

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 испытанию на экссудацию, если они содержат более 40% жидкого эфира азотной кислоты.

2.3.1.2 Прибор для испытания бризантных ВВ на экссудацию (рис. 2.1–2.3) состоит из полоого бронзового стакана высотой 40 мм с внутренним диаметром 15,7 мм. На стенке стакана 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 стоящем стакане. К поршню диаметром 15,6 мм прилагается груз массой 2,22 кг, с тем чтобы давление на основание стакана составляло 120 кПа (1,20 бар).

2.3.1.3 Из 5-8 г бризантного ВВ изготавливается валик длиной 30 мм и диаметром 15 мм. Валик обертывается в тонкую ткань и вводится в стакан; 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 стакана появляются первые маслянистые капельки нитроглицерина.

2.3.1.4 Считается, что бризантное ВВ прошло испытание успешно, если до первого просачивания жидкости проходит более 5 мин. Испытание проводится при температуре +15...+25°C.

Испытание бризантных взрывчатых веществ на экссудацию

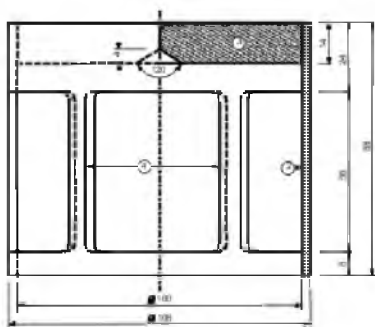


Рис. 2.1. Колоколообразный груз массой 2220 г, который устанавливается на бронзовый поршень, размеры в мм



Рис. 2.2. Бронзовый поршень; размеры в мм

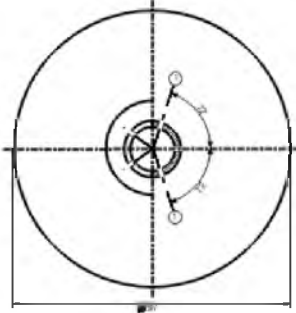
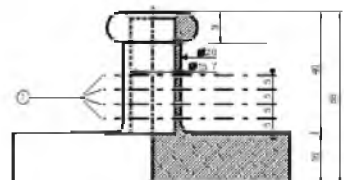


Рис. 2.3. Бронзовый стакан, размеры в мм

На рисунках 2.1–2.3:

- 1) 4 ряда по пять отверстий диаметром 0,5 мм
- 2) Медь
- 3) Свинцовая пластинка с центральным конусом с нижней стороны
- 4) 4 отверстия размером 46×56 мм, размещенные по окружности через равные промежутки

2.3.2 ИСПЫТАНИЯ НИТРОЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ СМЕСЕЙ КЛАССА 4.1

2.3.2.1 Нитроцеллюлоза при нагревании в течение 30 мин при температуре 132°C не должна выделять видимых коричневато-желтых паров оксидов азота. Температура самовоспламенения должна превышать 180°C. См. п.п. 2.3.2.3–2.3.2.8, 2.3.2.9 а) и 2.3.2.10.

2.3.2.2 3 г пластифицированной нитроцеллюлозы при нагревании в течение 60 мин при температуре 132°C не должны выделять видимых коричневато-желтых паров оксидов азота. Температура самовоспламенения должна превышать 170°C. См. п.п. 2.3.2.3–2.3.2.8, 2.3.2.9 б) и 2.3.2.10.

