

ЧАСТЬ II

**ПРОЦЕДУРЫ КЛАССИФИКАЦИИ,
МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ И КРИТЕРИИ,
ОТНОСЯЩИЕСЯ К
САМОРЕАКТИВНЫМ ВЕЩЕСТВАМ
ПОДКЛАССА 4.1
И ОРГАНИЧЕСКИМ ПЕРОКСИДАМ
ПОДКЛАССА 5.2**

СОДЕРЖАНИЕ ЧАСТИ II

ПРИМЕЧАНИЕ 1: Страна или организация происхождения каждого метода испытаний указана в скобках после каждого названия испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ 2: Метод испытания, рекомендуемый для использования в рамках каждого типа испытаний, указан **жирным курсивом** и отмечен астериском (см. подраздел 1.6 Общего введения).

<u>Раздел</u>	<u>Стр.</u>
20. ВВЕДЕНИЕ К ЧАСТИ II	199
20.1 ЦЕЛИ	199
20.2 СФЕРА ОХВАТА	199
20.3 ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ПРОЦЕДУРА	200
20.3.1 Общее описание	200
20.3.2 Типы испытаний	200
20.3.3 Применение методов испытаний	200
20.4 ПРОЦЕДУРЫ КЛАССИФИКАЦИИ	204
20.4.1 Общее описание	204
20.4.2 Классификация самореактивных веществ	204
20.4.3 Классификация органических пероксидов	205
20.4.4 Типы испытаний	207
20.4.5 Применение методов испытаний	207
20.5 ПРИМЕР ПРОТОКОЛА ИСПЫТАНИЙ	208
21. ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ А	213
21.1 ВВЕДЕНИЕ	213
21.2 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ	213
21.3 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЙ	213
21.4 ПРЕДПИСАНИЯ, КАСАЮЩИЕСЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ А	214
21.4.1 Испытание А.1 Испытание БИМ с использованием стальной трубки 50/60 (Германия)	214
21.4.2 Испытание А.2 Испытание ТНО с использованием стальной трубки 50/70 (Нидерланды)	218
21.4.3 Испытание А.5 Испытание ООН на передачу детонации через зазор (ООН)	222
21.4.4 <i>Испытание А.6 *Испытание ООН на детонацию (ООН)</i>	225
22. ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ В	229
22.1 ВВЕДЕНИЕ	229
22.2 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ	229
22.3 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЯ	229
22.4 ПРЕДПИСАНИЕ, КАСАЮЩЕЕСЯ ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ В	229
22.4.1 <i>Испытание В.1 *Испытание на детонацию в упаковке (Нидерланды)</i>	229

СОДЕРЖАНИЕ ЧАСТИ II (продолжение)

<u>Раздел</u>	<u>Стр.</u>
23. ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ С	233
23.1 ВВЕДЕНИЕ.....	233
23.2 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ.....	233
23.3 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЯ.....	233
23.4 ПРЕДПИСАНИЯ, КАСАЮЩИЕСЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ С.....	233
23.4.1 <i>Испытание С.1 *Испытание "время-давление" (Великобритания)</i>	233
23.4.2 <i>Испытание С.2 *Испытание на дефлаграцию (Нидерланды)</i>	241
24. ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ D	245
24.1 ВВЕДЕНИЕ.....	245
24.2 МЕТОД ИСПЫТАНИЯ	245
24.3 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЯ	245
24.4 ПРЕДПИСАНИЕ, КАСАЮЩЕЕСЯ ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ D	245
24.4.1 <i>Испытание D.1 *Испытание на дефлаграцию в упаковке (Нидерланды)</i>	245
25. ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ E	247
25.1 ВВЕДЕНИЕ.....	247
25.2 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ	247
25.3 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЯ	247
25.4 ПРЕДПИСАНИЯ, КАСАЮЩИЕСЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ E	247
25.4.1 <i>Испытание E.1 *Испытание по Коенену (Германия)</i>	247
25.4.2 <i>Испытание E.2 *Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Нидерландах (Нидерланды)</i>	254
25.4.3 Испытание E.3 Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Соединенных Штатах (США).....	258
26. ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ F	263
26.1 ВВЕДЕНИЕ	263
26.2 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ	263
26.3 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЙ	263
26.4 ПРЕДПИСАНИЯ, КАСАЮЩИЕСЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ F	264
26.4.1 Испытание F.1 Испытание с использованием баллистического миномета, применяемое в Соединенном Королевстве (Великобритания).....	264
26.4.2 Испытание F.2 Испытание с использованием баллистического миномета, применяемое во Франции (Франция).....	267
26.4.3 Испытание F.3 Испытание БИМ по методу Трауцля (Германия).....	274
26.4.4 <i>Испытание F.4 *Испытание по модифицированному методу Трауцля (США)</i>	278
26.4.5 Испытание F.5 Испытание с использованием автоклава высокого давления (Нидерланды).....	282

СОДЕРЖАНИЕ ЧАСТИ II (продолжение)

<u>Раздел</u>	<u>Стр.</u>
27. ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ G	285
27.1 ВВЕДЕНИЕ	285
27.2 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ	285
27.3 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЙ	285
27.4 ПРЕДПИСАНИЯ, КАСАЮЩИЕСЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ G	285
27.4.1 <i>Испытание G.1 *Испытание на тепловой взрыв в упаковке (Нидерланды)</i>	<i>285</i>
27.4.2 Испытание G.2 Испытание на самоускоряющееся разложение в упаковке (США).....	287
28. ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ H	289
28.1 ВВЕДЕНИЕ.....	289
28.2 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ.....	289
28.3 УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЙ.....	290
28.4 ПРЕДПИСАНИЯ, КАСАЮЩИЕСЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ H	292
28.4.1 <i>Испытание H.1 *Испытание с целью определения ТСУР методом США (США)</i>	<i>292</i>
28.4.2 <i>Испытание H.2 *Испытание на хранение в адиабатических условиях (Нидерланды)</i>	<i>297</i>
28.4.3 Испытание H.3 Испытание на хранение в изотермических условиях (Нидерланды)	302
28.4.4 <i>Испытание H.4 *Испытание на хранение в условиях аккумуляции тепла (Германия).....</i>	<i>307</i>

РАЗДЕЛ 20

ВВЕДЕНИЕ К ЧАСТИ II

20.1 Цели

20.1.1 В части II Руководства по испытаниям излагаются системы классификации самореактивных веществ подкласса 4.1 и органических пероксидов подкласса 5.2, принятые Организацией Объединенных Наций (см. соответственно подраздел 2.4.2.3 и раздел 2.5.3 Типовых правил). В нее включено описание процедур, методов и критериев испытаний, считающихся наиболее подходящими для обеспечения компетентных органов необходимой информацией в целях проведения надлежащей классификации этих веществ для перевозки. Ее следует использовать совместно с классификационными принципами, приведенными в пунктах 20.4.2 (подкласс 4.1) и 20.4.3 (подкласс 5.2), и схемой, показанной на рис. 20.1 (см. также подразделы 2.4.2.3.3 и 2.5.3.3 в Типовых правилах).

20.1.2 Самореактивные вещества и органические пероксиды подразделяются на семь типов в зависимости от представляемой ими опасности. Схема классификации этих веществ изображена на рис. 20.1. Испытания проводятся в два этапа. *На первом этапе в целях обеспечения безопасности лаборантов проводятся предварительные маломасштабные испытания с целью убедиться в устойчивости и чувствительности вещества.* На втором этапе проводятся классификационные испытания.

20.2 Сфера охвата

20.2.1 Изложенным в этом разделе классификационным процедурам на предмет отнесения к самореактивным веществам подвергаются предъявляемые к перевозке новые вещества, способные к экзотермическому разложению, за исключением случаев, когда:

- a) они являются взрывчатыми веществами в соответствии с критериями класса 1;
- b) они являются окисляющими веществами в соответствии с процедурой отнесения к подклассу 5.1;
- c) они являются органическими пероксидами в соответствии с критериями подкласса 5.2;
- d) их теплота разложения (см. пункт 20.3.3.3) составляет менее 300 Дж/г; или
- e) их температура самоускоряющегося разложения составляет более 75°C для упаковки весом 50 кг.

20.2.2 Изложенным в этом разделе классификационным процедурам подвергаются предъявляемые к перевозке новые органические пероксиды, за исключением случаев, когда в составе органического пероксида содержится:

- a) не более 1,0% свободного кислорода из органических пероксидов, когда содержание пероксида водорода не превышает 1,0%; или
- b) не более 0,5% свободного кислорода из органических пероксидов, когда содержание пероксида водорода составляет более 1,0%, но не более 7,0%.

20.2.3 В этом контексте новым веществом является вещество, которое, по мнению компетентного органа, является одним из следующих:

- a) новое самореактивное вещество, отвечающее определению, приведенному в пункте 2.4.2.3.1.1 Типовых правил, или смесь уже классифицированных

самореактивных веществ, которая считается значительно отличающейся от уже классифицированных;

- b) к уже классифицированному самореактивному веществу или веществу (см. пункты 2.4.2.3.2.1 и 2.4.2.3.2.2 Типовых правил) добавляется активатор, который снижает теплоустойчивость или изменяет взрывчатые свойства; или
- c) новый органический пероксид, отвечающий определению, приведенному в разделе 2.5.1 Типовых правил, или смесь уже классифицированных органических пероксидов, которая считается значительно отличающейся от уже классифицированных.

20.2.4 Смеси органических пероксидов, отнесенные в настоящее время к какой-либо обобщенной рубрике, могут классифицироваться как относящиеся к тому же типу органических пероксидов, к которому принадлежит их наиболее опасный компонент, и могут перевозиться в соответствии с условиями транспортировки, установленными для пероксида этого типа. Однако поскольку два компонента могут образовывать менее устойчивую с термической точки зрения смесь, следует определить температуру самоускоряющегося разложения (ТСУР) смеси и, если необходимо, рассчитать на основе ТСУР контрольную и аварийную температуры в соответствии с подразделом 2.5.3.4 Типовых правил.

20.2.5 Процедуру классификации следует осуществлять до предъявления нового продукта к перевозке.

20.2.6 Любое вещество, обнаруживающее свойства самореактивного вещества (за исключением типа G), должно классифицироваться как таковое, даже если это вещество дает положительный результат в ходе испытания по методу, предусмотренному для саморазогревающихся веществ подкласса 4.2 (см. раздел 32.5.2 настоящего Руководства и главу 2.4 Типовых правил).

20.3 Предварительная процедура

20.3.1 *Общее описание*

До работы с большими количествами необходимо в целях обеспечения безопасности лаборантов провести маломасштабные предварительные испытания. Речь идет об испытаниях на определение чувствительности вещества к механическим внешним воздействиям (удару и трению), а также к тепловому воздействию и пламени.

20.3.2 *Типы испытаний*

Обычно для предварительной оценки безопасности проводятся четыре типа маломасштабных испытаний:

- a) испытание падающим грузом для определения чувствительности к удару;
- b) испытание трением или трением удара для определения чувствительности к трению;
- c) испытание с целью оценки теплоустойчивости и энергии экзотермического разложения; и
- d) испытание с целью оценки эффекта воспламенения.

20.3.3 *Применение методов испытаний*

20.3.3.1 *В интересах безопасности обычно проводятся испытания, требующие использования сначала наименьшего количества материала.*

20.3.3.2 Чувствительность к удару и трению можно определить с помощью одного из испытаний серии 3, предусмотренных процедурой принятия в класс 1 (см. часть I).

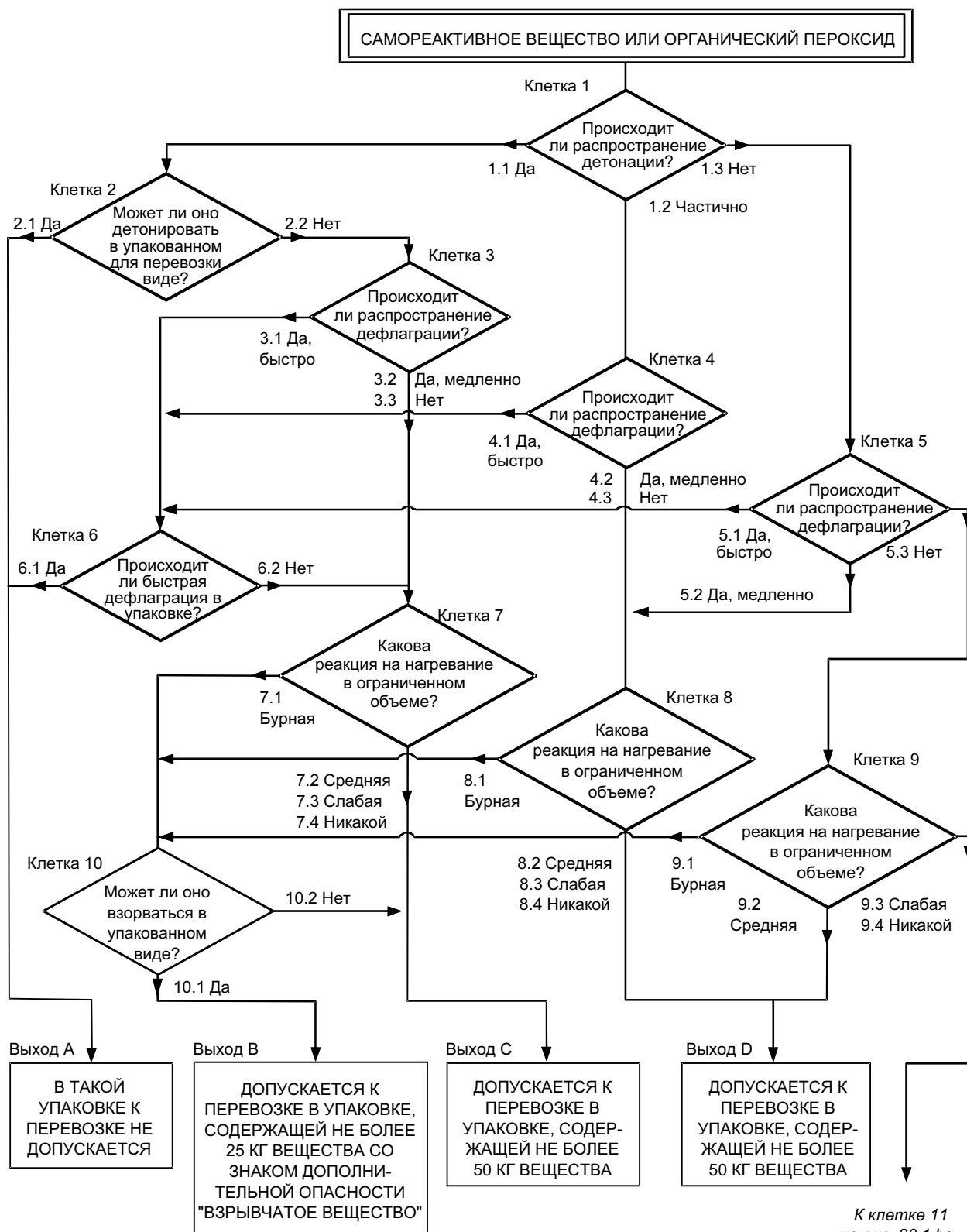
20.3.3.3 Теплоустойчивость и энергия экзотермического разложения могут быть установлены путем использования соответствующего калориметрического метода, например дифференциальной сканирующей калориметрии или адиабатической калориметрии. При использовании таких методов необходимо особенно осторожно интерпретировать результаты, когда:

- отбираются и испытываются смеси;
- материал, из которого изготовлен резервуар с образцом, может повлиять на результат;
- эндотермические реакции непосредственно предшествуют экзотермическим;
- испарение составляющих понизит экзотермичность (как правило, должны использоваться герметизированные резервуары с образцами);
- присутствие воздуха может критически повлиять на точность измерения энергии разложения;
- существует большая разница между значениями теплоемкости реагентов и продуктов; и
- используются быстрые скорости нагрева (при использовании метода дифференциальной сканирующей калориметрии скорости нагрева должны, как правило, находиться в пределах диапазона 2–5 К/мин.).

При использовании метода дифференциальной сканирующей калориметрии экстраполированная температура начала экзотермического разложения определяется как точка пересечения касательной, проведенной через точку наибольшего изгиба внешнего обвода кривой, с экстраполированной базисной линией.

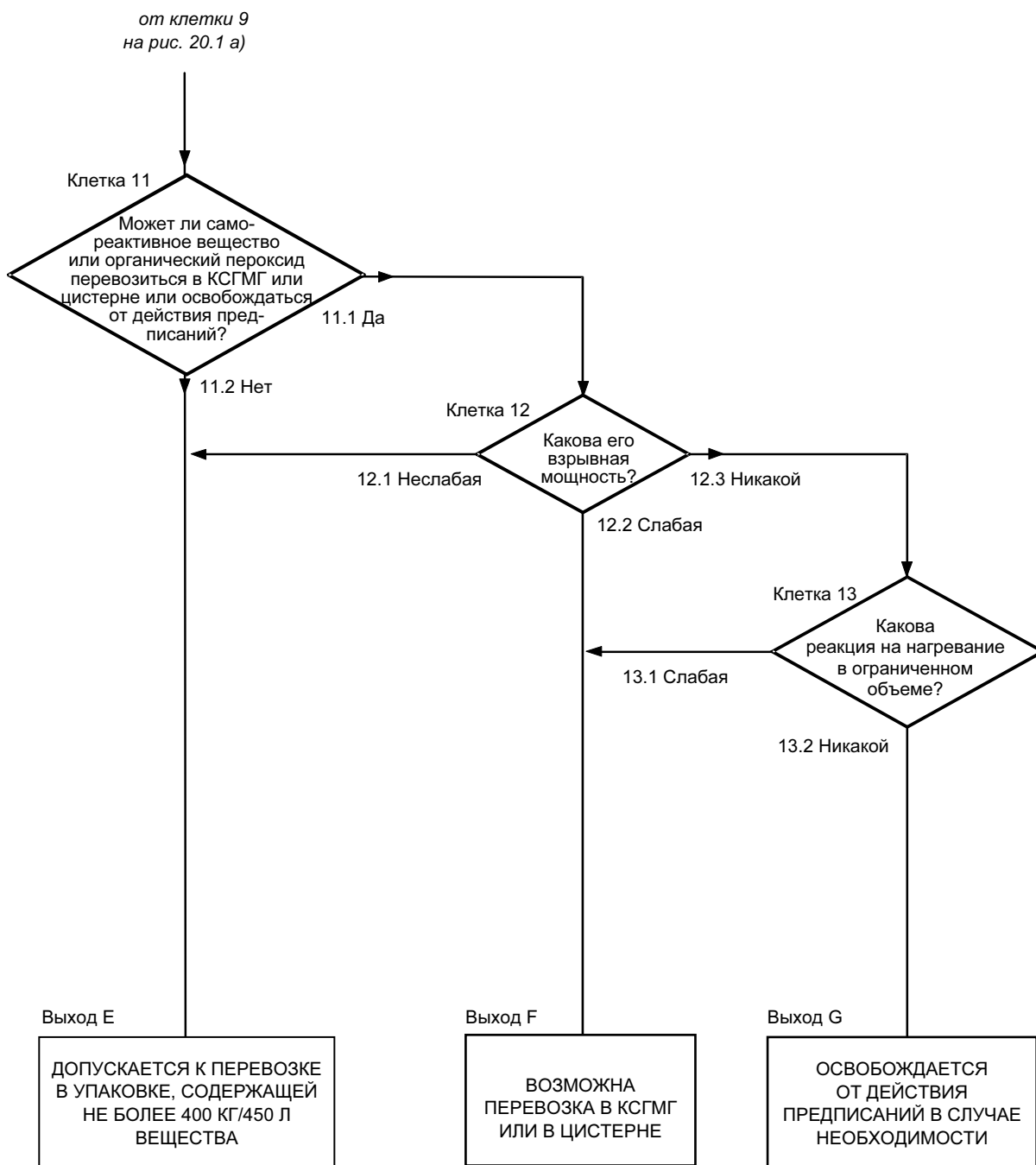
20.3.3.4 Для оценки эффекта воспламенения может использоваться любой подходящий метод при условии, что с его помощью будут правильно определены материалы, бурно реагирующие в неограниченном или слабо ограниченном пространстве.

Рис. 20.1 а): СХЕМА ПРИНЯТИЯ РЕШЕНИЯ О КЛАССИФИКАЦИИ САМОРЕАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ И ОРГАНИЧЕСКИХ ПЕРОКСИДОВ



К клетке 11 на рис. 20.1 б)

Рис. 20.1 б): СХЕМА ПРИНЯТИЯ РЕШЕНИЯ О КЛАССИФИКАЦИИ САМОРЕАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ И ОРГАНИЧЕСКИХ ПЕРОКСИДОВ (продолжение)



20.4 Процедуры классификации

20.4.1 *Общее описание*

20.4.1.1 Принципы классификации самореактивных веществ и органических пероксидов изложены соответственно в подразделах 20.4.2 и 20.4.3 (см. также пункты 2.4.2.3.3 и 2.5.3.3 Типовых правил). Общая схема классификации изображена на рис. 20.1. Самореактивные вещества и органические пероксиды подразделяются на семь типов согласно степени опасности, которую они представляют. Для определения типа вещества необходимо установить свойства в соответствии с вопросами, содержащимися в клетках схемы, и дополнительными требованиями классификационных принципов. Типы варьируются от типа А, который не допускается к перевозке в упаковке, в которой он испытывается, до типа G, который освобождается от действия положений, предусмотренных для самореактивных веществ подкласса 4.1 или органических пероксидов подкласса 5.2. Классификация типов В-F непосредственно связана с установлением максимального количества, допускаемого к перевозке в одной упаковке.

20.4.1.2 Состав самореактивного вещества или органического пероксида, который при лабораторных испытаниях проявляет способность к детонации или быстрой дефлаграции или дает эффект бурной реакции при нагревании в ограниченном объеме, должен рассматриваться как обладающий взрывоопасными свойствами.

20.4.1.3 Температура самоускоряющегося разложения (ТСУР) определяется как наиболее низкая температура окружающей среды, при которой самоускоряющееся разложение может произойти в веществе, содержащемся в упаковке, – в том ее виде, в каком она используется для транспортировки (см. подраздел 2.5.3.4 Типовых правил). ТСУР необходимо устанавливать для принятия решения о том:

- a) следует ли регулировать температуру вещества в ходе перевозки;
- b) соответствует ли, если это применимо, вещество требованиям типа G; или
- c) удовлетворяет ли, если это применимо, вещество критерию ТСУР, установленному для самореактивных веществ.

20.4.1.4 В соответствующих случаях физическое состояние вещества должно устанавливаться в соответствии с положениями пункта 1.2.1 Типовых правил.

20.4.1.5 Для отнесения вещества к соответствующей общей рубрике необходимо знать его тип, физическое состояние, а также то, требует ли оно регулирования температуры.

20.4.2 *Классификация самореактивных веществ*

При классификации самореактивных веществ, не перечисленных в пункте 2.4.2.3.2.3 Типовых правил, следует руководствоваться следующими принципами:

- a) любое вещество, которое, будучи упаковано как для перевозки, может детонировать или быстро дефлагрировать, должно быть запрещено к перевозке в данной упаковке в соответствии с положениями, установленными для самореактивных веществ подкласса 4.1 (определяется как самореактивное вещество типа А, выходной блок А на рис. 20.1);
- b) любое вещество, которое обладает взрывчатыми свойствами и которое, будучи упаковано как для перевозки, не детонирует и не дефлагрирует быстро, но способно к тепловому взрыву в данной упаковке, должно иметь также знак дополнительной опасности "ВЗРЫВЧАТОЕ ВЕЩЕСТВО". Такое вещество может упаковываться в количестве до 25 кг, если только в целях предотвращения детонации или быстрой дефлаграции в упаковке максимальное количество не ограничено более низкой

величиной (определяется как самореактивное вещество типа В, выходной блок В на рис. 20.1);

- c) любое вещество, обладающее взрывчатыми свойствами, может перевозиться без знака дополнительной опасности "ВЗРЫВЧАТОЕ ВЕЩЕСТВО", если вещество, упакованное как для перевозки (максимум 50 кг), не подвержено детонации, быстрой дефлаграции или тепловому взрыву (определяется как самореактивное вещество типа С, выходной блок С на рис. 20.1);
- d) любое вещество, которое при лабораторных испытаниях:
- i) детонирует частично, не дефлагирует быстро и не проявляет бурного эффекта реакции при нагревании в ограниченном объеме; или
 - ii) не детонирует совсем, дефлагирует медленно и не проявляет бурного эффекта реакции в ограниченном объеме; или
 - iii) не детонирует или не дефлагирует совсем и проявляет средний эффект реакции при нагревании в ограниченном объеме;
- может допускаться к перевозке в упаковках массой нетто не более 50 кг (определяется как самореактивное вещество типа D, выходной блок D на рис. 20.1);
- e) любое вещество, которое при лабораторных испытаниях не детонирует, не дефлагирует и проявляет слабый эффект реакции или не проявляет никакой реакции при нагревании в ограниченном объеме, допускается к перевозке в упаковках массой/емкостью не более 400 кг/450 л (определяется как самореактивное вещество типа E, выходной блок E на рис. 20.1);
- f) любое вещество, которое при лабораторных испытаниях не детонирует в кавитационном состоянии, не дефлагирует, проявляет слабый эффект реакции или не проявляет никакой реакции при нагревании в ограниченном объеме, характеризуется слабым взрывным эффектом или его полным отсутствием, может рассматриваться для перевозки в КСГМГ или цистернах (определяется как самореактивное вещество типа F, выходной блок F на рис. 20.1); дополнительные требования см. в Типовых правилах, подраздел 4.1.7.2 и инструкция по упаковке IBC520, подраздел 4.2.1.13 и инструкция по переносным цистернам T23;
- g) любое вещество, которое при лабораторных испытаниях не детонирует в кавитационном состоянии, не дефлагирует, не проявляет никакой реакции при нагревании в ограниченном объеме и не характеризуется взрывным эффектом, не должно классифицироваться как самореактивное вещество подкласса 4.1, при условии, что этот состав термостабилен (температура самоускоряющегося разложения составляет 60°C–75°C для упаковки массой 50 кг) и любой разбавитель отвечает требованиям пункта 2.4.2.3.5 Типовых правил (определяется как самореактивное вещество типа G, выходной блок G на рис. 20.1). Если состав не является термостабильным или если для десенсибилизации используется совместимый разбавитель, имеющий температуру кипения менее 150°C, то состав должен определяться как самореактивное жидкое/твердое вещество типа F.

20.4.3

Классификация органических пероксидов

При классификации составов органических пероксидов, не указанных в пункте 2.5.3.2.4 Типовых правил, должны быть использованы следующие принципы:

- a) любой состав органического пероксида, упакованный, как для перевозки, и который может детонировать или быстро дефлагрировать, должен быть запрещен к перевозке в данной упаковке в качестве вещества подкласса 5.2 (определяется как органический пероксид типа А, выходной блок А на рис. 20.1);
- b) любой состав органических пероксидов, обладающий взрывоопасными свойствами, и который, будучи в упаковке для перевозки, быстро не детонирует или не дефлагрирует, но способен к тепловому взрыву в данной упаковке, должен иметь знак дополнительной опасности "взрывчатое вещество". Такой органический пероксид может упаковываться в количестве не более 25 кг, если в целях предотвращения детонации или быстрой дефлаграции максимальное количество не ограничено меньшей величиной (определяется как органический пероксид типа В, выходной блок В на рис. 20.1);
- c) любой состав органических пероксидов, обладающий взрывоопасными свойствами, может перевозиться без знака дополнительной опасности "ВЗРЫВЧАТОЕ ВЕЩЕСТВО", если упакованное для перевозки вещество (максимум 50 кг) не подвержено детонации, быстрой дефлаграции или тепловому взрыву (определяется как органический пероксид типа С, выходной блок С на рис. 20.1);
- d) любой состав органических пероксидов, который в ходе лабораторных испытаний:
- i) детонирует частично, быстро не дефлагрирует и не демонстрирует сильной реакции при нагревании в ограниченном объеме; или
 - ii) не детонирует вообще, дефлагрирует медленно и не демонстрирует сильной реакции при нагревании в ограниченном объеме; или
 - iii) не детонирует или не дефлагрирует вообще и демонстрирует среднюю реакцию при нагревании в ограниченном объеме,
- допускается к перевозке в упаковках массой нетто не более 50 кг (определяется как органический пероксид типа D, выходной блок D на рис. 20.1);
- e) любой состав органических пероксидов, который при лабораторных испытаниях вообще не детонирует и не дефлагрирует и демонстрирует слабую реакцию или вообще не реагирует при нагревании в замкнутом объеме, допускается к перевозке в упаковках массой/емкостью не более 400 кг/450 л (определяется как органический пероксид типа E, выходной блок E на рис. 20.1);
- f) любой состав органических пероксидов, который при лабораторных испытаниях не детонирует в кавитационном состоянии, не дефлагрирует вообще, не реагирует или слабо реагирует при нагревании в замкнутом объеме, а также характеризуется слабым взрывным эффектом или его полным отсутствием, может рассматриваться для перевозки в КСГМГ или цистернах (определяется как органический пероксид типа F, выходной блок F на рис. 20.1); дополнительные требования см. в Типовых правилах, подраздел 4.1.7.2 и инструкция по упаковке IBC520, подраздел 4.2.1.13 и инструкция по переносным цистернам T23;
- g) 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, должен быть исключен из подкласса 5.2 при условии, что этот состав термически устойчив (температура самоускоряющегося разложения 60°C или выше для упаковки массой 50 кг), и для десенсибилизации жидких составов используется разбавитель типа А (определяется как органический

пероксид типа G, выходной блок G на рис. 20.1). Если состав не является термически стабильным или для десенсибилизации используется разбавитель иной, чем типа A, этот состав должен определяться как органический пероксид типа F.

20.4.4 *Типы испытаний*

20.4.4.1 Пункты 20.4.2 и 20.4.3 касаются лишь тех свойств самореактивных веществ и органических пероксидов, которые имеют решающее значение для их классификации. Эти свойства устанавливаются в экспериментальном порядке.

20.4.4.2 Методы испытаний для определения типа самореактивного вещества или органического пероксида объединены в восемь серий, обозначенных буквами A–H и предназначенных для получения информации, необходимой для ответа на вопросы схемы, изображенной на рис. 20.1, и для применения принципов классификации.

20.4.4.3 Серия испытаний A включает лабораторные испытания и критерии, касающиеся распространения детонации, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетке 1 схемы.

20.4.4.4 Серия испытаний B включает испытание и критерии, касающиеся распространения детонации в веществе, упакованном для целей перевозки, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетке 2 схемы.

20.4.4.5 Серия испытаний C включает лабораторные испытания и критерии, касающиеся распространения дефлаграции в соответствии с вопросами, содержащимися в клетках 3, 4 и 5 схемы.

20.4.4.6 Серия испытаний D включает испытание и критерии, касающиеся распространения быстрой дефлаграции в веществе, упакованном для целей перевозки, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетке 6 схемы.

20.4.4.7 Серия испытаний E включает лабораторные испытания и критерии, касающиеся установления эффекта нагревания в определенном ограниченном объеме, в соответствии с вопросами, содержащимися в клетках 7, 8, 9 и 13 схемы.

20.4.4.8 Серия испытаний F включает лабораторные испытания и критерии, касающиеся взрывной мощности веществ, рассматриваемых на предмет перевозки в контейнерах средней грузоподъемности для массовых грузов (КСГМГ) или цистернах или освобождения от предписаний (см. клетку 11 схемы), в соответствии с вопросом, содержащимся в клетке 12 схемы.

20.4.4.9 Серия испытаний D включает испытания и критерии, касающиеся определения эффекта теплового взрыва вещества, упакованного для целей перевозки, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетке 10 схемы.

20.4.4.10 Серия испытаний H включает испытаний и критерии, касающиеся определения температуры самоускоряющегося разложения органических пероксидов и самореактивных или потенциально самореактивных веществ.

20.4.5 *Применение методов испытаний*

20.4.5.1 Порядок проведения испытаний серий A–H отражает скорее последовательность оценки результатов, чем очередность. Лабораторные испытания рекомендуется проводить в следующей последовательности: E, H, F, C и, наконец, A. В некоторых испытаниях необходимости может не быть (см. введение к каждой серии испытаний).

20.4.5.2 Испытания серий B, D и G, относящиеся к упаковкам, нужно проводить лишь в том случае, если на эту необходимость указывают результаты, полученные в ходе соответствующих испытаний серий A, C и E.

20.5 Пример протокола испытаний

20.5.1 Примеры протокола испытаний и классификации показаны, соответственно, на рис. 20.2 и 20.3.

20.5.2 Для учета погрешности результата концентрация перевозимого вещества может быть до 2% выше концентрации испытанного вещества. При испытании органического пероксида следует указывать в разделе "Общие данные" протокола содержание свободного кислорода. Таким же образом, при испытании самореактивного вещества следует указывать тип и содержание активатора, если он имеется.

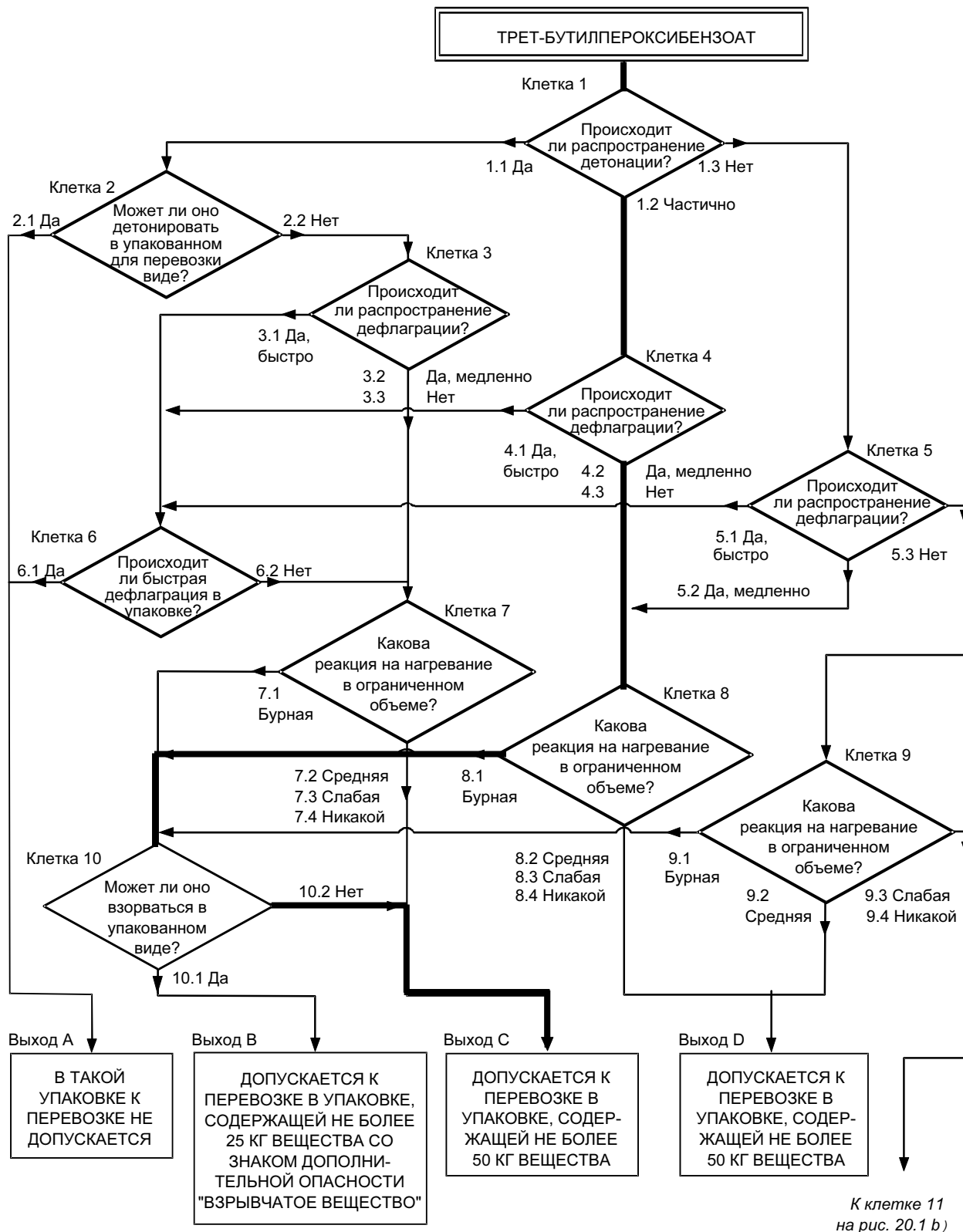
20.5.3 Если результаты предварительного испытания свидетельствуют о том, что вещество очень чувствительно к инициированию (например, в результате удара, трения или искрения), эти результаты заносятся в протокол.

