

ГЛАВА 2.3

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.3.0 Общие положения

Если в главе 2.2 или в настоящей главе не предусмотрено иное, то для классификации опасных грузов используются методы испытаний, изложенные в Руководстве по испытаниям и критериям.

2.3.1 Испытание бризантных взрывчатых веществ типа А на экссудацию

2.3.1.1 Помимо испытаний, указанных в Руководстве по испытаниям и критериям, бризантные ВВ типа А (№ ООН 0081) должны подвергаться описанному ниже испытанию на экссудацию, если они содержат более 40% жидкого азотного эфира.

2.3.1.2 Прибор для испытания бризантных ВВ на экссудацию (рис. 1–3) состоит из полого бронзового цилиндра глубиной 40 мм с внутренним диаметром 15,7 мм, закрытого с одной стороны крышкой из того же металла. На окружности цилиндра имеется 20 отверстий диаметром 0,5 мм (4 ряда по 5 отверстий). Бронзовый поршень с цилиндрической частью длиной 48 мм при общей длине 52 мм может скользить в вертикально расположенном цилиндре. К этому поршню диаметром 15,6 мм прилагается груз массой 2 220 г, с тем чтобы давление на основание цилиндра составляло 120 кПа (1,20 бар).

2.3.1.3 Из 528 г бризантного ВВ изготавливается небольшой валик длиной 30 мм и диаметром 15 мм; этот валик обертывается в очень тонкую ткань и вводится в цилиндр; затем сверху помещается поршень с грузом так, чтобы бризантное ВВ подвергалось давлению 120 кПа (1,20 бар). Отмечается время, по истечении которого с наружной стороны отверстий в цилиндре появляются первые маслянистые капельки (нитроглицерин).

2.3.1.4 Бризантное ВВ считается удовлетворительным, если до первого просачивания жидкости проходит более 5 минут; испытание проводится при температуре 15 °С–25 °С.

Испытание бризантных взрывчатых веществ на экссудацию

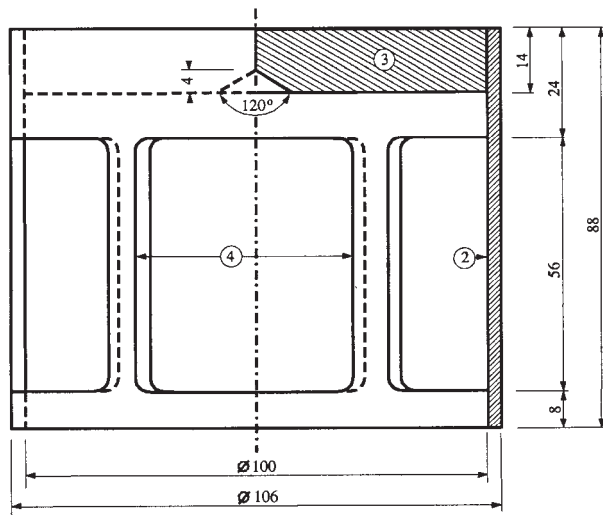


Рис. 1. Колоколообразный груз массой 2 220 г, который может подвешиваться к бронзовому поршню

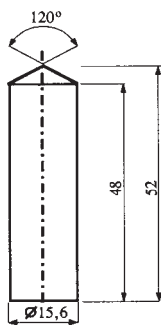


Рис. 2. Цилиндрический бронзовый поршень; размеры в мм

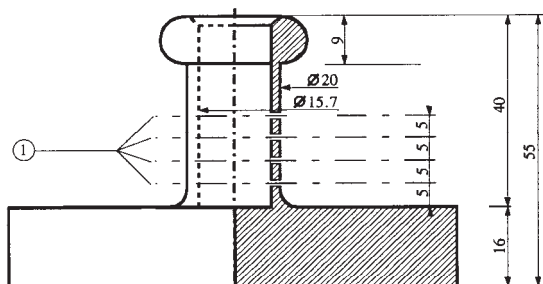


Рис. 3. Полый бронзовый цилиндр, закрытый с одной стороны; чертеж и размеры детали в мм

