

II

(Actos cuya publicación no es una condición para su aplicabilidad)

COMISIÓN

DIRECTIVA DE LA COMISIÓN

de 8 de diciembre de 1986

relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre los procedimientos de control de las características, límites y detonabilidad de los fertilizantes simples a base de nitrato de amonio y con alto contenido en nitrógeno

(87/94/CEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Vista la Directiva 80/876/CEE del Consejo, de 15 de julio de 1980, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre fertilizantes simples a base de nitrato de amonio y con alto contenido en nitrógeno ⁽¹⁾ y, en particular, su artículo 8,

Vista la Directiva 76/116/CEE del Consejo, de 18 de diciembre de 1975, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros relativas a los fertilizantes ⁽²⁾ y, en particular, el apartado 2 de su artículo 9,

Considerando que la Directiva 80/876/CEE establece las características, los límites y la prueba de detonabilidad de los fertilizantes mencionados en la misma; que su artículo 8 especifica que los métodos de control, análisis y prueba deben establecerse según el procedimiento previsto en el artículo 11 de la Directiva 76/116/CEE del Consejo;

Considerando que la Directiva 76/116/CEE prevé controles oficiales para los fertilizantes CEE para comprobar el cumplimiento de las condiciones establecidas en virtud de las disposiciones comunitarias relativas a la calidad y composición de los fertilizantes;

Considerando que, dada la naturaleza especial de los fertilizantes simples a base de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno y las exigencias que de ella se derivan para la seguridad y la salud públicas, así como para la protección de los trabajadores, resulta necesario adoptar normas comunitarias suplementarias para dichos fertilizantes;

Considerando que, respecto de los fertilizantes simples a base de nitrato de amonio, el muestreo y los análisis para controles

oficiales de fertilizantes CEE se realizan con arreglo a los métodos descritos en la Directiva 75/535/CEE de la Comisión ⁽³⁾ modificada por la Directiva 79/138/CEE ⁽⁴⁾;

Considerando que, según este mismo procedimiento, se establece el número de ciclos térmicos a los que debe someterse la muestra antes de la ejecución de la prueba de detonabilidad, de conformidad con el Anexo II de la Directiva 80/876/CEE, así como el valor límite para los metales pesados con arreglo al Anexo I de la misma Directiva;

Considerando que el método de los ciclos térmicos cerrados descrito se considera que simula suficientemente las condiciones que deben tenerse en cuenta en el ámbito de aplicación de la Directiva 80/876/CEE del Consejo; que, sin embargo, dicho método no simula necesariamente todas las condiciones posibles en el caso del transporte a granel por vía acuática;

Considerando que las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité para la adaptación al progreso técnico de las directivas encaminadas a la eliminación de los obstáculos técnicos a los intercambios en el sector de los fertilizantes,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Artículo 1

1. Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias para garantizar que en los controles oficiales de fertilizantes simples a base de nitrato de amonio y con alto contenido en nitrógeno, previstos en la Directiva 80/876/CEE, se apliquen los métodos de control, de análisis y de prueba de conformidad con las disposiciones de los Anexos II y III de la presente Directiva.

⁽¹⁾ DO n° L 250 de 23. 9. 1980, p. 7.

⁽²⁾ DO n° L 24 de 30. 1. 1976, p. 21.

⁽³⁾ DO n° L 213 de 22. 8. 1977, p. 1.

⁽⁴⁾ DO n° L 39 de 14. 2. 1979, p. 3.

2. En el Anexo I se fija:
- el contenido admisible de metales pesados;
 - el número de ciclos térmicos que deben aplicarse a la muestra sometida a la prueba de detonabilidad.

Artículo 2

1. Los Estados miembros adoptarán las medidas necesarias para cumplir la presente Directiva, a más tardar, el 31 de diciembre de 1987.

Informarán inmediatamente de ello a la Comisión.

2. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión el texto de las disposiciones de Derecho interno que adopten en el ámbito regulado por la presente Directiva.

Artículo 3

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 8 de diciembre de 1986.

Por la Comisión

COCKFIELD

Vicepresidente

ANEXO I

1. **Límites para metales pesados de conformidad con el punto 6 del Anexo I de la Directiva del Consejo 80/876/CEE**
 - 1.1. El contenido de cobre no podrá sobrepasar 10 mg/kg.
 - 1.2. No se especifican límites para otros metales pesados.

2. **Número de ciclos térmicos de conformidad con el Anexo II de la Directiva del Consejo 80/876/CEE**

El número de ciclos térmicos aplicable es de cinco.

ANEXO II

MÉTODOS DE CONTROL DEL CUMPLIMIENTO DE LOS LÍMITES FIJADOS EN LOS ANEXOS I Y II DE LA DIRECTIVA DEL CONSEJO 80/876/CEE

MÉTODO 1. MÉTODOS PARA LA APLICACIÓN DE CICLOS TÉRMICOS

1. Objeto y campo de aplicación

El presente documento describe los procedimientos para la aplicación de ciclos térmicos previos a la realización del ensayo de retención de aceite y del ensayo de detonabilidad en fertilizantes simples de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno.

2. Ciclos térmicos mencionados en el Anexo I de la Directiva del Consejo 80/876/CEE

2.1. Campo de aplicación

Realización de ciclos térmicos previos a la determinación de la retención de aceite del fertilizante.

2.2. Principio y definición

La muestra problema se calienta desde la temperatura ambiente hasta 50 °C y se mantiene a esta temperatura durante dos horas (fase a 50 °C).

Después se enfría hasta la temperatura de 25 °C y se mantiene a esta temperatura durante dos horas (fase a 25 °C).

Las dos fases sucesivas a 50 °C y 25 °C forman conjuntamente un ciclo térmico.

Después de someterse a dos ciclos térmicos, la muestra problema se mantiene a la temperatura de (20 ± 3) °C para la determinación de la retención de aceite.

2.3. Equipo

Equipo normal de laboratorio, especialmente:

- baños de agua graduados a $25 (\pm 1)$ y $50 (\pm 1)$ °C, respectivamente,
- matraces Erlenmeyer de 150 ml de capacidad cada uno.

2.4. Procedimiento

Cada muestra problema de $70 (\pm 5)$ g se pone en un matraz Erlenmeyer, que se cierra a continuación con un tapón.

Cada matraz se cambia cada dos horas del baño de 50 °C al baño de 25 °C, y viceversa.

El agua de cada baño se mantiene a temperatura constante y se remueve mediante agitadores rápidos; el nivel del agua debe estar por encima del de la muestra.

El tapón debe protegerse de la condensación por medio de una cubierta de goma.

3. Ciclos térmicos que se deben utilizar para el Anexo II de la Directiva del Consejo 80/876/CEE

3.1. Campo de aplicación

Realización de ciclos térmicos previos a la realización del ensayo de detonabilidad.

3.2. Principio y definición

En una caja estanca se calienta la muestra desde la temperatura ambiente hasta 50 °C y se mantiene a esta temperatura durante un período de una hora (fase a 50 °C). A continuación se enfría la muestra hasta la temperatura de 25 °C y se mantiene a esta temperatura durante un período de una hora (fase a 25 °C). La combinación de las dos fases sucesivas a 50 °C y 25 °C constituye un ciclo térmico. Después de pasar el número requerido de ciclos térmicos, se mantiene la muestra a la temperatura de $20 (\pm 3)$ °C durante la ejecución del ensayo de detonabilidad.

