

2.3 fejezet

Vizsgálati eljárások

2.3.0 Általános előírások

Hacsak a 2.2 fejezetben vagy ebben a fejezetben nincs másként előírva, a veszélyes áruk besorolásához azokat a vizsgálati módszereket kell használni, amelyek a „Vizsgálatok és kritériumok kézikönyv”-ben találhatók.

2.3.1 Kiizzadási vizsgálat az A típusú robbantóanyagokhoz

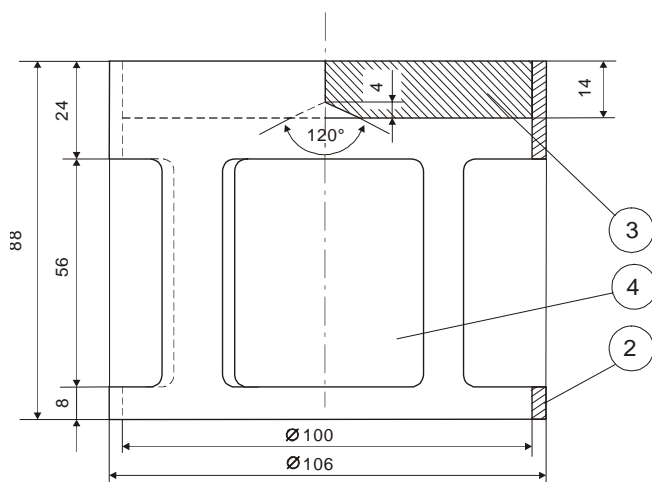
2.3.1.1 Az A típusú robbantóanyagokat (UN 0081), amennyiben folyékony salétromsav-észter tartalmuk a 40%-ot meghaladja, kiegészítésképpen a „Vizsgálatok és kritériumok kézikönyv”-ben meghatározott vizsgálatokon kívül a következő kiizzadási vizsgálatnak kell alávetni.

2.3.1.2 A robbantóanyagok kiizzadási vizsgálatának elvégzésére használt készülék (1 – 3. ábra) egy 40 mm magas, 15,7 mm belső átmérőjű üreges, talpas bronzhenger, amelynek talpa ugyanazon anyagból készült. A henger palástján 20 db 0,5 mm átmérőjű furat van (négy sorban öt-öt furat). Az 52 mm teljes hosszúságú, 48 mm hosszú, hengeres részű bronzdugattyú a függőleges helyzetű bronzhengerbe helyezhető; ez a 15,6 mm átmérőjű dugattyú 2220 g tömegű nehezékkel van terhelve úgy, hogy a henger fenekére 120 kPa (1,2 bar) nyomás hat.

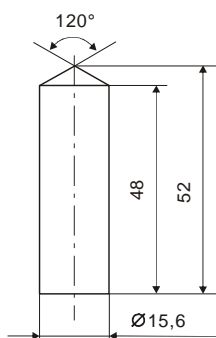
2.3.1.3 5...8 g robbantóanyagból 30 mm hosszú és 15 mm átmérőjű hengert kell készíteni, amelyet igen finom gézbe kell becsavarni és a hengerbe kell helyezni; ezután rá kell helyezni a dugattyút a teherrel oly módon, hogy a robbantóanyagra 120 kPa (1,2 bar) nyomás hasson. Mélni kell a hengeren levő furatokban az első olajos cseppecskék (nitroglicerín) megjelenéséig eltelt időt.

2.3.1.4 A robbantóanyag megfelelő, ha az első cseppek megjelenéséig több mint öt perc telik el, ha a vizsgálatot 15...25 °C hőmérsékleten végezték.