2.3.2.3 В случае расхождения мнений относительно возможности допущения некоторых веществ к железнодорожной 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 – 30 или 60 мин – должна соблюдаться с точностью до 2 мин. Сушильная камера должна быть устроена таким образом, чтобы температура в ней достигала предписываемой величины не позднее чем через 5 мин после помещения в нее образца.
- 2.3.2.6** Перед проведением испытаний, предусмотренных в п.п. 2.3.2.9 и 2.3.2.10, взятые в качестве образца вещества должны сушиться в течение не менее 15 часов при комнатной температуре в вакуум-сушилке, содержащей плавный и зернистый кальций хлорид; вещество должно помещаться тонким слоем; с этой целью непорошкообразные и неволокнистые вещества следует измельчать или протирать или дробить на небольшие кусочки. Давление в сушилке должно составлять менее 6,5 кПа (0,065 бар).
- 2.3.2.7** До сушки в условиях, предусмотренных в п. 2.3.2.6, вещества, о которых говорится в п. 2.3.2.2, 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 15 мин менее 0,3% своей первоначальной массы.
- 2.3.2.8** Слабонитрированная нитроцеллюлоза, предусмотренная в п. 2.3.2.1, должна сначала подвергаться предварительной сушке в условиях, указанных в п. 2.3.2.7; затем для завершения сушки нитроцеллюлоза помещается не менее, чем на 15 часов в сушилку, содержащую концентрированную серную кислоту.
- 2.3.2.9** **Испытание на химическую устойчивость при нагревании**
- а) Испытание вещества, указанного в п. 2.3.2.1.
- в каждую из двух стеклянных пробирок, имеющих длину 350 мм, внутренний диаметр 16 мм, толщину стенок 1,5 мм помещается 1 г высушенного на кальция хлориде вещества. В случае необходимости должно производиться измельчение вещества на кусочки массой не более 0,05 г каждый. Затем обе пробирки плотно закрываются так, чтобы пробка не оказывала сопротивления и помещаются в сушильную камеру таким образом, чтобы не менее 4/5 их длины оставались видимыми. В сушильной камере они выдерживаются в течение 30 мин при постоянной температуре 132°С. Ведется наблюдение за тем, не происходит ли в течение этого периода выделение оксидов азота в виде коричневато-желтых паров, хорошо видимых на белом фоне.
 - в случае отсутствия таких паров вещество считается устойчивым.
- б) Испытание пластифицированной нитроцеллюлозы (см. п. 2.3.2.2)
- 3 г пластифицированной нитроцеллюлозы помещается в стеклянные пробирки, аналогичные указанным в подпункте а), которые затем переносятся в сушильную камеру и выдерживаются в ней при постоянной температуре 132°С.
 - Пробирки, содержащие пластифицированную нитроцеллюлозу, выдерживаются в сушильной камере в течение 60 мин. При этом не должны выделяться оксиды азота в виде коричневато-желтых паров, хорошо видимых на белом фоне. Наблюдение и оценка производятся так же, как предусмотрено в подпункте а).
- 2.3.2.10** **Температура самовоспламенения (см. п.п. 2.3.2.1 и 2.3.2.2)**
- а) Температура самовоспламенения определяется путем нагревания 0,2 г вещества в стеклянной пробирке, погруженной в ванну из сплава Вуда. Пробирка помещается в ванну, когда температура ванны достигает 100°С. Затем температура ванны постепенно повышается на 5°С в минуту.
- б) Пробирки должны иметь длину 125 мм, внутренний диаметр 15 мм, толщину стенок 0,5 мм. Их следует погружать на глубину 20 мм.
- в) Испытание повторяется 3 раза, причем каждый раз отмечается температура самовоспламенения вещества, скорость горения, дефлаграция или детонация.
- г) Отмеченная при этих 3 испытаниях самая низкая температура является температурой самовоспламенения.

2.3.3 ИСПЫТАНИЯ ЛЕГКОВОСПЛАМЕНЯЮЩИХСЯ ЖИДКОСТЕЙ КЛАССОВ 3, 6.1 И 8

2.3.3.1 Определение температуры вспышки

2.3.3.1.1 Могут использоваться следующие методы определения температуры вспышки легковоспламеняющихся жидкостей:

Международные стандарты:

ISO 1516 Определение вспышки/отсутствия вспышки - Метод с применением закрытого тигля в равновесных условиях (*Determination of flash/no flash – Closed cup equilibrium method*)

ISO 1523 Определение температуры вспышки - Метод с применением закрытого тигля в равновесных условиях (*Determination of flash point – Closed cup equilibrium method*)

ISO 2719 Определение температуры вспышки - Метод с применением закрытого тигля Пенски-Мартенса (*Determination of flash point – Pensky-Martens closed cup method*)

ISO 13736 Определение температуры вспышки - Метод Абеля с применением закрытого тигля (*Determination of flash point – Abel closed-cup method*)

ISO 3679 Определение температуры вспышки - Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях (*Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method*)

ISO 3680 Определение вспышки/отсутствия вспышки - Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях (*Determination of flash/no flash – Rapid equilibrium closed cup method*)

Национальные стандарты:

Американское общество по испытаниям и материалам (*American Society for Testing Materials International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, Pennsylvania, USA 19428-2959*):

Стандарт ASTM D3828-07а,
Стандарт ASTM D56-05,
Стандарт ASTM D3278-96(2004)e1,
Стандарт ASTM D93-08.

