ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54509— 2011

КЛАССИФИКАЦИЯ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ОПАСНОСТЬ КОТОРОЙ ОБУСЛОВЛЕНА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ

Методы испытаний химической продукции, в состав которой входят органические вещества (саморазлагающаяся химическая продукция и органические пероксиды)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 ноября 2011 г. № 576-ст

4 Настоящий стандарт соответствует Рекомендациям ООН ST/SG/AC.10/30/Rev.3 «Согласованная на глобальном уровне система классификации опасности и маркировки химической продукции (СГС)» («Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals (GHS)»), третье пересмотренное издание, в части классификации химической продукции (раздел 4) (главы 1.3, 2.1, приложение 2), а также Руководству по испытаниям и критериям Рекомендаций ООН по перевозке опасных грузов ST/SG/AC.10/11/Rev.5, пятое пересмотренное издание (раздел 4) (главы 20—28, приложение 6)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Методы испытаний 2
4.1 Процедура классификации опасности и методы испытаний саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов 2
4.1.1 Испытание серии 1: Испытание ООН на детонацию 3
4.1.2 Испытание серии 2: Испытание на детонацию в упаковке 7
4.1.3 Испытания серии 3 8
4.1.3.1 Испытание типа а) серии 3: Испытание «время — давление» 9
4.1.3.2 Испытание типа б) серии 3: Испытание на дефлаграцию 14
4.1.4 Испытание серии 4: Испытание на дефлаграцию в упаковке 16
4.1.5 Испытания серии 5 17
4.1.5.1 Испытание типа а) серии 5: Испытание по Коенену 18
4.1.5.2 Испытание типа б) серии 5: Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Нидерландах 23
4.1.6 Испытание серии 6: Испытание по модифицированному методу Трауцля 26
4.1.7 Испытание серии 7: Испытания на тепловой взрыв в упаковке 28
4.1.8 Испытания серии 8 29
4.1.8.1 Испытание типа а) серии 8: Испытание в целях определения ТСУР методом США 32
4.1.8.2 Испытание типа б) серии 8: Испытание на хранение в адиабатических условиях (ИАУ) 35
4.1.8.3 Испытание типа в) серии 8: Испытание на хранение в условиях аккумулирования тепла 39
Приложение А (обязательное) Спецификации стандартных детонаторов 42

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КЛАССИФИКАЦИЯ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ОПАСНОСТЬ КОТОРОЙ ОБУСЛОВЛЕНА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ

Методы испытаний химической продукции, в состав которой входят органические вещества (саморазлагающаяся химическая продукция и органические пероксиды)

Classification of chemicals which hazard is caused by physical and chemical properties. Test methods of chemicals, which consists of organic matters (self-reactive chemicals and organic peroxides)

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт определяет процедуры и методы испытаний химической продукции, опасность которой обусловлена наличием органических веществ (саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.044 (ИСО 4589—84) Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 9980.4 Материалы лакокрасочные. Маркировка

ГОСТ 17527 Упаковка. Термины и определения

ГОСТ 19433 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 20231 Контейнеры грузовые. Термины и определения

ГОСТ 21391 Средства пакетирования. Термины и определения

ГОСТ 31340 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

ГОСТ Р 53854[1)] Классификация опасности смесевой химической продукции по воздействию на организм

ГОСТ Р 53856[2)] Классификация опасности химической продукции. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] Действует ГОСТ 32423—2013.

[2)] Действует ГОСТ 32419—2013.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.044, ГОСТ 9980.4, ГОСТ 17527, ГОСТ 19433, ГОСТ 20231, ГОСТ 21391, ГОСТ 31340, ГОСТ Р 53854, ГОСТ Р 53856, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **органические пероксиды**: Химическая продукция, в состав которой входят органические вещества, содержащие двухвалентную структуру —О-О— и считающиеся производными продукта пероксида водорода, в котором один или оба атома водорода замещены органическими радикалами.

3.2 **саморазлагающаяся химическая продукция**: Термически неустойчивая жидкая или твердая химическая продукция, способная подвергаться бурному экзотермическому разложению даже без участия кислорода (воздуха).

К саморазлагающейся химической продукции не относятся взрывчатая и окисляющая химическая продукция, а также органические пероксиды.

3.3 **температура самоускоряющегося разложения (ТСУР)**: Самая низкая температура, при которой химическая продукция, находящаяся в упаковке, может подвергнуться самоускоряющемуся разложению.

4 Методы испытаний

4.1 Процедура классификации опасности и методы испытаний саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов

Общие положения

Саморазлагающаяся химическая продукция и органические пероксиды подразделяют на семь классов в зависимости от типа опасности, которую они представляют.

При классификации саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов следует руководствоваться следующими принципами:

1) любая химическая продукция, которая при лабораторных испытаниях не детонирует в кавитационном состоянии, не дефлагрирует, не проявляет никакой реакции при нагревании в ограниченном объеме и не характеризуется взрывным эффектом, не должна классифицироваться как саморазлагающаяся химическая продукция при условии, что данный состав термически устойчив (температура самоускоряющегося разложения составляет 60 °С — 75 °С для упаковки массой 50 кг) и любой разбавитель определяется как саморазлагающаяся химическая продукция класса 7 (тип G). Если состав не является термически стабильным или для десенсибилизации используется совместимый разбавитель, имеющий температуру кипения менее 150 °С, то состав должен определяться как саморазлагающаяся химическая продукция класса 6 (тип F);

2) любой состав органических пероксидов, который при лабораторных испытаниях не детонирует в кавитационном состоянии, не дефлагрирует вообще, не реагирует или слабо реагирует при нагревании в ограниченном объеме, а также не характеризуется сильным взрывным эффектом, не классифицируется как органический пероксид при условии, что этот состав термически устойчив (температура самоускоряющегося разложения 60 °С или выше для упаковки массой 50 кг), и для десенсибилизации жидких составов используется разбавитель, являющийся органическим пероксидом класса 7 (тип G). Если состав не является термически стабильным или для десенсибилизации используется разбавитель, не являющийся органическим пероксидом класса 7 (тип G), данный состав должен определяться как органический пероксид класса 6 (тип F).

Сфера охвата

На предмет отнесения к саморазлагающейся химической продукции в первую очередь следует рассматривать новую химическую продукцию, способную к экзотермическому разложению, за исключением случаев, когда:

а) она является взрывчатой в соответствии с критериями, приведенными для взрывчатой химической продукции,

б) она является окисляющей в соответствии с критериями, приведенными для окисляющей химической продукции;

в) теплота разложения данной химической продукции составляет менее 300 Дж/г;

г) температура самоускоряющегося разложения данной химической продукции составляет более 75 °С для упаковки массой 50 кг.

Процедура отнесения химической продукции к саморазлагающейся химической продукции и органическим пероксидам

Методы испытаний, используемые для отнесения саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов к одному из семи классов опасности, объединены в восемь серий (серии испытаний 1—8).

Испытание серии 1

На вопрос «Происходит ли распространение детонации?» (см. рисунок 1, клетка 1) отвечают посредством проведения испытания серии 1 (см. 4.1.1).

Испытание серии 2

Испытание серии 2 (см. 4.1.2) используют для ответа на вопрос «Может ли детонировать в упакованном виде?» (см. рисунок 1, клетка 2). Результаты данного испытания используют для отнесения саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов к классу 1 (типу А).

Испытания серии 3

На вопрос «Происходит ли распространение дефлаграции?» (см. рисунок 1, клетки 3, 4 и 5) отвечают на основе результатов испытаний серии 3 (см. 4.1.3).

Испытание серии 4

Испытание серии 4 (см. 4.1.4) предназначено для ответа на вопрос «Происходит ли быстрая дефлаграция в упаковке?» (см. рисунок 1, клетка 6). Результаты данного испытания используют для отнесения саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов к классу 1 (типу А).

Испытания серии 5

На вопрос «Какова реакция на нагревание в ограниченном объеме?» (см. рисунок 1, клетки 7, 8, 9 и 12) отвечают на основе результатов испытаний серии 5 (см. 4.1.5). Результаты испытаний данной серии используют для отнесения саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов к классам 3, 4 и 7 (типам C, D и G соответственно).

Испытание серии 6

На вопрос «Какова взрывная мощность?» (см. рисунок 1, клетка 11) отвечают на основе результатов испытания серии 6 (см. 4.1.6). Результаты данного испытания используют для отнесения саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов к классам 5 и 6 (типам E и F соответственно).

Испытание серии 7

Испытание серии 7 (см. 4.1.7) предназначено для ответа на вопрос «Может ли взорваться в упакованном виде?» (см. рисунок 1, клетка 10). Результаты данного испытания используют для отнесения саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов к классу 2 (типу В).

Испытания серии 8

Испытания серии 8 (см. 4.1.8) содержат методы испытаний для определения температуры самоускоряющегося разложения (ТСУР). Таким образом, результаты испытаний данной серии используют для того, чтобы установить, является ли химическая продукция саморазлагающейся.

4.1.1 Испытание серии 1: Испытание ООН на детонацию

На вопрос «Происходит ли распространение детонации?» (см. рисунок 1, клетка 1) отвечают посредством проведения испытания серии 1. В настоящее время для этих целей используют метод испытания ООН на детонацию.

Для органических пероксидов может быть использовано сочетание испытания на определение взрывной мощности (испытание серии 6) с двумя испытаниями на определение эффектов нагревания в ограниченном объеме (испытания серии 5) в качестве отборочной процедуры с целью оценки способности распространять детонацию. Необходимость в проведении испытания серии 1 возникает в случае, если:

- при испытании на определение взрывной мощности получен (испытание серии 6) результат «никакой»;
- при испытаниях на определение эффектов нагревания в ограниченном объеме (испытания серии 5) получен результат «никакой» или «слабая».

Условия испытаний:

- для результатов испытания серии 1 имеет значение объемная плотность химической продукции, в связи с чем ее необходимо всегда регистрировать. Объемную плотность твердой химической продукции определяют на основе измерений объема трубки и массы образца;
- если в ходе обращения смесевая химическая продукция может разделяться, испытание проводят с инициатором, соприкасающимся с потенциально наиболее взрывоопасным компонентом;

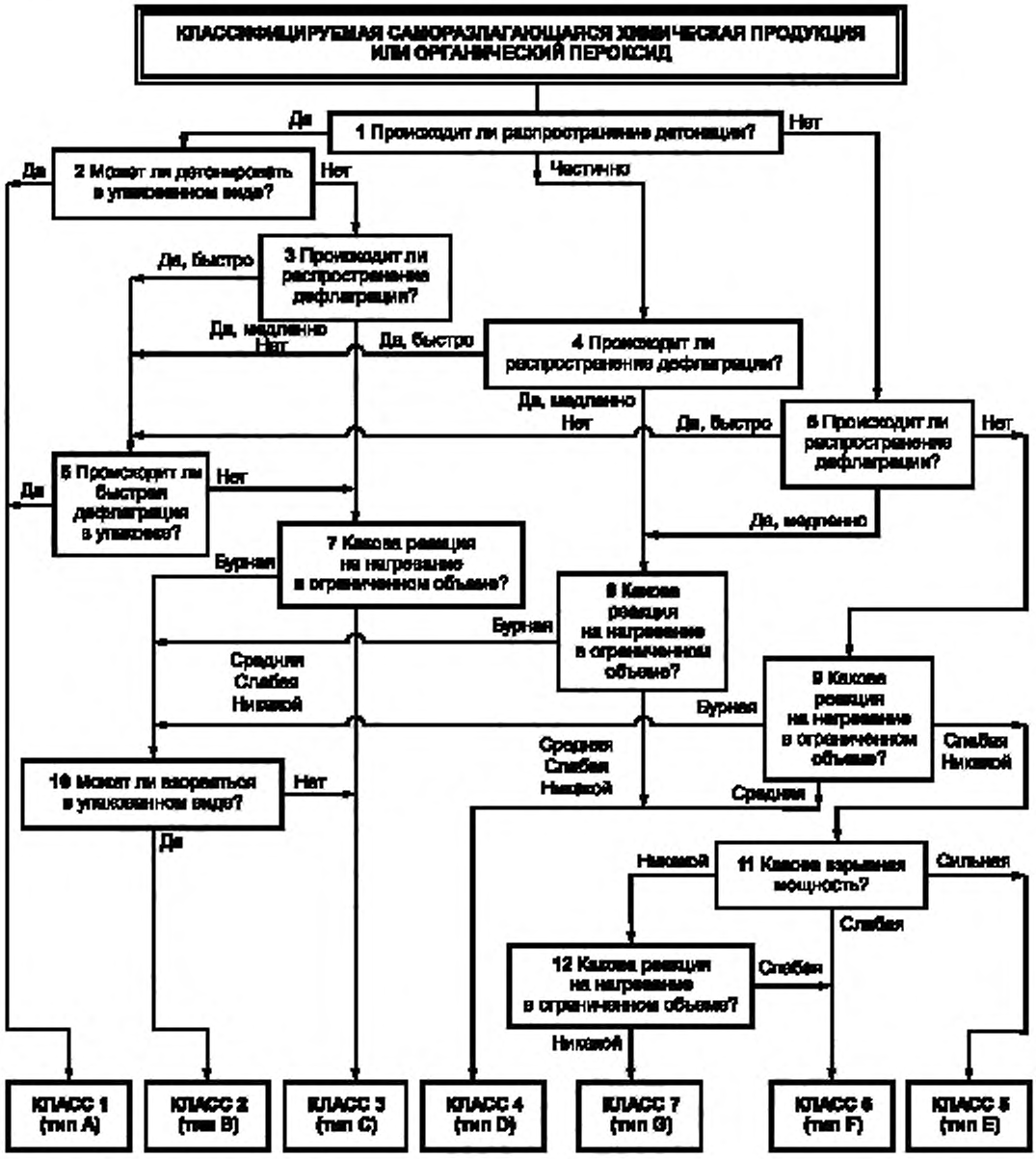


Рисунок 1 — Процедура классификации опасности саморазлагающейся химической продукции и органических пероксидов

- испытания проводят при температуре окружающей среды, за исключением случаев, когда химическая продукция должна находиться в обращении в условиях, которые могут изменить ее физическое состояние или плотность. Органические пероксиды и саморазлагающаяся химическая продукция, требующие регулирования температуры, испытывают при контрольной температуре, если она ниже температуры окружающей среды;

- в случае использования новой партии стальных труб проводят проверочное испытание с использованием воды (в случае испытаний жидкостей) и инертной органической твердой химической продукции (в случае испытаний твердой химической продукции) в целях определения средней длины

абсолютного разрушения. Критерии, соответствующие ответу «нет»/«частично», должны в 1,5 раза превышать значение средней длины абсолютного разрушения.

Испытание ООН на детонацию

Введение

Данное испытание проводят в целях определения способности химической продукции, помещенной в стальную трубку, распространять детонацию под действием бустерного заряда в условиях ограниченного объема.

Приборы и материалы

Прибор для проведения данного испытания показан на рисунке 2. Опытный образец содержится в холоднотянутой бесшовной стальной трубке внешним диаметром (60 ± 1) мм, с толщиной стенки (5,0 ± 1) мм и длиной (500 ± 5) мм. Если испытуемая химическая продукция может реагировать со сталью, внутреннюю поверхность трубки нужно покрыть фторполимером. Нижний конец трубки закрывают двумя слоями полиэтилена толщиной 0,08 мм, туго натянутыми (до пластической деформации) на нижний конец трубки и удерживаемыми резиновыми и изоляционными лентами. В случае если образец способен разъедать полиэтилен, можно использовать политетрафторэтилен (ПТФЭ). Бустерный заряд состоит из 200 г циклотриметилентринитрамина/парафина (95/5) или пентаэритриттетранитрат (ТЭН)/тринитротолуола (50/50), имеет в диаметре (60 ± 1) мм, плотность (1600 ± 50) кг/м^3, длину около 45 мм. Заряд, состоящий из циклотриметилентринитрамина/парафина, можно помещать в одно или несколько устройств при условии, что общий заряд соответствует техническим характеристикам, но заряд из ТЭН/тринитротолуола представляет собой цельный кусок. Трубка может иметь измерительные приборы, например датчик скорости для измерения скорости распространения детонации в химической продукции. Дополнительную информацию о взрывоопасных свойствах опытного образца можно получить путем использования контрольной пластины (см. рисунок 2). На верхнем конце стальной трубки устанавливают контрольную пластину из мягкой стали в виде квадрата со стороной 150 мм и толщиной 3,2 мм; она отделена от трубки прокладками толщиной 1,6 мм.

Процедура

Образец загружают по верхний край стальной трубки. Образцы твердой химической продукции загружают до такой плотности, которой можно добиться встряхиванием трубки до тех пор, пока станет незаметной дальнейшая усадка. Устанавливают массу образца и, если химическая продукция является твердой, рассчитывают его объемную плотность. Значение плотности должно быть как можно ближе значению плотности во время отправки. Трубку устанавливают в вертикальном положении и бустерный заряд приводят в непосредственное соприкосновение с мембраной, закрывающей нижнее отверстие трубки. Детонатор устанавливают напротив бустерного заряда и инициируют. Если детонации химической продукции не наблюдается, проводят два испытания.