3.3. Equipo

- Baño de agua, regulable en la escala de temperaturas de 20 a 51 °C con la velocidad mínima de calentamiento y enfriamiento de 10 °C/h, o bien dos baños de agua, uno ajustado a la temperatura

de 20 °C y el otro a 51 °C. El agua en el baño o baños estará sometida a agitación continua y el volumen del baño deberá ser suficiente para garantizar la libre circulación del agua,

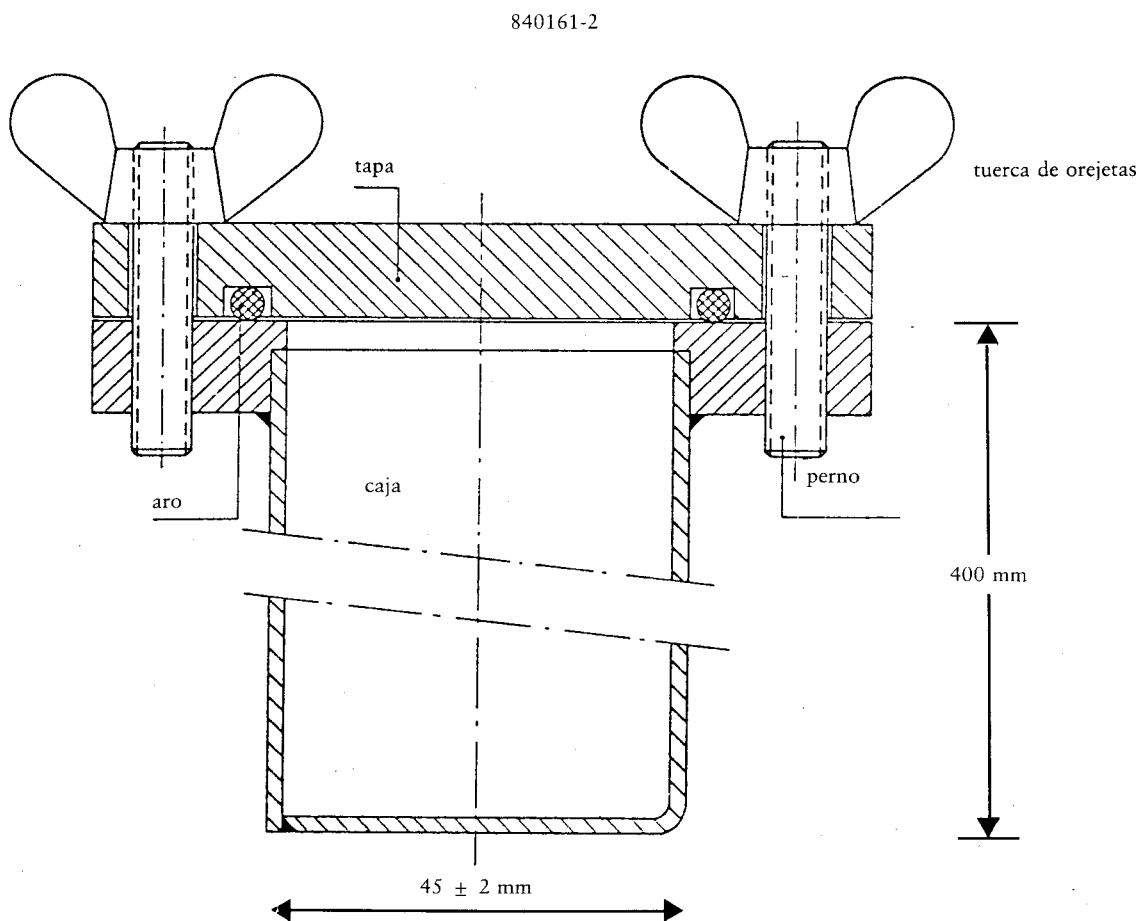
- Caja de acero inoxidable, estanca en toda su superficie y provista de un termopar en el centro. La anchura externa de la caja será de $45 (\pm) 2$ mm y el espesor de la pared será de 1,5 mm (ver la figura 1). La altura y longitud de la caja pueden elegirse según las dimensiones del baño de agua, por ejemplo, 600 mm de longitud y 400 mm de altura.

3.4. Procedimiento

Se introduce en la caja una cantidad de fertilizante suficiente para una detonación sencilla y se cierra la tapa.

Se coloca la caja en el baño de agua, se calienta el agua hasta 51 °C y se mide la temperatura en medio del fertilizante.

Una hora después de haber alcanzado la temperatura de 50 °C en el centro, se enfría el agua. Una hora después de haber alcanzado la temperatura de 25 °C en el centro, se calienta el agua para empezar el segundo ciclo.



MÉTODO 2. DETERMINACIÓN DE LA RETENCIÓN DE ACEITE

1. Objeto y campo de aplicación

El presente documento determina el procedimiento para la determinación de la retención de aceite de los fertilizantes simples a base de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno.

El método es aplicable a fertilizantes en forma de grumos y granulados que no contengan materias solubles en aceite.

2. Definición

Retención de aceite de los fertilizantes: cantidad de aceite retenido por el fertilizante, determinada en las condiciones especificadas y expresada en porcentaje de masa.

3. Principio

Inmersión total de la muestra problema en gasóleo durante un período determinado, seguido del escurrido del aceite sobrante en condiciones precisas.

Medición del incremento de la masa de la muestra problema.

4 Reactivo

Gasóleo

Viscosidad máxima: 5 mPa·s a 40 °C

Densidad: 0,8 a 0,85 g/ml a 20 °C

Contenido de azufre: ≤ 1,0% (m/m)

Cenizas: ≤ 0,1% (m/m)

5. Equipo

Material de laboratorio habitual y

5.1. Balanza de 0,01 g de precisión.

5.2. Vasos de 500 ml de capacidad.

5.3. Embudo de plástico, preferentemente con un reborde superior vertical cilíndrico, de unos 200 mm de diámetro.

5.4. Tamiz de control, con una abertura de mallas de 0,5 mm, que pueda encajarse en el embudo (5.3).

Nota:

El embudo y el tamiz de control tendrán las dimensiones apropiadas para que se superpongan sólo unos pocos gránulos y para que pueda escurrirse fácilmente el aceite.

5.5. Papel de filtro, de rápida filtración, encrespado, suave y con un peso de 150 g/m².

5.6. Tejido absorbente (especial para laboratorios).

6. Procedimiento

6.0. Se efectuarán dos determinaciones en rápida sucesión sobre dos porciones distintas de la misma muestra problema.

6.1. Se eliminarán las partículas menores de 0,5 mm mediante el tamiz de control (5.4). Pesar unos 50 g de muestra en el vaso (5.2) con una precisión de 0,01 g. Añadir gasóleo (punto 4) en cantidad suficiente para cubrir completamente las bolas y remover con cuidado para asegurar la humidificación total de la superficie de los grumos. Cubrir el vaso con un vidrio de reloj y dejar reposar durante una hora a 25 (± 2) °C.

6.2. Filtrar todo el contenido del vaso por el embudo (5.3) equipado con el tamiz de control (5.4). Mantener durante una hora la parte retenida en el tamiz para que pueda escurrirse la mayor parte del aceite sobrante.

6.3. Colocar dos hojas de papel de filtro (5.5) (de unos 500 × 500 mm), una encima de otra, sobre una superficie lisa; doblar los cuatro bordes de ambas hojas de papel filtro hacia arriba, con una altura de unos 4 cm, para evitar que rueden los grumos.

Colocar dos capas de tejido absorbente (5.6) en el centro de los papeles de filtro. Verter todo el contenido del tamiz (5.4) sobre el tejido absorbente y repartir los grumos uniformemente con un pincel suave y liso.

Levantar, al cabo de dos minutos, un lado del tejido para pasar los grumos a los papeles de filtro inferiores y repartirlos uniformemente con un pincel. Colocar sobre la muestra otra hoja de papel de filtro con los bordes igualmente levantados y hacer rodar los grumos entre los papeles de filtro con movimientos circulares y ejerciendo una ligera presión.

Interrumpir la operación cada ocho movimientos circulares levantando los bordes opuestos de los papeles de filtro para volver a colocar en el centro los grumos que hayan rodado a la periferia. Conviene seguir el siguiente procedimiento: efectuar cuatro movimientos circulares completos, primero en el sentido de las manecillas del reloj, y después en sentido contrario. Volver a colocar los grumos en el centro, como se ha descrito. Este procedimiento deberá repetirse tres veces (24 movimientos circulares, con los bordes levantados dos veces).

Introducir cuidadosamente una nueva hoja de papel de filtro entre la hoja superior y la inferior y hacer rodar los grumos sobre la nueva hoja levantando los bordes de la superior. Cubrir las bolas con una nueva hoja de papel de filtro y repetir el procedimiento descrito. Inmediatamente después de esta operación, verter los grumos en un cristalizador previamente tarado y volver a pesar con una precisión de 0,01 g para determinar el peso de la cantidad de gasóleo retenida.

6.4. *Repetir el procedimiento de rodaje y volver a pesar*

Si la cantidad de gasóleo retenida por la porción de muestra fuese superior a 2,00 g, se volverá a colocar la porción sobre un nuevo juego de hojas de papel de filtro y se repetirá el procedimiento de rodaje, levantando los bordes tal y como se describe en el punto 6.3 (2 x 8 movimientos circulares, con un levantamiento). A continuación, se volverá a pesar la porción de muestra.

7. **Expresión de los resultados**7.1. *Método de cálculo y fórmula*

La retención de aceite para cada determinación (6.0), expresada en porcentaje de masa de la muestra problema tamizada, se obtiene mediante la fórmula:

$$\text{Retención de aceite} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

donde,

m_1 : es la masa, en gramos, de la porción de muestra tamizada (6.1);

m_2 : es la masa, en gramos, de la porción de muestra de acuerdo con los puntos 6.3 o 6.4, como resultado, respectivamente, de la última pesada.

