelných cyklov, sa vzorka pred vykonaním testu výbušnosti udržiava na teplote 20 °C (±3 °C) počas vykonania detonačnej skúšky.

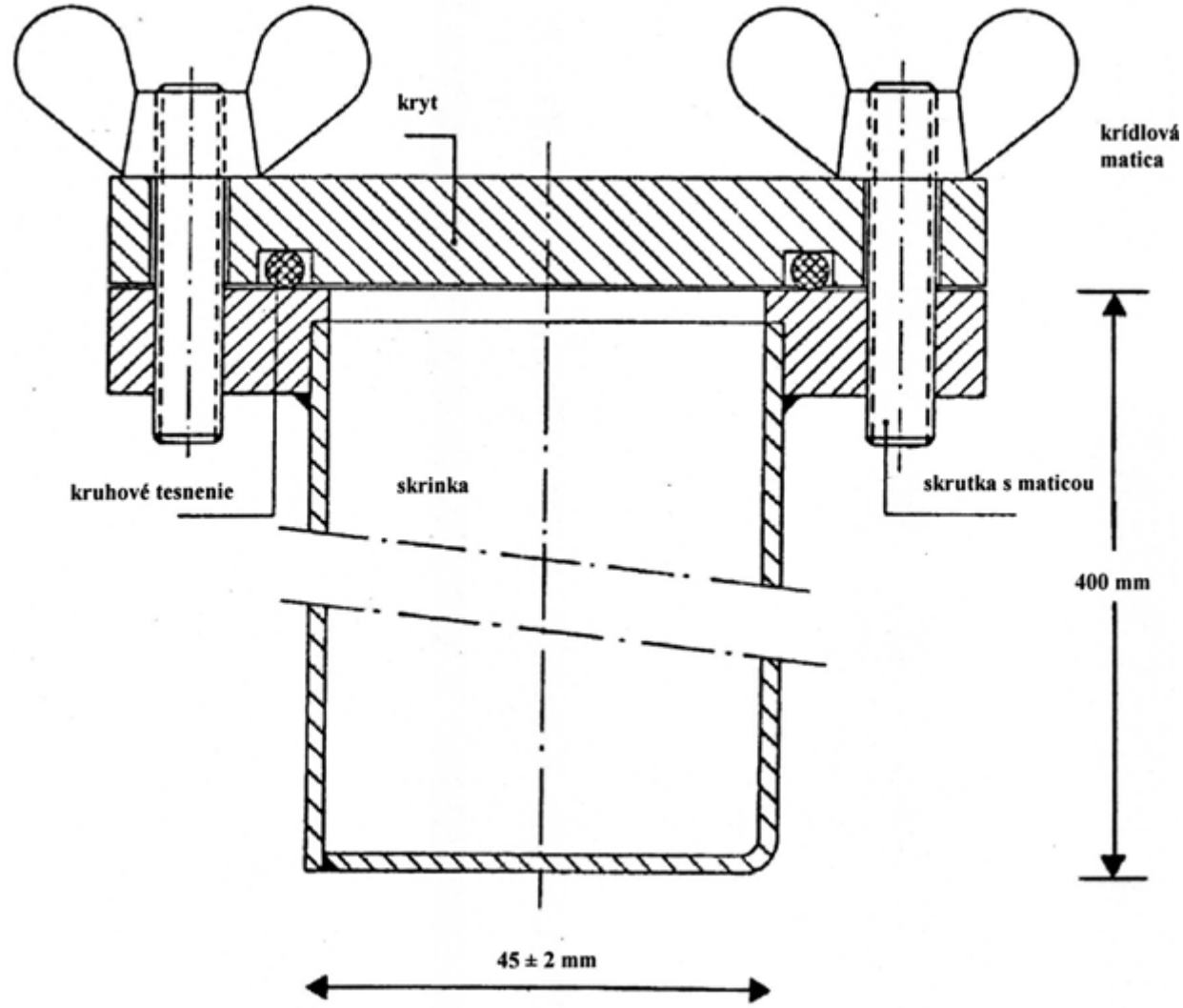
3.3. Zariadenie

– vodný kúpeľ udržiavaný v teplotnom rozsahu od 20 °C do 51 °C s minimálnou zahrievacou a chladiacou rýchlosťou 10 °C za hodinu alebo dva vodné kúpele, jeden udržiavaný na teplote 20 °C a druhý na teplote 51 °C. Voda v kúpeli alebo kúpeľoch sa nepretržite mieša; objem kúpeľa musí byť dostatočne veľký, aby sa zaručila dostatočná cirkulácia vody,

– skrinka z nehrdzavejúcej ocele, kompletne vodotesná, vybavená v strede termočlánkom. Vonkajšia šírka skrinky je 45 mm (±2 mm) a hrúbka steny je 1,5 mm (obrázok č. 1). Výška a dĺžka skrinky môžu byť zvolené tak, aby vyhovovali rozmerom vodného kúpeľa, napríklad dĺžka 600 mm a výška 400 mm.

3.4. Postup

Do skrinky sa umiestni také množstvo hnojiva, ktoré postačuje na jednu skúšku výbušnosti, a kryt sa uzavrie. Skrinka sa umiestni do vodného kúpeľa. Voda sa zahreje na 51 °C a zmeria sa teplota v strede hnojiva. Po uplynutí jednej hodiny, ako teplota v strede dosiahne 50 °C, sa voda ochladí. Po uplynutí jednej hodiny, ako teplota v strede dosiahne 25 °C, sa voda zohreje, a tým sa začne druhý cyklus. Pri dvoch vodných kúpeľoch sa prenesie skrinka do druhého vodného kúpeľa po každom cykle ohrievania/ochladzovania.



Obrázok č. 1

Metóda č. 2: Určenie retencie oleja

1. Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda ustanovuje postup určenia retencie oleja v jednozložkových hnojivách typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

Je použiteľná, ak ide o hnojivá prilované aj granulované, ktoré neobsahujú materiály rozpustné v oleji.

2. Definícia

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

3. Princíp

Úplné ponorenie skúšanej vzorky vo vykurovacom oleji na presne určený čas nasledované odčerpaním nadbytočného oleja za presne určených podmienok. Meranie nárastu hmotnosti skúšanej časti.

4. Činidlá

Vykurovací olej,

viskozita maximálne: 5 mPas 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. Zariadenie

Laboratórne zariadenie a

5.1. váhy s presnosťou 0,01 g,

5.2. kadičky s objemom 500 ml,

5.3. lievik z plastického materiálu s valcovitou časťou na hornom konci s priemerom približne 200 mm,

5.4. skúšobné sito s veľkosťou ôk 0,5 mm vhodné do lievika (bod 5.3.); veľkosť lievika a sita je taká, aby len niekoľko granúl ležalo jedna na druhej a olej mohol ľahko pretiecť,

5.5. filtračný papier rýchlo filtrujúci, krepový, jemný, s hmotnosťou 150 g/m^2,

5.6. absorpčná laboratórna vata.