Критерии испытания и метод оценки результатов

Результаты испытания оценивают на основе:

- типа разрушения трубки;
- если это происходит, измеренной скорости распространения детонации в химической продукции.

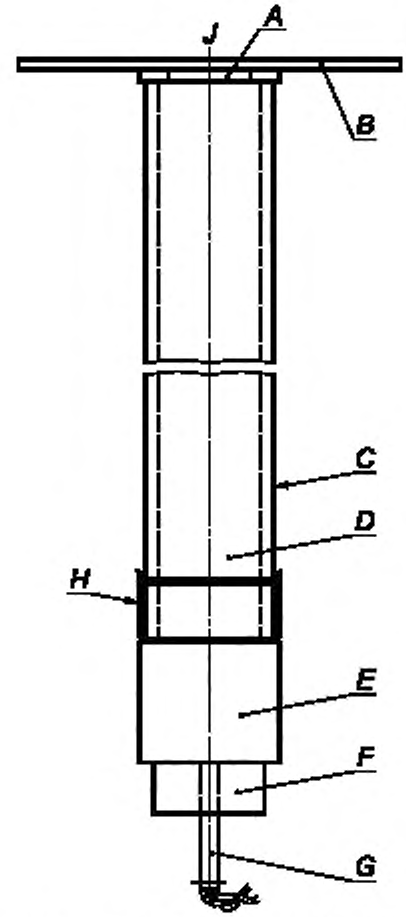
Для классификации следует использовать испытание, приведшее к наиболее строгой оценке.

Критерии испытания следующие:

«Да»: трубка полностью разрушилась;

«Частично»: трубка не разрушилась по всей своей длине, но ее средняя длина разрушения (по результатам двух испытаний) более чем в 1,5 раза превышает среднюю длину разрушения, установленную при испытании инертного материала в том же физическом состоянии;

«Нет»: трубка не разрушилась по всей своей длине, но ее средняя длина разрушения (по результатам двух испытаний) не более чем в 1,5 раза превышает среднюю длину разрушения, установленную при испытании инертного материала в том же физическом состоянии.



A — прокладки; *B* — контрольная пластина, *C* — стальная трубка; *D* — испытуемая химическая продукция; *E* — бустер, состоящий из циклотриметилентринитрамина/парафина или ТЭН/тритила; *F* — держатель детонатора; *G* — детонатор, *H* — пластмассовая мембрана, *J* — датчик скорости

Рисунок 2 — Прибор для проведения испытания ООН на детонацию

Примеры результатов

Примеры результатов испытания серии 1 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Примеры результатов испытания серии 1

Химическая продукция	Объемная плотность, кг/м^3	Длина разрушенной части, см	Результат
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	346	50	Да
трет-Бутилпероксибензоат		28	Частично
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат		23	Нет
Дибензоилпероксид, 75 % с водой	697	22	Нет
2,5-Ди-(трет-бутилперокси)-2,5-диметилгексин-3	870	30	Частично
Дилауроила пероксид	580	32	Частично

4.1.2 Испытание серии 2: Испытание на детонацию в упаковке

Испытание серии 2 проводят для химической продукции, распространяющей детонацию (ответ «да» по результатам испытания серии 1), с целью ответа на вопрос «Может ли детонировать в упакованном виде?» (см. рисунок 1, клетка 2). В этих целях используют метод испытания на детонацию в упаковке.

Испытание на детонацию в упаковке

Введение

Данное испытание используют для определения способности химической продукции распространять детонацию в упакованном для обращения виде. В ходе испытания упакованная химическая продукция подвергается удару со стороны детонирующего бустерного заряда.

Условия испытания: испытание серии 2 применяют к упаковкам (массой не более 50 кг) химической продукции в том состоянии и в том виде, в каких она находится в обращении.

Приборы и материалы

Для проведения испытания требуются детонатор, детонирующий шнур, пластичная взрывчатая химическая продукция и соответствующий материал для герметизации. Пластина из мягкой стали толщиной около 1 мм с минимальными в каждом направлении размерами, превышающими на 0,2 м размеры основания упаковки, служит в качестве контрольной пластины под упаковкой.

Процедура

Испытанию подвергают химическую продукцию в том состоянии и в том виде, в каких она находится в обращении. Упаковку устанавливают на контрольную пластину, которая своими краями опирается на кирпичи или другой соответствующий материал, так, чтобы под контрольной пластиной был достаточный просвет, не препятствующий пробою. Сверху на химическую продукцию, находящуюся в упаковке, помещают два заряда пластичной взрывчатой химической продукции (каждый массой 100 г, но в целом не более 1 % массы химической продукции, содержащейся в упаковке). При испытании жидкой химической продукции следует изготовить опору из металлической проволоки, с тем чтобы два заряда можно было правильно разместить в центре каждой из двух полуокружностей или треугольников на верхней поверхности упаковки (см. рисунок 3). Каждый заряд соединяется с детонатором с помощью детонирующего шнура. Длина двух отрезков детонирующего шнура должна быть одинаковой. Наиболее распространенный способ герметизации заключается в укладке сыпучего песка вокруг испытуемой упаковки с минимальной толщиной слоя 0,5 м по всему периметру. Можно также использовать ящики, мешки или бидоны, наполненные землей или песком и расположенные вокруг и поверх упаковки с такой же минимальной толщиной. Испытание проводят два раза, если детонации не происходит в ходе первого испытания. Если два первых испытания не позволят сделать какого-либо заключения, можно провести третье испытание без использования измерительной аппаратуры.

Критерии испытания и метод оценки результатов

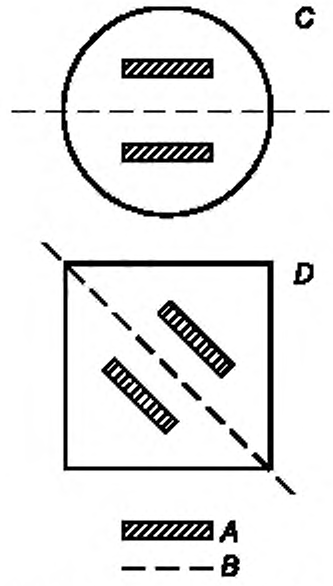
Результаты испытания оценивают на основе наличия следующих признаков детонации испытуемой химической продукции:

- образования воронки в месте проведения испытания;
- повреждения контрольной пластины, находящейся под продуктом;
- разрушения на осколки и разбрасывания большей части материала, образующего ограниченное пространство;
- изменения скорости распространения детонации в химической продукции, если она происходит.

Критерии испытания следующие:

«Да»: образование отверстия в контрольной пластине, находящейся под продуктом, или воронки в месте проведения испытания — в каждом случае при разрушении на осколки и разбрасывании большей части материала, образующего ограниченное пространство; или скорость распространения детонации в нижней половине упаковки постоянна и превышает скорость звука в химической продукции.

«Нет»: отсутствие отверстия в контрольной пластине, находящейся под продуктом, и воронки в месте проведения испытания и измерение скорости (если производится) показывают, что скорость распространения ниже скорости звука в химической продукции, а для твердой химической продукции — рекуперация непрореагировавшей химической продукции после испытания.



A — заряды взрывчатой химической продукции; *B* — линия симметрии; *C* — цилиндрическая упаковка (вид сверху), *D* — прямоугольная упаковка (вид сверху)

Рисунок 3 — Прибор для проведения испытания на детонацию в упаковке

Примеры результатов

Примеры результатов испытания серии 2 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Примеры результатов испытания серии 2

Химическая продукция	Объемная плотность, кг/мм^3	Упаковка	Результат
Дибензоилпероксид	730	1G, 25 кг	Да [1)]
Дициклогексилпероксидикарбонат	600	1G, 5 кг	Нет [2)]
Дициклогексилпероксидикарбонат с 10 % воды	600	1G, 5 кг	Нет [2)]

[1)] Проводят дважды. Обнаружение детонации в случае образования воронки.

[2)] Испытания проводят дважды. Вместо использования контрольной пластины измеряют скорость распространения.

4.1.3 Испытания серии 3

На вопрос «Происходит ли распространение дефлаграции?» (см. рисунок 1, клетки 3, 4 и 5) отвечают на основе результатов испытаний серии 3.

В настоящее время для этих целей используют методы испытаний, представленные в таблице 3.

Таблица 3 — Используемые методы испытаний для испытаний серии 3

Код испытания (серия, тип)	Название испытания	Подраздел
3 а)	Испытание «время — давление»	4.1.3.1
3 б)	Испытание на дефлаграцию	4.1.3.2

На вопросы схемы отвечают:

«Да, быстро»: если такой же результат получен в каком-либо другом испытании;

«Да, медленно»: если результатом испытания на дефлаграцию является ответ «Да, медленно» и результатом испытания «время — давление» не является ответ «Да, быстро»;

«Нет»: если результатом испытания на дефлаграцию является ответ «Нет» и результатом испытания «время — давление» не является ответ «Да, быстро».

4.1.3.1 Испытание типа а) серии 3: Испытание «время — давление»

Введение

Данное испытание проводят для определения способности химической продукции[1)] распространять дефлаграцию в условиях ограниченного объема.

Приборы и материалы

Установка для проведения испытания «время — давление» (см. рисунок 4) состоит из цилиндрического стального сосуда высокого давления длиной 89 мм и внешним диаметром 60 мм. На противоположных сторонах сосуда с помощью машинной обработки делают срезы, образующие две плоские грани (уменьшающие поперечное сечение сосуда до 50 мм), что облегчает его закрепление при установке запальной и выходной пробок. Сосуд, имеющий внутренний канал диаметром 20 мм, обтачивают с внутренней стороны и с каждого конца на глубину 19 мм, где нарезают резьбу для ввинчивания патрубка с резьбой 1 дюйм (британский стандарт). К закругленной стороне сосуда высокого давления в 35 мм от одного из концов и под углом 90° к плоским граням привинчивают устройство вывода давления в виде бокового ответвления. Для этой цели высверливают гнездо глубиной 12 мм, в котором нарезают резьбу для ввинчивания конца бокового ответвления размером 1/2 дюйма (британский стандарт).

Для обеспечения газонепроницаемости устанавливают прокладку. Боковое ответвление выступает из корпуса сосуда высокого давления на 55 мм и имеет канал диаметром 6 мм. Конец ответвления обтачивают и на нем нарезают резьбу для ввинчивания преобразователя давления мембранного типа. Может быть использовано любое устройство для измерения давления при условии, что оно не подвержено воздействию горячих газов или продуктов разложения и способно выдерживать скорость повышения давления 690 — 2070 кПа не более чем за 5 мс.

Дальний по отношению к ответвлению конец сосуда высокого давления закрывают запальной пробкой, снабженной двумя электродами, один из которых изолирован от корпуса пробки, а другой заземлен на него. Другой конец сосуда высокого давления закрывают алюминиевой разрывной мембраной толщиной 0,2 мм (давление разрыва около 2200 кПа), которую закрепляют фиксирующей пробкой с 20-миллиметровым каналом. Для обеспечения хорошей герметизации обе пробки имеют мягкую свинцовую прокладку. Этот комплект устанавливают в правильное для использования положение с помощью стойки (см. рисунок 5). Стойка включает опорную плиту-основание из мягкой стали размером 235 × 184 × 6 мм и 185-миллиметровую наклонную конструкцию полого квадратного сечения (ПКС) размером 70 × 70 × 4 мм.

На одном конце стойки ПКС вырезают на двух противоположных сторонах участок стойки таким образом, чтобы получилась конструкция с двумя плоскими боковинами-лапами, выше которых остается коробчатая часть длиной 86 мм. Концы этих плоских боковин обрезают под углом 60° к горизонтали и приваривают к основанию.

На одной стороне верхнего конца основания вырезают паз шириной 22 мм и глубиной 46 мм таким образом, чтобы боковое ответвление помещалось в этот паз при установке всего комплекта сосуда высокого давления запальной пробкой вниз в поддерживающую коробчатую стойку. К нижней внутренней стороне коробчатой части стойки приваривают стальную пластину шириной 30 мм и толщиной 6 мм, которая служит прокладкой. Сосуд высокого давления прочно фиксируют двумя 7-миллиметровыми винтами-барашками, прикрепленными к противоположной грани. Снизу сосуд высокого давления поддерживают две стальные полосы шириной 12 мм и толщиной 6 мм, которые приваривают к боковинам основания коробчатой части.

Система зажигания состоит из электрического запала такого типа, который обычно используют с детонаторами низкого напряжения, и включает в себя также квадратный кусок запального кембрика со стороной 13 мм. Могут быть использованы электрические запалы, обладающие равноценными свойствами. Запальный кембрик состоит из холщовой ткани, покрытой с обеих сторон пиротехническим составом из нитрата калия, кремния и черного пороха, не содержащего серы.

Процедуру подготовки комплекта зажигания для твердой химической продукции начинают с отсоединения контактов из латунной фольги электрического запала от его изолятора (см. рисунок 6). Открывшийся кусок изоляции затем отрезают. Электрический запал устанавливают на полюсах запальной пробки с помощью латунных контактов так, чтобы верхушка электрического запала выступала над поверхностью запальной

[1)] При испытании жидкостей могут быть получены различные результаты, так как жидкая химическая продукция может иметь два значения максимального давления.

пробки на 13 мм. В центре квадратного запального кембрика (с длиной стороны 13 мм) прокалывают отверстие и его устанавливают над запалом, а затем свертывают и закрепляют тонкой хлопчатобумажной нитью.

В случае жидких образцов провода подводят к контактам электрического запала. Затем провода продевают на длину 8 мм в трубку из кремнийорганического каучука внешним диаметром 5 мм и внутренним диаметром 1 мм и трубку проталкивают вверх выше уровня контактов электрического запала, как показано на рисунке 7. Затем запальный кембрик накручивают на электрический запал и вместе с трубкой из кремнийорганического каучука покрывают цельным куском тонкой полихлорвиниловой пленки или равноценного материала. Пленку закрепляют в этом положении с помощью тонкой проволоки, туго намотанной поверх пленки и каучуковой трубки. Провода закрепляют затем на полюсах запальной пробки так, чтобы верхушка электрического запала выступала за поверхность запальной пробки на 13 мм.

Процедура

Прибор в комплекте с преобразователем давления, но без алюминиевой разрывной мембраны устанавливают запальной пробкой вниз. В прибор вводят 5,0 г химической продукции таким образом, чтобы она находилась в контакте с системой зажигания. Обычно при заполнении прибора химическая продукция не утрамбовывается, однако в случае необходимости химическая продукция, вводимая в прибор, может быть слегка утрамбована в целях загрузки в сосуд до 5,0 г. Если даже при легкой трамбовке невозможно ввести в прибор все 5,0 г химической продукции, то запал приводят в действие после заполнения прибора до отказа. Регистрируют массу используемого заряда.

Затем устанавливают свинцовую прокладку и разрывную мембрану, после чего туго завинчивают фиксирующую пробку. Заряженный сосуд устанавливают разрывной мембраной кверху на поддерживающую стойку, которая должна находиться в надлежащем бронированном вытяжном шкафу или ячейке. К полюсам запальной пробки подсоединяют подрывной генератор и производят воспламенение запала. Сигнал, снимаемый с преобразователя давления, регистрируется с помощью соответствующей системы, позволяющей производить как оценку, так и постоянную регистрацию картины «время — давление» (например, можно использовать самописец неустановившихся процессов с записью на ленту).

Испытание проводят три раза. Регистрируется время повышения давления с 690 до 2070 кПа выше атмосферного. Для целей классификации используется наиболее короткий интервал.

Критерии испытания и метод оценки результатов

Результаты испытания оценивают с учетом того, достигнуто ли манометрическое давление 2070 кПа, и, если это так, с учетом времени повышения манометрического давления с 690 до 2070 кПа.