Tomar como resultado la media aritmética de las dos determinaciones.

MÉTODO 3. DETERMINACIÓN DE LOS COMPONENTES COMBUSTIBLES1. **Objeto y campo de aplicación**

El presente documento describe el procedimiento para la determinación de los componentes combustibles de los fertilizantes simples a base de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno.

2. **Principio**

El dióxido de carbono producido por la carga inorgánica se elimina previamente por medio de un ácido. Los compuestos orgánicos se oxidan con mezcla sulfocrómica. El dióxido de carbono formado se absorbe en una solución de hidróxido de bario. El precipitado se disuelve en un exceso de solución valorada de ácido clorhídrico y se valora por volumetría en retroceso utilizando una solución de hidróxido de sodio.

3. **Reactivos**

3.1. Trióxido de cromo (Cr_2O_3) para análisis.

3.2. Ácido sulfúrico (20 °C = 1,83 g/ml) al 60% en volumen:

poner 360 ml de agua en un vaso de un litro y añadir cuidadosamente 640 ml de ácido sulfúrico.

3.3. Nitrato de plata: solución 0,1 M.

3.4. Hidróxido de bario:

pesar 15 g de hidróxido de bario [$\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$] y disolver completamente en agua caliente. Dejar enfriar. Pasar a un matraz de un litro. Enrasar. Agitar. Filtrar por filtro de pliegues.

3.5. Ácido clorhídrico: solución valorada 0,1 M.

3.6. Hidróxido de sodio: solución valorada 0,1 M.

3.7. Azul de bromofenol: solución acuosa de 0,4 g por litro.

3.8. Fenoltaleína: solución de 2 g por litro en etanol de 60% en volumen.

3.9. Cal sodada: partículas de 1,0 a 1,5 mm, aproximadamente.

3.10. Agua desmineralizada recién hervida para eliminar el dióxido de carbono.

4. Equipo

4.1. Material corriente de laboratorio, especialmente:

- crisol de filtración con placa de vidrio fritado, de 15 ml de capacidad, diámetro de la placa: 20 mm; altura total: 50 mm; porosidad 4 (diámetro de los poros: de 5 a 15 μm);
- vaso de 600 ml.

4.2. Fuente de nitrógeno comprimido.

4.3. Aparato formado por las partes siguientes, con uniones esmeriladas esféricas, a ser posible (ver la figura 2).

- 4.3.1. Tubo de absorción A, de unos 200 mm de longitud y 30 mm de diámetro, relleno de cal sodada (3.9) mantenida en su sitio por tapones de fibra de vidrio.
- 4.3.2. Matraz de reacción B de 500 ml, con tubo lateral y fondo redondo.
- 4.3.3. Columna de fraccionamiento Vigreux, de unos 150 mm de longitud (C').
- 4.3.4. Condensador (C) de doble superficie, de 200 mm de longitud.
- 4.3.5. Botella de Drechsel (D) para retener el ácido que se pudiera destilar en exceso.
- 4.3.6. Baño de hielo (E) para enfriar la botella Drechsel.
- 4.3.7. Dos tubos de burbujeo (F_1 y F_2) de 32 a 35 mm de diámetro y cuyo distribuidor de gas esté formado por un disco de 10 mm de vidrio fritado de baja porosidad.
- 4.3.8. Bomba aspirante y dispositivo regulador de la aspiración (G), constituido por una pieza de vidrio en forma de T, inserta en el circuito y cuyo brazo libre está unido al fino tubo capilar por un tubo corto de goma con una pinza de tornillo.

Atención:

El uso de solución hirviendo de ácido crómico en un equipo a presión reducida es una operación peligrosa que requiere la adopción de medidas de precaución.

5. Procedimiento

5.1. *Muestra problema*

Pesar unos 10 g de nitrato de amonio con 0,001 g de precisión.

5.2. *Eliminación de los carbonatos:*

Poner la muestra problema en el matraz de reacción B. Añadir 100 ml de H_2SO_4 (3.2). Los grumos se disuelven en unos 10 minutos a la temperatura ambiente. Montar el aparato con arreglo al esquema: unir el tubo de absorción (A) por un lado a la fuente de nitrógeno (4.2) por medio de un dispositivo anti-retroceso del flujo que contenga de 5 a 6 mm de mercurio, y por la otra parte al tubo de entrada que se introduce en el matraz de reacción. Colocar la columna de fraccionamiento Vigreux (C') y el condensador (C) alimentado con agua de refrigeración. Ajustar el flujo de nitrógeno para que sea moderado a través de la solución, llevar ésta a ebullición y calentar durante 2 minutos. Pasado este tiempo, no debería quedar efervescencia. Si se ven burbujas, seguir calentando durante 30 minutos. Dejar enfriar durante 20 minutos al menos, manteniendo la corriente de nitrógeno.

Completar el montaje del aparato con arreglo al esquema, uniendo el tubo del condensador a la botella de Drechsel (D) y ésta a los tubos de burbujeo (F_1 y F_2). Durante el montaje hay que mantener la corriente de nitrógeno a través de la solución.

Introducir rápidamente 50 ml de solución de hidróxido de bario (3.4) en cada uno de los tubos de burbujeo (F_1 y F_2).

Hacer burbujear la corriente de nitrógeno durante unos 10 minutos. La solución debe seguir clara en los tubos de burbujeo. En caso contrario, ajustar el proceso de eliminación de los carbonatos.

5.3. *Oxidación y absorción*

Después de retirar el tubo de entrada del nitrógeno, introducir rápidamente por el tubo lateral del matraz de reacción (B) 20 g de trióxido de cromo (3.1) y 6 ml de solución de nitrato de plata (3.3). Conectar el aparato a la bomba aspirante y ajustar el flujo de nitrógeno de manera que las burbujas de gas formen una corriente continua a través de los tubos de burbujeo F_1 y F_2 de vidrio fritado.

Calentar el matraz de reacción (B) hasta ebullición y mantener ésta durante una hora y media ⁽¹⁾. Puede ser necesario ajustar el dispositivo regulador (G) para graduar la corriente de nitrógeno, ya que es posible que el carbonato de bario precipitado durante la prueba obstruya los discos de vidrio fritado. La operación se realiza bien cuando la solución de hidróxido de bario del tubo de burbujeo F₂ sigue claro. En caso contrario, repetir la prueba. Detener el calentamiento y desmontar el aparato.

Lavar cada uno de los distribuidores por el interior y el exterior para eliminar el hidróxido de bario y recoger las aguas de lavado en el tubo de burbujeo correspondiente. Colocar sucesivamente los distribuidores en un vaso de 600 ml que servirá para la determinación cuantitativa posterior.

Filtrar rápidamente en vacío el contenido del tubo de burbujeo F₂ y, después, el del tubo F₁ sobre el crisol de vidrio fritado.

Arrastrar el precipitado enjuagando los tubos de burbujeo con agua (3.10) y lavar el crisol con 50 ml de la misma agua. Colocar el crisol en el vaso de 600 ml y añadir unos 100 ml de agua. Poner 50 ml de agua hervida en cada uno de los tubos de burbujeo y hacer pasar una corriente de nitrógeno a través de los distribuidores durante 5 minutos. Añadir estas aguas a la del vaso.

Repetir otra vez la operación para asegurarse de que los distribuidores están bien enjuagados.

5.4. *Medida de los carbonatos*

Añadir al vaso 5 gotas de fenoltaleína (3.8). La solución se pone roja. Añadir ácido clorhídrico (3.5) hasta que desaparezca el color rosado. Agitar bien la solución en el crisol y comprobar que no reaparece el color rosado. Añadir 5 gotas de azul de bromofenol y valorar con ácido clorhídrico hasta que vire al amarillo. Añadir 10 ml de ácido clorhídrico en exceso.

Calentar la solución a ebullición y mantenerla durante no más de un minuto. Comprobar que no queda nada de precipitado en el seno del líquido.

Enfriar y valorar por retroceso con la solución de hidróxido de sodio (3.6).

6. **Prueba en blanco**

Realizar una prueba en blanco siguiendo el mismo procedimiento y utilizando la misma cantidad de todos los reactivos.

7. **Expresión de los resultados**

El contenido en componentes combustibles (C), expresado en carbono como porcentaje en masa de la muestra, viene dado por la expresión:

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

donde

E = masa, en gramos, de la muestra.