6. Postup

6.0. Dve paralelné stanovenia 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 (bod 5.4.). Do kadičky (bod 5.2.) sa odváži 50 g vzorky s presnosťou 0,01 g. Pridá sa dostatočné množstvo vykurovacieho oleja (bod 4.), aby sa úplne pokryli častice (prily) vzorky, a opatrne sa zamieša tak, aby povrchy všetkých častíc boli úplne ovlhčené. Kadička sa zakryje hodinovým skielkom a nechá sa stáť jednu hodinu pri 25 °C (±2 °C).

6.2. Celý obsah kadičky sa prefiltruje cez lievik (bod 5.3.), v ktorom je vložené skúšobné sito (bod 5.4.). Dávka zachytená sitom sa nechá odstáť približne jednu hodinu, aby mohla väčšina prebytočného oleja odtiecť.

6.3. Dva hárky filtračného papiera (bod 5.5.) (asi 500 mm x 500 mm) sa položia na seba na hladký povrch; prehnú sa ich štyri okraje smerom nahor do šírky asi 40 mm, aby sa prily neodkotúľali. Do stredu filtračných papierov sa umiestnia dve vrstvy absorpčnej vaty (bod 5.6.). Celý obsah sita (bod 5.4.) sa vysype na absorpčné vaty a prily sa rovnomerne rozložia pomocou jemného plochého štetca. Po dvoch minútach sa zdvihne jedna strana vaty, aby sa presypali na filtračné papiere, a rozložia sa rovnomerne pomocou štetca. Na vzorku sa položí ďalší hárok filtračného papiera s podobne ohnutými okrajmi a jemne pritláčajúc sa prily valkajú krúživými pohybmi medzi filtračnými papiermi. Po každom ôsmom krúživom pohybe

sa zdvihnú protiľahlé rohy filtračných papierov, pričom sa prily, ktoré sa odkotúľali k okraju, vrátia do stredu. Dodržuje sa nasledujúci postup: urobia sa štyri celé krúživé pohyby, najskôr v smere hodinových ručičiek a potom v protismere. Tento postup sa vykoná trikrát (24 krúživých pohybov, rohy sa zdvihnú dvakrát). Opatrne sa vloží nový hárok filtračného papiera medzi horný a spodný hárok a prily sa skotúľajú na nový hárok tak, že sa zdvihnú rohy vrchného hárku. Prily sa zakryjú novým hárkom filtračného papiera a zopakuje sa ten istý postup. Ihneď po valkaní sa prily vysypú do vopred odváženej misky a znova sa odváži vzorka s presnosťou 0,01 g a tak sa určí hmotnosť množstva vykurovacieho oleja, ktorý sa vo vzorke zadržal.

6.4. Opakovanie valkania a opätovné odváženie

Ak je množstvo vykurovacieho oleja, ktorý sa zadržal v skúmanej časti vzorky, väčšie ako 2,00 g, skúmaná časť vzorky sa umiestni na nový súbor filtračných papierov a zopakuje sa valkanie, zdvíhajúc rohy podľa bodu 6.3. (dvakrát osem krúživých pohybov, zdvihnutie raz). Potom sa opätovne odváži skúmaná časť vzorky.

7. Vyjadrenie výsledkov

7.1. Metóda výpočtu a vzorec

Retencia oleja z každého stanovenia (bod 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 testovacej vzorky presypanej cez sito,

m_2 je hmotnosť v gramoch testovanej vzorky uvedenej v bode 6.3. alebo v bode 6.4. meraná pri ostatnom vážení.

Ako výsledok sa berie aritmetický priemer z dvoch jednotlivých určovaní.

Metóda č. 3: Určenie horľavých zložiek

1. Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda ustanovuje postup na 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 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. Činidlá

3.1. Oxid chrómový CrO_3 (VI) (na analýzu),

3.2. kyselina sírová zriedená na 60 % objemových – 360 ml vody sa vleje do litrovej kadičky a opatrne sa pridá 640 ml kyseliny sírovej (hustota pri 20 °C = 1,83 g/ml),

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 litrovej banky. Naplní sa po značku a zamieša; prefiltruje sa cez poskladaný 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. Zariadenie

4.1. Bežné laboratórne zariadenie
– filtračný téglik s objemom 15 ml s vložkou zo sintrovaného skla; priemer vložky: 20 mm; celková výška: 50 mm; pórovitosť 4 (póry s priemerom od 5 µm do 15 µm);
– 600 ml kadička.

4.2. Zásoba stlačeného dusíka

4.3. Aparatúra zostavená z týchto častí je pospájaná, ak je to možné, pomocou zábrusových spojov (obrázok č. 2),

4.3.1. absorpčná trubica A asi 200 mm dlhá a s priemerom 30 mm naplnená vápnovou sódou (bod 3.9.), uzavretá zátkami zo sklených vláken,

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. dvojplášťový chladič C dlhý 200 mm,

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 s priemerom 32 mm až 35 mm, ktorých plynový rozdeľovač obsahuje 10 mm disk z málo pórovitého sintrovaného skla,

4.3.8. výveva a zariadenie regulujúce satie G, skladajúce sa zo sklenej časti v tvare T zapojenej do obvodu a voľného ramena, ktoré je spojené s kapilárovou trubicou krátkou gumenou hadicou so 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 na analýzu

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

5.2. Odstránenie uhličitanov

Analyzovaná vzorka sa vloží do reakčnej banky B. Pridá sa 100 ml H_2SO_4 (bod 3.2.). Prily sa rozpustia asi za 10 minút pri izbovej teplote. Prístroj sa zostaví tak, ako je naznačené na obrázku: spojí sa jeden koniec absorpčnej trubice (A) so zdrojom dusíka (bod 4.2.) cez nevratné prietokové zariadenie obsahujúce 5 mm až 6 mm ortuti a druhý koniec sa napojí na plniacu trubicu reakčnej banky. Pripraví sa Vigreuxov frakčný stĺpec (C') a chladič (C) pripojený na prívod chladiacej vody. Prietok dusíka sa nastaví tak, aby miernym tokom pretekal cez zmes, roztok sa privedie do varu a zohrieva sa dve minúty. Na konci tohto času by malo prestať šumenie. Ak bubliny stále vidno, pokračuje sa v zohrievaní 30 minút. Roztok sa nechá chladiť najmenej 20 minút dusíkom prúdiacim cezeň.

Prístroj sa zostaví tak, ako je naznačené na obrázku, 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).

Dusík preteká cez prístroj asi 10 minút. Roztok musí zostať v absorpčných nádobách čistý. Ak sa tak nestane, postup na odstránenie uhličitanov sa musí opakovať.

5.3. Oxidácia a absorpcia

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

Zahrieva sa reakčná banka (B), kým kvapalina nezovrie, a var sa udržiava jeden a pol hodiny. Reakčný čas jeden a pol hodiny je dostatočný pri väčšine organických látok za prítomnosti dusičnanu strieborného ako katalyzátora. 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 sklené disky zo sintrovaného skla. Priebeh stanovenia je správny, ak roztok hydroxidu bárnatého v absorpčnej nádobe F_2 zostane čistý. Ak nie, tak sa test zopakuje. Prestane sa zohrievať a rozloží sa prístroj. Umyjú sa oba rozdeľovače znútra aj zvonku, a tým sa odstráni hydroxid bárnatý a zozbierajú sa umyté zvyšky v príslušných absorpčných nádobách. Rozdeľovače sa umiestnia jeden po druhom do 600 ml kadičky, ktorej obsah sa následne použije na stanovenie.