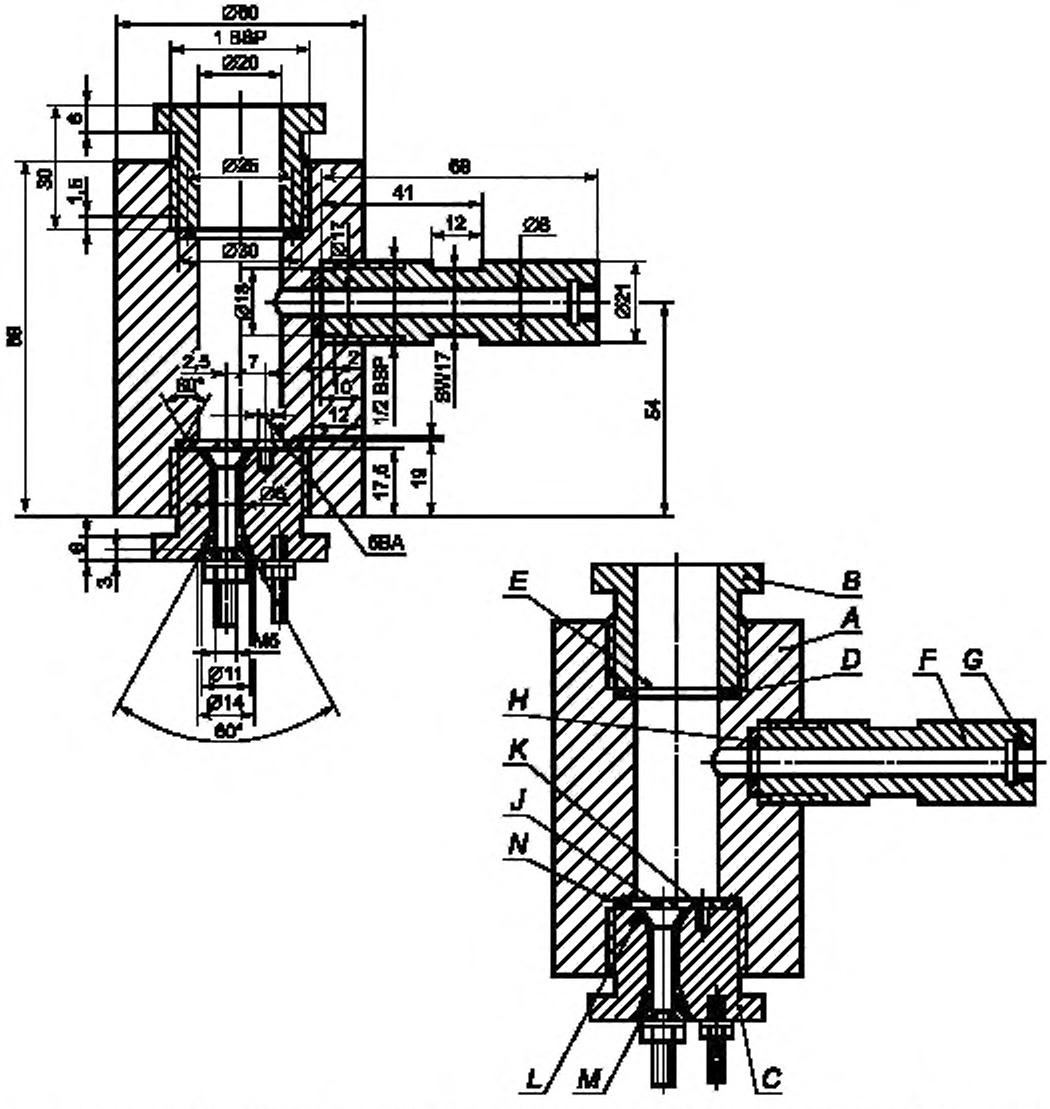
Результаты испытания следующие:

«Да, быстро»: время повышения давления с 690 до 2070 кПа составляет менее 30 мс;

«Да, медленно»: время повышения давления с 690 до 2070 кПа превышает или равно 30 мс;

«Нет»: повышение давления до 2070 кПа выше атмосферного не достигнуто.

Примечание — Если необходимо, проводят испытание на дефлаграцию типа б) серии 2 для определения различия между «Да, медленно» и «Нет».



A — корпус сосуда высокого давления; *B* — фиксирующая пробка разрывной мембраны; *C* — запальная пробка, *D* — мягкая свинцовая прокладка, *E* — разрывная мембрана; *F* — боковое ответвление; *G* — резьба датчика давления; *H* — медная прокладка; *J* — изолированный электрод; *K* — заземленный электрод, *L* — изоляция; *M* — стальной конус; *N* — паз смещения прокладки

Рисунок 4 — Установка для проведения испытания «время — давление»

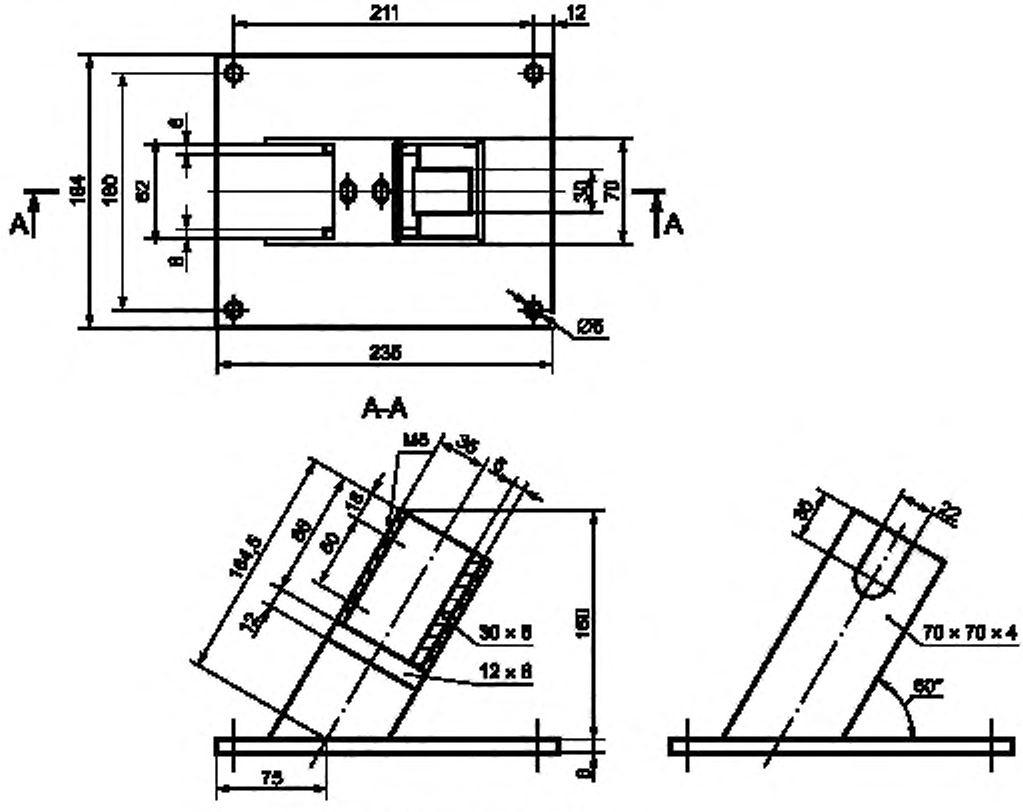
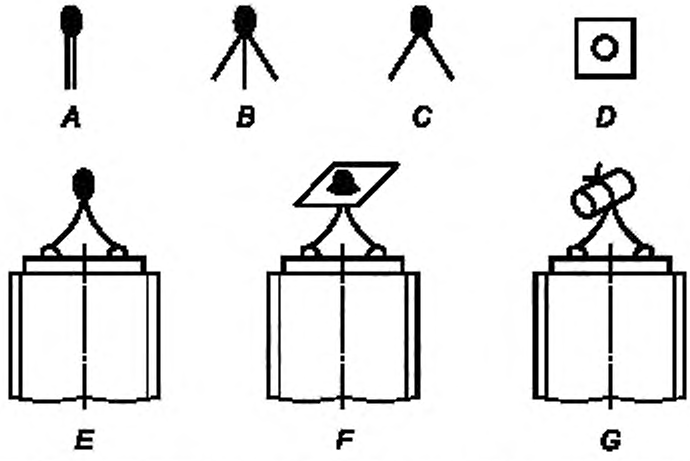
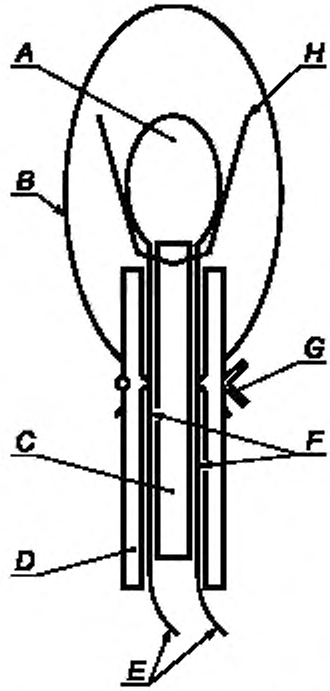


Рисунок 5 — Опорный стенд



A — мостик накаливания электровоспламенителя; *B* — контакты из латунной фольги, отходящие от изоляции; *C* — отрезанная изоляция; *D* — квадратный кусок запального кембрика SR252 со стороной 13 мм; *E* — мостик накаливания, подсоединенный к запальной пробке; *F* — кембрик, установленный на мостик накаливания; *G* — свернутый и стянутый нитью кембрик

Рисунок 6 — Система зажигания для твердой химической продукции



A — мостик накаливания; *B* — пленка из поливинилхлорида; *C* — изоляция; *D* — трубка из кремнийорганического каучука; *E* — запальные выводы; *F* — контакты из фольги, *G* — проволока для водонепроницаемой герметизации; *H* — запальный кембрик

Рисунок 7 — Система зажигания для жидкой химической продукции

Примеры результатов

Примеры результатов испытания типа а) серии 3 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Примеры результатов испытания типа а) серии 3

Химическая продукция	Максимальное давление, кПа	Время повышения давления с 690 до 2070 кПа, мс	Результат
Азодикарбонамид	> 2070	63	Да, медленно
Азодикарбонамид, 67 % с оксидом цинка	> 2070	21	Да, быстро
2,2'-Азоди (изобутиронитрил)	> 2070	68	Да, медленно
2,2'-Азоди(2-метилбутиронитрил)	> 2070	384	Да, медленно
трет-Бутилгидропероксид, 70 % с водой	1380	—	Нет
трет-Бутилпероксибензоат	> 2070	2 500	Да, медленно
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	> 2070	4 000	Да, медленно
Кумила гидропероксид, 80 % с куменом	< 690[1)]	—	Нет
2-Диазо-1-нафтол-5-сульфогидразид	> 2070	14	Да, быстро
Дибензоилпероксид	> 2070	1	Да, быстро
Ди-трет-бутилпероксид	> 2070	100	Да, медленно
Дицетилпероксидикарбонат	< 690	—	Нет
Дикумилпероксид	< 690[1)]	—	Нет

Окончание таблицы 4

Химическая продукция	Максимальное давление, кПа	Время повышения давления с 690 до 2070 кПа, мс	Результат
Дикумилпероксид, с 60 % инертной твердой химической продукции	< 690[1)]	—	Нет
2,5-Диэтокси-4-морфолинбензолдиазоний-тетрафторборат, 97 %	> 2070	308	Да, медленно
Дилауроила пероксид	990	—	Нет
2,5-Диметил-2,5-ди-(трет-бутилперокси)-гексин-3	> 2070	70	Да, медленно
Магния монопероксифталатгексагидрат, 85 % с фталатом магния	900	—	Нет
4-Нитрозофенол	> 2070	498	Да, медленно
[1)] Воспламенения не происходит.			

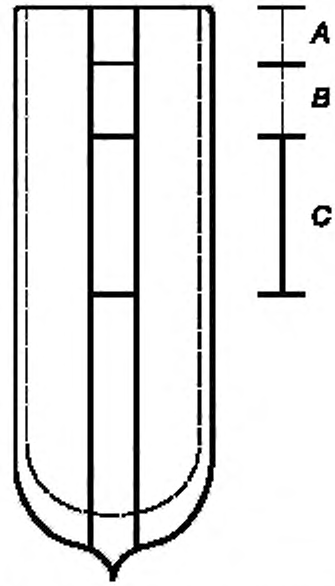
4.1.3.2 Испытание типа б) серии 3: Испытание на дефлаграцию

Введение

Данное испытание проводят для определения способности химической продукции распространять дефлаграцию.

Приборы и материалы

Испытание проводят с использованием сосуда Дьюара (см. рисунок 8), оборудованного вертикальными окнами наблюдения, расположенными с противоположных сторон. Скорость дефлаграции измеряют с помощью хронометра с точностью до 1 с.



A — высота наполнения — 20 мм ниже верхней кромки; *B* — устанавливаемая 30-миллиметровая зона дефлаграции; *C* — 50-миллиметровая зона измерения скорости дефлаграции

Рисунок 8 — Сосуд Дьюара со смотровыми окнами

Объем сосуда Дьюара составляет около 300 см^3, внутренний диаметр (48 ± 1) мм, внешний диаметр 60 мм и длина 180—200 мм. Полупериод охлаждения 265 см^3 воды в сосуде Дьюара, закрытом

пробкой, должен превышать 5 ч. От верхней части сосуда Дьюара нанесена шкала с горизонтальной градуировкой от 50 до 100 мм. Скорость распространения дефлаграции соответствует времени распространения разложения химической продукции на участке между делениями от 50 до 100 мм. Температуру химической продукции, подвергаемой испытанию, измеряют до зажигания с помощью стеклянного термометра с точностью 0,1 °С. В качестве альтернативного метода определения скорости дефлаграции и температуры образца могут быть использованы две термопары, установленные на расстоянии соответственно 50 и 100 мм от верха сосуда Дьюара.

Для зажигания химической продукции может быть использовано любое газовое пламя длиной не менее 20 мм.

В целях личной безопасности испытание следует проводить во взрывобезопасном вытяжном шкафу или в хорошо проветриваемом помещении. Мощность вытяжки должна быть достаточной для того, чтобы обеспечить такую степень разбавления продуктов разложения, чтобы можно было избежать опасности образования взрывоопасных смесей с воздухом. Между наблюдателем и сосудом Дьюара следует установить экран.

Процедура

До испытания в сосуде Дьюара необходимо провести с надлежащими мерами предосторожности пробные испытания в трубках из боросиликатного стекла. Сначала рекомендуется провести испытание с использованием трубки диаметром 14 мм, а затем — испытание с использованием трубки диаметром 28 мм. Если скорость дефлаграции во время одного из этих предварительных испытаний превышает 5 мм/с, то химическая продукция может быть сразу отнесена к химической продукции, подверженной быстрой дефлаграции, и основное испытание с использованием сосуда Дьюара можно не проводить.

Сосуд Дьюара и химическую продукцию доводят до аварийной температуры. Если химическая продукция является настолько устойчивой, что не нуждается в установлении аварийной температуры, то испытание проводят при температуре 50 °С. В сосуд Дьюара помещают 265 см химической продукции. Зернистую химическую продукцию засыпают в сосуд Дьюара таким образом, чтобы ее объемная плотность была сопоставима с плотностью при обращении и не образовывалось кусков.

Пастообразную химическую продукцию помещают в сосуд Дьюара таким способом, который исключает возможность образования в испытуемом образце воздушных карманов. Высота загруженной химической продукции должна быть примерно на 20 мм ниже верхнего края сосуда Дьюара. Регистрируют температуру и массу химической продукции. Сосуд Дьюара помещают в испытательную камеру или вытяжной шкаф, защищенный экраном, а поверхность химической продукции подвергают нагреву с помощью газовой горелки. В момент воспламенения или, напротив, когда воспламенения через 5 мин не происходит, газовую горелку отводят и гасят. Период времени, за который зона реакции перемещается между двумя делениями, определяют с помощью хронометра. Если реакция прекращается, не достигнув нижнего деления, то химическую продукцию считают неспособной к дефлаграции. Испытание проводят два раза и самый короткий промежуток времени используют для расчета скорости распространения дефлаграции.

В качестве альтернативного метода определения скорости могут быть использованы термопары, устанавливаемые книзу от центра сосуда Дьюара на расстоянии соответственно 50 и 100 мм от верхнего края сосуда. Выходные данные термопар постоянно контролируют. Прохождение фронта реакции вызывает резкое повышение показателей. Определяют время между этими скачками.

Критерии испытания и метод оценки результатов

Результаты испытания интерпретируются с учетом того, переместится ли зона реакции вниз сквозь химическую продукцию, и если да, то с какой скоростью распространения. Участие кислорода, содержащегося в воздухе, в реакции на поверхности образца не учитывают, если зона реакции распространилась на 30 мм. Если дефлаграции химической продукции не возникает в условиях проведения испытания, реакция прекращается. Скорость распространения зоны реакции (скорость дефлаграции) соответствует степени способности химической продукции к дефлаграции при атмосферном давлении.

Критерии испытания следующие:

«Да, быстро»: скорость дефлаграции превышает 5,0 мм/с;

«Да, медленно»: скорость дефлаграции меньше или равна 5,0 мм/с и больше или равна 0,35 мм/с;

«Нет»: скорость дефлаграции меньше 0,35 мм/с или реакция прекращается до того, как достигнута нижняя отметка.

Примечание — Испытание типа а) серии 1 (испытание «время — давление») проводят в том случае, если ответ «Да, быстро» не получен.

Примеры результатов

Примеры результатов испытания типа б) серии 3 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Примеры результатов испытания типа б) серии 3

Химическая продукция	Масса образца, г	Температура, °С	Скорость распространения, мм/с	Результат
Азодикарбонамид	174	50	0,35	Да, медленно
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	101	45	[1]	Нет
трет-Бутилпероксибензоат	276	50	0,65	Да, медленно
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	237	25	0,74	Да, медленно
трет-Бутилперокси-3,5,5-триметилгексаноат, 75 % в растворителе	238	50	0,27	Нет
Кумила гидропероксид, 80 % с куменом	273	50	0,12	Нет
Дибензоилпероксид	158	20	100[2]	Да, быстро
Ди-трет-бутилпероксид	212	50	0,27	Нет
Ди-(4-трет-бутилциклогексил) пероксидикарбонат	123	35	4,3	Да, медленно
Дицетилпероксидикарбонат	159	35	Нет воспламенения	Да, медленно
Дикумилпероксид	292	50	Нет воспламенения	Нет
Дициклогексил-пероксидикарбонат	—	26	26	Да, быстро
Дициклогексил-пероксидикарбонат, 90 % с водой	—	15	13	Да, быстро
Дилауроила пероксид	130	45	Нет воспламенения	Нет
Дилауроила пероксид, 42 %-ная устойчивая дисперсия в воде	265	45	Нет воспламенения	Нет
2,5-Диметил-2,5-ди-(трет-бутилперокси)-гексин-3	235	50	1,9	Да, медленно
2,5-Диметил-2,5-ди-(бензоилперокси)-гексан	231	50	6,9	Да, быстро
4-Нитрозофенол	130	35	0,9	Да, медленно

[1] Пульсирование, а затем затухание пламени; отсутствие устойчивого распространения пламени в условиях испытания.

