



ANNEXE III

DISPOSITIONS TECHNIQUES CONCERNANT LES ENGRAIS À BASE DE NITRATE D'AMMONIUM, À FORTE TENEUR EN AZOTE**1. Caractéristiques et limites de l'engrais simple à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote****1.1. Porosité (rétention d'huile)**

La rétention d'huile de l'engrais, qui doit avoir été soumis préalablement à deux cycles thermiques d'une température de 25 à 50 ° C, et conformément aux dispositions de la partie 2 de la section 3 de la présente annexe, ne doit pas dépasser 4 % en masse.

1.2. Composants combustibles

Le pourcentage en masse de matière combustible, mesurée sous forme de carbone, ne doit pas dépasser 0,2 % pour les engrais d'une teneur en azote égale ou supérieure à 31,5 % en masse et ne doit pas dépasser 0,4 % pour les engrais d'une teneur en azote égale ou supérieure à 28 %, mais inférieure à 31,5 % en masse.

1.3. pH

Une solution constituée par 10 g d'engrais dans 100 ml d'eau doit présenter un pH égal ou supérieur à 4,5.

1.4. Analyse granulométrique

La fraction d'engrais qui traverse un tamis de maille de 1 mm ne doit pas dépasser 5 % en masse, ni 3 % en masse lorsque la maille est de 0,5 mm.

1.5. Chlore

La teneur maximale en chlore est fixée à 0,02 % en masse.

1.6. Métaux lourds

Il ne devrait y avoir aucune adjonction délibérée de métaux lourds et, pour toute trace de ces métaux qui résulterait du processus de production, la limite fixée par le comité ne devrait pas être dépassée.

La teneur en cuivre ne doit pas dépasser 10 mg/kg.

Aucune limite n'est fixée pour d'autres métaux lourds.

2. Description de l'essai de détonabilité concernant les engrais à base de nitrate d'ammonium à forte teneur en azote

L'essai est effectué sur un échantillon représentatif d'engrais. L'échantillon tout entier sera soumis à cinq cycles thermiques conformément aux dispositions de la partie 3 de la section 3 de la présente annexe, avant l'exécution de l'essai de détonabilité.

L'engrais est soumis à l'essai de détonabilité dans un tube d'acier horizontal, dans les conditions suivantes:

- tube en acier sans soudure,
- longueur du tube: 1 000 mm au moins,
- diamètre extérieur: 114 mm au moins,
- épaisseur de paroi: 5 mm au moins,
- relais d'amorçage: la nature et les dimensions de la charge-relais d'amorçage devraient être choisies pour obtenir, au niveau de l'échantillon (de matière) à essayer, la sollicitation détonnante la plus forte sous le rapport de la propagation de la détonation,
- température d'essai: 15-25 °C,

▼B

- cylindres-témoins de plomb pour la détonabilité: 50 mm de diamètre, 100 mm de hauteur,
- placés à des intervalles de 150 mm et supportant le tube horizontalement. On fera deux essais. L'essai est considéré comme concluant si l'écrasement d'un ou de plusieurs cylindres de support en plomb est inférieur à 5 % lors de chaque essai.

3. **Méthodes de contrôle du respect des limites fixées aux annexes III-1 et III-2**

Méthode 1

Méthodes pour l'application des cycles thermiques

1. **Objet et champ d'application**

Le présent document définit les procédures d'exécution des cycles thermiques préalablement à l'essai de rétention d'huile sur un engrais simple à base de nitrate d'ammonium à forte teneur en azote et l'essai de résistance à la détonation sur un engrais simple ou composé à base de nitrate d'ammonium à forte teneur en azote.

Les méthodes des cycles thermiques clos décrites dans la présente section sont considérées comme simulant de manière satisfaisante les conditions à prendre en compte dans le cadre de l'application du titre II, chapitre IV; cependant, ces méthodes ne simulent pas nécessairement toutes les conditions possibles durant le transport et le stockage;

2. **Cycles thermiques visés à l'annexe III-1**

2.1. *Champ d'application*

La présente procédure s'applique à l'exécution de cycles thermiques avant la détermination de la rétention d'huile de l'engrais.

2.2. *Principe et définition*

La prise d'essai est placée dans un flacon Erlenmeyer. On la chauffe de la température ambiante à la température de 50 ° C, et on la maintient à cette température pendant deux heures (phase à 50 ° C). La prise d'essai est ensuite refroidie à la température de 25 ° C, et maintenue à cette température pendant deux heures (phase à 25 ° C). L'ensemble des deux phases successives à 50 ° C et à 25 ° C constitue un cycle thermique. Après avoir subi deux cycles thermiques, la prise d'essai est conservée à une température de 20 ± 3 ° C en vue de la détermination de la rétention d'huile.

2.3. *Appareillage*

Appareillage de laboratoire classique avec, en particulier:

- des bains-marie thermostatés à 25 (± 1) et 50 (± 1) ° C respectivement,
- des flacons Erlenmeyer à capacité propre de 150 ml.

2.4. *Mode opératoire*

Introduire chaque prise d'essai d'un poids de 70 (± 5) g dans un flacon Erlenmeyer, puis obturer ce dernier.

Toutes les deux heures, transférer chaque flacon du bain-marie à 50 ° C au bain-marie à 25 ° C, et vice versa.

Maintenir l'eau de chaque bain à température constante et assurer un mouvement permanent en agitant rapidement de façon à ce que le niveau d'eau dépasse le niveau de l'échantillon. Protéger le bouchon contre la condensation au moyen d'un capuchon en caoutchouc mousse.

3. **Cycles thermiques pour l'application de l'annexe III-2**

3.1. *Champ d'application*

Exécution de cycles thermiques avant l'essai de détonabilité.

▼B3.2. *Principe et définition*

La prise d'essai est placée dans un récipient étanche. On la chauffe de la température ambiante jusqu'à 50 ° C, et on la maintient à cette température pendant une heure (phase à 50 ° C). La prise d'essai est ensuite refroidie jusqu'à obtention d'une température de 25 ° C. Cette température est maintenue pendant une heure (phase à 25 ° C). L'ensemble des deux phases successives à 50 ° C et à 25 ° C constitue un cycle thermique. Après avoir subi le nombre requis de cycles thermiques, la prise d'essai est maintenue à une température de 20 (± 3) ° C en attendant l'essai de détonabilité.