Urýchlene sa filtruje pod vákuom najskôr obsah absorpčnej nádoby F_2 a potom absorpčnej nádoby F_1 použitím téglika zo sintrovaného skla. Zozbiera sa usadenina vypláchnutím absorpčných nádob vodou (bod 3.10.) a premyje sa téglik 50 ml tej istej vody.

Téglik sa umiestni do 600 ml kadičky a pridá sa asi 100 ml vriacej vody (bod 3.10.). Vleje sa 50 ml vriacej vody do oboch absorpčných nádob a pustí sa prietok dusíka cez rozdeľovače počas piatich minút. Zmieša sa voda s vodou z kadičky. Postup sa zopakuje ešte raz, aby sme sa presvedčili, že rozdeľovače boli dôkladne prepláchnuté.

5.4. Stanovenie uhličitanov pochádzajúcich z organického materiálu.

Pridá sa päť kvapiek fenolftaleínu (bod 3.8.) do obsahu kadičky. Roztok sčervenie. Titruje sa kyselinou chlorovodíkovou (bod 3.5.), kým sa nestratí ružová farba. Roztok sa dobre zamieša v tégliku, aby sa skontrolovalo, či sa znova neobjaví ružová farba. 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.

Roztok sa zohreje na bod varu a udržiava sa vo vare najdlhšie jednu minútu. Dôsledne sa kontroluje, či v kvapaline nezostala zrazenina.

Roztok sa ochladí a opäť sa titruje roztokom hydroxidu sodného (bod 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) vyjadrených ako uhlík je stanovený percentom z hmotnosti vzorky, ktoré sa vypočíta podľa vzorca

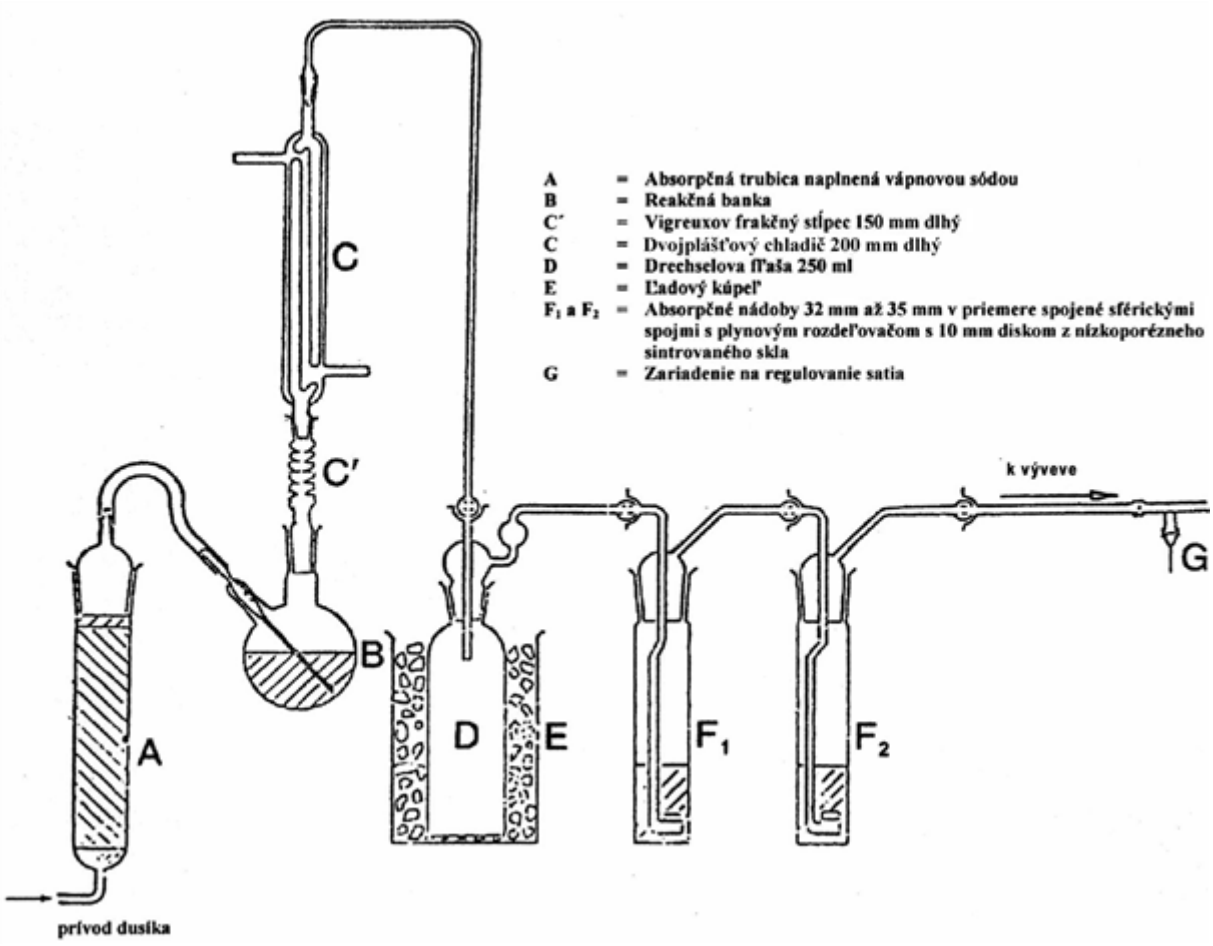
$$C = 0{,}06 \times \frac{V_1 - V_2}{E} \quad [\%],$$

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.



Metóda č. 4: Stanovenie hodnoty pH

1. Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda stanovuje postup na meranie hodnoty pH jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. Princíp

Meranie pH roztoku dusičnanu amónneho pomocou pH-metra.

3. Činidlá

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez oxidu uhličitého.

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

Rozpustí sa 3,40 g (±0,01 g) ortofosforečnanu dihydrogén-draselného (KH_2PO_4) v približne 400 ml vody. Potom sa rozpustí 3,55 g (±0,01 g) hydrogénortofosforečnanu sodného (Na_2HPO_4) v približne 400 ml vody. Oba roztoky sa prelejú bez zvyšku do 1 000 ml štandardnej banky, ktorá sa doplní 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 g (±0,01 g) hydrogénftalátu draselného ($KHC_8O_4H_4$) vo vode, preleje sa bez zvyšku do 1 000 ml štandardnej banky, ktorá sa doplní po značku a zamieša sa. Roztok sa uzavrie do vzduchotesnej nádoby.

3.3. Použiť sa môžu na trhu dostupné štandardné roztoky pH.

4. Zariadenie

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

5. Postup

5.1. Kalibrácia pH-metra

pH-meter (bod 4.) sa kalibruje pri teplote 20 °C (±1 °C) použitím pufrovacieho roztoku (body 3.1., 3.2.) alebo štandardných roztokov. Pomalý prúd dusíka sa pustí na hladinu roztoku a udržiava sa počas celého testu.