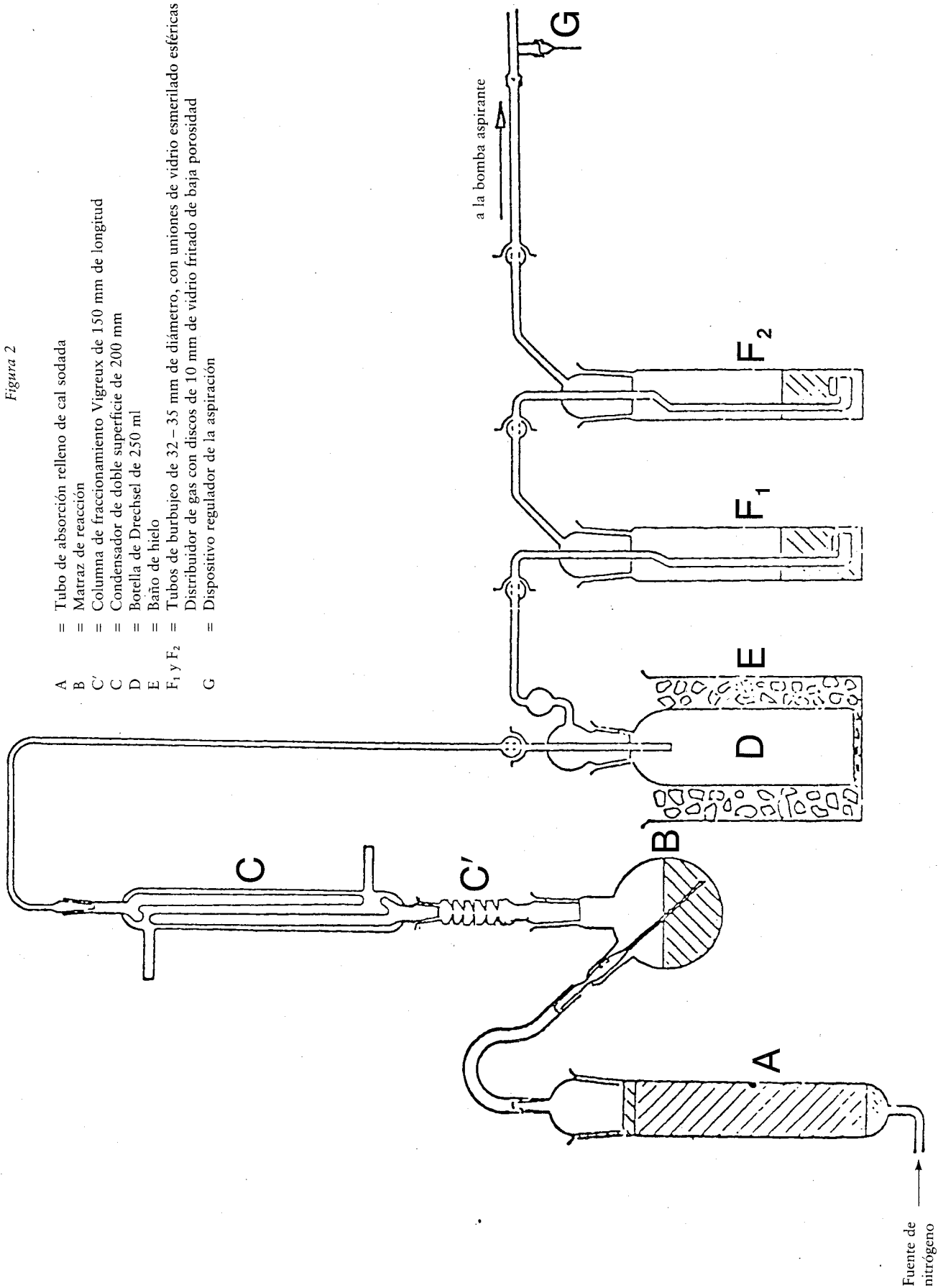
V₁ = volumen total, en mililitros, de ácido clorhídrico 0,1 M, añadido después del viraje de la fenoltaleína.

V₂ = volumen, en mililitros, de solución de hidróxido de sodio utilizado para la valoración en retroceso.

⁽¹⁾ Para la mayoría de las sustancias orgánicas en presencia de catalizador de nitrato de plata, es suficiente un tiempo de reacción de una hora y media.

Figura 2

- A = Tubo de absorción relleno de cal sodada
- B = Matraz de reacción
- C = Columna de fraccionamiento Vigreux de 150 mm de longitud
- C' = Condensador de doble superficie de 200 mm
- D = Botella de Drechsel de 250 ml
- E = Baño de hielo
- F₁ y F₂ = Tubos de burbujeo de 32 - 35 mm de diámetro, con uniones de vidrio esmerilado esféricas
- G = Distribuidor de gas con discos de 10 mm de vidrio fritado de baja porosidad
- = Dispositivo regulador de la aspiración



MÉTODO 4. DETERMINACIÓN DEL VALOR pH

1. Objeto y campo de aplicación

El presente documento define el procedimiento para medir el pH de una solución de fertilizante simple a base de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno.

2. Principio

Medida del pH de una solución de nitrato de amonio utilizando un pH-metro.

3. Reactivos

Agua destilada o desmineralizada, libre de dióxido de carbono.

3.1. Solución amortiguadora, pH 6,88 a 20 °C

Disolver 3,40 ($\pm 0,01$) g de ortofosfato diácido de potasio (KH_2PO_4) en unos 400 ml de agua. Disolver 3,55 ($\pm 0,01$) g de ortofosfato monoácido de sodio (Na_2HPO_4) en unos 400 ml de agua. Pasar cuantitativamente las dos soluciones a un matraz aforado de 1 000 ml, enrasar y mezclar. Mantener esta solución en un recipiente herméticamente cerrado.

3.2. Solución amortiguadora, pH 4,00 a 20 °C

Disolver 10,21 ($\pm 0,01$) g de ftalato ácido de potasio ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$) en agua, pasar cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml, enrasar y mezclar.

Mantener esta solución en un recipiente herméticamente cerrado.

3.3. Pueden utilizarse soluciones patrón de pH comerciales.

4. Equipo

pH-metro, equipado con electrodos de calomelanos y vidrio e equivalentes, de 0,05 unidades de pH de sensibilidad.

5. Procedimiento

5.1. Calibración del pH-metro

Calibrar el pH-metro (4) a la temperatura de 20 (± 1) °C, utilizando las soluciones amortiguadoras (3.1), (3.2) o (3.3). Pasar una lenta corriente de nitrógeno por la superficie de la solución y mantenerla durante todo el tiempo del ensayo.

5.2. Determinación

Verter 100,0 ml de agua sobre (10 $\pm 0,01$) g de la muestra en un vaso de 250 ml. Eliminar la fracción insoluble por medio de filtración, decantación o centrifugación del líquido. Medir el pH de la solución clara a la temperatura de 20 (± 1) °C, siguiendo el mismo procedimiento utilizado para la calibración del pH-metro.

6. Expresión de los resultados

Expresar los resultados en unidades de pH, precisando la décima de unidad, e indicar la temperatura utilizada.

MÉTODO 5. GRANULOMETRÍA

1. Objeto y campo de aplicación

El presente documento define el procedimiento para el tamizado de prueba de los fertilizantes simples a base de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno.

2. **Principio**

Se tamiza la muestra problema por un conjunto de tres tamices a mano o mecánicamente. Se anota la cantidad recogida en cada tamiz y se calculan los porcentajes de producto que atraviesan los tamices requeridos.
3. **Equipo**
 - 3.1. Tamices de ensayo de tejido de alambre de 200 mm de diámetro y con aperturas de 2,0 mm, 1,0 mm y 0,5 mm, respectivamente, de serie estándar. Una tapa y un recipiente para estos tamices.
 - 3.2. Balanza de 0,1 g de sensibilidad.
 - 3.3. Agitador mecánico de tamices (si se dispone de él) capaz de imprimir movimientos verticales y horizontales a la muestra problema.
4. **Procedimiento**
 - 4.1. La muestra se divide representativamente en porciones de unos 100 g.
 - 4.2. Pesar una de estas porciones con la precisión de 0,1 g.
 - 4.3. Colocar el conjunto de tamices en orden ascendente: recipiente, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm, y colocar la porción pesada de ensayo en el tamiz superior. Ajustar la tapa en la parte superior del conjunto de tamices.
 - 4.4. Agitar a mano o mecánicamente, imprimiendo un movimiento tanto vertical como horizontal; si se hace a mano, dar golpecitos de vez en cuando. Continuar este proceso durante 10 minutos o bien hasta que la cantidad que pase a través de cada tamiz en un minuto sea menor de 0,1 g.
 - 4.5. Separar los tamices del conjunto por orden y recoger las fracciones retenidas; cepillar suavemente la cara del reverso con un cepillo suave, en caso necesario.
 - 4.6. Pesar las fracciones retenidas en cada tamiz y la parte recogida en el recipiente con precisión de 0,1 g.
5. **Evaluación de los resultados**
 - 5.1. Pasar las masas de las fracciones a porcentajes de la masa total de las fracciones (no de la carga original).