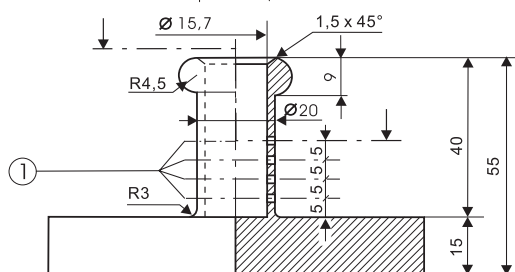
Robbantóanyagok kiizzadási vizsgálata



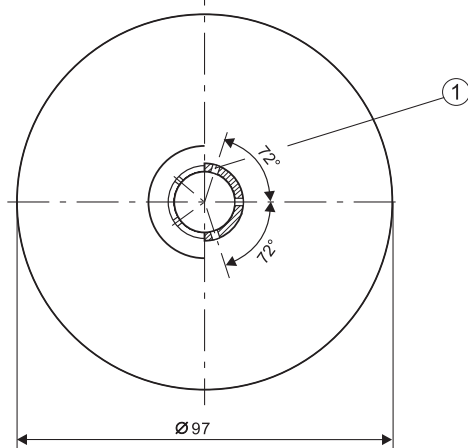
1. ábra: Harang alakú nehezék,
tömege 2220 g, alkalmas a bronz
dugattyúra
történő ráhelyezésre



2. ábra: Hengeres bronzdugattyú,
méreték mm-ben



3. ábra: Talpas bronzhenger, egyik végén
zárt:
felülnézet és oldalnézet metszettel,
méreték mm-ben



Jelölések az 1 – 3. ábrához:

- 1) négy sorban öt-öt furat, átmérő 0,5 mm
- 2) réz
- 3) ólomlemez, belül centrikus kúppal
- 4) négy, kb. 46 mm x 56 mm méretű nyílás a keretek mentén egyforma távolságokra.

2.3.2 A 4.1 osztály nitrocellulóz keverékeire vonatkozó feltételek

2.3.2.1 A nitrocellulóz 132 °C-on történő félórás melegítése során nem szabad hogy szemmel látható sárgásbarna nitrózus gázokat fejlesszen. A gyulladási hőmérsékletnek meg kell haladnia a 180 °C-ot. Lásd a következő 2.3.2.3 – 2.3.2.8, 2.3.2.9 a) és 2.3.2.10 bekezdést.

2.3.2.2 3 g plasztifikált nitrocellulóz 132 °C-on való egyórás melegítése során nem szabad hogy szemmel látható sárgásbarna nitrózus gőzöket fejlesszen. A gyulladási hőmérsékletnek meg kell haladni a 170 °C-ot. Lásd a következő 2.3.2.3 – 2.3.2.8, 2.3.2.9 b) és 2.3.2.10 bekezdést.

2.3.2.3 Ha az egyes anyagok vasúti fuvarozásának megengedett voltára nézve véleménykülönbség merül fel, a következőkben részletezett vizsgálatokat kell elvégezni.

2.3.2.4 Amennyiben a kémiai állandóság vizsgálatára ebben a fejezetben nem szereplő, más vizsgálati módszert vagy eljárást alkalmaznak, ezeknek a módszereknek ugyanazt az eredményt kell adniuk, mintha a vizsgálatokat a következő módszerekkel végezték volna.

2.3.2.5 A hőállóság következőkben leírt meghatározása során a vizsgálandó anyagot tartalmazó szárítószekrény hőmérséklete az előírttól 2 °C-nál nagyobb mértékben nem térhet el; a vizsgálati időtartamot a 30 vagy 60 perces vizsgálatoknál legfeljebb kétperces eltéréssel be kell tartani. A szárítószekrényt úgy kell kialakítani, hogy a vizsgálatához előírt hőmérsékletet a minta behelyezése után legkésőbb öt perc múlva elérje.