[2] Проводят пробное испытание с использованием стеклянной трубки диаметром 14 мм при 20 °С вместо 50 °С.

4.1.4 Испытание серии 4: Испытание на дефлаграцию в упаковке

На вопрос «Происходит ли быстрая дефлаграция в упаковке?» (см. рисунок 1, клетка 6) отвечают на основе результатов испытания серии 4. В этих целях используют метод испытания на дефлаграцию в упаковке.

Данное испытание требуется лишь в отношении химической продукции, для которой получают ответ «Да, быстро» в результате проведения испытаний серии 3.

Условия испытания: испытание серии 4 применяют к упаковкам (массой не более 50 кг) химической продукции в том состоянии и том виде, в каких они находятся в обращении.

Испытание на дефлаграцию в упаковке

Введение

Это испытание применяют для определения способности упакованной химической продукции быстро распространять дефлаграцию.

Приборы и материалы

Требуется запал мощностью, достаточной только для зажигания химической продукции (например, запал, содержащий не более 2 г медленно сгорающей зажигательной пиротехнической смеси, завернутой в тонкую полимерную пленку), и соответствующий материал для обеспечения ограниченного пространства.

Процедура

Испытание проводят с упакованной химической продукцией в том состоянии и в том виде, в каких она находится в обращении. Упаковку устанавливают на земле, а запал — в центре химической продукции. При испытании жидкой химической продукции следует предусмотреть опору-держатель из металлической проволоки для установки запала в соответствующем месте. Запал должен быть изолирован от жидкости. Испытание проводят в ограниченном пространстве. Предпочтительный метод обеспечения ограниченного пространства состоит в укладке слоя сыпучего песка вокруг упаковки, подвергаемой испытанию, минимальной толщиной 0,5 м по всему периметру. В этих целях могут также применяться ящики, мешки или бидоны, наполненные землей или песком и установленные вокруг и поверх упаковки с соблюдением такой же минимальной толщины. Испытание проводят три раза, если только до этого не произойдет взрыв. Если после воспламенения дефлаграции не наблюдается, к упаковке нельзя приближаться по меньшей мере 30 мин. Рекомендуется установить рядом с воспламенителем термопару для контроля за его работой и для проверки того, безопасно ли приближаться к упаковке.

Критерии испытания и метод оценки результатов

Результаты испытания оценивают с учетом наличия следующих признаков быстрой дефлаграции испытуемой химической продукции:

- разрушения упаковки;
- разрыва и разбрасывания большей части материала, образующего ограниченное пространство.

Критерии испытания следующие:

«Да»: разрушение внутренней или наружной тары с образованием более трех осколков (исключая нижнюю и верхнюю части тары) свидетельствует о том, что испытуемая химическая продукция быстро дефлагрировала в упаковке;

«Нет»: отсутствие осколков или образование не более трех осколков внутренней или наружной тары, исключая нижнюю и верхнюю части тары, указывает на то, что испытуемая химическая продукция не дефлагрировала быстро в упаковке.

Примеры результатов

Примеры результатов испытания серии 5 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 6.

Таблица 6 — Примеры результатов испытания серии 4

Химическая продукция	Упаковка	Число осколков	Результат
Дибензоилпероксид	1A2, 25 кг	> 40	Да
Дибензоилпероксид	4G, 25 кг	> 40	Да
Дибензоилпероксид, 94 % с водой	1A2, 25 кг	> 40	Да
Дибензоилпероксид,75 % с водой	4G, 25 кг	Осколков нет	Нет

4.1.5 Испытания серии 5

На вопрос «Какова реакция на нагревание в ограниченном объеме?» (см. рисунок 1, клетки 7, 8, 9 и 12) отвечают на основе результатов испытаний серии 5.

В настоящее время для этих целей используют методы испытаний, представленные в таблице 7.

Таблица 7 — Используемые методы испытаний для испытаний серии 5

Код испытания (серия, тип)	Название испытания	Подраздел
3 а)	Испытание на дефлаграцию в упаковке (испытание по Коенену) [1)]	4.1.5.1
3 б)	Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Нидерландах [2)]	4.1.5.2

[1)] Рекомендуемое испытание для саморазлагающейся химической продукции.
[2)] Рекомендуемое испытание для органических пероксидов.

4.1.5.1 Испытание типа а) серии 5: Испытание по Коенену

Введение

Данное испытание применяют для определения чувствительности химической продукции к эффекту интенсивного нагревания в условиях сильно ограниченного объема. Может быть использовано вместе с дополнительным испытанием на нагревание в ограниченном объеме.

Приборы и материалы

Прибор (см. рисунок 9) состоит из стальной трубки одноразового использования с запорным элементом многоразового использования, установленной в защитно-нагревательном устройстве. Трубка изготовлена методом глубокой вытяжки из тонколистовой стали соответствующего качества. Масса трубки составляет (25,5 ± 1,0) г. Открытый конец трубки имеет фланец. Закрывающую пластину с отверстием, через которое выходят газы разлагающейся химической продукции, изготовляют из жаропрочной хромистой стали и она имеет варианты со следующими диаметрами отверстий: 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 5,0; 8,0; 12,0; 20,0 мм. Размеры резьбового кольца и гайки (запорного элемента) приведены на рисунке 9.

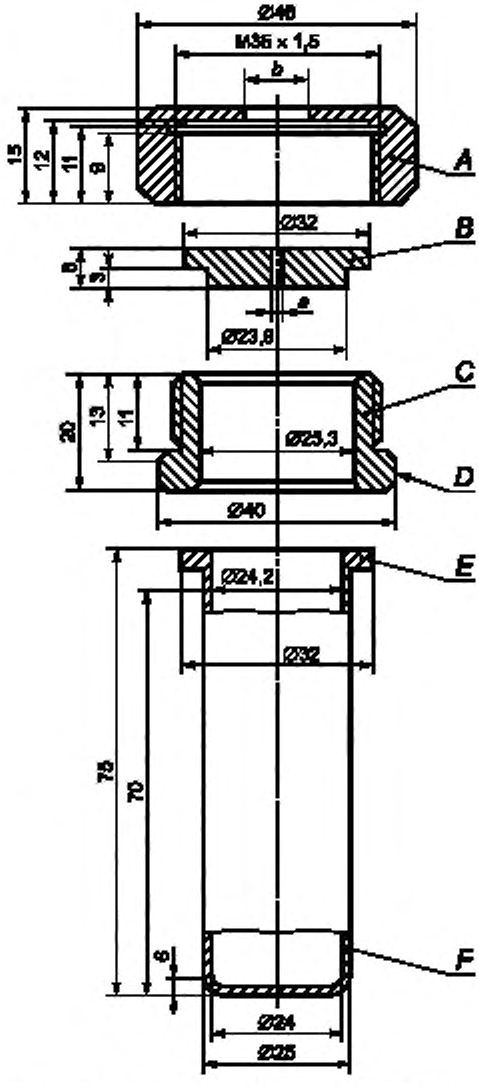
Нагрев осуществляют с использованием пропана, подаваемого из промышленного баллона, имеющего регулятор давления, через расходомер и распределительный коллектор на четыре горелки. Могут быть использованы другие топливные газы при условии обеспечения ими указанной скорости нагрева. Давление газа регулируют путем калибровки в целях получения скорости нагрева, равной (3,3 ± 0,3) К/с. В ходе калибровки осуществляют разогрев трубки (имеет пластинку с отверстием размером 1,5 мм), заполненной 27 $см^3$ дибутилфталата. Время, за которое температура жидкости (измеряемая с помощью термопары диаметром 1 мм, установленной по центру на 43 мм ниже оконечности трубки) поднимется со 135 °С до 285 °С, регистрируют и рассчитывают скорость нагрева.

Так как при испытании трубка может быть разрушена, нагрев производится в защитном сварном ящике, конструкция и размеры которого показаны на рисунке 10. Трубка лежит на двух стрежнях, установленных в отверстия, просверленные в противоположных стенках ящика. Горелки зажигают одновременно пусковым жиклером или электрическим воспламенителем. Прибор для испытания помещают в защитную зону. Необходимо принять меры, обеспечивающие, чтобы никакие воздушные потоки не влияли на пламя горелок. Следует обеспечить вытяжку газов или дыма, образующихся в результате испытания.

Процедура

Обычно химическую продукцию испытывают в том виде, в каком ее получают, хотя в некоторых случаях может оказаться необходимым испытывать химическую продукцию в размельченном виде. Для твердой химической продукции массу материала, используемого для каждого испытания, определяют с помощью двухэтапной процедуры холостого испытания. Тарированную трубку заполняют 9 $см^3$ химической продукции и трамбуют[1)] путем приложения ко всему поперечному сечению трубки усилия 80 Н. Если материал сжимается, то добавляют и трамбуют его дополнительное количество, пока трубка не будет заполнена до высоты 55 мм от верхнего края. Определяют общую массу, необходимую для наполнения трубки до уровня 55 мм, и засыпают две добавочные партии, каждую из которых трамбуют с применением усилия 80 Н. Далее материал либо добавляют и трамбуют, либо изымают так, чтобы трубка была заполнена до уровня 15 мм от верхнего края.

[1)] По соображениям безопасности, например в случае, если химическая продукция чувствительна к трению, трамбовать ее не следует. Если физическое состояние образца может быть изменено в результате сжатия или если сжатие образца не соотносится с обычными условиями обращения продукции, например в случае волокнистых материалов, то можно использовать более типичные методы наполнения.



A — гайка (*b* = 10,0 или 20,0 мм), рассчитанная на гаечный ключ 41: *B* — пластина с отверстием (*a* = 1,0 × 20,0 мм в диаметре), *C* — резьбовое кольцо; *D* — фаски для гаечного ключа 36; *E* — фланец; *F* — трубка

Рисунок 9 — Прибор для проведения испытания по Коненену (опытный комплект с трубкой)

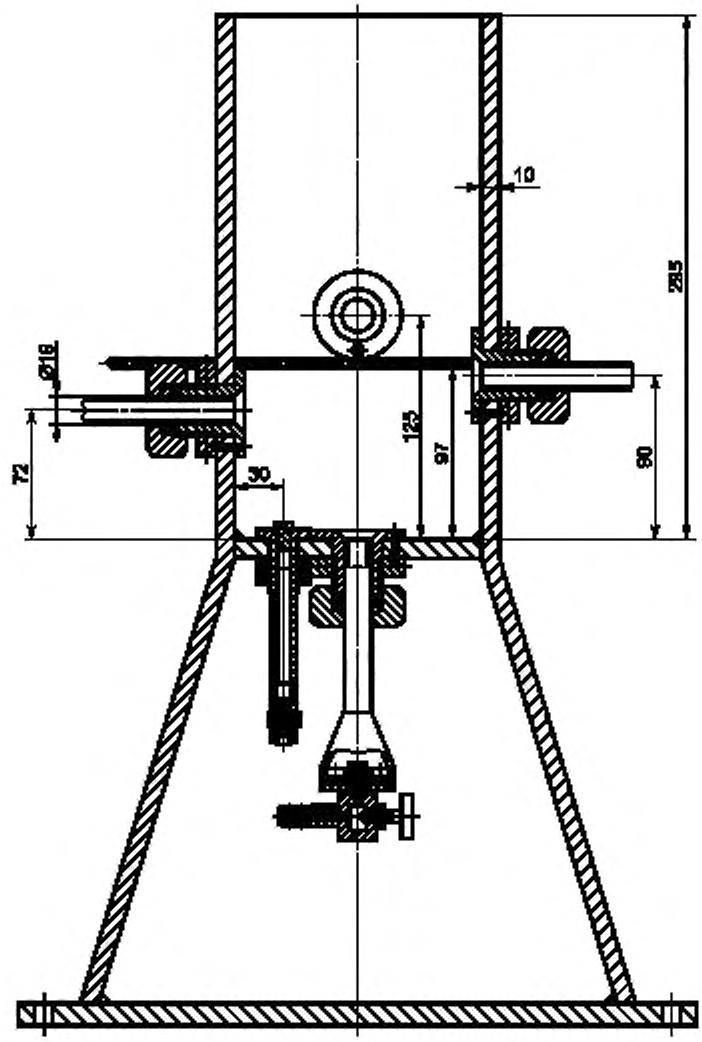


Рисунок 10 — Защитно-нагревательное устройство

Производят вторую набивку, начиная с утрамбованной добавочной партии, составляющей третью часть по отношению к общей массе, рассчитанной при первой набивке. Трамбуют с применением усилия 80 Н две добавочные партии и уровень химической продукции в трубке устанавливают на расстоянии 15 мм от верхнего края путем добавления или изъятия материала. Количество твердого материала, установленного в ходе второй набивки, используют для каждого пробного наполнения, осуществляемого с помощью трех равноценных добавочных партий, каждая из которых сжимается до 9 $м^3$ (этот процесс может быть облегчен путем использования разделительных колец). Жидкости и гели загружают в трубку до высоты 60 мм, причем гели следует загружать с особой осторожностью, чтобы предотвратить образование пустот. Резьбовое кольцо надевают на трубку снизу, вставляют соответствующую пластинку с отверстием и после нанесения смазки на основе дисульфида молибдена гайку завинчивают вручную.

Важно проверить, не попала ли химическая продукция в пространство между фланцем и пластиной или на резьбу.

В случае использования пластин с отверстями диаметрами 1,0 — 8,0 мм следует применять гайки с отверстием диаметром 10,0 мм; если диаметр отверстия пластины больше 8,0 мм, то отверстие гайки

должно иметь диаметр 20,0 мм. Каждую трубку используют только для одного испытания. Пластина с отверстием, резьбовые кольца и гайки могут быть использованы повторно, если они не повреждены.

Трубку помещают в жестко установленные тиски, а гайку завинчивают гаечным ключом. Затем трубку укладывают на два стержня в защитном ящике. Испытательную зону освобождают, подают газ и зажигают горелки. Время до наступления реакции и продолжительность реакции могут дать дополнительную информацию, необходимую для анализа результатов. Если разрыва трубки не происходит, то нагрев следует продолжать по меньшей мере в течение 5 мин до завершения испытания. После каждого испытания осколки трубки, если они имеются, собирают и взвешивают.

Различают следующие виды воздействия на трубку:

«О»: трубка не подверглась изменениям;

«А»: дно трубки выгнулось;

«В»: дно и стенка трубки выгнулись;

«С»: дно трубки раскололось;

«D»: стенка трубки раскололась;

«Е»: трубка раскололась на два[1)] осколка;

«F»: трубка раскололась на три[1)] части или более, главным образом крупные, которые в некоторых случаях могут быть соединены друг с другом с помощью узкой ленты;

«G»: трубка раскололась на множество частей, главным образом мелких, причем запорный элемент не поврежден;

«Н»: трубка раскололась на множество очень мелких частей, запорный элемент выгнулся или раскололся.

Примеры разрушений видов «D», «Е» и «F» показаны на рисунке 11.

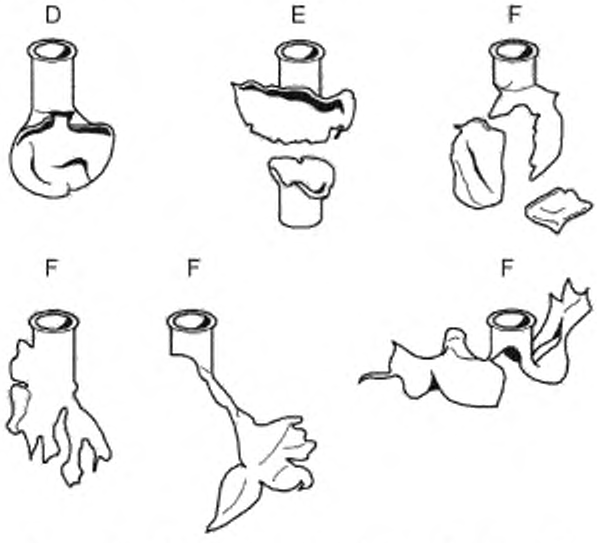


Рисунок 11 — Примеры разрушений видов «D», «Е» и «F»

Если испытание привело к разрушениям видов «О» — «Е», результат расценивают как «отсутствие взрыва». Если испытание приводит к разрушениям видов «F», «G» или «Н», результат расценивают как «взрыв».

Серию испытаний начинают с одного испытания, при котором применяют пластину с отверстием диаметром 20,0 мм. Если при этом испытании наблюдается результат «взрыв», серию испытаний продолжают с использованием трубок без пластин с отверстиями и без гаек, но с резьбовыми кольцами (отверстия диаметром 24,0 мм). Если при диаметре отверстия 20,0 мм наблюдается «отсутствие взрыва», серию испытаний продолжают путем одиночных испытаний с использованием пластин с отверстиями диаметрами 12,0; 8,0; 5,0; 3,0; 2,0; 1,5 и, наконец, 1,0 мм до тех пор, пока при одном из этих диаметров не будет получен результат «взрыв». Затем испытания проводят при более крупных диаметрах

[1)] Верхнюю часть трубки, остающуюся в запорном элементе, засчитывают как один осколок.