Рис. 20.2: ПРИМЕР ПРОТОКОЛА ИСПЫТАНИЙ

1.	Название вещества	:	трет-БУТИЛПЕРОКСИБЕНЗОАТ, технически чистый
2.	Общие данные		
2.1	Состав	:	98% трет-бутилпероксибензоата
2.2	Молекулярная формула	:	$C_{11}H_{14}O_3$
2.3	Содержание активного кислорода	:	8,24%
2.4	Содержание активатора	:	Не применимо
2.5	Физическое состояние	:	Жидкость
2.6	Цвет	:	Бесцветная
2.7	Плотность (объемная)	:	1040 кг/м ³
2.8	Гранулометрический состав	:	Не применимо
3.	Детонация (испытание серии А) Клетка 1 схемы	:	Распространяет ли вещество детонацию?
3.1	Метод	:	Испытание БИМ с использованием стальной трубки 50/60 (испытание А.1)
3.2	Состояние испытанного образца	:	Температура окружающего воздуха
3.3	Наблюдения	:	Разрушение трубки на 30 см, непрореагировавшее вещество находится в трубке
3.4	Результат	:	Частично
3.5	Выход	:	1.2
4.	Дефлаграция (испытание серии С) Клетка 4 схемы	:	Распространяет ли вещество дефлаграцию?
4.1	Метод 1	:	Испытание "время/давление" (испытание С.1)
4.2	Состояние испытанного образца	:	Температура окружающего воздуха
4.3	Наблюдения	:	Время: 2,5 с
4.4	Результат	:	Да, медленно
4.5	Метод 2	:	Испытание на дефлаграцию (испытание С.2)
4.6	Состояние испытанного образца	:	Температура 50°C
4.7	Наблюдения	:	Скорость распространения дефлаграции – 0,65 мм/с
4.8	Результат	:	Да, медленно
4.9	Общий результат	:	Да, медленно
4.10	Выход	:	4.2
5.	Нагрев в условиях ограниченного объема (испытание серии Е) Клетка 8 схемы	:	Каков эффект нагревания в условиях ограниченного объема?
5.1	Метод 1	:	Испытание по Коенену (испытание Е.1)
5.2	Состояние испытанного образца	:	Масса – 26,0 г
5.3	Наблюдения	:	Предельный диаметр 3,5 мм (время до реакции 19 с, продолжительность реакции 22 с)
5.4	Результат	:	Бурная реакция
5.5	Метод 2	:	Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Нидерландах (испытание Е.2)

5.6	Состояние испытанного образца	:	10,0 г
5.7	Наблюдения	:	Предельный диаметр 10 мм (время до реакции 110 с, продолжительность реакции 4 с)
5.8	Результат	:	Бурная реакция
5.9	Общий результат	:	Бурная реакция
5.10	Выход	:	8.1
6.	Взрыв в упаковке (испытание серии E) Клетка 10 схемы	:	Может ли вещество взорваться в упакованном виде?
6.1	Метод	:	Испытание на тепловой взрыв в упаковке (испытание G.1)
6.2	Состояние испытанного образца	:	25 кг испытываемого вещества в упаковке типа 6HG2 емкостью 30 л
6.3	Наблюдения	:	Образование дыма, отсутствие разрушения упаковки с образованием фрагментов
6.4	Результат	:	Отсутствие взрыва (метод упаковки OPB)
6.5	Выход	:	10.2
7.	Теплоустойчивость (испытания серии H)		
7.1	Метод	:	Испытание для определения ТСУР по методу США (испытание H.1)
7.2	Состояние испытанного образца	:	20 л вещества в таре 6HG2 емкостью 25 л
7.3	Наблюдения	:	Самоускоряющееся разложение при температуре 63°C, отсутствие самоускоряющегося разложения при температуре 58°C, ТСУР 63°C
7.4	Результат	:	Регулирование температуры не требуется
8.	Дополнительные данные (см. 20.5.3)		
8.1	Метод	:	Испытание на копре БИМ [испытание 3 a) ii)]
8.2	Состояние испытанного образца	:	Температура окружающего воздуха
8.3	Наблюдения	:	Предельная энергия удара – 5 Дж
8.4	Результат	:	Чувствительно к удару
9.	Предлагаемая классификация		
9.1	Собственное отгрузочное наименование	:	ОРГАНИЧЕСКАЯ ПЕРЕКИСЬ, ТИП C, ЖИДКОЕ ВЕЩЕСТВО
9.2	Номер ООН	:	3103
9.3	Подкласс	:	5.2
9.4	Техническое наименование	:	трет-Бутилпероксибензоат
9.5	Концентрация	:	≤ 100%
9.6	Разбавитель(и)	:	Не имеется
9.7	Дополнительные виды опасности	:	Не имеется
9.8	Группа упаковки	:	II
9.9	Метод упаковки	:	OP5A
9.10	Контрольная температура	:	Не требуется
9.11	Аварийная температура	:	Не требуется

Рис. 20.3: КЛАССИФИКАЦИЯ ТРЕТ-БУТИЛПЕРЕКСИБЕНЗОАТА



РАЗДЕЛ 21

ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ А

21.1 Введение

21.1.1 Серия испытаний А включает лабораторные испытания и критерии, касающиеся распространения детонации, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетке 1 на рис. 20.1.

21.2 Методы испытаний

21.2.1 На вопрос "Происходит ли распространение детонации?" (клетка 1 на рис. 20.1) отвечают на основе результатов применения одного из методов испытаний, перечисленных в таблице 21.1. Если жидкость рассматривается на предмет перевозки в контейнерах-цистернах или КСГМГ вместимостью более 450 л, может понадобиться проведение кавитационного варианта испытания серии А (см. приложение 3).

Таблица 21.1: МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ А

Код испытания	Название испытания	Раздел
A.1	Испытание БИМ с использованием стальной трубки 50/60	21.4.1
A.2	Испытание ТНО с использованием стальной трубки 50/70	21.4.2
A.5	Испытание ООН на передачу детонации через зазор	21.4.3
A.6	Испытание ООН на детонацию ^a	21.4.4

^a *Рекомендуемое испытание.*

Все испытания считаются равноценными, и должен использоваться лишь один метод испытания.

21.2.2 Для органических пероксидов может использоваться сочетание испытания на определение взрывной мощности (любое испытание серии F, за исключением испытания F.5) с двумя испытаниями на определение эффектов нагревания в ограниченном объеме в качестве отборочной процедуры с целью оценки способности распространять детонацию. Необходимость в проведении испытания серии А возникает в случае, если:

- a) при испытании на определение взрывной мощности получен результат "никакой"; и
- b) при испытании E.2 и испытании E.1 или E.3 получен результат "никакой" или "слабая".

В случае перевозки в упаковках (исключая КСГМГ), если отборочная процедура указывает на то, что в испытании серии А необходимости нет, на вопрос, содержащийся в клетке 1, отвечают "нет". Однако если вещество рассматривается на предмет перевозки в контейнерах-цистернах или КСГМГ или на предмет освобождения от предписаний, то испытание серии А требуется, за исключением случаев, когда при испытании серии А, проведенном на составе вещества с более высокой концентрацией и в том же физическом состоянии, получен ответ "нет".

21.3 Условия испытаний

21.3.1 Поскольку объемная плотность вещества имеет важное значение для результатов испытаний серии А, она должна всегда регистрироваться. Объемная плотность твердых веществ определяется на основе измерений объема трубки и массы образца.

21.3.2 Если в ходе перевозки смесь может разделяться, испытание проводится с инициатором, соприкасающимся с потенциально наиболее взрывоопасным компонентом.

21.3.3 Испытания проводятся при температуре окружающего воздуха, за исключением случаев, когда вещество должно перевозиться в условиях, которые могут изменить его физическое состояние или плотность. Органические пероксиды и самореактивные вещества, требующие регулирования температуры, испытываются при контрольной температуре, если она ниже температуры окружающего воздуха.

21.3.4 *До проведения этих испытаний следует осуществить предварительную процедуру (см. раздел 20.3)*

21.3.5 Когда используется новая партия стальных труб, проводится проверочное испытание с использованием воды (в случае испытаний жидкостей) и инертного органического твердого вещества (в случае испытаний твердых веществ) с целью определения средней длины абсолютного разрушения. Критерии, соответствующие ответу "нет"/"частично", должны в 1,5 раза превышать значение средней длины абсолютного разрушения.

21.4 Предписания, касающиеся испытаний серии А

21.4.1 Испытание А.1: Испытание БИМ с использованием стальной трубки 50/60

21.4.1.1 *Введение*

Это испытание используется для определения способности вещества распространять детонацию под воздействием бустерного заряда в ограниченном объеме стальной трубки. Оно может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 1 на рис. 20.1.

21.4.1.2 *Приборы и материалы*

Используется бесшовная стальная трубка длиной 500 мм, внешним диаметром 60 мм и с толщиной стенок 5 мм (в соответствии с DIN 2448), изготовленная из стали St 37,0 с пределом прочности на разрыв 350–480 Н·мм⁻² (в соответствии с DIN 1629). Трубка закрывается с открытого конца ковким чугунным навинчивающимся колпаком или крышкой из соответствующей пластмассы. Усилитель детонатора состоит из цилиндрического брикета циклотриметилентринитрамина/парафина (95/5) весом 5 г, спрессованного под давлением 1500 бар (размеры показаны на рис. 21.4.1.1). В верхней части усилителя детонатора имеется осевая выемка диаметром 7 мм и глубиной 20 мм, в которую вставляется детонатор достаточной мощности для надежного инициирования усилителя детонатора. Вещества, которые могут вступать в опасную реакцию со сталью St 37,0, подвергаются испытаниям в трубках с внутренним покрытием из полиэтилена¹.

21.4.1.3 *Процедура*

21.4.1.3.1 Обычно стальная трубка заполняется веществом в том виде, в каком оно получено. Определяют массу образца, а если это твердое вещество, то рассчитывают его объемную плотность на основе измеренного внутреннего объема трубки. Однако, чтобы избежать образования внутренних пустот, куски измельчаются, а пастообразные вещества или гели тщательно укладываются в трубку вручную. Во всех случаях конечная плотность вещества в трубке должна быть как можно ближе по значению плотности перевозимого вещества. Усилитель детонатора помещается в центре верхней части трубки так, чтобы испытываемое вещество окружало его. При испытании жидкостей усилитель детонатора изолируют от жидкости, обернув его тонкой алюминиевой фольгой или соответствующим полимерным материалом. Затем изолированный усилитель детонатора прикрепляется к колпачку из ковкого чугуна с помощью тонких проволочек, проходящих через четыре дополнительных отверстия в нем. Колпачок аккуратно навинчивается на трубку, а затем через центральное отверстие в колпачке в усилитель детонатора вставляют детонатор. Затем детонатор приводится в действие.

¹ В особых случаях в качестве материала трубки может использоваться чистый алюминий или сталь 1,4571, соответствующая DIN 17440.

21.4.1.3.2 Проводятся, по меньшей мере, два испытания, возможно с использованием измерительных приборов (например, датчик скорости), если только не произойдет детонации в ходе первого испытания. Может оказаться необходимым третье испытание, с использованием измерительных приборов, если два испытания без измерительных приборов не приведут ни к какому заключению.

21.4.1.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

21.4.1.4.1 Результаты испытания оцениваются с учетом следующих элементов:

- a) вида разрушения трубки;
- b) завершенности реакции вещества; и
- c) при возможности, измеренной скорости распространения детонации в веществе.

Для классификации используется испытание, приведшее к наиболее строгой оценке.

21.4.1.4.2 Критерии испытания следующие:

- "Да":
- трубка полностью разрушена с образованием осколков; или
 - разрушены верхний и нижний концы трубки; или
 - измерения показывают, что скорость распространения детонации в неразрушенной части трубки является постоянной и превышает скорость распространения звука в этом веществе.
- "Частично":
- трубка разрушена лишь со стороны детонатора, и средняя длина участка разрушения (по результатам двух испытаний) в 1,5 раза превышает среднюю длину участка разрушения, полученную при испытании инертного материала в том же физическом состоянии; и
 - значительная часть вещества не прореагировала или измерения показывают, что скорость распространения детонации в неразрушенной части трубки меньше скорости распространения звука в этом веществе.
- "Нет":
- трубка разрушена лишь со стороны детонатора, и средняя длина участка разрушения (по результатам двух испытаний) не более чем в 1,5 раза превышает среднюю длину участка разрушения, полученную при испытании инертного материала в том же физическом состоянии; и
 - значительная часть вещества не прореагировала или измерения показывают, что скорость распространения детонации в неразрушенной части трубки меньше скорости распространения звука в этом веществе.

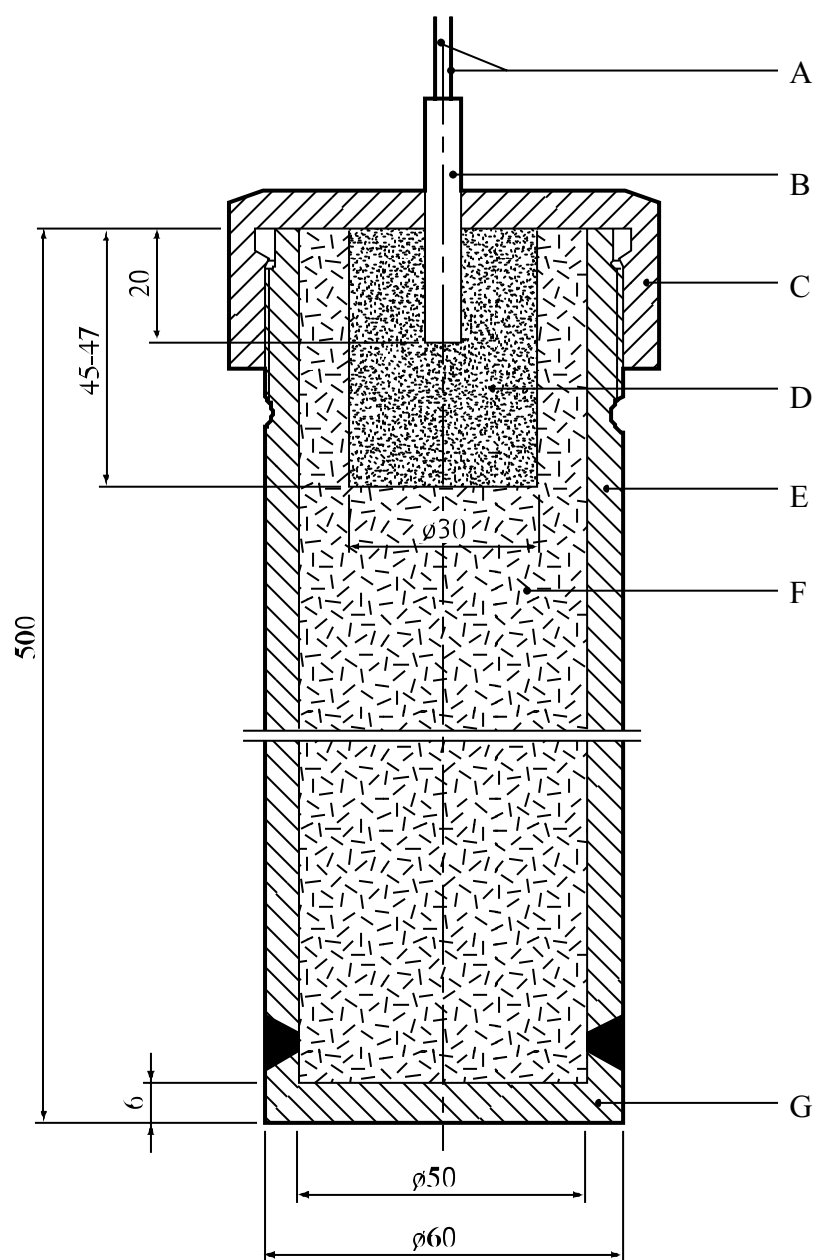
21.4.1.5 Примеры результатов

Вещества	Объемная плотность (кг/м ³)	Длина разрушенной части (см)	Результат
Азодикарбонамид	627	15	Нет
2,2'-Азоди(2,4-диметилвалеронитрил)	793	16	Нет
Бензол-1,3-дисульфогидразид	640	50	Да
Бензолсульфогидразид	630	17	Нет
трет-Бутилпероксибензоат	–	30	Частично
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	–	18	Нет
3-Хлор-пероксибензойная кислота, не более 80% с 3-хлорбензойной кислотой	610	24, 6 ^a	Да
Кумилгидропероксид, 84% в кумене	–	15	Нет
Циклогексанонпероксид(ы)	620	50	Да
2-Диазо-1-нафтол-5-сульфохлорид	690	20	Нет ^b
Дибензоилпероксид	730	30, 12 ^a	Да
Дибензоилпероксид, 75% с водой	740	20	Нет
Ди-трет-бутилпероксид	–	16	Нет
Дицетилпероксидикарбонат	590	13	Нет
Дикумилпероксид	520	14	Нет
Диизопропилпероксидикарбонат	790	50	Да
Дилауроила пероксид	580	25	Частично
Димиристилпероксидикарбонат	460	20	Нет
Димиристилпероксидикарбонат, 42%, устойчивая дисперсия в воде	–	15	Нет
N,N'-Динитрозопентаметилентетрамин, 90% с минеральным маслом	590	50	Да ^c
N,N'-Динитрозопентаметилентетрамин, 80% с 17% неорганического твердого вещества и 3% минерального масла	500	50	Да
N,N'-Динитрозопентаметилентетрамин, 75% с 15% карбоната кальция и 10% минерального масла	–	26	Частично
<i>Инертные вещества:</i>			
Воздух		8	
Диметилфталат		13	
Сахарная пудра	682	14	
Песок		13	
Вода		14	

^a Оба конца разрушены.

^b Вещество полностью прореагировало в результате дефлаграции.

^c Скорость распространения детонации – 3040 м/с.



-
- (A) Провода детонатора
 - (B) Детонатор, вставленный на 20 мм в бустерный заряд
 - (C) Навинчивающийся колпачок из ковкого чугуна или пластмассовая крышка
 - (D) Усилитель детонатора из циклотриметилентринитрамина/парафина (95/5), диаметр – 30 мм, длина – около 46 мм
 - (E) Стальная трубка, длина – 500 мм, внутренний диаметр – 50 мм, внешний диаметр – 60 мм
 - (F) Испытуемое вещество
 - (G) Приваренное стальное основание толщиной 6 мм
-

Рис. 21.4.1.1: ИСПЫТАНИЕ БИМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТАЛЬНОЙ ТРУБКИ 50/60

21.4.2 **Испытание А.2: Испытание TNO с использованием стальной трубки 50/70**

21.4.2.1 *Введение*

Это испытание используется для определения способности вещества распространять детонацию под действием бустерного заряда в условиях ограниченного объема стальной трубки. Оно может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 1 на рис. 20.1.

21.4.2.2 *Приборы и вещества*

21.4.2.2.1 Твердые вещества

Прибор состоит из бесшовной стальной трубки (материал St. 35 в соответствии со стандартом DIN 1629/P3) внутренним диаметром 50 мм, с толщиной стенок 10 мм и длиной 1160 мм (трубка типа А). Один конец трубки (который далее будет называться нижним) закрыт приваренной стальной пластиной толщиной 20 мм (см. рис. 21.4.2.1). Трубка имеет датчик для измерения скорости распространения детонации в веществе. Бустерный заряд состоит из четырех усилителей детонатора, снаряженных циклотриметилентринитрамином/парафином (95/5), каждый диаметром 50 мм, массой 50 г и длиной 16,4 мм.

21.4.2.2.2 Жидкие вещества

Для определения способности к детонации жидких веществ используется такая же трубка, как и для твердых веществ, однако ее длина составляет 750 мм. Один конец трубки (называемый нижним) заглушен металлической пластиной толщиной 0,5 мм, под которой располагаются четыре усилителя детонатора (трубка типа В), см. рис. 21.4.2.2. Трубка поддерживается в вертикальном положении держателем или тремя приваренными к ней опорами. Для коррозионных жидкостей и жидкостей, подверженных разложению при контакте с материалом St. 35, используется трубка из нержавеющей стали 316 (при необходимости пассивированной) длиной 750 мм, внутренним диаметром 50 мм и внешним диаметром 63 мм (трубка типа С).

21.4.2.3 *Процедура*

21.4.2.3.1 Твердые вещества

Вещество должно подвергаться испытанию при температуре окружающего воздуха или при контрольной температуре, если она ниже температуры окружающего воздуха. После установки датчика скорости исследуемое твердое вещество вводят через открытый конец трубки, постоянно постукивая по ней. После заполнения трубки исследуемым веществом до уровня 60 мм ниже ее верхнего края определяют массу испытуемого вещества и рассчитывают объемную плотность на основе измеренного внутреннего объема трубки. Вставляют четыре усилителя детонатора, в последнем из которых находится детонатор, с помощью которого производится подрыв заряда. Испытание проводится дважды, если детонация не возникает после первого испытания.

21.4.2.3.2 Жидкости

В случае жидкостей трубка после размещения под металлической пластиной бустерного заряда, аналогичного заряду, используемому при испытании твердых веществ, полностью наполняется жидким веществом; определяется ее масса. Последующая процедура испытания аналогична процедуре, применяемой для твердых веществ.

21.4.2.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

21.4.2.4.1 Основанием для определения детонации или ее отсутствия является характер разрушения трубки, а в некоторых случаях – результаты измерения скорости распространения детонации. Для классификации используется испытание, приведшее к наиболее строгой оценке.

21.4.2.4.2 Критерии испытания следующие:

- "Да":
- трубка полностью разрушена с образованием осколков; или
 - данные измерения скорости показывают, что скорость распространения детонации в неразрушенной части трубки неизменна и что она превышает скорость распространения звука в испытываемом веществе.
- "Частично":
- при всех испытаниях детонация вещества не наблюдается, но при этом 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":
- при всех испытаниях детонация вещества не наблюдается, но при этом 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.

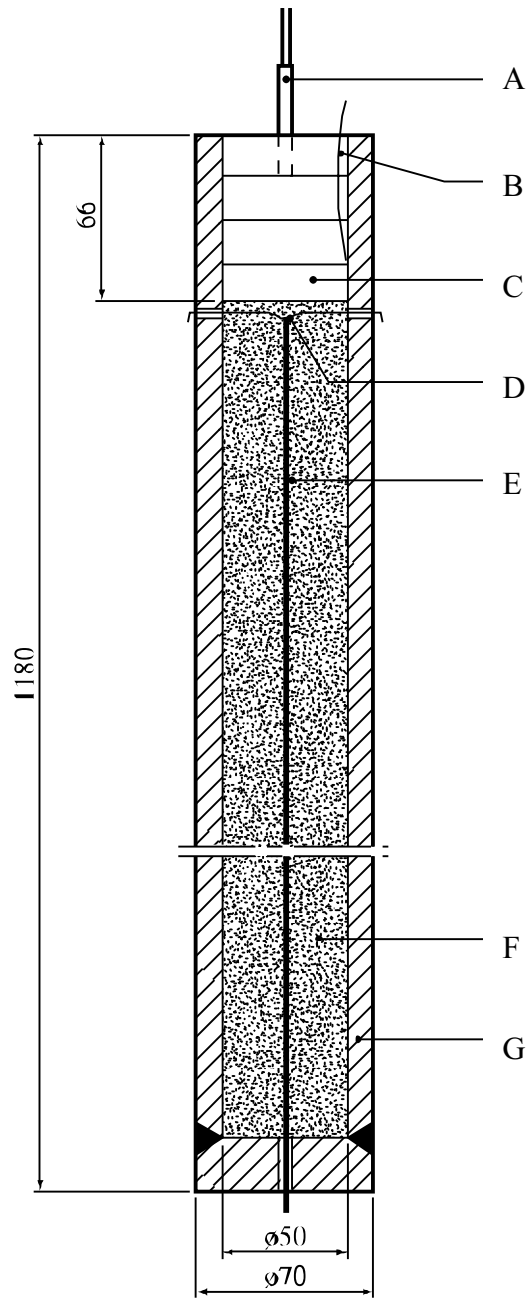
21.4.2.5 Примеры результатов

Вещество	Тип трубы	Объемная плотность (кг/м ³)	Длина разрушенной части (см)	Результат
трет-Бутилпероксибензоат	B	–	20	Частично
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	B	–	14	Нет
трет-Бутилпероксиизопропила карбонат	B	–	17	Частично
Дибензоилпероксид, 75% с водой	A	770	30	Частично
1,1-Ди-(трет-бутилперокси)-3,3,5-триметилциклогексан	C	–	7	Нет
Дициклогексилпероксидикарбонат ^a	A	630	33 ^b	Да
Дициклогексилпероксидикарбонат, с 10% воды ^a	A	640	33 ^c	Да
2,5-Диэтокси-4-морфолинобензолдиазонийцинкхлорид, 90%	A	–	17	Нет
2,5-Диэтокси-4-(фенилсульфонил)-бензолдиазонийцинкхлорид, 67%	A	–	25	Нет
Дилауроила пероксид	A	610	34	Частично
3-Метил-4-(пирролидинил)-бензолдиазонийтетрафторборат, 95%	A	–	19	Нет
Ди-н-октаноила пероксид (жидкий)	B	–	10	Нет

^a Проведено при контрольной температуре.

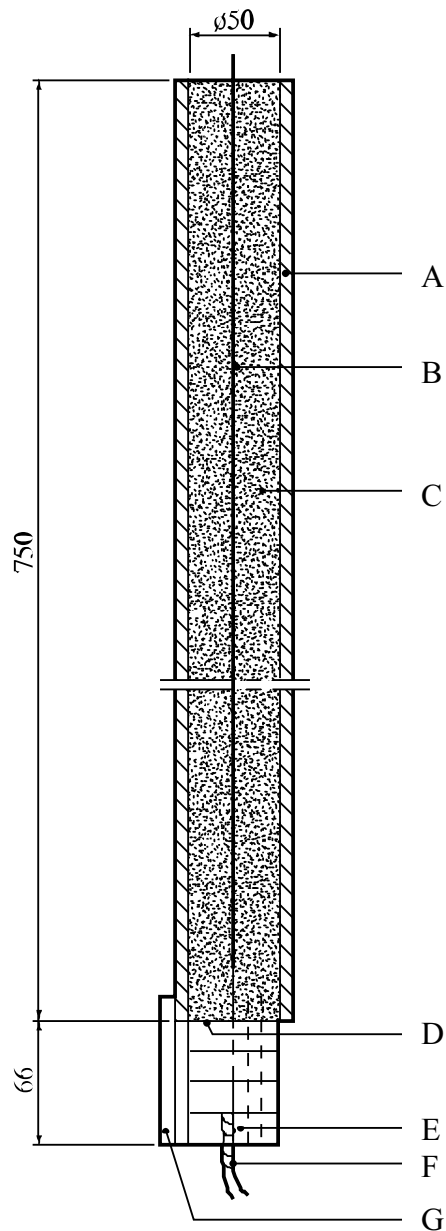
^b Скорость распространения детонации (660 м/с) превышает скорость распространения звука в веществе.

^c Скорость распространения детонации (690 м/с) превышает скорость распространения звука в веществе.



(A)	Детонатор	(B)	Датчик ионизации
(C)	4 патрона с циклотриметилен-тринитрамином/парафином	(D)	Ушко
(E)	Датчик измерения скорости	(F)	Испытуемое вещество
(G)	Стальная трубка		

Рис. 21.4.2.1: ИСПЫТАНИЕ ТНО С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТАЛЬНОЙ ТРУБКИ 50/70 ДЛЯ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ (ТРУБКА ТИПА А)



(A)	Стальная трубка, внешний диаметр 63,5 (C) или 70 мм (B)	(B)	Датчик измерения скорости
(C)	Испытуемое вещество	(D)	Стальной диск
(E)	4 патрона с циклотриметилен-тринитрамином/парафином	(F)	Детонатор
(G)	Опоры		

Рис. 21.4.2.2: ИСПЫТАНИЕ ТНО С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТАЛЬНОЙ ТРУБКИ 50/70 ДЛЯ ЖИДКОСТЕЙ (ТРУБКИ ТИПОВ В И С)

21.4.3 *Испытание А.5: Испытание ООН на передачу детонации через зазор*

21.4.3.1 *Введение*

Это испытание используется с целью определить способность вещества, помещенного в стальную трубку, распространять детонацию под действием бустерного заряда в условиях ограниченного объема. Оно может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 1 на рис. 20.1.

21.4.3.2 *Приборы и материалы*

Прибор показан на рис. 21.4.3.1. Опытный образец содержится в холоднотянутой бесшовной стальной трубке с внешним диаметром 48 ± 2 мм, толщиной стенки $4,0 \pm 0,1$ мм и длиной 400 ± 5 мм. Если испытуемое вещество 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 разьесть полиэтилен, можно использовать политетрафторэтилен. Бустерный заряд состоит из 160 г циклотриметилентринитрамина/парафина (95/5) или ТЭН/тринитротолуола (50/50), имеет в диаметре 50 ± 1 мм, плотность 1600 ± 50 кг/м³, длину около 50 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. На верхнем конце стальной трубки устанавливается контрольная пластина из мягкой стали в виде квадрата со стороной 150 ± 10 мм и толщиной $3,2 \pm 0,2$ мм; она отделена от трубки прокладками толщиной $1,6 \pm 0,2$ мм.

21.4.3.3 *Процедура*

21.4.3.3.1 Образец загружается по верхний край стальной трубки. Образцы твердых веществ загружаются до такой плотности, которой можно добиться встряхиванием трубки до тех пор, пока станет незаметной дальнейшая усадка. Устанавливается масса образца, и, если вещество является твердым, рассчитывается его объемная плотность на основе измеренного внутреннего объема трубки. Значение плотности должно быть как можно ближе значению плотности во время отправки.

21.4.3.3.2 Трубка устанавливается в вертикальном положении, и бустерный заряд приводится в непосредственное соприкосновение с мембраной, закрывающей нижнее отверстие трубки. Детонатор устанавливается напротив бустерного заряда и инициируется. Если детонации вещества не наблюдается, проводятся два испытания.

21.4.3.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

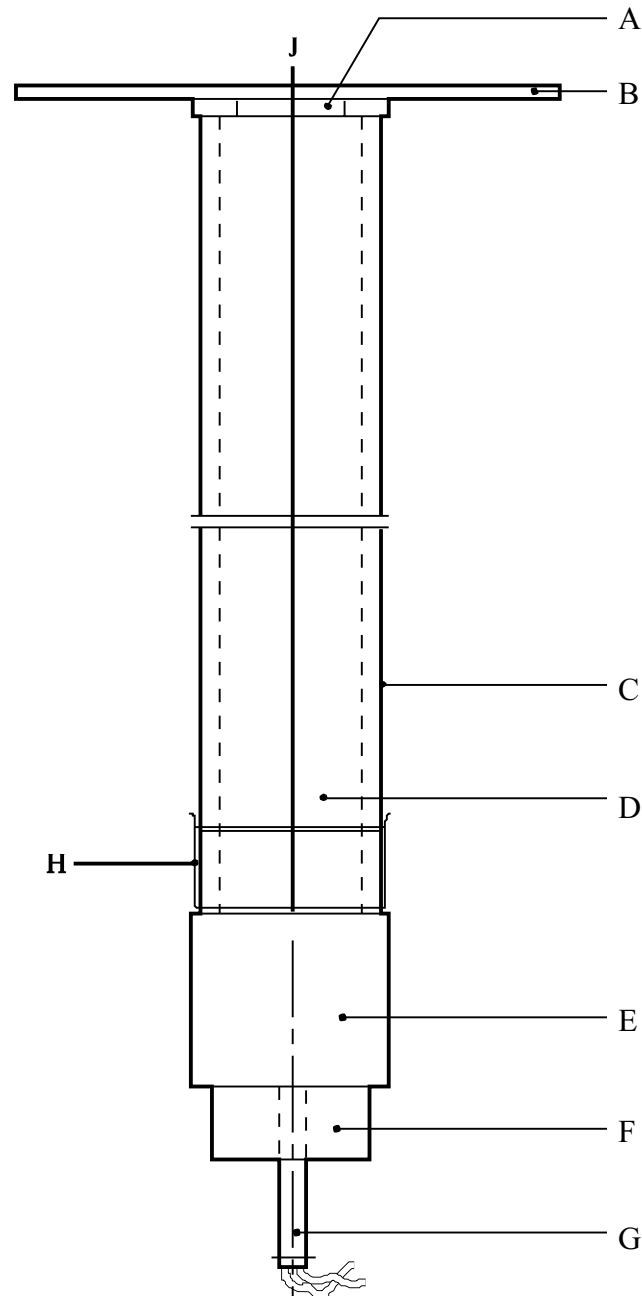
21.4.3.4.1 Результаты испытания оцениваются с учетом вида разрушения трубки. Контрольная пластина используется лишь для получения дополнительной информации о степени реакции. Для классификации должно использоваться испытание, приведшее к наиболее строгой оценке.

21.4.3.4.2 Критерии испытания следующие:

- "Да": – трубка разрушилась по всей своей длине.
- "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.

21.4.3.5 *Примеры результатов*

Вещество	Объемная плотность (кг/м³)	Длина разрушенной части (см)	Результат
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	366	40	Да
трет-Бутилпероксибензоат		25	Частично
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат		25	Частично
Дибензоилпероксид, 75% с водой	685	40	Да
2,5-Ди-(трет-бутилперокси)- 2,5-диметилгексин-3		34	Частично
Дилауроила пероксид	564	28	Нет



(A)	Прокладки	(B)	Контрольная пластина
(C)	Стальная трубка	(D)	Испытуемое вещество
(E)	Бустер, состоящий из циклотри- метилентринитрамина/парафина или ТЭН/тринитротолуола	(F)	Держатель детонатора
(G)	Детонатор	(H)	Пластмассовая мембрана

Рис. 21.4.3.1: ИСПЫТАНИЕ ООН НА ПЕРЕДАЧУ ДЕТОНАЦИИ ЧЕРЕЗ ЗАЗОР

21.4.4 *Испытание А.6: Испытание ООН на детонацию*

2.4.4.1 *Введение*

Это испытание используется с целью определить способность вещества, помещенного в стальную трубку, распространять детонацию под действием бустерного заряда в условиях ограниченного объема. Оно может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 1 на рис. 20.1.

21.4.4.2 *Приборы и материалы*

Приборы показаны на рис. 21.4.4.1. Опытный образец содержится в холодноотянутой бесшовной стальной трубке с внешним диаметром 60 ± 1 мм, толщиной стенки $5,0 \pm 1$ мм и длиной 500 ± 5 мм. Если испытуемое вещество 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 разъесть полиэтилен, можно использовать политетрафторэтилен. Бустерный заряд состоит из 200 г циклотриметилентринитрамина/парафина (95/5) или ТЭН/тринитротолуола (50/50), имеет в диаметре 60 ± 1 мм, плотность 1600 ± 50 кг/м³, 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 веществе. Дополнительную информацию о взрывоопасных свойствах опытного образца можно получить путем использования контрольной пластины, изображенной на рисунке 21.4.4.1. На верхнем конце стальной трубки устанавливается контрольная пластина из мягкой стали в виде квадрата со стороной 150 мм и толщиной 3,2 мм; она отделена от трубки прокладками толщиной 1,6 мм.