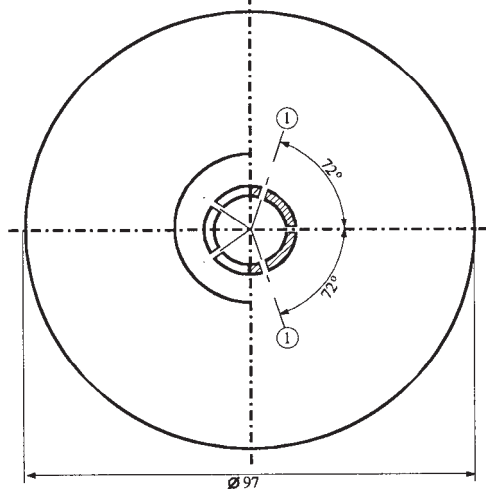


Рис. 1-3

- 1) 4 ряда по пять отверстий $\varnothing 0,5$
- 2) Медь
- 3) Железная пластинка с центральным конусом с нижней стороны
- 4) 4 отверстия размером приблизительно 46×56 , размещенные по окружности через равные промежутки

2.3.2 Испытания нитроцеллюлозных смесей класса 4.1

- 2.3.2.1 Нитроцеллюлоза при нагревании в течение получаса при температуре 132 °С не должна выделять видимых коричневатого-желтых азотных паров. Температура воспламенения должна превышать 180 °С. См. пункты 2.3.2.322.3.2.8, 2.3.2.9 а) и 2.3.2.10, ниже.
- 2.3.2.2 3 г пластифицированной нитроцеллюлозы при нагревании в течение одного часа при температуре 132 °С не должны выделять видимых коричневатого-желтых азотных паров. Температура воспламенения должна превышать 170 °С. См. пункты 2.3.2.322.3.2.8, 2.3.2.9 б) и 2.3.2.10, ниже.
- 2.3.2.3 В случае расхождения мнений относительно возможности допущения некоторых веществ к дорожной перевозке должны применяться изложенные ниже процедуры испытаний.
- 2.3.2.4 Если при проведении испытаний для проверки условий устойчивости, предписанных выше в этом разделе, используются иные методы или процедуры испытаний, то они должны дать результаты, аналогичные тем, которые могли бы быть получены при применении нижеуказанных методов.
- 2.3.2.5 При проведении описываемых ниже испытаний на устойчивость путем нагревания температура в сушильной камере, содержащей испытываемый образец, не должна отклоняться более чем на 2 °С от предписанной температуры; продолжительность испытания 2 30 или 60 минут 2 должна соблюдаться с точностью до 2 минут. Сушильная камера должна быть устроена таким образом, чтобы температура в ней достигала предписываемой величины не позднее чем через 5 минут после помещения в нее образца.
- 2.3.2.6 Перед проведением испытаний, предусмотренных в пунктах 2.3.2.9 и 2.3.2.10, взятые в качестве образца вещества должны сушиться в течение по крайней мере 15 часов при температуре окружающей среды в вакуум-сушилке, содержащей плавленый и зернистый хлорид кальция; вещество должно помещаться тонким слоем; с этой целью непорошкообразные и неволокнистые вещества надлежит либо измельчать, либо протирать, либо дробить на небольшие кусочки. Давление в сушилке должно составлять менее 6,5 кПа (0,065 бар).
- 2.3.2.7 До их сушки в условиях, предусмотренных в пункте 2.3.2.6, выше, вещества, о которых говорится в пункте 2.3.2.2, выше, должны подвергаться предварительной сушке в хорошо вентилируемой сушильной камере при температуре 70 °С; предварительная сушка должна продолжаться до тех пор, пока вещество не будет терять за четверть часа менее 0,3% своей первоначальной массы.
- 2.3.2.8 Слабоазотированная нитроцеллюлоза, предусмотренная в пункте 2.3.2.1, должна сначала подвергаться предварительной сушке в условиях, указанных в пункте 2.3.2.7, выше; затем для завершения сушки нитроцеллюлоза помещается по крайней мере на 15 часов в сушилку, содержащую концентрированную серную кислоту.

2.3.2.9 Испытание на химическую устойчивость при нагревании

- а) *Испытание вещества, указанного в пункте 2.3.2.1, выше.*
- і) В каждую из двух стеклянных пробирок следующих размеров:
- | | |
|--------------------|--------|
| длина | 350 мм |
| внутренний диаметр | 16 мм |
| толщина стенок | 1,5 мм |

Затем обе пробирки плотно закрываются (но так, чтобы пробка не оказывала сопротивления) и помещаются в сушильную камеру таким образом, чтобы по крайней мере 4/5 их длины оставались видимыми; в сушильной камере они выдерживаются в течение 30 минут при постоянной температуре 132 °С. Ведется наблюдение за тем, не происходит ли в течение этого периода выделения азотных газов в виде коричневато-желтых паров, хорошо видимых на белом фоне.

- 2.3.2.10** *Температура воспламенения (см. пункты 2.3.2.1 и 2.3.2.2)*

- ### 2.3.3 Испытания легковоспламеняющихся жидкостей классов 3, 6.1 и 8

2.3.3.1.1 Могут использоваться следующие методы определения температуры вспышки легко воспламеняющихся жидкостей:

ISO 1516 (Определение вспышки/отсутствия вспышки – Метод с применением закрытого тигля в равновесных условиях)

ISO 1523	(Определение температуры вспышки – Метод с применением закрытого тигля в равновесных условиях)
ISO 2719	(Определение температуры вспышки – Метод с применением закрытого тигля Пенски–Мартенса)
ISO 13736	(Определение температуры вспышки – Метод Абеля с применением закрытого тигля)
ISO 3679	(Определение температуры вспышки – Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях)
ISO 3680	(Определение вспышки/отсутствия вспышки – Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях)

Национальные стандарты:

American Society for Testing Materials International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, Pennsylvania, USA 19428-2959:

ASTM D3828-07a, Standard Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed-Cup Tester

ASTM D56-05, Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed-Cup Tester

ASTM D3278-96(2004)e1, Standard Test Methods for Flash Point of Liquids by Small Scale Closed-Cup Apparatus

ASTM D93-08, Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed-Cup Tester

Association française de normalisation, AFNOR, 11, rue de Pressensé, F-93571 La Plaine Saint-Denis Cedex:

Французский стандарт NF M 07 – 019

Французские стандарты NF M 07 – 011 / NF T 30 – 050 / NF T 66 – 009

Французский стандарт NF M 07 – 036

Deutsches Institut für Normung, Burggrafenstr. 6, D-10787 Berlin:

Стандарт DIN 51755 (температура вспышки ниже 65 °C)

Государственный комитет по стандартизации при Совете Министров, РФ-113813, ГСП, Москва, М-49, Ленинский проспект, 9:

ГОСТ 12.1.044-84.

2.3.3.1.2 Для определения температуры вспышки красок, клеев и аналогичных вязких материалов, содержащих растворители, должны использоваться только приборы и методы испытаний, пригодные для определения температуры вспышки вязких жидкостей, в соответствии со следующими стандартами:

- a) международный стандарт ISO 3679: 1983;
- b) международный стандарт ISO 3680: 1983;
- c) международный стандарт ISO 1523: 1983;
- d) международные стандарты EN ISO 13736 и EN ISO 2719, метод В.

2.3.3.1.3 Стандарты, перечисленные в пункте 2.3.3.1.1, должны использоваться только для диапазонов температуры вспышки, указанных в этих стандартах. При выборе стандарта необходимо учитывать возможность химических реакций между испытываемым веществом и держателем образца. Согласно правилам техники безопасности прибор должен размещаться в месте, защищенном от сквозняков. В целях безопасности при испытании органических пероксидов и самореактивных

веществ (известных также как "энергетические"), а также токсичных веществ надлежит применять метод с использованием небольшого образца (около 2 мл).

2.3.3.1.4 Если температура вспышки, определенная по методу неравновесности, составляет $23 \pm 2^\circ\text{C}$ или $60 \pm 2^\circ\text{C}$, то результат должен быть проверен для каждого температурного диапазона методом равновесия.

2.3.3.1.5 В случае расхождения мнений относительно классификации легковоспламеняющейся жидкости принимается классификация, предложенная грузоотправителем, если при контрольном испытании с целью определения температуры вспышки будет получен результат, не отклоняющийся более чем на 2°C от предельных температур (соответственно, 23°C и 60°C), приведенных в пункте 2.2.3.1. Если разница составляет более 2°C , необходимо провести еще одно контрольное испытание и принять самую низкую температуру по результатам обоих контрольных испытаний.

2.3.3.2 **Определение температуры начала кипения**

Могут использоваться следующие методы определения температуры начала кипения легковоспламеняющихся жидкостей:

Международные стандарты:

ISO 3924 (Нефтепродукты – Определение распределения пределов кипения – Метод газовой хроматографии)

ISO 4626 (Жидкости летучие органические – Определение пределов кипения органических растворителей, используемых в качестве сырьевых материалов)

ISO 3405 (Нефтепродукты – Определение фракционного состава при атмосферном давлении)

Национальные стандарты:

American Society for Testing Materials International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, Pennsylvania, USA 19428-2959:

ASTM D86-07a, Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure

ASTM D1078-05, Standard Test Method for Distillation Range of Volatile Organic Liquids

Дополнительные приемлемые методы:

Метод А.2, описанный в части А приложения к Регламенту Комиссии (ЕС) № 440/2008¹.