Calcular el porcentaje en el recipiente (es decir, < 0,5 mm) A %
Calcular el porcentaje retenido en el tamiz de 0,5 mm B %
Calcular el porcentaje que pasa 1,0 mm, es decir, (A + B) %

La suma de las masas de las fracciones no deberá diferir de la masa tomada inicialmente en más del 2 %.
 - 5.2. Deben realizarse al menos dos análisis distintos; los resultados individuales de A no deben diferir en más de 1,0 % ni los de B en más de 1,5 %. En caso contrario, repetir el ensayo.
6. **Expresión de los resultados**

Indicar la media de los dos resultados obtenidos para A y para A + B.

MÉTODO 6. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CLORO (EN FORMA DE IÓN CLORURO)

1. **Objeto y Campo de aplicación**

El presente documento define el procedimiento para la determinación del contenido de cloro (en forma de ión cloruro) de los fertilizantes a base de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno.
2. **Principio**

Los iones cloruro disueltos en agua se determinan por valoración potenciométrica con nitrato de plata en medio ácido.

3. **Reactivos**

Agua destilada o desmineralizada, libre de iones cloruro.

3.1. Acetona

3.2. Ácido nítrico concentrado (densidad a 20 °C = 1,40 g/ml)

3.3. Solución patrón de nitrato de plata 0,1 M. Conservar dicha solución en un frasco de vidrio marrón.

3.4. Solución patrón de nitrato de plata 0,004 M. Preparar en el momento de empleo.

3.5. Solución patrón de referencia de cloruro de potasio 0,1 M. Pesar, con una precisión de 0,1 mg, 3,7276 g de cloruro de potasio para análisis, previamente secado en el horno a 130 °C durante una hora y enfriado en un desecador a la temperatura ambiente. Disolver en un poco de agua y trasladar toda la solución a un matraz aforado de 500 ml, enrasar y agitar.

3.6. Solución patrón de referencia de cloruro de potasio 0,004 M. Preparar en el momento de empleo.

4. **Equipo**

4.1. Potenciómetro con electrodo indicador de plata y electrodo de referencia de calomelanos: sensibilidad de 2 mV (escala de -500 a +500 mV).

4.2. Punte, con solución saturada de nitrato potásico, unido al electrodo de calomelanos (4.1), equipado con tapones porosos en los extremos.

Nota: Este puente no es necesario si se utilizan electrodos de plata y de sulfato de mercurio

4.3. Agitador magnético, con varilla revestida de teflón.

4.4. Microbureta de punta afilada, con divisiones de 0,01 ml.

5. **Procedimiento**5.1. *Valoración de la solución de nitrato de plata*

Tomar 5,00 ml y 10,00 ml de la solución patrón de referencia de cloruro de potasio (3.6) y colocarlos en dos vasos bajos de capacidad suficiente (por ejemplo 250 ml). Llevar a cabo la siguiente valoración del contenido de cada vaso.

Añadir 5 ml de solución de ácido nítrico (3.2), 120 ml de acetona (3.1) y agua en cantidad suficiente para obtener un volumen total de unos 150 ml. Colocar la varilla del agitador magnético (4.3) en el vaso y poner éste en marcha. Sumergir el electrodo de plata (4.1) y el extremo libre del puente (4.2) en la solución. Conectar los electrodos al potenciómetro (4.1) y, tras haber verificado el cero del aparato, anotar el valor del potencial inicial.

Valorar con la microbureta (4.4), añadiendo inicialmente 4 o 9 ml, respectivamente, de la solución de nitrato de plata correspondiente a la solución patrón de referencia de cloruro potásico. Continuar la adición en fracciones de 0,1 ml para las soluciones 0,004 M y en fracciones de 0,05 ml para las soluciones 0,1 M. Esperar, después de cada adición, hasta la estabilización del potencial.

Anotar, en las dos primeras columnas de un cuadro, los volúmenes añadidos y los valores correspondientes del potencial.

Anotar en la tercera columna del cuadro los incrementos sucesivos (ΔE) del potencial E . En la cuarta, anotar las diferencias ($\Delta_2 E$), positivas o negativas, entre los incrementos del potencial ($\Delta_1 E$). El final de la valoración corresponde a la adición de la fracción (V_1) de 0,1 o 0,05 ml de la solución de nitrato de plata, que arroja al valor máximo de $\Delta_1 E$.

Para calcular el volumen exacto (V_{eq}) de la solución de nitrato de plata correspondiente al final de la reacción, utilícese la fórmula:

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

donde

V_0 : es el volumen total, en mililitros, de la solución de nitrato de plata, inmediatamente inferior al volumen que ha provocado el incremento máximo de $\Delta_1 E$;

V_1 : es el volumen, en mililitros, de la última fracción añadida de la solución de nitrato de plata (0,1 o 0,05 ml);

- b: es el último valor positivo de Δ_2E ;
B: es la suma de los valores absolutos del último valor positivo de Δ_2E y del primer valor negativo de Δ_2E (ver ejemplo en la tabla 1).

5.2. *Ensayo en blanco*

Efectuar un ensayo en blanco y tenerlo en cuenta a la hora de calcular el resultado final.

El resultado V_4 del ensayo en blanco de los reactivos se obtiene en mililitros, mediante la fórmula

$$V_4 = 2V_3 - V_2,$$

donde

V_2 : es el valor, en mililitros, del volumen exacto (V_{eq}) de la solución de nitrato de plata correspondiente a la valoración de 10 ml de la solución patrón de referencia de cloruro de potasio utilizada;

V_3 : es el valor, en mililitros, del volumen exacto (V_{eq}) de la solución de nitrato de plata correspondiente a la valoración de 5 ml de la solución patrón de referencia de cloruro de potasio utilizada.

5.3. *Ensayo de control*

El ensayo en blanco puede servir al mismo tiempo para controlar el buen funcionamiento del equipo y la correcta ejecución del procedimiento.

5.4. *Determinación*

Tomar una porción de muestra de 10 a 20 g y pesarla con una precisión de 0,01 g. Trasladarla a un vaso de 250 ml. Añadir 20 ml de agua, 5 ml de solución de ácido nítrico (3.2), 120 ml de acetona (3.1) y agua en cantidad suficiente para obtener un volumen total de unos 150 ml.

Colocar la varilla del agitador magnético (4.3) en el vaso, colocarlo en el agitador y poner éste en marcha. Sumergir el electrodo de plata (4.1) y el extremo libre del puente (4.2) en la solución, conectar los electrodos al potenciómetro (4.1) y, tras haber verificado el cero del aparato, anotar el valor del potencial inicial.

Valorar con la solución de nitrato de plata, mediante adiciones de la microbureta (4.4) en fracciones de 0,1 ml. Después de cada adición, esperar hasta la estabilización del potencial.

Continuar la valoración como se especifica en 5.1 a partir del cuarto párrafo: «Anotar, en las dos primeras columnas de un cuadro, los volúmenes añadidos y los valores correspondientes del potencial . . .»

6. **Expresión de los resultados**

Expresar el resultado del análisis en porcentaje del cloro contenido en la muestra tal y como se ha recibido para el análisis.

Calcular el porcentaje de cloro (C1) mediante la fórmula:

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

donde

T: es la molaridad de la solución de nitrato de plata utilizada;

V_4 : es el resultado, en mililitros, del ensayo en blanco (5.2);

V_5 : es el valor, en mililitros, de V_{eq} correspondiente a la determinación (5.4);

m: es la masa, en gramos, de la porción de muestra.

Cuadro 1

EJEMPLO

Volumen de la solución de nitrato de plata V	Potencial E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176		
4,90	211	35	
5,00	283	72	+37
5,10	306	23	-49
5,20	319	13	-10

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

MÉTODO 7. DETERMINACIÓN DE COBRE

1. Objeto y campo de aplicación

El presente documento define el procedimiento para la determinación del contenido en cobre de los fertilizantes simples a base de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno.

2. Principio

La muestra se disuelve en ácido clorhídrico diluido y el contenido en cobre se determina por espectrofotometría de absorción atómica.