21.4.4.3 *Процедура*

Образец загружается по верхний край стальной трубки. Образцы твердых веществ загружаются до такой плотности, которой можно добиться встряхиванием трубки до тех пор, пока станет незаметной дальнейшая усадка. Устанавливается масса образца и, если вещество является твердым, рассчитывается его объемная плотность. Значение плотности должно быть как можно ближе значению плотности во время отправки. Трубка устанавливается в вертикальном положении, и бустерный заряд приводится в непосредственное соприкосновение с мембраной, закрывающей нижнее отверстие трубки. Детонатор устанавливается напротив бустерного заряда и инициируется. Если детонации вещества не наблюдается, проводятся два испытания.

21.4.4.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

21.4.4.4.1 Результаты испытания оцениваются на основе:

- a) типа разрушения трубки; и
- b) если это происходит, измеренной скорости распространения детонации в веществе.

Для классификации должно использоваться испытание, приведшее к наиболее строгой оценке.

21.4.4.4.2 Критерии испытания следующие:

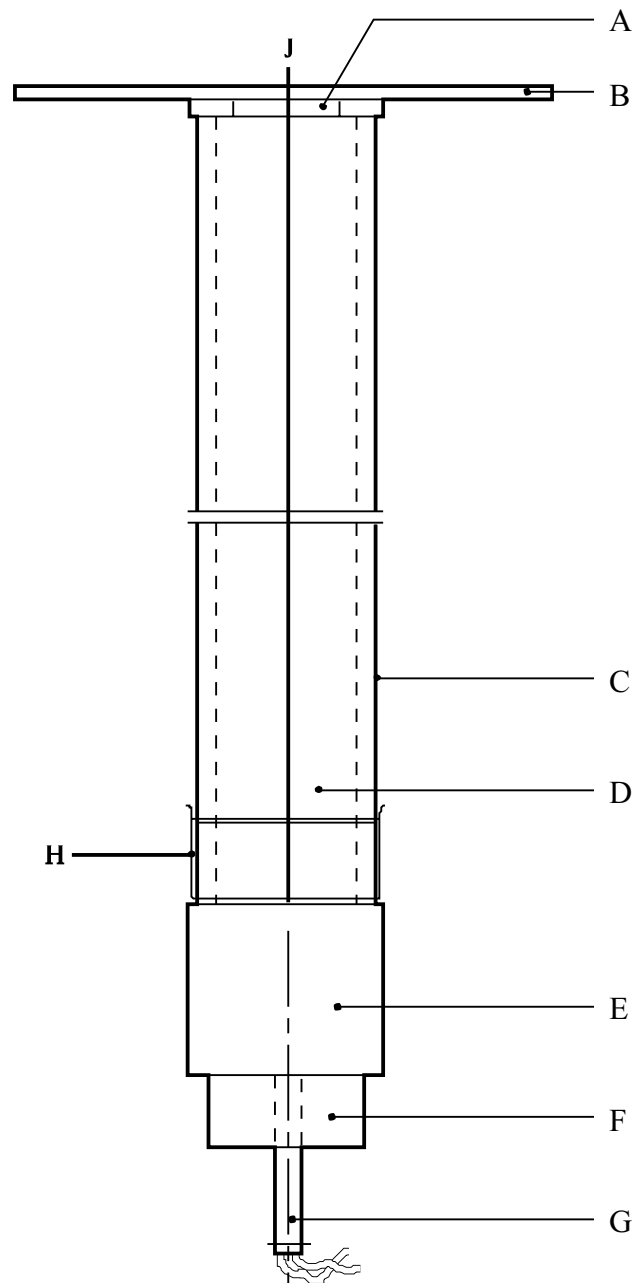
"Да": – трубка полностью разрушилась;

"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 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.

21.4.4.5 *Примеры результатов*

Вещество	Объемная плотность (кг/м³)	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



(A)	Прокладки	(B)	Контрольная пластина
(C)	Стальная трубка	(D)	Испытуемое вещество
(E)	Бустер, состоящий из циклотри-метилентринитрамина/парафина или ТЭН/тринитротолуола	(F)	Держатель детонатора
(G)	Детонатор	(H)	Пластмассовая мембрана
(J)	Датчик скорости		

Рис. 21.4.4.1: ИСПЫТАНИЕ ООН НА ДЕТОНАЦИЮ

РАЗДЕЛ 22

ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ В

22.1 Введение

Серия испытаний В включает испытание и критерии, касающиеся распространения детонации в веществе, упакованном для целей перевозки. Это испытание требуется лишь для веществ, распространяющих детонацию (клетка 1 на рис. 20.1).

22.2 Методы испытаний

22.2.1 На вопрос "Может ли детонировать в упакованном для перевозки виде?" (клетка 2 на рис. 20.1) отвечают на основе результатов применения метода испытания, указанного в таблице 22.1.

Таблица 22.1: МЕТОД ИСПЫТАНИЯ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ В

Код испытания	Название испытания	Раздел
V.1	Испытание на детонацию в упаковке ^a	22.4.1

^a *Рекомендуемое испытание.*

22.2.2 Испытание требуется лишь в случае веществ, для которых дается ответ "да" на вопрос, содержащийся в клетке 1 на рис. 20.1.

22.3 Условия испытания

22.3.1 Испытание серии В применяется к упаковкам (не более 50 кг) вещества в том состоянии и в том виде, в каких они предъявляются к перевозке.

22.3.2 *До проведения этих испытаний следует осуществлять предварительную процедуру (см. раздел 20.3).*

22.4 Предписание, касающееся испытания серии В**22.4.1 Испытание В.1: Испытание на детонацию в упаковке****22.4.1.1 Введение**

Это испытание используется для определения способности вещества распространять детонацию в упакованном для перевозки виде. В ходе испытания упакованное вещество подвергается удару со стороны детонирующего бустерного заряда. Оно используется для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 2 на рис. 20.1.

22.4.1.2 Приборы и материалы

Для проведения испытания требуются детонатор, детонирующий шнур, пластичное взрывчатое вещество 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.

22.4.1.3 Процедура

Этому испытанию подвергаются вещества в том состоянии и в том виде, в каких они предъявляются к перевозке. Упаковка устанавливается 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 вещество, находящееся в упаковке, помещают два заряда пластичного взрывчатого вещества (каждый массой 100 г, но в целом не более 1% массы вещества, содержащегося в упаковке). При испытании жидких веществ 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. рис. 22.4.1.1). Каждый заряд соединяется с детонатором при помощи детонирующего шнура. Длина двух отрезков детонирующего шнура должна быть одинаковой. Наиболее распространенный способ герметизации заключается в укладке сыпучего песка вокруг испытываемой 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 проводится два раза, если детонации не происходит в ходе первого испытания. Если два первых испытания не позволяют сделать какого-либо заключения, можно провести третье испытание без использования измерительной аппаратуры.

22.4.1.4 Критерии испытания и метод оценки результатов

22.4.1.4.1 Результаты испытания оцениваются на основе наличия следующих признаков детонации испытываемого вещества:

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

22.4.1.4.2 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 веществе.

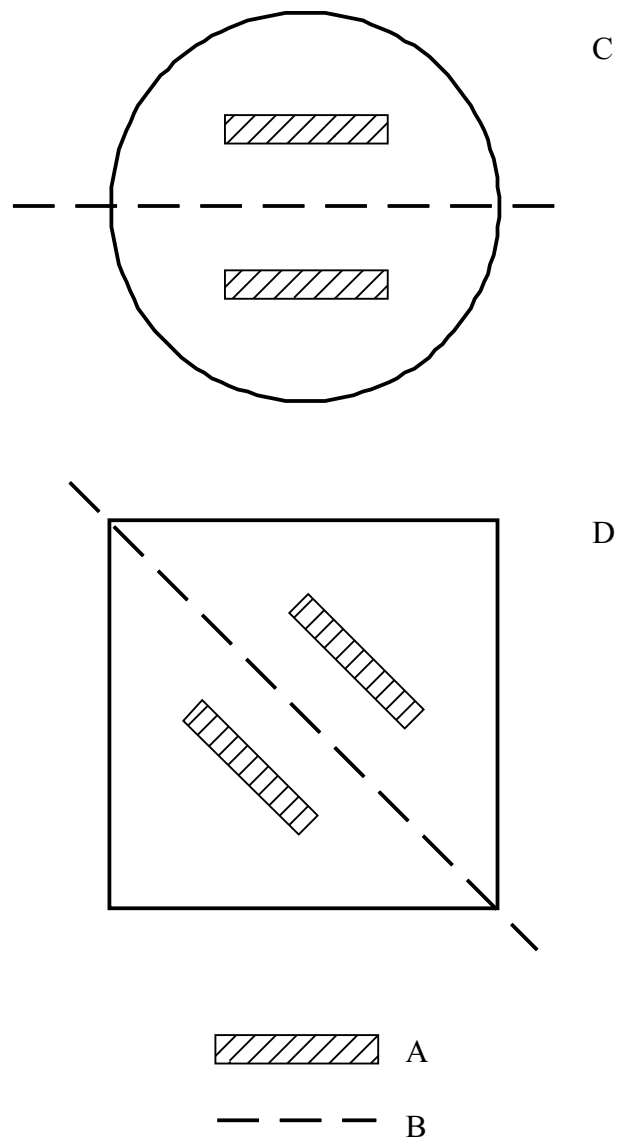
"Нет": – отсутствие отверстия в контрольной пластине, находящейся под продуктом, и воронки в месте проведения испытания, и измерение скорости (если производится) показывает, что скорость распространения ниже скорости звука в веществе, а для твердых веществ – рекуперация непрореагировавшего вещества после испытания.

22.4.1.5 Примеры результатов

Вещество	Объемная плотность (кг/мм ³)	Упаковка	Результат
Дибензоилпероксид	730	1G, 25 кг	Да ^a
Дициклогексилпероксидикарбонат	600	1G, 5 кг	Нет ^b
Дициклогексилпероксидикарбонат, с 10% воды	600	1G, 5 кг	Нет ^b

^a Проводится дважды. Обнаружение детонации в случае образования воронки.

^b Испытания проводятся дважды. Вместо использования контрольной пластины измеряется скорость распространения.



-
- (A) Заряды ВВ
 - (B) Линия симметрии
 - (C) Цилиндрическая упаковка, вид сверху
 - (D) Прямоугольная упаковка, вид сверху
-

Рис. 22.4.1.1: ИСПЫТАНИЕ НА ДЕТОНАЦИЮ В УПАКОВКЕ

РАЗДЕЛ 23

ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ С

23.1 Введение

Серия испытаний С включает лабораторные испытания и критерии, касающиеся распространения дефлаграции, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетках 3, 4 и 5 на рис. 20.1.

23.2 Методы испытаний

23.2.1 На вопрос "Происходит ли распространение дефлаграции" (клетки 3, 4 и 5 на рис. 20.1) отвечают на основе результатов применения методов испытаний, указанных в таблице 23.1.

Таблица 23.1: МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ С

Код испытания	Название испытания	Раздел
С.1	Испытание "время-давление" ^а	23.4.1
С.2	Испытание на дефлаграцию ^а	23.4.2

^а *Рекомендуемое испытание.*

23.2.2 Дается ответ "Да, быстро", если такой же результат получен в каком-либо другом испытании. Дается ответ "Да, медленно", если результатом испытания на дефлаграцию является ответ "Да, медленно" и результатом испытания "время-давление" не является ответ "Да, быстро". Дается ответ "Нет", если результатом испытания на дефлаграцию является ответ "Нет" и результатом испытания "время-давление" не является ответ "Да, быстро".

23.3 Условия испытания

23.3.1 *До проведения этих испытаний осуществляется предварительная процедура (см. раздел 20.3).*

23.4 Предписания, касающиеся испытаний серии С**23.4.1 Испытание С.1: Испытание "время-давление"****23.4.1.1 Введение**

Это испытание применяется для определения способности вещества¹ распространять дефлаграцию в условиях ограниченного объема. Оно может использоваться для ответа на вопросы, содержащиеся в клетках 3, 4 и 5 на рис. 20.1.

23.4.1.2 Приборы и материалы

23.4.1.2.1 Прибор для испытания "время-давление" (рис. 23.4.1.1) состоит из цилиндрического стального сосуда высокого давления длиной 89 мм и внешним диаметром 60 мм. На противоположных сторонах сосуда с помощью машинной обработки делаются 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, обтачивается с внутренней стороны и с каждого конца на глубину 19 мм, где нарезается резьба для ввинчивания патрубка с резьбой 1 дюйм (британский стандарт). К закругленной стороне сосуда высокого давления в 35 мм от

¹ *При испытании жидкостей могут быть получены различные результаты, так как вещество может иметь два значения максимального давления.*

одного из концов и под углом 90° к плоским граням привинчивается устройство вывода давления в виде бокового ответвления. Для этой цели высверливается гнездо глубиной 12 мм, в котором нарезается резьба для ввинчивания конца бокового ответвления размером 1/2 дюйма (британский стандарт). Для обеспечения газонепроницаемости устанавливается прокладка. Боковое ответвление выступает из корпуса сосуда высокого давления на 55 мм и имеет канал диаметром 6 мм. Конец ответвления обтачивается, и на нем нарезается резьба для ввинчивания преобразователя давления мембранного типа. Может использоваться 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 за не более чем 5 мс.

23.4.1.2.2 Дальний по отношению к ответвлению конец сосуда высокого давления закрывается запальной пробкой, снабженной двумя электродами, один из которых изолирован от корпуса пробки, а другой заземлен на него. Другой конец сосуда высокого давления закрывается алюминиевой разрывной мембраной толщиной 0,2 мм (давление разрыва около 2200 кПа), которая закрепляется фиксирующей пробкой с 20-миллиметровым каналом. Для обеспечения хорошей герметизации обе пробки имеют мягкую свинцовую прокладку. Этот комплект устанавливается в правильное для использования положение с помощью стойки (рис. 23.4.1.2). Стойка включает в себя 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.

23.4.1.2.3 На одном конце стойки ПКС вырезается 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 обрезаются под углом 60° к горизонтали и привариваются к основанию.

23.4.1.2.4 На одной стороне верхнего конца основания вырезается 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 приваривается стальная пластина шириной 30 мм и толщиной 6 мм, которая служит прокладкой. Сосуд высокого давления прочно фиксируется 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 привариваются к боковинам основания коробчатой части.

23.4.1.2.5 Система зажигания состоит из электрического запала такого типа, какой обычно используют с детонаторами низкого напряжения, и включает также квадратный кусок запального кембрика со стороной 13 мм. Могут использоваться электрические запалы, обладающие равноценными свойствами. Запальный кембрик состоит из холщовой ткани, покрытой с обеих сторон пиротехническим составом из нитрата калия, кремния и черного пороха², не содержащего серы.

23.4.1.2.6 Процедура подготовки комплекта зажигания для твердых веществ начинается с отсоединения контактов из латунной фольги электрического запала от его изолятора (см. рис. 23.4.1.3). Открывшийся кусок изоляции затем отрезается. Электрический запал устанавливается на полюсах запальной пробки с помощью латунных контактов так, чтобы верхушка электрического запала выступала над поверхностью запальной пробки на 13 мм. В центре квадратного запального кембрика (с длиной стороны 13 мм) прокалывается отверстие, и он устанавливается над запалом, а затем свертывается и закрепляется тонкой хлопчатобумажной нитью.

23.4.1.2.7 В случае жидких образцов провода подводятся к контактам электрического запала. Затем провода продевают на длину 8 мм в трубку из кремнийорганического каучука с внешним диаметром 5 мм и внутренним диаметром 1 мм, и трубка проталкивается вверх выше уровня контактов электрического запала, как показано на рис. 23.4.1.4. Запальный кембрик накручивается затем на электрический запал, и запальный кембрик вместе с трубкой из кремнийорганического каучука покрывается цельным куском тонкой полихлорвиниловой пленки или равноценного материала. Пленка закрепляется в этом положении с

² Можно получить от национального контактного органа Соединенного Королевства (см. приложение 4).

помощью тонкой проволоки, туго намотанной поверх пленки и каучуковой трубки. Провода закрепляются затем на полюсах запальной пробки так, чтобы верхушка электрического запала выступала за поверхность запальной пробки на 13 мм.

23.4.1.3 Процедура

23.4.1.3.1 Прибор в комплекте с преобразователем давления, но без алюминиевой разрывной мембраны устанавливается запальной пробкой вниз. В прибор вводится 5,0 г³ вещества таким образом, чтобы оно находилось в контакте с системой зажигания. Обычно при заполнении прибора вещество не утрамбовывается, однако в случае необходимости вещество, вводимое в прибор, может быть слегка утрамбовано с целью загрузки в сосуд 5,0 г вещества. Если даже при легкой трамбовке оказывается невозможным ввести в прибор все 5,0 г вещества, то запал приводится в действие после заполнения прибора до отказа. Регистрируется вес используемого заряда. Затем устанавливаются свинцовая прокладка и разрывная мембрана, после чего туго завинчивается фиксирующая пробка. Заряженный сосуд устанавливается разрывной мембраной сверху на поддерживающую стойку, которая должна находиться в надлежащем бронированном вытяжном шкафу или ячейке. К полюсам запальной пробки подсоединяется подрывной генератор, и производится 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).

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

23.4.1.4 Критерии испытания и метод оценки результатов

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

23.4.1.4.2 Результаты испытания следующие:

"Да, быстро": – время повышения давления с 690 кПа до 2070 кПа составляет менее 30 мс.

"Да, медленно": – время повышения давления с 690 кПа до 2070 кПа превышает или равно 30 мс.

"Нет": – повышение давления до 2070 кПа выше атмосферного не достигнуто.

ПРИМЕЧАНИЕ: Если необходимо, проводится испытание на дефлаграцию С.2 для проведения различия между "Да, медленно" и "Нет".

³ Если в результате проведения предварительных "безопасных" испытаний (например, разогрев в пламени) или испытаний [на горючесть] (например, испытание серии 3 типа d) обнаруживается, что может произойти быстрая реакция, то в этом случае размер образца должен быть уменьшен до 0,5 г до тех пор, пока не будет установлена интенсивность реакции в ограниченном объеме. Если необходимо использовать образец весом 0,5 г, размер образца необходимо постепенно увеличивать либо до получения результата "Да, быстро", либо до проведения испытания с образцом весом 5,0 г.

23.4.1.5 *Примеры результатов*

Вещество	Максимальное давление (кПа)	Время повышения давления с 690 до 2070 кПа (мс)	Результат
Азодикарбонамид	>2 070	63	Да, медленно
Азодикарбонамид, 67% с оксидом цинка	>2 070	21	Да, быстро
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	>2 070	68	Да, медленно
2,2'-Азоди(2-метилбутиронитрил)	>2 070	384	Да, медленно
трет-Бутилгидропероксид, 70% с водой	1 380	-	Нет
трет-Бутилпероксибензоат	>2 070	2 500	Да, медленно
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	>2 070	4 000	Да, медленно
Кумила гидропероксид, 80% с куменом	<690 ^a	-	Нет
2-Диазо-1-нафтол-5-сульфогидразид	>2 070	14	Да, быстро
Дибензоилпероксид	>2 070	1	Да, быстро
Ди-трет-бутилпероксид	>2 070	100	Да, медленно
Дицетилпероксидикарбонат	<690	-	Нет
Дикумилпероксид	<690 ^a	-	Нет
Дикумилпероксид, с 60% инертного твёрдого вещества	<690 ^a	-	Нет
2,5-Диэтокси-4-морфолинбензолдиазоний- тетрафторборат, 97%	>2 070	308	Да, медленно
Дилауроила пероксид	990	-	Нет
2,5-Диметил-2,5-ди-(трет-бутилперокси)- гексин-3	>2 070	70	Да, медленно
Магния монопероксифталатгексагидрат, 85% с фталатом магния	900	-	Нет
4-Нитрозофенол	>2 070	498	Да, медленно

^a *Нет воспламенения.*

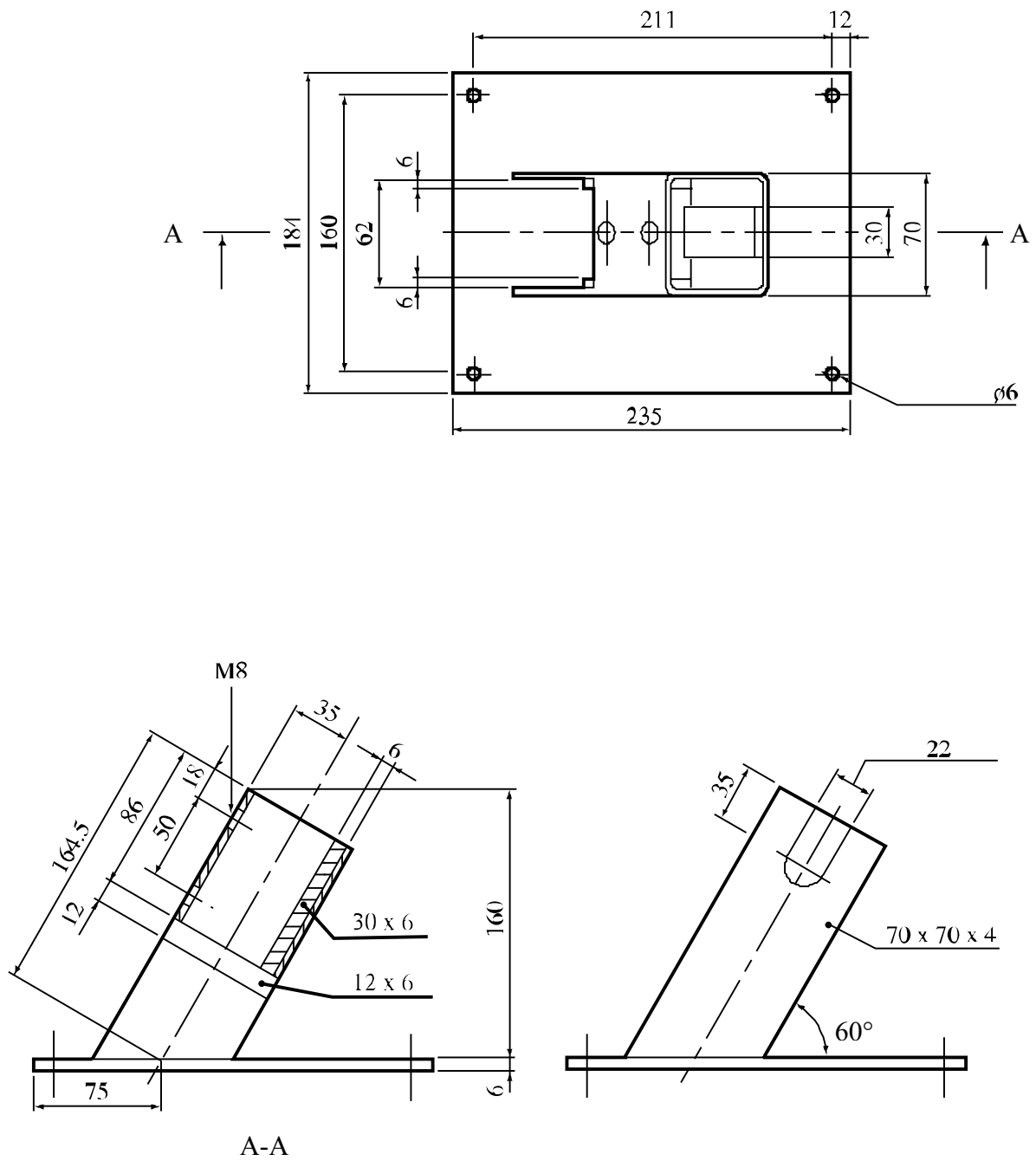
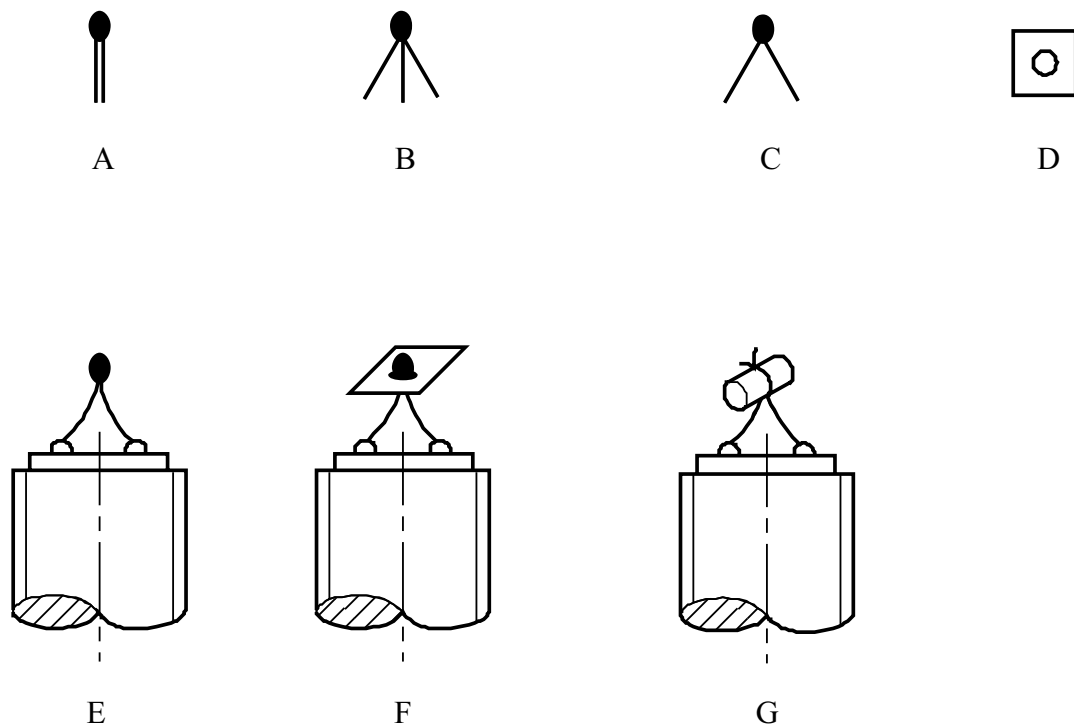
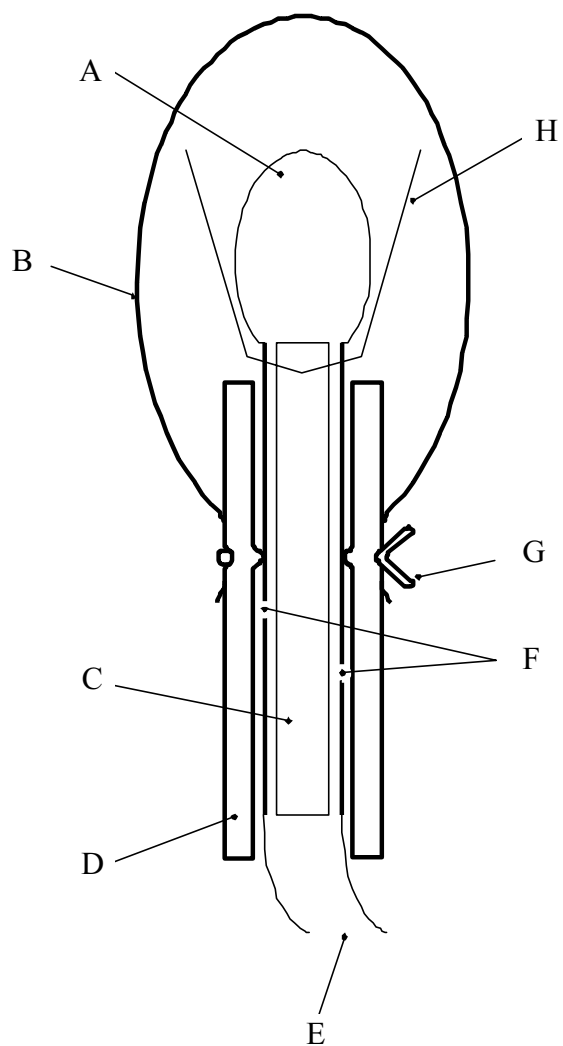


Рис. 23.4.1.2: ОПОРНЫЙ СТЕНД



-
- (A) Мостик накаливания электровоспламенителя
(B) Контакты из латунной фольги, отходящие от картонной изоляции
(C) Отрезанная изоляция
(D) Квадратный кусок запального кембрика SR252 со стороной 13 мм
(E) Мостик накаливания, подсоединенный к штифам запальной пробки
(F) Кембрик, установленный на мостик накаливания
(G) Свернутый и стянутый нитью кембрик
-

Рис. 23.4.1.3: СИСТЕМА ЗАЖИГАНИЯ ДЛЯ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ



-
- (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
-

Рис. 23.4.1.4: СИСТЕМА ЗАЖИГАНИЯ ДЛЯ ЖИДКОСТЕЙ

23.4.2 *Испытание С.2: Испытание на дефлаграцию*

23.4.2.1 *Введение*

Это испытание проводится для определения способности вещества распространять дефлаграцию. Оно может использоваться для ответа на вопросы, содержащиеся в клетках 3, 4 и 5 на рис. 20.1.

23.4.2.2 *Приборы и материалы*

23.4.2.2.1 Испытание проводится с использованием сосуда Дьюара (см. рис. 23.4.2.1), оборудованного вертикальными окнами наблюдения, расположенными с противоположных сторон. Скорость дефлаграции измеряется при помощи хронометра с точностью до 1 секунды.

23.4.2.2.2 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 часов. От верхней части сосуда Дьюара нанесена шкала с горизонтальной градуировкой от 50 мм до 100 мм. Скорость распространения дефлаграции соответствует времени распространения разложения вещества на участке между делениями от 50 мм до 100 мм. Температура вещества, подвергаемого испытанию, измеряется до зажигания при помощи стеклянного термометра с точностью $0,1^\circ\text{C}$. В качестве альтернативного метода определения скорости дефлаграции и температуры образца могут использоваться две термопары, установленные на расстоянии, соответственно, 50 мм и 100 мм от верха сосуда Дьюара.

23.4.2.2.3 Для зажигания вещества может использоваться любое газовое пламя длиной не менее 20 мм.

23.4.2.2.4 В целях личной безопасности испытание должно проводиться 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.

23.4.2.3 *Процедура*

23.4.2.3.1 ***Если в результате проведения предварительных "безопасных" испытаний (например, разогрев в пламени) или маломасштабного испытания на горючесть [например, испытание серии 3 типа d)] обнаруживается, что может произойти быстрая реакция, то 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 28 мм. Если скорость дефлаграции во время одного из этих предварительных испытаний превышает 5 мм/с, то вещество может быть сразу отнесено к веществам, подверженным быстрой дефлаграции, и основное испытание с использованием сосуда Дьюара может не проводиться.

23.4.2.3.2 Сосуд Дьюара и вещество доводятся до аварийной температуры, определенной в Типовых правилах. Если вещество является настолько устойчивым, что не нуждается в установлении аварийной температуры, то испытание проводится при температуре 50°C . В сосуд Дьюара помещают 265 см^3 вещества. Зернистые вещества заполняются в сосуд Дьюара таким образом, чтобы объемная плотность была сопоставима с плотностью при перевозке и не образовывалось кусков.

23.4.2.3.3 Пастообразные вещества помещаются в сосуд Дьюара таким способом, который исключает возможность образования в испытуемом образце воздушных карманов. Высота загруженного вещества должна быть примерно на 20 мм ниже верхнего края сосуда Дьюара. Регистрируются температура и вес вещества. Сосуд Дьюара помещается в испытательную камеру или вытяжной шкаф, защищенный экраном, а поверхность вещества подвергается нагреву при помощи газовой горелки. В

момент воспламенения или, напротив, когда воспламенения через пять минут не происходит, газовая горелка отводится и гасится. Период времени, за который зона реакции перемещается между двумя делениями, определяется при помощи хронометра. Если реакция прекращается, не достигнув нижнего деления, то вещество считается неспособным к дефлаграции. Испытание проводится два раза, и самый короткий промежуток времени используется для расчета скорости распространения дефлаграции. В качестве альтернативного метода определения скорости могут использоваться термомпары, устанавливаемые книзу от центра сосуда Дьюара на расстоянии соответственно 50 мм и 100 мм от верхнего края сосуда. Выходные данные термомпар постоянно контролируются. Прохождение фронта реакции вызывает резкое повышение показателей. Определяется время между этими скачками.

23.4.2.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

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

23.4.2.4.2 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.

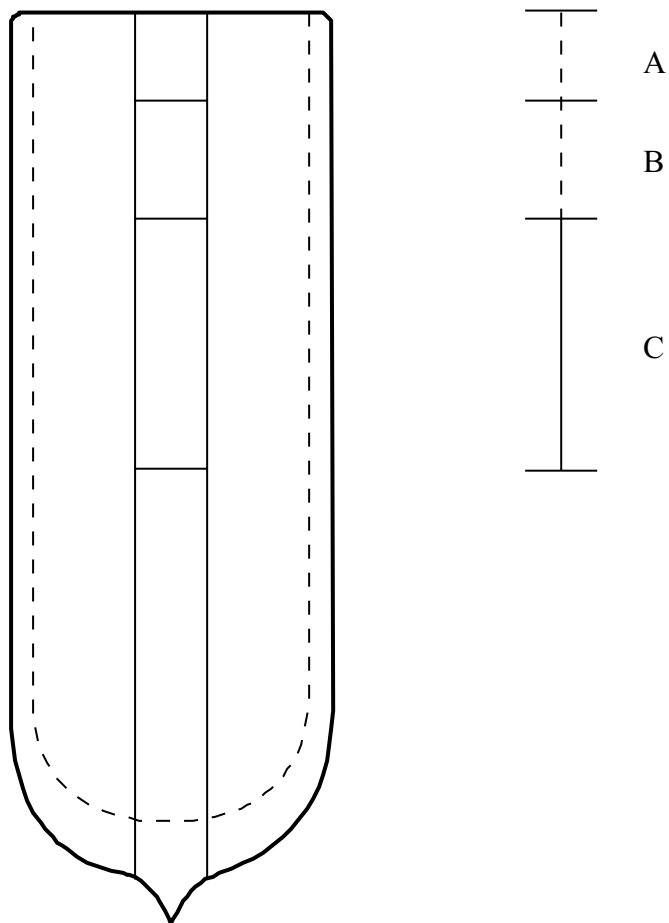
ПРИМЕЧАНИЕ: Испытание С.1 (испытание "время-давление") проводится в том случае, если ответ "Да, быстро" не получен.

23.4.2.5 Примеры результатов

Вещество	Масса образца (г)	Температура (°C)	Скорость распространения (мм/с)	Результат
Азодикарбонамид	174	50	0,35	Да, медленно
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	101	45	^a	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 ^b	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% устойчивая дисперсия в воде	265	45	Нет воспламенения	Нет
2,5-Диметил-2,5-ди-(трет-бутилперокси)-гексин-3	235	50	2,9	Да, медленно
2,5-Диметил-2,5-ди-(бензоилперокси)-гексан	231	50	6,9	Да, быстро
4-Нитрозофенол	130	35	0,90	Да, медленно

^a Пульсирование, а затем затухание пламени; отсутствие устойчивого распространения в условиях испытания.

^b Проводится пробное испытание с использованием стеклянной трубки диаметром 14 мм при 20°C, вместо 50°C.