Французская ассоциация по стандартизации (Association française de normalisation, AFNOR, 11, rue de Pressensé, F-93571 La Plaine Saint-Denis Cedex):

Стандарт NF M 07 - 019

Стандарты NF M 07 - 011 / NF T 30 - 050 / NF T 66 - 009

Стандарт NF M 07 - 036

Германский институт по стандартизации (Deutsches Institut für Normung, Burggrafenstr. 6, D-10787 Berlin):

Стандарт DIN 51755 (температура вспышки ниже 65°C)

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии, Россия 119991, ГСП-1, Москва, В-49, Ленинский проспект 9;

Стандарт ГОСТ 12.1.044-89 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

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:

а) международный стандарт ISO 3679: 1983;

б) международный стандарт ISO 3680: 1983;

- в) международный стандарт ISO 1523: 1983;
г) международные стандарты EN ISO 13736 и EN ISO 2719, метод В.

2.3.3.1.3 Стандарты, перечисленные в п. 2.3.3.1.1, должны использоваться только для диапазонов температуры вспышки, указанных в этих стандартах. При выборе стандарта необходимо учитывать возможность возникновения химических реакций между испытываемым веществом и материалом прибора. Согласно правилам техники безопасности прибор должен размещаться в месте, защищенном от сквозняков. В целях безопасности при испытании органических пероксидов и самореактивных веществ, а также ядовитых веществ надлежит применять метод с использованием небольшого образца объемом 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 легко воспламеняющейся жидкости должна быть принята классификация, предложенная отправителем, 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 п. 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 легко воспламеняющихся жидкостей:

Международные стандарты:

ISO 3924 Нефтепродукты - Определение распределения пределов кипения - Метод газовой хроматографии (*Petroleum products – Determination of boiling range distribution – Gas chromatography method*)

ISO 4626 Жидкости летучие органические - Определение пределов кипения органических растворителей, используемых в качестве сырьевых материалов (*Volatile organic liquids – Determination of boiling range of organic solvents used as raw materials*)

ISO 3405 Нефтепродукты - Определение фракционного состава при атмосферном давлении (*Petroleum products – Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure*)

Национальные стандарты:

Американское общество по испытаниям и материалам (*American Society for Testing Materials International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, Pennsylvania, USA 19428-2959*):

Стандарт ASTM D86-07a,

Стандарт ASTM D1078-05.

Дополнительные приемлемые методы:

Метод А.2, описанный в части А приложения к Правилам Комиссии (ЕС) № 440/2008³¹.

2.3.3.3 *Испытание для определения процентного содержания пероксида*

Содержание пероксида в испытуемой жидкости определяется следующим образом:

³¹ *Правила Комиссии (ЕС) № 440/2008 от 30 мая 2008 года, устанавливающие методы испытаний в соответствии с Правилами (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, p. 1-739 and No. L 143 of 03.06.2008, p. 55)*

В колбу Эрленмейера наливают испытуемую жидкость в количестве 5 г, взвешенную с точностью до 0,01 г, к которой добавляют 20 см³ ангидрида уксусного и 1 г твердого порошка калия йодида; смесь взбалтывают и через 10 мин нагревают в течение 3 мин до температуры 60°C. В течение 5 мин смесь остывает, а затем к ней добавляют 25 см³ воды. Смесь выдерживают в течение 30 мин, а затем свободный йод титруют раствором натрия тиосульфата без добавления индикатора; полное обесцвечивание свидетельствует об окончании реакции. Процентное содержание пероксида в образце (в пересчете на H₂O₂) можно рассчитать по формуле:

$$\frac{17n}{100p} \cdot 100\%$$

где:

n – количество раствора натрия тиосульфата, см³;

p – количество испытуемой жидкости, г.

2.3.4 ИСПЫТАНИЕ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕКУЧЕСТИ

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

2.3.4.1 Испытательное оборудование

Пенетрометр, соответствующий стандарту ISO 2137-1985, с направляющим стержнем массой 47,5 г + 0,05 г; сетчатый диск из дюралюминия массой 102,5 г + 0,05 г с коническими отверстиями (см. рис. 2.4); сосуд с внутренним диаметром 72-80 мм, служащий для приема образца.

2.3.4.2 Процедура испытания

Образец помещают в пенетрационный сосуд не менее чем за 30 мин до измерения. Затем сосуд плотно закрывают и оставляют до начала измерения. Образец в плотно закрытом пенетрационном сосуде нагревают до 35±0,5°C и помещают на стол пенетрометра не ранее, чем за 2 мин до измерения. После этого острие S сетчатого диска вводят в соприкосновение с поверхностью жидкости и измеряют глубину проникновения.

2.3.4.3 Оценка результатов испытания

Вещество является пастообразным, если после соприкосновения острия S с поверхностью образца глубина проникновения, показываемая измерительным прибором, составляет:

а) за период времени погружения 5 ± 0,1 с, составляет менее 15,0 ± 0,3 мм; или

б) за период времени погружения 5 ± 0,1 с, составляет более 15,0 ± 0,3 мм, однако за дополнительное время погружения 55 ± 0,5 с не превышает 5,0 ± 0,5 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 острия 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. В указанных случаях целесообразно применять оценку результатов согласно подпункту б).

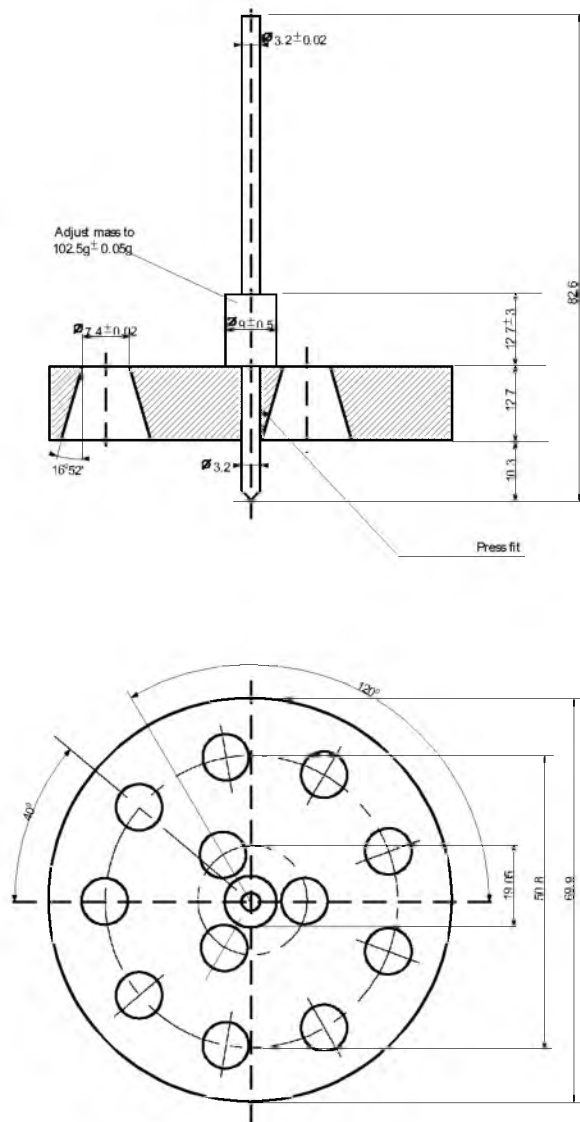


Рис. 2.4. Пенетрометр

**Отрегулировать массу
до $102,5 \pm 0,05$ г
Прессовая посадка
Неуказанные допуски составляют $\pm 0,1$ мм**

2.3.5 КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТАЛЛООРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ КЛАССОВ 4.2 И 4.3