2.3.3.3 **Испытание для определения содержания пероксида**

Для определения содержания в жидкости пероксида применяется следующий метод:

В колбу Эрленмейера наливается подлежащая титрованию жидкость в количестве р (около 5 г, взвешенная с точностью до 0,01 г), к которой добавляется 20 см³ уксусного ангидрида и около 1 г твердого порошкообразного йодида калия; эта смесь взбалтывается и через 10 минут нагревается в течение 3 минут приблизительно до температуры 60°C. В течение 5 минут смесь остывает, а затем к ней добавляется 25 см³ воды. Смесь выдерживается в течение получаса, а затем освобожденный йод титруется при помощи децинормального раствора тиосульфата натрия без добавления

¹ Регламент Комиссии (ЕС) № 440/2008 от 30 мая 2008 года, устанавливающий методы испытаний в соответствии с Регламентом (ЕС) № 1907/2006 Европейского парламента и Совета по регистрации, оценке, разрешению и ограничению использования химических веществ (REACH) (Official Journal of the European Union, No. L 142 of 31.05.2008 and No. L 143 of 03.06.2008).

индикатора; полное обесцвечивание свидетельствует об окончании реакции. Если за n принять необходимое число кубических сантиметров раствора тиосульфата натрия, то процентное содержание пероксида (исчисляемое в виде H_2O_2) в образце можно рассчитать по формуле:

$$\frac{7n}{100p}.$$

2.3.4 Испытание для определения текучести

Для определения текучести жидких, вязких или пастообразных веществ и смесей применяется следующий метод испытания.

2.3.4.1 Испытательное оборудование

Серийный пенетромметр, соответствующий стандарту ISO 2137:1985, с направляющим стержнем массой $47,5 \text{ г} \pm 0,05 \text{ г}$; сетчатый диск из дюралюминия массой $102,5 \text{ г} \pm 0,05 \text{ г}$ с коническими отверстиями (см. рис. 1); пенетрационный сосуд с внутренним диаметром 72–80 мм, служащий для приема образца.

2.3.4.2 Процедура испытания

Образец помещается в пенетрационный сосуд не менее чем за полчаса до измерения. Затем сосуд герметически закрывается и оставляется до начала измерения. Образец в герметически закрытом пенетрационном сосуде подогревается до $35^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$ и ставится на стол пенетромметра непосредственно перед измерением (не более чем за две минуты). Затем точка S сетчатого диска вводится в соприкосновение с поверхностью жидкости, и измеряется степень проникновения.