-
- (A) Высота наполнения – 20 мм ниже верхней кромки
 - (B) Устанавливаемая 30-миллиметровая зона дефлаграции
 - (C) 50-миллиметровая зона измерения скорости дефлаграции
-

Рис. 23.4.2.1: СОСУД ДБЮАРА СО СМОТРОВЫМИ ОКНАМИ

РАЗДЕЛ 24

ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ D

24.1 Введение

Серия испытаний D включает испытание и критерии, касающиеся распространения быстрой дефлаграции в веществе, упакованном для целей перевозки. Это испытание требуется лишь для веществ, быстро дефлагрирующих при испытании серии C.

24.2 Метод испытания

24.2.1 На вопрос "Происходит ли быстрая дефлаграция в упаковке?" (клетка 6 на рис. 20.1) отвечают на основе результатов применения метода испытания, указанного в таблице 24.1.

Таблица 24.1: МЕТОД ИСПЫТАНИЯ ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ D

Код испытания	Название испытания	Раздел
D.1	Испытание на дефлаграцию в упаковке ^a	24.4.1

^a *Рекомендуемое испытание.*

24.2.2 Это испытание требуется лишь в отношении веществ, для которых получают ответ "Да, быстро" при испытании серии C.

24.3 Условия испытания

24.3.1 Испытание серии D применяется к упаковкам (не более 50 кг) вещества в том состоянии и том виде, в каких они предъявляются к перевозке.

24.3.2 *До проведения этих испытаний следует осуществлять предварительную процедуру (см. раздел 20.3).*

24.4 Предписание, касающееся испытания серии D**24.4.1 Испытание D.1: Испытание на дефлаграцию в упаковке****24.4.1.1 Введение**

Это испытание применяется для определения способности вещества, упакованного как для перевозки, быстро распространять дефлаграцию. Оно может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 6 на рис. 20.1.

24.4.1.2 Приборы и материалы

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

24.4.1.3 Процедура

Испытание проводится с упакованными веществами в том состоянии и в том виде, в каких они предъявляются к перевозке. Упаковка устанавливается на земле, а запал – в центре вещества. При

испытании жидкого вещества следует предусмотреть опору-держатель из металлической проволоки для установки запала в соответствующем месте. Запал должен быть изолирован от жидкости. Испытание проводится 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 проводится три раза, если только до этого не произойдет взрыв. **Если после воспламенения дефлаграции не наблюдается, к упаковке нельзя приближаться, по меньшей мере, 30 минут. Рекомендуется установить рядом с воспламенителем термоманометр для контроля за его работой и для проверки того, безопасно ли приближаться к упаковке.**

24.4.1.4 Критерии испытания и метод оценки результатов

24.4.1.4.1 Результаты испытания оцениваются с учетом наличия следующих признаков быстрой дефлаграции испытуемого вещества:

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

24.4.1.4.2 Критерии испытания следующие:

"Да": – разрушение внутренней или наружной тары с образованием более трех осколков (исключая нижнюю и верхнюю части тары) свидетельствует о том, что испытываемое вещество быстро дефлагрировало 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 испытываемое вещество не дефлагрировало быстро в упаковке.

24.4.1.5 Примеры результатов

Вещество	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

РАЗДЕЛ 25

ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ Е

25.1 Введение

25.1.1 Серия испытаний Е включает лабораторные испытания и критерии, касающиеся определения эффекта нагревания в условиях определенного ограниченного объема, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетках 7, 8, 9 и 13 на рис. 20.1.

25.2 Методы испытания

25.2.1 На вопрос "Какова реакция на нагревание в ограниченном объеме?" (клетки 7, 8, 9 и 13 на рис. 20.1) отвечают на основе сочетаний результатов, полученных в ходе испытаний в соответствии с методами, указанными в таблице 25.1.

Таблица 25.1: МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ Е

Код испытания	Название испытания	Раздел
Е.1	Испытание по Коенену ^а	25.4.1
Е.2	Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Нидерландах ^б	25.4.2
Е.3	Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в США	25.4.3

^а *Рекомендуемое испытание для самореактивных веществ в сочетании с одним из других испытаний.*

^б *Рекомендуемое испытание для органических пероксидов в сочетании с одним из других испытаний.*

25.2.2 Сочетание испытания по Коенену и либо испытания с использованием сосуда высокого давления, применяемого в Нидерландах, либо испытания с использованием сосуда высокого давления, применяемого в США, используется для самореактивных веществ. Сочетание испытания с использованием сосуда высокого давления, применяемого в Нидерландах, и либо испытания по Коенену, либо испытания с использованием сосуда высокого давления, применяемого в США, используется для органических пероксидов. Для классификации применяется наиболее высокая степень опасности.

25.3 Условия испытания

25.3.1 *До проведения этих испытаний осуществляется предварительная процедура (см. раздел 20.3).*

25.4 Предписания, касающиеся испытаний серии Е**25.4.1 Испытание Е.1: Испытание по Коенену****25.4.1.1 Введение**

Это испытание применяется для определения чувствительности веществ к эффекту интенсивного нагревания в условиях сильно ограниченного объема. Оно может использоваться вместе с дополнительным испытанием на нагревание в ограниченном объеме, для ответа на вопросы, содержащиеся в клетках 7, 8, 9 и 13 на рис. 20.1.

25.4.1.2 *Приборы и материалы*

25.4.1.2.1 Прибор 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 $25,5 \pm 1,0$ г. Размеры приведены на рис. 25.4.1.1. Открытый конец трубки имеет фланец. Закрывающая пластина с отверстием, через которое выходят газы разлагающегося испытуемого вещества, изготавливается из жаропрочной хромистой стали и 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 рис. 25.4.1.1.

25.4.1.2.2 Нагрев осуществляется с использованием пропана, подаваемого из промышленного баллона, имеющего регулятор давления, через расходомер и распределительный коллектор на четыре горелки. Могут использоваться другие топливные газы при условии обеспечения ими указанной скорости нагрева. Давление газа регулируется путем калибровки с целью получения скорости нагрева, равной $3,3 \pm 0,3$ К/с. В ходе калибровки осуществляется разогрев трубки (имеющей пластинку с размером отверстия 1,5 мм), заполненной 27 см³ 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°C до 285°C, регистрируется, и рассчитывается скорость нагрева.

25.4.1.2.3 Так как при испытании трубка может быть разрушена, нагрев производится в защитном сварном ящике, конструкция и размеры которого показаны на рис. 25.4.1.2. Трубка лежит на двух стрелках, установленных в отверстия, просверленные в противоположных стенках ящика. Расположение горелок показано на рис. 25.4.1.2. Горелки зажигаются одновременно пусковым жиклером или электрическим воспламенителем. **Прибор для испытания помещается 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.

25.4.1.3 *Процедура*

25.4.1.3.1 Обычно вещества испытывают в том виде, в каком их получают, хотя в некоторых случаях может оказаться необходимым испытывать вещество в размельченном виде. Для твердых веществ масса материала, используемого для каждого испытания, определяется с помощью двухэтапной процедуры холостого испытания. Тарированную трубку заполняют 9 см³ вещества, и вещество трамбуется¹ путем приложения ко всему поперечному сечению трубки усилия в 80 Н. Если материал сжимается, то добавляется и трамбуется его дополнительное количество, пока трубка не будет заполнена до высоты 55 мм от верхнего края. Определяется общая масса, необходимая для наполнения трубки до уровня 55 мм, и засыпаются две добавочные партии, каждая из которых трамбуется с применением усилия в 80 Н. Материал затем либо добавляется и трамбуется, либо изымается так, чтобы трубка была заполнена до уровня 15 мм от верхнего края.

Производится вторая набивка, начиная с утрамбованной добавочной партии, составляющей третью часть по отношению к общей массе, рассчитанной при первой набивке. Трамбуются с применением усилия в 80 Н две добавочные партии, и уровень вещества в трубке устанавливается на расстоянии 15 мм от верхнего края путем добавления или изъятия материала. Количество твердого материала, установленного в ходе второй набивки, используется для каждого пробного наполнения, осуществляемого с помощью трех равноценных добавочных партий, каждая из которых сжимается до 9 м³. (Этот процесс может быть облегчен путем использования разделительных колец.) Жидкости и гели загружаются в трубку до высоты 60 мм, причем гели следует загружать с особой осторожностью, чтобы предотвратить образование пустот. Резьбовое кольцо надевается на трубку снизу, вставляется соответствующая пластинка с отверстием, и

¹ По соображениям безопасности, например в случае, если вещество чувствительно к трению, трамбовать вещество не следует. Если физическое состояние образца может быть изменено в результате сжатия или если сжатие образца не соотносится с условиями перевозки, например в случае волокнистых материалов, то можно использовать более типичные методы наполнения.

после нанесения смазки на основе дисульфида молибдена гайка завинчивается вручную. Важно проверить, не попало ли вещество в пространство между фланцем и пластиной или на резьбу.

25.4.1.3.2 В случае использования пластин с отверстием диаметром 1,0–8,0 мм должны применяться гайки с отверстием 10,0 мм; если диаметр отверстия пластины больше 8,0 мм, то отверстие гайки должно иметь диаметр 20,0 мм. Каждая трубка используется только для одного испытания. Пластина с отверстием, резьбовые кольца и гайки могут использоваться повторно, если они не повреждены.

25.4.1.3.3 Трубка помещается в жестко установленные тиски, а гайка завинчивается гаечным ключом. Затем трубка укладывается на два стержня в защитном ящике. Испытательная зона освобождается, подается газ и зажигаются 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 в течение по меньшей мере пяти минут до завершения испытания. После каждого испытания осколки трубки, если они имеются, собираются и взвешиваются.

25.4.1.3.4 Различают следующие виды воздействия на трубку:

- "О": трубка не подверглась изменениям;
- "А": дно трубки выгнулось;
- "В": дно и стенка трубки выгнулись;
- "С": дно трубки расколосось;
- "D": стенка трубки раскололась;
- "Е": трубка раскололась на два² осколка;
- "F": трубка раскололась на три² или более, главным образом крупные, части, которые в некоторых случаях могут быть соединены друг с другом с помощью узкой ленты;
- "G": трубка раскололась на множество, главным образом мелких, частей, причем запорный элемент не поврежден;
- "Н": трубка раскололась на множество очень мелких частей, запорный элемент выгнулся или раскололся.

Примеры видов разрушения "D", "Е" и "F" показаны на рис. 25.4.1.3. Если испытание привело к видам разрушения "О"–"Е", результат рассматривается как "отсутствие взрыва". Если испытание приводит к разрушениям "F", "G" или "Н", результат расценивается как "взрыв".

25.4.1.3.5 Серия испытаний начинается с одного испытания, при котором применяется пластина с отверстием диаметром 20,0 миллиметров. Если при этом испытании наблюдается результат "взрыв", серия испытаний продолжается 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", серия испытаний продолжается путем одиночных испытаний с использованием пластин с диаметрами отверстий 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 проводятся при более крупных диаметрах в соответствии с последовательностью, указанной в пункте 25.4.1.2.1, до получения только отрицательных результатов в трех испытаниях одного уровня. Предельным диаметром вещества является самый большой диаметр отверстия, при котором получен результат "взрыв". Если при диаметре 1,0 мм не получен результат "взрыв", предельный диаметр регистрируется как составляющий менее 1,0 мм.

25.4.1.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

25.4.1.4.1 Критерии испытания следующие:

- "Бурная": – предельный диаметр больше или равен 2,0 мм.
- "Средняя": – предельный диаметр равен 1,5 мм.

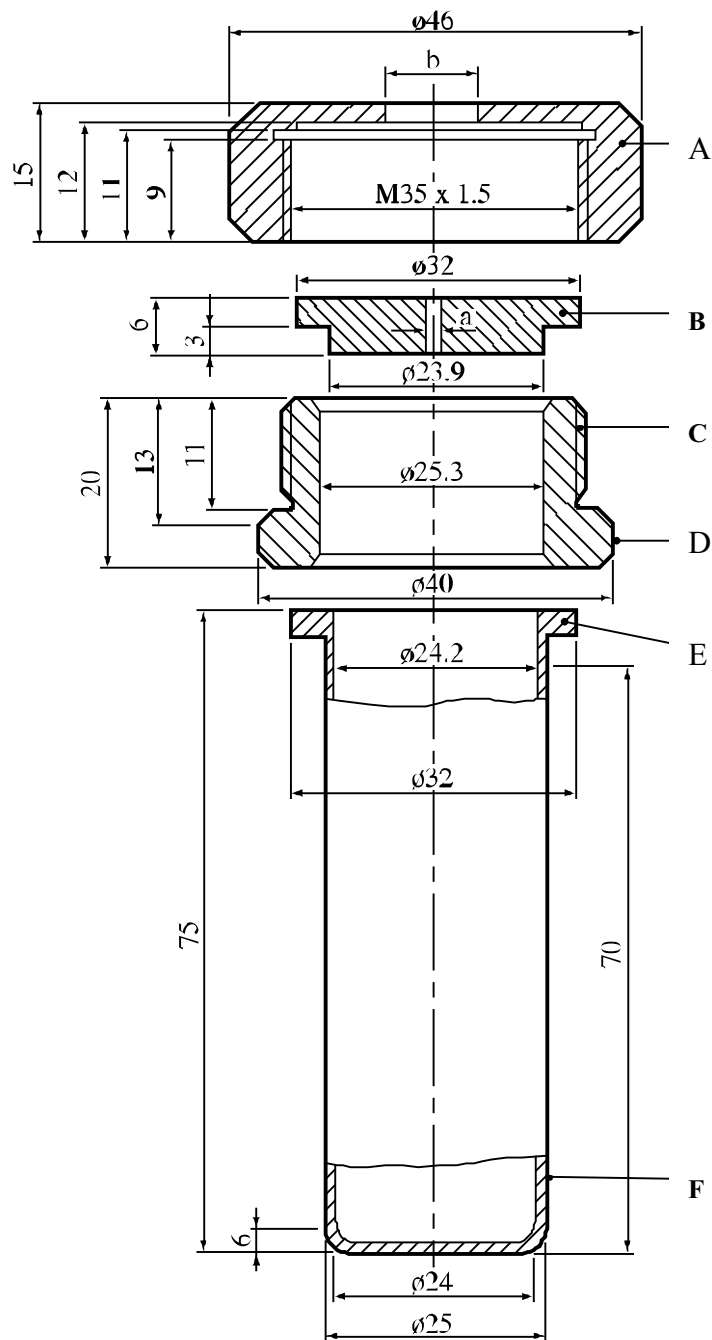
² Верхняя часть трубки, остающаяся в запорном элементе, засчитывается как один осколок.

- "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".

25.4.1.5 *Примеры результатов*

Вещество	Масса образца (г)	Предельный диаметр (мм)	Тип разрушения ^a	Реакция (результат)
Азодикарбонамид	20,0	1,5	"F"	Средняя
Азодикарбонамид, 67% с оксидом цинка	24,0	1,5	"F"	Средняя
2,2'-Азоди(2,4-диметилвалеронитрил)	17,5	<1,0	"O"	Отсутствует
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	15,0	3,0	"F"	Бурная
Бензол-1,3-дисульфогидразид		12,0	"F"	Бурная
Бензол-1,3-дисульфогидразид, 70% с минеральным маслом		2,0	"F"	Бурная
Бензола сульфогидразид	18,5	1,0	"F"	Слабая
трет-Бутилпероксибензоат	26,0	3,5	"F"	Бурная
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	24,2	2,0	"F"	Бурная
Кумила гидропероксид, 84,1% в кумене	27,5	1,0	"F"	Слабая
2-Диазо-1-нафтол-5-сульфохлорид	19,0	2,5	"F"	Бурная
Дибензоилпероксид	17,5	10,0	"F"	Бурная
Дибензоилпероксид, 75% с водой	20,0	2,5	"F"	Бурная
Ди-трет-бутилпероксид	21,5	<1,0	"O"	Отсутствует
Дицетилпероксидикарбонат	16,0	<1,0	"O"	Отсутствует
2,4-Дихлорбензоилпероксид	21,0	6,0 ^b	"F"	Бурная
Дикумилпероксид	18,0	<1,0	"O"	Отсутствует
Диизопропилпероксидикарбонат	21,0	8,0	"F"	Бурная
Дилауроила пероксид	14,0	<1,0	"O"	Отсутствует
2,5-Диметил-2,5-ди(трет-бутилперокси)гексан	23,0	1,5	"F"	Средняя
Димиристила пероксидикарбонат	16,0	<1,0	"O"	Отсутствует
N,N'-Динитрозо-N,N'-диметил-терэфталамид 70%, с минеральным маслом	18,0	4,0	"F"	Бурная
Дипероксиизофталева кислота	18,0	24,0	"H"	Бурная
Сукцинилпероксид	18,0	6,0	"F"	Бурная
4-Нитрозофенол	17,0	<1,0	"A"	Слабая

^a При предельном диаметре.^b При массе образца 13 г предельный диаметр составляет <1,0 мм.



-
- (A) Гайка ($b = 10,0$ или $20,0$ мм), рассчитанная на гаечный ключ 41
 - (B) Пластина с отверстием ($a = 1,0 \rightarrow 20,00$ мм в диаметре)
 - (C) Резьбовое кольцо
 - (D) Фаски для гаечного ключа 36
 - (E) Фланец
 - (F) Трубка
-

Рис. 25.4.1.1: ОПЫТНЫЙ КОМПЛЕКТ С ТРУБКЕЙ

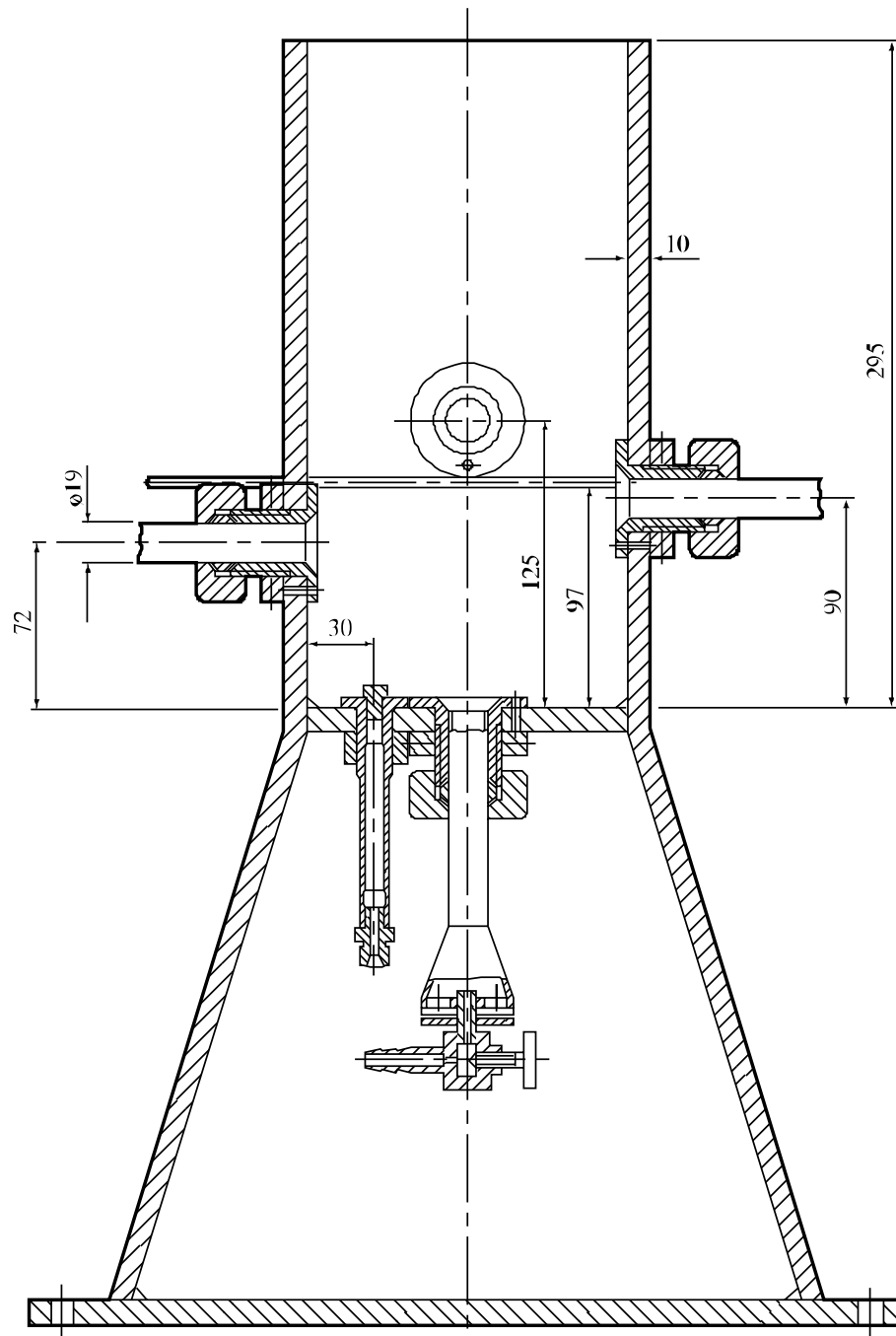


Рис. 25.4.1.2: ЗАЩИТНО-НАГРЕВАТЕЛЬНОЕ УСТРОЙСТВО

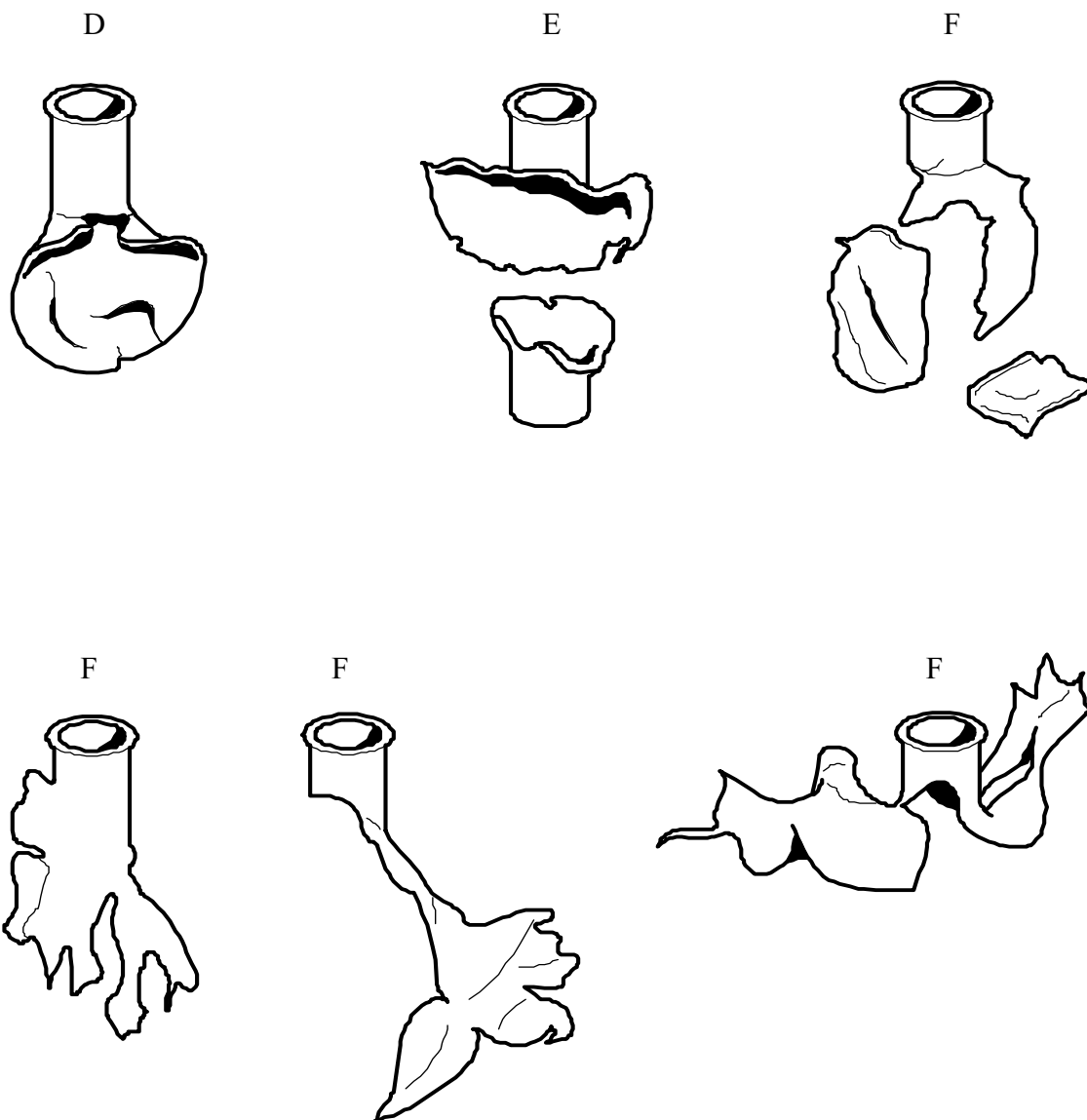


Рис. 25.4.1.3: ПРИМЕРЫ РАЗРУШЕНИЙ ВИДОВ D, E и F

25.4.2 *Испытание Е.2: Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Нидерландах*

25.4.2.1 *Введение*

Это испытание применяется для определения чувствительности веществ к эффекту интенсивного нагревания в условиях определенного ограниченного объема. Оно может использоваться вместе с дополнительным испытанием на нагревание в ограниченном объеме для ответа на вопрос, содержащийся в клетках 7, 8, 9 и 13 на рис. 20.1.

25.4.2.2 *Приборы и материалы*

25.4.2.2.1 Описание сосуда высокого давления

Оборудование для испытания показано на рис. 25.4.2.1. 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 мм ± 0,2 мм. Разрывные мембраны представляют собой алюминиевые диски диаметром 38 мм, рассчитанные на разрыв при 620 ± 60 кПа и 22°C (см. рис. 25.4.2.2).

25.4.2.2.2 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°C до 200°C, регистрируется, и рассчитывается скорость нагрева.

25.4.2.3 *Процедура*

25.4.2.3.1 Для проведения обычного испытания в сосуд помещают 10 г вещества. Дно сосуда покрывается ровным слоем вещества. Сначала используется пластина с 16-мм отверстием, затем устанавливают разрывную мембрану, пластину с центральным отверстием и зажимную втулку. Гайки-барашки завинчиваются вручную, а глухая гайка – гаечным ключом. Разрывная мембрана покрывается достаточным количеством воды для ее охлаждения. Сосуд высокого давления устанавливается на треноге (с внутренним диаметром кольца 67 мм), помещенной в защитный цилиндр. Кольцо, расположенное в средней части сосуда высокого давления, опирается на треногу.

25.4.2.3.2 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. Горелка устанавливается 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 осуществляется либо при помощи 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 охлаждается в воде и очищается.

25.4.2.3.3 Если разрыва мембраны при диаметре отверстия 16 мм не происходит, эксперименты продолжают в последовательности 6,0 мм – 2,0 мм и 1,0 мм (один эксперимент при каждом диаметре), пока не наступит разрыв мембраны. В случае если не наблюдается разрыва мембраны при отверстии в 1,0 мм, следующее испытание при этом диаметре проводится с использованием 50 г вместо 10 г вещества. Если разрыва мембраны по-прежнему не происходит, испытание продолжается 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 или следующий диаметр

отверстия), пока не будет найден уровень, при котором не происходит разрывов в трех последовательных экспериментах.

25.4.2.4 Критерии испытания и метод оценки результатов

25.4.2.4.1 Относительная степень чувствительности вещества 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.

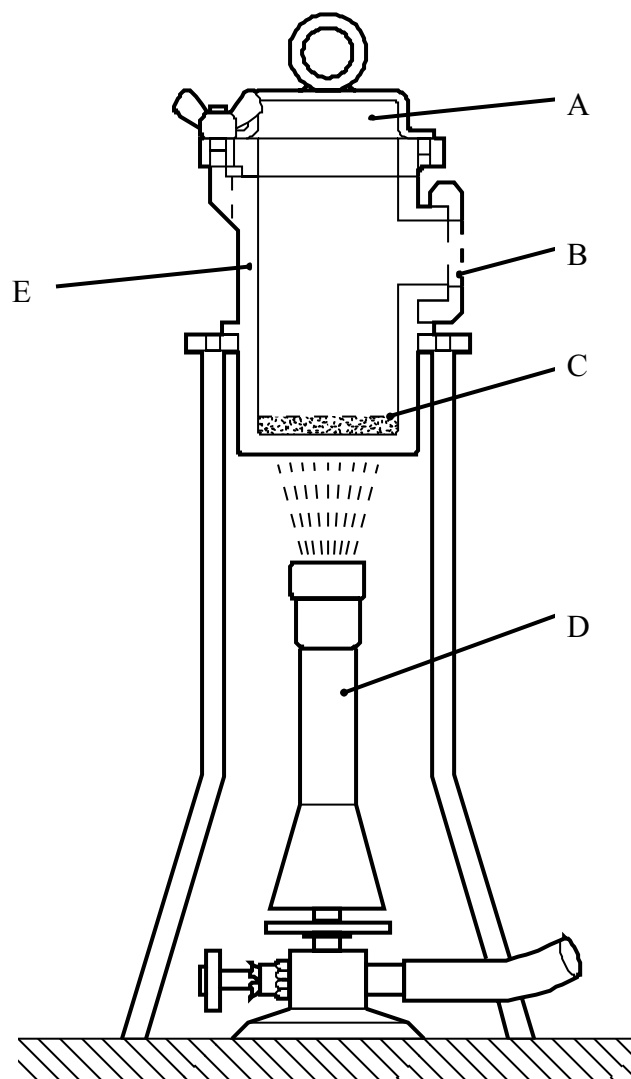
25.4.2.4.2 Критерии испытания следующие:

- "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 мембраны 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.

25.4.2.5 Примеры результатов

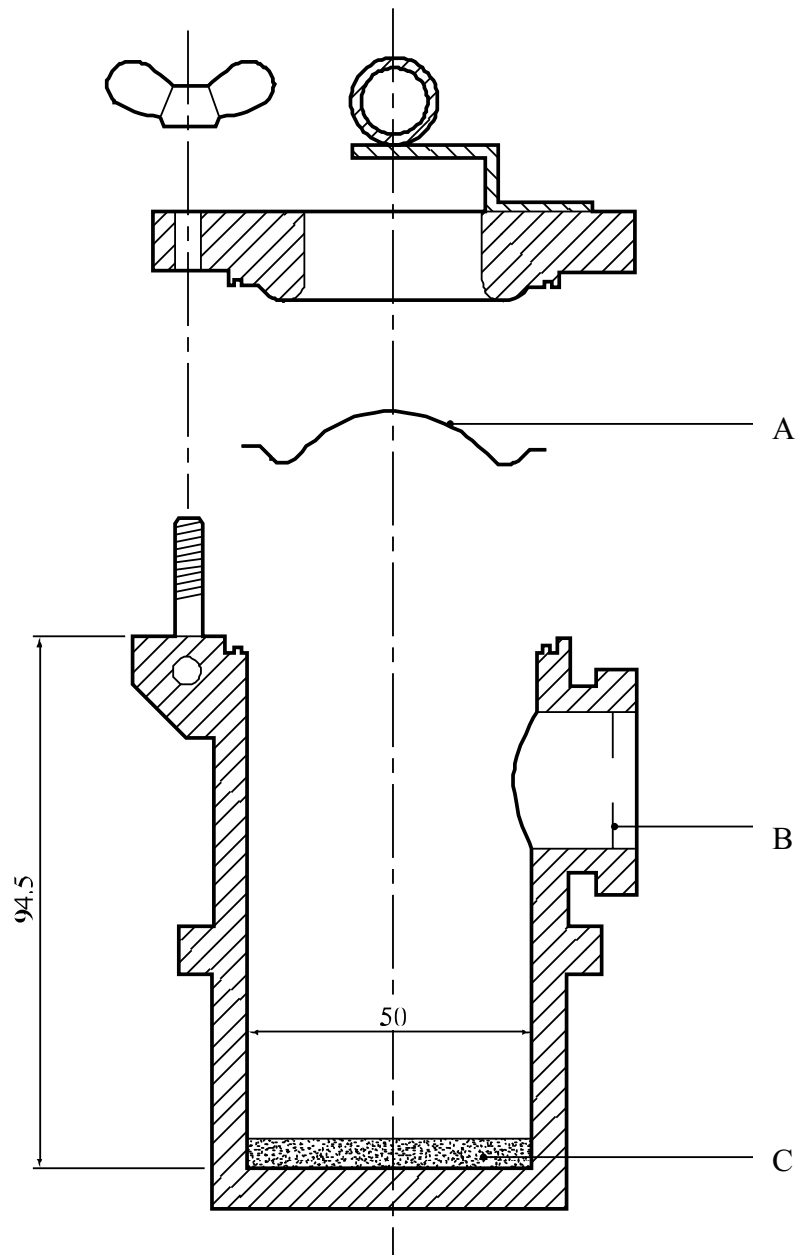
Вещество	Предельный диаметр (мм)	Реакция (результат)
Азодикарбонамид	1,5	Слабая
2,2'-Азоди(2,4-диметилвалеронитрил)	6,0	Средняя
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	5,5	Средняя
2,2'-Азоди(2-метилбутиронитрил)	6,0	Средняя
трет-Бутилпероксибензоат	9,0	Бурная
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	6,0	Средняя
Кумила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

^a Испытание проведено с образцом массой 50 г.



-
- (A) Разрывная мембрана
 - (B) Пластина с отверстием
 - (C) Опытный образец (10 г или 50 г)
 - (D) Горелка типа "Теклю"
 - (E) Сосуд высокого давления с внутренним диаметром 50 мм и внутренней высотой 94,5 мм
-

Рис. 25.4.2.1: ИСПЫТАНИЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СОСУДА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ, ПРИМЕНЯЕМОЕ В НИДЕРЛАНДАХ



-
- (A) Разрывная мембрана
 - (B) Пластина с отверстием
 - (C) Опытный образец
-

Рис. 25.4.2.2: КОМПЛЕКТ РАЗРЫВНОЙ МЕМБРАНЫ

25.4.3 *Испытание E.3: Испытание с использованием сосуда высокого давления, применяемое в Соединенных Штатах*

25.4.3.1 *Введение*

Это испытание применяется для определения чувствительности веществ к эффекту интенсивного нагрева в условиях определенного ограниченного объема. Оно может использоваться, вместе с дополнительным испытанием на нагревание в ограниченном объеме, для ответа на вопрос, содержащийся в клетках 7, 8, 9 и 13 на рис. 20.1.

25.4.3.2 *Приборы и материалы*

Используются следующие приборы и материалы:

- a) испытательный сосуд: цилиндрический сосуд высокого давления из нержавеющей стали 316 (см. рис. 25.4.3.1);
- b) опора сосуда высокого давления (см. рис. 25.4.3.2);
- c) электронагреватель (700 Вт);
- d) держатель образца: алюминиевый тигель размером 28 мм × 30 мм;
- e) разрывные мембраны: 38-миллиметровые алюминиевые разрывные мембраны, калиброванные на 620 ± 50 кПа при 22°C;
- f) пластины толщиной 2 мм с отверстиями следующих диаметров (мм): 1,0, 1,2, 2,0, 3,0, 3,5, 5,0, 6,0, 8,0, 9,0, 12,0, 16,0 и 24,0.

25.4.3.3 *Процедура*

25.4.3.3.1 Общий комплект прибора показан на рис. 25.4.3.1. Скорость нагрева должна проверяться путем нагрева 5,0 г дибутилфталата в тигеле, помещенном в сосуд высокого давления, и измерения температуры дибутилфталата. Время, затраченное на повышение температуры дибутилфталата с 50°C до 200°C, регистрируется, и рассчитывается скорость нагрева. Скорость нагрева должна составлять $0,5 \pm 0,1$ К/с. Выбирается пластина с отверстием, диаметр которого превышает предположительный диаметр вентиляционного канала, при котором происходит разрушение, и вставляется в боковое отверстие.

25.4.3.3.2 Пятиграммовый образец испытуемого вещества точно отмеряется и помещается в алюминиевый тигель. Затем тигель при помощи щипцов опускается в сосуд и устанавливается в нем по центру. Разрывная мембрана вставляется и закрепляется при помощи фланцевых болтов. Разрывная мембрана покрывается водой для ее охлаждения во время испытания. Не менее чем за 30 минут до начала испытания включается электронагреватель, установленный на соответствующую мощность. Испытательный сосуд вставляется в держатель сосуда высокого давления, находящийся на нагревателе. Эта пластина-держатель предохраняет сосуд от опрокидывания. Она также отводит пары, выходящие через вентиляционный канал, от горячей пластины. Регистрируется время до разложения.

25.4.3.3.3 Если разрыва мембраны не происходит, эксперимент продолжается с использованием отверстия меньшего диаметра до тех пор, пока не произойдет разрыв мембраны. В случае разрыва мембраны эксперимент продолжается с использованием следующего диаметра отверстия до тех пор, пока не будет обнаружен уровень, при котором не происходит разрывов в трех последовательно проведенных экспериментах.

25.4.3.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

25.4.3.4.1 Наименьший диаметр отверстия, который не вызывает разрыва мембраны во время разложения, обозначается как число USA-PVT. Эта величина используется для измерения степени нагрева

вещества в условиях определенного ограниченного объема. Коэффициенты USA-PVT для всех веществ основаны на тех же условиях испытаний и скорости нагрева.

25.4.3.4.2 Критерии оценки эффекта нагрева вещества в условиях ограниченного объема являются следующими:

"Бурная реакция": – вещества с числом USA-PVT 9-24.

"Средняя реакция": – вещества с числом USA-PVT 3,5-8.

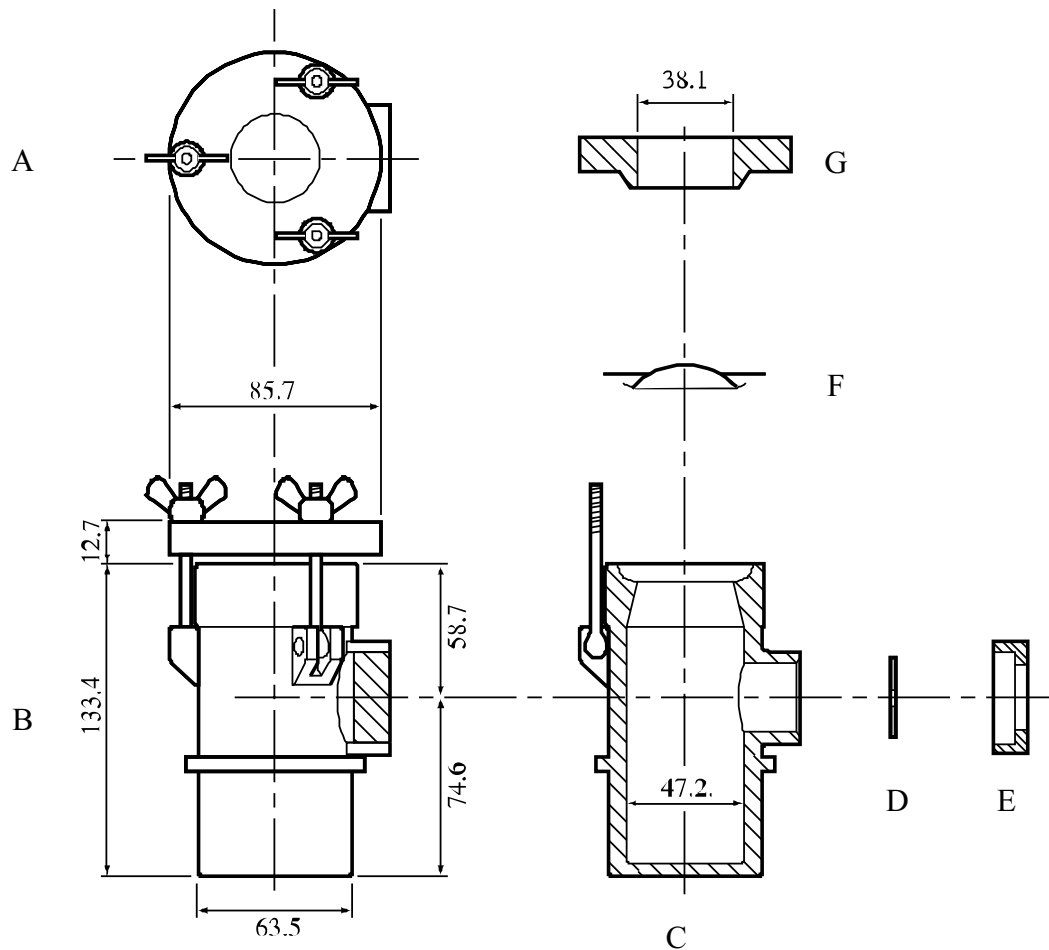
"Слабая реакция": – вещества с числом USA-PVT 1,2-3.

"Реакция отсутствует": – вещества с числом USA-PVT 1.

25.4.3.5 *Примеры результатов*

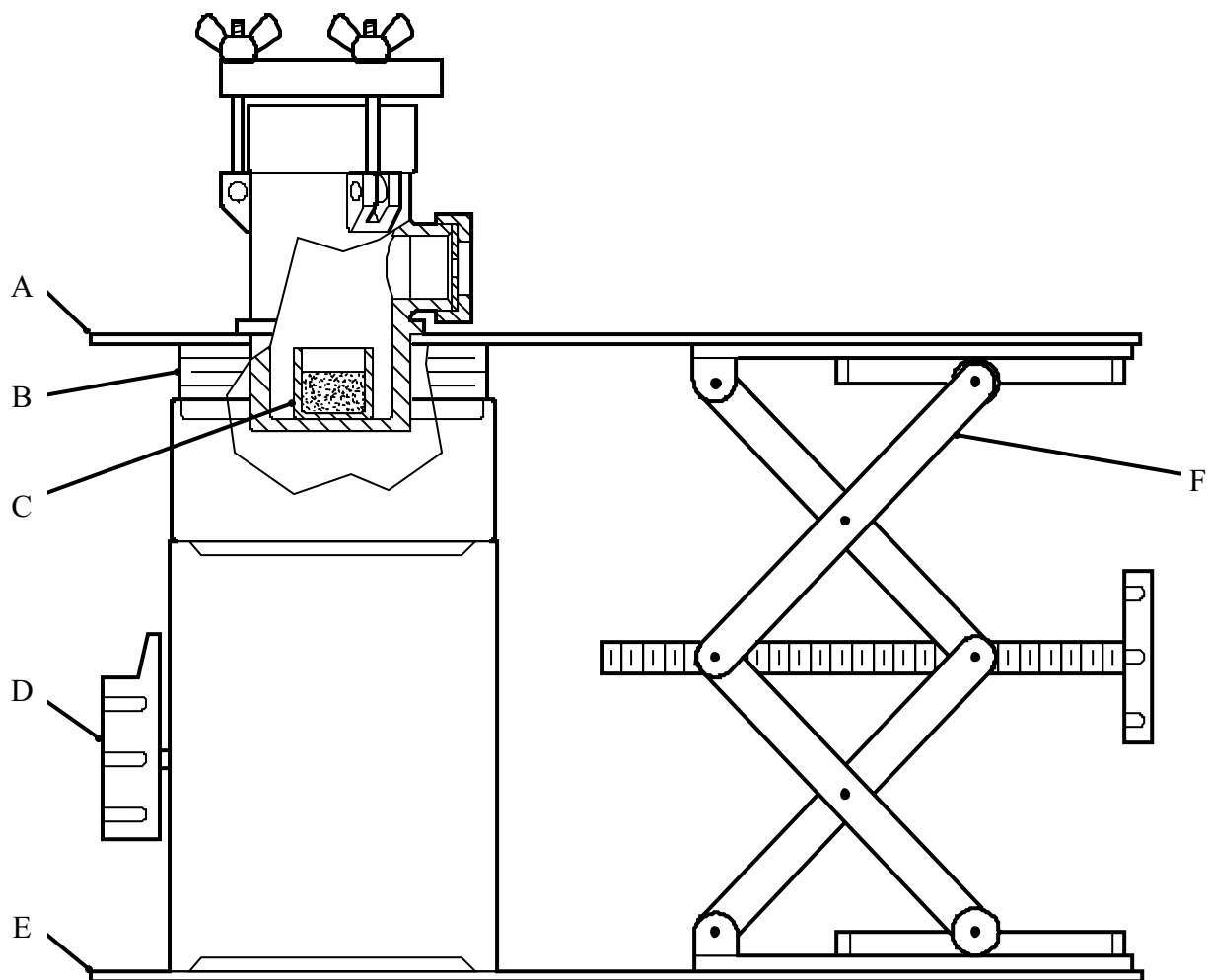
Вещество	№ USA-PVT	Реакция (результат)
трет-Бутила гидропероксид, 70% с водой	1,0	Отсутствует
трет-Бутилпероксиацетат, 75% в растворе	8,0	Средняя
трет-Бутилпероксибензоат	8,0	Средняя
трет-Бутилпероксиизопропилкарбонат, 75% в растворе	2,0	Слабая
трет-Бутилпероксиивалат, 75% в растворе	4,5 ^a	Средняя
Кумила гидропероксид, 85% с куменом	1,0	Отсутствует
Дибензоилпероксид	18,0 ^a	Бурная
Ди-трет-бутилпероксид	1,0	Отсутствует
Дикумилпероксид	2,0	Слабая
Дикумилпероксид, с 60% инертного твердого вещества	1,0	Отсутствует
Дилауроила пероксид	6,0	Средняя
2,5-Диметил-2,5-ди-(трет-бутилперокси)гексин-3	9,0	Бурная

^a *Промежуточные диаметры, больше не используются.*



- (A) Крышка, вид сверху
- (B) Комплект, вид сбоку
- (C) Корпус сосуда высокого давления
- (D) Пластина с отверстием
- (E) Прижимная гайка пластины с отверстием
- (F) Разрывная мембрана
- (G) Колпак

Рис. 25.4.3.1: ИСПЫТАНИЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СОСУДА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ, ПРИМЕНЯЕМОЕ В СОЕДИНЕННЫХ ШТАТАХ



-
- (A) Экран
 - (B) Теплоизоляция
 - (C) Тигель с образцом
 - (D) Электронагреватель
 - (E) Основа
 - (F) Лабораторный подъемный столик
-

Рис. 25.4.3.2: УСТРОЙСТВО ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ И ОПОРНАЯ СТОЙКА (вид сборки)

РАЗДЕЛ 26

ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ F

26.1 Введение

26.1.1 Серия испытаний F включает лабораторные испытания и критерии, касающиеся взрывной мощности веществ, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетке 12 на рис. 20.1. Оно применяется к веществам, рассматриваемым на предмет перевозки в контейнерах средней грузоподъемности для массовых грузов (КСГМГ) или контейнерах-цистернах или на предмет освобождения от предписаний, действующих в отношении самореактивных веществ подкласса 4.1 или органических пероксидов подкласса 5.2 (см. клетку 11 на рис. 20.1). Вещества, не рассматриваемые с этой целью, могут быть отнесены к типу E без дальнейших испытаний.

26.1.2 Все испытания, за исключением испытания F.5, могут также использоваться в отношении веществ, проверяемых на их способность распространять детонацию (см. 21.2.2).

26.2 Методы испытаний

На вопрос "Какова его взрывная мощность?" (клетка 12 на рис. 20.1) отвечают на основе результатов, полученных при применении одного из методов испытаний, указанных в таблице 26.1.

Таблица 26.1: МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ F

Код испытания	Название испытания	Раздел
F.1	Испытание с использованием баллистического миномета Mk.III ^d	26.4.1
F.2	Испытание с использованием баллистического миномета	26.4.2
F.3	Испытание БИМ по методу Трауцля	26.4.3
F.4	Испытание по модифицированному методу Трауцля ^a	26.4.4
F.5	Испытание с использованием автоклава высокого давления	26.4.5

^a *Рекомендуемое испытание.*

26.3 Условия испытаний

26.3.1 *До проведения этих испытаний следует осуществить предварительную процедуру (см. раздел 20.3)*

26.3.2 Результаты, полученные в ходе испытаний F.1–F.4, зависят от чувствительности вещества к детонирующему удару и от мощности использованного детонатора. Если результаты значительно ниже результатов, полученных при испытании аналогичных веществ, может быть использована более мощная система инициирования, соответствующим образом адаптированная (например, за счет использования инертных образцов) к критериям испытания.

26.3.3 Испытания проводятся при температуре окружающего воздуха. Однако, если контрольная температура ниже температуры окружающего воздуха, необходимо принять соответствующие меры предосторожности. Если вещество перевозится при регулируемой температуре как твердое вещество, но является жидким при температуре окружающего воздуха, то в таком случае испытание проводится при температуре, которая чуть ниже его точки плавления.

26.4 Предписания, касающиеся испытаний серии F

26.4.1 *Испытание F.1: Испытание с использованием баллистического миномета Mk.III*

26.4.1.1 *Введение*

Это испытание используется для измерения взрывной мощности вещества. Детонатор инициируется в веществе, которое находится в ограниченном объеме ствола миномета. Измеряется откат миномета, и после учета эффекта детонатора мощность рассчитывается как процентный эквивалент пикриновой кислоты – взрывного эталона. Испытание может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 12 на рис. 20.1.

26.4.1.2 *Приборы и материалы*

26.4.1.2.1 Миномет состоит из закрытой с одного конца стальной трубы длиной 457 мм и внешним диаметром 203 мм; канал ствола длиной 229 мм и диаметром 25 мм имеет с открытого конца расширение в форме воронки. Миномет подвешен за каждый конец на четырех тросах с винтовыми натяжными устройствами, допускающими возможность свободного отката. Общая масса составляет около 113,2 кг и длина подвески – 2080 мм. Самописец, прикрепленный к концу сочлененного рычага, установленного на миномете, вычерчивает на горизонтальной плоскости линию, длина которой соответствует величине отката миномета. Миномет состоит из двух частей: внешней оболочки из мягкой стали и внутреннего цилиндра из стали марки Vibrac V30, сопротивление которой доведено путем термической обработки до номинального сопротивления 772 МПа; внутренний цилиндр удерживается кольцевой скобой (рис. 26.4.1.1).

26.4.1.2.2 В качестве набивочного материала используется чистый сухой песок, пропущенный через сито BS с размером ячеек 600 микронов и не проходящий через сито BS с величиной ячеек 250 микронов. Пикриновая кислота в виде чистых сухих кристаллов должна быть пропущена через сито, как и песок. Борная кислота (аналитически чистая) должна проходить через сито BS с ячейками размером 500 микронов. Цилиндрические мешочки для заряда должны быть изготовлены из тонкой бумаги и иметь в диаметре 25 мм. Длина внутреннего мешочка должна составлять 90 мм.

26.4.1.2.3 Используется детонатор в алюминиевой оболочке и с плоским основанием, содержащий 0,6 г ТЭН.

26.4.1.3 *Процедура*

26.4.1.3.1 Обычно до начала испытания с использованием миномета проводится испытание на определение чувствительности на удар, трение и электрическую искру. Во внутренний мешочек помещается $10,00 \pm 0,01$ г вещества. Детонатор устанавливается в углублении размером 6 мм, сделанном в веществе стержнем из фосфористой бронзы, и горловина мешочка обматывается вокруг детонатора. Заряд помещается в наружный мешочек и утрамбовывается с помощью специального инструмента. В наружный мешочек вносится 57 г пропущенного через сито песка, который уплотняется постукиванием. Края наружного мешочка накручиваются на провода детонатора, и весь заряд помещается в миномет и уплотняется при помощи специального приспособления. После инициирования детонатора измеряется длина отката в горизонтальной плоскости. Испытание проводится три раза, и рассчитывается средняя величина отката (S_m) для вещества.

26.4.1.3.2 Для испытания жидкостей вместо бумажных мешочков используется стеклянный цилиндрический сосуд¹ емкостью около 16 мл. Открытый конец сосуда сужается, образуя трубку диаметром 8 мм и длиной 8 мм. Стандартный детонатор, помещенный в оболочку из полиэтилена

¹ Стеклянные сосуды, используемые с мощными взрывчатыми веществами, могут повредить ствол миномета. Испытания с пикриновой кислотой в стеклянных сосудах вызвали значительный износ ствола, но привели к тем же результатам, что и испытания с пикриновой кислотой, помещенной в бумажные мешочки.

необходимой длины, вводится в горлышко сосуда. Сосуд помещается во внешний мешочек заряда, как и в случае твердых веществ.

26.4.1.3.3 Величина эквивалента пикриновой кислоты и величина эквивалента детонатора, установленные при использовании бумажных мешочков, могут использоваться для расчета взрывного эквивалента при испытании жидкостей, содержащихся в стеклянных сосудах.

26.4.1.3.4 Когда в наружную оболочку миномета вставляется новый внутренний цилиндр, устанавливается средняя величина отката (по результатам 10 выстрелов) для борной (B_m) и пикриновой (P_m) кислот.

26.4.1.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

26.4.1.4.1 Взрывная мощность (P) рассчитывается по формуле $P = 100 \times \frac{(S_m^2 - B_m^2)}{(P_m^2 - B_m^2)}$ как процентная доля (округленная до ближайшего целого числа) значения для пикриновой кислоты.

26.4.1.4.2 Результаты испытания следующие:

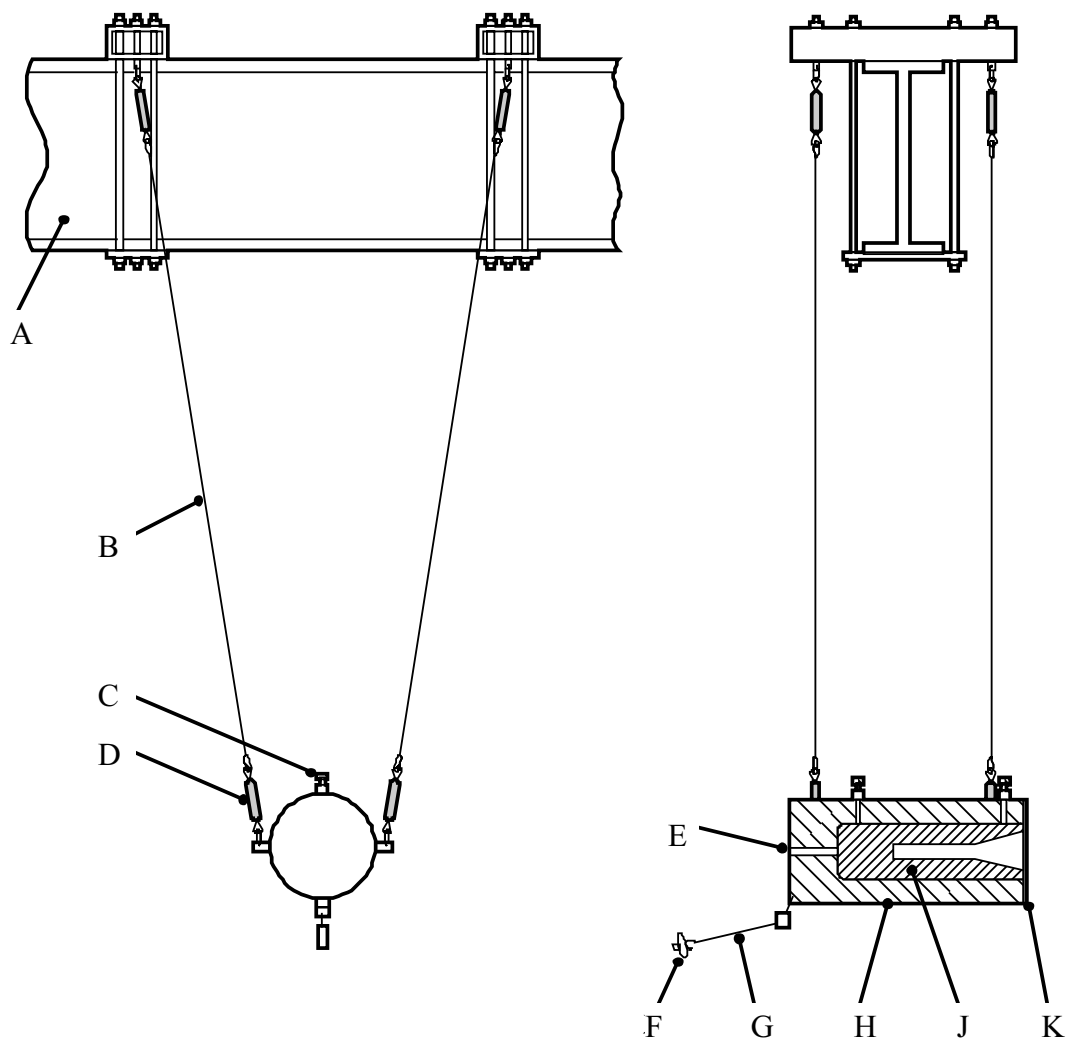
"Не слабая реакция": – взрывная мощность 7% значения для пикриновой кислоты.

"Слабая реакция": – взрывная мощность <7%, но >1% значения для пикриновой кислоты.

"Реакция отсутствует": – взрывная мощность $\leq 1\%$ значения для пикриновой кислоты.

26.4.1.5 *Примеры результатов*

Вещество	Средняя процентная доля от значения для пикриновой кислоты	Реакция (результат)
трет-Бутила гидропероксид, 70% с водой	2	Слабая
трет-Бутилпероксибензоат	13	Не слабая
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	8	Не слабая
Кумила гидропероксид, 80% в кумене	4	Слабая
Дибензоилпероксид	8	Не слабая
Дибензоилпероксид, 75% с водой	6	Слабая
Ди-трет-бутилпероксид	8	Не слабая
Дицетилпероксидкарбонат	1	Отсутствует
Дикумилпероксид, с 69% инертного твердого вещества	1	Отсутствует
Дилауроила пероксид	1	Отсутствует
2,5-Диметил-2,5-ди-(трет-бутилперокси)гексин-3	17	Не слабая
Магния монопероксифталатгексагидрат, 85% с сульфатом магния	1	Отсутствует



(A)	Балка-держатель	(B)	Подвесной трос
(C)	Винты фиксации внешней оболочки	(D)	Винтовые растяжки
(E)	Отверстие для облегчения извлечения ствола	(F)	Держатель самописца
(G)	Сочлененный рычаг самописца	(H)	Наружная оболочка корпуса миномета
(J)	Внутреннее покрытие	(K)	Кольцевая скоба

Рис. 26.4.1.1: БАЛЛИСТИЧЕСКИЙ МИНОМЕТ МК.ИИД

26.4.2 *Испытание F.2: Испытание с использованием баллистического миномета*

26.4.2.1 *Введение*

Это испытание проводится для измерения взрывной мощности вещества. Детонатор инициируется в веществе, которое находится в стволе миномета и ограничено стальным снарядом. Измеряется откат миномета, и мощность рассчитывается как процентный эквивалент пикриновой кислоты – взрывного эталона. Испытание может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 12 на рис. 20.1.

26.4.2.2 *Приборы и материалы*

26.4.2.2.1 *Миномет*

Миномет изготавливается из хромоникелевой стали, и его масса составляет $248,50 \pm 0,25$ кг. Он имеет цилиндрическую форму, а в его осевом канале расположены держатель снаряда, зарядная камера и выводы детонатора. Размеры миномета во время его использования меняются (в частности, расширяется зарядная камера), в связи с чем уменьшается величина отката во время выстрела с использованием заряда определенной мощности. В качестве эталонного заряда используется 10 г пикриновой кислоты (см. пункт 26.4.2.2.7). Изношенный миномет заменяется новым, когда средняя получаемая минометом величина энергии в течение 10 последних выстрелов с использованием заряда указанной мощности составляет менее 90% средней величины энергии, получаемой при осуществлении первых 10 выстрелов (при близких значениях температуры и с использованием снаряда, находящегося в хорошем состоянии).

26.4.2.2.2 *Баллистическая подвеска*

Миномет подвешивается на стержнях, прикрепленных к горизонтальной оси, установленной на подшипниках качения. Маятниковый миномет приобретает определенные баллистические свойства после прикрепления к его нижней части стального груза. На рис. 26.4.2.1 показана схема баллистического маятникового миномета со следующими основными характеристиками:

период колебания	3,47 с
масса маятника	479 кг
расстояние между осью вращения и осью ствола миномета	2,99 м

Величина отката определяется по длине хода вдоль шкалы бегунка, передвигаемого стержнем, прикрепленным к миномету сбоку. Разметка шкалы пропорциональна величине $(1 - \cos A)$, причем A соответствует углу отклонения маятника, иными словами, она пропорциональна работе.

26.4.2.2.3 *Снаряд*

Снаряд представляет собой стальной цилиндр. Его размеры (диаметр – 127 мм, длина – 162 мм) на практике могут меняться с учетом следующих условий:

- а) зазор между новым снарядом и каналом для него в миномете должен быть менее 0,1 мм;
- б) масса нового снаряда должна составлять $16 \pm 0,01$ кг.

Изношенный снаряд должен быть заменен новым, когда зазор между снарядом и каналом для него в миномете превышает 0,25 мм. При выстреле снаряд обычно выбрасывается со скоростью 100–200 км/ч. Приемное устройство, покрытое энергопоглощающим материалом, позволяет останавливать снаряд без нанесения ему ущерба.

26.4.2.2.4 Сосуды для образцов

При испытании жидкостей используются стеклянные ампулы массой 16 г с отверстием для наполнения и углублением для детонатора (см. рис. 26.4.2.3), в которых содержатся опытные образцы. Другие вещества (твердые, гранулированные, пастообразные и т.д.) загружаются в цилиндрические сосуды диаметром 20 мм, изготовленные из листового олова толщиной 0,03 мм и массой около 2 г. Они, в частности, используются для зарядов пикриновой кислоты.

26.4.2.2.5 Держатели

Для центровки заряда в камере (с целью уменьшения износа миномета) используется держатель, изготовленный из стальной проволоки и представляющий собой кольцо с тремя ножками (см. рис. 26.4.2.2).

26.4.2.2.6 Детонаторы

Используются изображенные в приложении 1 европейские стандартные детонаторы, заряженные 0,6 г ТЭН.

26.4.2.2.7 Пикриновая кислота (эталонное вещество)

Чистая, измельченная пикриновая кислота с размером гранул менее 0,5 мм, высушенная при температуре 100°C и хранящаяся в плотно закрытом сосуде.

26.4.2.3 Процедура

26.4.2.3.1 Подготовка заряда

26.4.2.3.1.1 Спрессованные твердые вещества должны иметь форму цилиндрических блоков диаметром 20 ± 1 мм с осевым каналом с одного конца (диаметр $7,3 \pm 0,2$ мм и глубина 12 мм) для установки детонатора. Масса блока должна составлять $10 \pm 0,1$ г. Для подготовки заряда блок заворачивается в листовое олово толщиной 0,03 мм и массой около 2 г. Детонатор вставляется в предусмотренную для него оболочку, и край оловянной обертки зажимается вокруг головки детонатора.

26.4.2.3.1.2 Вещества, не являющиеся жидкостями, помещаются при обычной плотности в оловянные упаковки, причем каждый заряд весит $10 \pm 0,1$ г. Детонатор вводится в вещество на глубину около 12 мм. Край обертки зажимается вокруг головки детонатора (см. рис. 26.4.2.3).

26.4.2.3.1.3 В случае жидкостей заряд испытуемого вещества массой $10 \pm 0,1$ г помещается в стеклянную ампулу. Детонатор вставляется в оболочку. При необходимости для его удержания можно использовать металлическую проволоку (использование горючих материалов не допускается).

26.4.2.3.1.4 Кроме того, подготавливаются заряды пикриновой кислоты массой $10 \pm 0,1$ г, загружаемые при обычной плотности в оловянные упаковки. Детонатор вводится в пикриновую кислоту на глубину около 12 мм. Конец обертки зажимается вокруг головки детонатора.

26.4.2.3.2 Пробный выстрел

26.4.2.3.2.1 Заряд в держателе (см. пункт 26.4.2.2.5) помещается в зарядную камеру, причем головка детонатора должна соприкасаться с задней поверхностью камеры (см. рис. 26.4.2.3).

26.4.2.3.2.2 На поверхность снаряда наносится густая смазка, и он вводится в глубину ствола миномета. Для исключения разброса результатов в связи с возможной деформацией миномета или снаряда положение снаряда по отношению к миномету отмечается и регистрируется.

26.4.2.3.2.3 Бегунок (см. пункт 26.4.2.2.2) соединяется с подвижной рукой для определения величины отката маятника. После выстрела отмечается величина отклонения (D) маятника, т. е. фиксируется отметка на шкале, на которой остался бегунок в конце отката.

26.4.2.3.2.4 Снаряд и ствол миномета затем тщательно очищаются.

26.4.2.4 Процедура

26.4.2.4.1 Сначала производятся четыре выстрела с использованием пикриновой кислоты. Рассчитывается средняя величина отклонения в результате четырех выстрелов. Средний показатель должен равняться приблизительно 100 – в произвольных единицах мощности, принятых для шкалы, на которой замеряется откат маятника. Результаты четырех выстрелов не должны отличаться друг от друга более чем на одну единицу, и, если это так, значение D_0 является средним показателем четырех измеренных отклонений. Если один из результатов отличается от средней величины более чем на одну единицу, то он не учитывается и значение D_0 – средний показатель по остальным трем результатам.

26.4.2.4.2 Записывается температура окружающего воздуха.

26.4.2.4.3 Затем процедура повторяется с испытуемым веществом, в ходе которой осуществляется не менее трех выстрелов. Величины полученных отклонений составляют D_1 , D_2 , D_3 и т.д. В каждом случае соответствующая мощность, выраженная в процентном отношении от мощности, полученной в результате выстрела с использованием пикриновой кислоты, рассчитывается по следующему уравнению:

$$T_k = 100 \times D_k/D_0, \text{ где } k = 1, 2, 3...$$

или для жидкостей в стеклянных ампулах:

$$T_k = 200 \times D_k/D_0, \text{ где } k = 1, 2, 3...$$

26.4.2.4.4 Далее рассчитывается средняя величина T_k . Результат этого расчета, округленный до ближайшего целого числа, называется "мощность в баллистическом миномете", или "МБМ", вещества.

ПРИМЕЧАНИЕ: При последовательном испытании нескольких веществ в течение одной половины дня производится только одна серия из четырех выстрелов с использованием пикриновой кислоты.

26.4.2.5 Критерии испытания и метод оценки результатов

26.4.2.5.1 Результаты испытания подробно представляются с указанием результатов T_1 , T_2 , T_3 ..., величины МБМ и температуры окружающего воздуха. В качестве итогового показателя используется только величина МБМ.

26.4.2.5.2 Критерии испытания следующие:

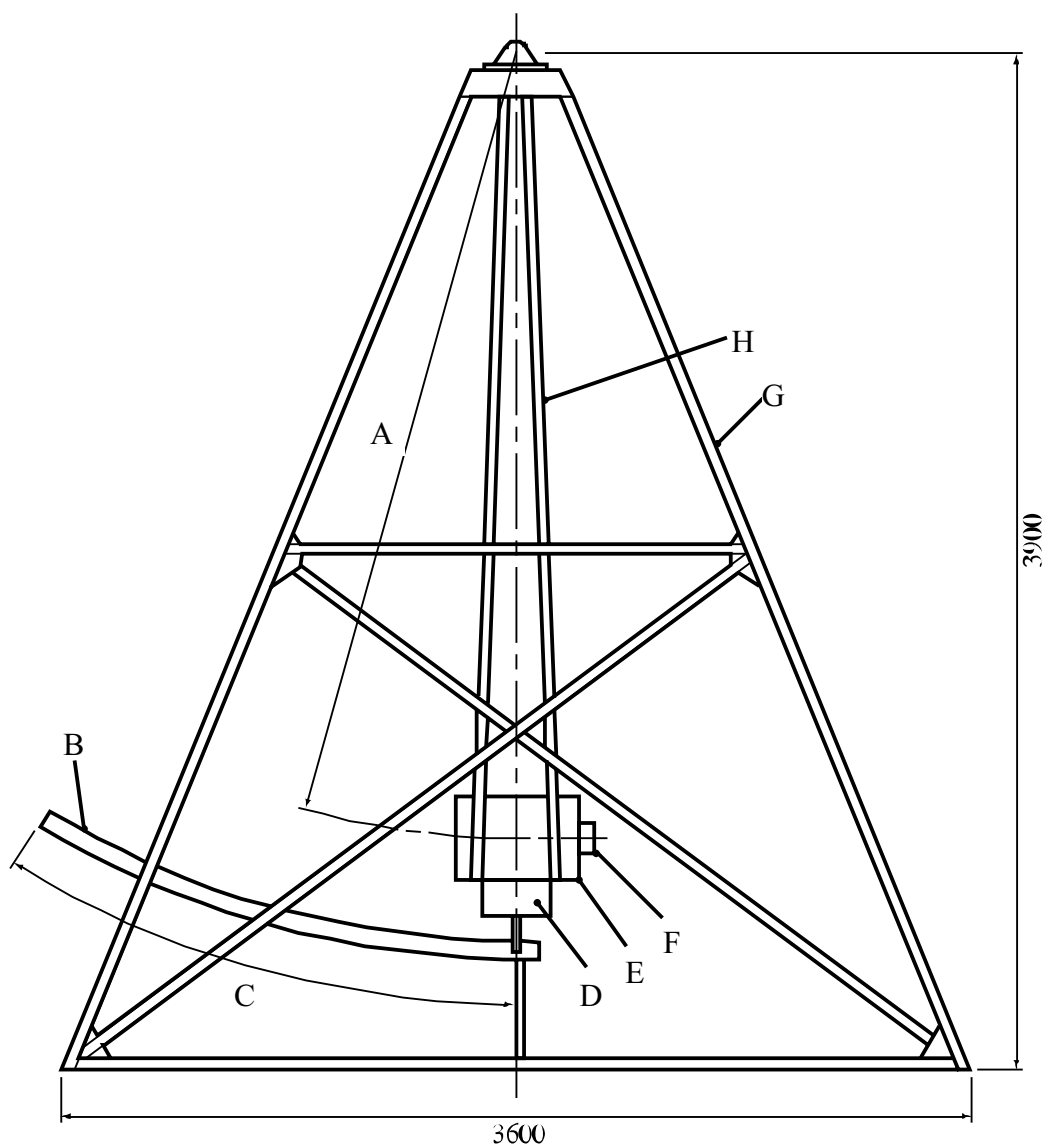
"Не слабая": – величина МБМ превышает или равна 7.

"Слабая": – величина МБМ меньше 7, но больше 1.

"Отсутствует": – величина МБМ меньше или равна 1.