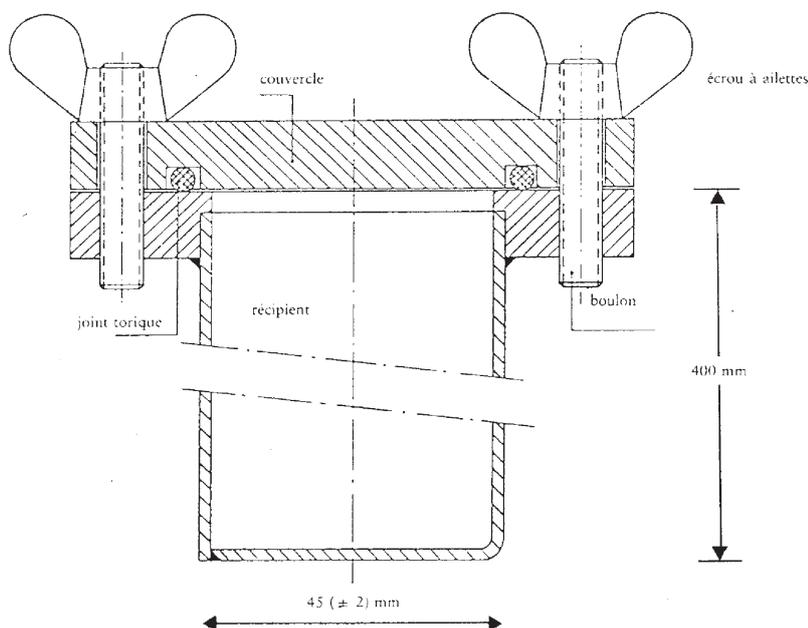
3.3. *Appareillage*

- Un bain-marie thermostaté entre 20 et 51 ° C d'une capacité de réchauffement et de refroidissement d'au moins 10 ° C à l'heure, ou deux bains-marie, dont l'un est thermostaté à 20 ° C et l'autre à 51 ° C. Agiter sans discontinuer l'eau du ou des bains, dont le volume doit être suffisant pour assurer une bonne circulation de l'eau.
- Un récipient en acier inoxydable, étanche de partout et pourvu en son centre d'un thermocouple. Sa largeur hors tout doit être de 45 (± 2) mm, ses parois doivent avoir 1,5 mm d'épaisseur (voir figure 1). La hauteur et la longueur du récipient peuvent être choisies en fonction des dimensions du bain-marie, par exemple 600 mm de long, 400 mm de haut.

3.4. *Mode opératoire*

Introduire dans le récipient une quantité d'engrais suffisante pour une seule détonation. Fermer le couvercle. Placer le récipient dans le bain-marie. Chauffer l'eau à 51 ° C, puis mesurer la température au centre de l'engrais. Une heure après que la température au centre a atteint 50 ° C, refroidir l'eau. Une heure après que la température au centre a atteint 25 ° C, chauffer l'eau pour commencer le deuxième cycle. Dans le cas du deux bains-marie, transférer le récipient dans l'autre bain après chaque période de chauffage/refroidissement.

Figure 1





Méthode 2

Détermination de la rétention d'huile

1. **Objet et champ d'application**

Le présent document décrit la méthode à appliquer pour déterminer la rétention d'huile des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

Cette méthode est applicable aussi bien aux engrais perlés qu'aux engrais granulés ne contenant pas de matières solubles dans l'huile.

2. **Définition**

On entend par rétention d'huile d'un engrais la quantité d'huile retenue par l'engrais déterminée dans les conditions opératoires prescrites. Cette quantité est exprimée en pourcentage en masse.

3. **Principe**

La prise d'essai est immergée entièrement dans du gazole pendant un temps déterminé, puis le gazole excédentaire est égoutté dans des conditions bien précises. L'accroissement de masse de la prise d'essai est alors mesuré.

4. **Réactif**

Gazole

Viscosité maximale: 5 mPas à 40 ° C

Densité: 0,8 à 0,85 g/ml à 20 ° C

Teneur en soufre: $\leq 1,0$ % (m/m)

Cendres: $\leq 0,1$ % (m/m)

5. **Appareillage**

Matériel de laboratoire classique et, en outre:

5.1. une balance précise à 0,01 g;

5.2. des béchers d'une capacité de 500 ml;

5.3. un entonnoir en matière plastique, de préférence pourvu d'un rebord supérieur vertical cylindrique, d'environ 200 mm de diamètre;

5.4. un tamis d'essai d'ouverture de maille 0,5 mm s'emboîtant dans l'entonnoir (5.3.);

NB: choisir la dimension de l'entonnoir et du tamis de façon à ce qu'un petit nombre seulement de granulés se superposent et que le gazole puisse s'égoutter facilement;

5.5. du papier-filtre à filtration rapide, crêpé, doux, d'un grammage de 150 g/m²;

5.6. du papier absorbant (qualité laboratoire).

6. **Mode opératoire**

6.1. Effectuer deux déterminations à intervalle rapproché sur des quantités partielles différentes de la même prise d'essai.

▼ M7

- 6.2. Retirer les particules inférieures à 0,5 mm au moyen du tamis (5.4). Peser à 0,01 g près environ 50 g de la prise d'essai dans le bécher (5.2). Ajouter suffisamment de gazole (section 4) pour recouvrir complètement les prills ou granulés. Remuer doucement, afin d'assurer une humidification complète de la surface de tous les prills ou granulés. Recouvrir d'un verre de montre et laisser reposer pendant une heure à 25 (± 2) °C.

▼ B

- 6.3. Filtrer tout le contenu du bécher dans l'entonnoir (5.3.) muni du tamis (5.4.). Laisser reposer la partie retenue par le tamis pendant une heure, afin de permettre l'écoulement de la plus grande partie du gazole.

- 6.4. Poser deux feuilles de papier-filtre (5.5.) d'environ 500 × 500 mm l'une sur l'autre sur une surface lisse. Replier les quatre bords des deux feuilles vers le haut sur une largeur d'environ 40 mm pour éviter que les granulés ne s'échappent en roulant. Placer au centre des feuilles de papier-filtre deux couches de papier absorbant (5.6.). Verser tout le contenu du tamis sur le papier absorbant et assurer une répartition régulière au moyen d'un pinceau plat et souple. Au bout de deux minutes, soulever un côté du papier absorbant pour transférer les granulés sur les feuilles de papier-filtre situées en dessous, et les répartir uniformément sur ces dernières au moyen du pinceau. Placer sur la prise d'essai une nouvelle feuille de papier-filtre, dont les bords sont également relevés. Faire rouler les granulés entre les feuilles de papier-filtre par des mouvements circulaires, en exerçant une légère pression. Interrompre l'opération tous les huit mouvements circulaires; à chaque interruption, soulever les bords opposés des feuilles de papier-filtre afin de ramener vers le centre les granulés ayant roulé à la périphérie. Maintenir le rythme suivant: après quatre mouvements circulaires complets effectués d'abord dans le sens des aiguilles d'une montre, puis en sens contraire, ramener vers le centre les granulés de la manière décrite ci-avant. Refaire l'opération trois fois (soit 24 mouvements circulaires et deux relèvements des bords). Introduire ensuite avec précaution une nouvelle feuille de papier-filtre entre la feuille inférieure et la feuille supérieure, puis faire rouler les granulés sur la nouvelle feuille en soulevant les bords de la feuille supérieure. Recouvrir les granulés d'une nouvelle feuille de papier-filtre et répéter l'opération décrite ci-dessus. Immédiatement après les avoir fait rouler, verser les granulés dans un cristalliseur taré, puis peser une nouvelle fois à 0,01 g près pour déterminer la masse de la quantité de gazole retenue.

- 6.5. *Répétition de l'opération de roulement et nouvelle pesée*

Si la quantité de gazole retenue dans la quantité partielle est supérieure à 2 g, placer cette dernière sur un nouveau jeu de feuilles de papier-filtre et refaire l'opération de roulement en soulevant les bords conformément au point 6.4. (c'est-à-dire 2 × 8 mouvements circulaires, un soulèvement). Procéder ensuite à une nouvelle pesée de la quantité partielle.

7. Expression des résultats

- 7.1. *Méthode de calcul et formule*

Dans les deux déterminations visées au paragraphe 6.1., la rétention d'huile, exprimée en pourcentage de masse de la quantité partielle d'essai filtrée, est donnée par la formule suivante:

$$\text{Rétention d'huile} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse en grammes de la quantité partielle tamisée (6.2.),

▼B

m_2 est la masse en grammes de la quantité partielle conformément au point 6.4. ou 6.5. respectivement, à la suite de la dernière pesée.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

Méthode 3

Détermination des composants combustibles**1. Objet et champ d'application**

Le présent document décrit la méthode à appliquer pour le dosage de la partie combustible des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

2. Principe

Le dioxyde de carbone produit par la charge inorganique est éliminé préalablement au moyen d'un acide. Les composés organiques sont oxydés par un mélange d'acide chromique et d'acide sulfurique. Le dioxyde de carbone formé est absorbé dans une solution d'hydroxyde de baryum. Le précipité est dissous dans une solution d'acide chlorhydrique et mesuré par titrage en retour par une solution d'hydroxyde de sodium.