в соответствии с последовательностью: 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 5,0; 8,0; 12,0; 20,0 мм, до получения только отрицательных результатов в трех испытаниях одного уровня. Предельным диаметром химической продукции является самый большой диаметр отверстия, при котором получен результат «взрыв». Если при диаметре 1,0 мм не получен результат «взрыв», регистрируют предельный диаметр менее 1,0 мм.

Критерии испытания и метод оценки результатов

Критерии испытания следующие:

«Бурная»: предельный диаметр больше или равен 2,0 мм;

«Средняя»: предельный диаметр равен 1,5 мм;

«Слабая»: предельный диаметр равен или меньше 1,0 мм, и эффект, полученный при любом испытании, отличается от типа «О»;

«Отсутствует»: предельный диаметр меньше 1,0 мм, и эффект, полученный при всех испытаниях, относится к типу «О».

Примеры результатов

Примеры результатов испытания типа а) серии 5 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 8.

Таблица 8 — Примеры результатов испытания типа а) серии 5

Химическая продукция	Плотность, кг/м^3	Примечание	Результат
Нитрат аммония, гранулы + жидкое топливо	840—900	В первоначальном виде	–
Нитрат аммония, гранулы + жидкое топливо	750—760	2 температурных цикла	+
Нитрат аммония + тринитротолуол + горючий материал	1030—1070	В первоначальном виде	+
Нитрат аммония в гранулах + динитротолуол (на поверхности)	820—830	В первоначальном виде	–
Нитрат аммония в гранулах + динитротолуол (на поверхности)	800—830	30 ч при 40°С	+
Нитрат аммония + динитротолуол + горючий материал	970—1030	В первоначальном виде	–
Нитрат аммония + динитротолуол + горючий материал	780—960	В первоначальном виде	+
Нитрат аммония + горючий материал	840—950	В первоначальном виде	–
Нитрат аммония + горючий материал	620—840	В первоначальном виде	+
Нитрат аммония + нитрат щелочного металла + нитрат щелочноземельного металла + алюминий + вода + горючий материал	1300—1450	В первоначальном виде	–
Нитрат аммония + нитрат щелочного металла + нитрат щелочноземельного металла + алюминий + вода + горючий материал	1130—1220	В первоначальном виде	+
Нитрат аммония + нитрат щелочного металла + нитрат + тринитротолуол + алюминий + вода + горючий материал	1500	В первоначальном виде	–
Нитрат аммония + нитрат щелочного металла + нитрат + тринитротолуол + алюминий + вода + горючий материал	1130—1220	В первоначальном виде	+
Нитрат аммония/метанол (90/10), в гранулах			–
Нитрат аммония/нитрометан, 87/13			+
Нитрат аммония/жидкое топливо (94/6), в гранулах			–
Нитрат аммония/жидкое топливо (94/6), 200 мкм			+
Тринитротолуол, в гранулах			+

4.1.5.2 Испытание типа б) серии 5: Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Нидерландах

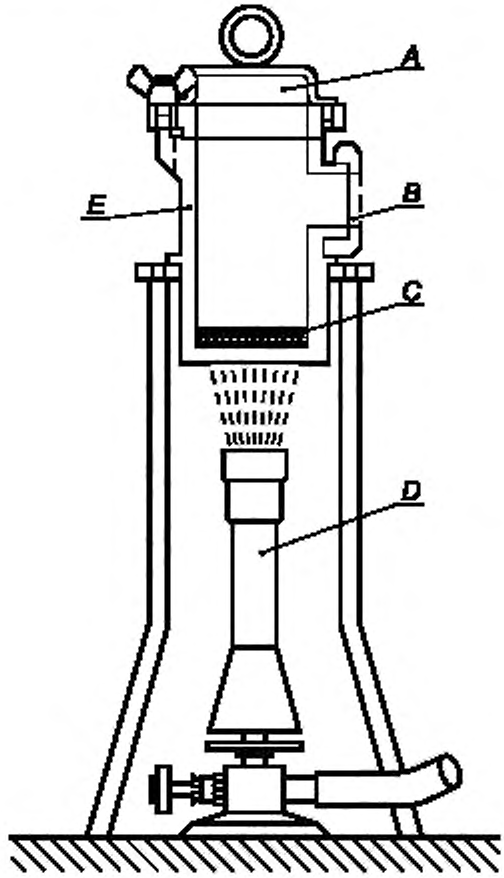
Введение

Данное испытание применяют для определения чувствительности химической продукции к эффекту интенсивного нагревания в условиях определенного ограниченного объема. Может быть использовано вместе с дополнительным испытанием на нагревание в ограниченном объеме.

Приборы и материалы

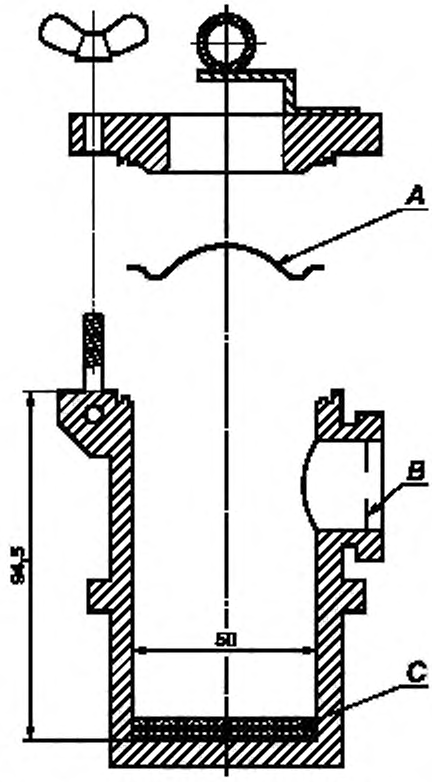
Сосуд высокого давления

Оборудование для испытания показано на рисунке 12. Сосуд изготовлен из нержавеющей стали типа AISI 316. Используется 8 дисков для отверстий, диаметры которых составляют: 1,0; 2,0; 3,5; 6,0; 9,0; 12,0; 16,0 и 24,0 мм. Толщина этих дисков составляет (2,0 ± 0,2) мм. Разрывные мембраны представляют собой алюминиевые диски диаметром 38 мм, рассчитанные на разрыв при (620 ± 60) кПа и 22 °С (см. рисунок 13).



A — разрывная мембрана; *B* — пластина с отверстием; *C* — опытный образец; *D* — горелка типа «Теклю»; *E* — сосуд высокого давления внутренним диаметром 50 мм и внутренней высотой 94,5 мм

Рисунок 12 — Прибор для проведения испытания с использованием сосуда высокого давления, применяемого в Нидерландах



A — разрывная мембрана; *B* — пластина с отверстием; *C* · · опытный образец

Рисунок 13 — Комплект разрывной мембраны

Устройство для нагрева

Нагрев сосуда высокого давления осуществляется посредством сжигания промышленного бутана, поступающего из баллона, оснащенного редуктором. Применяют газовую горелку типа «Теклю». Допускается применение других газов при условии использования соответствующей горелки и обеспечения скорости нагрева (3,5 ± 0,3) К/с. Следует проверить скорость нагрева путем нагрева 10 г дибутилфталата в сосуде высокого давления и измерения его температуры. Время, затраченное на повышение температуры масла с 50 °С до 200 °С, регистрируют и рассчитывают скорость нагрева.

Процедура

Для проведения обычного испытания в сосуд помещают 10 г химической продукции. Дно сосуда покрывают ровным слоем химической продукции. Сначала используют пластину с 16-миллиметровым отверстием, затем устанавливают разрывную мембрану, пластину с центральным отверстием и зажимную втулку. Гайки-барашки завинчивают вручную, а глухую гайку — гаечным ключом. Разрывную мембрану покрывают достаточным количеством воды для ее охлаждения. Сосуд высокого давления устанавливают на треногу (с кольцом внутренним диаметром 67 мм), помещенной в защитный цилиндр. Кольцо, расположенное в средней части сосуда высокого давления, должно опираться на треногу.

После включения горелки подачу газа и воздуха регулируют таким образом, чтобы пламя имело голубой цвет, а внутренний конус пламени — светло-голубой. Высота треноги должна быть такой, чтобы внутренний конус слегка касался дна сосуда. Горелку устанавливают под сосудом через отверстие, проделанное в защитном цилиндре. Место проведения испытания должно быть оборудовано хорошей вентиляцией и доступ к нему во время проведения испытания должен быть закрыт. Наружное наблюдение за сосудом осуществляют либо с помощью зеркал, либо через закрытое бронированным стеклом отверстие в стене. Измеренное время до реакции и продолжительность реакции могут дать дополнительную информацию, полезную для интерпретации результатов. В конце сосуд охлаждают в воде и очищают.

Если разрыва мембраны при диаметре отверстия 16 мм не происходит, эксперименты продолжают в последовательности 6,0, 2,0 и 1,0 мм (один эксперимент при каждом диаметре), пока не наступит разрыв мембраны. В случае, если не наблюдается разрыва мембраны при диаметре отверстия 1,0 мм, следующее испытание при этом диаметре проводят с использованием 50 г вместо 10 г химической продукции.

Если разрыва мембраны по-прежнему не происходит, испытание продолжают до трех последовательно проведенных экспериментов, не приведших к разрыву мембраны. В случае же разрыва эксперименты продолжают на следующем, более высоком уровне (10 г вместо 50 г химической продукции или следующий диаметр отверстия), пока не будет найден уровень, при котором не происходит разрывов в трех последовательных экспериментах.

Критерии испытания и метод оценки результатов

Относительная степень чувствительности химической продукции к нагреву в сосуде высокого давления выражается величиной предельного диаметра, т. е. самого большого диаметра отверстия в миллиметрах, при котором по крайней мере в одном из трех испытаний разрывная мембрана разрушается, даже если в ходе трех испытаний с использованием пластин с последующими большими диаметрами отверстий она остается неповрежденной.

Критерии испытания следующие:

«Бурная реакция»: разрыв мембраны при диаметре отверстия 9,0 мм или более при массе образца 10 г;

«Средняя реакция»: отсутствие разрыва мембраны при диаметре отверстия 9,0 мм, но разрыв мембраны при диаметре отверстия 3,5 мм или 6,0 мм — при массе образца 10 г;

«Слабая реакция»: отсутствие при диаметре отверстия 3,5 мм и при массе образца 10 г, но разрыв мембраны при диаметре отверстия 1,0 мм или 2,0 мм — при массе образца 10 г, или разрыв мембраны при диаметре отверстия 1,0 мм при массе образца 50 г;

«Реакция отсутствует»: отсутствие разрыва мембраны при диаметре отверстия 1,0 мм при массе образца 50 г.

Примеры результатов

Примеры результатов испытания типа б) серии 5 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 9.

Таблица 9 — Примеры результатов испытания типа б) серии 5

Химическая продукция	Предельный диаметр, мм	Реакция (результат)
Азодикарбонамид	1,5	Слабая
2,2'-Азоди(2,4-диметилвалеронитрил)	6,0	Средняя
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	5,5	Средняя
2,2'-Азоди(2-метилбутиронитрил)	6,0	Средняя
трет-Бутилпероксибензоат	9,0	Бурная
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	6,0	Средняя
Кумила гидропероксид, 80 % с куменом	1,0	Слабая
Дибензоилпероксид, 75 % с водой	6,0	Средняя
Ди-трет-бутилпероксид	3,5	Средняя
2,5-Диэтокси-4-морфолинобензолдиазонийцинк-хлорид, 90 %	<1,0 [1)]	Отсутствует
2,5-Диэтокси-4-морфолинобензолдиазоний-тетрафторборат, 97 %	<1,0	Отсутствует
2,5-Диэтокси-4-(фенилсульфонил)-бензолдиазоний-цинкхлорид, 67 %	<1,0 [1)]	Отсутствует
Дилауроила пероксид	2,0	Слабая
Дилауроила пероксид, 42 %, устойчивая дисперсия в воде	<1,0 [1)]	Отсутствует
3-Метил-4-(пирролидинил-1)бензолдиазоний-тетрафторборат, 95 %	<1,0 [1)]	Отсутствует
4-Нитрозофенол	1,0 [1)]	Слабая
[1)] Испытание проведено с образцом массой 50 г.		

4.1.6 Испытание серии 6: Испытание по модифицированному методу Трауцля

На вопрос «Какова взрывная мощность?» (см. рисунок 1, клетка 11) отвечают на основе результатов испытания серии 6.

В настоящее время для этих целей используют испытание по модифицированному методу Трауцля.

Химическая продукция, не рассматриваемая с этой целью, может быть отнесена к классу 5 (типу Е) без дальнейших испытаний.

Данное испытание может быть также использовано в отношении химической продукции, проверяемой на способность распространять детонацию.

Условия испытаний:

- результаты, полученные в ходе испытания, зависят от чувствительности химической продукции к детонирующему удару и от мощности использованного детонатора. Если результаты значительно ниже результатов, полученных при испытании аналогичной химической продукции, может быть использована более мощная система инициирования, соответствующим образом адаптированная (например, за счет использования инертных образцов) к критериям испытания;

- испытания проводят при температуре окружающей среды. Однако, если контрольная температура ниже температуры окружающей среды, необходимо принять соответствующие меры предосторожности. Если химическая продукция находится в обращении при регулируемой температуре как твердая химическая продукция, но является жидкой при температуре окружающей среды, то в таком случае испытание проводят при температуре, которая чуть ниже ее точки плавления.

Испытание по модифицированному методу Трауцля

Введение

Данное испытание проводят в целях измерения взрывной мощности химической продукции. Детонатор инициируется в химической продукции, которая содержится в ограниченном объеме полости свинцового блока. Взрывная мощность выражается в среднем увеличении объема полости в свинцовом блоке по сравнению с величиной, полученной в ходе испытания инертной химической продукции, обладающей аналогичными физическими свойствами.

Приборы и материалы

Свинцовый блок изготовляют из цельнолитого или выдавленного свинцового стержня диаметром (50 ± 1) мм и длиной 70 мм, он имеет полость диаметром 25,4 мм и длиной 57,2 мм (см. рисунок 14). Полость высверливают перкой, чтобы избежать повреждения блока. В качестве капсюля-детонатора используют стандартный детонатор № 8 (США) (см. приложение А). Комплект А используют для жидкой и пастообразной химической продукции, комплект В — для твердой химической продукции (см. рисунок 15). Для образца в комплекте А используют флакон объемом 12 мл, имеющий наружный диаметр 21 мм. Для образца в комплекте В используют флакон объемом 16 мл, имеющий наружный диаметр 24,9 мм. Стандартные полиэтиленовые пробки поставляют вместе с флаконами. Трубку, фиксирующую положение капсюля-детонатора в комплектах А и В, изготовляют из боросиликатного стекла. Ее внешний диаметр 10 мм, длина 75 мм. Трубку плотно вставляют в отверстие диаметром 10 мм, высверленное в центре полиэтиленовой пробки. Для удержания флакона в центре полости свинцового блока в комплекте А используют два резиновых О-видных кольца (внутренний диаметр 16,5 мм, диаметр поперечного сечения 2,5 мм).

Процедура

Шестиграммовый образец помещают во флакон, собранный должным образом, который вставляют в свинцовый блок. Свинцовый блок устанавливают на твердую поверхность в защищенной зоне, капсюль-детонатор полностью вводят внутрь и после того, как все люди покинут зону испытания, капсюль приводят в действие. С помощью воды, используемой до и после испытания, измеряют с точностью до 0,2 мл объем полости в свинцовом блоке.

Три испытания проводят на химической продукции и одно — на инертной эталонной химической продукции с использованием комплекта того же типа.

Критерии испытаний и метод оценки результатов

Взрывная мощность опытного образца выражается в среднем увеличении объема полости в свинцовом блоке по сравнению с величиной, полученной при испытании инертной эталонной химической продукции.

Критерии испытания следующие:

«Не слабая»: среднее чистое расширение в блоке равно или превышает 12 см^3;

«Слабая»: среднее чистое расширение в блоке составляет менее 12 см^3, но превышает 3 см^3;

«Отсутствует»: среднее чистое расширение в блоке равно или составляет менее 3 см^3.