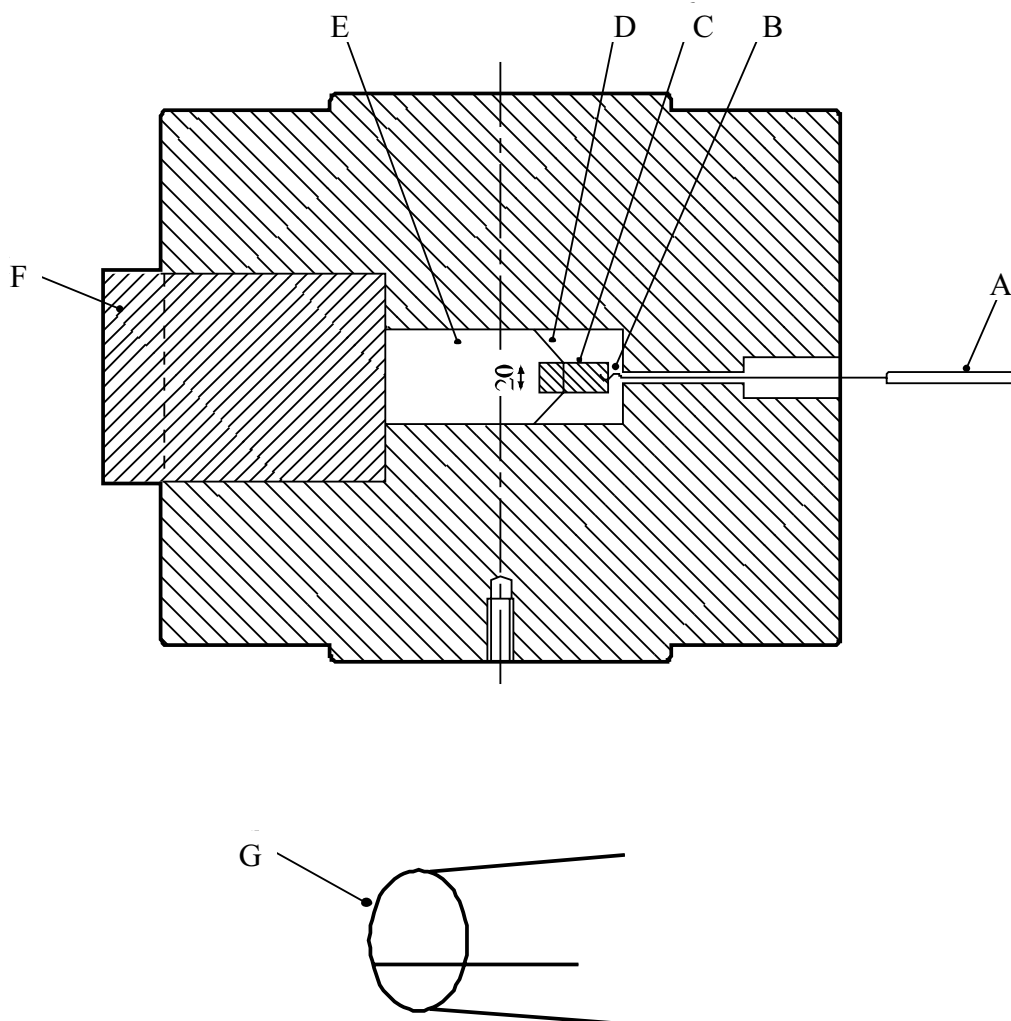
26.4.2.6 *Примеры результатов*

Вещество	Значение МБМ	Реакция (результат)
2,2-Азодиизобутиронитрил	13	Не слабая
трет-Бутилпероксибензоат	16	Не слабая
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	7	Не слабая
Дибензоилпероксид	16	Не слабая
Дибензоилпероксид, 75% с водой	8	Не слабая
Ди-трет-бутилпероксид	7	Не слабая
Дилауроила пероксид	5	Слабая
п-Ментила гидропероксид, 55% в п-ментане	3	Слабая
Перуксусная кислота, 36% в смеси с 19% воды, 36% уксусной кислоты и 6% пероксида водорода, со стабилизатором	27	Не слабая
Пинанила гидропероксид, 54% в пинане	2	Слабая
Пикриновая кислота	100	
Тринитротолуол	95	
Песок	1	



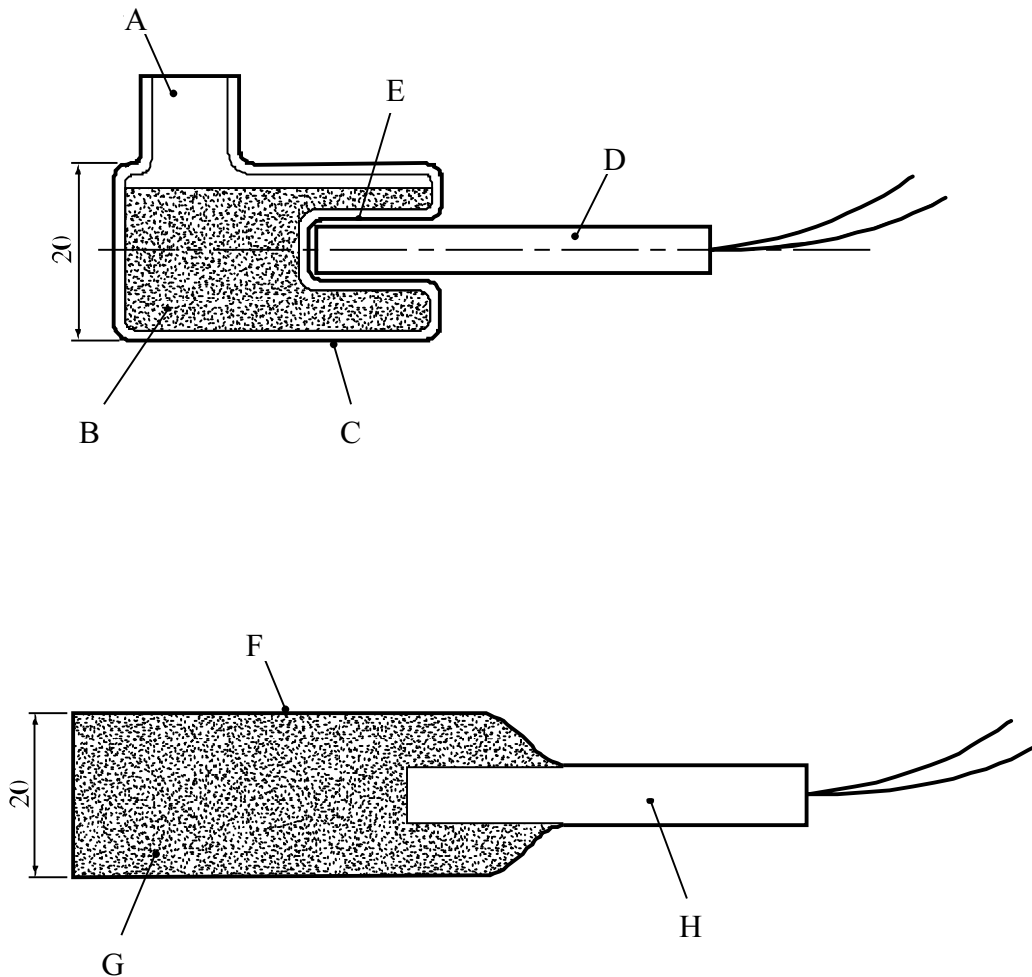
-
- (A) Межосевое расстояние – 2905 мм
 - (B) Шкала
 - (C) Угол размаха – 30°
 - (D) Груз
 - (E) Миномет
 - (F) Снаряд
 - (G) Опора
 - (H) Подвижное плечо маятника
-

Рис. 26.4.2.1: ИСПЫТАНИЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ БАЛЛИСТИЧЕСКОГО МИНОМЕТА



-
- (A) К зажигателю
 - (B) Детонатор
 - (C) Заряд, диаметр – 20 мм
 - (D) Держатель заряда
 - (E) Зарядная камера
 - (F) Снаряд
 - (G) Держатель заряда в увеличенном виде
-

Рис. 26.4.2.2: МИНОМЕТ (СВЕРХУ) И ДЕРЖАТЕЛЬ ЗАРЯДА (СНИЗУ)



-
- (A) Отверстие для наполнения
 - (B) Заряд, диаметр 20 мм, масса вещества – 10 г
 - (C) Стеклянная ампула (16 г)
 - (D) Детонатор с 0,6 г ТЭН
 - (E) Гнездо для детонатора
 - (F) Оловянная упаковка, 2 г
 - (G) Заряд, диаметр 20 мм, масса вещества – 10 г
 - (H) Детонатор с 0,6 г ТЭН
-

Рис. 26.4.2.3: ЗАРЯД ДЛЯ ЖИДКОСТЕЙ (СВЕРХУ) И ВЕЩЕСТВ, НЕ ЯВЛЯЮЩИХСЯ ЖИДКОСТЯМИ (СНИЗУ)

26.4.3 *Испытание F.3: Испытание БИМ по методу Трауцля*

26.4.3.1 *Введение*

Это испытание применяется для измерения взрывной мощности вещества. Детонатор инициируется в веществе, содержащемся в ограниченном объеме полости свинцового блока. Взрывная мощность выражается в увеличении объема полости в свинцовом блоке на 10 г вещества. Испытание может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 12 на рис. 20.1.

26.4.3.2 *Приборы и материалы*

26.4.3.2.1 Вещество инициируется с помощью европейского стандартного детонатора, содержащего 0,6 г ТЭН (см. приложение 1).

26.4.3.2.2 Для проведения испытания используются стандартные свинцовые блоки Трауцля цилиндрической формы высотой 200 мм и диаметром 200 мм. Они имеют выточенную по оси полость диаметром 25 мм и глубиной 125 мм, имеющую в объеме 61 см³ (см. рис. 26.4.3.1). Свинцовые блоки изготавливаются из мягкого чистого свинца путем отливки при температуре 390-400°C. Качество партии отлитых свинцовых блоков проверяется с помощью трех пробных взрывов с использованием в каждом случае 10 см³ кристаллизованной пикриновой кислоты (плотность заряжения – 1,0 г/см³). Среднее значение трех показателей чистого расширения должно находиться в пределах 287–300 см³.

26.4.3.3 *Процедура*

26.4.3.3.1 Твердым веществам придается форма цилиндрических испытательных зарядов объемом 10 см³, которые оборачиваются куском станиоли, и определяется масса заряда. Внешний диаметр испытательных зарядов составляет 24,5 мм, высота – 22,2 мм; осевая полость имеет 7 мм в диаметре и 12 мм в глубину, и в нее вставляется детонатор. Испытательный заряд готовится в устройстве, состоящем из поршня, матрицы из двух элементов, фиксирующей рамки и основания (рис. 26.4.3.2). С этой целью поршень оборачивается листом станиоли (толщина около 0,01 мм) трапецеидальной формы шириной 55 мм. Поршень в станиолевой обертке вводится в матрицу до упора. Матрица закрепляется с помощью рамки, и поршень медленно вытягивается из станиолевой оболочки после интенсивного надавливания. Дно станиолевой трубки прокалывается в центре тонкой деревянной палочкой. Со стороны фиксирующей рамки в основание вводится стандартный детонатор, содержащий 0,6 г ТЭН, так, чтобы провода детонатора можно было протянуть через отверстие в регулировочном винте, с тем чтобы детонатор коснулся винта. Положение винта отрегулировано таким образом, чтобы детонатор выступал на 12 мм над поверхностью основания. Испытуемое вещество помещается в оловянную трубку и слегка утрамбовывается деревянной палочкой. Выступающие края станиоли загибаются внутрь, и поршень вводится в матрицу до упорного кольца. После удаления поршня подготовленный испытательный заряд в станиолевой трубке со вставленным в него детонатором осторожно извлекается из матрицы.

26.4.3.3.2 Жидкие вещества испытываются в тонкостенных стеклянных цилиндрах аналогичной формы и такой емкостью, чтобы вместить образец объемом 10 см³ и детонатор, введенный в жидкость на 12-миллиметровую глубину. Горлышко сосуда должно иметь такую длину, чтобы удерживать детонатор в центральном положении. После определения массы образца испытательный заряд осторожно вводится до упора в полость свинцового блока. Свинцовые блоки должны храниться в помещении с контролируемой температурой, с тем чтобы температура, измеренная в глубине полости непосредственно перед введением заряда, находилась в пределах 10–20°C. В ходе испытания свинцовый блок должен находиться на плоском массивном стальном основании, установленном на грунт. С целью забойки оставшееся свободным пространство полости заполняется сухим кварцевым песком, пропущенным через сито, имеющее 144 ячейки на 1 см² и гравиметрическую плотность 1,35 г/см³. Затем блок трижды ударяют сбоку молотком массой 2 кг, и остаток песка убирают с верхней поверхности.

26.4.3.3.3 Детонатор приводится в действие, и блок освобождается от остатков содержимого. Объем расширенной полости измеряется с помощью воды, и расширение, вызванное реакцией 10-граммового образца, рассчитывается по следующей формуле:

$$10 \times \frac{\text{Объем расширенной полости (см}^3\text{)} - 61}{\text{Масса образца (г)}}.$$

26.4.3.3.4 Обычно испытание проводится дважды и для оценки используется наибольшая из полученных величин расширения.

26.4.3.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

26.4.3.4.1 Взрывная мощность выражается в увеличении объема полости в свинцовом блоке на 10 г вещества. При заданной силе инициирования взрывная мощность возрастает с объемом расширения.

26.4.3.4.2 Критерии испытания следующие:

"Не слабая": – расширение в свинцовом блоке составляет 25 см³ и более на 10 г образца.

"Слабая": – расширение в свинцовом блоке составляет менее 25 см³, но превышает или равняется 10 см³ на 10 г образца.

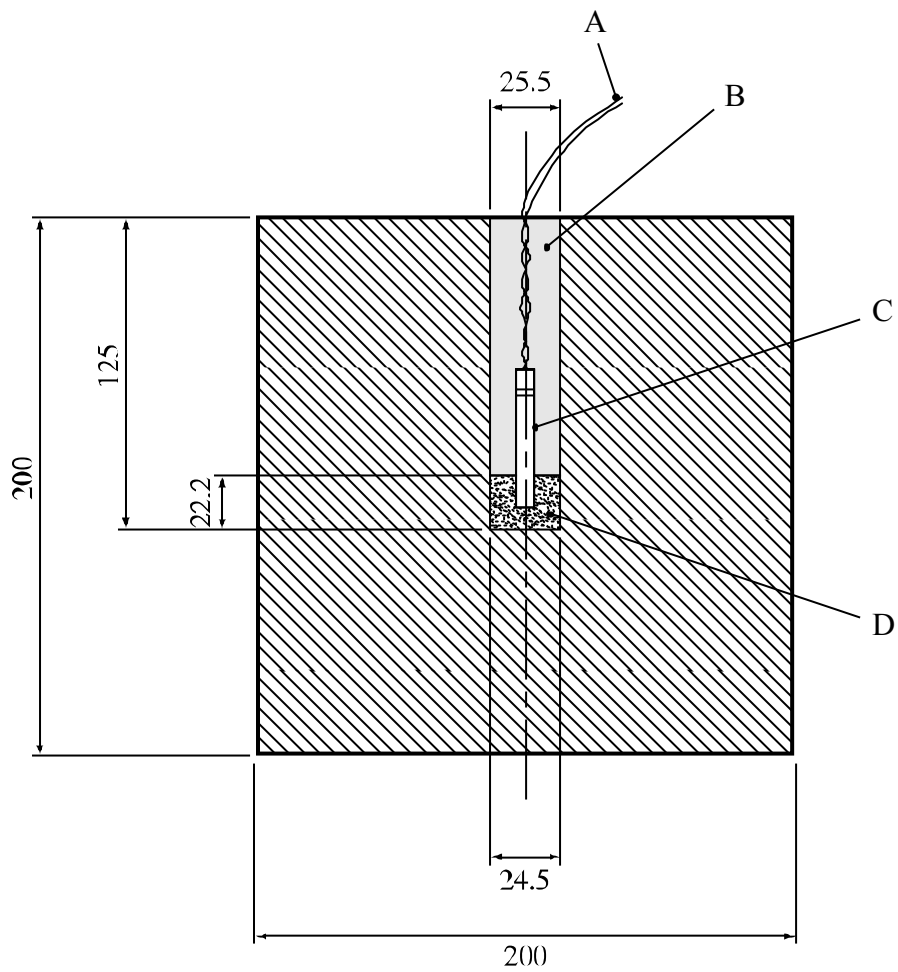
"Отсутствует": – расширение в свинцовом блоке составляет менее 10 см³ на 10 г образца.

26.4.3.5 *Примеры результатов*

Вещество	Масса образца (г)	Расширение (см ³ /10 г)	Реакция (результат)
Азодикарбонамид		9	Отсутствует
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)		26 ^a	Не слабая
Бензол-1,3-дисульфогидразид		50 ^a	Не слабая
Бензол-1,3-дисульфогидразид, 70% с минеральным маслом		11 ^a	Слабая
Бензола сульфогидразид	8,4	8	Отсутствует
трет-Бутилпероксибензоат	9,1	32 ^a	Не слабая
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	7,2	28 ^a	Не слабая
3-Хлорпероксибензойная кислота, не более 86% с 3-хлорбензойной кислотой	7,1	42 ^a	Не слабая
Кумила гидропероксид, 84,1% с куменом	9,3	10	Слабая
Циклогексанола пероксид(ы)	6,4	50 ^a	Не слабая
Дибензоилпероксид	8,0	31 ^a	Не слабая
Дибензоилпероксид, 75% с водой	8,0	21 ^a	Слабая
Ди-трет-бутилпероксид	7,2	28 ^a	Не слабая
Дицетилпероксидикарбонат	7,3	5 ^a	Отсутствует
Дикумилпероксид	6,9	12 ^a	Слабая
Диизопропилпероксидикарбонат	7,8	78 ^a	Не слабая
Дилауроила пероксид	8,0	11 ^a	Слабая
Димиристилпероксидикарбонат	7,4	11	Слабая
Димиристилпероксидикарбонат, 42%, устойчивая дисперсия в воде	7,8	5 ^a	Отсутствует
N,N'-Динитрозопентаметилентетрамин		147 ^a	Не слабая
N,N'-Динитрозопентаметилентетрамин, 80%, с 17% неорганического твердого вещества и 3% минерального масла	10,2	7 ^b	Отсутствует
Дипероксиизофталева кислота	8,7	144	Не слабая
4-Нитрозофенол	7,3	11	Слабая
Борная кислота		0	
Диметилфталат		5	
Вода		6	

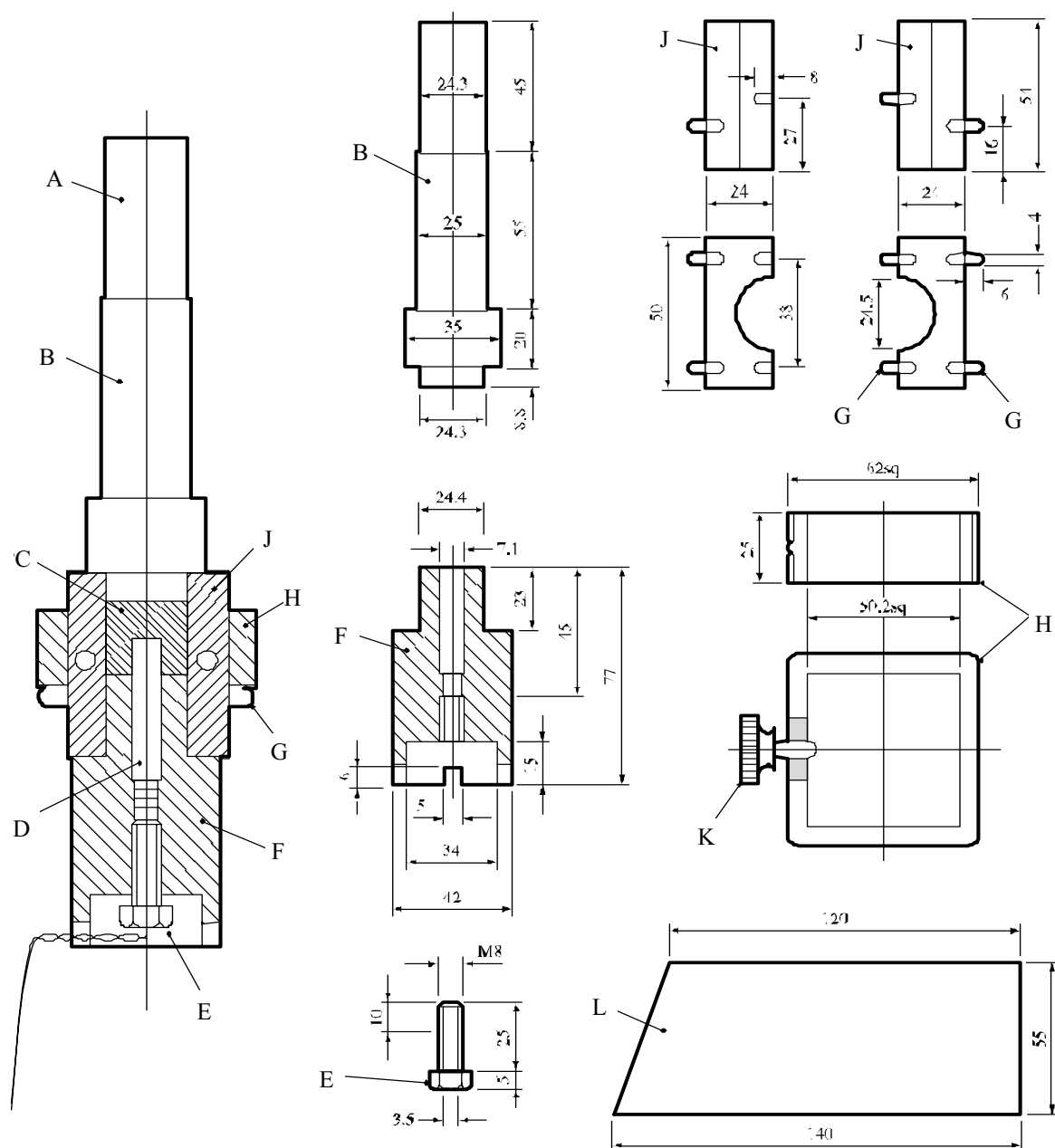
^a Установлено путем использования испытательных зарядов объемом 11 см³ и немного более сильного испытательного капсюля-детонатора в медной трубке внешним диаметром 6,85 мм и длиной 45 мм, с плоским дном, содержащей в качестве взрывного заряда 0,5 г ТЭН с 10% парафина, 0,2 г тетрила и 0,5 г фульмината ртути, – в спрессованном под давлением 400 баров виде.

^b Инициирование с 3 детонаторами дает расширение, равное 123 см³/10 г, реакция не слабая.



-
- (A) Провода детонатора
 - (B) Забойка из сухого песка
 - (C) Европейский стандартный детонатор
 - (D) Опытный образец
-

Рис. 26.4.3.1: ИСПЫТАНИЕ БИМ ПО МЕТОДУ ТРАУЦЛЯ



- | | | | |
|-----|--|-----|----------------------------|
| (A) | Хвостовик поршня для подготовки станиолевой трубки | (B) | Поршень |
| (C) | Опытный образец | (D) | Детонатор |
| (E) | Регулировочный винт (осевой канал – 3,5 мм, гнездо – 1 мм, 100 мм в длину) | (F) | Основание |
| (G) | Проушины | (H) | Рамка крепления |
| (J) | Матрица | (K) | Винт с накатанной головкой |
| (L) | Станиоль | | |

Рис. 26.4.3.2: УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПОДГОТОВКИ ЗАРЯДОВ (объемом 10 см³, диаметром 24,6 мм и высотой 22,2 мм) ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ БИМ ПО МЕТОДУ ТРАУЦЛЯ

26.4.4 Испытание F.4: Испытание по модифицированному методу Трауцля

26.4.4.1 Введение

Это испытание проводится для измерения взрывной мощности вещества. Детонатор инициируется в веществе, которое 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 инертного вещества, обладающего аналогичными физическими свойствами. Испытание может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 12 на рис. 20.1.

26.4.4.2 Приборы и материалы

Свинцовый блок изготавливается из цельнолитого или выдавленного свинцового стержня диаметром 50 ± 1 мм и длиной 70 мм и имеет полость диаметром 25,4 мм и длиной 57,2 мм (см. рис. 26.4.4.1). Полость высверливается пёркой, чтобы избежать повреждения блока. В качестве капсюля-детонатора используется стандартный детонатор № 8 (США) (см. приложение 1). Комплект А используется для жидких и пастообразных веществ, и комплект В – для твердых веществ (см. рис. 26.4.4.2). Для образца в комплекте А используется флакон объемом 12 мл, имеющий в наружном диаметре 21 мм. Для образца в комплекте В используется флакон вместимостью 16 мл, имеющий во внешнем диаметре 24,9 мм. Стандартные полиэтиленовые пробки поставляются вместе с флаконами. Трубка, фиксирующая положение капсюля-детонатора в комплектах А и В, изготавливается из боросиликатного стекла. Ее внешний диаметр составляет 10 мм, и длина – 75 мм. Трубка плотно вставляется в отверстие диаметром 10 мм, высверленное в центре полиэтиленовой пробки. Для удержания флакона в центре полости свинцового блока в комплекте А используются два резиновых О-видных кольца (внутренний диаметр – 16,5 мм, диаметр поперечного сечения – 2,5 мм).

26.4.4.3 Процедура

Шестиграммовый образец помещается в должным образом собранный флакон, который вставляется в свинцовый блок. Свинцовый блок устанавливается на твердую поверхность в защищенной зоне, капсюль-детонатор полностью вводится внутрь, и, после того как все люди покинут зону испытания, капсюль приводится в действие. С помощью воды, используемой до и после испытания, измеряется с точностью до 0,2 мл объем полости в свинцовом блоке. Три испытания проводятся на веществе, и одно – на инертном эталонном веществе с использованием комплекта того же типа.

26.4.4.4 Критерии испытания и метод оценки результатов

26.4.4.4.1 Взрывная мощность опытного образца выражается в среднем увеличении объема полости в свинцовом блоке по сравнению с величиной, полученной при испытании инертного эталонного вещества.

26.4.4.4.2 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 м^3 .

26.4.4.5 *Примеры результатов*

Вещество	Среднее чистое расширение (см³)	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 ^a	Не слабая
Диизопропилпероксидикарбонат	45 ^a	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 ^a	Не слабая

Расширение с инертными эталонными веществами в комплекте А

Воздух	6
Диметилфталат	10
Уайт-спирит	10,5
Паста, 60% CaCO ₃ + 40% диметилфталата	8
Вода	10

Расширение с инертными эталонными веществами в комплекте В

Воздух	5,5
Бензойная кислота	7
Кальция карбонат (порошок)	5
Каолин	6

^a *Проведено при температуре окружающего воздуха.*

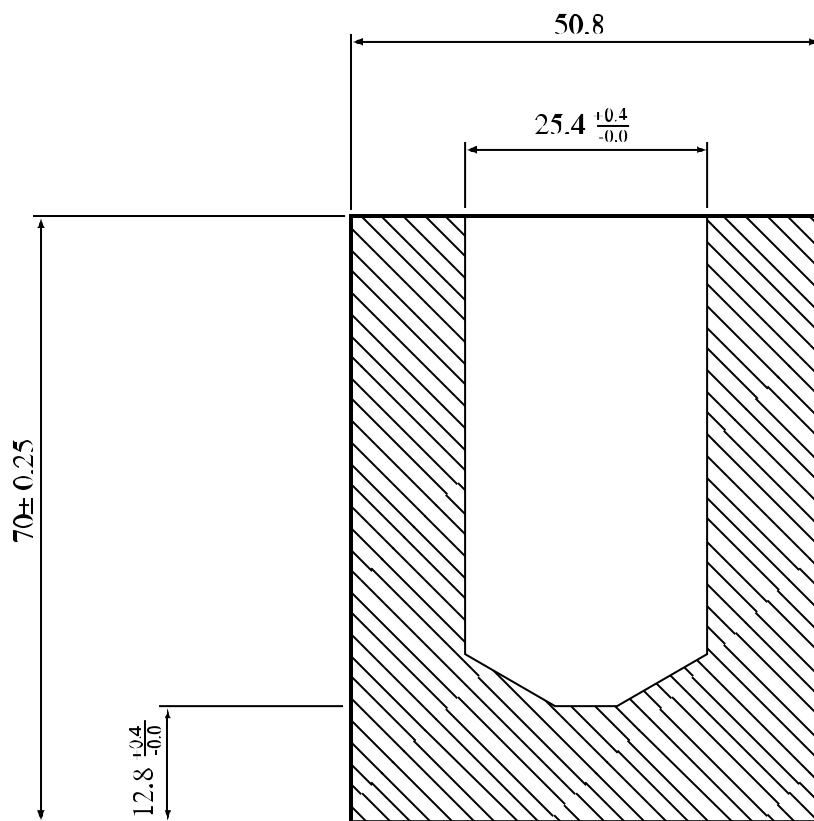
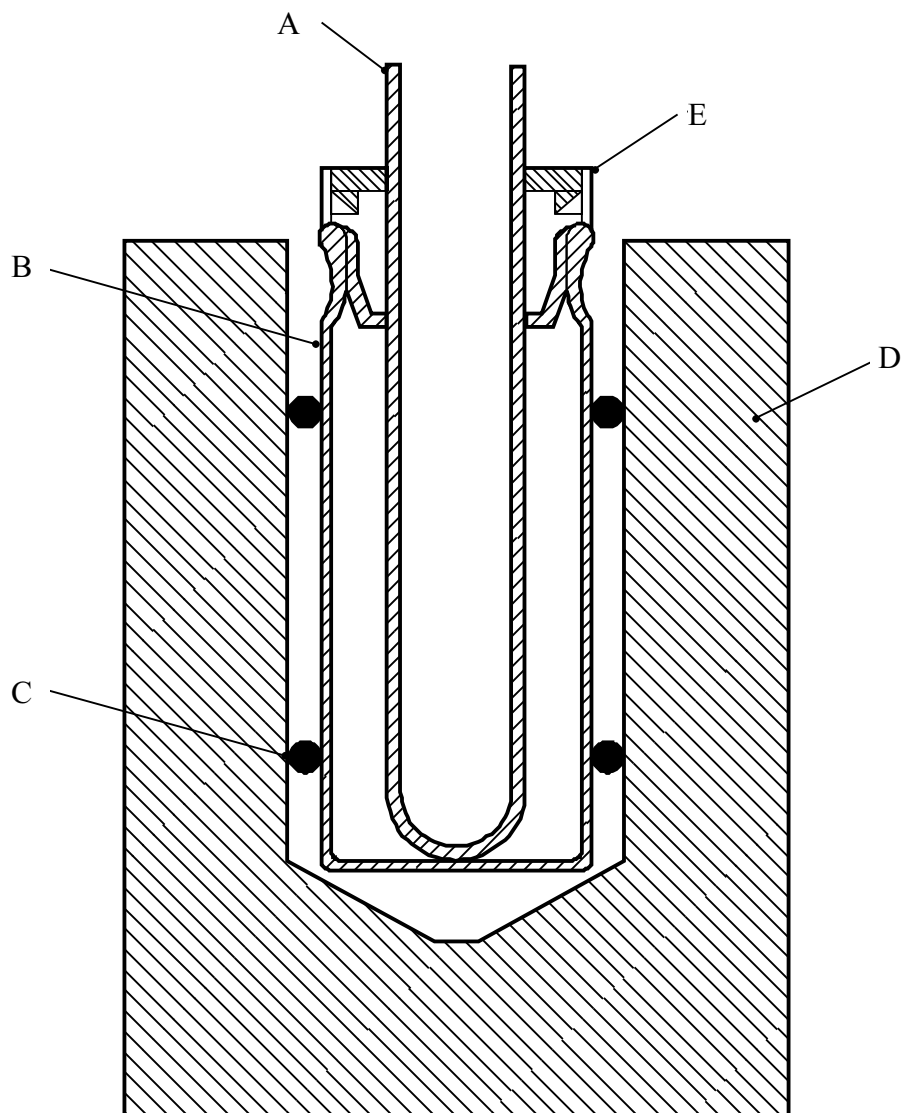


Рис. 26.4.4.1: ИСПЫТАНИЕ ПО МОДИФИЦИРОВАННОМУ МЕТОДУ ТРАУЦЛЯ



-
- (A) Стекло́нная трубка
 - (B) Стекло́нный флакон (12 мл в комплекте А, 16 мл в комплекте В)
 - (C) О-видное кольцо (только в комплекте А)
 - (D) Свинцовый блок
 - (E) Пробка
-

Рис. 26.4.4.2: КОМПЛЕКТЫ А и В

26.4.5 *Испытание F.5: Испытание с использованием автоклава высокого давления*

26.4.5.1 *Введение*

Это испытание проводится для измерения удельной энергии вещества. Различные количества вещества разогреваются в герметическом сосуде, и измеряется максимальное повышение давления для каждого размера образца. Удельная энергия функционально зависит от максимального повышения давления. Это испытание может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 12 на рис. 20.1.

26.4.5.2 *Прибор*

Автоклав высокого давления (рис. 26.4.5.1) представляет собой цилиндрический сосуд из нержавеющей стали емкостью 96 мл, рассчитанный на рабочее давление 150 МПа при температуре 473 К. Этот сосуд, изготовленный из нержавеющей стали типа AISI 431, имеет внутренний диаметр 38 мм и внутреннюю высоту 84 мм. В автоклав помещается предназначенный для образца внутренний сосуд (из нержавеющей стали типа AISI 316, внутренним диаметром 32 мм и внутренней высотой 77 мм). Нихромовая проволока высокого сопротивления (удельное сопротивление составляет приблизительно 10 ом/м) с покрытием, намотанная на стеклянную трубку, используется для разогрева образца от источника неизменяющегося тока; тепловая мощность нагревателя составляет 50–150 Вт. Использование внутреннего сосуда позволяет относительно уменьшить теплопередачу от вещества к автоклаву по сравнению с теплопередачей, которая имела бы место в случае отсутствия внутреннего сосуда. Поэтому происходит быстрый нагрев, вызывающий экзотермическую реакцию, ведущую к саморазогреву и взрыву. Определяется изменение давления во времени для этого взрыва. Давление регистрируется с помощью пьезоэлектрического измерительного преобразователя.

26.4.5.3 *Процедура*

Необходимое количество вещества загружается в сосуд для образца, после чего сосуд помещается в автоклав. Нагревающая спираль подсоединяется к крышке автоклава, который затем закрывается. Следует обеспечить, чтобы нагревающая спираль была полностью погружена в вещество. Концы нагревающей спирали подсоединяются затем к электродам источника энергии с помощью проволоки низкого сопротивления. Затем образец нагревается до тех пор, пока не произойдет взрыв. Обычно испытание проводится с использованием вещества в количестве 5, 10, 15, 20 и 25 г и регистрируется максимальное давление. Однако эти количества необходимо менять в зависимости от объемной плотности вещества и его способности к детонации.

26.4.5.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

26.4.5.4.1 Результаты оцениваются с учетом удельной энергии (F), которая функционально зависит от максимального повышения давления (P_m). Данные о первоначальной массе образца (M_0) и объеме (V) реакционного сосуда требуются для расчета удельной энергии на основе следующего уравнения:

$$V/M_0 = F/P_m + C,$$

где V = внутренний объем сосуда высокого давления – объем стали внутреннего сосуда для образца;
 C = постоянная величина для данных условий испытаний; и
 F = величина, определяемая по степени наклона линии V/M_0 в зависимости от $1/P_m$.

Взрывная мощность вещества зависит лишь от значения удельной энергии F .