3. Reactivos

- 3.1. Ácido clorhídrico (densidad a 20 °C = 1,18 g/ml).
- 3.2. Ácido clorhídrico, solución 6 M.
- 3.3. Ácido clorhídrico, solución 0,5 M.
- 3.4. Nitrato de amonio.
- 3.5. Peróxido de hidrógeno, al 30%.
- 3.6. Solución de cobre ⁽¹⁾ (madre): pesar 1 g de cobre puro con precisión de 0,001 g, disolver en 25 ml de solución de ácido clorhídrico 6 M (3.2), añadir 5 ml de peróxido de hidrógeno (3.5) en fracciones y diluir hasta 1 litro con agua.

1 ml de esta solución contiene 1 000 mcg de cobre (Cu)

- 3.6.1. Solución de cobre (diluida): diluir 10 ml de la solución madre (3.6) hasta 100 ml con agua y diluir después 10 ml de la solución obtenida hasta 100 ml con agua. 1 ml de la dilución final contiene 10 mcg de cobre (Cu).

Preparar esta solución cuando se vaya a utilizar.

4. Equipo

Espectrofotómetro de absorción atómica con lámpara de cobre (324,8 nm).

⁽¹⁾ Pueden utilizarse soluciones patrón de cobre comerciales.

5. Procedimiento

5.1. Preparación de la solución para el análisis

Pesar 25 g de la muestra con precisión de 0,001 g, colocarlos en un vaso de 400 ml, añadir cuidadosamente 20 ml de ácido clorhídrico (3.1) (puede haber una reacción fuerte debido a la formación de dióxido de carbono). Añadir más ácido clorhídrico en caso necesario. Cuando haya cesado la efervescencia, evaporar a sequedad en un baño de vapor, agitando de vez en cuando con una varilla de vidrio. Añadir 15 ml de la solución de ácido clorhídrico 6 M (3.2) y 120 ml de agua. Agitar con la varilla de vidrio, que debe quedarse en el vaso, y cubrir éste con un vidrio de reloj. Hervir la solución suavemente hasta disolución completa y enfriar a continuación.

Pasar cuantitativamente la solución a un matraz aforado de 250 ml, lavando el vaso con 5 ml de ácido clorhídrico 6 M (3.2), y dos veces con 5 ml de agua hirviendo. Enrasar con ácido clorhídrico 0,5 M (3.3) y mezclar cuidadosamente.

Filtrar a través de un papel de filtro sin cobre ⁽¹⁾, desechando los primeros 50 ml.

5.2. Solución en blanco

Preparar una solución en blanco en la cual falte solamente la muestra, y tenerla en cuenta en el cálculo de los resultados finales.

5.3. Determinación

5.3.1. Preparación de la solución problema y de la solución en blanco

Diluir la solución de la muestra (5.1) y la solución en blanco (5.2) con solución de ácido clorhídrico 0,5 M (3.3) hasta una concentración que esté dentro de la zona óptima de medida del espectrofotómetro. Normalmente no hace falta diluir.

5.3.2. Preparación de las soluciones de calibración

Mediante dilución de la solución patrón (3.6) con solución de ácido clorhídrico 0,5 M (3.3), preparar al menos 5 soluciones patrón correspondientes a la zona óptima de medida del espectrofotómetro (de 0 a 5,0 mg/l Cu). Antes de enrasar, añadir a cada solución nitrato de amonio (3.4) para obtener una concentración del 10 % en peso.

5.4. Medida

Ajustar el espectrofotómetro (4) a la longitud de onda de 324,8 nm, utilizando una llama oxidante de aire-acetileno. Vaporizar sucesivamente, por triplicado, la solución de calibración (5.3.2), la solución problema y la solución en blanco (5.3.1), lavando a fondo el instrumento con agua destilada antes de cada vaporización. Trazar la curva de calibración representando en el eje de ordenadas las absorbencias medias de cada patrón utilizado y las concentraciones correspondientes de cobre mcg/ml en el eje de abscisas.

Determinar la concentración de cobre en las soluciones finales problema y en blanco utilizando la curva de calibración.

6. Expresión de los resultados

Calcular el contenido en cobre de la muestra teniendo en cuenta el peso de la muestra y las diluciones realizadas durante el análisis. Expresar el resultado como mg de Cu/kg.

⁽¹⁾ Whatman 541 o equivalente.

ANEXO III

ENSAYO DE DETONABILIDAD

1. Objeto y campo de aplicación

El presente documento define el procedimiento para la determinación de la detonabilidad de los fertilizantes simples a base de nitrato de amonio con alto contenido en nitrógeno.

2. Principio

La muestra problema se introduce en un tubo de acero y se somete a un choque de detonación provocado por una carga detonante de explosivo. La propagación de la detonación se determina por el grado de compresión de unos cilindros de plomo sobre los que reposa el tubo horizontalmente durante el ensayo.

3. Materiales

- 3.1. Explosivo plástico con un contenido en pentrita entre el 83 y el 86 %
Densidad: entre 1 500 y 1 600 kg/m³
Velocidad de detonación: entre 7 300 y 7 700 m/s
Peso: 500 g (± 1) g
- 3.2. Siete largos de mecha detonante flexible con funda no metálica
Peso del relleno: entre 11 y 13 g/m
Longitud de cada mecha: 400 mm (± 2) mm
- 3.3. Comprimido de explosivo secundario, con una cavidad para alojar al detonador
Explosivo: Hexógeno/cera (95/5) o textrile u otro explosivo secundario análogo, con o sin adición de grafito
Densidad: entre 1 500 y 1 600 kg/m³
Diámetro: entre 19 y 21 mm
Altura: entre 19 y 23 mm
Cavidad central para alojar al detonador: entre 7 y 7,3 mm de diámetro y 12 mm de profundidad
- 3.4. Tubo de acero sin soldadura, según especificación ISO 65—1981, serie fuerte, con dimensiones nominales DN 100 (4'')
Diámetro exterior: entre 113,1 mm y 115,0 mm
Espesor de la pared: entre 5,0 mm y 6,5 mm
Longitud: 1 005 mm (± 2) mm
- 3.5. Placa de fondo
Material: acero fácilmente soldable
Dimensiones: 160 × 160 mm
Espesor: entre 5 y 6 mm
- 3.6. Seis cilindros de plomo
Diámetro: 50 mm (± 1) mm
Altura: entre 100 y 101 mm
Material: plomo refinado, del 99,5 % de pureza mínima
- 3.7. Lingote de acero
Longitud mínima: 1 000 mm
Anchura mínima: 150 mm
Altura mínima: 150 mm
Peso mínimo: 300 kg si no hay una base firme bajo el lingote de acero
- 3.8. Cilindro de plástico o cartón para la carga detonante
Espesor de la pared: entre 1,5 y 2,5 mm
Diámetro: entre 92 y 96 mm
Altura: entre 64 y 67 mm

- 3.9. Detonador (eléctrico o no eléctrico), con fuerza de iniciación entre 8 y 10
- 3.10. Disco de madera
Diámetro: entre 92 y 96 mm, que se ajustará al diámetro interior del tubo de acero (3.4)
Espesor: 20 mm
- 3.11. Varilla de madera de las mismas dimensiones que el detonador (3.9)
- 3.12. Alfileres de costura (de 20 mm de longitud máxima) y grapadora
4. Procedimiento
- 4.1. *Preparación de la carga detonante para su introducción en el tubo de acero*
- Para iniciar la explosión de la carga detonante existen dos procedimientos según el material disponible.
- 4.1.1. *Iniciación simultánea en 7 puntos*
(En la figura 1 se representa la carga detonante lista para su empleo).
- 4.1.1.1. Se perfora un disco de madera (3.10) paralelamente a su eje, en su centro y en seis puntos distribuidos simétricamente sobre una circunferencia concéntrica de 55 mm de diámetro. El diámetro de las perforaciones será de 6 a 7 mm (ver sección A-B de la figura 1), según el diámetro de la mecha detonante utilizada (3.2).
- 4.1.1.2. Se preparan siete trozos de 400 mm de longitud de mecha detonante flexible (3.2); debe evitarse cualquier pérdida de pólvora en los extremos haciendo un corte limpio y sellando el extremo inmediatamente con adhesivo. Cada uno de los siete trozos se hace pasar por las siete perforaciones del disco de madera (3.10), hasta que sus extremos sobresalgan algunos centímetros por el otro lado del disco. A continuación se introduce transversalmente un pequeño alfiler de costura (3.12) en la funda textil de los trozos de mecha a unos 5—6 mm de cada extremo y se aplica adhesivo alrededor de la parte exterior de los trozos de mecha formando una banda de 2 cm de anchura junto al alfiler. Finalmente, se tira del extremo largo de cada mecha para poner el alfiler en contacto con el disco de madera.
- 4.1.1.3. Se da al explosivo plástico (3.1) la forma de un cilindro de 92 a 96 mm de diámetro adaptado al diámetro del cilindro de plástico (3.8), en el cual se introduce poniéndolo en posición vertical sobre una superficie plana. A continuación se introduce en el cilindro desde arriba el disco de madera ⁽¹⁾ provisto de sus siete trozos de mecha detonante y se presiona sobre el explosivo. La altura del cilindro (64—67 mm) deberá ajustarse finalmente de forma que su borde superior no sobrepase el nivel de la madera. Por último, se fija el cilindro al disco de madera a lo largo de todo su perímetro por medio de grapas.
- 4.1.1.4. Los extremos libres de los siete trozos de mecha detonante se agrupan sobre el perímetro de la varilla (3.11) de manera que se encuentren todos al mismo nivel en un plano perpendicular a ésta, y a continuación se unen en haz alrededor de la varilla utilizando cinta adhesiva ⁽²⁾.
- 4.1.2. *Iniciación central por comprimido explosivo*
En la figura 2 se representa la carga detonante lista para su empleo.
- 4.1.2.1. *Preparación del comprimido*
Tomando las necesarias medidas de seguridad, se introducen en un molde, de diámetro interior de 19 a 21 mm, 10 g de un explosivo secundario (3.3), y se comprimen hasta conseguir la forma y la densidad adecuadas.
(La relación diámetro: altura debe ser cerca de 1:1).
El fondo del molde incluye en su centro un pitón de 12 mm de altura y de 7,0 a 7,3 mm de diámetro (según el diámetro del detonador (2.6) utilizado que forma en el comprimido una cavidad cilíndrica a fin de colocar después el detonador en ella).
- 4.1.2.2. *Preparación de la carga detonante*
Se coloca el explosivo plástico en el cilindro (3.8) colocado verticalmente sobre una superficie plana, prensándolo a continuación mediante un troquel de madera que permita dar al explosivo forma cilíndrica con una cavidad central. Se introduce el comprimido en esta cavidad. Se recubre el explosivo en forma de cilindro, que contiene el comprimido, con un disco de madera que tiene un agujero central de 7,0 a 7,3 mm, a fin de colocar un detonador en él. Se unen el disco de madera y el cilindro mediante cinta adhesiva colocada en cruz. Se asegura la coaxialidad del agujero del disco y de la cavidad del comprimido introduciendo la varilla de madera.

(1) El diámetro del disco debe corresponder en todo caso al diámetro interior del manguito.

(2) Cuando se tensan los seis trozos de mecha periféricos tras el montaje, el trozo central debe quedar un poco suelto.

4.2. *Preparación de los tubos de acero para las pruebas de detonación*

Se perfora perpendicularmente la pared de un extremo del tubo de acero (3.4) a una distancia de 4 mm del borde del tubo, haciendo dos agujeros diametralmente opuestos, de 4 mm de diámetro.

Se suelda a tope la placa de fondo (3.5) con el extremo opuesto del tubo, rellenándose el ángulo recto entre la placa y la pared del tubo con metal de soldadura a lo largo de todo el perímetro del tubo.

4.3. *Rellenado y carga del tubo de acero*

(Ver las figuras 1, 2 y 3)

4.3.1. La muestra problema, el tubo de acero y la carga detonante se acondicionan a la temperatura de $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$. Se necesitan, para dos ensayos de detonación, de 16 a 18 kg de la muestra problema.

4.3.2. Se coloca el tubo en posición vertical, reposando su placa de fondo cuadrada sobre una superficie plana y sólida, a ser posible de hormigón. Se rellena el tubo con la muestra problema hasta aproximadamente $\frac{1}{3}$ de su altura; se deja caer 10 cm verticalmente sobre el suelo cinco veces, a fin de compactar al máximo los grumos o gránulos dentro del tubo. Para acelerar la compactación, se hace vibrar el tubo, entre caída y caída, mediante un total de diez golpes dados en la pared lateral con un martillo de 750 a 1 000 g.

Se repite este método de carga tras la adición de otra parte de la muestra. Se añadirá una última cantidad tal que, tras la compactación obtenida por diez elevaciones y caídas del tubo y por un total de veinte golpes intermitentes de martillo, el tubo se halle relleno de carga hasta la distancia de 70 mm de su orificio.

Deberá ajustarse la altura rellena por la muestra en el tubo de acero de manera que la carga detonante que debe colocarse posteriormente (4.1.1 o 4.1.2) se halle en toda su superficie en contacto íntimo con la muestra.

4.3.3. Se introduce la carga detonante en el tubo de forma que se ponga en contacto con la muestra; la cara superior del disco de madera deberá quedar a 6 mm por debajo del borde del tubo. Se consigue el contacto íntimo indispensable entre el explosivo y la muestra problema añadiendo o retirando pequeñas cantidades de muestra. Tal y como se indica en las figuras 1 y 2, se introducen clavijas partidas en los agujeros situados cerca del extremo abierto del tubo y se abren sus patas hasta que se pongan en contacto con el tubo.

4.4. *Colocación del tubo de acero y cilindros de plomo*

4.4.1. Se numeran las bases de los cilindros de plomo (3.6) del 1 al 6.

Se practican seis marcas a intervalos de 150 mm sobre la línea media de un lingote de acero (3.7) puesto sobre una base horizontal, situándose la primera marca a una distancia mínima de 75 mm del borde del lingote. Sobre cada una de estas marcas se coloca en posición vertical un cilindro de plomo, con la base de cada cilindro central sobre su marca respectiva.

4.4.2. El tubo de acero, preparado tal y como se ha indicado en 4.3, se coloca horizontalmente sobre los cilindros de plomo, con su eje paralelo a la línea media del lingote de acero y sobrepasando el borde soldado del tubo al cilindro de plomo n° 6 en 50 mm. Para evitar que el tubo gire, se intercalan pequeñas cuñas de madera entre los extremos superiores de los cilindros de plomo y la pared del tubo (una de cada lado), o se coloca entre el tubo y el lingote de acero una cruz de madera.

Nota: Procurar que el tubo se encuentre en contacto con todos los cilindros de plomo; si la superficie del tubo está ligeramente combada, puede compensarse haciendo girar el tubo alrededor de su eje longitudinal; si alguno de los cilindros es demasiado alto (100 mm), martillar cuidadosamente el cilindro de que se trate hasta conseguir la altura requerida.

4.5. *Preparación de la detonación*

4.5.1. La instalación del equipo, descrita en 4.4, se afectuará en un búnker o en un lugar subterráneo habilitado a este efecto (por ejemplo, mina o túnel). Debe asegurarse una temperatura de $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ para el tubo de acero antes de la detonación.

Nota: en caso de no existencia de tales lugares de tiro, el trabajo puede realizarse, en caso necesario, en una fosa revestida de hormigón y cubierta mediante vigas de madera. En razón de los fragmentos de acero de alta energía cinética provocados por la detonación, se deberá mantener una distancia adecuada de lugares habitados o vías de comunicación.

4.5.2. En caso de utilización de carga detonante con iniciación en 7 puntos, se procurará disponer lo más horizontalmente posible las mechas detonantes, tensadas como se indica en la nota bajo 4.1.1.4.

4.5.3. En último lugar, se sustituye la varilla de madera por el detonador. Sólo se efectúa la detonación tras haber evacuado la zona peligrosa y cuando todo el personal del ensayo se halla bajo cobijo.

4.5.4. Se hace detonar el explosivo.

4.6. Transcurrido el tiempo suficiente para que se disipen los humos (productos de descomposición gaseosos, a veces tóxicos, por ejemplo gases nitrosos), se recogen los cilindros de plomo y se mide su altura mediante un pie de rey.

Registrar, para cada uno de los cilindros de plomo marcados, el grado de compresión expresado como porcentaje de la altura inicial de 100 mm. En caso de aplastamiento oblicuo de los cilindros de plomo, se registrarán el valor más elevado y el más bajo para calcular la media.

- 4.7. En caso necesario, puede utilizarse una sonda para la medida continua de la velocidad de detonación; la sonda debe introducirse longitudinalmente en el eje del tubo o a lo largo de su pared lateral.
- 4.8. Deben efectuarse dos ensayos de detonación por muestra.

5. **Informe del ensayo**

El informe de la prueba indicará los parámetros siguientes para cada uno de los dos ensayos de detonación:

- valores realmente medidos del diámetro exterior del tubo de acero y del espesor de su pared;
- dureza Brinell del tubo de acero;
- temperatura del tubo y de la muestra justo antes de la detonación;
- densidad aparente (en kg/m^3) de la muestra cargada en el tubo de acero;
- altura tras la detonación de cada uno de los cilindros de plomo; precisando el número de cilindro correspondiente.
- el método utilizado para la carga detonadora.