3. Réactifs

- 3.1. Trioxyde de chrome (Cr_2O_3) de qualité analytique (VI);
- 3.2. Acide sulfurique, 60 % en volume: Verser 360 ml d'eau dans un bécher d'un litre de capacité, puis verser avec précaution 640 ml d'acide sulfurique (densité à 20 ° C = 1,83 g/ml).
- 3.3. Nitrate d'argent: solution 0,1 mol/l.
- 3.4. *Hydroxyde de baryum:*
Peser 15 g d'hydroxyde de baryum [$\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$]; dissoudre complètement cette quantité dans de l'eau chaude. Laisser refroidir, puis transvaser la solution dans une fiole d'un litre de capacité. Compléter le niveau, puis mélanger. Filtrer sur papier-filtre plissé.
- 3.5. Acide chlorhydrique: solution titrée 0,1 mol/l.
- 3.6. Hydroxyde de sodium: solution titrée 0,1 mol/l.
- 3.7. Bleu de bromophénol: solution de 0,4 g par litre dans de l'eau.
- 3.8. Phénolphthaléine: solution à 2 g par litre dans de l'éthanol à 60 % en volume.
- 3.9. Chaux sodée: particules d'environ 1,0 à 1,5 mm.
- 3.10. Eau déminéralisée venant d'être bouillie pour éliminer le dioxyde de carbone.

4. Appareillage

- 4.1. *Matériel courant de laboratoire, et notamment:*
 - un creuset filtrant à plaque de verre fritté, de 15 ml de capacité; diamètre de la plaque: 20 mm; hauteur totale: 50 mm; porosité 4 (diamètre des pores de 5 à 15 μm),
 - bécher de 600 ml.
- 4.2. Azote comprimé.
- 4.3. Appareillage composé des parties suivantes, assemblées si possible par des joints ronds sphériques (*voir figure 2*).
 - 4.3.1. Tube d'absorption A d'environ 200 mm de long et 30 mm de diamètre rempli de chaux sodée (3.9.), maintenu en place par des tampons en fibre de verre.

▼ B

- 4.3.2. Ballon de réaction B de 500 ml à tubulure latérale et à fond rond.
- 4.3.3. Colonne de fractionnement de Vigreux d'environ 150 mm de long (C').
- 4.3.4. Réfrigérant C à double surface de 200 mm de long.

▼ M7

- 4.3.5. Bouteille de Drechsel D destinée à retenir tout excès d'acide éventuellement distillé.

▼ B

- 4.3.6. Bain de glace E pour refroidir la bouteille de Drechsel.
- 4.3.7. Deux absorbeurs F₁ et F₂ de 32 à 35 mm de diamètre, dont le distributeur de gaz est constitué par un disque de 10 mm en verre fritté de faible porosité.
- 4.3.8. Pompe aspirante et dispositif régulateur d'aspiration g constitué par une pièce en verre en forme de T insérée dans le circuit, et dont le bras libre est relié au tube capillaire fin par un court tuyau en caoutchouc muni d'une pince à vis.

Attention: l'emploi d'une solution bouillante d'acide chromique dans un appareil sous pression réduite présente certains risques. Prière de prendre les précautions appropriées.

5. **Mode opératoire**5.1. *Prise d'essai*

Peser à 0,001 g près environ 10 g de nitrate d'ammonium.

5.2. *Élimination des carbonates***▼ M7**

Introduire la prise d'essai dans le ballon à réaction B. Ajouter 100 ml de H₂SO₄ (3.2). Les prills ou les granulés se dissolvent en dix minutes environ à la température ambiante. Monter l'appareil conformément au schéma: brancher une des extrémités du tube d'absorption (A) sur la source d'azote (4.2) via une garde hydraulique contenant une pression de 667 à 800 Pa; raccorder l'autre extrémité au tube d'amenée qui plonge dans le ballon à réaction. Mettre en place la colonne de fractionnement de Vigreux (C') et le réfrigérant (C) alimenté en eau de refroidissement. Régler le débit d'azote de façon à obtenir un courant modéré à travers la solution. Porter celle-ci à ébullition, et chauffer pendant deux minutes. À l'expiration de ce laps de temps, il ne doit plus y avoir d'effervescence. S'il y a de l'effervescence, continuer à chauffer pendant trente minutes. Laisser refroidir la solution pendant vingt minutes au moins sous courant d'azote.

▼ B

Compléter le montage de l'appareil conformément au schéma en reliant le tube du réfrigérant à la bouteille de Drechsel (D), et celle-ci aux absorbeurs F₁ et F₂. Le courant d'azote doit être maintenu pendant le montage. Introduire rapidement 50 ml de solution d'hydroxyde de baryum (3.4.) dans chacun des absorbeurs (F₁ et F₂).

Faire barboter un courant d'azote pendant dix minutes environ. La solution doit rester claire dans les absorbeurs. Dans la négative, répéter le processus d'élimination des carbonates.

5.3. *Oxydation et absorption*

Après avoir retiré le tube d'amenée d'azote, introduire rapidement par la tubulure latérale du ballon à réaction (B) 20 g de trioxyde de chrome (3.1.) et 6 ml de solution de nitrate d'argent (3.3.). Raccorder l'appareil à la pompe aspirante et régler le courant d'azote de manière à ce qu'un courant de gaz constant barbote à travers les absorbeurs F₁ et F₂ en verre fritté.

▼B

Chauffer le contenu du ballon à réaction (B) à ébullition et l'y maintenir pendant une heure et demie ⁽¹⁾. Il peut se révéler nécessaire de régler la vanne régulatrice de l'aspiration (G) pour régulariser le courant d'azote car il est possible que le carbonate de baryum précipité pendant l'essai engorge les disques en verre fritté. L'opération est bien menée quand la solution d'hydroxyde de baryum de l'absorbeur F₂ reste claire. Dans la négative, recommencer l'essai. Arrêter le chauffage et démonter l'appareil. Laver chacun des distributeurs (3.10.) à l'intérieur et à l'extérieur pour enlever l'hydroxyde de baryum. Recueillir l'eau de lavage dans l'absorbeur correspondant. Placer l'un après l'autre les distributeurs dans un bécber de 600 ml, qui servira au dosage ultérieurement.

Filtrer rapidement sous vide de contenu de l'absorbeur F₂ puis de l'absorbeur F₁ sur le creuset en verre fritté. Recueillir le précipité en rinçant les absorbeurs avec de l'eau (3.10.), puis laver le creuset au moyen de 50 ml de la même eau. Placer le creuset dans le bécber de 600 ml et ajouter environ 100 ml d'eau bouillie (3.10.). Introduire 50 ml d'eau bouillie dans chacun des absorbeurs et faire passer un courant d'azote au travers des distributeurs pendant cinq minutes. Mélanger l'eau à celle du bécber. Refaire l'opération une fois de façon à assurer un rinçage parfait des distributeurs.

5.4. *Mesure des carbonates provenant des matières organiques*

Introduire dans le bécber cinq gouttes de phénolphthaléine (3.8.). La solution vire alors au rouge. Ajouter de l'acide chlorhydrique (3.5.) goutte à goutte jusqu'au moment précis où la couleur rose disparaît. Bien agiter la solution dans le creuset pour vérifier si la couleur rose ne réapparaît pas. Ajouter cinq gouttes de bleu de bromophénol (3.7.) et titrer au moyen d'acide chlorhydrique (3.5.) jusqu'à ce que la solution vire au jaune. Ajouter encore 10 ml d'acide chlorhydrique.