26.4.5.4.2 Критерии испытания следующие

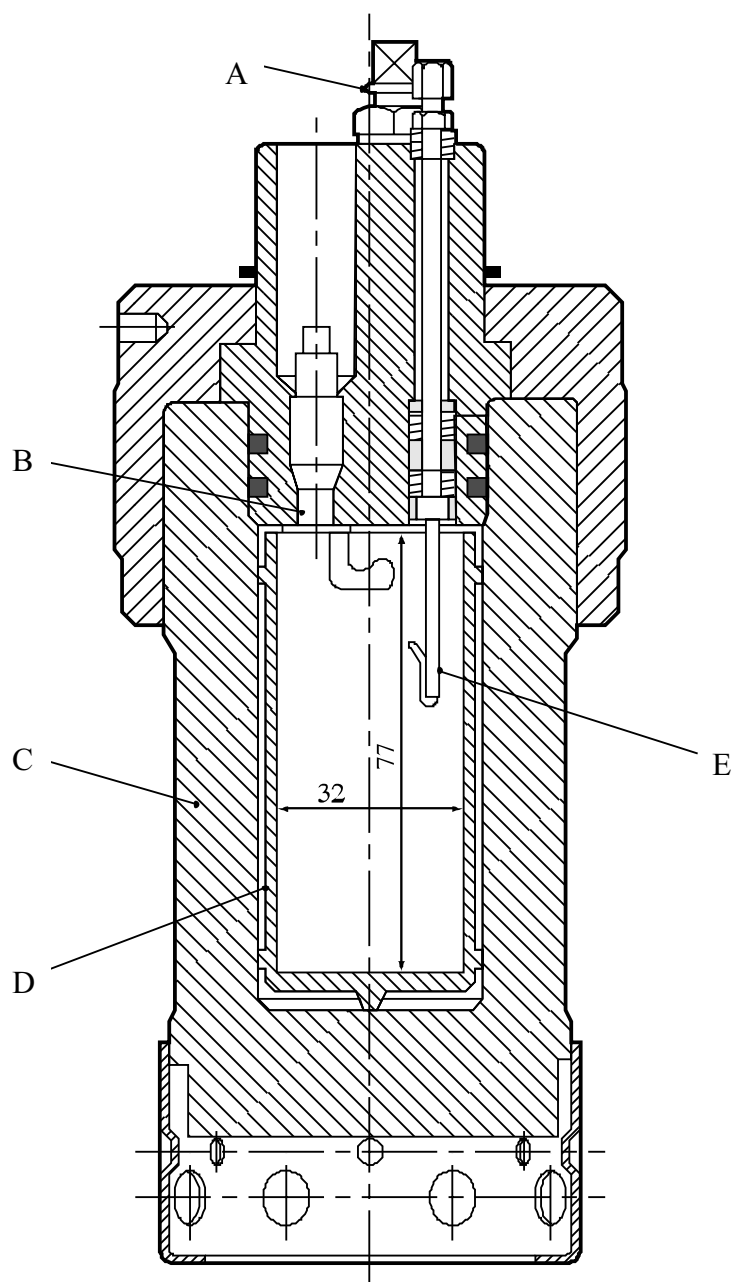
"Не слабая": – удельная энергия превышает 100 Дж/г.

"Слабая": – удельная энергия ≥ 5 Дж/г и ≤ 100 Дж/г.

"Отсутствует": – удельная энергия меньше 5 Дж/г.

26.4.5.5 Примеры результатов

Вещество	Величина F (Дж/г)	Реакция (результат)
2,2'-Азоди(изобутиронитрил)	101	Не слабая
трет-Бутилпероксибензоат	110	Не слабая
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	56	Слабая
Кумила гидропероксид, 80% в кумене	60	Слабая
Дибензоилпероксид, 75% с водой	41	Слабая
Ди-трет-бутилпероксид	140	Не слабая
Дицетилпероксидикарбонат	Реакции не происходит	Отсутствует
Дикумилпероксид, 40% с инертным твердым веществом	Реакции не происходит	Отсутствует
Дилауроила пероксид	8	Слабая
Дилауроила пероксид, 42%, устойчивая дисперсия в воде	1,3	Отсутствует



-
- (A) Клапан
 - (B) Датчик давления
 - (C) Автоклав
 - (D) Внутренний сосуд для образца
 - (E) Электроды
-

Рис. 26.4.5.1: АВТОКЛАВ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ

РАЗДЕЛ 27

ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ G

27.1 Введение

27.1.1 Серия испытаний G включает испытания и критерии, касающиеся определения эффекта теплового взрыва вещества, упакованного для перевозки, в соответствии с вопросом, содержащимся в клетке 10 на рис. 20.1. Испытание необходимо лишь для веществ, бурно реагирующих в ходе испытаний, связанных с нагревом в определенном ограниченном объеме (испытания серии E).

27.2 Методы испытаний

27.2.1 На вопрос "Может ли взорваться в упакованном для перевозке виде?" (клетка 10 на рис. 20.1) отвечают на основе результатов применения одного из методов испытаний, указанных в таблице 27.1.

Таблица 27.1: МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ G

Код испытания	Название испытания	Раздел
G.1	Испытание на тепловой взрыв в упаковке ^a	27.4.1
G.2	Испытание на самоускоряющееся разложение в упаковке	27.4.2

^a *Рекомендуемое испытание.*

27.2.2 Оба испытания считаются равноценными для всех веществ, за исключением твердых веществ, смоченных водой. Для смоченных водой твердых веществ, в случае если результаты двух испытаний не совпадают, результаты испытания G.1 имеют преимущество над результатами испытания G.2.

27.3 Условия испытаний

27.3.1 Испытание серии G применяется к упаковкам вещества (не более 50 кг) в том состоянии и в том виде, в каких они предъявляются к перевозке.

27.3.2 *До проведения этих испытаний следует осуществлять предварительную процедуру (см. раздел 20.3).*

27.4 Предписания, касающиеся испытаний серии G**27.4.1 Испытание G.1: Испытание на тепловой взрыв в упаковке****27.4.1.1 Введение**

Это испытание проводится для определения потенциала теплового взрыва в упаковке. Оно может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 10 на рис. 20.1.

27.4.1.2 Приборы и материалы

27.4.1.2.1 Тара (не крупнее тары, необходимой для 50 кг вещества), вещество, соответствующий нагревательный прибор (например, мощностью 2 кВт на 25 кг вещества) и оборудование для измерения температуры.

27.4.1.3 *Процедура*

Испытание проводится с упакованными веществами в том состоянии и том виде, в каких они предъявляются к перевозке. Метод инициирования теплового взрыва состоит в как можно более равномерном нагреве вещества при помощи электрической нагревательной спирали, находящейся в упаковке. Поверхностная температура нагревательной спирали не должна быть настолько высокой, чтобы вызвать преждевременное воспламенение вещества. Может возникнуть необходимость в использовании нескольких нагревательных спиралей. Упаковка устанавливается на стенд с целью ее удержания в вертикальном положении. Включается система нагрева, и постоянно регистрируется температура вещества. Скорость нагрева должна составлять около 60°C в час. Разница температур вещества в верхней и нижней частях упаковки должна быть как можно меньшей. **Рекомендуется предусмотреть возможность дистанционного уничтожения упаковки в случае повреждения нагревательного прибора.** Испытание проводится дважды, если только после первого испытания не произойдет взрыва.

27.4.1.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

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

27.4.1.4.2 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 испытуемое вещество может привести к взрыву этой упаковки.

"Нет": – отсутствие разрушения или разрушение с образованием не более трех фрагментов свидетельствует о том, что испытуемое вещество не взрывается в упаковке.

27.4.1.5 *Примеры результатов*

Вещество	Упаковка	Число осколков ^а	Результат
2,2'-Азоди-(изобутиронитрил)	4G, 30 кг	Б.О.	Нет
трет-Бутилпероксибензоат	1B1, 25 л	>30	Да
трет-Бутилпероксибензоат	6HG2, 30 л	Б.О.	Нет
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	1B1, 25 л	>5	Да
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	6HG2, 30 л	Б.О.	Нет
трет-Бутилпероксиизопропилкарбонат	1B1, 25 л	>80	Да
трет-Бутилпероксиизопропилкарбонат	6HG2, 30 л	>20	Да
трет-Бутилпероксиивалат, 75% в растворе	6HG2, 30 л	Б.О.	Нет
Дибензоилпероксид, 75% с водой	4G, 25 кг	Б.О.	Нет
2,2-Ди-(трет-бутилперокси)бутан, 50% в растворе	3N1, 25 л	Б.О.	Нет
2,2-Ди-(трет-бутилперокси)бутан, 50% в растворе	6HG2, 30 л	Б.О.	Нет

^а "Б.О." означает "без осколков".

27.4.2 **Испытание G.2: Испытание на самоускоряющееся разложение в упаковке**

27.4.2.1 *Введение*

Это испытание проводится для определения потенциала теплового взрыва в упаковке. Оно может использоваться для ответа на вопрос, содержащийся в клетке 10 на рис. 20.1.

27.4.2.2 *Приборы и материалы*

В качестве оборудования для проведения этого испытания используется испытательная камера, применяемая обычно для определения ТСУР (рис. 27.4.2.1), описание которой содержится в разделе 28 применительно к испытанию Н.1.

27.4.2.3 *Процедура*

Испытание проводится в соответствии с процедурой, изложенной в разделе 28 применительно к испытанию Н.1. Температура в испытательной камере может превышать ТСУР, если она известна, приблизительно на 10°C. Испытательная камера для определения ТСУР устроена таким образом, чтобы легко сбрасывать любое значительное давление, возникшее во время разложения опытного образца. Крышки камеры просто устанавливаются на место и удерживаются лишь силой своей тяжести.

27.4.2.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

27.4.2.4.1 Состояние образца, упаковки, испытательной камеры и непосредственной окружающей среды позволяет измерить интенсивность реакции разложения испытываемого продукта/упаковки испытываемой конфигурации.

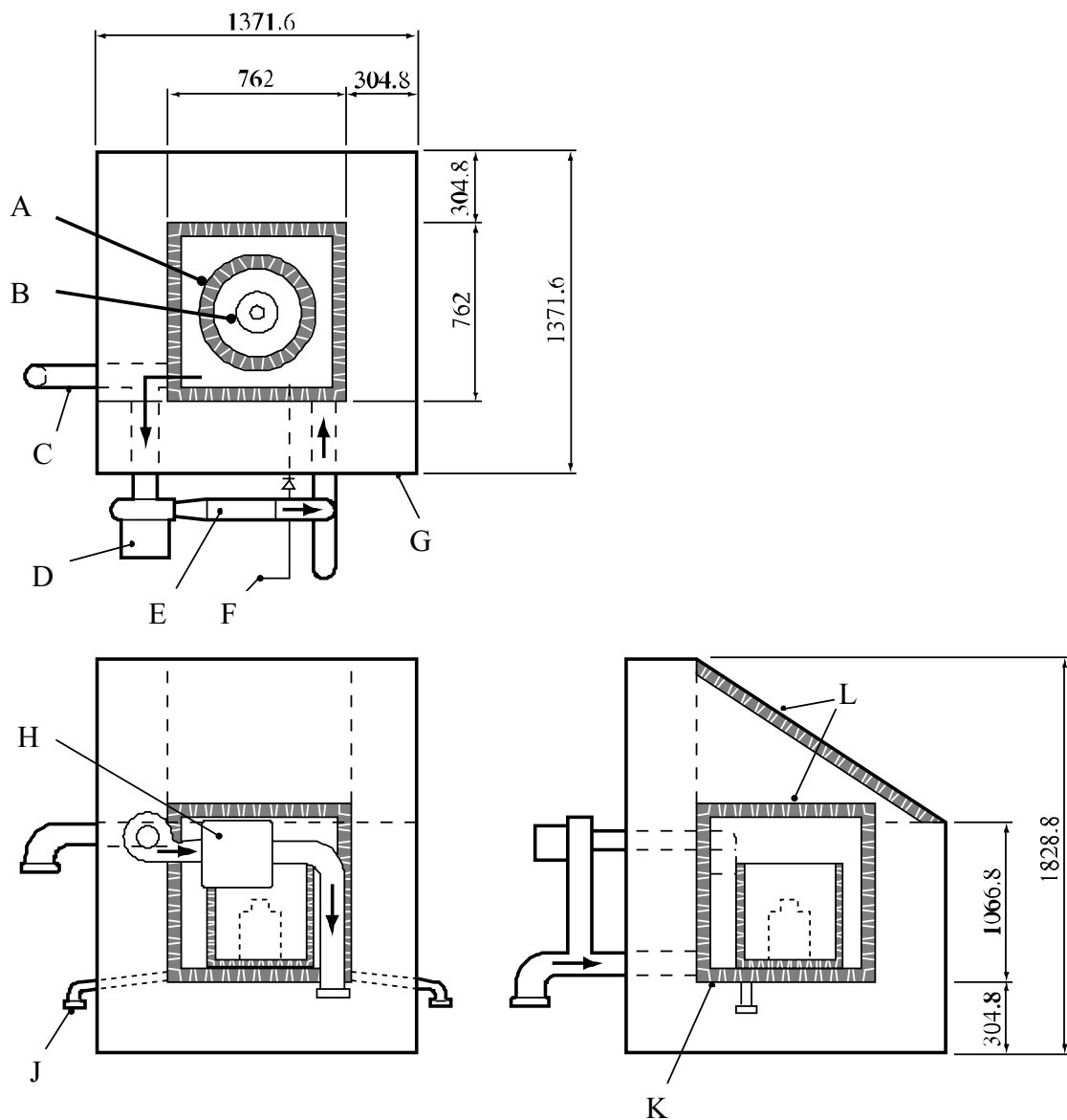
27.4.2.4.2 Критерии испытания определяются в зависимости от состояния испытательной камеры, упаковки и факта взрыва и являются следующими:

"Да": – значительное разрушение внутренней части испытательной камеры. Наружная крышка может быть сорвана и отброшена по меньшей мере на 2 м, что указывает на значительное внутреннее давление в камере. Серьезное разрушение испытываемой упаковки с образованием по меньшей мере трех осколков.

"Нет": – незначительное разрушение или отсутствие разрушения испытательной камеры. Наружная крышка может быть сорвана, но отброшена лишь не более чем на 2 м от камеры. Испытываемая упаковка может быть повреждена и разрушена, например может расколоться внутренняя тара или повраться картон.

27.4.2.5 *Примеры результатов*

Вещество	Упаковка	Результат
трет-Бутилпероксиацетат, 75% в растворе	6HG2, 20 л	Да
трет-Бутилпероксибензоат	6HG2, 20 л	Нет
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	6HG2, 20 л	Нет
трет-Бутилпероксиизопропилкарбонат, 75% в растворе	6HG2, 20 л	Нет
трет-Бутилпероксиивалат, 75% в растворе	6HG2, 20 л	Нет
Дибензоилпероксид	4G, 0,454 кг	Да
2,5-Диметил-2,5-ди-(трет-бутилперокси)гексин-3	6HG2, 20 л	Да



- | | | | |
|-----|------------------------------|-----|---------------------|
| (A) | Испытательный контейнер | (B) | Испытуемая упаковка |
| (C) | Вентиляционный канал | (D) | Вентилятор |
| (E) | Нагревательный прибор | (F) | Диоксид углерода |
| (G) | Рама | (H) | Рециркулятор |
| (J) | Дренажные трубы с заглушками | (K) | Изоляция |
| (L) | Крышки с изоляцией | | |

Рис. 27.4.2.1: ИСПЫТАНИЕ НА САМОУСКОРЯЮЩЕЕСЯ РАЗЛОЖЕНИЕ В УПАКОВКЕ

РАЗДЕЛ 28

ИСПЫТАНИЯ СЕРИИ Н

28.1 Введение

В этой серии испытаний содержатся методы испытаний для определения температуры самоускоряющегося разложения (ТСУР). ТСУР определяется как самая низкая температура, при которой вещество, находящееся в упаковке для перевозки, может подвергнуться самоускоряющемуся разложению. Значение ТСУР зависит от комбинированного воздействия таких составляющих, как температура окружающего воздуха, кинетика разложения, размер упаковки, а также способность вещества и его тары к теплопередаче. Для облегчения толкования результатов могут использоваться модели, при которых основное сопротивление тепловому потоку оказывается:

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

Текст должен использоваться совместно с требованиями в отношении регулирования температуры, приведенными в подразделе 2.5.3.4 Типовых правил.

Справочная литература: *N.N. Semenov, Z. Physik, 48, 1928, 571.*
D.A. Frank-Kamenskii, Zhur. Fiz. Khim., 13, 1939, 738.
P.H. Thomas, Trans. Faraday Soc., 54, 1958, 60.

28.2 Методы испытаний

28.2.1 Серия испытаний Н включает испытания и критерии, касающиеся теплоустойчивости веществ при перевозочных температурах или касающиеся установления того, отвечает ли вещество определению самореактивного вещества.

28.2.2. 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. Методы испытаний, включенные в серию испытаний Н, перечислены в таблице 28.1. Каждый из указанных методов применяется к твердым, жидким и пастообразным веществам и дисперсиям.

Таблица 28.1: МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ СЕРИИ Н

Код испытания	Название испытания	Раздел
Н.1	Испытание с целью определения ТСУР методом США ^a	28.4.1
Н.2	Испытание на хранение в адиабатических условиях (ИАУ) ^b	28.4.2
Н.3	Испытание на хранение в изотермических условиях (ИИУ)	28.4.3
Н.4	Испытание на хранение в условиях аккумуляции тепла ^c	28.4.4

^a *Рекомендуемое испытание для веществ, перевозимых в упаковках.*

^b *Рекомендуемое испытание для веществ, перевозимых в упаковках, КСГМГ или цистернах.*

^c *Рекомендуемое испытание для веществ, перевозимых в упаковках, КСГМГ или малых цистернах.*

Этот перечень испытаний не является исчерпывающим; могут использоваться другие испытания, если с их помощью можно получить точное значение ТСУР вещества, упакованного для перевозки.

28.2.3 Если необходимо ($ТСУР \leq 50^{\circ}\text{C}$ для органических пероксидов, $ТСУР \leq 55^{\circ}\text{C}$ для самореактивных веществ), контрольная и аварийная температура могут быть определены на основе ТСУР в соответствии с таблицей 28.2.

Таблица 28.2: ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНОЙ И АВАРИЙНОЙ ТЕМПЕРАТУР

Тип сосуда	ТСУР ^а	Контрольная температура	Аварийная температура
Одиночная тара и КСГМГ	$\leq 20^{\circ}\text{C}$ или ниже	на 20°C ниже ТСУР	на 10°C ниже ТСУР
	от $> 20^{\circ}\text{C}$ до 35°C	на 15°C ниже ТСУР	на 10°C ниже ТСУР
	выше 35°C	на 10°C ниже ТСУР	на 5°C ниже ТСУР
Переносные цистерны	$< 50^{\circ}\text{C}$	на 10°C ниже ТСУР	на 5°C ниже ТСУР

^а ТСУР вещества, упакованного для перевозки.

28.2.4 Если вещество испытывается для определения того, является ли оно самореактивным веществом подкласса 4.1, то проводится испытание серии Н или подходящее альтернативное испытание с целью определить, составляет ли его ТСУР 75°C или меньше при перевозке в 50-килограммовой упаковке.

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

28.3 Условия испытаний

28.3.1 До проведения испытаний с целью определения ТСУР осуществляется предварительная процедура (см. раздел 20.3) и определяется эффект нагревания в ограниченном объеме (серия испытаний Е). *Следует принять меры безопасности, учитывающие возможность опасного разрушения испытательного сосуда и опасность, связанную с воспламенением вторичных топливоздушных смесей и с выделением токсичных продуктов разложения. Вещества, способные детонировать, должны испытываться лишь после принятия особых мер предосторожности.*

28.3.2 Выбранное испытание должно быть репрезентативным с точки зрения размера и материала подлежащей перевозке упаковки. В случае перевозки в металлической таре, КСГМГ или цистернах может возникнуть необходимость в том, чтобы включить в опытный образец репрезентативное с точки зрения металла(ов) и площади контакта количество металла.

28.3.3 *Особую осторожность следует проявлять при работе с образцами, которые были испытаны, так как в них могли произойти изменения, сделавшие вещество менее устойчивым и более чувствительным. После испытания образцы следует как можно скорее уничтожить.*

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

28.3.5 Если испытывается неполная упаковка, данные о теплоотдаче, используемые для определения ТСУР, должны быть типичными для упаковки, КСГМГ или цистерны, предъявляемых к перевозке. Значение теплоотдачи на единицу массы упаковки, КСГМГ или цистерны можно определить путем расчета (с учетом количества вещества, размеров упаковки, теплопередачи в веществе и теплопередачи через упаковку в окружающую среду) или путем измерения полупериода охлаждения упаковки, заполненной данным веществом или каким-либо другим веществом 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), вещества по следующей формуле:

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

28.3.6 Полу период 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°C. Воду использовать не следует, так как из-за испарения/конденсации могут быть получены ошибочные результаты. Падение температуры измеряется в центре упаковки в температурном интервале, включающем предполагаемую ТСУР. Для масштабирования может оказаться необходимым постоянно контролировать температуру вещества и окружающей среды и затем использовать линейную регрессию для получения коэффициентов уравнения:

$$\ln\{T-T_a\} = c_0 + c \times t,$$

где: T = температура вещества (°C);
 T_a = температура окружающего воздуха (°C);
 c_0 = \ln {начальная температура вещества – начальная температура окружающего воздуха};
 c = L/C_p ; и
 t = время (с).

28.3.7 Примеры показателей теплоотдачи для ряда типичных упаковок приведены в таблице 28.3. Фактическое значение зависит от формы, толщины стенок, поверхностного покрытия и т. д. тары.

Таблица 28.3: ТЕПЛОТДАЧА НА ЕДИНИЦУ МАССЫ УПАКОВОК, КСГМГ И ЦИСТЕРН

Тип тары	Номинальная емкость (литры)	Содержимое	Теплоотдача на единицу массы (L) (мВт/К.кг)
<i>Для жидкостей:</i>			
1A1	50	47,5 кг ДМФ ^a	63
1N1	50	47,5 кг ДМФ ^a	94
1N1	200	200 кг воды	56
3N1 (черная)	60	47,5 кг ДМФ ^a	105
6HG2	30	35,0 кг ДМФ ^a	69
КСГМГ 31 НА1	500	500 кг воды	51
Цистерна	3 400	3 400 кг воды	18 ^b
Контейнер-цистерна (изотермический)	20 000	14 150 кг изододекана	1,7
<i>Для твердых веществ:</i>			
1G	38	28,0 кг ДЦГФ ^c	35
1G	50	37,0 кг ДЦГФ ^c	29
1G	110	85,0 кг ДЦГФ ^c	22
4G	50	32,0 кг ДЦГФ ^c	27

^a ДМФ = диметилфталат.

^b Рассчитана на основе коэффициента теплопередачи, равного 5 Вт/м².К.

^c Дициклогексилфталат (твердое вещество).

28.4 Предписания, касающиеся испытаний серии Н

28.4.1 *Испытание Н.1: Испытание с целью определения ТСУР методом США*

28.4.1.1 *Введение*

Этим методом определяют минимальную постоянную температуру окружающего воздуха, при которой в конкретной упаковке происходит самоускоряющееся разложение вещества. Этим методом могут испытываться упаковки емкостью до 220 литров. Можно также получить индикацию взрывоопасности, связанной с реакцией разложения.

28.4.1.2 *Приборы и материалы*

28.4.1.2.1 Испытуемое вещество и упаковка должны быть типичными для веществ и упаковок, предназначенных для коммерческого использования. Конфигурация упаковки имеет существенное значение для этого испытания.

28.4.1.2.2 Прибор состоит из испытательной камеры, в которой температура воздуха, окружающего испытываемую упаковку, может поддерживаться на постоянном уровне в течение не менее десяти дней.

28.4.1.2.3 Испытательная камера должна быть изготовлена таким образом, чтобы:

- a) она была хорошо изолирована;
- b) температура циркулирующего воздуха термостатически контролировалась, обеспечивая равномерную температуру воздуха в пределах $\pm 2^{\circ}\text{C}$ от нужной температуры; и
- c) минимальное расстояние между упаковкой и стенкой камеры составляло 100 мм.

Может испытываться любой тип печи, если она удовлетворяет требованиям в отношении регулирования температуры и не вызовет воспламенения продуктов разложения. Примеры подходящей печи для мало- и крупногабаритных упаковок приведены, соответственно, в пунктах 28.4.1.2.4 и 28.4.1.2.5.

28.4.1.2.4 Печь для малогабаритных упаковок можно изготовить из стального барабана без днища вместимостью 220 литров. В такую печь могут свободно поместиться упаковки емкостью до 25 литров. Чертеж конструкции изображен на рис. 28.4.1.1. В такой печи могут испытываться более крупные упаковки, если промежуток между упаковкой и стенкой печи составляет 100 мм.

28.4.1.2.5 Одноразовая печь для крупногабаритных упаковок может изготавливаться из пиломатериала размерами 50 мм × 100 мм, уложенного в кубическую раму с размером ребра 1,2 м, которая покрывается изнутри и снаружи водонепроницаемой фанерой толщиной 6 мм и герметизируется со всех сторон 100-миллиметровым слоем стекловолна. Соответствующий чертеж показан на рис. 28.4.1.2. 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 размерами 50 мм × 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 терморпары. В случае веществ, ТСУР которых ниже температуры окружающего воздуха, испытание следует проводить в камере охлаждения, или для охлаждения печи следует использовать твердый диоксид углерода.

28.4.1.2.6 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 вводиться он должен таким образом, чтобы не уменьшилась прочность упаковки или вентиляционная способность.

28.4.1.2.7 Требуется оборудование для непрерывного измерения и регистрации температуры; оно должно быть защищено против пламени и опасности взрыва.

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

28.4.1.3 *Процедура*

28.4.1.3.1 Упаковка взвешивается. В испытуемую упаковку вставляется термопара, чтобы можно было контролировать температуру в центре образца. Если требуемая температура печи ниже температуры окружающего воздуха, то печь включается и ее внутренняя часть охлаждается до нужной температуры, прежде чем помещать внутрь упаковку. Если требуемая температура печи равна или превышает температуру окружающего воздуха, упаковка вставляется в печь при температуре окружающего воздуха и затем печь включается. Между упаковкой и стенками печи должен сохраняться минимальный промежуток в 100 мм.

28.4.1.3.2 Образец нагревается, и непрерывно контролируется температура образца и испытательной камеры. Регистрируется время, когда температура образца достигает уровня, который на 2°C ниже температуры испытательной камеры. Испытание затем продолжается в течение следующих семи дней или до того времени, когда температура образца повысится до уровня, который на 6°C или более превышает температуру испытательной камеры, если это произойдет раньше. Регистрируется время, за которое температура образца поднялась с уровня, который на 2°C ниже температуры испытательной камеры, до ее максимальной отметки.

28.4.1.3.3 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.

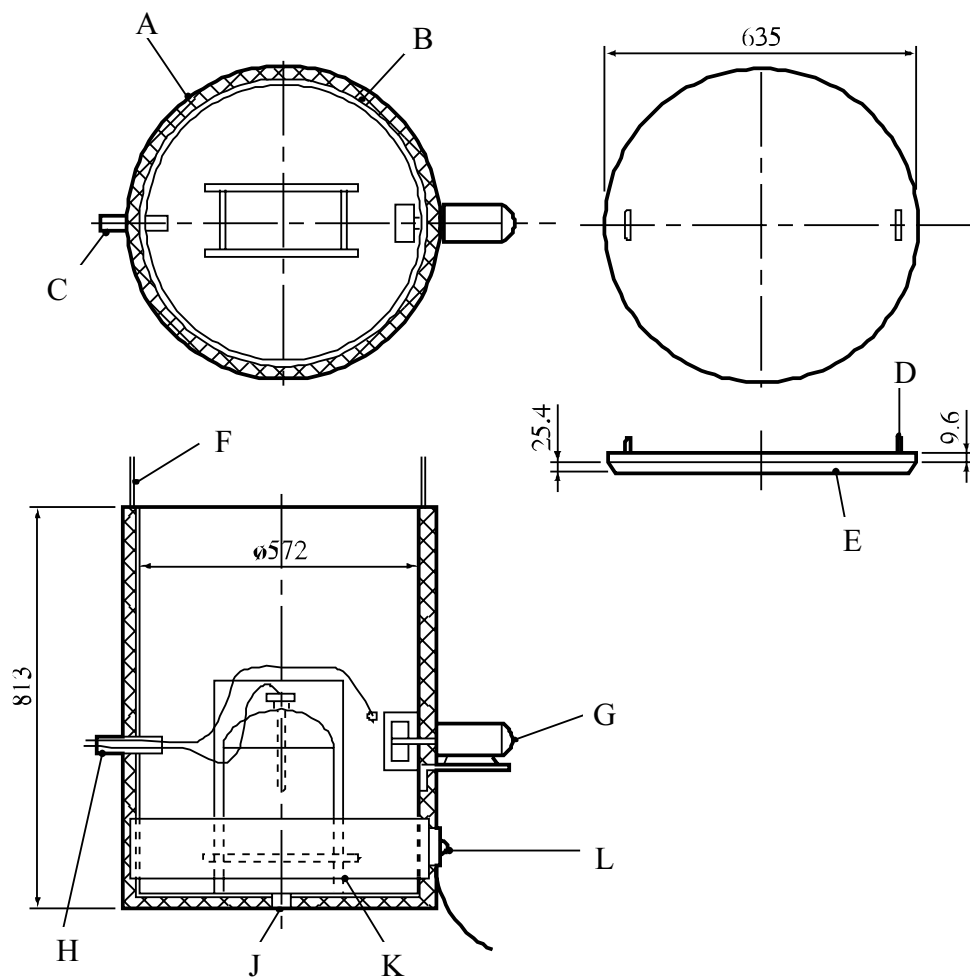
28.4.1.3.4 Если температура образца не превышает температуру печи на 6°C или более, повторить испытание с использованием нового образца в печи, разогретой до температуры, превышающей прежнюю на 5°C. Температура самоускоряющегося разложения (ТСУР) определяется как наименьшая температура печи, при которой температура образца превышает температуру печи на 6°C или более. Если вещество испытывается с целью установить, требуется ли регулирование температуры, то следует произвести достаточное число испытаний с целью определить ТСУР с точностью до 5°C и установить, превышает ли ТСУР 60°C или равняется этому значению. Если вещество испытывается с целью определить, отвечает ли оно критерию ТСУР, установленному для самореактивного вещества, то следует провести достаточное число испытаний с целью определить, равняется ли ТСУР в 50-килограммовой упаковке 75°C или составляет меньшую величину.

28.4.1.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

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

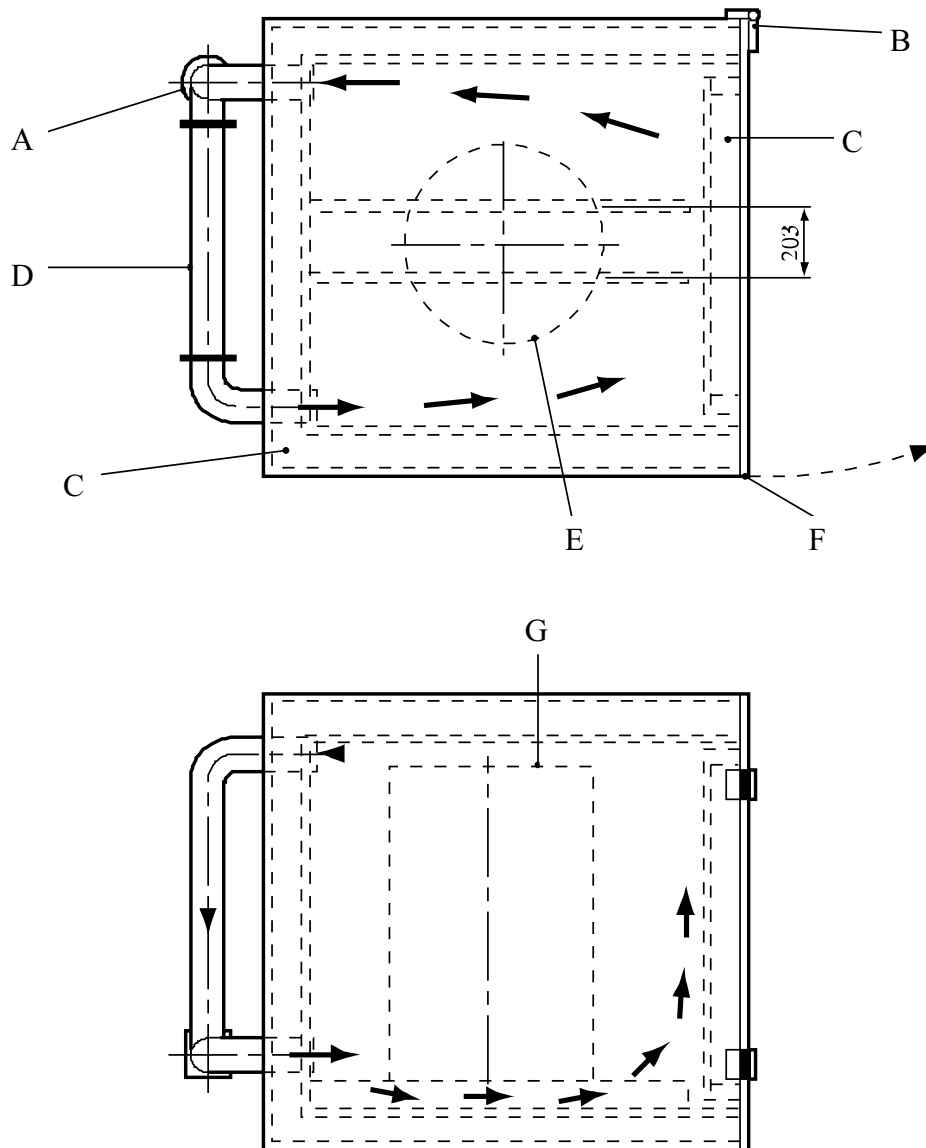
28.4.1.5 *Примеры результатов*

Вещество	Масса образца (кг)	Тара	ТСУР (°C)
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) пероксидкарбонат	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	6HG1, 25 л	50



(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
(J)	Дренаж	(K)	Угловая стойка, 25 мм
(L)	Нагреватель барабана, 2 кВт		

Рис. 28.4.1.1: ПЕЧЬ ДЛЯ МАЛОГАБАРИТНОЙ УПАКОВКИ



- | | | | |
|-----|-----------------------------------|-----|-------------|
| (A) | Вентилятор | (B) | Шарниры |
| (C) | Изоляция | (D) | Нагреватель |
| (E) | Барaban | (F) | Запор |
| (G) | Барaban (например, 0,58 × 0,89 м) | | |

**Рис. 28.4.1.2: ПЕЧЬ ДЛЯ КРУПНОГАБАРИТНОЙ УПАКОВКИ
(вид сверху и вид сборки)**

28.4.2 *Испытание Н.2: Испытание на хранение в адиабатических условиях*

28.4.2.1 *Введение*

28.4.2.1.1 Этим методом определяют функционально зависящую от температуры скорость образования тепла реагирующим веществом. Полученные значения теплообразования используются вместе с данными о теплоотдаче, касающимися конкретной упаковки, для определения ТСУР вещества в его таре. Этот метод применим ко всем типам тары, включая КСГМГ и цистерны.

28.4.2.1.2 Измерения можно производить в температурном интервале от -20°C до 220°C . Наименьшее повышение температуры, которое может быть обнаружено, соответствует скорости теплообразования 15 мВт/кг. Верхний предел определяется с учетом способности системы охлаждения безопасно охладить вещество (вплоть до 500 Вт/кг, если в качестве охладителя используется вода). Хотя условия испытания не являются абсолютно адиабатическими, тепловые потери составляют менее 10 мВт. Максимальная погрешность составляет 30% при 15 мВт/кг и 10% при 100 мВт/кг – 10 Вт/кг.

28.4.2.1.3 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).***

28.4.2.2 *Приборы и материалы*

28.4.2.2.1 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 $0,1^{\circ}\text{C}$ 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 политетрафторэтиленовая трубка, проходящая сквозь герметичную крышку. Для внутреннего разогрева вещества до заранее установленной температуры или для калибровки используется нагревательный элемент постоянной мощности. Внутренний нагрев и охлаждение могут быть автоматически прекращены или вновь начаты при заранее установленных температурах. Помимо системы охлаждения, устанавливается вторичный предохранитель, отсоединяющий печь от источника энергии при заранее установленной температуре. Схематически ИАУ изображено на рис. 28.4.2.1.

28.4.2.2.2 Температура вещества измеряется в его 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 при помощи термопар или платиновых датчиков сопротивления. Для осуществления контроля за температурой вещества и воздуха в печи требуется оборудование для непрерывного измерения и регистрации температуры. Это оборудование должно быть защищено против пламени и взрыва. В случае веществ, ТСУР которых ниже температуры окружающего воздуха, испытание должно проводиться в камере охлаждения или для охлаждения печи должен использоваться твердый диоксид углерода.