5.2. Určenie

100,0 ml vody sa naleje na 10 g (±0,01 g) vzorky v 250 ml kadičke. Filtráciou, dekantáciou alebo odstredením kvapaliny sa odstránia nerozpustné časti. Zmeria sa pH hodnota čistého roztoku pri teplote 20 °C (±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 č. 5: Určenie veľkosti častíc

1. Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda ustanovuje postup na preosievaciu skúšku jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. Princíp

Skúšaná vzorka sa preosieva cez sústavu troch sít ručne alebo pomocou stroja. Množstvo zachytené v každom site sa zapíše a vypočíta sa percentuálny podiel množstva, ktoré prešlo príslušnými sitami.

3. Zariadenie

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

3.2. Váhy s presnosťou 0,1 g.

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 takáto 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 ako 0,1 g.

4.5. Postupne sa sitá zo zariadenia odkladajú a zbiera sa materiál, ktorý sa zachytil, ak treba, miska sa z opačnej strany vyčistí jemným štetcom.

4.6. Odváži sa zachytený materiál na každom site, ako aj to, čo sa nahromadilo v zbernej nádobe, s presnosťou na 0,1 g.

5. Vyhodnotenie výsledkov

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

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

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

Vypočíta sa percentuálny podiel častíc prechádzajúcich 1 mm sitom, t. j. A + B %.

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

5.2. Vykonajú sa najmenej dve oddelené určenia 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 opakuje.

6. Vyjadrenie výsledkov

Zaznamená sa priemer dvoch hodnôt získaných pre A na jednej strane a pre A + B na druhej strane.

Metóda č. 6: Určenie obsahu chlóru (ako chloridového iónu)

1. Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda ustanovuje postup na 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. Činidlá

Destilovaná alebo demineralizovaná voda bez chloridových iónov.

3.1. Acetón p. a.

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 sklenej fľaši.

3.4. Štandardný roztok dusičnanu strieborného 0,004 M – pripraví sa tesne pred použitím.

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 bez 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 tesne pred použitím.

4. Zariadenie

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

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

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

4.3. Magnetické miešadlo s tyčou pokrytou teflónom.

4.4. Mikrobyreta 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 (bod 3.6.) sa vleje do dvoch nízkych kadičiek vhodného objemu (napríklad 250 ml). Vykoná sa titrácia obsahu oboch kadičiek.

Pridá sa 5 ml roztoku kyseliny dusičnej (bod 3.2.), 120 ml acetónu (bod 3.1.) a dostatočné množstvo vody, aby bol celkový objem asi 150 ml. Do kadičky sa vloží tyč magnetického miešadla (bod 4.3.) a miešadlo sa zapne. Do roztoku sa ponorí strieborná elektróda (bod 4.1.) a voľný koniec mostíka (bod 4.2.). Elektródy sa zapoja do prístroja na potenciometrickú titráciu (bod 4.1.) a po vynulovaní prístroja sa zapíše hodnota počiatočného potenciálu.

Nasleduje titrácia mikrobyretou (bod 4.4.). Na začiatku sa pridá 4 ml alebo 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 ($\Delta_1 E$) potenciálu E. Do štvrtého stĺpca tabuľky sa zapíšu kladné alebo záporné rozdiely ($\Delta_2 E$) medzi potenciálnymi prírastkami ($\Delta_1 E$). Koniec titrácie nastane vtedy, keď sa pridaním dávky 0,1 ml (V_1) alebo 0,05 ml (V_1) do roztoku dusičnanu strieborného dosiahne najvyššia hodnota $\Delta_1 E$.

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

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

kde

V_0 je celkový objem, v ml, roztoku dusičnanu strieborného o jednu dávku nižší ako objem, ktorým vznikne najvyšší prírastok $\Delta_1 E$,

V_1 je objem, v ml, poslednej pridanej dávky roztoku dusičnanu strieborného (0,1 ml 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 $\Delta_2 E$ (pozri tabuľku).

5.2. Slepý pokus

Vykoná sa slepý pokus. Počíta sa s ním pri vypočítavaní konečného výsledku.

Výsledok V_4 slepého pokusu s činidlami sa vypočíta podľa vzorca

$$V_4 = 2V_3 - V_2 \qquad [ml],$$

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 sa skúšobný postup vykonáva správne.

5.4. Určenie

Časť vzorky s hmotnosťou v rozpätí od 10 g 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 (bod 3.2.), 120 ml acetónu (bod 3.1.) a dostatočné množstvo vody, aby sa celkový objem doplnil asi na 150 ml.

Tyč magnetického miešadla sa vloží (bod 4.3.) do kadičky, kadička sa položí na miešadlo, ktoré sa zapne. Strieborná elektróda (bod 4.1.) a voľný koniec mostíka (bod 4.2.) sa ponoria do roztoku, napoja sa elektródy na prístroj na potenciometrickú titráciu (bod 4.1.), po uistení, že prístroj je vynulovaný, zapíše sa hodnota počiatočného potenciálu.

Titruje sa roztokom dusičnanu strieborného pridávaním 0,1 ml roztoku z mikrobyrety (bod 4.4.). Po každom pridaní sa počká, kým sa potenciál stabilizuje.

Pokračuje sa v titrácii tak, ako to je opísané v bode 5.1. 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 podľa vzorca

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

kde

T je molarita použitého roztoku dusičnanu strieborného,

V_4 je výsledok, v ml, slepého pokusu (bod 6.2.),

V_5 je hodnota, v ml, V_{eq} zodpovedajúca stanoveniu (bod 5.4.),

m je hmotnosť, v g, skúšanej vzorky.

Tabuľka

Objem roztoku dusičnanu strieborného V (ml)	**Potenciál E (mV)**	Δ_1**E**	Δ_2**E**
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 č. 7: Určenie medi

1. Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda ustanovuje postup na 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. Činidlá

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 (zásobný roztok): s presnosťou na 0,001 g sa odváži 1 g čistej medi, ktorý sa rozpustí v 25 ml 6 M roztoku kyseliny chlorovodíkovej (bod 3.2.), po častiach sa pridá 5 ml peroxidu vodíka (bod 3.5.) a zriedi sa na 1 l vodou. 1 ml tohto roztoku obsahuje 1 000 µg medi (Cu).

Poznámka: Môže sa použiť roztok medi dostupný v obchodnej sieti.

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

Tento roztok sa pripravuje tesne pred použitím.

4. Zariadenie

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

5. Postup

5.1. Príprava roztoku na analýzu

S presnosťou na 0,001 g sa odváži 25 g vzorky, vloží sa do 400 ml kadičky, opatrne sa pridá 20 ml kyseliny chlorovodíkovej (bod 3.1.) (môže vzniknúť prudká reakcia, lebo sa tvorí oxid uhličitý). V prípade nutnosti sa pridá viac kyseliny chlorovodíkovej. Keď sa šumenie zastaví, roztok sa odparí nad parným kúpeľom na sušinu, pričom sa sušina príležitostne zamieša sklenou tyčou. Pridá sa 15 ml 6 M roztoku kyseliny chlorovodíkovej (bod 3.2.) a 120 ml vody. Zamieša sa sklenou tyčou, ktorá by mala byť v kadičke, a kadička sa zakryje hodinovým skielkom. Roztok sa pomaly privedie do varu, kým sa rozpúšťanie úplne neskončí, a zostatok sa následne ochladí.