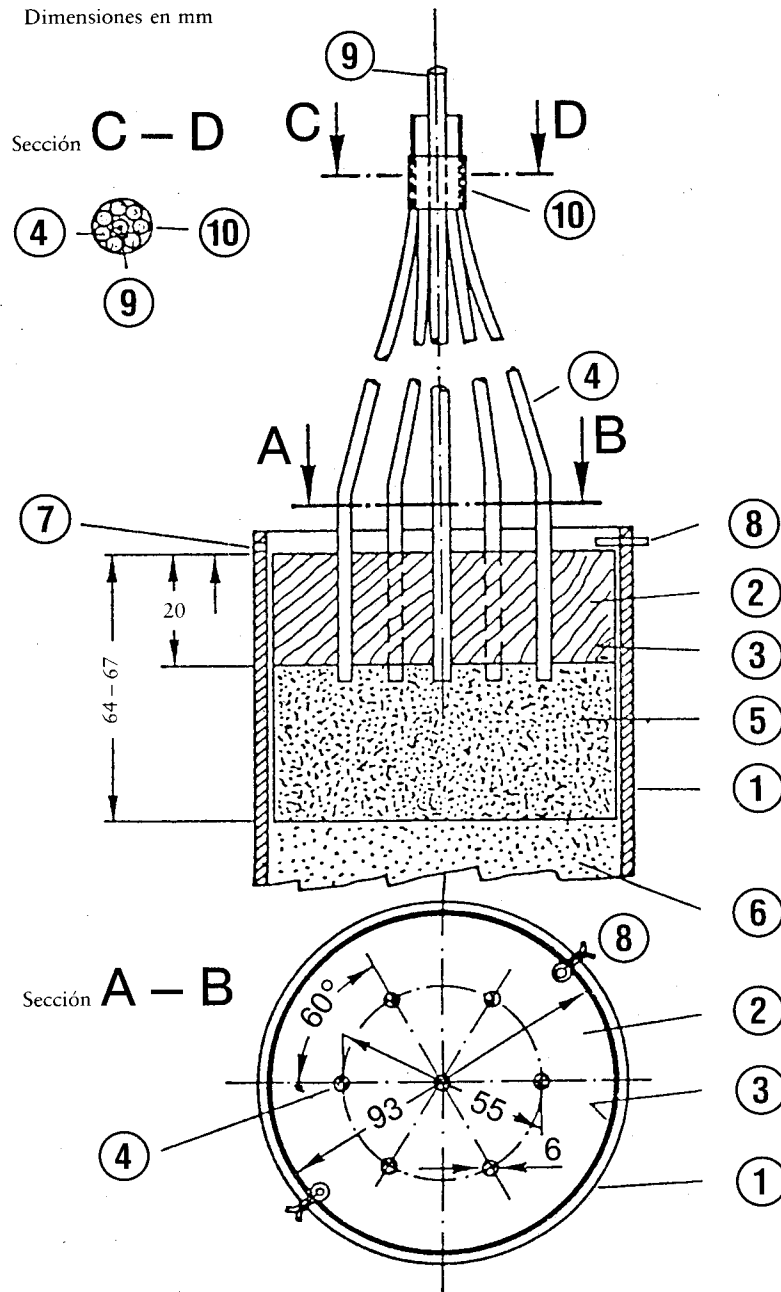
5.1. *Evaluación de los resultados del ensayo*

El ensayo se considerará concluyente y se establecerá que la muestra cumple los requisitos del Anexo II de la Directiva 80/876/CEE si, para cada detonación, la compresión de al menos un cilindro de plomo no sobrepasa el 5%.

Figura 1

Carga detonante de iniciación simultánea en 7 puntos

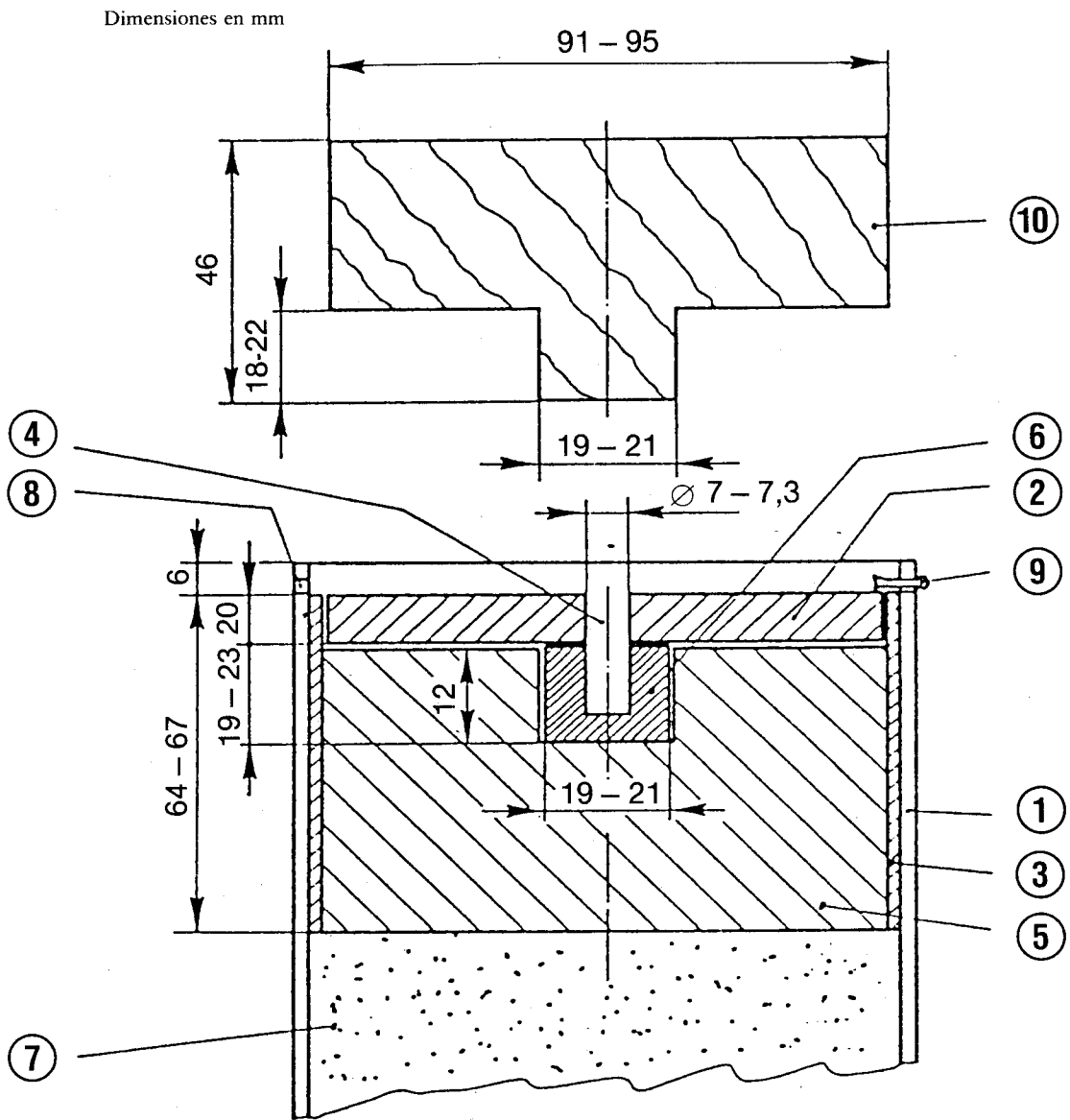
Dimensiones en mm



- | | |
|---------------------------------------|---|
| ① Tubo de acero | ⑥ Muestra problema |
| ② Disco de madera con 7 perforaciones | ⑦ Agujero de 4 mm de diámetro para clavija partida |
| ③ Cilindro de plástico o cartón | ⑧ Clavija partida |
| ④ Mechas detonantes | ⑨ Varilla de madera rodeada por ④ |
| ⑤ Explosivo plástico | ⑩ Cinta adhesiva para la fijación de ④ alrededor de ⑨ |

Figura 2

Carga detonante de iniciación central



- | | |
|---------------------------------|--|
| ① Tubo de acero | ⑥ Comprimido |
| ② Disco de madera | ⑦ Muestra problema |
| ③ Cilindro de plástico o cartón | ⑧ Agujero de 4 mm de diámetro para clavija partida ⑨ |
| ④ Varilla de madera | ⑨ Clavija partida |
| ⑤ Explosivo plástico | ⑩ Troquel de madera para ⑤ |

Figura 3
Colocación del tubo de acero en el lugar de la detonación