Chauffer la solution à ébullition, en maintenant l'ébullition pendant une minute au maximum. Vérifier soigneusement si le liquide ne contient plus de précipité.

Laisser refroidir, puis titrer en retour par la solution d'hydroxyde de sodium (3.6.).

6. **Essai à blanc**

Effectuer un essai à blanc en appliquant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs.

7. **Expression des résultats**

La teneur en composants combustibles (C), exprimée en pourcentage en masse de carbone, est donnée par la formule suivante:

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

où

E = la masse en grammes de la portion d'essai,

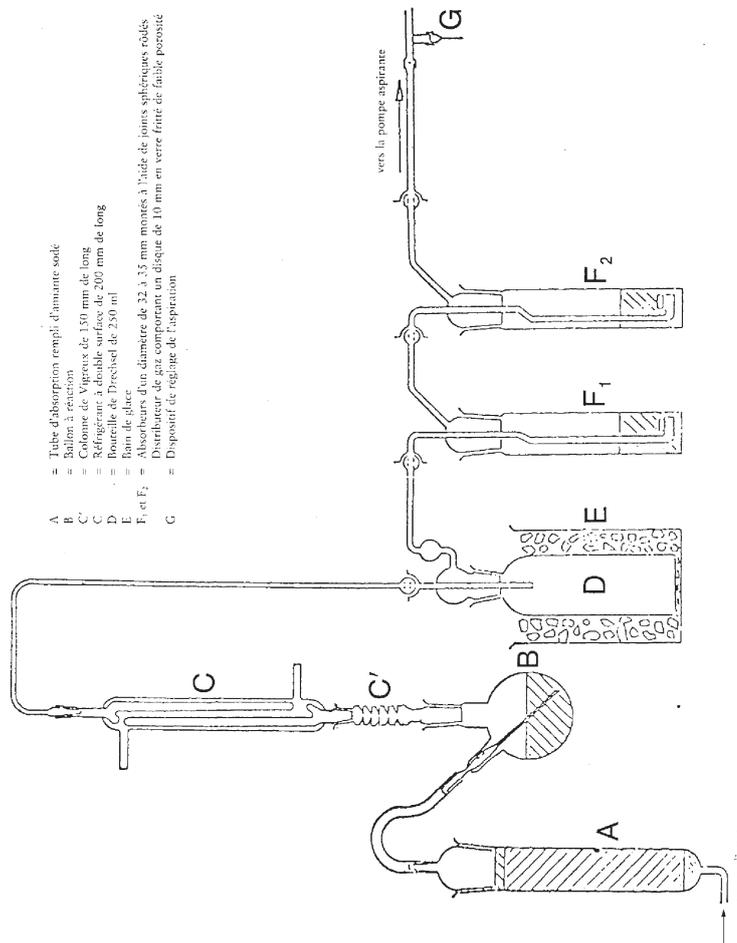
V₁ = le volume total en millilitres d'acide chlorhydrique 0,1 mol/l ajouté après le changement de couleur de la phénolphthaléine,

V₂ = le volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 mol/l utilisée pour le titrage en retour.

⁽¹⁾ Un temps de réaction d'une heure et demie est suffisant pour la plupart des substances organiques en présence d'un catalyseur au nitrate d'argent.

▼
B

Figure 2



Méthode 4

Mesure du pH

1. Objet et champ d'application

Le présent document définit la méthode à utiliser pour mesurer le pH d'une solution d'engrais simple à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

2. Principe

Mesure du pH d'une solution de nitrate d'ammonium à l'aide d'un pH-mètre.

3. Réactifs

Eau distillée ou déminéralisée, exempte de gaz carbonique.

3.1. Solution tampon, pH 6,88 à 20 ° C

Dissoudre 3,4 (± 0,01) g de dihydrogéo-orthophosphate de potassium (KH₂PO₄) dans environ 400 ml d'eau. Dissoudre ensuite 3,55 (± 0,01) g de monohydrogéo-orthophosphate de sodium (Na₂HPO₄) dans environ 400 ml d'eau. Transvaser quantitativement les deux solutions dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et mélanger. Conserver cette solution dans un récipient hermétique.

▼ B

- 3.2. *Solution tampon, pH 4,00 à 20 ° C*
Dissoudre 10,21 ($\pm 0,01$) g d'hydrogéo-phthalate de potassium ($\text{KHC}_8\text{O}_4\text{H}_4$) dans de l'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et mélanger.

Conserver cette solution dans un récipient hermétique.
- 3.3. On peut utiliser des solutions à pH standard disponibles dans le commerce.
4. **Appareillage**
pH-mètre, avec électrodes en verre et au calomel, d'une sensibilité de 0,05 unité de pH.
5. **Mode opératoire**
- 5.1. *Étalonnage du pH-mètre*
Étalonner le pH-mètre (4.) à une température de 20 (± 1) ° C, en utilisant les solutions tampons (3.1.), (3.2.) ou (3.3.). Faire passer un courant d'azote lent sur la surface de la solution, en le maintenant pendant toute la durée de l'essai.
- 5.2. *Détermination*
Verser 100 ml d'eau sur 10 ($\pm 0,01$) g de la prise d'essai dans un bécher de 250 ml. Éliminer les fractions insolubles par filtrage, décanation ou centrifugation du liquide. Mesurer le pH de la solution claire à une température de 20 (± 1) ° C, selon le même mode opératoire que celui utilisé pour l'étalonnage du pH-mètre.
6. **Expression des résultats**
Exprimer les résultats en unités de pH, à 0,1 unité près, et indiquer la température utilisée.

Méthode 5**Granulométrie**

1. **Objet et champ d'application**
Le présent document définit la méthode à appliquer pour le tamisage d'essai des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.
2. **Principe**
La prise d'essai est tamisée, à la main ou mécaniquement, au moyen d'un ensemble de trois tamis emboîtés. La quantité recueillie dans chaque tamis est notée; et les pourcentages de matière traversant les tamis sont ensuite calculés.
3. **Appareillage**
- 3.1. Tamis d'essai en fil métallique tissé de 200 mm de diamètre, d'une largeur de maille de 2 mm, 1 mm et 0,5 mm respectivement, de séries standard. Un couvercle et un récipient pour ces tamis.
- 3.2. Balance d'une sensibilité de 0,1 g.
- 3.3. Dispositif mécanique apte à imprimer des mouvements verticaux et horizontaux aux tamis d'essai (si disponible).
4. **Mode opératoire**
- 4.1. Diviser représentativement l'échantillon en fractions d'environ 100 g.
- 4.2. Peser une de ces fractions à 0,1 g près.

▼B

- 4.3. Disposer le jeu de tamis par ordre croissant d'ouverture (0,5 mm, 1 mm, 2 mm). Placer l'échantillon préalablement pesé sur le tamis supérieur. Ajuster le couvercle sur le tamis supérieur.
 - 4.4. Secouer horizontalement et verticalement, à la main ou mécaniquement. En cas de traitement manuel, tapoter de temps en temps. Continuer pendant 10 minutes, ou jusqu'au moment où la quantité passant à travers chaque tamis en une minute devient inférieure à 0,1 g.
 - 4.5. Désemboîter les tamis l'un après l'autre; recueillir la matière qu'ils contiennent. Le cas échéant, brosser légèrement la face inférieure à l'aide d'une brosse douce.
 - 4.6. Peser à 0,1 g près la matière contenue dans chaque tamis, et celle recueillie dans le récipient.
- 5. Évaluation des résultats**
- 5.1. Traduire les masses des fractions recueillies en un pourcentage du total des masses des fractions (et non de la masse initiale faisant l'objet de l'essai).