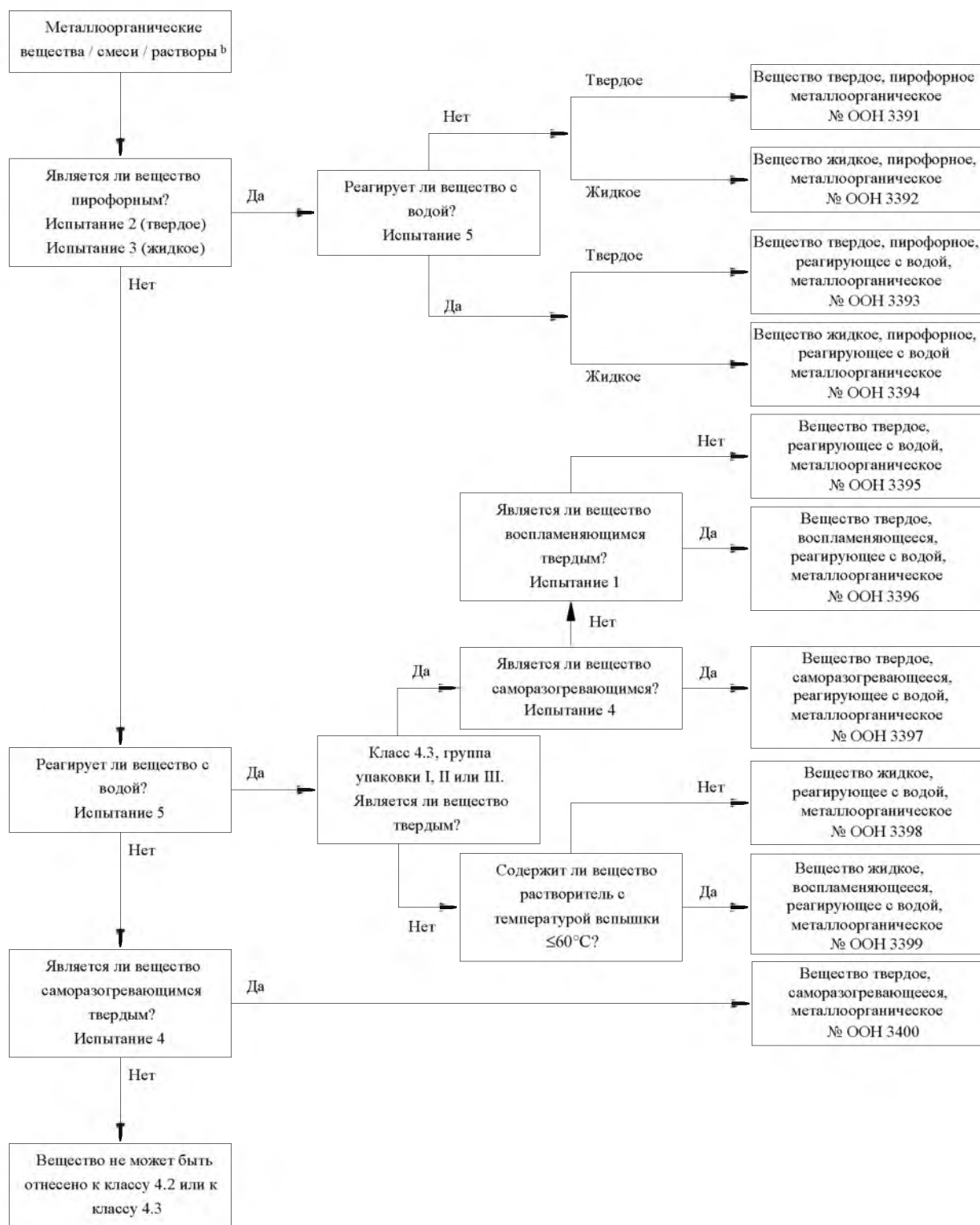
В зависимости от их свойств, определенных в соответствии с методами 1-5

Руководства по Испытаниям и Критериям, Часть III, раздел 33, металлоорганические вещества могут быть отнесены к классам 4.2 или 4.3, в соответствии с блок-схемой, представленной на рис. 2.3.5.

Примечание 1: *В зависимости от дополнительных свойств и требований Таблицы приоритета опасных свойств (см. п. 2.1.3.10) металлоорганические вещества, могут быть отнесены в соответствующие классы опасности.*

Примечание 2: *Легковоспламеняющиеся растворы с металлоорганическими соединениями в концентрациях, не приводящих к самовоспламенению, или не выделяющие воспламеняющиеся газы при взаимодействии с водой следует относить к классу 3.*

Рисунок 2.3.5. Блок-схема для отнесения металлоорганических веществ к классам 4.2 и 4.3 ^a



^a Методы испытаний 1-5 приведены в Руководстве по Испытаниям и Критериям, Часть III, раздел 33.

^b При отнесении веществ к классам 6.1 и 8 следует учитывать требования Таблицы приоритета опасных свойств (см. п. 2.1.3.10).