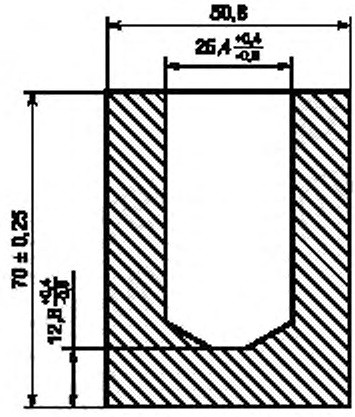
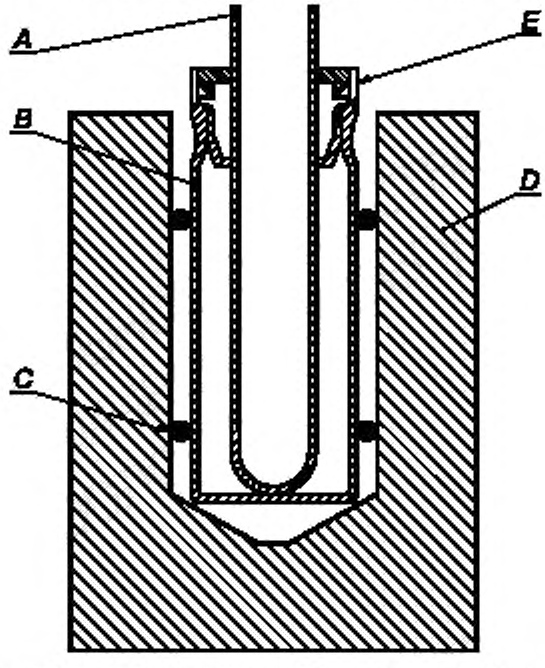


Рисунок 14 — Установка для проведения испытания по модифицированному методу Трауцля



A — стеклянная трубка; *B* — стеклянный флакон (12 мл в комплекте А, 16 мл в комплекте В);
C — О-видное кольцо (только в комплекте А); *D* — свинцовый блок; *E* — пробка

Рисунок 15 — Комплекты А и В

Примеры результатов

Примеры результатов испытания серии 6 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 10.

Расширение с инертной эталонной химической продукцией в комплекте А приведено в таблице 11.

Таблица 10 — Примеры результатов испытания серии 6

Химическая продукция	Среднее чистое расширение, $см^3$	Реакция (результат)
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	18	Не слабая
2,2'-Азоди(2-метилбутиронитрил)	14	Не слабая
трет-Бутила гидропероксид, 72 % с водой	7	Слабая
трет-Бутилпероксиацетат, 75 % в растворе	25	Не слабая
трет-Бутилпероксибензоат	19	Не слабая
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	10	Слабая
Кумила гидропероксид, 85 % с куменом	5	Слабая
Дибензоилпероксид	16	Не слабая
Ди-трет-бутилпероксид	12	Не слабая
Ди-втор-бутилпероксидикарбонат	23[1)]	Не слабая
Диизопропилпероксидикарбонат	45[1)]	Не слабая
2,5-Диметил-2,5-ди-(трет-бутилперокси) гексин-3	31	Не слабая
2,5-Диметил-2,5-ди-(бензоилперокси) гексан	9	Слабая
Ди-н-пропилпероксидикарбонат	32[1)]	Не слабая
[1)] Проведено при температуре окружающего воздуха.		

Таблица 11 — Расширение с инертной эталонной химической продукцией в комплекте А

Химическая продукция	Среднее чистое расширение, $см^3$
Воздух	6
Диметилфталат	10
Уайт-спирит	10,5
Паста, 60 % $CaCO_3$ + 40 % диметилфталата	8
Вода	10

4.1.7 Испытание серии 7: Испытания на тепловой взрыв в упаковке

Испытание серии 7 предназначено для ответа на вопрос «Может ли взорваться в упакованном виде?» (см. рисунок 1, клетка 10). В настоящее время используют метод испытания на тепловой взрыв в упаковке.

Данное испытание необходимо проводить только для химической продукции, бурно реагирующей в ходе испытаний, связанных с нагревом в определенном ограниченном объеме (испытания серии 5).

Условие испытаний: испытание серии 7 применяют к упаковкам химической продукции (массой не более 50 кг) в том состоянии и в том виде, в каких она находится в обращении.

Испытание на тепловой взрыв в упаковке

Введение

Данное испытание проводят для определения потенциала теплового взрыва химической продукции в упаковке.

Приборы и материалы

Для проведения данного испытания необходимы следующие приборы и материалы:

- тара (не крупнее тары, необходимой для 50 кг химической продукции);
- химическая продукция;
- соответствующий нагревательный прибор (например, мощностью 2 кВт на 25 кг химической продукции);
- оборудование для измерения.

Процедура

Испытание проводят с упакованной химической продукцией в том состоянии и том виде, в каких она находится в обращении. Метод инициирования теплового взрыва состоит в как можно более равномерном нагреве химической продукции с помощью электрической нагревательной спирали, находящейся в упаковке. Поверхностная температура нагревательной спирали не должна быть настолько высокой, чтобы вызвать преждевременное воспламенение химической продукции. Может возникнуть необходимость в использовании нескольких нагревательных спиралей. Упаковку устанавливают на стенд в целях ее удержания в вертикальном положении. Включают систему нагрева и постоянно регистрируют температуру химической продукции. Скорость нагрева должна составлять около 60 °С/ч. Разница температур химической продукции в верхней и нижней частях упаковки должна быть как можно меньшей. Рекомендуется предусмотреть возможность дистанционного уничтожения упаковки в случае повреждения нагревательного прибора. Испытание проводят дважды, если только после первого испытания не произойдет взрыва.

Критерии испытания и метод оценки результатов

Осуществляют наблюдение за признаками взрыва испытуемой упаковки, о наличии которых свидетельствует разрушение упаковки. Полученные результаты действительны только для испытуемой упаковки.

Критерии испытания следующие:

«Да»: разрушение внутренней и/или наружной тары с образованием более трех фрагментов (за исключением нижней и верхней частей тары) свидетельствует о том, что испытуемая химическая продукция может привести к взрыву этой упаковки;

«Нет»: отсутствие разрушения или разрушение с образованием не более трех фрагментов свидетельствует о том, что испытуемая химическая продукция не взрывается в упаковке.

Примеры результатов

Примеры результатов испытания серии 7 для некоторой химической продукции приведены в таблице 12.

Таблица 12 — Примеры результатов испытания серии 7

Химическая продукция	Упаковка	Число осколков	Результат
2,2'-Азоди-(изобутиронитрил)	4G, 30 кг	Б.О. [1)]	Нет
трет-Бутилпероксибензоат	1В1,25л	> 30	Да
трет-Бутилпероксибензоат	6HG2, 30 л	Б.О. [1)]	Нет
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	1В1,25л	> 5	Да
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	6HG2, 30 л	Б.О. [1)]	Нет
трет-Бутилпероксиизопропилкарбонат	1В1,25л	> 80	Да
трет-Бутилпероксиизопропилкарбонат	6HG2, 30 л	> 20	Да
трет-Бутилпероксипивалат, 75 % в растворе	6HG2, 30 л	Б.О. [1)]	Нет
Дибензоилпероксид, 75 % с водой	4G, 25 кг	Б.О. [1)]	Нет
2,2-Ди-(трет-бутилперокси)бутан, 50 % в растворе	3H1, 25 л	Б.О. [1)]	Нет
2,2-Ди-(трет-бутилперокси)бутан, 50 % в растворе	6HG2, 30 л	Б.О. [1)]	Нет
[1)] «Б.О.» означает «без осколков».			

4.1.8 Испытания серии 8

В данной серии испытаний содержатся методы испытаний для определения ТСУР. ТСУР определяется как самая низкая температура, при которой химическая продукция, находящаяся в упаковке, может подвергнуться самоускоряющемуся разложению. Значение ТСУР зависит от комбинированного воздействия таких составляющих, как температура окружающей среды, кинетика разложения, размер упаковки, а также способность химической продукции и ее тары к теплопередаче. Для облегчения толкования результатов могут быть использованы модели, при которых основное сопротивление тепловому потоку оказывается:

- на линии раздела, т. е. на поверхности упаковки (модель Семенова);
- внутри химической продукции (модель Франк-Каменцкого); или
- сочетанием этих двух элементов (модель Томаса).

Испытания серии 8 включают процедуру и критерии, касающиеся теплоустойчивости химической продукции при температурах, при которых она находится в обращении, или касающиеся установления того, соответствует ли химическая продукция определению саморазлагающейся.

В настоящее время для этих целей используют методы, представленные в таблице 13.

Таблица 13 — Используемые методы испытаний для испытаний серии 5

Код испытания (серия, тип)	Название испытания	Подраздел
8 а)	Испытание в целях определения ТСУР методом США [1)]	4.1.8.1
8 б)	Испытание на хранение в адиабатических условиях (ИАУ) [2)]	4.1.8.2
8 в)	Испытание на хранение в условиях аккумулирования тепла [3)]	4.1.8.3
[1)] Рекомендуемое испытание для химической продукции, находящейся в упаковке. [2)] Рекомендуемое испытание химической продукции, находящейся в упаковке, контейнерах средней грузоподъемности для массовых грузов (КСГМГ) или цистернах. [3)] Рекомендуемое испытание для химической продукции, находящейся в упаковках, КСГМГ или малых цистернах.		

Каждое испытание связано либо с хранением при установленной внешней температуре и наблюдением за любой инициированной реакцией, либо с хранением в условиях, близких к адиабатическим, и измерением скорости теплообразования в зависимости от температуры. Каждый из указанных методов применяют к твердой, жидкой и пастообразной химической продукции и дисперсиям.

Данный перечень испытаний не является исчерпывающим; могут быть использованы другие испытания, если с их помощью можно получить точное значение ТСУР упакованной химической продукции.

Если необходимо (ТСУР < 50 °С для органических пероксидов, ТСУР < 55 °С для саморазлагающейся химической продукции), контрольная и аварийная температуры могут быть определены на основе ТСУР в соответствии с таблицей 14.

Таблица 14 — Определение контрольной и аварийной температур

Тип сосуда	ТСУР [1)]	Контрольная температура	Аварийная температура
Одиночная тара и КСГМГ	< 20 °С или ниже	На 20 °С ниже ТСУР	На 10 °С ниже ТСУР
	от > 20 °С до 35 °С	На15 °С ниже ТСУР	На 10 °С ниже ТСУР
	выше 35 °С	На 10 °С ниже ТСУР	На 5 °С ниже ТСУР
Переносные цистерны	<50 °С	На 10 °С ниже ТСУР	На 5 °С ниже ТСУР
[1)] ТСУР упакованной для обращения химической продукции.			

Если химическую продукцию испытывают на предмет определения того, является ли она саморазлагающейся химической продукцией, то проводят испытания серии 8 или подходящее альтернативное испытание с целью определить, составляет ли ее ТСУР ≤ 75 °С, если она находится в 50-килограммовой упаковке.

Результаты, полученные для наиболее крупной упаковки, применимы к меньшим по размеру упаковкам аналогичной конструкции и из аналогичного материала, если теплопередача на единицу массы не меньше, чем для более крупной упаковки.

Условия испытаний:

- до проведения испытаний в целях определения ТСУР определяют эффект нагревания в ограниченном объеме (испытания серии 5). Следует принять меры безопасности, учитывающие возможность опасного разрушения испытательного сосуда и опасность, связанную с воспламенением вторичных топливовоздушных смесей и с выделением токсичных продуктов разложения. Химическую продукцию, способную детонировать, следует испытывать лишь после принятия особых мер предосторожности;

- выбранное испытание должно быть репрезентативным с точки зрения размера и материала упаковки. В случае выбора металлической тары, КСГМГ или цистерн может возникнуть необходимость в том, чтобы включить в опытный образец репрезентативное с точки зрения металла(ов) и площади контакта количество металла;

- особую осторожность следует проявлять при работе с образцами, которые были испытаны, так как в них могли произойти изменения, сделавшие их менее устойчивыми и более чувствительными. После испытания образцы следует как можно скорее уничтожить;

- образцы, которые были испытаны при определенной температуре и явно не прореагировали, могут быть использованы повторно лишь для пробных целей при условии принятия особых мер осторожности. Для определения фактической ТСУР следует использовать свежие образцы.

Если испытывают неполную упаковку, данные о теплоотдаче, используемые для определения ТСУР, должны быть типичными для упаковки, КСГМГ или цистерны. Значение теплоотдачи на единицу массы упаковки, КСГМГ или цистерны можно определить путем расчета (с учетом количества химической продукции, размеров упаковки, теплопередачи в химической продукции и теплопередачи через упаковку в окружающую среду) или путем измерения полупериода охлаждения упаковки, заполненной данной химической продукцией или какой-либо другой химической продукцией с аналогичными физическими свойствами. Значение теплоотдачи на единицу массы L, Вт/кг·К, можно рассчитать на основе полупериода охлаждения $t_{1/2}$, с, и удельной теплоемкости C_p, Дж/кг·К, химической продукции по следующей формуле:

$$L = \frac{\ln 2 \cdot C_p}{t_{1/2}}.$$

Полупериод охлаждения можно определить путем измерения периода, за который разница между температурой образца и температурой окружающей среды уменьшилась в два раза. Например, в случае жидкостей тара может быть заполнена дибутилфталатом или диметилфталатом, которые разогреваются приблизительно до 80 °С. Воду использовать не следует, так как из-за испарения/конденсации могут быть получены ошибочные результаты. Падение температуры измеряют в центре упаковки в температурном интервале, включающем предполагаемую ТСУР. Для масштабирования может оказаться необходимым постоянно контролировать температуру химической продукции и окружающей среды и затем использовать линейную регрессию для получения коэффициентов уравнения

$$\ln(T - T_a) = c_o + c + t,$$

где T — температура химической продукции, °С;

T_a — температура окружающего воздуха, °С;

c_o = ln [(начальная температура химической продукции) – (начальная температура окружающего воздуха)];

$$c = \frac{L}{C_p};$$

t — время, с.

Примеры показателей теплоотдачи для ряда типичных упаковок приведены в таблице 15, фактическое значение зависит от формы, толщины стенок, поверхностного покрытия и т.д. тары.

Таблица 15 — Значение теплоотдачи на единицу массы упаковок, КСГМГ и цистерн

Тип тары	Номинальная емкость, л	Содержимое	Теплоотдача на единицу массы, L, мВт/К·кг
Для жидкой химической продукции:			
1А1	50	47,5 кг ДМФ[1)]	63
1Н1	50	47,5 кг ДМФ[1)]	94
1Н1	200	200 кг воды	56
3Н1 (черная)	60	47,5 кг ДМФ[1)]	105
6HG2	30	35,0 кг ДМФ[1)]	69
КСГМГ 31 НА 1	500	500 кг воды	51

Окончание таблицы 15

Тип тары	Номинальная емкость, л	Содержимое	Теплоотдача на единицу массы, L, мВт/К кг
Цистерна	3 400	3400 кг воды	18[2)]
Контейнер-цистерна (изотермический)	20000	14150 кг изододекана	1,7
Для твердой химической продукции:			
1G	38	28,0 кг ДЦГФ[3)]	35
1G	50	37,0 кг ДЦГФ[3)]	29
1G	110	85,0 кг ДЦГФ[3)]	22
4G	50	32,0 кг ДЦГФ[3)]	27

[1)] ДМФ — диметшфталат.
[2)] Рассчитана на основе коэффициента теплопередачи, равного 5 Вт/м·К.
[3)]Дициклогексилфталат (твердая химическая продукция).

4.1.8.1 Испытание типа а) серии 8: Испытание в целях определения ТСУР методом США

Введение

Данным методом определяют минимальную постоянную температуру окружающей среды, при которой в конкретной упаковке происходит самоускоряющееся разложение химической продукции. Этим методом могут испытывать упаковки вместимостью до 220 л. Можно также получить индикацию взрывоопасности, связанной с реакцией разложения.

Приборы и материалы

Испытуемая химическая продукция и упаковка должны быть типичными для химической продукции и упаковок, предназначенных для использования. Конфигурация упаковки имеет существенное значение для этого испытания.

Прибор состоит из испытательной камеры, в которой температура воздуха, окружающего испытуемую упаковку, может поддерживаться на постоянном уровне в течение минимум 10 дней.

Испытательная камера должна быть изготовлена таким образом, чтобы:

- она была хорошо изолирована;
- температура циркулирующего воздуха термостатически контролировалась, обеспечивая равномерную температуру воздуха в пределах 2 °С от нужной температуры;
- минимальное расстояние между упаковкой и стенкой камеры составляло 100 мм.

Может быть использован любой тип печи, если она удовлетворяет требованиям в отношении регулирования температуры и не вызовет воспламенения продуктов разложения.

Печь для малогабаритных упаковок можно изготовить из стального барабана без днища вместимостью 220 л. В такую печь могут быть свободно помещены упаковки вместимостью до 25 л. Чертеж конструкции изображен на рисунке 16. В такой печи могут быть испытаны более крупные упаковки, если промежуток между упаковкой и стенкой печи составляет 100 мм.

Одноразовая печь для крупногабаритных упаковок может быть изготовлена из пиломатериала размером 50 × 100 мм, уложенного в кубическую раму с размером ребра 1,2 м, которую покрывают изнутри и снаружи водонепроницаемой фанерой толщиной 6 мм и герметизируют со всех сторон 100-миллиметровым слоем стекловолокна. Соответствующий чертеж показан на рисунке 17. Рама должна быть снабжена с одной стороны шарниром, чтобы можно было производить загрузку и разгрузку испытательных барабанов. На полу должен быть установлен на ребро пиломатериал размером 50 × 100 мм с 200-миллиметровыми зазорами по центру для удержания испытательного контейнера над полом и обеспечения свободной циркуляции воздуха вокруг упаковки. Дверь должна быть снабжена соответствующими скобами для перемещения барабанов с помощью вилочного погрузчика. На противоположной по отношению к двери стороне должен быть установлен вентилятор. Воздух должен циркулировать из верхнего угла печи к вентиляционному отверстию, расположенному в диагонально противоположном нижнем углу. Для разогрева воздуха достаточно иметь электрический нагреватель мощностью 2,5 кВт. В воздухозаборнике и вентиляционных выпускных каналах, а также в верхней, средней и нижней частях печи следует установить термопары. В случае химической продукции, ТСУР которой ниже температуры окружающего воздуха, испытание следует проводить в камере охлаждения или для охлаждения печи следует использовать твердый диоксид углерода.

