



BESTÄMNING AV KOBOLTHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED  
HJÄLP AV GRAVIMETRISK METOD MED 1-NITROSO-2-NAFTOL

## 1. RÄCKVIDD

I detta dokument beskrivs förfarandet för att bestämma halten av kobolt i extrakt av gödselmedel.

## 2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera extrakt från prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka kobolthalten skall deklarerars.

## 3. PRINCIP

Kobolt (III) ger med 1-nitroso-2-naftol en röd fällning  $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Efter det att den kobolt som finns i extraktet har bringats i kobolt (III)-stadiet faller kobolten ut i ett ättiksyramedium genom en lösning av 1-nitroso-2-naftol. Efter filtrering tvättas fällningen, torkas tills vikten är konstant och vägs sedan som  $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

## 4. REAGENS

4.1. Väteperoxidlösning ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\rho = 1,11 \text{ g/ml}$ ) 30 %

4.2. Natriumhydroxidlösning, ca 2 M:

Lös 8 g natriumhydroxid i pastillform i 100 ml vatten.

4.3. Utspädd saltsyralösning, ca 6 M:

Blanda 1 volymdel saltsyra ( $\text{HCl}$ ,  $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$ ) med 1 volymdel vatten.

4.4. Ättiksyra (99,7 %  $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$ ) [ $\rho = 1,05 \text{ g/ml}$ ]

4.5. Ättiksyralösning (1:2), ca 6 M:

Blanda 1 volymdel ättiksyra (4.4) med 2 volymdelar vatten.

4.6. Lösning av 1-nitroso-2-naftol i ättiksyra:

Lös 4 g 1-nitroso-2-naftol i 100 ml ättiksyra (4.4). Tillsätt 100 ml ljummet vatten. Blanda väl. Filtrera genast. Den framställda lösningen måste användas omedelbart.

## 5. UTRUSTNING

- 5.1. Filterdegel P16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 30 eller 50 ml.
- 5.2. Torkugn vid  $130^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .
6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN
- 6.1. Beredning av koboltlösningen. Se metod 10.1 eller 10.2.
- 6.2. Beredning av provlösningen.

Placera en aliquot av extraktet innehållande högst 20 mg Co i en 400 ml-bägare. Om extraktet framställs i enlighet med metod 10.2, tillsätt 5 droppar saltsyra (4.3). Tillsätt ca 10 ml väteperoxidlösning (4.1). Låt oxidationsmedlet verka i kallt tillstånd i 15 minuter, och fyll sedan med vatten till ca 100 ml. Täck bägaren med ett urglas. Koka upp lösningen och låt koka i ca 10 minuter. Kyl. Gör lösningen basisk med natriumhydroxidlösning (4.2) som tillsätts droppvis tills svart kobolthydroxid börjar fällas ut.

## 7. FÖRFARANDE

Tillsätt 10 ml ättiksyra (4.4) och fyll med vatten till ca 200 ml. Hetta upp till kokpunkten. Tillsätt droppvis med hjälp av byrett 20 ml av 1-nitroso-2-naftol-lösningen (4.6) under ständig omrörning. Avsluta med kraftig omrörning för att få fällningen att koagulera.

Filtrera genom en filterdegel (5.1) som vägst i förväg, utan att degeln täpps igen. För att undvika detta, se till att det är vätska kvar ovanför fällningen under hela filtreringen.

Skölj bägaren med utspädd ättiksyra (4.5) för att avlägsna all fällning, skölj fällningen på filtret med utspädd ättiksyra (4.5) och sedan tre gånger med hett vatten.

Torka i torkugn (5.2) vid  $130^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  tills vikten är konstant.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

1 mg Co  $(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  fällning motsvarar 0,096381 mg Co.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av kobolt:

$$\text{Co} (\%) = X \times 0,096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

X = massan av fällningen uttryckt i mg

V = volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

a = volymen av den alikvot som tagits från den sista utspädningen uttryckt i ml

D = utspädningsfaktorn för denna alikvot

M = massan av provet uttryckt i gram

*Metod 10.7*

BESTÄMNING AV KOPPARHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV TITRERANALYS

1. RÄCKVIDD

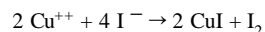
I detta dokument beskrivs förfarandet för att bestämma halten av koppar i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

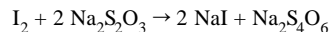
Förfarandet används för att analysera extrakt från prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 och för vilka kopparhalten skall deklarerars.

3. PRINCIP

Kopparjoner reduceras i ett surt medium med kaliumjodid:



Det jod som därigenom frigörs titreras med en standardlösning av tiosulfat med stärkelse som indikator enligt följande:



4. REAGENS

4.1 Salpetersyra ( $\text{HNO}_3$ ,  $\rho = 1,40$  g/ml).

4.2 Urea [ $(\text{NH}_2)_2\text{C} = \text{O}$ ].

4.3 Ammoniumvätedifluorid ( $\text{NH}_4\text{HF}_2$ ) lösning, 10 % m/v.

Förvara lösningen i en plastbehållare.

4.4 Ammoniumhydroxidlösning (1 = 1):

Blanda 1 volymdel ammoniak ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\rho = 0,9 \text{ g/ml}$ ) med 1 volymdel vatten.

4.5 Standardlösning av natriumtiosulfat:

Lös 7,812 g natriumtiosulfatpentahydrat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) i vatten i en 1-liters mätkolv. Denna lösning måste beredas på så sätt att 1 ml = 2 mg Cu. För stabilisering, tillsätt flera droppar kloroform. Lösningen måste förvaras i en glasbehållare och skyddas från direkt ljus.

4.6 Kaliumjodid (KI).

4.7 Kaliumtiocyanat (KSCN) lösning (25 % m/v).

Förvara denna lösning i en plastkolv.

4.8 Stärkelselösning (ca 0,5 %)

Placera 2,5 g stärkelse [ $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$ ] i en 600 ml-bägare. Tillsätt ca 500 ml vatten. Koka under omrörning. Kyl till rumstemperatur. Lösningen har kort hållbarhet. Hållbarheten kan förlängas genom tillsats av ca 10 mg kvicksilverjodid.

5. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

Beredning av kopparlösningen. Se metod 10.1 och 10.2.

6. FÖRFARANDE

6.1 Beredning av titreringslösningen

Placera en aliquot av lösningen innehållande minst 20 till 40 mg Cu i en 500 ml-Erlenmeyerkolv. Avlägsna överflödigt syre genom en kort kokning. Fyll med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 5 ml salpetersyra (4.1), koka upp och låt koka i ca en halv minut.

Tag bort Erlenmeyerkolven från värmeplattan, tillsätt ca 3 g urea (4.2) och fortsätt kokningen i ca en halv minut.

Tag bort från värmeplattan och tillsätt 200 ml kallt vatten. Vid behov, kyl innehållet i Erlenmeyerkolven till rumstemperatur.

Tillsätt ammoniumhydroxidlösning (4.4) litet i taget tills lösningen blir blå. Tillsätt ytterligare 1 ml.

Tillsätt 50 ml ammoniumvätedifluoridlösning (4.3) och blanda.

Tillsätt 10 g kaliumjodid (4.6) och lös.

6.2 Titrerings av lösningen

Placera Erlenmeyerkolven på en magnetomrörare. Sänk ned staven i Erlenmeyerkolven och ställ in omröraren på önskad hastighet.

Tillsätt med hjälp av en byrett standardlösning av natriumtiosulfat (4.5) tills den bruna färgen hos det jod som frigörs från lösningen minskar.

Tillsätt 10 ml stärkelseslösning (4.8).

Fortsätt titreringen med natriumtiosulfatlösning (4.5) tills den violetta färgen nästan har försvunnit.

Tillsätt 20 ml kaliumtiocyanatlösning (4.7) och fortsätt titreringen tills den blåvioletta färgen har försvunnit helt.

Notera mängden använd tiosulfatlösning.

7. REDOVISNING AV RESULTATEN

1 ml standardlösning av natriumtiosulfat (4.5) motsvarar 2 mg Cu.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av koppar:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

X = volymen av den natriumtiosulfatlösning som använts uttryckt i ml

V = volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

a = volymen av alikvoten i ml

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram

*Metod 10.8*

**BESTÄMNING AV JÄRNHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI**

1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av järn i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera extrakt från prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten och/eller den vattenlösliga delen av järn skall deklarerar.

3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extraktet bestäms järnhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. REAGENS

4.1 Saltsyralösning, ca 6 M:

Se metod 10.4, (4.1)

4.2 Saltsyralösning, ca 0,5 M:

Se metod 10.4, (4.2).