2.3.2.6 A 2.3.2.9 és 2.3.2.10 bekezdés szerinti vizsgálatok előtt a mintákat legalább 15 órán át kell szárítani szobahőmérsékleten, kiizzított és granulált kalcium-kloriddal töltött vákuum-exszikkátorban. Ennek során a mintát vékony rétegben kell elteríteni, ezért a nem porszerű vagy nem szálas mintát apró darabokra kell vágdalni, le kell reszelni vagy össze kell törni. Az exszikkátorban a nyomásnak 6,5 kPa-nál (0,065 bar-nál) kisebbnek kell lennie.

2.3.2.7 Az előző 2.3.2.6 bekezdésben leírt feltételek melletti szárítás előtt a 2.3.2.2 bekezdés szerinti anyagokat jól szellőztetett szárítószekrényben előszárításnak kell alávetni 70 °C állandó hőmérsékleten mindaddig, amíg a 15 percen belül mért tömegcsökkenés nem haladja meg az eredeti tömeg 0,3%-át.

2.3.2.8 A 2.3.2.1 bekezdés szerinti gyengén nitrált nitrocellulózt előzetesen az előző 2.3.2.7 bekezdés szerinti feltételek mellett előszárításnak kell alávetni, ezután azt legalább 15 órán át exszikkátorban koncentrált kénsav fölött kell tartani.

2.3.2.9 Kémiai állandóság vizsgálata hőhatásra

a) Az előző 2.3.2.1 bekezdésben felsorolt anyagok vizsgálata:

1) Két kémcső mindegyikébe, amelyeknek

hosszúsága 350 mm,

belső átmérője 16 mm,

falvastagsága 1,5 mm,

kalcium-klorid fölött szárított 1 g anyagot kell tenni (szükség esetén az anyagot szárítás céljából 0,05 g-nyi darabkákra kell aprítani).

A két kémcsövet teljesen, de nem szorosan be kell fedni, ezután úgy kell az elektromos kemencébe helyezni, hogy azok legalább hosszúságuk 4/5 részében láthatók legyenek, és 30 percen át 132 °C állandó hőmérsékletnek legyenek kitéve. Meg kell figyelni, hogy ezen idő alatt képződnek-e sárgásbarna nitrózus gázok, amelyek különösen jól láthatók fehér háttér előtt.

2) Az anyagot kémiailag állandónak kell tekinteni, ha ilyen gázok nem jelennek meg.

b) A plasztifikált nitrocellulóz vizsgálata (lásd a 2.3.2.2 bekezdést):

- 1) 3 g plasztifikált nitrocellulózt az a) pontban leírtakhoz hasonló kémcsövekbe teszünk, amelyeket azután 132 °C állandó hőmérsékletű szárítószekrénybe helyezünk.
- 2) A plasztifikált nitrocellulózt tartalmazó kémcsöveket egy órán át kell a szárítószekrényben tartani. Ezen idő alatt nem szabad, hogy sárgásbarna nitrozus gőzök váljanak láthatóvá. A megfigyelés és értékelés az a) pontban leírtakhoz hasonló.

2.3.2.10 A gyulladási hőmérséklet vizsgálata (lásd a 2.3.2.1 és a 2.3.2.2 bekezdést)

- a) A gyulladási hőmérséklet meghatározásához 0,2 g anyagot tartalmazó kémcsövet Wood-fém fürdőbe merítve kell hevíteni. A kémcsövet azután kell a fürdőbe meríteni, miután a fürdő elérte a 100 °C hőmérsékletet, a hőmérsékletet ezután percenként 5 °C-kal kell növelni.
- b) A kémcsöveknek a következő méretűeknek kell lenniük:

hosszúság	125 mm,
belső átmérő	15 mm,
falvastagság	0,5 mm.

 A kémcsöveket 20 mm mélyen kell a fürdőbe meríteni.
- c) A háromszor megismételt kísérlet során minden egyes alkalommal meg kell állapítani, hogy az anyag meggyulladása milyen hőmérsékleten következik be, illetve, hogy lassú vagy gyors égéssel, fellobbanással vagy robbanással.
- d) A három kísérlet során kapott legkisebb hőmérséklet az anyag gyulladási hőmérséklete.