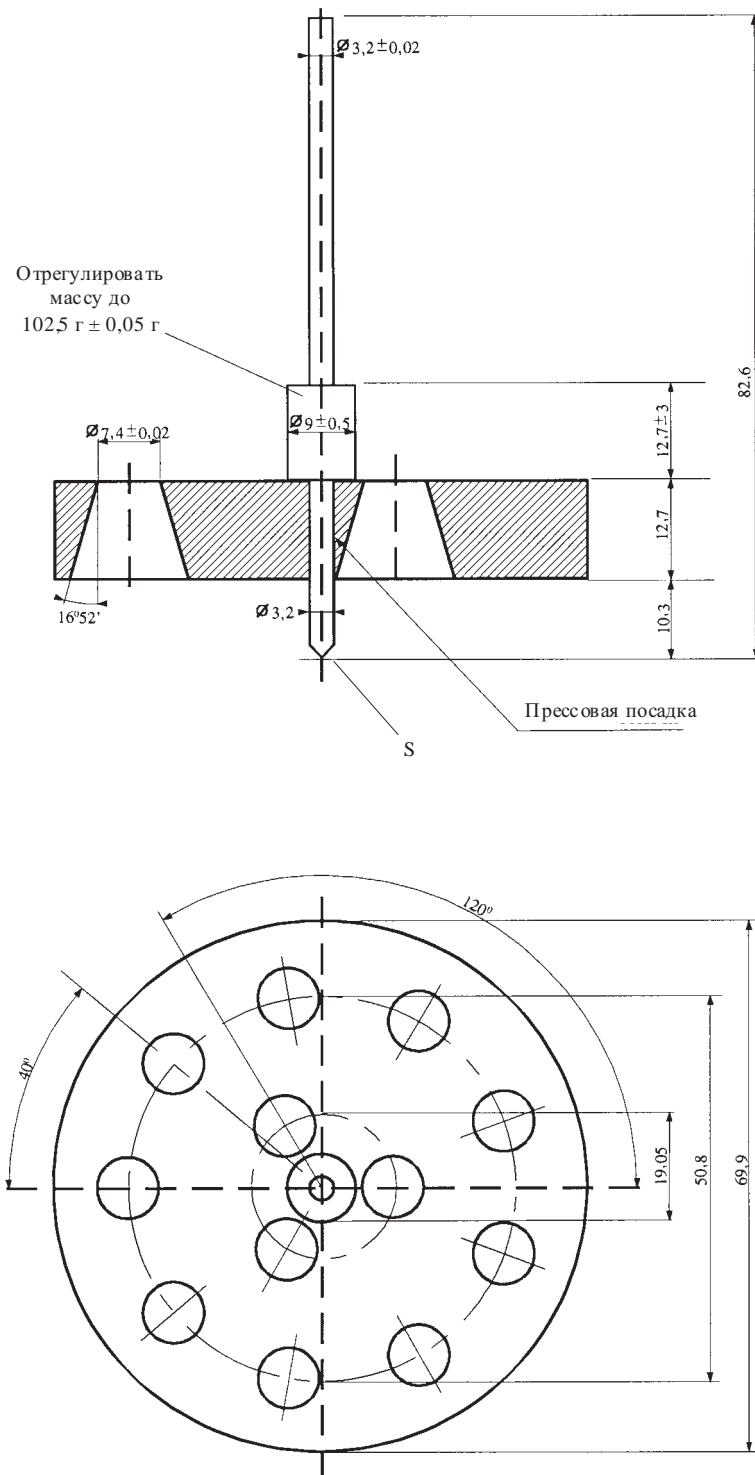
2.3.4.3 Оценка результатов испытания

Вещество является пастообразным, если после соприкосновения центра S с поверхностью образца глубина проникновения, показываемая измерительным прибором с круговой шкалой:

- а) после периода погружения, равного $5 \text{ с} \pm 0,1 \text{ с}$, составляет менее $15,0 \text{ мм} \pm 0,3 \text{ мм}$; или
- б) после периода погружения, равного $5 \text{ с} \pm 0,1 \text{ с}$, составляет более $15,0 \text{ мм} \pm 0,3 \text{ мм}$, однако дополнительное проникновение еще через $55 \text{ с} \pm 0,5 \text{ с}$ составляет менее $5,0 \text{ мм} \pm 0,5 \text{ мм}$.

ПРИМЕЧАНИЕ: В случае испытания образцов с определенной температурой текучести зачастую невозможно создать плоскую поверхность в пенетрационном сосуде и, таким образом, обеспечить четкие первоначальные условия для измерения при соприкосновении точки S с поверхностью. Кроме того, при испытании некоторых образцов воздействие сетчатого диска может явиться причиной упругой деформации поверхности и в первые несколько секунд имитировать более глубокое проникновение. Во всех этих случаях может оказаться целесообразным применять оценку согласно пункту б), выше.