Calculer le pourcentage de matière recueillie dans le récipient (particules inférieures à 0,5 mm), soit A %.

Calculer le pourcentage de matière recueillie par le tamis de 0,5 mm, soit B %.

Calculer le pourcentage de matière d'une granulométrie inférieure à 1,0 mm, soit (A + B) %.

Le poids total des fractions obtenues ne doit pas différer de plus de 2 % du poids de la masse initiale.
 - 5.2. Effectuer au moins deux analyses séparées. Les résultats obtenus pour A ne doivent pas différer de plus de 1 % en valeur absolue, ni ceux obtenus pour B de plus de 1,5 % en valeur absolue. Dans le cas contraire, refaire l'essai.
- 6. Expression des résultats**
- Indiquer la moyenne des deux résultats obtenus pour A, d'une part, et pour A + B, d'autre part.

Méthode 6**Détermination du chlore (des ions chlorures)**

1. **Objet et champ d'application**

Le présent document décrit la méthode à appliquer pour la détermination du chlore (sous forme d'ions chlorures) contenu dans les engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.
2. **Principe**

Les ions chlorures dissous dans l'eau sont dosés par titrage potentiométrique au moyen d'une solution de nitrate d'argent en milieu acide.
3. **Réactifs**

Eau distillée ou déminéralisée, exempte d'ions chlorures.

 - 3.1. Acétone AR.
 - 3.2. Acide nitrique concentré (densité à 20 ° C = 1,40 g/ml).
 - 3.3. Nitrate d'argent: solution étalon 0,1 mol/l. Conserver cette solution dans un flacon brun.
 - 3.4. Solution étalon de nitrate d'argent 0,004 mol/l. Préparer cette solution au moment de son utilisation.

▼ B

- 3.5. Solution étalon de référence de chlorure de potassium 0,1 mol/l. Peser, à 0,1 mg près, 3,7276 g de chlorure de potassium de qualité analytique, préalablement séché pendant une heure dans une étuve à 130 ° C et ramené à la température ambiante dans un dessiccateur. Dissoudre dans un peu d'eau, puis transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume, puis mélanger.
- 3.6. Solution étalon de référence de chlorure de potassium 0,004 mol/l. Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4. Appareillage

- 4.1. Potentiomètre avec électrode indicatrice en argent et électrode de référence au calomel, sensibilité 2 mV, potentiel de - 500 à + 500 mV.
- 4.2. Un pont contenant une solution saturée de nitrate de potassium connecté à l'électrode au calomel (4.1.), fixé aux extrémités par des bouchons poreux.
- 4.3. Agitateur magnétique, avec barreau enrobé de Téflon.
- 4.4. Microburette à pointe effilée, graduée en 0,01 ml.

5. Mode opératoire**5.1. Normalisation de la solution au nitrate d'argent**

Prélever 5,00 ml et 10,00 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (3.6.). Verser ces quantités dans deux béchers de forme de capacité adéquate (par exemple, 250 ml). Procéder comme suit au titrage du contenu de chaque bécher.

Ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique (3.2.), 120 ml de l'acétone (3.1.) et une quantité d'eau suffisante pour porter le volume total à 150 ml environ. Placer le barreau de l'agitateur magnétique (4.3.) dans le bécher et mettre en marche l'agitateur. Plonger l'électrode en argent (4.1.) et l'extrémité libre du pont (4.2.) dans la solution, raccorder les électrodes au potentiomètre (4.1.) et, après avoir vérifié le zéro de l'appareil, noter la valeur du potentiel de départ.

Titrer au moyen de la microburette (4.4.) en ajoutant d'abord 4 ou 9 ml respectivement de la solution de nitrate d'argent correspondant à la solution étalon de référence de chlorure de potassium. Continuer à ajouter la solution par portions de 0,1 ml en ce qui concerne les solutions 0,004 mol/l et par portions de 0,05 ml en ce qui concerne les solutions 0,1 mol/l. Après chaque adjonction, attendre la stabilisation du potentiel.

Noter dans les deux premières colonnes d'un tableau les quantités ajoutées ainsi que les valeurs du potentiel correspondantes.

Dans une troisième colonne du tableau, noter les incréments successifs (Δ_1E) du potentiel E. Dans une quatrième colonne, noter les différences (Δ_2E), positives ou négatives, entre les incréments du potentiel (Δ_1E). La fin du titrage correspond à l'adjonction de la portion de 0,1 ou de 0,05 ml (V_1) de la solution de nitrate d'argent qui fournit la valeur maximale de Δ_1E .

Pour calculer le volume exact (V_{eq}) de la solution de nitrate d'argent correspondant à la fin de la réaction, utiliser la formule suivante:

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

où:

V_0 est le volume total en ml de la solution de nitrate d'argent immédiatement inférieur, au volume qui a fourni l'incrément maximal de Δ_1E ,

V_1 est le volume en ml de la dernière adjonction de solution de nitrate d'argent (0,1 ou 0,05 ml),

▼ B

b est la dernière valeur positive de Δ_2E ,

B est la somme des valeurs absolues de la dernière valeur positive de Δ_2E et de la première valeur négative de Δ_2E (voir exemples au tableau 1).

5.2. *Essai à blanc*

Effectuer un essai à blanc, dont il sera tenu compte dans le calcul du résultat final.

Le résultat V_4 de l'essai à blanc sur les réactifs est fourni, en ml, par la formule suivante:

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

où

V_2 est la valeur en ml du volume exact (V_{eq}) de la solution de nitrate d'argent correspondant au titrage des 10 ml de solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisés,

V_3 est la valeur en ml du volume exact (V_{eq}) de la solution de nitrate d'argent correspondant au titrage des 5 ml de solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisés,

5.3. *Essai de contrôle*

L'essai à blanc peut servir en même temps à contrôler le bon fonctionnement de l'appareillage et la mise en œuvre correcte du mode opératoire de l'essai.

5.4. *Détermination*

Prélever 10 à 20 g de la prise d'essai; peser à 0,01 g près. Transvaser quantitativement dans un bécher de 250 ml. Ajouter 20 ml d'eau, 5 ml de solution d'acide nitrique (3.2.), 120 ml d'acétone (3.1.) et une quantité d'eau suffisante pour porter le volume total à 150 ml environ.

Introduire le barreau de l'agitateur magnétique (4.3.) dans le bécher; placer le bécher sur l'agitateur et mettre en marche ce dernier. Plonger l'électrode en argent (4.1.) ainsi que l'extrémité libre du pont (4.2.) dans la solution, raccorder les électrodes au potentiomètre (4.1.). Après avoir vérifié le zéro de l'appareil, noter la valeur du potentiel de départ.

Titre au moyen de la solution de nitrate d'argent, en ajoutant des incréments de 0,1 ml au moyen de la microburette (4.4.). Après chaque adjonction, attendre la stabilisation du potentiel.

Poursuivre le titrage conformément au paragraphe 5.1., en partant du quatrième alinéa: «noter dans les deux premières colonnes d'un tableau les quantités ajoutées ainsi que les valeurs du potentiel correspondantes.».

6. **Expression des résultats**

Exprimer les résultats de l'analyse en pourcentage du chlore contenu dans l'échantillon tel qu'il a été reçu aux fins d'analyse. Calculer le pourcentage de chlore (Cl) au moyen de la formule suivante:

$$\text{Cl \%} = \frac{0,3545 \times T \times (V_5 - V_4) \times 100}{m}$$

où

T est la concentration de la solution de nitrate d'argent utilisée, en mol/l

V_4 est le résultat en ml de l'essai à blanc (5.2.),

▼B

V_5 est la valeur en ml du V_{eq} correspondant au dosage (5.4.),

m est la masse en g de la prise d'essai.

Tableau 1: exemple

Volume de la solution de nitrate d'argent V (ml)	Potentiel E (mV)	Δ_1E	Δ_2E
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	- 49
5,10	306	23	- 10
5,20	319	13	

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

Méthode 7**Détermination du cuivre****1. Objet et champ d'application**

Le présent document définit la méthode à appliquer pour déterminer la teneur en cuivre des engrais simples à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

2. Principe

L'échantillon est dissous dans de l'acide chlorhydrique dilué, puis on détermine la teneur en cuivre par spectrométrie d'absorption atomique.

3. Réactifs

- 3.1. Acide chlorhydrique (densité à 20 ° C = 1,18 g/ml).
- 3.2. Acide chlorhydrique: solution 6 mol/l.
- 3.3. Acide chlorhydrique: solution 0,5 mol/l.
- 3.4. Nitrate d'ammonium.
- 3.5. Eau oxygénée, 30 % (m/m).
- 3.6. Solution mère de cuivre⁽¹⁾: peser 1 g de cuivre pur à 0,001 g près; dissoudre cette quantité dans 25 ml d'une solution d'acide chlorhydrique 6 mol/l (3.2.); ajouter 5 ml d'eau oxygénée (3.5.) par quantités successives, puis diluer à 1 l par de l'eau. Un ml de cette solution contient 1 000 µg de cuivre (Cu).
- 3.6.1. Solution diluée de cuivre: diluer 10 ml de la solution mère (3.6.) à 100 ml par de l'eau, puis diluer 10 ml de la solution résultante à 100 ml par de l'eau. 1 ml de la dilution finale contient 10 µg de cuivre (Cu).

Préparer cette solution au moment de son utilisation.

4. Appareillage

Spectrophotomètre d'absorption atomique avec une lampe au cuivre (324,8 nm).

5. Mode opératoire**5.1. Préparation de la solution aux fins d'analyse**

Peser à 0,001 g près, 25 g de l'échantillon. Introduire cette quantité dans un bécher de 400 ml. Ajouter prudemment 20 ml d'acide chlorhydrique (3.1.) (il peut en effet y avoir une réaction assez vive due à la formation de dioxyde de carbone). Le cas échéant, rajouter de

⁽¹⁾ On peut utiliser une solution de cuivre étalon disponible dans le commerce.

▼B

l'acide chlorhydrique. Lorsque l'effervescence s'est arrêtée, évaporer à sec sur un bain de vapeur, en agitant de temps en temps avec une tige de verre. Ajouter 15 ml d'une solution d'acide chlorhydrique 6 mol/l (3.2.) et 120 ml d'eau. Agiter avec la tige de verre, qu'il importe de laisser dans le bécher, et couvrir ce dernier avec un verre de montre. Faire bouillir doucement jusqu'à dissolution complète, puis refroidir.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole graduée de 250 ml, en lavant le bécher d'abord par 5 ml d'acide chlorhydrique 6 mol/l (3.2.), puis deux fois par 5 ml d'eau bouillante. Compléter au volume par de l'acide chlorhydrique 0,5 mol/l (3.3.) et mélanger soigneusement.

Filtrer à travers un papier-filtre exempt de cuivre ⁽¹⁾ en rejetant les 50 premiers ml.

5.2. *Solution à blanc*

Préparer une solution à blanc dont a seulement été retiré l'échantillon. Tenir compte de ce fait dans le calcul des résultats finals.

5.3. *Détermination*

5.3.1. Préparation de la solution d'essai de l'échantillon et de la solution pour l'essai à blanc

Diluer la solution d'échantillon (5.1.) et la solution pour l'essai à blanc (5.2.) avec une solution d'acide chlorhydrique 0,5 mol/l (3.3.), jusqu'à obtenir une concentration de cuivre entrant dans la gamme de mesure optimale du spectrophotomètre. Aucune dilution n'est normalement nécessaire.

5.3.2. Préparation des solutions d'étalonnage

En diluant la solution étalon (3.6.1.) avec une solution d'acide chlorhydrique 0,5 mol/l (3.3.), préparer au moins cinq solutions étalons correspondant à la gamme de mesure optimale du spectrophotomètre (0 à 5,0 mg/l de Cu). Avant de compléter au volume, ajouter à chaque solution du nitrate d'ammonium (3.4.) jusqu'à obtention d'une concentration de 100 mg par ml.

5.4. *Mesures*

Régler le spectrophotomètre (4.) sur une longueur d'onde de 324,8 nm. Utiliser une flamme air-acétylène oxydante. Vaporiser successivement, à trois reprises, les solutions étalons (5.3.2.), la solution d'échantillon et la solution d'essai à blanc (5.3.1.), en prenant soin de rincer à fond l'instrument à l'eau distillée entre chaque vaporisation. Tracer la courbe d'étalonnage en portant les absorbances moyennes en ordonnée et les concentrations correspondantes de cuivre en µg/ml en abscisse.

Déterminer la concentration de cuivre dans la solution d'échantillon et dans la solution à blanc finales par référence à la courbe d'étalonnage.

6. **Expression des résultats**

Calculer la teneur en cuivre de l'échantillon en prenant en considération la masse de la prise d'essai, les dilutions effectuées au cours de l'analyse, et la valeur de la solution à blanc. Exprimer le résultat en mg Cu/kg

4. **Détermination de la détonabilité**

4.1. *Objet et champ d'application*

Le présent document définit la méthode à appliquer pour déterminer la détonabilité des engrais à base de nitrate d'ammonium et à forte teneur en azote.

⁽¹⁾ Whatman 541 ou équivalent.

▼B4.2. *Principe*

La prise d'essai, confinée en tube d'acier, est soumise au choc détonant d'une charge explosive d'amorçage. La propagation de la détonation est déterminée à partir du degré de compression des cylindres en plomb sur lesquels le tube repose horizontalement pendant l'essai.

4.3. *Matériaux*4.3.1. *Plastic contenant de 83 à 86 % de penthrite*

Densité: 1 500 à 1 600 kg/m³

Vitesse de détonation: 7 300 à 7 700 m/s

Masse: 500 ± 1 g.

4.3.2. *Sept brins de cordeau détonant souple à enveloppe non métallique*

Charge nominale: 11 à 13 g/m

Longueur de chaque brin: 400 ± 2 mm.

4.3.3. *Comprimé d'explosif secondaire pourvu d'un alvéole destiné à recevoir un détonateur*

Explosif: hexogène/cire 95/5 ou Tétryl ou explosif secondaire analogue, avec ou sans addition de graphite.

Densité: 1 500 à 1 600 kg/m³

Diamètre: 19 à 21 mm

Hauteur: 19 à 23 mm

Alvéole central pour le détonateur: diamètre 7 à 7,3 mm, profondeur 12 mm.

4.3.4. *Tube en acier sans soudure conforme à la norme ISO 65 — 1981, série forte, de dimensions nominales DN 100 (4")*

Diamètre extérieur: 113,1 à 115,0 mm

Épaisseur de paroi: 5,0 à 6,5 mm

Longueur: 1 005 (± 2) mm.