28.4.2.3 *Процедура*

28.4.2.3.1 Калибровка

Калибровка осуществляется следующим образом:

- a) наполнить сосуд Дьюара хлоридом натрия, дибутилфталатом или соответствующим маслом и поместить его в держатель сосуда в печи ИАУ;

- b) нагреть образец с шаговым повышением температуры 20°C, используя для этого систему внутреннего нагрева с известной номинальной мощностью, например 0,333 или 1 Вт, и определить тепловые потери при 40°C, 60°C, 80°C и 100°C;
- c) использовать данные для определения теплоемкости сосуда Дьюара, применяя метод, изложенный в пункте 28.4.2.4.

28.4.2.3.2 Процедура испытания

Процедура испытания является следующей:

- a) наполнить сосуд Дьюара взвешенным образцом, включая типичное количество материала тары (если она металлическая), и поместить его в держатель сосуда в печи ИАУ;
- b) приступить к наблюдению за температурой и затем повысить температуру образца, используя внутренний нагреватель, до заранее установленного уровня, при котором может произойти обнаруживаемый саморазогрев. Удельная теплоемкость вещества может быть рассчитана с помощью данных о повышении давления, времени нагрева и нагревательной мощности;
- c) прекратить внутренний нагрев и проверить температуру. Если в течение 24 часов не наблюдается повышения температуры за счет саморазогрева, повысить температуру на 5°C. Повторять эту процедуру до тех пор, пока не будет обнаружен саморазогрев;
- d) если обнаружен саморазогрев, образец можно нагреть в адиабатических условиях до заранее установленной температуры, при которой интенсивность теплообразования меньше охлаждающей способности, после чего включить систему охлаждения;
- e) после охлаждения определить потерю массы, если она произошла, и установить изменение в составе (при желании).

28.4.2.4 Критерии испытания и метод оценки результатов

28.4.2.4.1 Вычислить интенсивность падения температуры, A (°C/ч), в сосуде Дьюара при различных температурах, использовавшихся в ходе процедуры калибровки. На основе полученных величин построить график, который позволил бы определить интенсивность падения температуры при любой температуре.

28.4.2.4.2 Вычислить теплоемкость, H (Дж/°C), сосуда Дьюара по следующей формуле:

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

- где: E_1 = мощность внутреннего нагревателя (Вт)
 A = интенсивность падения температуры при температуре расчета (°C/ч)
 B = наклон кривой внутреннего нагрева (калибровочное вещество) при температуре расчета (°C/ч)
 M_1 = масса калибровочного вещества (кг)
 C_{p1} = удельная теплоемкость калибровочного вещества (Дж/кг°C).

28.4.2.4.3 Определить теплоотдачу, K (Вт), по формуле:

$$K = \frac{A \times (H + M_1 \times C_{p1})}{3600}$$

при каждой требуемой температуре и построить график на основе полученных значений.

28.4.2.4.4 Вычислить удельную теплоемкость, C_{p2} (Дж/кг °С), вещества по формуле:

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

где: E_2 = мощность внутреннего нагревателя (Вт)
 C = наклон кривой внутреннего нагрева (образца) при температуре расчета (°С/ч)
 M_2 = масса образца (кг).

28.4.2.4.5 Вычислить тепловыделение, Q_T (Вт/кг), вещества с интервалами, равными 5°С, используя для каждой температуры следующую формулу:

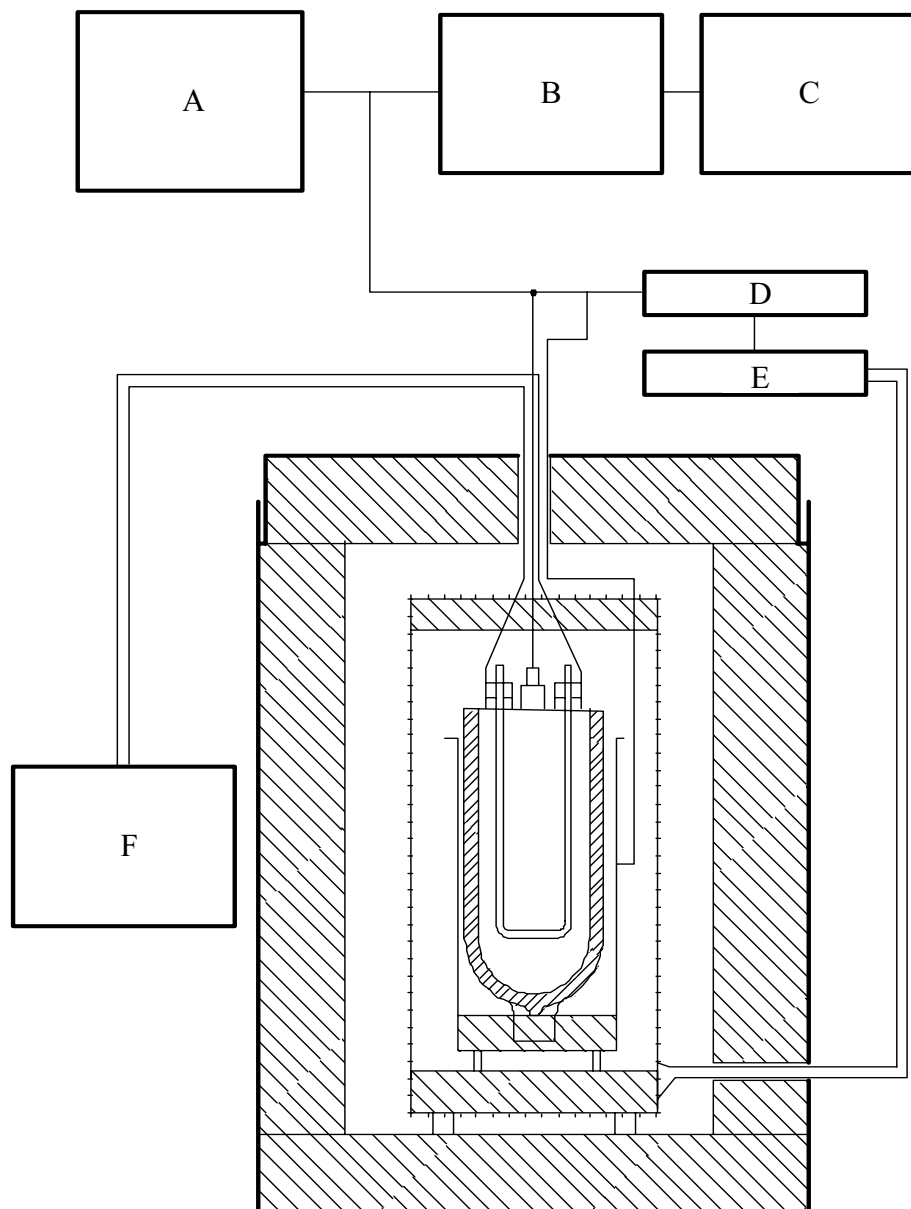
$$Q_T = \frac{(M_2 \times C_{p2} + H) \times \left(\frac{D}{3600} - K \right)}{M_2},$$

где: D = наклон кривой во время саморазогрева при температуре расчета (°С/ч).

28.4.2.4.6 Нанести рассчитанные значения интенсивности теплообразования на единицу массы как функцию температуры на график с линейными шкалами и провести через нанесенные точки кривую. Определить тепловые потери на единицу массы, L (Вт/кг°С), конкретной упаковки, КСГМГ или цистерны (см. 28.3.3). Провести 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 упакованное вещество 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 рис. 28.4.2.2.

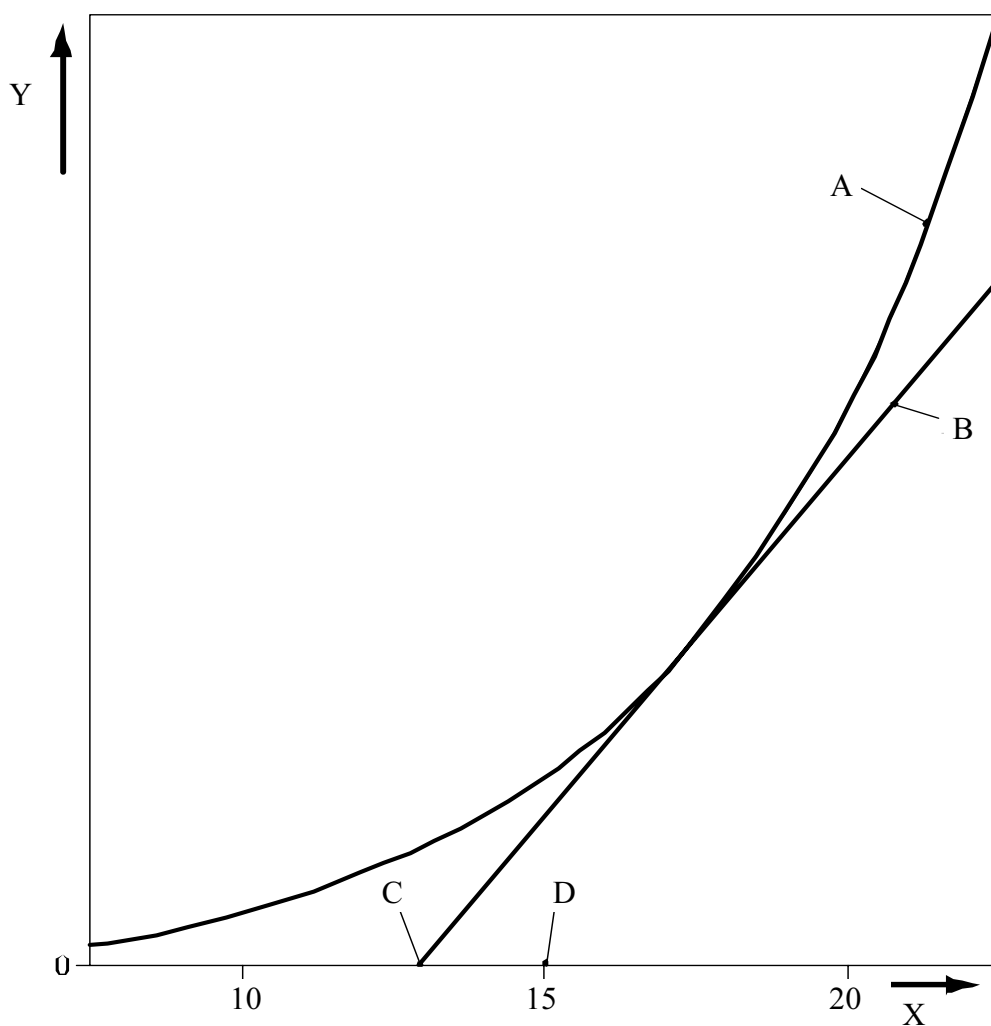
28.4.2.5 *Примеры результатов*

Вещество	Масса(кг)	Тара	Теплоотдача на единицу массы (мВт/кг.К)	ТСУР (°С)
Азодикарбонамид	30	1G	100	>75
Трет-Бутилпероксибензоат	25	6HG2	70	55
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	25	6HG2	70	40
трет-Бутилпероксипивалат	25	6HG2	70	25



-
- (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
-

Рис. 28.4.2.1: ИСПЫТАНИЕ НА ХРАНЕНИЕ В АДИАБАТИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ



-
- (A) Кривая тепловыделения
 - (B) Линия с градиентом, равным скорости теплоотдачи, проведенная по касательной к кривой тепловыделения
 - (C) Критическая температура окружающей среды (пересечение линии теплоотдачи с абсциссой)
 - (D) Температура самоускоряющегося разложения (ТСУР) – критическая температура окружающей среды, округленная до более высокого ближайшего значения, кратного 5°C
 - (X) Температура
 - (Y) Тепловой поток (выделение или отдача) на единицу массы
-

Рис. 28.4.2.2: ПРИМЕР ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТСУР

28.4.3 *Испытание Н.3: Испытание на хранение в изотермических условиях (ИИУ)*

28.4.3.1 *Введение*

28.4.3.1.1 Этим методом определяют интенсивность образования тепла реагирующими или разлагающимися веществами в функциональной зависимости от времени при постоянной температуре. Полученные значения теплообразования используются вместе с данными о теплоотдаче, касающимися конкретной упаковки, для определения ТСУР вещества в его таре. Этот метод применим ко всем типам тары, включая КСГМГ и цистерны. Некоторые вещества могут обнаруживать признаки повышения интенсивности теплообразования с ростом интенсивности разложения (например, за счет автокатализа или индуцированного разложения). Это свойство также учитывается этим методом испытания.

28.4.3.1.2 Измерения могут осуществляться в интервале температур от -20°C до 200°C . Тепловыделение можно измерять в диапазоне от 5 мВт/кг до 5 Вт/кг. Теплосоппротивление между держателем образца и алюминиевым блоком, проходящее через измерители теплового потока, составляет около 0,1 Вт/ $^{\circ}\text{C}$. Прибор способен измерять интенсивность теплообразования в интервале от 15 мВт/кг до 1500 мВт/кг с максимальной погрешностью, равной 30% при 15 мВт/кг и 5% в диапазоне от 100 до 1500 мВт/кг.

28.4.3.1.3 Прочная конструкция прибора, относительно небольшой размер образца и точно определенные рабочие условия позволяют проводить испытание в обычной лаборатории. Эффекты теплового взрыва, например разрушение держателя образца и повышение давления, должны ограничиваться пределами прибора.

28.4.3.2 *Приборы и материалы*

28.4.3.2.1 Прибор состоит из теплообменника (алюминиевый блок) с воздушной изоляцией, температура которого поддерживается на постоянном уровне при помощи регулируемого нагревания. Для поддержания температур на уровне ниже 40°C используется криостат. Терморегулятор способен поддерживать температуру с точностью до $0,2^{\circ}\text{C}$ по отношению к установленной температуре. Температура теплообменника измеряется с помощью платинового датчика сопротивления. В двух отверстиях, высверленных в блоке, содержатся измерители теплового потока (например, элементы Пельтье). Схематически ИИУ изображено на рис. 28.4.3.1. В случае веществ, ТСУР которых ниже температуры окружающего воздуха, испытания должны проводиться в камере охлаждения или для охлаждения печи должен использоваться твердый диоксид углерода.

28.4.3.2.2 На оба измерителя теплового потока устанавливаются держатели: один держатель с образцом и другой – с инертным веществом. Оба держателя идентичны и имеют объем, равный 70 см^3 . Количество вещества в каждом держателе составляет около 20 г. Держатели изготовлены из стекла или нержавеющей стали. Сталь должна быть совместима с испытуемым веществом. Если используется стеклянный держатель, он должен иметь длинную капиллярную трубку, предотвращающую повышение давления в держателе и испарение образца.

28.4.3.2.3 Разность напряжений, возникающая вследствие разности тепловых потоков от держателя образца к теплообменнику и от держателя инертного вещества к теплообменнику, непрерывно регистрируется в функциональной зависимости от времени (измерение перепада) регистрирующим устройством или компьютером.

28.4.3.3 *Процедура*

28.4.3.3.1 Калибровка

Перед проведением измерений необходимо определить с помощью нижеследующей калибровочной процедуры холостой сигнал и чувствительность измерителя теплового потока:

- a) настроить прибор ИИУ на выбранную температуру испытания;
- b) вставить нагревательную спираль в держатель образца. Заполнить держатель образца и держатель эталонного вещества инертным материалом (например, хлоридом натрия или измельченным стеклом) так, чтобы нагревательная спираль была полностью покрыта материалом. Поместить оба держателя в ИИУ;
- c) определить холостой сигнал (выходной сигнал регистрирующего устройства, когда через нагревательную спираль не пропускается электрический ток);
- d) определить чувствительность измерителя теплового потока, используя два или три различных электрических источника нагрева в пределах предполагаемого диапазона теплоотдачи испытываемого образца;

28.4.3.3.2 Процедура испытания

Процедура испытания является следующей:

- a) настроить прибор ИИУ на желаемую температуру испытания;
- b) заполнить держатель для образца взвешенным количеством образца и типичным количеством материала тары (если она металлическая) и вставить держатель в прибор. Количество образца должно быть достаточным для обеспечения интенсивности теплообразования в интервале от 5 мВт до 1500 мВт на кг вещества;
- c) приступить к проверке интенсивности теплообразования. Результаты, полученные в течение первых 12 часов испытания, не должны использоваться, так как этот период требуется для уравнивания температуры. Продолжительность каждого испытания зависит от температуры испытания и интенсивности теплообразования. Испытание может длиться, по меньшей мере, 24 часа после истечения 12-часового периода уравнивания температуры, но затем может быть прекращено, если интенсивность теплообразования будет падать по сравнению с максимальной отметкой или если она превысит 1,5 Вт/кг;
- d) в конце испытания необходимо установить изменения в массе образца;
- e) испытание повторно проводится на новых образцах с температурными интервалами, равными 5°C, так чтобы получить семь результатов с максимальной интенсивностью теплообразования в пределах от 15 до 1500 мВт/кг.

28.4.3.4 Критерии испытания и метод оценки результатов

28.4.3.4.1 Определить чувствительность, S (мВт/мВ), прибора при разных значениях электрической мощности, использованных в ходе процедуры калибровки, с помощью следующей формулы:

$$S = \frac{P}{U_d - U_b},$$

где: P = электрическая мощность (мВт)
 U_d = калибровочный сигнал (мВ)
 U_b = холостой сигнал (мВ).

28.4.3.4.2 Использовать эти значения и данные испытания для расчета максимальной интенсивности теплообразования, Q (мВт/кг), при различных испытательных температурах, с помощью следующей формулы:

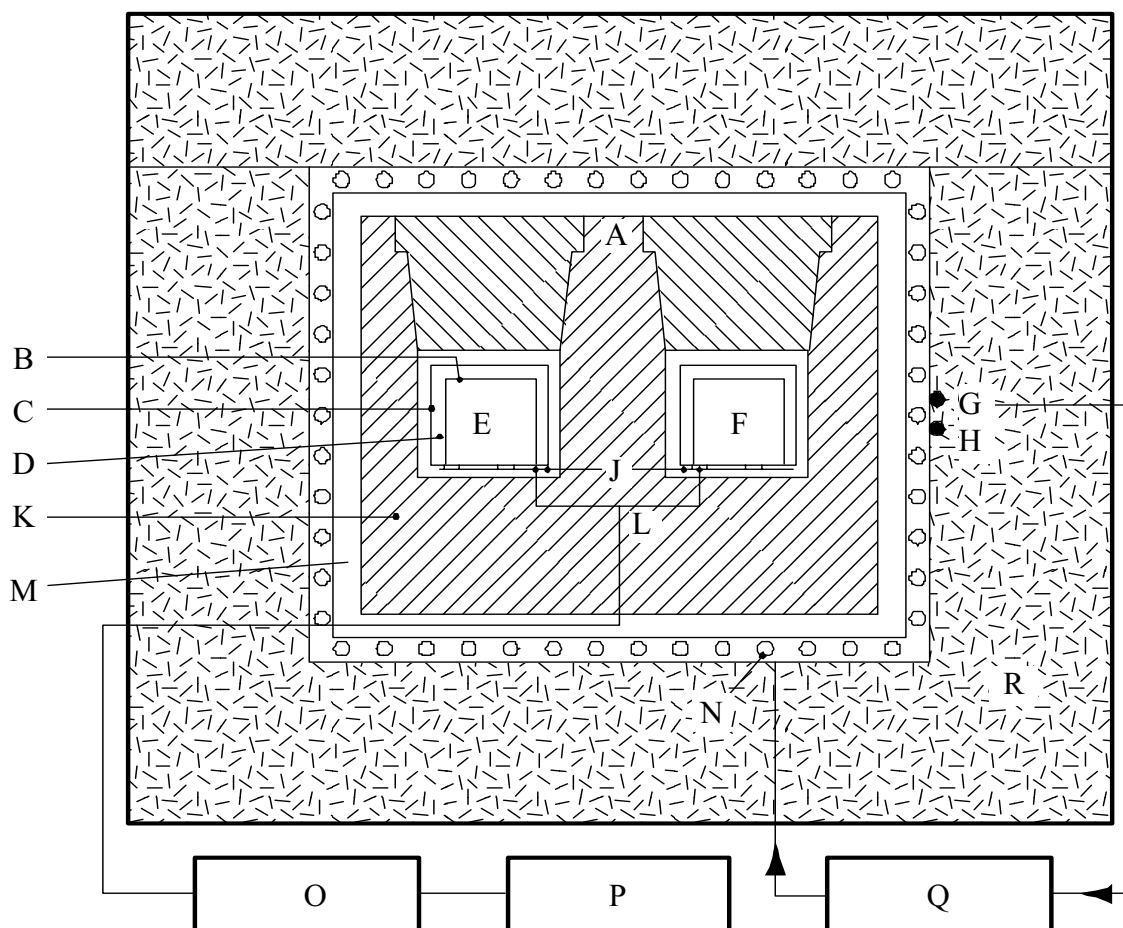
$$Q = \frac{(U_s - U_b) \times S}{M},$$

где: U_s = сигнал образца (мВ)
 M = масса (кг).

28.4.3.4.3 Нанести рассчитанное максимальное значение интенсивности теплообразования на единицу массы как функцию температуры на график с линейными шкалами и провести через нанесенные точки кривую. Определить тепловые потери на единицу массы, L (Вт/кг $^{\circ}$ С) конкретной упаковки, КСГМГ или цистерны (см. 28.3.3). Провести 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 упакованное вещество не обнаруживает признаков самоускоряющегося разложения. ТСУР представляет собой критическую температуру окружающей среды ($^{\circ}$ С), округленную до ближайшего более высокого значения, кратного 5° С. Пример показан на рис. 28.4.3.2.

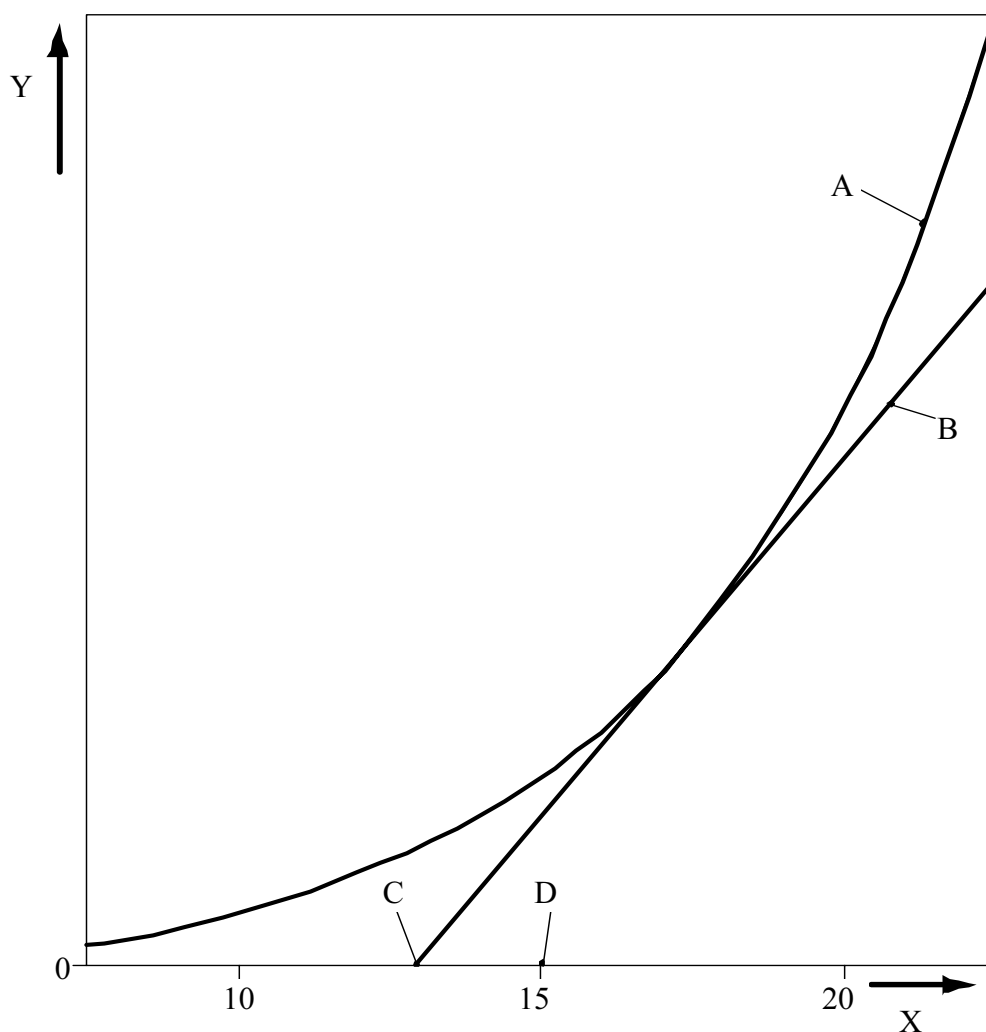
28.4.3.5 Примеры результатов

Вещество	Масса (кг)	Тара	Тепловые потери на единицу массы (мВт/кг $^{\circ}$ К)	ТСУР ($^{\circ}$ С)
Азодикарбонамид	30	1G	100	>75
трет-Бутилпероксибензоат	25	6HG2	70	55
трет-Бутилперокси-2-этилгексаноат	25	6HG2	70	40
трет-Бутилпероксипивалат	25	6HG2	70	25
2,5-Диэтокси-4-морфолинобензол diaзони- цинкхлорид (90%)	25	1G	150	45
2,5-Диэтокси-4-морфолинобензол diaзони- тетрафторборат (97%)	25	1G	15	55
2,5-Диэтокси-4-(фенилсульфонил)- бензол diaзоницинкхлорид (67%)	25	1G	15	50
2-(N-этоксикарбонил-N-фениламино)-3- метокси-4-(N-метил-N-циклогексиламино)- бензол diaзоницинкхлорид (62%)	25	1G	15	45
3-Метил-4-(пирролидинил-1)бензол diaзони- тетрафторборат (95%)	25	1G	15	55



(A)	Платиновый термометр сопротивления	(B)	Сосуд для образца
(C)	Цилиндрический держатель	(D)	Воздушное пространство
(E)	Образец	(F)	Инертный материал
(G)	Платиновый датчик сопротивления для регулирования температуры	(H)	Платиновый датчик сопротивления для контроля безопасности
(J)	Элементы Пельтье	(K)	Алюминиевый блок
(L)	Электрическая цепь	(M)	Воздушное пространство
(N)	(O)	Усилитель	
(P)	Записывающее устройство	(Q)	Терморегулятор
(R)	Стекловата		

Рис. 28.4.3.1: ИСПЫТАНИЕ НА ХРАНЕНИЕ В ИЗОТЕРМИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ



-
- (A) Кривая тепловыделения
 - (B) Линия с градиентом, равным скорости теплоотдачи, проведенная по касательной к кривой тепловыделения
 - (C) Критическая температура окружающей среды (пересечение линии теплоотдачи с абсциссой)
 - (D) Температура самоускоряющегося разложения (ТСУР) – критическая температура окружающей среды, округленная до более высокого ближайшего значения, кратного 5°C
 - (X) Температура
 - (Y) Тепловой поток (выделение или отдача) на единицу массы
-

Рис. 28.4.3.2: ПРИМЕР ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТСУР

28.4.4 *Испытание Н.4: Испытание на хранение в условиях аккумуляирования тепла*

28.4.4.1 *Введение*

28.4.4.1.1 Этим методом определяют минимальную постоянную температуру окружающей среды, при которой термически неустойчивые вещества подвергаются экзотермическому разложению в условиях, типичных для вещества, упакованного как для перевозки. Метод основан на теории Семенова о тепловом взрыве, т.е. считается, что основное сопротивление тепловому потоку оказывают стенки сосуда. Этот метод может использоваться для определения ТСУР вещества в его таре, включая КСМГ и малые цистерны (емкостью до 2 м³).

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

28.4.4.2 *Приборы и материалы*

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

28.4.4.2.2 ***Испытание должно проводиться 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.

28.4.4.2.3 Для испытаний, проводимых при температуре до 75°C, используется металлическая камера 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 $\pm 1^\circ\text{C}$ вплоть до 10 дней.

28.4.4.2.4 В качестве альтернативного метода, особенно для испытаний, проводимых при температурах выше 75°C, может использоваться 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 $\pm 1^\circ\text{C}$ 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.

28.4.4.2.5 Для испытаний, проводимых при температурах ниже температур окружающего воздуха, может использоваться 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 $\pm 1^\circ\text{C}$.

28.4.4.2.6 Характеристики теплоотдачи сосудов Дьюара и их системы закрытия должны быть типичны для тары максимального размера, предъявляемой к перевозке. Крышка сосуда Дьюара должна быть изготовлена из инертного материала. Могут использоваться, особенно для твердых веществ, пробковые или резиновые затычки. Система закрытия, используемая для жидких веществ низкой или средней летучести, изображена на рис. 28.4.4.1. Образцы, являющиеся очень летучими при температуре испытания, должны испытываться в металлическом сосуде высокого давления, оснащенном предохранительным клапаном. Сосуд высокого давления помещают в сосуд Дьюара, и расчетным методом учитывается эффект теплоемкости металлического сосуда.

28.4.4.2.7 До проведения испытания должны быть установлены характеристики теплоотдачи используемой системы, т. е. сосуда Дьюара с крышкой (см. 28.3.6). Поскольку система закрытия оказывает значительное воздействие на характеристики теплоотдачи, их можно в некоторой степени скорректировать путем изменения системы закрытия. Чтобы достичь требуемого уровня чувствительности, не следует использовать сосуды Дьюара, рассчитанные на образцы объемом менее 0,5 л.

28.4.4.2.8 Обычно для имитации 50-килограммовой упаковки подходят сосуды Дьюара, заполненные 400 мл вещества, с теплоотдачей от 80 до 100 мВт/кг.К. Для более крупных упаковок, КСГМГ или малых цистерн следует использовать более крупные сосуды Дьюара с меньшими тепловыми потерями на единицу массы. Например, для КСГМГ или малых цистерн могут подойти сферические сосуды Дьюара емкостью 1 л, у которых характеристики теплоотдачи находятся в интервале 16–34 мВт/кг.К.

28.4.4.3 *Процедура*

28.4.4.3.1 Настроить испытательную камеру на выбранную температуру хранения. Заполнить сосуд Дьюара на 80% его емкости испытуемым веществом и записать массу образца. Твердые вещества слегка уплотнить. Вставить в центр образца датчик температуры. Закрыть крышку сосуда Дьюара и поместить сосуд в испытательную камеру. Подсоединить систему регистрации температуры и закрыть испытательную камеру.

28.4.4.3.2 Образец нагревается, и непрерывно контролируется температура образца и испытательной камеры. Записывается время, когда температура образца достигает уровня, который на 2°C ниже температуры испытательной камеры. Затем испытание продолжается в течение последующих семи дней или до момента, когда температура образца превысит на 6°C или более температуру испытательной камеры, если это произойдет раньше. Записать время, за которое температура образца повысилась с уровня, который был на 2°C ниже температуры испытательной камеры, до ее максимальной отметки.

28.4.4.3.3 Если образец сохранился, охладить его, затем вынуть из испытательной камеры и как можно скорее удалить, соблюдая меры предосторожности. Могут быть определены уменьшение массы в процентном отношении и изменение в составе.

28.4.4.3.4 Повторить испытание с использованием свежих образцов, меняя температуру хранения интервалами в 5°C. Если вещество испытывается с целью определить, необходимо ли регулирование температуры, провести достаточное число испытаний с целью установить значение ТСУР с точностью до 5°C или определить, превышает ли ТСУР 60°C или равно этому значению. Если вещество испытывается для того, чтобы определить, отвечает ли оно критерию ТСУР, установленному для самореактивного вещества, провести достаточное число испытаний с целью определить, составляет ли ТСУР для 50-килограммовой упаковки 75°C или меньшую величину.

28.4.4.4 *Критерии испытания и метод оценки результатов*

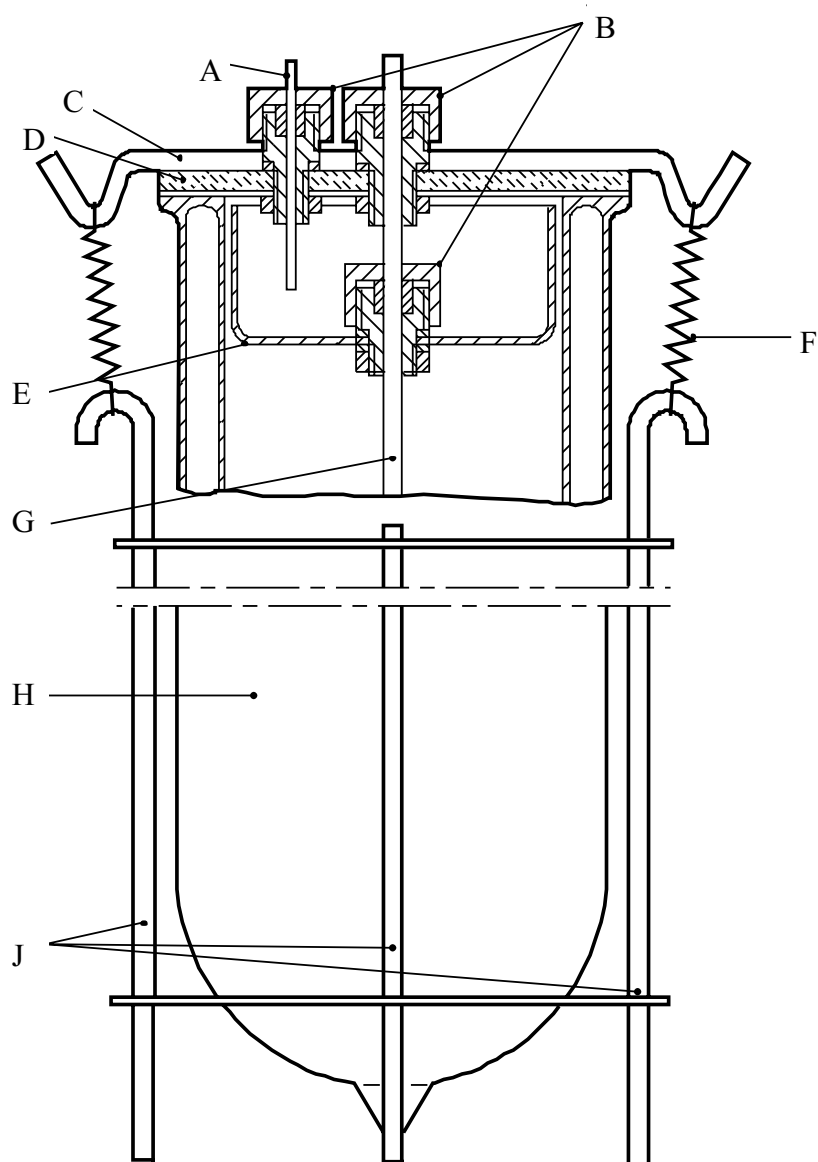
28.4.4.4.1 ТСУР регистрируется как наименьшая температура, при которой температура образца достигает уровня, превышающего на 6°C или более температуру испытательной камеры. Если температура образца не превышает температуру испытательной камеры на 6°C или более ни при одном испытании, ТСУР регистрируется как температура, превышающая наивысшую из использованных температур хранения.

28.4.4.5 *Примеры результатов*

Вещество	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 ^a
трет-Бутилпероксинеодеcanoат, 40%	0,42	65	25
трет-Бутилперокси-3,5,5-триметилгексаноат	0,38	79	60
Дибензоилпероксид, 50%	0,25	91	60
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 ^b

^a В сосуде высокого давления, содержащемся в 2-литровом сосуде Дьюара.

^b В сферическом 1-литровом сосуде Дьюара.



(A)	Капиллярная трубка из ПТФЭ	(B)	Специальные заворачивающиеся 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		

Рис. 28.4.4.1: СОСУД ДЬЮАРА С КРЫШКОЙ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ ЖИДКОСТЕЙ И СМОЧЕННЫХ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