Упаковка должна быть оборудована измерительным каналом для ввода термопары в упаковку в ее средней точке. Измерительный канал может быть изготовлен из стекла, нержавеющей стали или другого подходящего материала, однако вводить его следует таким образом, чтобы не уменьшилась прочность упаковки или вентиляционная способность.

Требуется прибор для непрерывного измерения и регистрации температуры; он должен быть защищен от пламени и опасности взрыва.

Испытания следует проводить в зоне, обеспечивающей надлежащую защиту от пожара, опасности взрыва и токсичных дымов. Рекомендуется предусмотреть безопасное расстояние 90 м между зоной испытания и дорогами общественного пользования, жилыми зданиями. Если возможно выделение токсичных дымов, то следует предусмотреть более широкие зоны безопасности.

Процедура

Упаковку взвешивают. В испытуемую упаковку вставляют термопару, чтобы можно было контролировать температуру в центре образца. Если требуемая температура печи ниже температуры окружающего воздуха, то печь включают и ее внутреннюю часть охлаждают до нужной температуры, прежде чем поместить внутрь упаковку. Если требуемая температура печи равна или превышает температуру окружающего воздуха, упаковку вставляют в печь при температуре окружающего воздуха и затем печь включают. Между упаковкой и стенками печи должен сохраняться минимальный промежуток 100 мм.

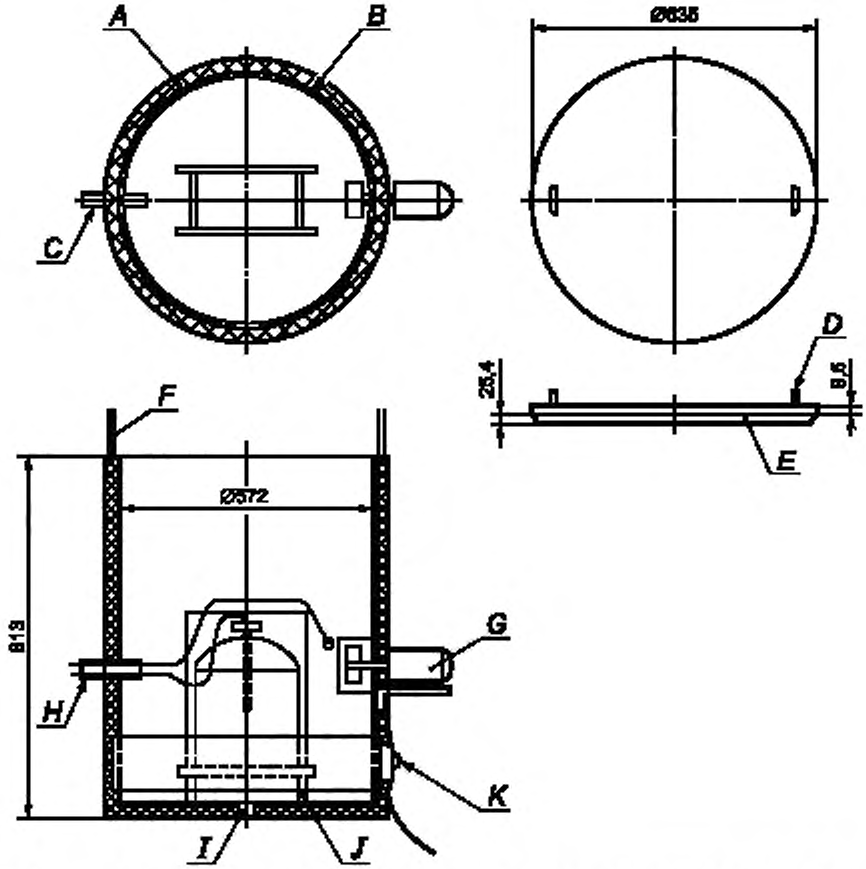
Образец нагревается, и непрерывно контролируют температуру образца и испытательной камеры. Регистрируют время, когда температура образца достигает уровня, который на 2 °С ниже температуры испытательной камеры. Затем испытание продолжают в течение следующих семи дней или до того времени, когда температура образца повысится до уровня, который на 6 °С или более превышает температуру испытательной камеры, если это произойдет раньше. Регистрируется время, за которое температура образца поднялась с уровня, который на 2 °С ниже температуры испытательной камеры, до ее максимальной отметки.

После завершения испытания охладить образец и вынуть его из испытательной камеры. Отметить изменение температуры во времени. Если упаковка осталась неповрежденной, зафиксировать потерю массы в процентном отношении и установить, произошли ли какие-либо изменения в составе. Следует как можно скорее удалить образец.

Если температура образца не превышает температуру печи на 6 °С или более, повторить испытание с использованием нового образца в печи, разогретой до температуры, превышающей прежнюю на 5 °С. ТСУР определяют как наименьшую температуру печи, при которой температура образца превышает температуру печи на 6 °С или более. Если химическую продукцию испытывают с целью установить, требуется ли регулирование температуры, то следует произвести достаточное число испытаний с целью определить ТСУР с точностью до 5 °С и установить, превышает ли ТСУР 60 °С или равняется этому значению. Если химическую продукцию испытывают в целях определения того, отвечает ли она критерию ТСУР, установленному для саморазлагающейся химической продукции, то следует провести достаточное число испытаний, чтобы определить, составляет ли ТСУР в 50-килограммовой упаковке 75 °С или составляет меньшую величину.

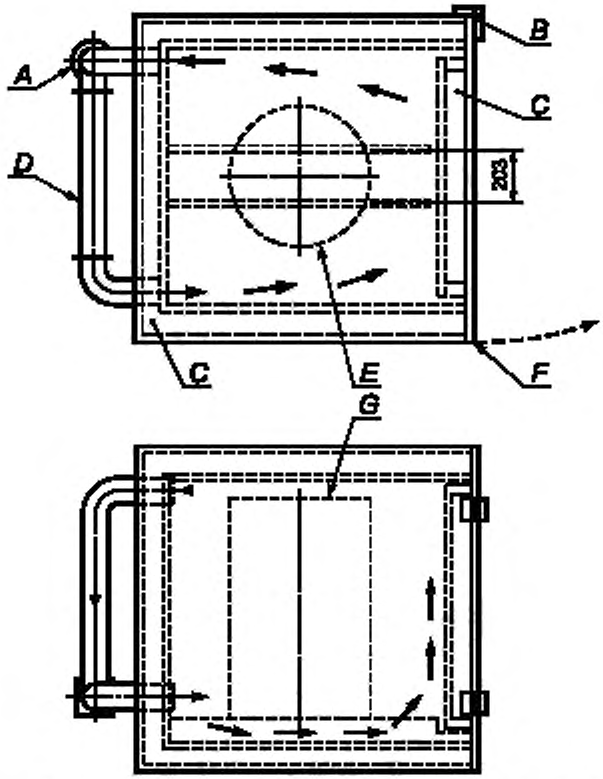
Критерии испытания и метод оценки результатов

ТСУР регистрируется как наименьшая температура, при которой температура образца превышает температуру печи на 6 °С или более. Если температура образца не превышает температуру печи на 6 °С или более ни при одном испытании, ТСУР регистрируется как температура, превышающая максимальную температуру печи.



A — изоляция толщиной 25 мм; *B* — барабан без днища, 220 л; *C* — труба, 19 мм; *D* — стержень с петлей, 9,6 мм; *E* — изоляция на стальном покрытии; *F* — контрольный кабель, 3 мм; *G* — вентилятор; *H* — термопары и контрольные приборы, *I* — дренаж, *J* — угловая стойка, 25 мм, *K* — нагреватель барабана, 2 кВт

Рисунок 16 — Конструкция печи для малогабаритной упаковки



A — вентилятор, *B* — шарниры; *C* — изоляция; *D* — нагреватель; *E* — барабан; *F* — залор; *G* — барабан (например, 0,58 × 0,89 м)

Рисунок 17 — Конструкция печи для крупногабаритной упаковки

Примеры результатов

Примеры результатов испытаний типа а) серии 8 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 16.

Таблица 16 — Примеры результатов испытаний типа а) серии 8

Химическая продукция	Масса образца, кг	Тара	ТСУР, °С
трет-Амилпероксибензоат	18,2	6HG2, 22,8 л	65
трет-Бутилпероксиацетат (60 %)	7,2	6HG2, 22,8 л	75
Дибензоилпероксид	0,45	1G	70
Ди-(4-трет-бутилциклогексил)пероксидикарбонат	43	1G	40
2,5-Диэтокси-4-морфолинобензолдиазоний-цинкхлорид (66 %)	30	1G, 50 л	50
2-(N-этоксикарбонил-N-фениламино)-3-метокси-4-(N-метил-N-циклогексиламино) бензолдиазонийцинкхлорид (62 %)	10	61G, 25 л	50

4.1.8.2 Испытание типа б) серии 8: Испытание на хранение в адиабатических условиях (ИАУ)

Введение

Данным методом определяют функционально зависящую от температуры скорость образования тепла реагирующей химической продукции. Полученные значения теплообразования используют вместе с данными о теплоотдаче, касающимися конкретной упаковки, для определения ТСУР химической продукции в его таре. Этот метод применим ко всем типам тары, включая КСГМГ и цистерны.

Измерения можно проводить в температурном интервале от минус 20 °С до плюс 220 °С. Наименьшее повышение температуры, которое может быть обнаружено, соответствует скорости теплообразования 15 мВт/кг. Верхний предел определяют с учетом способности системы охлаждения безопасно охладить химическую продукцию (вплоть до 500 Вт/кг, если в качестве охладителя используют воду). Условия испытания не являются абсолютно адиабатическими, так как тепловые потери составляют менее 10 мВт. Максимальная погрешность составляет 30 % при 15 мВт/кг и ±10 % — при 100 мВт/кг (10 Вт/кг).

Если система охлаждения включается на этапе, на котором скорость теплообразования превышает охлаждающую способность, может произойти взрыв. Поэтому следует особо тщательно подойти к выбору места испытания, чтобы свести к минимуму возможную опасность, связанную со взрывом, а также вероятность последующего взрыва газовых продуктов разложения (вторичный взрыв).

Приборы и материалы

Прибор состоит из стеклянного сосуда Дьюара (1 или 1,5 л), в котором содержится образец, герметичной печи с системой дифференциального регулирования для поддержания температуры в пределах 0,1 °С по сравнению с температурой образца и инертной крышки для сосуда Дьюара. В особых случаях может возникнуть необходимость в использовании держателей образца, изготовленных из других конструкционных материалов. Нагревательная спираль и змеевик охлаждения проходят через крышку внутрь сосуда. Для предотвращения повышения давления в сосуде Дьюара предусмотрена двухметровая капиллярная ПТЭФ трубка, проходящая сквозь герметичную крышку. Для внутреннего разогрева химической продукции до заранее установленной температуры или для калибровки используют нагревательный элемент постоянной мощности. Внутренний нагрев и охлаждение могут быть автоматически прекращены или вновь начаты при заранее установленных температурах. Помимо системы охлаждения устанавливают вторичный предохранитель, отсоединяющий печь от источника энергии при заранее установленной температуре. Схематически испытание на хранение в адиабатических условиях (ИАУ) изображено на рисунке 18.

Температура химической продукции измеряется в ее центре с помощью термопар или платиновых датчиков сопротивления, помещенных в стальную или стеклянную трубку. Температура окружающего воздуха измеряется на той же высоте, что и температура образца, также с помощью термопар или платиновых датчиков сопротивления. Для осуществления контроля температуры химической продукции и воздуха в печи требуется оборудование для непрерывного измерения и регистрации температуры. Это оборудование должно быть защищено от пламени и взрыва. В случае химической продукции, ТСУР которой ниже температуры окружающего воздуха, испытание следует проводить в камере охлаждения или для охлаждения печи следует использовать твердый диоксид углерода.

Процедура

Калибровку осуществляют следующим образом:

- наполняют сосуд Дьюара хлоридом натрия, дибутилфталатом или соответствующим маслом и помещают его в держатель сосуда в печи ИАУ;
- нагревают образец с шаговым повышением температуры 20 °С, используя для этого систему внутреннего нагрева с известной номинальной мощностью, например 0,333 или 1 Вт, и определяют тепловые потери при 40 °С, 60 °С, 80 °С и 100 °С;
- используют данные для определения теплоемкости сосуда Дьюара, применяя метод, изложенный ниже.

Процедура испытания:

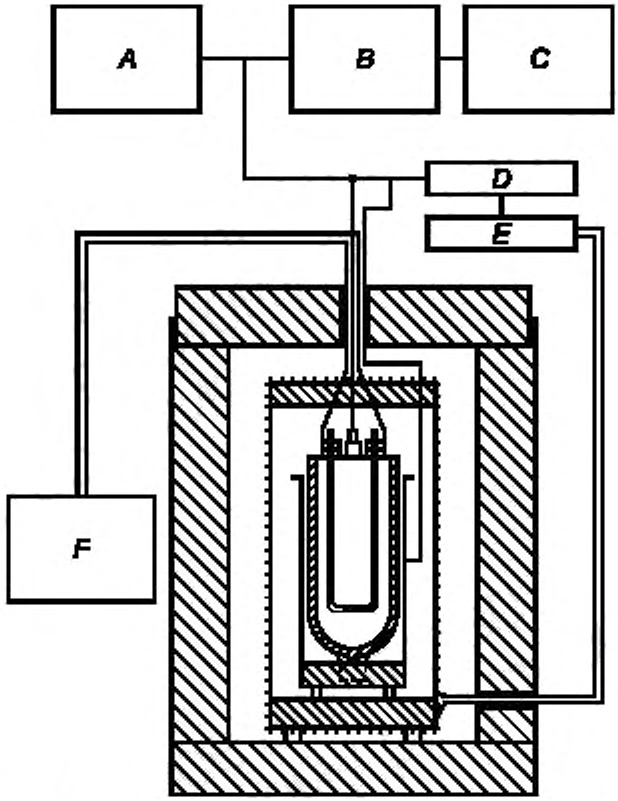
1) сосуд Дьюара наполняют взвешенным образцом, включая типичное количество материала тары (если она металлическая), и помещают его в держатель сосуда в печи ИАУ;

2) приступают к наблюдению за температурой и затем повышают температуру образца, используя внутренний нагреватель, до заранее установленного уровня, при котором может произойти обнаруживаемый саморазогрев. Удельную теплоемкость химической продукции рассчитывают с помощью данных о повышении давления, времени нагрева и нагревательной мощности;

3) внутренний нагрев прекращают и проверяют температуру. Если в течение 24 ч повышения температуры за счет саморазогрева не наблюдают, повышают температуру на 5 °С. Данную процедуру повторяют до тех пор, пока не будет обнаружен саморазогрев;

4) если обнаружен саморазогрев, образец нагревают в адиабатических условиях до заранее установленной температуры, при которой интенсивность теплообразования меньше охлаждающей способности, после чего включают систему охлаждения;

5) после охлаждения определяют потерю массы, если она произошла, и устанавливают изменение в составе (при желании).



A — многоточечный регистратор и регулятор температуры (10 мВ); *B* — наружная установка на нуль; *C* — записывающее устройство высокой точности; *D* — управление, *E* — реле; *F* — внутренний первичный нагреватель

Рисунок 18 — Схема прибора для проведения ИАУ

Критерии испытания и метод оценки результатов

Вычисляют интенсивность падения температуры *A*, °С/ч, в сосуде Дьюара при различных температурах, использовавшихся в ходе процедуры калибровки. На основе полученных величин строят график, позволяющий определить интенсивность падения температуры при любой температуре.

Вычисляют теплоемкость *H*, Дж/°С, сосуда Дьюара по следующей формуле:

$$H = \frac{3600 \cdot E_1}{A + B} - \left(M_1 \cdot C_{p1}\right),$$

где E_1 — мощность внутреннего нагревателя, Вт;

A — интенсивность падения температуры при температуре расчета, °С/ч;

B — наклон кривой внутреннего нагрева (калибровочная химическая продукция) при температуре расчета, °С/ч;

M_1 — масса калибровочной химической продукции, кг;

C_{p1} — удельная теплоемкость калибровочной химической продукции, Дж/кг·°С.

Определяют теплоотдачу *K*, Вт, при каждой требуемой температуре по формуле

$$K = \frac{A\left(H + M_1 \cdot C_{p1}\right)}{3600}.$$

На основе полученных значений строится график.