2.3.3 A 3, a 6.1 és a 8 osztályba tartozó gyúlékony folyékony anyagok vizsgálata

2.3.3.1 A lobbanáspont meghatározása

2.3.3.1.1 A gyúlékony folyékony anyagok lobbanáspontjának meghatározásához a következő módszerek használhatók:

Nemzetközi szabványok

ISO 1516 (A lobban/nem lobban meghatározása – Zárt tégelyes egyensúlyi módszer)

ISO 1523 (A lobbanáspont meghatározása – Zárt tégelyes egyensúlyi módszer)

ISO 2719 (A lobbanáspont meghatározása – Pensky-Martens zárt tégelyes módszer)

ISO 13736 (A lobbanáspont meghatározása – Abel-féle zárt tégelyes módszer)

ISO 3679 (A lobbanáspont meghatározása – Zárt tégelyes, gyors egyensúlyi módszer)

ISO 3680 (A lobban/nem lobban meghatározása – Zárt tégelyes, gyors egyensúlyi módszer)

Nemzeti szabványok

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

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

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

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

ASTM D0093-08, Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed-Cup Tester

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

NF M 07 - 019 francia szabvány

NF M 07 - 011 / NF T 30 -050 / NF T 66 - 009 francia szabványok

NF M 07 - 036 francia szabvány

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

DIN 51755 szabvány (65 °C alatti lobbanáspontok)

State Committee of the Council of Ministers for Standardization, 113813, GSP, RUS-Moscow, M-49 Leninsky Prospect, 9:

GOST 12.1.044-84

2.3.3.1.2 A festékek, ragasztók és hasonló, oldószer tartalmú viszkózus termékek lobbanáspontjának meghatározására csak viszkózus folyadékok lobbanáspontjának meghatározására alkalmas készülékek és vizsgálati módszerek használhatók, tekintettel a következő szabványokra:

- a) az ISO 3679:1983 nemzetközi szabvány;
- b) az ISO 3680:1983 nemzetközi szabvány;
- c) az ISO 1523:1983 nemzetközi szabvány;
- d) az EN ISO 13736 és az EN ISO 2719 (B módszer) nemzetközi szabványok.

2.3.3.1.3 A 2.3.3.1.1 pontban felsorolt szabványokat csak az azokban meghatározott lobbanáspont tartományban lehet használni. A használandó szabvány kiválasztásánál figyelembe kell venni az anyag és a mintatartó közötti kémiai reakció lehetőségét. A készüléket a biztonsági előírások betartása mellett huzatmentes helyen kell felállítani. Biztonság okáért ajánlatos a szerves peroxidok és az önreaktív anyagok esetén (amelyek "energetikai" anyagoknak minősülnek), valamint a mérgező anyagok esetén olyan módszert választani, amelyhez csekély mintamennyiség – kb. 2 ml – szükséges.

2.3.3.1.4 Ha a nem-egyensúlyi módszerrel meghatározott lobbanáspont $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ vagy $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, az eredményt ugyanazon készüléket használva az egyensúlyi módszerrel meg kell erősíteni.

2.3.3.1.5 A gyúlékony folyadék besorolásakor felmerülő vita esetén a feladó által javasolt besorolást kell elfogadni, ha az illető folyadék lobbanáspontjának ellenőrző vizsgálata során az eredmény nem tér el 2 °C -nál nagyobb mértékben a 2.2.3.1 bekezdésben megadott értékhatároktól (23 °C , illetve 60 °C). Ha 2 °C -nál nagyobb az eltérés, még egy ellenőrző vizsgálatot kell végezni, és az ellenőrző vizsgálatok során kapott legkisebb értéket kell figyelembe venni.