4.3 Väteperoxidlösning (30 % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, ρ = 1,11 g/ml) fri från spårämnen.

4.4 Lantansaltlösningar (10 g La per liter).

Se metod 10.4 (4.3)

4.5 Järnklibreringslösningar

4.5. Järnstamlösning (1 000 µg/ml)

1

Väg in 1 g ren järntråd med en noggrannhet på 0,1 mg i en 500 ml-glasbägare. Tillsätt 200 ml 6 M saltsyra (4.1) och 15 ml väteperoxidlösning (4.3). Värm på en värmeplatta tills järnet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.5. Järnarbetslösning (100 µg/ml)

2

Överför 20 ml stamlösning (4.5.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 10.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för järns karakteristiska strålning (248,3 nm).

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

6.1 Järnextraktlösning

Se metod 10.1 och 10.2 och vid behov 10.3.

6.2 Beredning av provlösningen

Se metod 10.4, (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (v/v) lantansaltlösning.

7. FÖRFARANDE

7.1 Beredning av blindlösning

Se metod 10.4, (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (v/v) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 10.4, (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0- 10 µg/ml järn, överför 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 ml arbetslösning (4.5.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2. Fyll upp till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl. Dessa lösningar innehåller 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 µg/ml järn.

7.3 Bestämning

Se metod 10.4, (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 248,3 nm.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 10.4, (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av järn:

$$\text{Fe (\%)} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4).$$

Om metod 10.3 har använts:

$$\text{Fe (\%)} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4),$$



Fe = mängden järn uttryckt i procent av gödselmedlet

$X_s$  = provlösningens koncentration uttryckt i  $\mu\text{g/ml}$  (6.2)

$X_b$  = blindlösningens koncentration uttryckt i  $\mu\text{g/ml}$  (7.1)

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om  $(a_1)$ ,  $(a_2)$ ,  $(a_3)$ , .., ..,  $(a_i)$  och  $(a)$  är alikvoterna och  $(v_1)$ ,  $(v_2)$ ,  $(v_3)$ , .., ..,  $(v_i)$  och  $(100)$  är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn enligt följande:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

#### Metod 10.9

### BESTÄMNING AV MANGANHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV TITRERING

#### 1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av mangan i extrakt av gödselmedel.

#### 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera extrakt från prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka manganhalten skall deklarerars.

#### 3. PRINCIP

Om extraktet innehåller kloridjoner avlägsnas dessa genom att extraktet kokas tillsammans med svavelsyra. Manganet oxideras med natriumvismutat i ett salpetersyramedium. Det permanganat som bildas reduceras med ett överskott av järnsulfat. Detta överskott titreras med en kaliumpermanganatlösning.

#### 4. REAGENS

##### 4.1 Koncentrerad svavelsyra ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ )

4.2 Svavelsyra, ca 9 M

Blanda försiktigt 1 volymdel koncentrerad svavelsyra (4.1) med 1 volymdel vatten.

4.3 Salpetersyra, 6 M

Blanda 3 volymdelar salpetersyra ( $\text{HNO}_3$ ,  $\rho = 1,40 \text{ g/ml}$ ) med 4 volymdelar vatten.

4.4 Salpetersyra, 0,3 M

Blanda 1 volymdel 6 M salpetersyra med 19 volymdelar vatten.

4.5 Natriumvismutat ( $\text{NaBiO}_3$ ) (85 %)

4.6 Kiselgur

4.7 Ortofosforsyra, 15 M ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\rho = 1,71 \text{ g/ml}$ )

4.8 Järnsulfatlösning, 0,15 M

Lös upp 41,6 g järnsulfatheptahydrat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) i en mätkolv på 1 liter.

Tillsätt 25 ml koncentrerad svavelsyra (4.1) och 25 ml fosforsyra (4.7). Fyll till 1 000 ml-märket. Blanda.

4.9 Kaliumpermanganatlösning, 0,020 M

Väg in 3,160 g kaliumpermanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) med en noggrannhet på 0,1 mg. Lös upp i vatten och fyll till 1 000 ml-märket.

4.1 Silvernitratlösning 0,1 M

0

Lös upp 1,7 g silvernitratt ( $\text{AgNO}_3$ ) i vatten och fyll till 100 ml-märket.

5. UTRUSTNING

5.1 Filterdegel P16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 50 ml, monterad på en filterkolv på 500 ml.

5.2 Magnetomrörare

6. BEREDNING AV PROVLÖSNING

## 6.1 Manganextraktlösning

Se metod 10.1 och 10.2.

Om man är osäker på förekomsten av kloridjoner utförs ett prov på lösningen med en droppe av silvernitratlösningen (4.10).

## 6.2 Om det inte förekommer några kloridjoner placeras en aliquot av extraktet innehållande 10 - 20 mg mangan i en avlång 400 ml-glasbägare. Justera volymen till ca 25 ml, antingen genom evaporation eller tillsats av vatten.

Tillsätt 2 ml koncentrerad svavelsyra (4.1).

## 6.3 Om det förekommer kloridjoner är det nödvändigt att avlägsna dem på följande sätt:

Placera en aliquot av extraktet innehållande 10 - 20 mg mangan i en avlång 400 ml-glasbägare.

Tillsätt 5 ml 9 M svavelsyra (4.2). I ett dragskåp kokas detta på en värmeplatta tills det att ymnig vit rök frigörs. Fortsätt koka tills volymen reducerats till ca 2 ml (ett tunt sirapsaktigt lager i botten av glasbägaren).

Låt svalna till rumstemperatur.

Tillsätt försiktigt 25 ml vatten och prova återigen förekomsten av klorid med en droppe av silvernitratlösningen (4.10). Om det fortfarande finns klorider upprepas proceduren efter tillsats av 5 ml 9 M svavelsyra (4.2).

## 7. FÖRFARANDE

Tillsätt 25 ml 6 M salpetersyra (4.3) och 2,5 g natriumvismutat (4.5) till provlösningen i 400 ml-glasbägare. Låt röra om ordentligt i tre minuter på magnetomröraren. (5.2). Tillsätt 50 ml 0,3 M salpetersyra (4.4) och rör igen. Sugfiltrera (5.1) genom filterdegel belagd med kiselgur (4.6). Tvätta filterdegeln upprepade gånger med 0,3 M salpetersyra (4.4) tills ett färglöst filtrat erhålls.

Flytta över filtratet och tvättilösningen till en 500 ml-glasbägare. Blanda och tillsätt 25 ml 0,15 M järnsulfatlösning (4.8). Om filtratet blir gult efter tillsatsen av järnsulfat tillsätts 3 ml 15 M ortofosforsyra (4.7).

Titra med hjälp av en byrett överskottet av järnsulfat med 0,02 M kaliumpermangantlösning (4.9) tills blandningen håller en stadigt rosa färg under en minut. Gör ett blindprov under samma betingelser, bortsett från att provet utelämnas.

*Märk:* Den oxiderade lösningen får inte komma i kontakt med gummi.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

1 ml 0,02 M kaliumpermangantlösning motsvarar 1,009 mg mangan (Mn).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mangan:

$$M_n (\%) = (X_b - X_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

$X_b$  = volymen av den permanganat som använts vid blindprovet uttryckt i ml

$X_s$  = volymen av den permanganat som använts vid provet uttryckt i ml

$V$  = volymen av extraktlösning i enlighet med metod 10.1 och 10.2

$a$  = volymen av den alikvot som tagits från extraktet uttryckt i ml

$M$  = massan av provet uttryckt i gram

*Metod 10.10*BESTÄMNING AV MOLYBDEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP  
AV GRAVIMETRISK METOD MED 8-HYDROXYKINOLIN

## 1. RÄCKVIDD

I detta dokument beskrivs förfarandet för att bestämma halten av molybden i extrakt av gödselmedel.

## 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera extrakt från prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka molybdenhalten skall deklarerars.

## 3. PRINCIP

Molybdenhalten bestäms av utfällning som molybdenyloximat under vissa förutsättningar.

## 4. REAGENS

## 4.1 Svavelsyralösning, ca 1 M

Häll försiktigt 55 ml svavelsyra ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ ) i en mätkolv på 1 liter som innehåller 800 ml vatten. Blanda. fyll till 1000 ml-märket när vätskan svalnat. Blanda.

## 4.2 Utspädd ammoniaklösning (1:3)

Blanda 1 volymdel koncentrerad ammoniaklösning ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\rho = 0,9 \text{ g/ml}$ ) med 3 volymdelar vatten.

## 4.3 Utspädd ättiksyralösning (1:3)

Blanda 1 volymdel koncentrerad ättiksyra (99,7  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\rho = 1,049 \text{ g/ml}$ ) med 3 volymdelar vatten.

## 4.4 Lösning av dinatriumsalt av etendiamintetraättiksyra (EDTA)

Lös upp 5 g  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  i vatten i en mätkolv på 100 ml. Fyll till märket och blanda.

## 4.5 Buffertlösning

Lös upp 15 ml koncentrerad ättiksyra och 30 g ammoniumacetat i vatten i en mätkolv på 100 ml. Fyll till 100 ml.

4.6 8-hydroxykinolin(oxin)lösning

Lös upp 3 g 8-hydroxykinolin i 5 ml koncentrerad ättiksyra i en mätkolv på 100 ml. Tillsätt 80 ml vatten. Tillsätt ammoniumlösningen (4.2) droppe för droppe tills lösningen blir grumlig och då ättiksyra (4.3) tillsätts tills lösningen blir klar igen.

Fyll med vatten till 100 ml.

5. UTRUSTNING

5.1 Filterdegel P16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 30 ml.

5.2 pH-mätare med glaselektrod

5.3 Torkugn vid 130-135°C

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

6.1 Beredning av molybdenlösningen.

Se metod 10.1 och metod 10.2.

7. FÖRFARANDE

7.1 Beredning av provlösningen

Placera en alikvot med 25-100 mg Mo i en 250 ml-glasbägare. Fyll med vatten till 50 ml.

Justera lösningens pH-värde till 5 genom att tillsätta svavelsyralösning (4.1) droppe för droppe. Tillsätt 15 ml EDTA-lösning (4.4) och sedan 5 ml buffertlösning (4.5). Fyll med vatten till ca 80 ml.

7.2 Framställning och tvätt av fällningen

Framställning av fällningen

Värm lösningen svagt. Tillsätt oxinlösningen (4.6) under oavbruten omrörning. Fortsätt med utfällningen tills all uppkomst av fällning upphört. Tillsätt ytterligare reagens tills supernatanten blir lätt gulfärgad. 20 ml är normalt sett tillräckligt. Fortsätt att värma fällningen svagt under två till tre minuter.

Filtrering och tvätt

Filtrera genom filterdegel (5.1). Skölj flera gånger med varmt vatten i 20 ml-mängder. Sköljvattnet skall gradvis bli ofärgat vilket visar att oxinet försvunnit.

## 7.3 Vägning av fällningen

Torka fällningen vid 130-135°C tills vikten är konstant (minst en timme).

Låt svalna i torkugn och väg sedan.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

1 mg molybdenyloximat,  $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$ , motsvarar 0,2305 mg Mo.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mangan:

$$\text{Mo} (\%) = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

X = massan av molybdenyloximatfällningen uttryckt i mg

V = volymen av extraktlösning i enlighet med metod 10.1 och 10.2 uttryckt i ml

a = volymen av den alikvot som tagits från den sista utspädningen uttryckt i ml

D = utspädningsfaktorn för denna alikvot

M = massan av provet uttryckt i gram

*Metod 10.11*

## BESTÄMNING AV ZINKHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

## 1. RÄCKVIDD

I denna metod beskrivs förfarandet för att bestämma halten av zink i extrakt av gödselmedel

## 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera extrakt från prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka zinkhalten skall deklarerars.

## 3. PRINCIP

Efter lämplig behandling och utspädning av extrakten bestäms zinkhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

## 4. REAGENS

4.1 Saltsyralösning, ca 6 M:

Se metod 10.4, (4.1).

4.2 Saltsyralösning, ca 0,5 M:

Se metod 10.4, (4.2).

4.3 Lantansaltlösningar (10 g La per liter).

Se metod 10.4, (4.3).

4.4 Zinkkalibreringslösningar

4.4. Zinkstamlösning (1 000 µg/ml)

1

Lös 1 g zinkpulver eller zinkflisor, som har vägts med en noggrannhet på 0,1 mg, i 25 ml 6 M saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-glasbägare. När zinken är helt upplöst, fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4. Zinkarbetslösning (100 µg/ml)

2

Lös upp 20 ml stamlösning (4.4.1) i en 200 ml-mätkolv med 0,5 M saltsyralösning (4.2). Fyll till märket med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl.

5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 10.4, (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för zinks karakteristiska strålning (213,8 nm). Bakgrundskorrigerings måste kunna göras.

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

6.1 Zinkextraktlösning

Se metod 10.1 och/eller 10.2, samt eventuellt 10.3.

6.2 Beredning av provlösningen

Se metod 10.4, (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (v/v) lantansaltlösning (4.3).

7. FÖRFARANDE

7.1 Beredning av blindlösning

Se metod 10.4, (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (v/v) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.



## 7.2 Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 10.4, (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0-5 µg/ml zink, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll upp till 100 ml med 0,5 M saltsyralösning (4.2) och blanda väl. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml zink.

## 7.3 Bestämning

Se metod 10.4, (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 213,8 nm.

## 8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 10.4, (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av zink:

$$\text{Zn (\%)} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Om metod (10.3) har använts:

$$\text{Zn (\%)} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Zn = mängden zink uttryckt i procent av gödselmedlet

$X_s$  = provlösningens koncentration uttryckt i µg/ml (6.2)

$X_b$  = blindlösningens koncentration uttryckt i µg/ml (7.1)

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om ( $a_1$ ), ( $a_2$ ), ( $a_3$ ), .., ( $a_i$ ) och (a) är alikvoterna och ( $v_1$ ), ( $v_2$ ), ( $v_3$ ), .., ( $v_i$ ) och (100) är de volymer som motsvarar deras respektive utspädningar, beräknas utspädningsfaktorn enligt följande:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)."$$

(SJVFS 1995:196).

**DEL C. METODER FÖR KONTROLL AV GRÄNSVÄRDEN  
FÖR ENKLA AMMONIUMNITRATGÖDSELMEDEL MED HÖG  
KVÄVEHALT**

**METOD 1: METODER FÖR BELASTNING MED TERMISKA  
CYKLER**

**1. Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandena för belastning med termiska cykler innan enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt utsätts för provning av oljebindningsförmåga och detonationssäkerhet.

**2. Termiska cykler enligt bilaga 2 punkt 1**

*2.1 Tillämpningsområde*

Detta förfarande gäller cyklisk värmebelastning innan gödselmedlets oljebindningsförmåga har fastställs.

*2.2 Princip och definition*

Provet uppvärms från normal temperatur till 50° C och hålls kvar vid denna temperatur i två timmar (50°-fasen). Det får svalna till en temperatur på 25° C och hålls kvar vid denna temperatur i två timmar (25°-fasen).

Dessa båda faser bildar tillsammans en termisk belastningscykel.

Sedan provet har utsatts för två sådana cykler hålls temperaturen kvar vid 20 (± 3)° C för bestämning av oljebindningsförmågan.

### 2.3 Utrustning

Normal laboratorieutrustning, i synnerhet

- vattenbad som med termostat hålls vid  $25 (\pm 1)$  respektive  $50 (\pm 1)^\circ \text{C}$ ,
- Erlenmeyerkolvar på 150 ml.

### 2.4 Förfarande

Lägg varje prov på  $70 (\pm 5)$  g i en Erlenmeyerkolv, som sedan försluts med en propp.

Flytta varje kolv varannan timme från  $50^\circ$ -badet till  $25^\circ$ -badet och tvärtom.

Håll vattnet i varje bad vid konstant temperatur och håll det i ständig rörelse genom snabb omrörning för att säkerställa att vattennivån ligger ovanför provets nivå. Skydda proppen mot kondensation med en hätta av skumgummi.

## 3. Termiska cykler enligt bilaga 8

### 3.1 Tillämpningsområde

Detta förfarande gäller termisk belastning före detonationssäkerhetsprovet.

### 3.2 Princip och definition

Provet får ligga i en vattentät låda, där det värms upp från rumstemperatur till  $50^\circ \text{C}$  och hålls kvar vid denna temperatur i en timme ( $50^\circ$ -fasen). Sedan får provet svalna tills det kommer ner till en temperatur av  $25^\circ \text{C}$ , där det hålls kvar i en timme ( $25^\circ$ -fasen). Dessa båda faser på  $50^\circ \text{C}$  och  $25^\circ \text{C}$  bildar tillsammans en termisk cykel. Efter erforderligt antal cykler hålls provet kvar vid en temperatur av  $20 (\pm 3)^\circ \text{C}$  i avvaktan på detonationssäkerhetsprovet.

### 3.3 *Utrustning*

- Ett termostaterat vattenbad vars temperatur kan regleras i intervallet 20 - 51°C med en minsta uppvärmnings- och svalningshastighet på 10°C/timme, eller två vattenbad, varav det ena hålls vid temperaturen 20°C och det andra vid 51°C. Vattnet i baden skall ständigt röras om, och baden skall ha så stor volym att ordentlig vattencirkulation är möjlig.

- En helt vattentät låda av rostfritt stål, försedd med en centralt monterad temperaturgivare. Lådans ytterbredd skall vara  $45 \pm 2$  mm och vägg tjockleken 1,5 mm (se fig. 1). Lådans höjd och längd kan väljas med hänsyn till vattenbadets dimensioner, t.ex. längd 600 mm, höjd 400 mm.

### 3.4 *Förfarande*

Placera i lådan så mycket gödselmedel som behövs för en enstaka detonation och stäng locket. Placera lådan i vattenbadet. Värm vattnet till 51°C och mät temperaturen i mitten av provet. Kyl vattnet i en timme efter det att temperaturen i mitten når 50°C. En timme efter det att temperaturen i mitten kommit ner till 25°C skall uppvärmningen för nästa cykel påbörjas.

*Figur 1*

METOD 2: BESTÄMNING AV OLJEBINDNINGSFÖRMÅGAN

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av oljebindningsförmågan i enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

Metoden gäller för både prillade och granulerade gödselmedel som inte innehåller oljelösliga ämnen.

2. **Definition**

*Gödselmedlets oljebindningsförmåga:* Den mängd olja som hålls kvar av gödselmedlet, fastställt under angivna driftsvillkor och uttryckt som procent av massan.

3. **Princip**

Provet dränks fullständigt i gasolja under angiven period, varefter överskottsolja får rinna av under angivna betingelser. Mätning av provets massökning.

4. **Reagens**

Gasolja  
Viskositet max.: 5 mPas vid 40°C  
Densitet: 0,8 till 0,85 g/ml vid 20°C  
Svavelhalt: ≤ 1,0 % (m/m)  
Aska: ≤ 0,1 % (m/m)

5. **Utrustning**

Vanlig laboratorieutrustning samt följande:

- 5.1 En våg som kan väga med en noggrannhet på 0,01 g.
- 5.2 Flera bägare på 500 ml.

- 5.3 En tratt av plastmaterial, helst med en cylindrisk vägg upptill, diameter ca 200 mm.
- 5.4 En provsikt, maskvidd 0,5 mm, som passar till tratten (5.3).

Anmärkning: Trattens och siktens storlek skall vara sådan att endast ett fåtal korn kan ligga ovanpå varandra, så att oljan lätt kan rinna av.

- 5.5 Filtrerpapper, snabbfiltrerande, kräppat, mjukt, vikt 150g/m<sup>2</sup>.
- 5.6 Läskpapper (laboratoriekvalitet)

## 6. Förfarande

- 6.0 Två bestämningar utförs i snabb följd på olika delar av samma prov.
- 6.1 Avlägsna partiklar som är mindre än 0,5 mm med hjälp av sikten (5.4). Väg upp ca 50 g av provet (noggrannhet 0,01 g) och placera det i bägaren (5.2). Tillsätt så mycket gasolja (6.4) att kornen täcks helt och rör om omsorgsfullt för att säkerställa att kornens ytor blir helt fuktade. Täck över bägaren med ett urglas och låt stå i en timme vid 25° C ± 2° C.
- 6.2 Filtrera bägarens hela innehåll genom tratten (5.3) med sikten isatt (5.4). Låt den andel som hålls kvar av sikten vara kvar där i en timme, så att större delen av den överflödiga oljan får rinna av.
- 6.3 Lägg två ark filtrerpapper (5.5) (ca. 500 x 500 mm) ovanpå varandra på ett jämnt underlag, vik båda filtrerpapperens fyra kanter, som skall vara ca 40 mm breda, uppåt så att kornen inte kan rulla undan. Placera två skikt läskpapper (5.6) i mitten av filtrerpapperna. Håll innehållet i sikten (5.4) över läskpapperen och sprid ut kornen jämnt med en mjuk pensel. Lyft ena sidan av läskpapperen efter två minuter, så att kornen överförs till filtrerpapperen därunder och sprid ut dem jämnt på dessa med penseln. Lägg på ytterligare ett ark filtrerpapper på samma sätt med kanterna uppåtvikta ovanpå provet och rulla kornen mellan filtrerpapperen med cirkelrörelser under lätt tryck. Gör ett kort uppehåll efter åtta cirkelrörelser och lyft därvid motsatta kanter av filtrerpapperen, varvid de korn som rullat ut mot kanterna skall föras tillbaka till mitten. Gör detta på följande sätt: Gör fyra fullständiga cirkelrörelser, först medurs, sedan moturs. Rulla sedan

tillbaka kornen till mitten enligt beskrivningen ovan. Denna procedur skall utföras tre gånger (24 cirkelrörelser, kanterna lyfts två gånger). Sätt försiktigt in ett nytt ark filterpapper mellan det nedre arket och det övre, och låt kornen rulla över på det nya arket genom att lyfta kanterna på det övre arket. Täck över kornen med det nya arket filterpapper och upprepa samma procedur som beskrivs ovan. Ta sedan omedelbart ut kornen i en tarerad skål och väg om dem med en noggrannhet på 0,01 g för att fastställa vikten av den gasolja som blivit kvar i kornen.

#### 6.4 *Ny rullning och omvägning*

Om mängden kvarhållen gasolja i provet visar sig vara större än 2,00 g, placeras provet på en ny uppsättning filterpapper. Upprepa rullningen och lyft hörnen enligt avsnitt 6.3 (två gånger åtta cirkelrörelser, en lyftning). Väg sedan om provet.

### 7. **Redovisning av resultaten**

#### 7.1 *Beräkningsmetod och formel*

För varje bestämning (6.0), uttryckt i procent av det siktade provets massa, erhålls oljebindningen genom ekvationen

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

där

$m_1$  = den siktade provandelens massa i gram (6.1) och  
 $m_2$  = massan i provandelen enligt avsnitt 6.3 resp. 6.4  
 som resultat av den sista vägningen, i gram

Ta medelvärdet av de två separata bestämningarna som resultat.



## METOD 3: BESTÄMNING AV BRÄNNBARA BESTÅNDSDELAR

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av det brännbara innehållet i enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

2. **Princip**

Den koldioxid som alstras av oorganiska fyllnadsmaterial avlägsnas i förväg genom syrabehandling. De organiska föreningarna oxideras med en blandning av kromsyra och svavelsyra. Den koldioxid som bildas absorberas i en bariumhydroxidlösning. Utfällningen löses upp i saltsyra och mäts genom återtitrering med natriumhydroxidlösning.

3. **Reagens**

3.1 Kromtrioxid  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  av analyskvalitet.

3.2 Svavelsyra med densitet vid  $20^\circ\text{C} = 1,83 \text{ g/ml}$ , 60 volymprocent.

Häll 360 ml vatten i en enliters bägare och tillsätt försiktigt 640 ml svavelsyra.

3.3 Silvernitratt: lösning 0,1 M.

3.4 Bariumhydroxid:

Väg upp 15 g bariumhydroxid ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) och lös upp den helt i varmt vatten. Låt svalna och överför till en enliterskolv. Fyll på vatten till märket och blanda. Filtrera genom veckat filterpapper.

3.5 Saltsyra: standardlösning 0,1 M.

3.6 Natriumhydroxid: standardlösning 0,1 M.

3.7 Bromfenolblått: lösning på 0,4 g per liter vatten.

3.8 Fenolftalein: lösning på 2 g per liter etanol (60 % volym).

- 3.9 Natronkalk: partikelstorlek mellan ca 1,0 och 1,5 mm.
- 3.10 Demineraliserat vatten, kokt för eliminering av koldioxid.
4. **Utrustning**
- 4.1 Vanlig laboratorieutrustning, i synnerhet
- en glasfilterdegel kapacitet 15 ml, plattans diameter 20 mm, totalhöjd 50 mm, porositet 4 (pordiameter mellan 5 och 15 µm),
  - en 600-ml bägare.
- 4.2 Kvävgas under tryck.
- 4.3 Utrustning som består av följande delar och som om möjligt skall vara monterad med kulslipningar (se fig. 2).
- 4.3.1 Absorptionsrör A ca 200 mm långt och 30 mm i diameter, fyllt med natronkalk (3.9) som hålls på plats av glasfiberproppar.
- 4.3.2 Reaktionskolv B, kapacitet 500 ml, med sidoarm och rund botten.
- 4.3.3 En fraktionskolonn typ Vigreux, ca 150 mm lång (C').
- 4.3.4 Kylare med dubbla kondensytor C, 200 mm lång.
- 4.3.5 Drechselflaska D, som fungerar som uppfångare av överskottssyra som eventuellt destilleras över.
- 4.3.6 Isbad E för kylning av Drechselflaskan.
- 4.3.7 Två absorptionskärl F<sub>1</sub> och F<sub>2</sub>, diameter 32 till 35 mm, vars gasspridare består av en 10 mm tjock platta av sintrat glas med låg porositet.
- 4.3.8 Sugpump och sugregulator G bestående av ett T-rör vars fria arm är ansluten till ett tunt kapillär rör med en kort gummislang med skruvklämma.

## VARNING:

Användning av kokande kromsyrelösning i en apparat med undertryck medför risker och kräver lämpliga försiktighetsåtgärder.

**5. Förfarande**5.1 *Prov för analys*

Väg upp ca 10 g ammoniumnitrat med en noggrannhet på 0,001 g.

## 5.2 Borttagande av karbonater

Placera provet i reaktionskolven B. Tillsätt 100 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (3.2). Kornen löses upp på ungefär 10 minuter vid rumstemperatur. Montera apparaten enligt figuren: Anslut en ände av absorptionsröret (A) till kvävetillförseln (4.2) via ett returblockerat flöde innehållande 5 till 6 mm kvicksilver och låt den andra änden av röret sticka in i reaktionskärlet. Installera Vigreux-kolonnen (C') och kylaren (C) med tillförsel av kylvatten. Justera kvävgasen till ett lagom flöde genom lösningen, koka upp lösningen och försätt kokningen i två minuter. Efter denna tid bör ingen ytterligare skumbildning förekomma. Om bubblor som kan upptäckas bildas skall uppvärmningen fortsätta i 30 minuter. Låt lösningen svalna i minst 20 minuter med bibehållet kvävgasflöde.

Montera resten av utrustningen enligt anvisningarna i diagrammet genom att ansluta kondensröret till Drechselflaskan (D) och flaskan till absorptionskärnen  $F_1$  och  $F_2$ . Kvävgasen måste fortsätta att strömma genom lösningen under detta arbete. Tillsätt snabbt 50 ml bariumhydroxid-lösning (3.4) i vart och ett av absorptionskärnen ( $F_1$  och  $F_2$ ).

Låt kvävgasen bubbla igenom i ungefär 10 minuter. Lösningen måste förbli klar i absorptionskärnen. Om detta inte är fallet skall karbonatutdrivningen justeras.

### 5.3 *Oxidation och absorption*

Dra ut kvävetillförselröret och tillsätt snabbt 20 g kromtrioxid (3.1) och 6 ml silvernitratlösning (3.3) via reaktionskärlets (B) sidoarm. Anslut apparaten till pumpen och justera kväveflödet, så att det uppstår ett jämnt flöde av gasbubblor genom absorptionskärnen F<sub>1</sub> och F<sub>2</sub> med gasspridare av sintrat glas.

Värm upp reaktionskolven (B) tills vätskan kokar och håll den kokande i en och en halv timme<sup>1</sup>. Eventuellt måste sugregleringsventilen (G) justeras för att styra kväveflödet, eftersom det bariumkarbonat som fälls ut under provet kan blockera plattorna av sintrat glas. Resultatet är godtagbart om bariumhydroxidlösningen i absorptionskärlet F<sub>2</sub> förblir klar. I annat fall måste provet upprepas. Stoppa uppvärmningen och ta isär utrustningen. Tvätta vart och ett av kärnen både invändigt och utvändigt för att få bort bariumhydroxiden och samla upp sköljvattnet i resp. absorptionskärnl. Placera gasspridarna, den ena efter den andra, i en bägare på 600 ml, som sedan kommer att användas för bestämningen.

Filtrera snabbt innehållet i absorptionskärlet F<sub>2</sub> under vakuum och därefter i absorptionskärlet F<sub>1</sub> med hjälp av glasfilterdegeln. Samla upp fällningen genom att skölja absorptionskärnen med vatten (3.10) och tvätta degeln med 50 ml av samma vatten. Placera degeln i 600 ml-bägaren och tillsätt ungefär 100 ml vatten. Tillsätt 50 ml kokt vatten i vart och ett av absorptionskärnen och släpp kvävgasen genom spridarna i fem minuter. För ihop vattnet med det från bägaren. Upprepa detta en gång för att säkerställa att spridarna blir ordentligt sköljda.

-----  
<sup>1</sup>En reaktionstid på en och en halv timme räcker för de flesta organiska ämnen i närvaro av silvernitratt som katalysator.

5.4 *Mätning av karbonat från organiskt material*

Tillsätt fem droppar fenolftalein (3.8) till bägarens innehåll. Lösningen färgas röd. Titra med saltsyra (3.5) tills det nätt och jämt blir en skär nyans. Rör lösningen omsorgsfullt i degeln för att kontrollera att den skära färgen inte kommer tillbaka. Tillsätt fem droppar bromfenolblått och titra med saltsyra tills lösningen guldfärgas. Tillsätt ytterligare 10 ml saltsyra.

Värm upp lösningen till kokpunkten och fortsätt koka högst en minut. Kontrollera omsorgsfullt att ingen fällning blir kvar i vätskan.

Låt svalna och återtitra med natriumhydroxidlösningen (3.6).

6. **Blindtest**

Utför ett blindtest med samma förfarande och samma mängder av alla reagenser.

7. **Redovisning av resultaten**

Halten av brännbara beståndsdelar (C) uttryckt som kol i procent av provets massa erhålls med formeln:

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

där

E = testandelens massa i gram,

V<sub>1</sub> = den totala mängden saltsyra på 0,1 M i ml tillsatt efter det att fenolftaleinet har ändrat färg och

V<sub>2</sub> = mängden natriumhydroxidlösning på 0,1 M i ml som används för återtitring.

*Figur 2*

## METOD 4: BESTÄMNING AV pH-VÄRDET

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för mätning av pH-värdet i en lösning av enkelt ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

2. **Princip**

Mätning av pH-värdet i en ammoniumnitratlösning med pH-mätare.

3. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid.

3.1 *Buffertlösning med pH-värdet 6,88 vid 20°C*

Lös  $3,40 \pm 0,01$  g kaliumdivätefosfat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) i ca 400 ml vatten. Lös sedan  $3,55 \pm 0,01$  g dinatriumvätefosfat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) i ca 400 ml vatten. Överför de båda lösningarna utan förlust till en mätkolv på 1000 ml. Fyll på vatten till märket och blanda. Förvara lösningen i ett lufttätt kärl.

3.2 *Buffertlösning med pH-värdet 4,00 vid 20°C*

Lös upp  $10,21 \pm 0,01$  g kaliumväteftalat ( $\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$ ) i vatten. Överför utan förlust till en mätkolv på 1000 ml. Fyll på vatten till märket och blanda.

Förvara lösningen lufttätt.

## 3.3 Kommersiellt tillgängliga standardlösningar för pH-värden får användas.

4. **Utrustning**

pH-mätare försedd med glas- och kalomelektroder eller motsvarande, känslighet 0,05 pH-enheter.

**5. Förfarande**

**5.1 Kalibrering av pH-mätaren**

Kalibrera pH-mätaren (4) vid temperaturen  $20 (\pm 1)^{\circ}\text{C}$  med buffertlösningarna (3.1), (3.2) eller (3.3). Släpp fram ett svagt kväveflöde till lösningens yta och bibehåll det under provet.

**5.2 Bestämning**

Häll 100,0 ml vatten på  $10 \pm 0,01$  g av provet i en bägare på 250 ml. Avlägsna olösligt material genom filtrering, dekantering eller centrifugering av vätskan. Mät den klara lösningens pH-värde vid temperaturen  $20 (\pm 1)^{\circ}\text{C}$  med samma procedur som används för kalibrering av mätaren.

**6. Redovisning av resultaten**

Uttryck resultatet i pH-värde avrundat till en decimal och ange temperaturen vid avläsningen.



## METOD 5: BESTÄMNING AV PARTIKELSTORLEK

**1. Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för provsiktning av enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

**2. Princip**

Sikta provet genom en kombination av tre siktar, antingen för hand eller med skakapparat. Notera den massa som hålls kvar av varje sikt och beräkna procentandelen material som passerar igenom de angivna siktarna.

**3. Utrustning**

3.1 Provsiktar av trådväv, diameter 200 mm med maskstorlek 2,0, 1,0 resp. 0,5 mm av standardstorlek. Ett lock och ett mottagande kärl för de tre siktarna.

3.2 En våg med en noggrannhet på 0,1 g.

3.3 En skakapparat (om sådan finns) som skakar provet både vertikalt och horisontellt.

**4. Förfarande**

4.1 Dela in provet i representativa delar på ca 100 g.

4.2 Väg en av dessa delar till närmaste 0,1 g.

4.3 Placera siktkombinationen i följande ordning: mottagningskärl, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm och placera det vägda provet på den översta sikten. Sätt på locket över siktarna.

4.4 Skaka för hand eller med skakapparat med både vertikala och horisontella rörelser. Knacka då och då på siktarna vid manuell siktning. Fortsätt med detta i 10 minuter eller tills mindre än 0,1 g passerar genom varje sikt på en minut.

- 4.5 Ta av siktarna en i taget och ta hand om det material som samlats upp, borsta försiktigt från baksidan med en mjuk pensel om det behövs.
- 4.6 Väg (noggrannhet 0,1 g) det kvarhållna materialet på varje sikt samt det som samlats upp under siktarna.

**5. Bedömning av resultaten**

- 5.1 Uttryck varje andels massa i procent av summan av andelarnas massor (inte av den invägda massan).

Beräkna procentandelen i det mottagande kärlet (dvs. < 0,5 mm): A %.

Beräkna procentandelen som samlats på sikten 0,5 mm: B %.

Beräkna procentandelen som passerat igenom 1,0 mm, dvs. (A + B) %.

Summan av andelarnas massor skall ligga inom 2 % av den ursprungliga massan.

- 5.2 Minst två separata analyser bör utföras, varvid de olika resultaten för A inte bör avvika med mer än 1,0 % absolut från varandra, och för B inte med mer än 1,5 %. Upprepa provet om så inte är fallet.

**6. Redovisning av resultaten**

Redovisa genomsnittet för de båda värdena för A och för A + B.

## METOD 6: BESTÄMNING AV KLORHALTEN (SOM KLORIDJON)

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av klorhalten (som kloridjon) i enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

2. **Princip**

Kloridjoner upplösta i vatten bestäms genom potentiometrisk titrering med silvernitratt i sur lösning.

3. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten som är fritt från kloridjoner.

## 3.1 Aceton.

## 3.2 Koncentrerad salpetersyra (densitet vid 20°C = 1,40 g/ml).

## 3.3 Silvernitratt 0,1M-standardlösning. Förvara lösningen i en brun glasflaska.

## 3.4 Silvernitratt 0,004M-standardlösning - bered lösningen omedelbart före användning.

## 3.5 Kaliumklorid 0,1M-standardreferenslösning. Väg 3,7276 g kaliumklorid av analyskvalitet (noggrannhet 0,1 mg), som tidigare har torkats i en timme i en ugn vid 130°C och fått svalna till rumstemperatur i exsickator. Lös i lite vatten, överför lösningen utan förlust till en standardkolv på 500 ml, späd till märket och blanda.

## 3.6 Kaliumklorid 0,004M-standardreferenslösning - bered lösningen omedelbart före användning.

4. **Utrustning**

4.1 En potentiometer med indikatorelektrod av silver och kalomelektrod som referens, känslighet 2 mV med mätområde -500 till +500 mV.

4.2 En brygga innehållande en mättad kaliumnitratlösning, ansluten till kalomelektroden (4.1) och försedd med porösa proppar i vardera änden.

Anmärkning: Denna brygga behövs inte om elektroder av silver och kvicksilver(I)sulfat används.

4.3 En magnetomrörare med teflonbelagd stav.

4.4 En mikrobyrett med fin spets och skalstreck på 0,01 ml.

5. **Förfarande**

5.1 *Ställning av silvernitratlösningen*

Överför 5,00 ml och 10,00 ml standardreferenslösning av kaliumklorid (3.6) till två låga bägare av lämplig storlek (t.ex. 250 ml). Utför följande titrering på innehållet i varje bägare.

Tillsätt 5 ml salpetersyra (3.2), 120 ml aceton (3.1) och så mycket vatten att den totala mängden blir ungefär 150 ml. Placera magnetomrörarens (4.3) stav i bägaren och sätt igång omrörning. Doppa ner silverelektroden (4.1) och bryggans (4.2) fria ände i lösningen. Anslut elektroderna till potentiometern (4.1) och anteckna startpotentialens värde efter att först ha verifierat apparatens nollin-ställning.

Titra med mikrobyrett (4.4) efter att först ha tillsatt 4 resp. 9 ml av silvernitratlösningen motsvarande den normerade referenslösning av kaliumklorid som används. Fortsätt att tillsätta 0,1 ml i taget för 0,004M-lösningarna och 0,05 ml för lösningarna på 0,1M. Vänta tills potentialen hunnit stabiliseras efter varje sådan tillsats.

Anteckna de tillsatta volymerna och motsvarande värden för potentialen i de första två spalterna av en tabell.

I tabellens tredje spalt antecknas de stegvisa tillskotten ( $\Delta_1 E$ ) tillpotentialen E. I den fjärde spalten antecknas skillnaderna ( $\Delta_2 E$ ) positiva eller negativa, mellan potentialtillskotten ( $\Delta_1 E$ ). Slutet av titreringen motsvarar den tillsats på 0,1 eller 0,05 ml ( $V_1$ ) av silvernitratlösningen, som ger maximalvärdet på  $\Delta_1 E$ .

För att beräkna den exakta volymen ( $V_{eq}$ ) av silvernitratlösningen motsvarande slutet av reaktionen används formeln:

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

där

$V_0$  = silvernitratlösningens totalvolym i ml omedelbart under den volym som ger det maximala tillskottet på  $\Delta_1 E$ ,

$V_1$  = sista tillsatsen av silvernitratlösning (0,1 eller 0,05 ml) i ml,

$b$  = sista positiva värdet för  $\Delta_2 E$  och

$B$  = summan av absolutvärdena av det sista positiva värdet av  $\Delta_2 E$  och det första negativa värdet på  $\Delta_2 E$  (se exemplet i tabell 1).

## 5.2 *Blindtest*

Utför ett blindtest och ta hänsyn till detta vid beräkning av slutresultatet.

Resultatet  $V_4$  av blindtestet på reagensmedlen erhålls i ml med formeln

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

där

$V_2$  = värdet i ml av den exakta volym ( $V_{eq}$ ) av silvernitratlösningen som motsvarar titreringen av 10 ml av den normerade referenslösning av kaliumklorid som används,

$V_3$  = värdet i ml av den exakta volym ( $V_{eq}$ ) av silvernitratlösningen som motsvarar titreringen av 5 ml av den normerade referenslösning av kaliumklorid som används.

### 5.3 *Kontrolltest*

Blindtestet kan samtidigt fungera som kontroll på att utrustningen fungerar som den skall och att testförfarandet används rätt.

### 5.4 *Bestämning*

Ta en del av provet i storleksordningen 10-20 g och väg det med en noggrannhet på 0,01 g. Överför kvantitativt till en 250 ml-bägare. Tillsätt 20 ml vatten, 5 ml salpetersyra (3.2) och 120 ml aceton (3.1) samt så mycket vatten att det totalt blir 150 ml.

Sätt ner magnetomrörarens (4.3) stav i bägaren, placera bägaren på omröraren och sätt igång omrörning. Doppa ner silverelektroden (4.1) och bryggans (4.2) fria ände i lösningen, anslut elektroderna till potentiometern (4.1) och anteckna startpotentialens värde efter att först ha verifierat apparatens nollinställning.

Titra med silvernitratlösningen genom tillsatser på 0,1 ml från mikrobyretten (4.4). Vänta tills potentialen hunnit stabiliseras efter varje sådant tillskott.

Fortsätt titreringen enligt beskrivningen i 5.1, med början vid fjärde stycket: "Anteckna de tillsatta volymerna och motsvarande värden för potentialen i de första två spalterna av en tabell."

**6. Redovisning av resultaten**

Redovisa resultaten av analysen som procenthalt klor i det prov som mottagits för analys.

Beräkna klorhalten (Cl) i procent med formeln:

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

där

T = molariteten för den silvernitratlösning som använts,

V<sub>4</sub> = resultatet av blindtestet (5.2) i ml,

V<sub>5</sub> = värdet av V<sub>eq</sub> motsvarande bestämningen i ml, och

m = det invägda provets massa i gram.

Tabell 1

**EXEMPEL**

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

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

**METOD 7: BESTÄMNING AV KOPPAR****1. Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av kopparhalten i enkla ammoniumnitrathaltiga gödselmedel med hög kvävehalt.

**2. Princip**

Provet löses i utspädd saltsyra och kopparhalten bestäms med atomabsorptionspektrofotometri.

**3. Reagens**

3.1 Saltsyra (densitet vid 20°C = 1,18 g/ml).

3.2 Saltsyra, lösning 6M.



- 3.3 Saltsyra, lösning 0,5M.
- 3.4 Ammoniumnitrat.
- 3.5 Väteperoxid, 30 %.
- 3.6 Kopparlösning<sup>1</sup> (stamlösning): Väg 1 g rent koppar med noggrannhet på 0,001 g, lös 25 ml 6M saltsyrelösning (3.2), tillsätt 5 ml väteperoxid (3.5) stegvis och späd med vatten så att det blir en liter. 1 ml av denna lösning innehåller 1000 µg koppar (Cu).
- 3.6.1 Kopparlösning (utspädd): Späd 10 ml av stamlösningen (3.6) till 100 ml med vatten och ml av den då erhållna lösningen till 100 ml med vatten, varvid 1 ml av den slutliga lösningen innehåller 10 µg koppar (Cu).

Bered denna lösning omedelbart före användning.

#### 4. Utrustning

Atomabsorptionsspektrofotometer med kopparlampa (324,8 nm).

#### 5. Förfarande

##### 5.1 Beredning av lösningen för analys

Väg 25 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och placera det i en 400 ml-bägare, tillsätt försiktigt 20 ml saltsyra (3.1) (en kraftig reaktion uppstår genom utveckling av koldioxid). Tillsätt mer saltsyra om detta behövs. Vänta tills skumbildningen har upphört och låt lösningen avdunsta helt och hållet i ett ångbad under omrörning med en glasstav då och då. Tillsätt 15 ml 6M saltsyra (3.2) och 120 ml vatten. Rör med glasstaven, som skall stå kvar i bägaren och täck över bägaren med ett urglas. Låt lösningen koka varsamt tills upplösningen är fullständig och låt den svalna.

-----  
<sup>1</sup>Kommersiellt tillgänglig standardlösning av koppar får användas.

Överför lösningen kvantitativt till en 250-ml mätkolv genom att tvätta bägaren en gång med 5 ml 6M saltsyra (3.2) och 2 gånger med 5 ml kokande vatten, fyll på 0,5M saltsyra till märket (3.3) och blanda omsorgsfullt.

Filtrera genom ett kopparfritt filterpapper<sup>1</sup>, och kasta bort de första 50 ml.

## 5.2 *Blindlösning*

Bered en blindlösning från vilken endast provet utelämnas och ta hänsyn till denna vid beräkning av slutresultaten.

## 5.3 *Bestämning*

### 5.3.1 Beredning av provet och blindlösningarna

Späd provlösningen (5.1) och blindlösningen (5.2) med 0,5M saltsyrelösning (3.3) till en kopparkoncentration som ligger inom spektrofotometerens optimala mätområde. Utspädning behövs normalt inte.

### 5.3.2 Beredning av kalibreringslösningarna

Bered minst fem standardlösningar motsvarande spektrofotometerens optimala mätområde (0 till 5,0 mg/l Cu) genom att späda ut standardlösningen (3.6) med 0,5M saltsyrelösning (3.3). Tillsätt ammoniumnitrat (3.4) för att få en koncentration på 10 % (vikt) innan lösningen späds ut till märket.

-----  
<sup>1</sup>Whatman 541 eller likvärdigt.

#### 5.4 Mätning

Ställ in spektrofotometern (4) på våglängden 324,8 nm med en oxiderande acetylenlåga. Spruta i tur och ordning in kalibreringslösningen (5.3.2), provlösningen och blindlösningen (5.3.1), varje lösning tre gånger, och tvätta instrumentet omsorgsfullt med destillerat vatten mellan varje insprutning. Rita upp kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorbanserna för varje standardmått längs ordinatan och motsvarande kopparkoncentrationer i  $\mu\text{g/ml}$  längs abscissan.

Bestäm kopparhalten i det slutliga provet och blindlösningarna genom att jämföra med kalibreringskurvan.

#### 6. Redovisning av resultaten

Beräkna kopparhalten i provet med hänsyn tagen till provets vikt, de spädningar som gjorts under analysen och blindlösningens värde. Uttryck resultatet som mg Cu/kg.

## DEL D. BESTÄMNING AV DETONATIONSSÄKERHET

### 1. Räckvidd och tillämpningsområde

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av detonationssäkerheten hos enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

### 2. Princip

Provet läggs in i ett stålrör och utsätts för en detonationschock från en explosiv initieringsförstärkladdning (s.k. booster). Detonationens utbredning bestäms på grundval av sammantryckningen av de blycylindrar på vilka röret är horisontellt upplagt under provningen.

### 3. Material

- 3.1 Sprängdeg innehållande 83 till 86% pentrit (PETN, s.k. nitropenta)  
Densitet: 1500 till 1600 kg/m<sup>3</sup>  
Detonationshastighet: 7300 till 7700 m/s  
Vikt: 500 ± 1 gram
- 3.2 Sju längder böjlig detonationsstubin med icke-metallisk hylsa  
Påfyllningsvikt: 11 till 13 g/m  
Längden på varje stubin: 400 ± 2 mm
- 3.3 Kompakterad pellet av sekundärt sprängmedel, med urtag för sprängkapseln  
Sprängämne: hexogen/vax 95/5, tetryl eller liknande sekundärt sprängämne, med eller utan grafittillsats.  
Densitet: 1500 till 1600 kg/m<sup>3</sup>  
Diameter: 19 till 21 mm  
Höjd: 19 till 23 mm  
Centralt urtag för sprängkapseln: diameter 7-7,3 mm, djup 12 mm

- 3.4 Sömlöst rör enligt ISO 65 - 1981 - Heavy Series, med nominella dimensioner DN 100 (4")  
Ytterdiameter: 113,1 till 115,0 mm  
Väggjocklek: 5,0 till 6,5 mm  
Längd: 1005 ( $\pm 2$ ) mm
- 3.5 Bottenplatta  
Material: stål av god svetsbar kvalitet  
Mått: 160 x 160 mm  
Tjocklek: 5 till 6 mm
- 3.6 Sex blycylindrar  
Diameter: 50 ( $\pm 1$ ) mm  
Höjd: 100 till 101 mm  
Material: raffinerat bly, renhet minst 99,5 %
- 3.7 Stålblock  
Längd: minst 1000 mm  
Bredd: minst 150 mm  
Höjd: minst 150 mm  
Vikt: minst 300 kg om blocket inte har något fast underlag
- 3.8 Cylinder av plast eller kartong för boostern  
Väggjocklek: 1,5 till 2,5 mm  
Diameter: 92 till 96 mm  
Höjd: 64 till 67 mm
- 3.9 Sprängkapsel (elektrisk eller icke-elektrisk) med initieringskraft 8 till 10
- 3.10 Träplatta  
Diameter: 92 till 96 mm. Diametern skall stämma överens med stålrörets innerdiameter (3.4).  
Tjocklek: 20 mm
- 3.11 Trästav med samma dimensioner som sprängkapseln (3.9)
- 3.12 Knappnålar (maximilängd 20 mm) och häftpistol

4. **Förfarande**

4.1 *Beredning av boosterladdning för insättning i stålröret*

Det finns två olika sätt att tända sprängämnet i initieringsförstärkarladdningen (boosterladdningen), beroende på vilken utrustning som finns att tillgå.

4.1.1 Sjupunkts momentantändning

Boosterladdningen bereds enligt figur 1.

4.1.1.1 Borra hål i träplattan (3.10), genom dels mittpunkten, dels sex punkter som är symmetriskt fördelade runt en koncentrisk cirkel, 55 mm i diameter. Hålen skall löpa parallellt med plattans mittaxel. Deras diameter måste vara 6 till 7 mm (se avsnitt A-B i figur 1), beroende på stubinens diameter (3.2).

4.1.1.2 Skär till sju längder böjlig detonationsstubin (3.2), var och en 400 mm lång, och se därvid till att inget sprängämne går förlorat i någon av ändarna genom att skära ett skarpt snitt och sedan omedelbart försegla änden med tejp. Tryck in var och en av de sju stubinlängderna i de sju hålen i träplattan (3.10) tills ändarna sticker ut några centimeter på andra sidan av plattan. sätt sedan i en liten knappnål (3.12) på tvären genom stubinernas hylsa 5-6 mm från vardera änden och lägg på tejp runt stubinen i en 2 cm bred remsa omedelbart intill nålen. Dra sedan ut den långa delen av varje stubinlängd, så att nålen kommer i kontakt med träplattan.