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

Filtruje sa cez filtračný papier neobsahujúci meď (Whatman 541 alebo jeho ekvivalent) a odstráni sa prvých 50 ml.

5.2. Slepý roztok na slepý pokus

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

5.3. Určenie

5.3.1. Príprava roztoku vzorky a roztoku na slepý pokus

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

5.3.2. Príprava kalibrovaných roztokov

Zriedením štandardného roztoku (bod 3.6.1.) 0,5 M roztokom kyseliny chlorovodíkovej (bod 3.3.) sa pripraví najmenej päť štandardných roztokov, ktoré zodpovedajú optimálnemu meraciemu rozsahu spektrofotometra (0 µg/ml Cu do 5,0 µg/ml Cu). Pred doplnením po značku sa pridá do každého roztoku dusičnan amónny (bod 3.4.), aby bola jeho koncentrácia 10 mg/ml.

5.4. Meranie

Spektrofotometer sa nastaví (bod 4.) na vlnovú dĺžku 324,8 nm použitím oxidačného vzducho-acetylénového plameňa. Nastrekuje sa za sebou trikrát kalibračný roztok (bod 5.3.2.), roztok vzorky a slepý roztok (bod 5.3.1.), medzi každým vstreknutím sa prístroj premyje destilovanou vodou. Kalibračná krivka priemerných absorpcií každého použitého štandardu sa zakreslí 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 vo vzorke, berúc do úvahy hmotnosť skúšanej vzorky, vykonané zriedenia v priebehu analýzy a hodnoty slepého pokusu. Výsledky sa vyjadria v mg Cu/kg.

Príloha č. 4
k nariadeniu vlády č. 419/2003 Z. z.

STANOVENIE ODOLNOSTI PROTI DETONÁCII

1. Rozsah a oblasť uplatňovania

Táto príloha ustanovuje postup na stanovenie odolnosti proti detonácii jednozložkových hnojív typu dusičnanu amónneho s vysokým obsahom dusíka.

2. Princíp

Skúšaná vzorka sa uzavrie v oceľovej trubici a vystaví sa pôsobeniu rázovej vlny z iniciačnej trhavinovej nálože. Šírenie detonácie sa určí zo stupňa stlačenia olovených valcov, na ktorých je trubica počas skúšky vodorovne položená.

3. Materiály

3.1. Plastická trhavina obsahujúca 83 % až 86 % pentritu

Hustota: 1 500 kg/m^3 až 1 600 kg/m^3,

detonačná rýchlosť: 7 300 m/s až 7 700 m/s,

hmotnosť: 500 g (± 1 g).

3.2. Sedem kusov ohybnej bleskovice s nekovovým obalom

Hmotnosť náplne: 11 g/m až 13 g/m,

dĺžka každej bleskovice: 400 mm (±2 mm).

3.3. Výlisok brizantnej trhaviny s otvorom pre rozbušku

Trhavina: hexogén/vosk 95/5 alebo tetryl, alebo podobná brizantná trhavina, s grafitom alebo bez neho,

hustota: 1 500 kg/m^3 až 1 600 kg/m^3,

priemer: 19 mm až 21 mm,

výška: 19 mm až 23 mm,

centrálny otvor pre rozbušku: priemer 7 mm až 7,3 mm, hĺbka 12 mm.

3.4. Oceľová trubica bez švov, ako je špecifikovaná v technickej norme – Ťažké

série so základnými rozmermi DN 100 (4´´),

vonkajší priemer: 113,1 mm až 115,0 mm,

hrúbka steny: 5,0 mm až 6,5 mm,

dĺžka: 1 005 mm (±2 mm).

3.5. Plech na dno trubice

Materiál: oceľ dobrej zváracej kvality,

rozmery: 160 mm x 160 mm,

hrúbka: 5 mm až 6 mm.

3.6. Šesť olovených valcov

Priemer: 50 mm (±1 mm),

výška: 100 mm až 101 mm,

materiály: mäkké olovo s čistotou najmenej 99,5 %.

3.7. Oceľový blok

Dĺžka: najmenej 1 000 mm,

šírka: najmenej 150 mm,

výška: najmenej 150 mm,

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

3.8. Plastové alebo lepenkové puzdro pre iniciačnú nálož

Hrúbka steny: 1,5 mm až 2,5 mm,

priemer: 92 mm až 96 mm,

výška: 64 mm až 67 mm.

3.9. Rozbuška (elektrická alebo neelektrická) s iniciačnou mohutnosťou 8 až 10 jednotiek.

3.10. Drevený disk

Priemer: 92 mm až 96 mm. Priemer sa musí hodiť do vnútorného priemeru plastového alebo lepenkového puzdra (bod 3.8.),

hrúbka: 20 mm.

3.11. Drevený kolík rovnakých rozmerov ako rozbuška (bod 3.9.).

3.12. Krajčírske špendlíky (maximálna dĺžka 20 mm).

4. Postup

4.1. Príprava iniciačnej nálože, ktorú vložíme do oceľovej trubice

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

4.1.1. Sedembodová súčasná iniciácia

Iniciačná nálož pripravená na použitie je zobrazená na obrázku č. 1.

4.1.1.1. Do dreveného disku (bod 3.10.) sa navŕtajú diery paralelne s osou disku cez stred a cez šesť bodov symetricky rozmiestnených na sústredenom kruhu s priemerom 55 mm. Priemer dier musí byť 6 mm až 7 mm (sekcia A – B, obrázok č. 1), závislý od priemeru použitej bleskovice (bod 3.2.).

4.1.1.2. Odreže sa sedem kusov ohybnej bleskovice (bod 3.2.), každý 400 mm dlhý, vydrobeniu trhaviny z koncov sa zabráni tak, že sa urobí čistý rez a okamžite sa konce zalepia lepiacou páskou. Každá zo siedmich bleskovíc sa vtlačí cez jednu zo siedmich dier v drevenom disku (bod 3.10.), kým ich konce nevyčnievajú niekoľko cm na druhej strane disku.

Potom sa textilné opradenie každej bleskovice prepichne krajčírskym špendlíkom (bod 3.12.) vo vzdialenosti 5 mm až 6 mm od konca bleskovice a poistí sa 2 cm širokou lepiacou páskou. Nakoniec sa natiahne dlhšia časť každej bleskovice tak, aby špendlíky dosadli na drevený disk.

4.1.1.3. Plastická trhavina (bod 3.1.) sa vytvaruje do tvaru valca s priemerom 92 mm až 96 mm v závislosti od priemeru puzdra (bod 3.8.). Toto puzdro sa postaví (bod 3.8.) kolmo na rovnú plochu a vloží sa doň vytvarovaná trhavina.

Potom sa vloží drevený disk opatrený siedmimi bleskovicami do vrchnej časti puzdra a vtlačí sa do výbušniny. Poznámka: Priemer disku musí vždy zodpovedať vnútornému priemeru puzdra.

Výška puzdra (64 mm až 67 mm) sa upraví tak, aby jeho vrchol nebol nad úrovňou dreva. Nakoniec sa puzdro upevní spinkami okolo celého obvodu.

4.1.1.4. Voľné konce bleskovíc sa zoskupia okolo obvodu dreveného kolíka (bod 3.11.) tak, aby ich konce boli všetky kolmo na kolík. Prilepia sa okolo kolíka lepiacou páskou.

Poznámka: Ak je šesť bleskovíc okolo obvodu napnutých po zložení, stredná bleskovica musí byť trochu voľná.

4.1.2. Centrálna iniciácia výliskom z brizantnej trhaviny

Iniciačná nálož sa pripravuje na použitie tak, ako je to nakreslené na obrázku č. 2.

4.1.2.1. Pripravenie výlisku

Pri dodržiavaní potrebných bezpečnostných opatrení sa umiestni 10 g brizantnej trhaviny (bod 3.3.) do lisovacej súpravy s vnútorným priemerom 19 mm až 21 mm a zlisuje sa na správny tvar a hustotu.

Pomer priemeru k výške má byť asi 1:1.

V strede dna súpravy je 12 mm vysoký kolík s priemerom 7,0 mm až 7,3 mm (v závislosti od priemeru rozbušky), ktorý tvorí valcovitú priehlbinu vo výlisku, kam sa neskôr vloží rozbuška.

4.1.2.2. Pripravenie iniciačnej nálože

Plastická trhavina (bod 3.1.) sa umiestni do puzdra (bod 3.8.) postaveného kolmo na úroveň povrchu, potom sa stlačí nadol drevenou matricou, aby sa trhavina vytvarovala do valcovitého tvaru s priehlbinou v strede. Do priehlbiny sa vloží výlisok brizantnej trhaviny. Valcovito vytvarovaná trhavina obsahujúca výlisok sa prikryje dreveným diskom, ktorého otvor na vloženie rozbušky v strede má priemer 7,0 mm až 7,3 mm. Drevený disk a valec sa spoja lepiacou páskou. Presvedčíme sa vložením dreveného kolíka, že diera vyvŕtaná v disku a priehlbina vo výlisku sú uložené súoso (bod 3.11.).

4.2. Pripravovanie oceľových trubíc na detonačné skúšky

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

Plech na dno trubice sa privarí (bod 3.5.) na opačný koniec trubice tak, že sa pravý uhol medzi plechom a stenou trubice úplne vyplní zvarom po celom obvode trubice.

4.3. Naplnenie a nabitie oceľovej trubice

(obrázky č. 1 a 2)

4.3.1. Skúšaná vzorka, oceľová trubica a iniciačná nálož sa musia udržiavať pri teplote 20 °C (±5 °C). Na dve skúšky detonácie potrebujeme 16 kg až 18 kg skúšanej vzorky.

4.3.2. Trubica sa uzatvoreným koncom položí kolmo na pevnú rovnú podložku, najlepšie na betón. Trubica sa naplní asi do 1/3 výšky skúšanou vzorkou a päťkrát sa nechá z 10 cm padnúť zvisle na zem, aby sa čo najviac stlačili prily alebo granuly v trubici. Na urýchlenie

stlačenia sa trubica rozochveje údermi 750- až 1000-gramového kladiva v čase medzi pádmi spolu desaťkrát.

Týmto postupom nabíjame i ďalšie dávky skúšobnej vzorky. Všeobecne – množstvá pridávanej vzorky majú byť také, aby po zhutňovaní zdvihnutím a spustením trubice desaťkrát a celkovo 20-timi údermi kladiva bola trubica naplnená vzorkou do vzdialenosti 70 mm od svojho ústia.

Výška plnenia vzorky má byť v oceľovej trubici taká, aby iniciačná nálož (bod 4.1.1. alebo bod 4.1.2.), ktorá sa vkladá neskoršie, bola so vzorkou v tesnom kontakte celým svojím povrchom.

4.3.3. Iniciačná 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 zabezpečí pridaním alebo odstránením malých množstiev vzorky. Ako vidieť na obrázkoch č. 1 a 2, zatváracie špendlíky sa vložia cez diery blízko otvoreného konca a ich ramená sú otvorené kolmo na trubicu.

4.4. Umiestnenie oceľovej trubice a olovených valcov (obrázok č. 3)

4.4.1. Olovené valce (bod 3.6.) sa označia číslami 1 až 6. Urobí sa šesť značiek 150 mm od seba vzdialených na stredovej čiare oceľového bloku (bod 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, a to tak, aby stredy základní valcov ležali na značkách.

4.4.2. Oceľová trubica pripravená podľa bodu 4.3. sa položí vodorovne na olovené valce, pričom os trubice je paralelná so stredovou čiarou oceľového bloku a zavarený koniec trubice presahuje 50 mm za olovený valec č. 6. Malé drevené kliny sa položia medzi vrcholy olovených valcov a stenu trubice (jeden na každú stranu), aby sa trubica neskotúľala, alebo sa trubica stabilizuje drevom vloženým priečne medzi trubicu a oceľový blok.

Poznámka: Presvedčíme sa, že trubica je v kontakte so všetkými šiestimi olovenými valcami, ľahká krivosť povrchu trubice môže byť vyrovnaná rotáciou trubice okolo jej pozdĺžnej osi; ak je niektorý z olovených valcov príliš vysoký, tento valec sa opatrne kladivom upraví do požadovanej výšky.

4.5. Príprava na odstrel

4.5.1. Zariadenie sa zostaví podľa bodu 4.4. v bunkri alebo na vhodne pripravenom podzemnom mieste (napríklad v bani alebo v tuneli). Treba zabezpečiť, aby sa teplota oceľovej trubice udržiavala na 20 °C (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 spôsobiť, že oceľové úlomky sú vyvrhnuté veľkou kinetickou energiou, a tak sa odstrel musí vykonať vo vhodnej vzdialenosti od sídel alebo ciest.

4.5.2. Ak sa použije iniciačná nálož so sedembodovou iniciáciou, presvedčíme sa, že bleskovice sú natiahnuté tak, ako je opísané v bode 4.1.1.4., a nastavené tak vodorovne, ako je len možné.

4.5.3. Nakoniec sa odstráni drevený kolík a nahradí sa rozbuškou. Odstrel sa nevykoná, kým nie je evakuovaná ohrozená zóna a obsluha testu sa neukryla.

4.5.4. Trhavina sa odstrelí.

4.6. Počká sa tak dlho, kým sa plyny (plynné splodiny rozkladu môžu byť toxické, ako napríklad nitrózne plyny) nerozptýlia, nepozbierajú sa olovené valce a neodmeria sa ich výška posuvným meradlom.

Stupeň stlačenia vyjadrený v percentách pôvodnej výšky 100 mm sa zaznamená pri každom z označených oceľových valcov. Ak sú valce stlačené šikmo, zaznamenajú sa najvyššie a najnižšie hodnoty a vypočíta sa priemer.

4.7. Použiť možno sondu na nepretržité meranie detonačnej rýchlosti; sonda musí byť vložená pozdĺžne k osi trubice alebo pozdĺž jej bočnej steny.