2.3.3.2 A forráskezdet meghatározása

A gyúlékony folyékony anyagok forráskezdetének meghatározásához a következő módszerek használhatók:

Nemzetközi szabványok

ISO 3294 (Ásványolajtermékek. A forrásponttartomány meghatározása. Gázkromatográfiás módszer)

ISO 4626 (Illékony szerves folyadékok – A nyersanyagként használt szerves oldószerek forrástartományának meghatározása)

ISO 3405 (Ásványolajtermékek. A desztillációs jellemzők meghatározása atmoszférikus nyomáson)

Nemzeti szabványok

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

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

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

További elfogadott módszerek

A 440/2008/EK Bizottsági rendelet¹⁾ Mellékletének A részében leírt A.2 módszer.

2.3.3.3 Vizsgálat a peroxid-tartalom meghatározására

Valamely folyadék peroxid-tartalmát a következő vizsgálati eljárással kell megállapítani:

A titrálandó folyadékból p mennyiséget (kb. 5 g-nyit 0,01 g pontossággal mérve) bele kell önteni egy Erlenmeyer-lombikba, ehhez hozzá kell adni 20 cm³ ecetsav-anhidridet, és kb. 1 g-nyi porrá tört szilárd kálium-jodidot, ezt összerázva tíz perc eltelte után három perc alatt kb. 60 °C-ra kell hevíteni. Miután öt percen át hűlni hagyták, 25 cm³ vizet kell hozzáadni. Félórai állás után a szabaddá vált jódot indikátor hozzáadása nélkül 0,1 normál nátrium-tioszulfát oldattal kell titrálni. A teljes elszíntelenedés jelzi a reakció végét. A tioszulfát oldatból szükséges térfogatot n -nel jelölve (cm³-ben), a folyadék

peroxid-tartalma (H₂O₂-re vetítve) a $\frac{17n}{100p}$ képletből adódik.

2.3.4 Vizsgálat a folyékonyág meghatározásához

A folyékony vagy viszkózus anyagok és keverékek, valamint a pasztaszerű anyagok folyékonyágának meghatározására a következő módszert kell alkalmazni:

2.3.4.1 Vizsgálókészülék

Kereskedelmi forgalomban kapható, ISO 2137:1985 szabvány szerinti penetrométer 47,5 ± 0,05 g-os vezetőruddal; kúpos furatokkal ellátott 102,5 ± 0,05 g tömegű duralumíniumból készült szitatárcsával (lásd a 4. ábrát); és a minta befogadására alkalmas, 72...80 mm belső átmérőjű penetrációs tartállyal.

2.3.4.2 Vizsgálati eljárás

A mintát legkésőbb fél órával a mérés előtt a penetrációs tartályba öntjük. A tartályt a légmentes lezárás után a mérésig mozdulatlan állapotban kell tartani. A mintát a légmentesen lezárt penetrációs tartályban 35 °C ± 0,5 °C hőmérsékletre felmelegítjük és a penetrométer asztalára helyezzük közvetlenül a mérés előtt (legfeljebb 2 perccel előbb). Ezt követően a szitatárcsa S csúcsát a folyadék felületére helyezzük, és mérjük a behatolás mélységét az idő függvényében.

2.3.4.3 Az eredmények értékelése

Az anyag pasztaszerű, ha az S csúcsot a minta felületére helyezve a mérőórán leolvasott

¹ A Bizottság 440/2008/EK rendelete (2008. május 30.) a vegyi anyagok regisztrálásáról, értékeléséről, engedélyezéséről és korlátozásáról (REACH) szóló 1907/2006/EK európai parlamenti és a tanácsi rendelet értelmében alkalmazandó vizsgálati módszerek (lásd az EU Hivatalos Lapja, L 142. szám, 2008.05.31. p. 1-739. és L 143. szám, 2008.06.03., p 55.).

behatolás

- a) $5 \pm 0,1$ s terhelési idő elteltével $15,0 \pm 0,3$ mm-nél kisebb, vagy
- b) $5 \pm 0,1$ s terhelési idő elteltével $15,0 \pm 0,3$ mm-nél nagyobb, de újabb $55 \pm 0,5$ s idő elteltével a további penetráció $5 \pm 0,5$ mm-nél kisebb.