4.3.5. *Plaque de fond*

Matière: acier facilement soudable

Dimensions: 160 × 160 mm

Épaisseur: 5 à 6 mm

4.3.6. *Six cylindres de plomb*

Diamètre: 50 (1) mm

Hauteur: 100 à 101 mm

Matériau: plomb tendre titrant au moins 99,5 %

4.3.7. *Lingot d'acier*

Longueur: au moins 1 000 mm

▼B

Largeur: au moins 150 mm

Hauteur: au moins 150 mm

Masse: au moins 300 kg, si le lingot ne repose pas sur une assise indéformable.

4.3.8. Manchon en matière plastique ou en carton pour la charge d'armorage
Épaisseur de paroi: 1,5 à 2,5 mm

Diamètre: 92 à 96 mm

Hauteur: 64 à 67 mm

4.3.9. Détonateur (électrique ou autre) de force 8 à 10

4.3.10. Disque en bois

Diamètre: 92 à 96 mm. Ce diamètre doit correspondre au diamètre interne du manchon en matière plastique ou en carton (4.3.8.)

Épaisseur: 20 mm

4.3.11. Tige en bois ayant les mêmes dimensions que le détonateur (4.3.9.)

4.3.12. Épingles de couturière (longueur maximale: 20 mm)

4.4. *Mode opératoire*

4.4.1. Préparation de la charge d'armorage en vue de son introduction dans le tube d'acier

Il existe deux méthodes de mise à feu de l'explosif de la charge d'armorage, à choisir en fonction des disponibilités en matériel.

4.4.1.1. Mise à feu simultanée en sept points

La figure 1 montre la charge d'armorage prête à l'emploi.

4.4.1.1.1. Forer dans le disque en bois (4.3.10.) parallèlement à son axe un trou au centre et six trous disposés symétriquement sur un cercle concentrique de 55 mm de diamètre. Les trous doivent avoir de 6 à 7 mm de diamètre (voir coupe A-B de la figure 1), en fonction du diamètre du cordeau détonant (4.3.2.) utilisé.

4.4.1.1.2. Préparer sept tronçons de cordeau détonant souple (4.3.2.) de 400 mm de long. Opérer une coupure nette et sceller immédiatement l'extrémité au moyen de colle pour éviter toute perte d'explosif par les extrémités. Introduire chacun des sept tronçons dans les sept trous du disque en bois (4.3.10.) de façon à ce que leurs extrémités dépassent de quelques centimètres de l'autre côté du disque. Introduire ensuite une épingle (4.3.12.) transversalement dans l'enveloppe textile de chaque brin de cordeau, à une distance de 5 à 6 mm à partir de l'extrémité. Enduire de colle la partie extérieure des brins de cordeau sur une largeur de 2 cm au niveau de l'épingle. Tirer chaque brin par son trou de façon à amener l'épingle au contact du disque en bois.

4.4.1.1.3. Donner au plastic (4.3.1.) la forme d'un cylindre de 92 à 96 mm de diamètre, en fonction du diamètre du manchon (4.3.8.). Mettre le manchon debout sur une surface horizontale, puis y introduire l'explosif. Introduire ensuite dans la partie supérieure du manchon et enfoncer sur l'explosif le disque en bois pourvu des sept brins de cordeau détonant⁽¹⁾. Ajuster la hauteur du manchon (64 à 67 mm) de façon à ce que son bord supérieur ne dépasse pas le niveau du disque en bois. Fixer enfin le manchon au disque en bois, par exemple au moyen d'agrafes ou de petits clous appliqués sur tout son pourtour.

⁽¹⁾ Le diamètre du disque doit toujours correspondre au diamètre intérieur du manchon.

▼B

4.4.1.1.4. Regrouper les extrémités libres des sept brins de cordeau détonant autour de la tige en bois (4.3.11.) de façon à ce qu'elles soient situées dans un plan perpendiculaire à la tige. Fixer le faisceau de brins autour de la tige au moyen de bande adhésive ⁽¹⁾.

4.4.1.2. Mise à feu centrale au moyen d'un comprimé d'explosif
La figure 2 montre la charge d'amorçage prête à l'emploi.

4.4.1.2.1. Préparation d'un comprimé d'explosif

Avec la prudence nécessaire, introduire 10 g d'explosif secondaire (4.3.3.) dans un moule d'un diamètre intérieur de 19 à 21 mm. Donner par compression la forme et la densité adéquates à l'explosif.

(Le rapport diamètre/hauteur doit être proche de l'unité).

Le fond du moule comporte en son centre un tenon de 12 mm de haut et de 7,0 à 7,3 mm de diamètre (selon le diamètre du détonateur utilisé), qui ménage dans le comprimé un alvéole cylindrique dans lequel le détonateur sera installé.

4.4.1.2.2. Préparation de la charge d'amorçage

Introduire l'explosif (4.3.1.) dans le manchon (4.3.8.) disposé verticalement sur une surface plane. Tasser au moyen d'une forme en bois de façon à donner à l'explosif une forme cylindrique comprenant une cavité en son centre. Introduire le comprimé d'explosif dans cette cavité. Couvrir l'explosif de forme cylindrique contenant le comprimé d'explosif avec un couvercle en bois (4.3.10.) pourvu d'un trou central de 7,0 à 7,3 mm de diamètre, dans lequel un détonateur sera introduit. Fixer le disque en bois au manchon au moyen de bande adhésive placée en croix. Assurer au moyen de la tige en bois (4.3.11.) la coïncidence du trou foré dans le disque et de l'alvéole creusée dans le comprimé.

4.4.2. Préparation du tube d'acier pour les essais de détonation

À une des extrémités du tube d'acier (4.3.4.), forer perpendiculairement à travers la paroi, à 4 mm du bord, deux trous diamétralement opposés de 4 mm de diamètre.

Souder en bout la plaque de fond (4.3.5.) à l'extrémité opposée du tube, en veillant à remplir complètement au moyen de métal d'apport sur toute la circonférence du tube l'angle droit formé par la plaque de fond et la paroi du tube.

4.4.3. Remplissage du tube et mise en place de la charge

Voir figures 1 et 2.

4.4.3.1. La prise d'essai, le tube d'acier et la charge d'amorçage doivent être conditionnés à une température de 20 (± 5) ° C. Deux essais de détonation nécessitent 16 à 18 kg d'échantillon.

4.4.3.2. Disposer le tube debout, la plaque de fond carrée reposant sur une surface plate, stable, de préférence en béton. Remplir le tube d'échantillon d'essai sur environ un tiers de sa hauteur. Laisser tomber cinq fois de suite le tube verticalement, d'une hauteur de 10 cm sur le sol pour tasser au maximum les prills ou granulés dans le tube. Pour accélérer le compactage, frapper la paroi du tube entre chaque chute au moyen d'un marteau d'un poids de 750 à 1 000 g. Donner au total dix coups de marteau.

⁽¹⁾ NB: Lorsque les six cordeaux périphériques sont tendus après le montage, le cordeau central doit conserver un léger mou.

▼B

Introduire dans le tube une nouvelle quantité d'échantillon, puis recommencer le processus. Choisir la dernière quantité à ajouter pour que, après avoir été compactée par dix chutes et vingt coups de marteau intermédiaires, l'échantillon d'essai remplisse le tube jusqu'à 70 mm de son orifice.

La hauteur de remplissage doit être ajustée dans le tube d'acier de façon à ce que la charge d'amorçage (4.4.1.1. ou 4.4.1.2.) qui sera introduite soit en contact parfait avec l'échantillon sur toute sa surface.