4.8. So vzorkou sa vykonajú dve stanovenia odolnosti proti výbuchu.

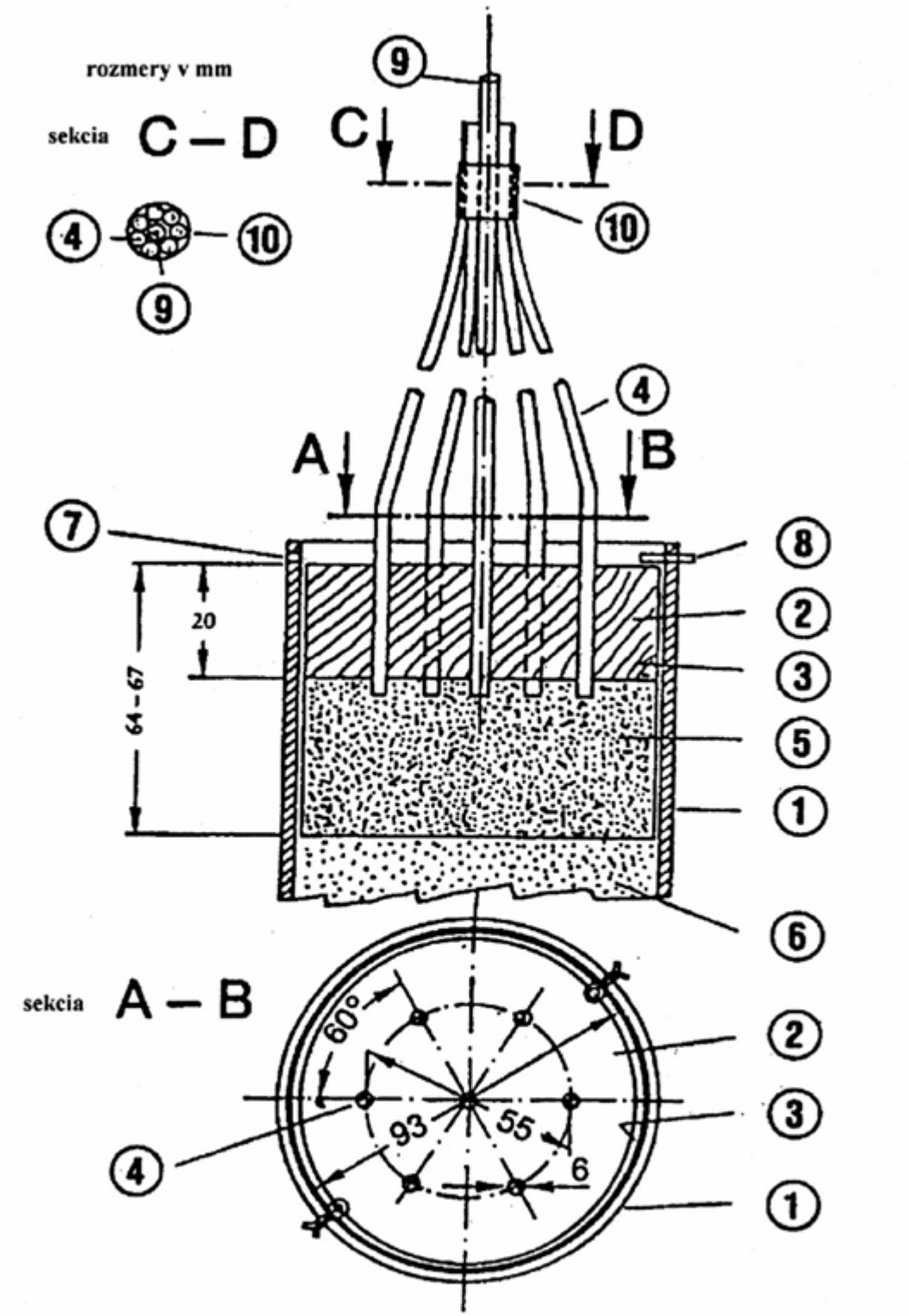
5. Protokol o skúške
Do protokolu sa pri každej skúške uvádzajú hodnoty týchto parametrov:
– skutočne namerané hodnoty vonkajšieho priemeru oceľovej trubice a hrúbky steny,
– tvrdosť oceľovej trubice podľa Brinella,
– teplota trubice a vzorky krátko pred odstrelom,
– sypná hustota (kg/m^3) vzorky v oceľovej trubici,
– výška každého oloveného valca po odstrele, špecifikuje sa číslo valca,
– metóda iniciácie iniciačnej nálože.

5.1. Vyhodnotenie výsledkov skúšky[1])

Ak pri každom odstrele stlačenie aspoň jedného oloveného valca neprekročilo 5 %, skúška sa považuje za preukaznú, a vzorka je v zhode s požiadavkami.

Obrázok č. 1

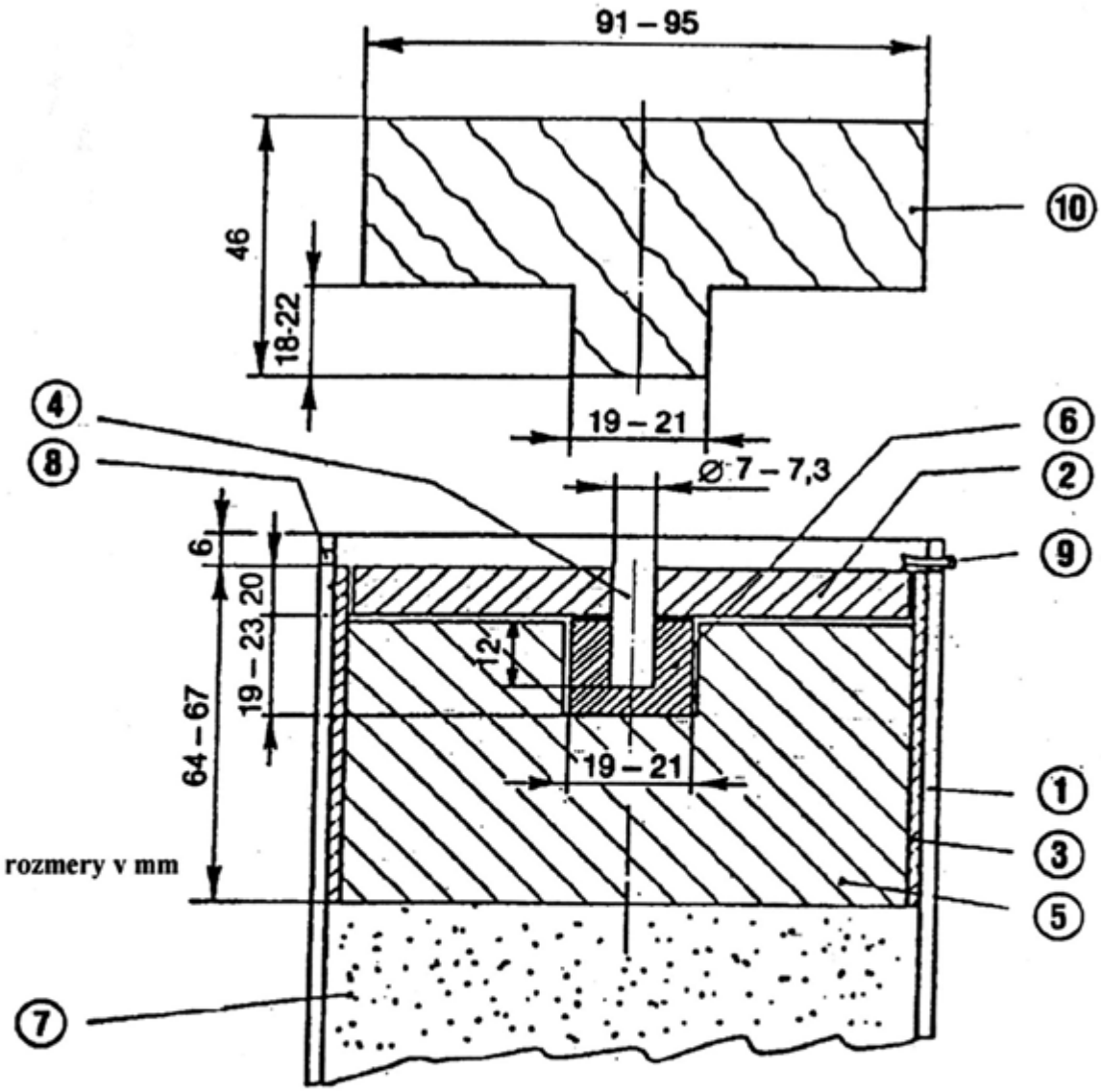
Iniciačná nálož so sedembodovou iniciáciou



①	oceľová trubica	⑥	testovaná vzorka
②	drevený disk so siedmimi dierami	⑦	vyvŕtaná diera s priemerom 4 mm na spínací špendlík ⑧
③	plastové alebo lepenkové puzdro	⑧	spínací špendlík
④	bleskovice	⑨	drevená tyč obklopená ④
⑤	plastická trhavina	⑩	lepiaca páska na zabezpečenie ④ okolo ⑨

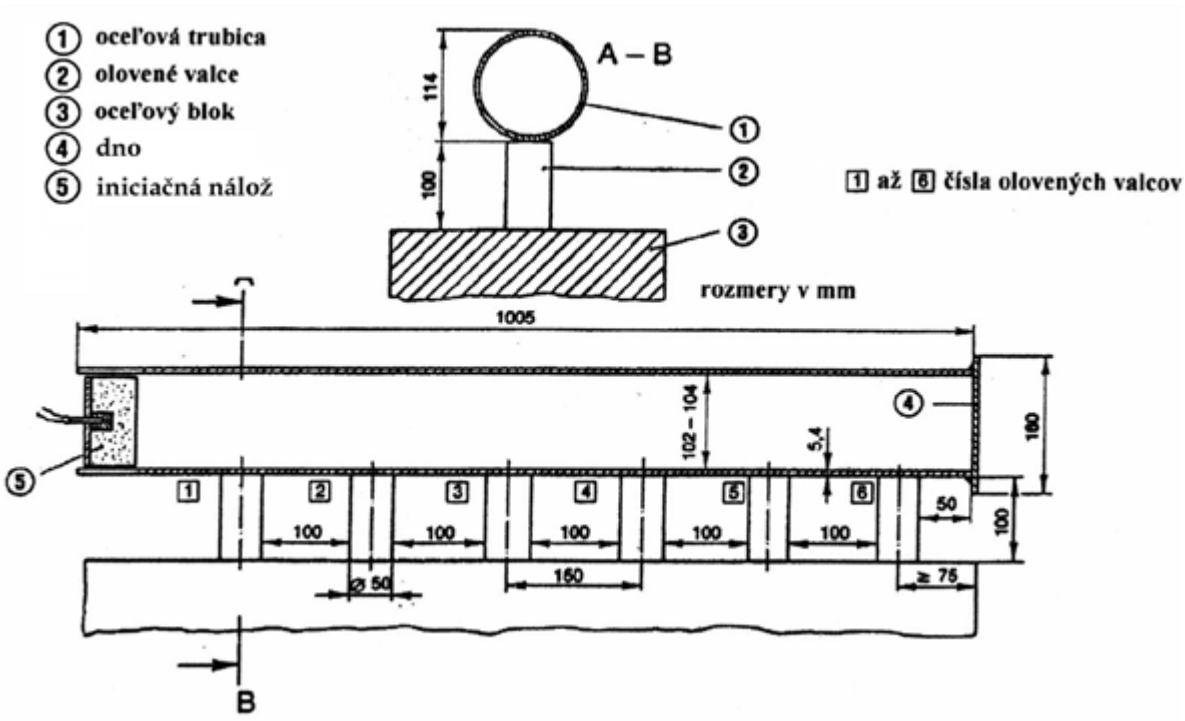
Obrázok č. 2

Iniciačná nálož s centrálnou iniciáciou



Obrázok č. 3

Postavenie oceľovej trubice pri odstrele


① oceľová trubica
② olovené valce
③ oceľový blok
④ dno
⑤ iniciačná nálož
A – B
114
100
① až ⑥ čísla olovených valcov
rozmery v mm
1005
102 – 104
5,4
180
100
50
100
100
100
100
100
100
Ø 50
160
≥ 75
B

1) § 4 zákona č. 264/1999 Z. z. o technických požiadavkách na výrobky a o posudzovaní zhody a o zmene a doplnení niektorých zákonov v znení neskorších predpisov.

2) § 8 zákona č. 264/1999 Z. z.Nariadenie vlády Slovenskej republiky č. 453/2002 Z. z. o postupoch pri poskytovaní informácií v oblasti technických predpisov a technických noriem.

1) Príloha č. 2 vyhlášky Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky č. 26/2001 Z. z., ktorou sa ustanovujú typy hnojív, obsah rizikových prvkov, podmienky odberu, skladovania a metódy skúšania hnojív, pestovateľských substrátov a pôdnych pomocných látok v znení vyhlášky Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky č. 595/2002 Z. z.

1) Príloha č. 2 vyhlášky Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky č. 26/2001 Z. z., ktorou sa ustanovujú typy hnojív, obsah rizikových prvkov, podmienky odberu, skladovania a metódy skúšania hnojív, pestovateľských substrátov a pôdnych pomocných látok v znení vyhlášky Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky č. 595/2002 Z. z.

1) Vyhláška Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky č. 26/2001 Z. z., ktorou sa ustanovujú typy hnojív, obsah rizikových prvkov, podmienky odberu, skladovania a metódy skúšania hnojív, pestovateľských substrátov a pôdnych pomocných látok v znení vyhlášky Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky č. 595/2002 Z. z.

Vydavateľ Zbierky zákonov Slovenskej republiky a prevádzkovateľ právneho a informačného portálu Slov-Lex dostupného na webovom sídle www.slov-lex.sk je Ministerstvo spravodlivosti Slovenskej republiky, Župné námestie 13, 813 11 Bratislava, tel.: 02 571 01 000, e-mail: helpdesk@slov-lex.sk.