4.1.1.3 Forma sprängdegen (3.1) till en cylinder med diameter 92-96 mm, beroende på papp- eller plastcylinders diameter (3.8). Ställ denna upprätt på ett jämnt underlag och sätt in den tillformade sprängdegen. Lägg sedan träplattan<sup>1</sup> med de sju längderna detonationsstubin ovanpå cylindern och tryck ner den mot sprängdegen. Justera cylinders höjd (64 till 67 mm), så att dess överkant inte sticker upp ovanför träplattans nivå. Sätt sedan fast cylindern på träplattan med häftklammer längs hela omkretsen.

-----  
<sup>1</sup> Plattans diameter måste alltid motsvara cylinders innerdiameter.

4.1.1.4 Placera de lediga ändarna av de sju detonationsstubinerna kring trästavens (3.11) omkrets, så att deras ändar är i nivå med ett plan som ligger vinkelrätt mot staven. Fixera dem med tejp som ett knippe kring staven<sup>1</sup>.

4.1.2 Central tändning med en kompakterad pellet.

Boosterladdningen bereds för användning enligt Fig. 2.

4.1.2.1 Beredning av en kompakterad pellet.

Vidtag nödvändiga säkerhetsåtgärder, placera 10 g sekundärt sprängämne (3.3) i en form med innerdiameter mellan 19 och 21 mm och tryck ihop den så att den får rätt form och täthet.

(Förhållandet diameter/höjd skall vara ungefär 1:1.)

Mitt i formens botten sitter ett stift, 12 mm högt och med diametern 7,0 till 7,3 mm (beroende på sprängkapselns diameter), som bildar ett cylindriskt urtag i den kompakterade pelleten för att ge plats för sprängkapseln.

4.1.2.2 Beredning av boosterladdningen

Placera sprängdegen i cylindern (3.8) med denna stående upprätt på ett jämnt underlag och tryck ned den med ett träblock så att sprängdegen får en cylindrisk form med ett urtag i mitten. Sätt in den kompakterade pelleten i detta urtag. Täck över den cylinderformade sprängdegen, som innehåller pelleten, med en träplatta försedd med ett mitthål med diametern 7,0 till 7,3 mm, avsett för sprängkapseln. Fixera träplattan och cylindern tillsammans med tejp som läggs i kors. Se till att hålet i plattan och urtaget i pelleten stämmer överens genom att sticka in trästaven.

4.2 *Beredning av stålrör för detonationstestning*

Vid stålrörets ena ände (3.4) borrar två diametralt motsatta hål, diameter 4 mm, vinkelrätt in genom rörets vägg 4 mm från kanten.

-----  
<sup>1</sup>OBS: När de sex perifera stubinlängderna är spända efter monteringen måste mittstubinen förbli något slak.

Stumsvetsa bottenplattan (3.5) till den motsatta änden av röret, så att den räta vinkeln mellan bottenplattan och rörväggen helt fylls ut med svetsmetall runt rörets hela omkrets.

#### 4.3 *Fyllning och laddning av stålröret*

(Se figur 1, 2 och 3.)

4.3.1 Provet, stålröret och boostern måste vara anpassade till temperaturer på  $20 \pm 5^\circ\text{C}$ . 16 till 18 kg av provet behövs för de båda detonationsproven.

4.3.2 Placera röret upprätt med den fyrkantiga bottenplattan vilande mot ett fast plant underlag, helst betong. Fyll röret till ungefär en tredjedel med provmaterialet och släpp det 10 cm lodrätt mot golvet fem gånger för att pressa ihop kornen så tätt som möjligt i röret. Öka denna hopprensning ytterligare genom att vibrera röret med en hammare på 750 till 1000 g, som slås an mot sidoväggen efter varje nedsläppning, totalt 10 gånger.

Upprepa denna laddningsmetod med nästa omgång av provet. Till sist skall ytterligare en tillsats göras, så att laddningen fyller röret till 70 mm från öppningen sedan den pressats ihop genom att röret lyfts och släppts 10 gånger med totalt 20 hammarslag mellan nedsläppningarna.

Påfyllningshöjden måste justeras i stålröret, så att boosterladdningen (4.1.1 eller 4.1.2), som senare skall sättas i, kommer att vara i nära kontakt med provet över hela dess yta.

4.3.3 Sätt boosterladdningen i röret så att den är i kontakt med provet, varvid träplattans översida måste vara 6 mm under röränden. Se till att det blir nära kontakt mellan sprängämnet och provet genom att lägga till eller ta bort små mängder av provet. Som framgår av Fig. 1 och 2 bör det sättas sprintar i hålen intill den öppna änden av röret och deras ben bör vikas ned plant mot röret.



#### 4.4 *Placering av stålroret och blycylindrarna*

4.4.1 Numrera blycylindrarnas (3.6) basytor 1 till 6. Gör sex märken med 150 mm inbördes mellanrum längs mittlinjen på ett stålblock (3.7), som ligger på ett horisontellt underlag, med det första märket minst 75 mm från kanten av blocket. Placera en blycylinder upprätt på vart och ett av dessa märken med basen av varje cylinder centrerad över märket.

4.4.2 Lägg stålroret berett enligt 4.3 horisontellt på blycylindrarna, så att rörets axel ligger parallellt med stålblockets mittlinje och den svetsade änden av röret sticker ut 50 mm från stålcyliner nr 6. För att hindra röret från att rulla kan små tråkilar sättas in mellan blycylindrarnas överdelar och rör väggen (en på vardera sidan) eller ett träkors placeras mellan röret och stålblocket.

OBS: Se till att röret är i kontakt med alla sex blycylindrarna. Om röret är lite böjt kan detta kompenseras genom att det roteras kring sin längsaxel, och om någon av blycylindrarna är för hög (100 mm) kan den försiktigt knackas ned till rätt höjd med en hammare.

#### 4.5 *Förberedelse för detonation*

4.5.1 Sätt upp utrustningen enligt 4.4 i en bunker eller lämpligt förberedd underjordisk plats (t.ex. en gruva eller tunnel). Stålrörets temperatur skall hållas vid  $20 \pm 5^\circ\text{C}$  före detonationen.

OBS: Om en sådan sprängplats inte finns att tillgå kan arbetet i nödfall utföras i en betongklädd grop, som täcks över med träbalkar. Detonationen kan medföra att stålfragment kastas ut med stor kraft, varför sprängningen bara får utföras på lämpligt avstånd från bostäder och trafikleder.

4.5.2 Se till att stubinerna sträcks ut enligt beskrivningen i fotnoten till 4.1.1.4 och placeras så horisontellt som möjligt om boosterladdning med sjupunktständning används.

4.5.3 Ta till sist bort trästaven och sätt i stället in tändsatsen. Utlös inte sprängningen förrän riskzonen har evakuerats och all personal har tagit skydd.

4.5.4 Utlös sprängningen.

- 4.6 Vänta tills all rök (gas och ibland giftiga nedbrytningsprodukter såsom nitroösa gaser) har skingrats, samla upp blycylindrarna och mät deras höjd med ett skjutmått.

Anteckna kompressionsgraden för var och en av bly-cylindrarna, uttryckt som procentandel av den ursprungliga höjden på 100 mm. Om cylindrarna har deformerats på tvären, notera högsta och lägsta värdet och beräkna genomsnittet.

- 4.7 Om nödvändigt kan en sond användas för kontinuerlig mätning av detonationshastigheten. Denna skall i så fall sättas in längs rörets axel eller dess sidovägg.
- 4.8 Utför två detonationsprovningar på varje prov.

## 5. **Provningsprotokoll**

Värden för följande parametrar skall anges i provningsprotokollet för varje detonationsprovning:

- Faktiskt uppmätta värden för rörets ytterdiameter och väggjocklek.
- Stålrörets Brinellhårdhet.
- Rörets och provets temperatur strax före detonationen.
- Provets skenbara täthet ( $\text{kg/m}^3$ ) i stålröret.
- Varje blycylinders höjd efter detonationen, med angivande av respektive cylindernummer.
- Initieringsmetod för boosterladdningen.

### 5.1 *Bedömning av testresultaten*

Om åtminstone en blycylinder inte komprimerats mer än 5 % vid varje detonation, skall provningen anses avgörande och provet anses uppfylla kraven i bilaga 8.

*Figur 1*

*Figur 2*

*Figur 3*