4.4.3.3. Introduire la charge d'amorçage dans le tube de façon à ce qu'elle soit en contact avec l'échantillon sur toute sa surface. La face supérieure du disque en bois doit se trouver à 6 mm en dessous du bord du tube. Assurer le contact étroit indispensable entre l'explosif et l'échantillon en ajoutant ou en enlevant de petites quantités d'échantillon. Introduire ensuite des goupilles dans les trous situés près de l'orifice du tube et écarter leurs pattes à plat sur le tube (voir figures 1 et 2).

4.4.4. Disposition du tube d'acier et des cylindres de plomb (voir figure 3).

4.4.4.1. Numéroté de 1 à 6 la base des cylindres de plomb (4.3.6.). Pratiquer six marques à intervalle de 150 mm sur la ligne médiane d'un lingot d'acier (4.3.7.) reposant sur une assise horizontale, la première marque se trouvant à au moins 75 mm de l'extrémité du lingot. Disposer verticalement un cylindre de plomb sur chacune de ces marques, en centrant la base de chaque cylindre sur sa marque.

4.4.4.2. Coucher le tube d'acier préparé conformément au paragraphe 4.4.3. sur les cylindres de plomb, de façon à ce que son axe soit parallèle à la ligne médiane du lingot d'acier et que son extrémité soudée dépasse de 50 mm le cylindre de plomb N° 6. Pour empêcher le tube de rouler, intercaler de petits coins en bois entre les sommets de cylindres de plomb et la paroi du tube (un coin de chaque côté), ou intercaler une croix en bois entre le tube et le lingot d'acier.

NB: Veiller à ce que le tube touche tous les six cylindres en plomb. On peut compenser une légère courbure de la surface du tube en le faisant rouler autour de son axe longitudinal. Si l'un des cylindres est trop long, il importe de le raccourcir à la longueur voulue à coups de marteau prudents.

4.4.5. Préparation du tir

4.4.5.1. Installer le dispositif monté conformément au paragraphe 4.4.4. dans un bunker ou dans un site souterrain aménagé à cette fin (galerie de mine, tunnel). Veiller à maintenir à 20 (+ 5) ° C la température du tube d'acier avant le tir.

NB: Si on ne dispose d'aucun site de tir de ce type, l'essai peut avoir lieu, le cas échéant, dans une fosse bétonnée fermée au moyen de poutres en bois. Étant donné que la détonation peut projeter des éclats d'acier animés d'une énergie cinétique élevée, il importe de procéder au tir à une distance suffisante des lieux habités ou des voies de communication.

4.4.5.2. En cas d'utilisation d'une charge d'amorçage à sept points de mise à feu, veiller à tendre les cordons détonants conformément à la note relative au paragraphe 4.4.1.1.4. et à les disposer de la manière la plus horizontale possible.

4.4.5.3. Retirer la tige de bois et mettre en place le détonateur. Ne procéder au tir qu'après évacuation de la zone dangereuse et qu'après que les opérateurs se soient mis à l'abri.

▼B

4.4.5.4. Déclencher l'explosion.

4.4.6. Attendre un laps de temps suffisant pour permettre la dissipation des fumées produites par le tir (produits de décomposition gazeux, dont certains sont toxiques, tels que les gaz nitreux). Recueillir les cylindres de plomb, puis en mesurer la longueur au moyen d'un pied à coulisse.

Noter l'écrasement, exprimé en pour cent de la longueur originelle de 100 mm, de chaque cylindre numéroté. Si l'écrasement s'est produit obliquement, prendre la moyenne des valeurs les plus élevées et des valeurs les plus faibles.

4.4.7. Le cas échéant, on peut utiliser une sonde pour mesurer en continu la vitesse de détonation. Cette sonde doit être disposée dans l'axe longitudinal du tube ou sur sa paroi.

4.4.8. Il importe de procéder à deux tirs par échantillon.

4.5. *Rapport d'essai*

Le rapport d'essai doit indiquer les paramètres suivants pour chaque tir:

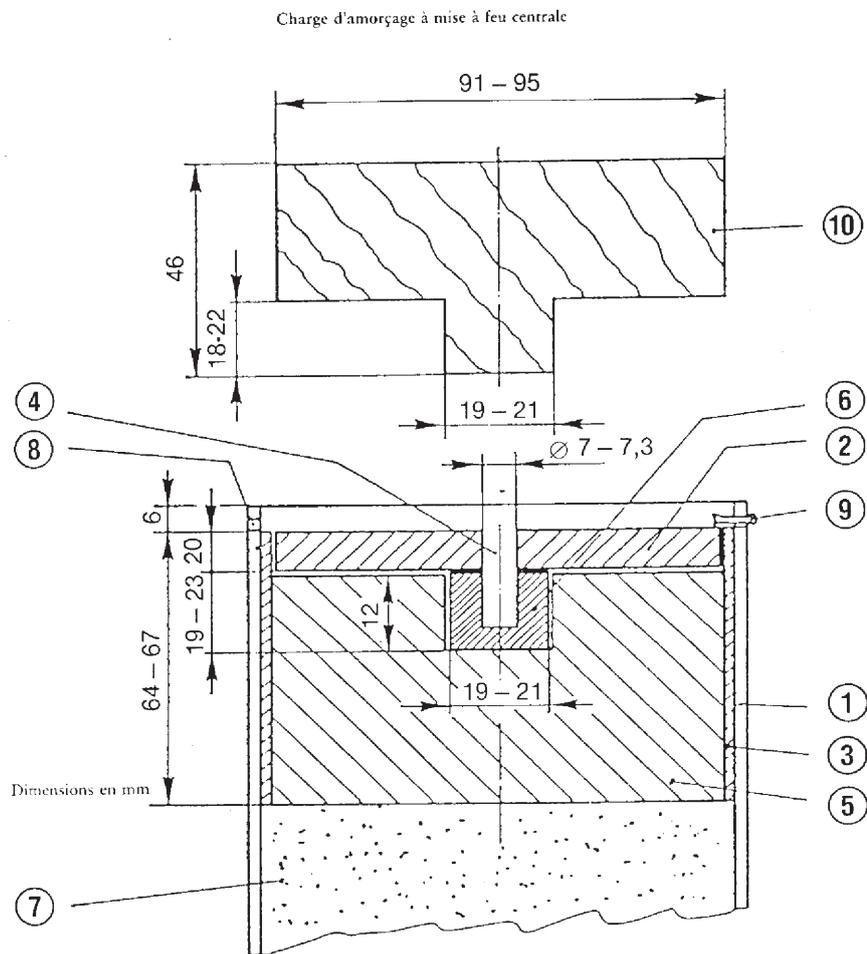
- le diamètre extérieur et l'épaisseur de la paroi du tube d'acier effectivement mesurés,
- la dureté Brinell du tube d'acier,
- la température du tube et de l'échantillon juste avant le tir,
- la densité apparente (en kg/m^3) de l'échantillon contenu dans le tube d'acier,
- la longueur de chacun des cylindres de plomb après le tir, en indiquant les numéros des cylindres,
- la méthode de mise à feu utilisée pour la charge d'amorçage.

4.5.1. Évaluation des résultats d'essai

L'essai est considéré comme concluant et l'échantillon est réputé conforme aux exigences de l'annexe III-2 si, lors de chaque tir, l'écrasement d'au moins un cylindre en plomb est inférieur à 5 %.

▼B

Figure 2



- | | |
|--|---|
| ① Tube d'acier | ⑤ Plastic |
| ② Disque en bois | ⑥ Comprimé d'explosif |
| ③ Manchon en matière plastique
ou en carton | ⑦ Échantillon |
| ④ Tige en bois | ⑧ Trou \varnothing 4 mm pour goupille ⑨ |
| | ⑨ Goupille |
| | ⑩ Forme en bois pour ⑤ |