Рис. 1: Пенетрометр



Неуказанные допуски составляют $\pm 0,1 \text{ мм}$

2.3.5

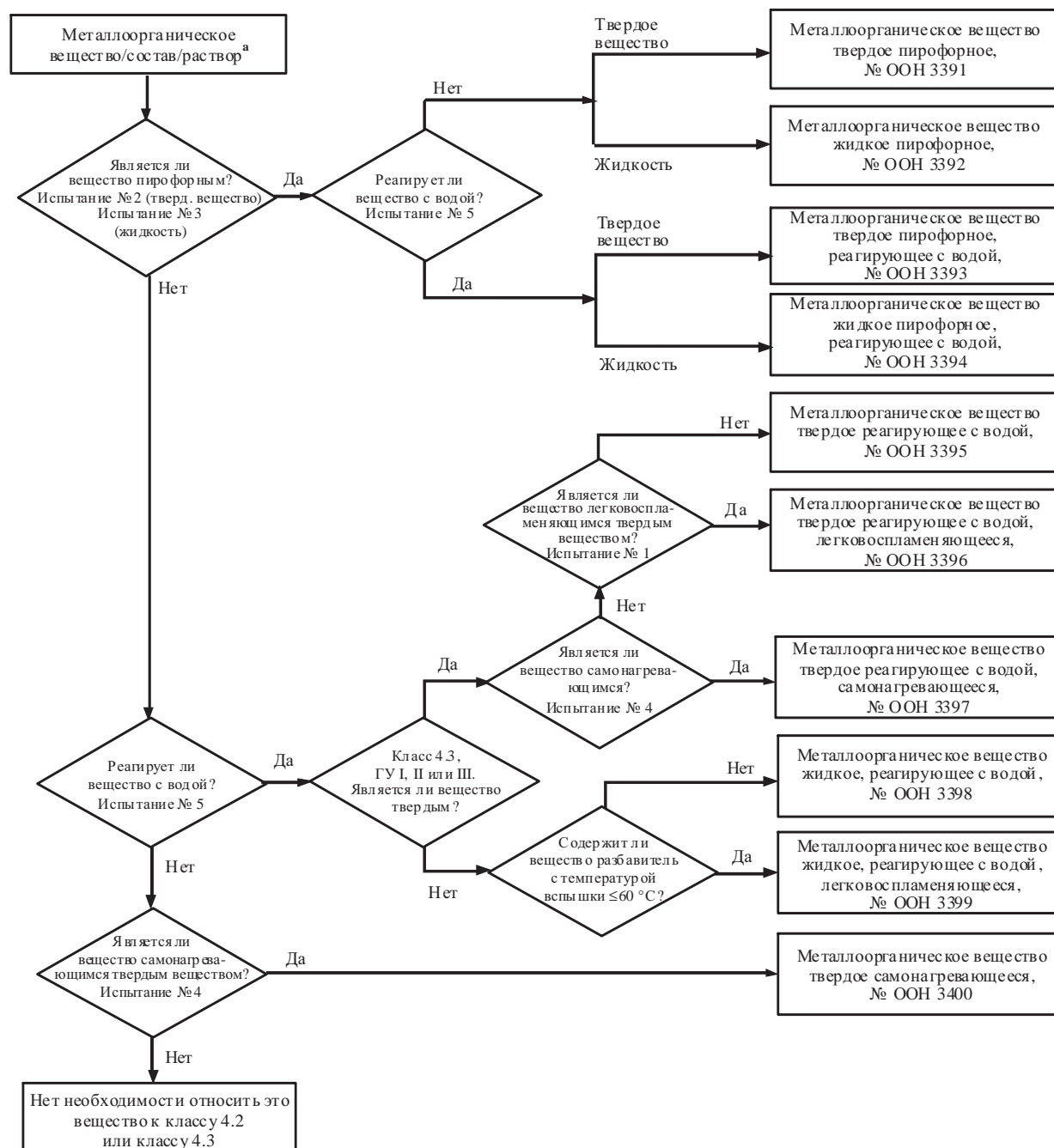
Отнесение металлоорганических веществ к классам 4.2 и 4.3

В зависимости от их свойств, определенных в соответствии с методами испытаний N.1-N.5, изложенными в Руководстве по испытаниям и критериям, часть III, раздел 33, металлоорганические вещества могут быть отнесены, соответственно, к классам 4.2 или 4.3 согласно схеме принятия решения, приведенной на рис. 2.3.5.

ПРИМЕЧАНИЕ 1: В зависимости от присущих им других свойств и от их места в таблице приоритета опасных свойств (см. пункт 2.1.3.10) металлоорганические вещества могут быть, соответственно, отнесены к другим классам.

ПРИМЕЧАНИЕ 2: Легковоспламеняющиеся растворы с металлоорганическими соединениями в концентрациях, при которых они не способны к самовозгоранию или, в случае соприкосновения с водой, не выделяют легковоспламеняющихся газов в опасных количествах, являются веществами класса 3.

Рис. 2.3.5: Схема принятия решения об отнесении металлоорганических веществ к классам 4.2 и 4.3^b



^a В соответствующих случаях и если с учетом реакционных свойств требуются испытания, необходимо определить, обладает ли данное вещество свойствами класса 6.1 или класса 8, согласно таблице приоритета опасных свойств в пункте 2.1.3.10.

^b Методы испытаний N.1-N.5 изложены в разделе 33 части III Руководства по испытаниям и критериям.