Megjegyzés: Olyan minta esetében, amelynek folyáspontja van, gyakran nem lehet a penetrációs tartályban állandó szintű felületet létrehozni és ennek következtében nem lehet világosan megállapítani a mérés kezdeti feltételeit az S csúccsal való érintkezésbe hozatalkor. Ezenfelül bizonyos minták esetében a szitatárcsa ráhelyezése a felület rugalmas alakváltozását válthatja ki, ezáltal az első másodpercekben mélyebb behatolás látszatát kelti. Ezekben az esetekben alkalmas lehet az eredmények értékelését az előző b) pont szerint végezni.

Tömeget 102,5±0,05 g-ra beállítani

Ø3,2 ± 0,02

Ø7,4±0,02

Ø9±0,5

12,7 ± 3

12,7

10,3

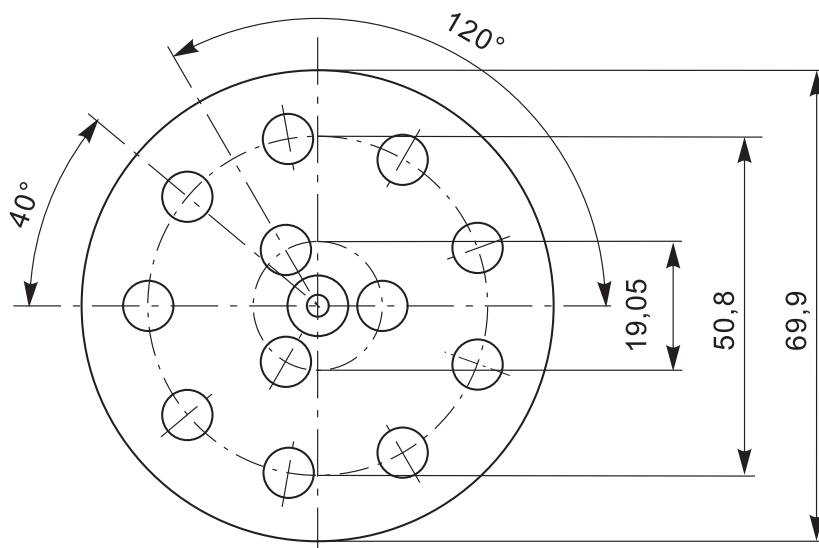
82,6

16° 52'

Ø3,2

S

Besajtolva

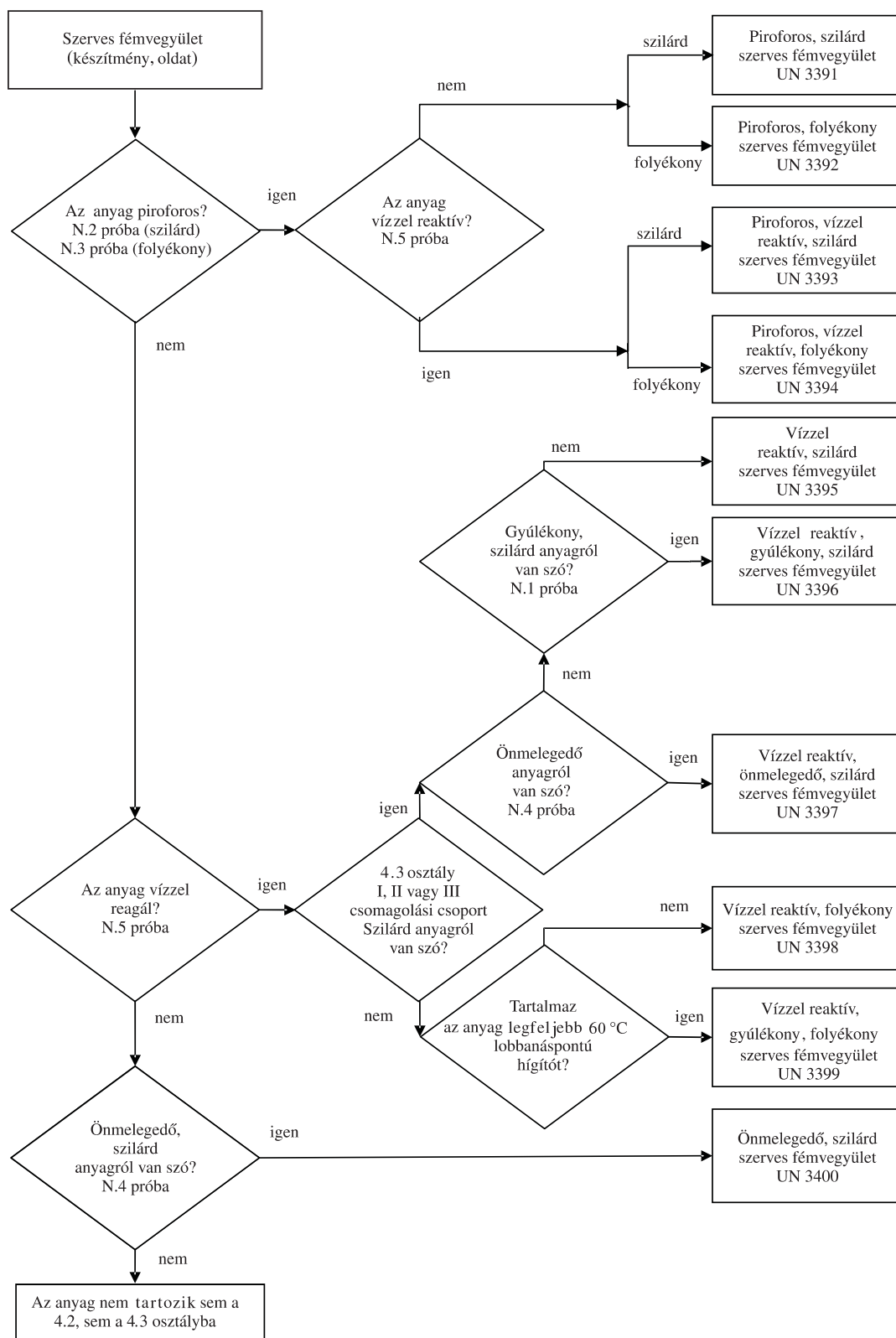


2.3.5

A szerves fémvegyületek a „Vizsgálatok és kritériumok kézikönyv”, III. rész, 33 fejezet N.1 - N.5 vizsgálattal meghatározott tulajdonságaiktól függően a 2.3.5 folyamatábra alapján a 4.2, ill. a 4.3 osztályba sorolhatók.

2. A szerves fémvegyületeket olyan koncentrációban tartalmazó gyúlékony oldatok, amelyek vízzel érintkezve sem gyúlékony gázokat nem fejlesztenek veszélyes mennyiségben, sem öngyulladásra nem hajlamosak, a 3 osztály anyagai.

2.3.5 ábra: Folyamatábra a szerves fémvegyületek besorolására a 4.2 és a 4.3 osztályba^{a, b)}



a) Ha alkalmazható és a vizsgálat – figyelembe véve az anyag reakcióját – célszerűen végrehajtható, akkor a 6.1, ill. a 8 osztály szerinti tulajdonságokat a 2.1.3.10 bekezdés veszélyességi rangsor táblázata szerint kell számításba venni.

b) Az N.1 - N.5 vizsgálati módszer leírását a „Vizsgálatok és kritériumok kézikönyv”, III. fejezet tartalmazza.