Вычисляют удельную теплоемкость, C_{p2}, Дж/кг·°С, химической продукции по формуле

$$C_{p2} = \frac{3600 \cdot (E_2 + K)}{C \cdot M_2},$$

где E_2 — мощность внутреннего нагревателя, Вт;

C — наклон кривой внутреннего нагрева (образца) при температуре расчета, °С/ч;

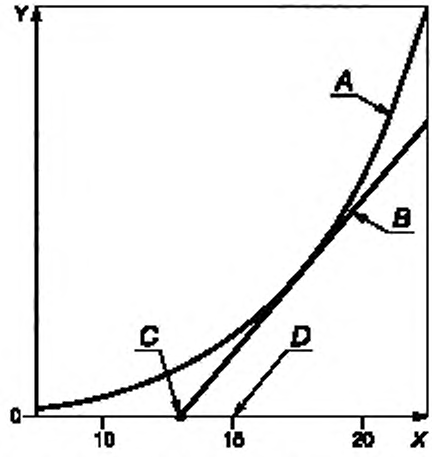
M_2 — масса образца, кг.

Вычисляют тепловыделение $Q_т$, Вт/кг, химической продукции с интервалами, равными 5 °С, используя для каждой температуры следующую формулу:

$$Q_т = \frac{\left(M_2 \cdot C_{p2} + H\right)\left(\frac{D}{3600} - K\right)}{M_2},$$

где D — наклон кривой во время саморазогрева при температуре расчета, °С/ч.

На график с линейными шкалами наносят рассчитанные значения интенсивности теплообразования на единицу массы как функцию температуры и через нанесенные точки проводят кривую. Определяют тепловые потери на единицу массы L, Вт/кг·°С, конкретной упаковки, КСГМГ или цистерны. Проводят прямую линию по касательной к кривой выделения тепла под углом, тангенс которого равен L. Пересечение этой прямой с абсциссой покажет значение критической температуры окружающей среды, т.е. самой высокой температуры, при которой упакованная химическая продукция не обнаруживает признаков самоускоряющегося разложения. ТСУР представляет собой критическую температуру окружающей среды, °С, округленную до более высокого ближайшего значения, кратного 5 °С. Пример показан на рисунке 19.



A — кривая тепловыделения; *B* — прямая с градиентом, равным скорости теплоотдачи, проведенная по касательной к кривой тепловыделения; *C* — критическая температура окружающей среды (пересечение линии теплоотдачи с абсциссой); *D* — ТСУР — критическая температура окружающей среды, округленная до более высокого значения, кратного 5 °С, *X* — температура; *Y* — тепловой поток на единицу массы

Рисунок 19 — Пример графика кривой тепловыделения для определения ТСУР

Примеры результатов

Примеры результатов испытаний типа б) серии 8 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 17.

Таблица 17 — Примеры результатов испытаний типа б) серии 8

Химическая продукция	Масса, кг	Тара	Теплоотдача на единицу массы, мВт/кг К	ТСУР, °С
Азодикарбонамид	30	1G	100	> 75
трет-Бутилпероксибензоат	25	6HG2	70	55

Окончание таблицы 17

Химическая продукция	Масса, кг	Тара	Теплоотдача на единицу массы, мВт/кг·К	ТСУР, °С
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	25	6HG2	70	40
трет-Бутилпероксипивалат	25	6HG2	70	25

4.1.8.3 Испытание типа в) серии 8: Испытание на хранение в условиях аккумулирования тепла

Введение

Данным методом определяют минимальную постоянную температуру окружающей среды, при которой термически неустойчивая химическая продукция подвергается экзотермическому разложению в условиях, типичных для упакованной химической продукции при обращении. Метод основан на теории Семенова о тепловом взрыве, т.е. считается, что основное сопротивление тепловому потоку оказывают стенки сосуда. Данный метод может быть использован для определения ТСУР химической продукции в его таре, включая КСМГ и малые цистерны (емкостью до 2 $м^3$).

Эффективность метода зависит от выбора сосуда Дьюара с параметрами теплоотдачи на единицу массы, которые идентичны соответствующим параметрам упаковки.

Приборы и материалы

Экспериментальное оборудование состоит из подходящей испытательной камеры, соответствующих сосудов Дьюара с крышками, датчиков температуры и измерительного оборудования.

Испытание следует проводить в испытательной камере, способной выдержать воздействие пламени и избыточное давление и, предпочтительно, оборудованной системой сброса давления, например регулятором выбросов. Регистрирующая система должна быть установлена в отдельной зоне наблюдения.

Для испытаний, проводимых при температуре до 75 °С, используют металлическую камеру с двойными стенками (внутренний диаметр 250 мм, внешний диаметр 320 мм, высота 480 мм, изготовлена из нержавеющей листовой стали толщиной 1,5 — 2,0 мм); жидкость из циркулирующего резервуара регулируемой температуры проходит между стенками при заданной температуре. Испытательная камера свободно закрыта герметичной крышкой (изготовленной, например, из листа поливинилхлорида толщиной 10 мм). Температура должна регулироваться таким образом, чтобы заданная температура жидкого инертного образца в сосуде Дьюара поддерживалась с отклонением не более ± 1 °С вплоть до 10 дней.

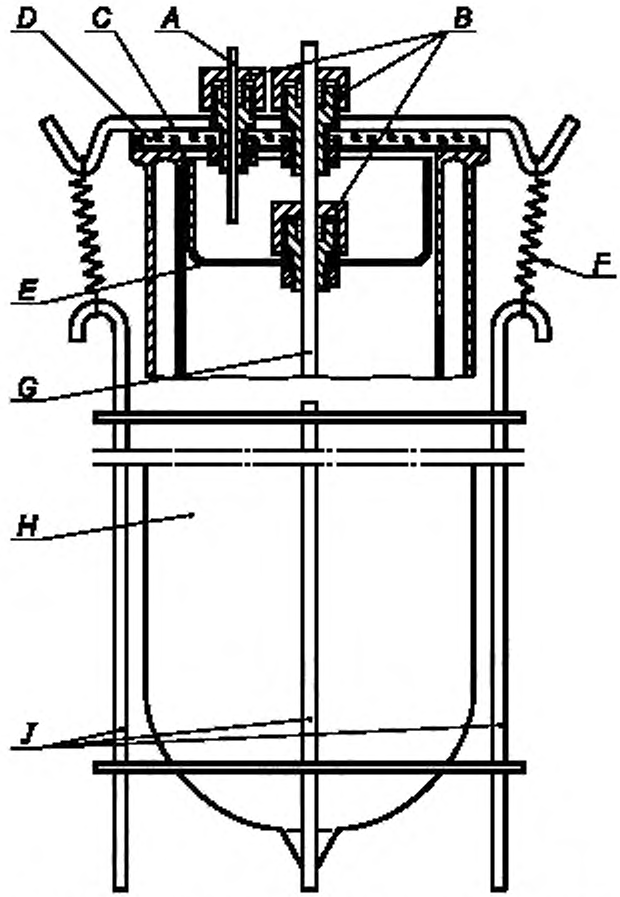
В качестве альтернативного метода, особенно для испытаний, проводимых при температурах выше 75 °С, может быть использована сушильная печь с термостатом (может быть оборудована вспомогательным вентилятором), размеры которой должны обеспечивать циркуляцию воздуха со всех сторон сосуда Дьюара. Температура воздуха в печи должна регулироваться таким образом, чтобы заданная температура жидкого инертного образца в сосуде Дьюара поддерживалась с отклонением не более ± 1 °С вплоть до 10 дней. Температура воздуха в печи измеряется и регистрируется. Рекомендуется оборудовать дверцу печи магнитным фиксатором или заменить ее свободно закрывающейся герметичной крышкой. Печь может быть защищена подходящим стальным покрытием, а сосуд Дьюара может быть помещен в сетчатый каркас.

Для испытаний, проводимых при температурах ниже температур окружающего воздуха, может быть использована камера с двойными стенками (например, морозильник) подходящего размера с откидной дверцей или крышкой (например, с магнитным затвором). Температура воздуха в камере должна поддерживаться на уровне установленной температуры с отклонением до ± 1 °С.

Характеристики теплоотдачи сосудов Дьюара и их системы закрытия должны быть типичны для тары максимального размера. Крышка сосуда Дьюара должна быть изготовлена из инертного материала. Могут быть использованы, особенно для твердой химической продукции, пробковые или резиновые затычки. Система закрытия, используемая для жидкой химической продукции низкой или средней летучести, изображена на рисунке 20. Образцы, являющиеся очень летучими при температуре испытания, следует испытывать в металлическом сосуде высокого давления, оснащенном предохранительным клапаном. Сосуд высокого давления помещают в сосуд Дьюара и расчетным методом учитывают эффект теплоемкости металлического сосуда.

Примеры результатов

Примеры результатов испытания типа в) серии 8 для некоторых видов химической продукции приведены в таблице 18.



A — капиллярная трубка из ПТФЭ; *B* — специальные завинчивающиеся заглушки (из ПТФЭ или алюминия) с уплотнительными кольцами; *C* — металлическая планка; *D* — стеклянная крышка, *E* — основание стеклянного резервуара; *F* — пружина; *G* — стеклянная защитная трубка; *H* — сосуд Дьюара. *J* — стальное поддерживающее устройство

Рисунок 20 — Сосуд Дьюара для проведения испытания на хранение в условиях аккумулирования тепла жидкой и смоченной твердой химической продукции

Таблица 18 — Примеры результатов испытания типа в) серии 8

Химическая продукция	Масса образца, кг	Тепловые потери сосуда Дьюара на единицу массы, мВт/кг·К	ТСУР, °С
Азодикарбонамид	0,28	74	> 75
Азодикарбонамид, 90 % с 10 % активатора	0,21	70	55
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	0,18	62	50
Бензол-1,3 -дисульфогидразид, 50 %	0,52	81	70
трет-Бутила гидропероксид, 80 % с 12 % ди-трет-бутилпероксида	0,30	72	100[1)]
трет-Бутилпероксинеодеканоат, 40 %	0,42	65	25
трет-Бутилперокси-3,5,5-триметилгексаноат	0,38	79	60
Дибензоилпероксид,50 %	0,25	91	60

Окончание таблицы 18

Химическая продукция	Масса образца, кг	Тепловые потери сосуда Дьюара на единицу массы, мВт/кг К	ТСУР, °С
Ди-(4-трет-бутилциклогексил) пероксидикарбонат	0,19	79	45
2,2-Ди-(трет-бутилперокси)бутан, 50 %	0,31	88	80
Ди-(2-этилгексил) пероксидикарбонат	0,39	64	0
2,5-Диэтокси-4-морфолинобензолдиазоний- цинкхлорид (66 %)	0,25	58	45
Диизотридецилпероксидикарбонат	0,38	80	10
Перуксусная кислота, 15 %, с 14 % пероксида водорода (тип F)	1,00	33	> 50[2)]

[1)] В сосуде высокого давления, содержащемся в 2-литровом сосуде Дьюара.
[2)] В сферическом 1-литровом сосуде Дьюара.

Приложение А
(обязательное)

Спецификации стандартных детонаторов

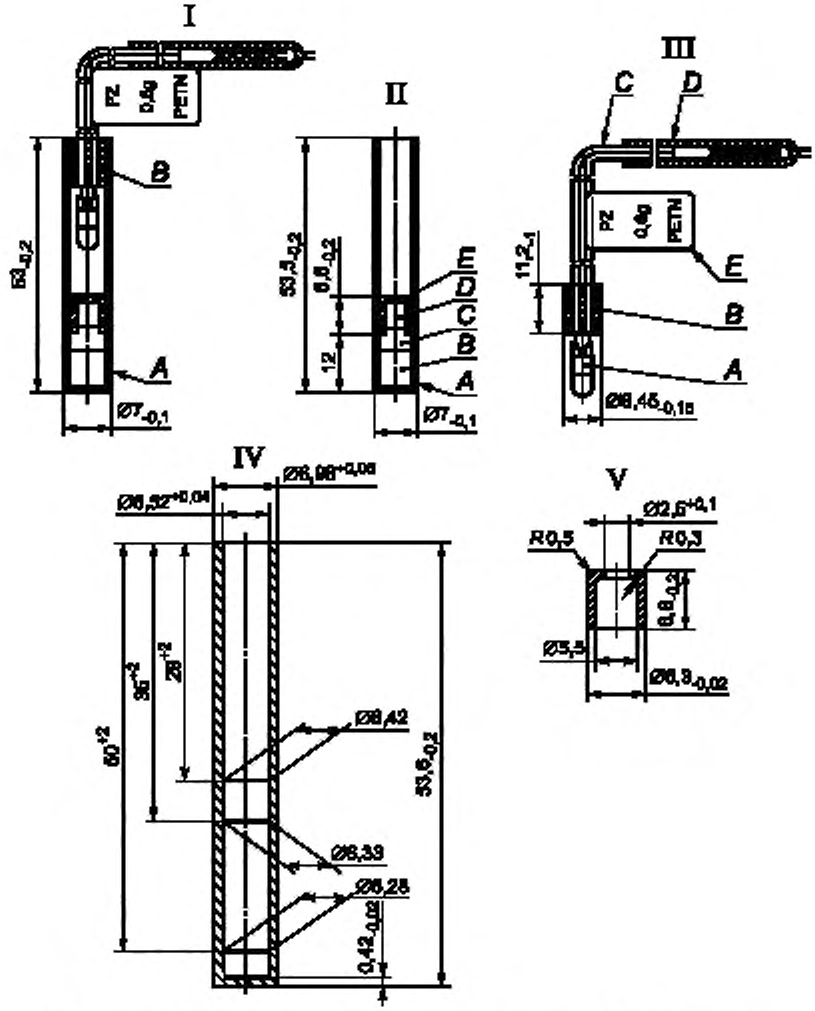
Характеристика стандартного электрического капсюля-детонатора, содержащего 0,6 г тетранитропентаэритрита (ТЭН), представлена в таблице А.1.

Таблица А.1

Номер на рис. А.1	Компонент		Описание	Примечание
	Обозначение	Название		
I	A	Капсюль-детонатор	Воспламенитель не должен подвергаться сжатию. Рекомендуемое количество пиротехнического вещества в воспламенительном составе от 20 до 50 мг	Пример: электровоспламенитель Fa. DNAG, Германия, T 10-U, с алюминиевым покрытием
	B	Воспламенитель		
II	A	Гильза	Полая гильза из чистой меди (5 % цинка) или из других сплавов, состав которых колеблется от вышеназванного сплава до чистой меди. Размеры гильзы показаны на рисунке. Если необходимо, гильзы для стандартных детонаторов отбирают путем проверки точных размеров каждой гильзы	—
	B	Вторичный заряд	Донный заряд: (0,40 ± 0,01) г ТЭН; сжат под давлением 440 бар	ТЭН может содержать до 0,5 % сажистого вещества для предотвращения электростатических зарядов во время работы с детонатором и для улучшения характеристик текучести
	C	Промежуточный заряд	Промежуточный заряд: (0,20 ± 0,01) г ТЭН; сжат под давлением 20 бар	Общая высота вторичного заряда: (12,3 ± 0,6) мм
	D	Воспламенительный (инициирующий) заряд	Свободный выбор вещества и его количества. Однако следует использовать количество, превышающее по меньшей мере в два раза минимальное количество, требуемое для инициирования. Общий кислородный баланс инициирующего и вторичного зарядов должен быть не более отрицательным, чем 9,5 % O_2	Пример: (0,30 ± 0,01) г декстринированного азида свинца с чистотой 88 %, сжатого под давлением 440 бар
	E	Внутренний цилиндр (с отверстием)	—	Внутренний цилиндр с отверстием не требуется. Исключается прессование инициирующего заряда на сильно сжатый вторичный заряд

Окончание таблицы А.1

Номер на рис. А.1	Компонент		Описание	Примечание
	Обозначение	Название		
III	A	Воспламенитель	—	Пример: электровоспламенитель Fa. DNAG, Германия, T10-U, с алюминиевым покрытием
	B	Закрывающая пробка	—	Особых требований не предъявляется. Однако она должна обеспечивать абсолютную герметичность (во избежание образования азида меди и для обеспечения необходимой инициирующей способности). Вполне достаточно обычной коммерческой конструкции
	C	Провод	—	По свободному выбору при условии учета опасностей, связанных с электричеством (контактная электризация, паразитные токи). Однако не разрешается использовать внутри детонатора изолирующее покрытие из пластмассы
	D	Трубка короткого замыкания	Полимерная трубка	—
	E	Маркировка	—	—



I — электрический капсюль-детонатор: *A* — капсюль-детонатор; *B* — воспламенитель;
II — капсюль-детонатор (стандартный детонатор): *A* — гильза; *B* — вторичный заряд; *C* — промежуточный заряд;
D — воспламенительный (инициирующий) заряд; *E* — внутренний цилиндр (с отверстием);
III — воспламенитель: *A* — воспламенитель; *B* — закрывающая пробка, *C* — провод;
D — трубка короткого замыкания; *E* — маркировка;
IV — гильза;
V — внутренний цилиндр

Рисунок А.1 — Стандартный детонатор (европейский)

УДК 658.382.3:006.354 ОКС 13.100

Ключевые слова: процедура классификации, вещество (материал), химическая продукция, метод испытания, серия испытания, приборы, установка, критерии испытания, оценка результатов, класс опасности, органический пероксид, температура самоускоряющегося разложения

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 10.06.2019. Подписано в печать 29.07.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 5,58. Уч.-изд. л. 5,02.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва. Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru