



Sicherheit in Technik und Chemie

Empfehlungen für die
BEFÖRDERUNG
GEFÄHRLICHER GÜTER

Handbuch über Prüfungen und Kriterien

VEREINTE NATIONEN
New York und Genf, 2019

Deutsche Übersetzung, 2023

Empfehlungen für die
BEFÖRDERUNG
GEFÄHRLICHER GÜTER

Handbuch über Prüfungen und Kriterien

Siebente überarbeitete Ausgabe,
ST/SG/AC.10/11/Rev.7/Amend.1

VEREINTE NATIONEN
New York und Genf, 2019

Deutsche Übersetzung, 2023
Geänderte und ergänzte Fassung

Impressum

Empfehlungen für die

BEFÖRDERUNG GEFÄHRLICHER GÜTER Handbuch über Prüfungen und Kriterien

Siebente überarbeitete Ausgabe, 1. Änderung

ST/SG/AC.10/11/Rev.7/Amend.1

Corrigendum

ST/SG/AC.10/11/Rev.7/Corr.1

ST/SG/AC.10/11/Rev.7/Corr.2

ST/SG/AC.10/11/Rev.7/Corr.3

VEREINTE NATIONEN

New York und Genf, 2019

Deutsche Übersetzung, 2023

Geänderte und ergänzte Fassung

Herausgeber:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

Unter den Eichen 87

12205 Berlin

Telefon: +49 30 8104-0

Telefax: +49 30 8104-7-2222

Internet: www.bam.de

Alle Rechte vorbehalten.

© 2023 Bundesrepublik Deutschland vertreten durch die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

ISBN 978-3-9818564-5-3

Empfehlungen für die

BEFÖRDERUNG GEFÄHRLICHER GÜTER

Handbuch über Prüfungen und Kriterien

Siebente überarbeitete Ausgabe, 1. Änderung

ST/SG/AC.10/11/Rev.7/Amend.1

Deutsche Übersetzung, 2023

Geänderte und ergänzte Fassung

**Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Berlin, 2023**

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

Abteilung 2

Projektleitung:

Dr. Heike Michael-Schulz

Unter Mitarbeit von:

Dr. Annett Knorr

Dipl.-Chem. Frank Krischok

Dipl.-Ing. Yvonne Adebahr-Lindner

Dipl.-Ing. Frank Kelle

Tevide Kamberi

Sabine Mudlaff

Vorwort

zur deutschen Übersetzung der siebenten überarbeiteten Ausgabe des Handbuches über Prüfungen und Kriterien – Amendment 1

Das Handbuch über Prüfungen und Kriterien enthält Kriterien, Prüfmethoden und Verfahren, die anzuwenden sind für die Klassifizierung gefährlicher Güter gemäß den Vorschriften der Teile 2 und 3 der Modellvorschriften (Empfehlungen der Vereinten Nationen über die Beförderung gefährlicher Güter) sowie von Chemikalien, von denen physikalische Gefahren nach dem GHS (Global harmonisiertes System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien) ausgehen.

Konsequenterweise ergänzt es auch nationale und internationale Vorschriften, die sich aus den Empfehlungen über die Beförderung gefährlicher Güter der Vereinten Nationen oder dem GHS ableiten.

Ursprünglich entwickelt vom „Economic and Social Council’s Committee of Experts on the Transport of Dangerous Goods“, welches eine erste Version im Jahre 1984 annahm, wurde es regelmäßig aktualisiert und alle zwei Jahre berichtet. Gegenwärtig erfolgt die Aktualisierung unter Federführung des „Committee of Experts on the Transport of Dangerous Goods and on the Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals“ (Sachverständigenausschuss), welches das ursprüngliche Gremium seit 2001 ersetzt.

Auf seiner zehnten Sitzung (11. Dezember 2021) nahm der Ausschuss eine Reihe von Änderungen an der siebten überarbeiteten Ausgabe des Handbuchs in der Fassung von Änderungsantrag 1 an. Die vorliegende siebte überarbeitete Ausgabe trägt diesen Änderungen Rechnung, die als Dokument ST/SG/AC.10/48/Add.2 verteilt wurden.

Da die Arbeiten zur Erleichterung der Verwendung des Handbuchs im Zusammenhang mit dem GHS abgeschlossen waren, war der Ausschuss der Ansicht, dass der Verweis auf die "Empfehlungen für die Beförderung gefährlicher Güter" im Titel des Handbuchs nicht mehr angemessen ist, und beschloss, dass das Handbuch von nun an den Titel "Handbuch der Prüfungen und Kriterien"¹ tragen sollte.

Kapitel 28, das wesentlich überarbeitet wurde, wird hier in seiner geänderten Fassung vollständig übernommen.

Die neuen, 2020 beschlossenen Änderungen umfassen:

- die Beförderung von explosiven Stoffen, einschließlich der Angleichung an das überarbeitete Kapitel 2.1 des GHS;
- die Einstufung von selbstzersetzlichen und polymerisierenden Stoffen und
- die Bewertung der thermischen Stabilität von Proben und deren Temperaturkontrolle bei der Beförderung von selbstzersetzlichen Stoffen und organischen Peroxiden.

¹ Siehe den Report des Expertenausschusses in seiner 9. Sitzung, Dokument ST/SG/AC.10/46, Paragraph 19.

ALLGEMEINE INHALTSTABELLE

| <u>Abschnitt</u> | <u>Seite</u> |
|---|--------------|
| 1. ALLGEMEINE EINLEITUNG (Einleitung, Gefahrenklassen der Modellvorschriften und des GHS, Charakteristika der vorherrschenden Gefahren, Layout, Sicherheit, Allgemeine Prüfbedingungen, Empfohlene Prüfungen und Berichterstattung) | 1 |
| TEIL I: KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF EXPLOSIVE STOFFE | 11 |
| 10. EINLEITUNG TEIL I (Zweck, Anwendungsbereich, Annahmeverfahren, Zuordnungsverfahren, Beispiele von Prüfberichten) | 47 |
| 11. PRÜFSERIE 1 (Feststellung, ob ein Stoff explosive Eigenschaften hat)..... | 71 |
| 12. PRÜFSERIE 2 (Feststellung, ob ein Stoff zu unempfindlich für die Zuordnung in Klasse explosive Stoffe ist)..... | 71 |
| 13. PRÜFSERIE 3 (Feststellung, ob ein Stoff ein instabiler explosiver Stoff ist)..... | 95 |
| 14. PRÜFSERIE 4 (Feststellung, ob ein Gegenstand, ein verpackter Gegenstand oder ein verpackter Stoff zu gefährlich für die Beförderung ist und im GHS als instabiler explosiver Stoff/Gegenstand einzustufen ist) | 167 |
| 15. PRÜFSERIE 5 (Feststellung, ob ein Stoff der Unterklasse 1.5 zugeordnet werden kann) | 175 |
| 16. PRÜFSERIE 6 (Zuordnung eines Stoffes oder Gegenstandes zur Unterklasse 1.1, 1.2, 1.3 oder 1.4 oder Ausschluss aus der Klasse der explosiven Stoffe) . | 193 |
| 17. PRÜFSERIE 7 (Feststellung, ob ein Gegenstand der Unterklasse 1.6 zugeordnet werden kann)..... | 213 |
| 18. PRÜFSERIE 8 (Feststellung, ob eine Ammoniumnitrat-Emulsion, -Suspension oder ein -Gel, Zwischenprodukt für Sprengstoffe (ANE), ausreichend unempfindlich für die Einstufung als entzündlich (oxidierend) wirkender Stoff ist, und um deren Eignung für eine Beförderung in Tanks zu bewerten) | 245 |
| TEIL II: KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF SELBSTZERSETZLICHE STOFFE UND ORGANISCHE PEROXIDE | 277 |
| 20. EINLEITUNG TEIL II (Zweck, Anwendungsbereich, Vorverfahren, Klassifizierungsverfahren, Beispiel eines Prüfberichtes) | 281 |
| 21. PRÜFSERIE A (Feststellung, ob Detonationsweiterleitung auftritt)..... | 303 |
| 22. PRÜFSERIE B (Feststellung, ob eine Detonation im Versandstück auftritt)..... | 317 |
| 23. PRÜFSERIE C (Feststellung, ob Deflagrationsweiterleitung auftritt)..... | 321 |
| 24. PRÜFSERIE D (Feststellung, ob im Versandstück eine schnelle Deflagration stattfindet) | 335 |
| 25. PRÜFSERIE E (Feststellung des Effektes bei Erwärmung unter Einschluss) | 337 |
| 26. PRÜFSERIE F (Feststellung der explosiven Kraft) | 355 |
| 27. PRÜFSERIE G (Feststellung, ob im Versandstück eine thermische Explosion stattfindet) | 377 |
| 28. PRÜFSERIE H (Feststellung der selbstbeschleunigenden Zersetzungstemperatur)..... | 383 |

ALLGEMEINE INHALTSTABELLE (Fortsetzung)

| <u>Abschnitt</u> | <u>Seite</u> |
|--|--|
| TEIL III: KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF VERSCHIEDENE GEFAHRENKLASSEN | |
| 30. | EINLEITUNG TEIL III (Zweck, Anwendungsbereich) 419 |
| 31. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF DIE ENTZÜNDBARKEIT VON AEROSOLEN 421 |
| 32. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE FLÜSSIGE STOFFE UND ENTZÜNDBARE FLÜSSIGE STOFFE..... 441 |
| 33. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF ENTZÜNDBARE FESTE STOFFE, DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE FESTE STOFFE, SELBSTENTZÜNDLICHE STOFFE UND STOFFE; DIE IN BERÜHRUNG MIT WASSER ENTZÜNDBARE GASE BILDEN..... 451 |
| 34. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF ENTZÜNDEND (OXYDIEREND) WIRKENDE STOFFE D 471 |
| 35. | BESTIMMUNG DER CHEMISCHEN INSTABILITÄT VON GASEN UND GASGEMISCHEN..... 497 |
| 36. | <i>Reserviert</i> 507 |
| 37. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF METALLKORROSIVE STOFFE 507 |
| 38. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF STOFFE UND GEGENSTÄNDE DER KLASSE 9 DES TRANSPORTS... 515 |
| 39. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF FESTE AMMONIUMNITRATHALTIGE DÜNGEMITTEL 545 |
| TEIL IV: PRÜFMETHODEN IN BEZUG AUF DIE TRANSPORTAUSRÜSTUNG | |
| 40. | EINLEITUNG TEIL IV (Zweck, Anwendungsbereich) 555 |
| 41. | DYNAMISCHE LONGITUDINALE STOSSPRÜFUNG FÜR ORTSBEWGLICHE TANKS UND UN-GASCONTAINER MIT MEHREREN ELEMENTEN (MEGCs)..... 557 |
| Teil V: KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF ANDERE BEREICHE ALS DEN TRANSPORT | |
| 50. | EINLEITUNG TEIL V (Zweck, Anwendungsbereich) 569 |
| 51. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF DIE GEFAHRENKLASSE DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE STOFFE..... 571 |

ALLGEMEINE INHALTSTABELLE (Fortsetzung)

| <u>Abschnitt</u> | <u>Seite</u> |
|------------------|--|
| ANHÄNGE | |
| Anhang 1 | SPEZIFIKATIONEN VON STANDARDDETONATOREN..... 583 |
| Anhang 2 | BRUCETON- UND PROBENVERGLEICHsverfahren 587 |
| Anhang 3 | KAVITATION VON PROBEN..... 593 |
| Anhang 4 | NATIONALE KONTAKTE FÜR PRÜFUNGSDETAILS 597 |
| Anhang 5 | BEISPIEL FÜR EIN PRÜFVERFAHREN ZUR DIMENSIONIERUNG VON DRUCKENTLASTUNGSEINRICHTUNGEN..... 599 |
| Anhang 6 | VORUNTERSUCHUNGEN 605 |
| Anhang 7 | PRÜFUNGEN VON BLITZKNALLSÄTZEN 613 |
| Anhang 8 | REAKTIONSARTEN..... 629 |
| Anhang 9 | BALLISTISCHE PRÜFUNG DER ENERGIE VON WURFTEILEN FÜR PATRONEN VON HANDFEUERWAFFEN (UN 0012)..... 633 |
| Anhang 10 | STABILITÄTSTESTS FÜR NITROCELLULOSE GEMISCHE..... 635 |
| Anhang 11 | ZUSAMMENSTELLUNG DER KLASSIFIZIERUNGSERGEBNISSE VON INDUSTRIELLER NITROCELLULOSE FÜR DIE LIEFERKETTE UND VERWENDUNGZWECKE NACH KAPITEL 2.17 DES GHS; WELCHE FÜR DIE EINSTUFUNG INDUSTRIELLER NITROCELLULOSEPRODUKTE VERWENDET WERDEN KÖNNEN..... 645 |

ABSCHNITT 1

ALLGEMEINE EINLEITUNG

1.1 Einleitung

1.1.1 Mit dem Handbuch für Prüfungen und Kriterien (nachstehend als „Handbuch“ bezeichnet) wird das Klassifizierungsschema der Vereinten Nationen (UN) für gefährliche Güter im Rahmen der Beförderungsvorschriften und für gefährliche Stoffe und Gemische gemäß GHS (Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals) beschrieben. Außerdem enthält es eine Beschreibung der als am geeignetsten angesehenen Prüfmethoden und -verfahren, welche dem „Klassifizierenden“ die notwendigen Informationen für eine korrekte Einstufung liefern. Der Begriff „Klassifizierender“ wird im gesamten Handbuch allgemein verwendet, um die Stelle anzugeben, die die Klassifizierung vornimmt. Für einige Regelungsbereiche kann dieses eine speziell zuständige Behörde oder eine benannte Prüfbehörde sein, in einem anderen Regelungsbereich, soweit es zulässig ist, kann es auch die Selbsteinstufung durch den Hersteller oder Lieferanten bedeuten. Der jeweilige Regelungsbereich sollte beim Auftreten dieses Begriffes berücksichtigt werden, um die für die Klassifizierung verantwortliche Stelle korrekt zu identifizieren.

1.1.2 Dieses Handbuch ist in Verbindung mit der jeweils letzten Fassung der folgenden Schriftstücke zu verwenden:

- (a) Empfehlungen für die Beförderung von gefährlichen Gütern (nachstehend Empfehlungen genannt) und den Modellvorschriften für die Beförderung gefährlicher Güter (nachstehend Modellvorschriften genannt); und
- (b) Global Harmonisiertes System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien (Globally Harmonised System of Classification and Labelling of Chemicals) (nachstehend als GHS bezeichnet).

1.1.3 Definitionen der im Handbuch verwendeten Begriffe befinden sich in Kapitel 1.2 und dem Anhang B der Modellvorschriften sowie im GHS. Wenn nichts anderes angegeben ist, beinhaltet der Begriff Stoff im Sinne des Handbuchs Stoffe, Gemische und Lösungen.

1.1.4 Ursprünglich wurden die Prüfverfahren in diesem Handbuch für die Transportklassifizierung entwickelt, deshalb wurde in den vorherigen Fassungen (bis zur sechsten überarbeiteten Fassung) häufig der Ausdruck „wie für die Beförderung verpackt“ verwendet. In Bezug auf physikalische Gefahren bezieht sich das GHS auf die in diesem Handbuch enthaltenen Prüfungen. Um deren Verwendung im Zusammenhang mit dem GHS zu erleichtern (d. h. in anderen Bereichen als der Beförderung) wird stattdessen, sofern angebracht, der Ausdruck „wie zur Klassifizierung vorgesehen“ verwendet. Wenn die durchzuführende Klassifizierung für Produkte in Beförderungsverpackungen vorgesehen ist, bedeutet „wie zur Klassifizierung vorgesehen“ dasselbe „wie für die Beförderung verpackt“. Sofern die Klassifizierung im Sinne des GHS für andere Bereiche als die Beförderung vorgesehen ist, bedeutet „wie zur Klassifizierung vorgesehen“ der/die für die jeweilige Anwendung relevante(n) Zustand/Bedingungen z. B. in der Lieferkette und bei der Verwendung. Weitere Einzelheiten zu den Gründen dieser Änderung sind weiter unten aufgeführt.

1.1.5 Die Ergebnisse der Prüfmethode in diesem Handbuch hängen hauptsächlich von den intrinsischen Eigenschaften der geprüften Stoffe ab. Die Prüfergebnisse können jedoch auch durch andere physikalische Parameter wie Dichte, Partikelgröße (Partikelgrößenverteilung) und Luftfeuchtigkeit beeinflusst werden. Bei einigen physikalischen Gefahren kann das Prüfergebnis und damit die Klassifizierung auch von der Masse des Stoffes und der Verpackung abhängen.

1.1.6 Aus diesen Gründen sollten die oben genannten Parameter und Einflüsse bei der Bewertung der Prüfergebnisse, insbesondere bei der Klassifizierung für andere Bereiche als der Beförderung, berücksichtigt werden.

1.1.7 Es sollte beachtet werden, dass das Handbuch für Prüfungen und Kriterien kein Lehrbuch für Prüfverfahren ist, das unfehlbar zu einer richtigen Klassifizierung der Produkte führt. Daher wird technischer Sachverstand bei der Prüfeinrichtung vorausgesetzt. Außerdem liegt es im Ermessen der zuständigen Behörde, auf bestimmte Prüfungen zu verzichten, in Einzelheiten von den Prüfverfahren abzuweichen und die Anwendung zusätzlicher Prüfungen zu fordern, sofern dies gerechtfertigt ist, um zu einer zuverlässigen und realistischen Beurteilung der Gefahr des Produktes zu gelangen. In einigen Fällen können Verfahren in kleinem Maßstab angewendet werden, um zu entscheiden, ob Klassifizierungsprüfungen in großem Maßstab notwendig sind oder nicht. Geeignete Verfahrensbeispiele werden in den Einleitungen zu einigen Prüfreihen und in Anhang 6 gegeben. Die in den verschiedenen Prüfverfahren ggf. aufgeführten Beispiele dienen lediglich der Veranschaulichung oder als Orientierungshilfe.

1.1.8 In Fällen, in denen die korrekte Klassifizierung von Stoffen und Gegenständen verschiedener Gefahrenklassen oder Gefahrgutklassen in der Verantwortung der zuständigen Behörde liegt, ist es gängige und allgemein anerkannte Praxis, die Prüf- und Klassifizierungsergebnisse anderer zuständiger Behörden, sofern vorhanden, zu berücksichtigen.

1.1.9 Der Text und die Verweise im Handbuch sind unabhängig von den Rechtsbereichen (Gefahrgut - Modellvorschriften oder Gefahrstoff - GHS) formuliert, beziehen sich jedoch gelegentlich auf einen speziellen Bereich. So bezieht sich Teil IV auf die Transportausrüstung und Teil V auf andere Bereiche als die Beförderung. In den Teilen I und II werden Prüfmethode beschrieben, mit denen für die Beförderung vorgesehene Versandstücke untersucht werden. Die Transportklassifizierung von Explosivstoffen in Unterklassen gilt häufig nur in einer für die Beförderung definierten Konfiguration und ist von der Masse und dem Einschluss abhängig.

1.2 Gefahrenklassen und Gefahrgutklassen in den Modellvorschriften und dem GHS

1.2.1 Gefahrgutklassen in den Modellvorschriften

1.2.1.1 Stoffe und Gegenstände, die den Modellvorschriften unterliegen, werden entsprechend der Gefahr oder der überwiegenden Gefahr, die sie bei der Beförderung darstellen, in eine von neun Gefahrgutklassen eingestuft. Einige dieser Gefahrgutklassen sind in Unterklassen unterteilt, um die speziellen Arten von Gefahren innerhalb der Klasse zu beschreiben. Die numerische Reihenfolge der Gefahrgutklassen und Unterklassen spiegelt nicht den Grad der Gefährdung wider.

1.2.1.2 Außerdem werden aus Verpackungsgründen einige Gefahrgüter entsprechend ihrer Gefährdung einer von drei Verpackungsgruppen zugeordnet:

- (a) Verpackungsgruppe I: hohe Gefahr
- (b) Verpackungsgruppe II: mittlere Gefahr
- (c) Verpackungsgruppe III: geringe Gefahr

Die Verpackungsgruppe, der ein Stoff zugeordnet ist, ist im Verzeichnis der Gefahrgüter in Kapitel 3.2 der Modellvorschriften angegeben. Gegenstände werden keiner Verpackungsgruppe zugeordnet.

1.2.1.3 Gefahrgüter, die die Kriterien von mehr als einer Gefahrgutklasse oder Unterklasse erfüllen und nicht im Verzeichnis der Gefahrgüter aufgeführt sind, werden für die Beförderung auf Grundlage der überwiegenden Gefahr einer Gefahrgutklasse und Unterklasse sowie einer oder mehreren Nebengefahren zugeordnet.

1.2.1.4 *Überwiegende Gefahrenmerkmale bei der Beförderung*

Die Tabelle der überwiegenden Gefahr in 2.0.3.3, Kapitel 2.0 der Modellvorschriften, kann als Leitfaden genutzt werden, um die Gefahrgutklasse eines Stoffes mit mehr als einem Gefahrenmerkmal zu bestimmen, jedoch nur wenn der Stoff nicht im Verzeichnis der Gefahrgüter aufgeführt ist. Für Güter mit mehreren Gefahrenmerkmalen, die nicht namentlich im Verzeichnis der Gefahrgüter der Modellvorschriften gelistet sind, hat die strengste Verpackungsgruppe, die für das jeweilige Gefahrmerkmal der Güter angegeben ist, Vorrang vor anderen Verpackungsgruppen, unabhängig von der Tabelle der überwiegenden Gefahr.

1.2.1.4.1 Das Verzeichnis der überwiegenden Gefahr ist nicht für die folgenden Güter anzuwenden, da deren primären Gefahren immer Vorrang haben:

- (a) Stoff und Gegenstände der Klasse 1
- (b) Gase der Klasse 2
- (c) desensibilisierte explosive flüssige Stoffe der Klasse 3
- (d) selbstzersetzliche Stoffe und desensibilisierte explosive feste Stoffe der Klasse 4.1
- (e) pyrophore Stoffe der Klasse 4.2
- (f) Stoffe der Klasse 5.2
- (g) Stoffe der Klasse 6.1, welche die Kriterien für die Giftigkeit beim Einatmen der Verpackungsgruppe I erfüllen oder Stoffe der Unterklasse 6.1, Verpackungsgruppe I, Inhalationstoxizität
- (h) Stoffe der Klasse 6.2 und
- (i) Radioaktive Stoffe der Klasse 7

1.2.1.4.3 Selbstzersetzliche Stoffe der Typen A bis G sind nicht dem Prüfverfahren N.4 für selbsterhitzungsfähige Stoffe zu unterziehen, da das Ergebnis „falsch positiv“ ist (das heißt die Temperatur steigt schneller durch die thermische Zersetzung als durch die oxidative Selbsterhitzung). Selbstzersetzliche Stoffe des Typs G und organische Peroxide des Typs G haben Eigenschaften anderer Gefahrgutklassen (z. B. UN 3149) und sind gemäß den Anforderungen dieser Klassen zu klassifizieren

1.2.2 Gefahrenklassen im GHS

Das GHS befasst sich mit der Klassifizierung von Stoffen anhand der Art der chemischen Gefahren (z. B. Entflammbarkeit, Toxizität, Korrosivität), die in physikalische Gefahren, Gesundheits- und Umweltgefahren unterteilt sind. Jede GHS Gefahrenklasse entspricht einer Gefahrenart und ist gelegentlich für einen Aggregatzustand (fest, flüssig oder gasförmig) spezifisch. Die meisten GHS Gefahrenklassen sind außerdem in Kategorien unterteilt, welche die Schwere der Gefahr widerspiegeln, wobei Kategorie 1 die höchste Gefahr darstellt.

1.2.3 Zusammenhänge zwischen den Modellvorschriften und dem GHS

1.2.3.1 Da das GHS im Gegensatz zur Beförderung auch andere Bereiche betrifft (z. B. Lagerung, Lieferung und Verwendung), umfasst es Gefahren die für die Beförderung als nicht relevant angesehen werden, wie z. B. verschiedene nicht akute Gesundheitsgefahren. Aufgrund der unterschiedlichen Geltungsbereiche des GHS und der Modellvorschriften, haben nicht alle Gefahrenklassen des GHS eine Entsprechung in den Modellvorschriften und umgekehrt. Beispielsweise gibt es im GHS keine Gefahrenklasse für radioaktive Stoffe (Klasse 7 im Transport) und einige der für die Beförderung in Klasse 9 eingestuften Gefahrgüter fallen im GHS in andere Klassen (z. B. umweltgefährdende Stoffe der Klasse 9 können im GHS in die Gefahrenklasse Gewässergefährdend fallen).

1.2.3.2 Während bei der Beförderung eine Gefahrgutklasse mehrere Gefahren abdecken kann, befassen sich die Gefahrenklasse des GHS normalerweise nur mit einer Art der Gefahr. Beispielsweise sind die Stoffe der Gefahrgutklasse 4.1 im GHS sieben einzelnen Gefahrenklassen zugeordnet. Während die Gefahrgutklassen durch eine Nummer (1 – 9) beschrieben werden, werden die Gefahrenklassen des GHS durch die Art der Gefahr beschrieben (z. B. Entzündbare Feststoffe). Darüber hinaus existiert das in den Modellvorschriften (siehe 1.2.1.4) beschriebene Verfahren der überwiegenden Gefahr im GHS nicht.

1.2.3.3 Der allgemeine Zusammenhang zwischen den GHS Gefahrenklassen und den Gefahrgutklassen der Modellvorschriften ist in Tabelle 1.1 angegeben. Die Tabelle dient nur der Veranschaulichung und ist nicht als alleinige Grundlage für die Übernahme der Klassifizierung von Stoffen und Gegenständen zwischen GHS und den Modellvorschriften oder umgekehrt, zu verwenden.

Tabelle 1.1: Zusammenhang zwischen den Gefahrenklassen des GHS und den Gefahrgutklassen der Modellvorschriften

| Gefahrenklasse des GHS | Gefahrgutklasse der Modellvorschriften |
|--|--|
| Explosive Stoffe/Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff, Kategorie 2 | Klasse 1, Unterklassen 1.1 bis 1.6 |
| Entzündbare Gase, Kategorie 1 | Klasse 2, Unterklasse 2.1 |
| Aerosole | Klasse 2, Unterklassen 2.1 und 2.2 |
| Oxidierende Gase | Klasse 2, Unterklasse 2.2 mit der Nebengefahr 5.1 |
| Gase unter Druck | Klasse 2 |
| Entzündbare Flüssigkeiten, Kategorie 1 bis 3 | Klasse 3 |
| Entzündbare Feststoffe | Klasse 4, Unterklasse 4.1 |
| Selbstersetzliche Stoffe und Gemische | Klasse 4, Unterklasse 4.1 |
| Pyrophore Flüssigkeiten | Klasse 4, Unterklasse 4.2 |
| Pyrophore Feststoffe | Klasse 4, Unterklasse 4.2 |
| Selbsterhitzungsfähige Stoffe und Gemische | Klasse 4, Unterklasse 4.2 |
| Stoffe und Gemische, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln | Klasse 4, Unterklasse 4.3 |
| Oxidierende Flüssigkeiten | Klasse 5, Unterklasse 5.1 |
| Oxidierende Feststoffe | Klasse 5, Unterklasse 5.1 |
| Organische Peroxide | Klasse 5, Unterklasse 5.2 |
| Korrosiv gegenüber Metallen | Klasse 8 |
| Desensibilisierte explosive Stoffe | Klasse 3 (Flüssigkeiten) Klasse 4, Unterklasse 4.1 (Feststoffe) |
| Akute Toxizität, Kategorien 1, 2 und 3 | Klasse 6, Unterklasse 6.1 (Flüssigkeiten und Feststoffe) Klasse 2, Unterklasse 2.3 (Gase) |
| Ätzwirkung auf die Haut/Hautreizung, Kategorie 1 | Klasse 8 |
| Gewässergefährdend, Kategorie Akut 1 und Kategorie Chronisch 1 und 2 | Klasse 9 (umweltgefährdende Stoffe) |

1.3 Gliederung

1.3.1 Das Handbuch ist in fünf Teile gegliedert:

- Teil I: die Zuordnung von explosiven Stoffen¹;
- Teil II: die Zuordnung von selbstersetzlichen Stoffen, organischen Peroxiden und polymerisierenden Stoffen;
- Teil III: die Zuordnung von Aerosolen, desensibilisierten explosiven Stoffen (nur für die Beförderung), entzündbaren Flüssigkeiten,

¹ Der Begriff explosive Stoffe beinhaltet sowohl die Gefahrgutklasse „Explosive Stoffe und Gegenstände mit Explosivstoff“ des ADR/RID/IMDG-Code sowie die Gefahrenklasse „Explosive Stoffe/Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff“ der Verordnung (EG) Nr. 1272/2008 (CLP-Verordnung).

entzündbaren Feststoffen, pyrophoren Flüssigkeiten und Feststoffen, Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln, oxidierende Flüssigkeiten und Feststoffe, chemisch instabile Gase und Gasgemische, metallkorrosive Stoffe und Stoffe und Gegenstände der Gefahrgutklasse 9 (ammoniumnitrathaltigen Düngemitteln, Lithium-Metall- und Lithium-Ionen-Batterien) und feste ammoniumnitrathaltige Düngemittel;

Teil IV: Prüfmethoden in Bezug auf die Transportausrüstung;

Teil V: Klassifizierungsverfahren, Prüfverfahren und Kriterien in Bezug auf andere Bereiche als den Transport.

1.3.2 Des Weiteren gibt es in den Anhängen Informationen zu einer Reihe verschiedener Arten von Prüfverfahren, zu nationalen Kontakten für Prüfdetails, ein beispielhaftes Verfahren für eine Notfalldruckentlastungseinrichtung von ortsbeweglichen Tanks für die Beförderung organischer Peroxide und selbstzersetzlicher Stoffe, zu Voruntersuchungen (Screening Verfahren), zu Prüfungen von Blitzknallsätzen für die Klassifizierung Feuerwerk, und zur ballistischen Prüfung der Energie von Wurfteilen von Patronen für Handfeuerwaffen.

1.3.3 Die Art und Weise der Benennung der Prüfungen (Prüfungsidentifikation) sind in Tabelle 1.1 aufgeführt.

Tabelle 1.2: PRÜFUNGSIDENTIFIKATIONSCODES

| Teil des Handbuchs | Prüfserie | Prüfart | Prüfnummer | Prüfbeispiel Identifikationscode |
|--------------------|-----------|----------------|------------------------------|----------------------------------|
| I | 1 - 8 | (a), (b), etc. | (i), (ii), usw. ^a | 2 (a) (i) |
| II | A - H | | 1, 2, usw. | A.1 |
| III | C, L - U | | 1, 2, usw. | L.1 |

^a Wenn für eine Prüfart nur eine Prüfung vorgegeben ist, werden die römischen Ziffern nicht verwendet.

1.3.4 Jede Prüfung hat einen eigenen Identifikationscode und ist wie folgt geordnet:

- x.1 *Einleitung*
- x.2 *Prüfgeräte und Materialien*
- x.3 *Prüfverfahren (einschließlich zu machender Beobachtungen und zu sammelnder Daten)*
- x.4 *Prüfkriterien und Methode der Ergebnisbewertung*
- x.5 *Ergebnisbeispiele*

BEMERKUNG: Ergebnisbeispiele werden normalerweise für Prüfungen von Gegenständen nicht gegeben, da diese zu spezifisch für den geprüften Gegenstand sind und keinen Aufschluss über die Gültigkeit des Prüfverfahrens geben. Prüfergebnisse von Stoffen können von denen in den „Ergebnisbeispielen“ abweichen, wenn die physikalische Form, die Zusammensetzung, die Reinheit usw. des Stoffes unterschiedlich ist. Die Ergebnisse sollten nicht als Standardwerte betrachtet werden.

Abbildungen x.1, x.2, x.3 usw. (z. B. graphische Darstellungen von Apparaturen usw.)

BEMERKUNG: Wenn nicht anderweitig angezeigt sind die Abmessungen in den Diagrammen in Millimetern angegeben.

1.4 Sicherheit

1.4.1 Zum Schutz des Laborpersonals muss der Hersteller oder sonstige Antragsteller für die Klassifizierung eines neuen Produktes alle verfügbaren Sicherheitsdaten in Bezug auf das Produkt, z. B. die Toxizitätsdaten (siehe Kapitel 1.5 und Anhang 4 des GHS Leitfadens zur Erstellung von Sicherheitsdatenblättern), zur Verfügung stellen.

1.4.2 Insbesondere, wenn explosive Eigenschaften vermutet werden, ist es für die Sicherheit der Labormitarbeiter wichtig, dass Vorprüfungen im kleinen Maßstab durchgeführt werden, bevor mit größeren Mengen umgegangen wird. Dies schließt Prüfungen zur Bestimmung der Sensibilität des Stoffes gegenüber mechanischen Stimuli (Schlag und Reibung) und Wärme und Brand ein.

1.4.3 Bei Prüfungen, welche die Zündung explosionsgefährdeter Stoffe oder Gegenstände betreffen, muss nach der Zündung eine von der Prüfstelle vorgeschriebene, sichere Wartezeit eingehalten werden.

1.4.4 Besondere Sorgfalt ist bei Umgang mit Mustern nach der Prüfung anzuwenden, da Veränderungen aufgetreten sein können, die den Stoff sensibler oder instabiler gemacht haben. Geprüfte Muster sind nach der Prüfung so schnell wie möglich zu vernichten.

1.5 Allgemeine Prüfbedingungen

1.5.1 Die Bedingungen der Prüfvorschriften sind so weit wie möglich einzuhalten. Wenn ein Parameter in der Prüfvorschrift nicht im Einzelnen festgelegt ist, sind die unten aufgeführten Bedingungen anzuwenden. Sind in der Prüfvorschrift keine genauen Angaben über Toleranzen festgelegt, bedeutet dies eine Genauigkeit entsprechend der angegebenen Anzahl der Dezimalstellen, z. B. beinhaltet ein Wert von 1,1 auch die Werte von 1,05 bis 1,15. In Fällen, in denen die Bedingungen während der Prüfung von den vorgeschriebenen abweichen, ist der Grund für die Abweichung im Bericht festzuhalten.

1.5.2 Die Zusammensetzung des Prüfmusters soll repräsentativ für den zu klassifizierenden Stoff sein. Der Gehalt an aktivem(n) Stoff(en) und Verdünnungsmittel(n) ist im Prüfbericht mit einer Genauigkeit von wenigstens ± 2 Masse-% anzugeben. Bestandteile, die das Prüfergebnis wesentlich beeinflussen können, wie z. B. die Feuchtigkeit eines Stoffes, sind so genau wie möglich im Prüfbericht anzugeben.

1.5.3 Alle Prüfmaterialien, die in Kontakt mit dem Prüfstoff kommen, sollten möglichst so sein, dass sie die Prüfergebnisse, z. B. durch katalytische Zersetzung, nicht beeinflussen. In Fällen, wo eine derartige Wirkung nicht ausgeschlossen werden kann, sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um einer Beeinflussung auf das Ergebnis vorzubeugen, z. B. durch Passivierung. Die Vorsichtsmaßnahmen sind im Prüfbericht aufzuführen.

1.5.4 Die Prüfungen sind unter den Bedingungen durchzuführen (Temperatur, Dichte), die kennzeichnend für die zu erwartenden Gegebenheiten z. B. während der Beförderung oder Lagerung sind. Wenn diese Gegebenheiten durch die aufgeführten Prüfbedingungen nicht abgedeckt werden, können zusätzliche Prüfungen erforderlich werden, die speziell auf die zu erwarteten Bedingungen zugeschnitten sind, z. B. bei

erhöhter Temperatur. Wo angezeigt, z. B., wenn das Ergebnis von der Teilchengröße abhängt, sind die physikalischen Bedingungen im Prüfbericht aufzuführen.

1.6 Empfohlene Prüfungen

1.6.1 Das Handbuch beschreibt Prüfungen und Kriterien, um die notwendigen Informationen für eine richtige Klassifizierung zu erhalten. In einigen Fällen gibt es mehr als eine Prüfung für eine bestimmte Eigenschaft. Im Ergebnis vergleichender Arbeiten mit einigen dieser Prüfungen konnte aus einer Reihe ähnlicher Prüfungen eine bestimmte Prüfung als empfohlene Prüfung festgelegt werden. Die empfohlenen Prüfungen zur Klassifizierung von explosiven Stoffen und Gegenständen (Teil I des Handbuchs) sind in der Tabelle 1.3 aufgeführt und die zur Klassifizierung selbstzersetzlicher Stoffe, organischer Peroxide und polymerisierender Stoffe (Teil II des Handbuchs) in Tabelle 1.4. Sofern nicht anders festgelegt, sind alle Prüfverfahren, die im Teil III des Handbuchs aufgeführt sind, empfohlene Prüfungen, da in der Regel nur eine Prüfung für jede Eigenschaft aufgeführt ist. Die anderen Prüfungen in den jeweiligen Prüfreihen werden als alternative Prüfungen angesehen und können weiterhin für Klassifizierungszwecke verwendet werden.

1.6.2 Als Ergebnis vergleichender Arbeiten sind einige Prüfungen gestrichen worden. Da jedoch einige Länder Datenbanken verwenden, in denen auf die einmal festgelegten Prüfnummern verwiesen wird, wurden die gegenwärtig im Prüfhandbuch angegebenen Prüfungen nicht unnummeriert, es sei denn, vorhandene Prüfungen wurden anderen Prüftypen zugeordnet.

1.6.3 Ziel ist es, nur eine Prüfung der Vereinten Nationen oder eine Kombination von Prüfungen für jede Eigenschaft zu haben. Solange jedoch die empfohlenen Prüfungen vielfach genutzt werden, ist dies gegenwärtig nicht in allen Fällen möglich.

1.6.4 Wenn empfohlen wird, neue Prüfungen in das Handbuch aufzunehmen, muss der Antragsteller in der Lage sein, den Nachweis vorzulegen, dass die neue Prüfung eine deutliche Verbesserung gegenüber der vorhandenen empfohlenen Prüfung darstellt. In diesen Fällen kann eine neue Prüfung als alternative Prüfung aufgenommen werden, bis diese von Labors anderer Länder erprobt worden ist.

Tabelle 1.3: EMPFOHLENE PRÜFUNGEN FÜR TEIL I

| Prüfserie | Prüfart | Prüfcode | Prüfname |
|-----------|---------|------------|---|
| 1 | (a) | 1 (a) | UN Gap-Prüfung |
| 1 | (b) | 1 (b) | Koenen-Prüfung |
| 1 | (c) | 1 (c) (i) | Druck/Zeit-Prüfung |
| 2 | (a) | 2 (a) | UN Gap-Prüfung |
| 2 | (b) | 2 (b) | Koenen-Prüfung |
| 2 | (c) | 2 (c) (i) | Druck/Zeit-Prüfung |
| 3 | (a) | 3 (a) (ii) | BAM-Fallhammer |
| 3 | (b) | 3 (b) (i) | BAM-Reibapparat |
| 3 | (c) | 3 (c) (i) | Thermische Stabilitätsprüfung bei 75° C |
| 3 | (d) | 3 (d) | Kleine Brandprüfung |
| 4 | (a) | 4 (a) | Thermische Stabilitätsprüfung für unverpackte und verpackte Gegenstände |
| 4 | (b) | 4 (b) (i) | Stahlrohr-Fallprüfung für flüssige Stoffe |
| 4 | (b) | 4 (b) (ii) | 12-m-Fallprüfung für unverpackte und verpackte Gegenstände und verpackte Stoffe |
| 5 | (a) | 5 (a) | Kapsel-Empfindlichkeitsprüfung |
| 5 | (b) | 5 (b) (ii) | USA DDT-Prüfung |
| 5 | (c) | 5 (c) | Außenbrandprüfung für Unterklasse 1.5 |
| 6 | (a) | 6 (a) | Einzelversandstückprüfung |
| 6 | (b) | 6 (b) | Stapelprüfung |
| 6 | (c) | 6 (c) | Außenbrand-(Bonfire)-Prüfung |
| 6 | (d) | 6 (d) | Einzelversandstückprüfung ohne Einschluss |
| 7 | (a) | 7 (a) | EIS ^{*a} Kapselprüfung |
| 7 | (b) | 7 (b) | EIS Gap-Prüfung |
| 7 | (c) | 7 (c) (ii) | Bröckligkeitsprüfung |
| 7 | (d) | 7 (d) (i) | EIS Geschossaufschlagprüfung |
| 7 | (e) | 7 (e) | EIS Außenbrandprüfung |
| 7 | (f) | 7 (f) | EIS Langsame Aufheizprüfung unter Einschluss |
| 7 | (g) | 7 (g) | 1.6 Gegenstand Außenbrandprüfung |
| 7 | (h) | 7 (h) | 1.6 Gegenstand Langsame Aufheizprüfung |
| 7 | (j) | 7 (j) | 1.6 Gegenstand Geschossaufschlagprüfung |
| 7 | (k) | 7 (k) | 1.6 Gegenstand Stapelprüfung |
| 7 | (l) | 7 (l) | 1.6 Gegenstand Splittereinschlagprüfung |
| 8 | (a) | 8 (a) | Thermische Stabilitätsprüfung für ANE |
| 8 | (b) | 8 (b) | ANE Gap-Prüfung |
| 8 | (c) | 8 (c) | Koenen-Prüfung |
| 8 | (d) | 8 (d) | Rohrprüfungen mit Entlastungsöffnung ^a |
| 8 | (e) | 8 (e) | CanmetCERL MBP-Test (Minimum Burning Pressure Test) |

^{*a} *Extrem unempfindlicher Stoff (*a fehlt in der englischen Ausgabe).*

^a *Diese Prüfungen sind zur Bewertung der Eignung bezüglich des Einschlusses in ortsbeweglichen Tanks als oxidierender Stoff gedacht.*

Tabelle 1.3: EMPFOHLENE PRÜFUNGEN FÜR TEIL II

| Prüfserie | Prüfcode | Prüfname |
|------------------|-----------------|--|
| A | A.6 | UN Detonationsprüfung |
| B | B.1 | Detonationsprüfung im Versandstück |
| C | C.1 | Druck/Zeit-Prüfung |
| C | C.2 | Deflagrationsprüfung |
| D | D.1 | Deflagrationsprüfung im Versandstück |
| E | E.1 | Koenen-Prüfung |
| E | E.2 | Holländische Druckgefäßprüfung |
| F | F.4 | Modifizierte Trauzl-Prüfung |
| G | G.1 | Thermische Explosionsprüfung im Versandstück |
| H | H.1 | Vereinigte Staaten SADT-Prüfung (für Versandstücke) |
| H | H.2 | Adiabatische Lagerprüfung (für Versandstücke, IBCs und Tanks) |
| H | H.4 | Warmlagerungsprüfung (für Versandstück, IBCs und kleine Tanks) |

1.7 Berichterstattung

1.7.1 Klassifizierungen für die Aufnahme von Gefahrgütern in Kapitel 3.2 der Modellvorschriften werden auf der Grundlage der Betrachtung von Daten, die dem Komitee von Regierungen, zwischenstaatlichen Organisationen und anderen internationalen Organisationen in der Form, wie in Abbildung 1 der Empfehlungen empfohlen, unterbreitet werden, vorgenommen. Zusätzliche Daten werden benötigt für die Klassifizierung von:

- (a) Explosiven Stoffen und Gegenständen (siehe 10.5);
- (b) Selbstzersetzlichen Stoffen (siehe 20.5); und
- (c) Organischen Peroxiden (siehe 20.5).

1.7.2 Werden Prüfungen mit verpackten Stoffen oder Gegenständen durchgeführt, muss der Prüfbericht die Stoffmenge oder die Anzahl der Gegenstände pro Versandstück und den Typ und die Konstruktion der Verpackung enthalten.

TEIL I

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF EXPLOSIVE STOFFE

INHALT TEIL I

BEMERKUNG 1: Das Ursprungsland oder die Ursprungsorganisation eines jeden Prüfverfahrens ist in Klammern hinter jedem Prüfnamen angezeigt.

BEMERKUNG 2: Das Prüfverfahren jeder Prüfart, die zur Benutzung empfohlen ist, ist **fettgedruckt** und mit Sternchen versehen (s. Unterabschnitt 1.6 der Allgemeinen Einleitung).

| <u>Abschnitt</u> | | <u>Seite</u> |
|------------------|---|--------------|
| 10. | EINLEITUNG TEIL I | 17 |
| 10.1 | ZWECK..... | 17 |
| 10.2 | ANWENDUNGSBEREICH | 18 |
| 10.3 | ANNAHMEVERFAHREN..... | 18 |
| 10.3.1 | Allgemeine Beschreibung..... | 18 |
| 10.3.2 | Prüfarten | 19 |
| 10.3.3 | Anwendung der Prüfverfahren | 22 |
| 10.4 | PRÜFVERFAHREN ZUR ZUORDNUNG ZU EINER UNTERKLASSE DER KLASSE EXPLOSIVE STOFFE | 23 |
| 10.4.1 | Allgemeine Beschreibung..... | 23 |
| 10.4.2 | Prüfarten | 24 |
| 10.4.3 | Anwendung der Prüfverfahren | 30 |
| 10.5 | BEISPIELE VON PRÜFBERICHTEN | 33 |
| 11. | PRÜFSERIE 1 | 47 |
| 11.1 | EINLEITUNG..... | 47 |
| 11.2 | PRÜFVERFAHREN | 47 |
| 11.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 47 |
| 11.4 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 1 PRÜFART (a) | 48 |
| 11.4.1 | Prüfung 1 (a) *UN Gap-Prüfung (UN) | 48 |
| 11.5 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 1 PRÜFART (b) | 52 |
| 11.5.1 | Prüfung 1 (b) *Koenen-Prüfung (D) | 52 |
| 11.6 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE 1 PRÜFART (c) | 59 |
| 11.6.1 | Prüfung 1 (c) (i) *Druck/Zeit-Prüfung (GB) | 59 |
| 11.6.2 | Prüfung 1(c) (ii) Innenanzündprüfung (USA)..... | 67 |
| 12. | PRÜFSERIE 2 | 71 |
| 12.1 | EINLEITUNG..... | 71 |
| 12.2 | PRÜFVERFAHREN | 71 |
| 12.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 71 |
| 12.4 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 2 PRÜFART (a) | 73 |
| 12.4.1 | Prüfung 2 (a) *UN GAP-Prüfung (UN) | 73 |
| 12.5 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 2 PRÜFART (b) | 76 |
| 12.5.1 | Prüfung 2 (b) *Koenen-Prüfung (D) | 76 |
| 12.6 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE 2 PRÜFART (c) | 83 |
| 12.6.1 | Prüfung 2 (c) (i) *Druck/Zeit-Prüfung (GB) | 83 |
| 12.6.2 | Prüfung 2 (c) (ii) Innenanzündprüfung (USA)..... | 91 |
| 13. | PRÜFSERIE 3 | 95 |
| 13.1 | EINLEITUNG..... | 95 |
| 13.2 | PRÜFVERFAHREN | 95 |
| 13.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 96 |

INHALT TEIL I (Fortsetzung)

| <u>Abschnitt</u> | | <u>Seite</u> |
|------------------|--|--------------|
| 13.4 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE 3 PRÜFART (a) | 96 |
| 13.4.1 | Prüfung 3 (a) (i) Bureau of Explosives Fallhammer (USA)..... | 96 |
| 13.4.2 | Prüfung 3 (a) (ii) *BAM Fallhammer (D) | 102 |
| 13.4.3 | Prüfung 3 (a) (iii) Rotter-Prüfung (GB)..... | 111 |
| 13.4.4 | Prüfung 3 (a) (iv) 30-kg-Fallhammerprüfung (F)..... | 119 |
| 13.4.5 | Prüfung 3 (a) (v) Modifizierter Typ-12-Schlagapparat (C)..... | 123 |
| 13.4.6 | Prüfung 3 (a) (vi) Schlagempfindlichkeitsprüfung (RUS)..... | 127 |
| 13.4.7 | Prüfung 3 (a) (vii) Modified Bureau of Mines Fallhammerprüfung | 134 |
| 13.5 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFREIHE 3 PRÜFART (b) | 139 |
| 13.5.1 | Prüfung 3 (b) (i) *BAM Reibapparat (D) | 139 |
| 13.5.2 | Prüfung 3 (b) (ii) Dreh-Reibprüfung (GB)..... | 144 |
| 13.5.3 | Prüfung 3 (b) (iii) Reibempfindlichkeitsprüfung (RUS)..... | 147 |
| 13.5.4 | Prüfung 3 (b) (iv) ABL-Reibapparatprüfung | 152 |
| 13.6 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFREIHE 3 PRÜFART (c)..... | 156 |
| 13.6.1 | Prüfung 3 (c) (i) *Thermische Stabilitätsprüfung bei 75 °C (F/USA) | 156 |
| 13.6.2 | Prüfung 3 (c) (ii) SBAT-Prüfung der thermischen Stabilität bei 75 °C..... | 159 |
| 13.7 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFREIHE 3 PRÜFART (d) | 164 |
| 13.7.1 | Prüfung 3 (d) *Kleine Brandprüfung (F/USA) | 164 |
| 14. | PRÜFSERIE 4 | 167 |
| 14.1 | EINLEITUNG | 167 |
| 14.2 | PRÜFVERFAHREN..... | 167 |
| 14.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 167 |
| 14.4 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 4 PRÜFART (a)..... | 168 |
| 14.4.1 | Prüfung 4 (a) *Thermische Stabilitätsprüfung für unverpackte und verpackte Gegenstände (USA) | 168 |
| 14.5 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE 4 PRÜFART (b) | 170 |
| 14.5.1 | Prüfung 4 (b) (i) *Stahlrohr-Fallprüfung für flüssige Stoffe (F) ... | 170 |
| 14.5.2 | Prüfung 4 (b) (ii) *12 Meter Fallprüfung für unverpackte und verpackte Gegenstände und verpackte Stoffe (USA) | 173 |
| 15. | PRÜFSERIE 5 | 175 |
| 15.1 | EINLEITUNG | 175 |
| 15.2 | PRÜFVERFAHREN..... | 175 |
| 15.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 175 |
| 15.4 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE 5 PRÜFART (a) | 176 |
| 15.4.1 | Prüfung 5 (a) *Kapsel-Empfindlichkeitsprüfung (D/USA) | 176 |
| 15.5 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE 5 PRÜFART (b) | 181 |
| 15.5.1 | Prüfung 5 (b) (i) Französische DDT-Prüfung (F)..... | 181 |
| 15.5.2 | Prüfung 5 (b) (ii) *USA DDT-Prüfung (USA) | 184 |
| 15.5.3 | Prüfung 5 (b) (iii) Prüfung des Übergangs Deflagration in Detonation (RUS) | 187 |
| 15.6 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFREIHE 5 PRÜFART (c)..... | 190 |
| 15.6.1 | Prüfung 5 (c) *Außenbrandprüfung für Unterklasse 1.5 (UN) | 190 |

INHALT TEIL I (Fortsetzung)

| <u>Abschnitt</u> | | <u>Seite</u> |
|------------------|--|--------------|
| 16. | PRÜFSERIE 6 | 193 |
| 16.1 | EINLEITUNG | 193 |
| 16.2 | PRÜFVERFAHREN | 193 |
| 16.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 194 |
| 16.4 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 6 PRÜFART (a) | 196 |
| 16.4.1 | Prüfung 6 (a) *Einzelpackstückprüfung (UN) | 196 |
| 16.5 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 6 PRÜFART (b) | 199 |
| 16.5.1 | Prüfung 6 (b) *Stapelprüfung (UN) | 199 |
| 16.6 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 6 PRÜFART (c) | 202 |
| 16.6.1 | Prüfung 6 (c) *Außenbrand-(Bonfire)-Prüfung (UN) | 202 |
| 16.7 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 6 PRÜFART (d) | 209 |
| 16.7.1 | Prüfung 6 (d) *Einzelpackstückprüfung ohne Einschluss (UN) | 209 |
| 17. | PRÜFSERIE 7 | 213 |
| 17.1 | EINLEITUNG | 213 |
| 17.2 | PRÜFVERFAHREN | 214 |
| 17.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 215 |
| 17.4 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (a) | 216 |
| 17.4.1 | Prüfung 7 (a) *EIS Kapselprüfung (D/USA) | 216 |
| 17.5 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (b) | 217 |
| 17.5.1 | Prüfung 7 (b) *EIS Gap-Prüfung (USA) | 217 |
| 17.6 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (c) | 220 |
| 17.6.1 | Prüfung 7(c)(i) Susan-Schlagprüfung (USA) | 220 |
| 17.6.2 | Prüfung 7 (c) (ii) *Bröckligkeitsprüfung (F) | 224 |
| 17.7 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (d).... | 226 |
| 17.7.1 | Prüfung 7 (d) (i) *EIS Geschossaufschlagprüfung (USA) | 226 |
| 17.7.2 | Prüfung 7 (d) (ii) Bröckligkeitsprüfung (F) | 228 |
| 17.8 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (e) | 230 |
| 17.8.1 | Prüfung 7 (e) *EIS Außenbrandprüfung (UN) | 230 |
| 17.9 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (f) | 232 |
| 17.9.1 | Prüfung 7 (f) *EIS Langsame Aufheizprüfung unter Einschluss (USA) | 232 |
| 17.10 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (g) | 234 |
| 17.10.1 | Prüfung 7 (g) *1.6 Gegenstand (oder Bauteil) Außenbrandprüfung (UN) | 234 |
| 17.11 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (h) | 235 |
| 17.11.1 | Prüfung 7 (h) *1.6 Gegenstand oder Bauteil langsame Aufheizprüfung (USA) | 235 |
| 17.12 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (j) | 237 |
| 17.12.1 | Prüfung 7 (j) *1.6 Gegenstand oder Bauteil Geschossaufschlagprüfung (USA) | 237 |
| 17.13 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (k) | 239 |
| 17.13.1 | Prüfung 7 (k) *1.6 Gegenstand Stapelprüfung (UN) | 239 |
| 17.14 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 7 PRÜFART (l) | 240 |
| 17.14.1 | Prüfung 7 (l) *1.6 Gegenstand (oder Bauteil) Splittereinschlagprüfung | 240 |

INHALT TEIL I (Fortsetzung)

| <u>Abschnitt</u> | | <u>Seite</u> |
|------------------|---|--------------|
| 18. | PRÜFSERIE 8 | 245 |
| 18.1 | EINLEITUNG | 245 |
| 18.2 | PRÜFVERFAHREN | 245 |
| 18.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 245 |
| 18.4 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 8 PRÜFART (a)..... | 246 |
| 18.4.1 | Prüfung 8 (a): *Thermische Stabilitätsprüfung für Ammonium- nitrat- Emulsionen, -Suspensionen oder -Gele | 246 |
| 18.5 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 8 PRÜFART (b)..... | 249 |
| 18.5.1 | Prüfung 8 (b): *ANE Gap-Prüfung | 249 |
| 18.6 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 8 PRÜFART) (c)..... | 254 |
| 18.6.1 | Prüfung 8 (c): *Koenen-Prüfung | 254 |
| 18.7 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 8 PRÜFART (d)..... | 262 |
| 18.7.1 | Prüfung 8 (d) (i): *Rohrprüfung mit Entlastungsöffnung | 262 |
| 18.7.2 | Prüfung 8 (d) (ii): *Modifizierte Rohrprüfung mit Entlastungs- öffnung | 266 |
| 18.8 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE 8 PRÜFART (e)..... | 271 |
| 18.8.1 | Prüfung 8 (e): *CanmetCERL Minimum Burning Pressure (MBP) Test | 271 |

ABSCHNITT 10

EINLEITUNG TEIL I

10.1 Zweck

10.1.1 Teil I des Prüfhandbuchs stellt das UN-Klassifizierungsschema für explosive Stoffe vor. Es schließt eine Beschreibung der Prüfverfahren und Prüfkriterien ein, die als die geeignetsten angesehen werden, um die notwendigen Informationen für eine korrekte Klassifizierung von explosiven Stoffen und Gegenständen zu liefern. Er ist in Verbindung mit den Fließdiagrammen für die Klassifizierung in den Abbildungen 10.1, 10.2, 10.3 und 10.4, den allgemeinen Bedingungen für die Prüfung in Unterklasse 1.5 und den geeigneten Prüfvorschriften der Abschnitte 11 bis 18 dieses Prüfhandbuchs zu verwenden.

10.1.2 Die Gefahrklasse explosive Stoffe¹ des GHS deckt alle Bereiche der Klasse 1 der Modellvorschriften als Teilbereich ab und enthält auch explosive Stoffe wie für die Beförderung vorgesehen. Die Güter der Klasse 1 sind einer der sechs Unterklassen (siehe Kapitel 2.1 Absatz 2.1.1.4 der Modellvorschriften) und einer der dreizehn Verträglichkeitsgruppen zuzuordnen, welche die als kompatibel einzustufenden explosiven Stoffe identifizieren. Die Unterklassen und gelegentlich auch die Verträglichkeitsgruppe werden auch als Grundlage für die Einstufung in die GHS-Gefahrenklasse der explosiven Stoffe herangezogen (siehe Kapitel 2.1, Abschnitt 2.1.2 des GHS). Darüber hinaus umfasst die GHS-Gefahrenklasse auch explosive Stoffe, die keiner Unterklasse zugeordnet sind. Explosive Stoffe, die keiner Unterklasse zugeordnet sind, sind für den Transport verboten.

10.1.3 Das allgemeine Verfahren zur Klassifizierung eines Stoffes oder Gegenstands, der für die Aufnahme in die Klasse der explosiven Stoffe vorgesehen ist, wird in der Abbildung 10.1 dargestellt. Die Bewertung erfolgt in zwei Stufen. Erstens ist das Explosionspotential des Stoffes oder Gegenstandes festzustellen und seine ausreichende Stabilität und Empfindlichkeit, sowohl chemisch als auch physikalisch, ist nachzuweisen. Um einheitliche Bewertungen durch die Klassifizierende zu fördern, wird empfohlen, dass, unter Benutzung des Fließdiagramms in Abbildung 10.2, Daten geeigneter Prüfungen systematisch im Hinblick auf gegebene Prüfkriterien analysiert werden. Wird der Stoff oder Gegenstand vorläufig in die Klasse der explosiven Stoffe aufgenommen, ist es zweitens notwendig, ihn der richtigen Unterklasse bei Verwendung der Fließdiagramme der Abbildungen 10.3 und 10.5 zuzuordnen. Mit Ausnahme der Verträglichkeitsgruppen N und S, für welche Prüfdaten notwendig sind, wird die Zuordnung zu einer Verträglichkeitsgruppe gewöhnlich, falls dieses angebracht ist, ohne Prüfung vorgenommen. Im Falle der Verträglichkeitsgruppe S kann auf Prüfungen verzichtet werden (wo die zuständige Behörde es für angebracht hält), wenn die Analogieklassifizierung auf Prüfergebnissen für einen vergleichbaren Gegenstand beruht.

10.1.4 Die Prüfserien 4 und 6 werden so wie für die Beförderung vorgesehen durchgeführt. Explosive Stoffe sind insofern einzigartig, dass die Art der Verpackung und die Umgebung häufig einen entscheidenden Einfluss auf die Gefahrenmerkmale haben und damit besonders auf die Zuordnung zu einer Unterklasse (siehe Kapitel 2 der Modellvorschriften, Einleitung Anmerkung 4). Zusätzliche Überlegungen sind erforderlich, wenn die Transportklassifizierung auch in anderen Bereichen verwendet werden soll.

¹ In der Verordnung EU 1272/2008 (CLP-Verordnung) wurde die GHS Gefahrenklasse „Explosives“ mit „Explosive Stoffe/Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff“ übersetzt, zur besseren Lesbarkeit wird im weiteren Text in Anlehnung an das ADR der Begriff „explosive Stoffe“ verwendet.

10.1.5 Die Prüfverfahren erlauben die Bewertung der Gefahr explosiver Stoffe und Gegenstände, so dass eine angemessene Klassifizierung durchgeführt werden kann. Falls erforderlich wird diese durch die zuständige Behörde vorgenommen.

10.2 Anwendungsbereich

10.2.1 Neue Produkte, bei denen explosive Eigenschaften vermutet werden oder die als explosive Stoffe eingesetzt werden sollen, sind zunächst für die Aufnahme in die Klasse explosive Stoffe vorzusehen. Für selbstzersetzliche Stoffe oder organische Peroxide wird auf Teil II dieses Handbuchs verwiesen. In diesem Zusammenhang ist ein neues Produkt, sofern anwendbar, eines, das nach Meinung der zuständigen Behörde einem der folgenden Punkte entspricht:

- (a) ein neuer Stoff, der als explosiver oder pyrotechnischer Stoff eingesetzt werden soll und der sich wesentlich von anderen bereits klassifizierten Stoffen unterscheidet;
- (b) ein neuer Stoff oder Gegenstand, der nicht für die Verwendung als explosiver Stoff vorgesehen ist, welcher explosive Eigenschaften hat oder von dem es vermutet wird;
- (c) eine neue Ausführung eines Gegenstandes, der einen explosiven Stoff enthält, oder ein Gegenstand, der einen neuen explosiven Stoff enthält; oder
- (d) eine neue Ausführung eines Versandstücks für einen explosiven Stoff oder Gegenstand, der einen neuen Typ von Innenverpackung oder eine neue Anordnung von Gegenständen enthält (eine relativ kleine Änderung einer Innen- oder Außenverpackung kann kritisch sein und kann eine geringere Gefahr in eine Massenexplosionsgefahr umwandeln).

10.2.2 Der Klassifizierende eines neuen Produktes hat angemessene Informationen über Namen und Charakteristika aller explosiven Stoffe in dem Produkt und die Ergebnisse aller relevanten Prüfungen, die gemacht worden sind, zu dokumentieren. Diese Informationen sind, falls gefordert, der zuständigen Behörde zur Verfügung zu stellen.

10.3 Annahmeverfahren

10.3.1 Allgemeine Beschreibung

10.3.1 Das Annahmeverfahren wird angewendet, um festzustellen, ob ein Stoff oder Gegenstand, so wie er für die Klassifizierung vorgesehen ist, als ein Kandidat für die Klasse explosive Stoffe in Betracht kommt oder nicht. Dies wird durch die Feststellung entschieden, ob ein Stoff vorläufig in die Klasse der explosiven Stoffe aufgenommen wird, ob er entweder zu unempfindlich für die Aufnahme in die Klasse der explosiven Stoffe ist oder ob er als explosiver Stoff zu empfindlich gegenüber mechanischen Beanspruchungen, Hitze oder Flammen, so dass er keiner Unterklasse zugeordnet werden kann oder ob der Gegenstand oder der verpackte Gegenstand als explosiver Stoff einstufen ist, welcher jedoch zu empfindlich gegenüber Schlagbeanspruchung oder Hitze ist, um einer Unterklasse zugeordnet zu werden.

10.3.2 Prüfverfahren

10.3.2.1 Die Prüfverfahren, die für die Entscheidung über eine provisorische Aufnahme in die Klasse explosive Stoffe verwendet werden, werden in vier Prüfserien eingeteilt, nummeriert von 1 bis 4, und sollen für die notwendigen Informationen zur Beantwortung der Fragen in Abbildung 10.2 sorgen.

10.3.2.2 Die Frage „Hat der Stoff explosive Eigenschaften“ (Kästchen 5, Abbildung 10.2) wird auf der Grundlage nationaler und internationaler Definitionen des Begriffs „explosiver Stoff“ und der Ergebnisse von drei Prüfverfahren der Prüfserie 1 zur Beurteilung möglicher explosiver Wirkungen beantwortet. Die drei verwendeten Prüfverfahren sind:

Prüfung 1 (a): eine Stoßprüfung unter Verwendung einer definierten Verstärkungsladung und eines definierten Einschlusses, um die Fähigkeit eines Stoffes zur Weiterleitung einer Detonation zu bestimmen;

Prüfung 1 (b): eine Prüfung, um die Wirkung bei Erwärmung unter Einschluss zu bestimmen; und

Prüfung 1 (c): eine Prüfung, um die Wirkung bei Anzündung unter Einschluss zu bestimmen.

10.3.2.3 Die Prüfverfahren der Prüfserie 2 werden angewendet, um die Frage „Ist der Stoff zu unempfindlich für die Zuordnung in diese Klasse?“ (Kästchen 7, Abbildung 10.2) zu beantworten. Im Allgemeinen werden die gleichen Prüfgeräte wie in der Prüfserie 1 verwendet, doch sind die Kriterien weniger restriktiv. So ist z. B. im Falle der Gap-Prüfung die verwendete Sperrschicht („Gap“) größer als Null. Die folgenden 3 Prüfverfahren werden verwendet:

Prüfung 2 (a): eine Stoßprüfung mit definierter Verstärkungsladung und einem definierten Einschluss, um die Stoßempfindlichkeit zu bestimmen;

Prüfung 2 (b): eine Prüfung, um die Wirkung bei Erwärmung unter Einschluss zu bestimmen; und

Prüfung 2 (c): eine Prüfung, um die Wirkung bei Anzündung unter Einschluss zu prüfen.

Abbildung 10.1: ÜBERSICHTSSCHEMA DES VERFAHRENS FÜR DIE KLASSTIFIZIERUNG EINES STOFFES ODER EINES GEGENSTANDES IN DIE KLASSE EXPLOSIVE STOFFE

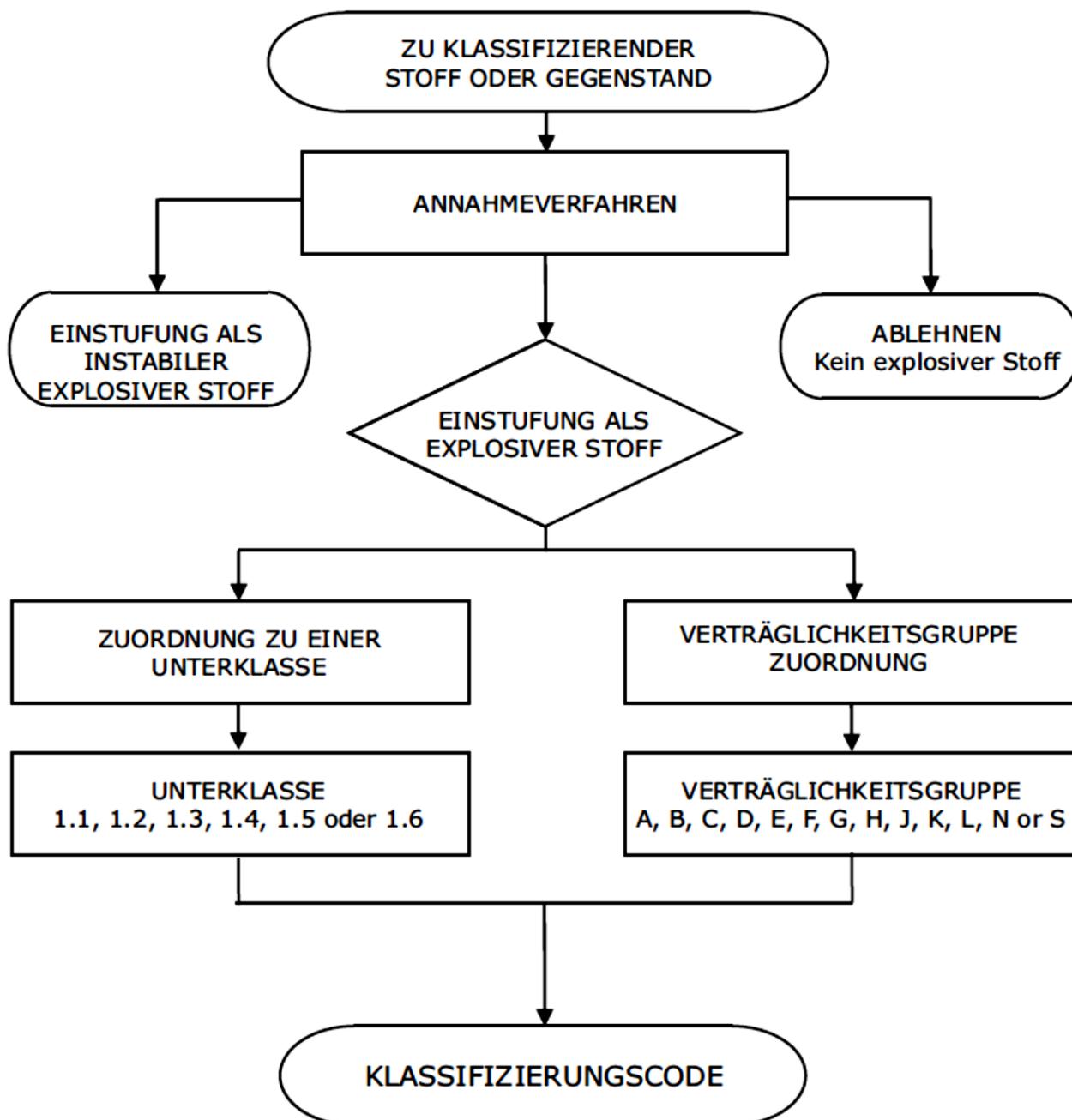
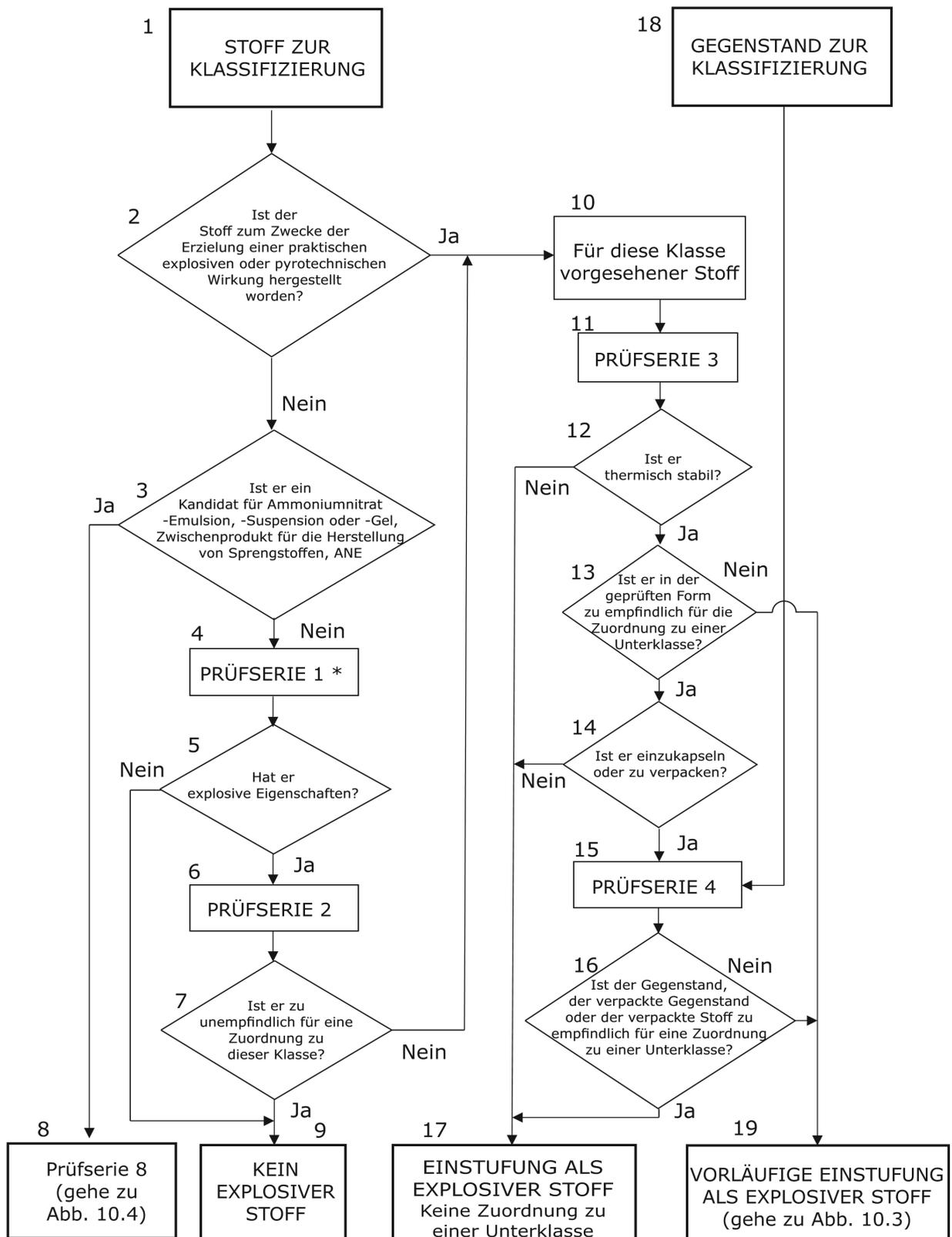


Abbildung 10.2: VERFAHREN ZUR VORLÄUFIGEN ZUORDNUNG EINES STOFFES ODER EINES GEGENSTANDES IN DIE KLASSE EXPLOSIVER STOFFE



* Zwecks Klassifizierung mit Prüfsreihe 2 beginnen

10.3.2.4 Prüfsreihe 3 wird verwendet um die Fragen „Ist der Stoff thermisch stabil?“ (Kästchen 12, Abbildung 10.2) und „Ist er in der geprüften Form zu empfindlich für die Zuordnung zu einer Unterklasse?“ (Kästchen 13, Abbildung 10.2) zu beantworten. Dazu gehören Prüfungen zur Bestimmung der Empfindlichkeit des Stoffes gegenüber mechanischer Beanspruchung (Schlag und Reibung) und gegenüber Wärme und Flammen. Die folgenden vier Prüfarten werden verwendet:

Prüfung 3 (a): eine Prüfung mit einem Fallgewicht zur Bestimmung der Schlagempfindlichkeit;

Prüfung 3 (b): eine Prüfung, Reibung oder Schlagreibung, zur Bestimmung der Empfindlichkeit gegenüber Reibung;

Prüfung 3 (c): eine Prüfung bei erhöhter Temperatur zur Bestimmung der thermischen Stabilität; und

Prüfung 3 (d): eine Anzündprüfung für die Bestimmung des Verhaltens eines Stoffes gegenüber Feuer.

10.3.2.5 Prüfungen der Prüfsreihe 4 sollen die Frage „Ist der Gegenstand oder der verpackte Gegenstand oder der verpackte Stoff zu empfindlich für eine Zuordnung zu einer Unterklasse?“ beantworten (Kästchen 16, Abbildung 10.2). Bedingungen, die während der Beförderung auftreten können, schließen hohe Temperatur und hohe relative Feuchtigkeit, niedrige Temperatur, Vibration, Stoß und Fall ein. Die zwei durchzuführenden Prüfarten sind:

Prüfung 4 (a): eine Prüfung der thermischen Stabilität von Gegenständen; und

Prüfung 4 (b): eine Prüfung zur Bestimmung der Gefahr beim Fall.

10.3.3 Anwendung der Prüfverfahren

10.3.3.1 Die Nummerierung der Prüfserien 1 bis 4 bezieht sich mehr auf die Beurteilungsfolge der Resultate als auf die Reihenfolge, in der die Prüfungen durchgeführt werden. **Es kann für die Sicherheit der Prüfer wichtig sein, dass bestimmte Vorprüfungen unter Verwendung geringer Materialmengen durchgeführt werden, bevor zu einer Prüfung mit größeren Mengen übergegangen wird.** Die Ergebnisse dieser Vorprüfungen können für das Klassifizierungsverfahren verwendet werden.

10.3.3.2 Das Annahmeverfahren für Stoffe, die bestimmungsgemäß eine explosive Wirkung haben, beginnt mit der Anwendung der Prüfsreihe 3, um festzustellen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wird, für die Beförderung zu empfindlich ist. Wenn der Stoff alle Prüfungen besteht, wird das Verfahren zur Zuordnung zu einer geeigneten Unterklasse durchgeführt. Falls der Stoff eine der Prüfungen nicht besteht, ist er in der geprüften Form für den Transport verboten. Ein Stoff, der die Prüfung 3 (c) nicht besteht, kann verändert werden und erneut der Prüfung 3 (c) unterworfen werden. Ein Stoff, der die Prüfungen 3 (a), 3 (b) oder 3 (d) nicht besteht, kann eingekapselt oder verpackt werden, um die Empfindlichkeit gegenüber äußeren Einwirkungen zu reduzieren und wird dann der Prüfung 4 (b) unterworfen.

10.3.3.3 Alle Gegenstände, wie für den Transport (verpackt oder unverpackt) vorgesehen, sind der Prüfserie 4 zu unterziehen. Sollten jedoch geeignete Informationen vorliegen, die zeigen, dass der Gegenstand nicht zu gefährlich für den Transport ist, kann die zuständige Behörde, wo es angezeigt ist, entscheiden auf alle oder auf Teile der Prüfungen für diesen Gegenstand zu verzichten. Wenn ein Gegenstand die alle geforderten Prüfungen der Prüfserie 4 besteht, wird das Verfahren zur Zuordnung zu einer geeigneten Unterklasse durchgeführt. Falls das Produkt eine der geforderten Prüfungen nicht besteht, ist es in der geprüften Form für den Transport verboten, es kann jedoch modifiziert oder umgepackt und abermals der Testserie 4 unterworfen werden. Falls die zuständige Behörde annimmt, dass das Produkt durch andere Einwirkungen als denen der in Prüfserie 4 geprüften ausgesetzt ist und diese zu potentiell gefährliche Effekten führen können, können zusätzliche Informationen oder Prüfungen gefordert werden (siehe Anmerkung unter Paragraph 2.1.3.3.1 der Modellvorschriften).

10.3.3.4 In Prüfserie 1 wird festgestellt, ob ein Stoff explosive Eigenschaften hat. Dennoch ist es für einen Stoff, der nicht wegen eines praktischen explosiven oder pyrotechnischen Effekts hergestellt wird, zweckmäßiger, mit den Prüfverfahren der Prüfserie 3 zu beginnen.

In Prüfserie 3 werden nur relativ kleine Probenmassen verwendet, die das Risiko für das Prüfpersonal verringern. Wenn der Stoff die Prüfserie 3 besteht, ist der nächste Schritt die Anwendung der Prüfserie 2, welche feststellt, ob der Stoff zu unempfindlich ist, um der Klasse explosive Stoffe zugeordnet zu werden. Es besteht keine Notwendigkeit, die Prüfserie 1 an diesem Punkt des Annahmeverfahrens durchzuführen. Stoffe, welche die Prüfserie 2 nicht bestehen, aber die Prüfserie 3 bestehen, sind dem Verfahren zur Zuordnung zu einer geeigneten Unterklasse der explosiven Stoffe zu unterziehen. Es ist allerdings wichtig anzumerken, dass ein Stoff, der die Prüfserie 2 nicht besteht, dennoch von der Klasse der explosiven Stoffe freigestellt werden kann, vorausgesetzt der Stoff wird nicht hergestellt, um einen praktischen explosiven oder pyrotechnischen Effekt zu erzeugen und die Prüfserie 6 des Verfahrens zur Zuordnung zu einer Unterklasse zeigt außerdem für den Stoff in seiner Verpackung keine gefährlichen Effekte.

10.3.3.5 Enthalten Gegenstände teure, inerte Regelkomponenten, können diese für die Prüfzwecke durch inerte Teile gleicher Masse und Volumens ersetzt werden.

10.4. Prüfverfahren zur Zuordnung zu einer Unterklasse der Klasse explosive Stoffe

10.4.1 Allgemeine Beschreibung

10.4.1.1 Mit Ausnahme der als zu empfindlich für eine Zuordnung zu einer Unterklasse eingestuften explosiven Stoffe, werden explosive Stoffe einer von sechs Unterklassen zugeordnet, abhängig von der Art der Gefahr, die sie aufweisen (siehe Paragraphen 2.1.1.4 der Modellvorschriften und 2.1.2 des GHS).

Das Zuordnungsverfahren (Abbildungen 10.3 und 10.5) beschreibt wie explosive Stoffe und Gegenstände einer Unterklasse zugeordnet werden. Explosive Stoffe können zu Beginn auch zunächst der Unterklasse 1.1 zugeordnet werden.

Ein Stoff oder Gegenstand wird der Unterklasse zugeordnet, die den Ergebnissen der Prüfungen entspricht, denen der Stoff oder Gegenstand unterworfen war. Andere Prüfergebnisse und Daten von Unfällen, die sich ereignet haben, können auch in Betracht gezogen werden. Wie in Kästchen 39 der Abbildung 10.3. gezeigt, besteht die Möglichkeit, einen Gegenstand von der Klasse der explosiven Stoffe aufgrund der Prüfergebnisse und

der Definition der explosiven Stoffe (siehe die Paragraphen 2.1.1.1 (b) der Modellvorschriften und 2.1.1.2 (b) des GHS) herauszunehmen.

10.4.2 Prüfarten

10.4.2.1 Die Prüfverfahren für die Zuordnung zu einer Unterklasse sind in drei Serien aufgeteilt (Prüfserien 5 bis 7), die die notwendigen Informationen liefern, um die Fragen in Abbildung 10.3. zu beantworten. Die Prüfungen in den Prüfserien 5, 6 und 7 dürfen nicht geändert werden, es sei denn, der Klassifizierende ist in der Lage, diese Vorgehensweise international zu begründen.

10.4.2.2 Die Ergebnisse dreier Prüfverfahren von Prüfungen der Prüfserie 5 werden verwendet, um die Frage „Handelt es sich um einen sehr unempfindlichen explosiven Stoff mit Massenexplosionsgefahr?“ (Kästchen 28, Abbildung 10.3) zu beantworten. Die Prüfverfahren sind:

- Prüfung 5 (a): eine Stoßprüfung, um die Empfindlichkeit gegenüber intensiver mechanischer Beanspruchung festzustellen;
- Prüfung 5 (b): thermische Prüfungen, um die Tendenz des Übergangs von einer Deflagration zu einer Detonation festzustellen; und
- Prüfung 5 (c): eine Prüfung, um festzustellen, ob ein Stoff in großen Mengen explodiert, wenn er einem Außenbrand ausgesetzt ist.

Abbildung 10.3: VERFAHREN ZUR ZUORDNUNG ZU EINER UNTERKLASSE DER KLASSE EXPLOSIVE STOFFE

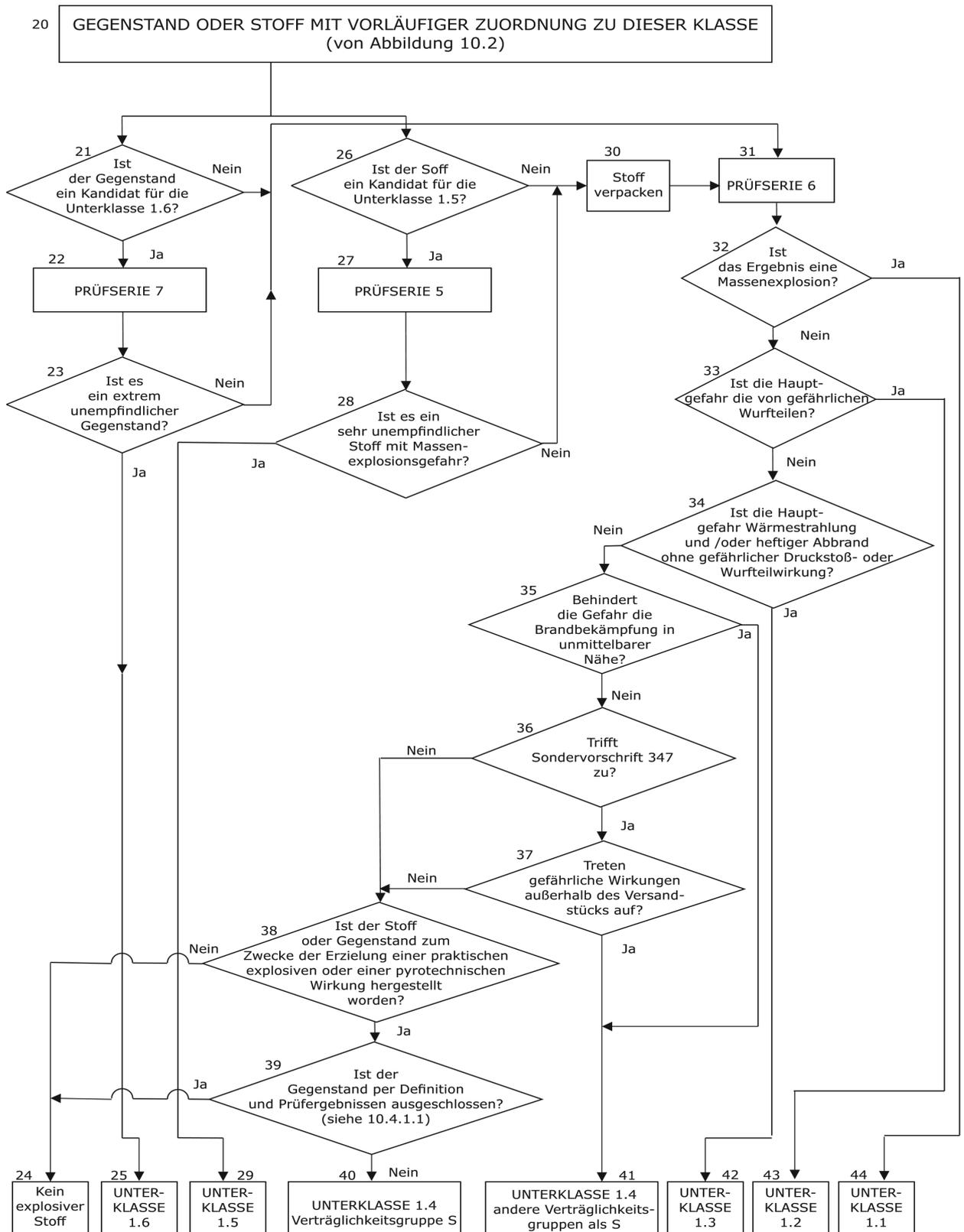


Abbildung 10.4: VERFAHREN FÜR AMMONIUMNITRAT-EMULSION, -SUSPENSION ODER-GEL, ZWISCHENPRODUKT FÜR DIE HERSTELLUNG VON SPRENGSTOFFEN

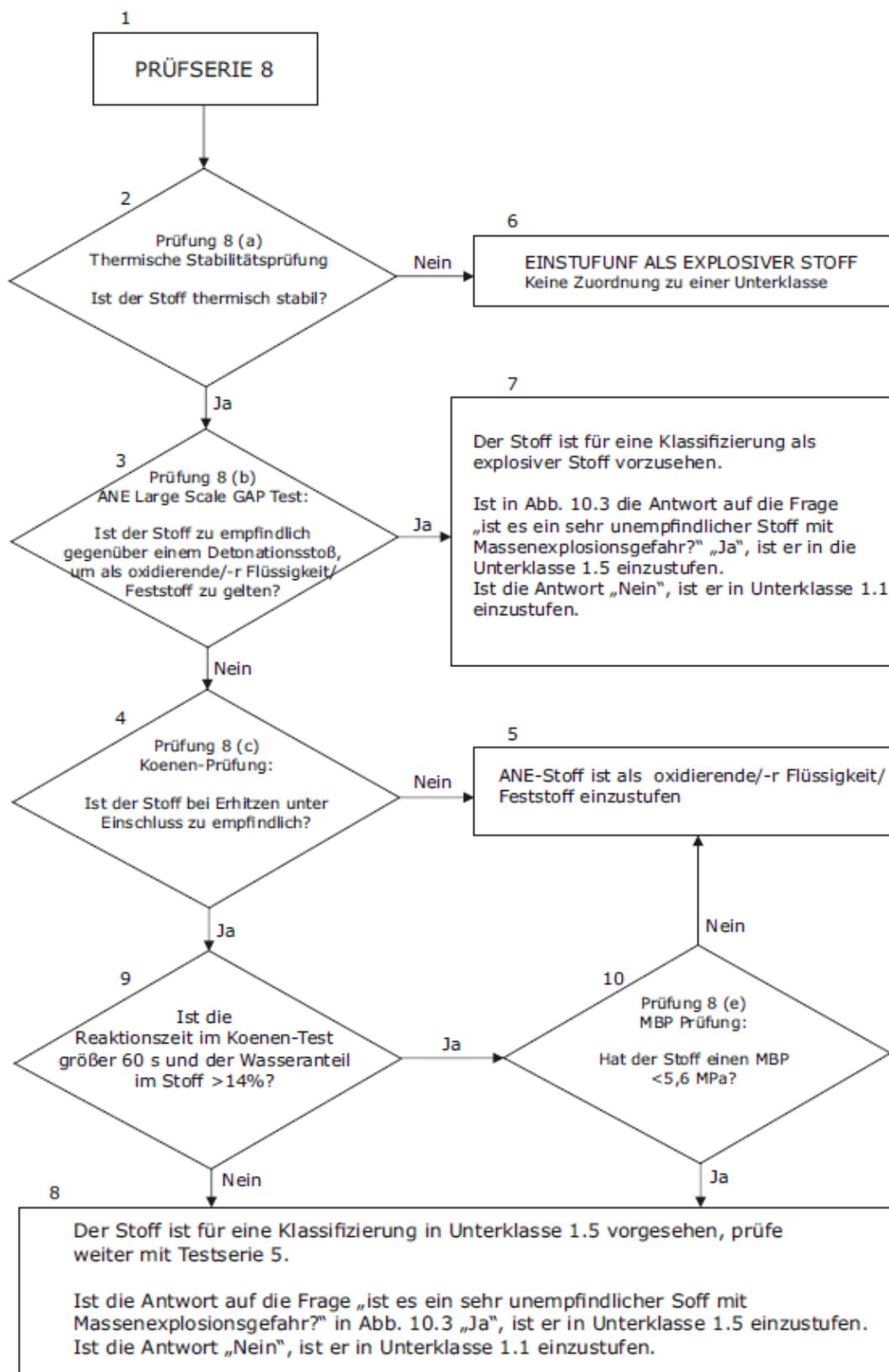
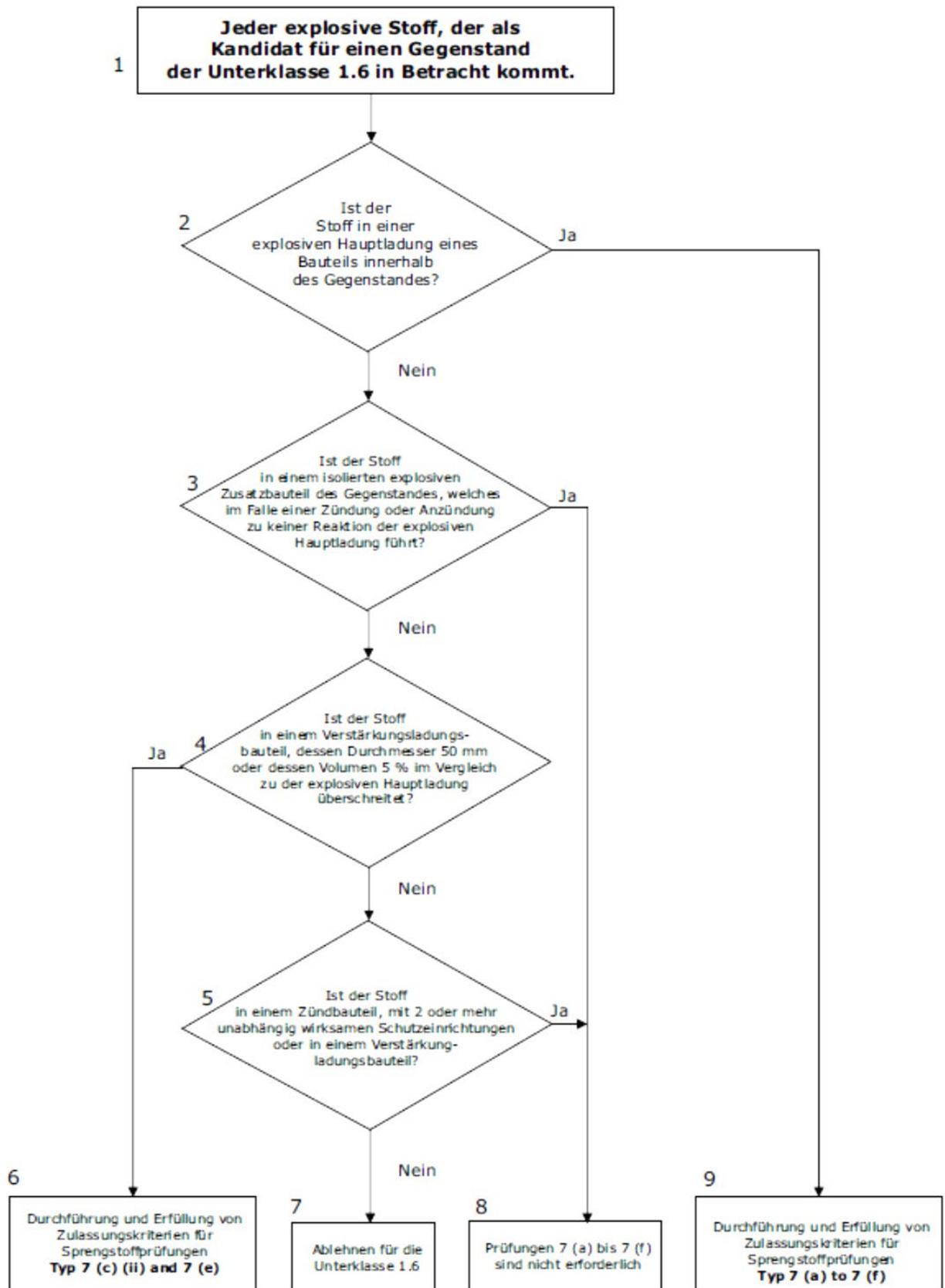


Abbildung 10.5: VORGEHENSWEISE ZUR BESTIMMUNG NOTWENDIGER PRÜFVERFAHREN FÜR STOFFE DER UNTERKLASSE 1.6



10.4.2.3 Die Ergebnisse vier verschiedener Prüfverfahren der Prüferserie 6, sofern anzuwenden, werden verwendet, um festzustellen, welche Unterklasse der Unterklassen 1.1, 1.2, 1.3 und 1.4 am ehesten dem Verhalten entspricht, wenn der explosive Stoff einem Brand inneren oder äußeren Ursprungs oder einer Explosion inneren Ursprungs (Kästchen 32, 33, 34, 35, 36 und 37 der Abbildung 10.3) ausgesetzt ist. Die Ergebnisse sind ebenfalls erforderlich, um zu beurteilen, ob ein Stoff oder Gegenstand in der Transportverpackung der Verträglichkeitsgruppe S der Unterklasse 1.4 zugeordnet werden kann und ob diese aus der Klasse der explosiven Stoffe herausgenommen werden können oder nicht (Kästchen 38 und 39 der Abbildung 10.3). Die vier Prüfverfahren sind:

- Prüfung 6 (a): eine Prüfung mit einem einzelnen Versandstück, um festzustellen, ob eine Massenexplosion des Inhaltes ausgelöst wird;
- Prüfung 6 (b): eine Prüfung mit Versandstücken mit einem explosiven Stoff oder mit explosiven Gegenständen oder von unverpackten explosiven Gegenständen, um festzustellen, ob eine Explosion von einem Versandstück auf ein anderes oder von einem unverpackten Gegenstand auf einen anderen weitergeleitet wird;
- Prüfung 6 (c): eine Prüfung mit Versandstücken mit einem explosiven Stoff oder mit explosiven Gegenständen oder mit unverpackten explosiven Gegenständen, um festzustellen, ob es eine Massenexplosion gibt oder eine Gefahr durch gefährliche Wurfteile^{*1}, Wärmestrahlung und/oder heftigen Abbrand oder irgendeine andere gefährliche Wirkung besteht, wenn sie einem Außenfeuer unterworfen werden; und
- Prüfung 6 (d): eine Prüfung mit einem Versandstück, ohne Einschluss, mit explosiven Gegenständen, auf die die Sondervorschrift 347 des Kapitels 3.3 der Modellvorschriften anzuwenden ist, um zu ermitteln, ob bei unbeabsichtigter Anzündung oder Zündung des Inhalts gefährliche Wirkungen außerhalb des Versandstücks, auftreten.

10.4.2.4 Die Frage „Handelt es sich um einen extrem unempfindlichen explosiven Gegenstand?“ (Kästchen 23, Abbildung 10.3) wird durch Prüfungen der Prüfreihe 7 beantwortet und jeder Kandidat, der für Unterklasse 1.6 in Betracht kommt, muss auf Basis jeder der elf Prüfarten, welche die Prüfreihe umfasst, bewertet werden. Das Verfahren für die Bestimmung der Prüfanforderungen ist in Abbildung 10.5 beschrieben. Die ersten sechs Prüfverfahren (7 (a) – 7 (f)) werden angewendet, um zu bestimmen, ob eine Substanz ein extrem unempfindlicher Stoff (EIS^{*2}) ist. Die Absicht dieser Prüfungen ist es, Kenntnisse über die Empfindlichkeit des(r) im Gegenstand befindlichen Stoffes(e) zu erhalten, welche Informationen zu und Vertrauen in die Prüfungen des Gegenstandes herstellen sollen. Die verbleibenden fünf Prüfarten (7 (g), 7 (h), 7 (j), 7 (k) und 7 (l)) werden angewendet, um festzustellen, ob ein Gegenstand, der überwiegend EIS enthält, der Unterklasse 1.6 zugeordnet werden kann. Die elf Prüfarten sind:

^{*1} Wurfteile können ganze Gegenstände oder Teile von Gegenständen (z. B. Splitter) sein.

^{*2} EIS = Extremely Insensitive Substance

- Prüfung 7 (a): eine Stoßprüfung, um die Empfindlichkeit gegenüber intensiver mechanischer Beanspruchung^{*3} festzustellen;
- Prüfung 7 (b): eine Stoßprüfung mit einer definierten Verstärkungsladung und einem definierten Einschluss, um die Empfindlichkeit gegenüber Stoß festzustellen;
- Prüfung 7 (c): eine Prüfung, um die Empfindlichkeit des explosiven Stoffes gegenüber einer Verschlechterung unter Schlagwirkung festzustellen;
- Prüfung 7 (d): eine Prüfung, um den Reaktionsgrad des explosiven Stoffes gegenüber Schlag oder Durchschlagen, resultierend aus einer vorgegebenen Energiequelle, festzustellen;
- Prüfung 7 (e): eine Prüfung, um die Reaktion des explosiven Stoffes gegenüber Außenbrand festzustellen, wenn das Material eingeschlossen ist;
- Prüfung 7 (f): eine Prüfung, um die Reaktion des explosiven Stoffes in einer Umgebung, in der die Temperatur schrittweise auf 365 °C ansteigt, festzustellen;
- Prüfung 7 (g): eine Prüfung, um die Reaktion eines Gegenstandes wie er für die Klassifizierung vorgesehen ist, gegenüber Außenbrand festzustellen;
- Prüfung 7 (h): eine Prüfung, um die Reaktion eines Gegenstandes in einer Umgebung, in der die Temperatur schrittweise auf 365 °C ansteigt, festzustellen;
- Prüfung 7 (j): eine Prüfung, um die Reaktion eines Gegenstandes gegenüber Schlag oder Durchschlagen, resultierend aus einer vorgegebenen Energiequelle, festzustellen;
- Prüfung 7 (k): eine Prüfung, um festzustellen, ob die Detonation eines Gegenstandes eine Detonation in einem benachbarten gleichen Gegenstand auslöst; und
- Prüfung 7 (l): eine Prüfung, um die Empfindlichkeit eines Gegenstandes bei direkter Einwirkung eines Aufpralls an verwundbaren (gefährdeten) Bauteilen festzustellen.

10.4.2.5 Die Frage „Ist der Stoff ein Kandidat für Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen (ANE)?“ (Kästchen 3 von Abbildung 10.2) wird durch Prüfungen der Prüfserie 8 beantwortet und jeder Kandidat muss jede der drei Prüfungen, welche die Prüfreihe umfasst, bestehen. Die vier Prüfungen sind:

^{*3} Im Englischen steht „mechanische Beanspruchung“. Es handelt sich aber um eine detonative Beanspruchung durch einen Standarddetonator.

Prüfung 8 (a): eine Prüfung zur Ermittlung der thermischen Stabilität;

Prüfung 8 (b): eine Stoßprüfung zur Ermittlung der Empfindlichkeit gegen intensiven Stoß;

Prüfung 8 (c): eine Prüfung zur Bestimmung der Wirkung beim Erwärmen unter Einschluss;

Prüfung 8 (e): eine Prüfung, um den Effekt einer intensiven thermischen Anzündung unter starkem Einschluss zu bestimmen.

Prüfung 8 (d) ist in diesen Abschnitt als eine Methode eingefügt worden, um festzustellen, ob die ANE's als oxidierende Stoffe für den Einschluss in ortsbeweglichen Tanks geeignet sind.

10.4.3 Anwendung der Prüfverfahren

10.4.3.1 Erklärung bestimmter Ausdrücke, die in der Zuordnung von Unterklassen und Verträglichkeitsgruppen verwendet werden, sind in dem Glossar des Anhangs B der Modellbestimmungen zu finden (z. B. Massenexplosion, pyrotechnischer Stoff, gesamte Ladung, gesamter Inhalt, explodieren, Explosion des gesamten Inhalts).

10.4.3.2 Prüferie 5 wird verwendet, um festzustellen, ob ein Stoff der Unterklasse 1.5 zugeordnet werden kann. Nur solche Stoffe, die alle drei Prüfarten bestehen, können der Unterklasse 1.5 zugeordnet werden.

10.4.3.3 Prüferie 6 ist bei Versandstücken mit explosiven Stoffen und Gegenständen, in dem Zustand und der Form, in der sie für die Beförderung aufgegeben werden, anzuwenden. Die geometrische Anordnung der Produkte sollte in Hinblick auf die Verpackungsmethode und die Beförderungsbedingungen wirklichkeitsnah und so sein, dass die ungünstigsten Prüfergebnisse zustande kommen. Wo explosive Gegenstände ohne Verpackung klassifiziert werden, müssen die Prüfungen auf die unverpackten Gegenstände angewendet werden. Alle Verpackungsarten, die Stoffe oder Gegenstände enthalten, müssen den Prüfungen unterworfen werden, es sei denn:

- (a) das Produkt, einschließlich jeglicher Verpackung, kann eindeutig einer Unterklasse durch die zuständige Behörde auf der Grundlage von Ergebnissen anderer Prüfungen oder vorhandener Informationen zugeordnet werden; oder
- (b) das Produkt, einschließlich jeglicher Verpackung, ist der Unterklasse 1.1 zugeordnet.

10.4.3.4 Die Prüfungen 6 (a), 6 (b), 6 (c) und 6 (d) werden üblicherweise in alphabetischer Reihenfolge durchgeführt. Allerdings ist es nicht immer notwendig, diese Reihenfolge einzuhalten oder alle vier Prüfverfahren durchzuführen.

- (a) Auf Prüfung 6 (a) kann verzichtet werden, wenn explosive Gegenstände ohne Verpackung klassifiziert werden oder wenn nur ein Gegenstand in dem Versandstück ist (siehe auch untenstehenden Abschnitt 10.4.3.4 (d)).
- (b) Auf Prüfung 6 (b) kann verzichtet werden, wenn in jeder Prüfung des Prüfverfahrens 6 (a) (siehe auch Abschnitt 10.4.3.4 (d)):

- (i) Das Äußere des Versandstücks unbeschädigt bei innerer Zündung/Anzündung ist; oder
 - (ii) Die Inhalte des Versandstücks nicht explodieren können oder so schwach explodieren, dass die Weiterleitung der Explosionswirkung von einem Versandstück auf das andere in der Prüfung 6 (b) auszuschließen ist.
- (c) Auf Prüfung 6 (c) kann verzichtet werden, wenn in einer Prüfung des Prüfverfahrens 6 (b) eine praktisch gleichzeitige Explosion des nahezu gesamten Inhalts des Stapels stattfindet. In solchen Fällen wird das Produkt der Unterklasse 1.1 zugeordnet.
- (d) Die Prüfung 6 (d) dient zur Feststellung, ob eine 1.4S-Zuordnung angemessen ist, und wird nur benutzt, wenn die Sonderbestimmung 347 im Kapitel 3.3 der Modellvorschriften anzuwenden ist. Sofern Gegenstände geprüft werden, auf die die Sondervorschrift 347 anzuwenden ist, kann die Prüfung 6 (d) zuerst durchgeführt werden. Wenn die Ergebnisse der Prüfung 6 (d) zeigen, dass eine 1.4S-Zuordnung angemessen ist, kann auf die Prüfungen 6 (a) und 6 (b) verzichtet werden.

10.4.3.5 Wenn ein Stoff ein „-“-Ergebnis in der Prüfung 1 (a) erzielt (keine Weiterleitung der Detonation), kann auf die 6 (a)-Prüfung mit dem Detonator verzichtet werden. Wenn ein Stoff in der Prüfung 2 (c) ein „-“-Ergebnis erzielt (keine oder eine langsame Deflagration), kann auf die 6 (a)-Prüfung mit einem Anzünder verzichtet werden.

10.4.3.6 Die Prüfungen 7 (a) bis 7 (f) werden zuerst angewendet, um nachzuweisen, dass ein explosiver Stoff ein extrem unempfindlicher Stoff (EIS) ist, dann werden die Prüfungen 7 (g), 7 (h), 7 (j), 7 (k) und 7 (l) durchgeführt, um nachzuweisen, dass Gegenstände, die überwiegend EIS's enthalten, der Unterklasse 1.6 zugeordnet werden können.

10.4.3.7 Die Prüfungen 7 (g), 7 (h), 7 (j), 7 (k) und 7 (l) werden angewandt, um zu bestimmen, ob ein Gegenstand mit (einer) EIS-Hauptladung(en) und ausreichend unempfindlichen Verstärkungsladungen der Unterklasse 1.6 zugeordnet werden kann. Diese Prüfungen werden auf Gegenstände in dem Zustand und der Form angewendet, in denen sie zur Klassifizierung vorgesehen sind, ausgenommen, dass nicht-explosive Bestandteile weggelassen oder ersetzt werden können, wenn die der Klassifizierende davon überzeugt ist, dass dies die Ergebnisse der Prüfungen nicht ungültig macht. Das Verfahren der detaillierten Prüfanforderungen ist in Abbildung 10.5 beschrieben; einige Erläuterungen werden nachfolgend gegeben.

- (a) Komplexe Gegenstände können mehrere Stoffe enthalten und die Prüfungen 7 (a) bis (f) sind vollständig für alle im Gegenstand befindlichen explosiven Haupt- und Verstärkungsladungen, sofern anwendbar, durchzuführen, um einen Gegenstand in die Unterklasse 1.6 einzustufen.

- (b) Die Frage „Ist der Stoff in einer explosiven Hauptladung eines Bauteils innerhalb des Gegenstandes?“ (Kästchen 2 der Abbildung 10.5) wird beantwortet, indem die Konstruktion des Gegenstandes überprüft wird. Stoffe einer explosiven Hauptladung sind solche, die sich in Bauteilen im Gegenstand befinden; es sind keine Zünder, Verstärkungsladungen oder isolierte explosive Zusatzbauteile. Alle Stoffe in explosiven Hauptladungen müssen die Forderung „Die Prüfungen 7 (a) bis 7 (f) sind für den extrem unempfindlichen Stoff durchzuführen und die Annahmekriterien sind zu erfüllen“ (Kästchen 9 der Abbildung 10.5) erfüllen. Wenn in irgendeiner der Prüfungen 7 (a) bis 7 (f) der explosiven Hauptladung das Ergebnis „+“ ist, ist der Stoff kein EIS und die Antwort auf die Frage in Kästchen 21 der Abbildung 10.3 ist „Nein“. Der Gegenstand ist kein Kandidat für die Unterklasse 1.6.
- (c) Die Frage „Ist der Stoff in einem isolierten explosiven Zusatzbauteil des Gegenstandes, welches im Falle einer Zündung oder Anzündung zu keiner Reaktion der explosiven Hauptladungen führt?“ (Kästchen 3 der Abbildung 10.5) setzt Kenntnisse über die Konstruktion des Gegenstandes sowie über die explosiven Effekte (Wirkungen) voraus, die auftreten, wenn diese Komponenten, entweder bestimmungsgemäß oder unbeabsichtigt, gezündet oder angezündet werden. Üblicherweise handelt es sich hierbei um kleine explosive Auslöser oder pyromechanische Geräte, welche Bewegungs-, Schneid- oder Öffnungsfunktionen bewirken. Wenn die Antwort auf diese Frage „Ja“ ist, müssen die Prüfungen 7 (a) bis 7 (f) für diese Stoffe in isolierten explosiven Zusatzbauteilen nicht durchgeführt werden und der Gegenstand ist weiterhin ein Kandidat für die Unterklasse 1.6.
- (d) Die Frage „Ist der Stoff in einem Verstärkungsladungsbauteil dessen Durchmesser 50 mm oder dessen Volumen 5 % im Vergleich zu der explosiven Hauptladung überschreitet?“ (Kästchen 4 der Abbildung 10.5) wird durch Überprüfen der Konstruktion beantwortet. Alle Stoffe in größeren Verstärkungsladungsbauteilen, einschließlich derer, die explosive Komponenten mit zweifach-gesicherten Zündern in einem Gegenstand besitzen, müssen die Anforderung „Die Prüfungen 7 (c) (ii) und 7 (e) sind für den explosiven Stoff durchzuführen und die Annahmekriterien sind zu erfüllen“ (Kästchen 6 der Abbildung 10.5) erfüllen. Wenn für irgendeinen der Stoffe dieser größeren Verstärkungsladungsbauteile in einer der Prüfungen 7 (c) (ii) und 7 (e) das Ergebnis „+“ erhalten wird, ist die Antwort auf die Frage in Kästchen 21 der Abbildung 10.3 „Nein“. Der Gegenstand ist kein Kandidat für die Unterklasse 1.6.
- (e) Die Frage „Ist der Stoff in einem Zündbauteil mit zwei oder mehr unabhängig wirksamen Schutzeinrichtungen oder in einem Verstärkungsladungsbauteil?“ (Kästchen 5 der Abbildung 10.5) wird beantwortet durch Kenntnisse hinsichtlich der Konstruktion und der Entwicklung des Gegenstandes. Wenn die Antwort auf die Frage „Nein“ ist, hat der Gegenstand keine geeigneten immanenten Sicherheitscharakteristika; die Antwort auf die Frage in Kästchen 21 der Abbildung 10.3 ist „Nein“ und der Gegenstand ist kein Kandidat für die Unterklasse 1.6.

BEMERKUNG: Kenntnisse der Konstruktion und der explosiven Effekte können durch Modelle oder hinweisende Prüfungen etc. erlangt werden.

10.4.3.8 Die Prüfungen 8 (a) bis 8 (c) dienen der Feststellung, ob eine Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder ein -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen (ANE) als oxidierender Feststoff oder Flüssigkeit eingestuft werden kann. Stoffe, die eine der Prüfungen nicht bestehen, sind gemäß Abbildung 10.4 Kandidaten für die Klasse explosive Stoffe.

10.5 Beispiele von Prüfberichten

10.5.1 Beispiele von Prüfberichten, mit einer Illustration für die Benutzung der Fließdiagramme bei Verwendung des Annahmeverfahrens der Klasse explosive Stoffe und dem Zuordnungsverfahren zu einer Unterklasse anhand von Hexanitrostilben (UN 0392) und Xylolmoschus (UN 2956), werden in den Abbildungen 10.6 (a) bis (d) und bis 10.7 (a) bis (d) wiedergegeben.

10.5.2 Ein Proforma-Beispiel für einen Prüfbericht für Gegenstände wird in Abbildung 10.8 wiedergegeben.

Abbildung 10.6 (a): Ergebnisse der Anwendung des Annahmeverfahrens der Klasse explosive Stoffe (Abbildung 10.2) für Hexanitrostilben

| | |
|--|--|
| 1. Name des Stoffes: | Hexanitrostilben |
| 2. Allgemeines | |
| 2.1 Zusammensetzung: | Hexanitrostilben |
| 2.2 Molekularformel: | $C_{14}H_6N_6O_{12}$ |
| 2.3 Physikalischer Zustand: | Pulver |
| 2.4 Farbe: | Gelborange |
| 2.5 Schüttdichte: | 1700 kg/m ³ |
| 2.6 Teilchengröße: | 0,1 mm – 0,3 mm |
| 3. Kästchen 2: | Ist der Stoff zum Zwecke der Erzielung einer praktischen explosiven oder pyrotechnischen Wirkung hergestellt worden? |
| 3.1 Antwort: | Ja |
| 3.2 Ausgang | Gehe zu Kästchen 10 |
| 4. Kästchen 10: | Für diese Klasse vorgesehener Stoff? |
| 5. Kästchen 11: | Prüfserie 3 |
| 5.1 Thermische Stabilität: | 75 °C/48-Stunden Prüfung (Prüfung 3 (c)) |
| 5.2 Probenbedingungen: | 100 g des Stoffes bei 75 °C |
| 5.3 Beobachtungen: | Keine Anzündung, Explosion, Selbsterhitzung oder sichtbare Zersetzung |
| 5.4 Ergebnis: | „-“, thermisch stabil |
| 5.5 Schlagempfindlichkeit: | BAM Fallhammerprüfung (Prüfung 3 (a) (ii)) |
| 5.6 Probenbedingungen: | Wie erhalten |
| 5.7 Beobachtungen: | Grenzs Schlagenergie 5 J |
| 5.8 Ergebnisse: | „-“, in der geprüften Form nicht instabil |
| 5.9 Reibempfindlichkeit: | BAM Reibprüfung (Prüfung 3 (b) (i)) |
| 5.10 Probenbedingungen: | Wie erhalten |
| 5.11 Beobachtungen: | Grenzbelastung > 240 N |
| 5.12 Ergebnis: | „-“, in der geprüften Form nicht instabil |
| 5.13 Tendenz des Übergangs von Deflagration zu Detonation: | Kleine Brandprüfung (Prüfung 3 (d)) |
| 5.14 Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur |
| 5.15 Beobachtungen: | Entzündet sich und brennt ab |
| 5.16 Ergebnis: | „-“, in der geprüften Form nicht instabil |
| 5.17 Ausgang: | Gehe zu Kästchen 12 |
| 6. Kästchen 12: | Ist der Stoff thermisch stabil? |
| 6.1 Antwort aus Prüfung 3(c): | Ja |
| 6.2 Ausgang: | Gehe zu Kästchen 13 |

| | |
|--------------------------|--|
| 7. Kästchen 13: | Ist der Stoff in der geprüften Form zu empfindlich für die Zuordnung zu einer Unterklasse? |
| 7.1 Antwort aus Prüfung: | Nein |
| 7.2 Ausgang: | Gehe zu Kästchen19 |

| | |
|-----------------------------|--|
| 8. Schlussfolgerung: | VORLÄUFIGE ZUORDNUNG ZU DIESER KLASSE |
| 8.1 Ausgang: | Wende das Verfahren zur Zuordnung zu einer Unterklasse der Klasse explosive Stoffe an. |

Abbildung 10.6 (b): Fließschema für die vorläufige Zuordnung von Hexanitrostilben zu der Klasse explosive Stoffe

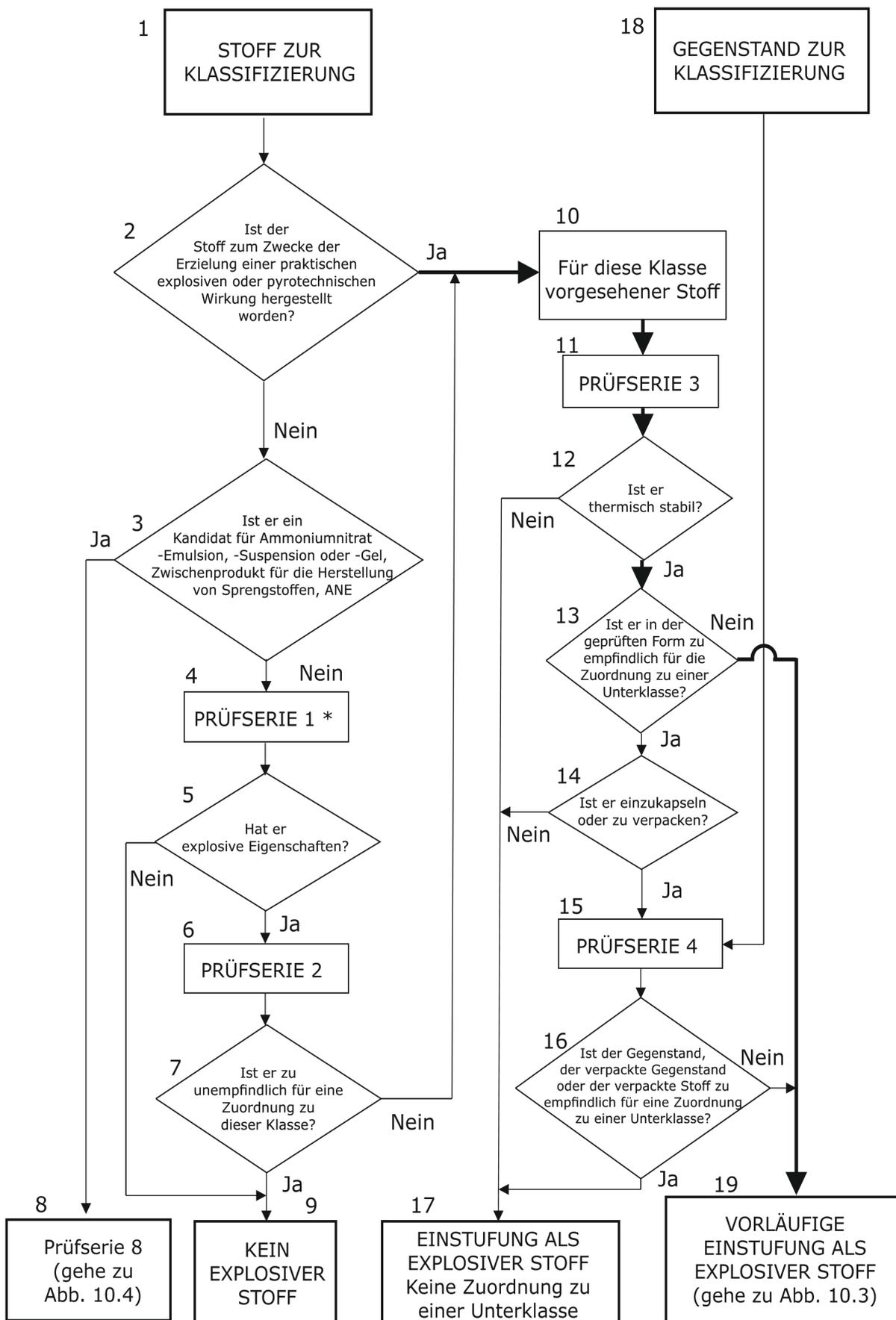


Abbildung 10.6 (c): Ergebnisse des Verfahrens zur Zuordnung zu einer Unterklasse der Klasse explosive Stoffe (Abbildung 10.3) für Hexanitrostilben

| | | |
|-----------|--|--|
| 1. | Kästchen 26: | Kommt der Stoff für die Unterklasse 1.5 in Betracht? |
| 1.1 | Antwort: | Nein |
| 1.2 | Ergebnis: | Der Stoff ist zu verpacken (Kästchen 30) |
| 1.3 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 31 |
| 2. | Kästchen 31: | Prüfserie 6 |
| 2.1 | Zündwirkung in der Verpackung: | Prüfung 6 (a) mit Zünder |
| 2.2 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur, 50 kg Fass aus Pappe |
| 2.3 | Beobachtungen: | Detonation, Krater |
| 2.4 | Ergebnisse: | Massenexplosion |
| 2.5 | Zündwirkung von einem Packstück auf ein anderes: | Prüfung 6 (b) mit Zünder |
| 2.6 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur, 3 Fässer aus Pappe |
| 2.7 | Beobachtungen: | Detonation, Krater |
| 2.8 | Ergebnis: | Massenexplosion |
| 2.9 | Effekt bei Einwirkung eines Außenbrandes: | Prüfung 6 (c) nicht erforderlich |
| 3. | Kästchen 32: | Ist das Ergebnis eine Massenexplosion? |
| 3.1 | Antwort aus Testserie 6: | Ja |
| 3.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 44 |
| 4. | Schlussfolgerung: | Zuordnung zu Unterklasse 1.1 |

Abbildung 10.6 (d): Fließschema für die Zuordnung von Hexanitrostilben zu einer Unterklasse der Klasse explosive Stoffe

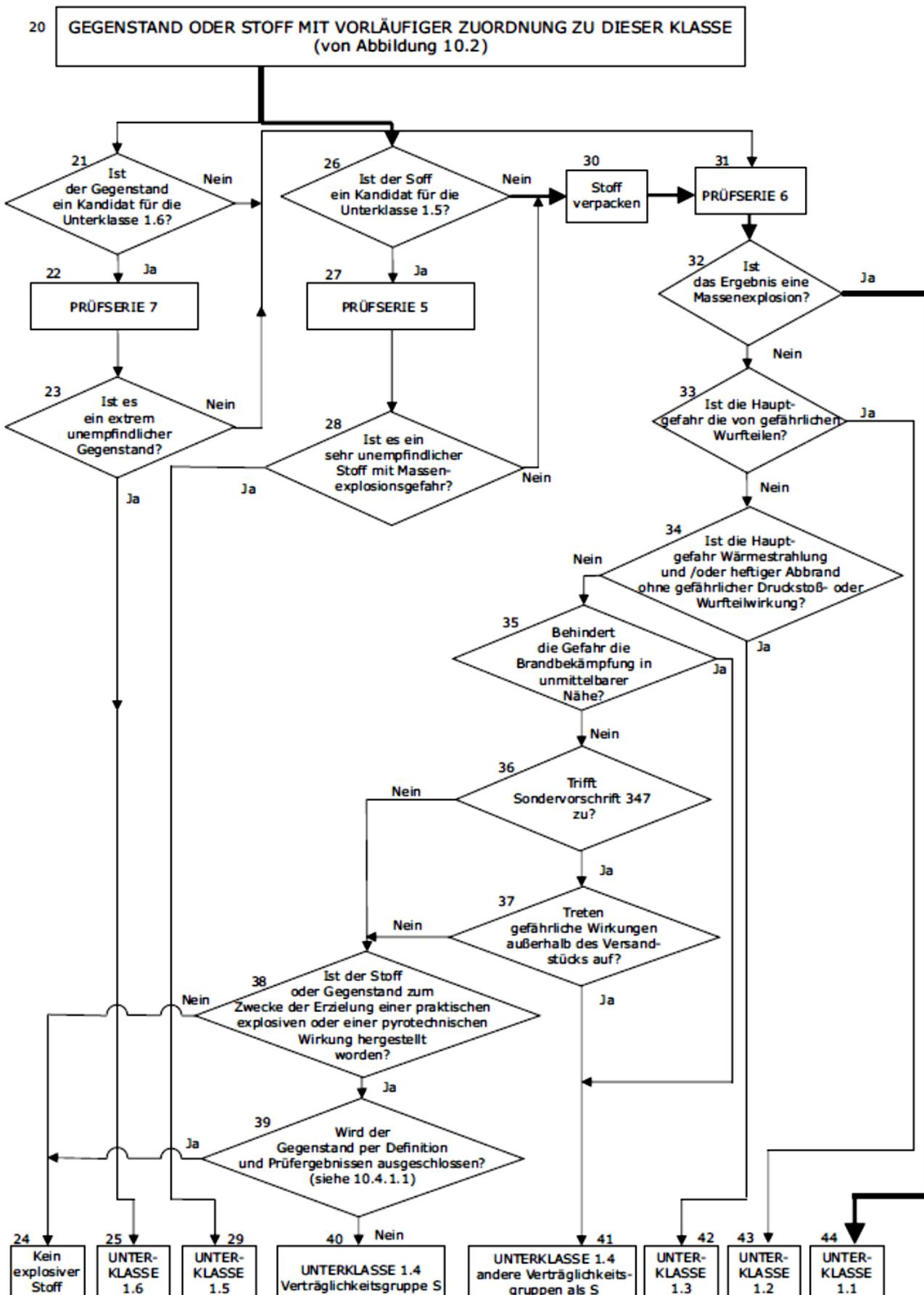


Abbildung 10.7 (a): Ergebnisse der Anwendung des Annahmeverfahrens der Klasse explosive Stoffe (Abbildung 10.2) für Xylenmoschus

| | | |
|-----------|---|--|
| 1. | Name des Stoffes: | 5-tert-BUTYL-2,4,6-TRINITRO-m-XYLEN (XYLOLMOSCHUS) |
| 2. | Allgemeines | |
| 2.1 | Zusammensetzung: | 99 % tert-Butyl-2,4,6-trinitro-m-xylen |
| 2.2 | Molekularformel: | C ₁₂ H ₁₅ N ₃ O ₆ |
| 2.3 | Physikalischer Zustand: | Feines kristallines Pulver |
| 2.4 | Farbe: | Blassgelb |
| 2.5 | Schüttdichte: | 840 kg/m ³ |
| 2.6 | Teilchengröße: | < 1.7 mm |
| 3. | Kästchen 2: | Ist der Stoff zum Zwecke der Erzielung einer praktischen explosiven oder einer pyrotechnischen Wirkung hergestellt worden? |
| 3.1 | Antwort: | Nein |
| 3.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 3 |
| 4. | Kästchen 3: | Ist der Stoff ein Kandidat für Ammoniumnitrat-Emulsion, -Suspension oder -Gel; Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen, ANE? |
| 4.1 | Antwort: | Nein |
| 4.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 4 |
| 5. | Kästchen 4: | Prüfserie 1 |
| 5.1 | Weiterleitung einer Detonation: | UN Gap Prüfung (Prüfung 1(a)) |
| 5.2 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur |
| 5.3 | Beobachtungen: | Zerstörungslänge 40 cm |
| 5.4 | Ergebnis: | „+“, Weiterleitung der Detonation |
| 5.5 | Wirkung des Erwärmens unter Einschluss: | Koenen Prüfung (Prüfung 1(b)) |
| 5.6 | Probenbedingungen: | Masse 22,6 g |
| 5.7 | Beobachtungen: | Grenzdurchmesser 5,0 mm Zerlegungsart "F" (Zeit bis zur Reaktion 52 s, Dauer der Reaktion 27 s) |
| 5.8 | Ergebnis: | „+“, zeigt einige explosive Wirkungen beim Erwärmen unter Einschluss |
| 5.9 | Wirkung bei Anzündung unter Einschluss: | Druck/Zeit-Prüfung (Prüfung 1 (c) (i)) |
| 5.10 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur |
| 5.11 | Beobachtungen: | Keine Anzündung |
| 5.12 | Ergebnis: | „-“, keine Wirkung bei Anzündung unter Einschluss |
| 5.13 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 5 |

| | | |
|-----------|---|---|
| 6. | Kästchen 5: | Hat der Stoff explosive Eigenschaften? |
| 6.1 | Antwort aus Prüfserie 1: | Ja |
| 6.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 6 |
| 7. | Kästchen 6: | Prüfserie 2 |
| 7.1 | Empfindlichkeit gegenüber Stoß: | UN Gap Prüfung (Prüfung 2(a)) |
| 7.2 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur |
| 7.3 | Beobachtungen: | Keine Weiterleitung |
| 7.4 | Ergebnis: | „-“, keine Empfindlichkeit gegenüber Stoß |
| 7.5 | Wirkung des Erwärmens unter Einschluss: | Koenen Prüfung (Prüfung 2(b)) |
| 7.6 | Probenbedingungen: | Masse 22,6 g |
| 7.7 | Beobachtungen: | Grenzdurchmesser 5,0 mm Zerlegungsart "F" (Zeit bis zur Reaktion 52 s, Dauer der Reaktion 27 s) |
| 7.8 | Ergebnis: | „+“, heftige Wirkung bei Erwärmen unter Einschluss |
| 7.9 | Wirkung bei Anzündung unter Einschluss: | Druck/Zeit-Prüfung (Prüfung 2 (c) (i)) |
| 7.10 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur |
| 7.11 | Beobachtungen: | Keine Anzündung |
| 7.12 | Ergebnis: | „-“, keine Wirkung bei Anzündung unter Einschluss |
| 7.13 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 7 |
| 8. | Kästchen 7: | Ist der Stoff zu unempfindlich für diese Klasse? |
| 8.1 | Antwort aus Prüfserie 2: | Nein |
| 8.2 | Schlussfolgerung: | Für diese Klasse vorgesehener Stoff (Kästchen 10) |
| 8.3 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 11 |

| | |
|--|--|
| 9. Kästchen 11: | Prüfserie 3 |
| 9.1 Thermische Stabilität: | 75 °C/48-Stunden Prüfung (Prüfung 3 (c)) |
| 9.2 Probenbedingungen: | 100 g des Stoffes bei 75 °C |
| 9.3 Beobachtungen: | Keine Anzündung, Explosion, Selbsterhitzung oder sichtbare Zersetzung |
| 9.4 Ergebnis: | „-“, thermisch stabil |
| 9.5 Schlagempfindlichkeit: | BAM Fallhammerprüfung (Prüfung 3 (a) (ii)) |
| 9.6 Probenbedingungen: | wie erhalten |
| 9.7 Beobachtungen: | Grenzschlagenergie 25 J |
| 9.8 Ergebnis: | „-“, in der geprüften Form nicht instabil |
| 9.9 Reibempfindlichkeit: | BAM Reibprüfung (Prüfung 3 (b) (i)) |
| 9.10 Probenbedingungen: | wie erhalten |
| 9.11 Beobachtungen: | Grenzbelastung > 360 N |
| 9.12 Ergebnis: | „-“, in der geprüften Form nicht instabil |
| 9.13 Tendenz des Übergangs der Deflagration in die Detonation: | Kleine Brandprüfung (Prüfung 3 (d)) |
| 9.14 Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur |
| 9.15 Beobachtung: | Entzündet sich und brennt langsam ab |
| 9.16 Ergebnis: | „-“, in der geprüften Form nicht instabil |
| 9.17 Ausgang: | Gehe zu Kästchen 12 |
| 10. Kästchen 12: | Ist der Stoff thermisch stabil? |
| 10.1 Antwort aus Prüfung 3(c): | Ja |
| 10.2 Ausgang: | Gehe zu Kästchen 13 |
| 11. Kästchen 13: | Ist der Stoff in der geprüften Form zu empfindlich für die Zuordnung zu einer Unterklasse? |
| 11.1 Antwort aus Prüfserie 3: | Nein |
| 11.2 Ausgang: | Gehe zu Kästchen 19 |
| 12. Schlussfolgerung: | VORLÄUFIGE ZUORDNUNG ZU DIESER KLASSE |
| 12.1 Exit: | Wende das Verfahren zur Zuordnung zu einer Unterklasse der Klasse explosive Stoffe an |

Abbildung 10.7 (b): Fließschema für die vorläufige Zuordnung von Xylolmoschus in die Klasse explosive Stoffe

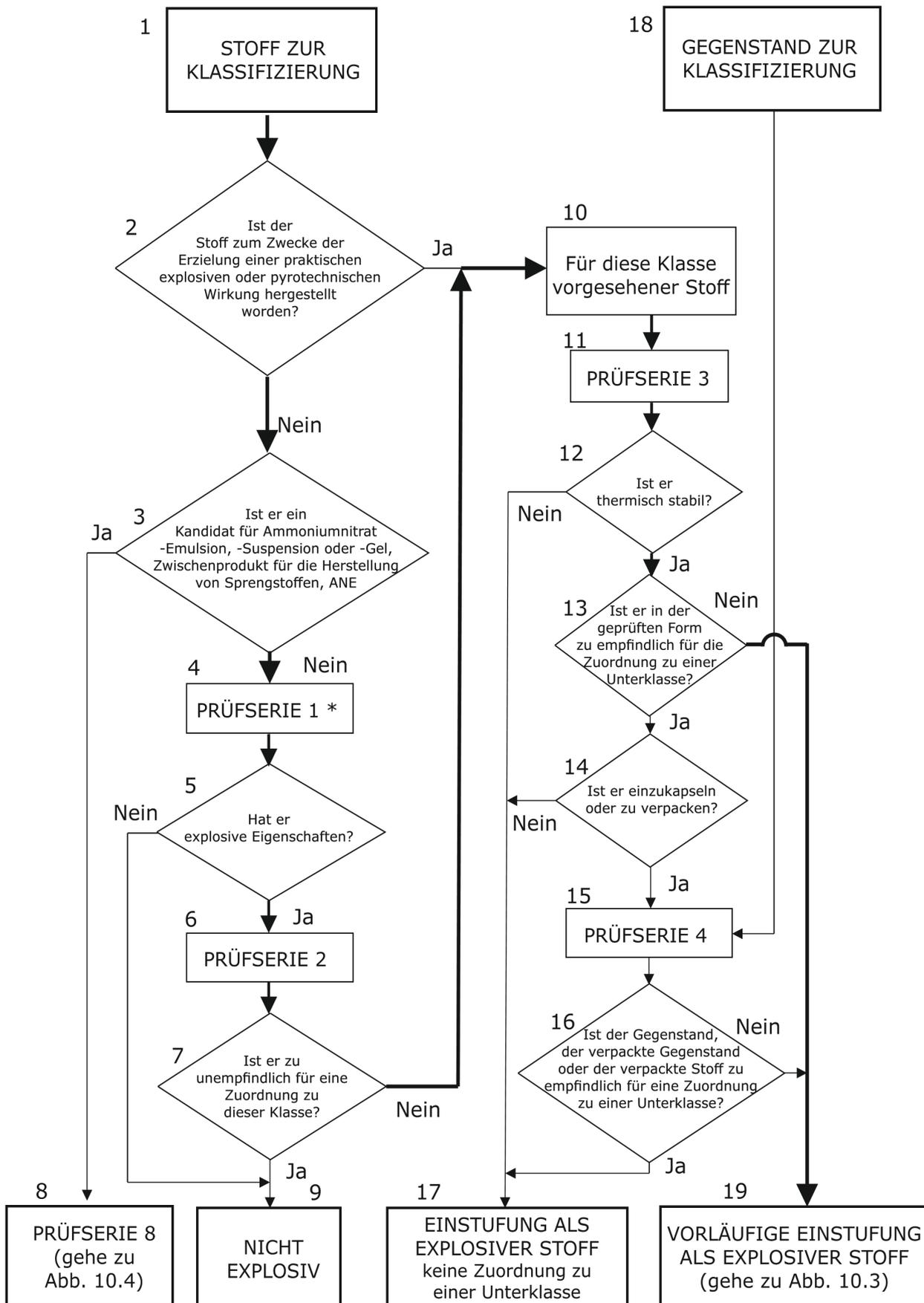


Abbildung 10.7 (c): Ergebnisse des Verfahrens zur Zuordnung zu einer Unterklasse der Klasse explosive Stoffe (Abbildung 10.3) Xylolmoschus

| | | |
|-----------|--|--|
| 1. | Kästchen 26: | Kommt der Stoff für die Unterklasse 1.5 in Betracht? |
| 1.1 | Antwort: | Nein |
| 1.2 | Ergebnis: | Der Stoff ist zu verpacken (Kästchen 30) |
| 1.3 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 31 |
| 2. | Kästchen 31: | Prüfserie 6 |
| 2.1 | Zündwirkung in der Verpackung: | Prüfung 6 (a) mit Zünder |
| 2.2 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur, 50 kg Fass aus Pappe |
| 2.3 | Beobachtungen: | Nur örtlich begrenzte Zersetzung um den Zünder herum |
| 2.4 | Beobachtungen: | Keine bemerkenswerte Reaktion |
| 2.5 | Zündwirkung in der Verpackung: | Prüfung 6 (a) mit Anzünder |
| 2.6 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur, 50 kg Fass aus Pappe |
| 2.7 | Beobachtungen: | Nur örtlich begrenzte Zersetzung um den Anzünder herum |
| 2.8 | Ergebnis: | Keine Bemerkenswerte Reaktion |
| 2.9 | Zündwirkung von einem Packstück auf ein anderes: | Prüfung 6 (b) nicht erforderlich, da kein Effekt außerhalb der Packstücke in den 6 (a) Prüfungen. |
| 2.10 | Wirkung eines Außenbrandes: | Prüfung 6 (c) |
| 2.11 | Probenbedingungen: | 3 × 50 kg Fässer aus Pappe auf einem Stahlrost über Holzlatten |
| 2.12 | Beobachtungen: | Nur langsamer Abbrand mit schwarzem Rauch |
| 2.13 | Ergebnis: | Keine Wirkung, welche die Brandbekämpfung behindern würde |
| 2.14 | Ausgang: | Gehen zu Kästchen 32 |
| 3. | Kästchen 32: | Ist das Ergebnis eine Massenexplosion? |
| 3.1 | Antwort aus Prüfserie 6: | Nein |
| 3.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 33 |
| 4. | Kästchen 33: | Ist Hauptgefahr die von gefährlichen Wurfteilen? |
| 4.1 | Antwort aus Prüfserie 6: | Nein |
| 4.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 34 |
| 5. | Kästchen 34: | Besteht die Hauptgefahr in der Wärmestrahlung und/oder heftigem Abbrand, ohne gefährliche Druckstoß- oder Wurfteilewirkung |
| 5.1 | Antwort aus Prüfserie 6: | Nein |
| 5.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 35 |

| | | |
|-----------|---------------------------|--|
| 6. | Kästchen 35: | Behindert die Gefahr die Brandbekämpfung in unmittelbarer Nähe |
| 6.1 | Antwort aus Prüfsreihe 6: | Nein |
| 6.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 36 |
| 7. | Kästchen 36: | Trifft Sondervorschrift 347 zu? |
| 7.1 | Antwort: | Nein |
| 7.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 38 |
| 8. | Kästchen 38: | Ist der Stoff oder Gegenstand zum Zwecke der Erzielung einer praktischen explosiven oder pyrotechnischen Wirkung hergestellt worden? |
| 8.1 | Antwort: | Nein |
| 8.2 | Ausgang: | Gehe zu Kästchen 24 |
| 9. | Schlussfolgerung: | Kein explosiver Stoff |
| 9.1 | Ausgang: | Eine andere Klasse/Unterklasse in Erwägung ziehen. |

Abbildung 10.7 (d): Fließschema für den Ausschluss von Xylolmoschus von der Klasse explosive Stoffe

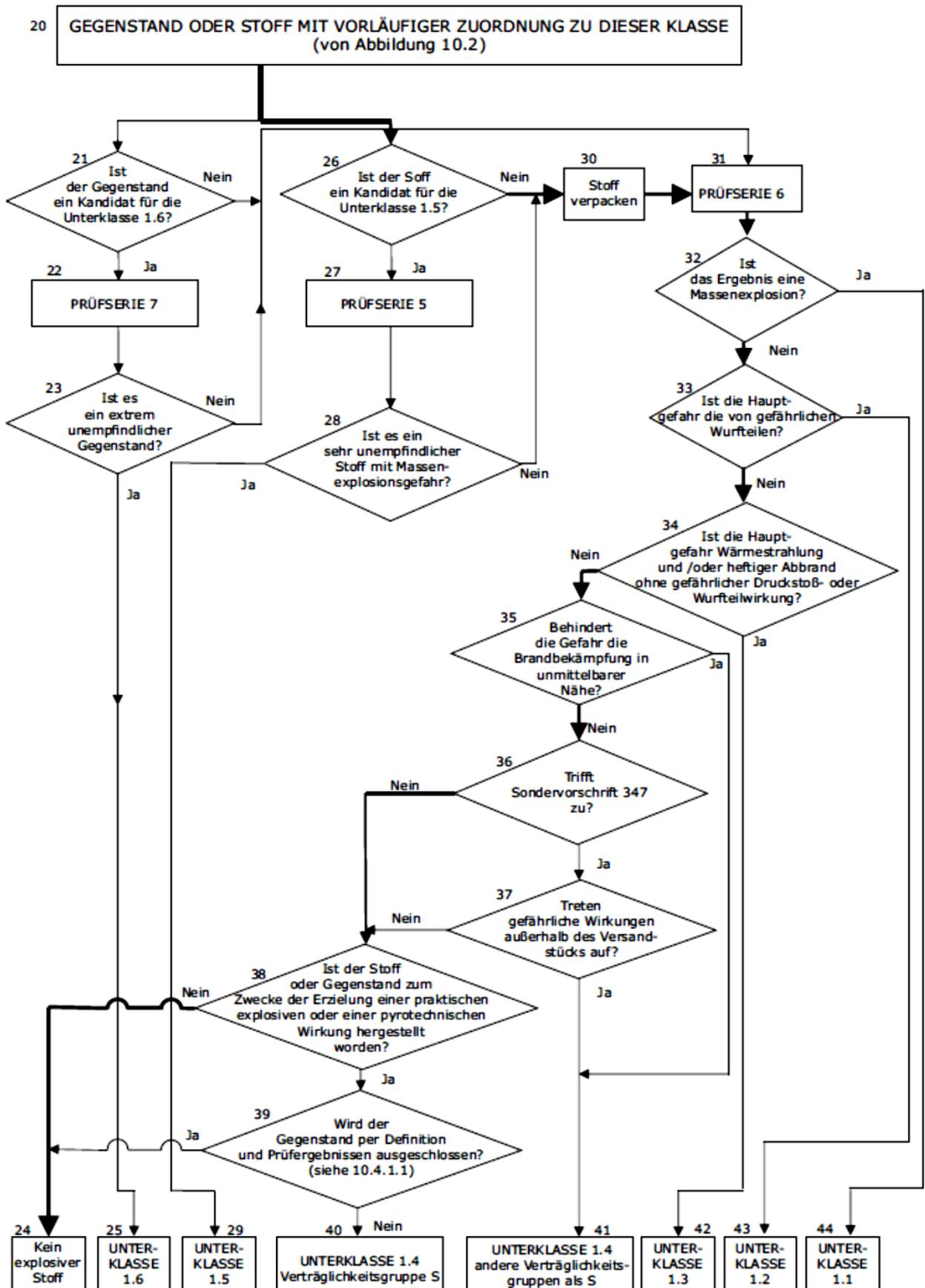


Abbildung 10.8: PROFORMA-BEISPIEL FÜR EINEN PRÜFBERICHT FÜR GEGENSTÄNDE

| | | | | | |
|---------------|--|---------------|--|-------------------|--|
| Prüfverfahren | | Berichtsdatum | | Referenznummer | |
| Produktname | | Los Nr. | | Herstellungsdatum | |

AUFBAU UND INHALT (Zeichnungen beifügen)

VERPACKUNG (wenn vorhanden)

VORBEHANDLUNG ODER KONDITIONIERUNG (soweit geschehen)

PRÜFANORDNUNG (einschließlich aller Variationen oder Abweichungen von den im Handbuch beschriebenen Prüfverfahren)

PRÜFBEDINGUNGEN

Umgebungstemperatur:

°C

Relative Feuchte:

%

BEOBACHTUNGEN

PRÜFERGEBNIS

SCHLUSSFOLGERUNG

ABSCHNITT 11

PRÜFSERIE 1

11.1 Einleitung

11.1.1 Die Frage „Handelt es sich um einen explosiven Stoff?“ (Kästchen 5 der Abbildung 10.2) wird auf der Grundlage der Ergebnisse von drei Arten von Prüfungen zur Beurteilung möglicher explosiver Wirkungen beantwortet. Die Frage in Kästchen 4 wird mit „ja“ beantwortet, wenn in irgendeiner der drei Prüfarten ein „+“ erzielt wird.

11.2 Prüfverfahren

Die Prüfserie 1 umfasst drei Prüfarten:

Prüfart 1 (a): zur Bestimmung der Weiterleitung einer Detonation;

Prüfart 1 (b): zur Bestimmung der Wirkung beim Erwärmen unter Einschluss; und

Prüfart 1 (c): zur Bestimmung der Wirkung bei Anzündung unter Einschluss.

Die gegenwärtig zu benutzenden Prüfverfahren sind in Tabelle 11.1 aufgeführt.

Tabelle 11.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE 1

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------------|---------------------------------|-----------|
| 1 (a) | UN Gap-Prüfung ^a | 11.4.1 |
| 1 (b) | Koenen-Prüfung ^a | 11.5.1 |
| 1 (c) (i) | Druck/Zeit-Prüfung ^a | 11.6.1 |
| 1 (c) (ii) | Innenanzündprüfung | 11.6.2 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

11.3 Prüfbedingungen

11.3.1 Da die Schüttdichte des Stoffes einen großen Einfluss auf die Ergebnisse des Prüfverfahrens 1 (a) hat, muss sie stets erfasst werden. Die Schüttdichte von festen Stoffen ist durch die Bestimmung des Rohrvolumens und der Probenmasse zu ermitteln (Füllichte).

11.3.2 Kann eine Mischung sich entmischen, ist die Prüfung so durchzuführen, dass die Sprengkapsel mit dem potenziell explosivsten Teil in Kontakt ist, falls bekannt.

11.3.3 Die Prüfungen sind bei Umgebungstemperatur durchzuführen, es sei denn, der Stoff wird voraussichtlich Bedingungen ausgesetzt, bei denen sich der physikalische Zustand oder die Dichte ändern können.

11.3.4 Ist ein flüssiger Stoff für die Verpackung in Tankcontainern oder in Großpackmitteln (IBC) mit einer Kapazität vorgesehen, die 450 l überschreitet, ist eine kavitierte Version der Prüfart 1 (a) durchzuführen (siehe Sondervorschrift 26 des Kapitels 3.3 der Modellvorschriften).

11.3.5 Für organische Stoffe und Mischungen von organischen Stoffen, die eine Zersetzungsenergie von 800 J/g oder mehr haben, muss das Prüfverfahren 1 (a) nicht durchgeführt werden, wenn in der ballistischen Mörser Mk.IIIId-Prüfung (F.1) oder der ballistischen Mörserprüfung (F.2) oder der BAM Trauzl-Prüfung (F.3) bei Initiierung mit einem Standarddetonator Nr. 8 (siehe Anhang 1) das Ergebnis „Nein“ ist. In diesem Fall gilt das Ergebnis des Prüfverfahrens 1 (a) als mit „-“ bewertet. Wenn das Ergebnis der F.1- oder F.2- oder F.3-Prüfung „niedrig“ oder „nicht niedrig“ ist, gilt das Ergebnis des Prüfverfahrens 1 (a) als mit „+“ bewertet. In diesem Fall kann nur über die Durchführung des Prüfverfahrens 1 (a) eine „-“ Bewertung erlangt werden.

11.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 1 Prüfmart (a)

11.4.1 Prüfung 1 (a): UN Gap-Prüfung

11.4.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Fähigkeit eines Stoffes, unter Einschluss in einem Stahlrohr eine Detonation weiterzuleiten, zu bestimmen, indem man diesen der Detonation einer Verstärkungsladung aussetzt.

11.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

11.4.1.2.1 Feste Stoffe

Das Prüfgerät für feste Stoffe ist in Abbildung 11.4.1.1 wiedergegeben. Die Prüfprobe ist in einem kalt gezogenen, nahtlosen Stahlrohr mit einem Außendurchmesser von $48 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$, einer Wanddicke von $4,0 \text{ mm}$ und einer Länge von $400 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$ enthalten. Kann der Prüfstoff mit Stahl reagieren, kann dessen Innenseite mit einem Fluorkohlenwasserstoffharz überzogen werden. Der Boden des Rohres ist eine Plastikfolie, die fest über den Boden gezogen (so dass sie plastisch verformt wird) und fest am Platz gehalten wird, verschlossen. Die Plastikfolie soll mit der zu prüfenden Substanz verträglich sein. Die Verstärkungsladung besteht aus 160 g RDX/Wachs (95/5) oder PETN/TNT, mit mindestens 50 % PETN in der Mischung, mit einem Durchmesser von $50 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ und einer Dichte von $1600 \text{ kg/m}^3 \pm 50 \text{ kg/m}^3$. Die Ladungen können in einem oder mehreren Stücken gepresst werden, solange die gesamte Ladung innerhalb der Spezifizierungen ist. Die PETN/TNT-Ladung wird gegossen. Eine Nachweisplatte aus unlegiertem Stahl, $150 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$ im Quadrat und $3,2 \text{ mm}$ dick, wird auf das obere Ende des Stahlrohres gelegt und von diesem durch $1,6 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ dicke Abstandhalter getrennt.

11.4.1.2.2 Flüssige Stoffe

Das Prüfgerät für flüssige Stoffe ist das gleiche wie das für feste Stoffe. Wird eine kavitierte Version der Prüfung durchgeführt (siehe 11.3.4), kann eine der in Anhang 3 aufgeführten Methoden angewendet werden.

11.4.1.3 *Prüfverfahren*

11.4.1.3.1 Die Probe wird vom oberen Ende in das Rohr eingefüllt. Feste Stoffe werden mit einer Dichte eingefüllt, wie sie sich beim Aufstoßen des Rohres ergibt, bis eine weitere Verdichtung nicht mehr wahrnehmbar ist (Füll-dichte). Die Probenmasse wird bestimmt und, bei festen Stoffen, die Füll-dichte unter Verwendung des gemessenen Innenvolumens des Rohres errechnet.

11.4.1.3.2 Das Rohr wird in vertikaler Position und die Verstärkungsladung in direktem Kontakt mit der Folie, welche den Boden des Rohres verschließt, platziert. An die Verstärkungsladung wird ein Detonator angelegt und gezündet. Zwei Prüfungen sind durchzuführen, es sei denn, eine Detonation des Stoffes wird beobachtet.

11.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Die Prüfergebnisse werden auf Grundlage der Zerlegungsart des Rohres oder danach, ob ein Loch durch die Nachweisplatte gestanzt ist, bewertet. Die Prüfung mit der strengsten Bewertung ist für die Klassifizierung zu verwenden. Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff als eine Detonation weiterleitend angesehen, wenn:

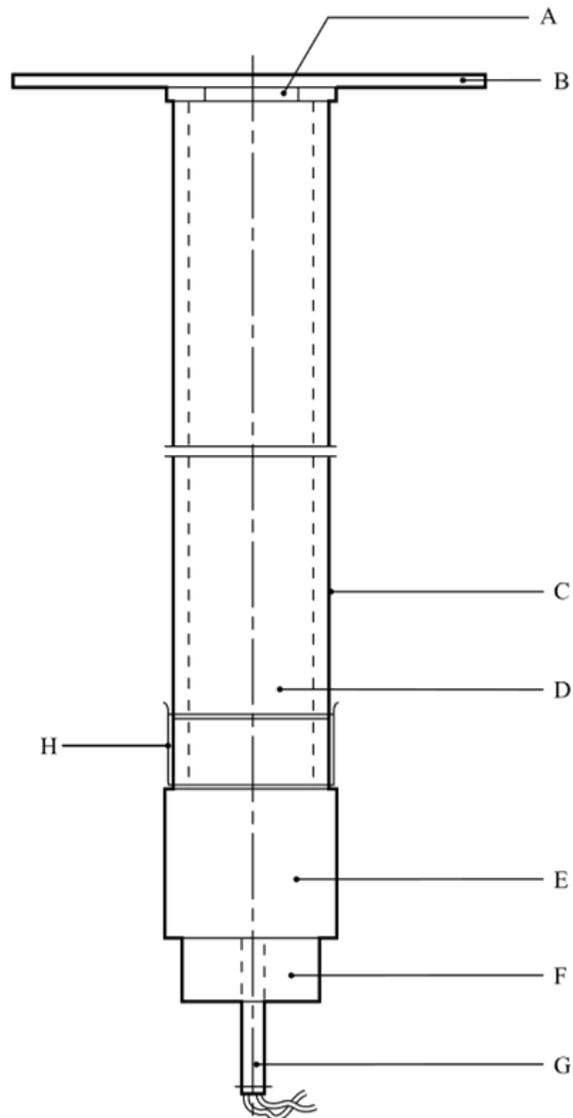
- (a) das Rohr vollständig in Splitter zerlegt ist; oder
- (b) ein Loch durch die Nachweisplatte gestanzt ist.

Jedes andere Ergebnis wird mit „-“ bewertet und es wird festgestellt, dass der Stoff nicht zur Weiterleitung einer Detonation fähig ist.

11.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Füllichte (kg/m³) | Zerstörungs- länge (cm) | Nachweis- platte | Ergebnis |
|--------------------------------|---|------------------------------------|-----------------------------|-----------------|
| Ammoniumnitrat, Prills | 800 | 40 | Gewölbt | + |
| Ammoniumnitrat, 200 µm | 540 | 40 | Gelocht | + |
| Ammoniumnitrat/Heizöl, 94/6 | 880 | 40 | Gelocht | + |
| Ammoniumperchlorat, 200 µm | 1190 | 40 | Gelocht | + |
| Nitromethan | 1130 | 40 | Gelocht | + |
| Nitromethan/Methanol, 55/45 | 970 | 20 | Gewölbt | - |
| PETN/Lactose, 20/80 | 880 | 40 | Gelocht | + |
| PETN/Lactose, 10/90 | 830 | 17 | Unbeschädigt | - |
| TNT, gegossen | 1510 | 40 | Gelocht | + |
| TNT, geschuppt | 710 | 40 | Gelocht | + |
| Wasser | 1000 | < 40 | Gewölbt | - |

Abbildung 11.4.1.1: UN GAP-PRÜFUNG



-
- | | | | |
|-----|--|-----|-------------------------|
| (A) | Abstandhalter | (B) | Nachweisplatte |
| (C) | Stahlrohr | (D) | zu untersuchender Stoff |
| (E) | RDX/Wachs oder PETN/TNT- Verstärkungsladung | (F) | Sprengkapselhalter |
| (G) | Sprengkapsel | (H) | Folie |
-

11.5 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 1 Prüfmart (b)

11.5.1 Prüfung 1 (b): Koenen-Prüfung

11.5.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit von festen und flüssigen Stoffen gegenüber intensiver Wärmeeinwirkung unter starkem Einschluss zu bestimmen.

11.5.1.2 Prüfgeräte und Materialien

11.5.1.2.1 Das Prüfgerät besteht aus einer nicht wieder verwendbaren Stahlhülse mit wieder verwendbarer Verschraubung, eingesetzt in eine Erwärmungs- und Schutzvorrichtung. Die Hülse ist durch Tiefziehen aus Stahlblech mit der Spezifikation DC04 (EN 10027-1) oder gleichwertig A620 (AISI/SAE/ASTM) oder gleichwertig SPEN (JIS G 3141) hergestellt. Die Abmessungen sind in Abbildung 11.5.1.1 angegeben. Das offene Ende der Hülse ist mit einem Flansch versehen. Die Verschlussplatte mit einer Öffnung, durch die die Zersetzungsgase des zu prüfenden Stoffes entweichen, ist aus warmfestem Chromstahl und mit den Lochdurchmessern 1,0 – 1,5 – 2,0 – 2,5 – 3,0 – 5,0 – 8,0 – 12,0 – 20,0 mm verfügbar. Die Abmessungen des Gewinderinges und der Mutter (Verschraubung) sind in Abbildung 11.5.1.1 wiedergegeben.

Für die Qualitätskontrolle der Stahlhülsen wird 1 % der Hülsen aus jeder Produktionscharge einer Qualitätskontrolle unterzogen und die folgenden Daten werden überprüft:

- (a) Die Masse der Hülsen soll $26,5 \text{ g} \pm 1,5 \text{ g}$ betragen, Hülsen, die in einer Prüfreihe verwendet werden, sollen sich in der Masse um nicht mehr als 1 g unterscheiden;
- (b) die Länge der Hülsen soll $75 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ betragen;
- (c) die Wanddicke der Hülsen, in 20 mm Höhe über dem Hülsenboden gemessen, soll $0,5 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ betragen; und
- (d) der Berstdruck, bestimmt bei quasi-statischer Belastung durch eine nicht komprimierbare Flüssigkeit, soll $29 \text{ MPa} \pm 4 \text{ MPa}$ betragen.

11.5.1.2.2 Die Erwärmung erfolgt mit Propan, das aus einer Gasflasche mit Druckregler über einen Durchflussmesser und einen Verteiler vier Brennern zugeführt wird. Andere Brenngase können verwendet werden, vorausgesetzt, die festgelegte Heizrate wird erreicht. Der Gasdruck wird so reguliert, dass er eine Heizrate von $3,3 \text{ K/s} \pm 0,3 \text{ K/s}$ ergibt, wenn mit dem Kalibrierverfahren gemessen wird. Die Kalibrierung beinhaltet das Erwärmen einer Stahlhülse, gefüllt mit 27 cm^3 eines Silikonöls mit einer Dichte von $0,96 \text{ g/cm}^3 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ bei 20 °C und einer Wärmekapazität von $1,46 \text{ J/gK} \pm 0,02 \text{ J/gK}$ bei 25 °C , die mit einer Düsenplatte mit einem Düsendurchmesser von 1,5 mm verschlossen ist. Die Zeit, die die Temperatur des flüssigen Stoffes (gemessen mit einem Thermoelement von 1 mm Durchmesser, das mittig und 43 mm unterhalb des Randes der Stahlhülse platziert wird) benötigt, um von 135 °C auf 285 °C anzusteigen, wird registriert und die Heizrate ausgerechnet.

11.5.1.2.3 Da die Stahlhülse während der Prüfung zerstört werden kann, wird die Erwärmung in einem geschweißten Schutzkasten vorgenommen, dessen Bauart und Abmessungen in Abbildung 11.5.1.2 angegeben sind. Die Stahlhülse wird zwischen zwei Stäben aufgehängt, die durch in die gegenüberliegenden Wände des Schutzkastens gebohrte Löcher geführt sind. Die Anordnung der Brenner ist in Abbildung 11.5.1.2 wiedergegeben. Die Brenner werden mit einer Anzündflamme oder einer elektrischen Anzündeinrichtung gleichzeitig angezündet. **Das Prüfgerät wird in einer geschützten Umgebung platziert.** Maßnahmen sind zu treffen, um sicherzustellen, dass die Brennerflammen nicht von störenden Luftströmen beeinträchtigt werden. Für das Absaugen jeglicher während der Prüfung entstehender Gase und des Rauches ist Vorsorge zu treffen.

11.5.1.3 Prüfverfahren

11.5.1.3.1 Normalerweise werden Stoffe im Anlieferungszustand geprüft, obwohl es in bestimmten Fällen notwendig sein kann, den Stoff in zerkleinertem Zustand zu prüfen. Bei festen Stoffen wird die bei jeder Prüfung zu verwendende Materialmasse unter Anwendung eines zweistufigen Probelaufes zur Befüllung bestimmt. Im ersten Probelauf wird eine tarierte Stahlhülse mit 9 cm^3 des Stoffes gefüllt und der Stoff mit einer auf den gesamten Rohrquerschnitt bezogenen Kraft von 80 N angedrückt¹. Ist das Material komprimierbar, wird mehr hinzugefügt und gedrückt, bis die Stahlhülse bis 55 mm vom oberen Ende gefüllt ist. Die Masse, die benötigt wird, um die Stahlhülse bis zu einem 55-mm -Niveau zu füllen, wird bestimmt, und zwei weitere Teilmengen, die mit einer Kraft von 80 N angedrückt werden, werden hinzugefügt. Dann wird entweder weiter Material unter Andrücken hinzugefügt oder soweit wie nötig herausgenommen, um die Stahlhülse mit einem Füllniveau von 15 mm bis zum oberen Ende zu füllen.

Ein zweiter Probelauf wird durchgeführt, beginnend mit einer angedrückten Teilmenge eines Drittels der im ersten Probelauf ermittelten Gesamtmenge. Zwei weitere Teilmengen werden mit einer Kraft von 80 N angedrückt und das Niveau des Stoffes in der Stahlhülse je nach Erfordernis durch Hinzufügen oder Wegnehmen von Stoff auf 15 mm vom oberen Ende entfernt eingestellt. Die im zweiten Probelauf bestimmte Stoffmenge wird für die jeweiligen Versuche eingesetzt, wobei die Gesamtmenge in drei gleiche Teilmengen aufgeteilt wird, die nacheinander eingefüllt und jede auf 9 cm^3 zusammengepresst wird. Diese Vorgehensweise kann durch die Verwendung von Abstandsringen erleichtert werden. Flüssige und gelförmige Stoffe werden bis zu einer Höhe von 60 mm in die Stahlhülse eingefüllt. Besonders bei gelförmigen Stoffen ist darauf zu achten, dass Hohlräume vermieden werden. Der Gewinding wird von unten über die Hülse gestreift, die entsprechende Düsenplatte eingesetzt und die Mutter von Hand festgezogen, nachdem etwas Gleitmittel auf Molybdändisulfid-Basis (MoS_2 -Basis) aufgetragen wurde. Es ist wichtig, darauf zu achten, dass kein Stoff zwischen den Hülsenflansch und die Düsenplatte oder in die Gewindegänge gelangt.

11.5.1.3.2 Für Düsenplatten mit einer Öffnung von $1,0 \text{ mm}$ bis $8,0 \text{ mm}$ Durchmesser sind Muttern mit einer Öffnung von $10,0 \text{ mm}$ Durchmesser zu verwenden; wenn der Durchmesser der Öffnung über $8,0 \text{ mm}$ Durchmesser liegt, muss der Durchmesser der Öffnung der Muttern 20 mm betragen. Jede Stahlhülse wird für nur einen Versuch

¹ **Aus Sicherheitsgründen, z. B. wenn der Stoff reibempfindlich ist, braucht er nicht angedrückt zu werden.** In Fällen, in denen die physikalische Form der Probe sich durch Komprimierung verändern kann oder das Komprimieren der Probe nicht den Einsatzbedingungen entspricht, z. B. bei faserigen Materialien, können geeignete Einfüllverfahren angewendet werden.

verwendet. Die Düsenplatten, die Gewinderinge und die Muttern können wiederverwendet werden, vorausgesetzt, sie sind unbeschädigt.

11.5.1.3.3 Die Hülse wird in einen fest montierten Schraubstock eingesetzt und die Mutter mit einem Schraubenschlüssel festgezogen. Die Stahlhülse wird danach zwischen zwei Stäben im Schutzkasten aufgehängt. Der Prüfbereich wird von allen Personen verlassen, die Gaszufuhr aufgedreht und die Brenner angezündet. Die Zeit bis zum Reaktionseintritt und die Dauer der Reaktion können zusätzliche Informationen, die nützlich für die Ergebnisauswertung sind, liefern. Wenn kein Aufreißen der Hülse auftritt, ist die Erwärmung für wenigstens fünf Minuten fortzusetzen, bevor der Versuch beendet wird. Nach jedem Versuch sind die Teile der Stahlhülse, soweit vorhanden, einzusammeln und zu wiegen.

11.5.1.3.4 Folgende Zerlegungsarten werden unterschieden:

- „0*1“: Stahlhülse unverändert;
- „A“: Stahlhülsenboden aufgebeult;
- „B“: Stahlhülsenboden und -wandung aufgebeult;
- „C“: Stahlhülsenboden ab-/aufgerissen;
- „D“: Wand der Stahlhülse aufgerissen;
- „E“: Stahlhülse in zwei² Teile zerlegt;
- „F“: Stahlhülse in drei² oder mehr, hauptsächlich große Teile zerlegt, die in einigen Fällen durch einen schmalen Streifen miteinander verbunden sein können;
- „G“: Stahlhülse in viele, hauptsächlich kleine Teile zerlegt, Verschraubung unbeschädigt; und
- „H“: Stahlhülse in viele, sehr kleine Teile zerlegt, Verschraubung aufgeweitet oder zerlegt.

Beispiele für die Zerlegungsarten „D“, „E“ und „F“ werden in Abbildung 11.5.1.3 gezeigt. Wenn ein Versuchsergebnis einer der Zerlegungsarten „0“ bis „E“ entspricht, wird das Ergebnis als „keine Explosion“ bezeichnet. Wenn ein Versuch der Zerlegungsart „F“, „G“ oder „H“ entspricht, wird das Ergebnis als „Explosion“ bezeichnet.

11.5.1.3.5 Die Versuchsreihe wird mit einem Einzelversuch unter Verwendung einer 20-mm-Düsenplatte gestartet. Wenn bei diesem Versuch das Ergebnis „Explosion“ beobachtet wird, wird die Reihe mit Versuchen unter Verwendung von Stahlhülsen ohne Düsenplatten und Muttern, aber mit Gewinderingen (24-mm-Öffnung) fortgesetzt. Wenn bei 20 mm „keine Explosion“ erfolgt, wird die Serie mit Einzelversuchen mit Düsenplatten mit folgenden Öffnungen: 12,0 – 8,0 – 5,0 – 3,0 – 2,0 – 1,5 und schließlich 1,0 mm fortgesetzt, bis man bei einem dieser Durchmesser das Ergebnis „Explosion“ erhält. Nun werden Versuche mit größer werdenden Durchmessern, entsprechend der in 11.5.1.2.1 gegebenen Abfolge, durchgeführt, bis in drei Prüfungen gleichen Niveaus nur negative Ergebnisse erzielt werden. Der Grenzdurchmesser für einen Stoff ist der größte Durchmesser der Düsenöffnung, bei dem das Ergebnis „Explosion“ erzielt wird. Wenn keine „Explosion“ bei einem Durchmesser von 1,0 mm erzielt wird, wird der Grenzdurchmesser als „kleiner als 1,0 mm“ aufgeschrieben.

*1 „0“ (im englischen Text) ist hier durch „0“ entsprechend der ursprünglichen deutschen Beschreibung der Prüfmethode ersetzt.

² Der obere Teil der Stahlhülse, der in der Verschraubung verbleibt, zählt als ein Teil.

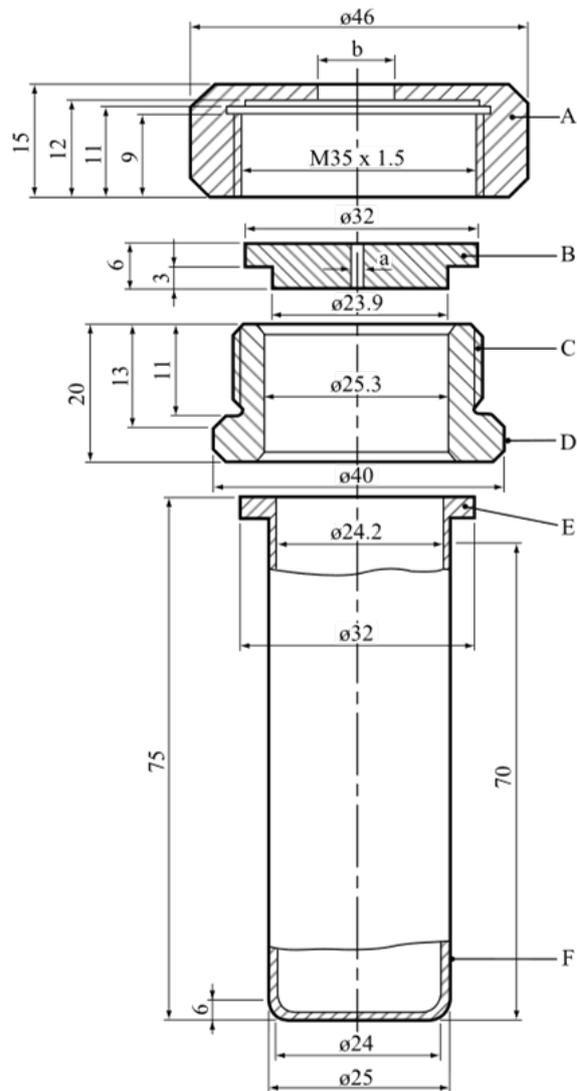
11.5.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Das Ergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff zeigt bei Erwärmung unter Einschluss eine Wirkung, wenn der Grenzdurchmesser 1,0 mm oder mehr beträgt. Das Ergebnis wird „-“ bewertet und der Stoff zeigt keine Wirkung bei Erwärmung unter Einschluss, wenn der Grenzdurchmesser kleiner als 1,0 mm ist.

11.5.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Grenzdurchmesser (mm) | Ergebnis |
|--|----------------------------------|-----------------|
| Ammoniumnitrat (kristallin) | 1,0 | + |
| Ammoniumnitrat (Prills hoher Dichte) | 1,0 | + |
| Ammoniumnitrat (Prills niedriger Dichte) | 1,0 | + |
| Ammoniumperchlorat | 3,0 | + |
| 1,3-Dinitrobenzol (kristallin) | < 1,0 | - |
| 2,4-Dinitrotoluol (kristallin) | < 1,0 | - |
| Guanidinnitrat (kristallin) | 1,5 | + |
| Nitroguanidin (kristallin) | 1,0 | + |
| Nitromethan | < 1,0 | - |
| Harnstoffnitrat (kristallin) | < 1,0 | - |

Abbildung 11.5.1.1: AUFBAU DER PRÜFHÜLSE



- | | | | |
|-----|---|-----|--|
| (A) | Mutter ($b = 10,0$ oder $20,0$ mm) mit Flächen für Schraubenschlüssel Größe 41 | (B) | Düsenplatte ($a = 1,0$ bis $20,0$ mm Durchmesser) |
| (C) | Gewinding | (D) | Flächen für Schraubenschlüssel Größe 36 |
| (E) | Hülsenflansch | (F) | Stahlhülse |

Abbildung 11.5.1.2: ERWÄRMUNG- UND SCHUTZVORRICHTUNG

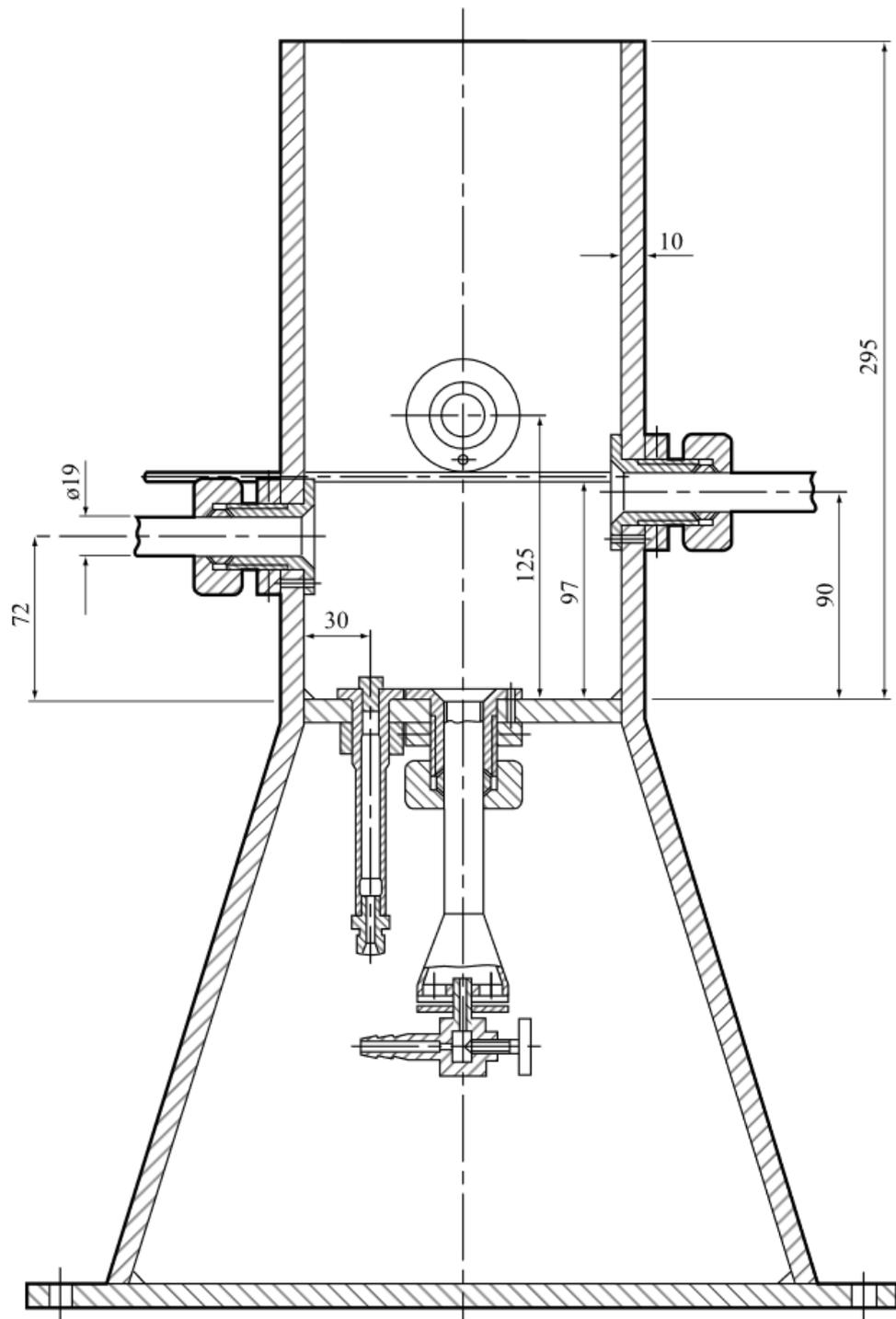
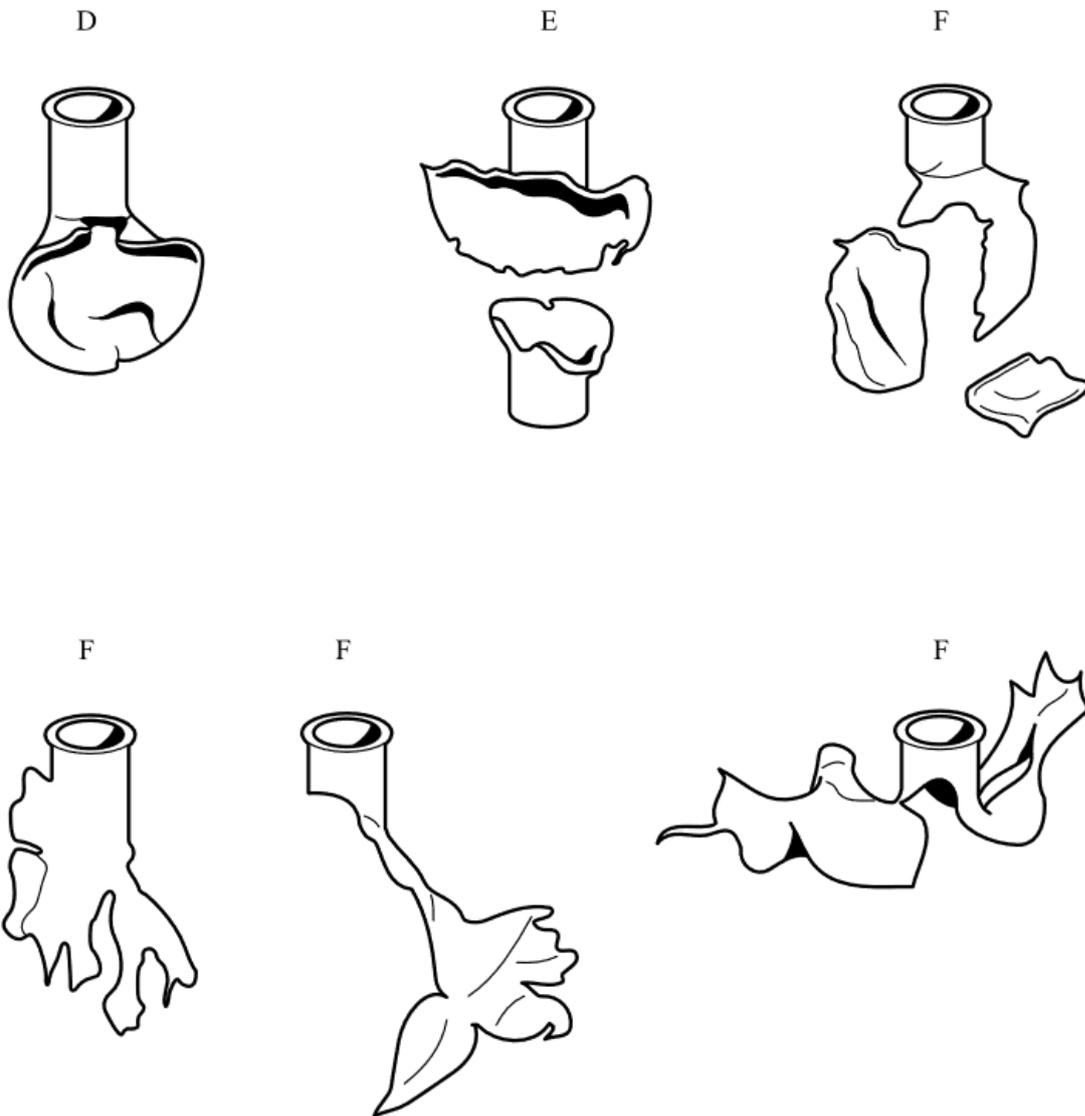


Abbildung 11.5.1.3: BEISPIEL FÜR ZERLEGUNGSARTEN D, E UND F



11.6 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfsreihe 1 Prüfmethode (c)

11.6.1 Prüfung 1 (c) (i): Druck/Zeit-Prüfung

11.6.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet zur Untersuchung der Wirkung der Anzündung des unter Einschluss befindlichen Stoffes³, um festzustellen, inwieweit eine Anzündung bei Drücken, wie sie in normalen handelsüblichen Versandstücken auftreten können, zu einer mit explosiver Heftigkeit ablaufenden Deflagration führt.

11.6.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

11.6.1.2.1 Die Druck/Zeit-Bombe (Abbildung 11.6.1.1) besteht aus einem zylindrischen Druckgefäß aus Stahl mit einer Länge von 89 mm und einem Außendurchmesser von 60 mm. Auf gegenüberliegenden Seiten sind (unter Reduzierung des Gefäßquerschnitts auf 50 mm) zwei Flachseiten angefräst, um ein Einspannen des Gefäßes während des Einbaus des Anzünd- und des Entlastungsstopfen zu ermöglichen. Das zylindrische Druckgefäß hat eine Innenbohrung von 20 mm Durchmesser. Die Bohrung ist an beiden Enden über eine Tiefe von 19 mm aufgeweitet, um ein Gewinde mit der Größe 1" BSP (British standard pipe thread) aufzunehmen. Seitlich des aufrechtstehenden Zylinders wird 35 mm von einem Ende entfernt, ein Adapter für den Druckaufnehmer in Form eines Seitenarms so eingeschraubt, dass zwischen ihm und den gefrästen Seitenflächen ein Winkel von 90° gebildet wird. Der Sitz für den Seitenarm ist bis zu einer Tiefe von 12 mm aufgebohrt und mit einem 1/2"-BSP-Innengewinde zur Aufnahme des Gewindes versehen. Der Seitenarm trägt an einem Ende das korrespondierende Außengewinde zur Verschraubung. Zur Gewährleistung eines gasdichten Abschlusses wird eine Unterlegscheibe verwendet. Der eingeschraubte Seitenarm hat eine Länge von 55 mm außerhalb des zylindrischen Druckgefäßes. Der Seitenarm besitzt eine durchgängige Bohrung von 6 mm Durchmesser. Das nicht im Druckgefäß eingeschraubte Ende des Seitenarms ist aufgebohrt und mit einem Innengewinde zur Aufnahme eines geeigneten Druckaufnehmers versehen. Jede Druckmesseinrichtung kann verwendet werden, vorausgesetzt, dass sie durch die heißen Gase oder Zersetzungsprodukte nicht beeinträchtigt wird und in der Lage ist, auf einen Druckanstieg von 690 kPa auf 2070 kPa in höchstens 5 ms zu reagieren.

11.6.1.2.2 Das vom Seitenarm am weitesten entfernte Ende des Druckgefäßes wird mit einem Anzündstopfen verschlossen, der zwei Elektroden aufweist. Dabei ist eine Elektrode gegenüber dem Anzündstopfen isoliert und die andere mit dem Anzündstopfen leitend verbunden ist. Das gegenüberliegende Ende des Druckgefäßes ist mit einer 0,2 mm dicken Aluminium-Berstscheibe (Berstdruck ca. 2200 kPa) verschlossen und wird durch einen Verschlussstopfen, der eine 20-mm-Bohrung aufweist, fixiert. Um eine gute Abdichtung zu gewährleisten, werden beide Stopfen mit einer Weichbleidichtung oder einer Dichtung aus einem geeigneten formbaren Material (z. B. Polyoxymethylen) versehen. Eine Haltevorrichtung (Abbildung 11.6.1.2) hält die Apparatur während ihrer Verwendung in der richtigen Position. Sie besteht aus einer 235 mm x 184 mm x 6 mm großen Grundplatte aus unlegiertem Stahl und einem 185 mm langen Vierkantrohr mit einem quadratischen Querschnitt von 70 mm x 70 mm x 4 mm (Quadrat-Hohlprofil).

³ Wenn thermisch stabile energetische flüssige Stoffe geprüft werden, wie Nitromethan (UN 1261), können unterschiedliche Ergebnisse erzielt werden, da der Stoff zwei Druckmaxima haben kann.

11.6.1.2.3 An zwei sich gegenüberliegenden Seiten des Quadrat-Hohlprofils wird an einem Ende jeweils ein Teil so eingeschnitten, dass eine Form mit zwei flachseitigen Beinen, die einen 86 mm langen Hohlkörper mit quadratischem Querschnitt tragen, entsteht. Die Enden dieser flachen Seitenbeine werden so abgeschnitten, dass die Haltevorrichtung mit der Horizontalen einen Winkel von 60° bildet. Sie sind an die Grundplatte angeschweißt.

11.6.1.2.4 Ein 22 mm breiter und 46 mm tiefer Schlitz wird in eine Seite des oberen Teils der Haltevorrichtung gefräst, so dass die Druck/Zeit-Bombe, wenn sie mit dem Anzündstopfen zuerst in die Halterung eingesetzt wird, mit ihrem Seitenarm in diesem Schlitz sitzt. Auf die untere Innenseite der Halterung wird ein 30 mm breiter und 6 mm dicker Streifen aus Flachstahl aufgeschweißt, der als Abstandhalter dient. Zwei in die gegenüberliegende Seite eingeschraubte 7-mm-Flügelschrauben halten die Druck/Zeit-Bombe fest in ihrer vorgesehenen Stellung. Zwei 12 mm breite Streifen aus 6 mm dickem Stahl, die am unteren Ende des Quadratprofils an den Seitenbeinen angeschweißt sind, stützen die Druck/Zeit-Bombe von unten.

11.6.1.2.5 Das Anzündsystem besteht aus einer elektrischen Anzündpille, wie sie üblicherweise in Niederspannungsdetonatoren Verwendung findet, und einem 13 mm x 13 mm großen, quadratischen Stück „primed cambric“. Anzündpillen mit gleichwertigen Eigenschaften können verwendet werden. „Primed cambric“ besteht aus Leinengewebe, das auf beiden Seiten mit einem pyrotechnischen Satz aus Kaliumnitrat/Silizium/schwefelfreiem Schwarzpulver beschichtet ist⁴.

11.6.1.2.6 Die Vorbereitung der Anzündapparatur für feste Stoffe beginnt mit der Trennung der Messingkontakte einer elektrischen Anzündpille von ihrem Isolator (siehe Abbildung 11.6.1.3). Der freigelegte Teil der Isolierung wird dann herausgeschnitten. Die Anzündpille wird unter Verwendung der Anschlüsse an den Elektroden des Anzündstopfens so befestigt, dass die Spitze der Anzündpille 13 mm oberhalb der Oberfläche des Anzündstopfens ist. Ein 13 mm x 13 mm großes Stück „primed cambric“ wird in der Mitte durchstoßen, über die befestigte Anzündpille gesteckt, zusammengerollt und mit einem dünnen Baumwollfaden zusammengebunden.

11.6.1.2.7 Für flüssige Proben werden Drähte an den Kontakten der Zündpille befestigt. Die Drähte werden dann durch ein 8 mm langes (5 mm Außendurchmesser und 1 mm Innendurchmesser) Silikongummirohr gezogen und das Rohr über die Anzündpillenkontakte geschoben, wie in Abbildung 11.6.1.4 wiedergegeben. Das „primed cambric“ wird dann um die Anzündpille gewickelt und ein Stück dünne PVC-Hülle oder Ähnliches wird verwendet, um das „primed cambric“ und das Silikongummirohr zu umhüllen. Die Hülle wird in der richtigen Lage durch einen straff um die Hülle und das Gummirohr gewickelten dünnen Draht dicht verschlossen. Die Drähte werden dann auf den Anschlüssen des Anzündstopfens so befestigt, dass die Spitze der Anzündpille sich 13 mm oberhalb der Oberfläche des Anzündstopfens befindet.

⁴ *Erhältlich von der nationalen Kontaktstelle für Prüfdetails im Vereinigten Königreich (siehe Anhang 4).*

11.6.1.3 Prüfverfahren

11.6.1.3.1 Die vollständig zusammengebaute Prüfapparatur mit Druckaufnehmer, jedoch ohne Aluminium-Berstscheibe, wird mit dem Anzündstopfen nach unten in die Haltevorrichtung eingesetzt. 5,0 g⁵ des Stoffes werden so in die Apparatur eingefüllt, dass er mit dem Anzündsystem in Berührung kommt. Normalerweise wird keine Verdichtung vorgenommen, es sei denn, leichtes Verdichten ist notwendig, um die 5,0 g der Probe in die Apparatur einfüllen zu können. Wenn es nicht möglich ist, die gesamte 5,0-g-Probe auch unter leichtem Aufstoßen in das Druckgefäß einzufüllen, wird so viel der Probe gezündet, wie unter voller Ausnutzung der Kapazität des Druckgefäßes eingefüllt werden kann. Die verwendete Probenmenge ist zu notieren. Der Bleidichtring und die Aluminium-Berstscheibe werden eingesetzt und der Haltestopfen wird fest angeschraubt. Die gefüllte Druckbombe wird mit der Berstscheibe nach oben in die Haltevorrichtung eingesetzt, die in einer geeigneten, verstärkten Rauchabzugsvorrichtung oder in einem geeigneten Prüfstand aufgestellt ist. Eine Zündmaschine wird mit den äußeren Kontakten des Anzündstopfens verbunden und die Ladung gezündet. Das Signal des Druckaufnehmers wird mit einem geeigneten Aufzeichnungssystem erfasst, welches sowohl die Auswertung als auch die dauerhafte Aufzeichnung des Druck/Zeit-Verlaufs erlaubt (z. B. Speicheroszilloskop in Verbindung mit einem Schreiber).

11.6.1.3.2 Die Prüfung wird dreimal durchgeführt. Die Zeit, in der der Druck von 690 kPa auf 2070 kPa Überdruck steigt, wird notiert. Der kürzeste Zeitwert ist für die Klassifizierung zu verwenden.

11.6.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Die Prüfergebnisse werden danach ausgewertet, ob ein Überdruck von 2070 kPa erreicht wird, und wenn dies der Fall ist, welche Zeitdauer für den Anstieg von 690 kPa auf 2070 kPa (Überdruck) benötigt wurde.

Das Ergebnis wird mit „+“ bewertet und der Stoff ist zur Deflagration fähig, wenn der höchste erreichbare Druck größer oder gleich 2070 kPa (Überdruck) ist. Das Ergebnis wird mit „-“ bewertet und der Stoff zeigt keine Anzeichen einer Deflagration, wenn der höchste erreichbare Druck in irgendeiner Prüfung kleiner als 2070 kPa (Überdruck) ist. Ein Versagen der Anzündung bedeutet nicht notwendigerweise, dass der Stoff keine explosiven Eigenschaften besitzt.

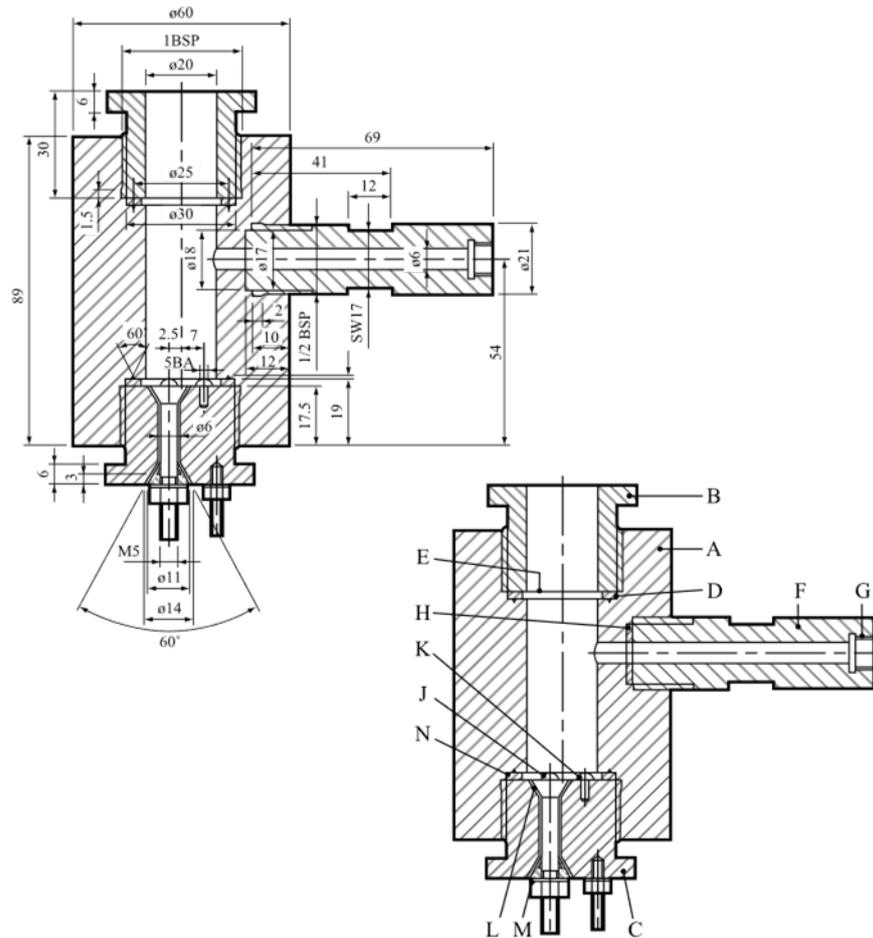
⁵ **Wenn vorbereitende Prüfungen für die Handhabungssicherheit (z. B. Erwärmen in einer Flamme) oder offene Abbrandprüfungen (z. B. eine Prüfung der Serie 3 Prüfmart (d)) anzeigen, dass eine schnelle Reaktion zu erwarten ist, ist die Probenmenge auf 0,5 g zu reduzieren, bis die Heftigkeit der Reaktion unter Einschluss bekannt ist. Wenn es notwendig ist, eine 0,5-g-Probe zu verwenden, ist die Probenmenge schrittweise zu erhöhen, bis entweder ein „+“-Ergebnis erzielt oder die Prüfung mit einer 5,0-g-Probe durchgeführt wird.**

11.6.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Maximaldruck (kPa) (Überdruck*^a) | Zeit für einen Druckanstieg von 690 auf 2070 kPa (Überdruck*^a) (ms) | Ergebnis |
|---|--|---|-----------------|
| Ammoniumnitrat (Prills hoher Dichte) | < 2070 | - | - |
| Ammoniumnitrat (Prills niedriger Dichte) | < 2070 | - | - |
| Ammoniumperchlorat (2 µm) | > 2070 | 5 | + |
| Ammoniumperchlorat (30 µm) | > 2070 | 15 | + |
| Bariumazid | > 2070 | < 5 | + |
| Guanidinnitrat | > 2070 | 606 | + |
| Isobutylnitrit | > 2070 | 80 | + |
| Isopropylnitrat | > 2070 | 10 | + |
| Nitroguanidin | > 2070 | 400 | + |
| Pikraminsäure | > 2070 | 500 | + |
| Natriumpikramat | > 2070 | 15 | + |
| Harnstoffnitrat | > 2070 | 400 | + |

*^a *Im englischen Original nicht so bezeichnet, muss aber korrekterweise als Überdruck angegeben werden.*

Abbildung 11.6.1.1: PRÜFGERÄT



- | | | | |
|-----|----------------------------|-----|-------------------------------|
| (A) | Druckgefäßkörper | (B) | Haltestopfen für Berstscheibe |
| (C) | Anzündstopfen | (D) | Dichtungsring aus Weichblei |
| (E) | Berstscheibe | (F) | Adapter für Druckaufnehmer |
| (G) | Gewinde für Druckaufnehmer | (H) | Dichtungsring aus Kupfer |
| (J) | Isolierte Elektrode | (K) | Elektrode, geerdet |
| (L) | Isolierung | (M) | Stahlkegel |
| (N) | Dichtungsnut | | |

Abbildung 11.6.1.2: HALTEVORRICHTUNG

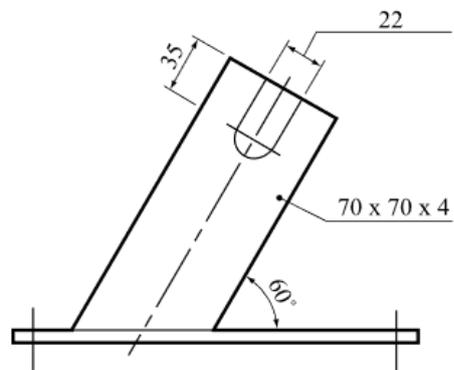
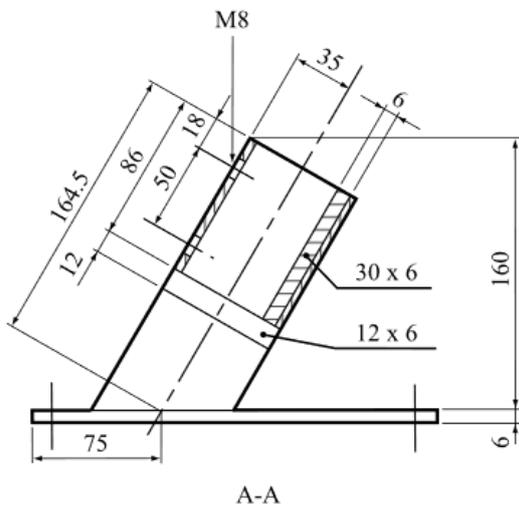
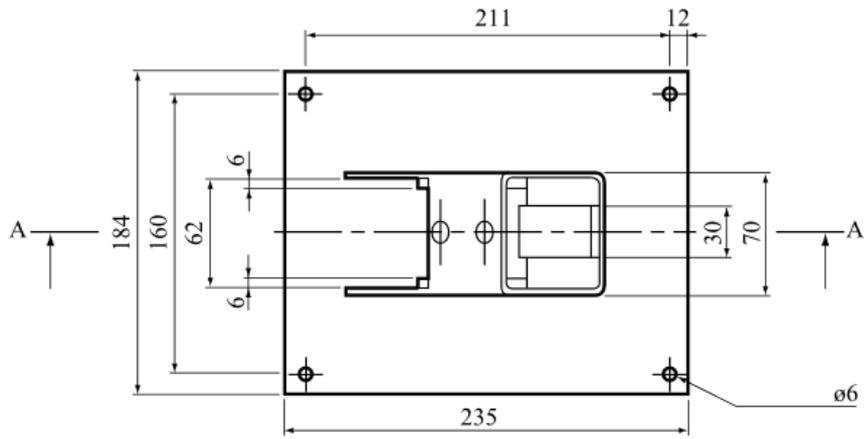
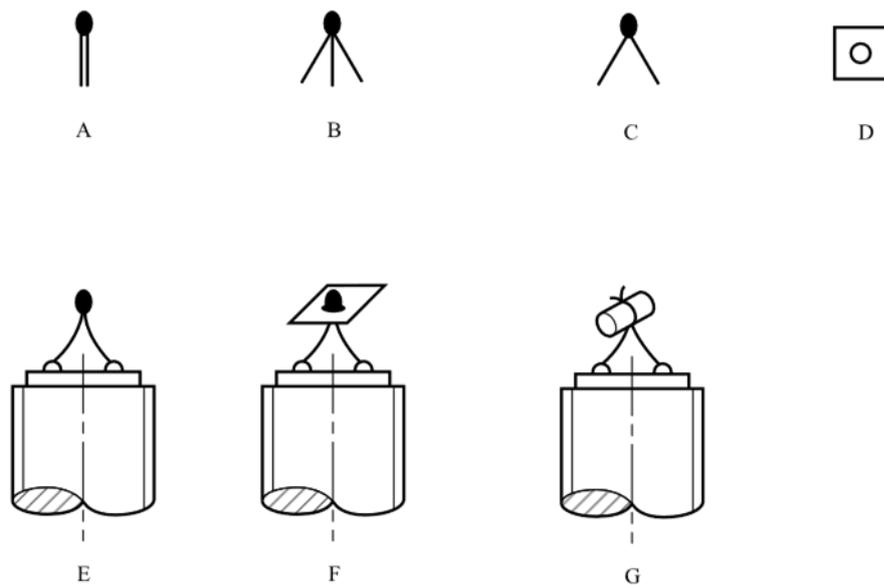
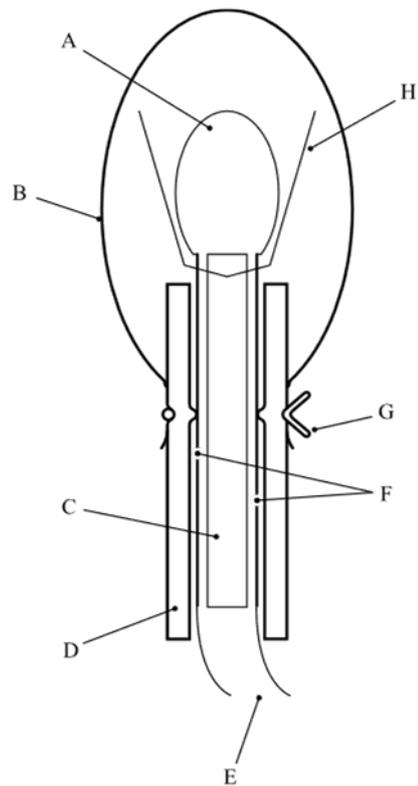


Abbildung 11.6.1.3: ANZÜNDSYSTEM FÜR FESTE STOFFE



-
- (A) Elektrisch auszulösende handelsübliche Anzündpille
 - (B) Kontakte aus Messingfolie durch Pappisolierung getrennt
 - (C) Isolator herausgeschnitten
 - (D) „Primed cambric“ SR 252, 13 mm x 13 mm mit zentralem Loch
 - (E) Anzündpille an die Elektroden des Anzündstopfens angelötet
 - (F) „Cambric“ an der Anzündpille positioniert
 - (G) „Cambric“ zusammengerollt und mit Faden zusammengebunden
-

Abbildung 11.6.1.4: ANZÜNDSYSTEM FÜR FLÜSSIGE STOFFE



| | | | |
|-----|--|-----|------------------|
| (A) | Anzündpille | (B) | PVC-Ummantelung |
| (C) | Isolator | (D) | Silikongummirohr |
| (E) | Zündleitungen | (F) | Kontaktfolien |
| (G) | Draht für flüssigkeitsdichten Verschluss | (H) | „Primed cambric“ |

11.6.2 Prüfung 1 (c) (ii): Innenanzündprüfung

11.6.2.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Tendenz eines Stoffes zu bestimmen, von einer Deflagration in eine Detonation überzugehen.

11.6.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 11.6.2.1 wiedergegeben. Die Probe des zu prüfenden Stoffes ist in einem 45,7 cm langen „3 inch schedule 80“-Rohr aus Baustahl (A53 Grade B) mit einem Innendurchmesser von 74,0 mm und einer Wanddicke von 7,6 mm enthalten. Beide Enden des Stahlrohres sind mit Kappen aus Schmiedeeisen „3000 pound“ verschraubt. Ein Anzünder, bestehend aus 20 g Schwarzpulver (100 % passieren ein Nr. 20-Sieb, 0,84 mm und 100 % verbleiben auf einem Nr. 50-Sieb, 0,297 mm), wird im Mittelpunkt des Prüfbehälters platziert. Der Anzündaufbau besteht aus einem zylindrischen Behälter aus Celluloseacetat (Durchmesser 21 mm, Höhe 64 mm; Wanddicke 0,54 mm), der durch zwei Lagen eines mit Nylongeflecht verstärkten Celluloseacetatbandes zusammengehalten wird. Die Anzündkapsel enthält eine kleine Schlaufe aus einem 25 mm langen Ni-Cr-Widerstandsdraht mit einem Durchmesser von 0,30 mm und einem Widerstand von 0,35 Ohm. Die Schlaufe ist mit zwei isolierten, verzinnnten Kupferzuleitungsdrähten mit einem Durchmesser von 0,7 mm verbunden. Der Gesamtdurchmesser einschließlich Isolierung beträgt 1,3 mm. Diese Zuleitungsdrähte sind durch kleine Löcher in der Wandung des Stahlrohres geführt und mit Epoxydharz eingeklebt.

11.6.2.3 Prüfverfahren

Nachdem die Probe bei Umgebungstemperatur bis zu einer Höhe von 23 cm in das Rohr eingefüllt wurde, wird der Anzünder (mit seinen durch kleine Löcher in die Rohrwand eingeführten Drähten) in die Mitte des Rohres gebracht und die Zuleitungsdrähte werden straffgezogen und mit Epoxydharz eingeklebt. Anschließend wird der Rest der Probe eingefüllt und die obere Kappe aufgeschraubt. Gelatinöse Proben werden möglichst mit der Dichte eingefüllt, die der Stoff während der Beförderung normalerweise aufweist. Granulierte Stoffe werden mit der Dichte eingefüllt, die durch mehrfaches Aufstoßen des Rohres auf einer festen Unterlage erreicht wird. Das Rohr wird in vertikaler Position platziert und der Anzünder wird durch einen aus einem 20-V-Transformator entnommenen Strom von 15 A ausgelöst. Es werden drei Versuche durchgeführt, es sei denn, der Übergang von einer Deflagration in eine Detonation erfolgt vorher.

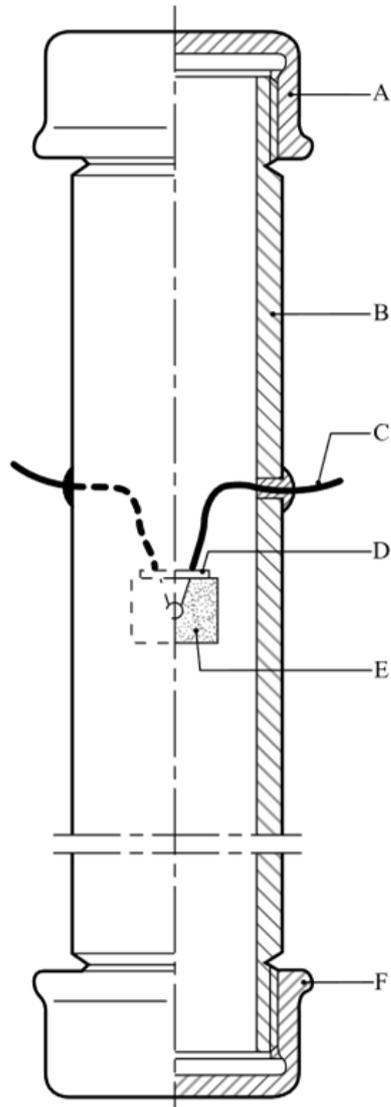
11.6.2.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn entweder das Rohr oder mindestens eine der Endkappen in mindestens zwei getrennte Stücke zerlegt wird. Ergebnisse, bei denen das Rohr nur aufgeplatzt oder aufgerissen ist oder bei denen das Rohr oder die Kappen soweit verzogen sind, dass die Kappen abgeworfen werden, werden „-“ bewertet.

11.6.2.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Ergebnis |
|--|-----------------|
| Ammoniumnitrat/Heizöl mit Aluminium | + |
| Ammoniumnitratprills, porös, niedrige Dichte | - |
| Ammoniumperchlorat (45 µm) | + |
| Nitrocarbonitrat | - |
| TNT, granuliert | + |
| Watergel | + |

Abbildung 11.6.2.1: INNENANZÜNDPRÜFUNG



-
- | | | | |
|-----|--------------------------------|-----|-------------------------|
| (A) | Kappe aus Schmiedeeisen | (B) | Stahlrohr |
| (C) | Zuleitungsdrähte des Anzünders | (D) | Abdichtung |
| (E) | Anzündaufbau | (F) | Kappe aus Schmiedeeisen |
-

ABSCHNITT 12

PRÜSERIE 2

12.1 Einleitung

12.1.1 Die Frage „Ist der Stoff zu unempfindlich für die Zuordnung zur Klasse der explosiven Stoffe?“ (Kästchen 7 der Abbildung 10.2) wird auf der Grundlage von drei Prüfarten zur Bewertung möglicher explosiver Wirkungen beantwortet. Die Frage in Kästchen 6 wird mit „Nein“ beantwortet, wenn in irgendeiner der drei Prüfarten ein „+“ erzielt wird.

12.2 Prüfverfahren

Prüfserie 2 umfasst drei Prüfungen:

Prüfung 2 (a): die Bestimmung der Stoßempfindlichkeit;

Prüfung 2 (b): die Bestimmung der Wirkung beim Erwärmen unter Einschluss; und

Prüfung 2 (c): die Bestimmung der Wirkung bei Anzündung unter Einschluss.

Die gängigen Prüfverfahren sind in Tabelle 12.1 aufgeführt.

Tabelle 12.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE 2

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------------|---------------------------------|-----------|
| 2 (a) | UN Gap-Prüfung ^a | 12.4.1 |
| 2 (b) | Koenen-Prüfung ^a | 12.5.1 |
| 2 (c) (i) | Druck/Zeit-Prüfung ^a | 12.6.1 |
| 2 (c) (ii) | Innenanzündprüfung | 12.6.2 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

12.3 Prüfbedingungen

12.3.1 Da die Schüttdichte des Stoffes bei der Prüfung einen großen Einfluss auf die Ergebnisse des Prüfverfahrens 2 (a) hat, muss sie stets erfasst werden. Die Schüttdichte von festen Stoffen bei der Prüfung ist durch die Bestimmung des Rohrvolumens und der Probenmasse zu ermitteln (Füllichte).

12.3.2 Kann eine Mischung sich entmischen, ist die Prüfung so durchzuführen, dass die Sprengkapsel mit dem potenziell explosivsten Teil in Kontakt ist, falls bekannt.

12.3.3 Die Prüfungen sind bei Umgebungstemperatur durchzuführen, es sei denn, der Stoff wird voraussichtlich Bedingungen ausgesetzt, bei denen sich der physikalische Zustand oder die Dichte ändern können.

Für organische Stoffe und Mischungen von organischen Stoffen, die eine Zersetzungsenergie von 800 J/g oder mehr haben, muss das Prüfverfahren 2 (a) nicht durchgeführt werden, wenn in der ballistischen Mörser Mk.IIID-Prüfung (F.1) oder der ballistischen Mörserprüfung (F.2) oder der BAM Trauzl-Prüfung (F.3) bei Initiierung mit einem Standarddetonator Nr. 8 (siehe Anhang 1) das Ergebnis „Nein“ ist. In diesem Fall gilt das Ergebnis des Prüfverfahrens 2 (a) als mit „-“ bewertet. Wenn das Ergebnis der F.1- oder F.2- oder F.3-Prüfung „Niedrig“ oder „Nicht niedrig“ ist, gilt das Ergebnis des Prüfverfahrens 2 (a) als mit „+“ bewertet. In diesem Fall kann nur über die Durchführung des Prüfverfahrens 2 (a) eine „-“ Bewertung erlangt werden.

12.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 2 Prüfmart (a)

12.4.1 Prüfung 2 (a): UN Gap-Prüfung

12.4.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Stoffes gegenüber einem detonativen Stoß unter Einschluss in einem Stahlrohr zu bestimmen.

12.4.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Das Prüfgerät für feste Stoffe ist in Abbildung 12.4.1.1 wiedergegeben. Die Prüfprobe ist in einem kalt gezogenen, nahtlosen Stahlrohr mit einem Außendurchmesser von 48 ± 2 mm, einer Wanddicke von 4,0 mm und einer Länge von (400 ± 5) mm enthalten. Kann der Prüfstoff mit Stahl reagieren, kann dessen Innenseite mit einem Fluorkohlenwasserstoffharz überzogen werden. Der Boden des Rohres ist durch eine Plastikfolie, die fest über den Boden gezogen (so dass sie plastisch verformt wird) am Platz gehalten wird, verschlossen. Die Plastikfolie soll mit der zu prüfenden Substanz verträglich sein. Die Verstärkungsladung besteht aus 160 g RDX/Wachs (95/5) oder PETN/TNT mit mindestens 50 % PETN in der Mischung, mit einem Durchmesser von (50 ± 1) mm und einer Dichte von (1600 ± 50) kg/m³. Die Ladungen können in einem oder mehreren Stücken gepresst werden, solange die gesamte Ladung innerhalb der Spezifizierungen ist. Die PETN/TNT-Ladung wird gegossen. Eine Polymethylmethacrylat (PMMA)-Sperrschicht mit einem Durchmesser von (50 ± 1) mm und einer Länge von (50 ± 1) mm ist erforderlich. Eine Nachweisplatte aus unlegiertem Stahl, (150 ± 10) mm im Quadrat und 3,2 mm dick, wird auf das obere Ende des Stahlrohres gelegt und von diesem durch $(1,6 \pm 0,2)$ mm dicke Abstandhalter getrennt.

12.4.1.3 Prüfverfahren

12.4.1.3.1 Die Probe wird vom oberen Ende her in das Rohr eingefüllt. Feste Stoffe werden mit einer Dichte eingefüllt, wie sie sich beim Aufstoßen des Rohres ergibt, wenn eine weitere Verdichtung nicht mehr wahrnehmbar ist (Füll-dichte). Die Probenmasse wird bestimmt und, bei festen Stoffen, die Füll-dichte unter Verwendung des gemessenen Innenvolumens des Rohres errechnet.

12.4.1.3.2 Das Rohr wird in vertikaler Position und die PMMA-Sperrschicht in direktem Kontakt mit der Folie, welche den Boden des Rohres verschließt, platziert. Nachdem die Verstärkungsladung mit der PMMA-Sperrschicht in Kontakt gebracht worden ist, wird der Detonator in seiner Lage gegen den Boden der Verstärkungsladung fixiert und gezündet. Zwei Prüfungen sind durchzuführen, es sei denn, es wird eine Detonation des Stoffes beobachtet.

12.4.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Die Prüfergebnisse werden auf der Grundlage der Zerlegungsart des Rohres oder danach, ob ein Loch durch die Nachweisplatte gestanzt ist, bewertet. Die Prüfung mit der strengsten Bewertung ist für die Klassifizierung zu verwenden. Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff als empfindlich gegenüber Stoß angesehen, wenn

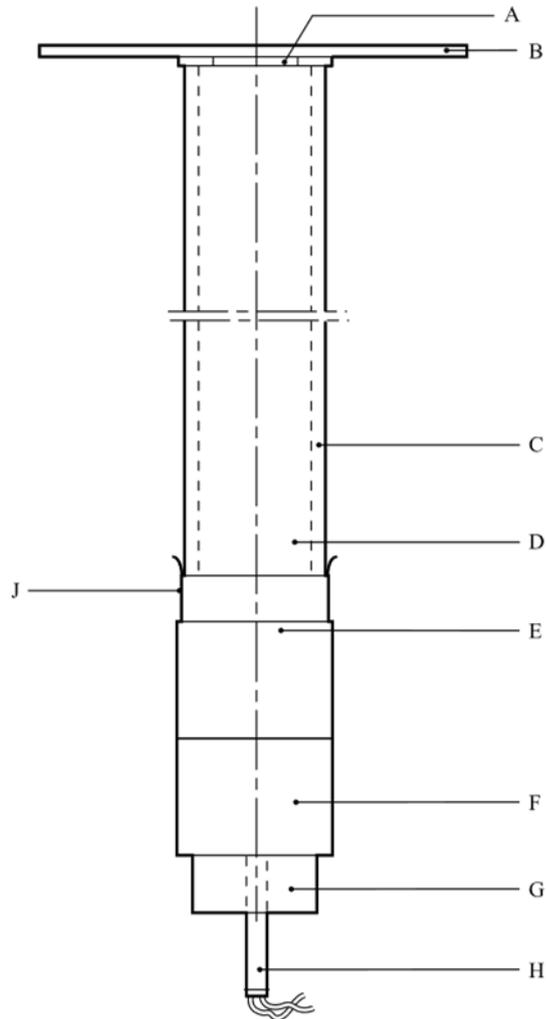
- a) das Rohr vollständig zerlegt ist; oder
- b) ein Loch durch die Nachweisplatte gestanzt ist.

Jedes andere Ergebnis wird mit „-“ bewertet und der Stoff als nicht empfindlich gegenüber einem Detonationsstoß angesehen.

12.4.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoffe | Füllichte (kg/m³) | Zerstörungs- länge (cm) | Nachweis- platte | Ergebnis |
|--------------------------------|---|------------------------------------|-----------------------------|-----------------|
| Ammoniumnitrat, Prills | 800 | 25 | Gewölbt | - |
| Ammoniumnitrat, 200 µm | 540 | 40 | Gelocht | + |
| Ammoniumnitrat/Heizöl, 94/6 | 880 | 40 | Gelocht | + |
| Ammoniumperchlorat | 1190 | 0 | Unbeschädigt | - |
| Nitromethan | 1130 | 0 | Unbeschädigt | - |
| PETN/Lactose, 20/80 | 880 | 40 | Gelocht | + |
| TNT, gegossen | 1510 | 20 | Unbeschädigt | - |
| TNT, geschuppt | 710 | 40 | Gelocht | + |

Abbildung 12.4.1.1: UN GAP-PRÜFUNG



| | | | |
|-----|--------------------|-----|--|
| (A) | Abstandhalter | (B) | Nachweisplatte |
| (C) | Stahlrohr | (D) | zu untersuchender Stoff |
| (E) | PMMA-Sperrschicht | (F) | RDX/Wachs oder PETN/TNT- Verstärkungsladung |
| (G) | Sprengkapselhalter | (H) | Sprengkapsel |
| (J) | Folie | | |

12.5 Beschreibung der Prüfung zur Prüfreihe 2 Prüfmart (b)

12.5.1 Prüfung 2 (b): Koenen-Prüfung

12.5.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit von festen und flüssigen Stoffen gegenüber intensiver Wärmeeinwirkung unter starkem Einschluss zu bestimmen.

12.5.1.2 Prüfgeräte und Materialien

12.5.1.2.1 Das Prüfgerät besteht aus einer nicht wieder verwendbaren Stahlhülse mit wieder verwendbarer Verschraubung, eingesetzt in eine Erwärmungs- und Schutzvorrichtung. Die Hülse ist durch Tiefziehen aus Stahlblech mit der Spezifikation DC04 (EN 10027-1) oder gleichwertig A620 (AISI/SAE/ASTM) oder gleichwertig SPCEN (JIS G 3141) hergestellt. Die Abmessungen sind in Abbildung 12.5.1.1 angegeben. Das offene Ende der Hülse ist mit einem Flansch versehen. Die Verschlussplatte mit einer Öffnung, durch die die Zersetzungsgase des zu prüfenden Stoffes entweichen, ist aus warmfestem Chromstahl und mit den Lochdurchmessern 1,0 – 1,5 – 2,0 – 2,5 – 3,0 – 5,0 – 8,0 – 12,0 – 20,0 mm verfügbar. Die Abmessungen des Gewinderinges und der Mutter (Verschraubung) sind in Abbildung 12.5.1.1 wiedergegeben.

Für die Qualitätskontrolle der Stahlhülsen wird 1 % der Hülsen aus jeder Produktionscharge einer Qualitätskontrolle unterzogen und die folgenden Daten werden überprüft:

- (a) Die Masse der Hülsen soll $(26,5 \pm 1,5)$ g betragen, Hülsen, die in einer Prüfreihe verwendet werden, sollen sich in der Masse um nicht mehr als 1 g unterscheiden;
- (b) die Länge der Hülsen soll $(75 \pm 0,5)$ mm betragen;
- (c) die Wanddicke der Hülsen, in 20 mm Höhe über dem Hülsenboden gemessen, soll $(0,5 \pm 0,05)$ mm betragen; und
- (d) der Berstdruck, bestimmt bei quasi-statischer Belastung durch eine nicht komprimierbare Flüssigkeit, soll (29 ± 4) MPa betragen.

12.5.1.2.2 Die Erwärmung erfolgt mit Propan, das aus einer Gasflasche mit Druckregler über einen Durchflussmesser und einen Verteiler vier Brennern zugeführt wird. Andere Brenngase können verwendet werden, vorausgesetzt, die festgelegte Heizrate wird erreicht. Der Gasdruck wird so reguliert, dass er eine Heizrate von $3,3 \pm 0,3$ K/s ergibt, wenn mit dem Kalibrierverfahren gemessen wird. Die Kalibrierung beinhaltet das Erwärmen einer Stahlhülse, gefüllt mit 27 cm^3 Silikonöl der Dichte $0,96 \text{ g/l} \pm 0,02 \text{ g/l}$ bei 20 °C und einer Wärmekapazität von $1,46 \text{ J/g}\cdot\text{K} \pm 0,02 \text{ J/g}\cdot\text{K}$ bei 25 °C , die mit einer Düsenplatte mit einem Düsendurchmesser von 1,5 mm verschlossen ist. Die Zeit, die die Temperatur des flüssigen Stoffes (gemessen mit einem Thermoelement von 1 mm Durchmesser, das mittig und 43 mm unterhalb des Randes der Stahlhülse platziert wird) benötigt, um von 135 °C auf 285 °C anzusteigen, wird registriert und die Heizrate ausgerechnet.

12.5.1.2.3 Da die Stahlhülse während der Prüfung zerstört werden kann, wird die Erwärmung in einem geschweißten Schutzkasten vorgenommen, dessen Bauart und Abmessungen in Abbildung 12.5.1.2 angegeben sind. Die Stahlhülse wird zwischen zwei Stäben aufgehängt, die durch in die gegenüberliegenden Wände des Schutzkastens gebohrte Löcher geführt sind. Die Anordnung der Brenner ist in Abbildung 12.5.1.2 wiedergegeben. Die Brenner werden mit einer Anzündflamme oder einer elektrischen Anzündeinrichtung gleichzeitig angezündet. **Das Prüfgerät wird in einer geschützten Umgebung platziert.** Maßnahmen sind zu treffen, um sicherzustellen, dass die Brennerflammen nicht von störenden Luftströmen beeinträchtigt werden. Für das Absaugen jeglicher während der Prüfung entstehender Gase und des Rauches ist Vorsorge zu treffen.

12.5.1.3 Prüfverfahren

12.5.1.3.1 Normalerweise werden Stoffe im Anlieferungszustand geprüft, obwohl es in bestimmten Fällen notwendig sein kann, den Stoff in zerkleinertem Zustand zu prüfen. Bei festen Stoffen wird die bei jeder Prüfung zu verwendende Materialmasse unter Anwendung eines zweistufigen Probelaufes zur Befüllung bestimmt. Im ersten Probelauf wird eine tarierte Stahlhülse mit 9 cm^3 des Stoffes gefüllt und der Stoff mit einer auf den gesamten Rohrquerschnitt bezogenen Kraft von 80 N angedrückt¹. Ist das Material komprimierbar, wird mehr hinzugefügt und solange gedrückt, bis die Stahlhülse bis 55 mm vom oberen Ende gefüllt ist. Die Masse, die benötigt wird, um die Stahlhülse bis zu einem 55-mm-Niveau zu füllen, wird bestimmt, und zwei weitere Teilmengen, die mit einer Kraft von 80 N angedrückt werden, werden hinzugefügt. Dann wird entweder weiter Material unter Andrücken hinzugefügt oder soweit nötig herausgenommen, um die Stahlhülse mit einem Füllniveau von 15 mm bis zum oberen Ende zu füllen.

Ein zweiter Probelauf wird durchgeführt, beginnend mit einer angedrückten Teilmenge eines Drittels der im ersten Probelauf ermittelten Gesamtmenge. Zwei weitere Teilmengen werden mit einer Kraft von 80 N angedrückt und das Niveau des Stoffes in der Stahlhülse je nach Erfordernis durch Hinzufügen oder Wegnehmen von Stoff auf 15 mm vom oberen Ende entfernt eingestellt. Die im zweiten Probelauf bestimmte Stoffmenge wird für die jeweiligen Versuche eingesetzt, wobei die Gesamtmenge in drei gleichen Teilmengen aufgeteilt wird, die nacheinander eingefüllt und jede auf 9 cm^3 zusammengepresst wird. (Diese Vorgehensweise kann durch die Verwendung von Abstandsringen erleichtert werden.) Flüssige und gelförmige Stoffe werden bis zu einer Höhe von 60 mm in die Stahlhülse eingefüllt. Besonders bei gelförmigen Stoffen ist darauf zu achten, dass Hohlräume vermieden werden. Der Gewinding wird von unten über die Hülse gestreift, die entsprechende Düsenplatte eingesetzt und die Mutter von Hand festgezogen, nachdem etwas Gleitmittel auf Molybdändisulfid-Basis (MoS_2 -Basis) aufgetragen wurde. Es ist wichtig, darauf zu achten, dass kein Stoff zwischen den Hülsenflansch und die Düsenplatte oder in die Gewindegänge gelangt.

12.5.1.3.2 Für Düsenplatten mit einer Öffnung von 1,0 mm bis 8,0 mm Durchmesser sind Muttern mit einer Öffnung von 10,0 mm Durchmesser zu verwenden; wenn der Durchmesser der Öffnung über 8,0 mm Durchmesser liegt, muss der Durchmesser der Öffnung der Mutter 20 mm betragen. Jede Stahlhülse wird für nur einen Versuch

¹ **Aus Sicherheitsgründen, z. B., wenn der Stoff reibempfindlich ist, braucht er nicht angedrückt zu werden.** In Fällen, in denen die physikalische Form der Probe sich durch das Andrücken verändern kann oder das Komprimieren der Probe nicht den Einsatzbedingungen entspricht, z. B. bei faserigen Materialien, können geeignete Einfüllverfahren angewendet werden.

verwendet. Die Düsenplatten, die Gewinderinge und die Muttern können wiederverwendet werden, vorausgesetzt sie sind unbeschädigt.

12.5.1.3.3 Die Hülse wird in einen fest montierten Schraubstock eingesetzt und die Mutter mit einem Schraubenschlüssel festgezogen. Die Stahlhülse wird danach zwischen zwei Stäben im Schutzkasten aufgehängt. Der Prüfbereich wird von allen Personen verlassen, die Gaszufuhr aufgedreht und die Brenner angezündet. Die Zeit bis zum Reaktionseintritt und die Dauer der Reaktion können zusätzliche Informationen, die nützlich für die Ergebnisauswertung sind, liefern. Wenn kein Aufreißen der Hülse auftritt, ist die Erwärmung für wenigstens fünf Minuten fortzusetzen, bevor der Versuch beendet wird. Nach jedem Versuch sind die Teile der Stahlhülse, soweit vorhanden, einzusammeln und zu wiegen.

12.5.1.3.4 Folgende Zerlegungsarten werden unterschieden:

- „0*1“: Stahlhülse unverändert;
- „A“: Stahlhülsenboden aufgebeult;
- „B“: Stahlhülsenboden und -wandung aufgebeult;
- „C“: Stahlhülsenboden ab-/aufgerissen;
- „D“: Wand der Stahlhülse aufgerissen;
- „E“: Stahlhülse in zwei² Teile zerlegt;
- „F“: Stahlhülse in drei² oder mehr, hauptsächlich große Teile zerlegt, die in einigen Fällen durch einen schmalen Streifen miteinander verbunden sein können;
- „G“: Stahlhülse in viele, hauptsächlich kleine Teile zerlegt, Verschraubung unbeschädigt; und
- „H“: Stahlhülse in viele, sehr kleine Teile zerlegt, Verschraubung aufgeweitet oder zerlegt.

Beispiele für die Zerlegungsarten „D“, „E“ und „F“ werden in Abbildung 12.5.1.3 gezeigt. Wenn ein Versuchsergebnis einer der Zerlegungsarten „0“ bis „E“ entspricht, wird das Ergebnis als „keine Explosion“ bezeichnet. Wenn ein Versuch der Zerlegungsart „F“, „G“ oder „H“ entspricht, wird das Ergebnis als „Explosion“ bezeichnet.

12.5.1.3.5 Die Versuchsreihe wird mit einem Einzelversuch unter Verwendung einer 20-mm-Düsenplatte gestartet. Wenn bei diesem Versuch das Ergebnis „Explosion“ beobachtet wird, wird die Reihe mit Versuchen unter Verwendung von Stahlhülsen ohne Düsenplatten und Muttern, aber mit Gewinderingen (24-mm-Öffnung) fortgesetzt. Wenn bei 20,0 mm „keine Explosion“ erfolgt, wird die Versuchsreihe mit Einzelversuchen mit Düsenplatten mit folgenden Öffnungen: 12,0 - 8,0 - 5,0 - 3,0 - 2,0 - 1,5 und schließlich 1,0 mm fortgesetzt, bis man bei einem dieser Durchmesser das Ergebnis „Explosion“ erhält. Nun werden Versuche mit größer werdenden Durchmessern, entsprechend der in 12.5.1.2.1 gegebenen Abfolge, durchgeführt, bis in drei Prüfungen gleichen Niveaus nur negative Ergebnisse erzielt werden. Der Grenzdurchmesser für einen Stoff ist der größte Durchmesser der Düsenöffnung, bei dem das Ergebnis „Explosion“ erzielt wird. Wenn keine „Explosion“ bei einem Durchmesser von 1,0 mm erzielt wird, wird der Grenzdurchmesser als kleiner als 1,0 mm“ aufgeschrieben.

*1 „0“ (im englischen Text) hier durch „0“ entsprechend der ursprünglichen deutschen Beschreibung der Prüfmethode ersetzt.

² Der obere Teil der Stahlhülse, der in der Verschraubung verbleibt, zählt als ein Teil.

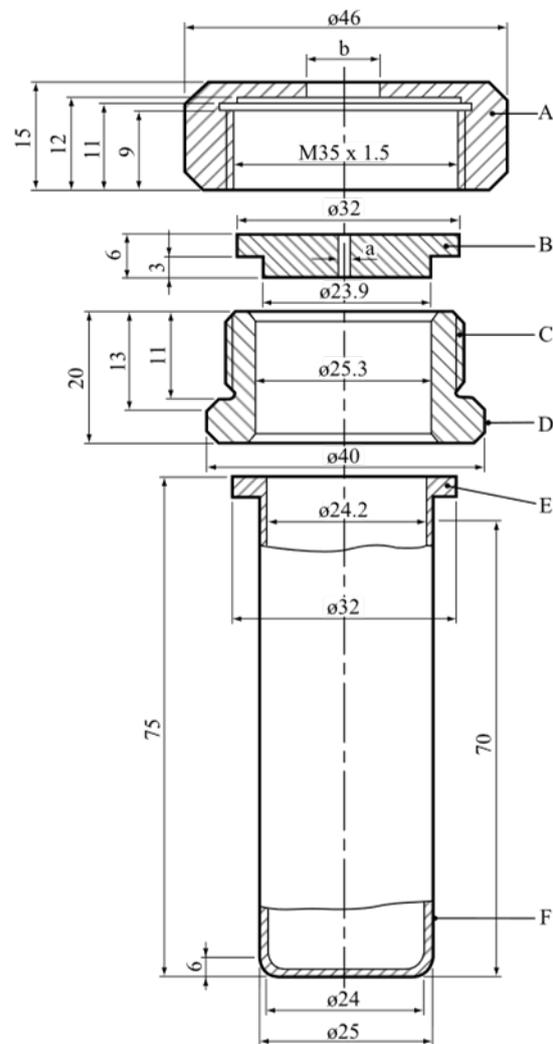
12.5.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Das Ergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff zeigt bei Erwärmung unter Einschluss eine Wirkung, wenn der Grenzdurchmesser 2,0 mm oder mehr beträgt. Das Ergebnis wird „-“ bewertet und der Stoff zeigt keine Wirkung bei Erwärmung unter Einschluss, wenn der Grenzdurchmesser kleiner als 2,0 mm ist.

12.5.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Grenzdurchmesser (mm) | Ergebnis |
|------------------------------------|----------------------------------|-----------------|
| Ammoniumnitrat (kristallin) | 1,0 | - |
| Ammoniumperchlorat | 3,0 | + |
| Ammoniumpikrat (kristallin) | 2,5 | + |
| 1,3-Dinitroresorcinol (kristallin) | 2,5 | + |
| Guanidinnitrat (kristallin) | 1,5 | - |
| Pikrinsäure (kristallin) | 4,0 | + |
| PETN/Wachs (95/5) | 5,0 | + |

Abbildung 12.5.1.1: AUFBAU DER PRÜFHÜLSE



-
- | | | | |
|-----|---|-----|--|
| (A) | Mutter ($b = 10,0$ oder $20,0$ mm) mit Flächen für Schraubenschlüssel Größe 41 | (B) | Düsenplatte ($a = 1,0$ bis $20,0$ mm Durchmesser) |
| (C) | Gewinding | (D) | Flächen für Schraubenschlüssel Größe 36 |
| (E) | Hülsenflansch | (F) | Stahlhülse |
-

Abbildung 12.5.1.2: ERWÄRMUNGS- UND SCHUTZVORRICHTUNG

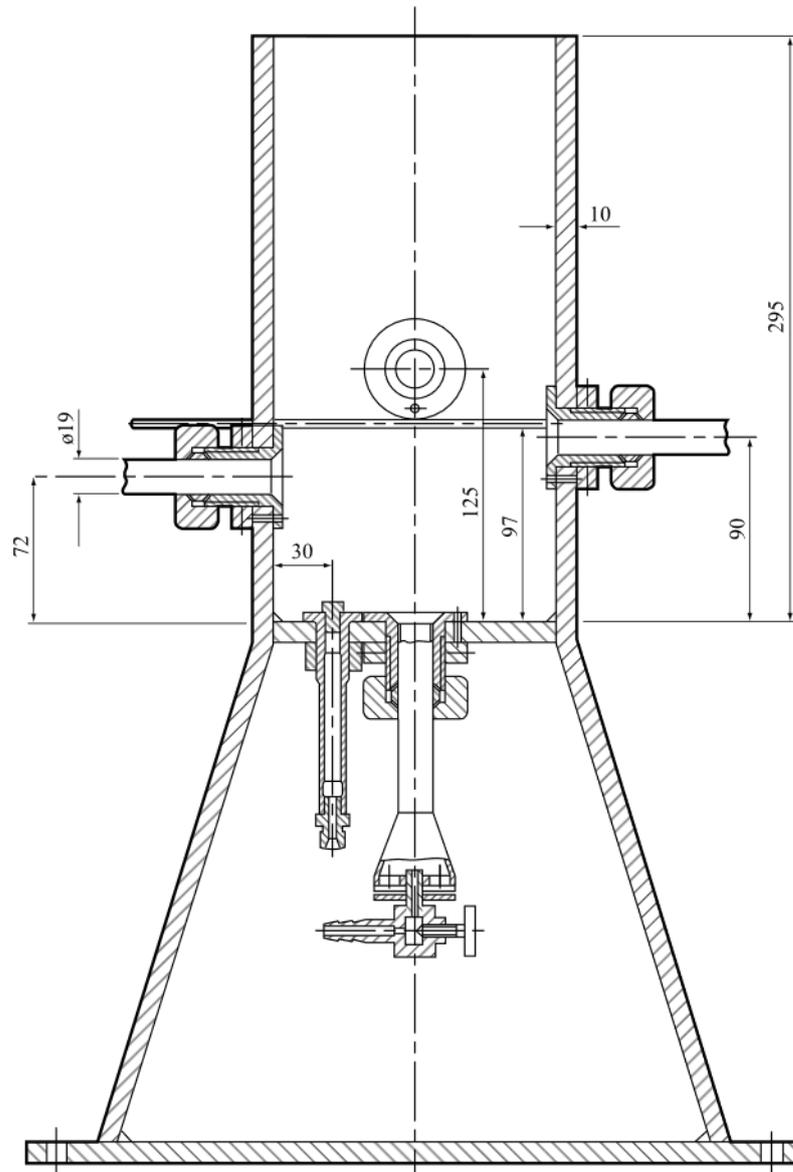
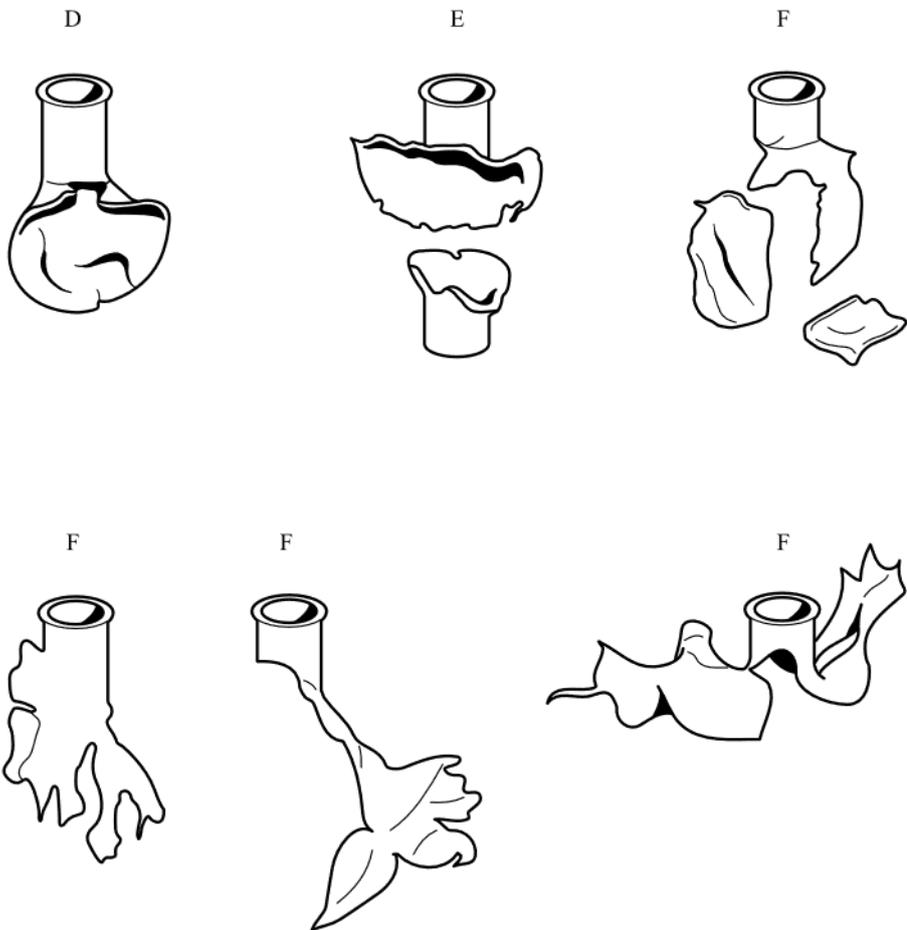


Abbildung 12.5.1.3: BEISPIEL FÜR ZERLEGUNGSARTEN D, E UND F



12.6 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie 2 Prüfmart (c)

12.6.1 Prüfung 2 (c) (i): Druck/Zeit-Prüfung

12.6.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet zur Untersuchung der Wirkung der Anzündung des unter Einschluss befindlichen Stoffes³, um festzustellen, inwieweit eine Anzündung bei Drücken, wie sie in normalen handelsüblichen Versandstücken auftreten können, zu einer mit explosiver Heftigkeit ablaufenden Deflagration führt.

12.6.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

12.6.1.2.1 Die Druck/Zeit-Bombe (Abbildung 12.6.1.1) besteht aus einem zylindrischen Druckgefäß aus Stahl mit einer Länge von 89 mm und einem Außendurchmesser von 60 mm. Auf gegenüberliegenden Seiten sind (unter Reduzierung des Gefäßquerschnitts auf 50 mm) zwei Flachseiten angefräst, um ein Einspannen des Gefäßes während des Einbaus des Anzünd- und des Entlastungsstopfen zu ermöglichen. Das zylindrische Druckgefäß hat eine Innenbohrung von 20 mm Durchmesser. Die Bohrung ist an beiden Enden über eine Tiefe von 19 mm aufgeweitet, um ein Gewinde mit der Größe 1" BSP (British standard pipe thread) aufzunehmen. Seitlich des aufrechtstehenden Zylinders wird 35 mm von einem Ende entfernt, ein Adapter für den Druckaufnehmer in Form eines Seitenarms so eingeschraubt, dass zwischen ihm und den gefrästen Seitenflächen ein Winkel von 90° gebildet wird. Der Sitz für den Seitenarm ist bis zu einer Tiefe von 12 mm aufgebohrt und mit einem 1/2"-BSP-Innengewinde versehen. Der Seitenarm trägt an einem Ende das korrespondierende Außengewinde zur Verschraubung. Zur Gewährleistung eines gasdichten Abschlusses wird eine Unterlegscheibe verwendet. Der eingeschraubte Seitenarm hat eine Länge von 59 mm außerhalb des zylindrischen Druckgefäßes. Der Seitenarm besitzt eine durchgängige Bohrung von 6 mm Durchmesser. Das nicht im Druckgefäß eingeschraubte Ende des Seitenarms ist aufgebohrt und mit einem Innengewinde zur Aufnahme eines geeigneten Druckaufnehmers versehen. Jede Druckmesseinrichtung kann verwendet werden, vorausgesetzt, sie wird durch die heißen Gase oder Zersetzungsprodukte nicht beeinträchtigt und ist in der Lage, auf einen Druckanstieg von 690 auf 2070 kPa in höchstens 5 ms zu reagieren.

12.6.1.2.2 Das vom Seitenarm am weitesten entfernte Ende des Druckgefäßes wird mit einem Anzündstopfen verschlossen, der zwei Elektroden aufweist. Dabei ist eine Elektrode gegenüber dem Anzündstopfen isoliert und die andere mit dem Anzündstopfen leitend verbunden ist. Das gegenüberliegende Ende der Druckbombe ist mit einer 0,2 mm dicken Aluminium-Berstscheibe (Berstdruck ca. 2200 kPa) verschlossen und wird durch einen Verschlussstopfen, der eine 20-mm-Bohrung aufweist, fixiert. Um eine gute Abdichtung zu gewährleisten, werden beide Stopfen mit einer Weichbleidichtung oder einer Dichtung aus einem geeigneten formbaren Material (z. B. Polyoxymethylen) versehen. Eine Haltevorrichtung (Abbildung 12.6.1.2) hält die Apparatur während ihrer Verwendung in der richtigen Position. Sie besteht aus einer 235 mm x 184 mm x 6 mm großen Grundplatte aus unlegiertem Stahl und einem 185 mm langen Vierkantrohr mit einem quadratischen Querschnitt von 70 mm x 70 mm x 4 mm (Quadrat-Hohlprofil).

³ *Wenn thermisch stabile energetische flüssige Stoffe geprüft werden, wie Nitromethan (UN 1261) können unterschiedliche Ergebnisse erzielt werden, da der Stoff zwei Druckmaxima haben kann.*

12.6.1.2.3 An zwei sich gegenüberliegenden Seiten des Quadrat-Hohlprofils wird an einem Ende jeweils ein Teil so eingeschnitten, dass eine Form mit zwei flachseitigen Beinen, die einen 86 mm langen Hohlkörper mit quadratischem Querschnitt tragen, entsteht. Die Enden dieser flachen Seitenbeine werden so abgeschnitten, dass die Haltevorrichtung mit der Horizontalen einen Winkel von 60° bildet. Sie sind an die Grundplatte angeschweißt.

12.6.1.2.4 Ein 22 mm breiter und 46 mm tiefer Schlitz wird in eine Seite des oberen Teils der Haltevorrichtung gefräst, so dass die Druck/Zeit-Bombe, wenn sie mit dem Anzündstopfen zuerst in die Halterung eingesetzt wird, mit ihrem Seitenarm in diesem Schlitz sitzt. Auf die untere Innenseite der Halterung wird ein 30 mm breiter und 6 mm dicker Streifen aus Flachstahl aufgeschweißt, der als Abstandhalter dient. Zwei in die gegenüberliegende Seite eingeschraubte 7-mm-Flügelschrauben halten die Druck/Zeit-Bombe fest in ihrer vorgesehenen Stellung. Zwei 12 mm breite Streifen aus 6 mm dickem Stahl, die am unteren Ende des Quadratprofils angeschweißt sind, stützen die Druckbombe von unten.

12.6.1.2.5 Das Anzündsystem besteht aus einer elektrischen Anzündpille, wie sie üblicherweise in Niederspannungsdetonatoren Verwendung findet, und einem 13 mm x 13 mm großen, quadratischen Stück „primed cambric“. Anzündpillen mit gleichwertigen Eigenschaften können verwendet werden. „Primed cambric“ besteht aus Leinengewebe, das auf beiden Seiten mit einem pyrotechnischen Satz aus Kaliumnitrat/Silizium/schwefelfreiem Schwarzpulver beschichtet ist⁴.

12.6.1.2.6 Die Vorbereitung der Anzündapparatur für feste Stoffe beginnt mit der Trennung der Messingkontakte einer elektrischen Anzündpille von ihrem Isolator (siehe Abbildung 12.6.1.3). Der freigelegte Teil der Isolierung wird dann herausgeschnitten. Die Anzündpille wird unter Verwendung der Anschlüsse an den Elektroden des Anzündstopfens so befestigt, dass die Spitze der Anzündpille sich 13 mm oberhalb der Oberfläche des Anzündstopfens befindet. Ein 13 mm x 13 mm großes Stück „primed cambric“ wird in der Mitte durchstoßen, über die befestigte Anzündpille gesteckt, dann zusammengerollt und mit einem dünnen Baumwollfaden zusammengebunden.

12.6.1.2.7 Für flüssige Proben werden Drähte an den Kontakten der Zündpille befestigt. Die Drähte werden dann durch ein 8 mm langes (5 mm Außendurchmesser und 1 mm Innendurchmesser) Silikongummirohr gezogen und das Rohr über die Anzündpillenkontakte geschoben, wie in Abbildung 12.6.1.4 wiedergegeben. Das „primed cambric“ wird dann um die Anzündpille gewickelt und ein Stück dünne PVC-Hülle oder Ähnliches wird verwendet, um das „primed cambric“ und das Silikongummirohr zu umhüllen. Die Hülle wird in der richtigen Lage durch einen straff um die Hülle und das Gummirohr gewickelten dünnen Draht dicht verschlossen. Die Drähte werden dann auf den Anschlüssen des Anzündstopfens so befestigt, dass die Spitze der Zündpille sich 13 mm über der Oberfläche des Anzündstopfens befindet.

⁴ *Erhältlich von der nationalen Kontaktstelle für Prüfdetails im Vereinigten Königreich (siehe Anhang 4).*

12.6.1.3 Prüfverfahren

12.6.1.3.1 Die vollständig zusammengebaute Prüfapparatur mit Druckaufnehmer, jedoch ohne Aluminium-Berstscheibe, wird mit dem Anzündstopfen nach unten in die Haltevorrichtung eingesetzt. 5,0 g⁵ des Stoffes werden so in die Apparatur eingefüllt, dass er mit dem Anzündsystem in Berührung kommt. Normalerweise wird keine Verdichtung vorgenommen, es sei denn, leichtes Verdichten ist notwendig, um die 5,0 g der Probe in die Apparatur einfüllen zu können. Wenn es nicht möglich ist, die gesamte 5,0-g-Probe auch unter leichtem Aufstoßen in das Druckgefäß einzufüllen, wird so viel der Probe gezündet, wie unter voller Ausnutzung der Kapazität des Druckgefäßes eingefüllt werden kann. Die verwendete Probenmenge ist zu notieren. Der Bleidichtring und die Aluminium-Berstscheibe werden eingesetzt und der Haltestopfen wird fest angeschraubt. Die gefüllte Druckbombe wird mit der Berstscheibe nach oben in die Haltevorrichtung eingesetzt, die in einer geeigneten, verstärkten Rauchabzugsvorrichtung oder in einem geeigneten Prüfstand aufgestellt ist. Eine Zündmaschine wird mit den äußeren Kontakten des Anzündstopfens verbunden und die Ladung gezündet. Das Signal des Druckaufnehmers wird mit einem Aufzeichnungssystem registriert, welches sowohl die Auswertung als auch die dauerhafte Aufzeichnung des Druck/Zeit-Verlaufs erlaubt (z. B. Speicheroszilloskop in Verbindung mit einem Schreiber).

12.6.1.3.2 Die Prüfung wird dreimal durchgeführt. Die Zeit, in der der Druck von 690 kPa auf 2070 kPa (Überdruck) steigt, wird notiert. Der kürzeste Zeitwert ist für die Klassifizierung zu verwenden.

12.6.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Die Prüfergebnisse werden danach ausgewertet, ob ein Überdruck von 2070 kPa erreicht wird und, wenn das der Fall ist, welche Zeitdauer für den Anstieg von 690 kPa auf 2070 kPa (Überdruck) benötigt wird.

Das Ergebnis wird mit „+“ bewertet und der Stoff ist zur schnellen Deflagration fähig, wenn die Zeit, die der Druck benötigt, um von 690 kPa auf 2070 kPa (Überdruck) anzusteigen, kürzer als 30 ms ist. Das Ergebnis wird mit „-“ und der Stoff als eine Substanz ohne oder mit langsamer Deflagration bewertet, wenn die Anstiegszeit 30 ms oder mehr beträgt oder der Überdruck von 2070 kPa nicht erreicht wird. Ein Versagen der Anzündung bedeutet nicht notwendigerweise, dass der Stoff keine explosiven Eigenschaften besitzt.

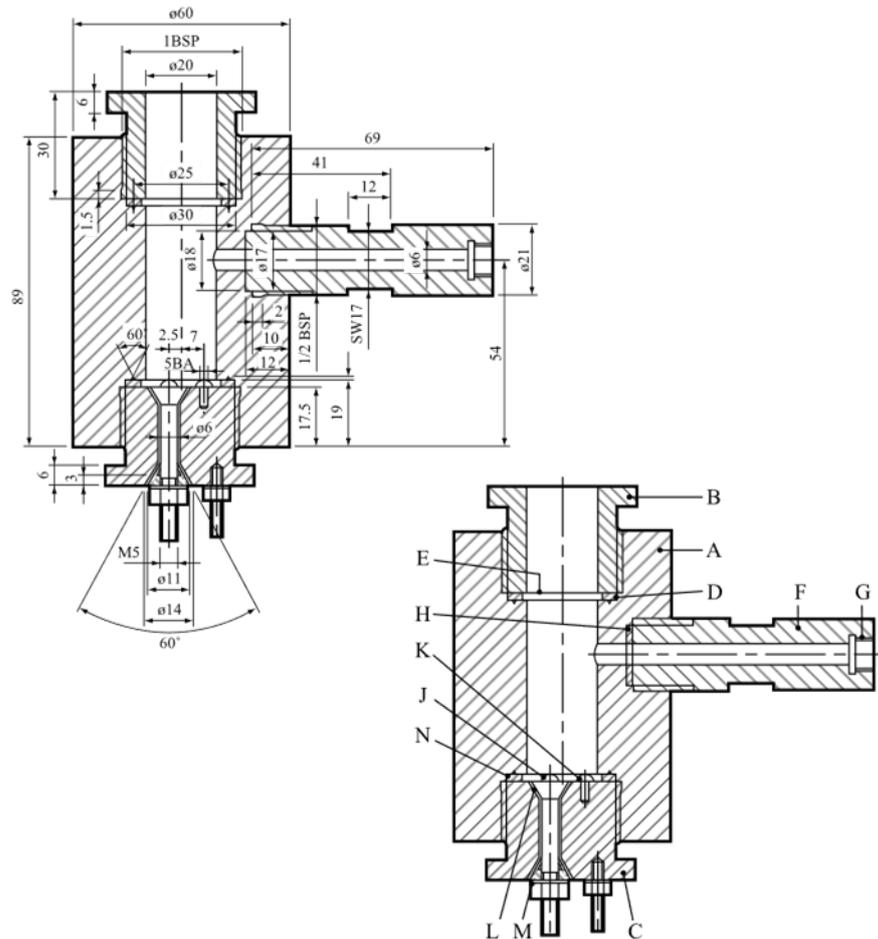
⁵ **Wenn vorbereitende Prüfungen für die Handhabungssicherheit (z. B. Erwärmen in einer Flamme) oder offene Abbrandprüfungen (z. B. eine Prüfung der Serie 3 Prüfmethode (d)) anzeigen, dass eine schnelle Reaktion zu erwarten ist, ist die Probenmenge auf 0,5 g zu reduzieren, bis die Heftigkeit der Reaktion unter Einschluss bekannt ist. Wenn es notwendig ist, eine 0,5-g-Probe zu verwenden, ist die Probenmenge schrittweise zu erhöhen, bis entweder ein „+“-Ergebnis erzielt oder die Prüfung mit einer 5,0-g-Probe durchgeführt wird.**

12.6.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Maximaldruck (kPa) (Überdruck^{*a}) | Zeit für einen Druckanstieg von 690 auf 2070 kPa (Überdruck^{*a}) (ms) | Ergebnis |
|---|--|---|-----------------|
| Ammoniumnitrat (Prills hoher Dichte) | < 2070 | - | - |
| Ammoniumnitrat (Prills niedriger Dichte) | < 2070 | - | - |
| Ammoniumperchlorat (2 µm) | > 2070 | 5 | + |
| Ammoniumperchlorat (30 µm) | > 2070 | 15 | + |
| Bariumazid | > 2070 | < 5 | + |
| Guanidinnitrat | > 2070 | 606 | - |
| Isobutylnitrit | > 2070 | 80 | - |
| Isopropylnitrat | > 2070 | 10 | + |
| Nitroguanidin | > 2070 | 400 | - |
| Pikraminsäure | > 2070 | 500 | - |
| Natriumpikramat | > 2070 | 15 | + |
| Harnstoffnitrat | > 2070 | 400 | - |

^{*a} *Im englischen Original nicht so bezeichnet, muss aber korrekterweise als Überdruck angegeben werden.*

Abbildung 12.6.1.1: PRÜFGERÄT



- | | | | |
|-----|----------------------------|-----|-------------------------------|
| (A) | Druckgefäßkörper | (B) | Haltestopfen für Berstscheibe |
| (C) | Anzündstopfen | (D) | Dichtungsring aus Weichblei |
| (E) | Berstscheibe | (F) | Adapter für Druckaufnehmer |
| (G) | Gewinde für Druckaufnehmer | (H) | Dichtungsring aus Kupfer |
| (J) | Isolierte Elektrode | (K) | Elektrode, geerdet |
| (L) | Isolierung | (M) | Stahlkegel |
| (N) | Dichtungsnut | | |

Abbildung 12.6.1.2: HALTEVORRICHTUNG

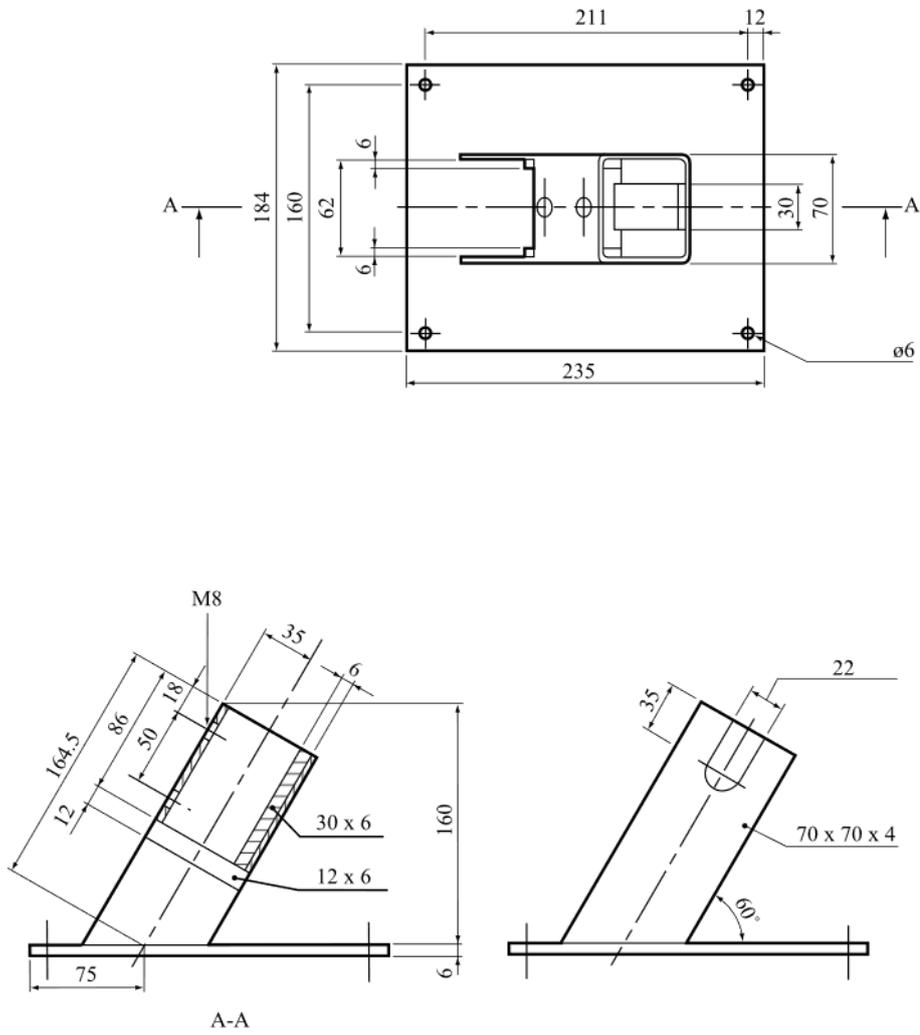
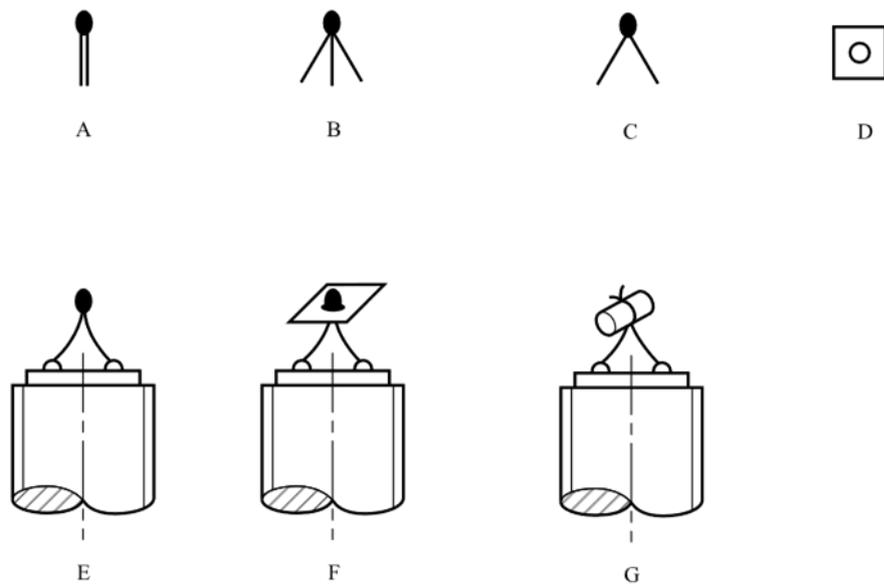
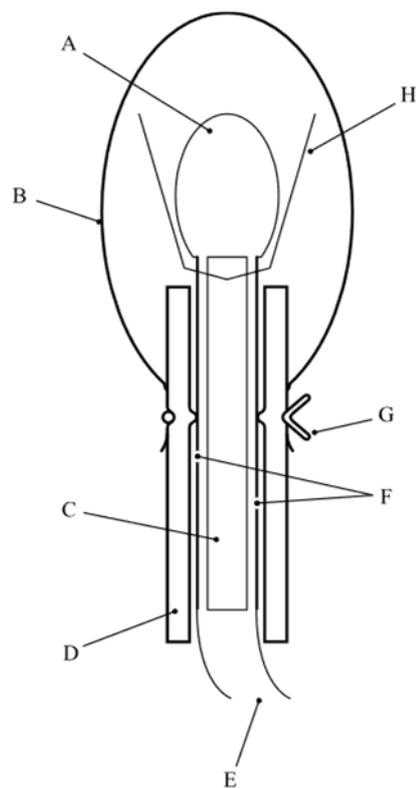


Abbildung 12.6.1.3: ANZÜNDSYSTEM FÜR FESTE STOFFE



-
- (A) Elektrisch auszulösende handelsübliche Anzündpille
 - (B) Kontakte aus Messingfolie durch Pappisolierung getrennt
 - (C) Isolator herausgeschnitten
 - (D) „Primed cambric“ SR 252, 13 mm x 13 mm mit zentralem Loch
 - (E) Anzündpille an die Elektroden des Anzündstopfens angelötet
 - (F) „Cambric“ an der Anzündpille positioniert
 - (G) „Cambric“ zusammengerollt und mit Faden zusammengebunden
-

Abbildung 12.6.1.4: ANZÜNDSYSTEM FÜR FLÜSSIGE STOFFE



| | | | |
|-----|--|-----|------------------|
| (A) | Anzündpille | (B) | PVC-Ummantelung |
| (C) | Isolator | (D) | Silikongummirohr |
| (E) | Zündleitungen | (F) | Kontaktfolien |
| (G) | Draht für flüssigkeitsdichten Verschluss | (H) | „Primed cambric“ |

12.6.2 Prüfung 2 (c) (ii): Innenanzündprüfung

12.6.2.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Tendenz eines Stoffes zu bestimmen, von einer Deflagration in eine Detonation überzugehen.

12.6.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 12.6.2.1 wiedergegeben. Die Probe des zu prüfenden Stoffes ist in einem 45,7 cm langen „3 inch schedule 80“-Rohr aus Baustahl (A53 Grade B) mit einem Innendurchmesser von 74,0 mm und einer Wanddicke von 7,6 mm enthalten. Beide Enden des Stahlrohres sind mit Kappen aus Schmiedestahl „3000 pound“ verschlossen. Ein Anzünder, bestehend aus 10 g Schwarzpulver (100 % passieren ein Nr. 20-Sieb, 0,84 mm und 100 % verbleiben auf einem Nr. 50-Sieb, 0,297 mm), wird im Mittelpunkt des Prüfbehälters platziert. Der Anzündaufbau besteht aus einem zylindrischen Behälter aus Celluloseacetat (Durchmesser 21 mm, Höhe 32 mm; Wanddicke 0,54 mm), der durch zwei Lagen eines mit Nylongeflecht verstärkten Celluloseacetatbandes zusammengehalten wird. Die Anzündkapsel enthält eine kleine Schlaufe aus einem 25 mm langen Ni-Cr-Widerstandsdraht mit einem Durchmesser von 0,30 mm und einem Widerstand von 0,35 Ohm. Diese Schlaufe ist mit zwei isolierten, verzinnnten Kupferzuleitungsdrähten mit einem Durchmesser von 0,7 mm verbunden. Der Gesamtdurchmesser einschließlich Isolierung beträgt 1,3 mm. Diese Zuleitungsdrähte sind durch kleine Löcher in der Wandung des Stahlrohres geführt und mit Epoxydharz eingeklebt.

12.6.2.3 Prüfverfahren

Nachdem die Probe bei Umgebungstemperatur bis zu einer Höhe von 23 cm in das Rohr eingefüllt wurde, wird der Anzünder (mit seinen durch kleine Löcher in die Rohrwand eingeführten Drähten) in die Mitte des Rohres gebracht und die Zuleitungsdrähte werden straffgezogen und mit Epoxydharz eingeklebt. Anschließend wird der Rest der Probe eingefüllt und die obere Kappe aufgeschraubt. Gelatinöse Proben werden möglichst mit der Dichte eingefüllt, die der Stoff während der Beförderung normalerweise aufweist. Granulierte Stoffe werden mit der Dichte eingefüllt, die durch mehrfaches Aufstoßen des Rohres auf einer festen Unterlage erreicht wird. Das Rohr wird in vertikaler Position platziert und der Anzünder wird durch einen aus einem 20-V-Transformator entnommenen Strom von 15 A ausgelöst. Es werden drei Versuche durchgeführt, es sei denn, der Übergang von einer Deflagration in eine Detonation erfolgt vorher.

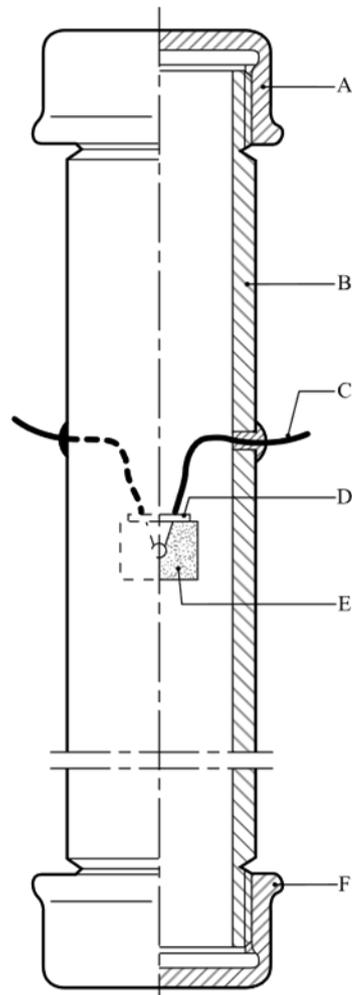
12.6.2.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn entweder das Rohr oder mindestens eine der Endkappen in mindestens zwei getrennte Stücke zerlegt wird. Ergebnisse, bei denen das Rohr nur aufgeplatzt oder aufgerissen ist oder bei denen das Rohr oder die Kappen soweit verzogen sind, dass die Kappen abgeworfen werden, werden „-“ bewertet.

12.6.2.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Ergebnis |
|--|-----------------|
| Ammoniumnitrat/Heizöl mit Aluminium | + |
| Ammoniumnitratprills, porös, niedrige Dichte | - |
| Ammoniumperchlorat (45 µm) | + |
| 1,3-Dinitrobenzol, feinkristallin | - |
| Nitrocarbonitrat | - |
| TNT, granuliert | + |
| Waterngel | + |

Abbildung 12.6.2.1: INNENANZÜNDPRÜFUNG



| | | | |
|-----|--------------------------------|-----|-------------------------|
| (A) | Kappe aus Schmiedeeisen | (B) | Stahlrohr |
| (C) | Zuleitungsdrähte des Anzünders | (D) | Abdichtung |
| (E) | Anzündaufbau | (F) | Kappe aus Schmiedeeisen |

ABSCHNITT 13

PRÜFSERIE 3

13.1 Einleitung

Mit dieser Prüfsérie werden die Fragen in Kästchen 10 und 11 der Abbildung 10.2 beantwortet, indem die Empfindlichkeit des Stoffs gegenüber mechanischer Beanspruchung (Schlag und Reibung), gegenüber Wärme und Flammen ermittelt wird. Die Frage in Kästchen 10 wird mit „Nein“ beantwortet, wenn ein „+“ in der Prüffart 3 (c) erhalten wird, und der Stoff wird als ein instabiler explosiver Stoff eingestuft; demzufolge wird die Beförderung des Stoffes nicht gestattet. Die Frage in Kästchen 11 wird mit „Ja“ beantwortet, wenn ein „+“ in einer der Prüffarten 3 (a), 3 (b) oder 3 (d) erhalten wird. Wenn ein „+“ erhalten wird, wird der Stoff als ein instabiler explosiver Stoff in der geprüften Art eingestuft, allerdings kann der Stoff eingekapselt oder anderweitig desensibilisiert oder verpackt werden, um die Empfindlichkeit gegenüber äußerer Beanspruchung zu reduzieren.

BEMERKUNG: Obwohl als instabile explosive Stoffe eingestufte explosive Stoffe für die Beförderung verboten sind, sind sie nicht verboten in anderen Bereichen, in denen besondere Vorkehrungen getroffen werden können.

13.2 Prüfverfahren

Prüfsérie 3 umfasst vier Prüffarten:

- Prüffart 3 (a): zur Bestimmung der Empfindlichkeit gegenüber Schlag;
- Prüffart 3 (b): zur Bestimmung der Empfindlichkeit gegenüber Reibung (einschließlich Reibschlag);
- Prüffart 3 (c): zur Bestimmung der thermischen Stabilität eines Stoffes; und
- Prüffart 3 (d): zur Bestimmung des Verhaltens eines Stoffes gegenüber Feuer.

Die gängigen Prüfverfahren sind in Tabelle 13.1 aufgeführt.

Tabelle 13.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE 3

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|-------------|--|-----------|
| 3 (a) (i) | Bureau of Explosives Fallhammer | 13.4.1 |
| 3 (a) (ii) | BAM-Fallhammer ^a | 13.4.2 |
| 3 (a) (iii) | Rotter-Prüfung | 13.4.3 |
| 3 (a) (iv) | 30-kg-Fallhammerprüfung | 13.4.4 |
| 3 (a) (v) | Modifizierter Typ-12-Schlagapparat | 13.4.5 |
| 3 (a) (vi) | Schlagempfindlichkeitsprüfung | 13.4.6 |
| 3 (a) (vii) | Modified Bureau of Mines Fallhammerprüfung | 13.4.7 |
| 3 (b) (i) | BAM-Reibapparat ^a | 13.5.1 |
| 3 (b) (ii) | Dreh-Reibprüfung | 13.5.2 |
| 3 (b) (iii) | Reibempfindlichkeitsprüfung | 13.5.3 |
| 3 (b) (iv) | ABL-Reibapparatprüfung | 13.5.4 |

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------------|---|-----------|
| 3 (c) (i) | Prüfung der thermischen Stabilität bei 75 °C ^a | 13.6.1 |
| 3 (c) (ii) | SBAT-Prüfung der thermischen Stabilität bei 75 °C | 13.6.2 |
| 3 (d) | Kleine Brandprüfung ^a | 13.7.1 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

13.3 Prüfbedingungen

13.3.1 Es ist vorsichtig zu arbeiten, wenn es notwendig ist, explosive Proben vor der Verwendung zu zerkleinern oder zu zerschneiden. Schutzausrüstungen, z. B. Sicherheitsschirme sind zu verwenden und die Mengen sind auf ein Minimum zu beschränken.

13.3.2 Bei den Prüfungen der Prüfarten 3 (a) und 3 (b) sind nasse Stoffe mit dem geringsten vorgesehenen Gehalt des Befeuchtungsmittels zu prüfen.

13.3.3 Die Prüfungen der Prüfarten 3 (a) und 3 (b) sind bei Umgebungstemperatur durchzuführen, es sei denn, der Stoff wird möglicherweise Bedingungen ausgesetzt, unter denen er seinen physikalischen Zustand verändern kann.

13.3.4 Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, sind alle Faktoren bei den Prüfungen der Prüfarten 3 (a) und 3 (b) sorgfältig zu kontrollieren und eine passende Standardsubstanz bekannter Empfindlichkeit ist in Abständen zu prüfen.

13.3.5 Eingeschlossene Luftblasen machen flüssige Stoffe weitaus empfindlicher gegenüber Schlag. Deshalb verwenden die Prüfverfahren der Prüfart 3 (a) spezielle Werkzeuge oder Prüfverfahren, die die adiabatische Kompression solcher Blasen im flüssigen Stoff erlauben.

13.3.6 Für flüssige Stoffe brauchen die Prüfungen der Prüfart 3 (b) nicht angewendet zu werden.

13.4 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie 3 Prüfart (a)

13.4.1 Prüfung 3 (a) (i): Bureau of Explosives Fallhammer

13.4.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Stoffes gegenüber dem Schlag eines Gewichtsstücks zu messen und um zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist. Sie lässt sich unter Verwendung zweier unterschiedlicher Probeneinrichtungen auf feste und flüssige Stoffe anwenden.

13.4.1.2 Prüfgeräte und Materialien

13.4.1.2.1 Feste Stoffe

Zeichnungen des Prüfgerätes für die Schlagprüfung von festen Stoffen sind in den Abbildungen 13.4.1.1 und 13.4.1.2 wiedergegeben. Das Gerät ist so ausgelegt, dass das Gewichtsstück von 3,63 kg frei zwischen zwei parallelen zylindrischen

Leitstangen aus vorher ausgewählten Höhen auf eine Einrichtung aus Stößel und oberem Zwischenstück fallen kann. Diese Einrichtung befindet sich mit der Probe in Kontakt, die ihrerseits auf der Einrichtung aus unterem Zwischenstück und Ambos liegt und sich in einem zylindrischen Gehäuse befindet, dessen Innendurchmesser gerade ausreicht, um eine freie Bewegung des Stößels und des oberen Zwischenstücks zu erlauben. Der Stößel, das obere und das untere Zwischenstück, das Gehäuse und der Ambos bestehen aus gehärtetem Werkzeugstahl einer Härte von 50 bis 55 auf der Rockwell-C-Härteskala und die polierten Oberflächen und die Flächen, die mit der Probe in Berührung kommen, haben eine Rauigkeit von 0,8 µm. Der Probenhalter hat einen Durchmesser von 5,1 mm.

13.4.1.2.2 Flüssige Stoffe

Das Gerät für die Schlagprüfung von flüssigen Stoffen ist außer der Probeneinrichtung dem Gerät für die Prüfung von festen Stoffen sehr ähnlich. Die Probeneinrichtung für die Prüfung von flüssigen Stoffen ist in Abbildung 13.4.1.3 dargestellt.

13.4.1.3 Prüfverfahren

13.4.1.3.1 Feste Stoffe

10 mg der Probe werden auf das untere Zwischenstück (C) gelegt. Der Ambos (E) und das untere Zwischenstück werden in dem Probenhalter platziert und das Gehäuse über ihnen eingeschraubt. Auf die Probe wird das obere Zwischenstück (B) und der Stößel (A) gesetzt. Das Gewichtsstück wird auf die Höhe von 10,0 cm gebracht und ausgelöst. Beobachtungen werden gemacht, ob eine „Explosion“ erfolgt, nachgewiesen durch Flammen oder einen hörbaren Knall. Mit jeder Probe werden zehn Messungen durchgeführt.

13.4.1.3.2 Flüssige Stoffe

Die Rückprallmanschette (A), der Zwischenstift (B) und der Stößel (D) werden im Stößelgehäuse (C) zusammengesetzt. Eine Kupferkapsel (E) wird in die Kapselhalterung (in Abbildung 13.4.1.3 nicht dargestellt) eingesetzt und ein Tropfen des zu untersuchenden flüssigen Stoffes wird in die Kapsel (E) eingefüllt. Das Stößelgehäuse (C) wird mit seinen Bestandteilen (A, B und D) über die Kapselhalterung gebracht. Das Ende des Stößels (D) gleitet teilweise in die Kapsel (E) hinein, wobei es jedoch durch die Kapselhalterung daran gehindert wird, den flüssigen Stoff in der Kapsel tatsächlich zu berühren. Wird das Stößelgehäuse von der Kapselhalterung abgehoben, so bleibt die Kapsel am Stößelende durch Reibung haften. Das Stößelgehäuse wird in das Ambosgehäuse eingeschraubt und die Abmessungen der Werkzeuge sind so, dass der Boden der Kupferkapsel den Ambos gerade berührt, wenn das Stößelgehäuse fest von Hand in das Ambosgehäuse eingeschraubt ist. Die gesamte Einrichtung wird dann in den Schlagapparat, der für die Prüfung von festen Stoffen Verwendung findet, eingesetzt. Das Gewichtsstück wird auf die Höhe von 25,0 cm gebracht und ausgelöst. Beobachtungen werden gemacht, ob eine „Explosion“ erfolgt, nachgewiesen durch Rauch, Flammen oder hörbaren Knall. Mit jeder Probe werden zehn Messungen durchgeführt.

13.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

13.4.1.4.1 Feste Stoffe

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn eine Flamme oder ein hörbarer Knall in mindestens fünf von zehn Versuchen bei einer Fallhöhe von 10 cm beobachtet wird; und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Andernfalls wird das Ergebnis „-“ bewertet. Grenzfälle können durch Anwendung des Bruceton-Verfahrens geklärt werden (siehe Anhang 2).

13.4.1.4.2 Flüssige Stoffe

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn Rauch, Flammen oder ein hörbarer Knall in wenigstens einem von zehn Versuchen bei einer Fallhöhe von 25 cm beobachtet wird und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Andernfalls wird das Ergebnis „-“ bewertet.

13.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

13.4.1.5.1 Feste Stoffe

Prüfergebnisse zur Bestimmung der Schlagempfindlichkeit von festen Stoffen:

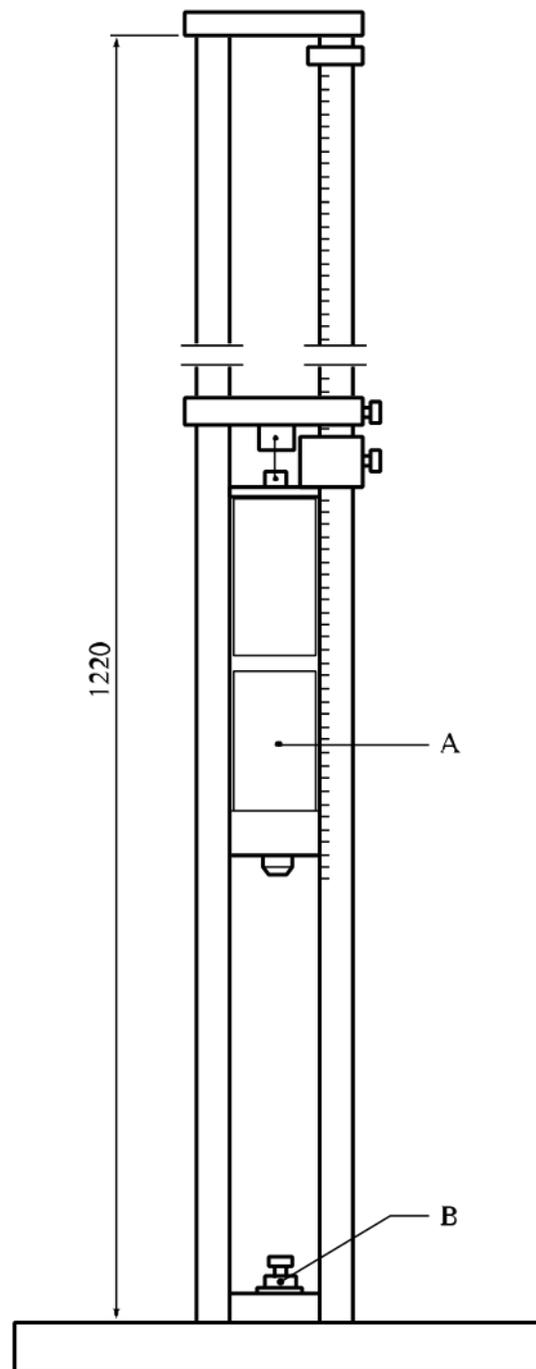
| Stoff | Ergebnis |
|---------------------|-----------------|
| Ammoniumperchlorat | - |
| HMX (trocken) | + |
| NG Dynamit | - |
| PETN (trocken) | + |
| PETN/Wasser (75/25) | - |
| RDX (trocken) | + |

13.4.1.5.2 Flüssige Stoffe

Prüfergebnisse zur Bestimmung der Schlagempfindlichkeit von flüssigen Stoffen:

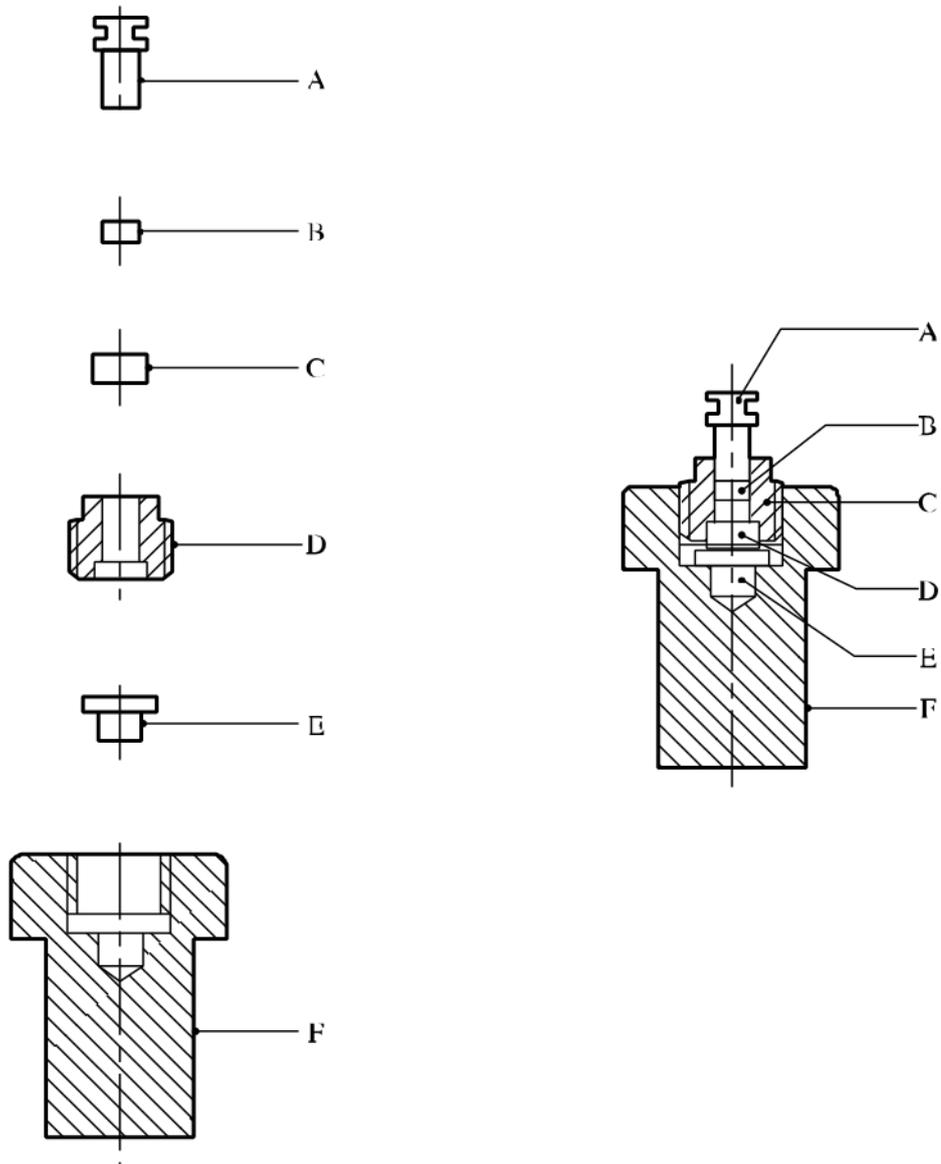
| Stoff | Ergebnis |
|---------------|-----------------|
| Nitroglycerin | + |
| Nitromethan | - |

Abbildung 13.4.1.1: BUREAU OF EXPLOSIVES FALLHAMMER



-
- (A) Gewichtsstück
 - (B) Probeneinrichtung
-

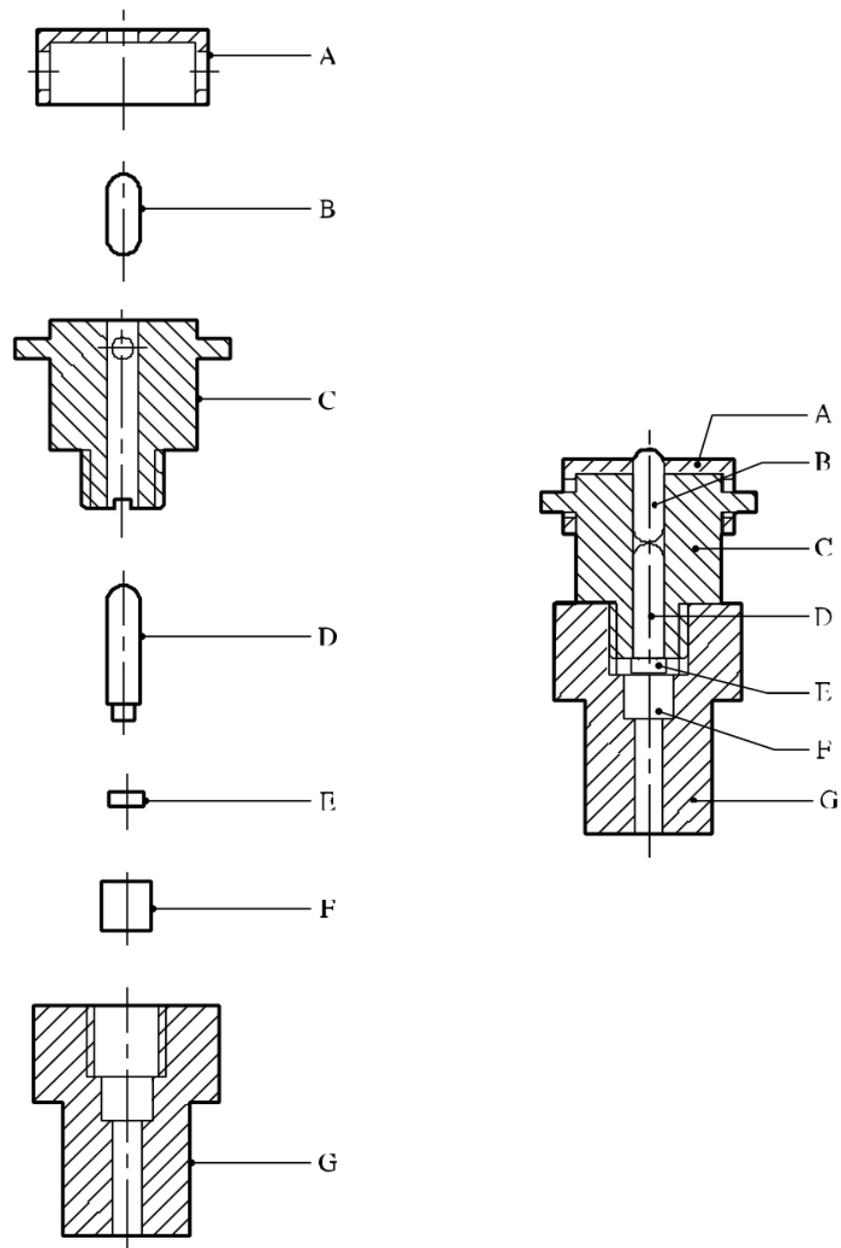
Abbildung 13.4.1.2: PROBENEINRICHTUNG FÜR FESTE STOFFE



(A) Stößel
 (C) Unteres Zwischenstück
 (E) Amboss

(B) Oberes Zwischenstück
 (D) Gehäuse
 (F) Ambossgehäuse

Abbildung 13.4.1.3: PROBENEINRICHTUNG FÜR FLÜSSIGE STOFFE



(A) Rückprallmanschette
 (C) Stößelgehäuse
 (E) Kupferkapsel
 (G) Ambossgehäuse

(B) Zwischenstift
 (D) Stößel
 (F) Amboss

13.4.2 Prüfung 3 (a) (ii): BAM-Fallhammer

13.4.2.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Schlagempfindlichkeit von festen und flüssigen Stoffen zu messen und zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist.

13.4.2.2 Prüfgeräte und Materialien

13.4.2.2.1 Die wesentlichen Teile des Fallhammers sind der gegossene Stahlblock mit Fuß, der Amboss, die Säule, die Gleitschienen, die Gewichtsstücke und die Auslöse- und Stempelvorrichtung. Ein Stahlamboss ist auf den Stahlblock und den gegossenen Fuß aufgeschraubt. Die Halterung, in der die Säule (die aus einem nahtlos gezogenen Stahlrohr besteht) befestigt ist, ist an der Rückseite des Stahlblocks angeschraubt. Die Abmessungen des Ambosses, des Stahlblocks, des Fußes und der Säule sind in Abbildung 13.4.2.1 angegeben. Die zwei Gleitschienen, die über drei Kreuzstücke mit der Säule verbunden sind, sind mit einer Zahnstange zur Begrenzung des Rückpralls des Gewichtsstückes und mit einem verschiebbaren Messlineal zur Einstellung der Fallhöhe ausgestattet. Die Vorrichtung für die Auslösung der Gewichtsstücke ist zwischen den Gleitschienen verstellbar und wird mit Hilfe einer Hebelmutter und zwei Klauen festgelegt. Das Prüfgerät ist mit vier Ankerschrauben so auf einem Betonsockel (600 mm x 600 mm) aufgeschraubt, dass der Fuß mit seiner ganzen Fläche mit dem Beton in Berührung steht und die Gleitschienen genau senkrecht stehen. Das Prüfgerät ist bis zur Höhe des unteren Kreuzstückes von einem hölzernen, leicht zu öffnenden Schutzkasten mit Innenschutzauskleidung umgeben. Eine Absaugvorrichtung erlaubt das Absaugen aller Explosionsschwaden oder -nebel aus dem Kasten.

13.4.2.2.2 Die Gewichtsstücke sind in der Abbildung 13.4.2.2 dargestellt. Jedes Gewichtsstück enthält zwei Führungsnuten, die es während des Falls zwischen den Gleitschienen halten, einen Haltestößel, einen entfernbarer zylindrischen Schlageinsatz und die Rückprallarretierung, die an das Gewichtsstück angeschraubt ist. Der Schlageinsatz besteht aus gehärtetem Stahl (HRC-Härte 60 bis 63); sein Mindestdurchmesser beträgt 25 mm. Er besitzt ein Schulterstück, das verhindert, dass der Einsatz beim Aufschlag in das Gewichtsstück hineingetrieben wird. Es stehen drei Gewichtsstücke der Massen 1 kg, 5 kg und 10 kg zur Verfügung. Das 1-kg-Gewichtsstück besitzt ein schweres Mittelstück aus Stahl, das den Schlageinsatz trägt. Die 5-kg- und 10-kg-Gewichtsstücke bestehen aus massivem und kompaktem Stahl, z. B. Werkstoffspezifikation: mindestens St 37-1 nach DIN 1700.

13.4.2.2.3 Die Probe des zu untersuchenden Stoffes ist in einer Stempelvorrichtung eingeschlossen, die aus zwei koaxial übereinanderstehenden Stahlzylindern und einem hohlzylindrischen Führungsring aus Stahl besteht. Die Stahlzylinder sind Stahlrollen für Wälzlager mit polierten Flächen, abgerundeten Kanten und einer HRC-Härte zwischen 58 und 65. Die Abmessungen der Zylinder und des Ringes sind in der Abbildung 13.4.2.3 angegeben. Die Stempelvorrichtung steht auf einem Zwischenamboss und wird durch einen Zentrierring mit einem Lochkranz zum Abströmen der Explosionsschwaden zentriert. Die Abmessungen des Zwischenambosses sind in Abbildung 13.4.2.4 und die des Zentrierringes in Abbildung 13.4.2.3 angegeben.

13.4.2.3 Prüfverfahren

13.4.2.3.1 Für feste Stoffe - außer pastenförmige oder gelartige - sind folgende Punkte zu beachten:

- (a) pulverförmige Stoffe werden gesiebt (Maschenweite 0,5 mm), der gesamte Siebdurchgang wird für die Prüfung verwendet¹;
- (b) gepresste, gegossene oder anderweitig verfestigte Stoffe werden in kleine Stücke zerkleinert und gesiebt; die Siebfraction zwischen 0,5 mm und 1,0 mm wird für die Prüfungen verwendet¹;
- (c) Stoffe, die nur als Ladungen hergestellt werden, werden in Form kleiner Plättchen (Chips) mit einem Volumen von 40 mm³ (Durchmesser ca. 4 mm, Dicke ca. 3 mm) geprüft.

Die Zylinder und der Führungsring müssen vor der Verwendung mit Aceton entfettet werden. Die Zylinder und der Führungsring sind nur einmal zu verwenden.

13.4.2.3.2 Bei pulverförmigen Stoffen wird mit Hilfe eines zylindrischen Hohlmaßes von 40 mm³ Volumen (3,7 mm Durchmesser x 3,7 mm Höhe) eine Probe abgemessen. Für pastenförmige oder gelartige Stoffe wird ein zylindrisches Röhrchen gleichen Volumens in den Stoff eingedrückt. Nach dem Abstreifen der überstehenden Menge wird die Probe mit einem Holzstäbchen aus dem Röhrchen herausgedrückt. Bei flüssigen Stoffen wird eine fein ausgezogene Pipette von 40 mm³ Volumen verwendet. Der Stoff wird in die geöffnete Stempelvorrichtung eingefüllt, die schon auf dem Zwischenamboss mit Zentrierring steht, und bei pulver-, pastenförmigen oder gelartigen Stoffen wird der obere Stahlstempel vorsichtig bis zum Berühren der Probe hineingedrückt, ohne die Probe flachzudrücken. Flüssige Proben werden so in die offene Stempelvorrichtung eingefüllt, dass sie die Rille zwischen unterem Stahlzylinder und Führungsring füllen. Der obere Stahlzylinder wird mit Hilfe eines Tiefenmaßes bis zu einem Abstand von 2 mm vom unteren Stahlzylinder hineingedrückt (siehe Abbildung 13.4.2.5) und durch einen Gummi-„O“-Ring festgehalten. In einigen Fällen verursacht die Kapillarwirkung ein Austreten der Probe um die Oberkante des Führungsringes herum. In diesen Fällen ist die Vorrichtung zu säubern und die Probe erneut zu verwenden. Die gefüllte Stempelvorrichtung wird zentrisch auf den Hauptamboss gestellt, der hölzerne Schutzkasten geschlossen und das auf die vorgesehene Fallhöhe eingestellte entsprechende Gewichtsstück ausgelöst. Bei der Interpretation der Versuchsergebnisse wird zwischen „keine Reaktion“, „Zersetzung“ (ohne Flamme oder Explosion), erkennbar an der Farbänderung oder dem Geruch, und „Explosion“ (mit schwachem bis starkem Knall oder Entflammung) unterschieden. In einigen Fällen ist es ratsam, Vergleichsversuche mit entsprechenden inerten Vergleichsstoffen auszuführen, um eine bessere Beurteilung zu ermöglichen, ob ein Knall stattgefunden hat oder nicht.

13.4.2.3.3 Die die Schlagempfindlichkeit eines Stoffes charakterisierende Grenz-Schlagenergie ist definiert als niedrigste Schlagenergie, bei der man in mindestens einem von mindestens sechs Versuchen das Ergebnis „Explosion“ erhält. Die angewendete Schlagenergie wird aus der Masse des Gewichtsstückes und der Fallhöhe (z. B. 1 kg x 0,5 m = 5 J) berechnet. Das 1-kg-Gewichtsstück wird bei Fallhöhen von 10, 20, 30, 40 und 50 cm (Schlagenergie 1 J bis 5 J), das 5-kg-Fallgewicht bei Fallhöhen von 15, 20, 30, 40, 50 und 60 cm (Schlagenergie 7,5 J bis 30 J) und das 10-kg-Fallgewicht bei Fallhöhen

¹ *Bei Stoffen, die sich aus mehr als einem Bestandteil zusammensetzen, muss die gesiebte Probe für den Originalstoff repräsentativ sein.*

von 35, 40 und 50 cm (Schlagenergie 35 J bis 50 J) eingesetzt. Die Versuchsreihe wird mit einem Einzelversuch bei 10 J begonnen. Wenn in diesem Versuch das Ergebnis „Explosion“ beobachtet wird, wird die Reihe mit Versuchen bei stufenweise niedrigeren Schlagenergien fortgesetzt, bis das Ergebnis „Zersetzung“ oder „keine Reaktion“ beobachtet wird. Bei diesem Schlagenergieniveau wird der Versuch bis zu insgesamt sechs Versuchen wiederholt, wenn keine „Explosion“ eintritt; anderenfalls wird die Schlagenergie in Stufen so weit reduziert, bis die Grenzs Schlagenergie bestimmt ist. Wenn bei einem Schlagenergieniveau von 10 J das Ergebnis „Zersetzung“ oder „keine Reaktion“ beobachtet wurde (d. h. keine Explosion), wird die Versuchsreihe mit Versuchen bei stufenweise erhöhten Schlagenergien fortgesetzt, bis man zum ersten Mal das Ergebnis „Explosion“ erhält. Dann wird die Schlagenergie wieder verringert, bis die Grenzs Schlagenergie bestimmt ist.

13.4.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

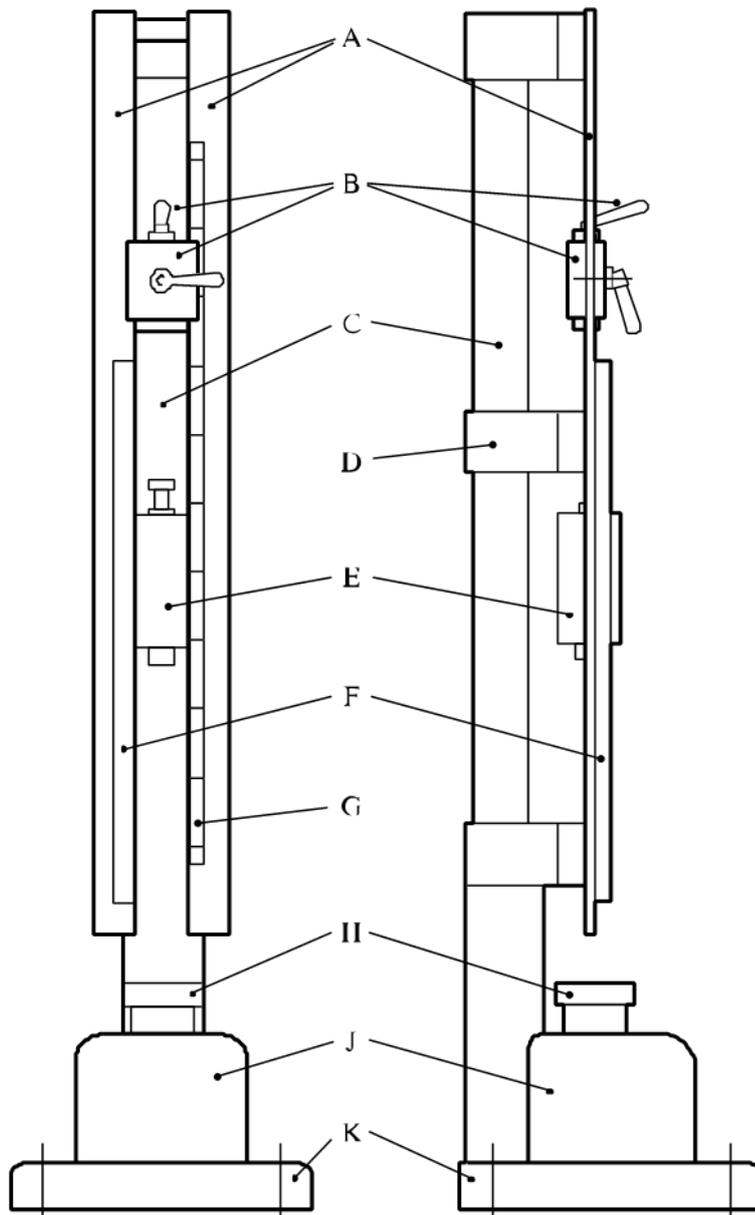
- a) ob eine „Explosion“ in einem von höchstens sechs Versuchen bei einer bestimmten Schlagenergie auftritt; und
- b) der niedrigsten Schlagenergie, bei der mindestens eine „Explosion“ in sechs Versuchen auftritt.

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn die niedrigste Schlagenergie, bei der mindestens eine „Explosion“ in sechs Versuchen auftritt, 2 J oder weniger ist, und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Anderenfalls wird das Ergebnis „-“ bewertet.

13.4.2.5 Ergebnisbeispiele

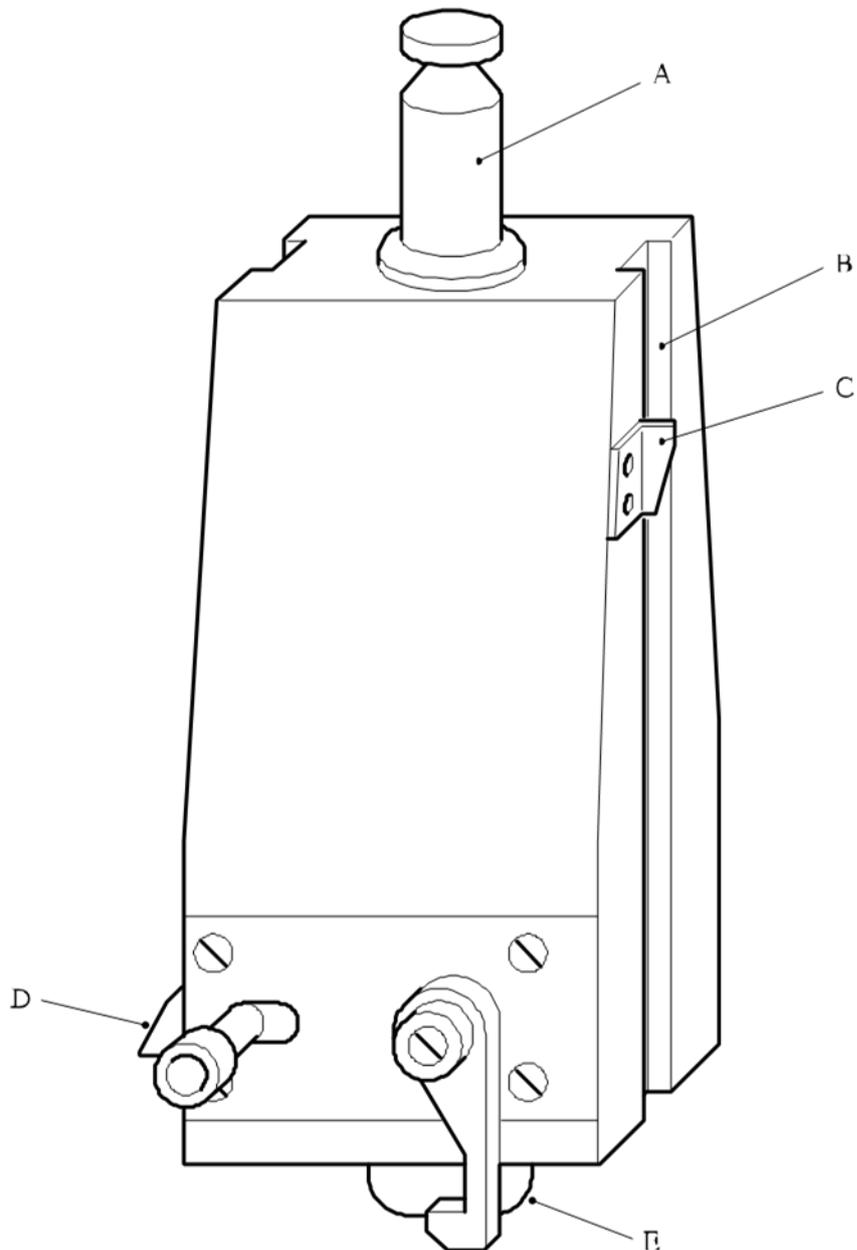
| Stoff | Grenzschlagenergie (J) | Ergebnis |
|-------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Ethylnitrat (flüssig) | 1 | + |
| Hexal 70/30 | 10 | - |
| Hydrazinperchlorat (trocken) | 2 | + |
| Bleiazid (trocken) | 2,5 | - |
| Bleistyphnat | 5 | - |
| Mannithexanitrat (trocken) | 1 | + |
| Quecksilberfulminat (trocken) | 1 | + |
| Nitroglycerin (NG) (flüssig) | 1 | + |
| PETN (trocken) | 3 | - |
| PETN/Wachs 95/5 | 3 | - |
| PETN/Wachs 93/7 | 5 | - |
| PETN/Wachs 90/10 | 4 | - |
| PETN/Wasser 75/25 | 5 | - |
| PETN/Milchzucker 85/15 | 3 | - |
| RDX/Wasser 74/26 | 30 | - |
| RDX (trocken) | 5 | - |
| Tetryl (trocken) | 4 | - |

Abbildung 13.4.2.1: BAM-FALLHAMMER ALLGEMEINE ANSICHT, FRONT- UND SEITENABMESSUNGEN



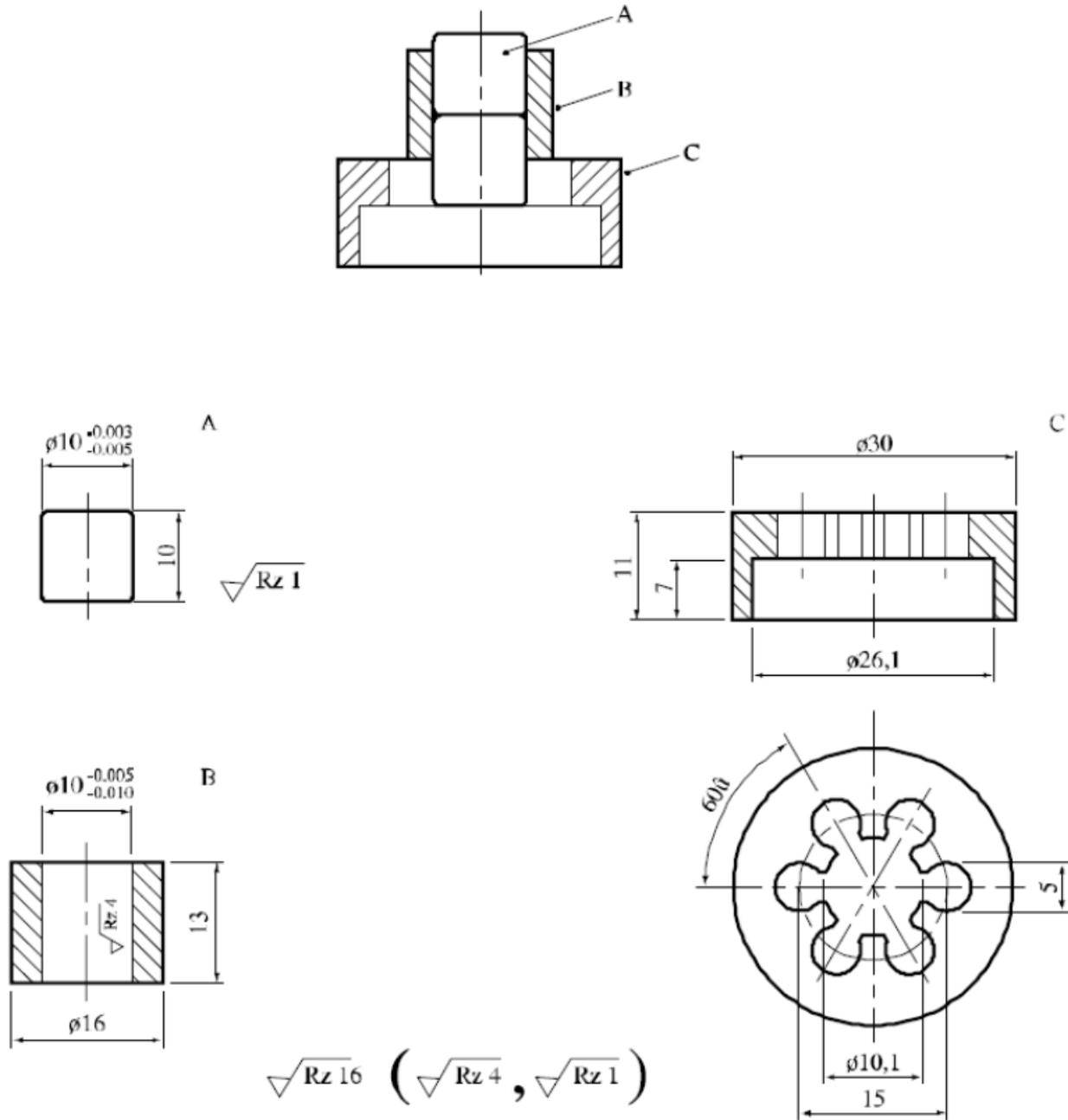
| | | | |
|-----|--|-----|--------------------------------------|
| (A) | Zwei Gleitschienen | (B) | Halte- und Auslösevorrichtung |
| (C) | Säule | (D) | Mittleres Kreuzstück |
| (E) | Gewichtsstück | (F) | Zahnstange |
| (G) | Messlineal | (H) | Amboss Durchmesser 100 mm x 70 mm |
| (J) | Stahlblock 230 mm x 250 mm x 200 mm | (K) | Fuß 450 mm x 450 mm x 60 mm |

Abbildung 13.4.2.2: GEWICHTSSTÜCK



-
- | | | | |
|-----|-----------------------------|-----|----------------------|
| (A) | Haltestößel | (B) | Führungsnut |
| (C) | Höhenmarke | (D) | Rückprallarretierung |
| (E) | Zylindrischer Schlageinsatz | | |
-

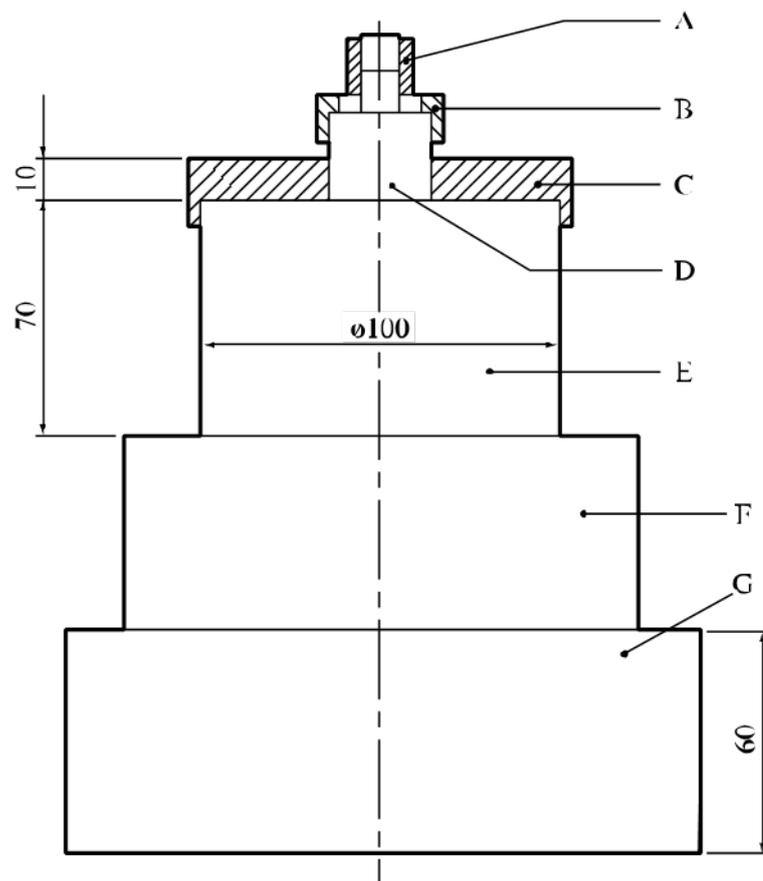
Abbildung 13.4.2.3: STEMPELVORRICHTUNG FÜR PULVERFÖRMIGE, PASTÖSE ODER GELARTIGE STOFFE UND ZENTRIERRING



(A) Stahlzylinder
(C) Zentrierring

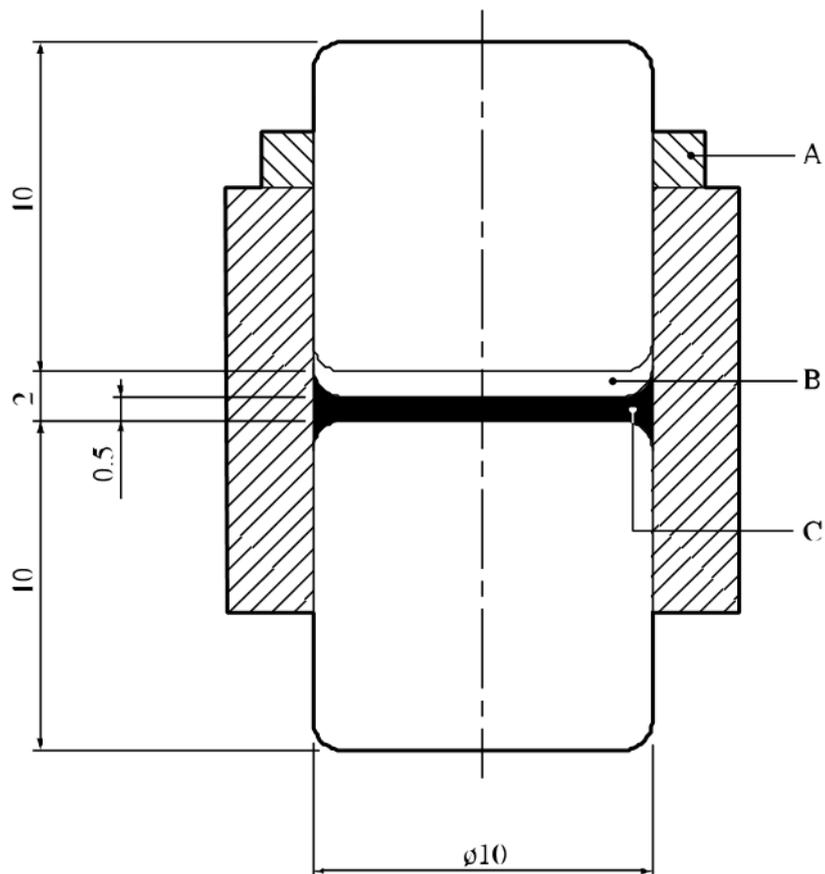
(B) Führungsring

Abbildung 13.4.2.4: UNTERER TEIL



| | | | |
|-----|--------------------------------------|-----|---|
| (A) | Stempelvorrichtung | (B) | Zentrierring |
| (C) | Zentrierplatte | (D) | Zwischenamboss 26 mm Durchmesser x 26 mm |
| (E) | Amboss 100 mm Durchmesser x 70 mm | (F) | Stahlblock 230 mm x 250 mm x 200 m |
| (G) | Fuß 450 mm x 450 mm x 60 mm | | |

Abbildung 13.4.2.5: STEMPELVORRICHTUNG FÜR FLÜSSIGE STOFFE



-
- (A) Gummiring
(kann bisweilen weggelassen werden)
- (C) Flüssigkeitsprobe ausgebreitet bis
zum Umfang des Stahlzylinders

(B) Flüssigkeitsfreier Raum

13.4.3 Prüfung 3 (a) (iii): Rotter-Prüfung

13.4.3.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Schlagempfindlichkeit eines Stoffes zu bestimmen und um zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist. Er ist auf feste und flüssige Stoffe unter Verwendung von zwei unterschiedlichen Einrichtungen anwendbar. Das Prüfverfahren kann einen direkten Vergleich mit einem Standardexplosivstoff (Referenzstandard) einschließen, die mittleren Fallhöhen (50%ige Zündwahrscheinlichkeit) werden mit dem Bruceton-Verfahren bestimmt.

13.4.3.2 Prüfgeräte und Materialien

13.4.3.2.1 Feste Stoffe

Der Rotter-Schlagapparat (5-kg-Gewichtsstück) und sein Zubehör sind schematisch in Abbildung 13.4.3.1 und mit einer Vergrößerung der Explosionskammer in Abbildung 13.4.3.2 wiedergegeben. Die gehärteten Stahlambosse, die Messingkapseln, die Abmessvorrichtung (Volumen 0,03 cm³), die Stopfeinrichtung und die Gasburette (50 cm³) werden nach Standardzeichnungen gefertigt. Der Referenzstandard ist Hexogen (RDX), das aus Cyclohexanon umkristallisiert und entsprechend einem Standardverfahren getrocknet wird.

13.4.3.2.2 Flüssige Stoffe

Die Einrichtung für die Prüfung von flüssigen Stoffen ist der Rotter-Schlagapparat, jedoch unter Anwendung einer anderen Schlageinrichtung (Abbildung 13.4.3.3) und eines Treibstößels (Abbildung 13.4.3.4) und ohne die Burette. Es wird ein 2-kg-Gewichtsstück verwendet. Die in den Abbildungen 13.4.3.2 bis 13.4.3.4 dargestellten verschiedenen Einzelteile werden entsprechend Standardzeichnungen gefertigt, das gleiche gilt für die gehärtete Stahlscheibe zur Eichung der Kapsel/Schlagbolzen-Anordnungen.

13.4.3.3 Prüfverfahren

13.4.3.3.1 Feste Stoffe

Bei festen Stoffen, die nicht pastös oder gelartig sind, sind folgende Punkte zu beachten:

- (a) falls erforderlich, werden grobkörnige Stoffe zerkleinert, um ein Sieb mit einer Maschenweite von 850 µm zu passieren; und
- (b) gegossene Substanzen werden entweder zerkleinert, um ein Sieb mit einer Maschenweite von 850 µm zu passieren, oder es werden 0,03 cm³ Plättchen mit den Sollmaßen von 4 mm Durchmesser und 2 mm Dicke aus dem festen Stoff herausgeschnitten.

13.4.3.3.2 Pulverförmige Stoffe werden mit einer Abmessvorrichtung in die Kapseln eingefüllt und Stoffe geringerer Dichte mit einer Stopfvorrichtung in die Kapseln eingedrückt. Die gefüllte Kapsel wird so auf den Amboss gelegt, dass ein Umkippen der Kapsel, bevor der Stoff die Ambossfläche berührt, verhindert wird. Anschließend wird die Kapsel gedreht, um den explosiven Stoff gleichmäßig zu verteilen, die Kammer geschlossen, der Schlagbolzen so eingerichtet, dass er die Kapsel berührt und die Kammer

in den Apparat eingesetzt. Die Logarithmen der Standardfallhöhen werden auf einer linearen Skala angeordnet. Die Anfangshöhen für die Bruceton-Versuchsreihen (siehe Anhang 2) werden für den zu prüfenden Stoff und den Referenzstandard durch Interpolation der nächstliegenden „go“-(Anzündung)- und „no go“-(keine Anzündung)-Ergebnisse bestimmt, bis diese auf benachbarten Niveaus auftreten. In einer üblichen Prüfung werden 50 Bruceton-Einzelversuche durchgeführt. Wird das Proben-Vergleichs-Prüfungs-(SCT)-Prüfverfahren (siehe Anhang 2) angewendet, werden Kapseln mit dem Referenzstandard und mit dem zu prüfenden Stoff abwechselnd geprüft; für beide Stoffe wird eine getrennte „Bruceton-Stufenabfolge“ angewendet. Beim Prüfen eines explosiven Stoffes wird ein „go“ erzielt, wenn 1 cm³ oder mehr an Reaktionsprodukten durch das Manometer registriert wird oder wenn unübliche, kurzzeitige Bewegungen der Manometersperrflüssigkeit beobachtet werden, die durch das Auftreten von Rauch beim Öffnen des Ambossgehäuses bestätigt werden. Im Falle einiger pyrotechnischer Sätze wird ein geringerer Effekt, z. B. Farbänderung, als Nachweis eines „go“ bewertet. Nach den Prüfungen müssen jede Kapsel, der Amboss und das Innere der Kammer sorgfältig gereinigt und getrocknet werden. Der Amboss wird überprüft und, falls sichtbar beschädigt, ausgewechselt. Der Fall des Schlaggewichts aus Höhen weit über 200 cm kann den Amboss zerstören. Wenn nicht aus dem SCT-Prüfverfahren erhalten, werden die Daten für den Referenzstandard aus Mittelwertberechnungen von 50-Versuchs-Prüfungen entnommen.

13.4.3.3.3 Flüssige Stoffe

Vor Versuchsbeginn werden einzelne Kapseln und Schlagbolzen paarweise angeordnet. Die Eichscheibe wird nacheinander in jede Kapsel eingelegt, der dazugehörige Schlagbolzen aufgesetzt und die Anordnung in die Schlagkammer eingesetzt. Nachdem das Kugellager auf den Schlagbolzen aufgesetzt wurde, wird das Gehäuseoberteil mit der Kappenhalterung verbunden und in seiner Lage festgelegt. Anschließend wird die Kappe eingesetzt und so weit eingeschraubt, bis der Kugelsitz die Kugel berührt. Diese Anfangsposition wird an einer Kreisskala mit 100 Teilstrichen am oberen Ende des Gehäuseoberteils abgelesen. Der abgelesene Wert ist kennzeichnend für die jeweils verwendete Kapsel/Schlagbolzen-Kombination. Jeder Teilstrich auf der Kreisskala entspricht einer vertikalen Verschiebung von 0,02 mm. Für die Prüfung selbst wird ein O-Ring in die Kapsel eingelegt. 0,025 cm³ des zu prüfenden flüssigen Stoffes werden in den Leerraum eingemessen. Eine brauchbare Einfüllvorrichtung ist eine 0,5 cm³ gasdichte Spritze, in Verbindung mit einer Sperre und einer fein ausgezogenen Kunststoffdüse. Auf den O-Ring wird dann eine Scheibe aus Edelstahl gelegt, wodurch 0,025 cm³ Luft eingeschlossen wird. Danach wird der Schlagbolzen aufgesetzt. Die Anordnung wird in die Schlagkammer eingesetzt, das Kugellager auf dem Schlagbolzen positioniert und das Gehäuseoberteil befestigt und in seiner Lage fixiert. Die Kappe wird so weit von Hand eingeschraubt, bis sie die Kugel berührt (Abbildung 13.4.3.3). Eine genormte Vorpressung der Probenkammer wird durch Eindrehen der Kappe bis zum Erreichen der für die einzelne Kapsel/Schlagbolzen-Kombination charakteristischen Anfangsposition und weiteres Drehen um eine bestimmte Zahl von Eichstrichen auf der Kreisskala erzielt. Das Gehäuse wird unter dem Schlagapparat platziert, wobei der Treibstößel mit kugelförmiger Aussparung (Abbildung 13.4.3.4) auf dem Kugellager ruht. Das Prüfverfahren gleicht dem bei festen Stoffen angewendeten; das gleiche Bruceton-Prüfverfahren wird verwendet. Ein positives Ergebnis („go“) ist eingetreten, wenn ein Knall zu hören ist, der lauter ist als derjenige, der bei einem Schlag aus gleicher Höhe auf einen inerten, flüssigen Stoff wahrgenommen wird, oder wenn in der Probenkammer ein Restdruck festgestellt wird oder wenn beim Auseinandernehmen der Einrichtung Zersetzungsprodukte visuell oder am Geruch feststellbar sind. Dementsprechend wird ein unverändertes Vorliegen des flüssigen Stoffes in der Probenkammer als negatives Ergebnis („no go“) gewertet. Nach der Prüfung werden die Kapsel und der Schlagbolzen sorgfältig gereinigt und, wenn an einem von beiden Werkzeugen Anzeichen einer Beschädigung (normalerweise Dellen)

beobachtet werden, werden diese ausgewechselt. Dadurch wird eine erneute Eichung mit der Eichscheibe erforderlich. In allen Fällen werden der O-Ring und die Scheibe aus Edelstahl nach jedem Einzelversuch durch neue Teile ersetzt.

13.4.3.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

13.4.3.4.1 Feste Stoffe

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

- a) ob ein positives Ergebnis („go“) in einem Versuch beobachtet wurde;
- b) Bestimmung der mittleren Fallhöhe für den Referenzstandard und die Probe durch das Bruceton-Prüfverfahren (s. Anhang 2); und
- c) Vergleich der mittleren Fallhöhe des Referenzstandards (H_1) mit der mittleren Fallhöhe der Probe (H_2) unter Verwendung der Gleichung:

$$\text{Wert der Unempfindlichkeit (W der U)} = 80 \times H_2/H_1$$

(wenn $H_2 \geq 200$ cm ist, wird der Wert (W der U) mit > 200 angegeben).

Das Ergebnis der Prüfung wird „+“ bewertet, wenn der Wert (W der U) kleiner oder gleich 80 ist, und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Das Ergebnis der Prüfung wird „-“ bewertet, wenn der Wert (W der U) größer als 80 ist. Wenn der Wert (W der U) für den zu prüfenden Stoff kleiner als 80 ist, kann ein direkter Vergleich mit dem Referenzstandard unter Verwendung der Probenvergleichsprüfung (SCT) (s. Anhang 2) vorgenommen werden mit 100 Einzelversuchen für jeden Stoff. Erweist sich der geprüfte Stoff in mindestens 95 % der Fälle als nicht empfindlicher als der Referenzstandard, ist der geprüfte Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, nicht als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen.

13.4.3.4.2 Flüssige Stoffe

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

- (a) ob ein positives Ergebnis („go“) in einer Prüfung beobachtet wurde; und
- (b) Bestimmung der mittleren Fallhöhe der Probe durch das Bruceton-Prüfverfahren.

Die mittlere Fallhöhe für flüssige Stoffe wird genauso wie für feste Stoffe berechnet und das Ergebnis wird direkt angegeben. Für Proben, die bei Fallhöhen von ca. 125 cm kein positives Ergebnis liefern, wird eine mittlere Fallhöhe von „ > 125 cm“ angegeben. Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der flüssige Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen, wenn er bei dieser Prüfung empfindlicher ist als iso-Propylnitrat. Dies wird üblicherweise über den Wert der mittleren Höhe bestimmt. Ist aber die für den geprüften Stoff ermittelte Höhe geringer als die für iso-Propylnitrat angegebene Höhe von 14,0 cm, kann ein direkter Vergleich mit iso-Propylnitrat unter Anwendung des SCT-Prüfverfahrens mit jeweils 100 Einzelversuchen für jeden Stoff durchgeführt werden. Erweist sich der geprüfte Stoff in mindestens 95 % der Fälle als nicht empfindlicher als iso-Propylnitrat, so ist er in der Form, in der er geprüft wurde, nicht als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen. Das Ergebnis wird „-“ bewertet, wenn die mittlere Höhe größer oder gleich der von iso-Propylnitrat ist.

13.4.3.5 Ergebnisbeispiele

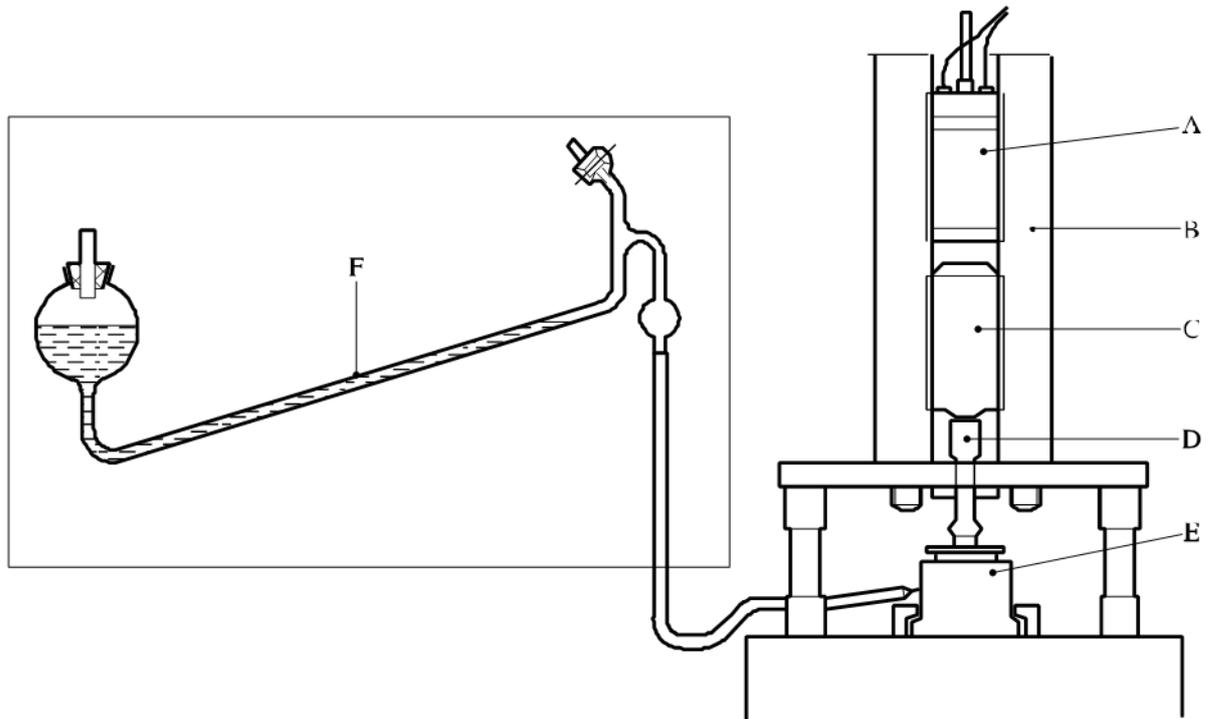
13.4.3.5.1 Feste Stoffe

| Stoff | W der U | Ergebnis |
|----------------------------|----------------|-----------------|
| Sprengelatine-Geophex | 15 | + |
| Unter-Wasser-Sprengelatine | 15 | + |
| Cordit | 20 | + |
| 1,3 Dinitrobenzol | > 200 | - |
| Guanidinnitrat | > 200 | - |
| Oktogen | 60 | + |
| Bleiazid (militärisch) | 30 | + |
| PETN | 50 | + |
| PETN/Wachs 90/10 | 90 | - |
| RDX | 80 | + |
| Tetryl | 90 | - |
| Trinitrotoluol | 140 | - |

13.4.3.5.2 Flüssige Stoffe

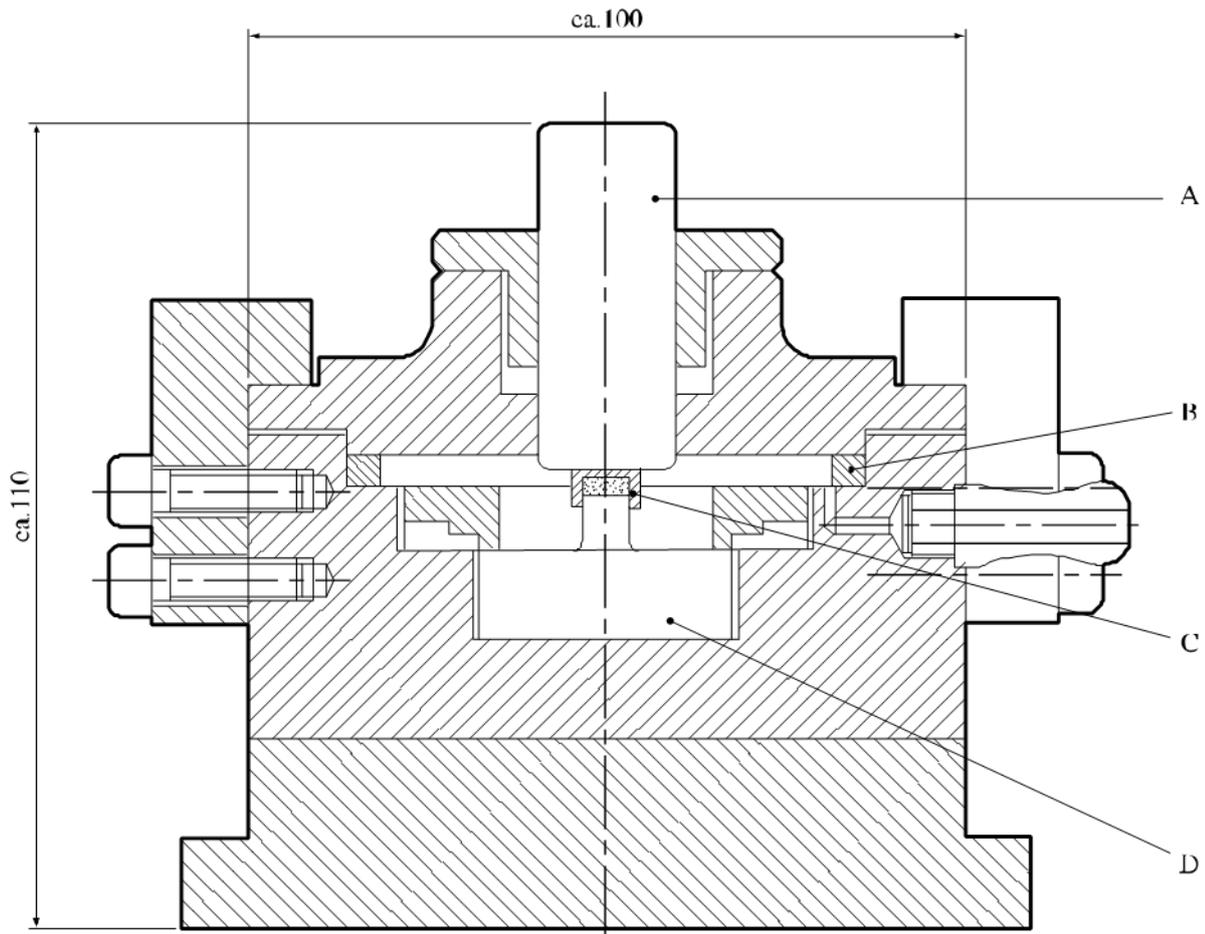
| Stoff | Mittlere Höhe (cm) | Ergebnis |
|--------------------------|---------------------------|-----------------|
| Diethylglykoldinitrat | 12 | + |
| Diethylglykolmononitrat | 46 | - |
| 1,1-Dinitroethan | 21 | - |
| Dinitroethylbenzol | 87 | - |
| Nitroglycerin (NG) | 5 | + |
| Iso-Propylnitrat | 14 | + |
| Nitrobenzol | > 125 | - |
| Nitromethan | 62 | - |
| Triethylglykoldinitrat | 10 | + |
| Triethylglykolmononitrat | 64 | - |

Abbildung 13.4.3.1: ROTTER-PRÜFUNG



-
- | | | | |
|-----|---------------|-----|------------------------|
| (A) | Magnet | (B) | Röhrenförmige Schienen |
| (C) | Gewichtsstück | (D) | Treibstößel |
| (E) | Kammer | (F) | Gasbürette |
-

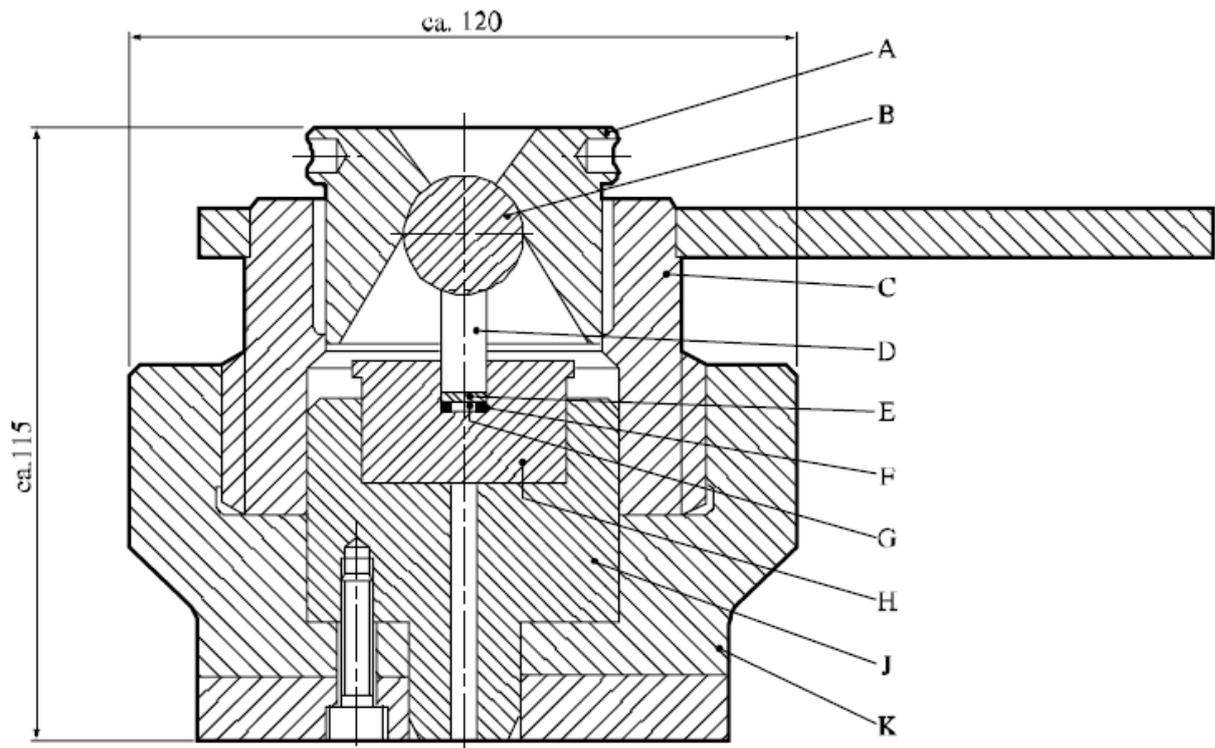
Abbildung 13.4.3.2: EXPLOSIONSKAMMER



(A) Schlagbolzen
(C) Kapsel

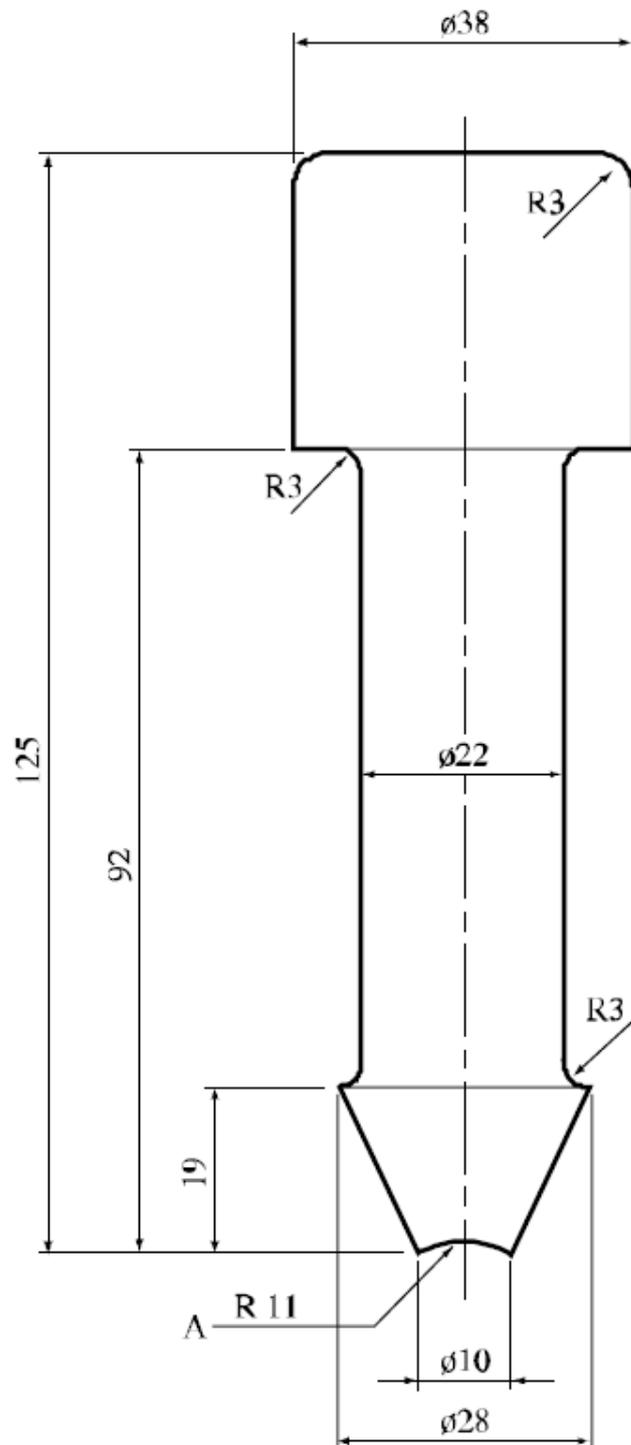
(B) Dichtungsring
(D) Amboss

Abbildung 13.4.3.3: GEHÄUSE UND KAPSEL/SCHLAGBOLZEN-ANORDNUNG FÜR FLÜSSIGE STOFFE



| | | | |
|-----|-----------------------|-----|---|
| (A) | Kappe | (B) | 7/8 inch (22,0 mm) Kugellager |
| (C) | Gehäuseoberteil | (D) | Schlagbolzen aus gehärtetem Werkzeugstahl |
| (E) | Scheibe aus Edelstahl | (F) | O-Ring aus Gummi |
| (G) | Prüfflüssigkeit | (H) | Kapsel aus gehärtetem Werkzeugstahl |
| (J) | Schlagkammer | (K) | Widerlager für die Kappe |

Abbildung 13.4.3.4: ZWISCHENTREIBSTÖßEL FÜR DIE SCHLAGPRÜFUNG MIT FLÜSSIGEN STOFFEN



(A) Sphärisch

13.4.4 Prüfung 3 (a) (iv): 30-kg-Fallhammerprüfung

13.4.4.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit von festen und flüssigen Stoffen gegenüber dem Schlag eines Fallgewichts zu messen und um zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist.

13.4.4.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Das Prüfgerät und die Materialien sind in Einzelheiten in den Abbildungen 13.4.4.1 und 13.4.4.2 dargestellt. Die Stahlschale (Wanddicke ca. 0,4 mm) ist 8 mm tief, 50 mm breit und 150 mm lang.

13.4.4.3 *Prüfverfahren*

Die Schale wird bis zu einer Höhe von 8 mm gleichmäßig mit dem Stoff gefüllt. Die Schale wird so auf dem Amboss platziert, dass das Gewichtsstück auf einem Punkt auftrifft, der 25 mm von einem Ende der Schale entfernt in der Längsachse der Schale liegt (siehe Abbildung 13.4.4.1). Das Gewichtsstück wird aus Höhen von 4,00 m bis 0,25 m in Stufen von 0,25 m ausgelöst. Von einer Weiterleitung wird gesprochen, wenn explosive Effekte, hauptsächlich eine Deformation der Schalenwände, in einer Entfernung von mindestens 100 mm - gemessen vom Auftreffpunkt des Gewichtsstücks - beobachtet werden. Mit jeder Höhe werden drei Einzelversuche durchgeführt. Die Grenzhöhe ist die größte Höhe, bei der in drei Einzelversuchen keine Weiterleitung stattfindet. Wenn bei einer Höhe von 4,00 m keine Weiterleitung stattfindet, wird eine Grenzhöhe von $\geq 4,00$ m aufgeschrieben.

13.4.4.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

- a) ob es die Weiterleitung einer Reaktion gibt; und
- b) die Grenzfallhöhe.

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn eine Grenzfallhöhe von weniger als 0,75 m beobachtet wird und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn eine Grenzfallhöhe beobachtet wird, die größer als oder gleich 0,75 m ist.

13.4.4.5 Ergebnisbeispiele

| Stoffe | Grenzfallhöhe (m) | Ergebnis |
|--|------------------------------|-----------------|
| Ammoniumperchlorat | ≥ 4,00 | - |
| Oktofen 0 - 100 µm (70 % min. ≤ 40 µm) ^a | 0,50 | + |
| Oktofen 80 - 800 µm (50 % min. ≥ 315 µm) ^{a, b} | 1,75 | - |
| Hydrazinnitrat, geschmolzen ^c | 0,25 | + |
| Bergbausprengstoff ^d | ≥ 4,00 | - |
| Nitroglycerin | 0,50 | + |
| Nitroguanidin | ≥ 4,00 | - |
| PETN, fein (40 % min. ≤ 40 µm) | 0,50 | + |
| RDX 0 - 100 µm (55 % min. ≤ 40 µm) ^a | 1,00 | - |
| RDX, mittlere Größe 125 - 200 µm | 2,00 | - |
| Trinitrotoluol Schuppen ^e | ≥ 4,00 | - |
| Trinitrotoluol gegossen | ≥ 4,00 | - |

^a aus Cyclohexanon
umkristallisiert

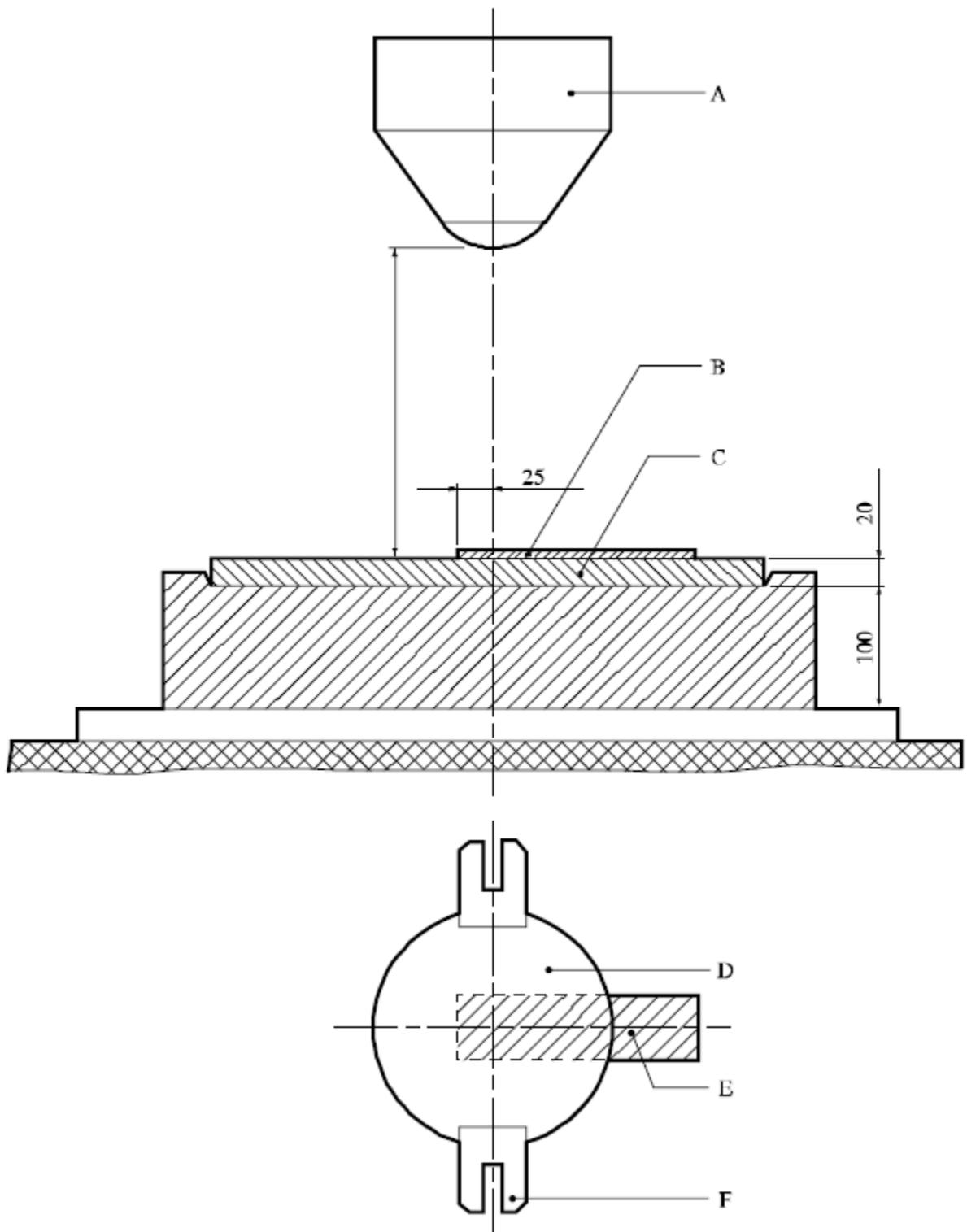
^c 60 - 80 °C

^e Schmelzpunkt ≥ 80,1 °C

^b RDX-Gehalt max. 3 %

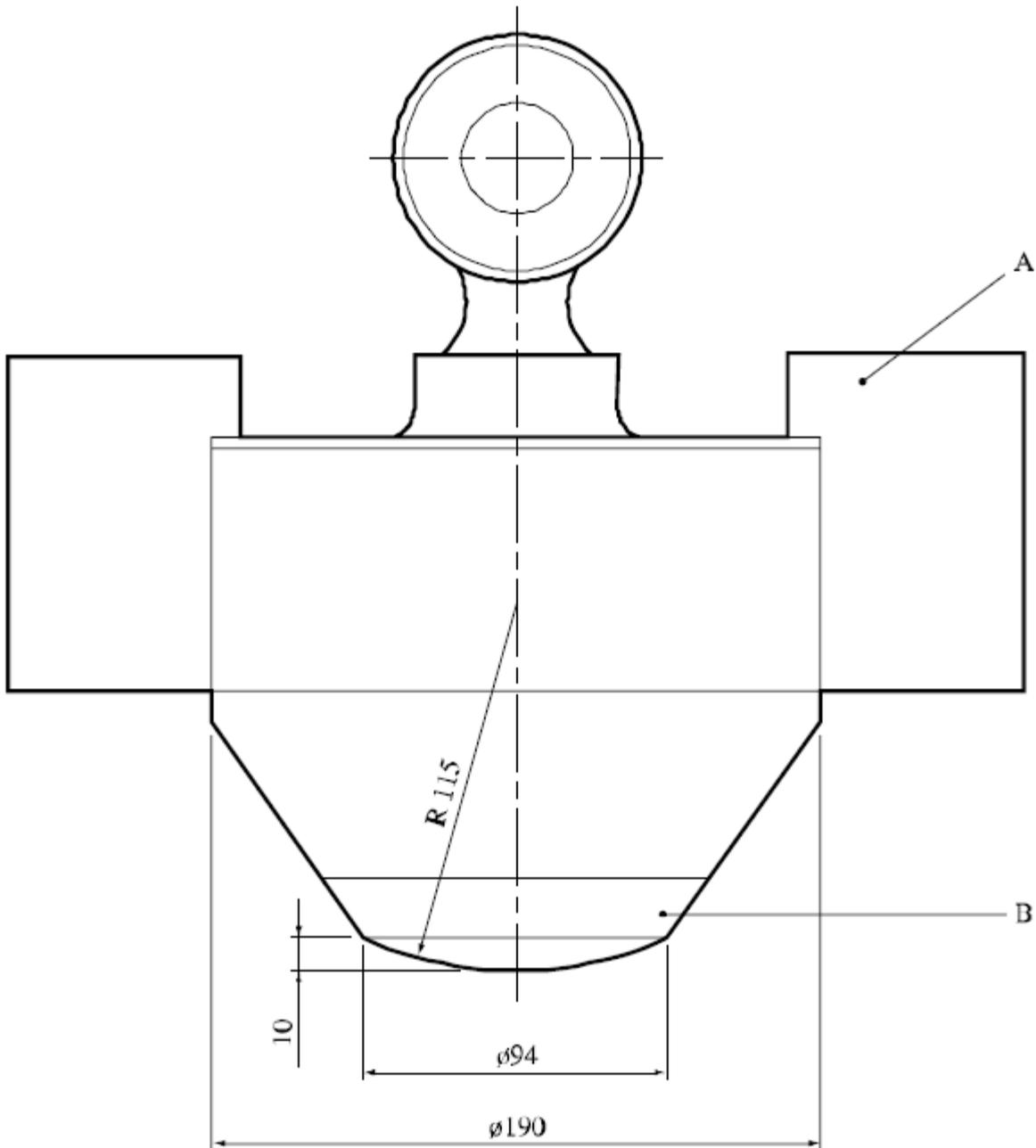
^d auf Ammoniumnitratbasis, mit 11,5 % Pentolit
und
8,5 % Aluminium

Abbildung 13.4.4.1: 30-KG-FALLHAMMERPRÜFUNG



- | | | | |
|-----|---------------------|-----|---------------------|
| (A) | 30-kg-Gewichtsstück | (B) | Probe |
| (C) | Entfernbarer Amboss | (D) | 30-kg-Gewichtsstück |
| (E) | Probe | (F) | Führung |

Abbildung 13.4.4.2: FALLGEWICHT



(A) Führung

(B) Entfernbare Nase

13.4.5 Prüfung 3 (a) (v): Modifizierter Typ-12-Schlagapparat

13.4.5.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit von Stoffen gegenüber dem Schlag eines Fallgewichts zu messen und um zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist.

13.4.5.2 Prüfgeräte und Materialien

Die folgenden Prüfgeräte und Materialien werden benötigt:

- (a) Ein Fallmechanismus, der in der Lage ist, über drei Führungen ein Gewicht von 1,0, 1,5, 1,8, 2,0, 2,5 oder 5 kg aus einer Höhe von bis zu 3 m auf ein Zwischengewicht fallen zu lassen, das auf einer Probe liegt, die frei auf einem Amboss liegt. Die Fall- und Zwischengewichte werden in folgenden Kombinationen verwendet:
 - (i) 1,5-kg-Zwischengewicht mit einem 1,0-, 1,5-, 1,8- oder 2,0-kg-Fallgewicht;
 - (ii) 2,0-kg-Zwischengewicht mit einem 1,0- oder 2,0-kg-Fallgewicht; und
 - (iii) 2,5-kg-Zwischengewicht mit 2,5- oder 5,0-kg-Fallgewicht;
- (b) eine Haltevorrichtung (modifiziertes Werkzeug Typ 12), bestehend aus einem Amboss (Durchmesser der Schlagfläche 32 mm) und einer Führung für das Zwischengewicht;
- (c) Sandpapier, das in Quadrate von 25 mm \pm 2 mm geschnitten ist;
- (d) eine Waage mit einer Genauigkeit von \pm 1 mg;
- (e) Messingkapseln mit 10,0 mm Durchmesser, 4,8 mm Höhe und 0,5 mm Wanddicke;
- (f) Scheiben aus Edelstahl mit 8,4 mm Durchmesser und 0,4 mm Dicke;
- (g) Neopren-O-Ringe mit 8,4 mm Durchmesser und 1,3 mm Dicke;
- (h) 50 μ l Spritze;
- (i) Mikrospatel.

13.4.5.3 Prüfverfahren

13.4.5.3.1 Feste Stoffe

Das Zwischengewicht wird angehoben. 30 mg \pm 5 mg der Probe werden in loser Schüttung zentral auf dem Amboss platziert (bei weniger empfindlichen Stoffen werden 30 mg \pm 5 mg des Prüfstoffes auf ein quadratisches Stückchen Sandpapier gelegt und das Sandpapier wird mit der Probe auf den Amboss gelegt). Das Zwischengewicht

wird nun behutsam auf die Probe auf dem Amboss aufgesetzt. Das Fallgewicht wird auf 36,0 cm (der Höhe in der Mitte der logarithmischen Intervalle der Fallhöhen) angehoben und ausgelöst, so dass es auf das Zwischengewicht fällt. Das Zwischengewicht wird angehoben. Der Versuch wird als positiv bewertet, wenn ein Knall, Rauch oder Geruch aufgetreten ist oder ein Nachweis einer Entzündung sichtbar ist. Die Art der aufgetretenen Reaktion ist zu vermerken. Die Ambossflächen werden mit einem Tuch gesäubert. Die Anfangsfallhöhe für die Anwendung des Bruceton-Prüfverfahrens (siehe Anhang 2) wird durch Interpolation der nächstliegenden positiven und negativen Ergebnisse bestimmt, bis diese auf benachbarten Niveaus auftreten. 25 Einzelversuche werden durchgeführt, wobei sich die Abfolge der Fallhöhen nach dem Bruceton-Prüfverfahren unter Einhaltung eines logarithmischen Intervalls von 0,093 mit den folgenden Fallhöhen ergibt: 6,5, 8, 10, 12, 15, 19, 24, 29, 36, 45, 55, 69, 85, 105, 131, 162 und 200 cm. Die mittlere Höhe wird unter Anwendung des Prüfverfahrens, dargestellt in Anhang 2, ermittelt. Die Kombination eines 1,8-kg-Fallgewichtes mit einem 1,5-kg-Zwischengewicht, ohne die Verwendung von Sandpapier, hat sich als optimal erwiesen, um zu bestimmen, ob Stoffe empfindlicher oder weniger empfindlich als Hexogen (RDX) sind.

13.4.5.3.2 Flüssige Stoffe

Ein O-Ring wird in die Kapsel eingelegt und am Boden festgedrückt. 25 μl^2 werden mit einer Spritze in die Kapsel eingefüllt. Eine Scheibe aus Edelstahl wird auf den O-Ring aufgesetzt. Das Zwischengewicht wird angehoben und die Kapselvorrichtung wird auf dem Amboss platziert. Das Zwischengewicht wird behutsam gesenkt, so dass es in die Kapsel passt und den O-Ring zusammenpresst. Das Fallgewicht wird angehoben und ausgelöst, so dass es auf das Zwischengewicht fällt. Das Zwischengewicht wird angehoben. Der Versuch wird als positiv bewertet, wenn ein Knall, Rauch oder Geruch aufgetreten ist oder ein Nachweis einer Entzündung sichtbar ist. Die Art der aufgetretenen Reaktion ist zu vermerken. Die Anfangshöhe wird unter Verwendung des Prüfverfahrens, das in 13.4.5.3.1 beschrieben ist, ausgewählt. Es werden 25 Versuche durchgeführt und die mittlere Höhe wird unter Anwendung des Prüfverfahrens, beschrieben in Anhang 2, ermittelt. Die Kombination eines 1,0-kg-Fallgewichtes mit einem 1,5-kg-Zwischengewicht (vorgesehen für das Prüfen von flüssigen Stoffen) hat sich als optimal erwiesen, um zu bestimmen, ob Stoffe empfindlicher oder weniger empfindlich als iso-Propylnitrat sind.

13.4.5.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

13.4.5.4.1 Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

- (a) ob in einem Versuch eine positive Reaktion erzielt wird; und
- (b) Bestimmung der mittleren Fallhöhe (H_{50}) für die Probe durch das Bruceton-Prüfverfahren.

Einzelheiten der Statistiken, die zur Bestimmung von H_{50} verwendet werden, und die Standardabweichung sind aus Anhang 2 ersichtlich.

² *Das Verhältnis zwischen dem Probenvolumen und der Empfindlichkeit des flüssigen Stoffes ist eine für den flüssigen Stoff spezifische Funktion. Das für dieses Prüfverfahren ausgewählte Volumen ist für die Bestimmung relativer Empfindlichkeit geeignet. Eine Bestimmung des Verhältnisses zwischen der Empfindlichkeit und dem Probenvolumen ist durchzuführen, wenn über den Stoff detailliertere Informationen gefordert werden.*

13.4.5.4.2 Feste Stoffe

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn die mittlere Fallhöhe (H_{50}) kleiner oder gleich der von trockenem Hexogen (RDX) ist und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn die mittlere Fallhöhe (H_{50}) größer als die von Hexogen (RDX) ist.

13.4.5.4.3 Flüssige Stoffe

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn die mittlere Fallhöhe (H_{50}) kleiner als die von iso-Propylnitrat ist und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn die mittlere Fallhöhe (H_{50}) gleich oder größer als die von iso-Propylnitrat ist.

13.4.5.5 Ergebnisbeispiele

13.4.5.5.1 Feste Stoffe

| Stoffe | Mittlere Höhe (cm) | Ergebnis |
|--|---------------------------|-----------------|
| 1,8-kg-Fallgewicht, 1,5-kg-Zwischengewicht, kein Sandpapier | | |
| PETN (superfein) | 15 | + |
| RDX Grade 1 | 38 | + |
| RDX/Wasser (75/25) | > 200 | - |
| Tetryl | > 200 | - |
| TNT (200 mesh) | > 200 | - |

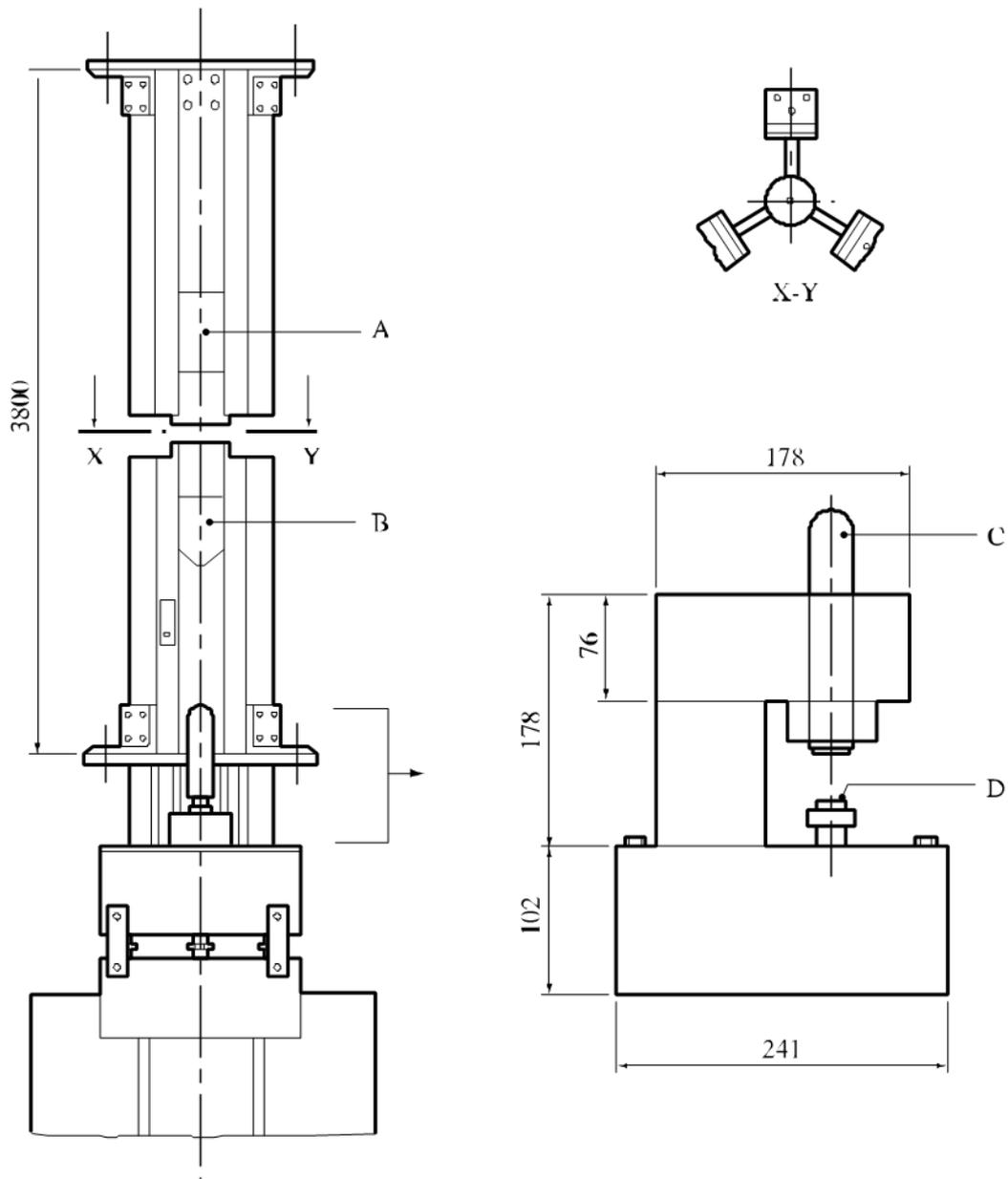
2,5-kg-Fallgewicht, 2,5-kg-Zwischengewicht, mit Sandpapier

| | | |
|------------------|----|---|
| PETN (superfein) | 5 | + |
| RDX (Cal 767) | 12 | + |
| Tetryl | 13 | - |
| TNT (200 mesh) | 25 | - |

13.4.5.5.2 Flüssige Stoffe

| Stoffe | Mittlere Höhe (cm) | Ergebnis |
|---|---------------------------|-----------------|
| 1,0-kg-Fallgewicht, 2,0-kg-Zwischengewicht | | |
| Isopropylnitrat (99 %, Sdp. 101 – 102 °C) | 18 | - |
| Nitromethan | 26 | - |
| TEGDN | 14 | + |
| TMETN | 10 | + |
| TEGDN/TMETN (50/50) | 13 | + |

**Abbildung 13.4.5.1: MODIFIZIERTER TYP-12-SCHLAGAPPARAT
(vollständig, oben und erweiterte Seitenansicht)**



(A) Elektromagnet
(C) Zwischengewicht
(z. B. 2,5 kg, Durchmesser 32 mm)

(B) Fallgewicht (z. B. 2,5 kg)
(D) Amboss
(Schlagoberfläche 32 mm
Durchmesser)

13.4.6 Prüfung 3 (a) (vi): Schlagempfindlichkeitsprüfung

13.4.6.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Schlagempfindlichkeit eines Stoffes zu messen und um zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist. Er ist unter Benutzung zweier verschiedener Probeneinrichtungen auf feste und flüssige Stoffe anwendbar.

13.4.6.2 Prüfgeräte und Materialien

13.4.6.2.1 Die Abbildung 13.4.6.1 zeigt eine Darstellung des Schlagapparates. Die Hauptbestandteile des Schlagapparates sind folgende:

- (a) ein Amboss aus Stahl;
- (b) vertikale, parallele Führungsschienen für ein Fallgewicht;
- (c) ein Stahlgewicht (10 kg) mit einer Sperrvorrichtung - der Schlageinsatz ist aus gehärtetem Stahl (Rockwell Härte 60 - 63);
- (d) eine Halte- und Auslöseeinrichtung;
- (e) eine Zahnstange, die das Gewichtsstück daran hindert, wiederholt auf die auf dem Amboss liegende Probe zu fallen und zu schlagen; und
- (f) ein Lineal mit Einteilungen von 1 mm.

13.4.6.2.2 Die Probe wird in die Stempelvorrichtung 2 (feste Stoffe) oder 3 (flüssige Stoffe) eingesetzt. Abmessungen und Anforderungen dieser Stempelvorrichtungen sind in den Abbildungen 13.4.6.2 und 13.4.6.3 dargestellt. Folgende zusätzliche Ausstattung ist erforderlich:

- (a) eine Laborwaage mit einer Genauigkeit von 0,005 g;
- (b) eine hydraulische Presse, die einen Kompressionsdruck von 290 MPa liefert; und
- (c) ein Referenzstandard, Tetryl (rekristallisiert aus Aceton) mit Kristallgrößen von 0,2 mm bis 0,27 mm.

13.4.6.3 Prüfverfahren

13.4.6.3.1 Feste Stoffe

13.4.6.3.1.1 Normalerweise werden die Stoffe im Anlieferungszustand geprüft. Angefeuchtete Stoffe sind mit der Mindestmenge an vorgesehenem Befeuchtungsmittel zu prüfen. Abhängig von ihrer physikalischen Form sind die Stoffe den folgenden Prüfverfahren zu unterwerfen:

- (a) granuliert, geschuppte, gepresste, gegossene und ähnliche Stoffe werden gemahlen und gesiebt; die Teilchen müssen durch ein Sieb mit einer Maschengröße von 0,9 mm bis 1,0 mm gehen;

- (b) elastische Stoffe werden mit einem geschärften Messer auf einer Holzoberfläche in nicht mehr als 1 mm große Stücke geschnitten. Elastische Stoffe werden nicht gesiebt; und
- (c) pulverisierte und Plastiksprengstoffe werden nicht gemahlen und gesiebt.

Stempelvorrichtungen für Proben von festen Stoffen werden mit Aceton oder Ethanol entfettet. Vorbereitete Prüfvorrichtungen müssen eine Differenz von 0,02 mm bis 0,03 mm zwischen den Durchmessern der Führungsringe und der Stempel aufweisen. Die Teile können, solange sie sich innerhalb dieser Spezifikation befinden, wiederverwendet werden.

13.4.6.3.1.2 Um die untere Empfindlichkeitsgrenze eines zu prüfenden explosiven Stoffes zu bestimmen, wird eine Probe mit einer Masse von $100 \text{ mg} \pm 5 \text{ mg}$ auf der Stempeloberfläche in der offenen Stempelvorrichtung 2 platziert. Der Führungsring ist mit der Rille unten auszurichten. Der zweite Stempel wird auf die explosive Probe gesetzt und der obere Stempel wird verwendet, um diese durch Drücken und Drehen zu glätten. Die Vorrichtung mit dem explosiven Stoff wird auf eine hydraulische Presse gesetzt, wo sie mit einem Druck von 290 MPa zusammengepresst wird. Bei plastischen, elastischen und pastösen explosiven Stoffen wird der Druck vorher so gewählt, dass der explosive Stoff nicht außerhalb der Stempeloberflächen gedrückt wird. Angefeuchtete explosive Stoffe werden nicht zusammengepresst. Der Führungsring mit den Stempeln und dem explosiven Stoff wird dann umgedreht in eine Haltevorrichtung gesetzt und der Führungsring wird dann auf die Haltevorrichtung gedrückt, soweit es geht. Dies stellt sicher, dass die Probe in Kontakt mit der Rille des Führungsringes ist. Die den explosiven Stoff enthaltende Vorrichtung wird auf den Amboss des Schlagapparates gesetzt. Das Gewichtstück (10 kg) fällt und schlägt auf die Probe.

13.4.6.3.1.3 Die untere Schlagempfindlichkeitsgrenze von explosiven Stoffen wird als die maximale Fallhöhe eines 10-kg-Stahlgewichtes definiert, die in 25 Versuchen kein positives Ergebnis zeigt. Die Fallhöhe wird aus folgendem Bereich ausgewählt: 50, 70, 100, 120, 150, 200, 250, 300, 400, 500 mm. Die Prüfungen werden mit einer Höhe von 150 mm begonnen. Ein Geräusch, Blitz oder Brandspuren auf Stempel und Führungsring werden als positive Reaktion betrachtet. Verfärbung der Probe wird nicht als Hinweis auf eine Explosion angesehen. Wenn bei dieser Höhe positive Ergebnisse erzielt werden, wird die Prüfung mit der nächstniedrigen Fallhöhe wiederholt. Umgekehrt, werden negative Ergebnisse erzielt, wird die nächsthöhere Fallhöhe angewendet. Demzufolge ist die maximale Fallhöhe für ein 10-kg-Gewicht erreicht, wenn in 25 Prüfungen keine positive Reaktion auftritt. Wenn bei der 50-mm-Fallhöhe in 25 Prüfungen positive Ergebnisse erzielt werden, wird angegeben, dass die untere Empfindlichkeitsgrenze eines in der Stempelvorrichtung 2 geprüften explosiven Stoffes $< 50 \text{ mm}$ ist. Wenn bei der 500-mm-Fallhöhe in 25 Prüfungen keine positive Reaktion auftritt, wird die untere Schlagempfindlichkeitsgrenze für den in der Stempelvorrichtung 2 geprüften explosiven Stoff als 500 mm oder mehr angegeben.

13.4.6.3.2 Flüssige Stoffe

13.4.6.3.2.1 Stempelvorrichtungen 3 werden mit Aceton oder Ethanol entfettet. Üblicherweise werden 35 - 40 Stempelvorrichtungen vorbereitet. Die Stempelvorrichtungen müssen eine Differenz von 0,02 mm bis 0,03 mm zwischen den Durchmessern der Haltevorrichtungen und der Stempel haben.

13.4.6.3.2.2 Um die untere Empfindlichkeitsgrenze zu bestimmen, wird der flüssige Stoff mit einer Bürette oder Pipette in die Kapsel gefüllt. Die Kapsel wird mittig auf dem unteren Stempel positioniert und vollständig mit dem flüssigen Stoff gefüllt. Der zweite Stempel wird vorsichtig auf die mit dem flüssigen Stoff gefüllte Kapsel gesetzt, die Stempelvorrichtung wird auf den Amboss des Schlagapparates gesetzt und das Stahlgewicht ausgelöst. Das Ergebnis wird vermerkt.

13.4.6.3.2.3 Die untere Schlagempfindlichkeitsgrenze von explosiven Stoffen wird als die maximale Fallhöhe des 10-kg-Stahlgewichtes definiert, die in 25 Versuchen kein positives Ergebnis zeigt. Die Fallhöhe wird aus folgendem Bereich ausgewählt: 50, 70, 100, 120, 150, 200, 250, 300, 400, 500 mm. Die Prüfungen werden mit einer Höhe von 150 mm begonnen. Wenn bei dieser Höhe positive Ergebnisse erzielt werden, wird die Prüfung mit der nächstniedrigen Fallhöhe wiederholt. Umgekehrt, werden negative Ergebnisse erzielt, wird die nächsthöhere Fallhöhe angewendet. Demzufolge ist die maximale Fallhöhe für ein 10-kg-Gewicht erreicht, wenn in 25 Prüfungen keine positive Reaktion auftritt. Wenn bei der 50-mm-Fallhöhe in 25 Prüfungen ein oder mehr positive Ergebnisse erhalten werden, wird festgestellt, dass die untere Empfindlichkeitsgrenze eines in einer Stempelvorrichtung 3 geprüften explosiven Stoffes < 50 mm ist. Wenn bei der 500-mm-Fallhöhe in 25 Prüfungen keine positive Reaktion auftritt, wird die untere Schlagempfindlichkeitsgrenze für den in der Stempelvorrichtung 3 geprüften explosiven Stoff mit 500 mm oder mehr angegeben.

13.4.6.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

13.4.6.4.1 Feste Stoffe

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

- (a) ob bei einer bestimmten Höhe in 25 Versuchen ein oder mehr positive Ergebnisse erzielt werden; und
- (b) der niedrigsten Höhe, bei der ein positives Ergebnis erzielt wird.

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn die niedrigste Höhe, bei der mit der Stempelvorrichtung 2 ein positives Ergebnis erzielt wird, weniger als 100 mm beträgt, und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn die niedrigste Schlaghöhe für ein positives Ergebnis mit der Vorrichtung 2 gleich oder größer als 100 mm ist.

13.4.6.4.2 Flüssige Stoffe

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

- (a) ob bei einer bestimmten Höhe in 25 Versuchen ein oder mehr positive Ergebnisse erzielt werden; und
- (b) der niedrigsten Höhe, bei der ein positives Ergebnis erzielt wird.

Die Prüfung wird „+“ bewertet, wenn die niedrigste Höhe, bei der mit der Stempelvorrichtung 3 ein positives Ergebnis erzielt wird, weniger als 100 mm beträgt, und Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn die niedrigste Schlaghöhe für ein positives Ergebnis mit der Vorrichtung 3 gleich oder größer als 100 mm ist.

13.4.6.5 Ergebnisbeispiele

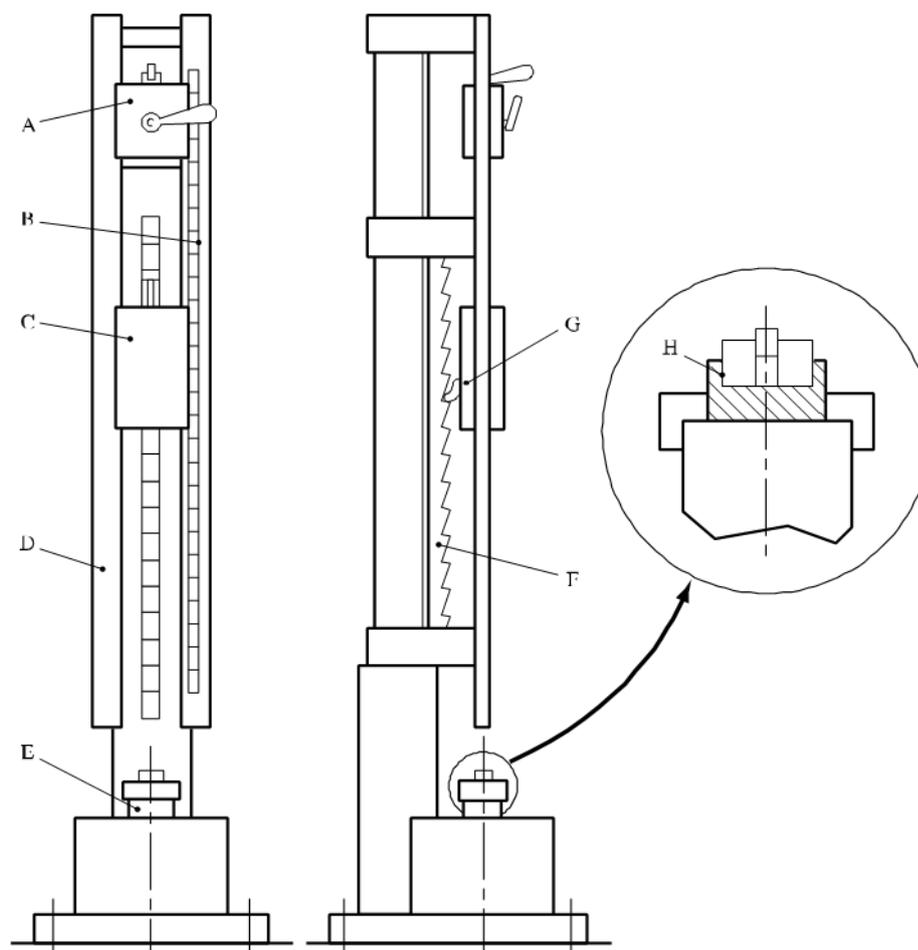
13.4.6.5.1 Feste Stoffe

| Stoffe | Untere Grenze in Vorrichtung 2 m (mm) | Ergebnis |
|---|--|-----------------|
| Ammonal (80,5 % Ammoniumnitrat, 15 % TNT, 4,5 % Aluminium) | 150 | - |
| Ammonal, (bestehend aus 66 % Ammoniumnitrat, 24 % RDX, 5 % Aluminium) | 120 | - |
| Ammonit 6ZhV (79 % Ammoniumnitrat, 21 % TNT) | 200 | - |
| Ammonit T-19 (61 % Ammoniumnitrat, 19 % TNT, 20 % Natriumchlorid) | 300 | - |
| RDX (trocken) | 70 | + |
| RDX/Wachs 95/5 | 120 | - |
| RDX/Wasser 85/15 | 150 | - |
| Granulit AS-8 (91,8 % Ammoniumnitrat, 4,2 % Mineralöl, 4 % Aluminium) | > 500 | - |
| PETN (trocken) | 50 | + |
| PETN/Wachs (Paraffin) 95/5 | 70 | + |
| PETN/Wachs (Paraffin) 90/10 | 100 | - |
| PETN/Wasser 75/25 | 100 | - |
| Pikrinsäure | > 500 | - |
| Tetryl | 100 | - |
| Trinitrotoluol | > 500 | - |

13.4.6.5.2 Flüssige Stoffe

| Stoffe | Untere Grenze in Vorrichtung 3 (mm) | Ergebnis |
|--|--|-----------------|
| Di-(2-fluor-2,2-dinitroethyl)-methan/ Methylenchlorid (65/35) | 400 | - |
| Iso-Propylnitrat | > 500 | - |
| Nitroglycerin | < 50 | + |
| Nitromethan | > 500 | - |

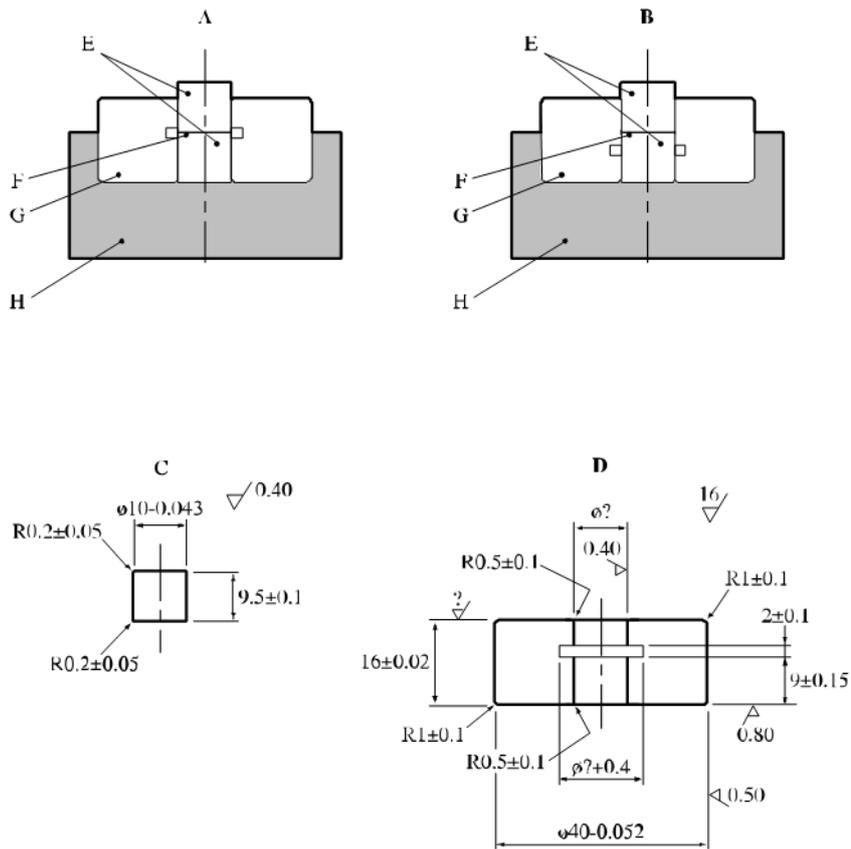
Abbildung 13.4.6.1: SCHLAGAPPARAT



(A) Halte- und Auslöseeinrichtung
(C) Gewichtstück
(E) Amboss
(G) Rückfallbremse

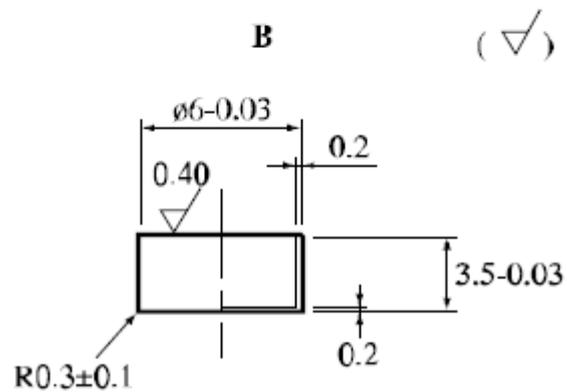
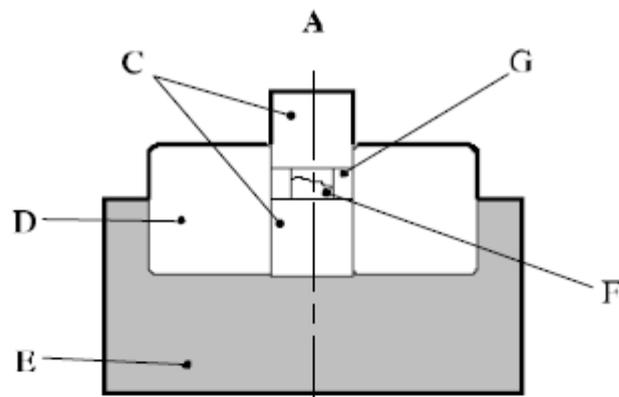
(B) Messlineal
(D) Führungssäule
(F) Zahnstange
(H) Vergrößerung der Stempelvorrichtung

Abbildung 13.4.6.2: STEMPELVORRICHTUNG 2



- | | | | |
|-----|--|-----|---|
| (A) | Position der Haltevorrichtung „Rille nach oben gerichtet“ | (B) | Position der Haltevorrichtung „Rille nach unten gerichtet“ |
| (C) | Stempel aus gehärtetem Stahl (Härte HRC 63 - 66) | (D) | Führungsring aus Werkzeugstahl (Härte HRC 57 - 61) |
| (E) | Stempel | (F) | Probe |
| (G) | Führungsring | (H) | Haltevorrichtung |

Abbildung 13.4.6.3: STEMPELVORRICHTUNG 3



(A) Stempelvorrichtung 3

(C) Stempel

(E) Haltevorrichtung

(G) Kapsel

(B) Mit Nickel ($3\ \mu\text{m}$) beschichtete
Kupfer-(M2)-Kapsel

(D) Führungsring

(F) Probe

13.4.7 Prüfung 3 (a) (vii): Modified Bureau of Mines Fallhammerprüfung

13.4.7.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Stoffes gegenüber dem Schlag eines Gewichtsstücks zu messen und um zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist. Die Prüfsubstanz wird mit einem Gewichtsstück über ein Zwischenstück einer vertikalen Schlagbelastung unterworfen. Die Prüfung lässt sich auf feste, halbfeste, flüssige und pulverförmige Stoffe anwenden.

13.4.7.2 Prüfgeräte und Materialien

13.4.7.2.1 Der generelle Aufbau des MBOM Fallhammer Prüfapparats wird in Abbildung 13.4.7.1 gezeigt. Folgende Komponenten werden benötigt:

Ein Mechanismus mit einem Gewichtsstück von 2,0 kg, zwei Führungsschienen für das Gewichtsstück, einem Halte-, Hebe- und Auslösemechanismus für das Gewichtsstück und einem 1,0-kg-Zwischenstück, welches eine Stahleinlage von 1,27 mm Durchmesser mit einer Oberflächenrauigkeit von 1,3 μm – 1,8 μm besitzt, dieses aufliegend auf der Prüfsubstanz, die wiederum auf einem Stahlamboss (Schlagfläche 3,8 cm Durchmesser) mit einer Oberflächenrauigkeit von 1,3 μm – 1,8 μm aufliegt. Einzelheiten der Auftrefffläche sind in Abbildung 13.4.7.2 gezeigt.

13.4.7.3 Prüfverfahren

13.4.7.3.1 Aufbringung fester Stoffe

Normalerweise werden die Stoffe im Anlieferungszustand geprüft. Angefeuchtete Stoffe sind mit der Mindestmenge an vorgesehendem Befeuchtungsmittel zu prüfen. Abhängig von der Erscheinungsform sollten die Stoffe dann folgendem Verfahren unterworfen werden:

- (a) Pulver sollen auf dem Amboss in einer einzelnen Lage geprüft werden; d. h. in der Dicke der Körnigkeit des Materials. Es werden ausreichend Körner auf dem Amboss aufgebracht, um mehr als die 1,3 cm² des Einsatzes zu bedecken.
- (b) Feste Treibmittel werden in Form dünner, gleichmäßiger Scheiben geprüft. Die Scheiben sind üblicherweise quadratisch mit einer Mindestkantenlänge von 1,6 cm und einer Dicke von 0,08 cm \pm 0,01 cm. Diese Dicke ist leicht mit einem Mikrotom Schneidgerät zu erzielen.

Das Zwischenstück wird angehoben. Die Prüfsubstanz wird mittig auf den Amboss platziert. Dann wird das Zwischenstück vorsichtig auf die Prüfsubstanz auf dem Amboss abgesenkt.

13.4.7.3.2 Aufbringung halbfester und flüssige Stoffe

Abhängig von der Erscheinungsform sollten die Stoffe dann folgendem Verfahren unterworfen werden:

- (a) Flüssigkeiten werden mit einer eingestellten Schichtdicke und einem festem Luftspalt von 0,05 cm oberhalb des Flüssigkeitsniveaus unter Verwendung einer Feder zwischen dem oberen Kranz des Zwischenstücks und der Zwischenstückführung (einstellbare Federspannung) geprüft. Die Schichtdicke der flüssigen Probe wird mit einem Stück Folie einer Dicke von 0,015 cm (Verträglich mit der Prüfschicht) mit einer 1,6 cm großen Aussparung in der Mitte auf dem Amboss eingestellt. Das Zwischenstück wird angehoben. Das Loch in der Folie wird mittig auf dem Amboss so platziert, dass der Zwischenstückeinsatz nicht in Kontakt mit der Folie gelangt. Eine 0,05 cm Fühlerlehre wird benutzt, um den korrekten Abstand über der Flüssigkeit einzustellen. Das Loch in der Folie wird mit der flüssigen Substanz gefüllt und mit einer Abziehkante abgestrichen, wobei sicherzustellen ist, dass keine Lufteinschlüsse in der Probe vorliegen. Das Zwischenstück wird dann vorsichtig auf 0,05 cm oberhalb der Substanz auf dem Amboss abgesenkt.
- (b) Halbfeste Stoffe (Slurries, Gele etc.) werden in annähernd gleicher Weise wie flüssige Proben vorbereitet und geprüft; die Schichtdicke der Probe wird jedoch durch die größte Korngröße bestimmt. Wenn die größte Korngröße größer als 0,015 cm ist, wird eine Einzellage der Probe auf dem Amboss aufgebracht; d. h. in der Dicke der Körnigkeit des Materials. Wenn die Kohäsionseigenschaften des halbfesten Stoffes eine Dicke von 0,015 mm nicht ermöglichen, dann wird die minimal mögliche zu erhaltende Dicke verwendet. Es werden ausreichend Körner auf dem Amboss aufgebracht und mehr als die 1,3 cm² des Zwischenstückeinsatzes bedeckt.

13.4.7.3.3 Gerätebedienung

Das Gewichtsstück wird auf die gewünschte Höhe angehoben (17 cm für feste und halbfeste Stoffe und 11 cm für Flüssigkeiten) und ausgelöst, so dass es auf das Zwischenstück schlägt. Es werden Beobachtungen aufgezeichnet, ob eine „Reaktion“ eintritt, erkennbar an einem hörbaren Knall oder der Entstehung von Rauch, Feuer, Verkohlungen oder sichtbarem Licht, so wie es menschlich wahrnehmbar ist. Die Art der auftretenden Reaktion wird aufgezeichnet. Die Oberflächen werden mit einem Tuch oder feinem Schleifschwamm gereinigt, um jegliche Rückstände vom Amboss und dem Zwischenstückeinsatz zu entfernen. Amboss und Zwischenstückeinsatz werden auf Kratzer, Riefen, Aufwerfungen oder andere Schäden hin untersucht, die die Oberflächenrauigkeit beeinträchtigen könnten. Bei einer Beschädigung sollten die Teile vor der nächsten Prüfung ersetzt werden. Sechs Prüfungen werden mit jeder Probe durchgeführt.

13.4.7.4 *Wartung und Kalibrierung*

Bewegliche Teile sollten untersucht werden, um sicherzustellen, dass sich diese frei bewegen können und dass nur minimale Reibung auftritt. Der Abstand zwischen Gewichtsstück und Zwischenstück sollte überprüft werden. Die Kontaktfläche zwischen dem Zwischenstückeinsatz und dem Amboss sollte ebenmäßig sein. Der Prüfapparat sollte regelmäßig nach einem Wartungsplan entsprechend der Nutzungsfrequenz gereinigt und kalibriert werden. Die Apparatur sollte mindestens jährlich kalibriert werden.

13.4.7.5 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

13.4.7.5.1 Feste Stoffe

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn eine Reaktion (siehe 13.4.7.3.3) in mindestens einem von sechs Versuchen bei einer Fallhöhe von 17 cm beobachtet wird, und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Andernfalls wird das Ergebnis „-“ bewertet. Grenzfälle können unter Anwendung des Bruceton-Verfahrens geklärt werden (siehe Anhang 2).

13.4.7.5.2 Flüssige Stoffe

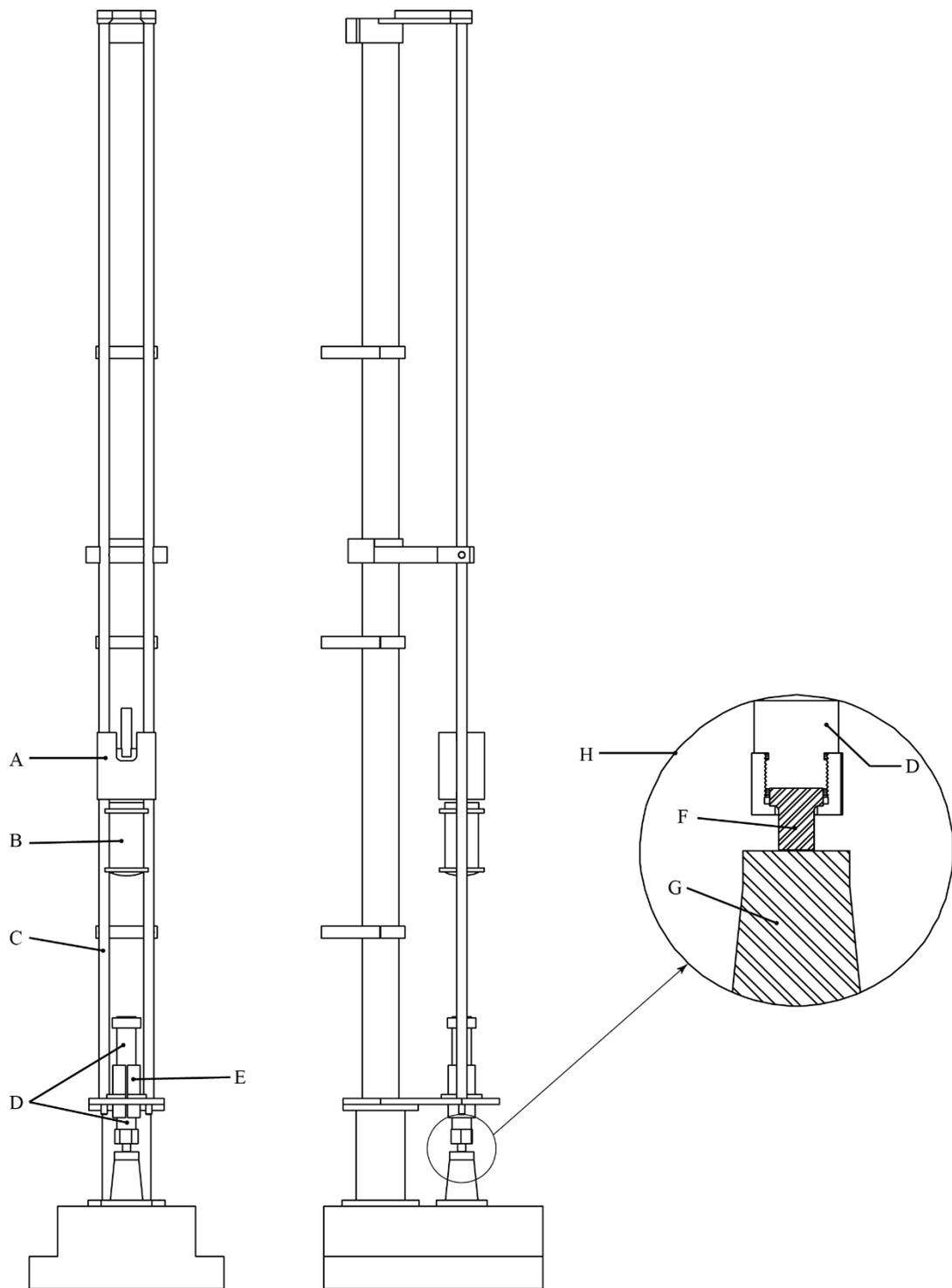
Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn eine Reaktion (siehe 13.4.7.3.3) in mindestens einem von sechs Versuchen bei einer Fallhöhe von 11 cm beobachtet wird, und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Andernfalls wird das Ergebnis „-“ bewertet. Grenzfälle können unter Anwendung des Bruceton-Verfahrens geklärt werden (siehe Anhang 2).

13.4.7.6 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe^a | Ergebnis |
|----------------------------|-----------------|
| RDX (trocken) | + |
| PBXN-8 | - |
| Nitrocellulose/DNT (90/10) | - |
| PETN (trocken) | + |
| Nitroglycerin | + |

^a *Daten bei relativer Luftfeuchte von 10 - 30 % und Temperatur von 16 - 24 °C ermittelt.*

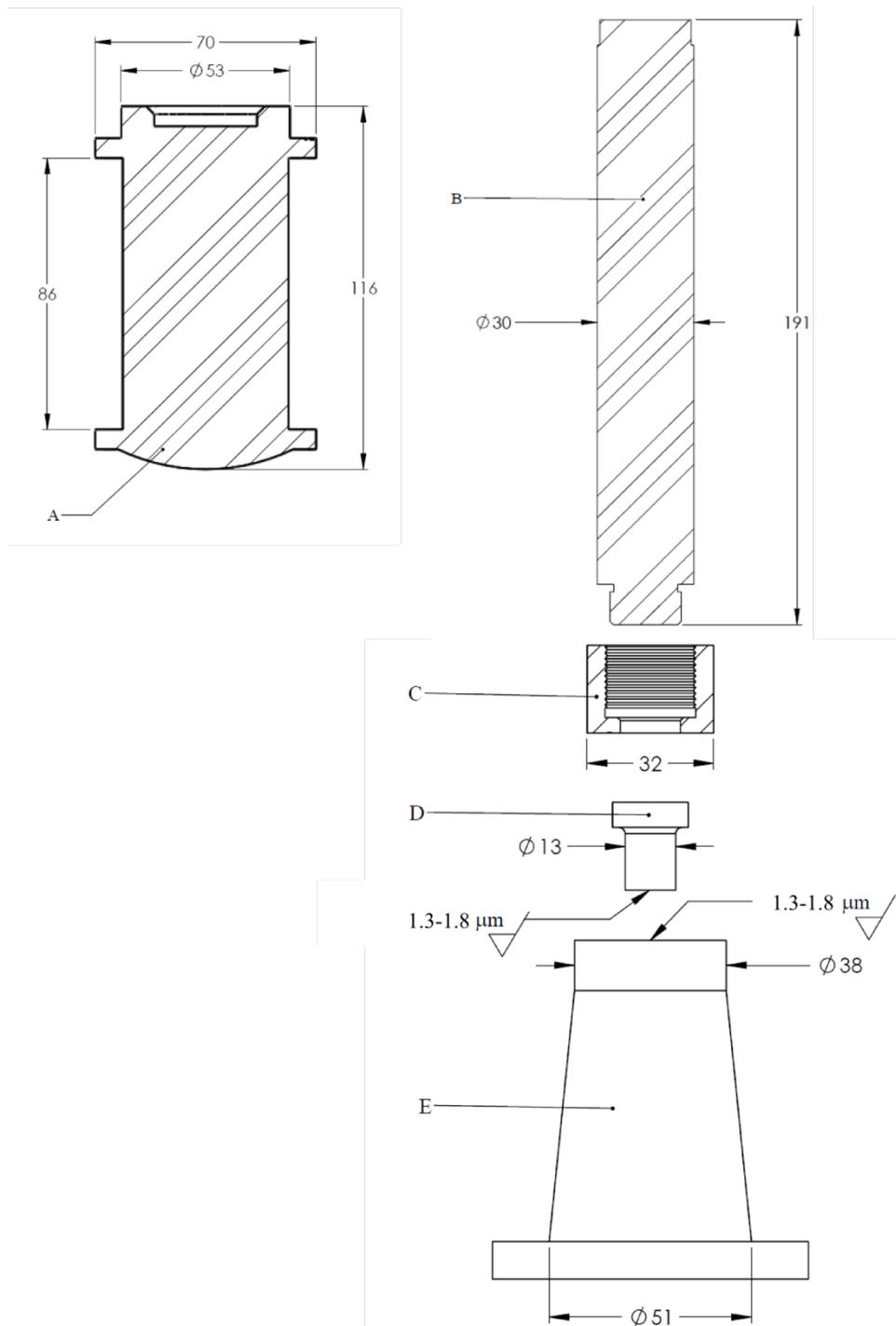
Abbildung 13.4.7.1: MBOM-FALLHAMMER



(A) Gewichtsstückhebe, -halte und -auslösevorrichtung
 (B) Gewichtsstück
 (C) Gewichtsstückführungsschienen
 (E) Zwischenstückführung
 (G) Amboss

(D) Zwischenstück
 (F) Zwischenstückeinsatz
 (H) Vergrößerung der Auftreffzone

Abbildung 13.4.7.2: MBOM-FALLHAMMER GEWICHTSSTÜCK UND AUFTREFFZONE



- (A) Gewichtsstück
- (B) Zwischenstück
- (C) Zwischenstückeinsatzhaltemutter
- (D) Zwischenstückeinsatz
- (E) Amboss

13.5 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie 3 Prüfmart (b)

13.5.1 Prüfung 3 (b) (i): BAM-Reibapparat

13.5.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Stoffes gegenüber Reibbeanspruchung zu messen und um festzustellen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist.

13.5.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

13.5.1.2.1 Der Reibapparat (siehe Abbildung 13.5.1.1) besteht aus einer Grundplatte aus Gussstahl, auf der die Reibeinrichtung fest montiert ist. Diese besteht aus einem feststehenden Porzellanstift und einer sich bewegenden Porzellanplatte (siehe Abschnitt 13.5.1.2.2). Die Porzellanplatte ist auf einem Schlitten befestigt, der in zwei Gleitschienen läuft. Der Schlitten ist über eine Schubstange, eine Exzentrerscheibe und ein entsprechendes Getriebe so mit einem Elektromotor verbunden, dass die Porzellanplatte nur einmal über einen Weg von 10 mm unter dem Porzellanstift vor und zurück bewegt wird. Die Belastungseinrichtung ist in der Achse schwenkbar, so dass der Porzellanstift auswechselbar ist. Sie ist verlängert durch einen Belastungsarm, der mit sechs Kerben zum Anhängen eines Gewichtsstückes versehen ist. Der Ausgleich für die Nullstellung wird durch ein Gegengewicht bewirkt. Beim Aufsetzen der Belastungseinrichtung auf die Porzellanplatte steht die Längsachse des Porzellanstiftes senkrecht zu der Platte. Es gibt Gewichtsstücke unterschiedlicher Masse bis zu 10 kg. Der Belastungsarm enthält sechs Kerben im Abstand von 11 cm, 16 cm, 21 cm, 26 cm, 31 cm und 36 cm, gemessen von der Achse des Porzellanstiftes. Das Gewichtsstück wird mit einem Ring mit Haken in die Kerben des Belastungsarms gehängt. Die Verwendung verschiedener Gewichtsstücke in den unterschiedlichen Kerben ergibt Stiftbelastungen von 5 – 10 – 20 – 40 – 60 – 80 – 120 – 160 – 240 – 360 N. Sofern erforderlich, können auch Zwischenwerte angewendet werden.

13.5.1.2.2 Die ebenen Porzellanplatten sind aus technischem, weißem Porzellan hergestellt. Vor dem Brennen werden ihre beiden Reibflächen (Rauheit 9 µm – 32 µm) sorgfältig durch Streichen mit einem Schwamm aufgeraut. Die Schwammstriche sind deutlich sichtbar. Die zylindrischen Porzellanstifte sind ebenfalls aus technischem, weißem Porzellan gefertigt und ihre aufgerauten Enden sind kugelförmig. Die Abmessungen der Platte und des Stiftes sind in Abbildung 13.5.1.1 angegeben.

13.5.1.3 *Prüfverfahren*

13.5.1.3.1 Normalerweise werden die Stoffe im Anlieferungszustand geprüft. Angefeuchtete Stoffe sind mit der Mindestmenge an vorgesehenem Befeuchtungsmittel zu prüfen. Für die festen Stoffe, mit Ausnahme der pasten- und gelförmigen, ist außerdem Folgendes zu beachten:

- (a) pulverförmige Stoffe werden gesiebt (Maschenweite 0,5 mm); der gesamte Siebdurchgang wird zur Prüfung verwendet³;
- (b) gepresste, gegossene oder anderweitig verdichtete Stoffe werden in kleine Stücke zerkleinert und gesiebt; der Siebdurchgang bei einer Maschenweite von 0,5 mm wird zur Prüfung verwendet³;

³ Bei Stoffen, die aus mehr als einem Bestandteil bestehen, muss die gesiebte Probe repräsentativ für den Originalstoff sein.

- (c) Stoffe, die ausschließlich in Form von Ladungen hergestellt werden, werden in Form von Scheibchen oder Chips von 10 mm^3 (Minimaldurchmesser: 4 mm) geprüft.

Jeder Teil der Oberfläche der Platte und des Stiftes wird nur einmal verwendet. Die beiden Enden jedes Stiftes dienen zur Ausführung von zwei Einzelversuchen; die beiden Reibflächen jeder Platte dienen zur Ausführung von jeweils drei Einzelversuchen.

13.5.1.3.2 Eine Porzellanplatte wird so auf dem Schlitten des Reibapparates eingespannt, dass die Schwammstriche quer zur Bewegungsrichtung liegen. Die Probenmenge von ca. 10 mm^3 wird bei pulverförmigen Stoffen mit Hilfe eines zylindrischen Hohlmaßes (2,3 mm Durchmesser x 2,4 mm Tiefe) abgemessen; bei pasten- oder gelförmigen Stoffen geschieht dies mit einem rechteckigen 0,5 mm dicken Maß mit einem $2 \times 10 \text{ mm}$ großen Fenster; die Höhlung des Maßes wird mit dem auf der Platte zu prüfenden Stoff gefüllt und das Maß wird sorgfältig entfernt. Auf die Probe wird der fest eingespannte Porzellanstift in der aus der Abbildung 13.5.1.2 ersichtlichen Weise aufgesetzt; der Belastungsarm wird mit dem vorgesehenen Gewichtsstück belastet und der Schalter betätigt. Es ist darauf zu achten, dass der Stift auf der Probe steht, und dass noch genügend Probenmaterial vor dem Stift liegt und mit der Plattenbewegung unter den Stift gelangt.

13.5.1.3.3 Die Versuchsreihe wird bei einer Belastung von 360 N mit einem Einzelversuch begonnen. Die Ergebnisse eines jeden Einzelversuchs werden mit den Begriffen „keine Reaktion“, „Zersetzung“ (Verfärbung oder Geruch) oder „Explosion“ (Knall, Knistern, Funkenbildung oder Entflammung) beschrieben. Wird im ersten Versuch das Ergebnis „Explosion“ festgestellt, wird die Versuchsreihe mit stufenweise niedrigerer Belastung solange fortgesetzt, bis man das Ergebnis „Zersetzung“ oder „keine Reaktion“ feststellt. Mit dieser Reibstiftbelastung wird der Einzelversuch solange wiederholt, bis bei einer Gesamtzahl von sechs Einzelversuchen keine „Explosion“ auftritt; andernfalls wird die Reibstiftbelastung weiter stufenweise verringert, bis die niedrigste Belastung bestimmt ist, bei der in sechs Einzelversuchen keine „Explosion“ auftritt. Wenn beim ersten Einzelversuch mit 360 N das Ergebnis „Zersetzung“ oder „keine Reaktion“ auftritt, werden bis zu fünf weitere Einzelversuche durchgeführt. Ist bei allen sechs Versuchen bei der höchsten Belastung das Ergebnis „Zersetzung“ oder „keine Reaktion“, wird der Stoff als unempfindlich gegenüber Reibbeanspruchung angesehen. Erhält man eine „Explosion“, wird die Belastung nach der vorbeschriebenen Verfahrensweise verringert. Die Grenzbelastung wird als die niedrigste Belastung definiert, bei der man bei mindestens einem von mindestens sechs Einzelversuchen das Ergebnis „Explosion“ erzielt.

13.5.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

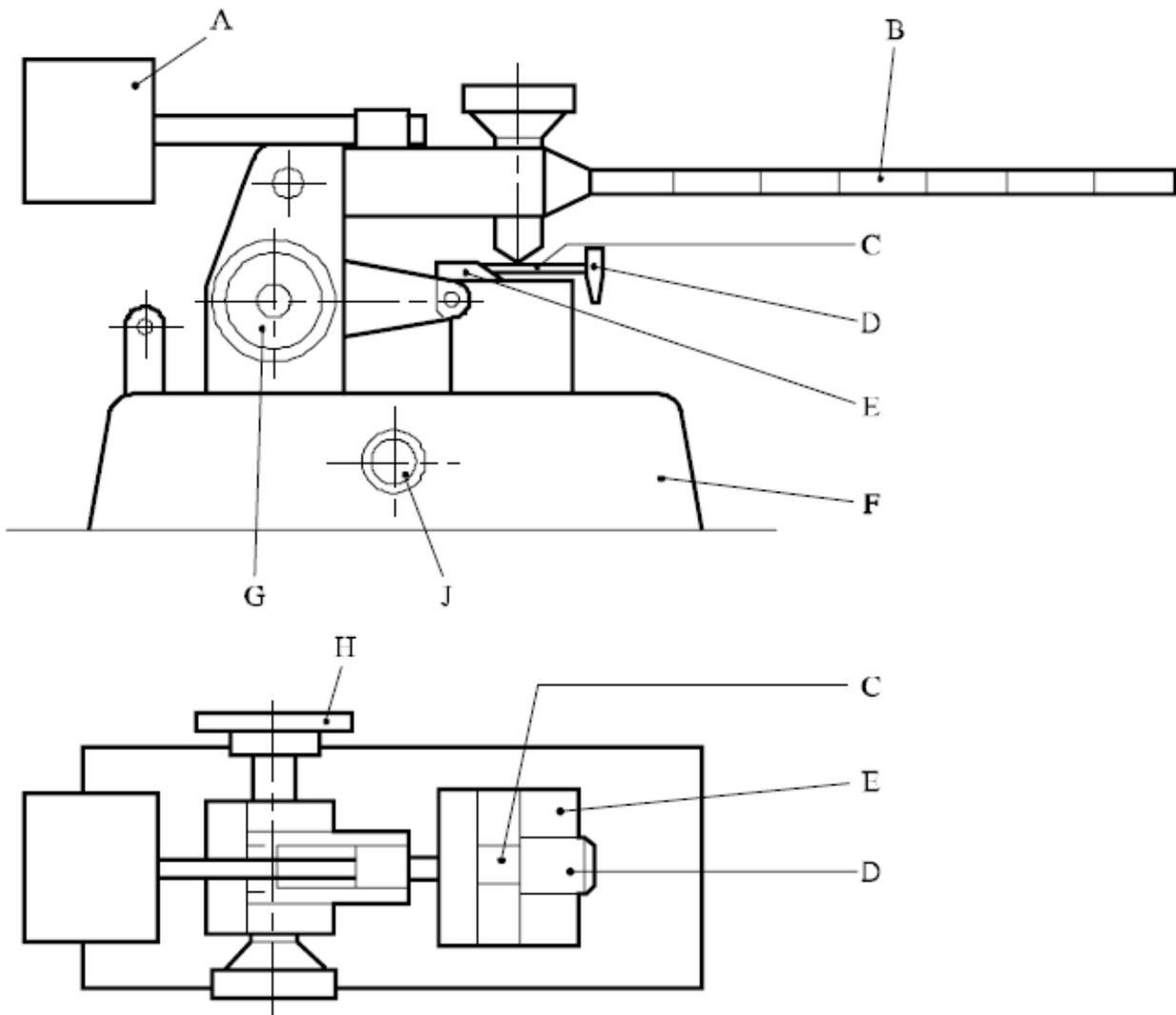
- (a) ob eine „Explosion“ in einem von bis zu sechs Einzelversuchen bei einer bestimmten Reibbelastung auftritt;
- (b) der niedrigsten Reibbelastung, bei der mindestens eine „Explosion“ in sechs Einzelversuchen auftritt.

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn die niedrigste Reibbelastung, bei der eine „Explosion“ in sechs Einzelversuchen auftritt, niedriger als 80 N ist und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Andernfalls wird das Ergebnis „-“ bewertet.

13.5.1.5 *Ergebnisbeispiele*

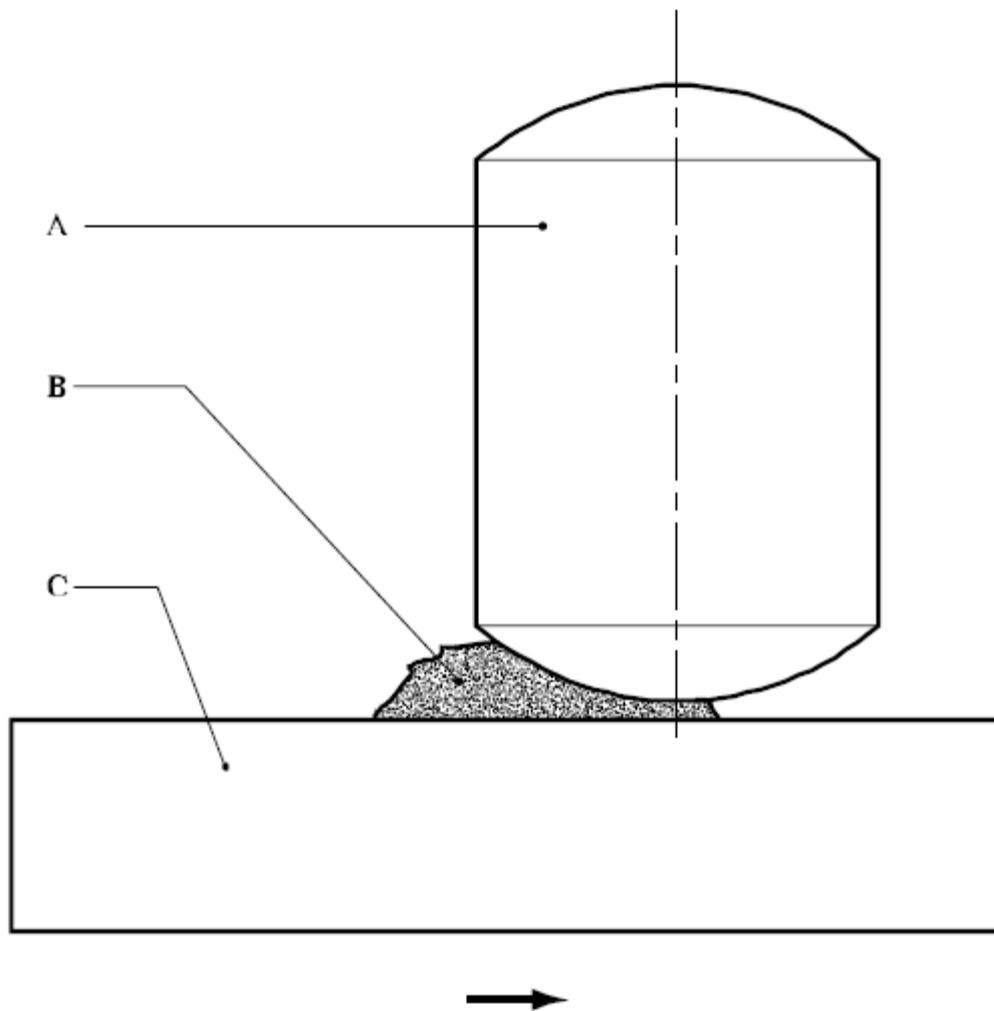
| Stoffe | Grenzbelastung (N) | Ergebnis |
|-------------------------------------|---------------------------|-----------------|
| Sprenggelatine (75 % Nitroglycerin) | 80 | - |
| Hexanitrostilben | 240 | - |
| Oktogen (trocken) | 80 | - |
| Hydrazinperchlorat (trocken) | 10 | + |
| Bleiazid (trocken) | 10 | + |
| Bleistyphnat | 2 | + |
| Quecksilberfulminat (trocken) | 10 | + |
| Nitrocellulose 13,4 % N (trocken) | 240 | - |
| Oktolit 70/30 (trocken) | 240 | - |
| PETN (trocken) | 60 | + |
| PETN/Wachs (95/5) | 60 | + |
| PETN/Wachs (93/7) | 80 | - |
| PETN/Wachs (90/10) | 120 | - |
| PETN/Wasser (75/25) | 160 | - |
| PETN/Milchzucker (85/15) | 60 | + |
| Pikraminsäure (trocken) | 360 | - |
| RDX (trocken) | 120 | - |
| RDX (wasserfeucht) | 160 | - |
| TNT | 360 | - |

Abbildung 13.5.1.1: BAM-REIBAPPARAT



-
- | | | | |
|-----|--|-----|--|
| (A) | Gegengewicht | (B) | Belastungsarm |
| (C) | Porzellanplatte auf Schlitten befestigt | (D) | Feststellschraube |
| (E) | Schlitten | (F) | Grundplatte |
| (G) | Handrad zur Einstellung des Schlittens in die Ausgangsposition | (H) | Anzeige für die Drehrichtung des Elektromotors |
| (J) | Schalter | | |
-

Abbildung 13.5.1.2: PORZELLANPLATTE UND STIFT



-
- (A) Porzellanstift
10 mm Durchmesser x 15 mm
(C) Porzellanplatte 25 x 25 x 5 mm
-

(B) Zu untersuchende Probe

13.5.2 Prüfung 3 (b) (ii): Dreh-Reibprüfung

13.5.2.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit des Stoffes gegenüber mechanischer Reibbeanspruchung zu messen und um festzustellen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist. Das Arbeitsprinzip besteht darin, eine dünne Probe zwischen den bearbeiteten Flächen eines ebenen Riegels und dem Rand eines Rades mit festgelegtem Durchmesser zu belasten.

13.5.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Die Apparatur ist schematisch in Abbildung 13.5.2.1 dargestellt. Der Riegel (A) ist aus unlegiertem Stahl hergestellt; seine Oberfläche ist durch Sandstrahlen mit einer Rauheit von $3,2 \mu\text{m} \pm 0,4 \mu\text{m}$ versehen. Einer ähnlichen Sandstrahlbehandlung ist die gekrümmte Lauffläche des Rades (C) unterzogen worden, das aus dem gleichen Stahl ist, einen Durchmesser von 70 mm hat und 10 mm dick ist. Die zu untersuchende Probe ist entweder ein abgeschnittenes Scheibchen oder ausgestreutes Pulver, dessen Schichtdicke auf dem Riegel nicht mehr als ungefähr 0,1 mm beträgt. Das Rad ist mit Zapfen an einem Ende des Rotors befestigt, an dessen anderem Ende sich ein schwenkbarer Riegel befindet, der über einen relaisgesteuerten Schaltmechanismus im Stromkreis einer Magnetspule betätigt wird. Die Belastung wird durch Druckluft (B) auf einen vorbestimmten Druck gebracht. Wird der Schalter betätigt, wird dieser Riegel in den Weg eines Schubzapfens, der sich auf dem Umfang eines schweren Schwungrades befindet, gebracht. Das Schwungrad treibt den Rotor an, wodurch das Rad um 60° weitergedreht wird. Anschließend werden die Reibflächen durch einen auf dem Rotor befindlichen Nocken und eine durch den Belastungszylinder betätigte Stoßstange getrennt.

13.5.2.3 Prüfverfahren

Bei dem normalen Prüfverfahren wird die Belastung durch die Anwendung eines Luftdrucks von 0,275 MPa beibehalten, es sei denn, dass sehr empfindliche explosive Stoffe geprüft werden, für die eine geringere Belastung erforderlich sein kann. Als Variable dient die Winkelgeschwindigkeit des Rades, die durch Veränderung der Geschwindigkeit des Motors, der das Schwungrad antreibt, geregelt wird. Die Anfangsgeschwindigkeit, mit der ein Durchgang gestartet wird, wird durch Prüfung bei der Geschwindigkeitsstufe, die am dichtesten am Mittelwert der nächstliegenden Zündung und Nichtzündung liegt, ermittelt und der Prozess wird solange wiederholt, bis Zündung und Nichtzündung bei benachbarten Geschwindigkeitsstufen auftreten. In einer normalen Prüfung wird das Bruceton-Prüfverfahren mit 50 Einzelversuchen (siehe Anhang 2) und einer logarithmischen Stufengröße von 0,10 angewendet. Wird das Proben-Vergleichs-(SCT)-Prüfverfahren (siehe Anhang 2) angewendet, werden abwechselnd Proben des Referenzstandards und die zu prüfenden Proben geprüft; für beide Stoffe wird eine getrennte Bruceton-Stufenabfolge angewendet. Eine Zündung wird normalerweise an einem Lichtblitz oder wahrnehmbaren Knall erkannt, aber auch das Auftreten von etwas Rauch oder eine Schwärzung der Probe wird bei dieser Prüfung als Zündung gewertet. Jede Probe wird nur einmal verwendet, ebenso wie die sich berührenden Flächen des Riegels und des Rades. Um das Langzeitverhalten der Einrichtung zu kontrollieren, werden regelmäßige Messungen mit einem Standardexplosivstoff (Referenzstandard) ausgeführt, nämlich Hexogen (RDX), das entsprechend einem Standardverfahren aus Cyclohexanon umkristallisiert und getrocknet wird. Wenn nicht aus dem SCT-Prüfverfahren erhalten, werden die Daten für den Referenzstandard aus Mittelwertberechnungen von 50-Einzelversuchs-Prüfungen entnommen.

13.5.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

- (a) ob in einem Einzelversuch eine Zündung beobachtet wird;
- (b) Bestimmung der mittleren Geschwindigkeit für den Referenzstandard und der Probe durch das Bruceton-Prüfverfahren (siehe Anhang 2);
- (c) Vergleich der mittleren Geschwindigkeit für den Referenzstandard (V_1) mit der Geschwindigkeit für die Probe (V_2) unter Benutzung der Gleichung:

$$\text{Reibwert (F aus F)} = 3,0 V_2 / V_1$$

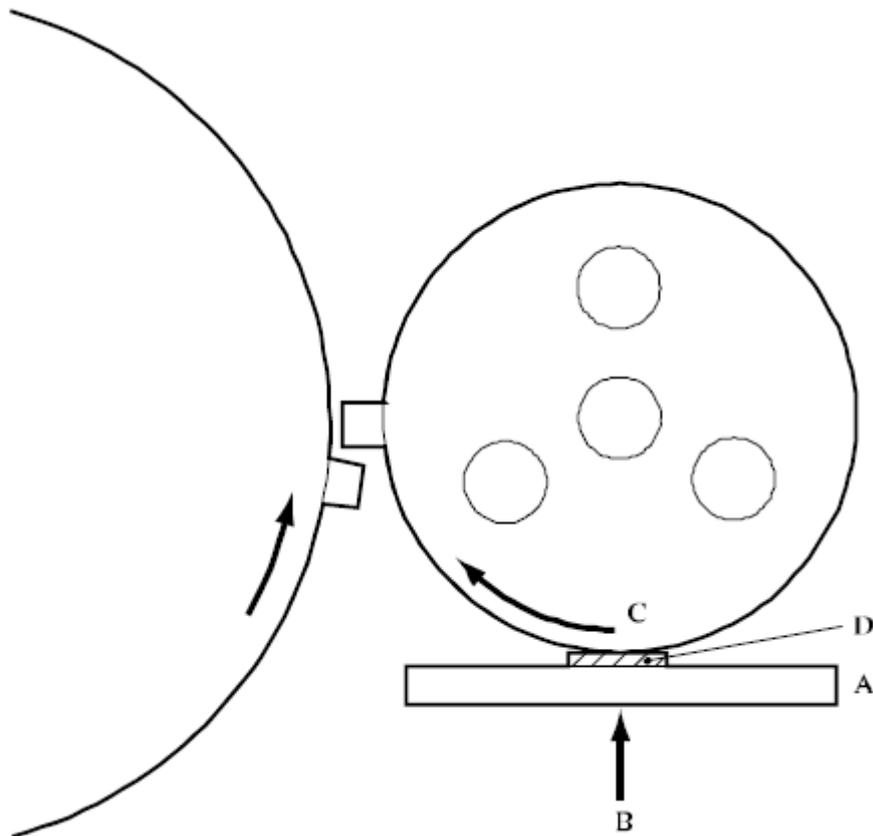
Dem Referenzstandard (RDX) wird ein Reibwert (F aus F) von 3,0 zugeordnet.

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn der F-aus-F-Wert kleiner oder gleich 3,0 ist und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn der F-aus-F-Wert größer als 3,0 ist. Wenn der F-aus-F-Wert für den zu prüfenden Stoff kleiner als 3,0 ist, kann ein direkter Vergleich mit dem Referenzstandard unter Anwendung des SCT-Prüfverfahrens mit 100 Einzelversuchen für jeden Stoff vorgenommen werden. Erweist sich der geprüfte Stoff in mindestens 95 % der Fälle oder mehr als nicht empfindlicher als der Referenzstandard, ist der geprüfte Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, nicht als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen.

13.5.2.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Reibwert | Ergebnis |
|-----------------------------|-----------------|-----------------|
| Sprenggelatine-Geophex | 2,0 | + |
| Unter-Wasser-Sprenggelatine | 1,3 | + |
| Bleiazid | 0,84 | + |
| PETN/Wachs (90/10) | 4,0 | - |
| RDX | 3,4 | - |
| Tetryl | 4,5 | - |
| Trinitrotoluol | 5,8 | - |

Abbildung 13.5.2.1: DREH-REIBPRÜFUNG



-
- | | | | |
|-----|----------------------------------|-----|--------------------|
| (A) | Riegel aus unlegiertem Stahl | (B) | Druckluftbelastung |
| (C) | Drehrad in Kontakt mit der Probe | (D) | Probe |
-

13.5.3 Prüfung 3 (b) (iii): Reibempfindlichkeitsprüfung

13.5.3.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Stoffes gegenüber mechanischer Reibbeanspruchung zu messen und um zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist.

13.5.3.2 Prüfgeräte und Materialien

13.5.3.2.1 Die Konstruktion des Reibprüfgerätes ist in Abbildung 13.5.3.1 wiedergegeben. Die Hauptbestandteile des Prüfgerätes sind folgende: Pendel, Pendelhalter, Grundkörper und hydraulische Presse. Das Prüfgerät ist auf einem Betonfundament aufgebaut. Die Stempelvorrichtung 1 mit dem zu prüfenden explosiven Stoff wird in den Grundkörper eingesetzt. Die Kompression der explosiven Probe, die zwischen zwei Stempeln platziert ist, wird mittels einer hydraulischen Presse bis zum vorgeschriebenen Druck durchgeführt. Die Bewegung des oberen Stempels bis zu 1,5 mm entlang der Probe wird unter Nutzung des Schlages des Pendelgewichts ausgeführt.

13.5.3.2.2 Die Stempelvorrichtung 1 besteht aus einem Führungsring und zwei Stempeln. Abmessungen und Vorgaben dieser Stempelvorrichtung sind in Abbildung 13.5.3.2 dargestellt.

13.5.3.3 Prüfverfahren

13.5.3.3.1 Normalerweise werden die Stoffe im Anlieferungszustand geprüft. Angefeuchtete Stoffe sind mit der Mindestmenge an vorgesehenem Befeuchtungsmittel zu prüfen. Die Proben sind den folgenden Prüfverfahren zu unterwerfen:

- (a) granuliert, flockig, gepresst, gegossen und anderweitig gepackte Stoffe werden gemahlen und gesiebt; die zu prüfenden Stoffteilchen müssen durch Siebe mit Maschengrößen von $0,50 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ gehen;
- (b) elastische Stoffe werden auf einer Holzoberfläche mit einem geschärften Messer in nicht mehr als 1 mm große Stücke geschnitten. Elastische Stoffe werden nicht gesiebt;
- (c) pulverförmige, plastische und pastenförmige Stoffe werden nicht gemahlen und gesiebt.

Vor der Benutzung werden die Stempelvorrichtungen entfettet. Die Vorrichtungen können wiederverwendet werden, wenn sie innerhalb der Spezifikation verbleiben.

13.5.3.3.2 Um die untere Reibempfindlichkeitsgrenze eines zu prüfenden explosiven Stoffes zu bestimmen, wird die 20-mg-Probe in die offene Stempelvorrichtung gesetzt. Durch sanftes Drücken und Drehen des oberen Stempels wird die explosive Probe gleichmäßig zwischen den Stempeln geglättet. Die Stempelvorrichtung mit der explosiven Probe wird in die Kammer des Grundkörpers eingesetzt, wo sie bis zu dem ausgewählten Druck gepresst wird. Bei gleichbleibendem Druck wird der Führungsring herabgelassen, so dass die explosive Probe zwischen den Stempelflächen gepresst wird und gehoben wird, bis sie sich oberhalb des Führungsringes befindet. Dann wird ein Schlagstift so bewegt,

dass sein Schlagende den Stempel berührt. Der Schlagstift wird vom Pendelgewicht geschlagen und bewirkt damit eine Reibung zwischen dem oberen Stempel und der Probe. Die Stempelbewegung beträgt 1,5 mm. Der Auslenkungswinkel für das Pendel wurde gemäß nachfolgender Tabelle ausgewählt; er ist abhängig vom Rückwirkungsdruck der Probe. Die Prüfungen werden durchgeführt, bis der maximale Rückwirkungsdruck gefunden ist, bei dem in 25 Versuchen keine Explosion auftritt. Ein Ergebnis wird als Explosion bewertet, wenn ein Geräusch oder Blitz auftritt oder Brandspuren auf den Stempeln erkennbar sind. Die untere Reibempfindlichkeitsgrenze wird als der maximale Rückwirkungsdruck gewertet, bei dem in 25 Versuchen keine Explosion erfolgt und der sich von dem Druck unterscheidet, der noch Explosionen hervorbringt, aber nicht stärker abweicht als:

- 10 MPa - bei Prüfdruck bis 100 MPa
- 20 MPa - bei Prüfdruck 100 bis 400 MPa
- 50 MPa - bei Prüfdruck oberhalb 400 MPa.

Wenn in 25 Prüfungen bei einem Druck von 1200 MPa keine Explosion erzielt wird, wird die untere Reibempfindlichkeitsgrenze als „1200 MPa oder mehr“ bezeichnet. Wenn in 25 Prüfungen bei einem Druck von 30 MPa eine oder mehr Explosionen erzielt werden, wird die untere Reibempfindlichkeit als „kleiner als 30 MPa“ bezeichnet.

Tabelle 13.2: VERHÄLTNIS ZWISCHEN DEM RÜCKWIRKUNGSDRUCK DER EXPLOSIVEN PROBE UND DEM AUSLENKUNGSWINKEL DES PENDELS, DAS DEN KONSTANTEN WERT ZUM IN-BEWEGUNG-SETZEN DES STEMPELS LIEFERT

| Rückwirkungsdruck der explosiven Probe (MPa) | Auslenkungswinkel des Pendels (° aus der Vertikalen) | Rückwirkungsdruck der explosiven Probe (MPa) | Auslenkungswinkel des Pendels (° aus der Vertikalen) |
|--|--|--|--|
| 30 | 28 | 40 | 32 |
| 50 | 35 | 60 | 38 |
| 70 | 42 | 80 | 43 |
| 90 | 46 | 100 | 47 |
| 120 | 54 | 140 | 58 |
| 160 | 61 | 180 | 64 |
| 200 | 67 | 220 | 70 |
| 240 | 73 | 260 | 76 |
| 280 | 78 | 300 | 80 |
| 320 | 82 | 340 | 83 |
| 360 | 84 | 380 | 85 |
| 400 | 86 | 450 | 88 |
| 500 | 91 | 550 | 93 |
| 600 | 95 | 650 | 97 |
| 700 | 100 | 750 | 101 |
| 800 | 103 | 850 | 106 |
| 900 | 107 | 950 | 108 |
| 1000 | 110 | 1100 | 115 |
| 1200 | 118 | | |

13.5.3.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Die Prüfergebnisse werden auf folgender Grundlage bewertet:

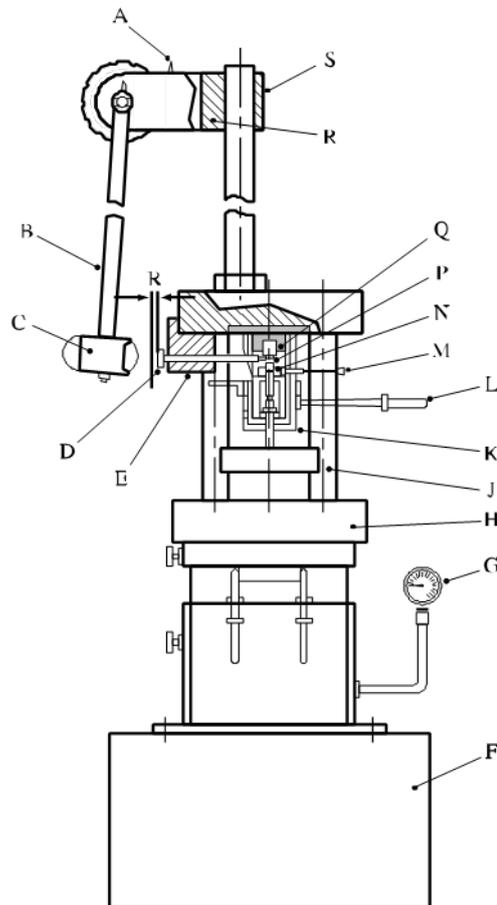
- (a) ob eine „Explosion“ in einem von 25 Versuchen auftritt; und
- (b) der maximale Rückwirkungsdruck, bei dem in 25 Versuchen keine „Explosion“ auftritt.

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn die untere Schlagreibempfindlichkeitsgrenze kleiner als 200 MPa ist und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn die untere Schlagreibempfindlichkeitsgrenze größer oder gleich 200 MPa ist.

13.5.3.5 Ergebnisbeispiele

| Stoffe | Untere Grenze (MPa) | Ergebnis |
|----------------------|----------------------------|-----------------|
| Ammoniumnitrat | 1200 | - |
| Bleiazid | 30 | + |
| PETN (trocken) | 150 | + |
| PETN/Paraffin (95/5) | 350 | - |
| PETN/TNT (90/10) | 350 | - |
| PETN/Wasser (75/25) | 200 | - |
| Pikrinsäure | 450 | - |
| RDX (trocken) | 200 | - |
| RDX/Wasser (85/15) | 350 | - |
| TATB | 900 | - |
| TNT | 600 | - |

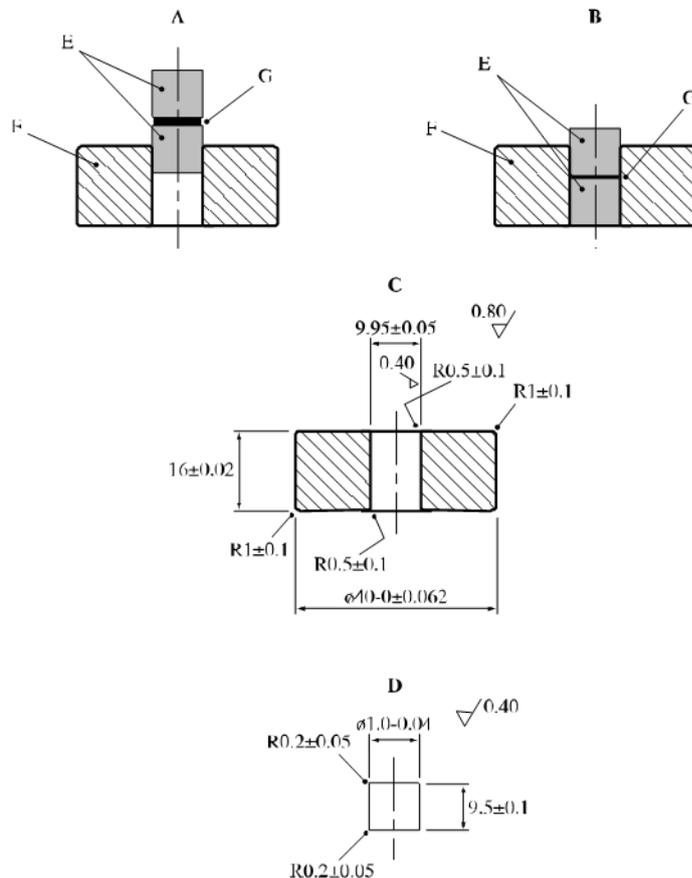
Abbildung 13.5.3.1: SCHLAGREIBPRÜFUNGS-APPARAT



| | | | |
|-----|----------------------------|-----|--------------------------------|
| (A) | Auslöser | (B) | Pendelarm |
| (C) | Pendelgewicht | (D) | Schlagstift |
| (E) | Führung für Schlagstift | (F) | Fundament |
| (G) | Druckmessgerät | (H) | Hydraulische Presse |
| (J) | Gerätehalterung | (K) | Grundkörper |
| (L) | Senkhebel für Führungsring | (M) | Drücker für Stempelvorrichtung |
| (N) | Führungsring | (P) | Stempel |
| (Q) | Kammer | (R) | Pendelhalter |
| (S) | Pendelhalterstütze | | |

Bemerkung 1: Die Zeichnung entspricht teilweise nicht der Buchstabenlegende. R und S im oberen Teil der Zeichnung zeigen auf dasselbe Teil. R müsste auf die Mittelsäule im oberen Teil zeigen.

Abbildung 13.5.3.2: STEMPELVORRICHTUNG 1



| | | | |
|-----|---|-----|--|
| (A) | Ausgangsstellung der Stempel | (B) | Prüfstellung der Stempel |
| (C) | Führungsring aus Werkzeugstahl HRC 57 - 61 | (D) | Stempel aus Kugellagerstahl HRC 63 - 66 |
| (E) | Stempel | (F) | Führungsring |
| (G) | Zu prüfende Probe | | |

Bemerkung 2: Die Prüfstellung der Stempel (siehe B) ist schon im englischen Original falsch. Die Oberkante des unteren der beiden Stempel E muss in einer Ebene mit der Oberkante des Führungsringes sein.

13.5.4 Prüfung 3 (b) (iv): ABL-Reibapparatprüfung

13.5.4.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Stoffes gegenüber Reibbeanspruchung zu messen und um zu bestimmen, ob der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff anzusehen ist. Die Prüfsubstanz wird einer vertikalen Druckkraft unter einem feststehenden Rad unterworfen, wobei die Substanz horizontal auf einem gleitenden Stahlträger bewegt wird. Die Prüfung ist auf feste, halb feste und pulverförmige Stoffe anwendbar.

13.5.4.2 Prüfgeräte und Materialien

13.5.4.2.1 Die folgenden Prüfgeräte und Materialien werden benötigt:

- (a) Eine Vorrichtung mit der Fähigkeit eine Kraft hydraulisch über ein feststehendes Rad auf eine Probe auf einem Stahlträger auszuüben. Sowohl Rad als auch Stahlträger haben eine Oberflächenrauigkeit von $1,3 \mu\text{m} - 1,8 \mu\text{m}$ und eine Rockwell-C-Härte von 55 - 62.
- (b) Eine Pendelvorrichtung, die so an einer Stelle angebracht und in einem Winkel ausgelöst werden kann, dass eine vorgegebene Geschwindigkeit auf den gleitenden Stahlträger übertragen werden kann. Eine ungefähre Strecke von 2,5 cm wird von diesem System in senkrechter Richtung zur angewandten Kraft zurückgelegt.

13.5.4.3 Prüfverfahren

13.5.4.3.1 Normalerweise werden die Stoffe im Anlieferungszustand geprüft. Angefeuchtete Stoffe sind mit der Mindestmenge an vorgesehener Befeuchtungsmittel zu prüfen. Abhängig von der Erscheinungsform sollten die Stoffe dann folgenden Verfahren unterworfen werden:

- (a) Pulver sollen auf dem Stahlträger in einer einzelnen Lage geprüft werden; d. h. soweit möglich in der Dicke der Körnigkeit des Materials. Es werden ausreichend Körner auf dem Stahlträger aufgebracht, um eine ca. 1,3 cm lange und 0,65 cm breite Fläche zu bedecken, und zwar ungefähr 0,65 cm hinter dem Aufsetzpunkt des Rades beginnend auf dem Stahlträger, so dass das Rad in vollem Kontakt zur Probe kommt, wenn es abgesenkt wird.
- (b) Feste Treibmittel werden in Form dünner, gleichmäßiger Scheiben einer Dicke von $0,08 \text{ cm} \pm 0,01 \text{ cm}$ geprüft. Diese Dicke ist leicht mit einem Mikrotom Schneidgerät zu erzielen.
- (c) Halbfeste Stoffe werden mit einem Spatel zu einer dünnen Schicht mit einer einheitlichen Dicke von 0,015 cm geformt.

Die Prüfsubstanz wird, mit dem Reibrad angehoben, auf dem Stahlträger unter dem Rad so aufgebracht, dass das Rad in vollem Kontakt zur Probe ist, wenn es abgesenkt wird. Das Reibrad wird dann vorsichtig auf die Probe auf dem Stahlträger abgesenkt und die vorgesehene senkrechte Kraft wird auf das Rad gegeben [250 N bei 2,4 m/s oder 445 N bei 1,2 m/s]. Das Pendel wird auf den gewünschten Winkel für die

passende Prüfgeschwindigkeit angehoben und losgelassen. Es werden Beobachtungen

aufgezeichnet, ob eine „Reaktion“ eintritt, erkennbar an einem hörbaren Knall oder der Entstehung von Rauch, Feuer, Verkohlung oder sichtbaren Lichts, so wie es menschlich wahrnehmbar ist. Die Art der auftretenden Reaktion wird aufgezeichnet. Die Belastung auf dem Rad wird aufgehoben und die Fläche von jeglicher überschüssiger Prüfsubstanz gereinigt. Das Rad wird markiert und auf dem Stahlträger versetzt, um zu gewährleisten, dass jeweils saubere Oberflächen für jede Prüfung verwendet werden.

13.5.4.4 *Wartung und Kalibrierung*

Die maximale Geschwindigkeit des Stahlträgers sollte auf 2,4 m/s und 1,2 m/s kalibriert werden. Die Andruckkraft des Rades sollte überprüft werden. Der Prüfapparat sollte regelmäßig nach einem Wartungsplan entsprechend der Nutzungsfrequenz gereinigt und kalibriert werden. Die Apparatur sollte mindestens jährlich kalibriert werden.

13.5.4.5 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn die geringste Reibkraft, bei der wenigstens eine von 6 Prüfungen eine Reaktion gezeigt hat, 250 N bei 2,4 m/s oder 445 N bei 1,2 m/s oder geringer ist. Dann wird der Stoff in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Andernfalls wird das Ergebnis „-“ bewertet.

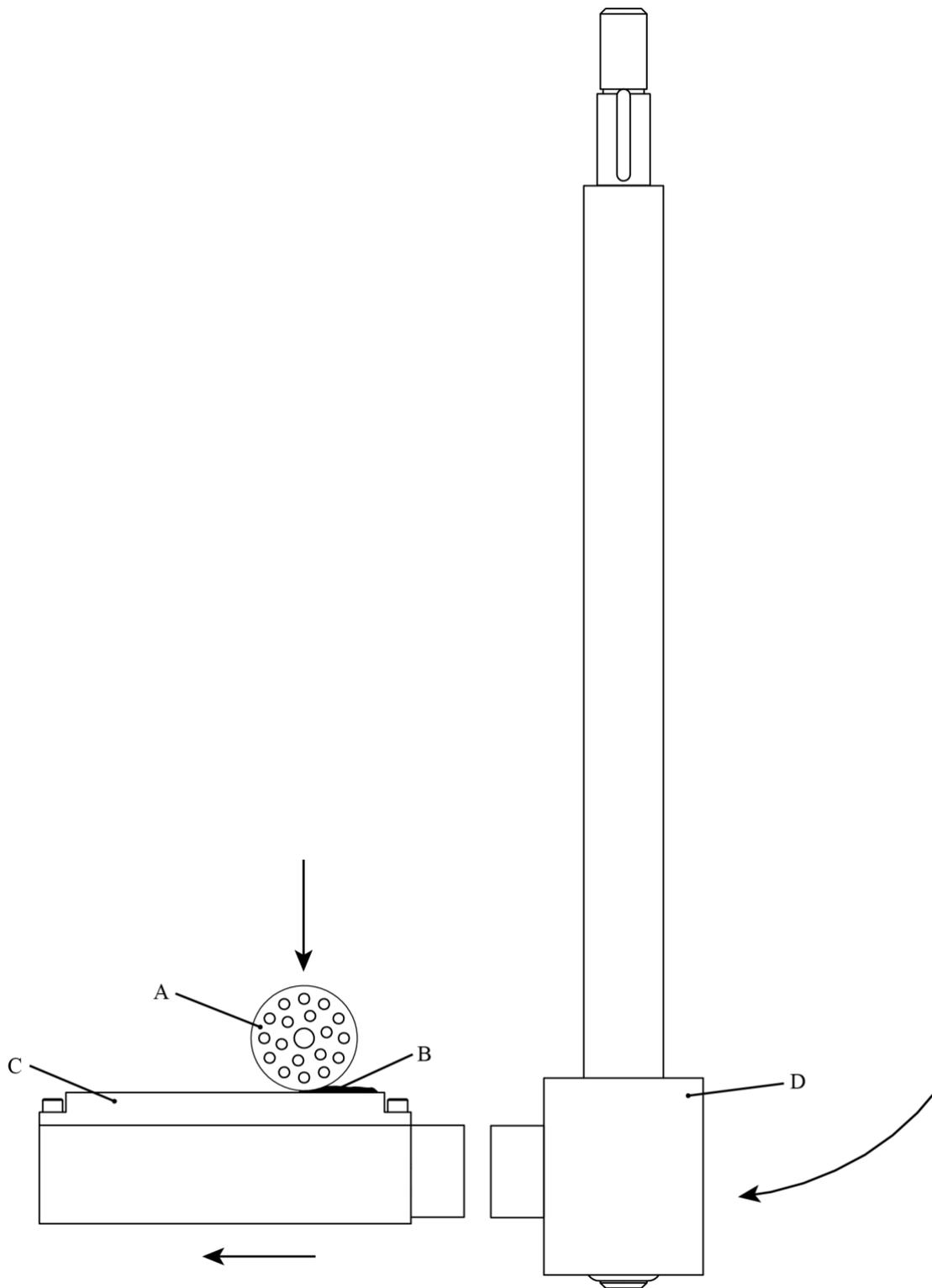
13.5.4.6 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe^a | Ergebnis |
|-----------------------------|-----------------|
| RDX (class 5) | - |
| RDX (class 7) | - |
| PBXN-8 | - |
| PBXN-10 | - |
| Aluminium/TNT (80/20) | - |
| PETN (trocken) ^b | + |

^a Daten bei 2,4 /s, relativer Luftfeuchte von 10 – 30 % und Temperatur von 16 - 24 °C ermittelt, soweit nicht anders angegeben.

^b Daten bei 2,4 m/s und 1,2 m/s ermittelt.

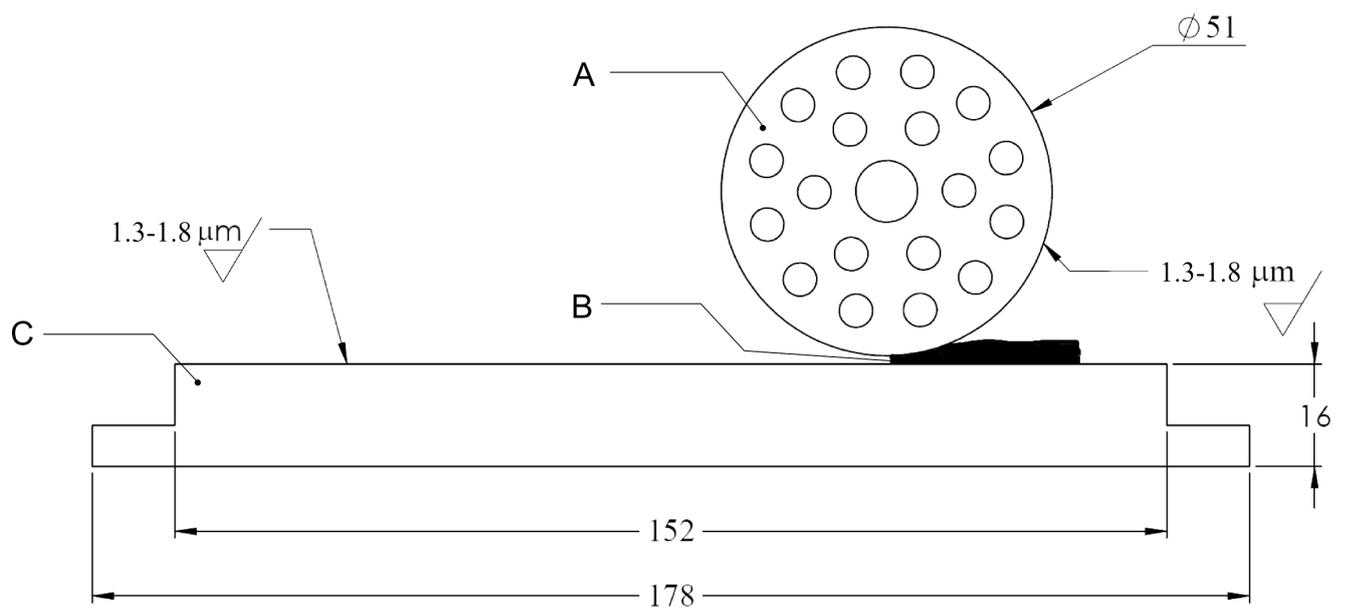
Abbildung 13.5.4.1: ABL-REIBAPPARAT



(A) Feststehendes Rad
(C) Stahlträger

(B) Prüfschubstanz
(D) Pendel

Abbildung 13.5.4.2: ABL-REIBAPPARAT, RAD UND TRÄGER IM DETAIL



-
- (A) Feststehendes Rad, 5,1 cm Durchmesser, maximal x 3,18 cm
 - (B) Prüfschubstanz
 - (C) Stahlträger, 18 cm x 5,7 cm x 1,6 cm maximal
-

13.6 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 3 Prüfmart (c)

13.6.1 Prüfung 3 (c) (i): Thermische Stabilitätsprüfung bei 75 °C

13.6.1.1 *Einleitung*

Dieses Prüfverfahren wird zur Bestimmung der thermischen Stabilität eines Stoffes angewendet, wenn er erhöhten Temperaturen ausgesetzt wird.

13.6.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

13.6.1.2.1 Die folgende Ausstattung ist erforderlich:

- (a) Ein elektrischer Ofen, ausgerüstet mit Belüftung, explosionsgeschützter elektrischer Einrichtung und einer thermostatischen Steuerung, die die Temperatur auf $75\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ hält und registriert. Der Ofen sollte mit zwei Reglern oder einer Schutzeinrichtung ausgerüstet sein, um eine Runaway-Reaktion im Falle einer Reglerfehlfunktion zu verhindern;
- (b) ein randloser Becher von 35 mm Durchmesser und 50 mm Höhe und ein Uhrglas von 40 mm Durchmesser;
- (c) eine Waage, mit der die Probe auf $\pm 0,1\text{ g}$ genau gewogen werden kann;
- (d) drei Thermoelemente und ein Aufzeichnungssystem;
- (e) zwei Glasgefäße mit Flachboden von $50\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ Durchmesser und 150 mm Länge sowie zwei Stopfen, die einem Druck von 0,6 bar (60 kPa) widerstehen.

13.6.1.2.2 Als Vergleichsstoff ist ein inerter Stoff zu verwenden, dessen physikalische und thermische Eigenschaften denen des zu prüfenden Stoffes ähnlich sind.

13.6.1.3 *Prüfverfahren*

13.6.1.3.1 Bei Umgang mit einem unbekanntem Stoff, werden verschiedene Vorversuche durchgeführt, um sein Verhalten einzuschätzen. Einer der Vorversuche ist die Erwärmung kleiner Probenmengen auf 75 °C für 48 Stunden. Wenn bei einer kleinen Probenmenge keine explosive Reaktion auftritt, ist das gemäß 13.6.1.3.2 oder 13.6.1.3.3 beschriebene Prüfverfahren anzuwenden. Wenn eine Explosion oder Entzündung eintritt, dann ist der Stoff thermisch zu instabil für die Beförderung und ist als ein instabiler explosiver Stoff einzustufen.

13.6.1.3.2 Prüfung ohne Einsatz von Messsensorik: Eine Probe von 50 g wird in einen Becher gefüllt, abgedeckt und in einen Ofen gestellt. Der Ofen wird auf 75 °C aufgeheizt und die Probe bei Ofentemperatur 48 Stunden lang dort belassen oder solange bis eine Entzündung oder Explosion, ganz gleich welche zuerst, eintritt. Tritt keine Entzündung oder Explosion ein, sind aber Anzeichen einer Selbsterhitzung vorhanden, z. B. Rauch oder Zersetzung, so ist das in 13.6.1.3.3 wiedergegebene Prüfverfahren anzuwenden. Zeigt der Stoff keine Anzeichen einer thermischen Instabilität, kann er als thermisch stabil angesehen werden und in Bezug auf diese Eigenschaft ist keine weitere Prüfung notwendig.

13.6.1.3.3 Prüfung mit Einsatz von Messsensorik: Eine Probe von 100 g (oder 100 cm³, wenn die Dichte geringer als 1000 kg/m³ ist) wird in eines der Glasgefäße gefüllt und die gleiche Menge an Vergleichsstoff wird in das andere Glasgefäß gegeben. Die Thermoelemente T₁ und T₂ werden bis zur halben Höhe des Stoffes in die Glasgefäße eingesetzt. Wenn sich die Thermoelemente gegenüber dem zu prüfenden Stoff oder dem Vergleichsstoff nicht inert verhalten, müssen sie durch inerte Überzüge geschützt werden. Das Thermoelement T₃ und die verschlossenen Gefäße werden, wie in Abbildung 13.6.1.1 gezeigt, im Ofen platziert. Die Temperaturdifferenz (sofern eine solche auftritt) zwischen der Probe und dem Vergleichsstoff wird über einen Zeitraum von 48 Stunden gemessen, nachdem die Probe und der Vergleichsstoff eine Temperatur von 75 °C erreicht haben. Anzeichen für eine Zersetzung der Probe werden vermerkt.

13.6.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

13.6.1.4.1 Das Ergebnis einer Prüfung, die nicht mit Messsensorik ausgestattet war, wird „+“ bewertet, wenn eine Entzündung oder Explosion eintritt und „-“, wenn keine Änderungen beobachtet werden. Das Ergebnis einer Prüfung mit Messsensorik wird „+“ bewertet, wenn eine Entzündung oder Explosion eintritt oder wenn eine Temperaturdifferenz (d. h. Selbsterhitzung) von 3 °C oder mehr registriert wird. Wenn keine Entzündung oder Explosion eintritt, aber Selbsterhitzung von weniger als 3 °C registriert wird, sind gegebenenfalls zusätzliche Prüfungen und/oder Untersuchungen auszuführen, um festzustellen, ob die Probe thermisch stabil ist.

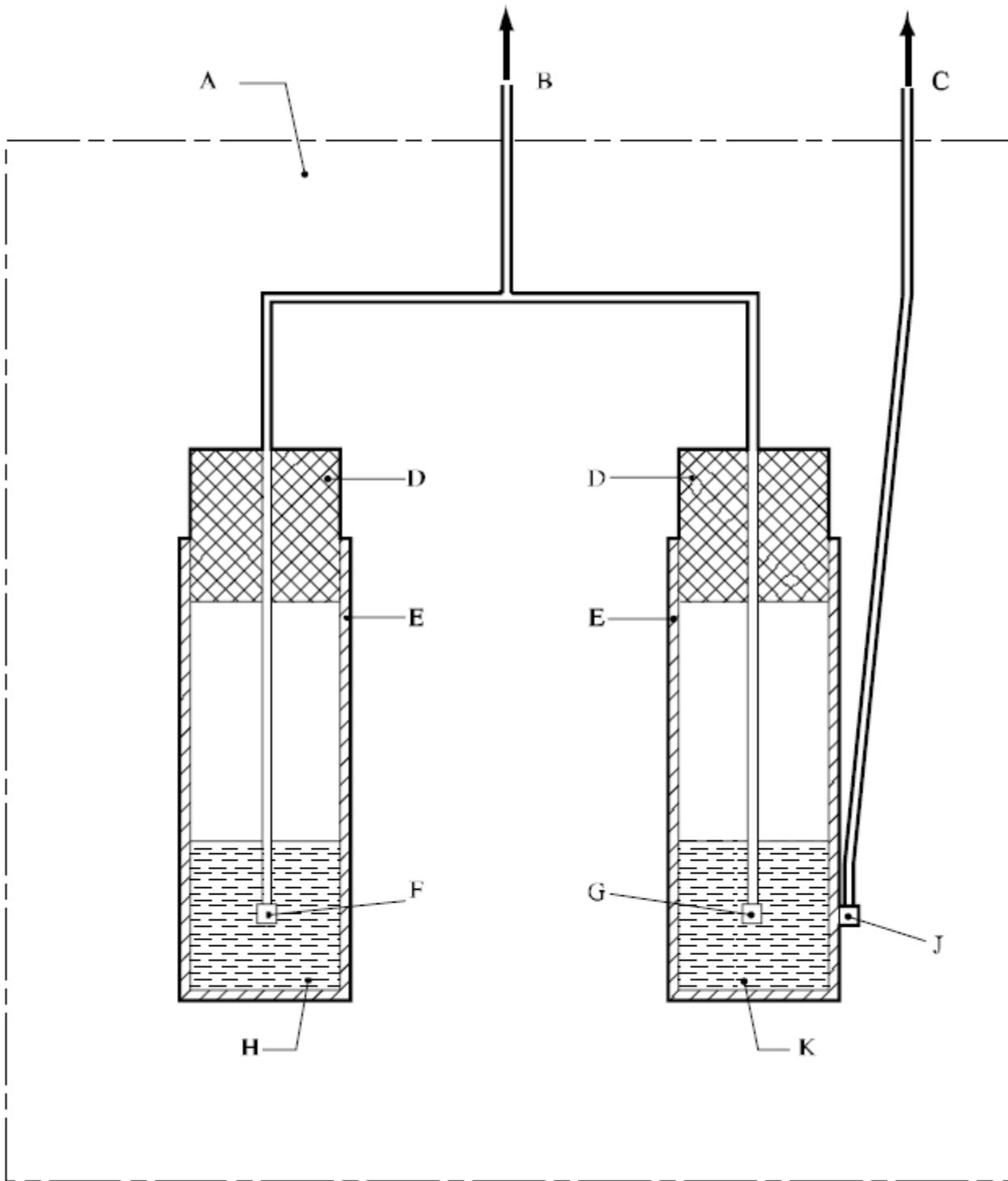
13.6.1.4.2 Wenn das Ergebnis „+“ ist, ist der Stoff als thermisch instabil anzusehen; er muss als ein instabiler explosiver Stoff eingestuft werden und ist für die Beförderung verboten.

13.6.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Beobachtungen | Ergebnis |
|--|--|-----------------|
| 70 % Ammoniumperchlorat, 16 % Aluminium, 2,5 % Catocen, 11,5 % Bindemittel | Oxidationsreaktion erfolgt am Catocen (Abbrandkatalysator). Probe verfärbt sich oberflächlich, aber keine chemische Zersetzung. | - |
| PETN/Wachs (90/10) | Geringfügiger Gewichtsverlust | - |
| RDX, 22 % wasserfeucht | Gewichtsverlust < 1 % | - |
| Gelatinedynamit (22 % Nitroglycerin, 8 % Dinitrotoluol, 3 % Aluminium) | Geringfügiger Gewichtsverlust | - |
| ANFO-Sprengstoff | Gewichtsverlust < 1 % | - |
| Slurry-Sprengstoffe ^a | Geringfügiger Gewichtsverlust, leichtes Aufblähen (in einzelnen Fällen) | - |

^a *verschiedene Arten*

**Abbildung 13.6.1.1: VERSUCHSANORDNUNG FÜR DIE STABILITÄTSPRÜFUNG
BEI 75 °C**



- | | | | |
|-----|-------------------------------|-----|-------------------------------------|
| (A) | Heizofen | (B) | Zum Millivoltmeter ($T_1 - T_2$) |
| (C) | Zum Millivoltmeter (T_3) | (D) | Stopfen |
| (E) | Glasgefäße | (F) | Thermoelement Nr. 1 (T_1) |
| (G) | Thermoelement Nr. 2 (T_2) | (H) | Probe 100 cm ³ |
| (J) | Thermoelement Nr. 3 (T_3) | (K) | Vergleichsstoff 100 cm ³ |

13.6.2 **Prüfung 3 (c) (ii): SBAT-Prüfung der thermischen Stabilität bei 75 °C**

13.6.2.1 *Einleitung*

Dieses Prüfverfahren wird zur Bestimmung der thermischen Stabilität eines Stoffes angewendet, wenn er erhöhten Temperaturen ausgesetzt wird.

13.6.2.2 *Prüfgeräte und Materialien*

13.6.2.2.1 Die folgende Ausstattung ist erforderlich:

- (a) Reagenzgläser 13 mm x 100 mm innerhalb eines größeren Röhrchens mit 25 mm x 100 mm. Jedes 13-mm-x-100-mm-Röhrchen ist von Isoliermaterial umgeben und befindet sich innerhalb des größeren Röhrchens. Jedes größere Glasröhrchen hat eine umgebende Isolierung, die es weiterhin thermisch vom metallischen Heizblock trennt. Die Reagenzgläser können dicht verschlossen werden, um den Austritt von Gasen zu verhindern.
- (b) Ein gut isolierter Metallblock mit mehreren Bohrungen, der mit Widerstandsheizung mindestens auf eine Temperatur von mindestens 260 °C erwärmt werden kann. Die Aufheizung des Heizblocks muss automatisiert oder zuverlässig geregelt sein, so dass die gewünschte Temperatur innerhalb von $\pm 0,5$ °C gehalten werden kann. Für den Fall eines Ausfalls des primären Kühlsystems sollte der Heizblock eine unabhängige Sicherung gegen übermäßiges Aufheizen des Blocks haben. Jede Bohrung des Metallblocks sollte einen Durchmesser von 5 cm und eine Tiefe von 10 cm haben.
- (c) Für die in (a) und (b) beschriebene Anordnung sollte die Zeitkonstante des Temperaturabfalls τ mindestens 10 Minuten betragen. Die Zeitkonstante τ , erhält man, in dem man 5 g eines inerten Stoffes (z. B. getrockneter Quarzsand, Aluminiumoxid oder Silikon) im Reagenzglas (13 mm x 100 mm) auf eine Temperatur erhitzt, die 50 °C oder mehr über der konstant eingestellten Temperatur des SBAT liegt. Die erwärmte Probe wird in den SBAT-Apparat gesetzt (in das größere Glasröhrchen mit der inneren und äußeren Isolierung, wie oben beschrieben). Die Probe wird sich auf die konstant eingestellte Temperatur des Ofens abkühlen. Während des Abkühlvorgangs wird die Temperatur der Prüfsubstanz aufgezeichnet. Die sinkende Temperatur wird einem exponentiellen Verlauf folgen und an folgende Gleichung angepasst:

$$\frac{(T - T_a)}{(T_i - T_a)} = \exp\left(\frac{-t}{\tau}\right)$$

wobei T die Vergleichstemperatur des inerten Stoffes ist, die sich mit der Zeit ändert. T_a ist die konstant eingestellte Temperatur des Ofens, T_i die anfängliche Temperatur des inerten Stoffes, t die Zeit und τ die Zeitkonstante des Temperaturabfalls.

- (d) Ein inerter Stoff (z. B. getrockneter Quarzsand, Aluminiumoxid oder Silikon), der ebenfalls in isolierte Glasröhrchen (13 mm x 100 mm innerhalb des größeren Röhrchens 25 mm x 100 mm) mit der gleichen Isolierungsanordnung wie für die Probe eingebracht wird, wird als Vergleichssubstanz verwendet.
- (e) Thermoelemente mit Datenerfassungssystem, um die Temperatur der Vergleichssubstanz und der Probe(n) aufzuzeichnen, sowie Thermoelemente, um die Temperatur des Ofens zu messen und zu regeln.

13.6.2.3 *Prüfverfahren*

13.6.2.3.1 Fünf Gramm der Prüfsubstanz oder eine Menge, die das Reagenzglas zu einer Höhe von 75 mm füllt, was immer von beidem die geringere Menge ist, wird in eines der Reagenzgläser getan. Ein zweites Reagenzglas wird mit der gleichen Menge der Prüfsubstanz gefüllt. Eines der gefüllten Reagenzgläser wird nicht verschlossen, während das zweite gefüllte Reagenzglas mit einem Schraubdeckel oder auf andere Art verschlossen wird. Bei dem verschlossenen Reagenzglas wird das Thermoelement an der Außenwand des Reagenzglas angebracht. Bei dem offenen Reagenzglas kann das Thermoelement an der Seite des Reagenzglas oder in der Probe angebracht werden.

13.6.2.3.2 Jedes Reagenzglas wird dann mit Isoliermaterial umgeben und in das größere 25-mm-x-100-mm-Röhrchen, welches ebenfalls zu den Wänden der Bohrungen des SBAT isoliert ist, gegeben. Die ca. 5-g-Vergleichssubstanz muss ebenfalls in einer der SBAT-Bohrungen mit der gleichen Isolationsanordnung wie bei der Probe vorliegen. Die Proben werden auf 75 °C – 77 °C erwärmt und bei dieser Temperatur für 48 Stunden gehalten. Proben- und Vergleichstemperatur werden über die Dauer der Prüfung aufgezeichnet.

13.6.2.3.3 Nach Abschluss der Prüfung können durch lineares Erhöhen der Temperatur des Prüfgerätes weitere Prüfdaten erfasst werden, um das thermische Profil der Prüfsubstanz zu ermitteln (endothermes und exothermes Verhalten, erkennbar an Abweichungen der Probetemperatur zur Temperatur der Vergleichssubstanz).

13.6.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

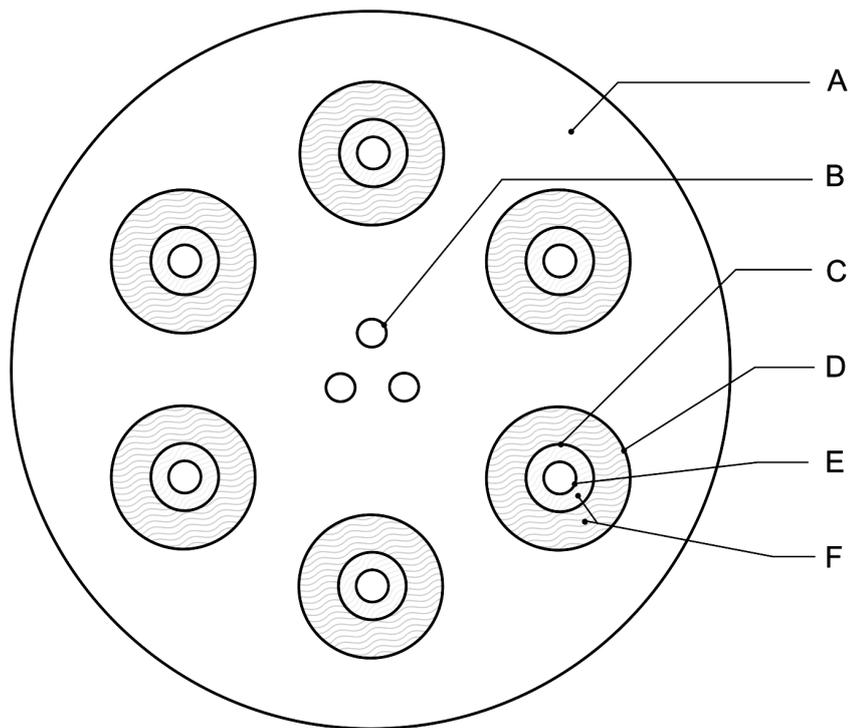
13.6.2.4.1 Das Ergebnis einer Prüfung wird „+“ bewertet, wenn entweder die verschlossene oder die offene Probe mehr als 1,5 °C Temperaturanstieg während des Prüfzeitraumes von 48 Stunden als Selbsterwärmung zeigt.

13.6.2.4.2 Wenn das Ergebnis „+“ ist, ist der Stoff als thermisch instabil anzusehen; er muss als ein instabiler explosiver Stoff eingestuft werden und ist für die Beförderung verboten.

13.6.2.5 Ergebnisbeispiele

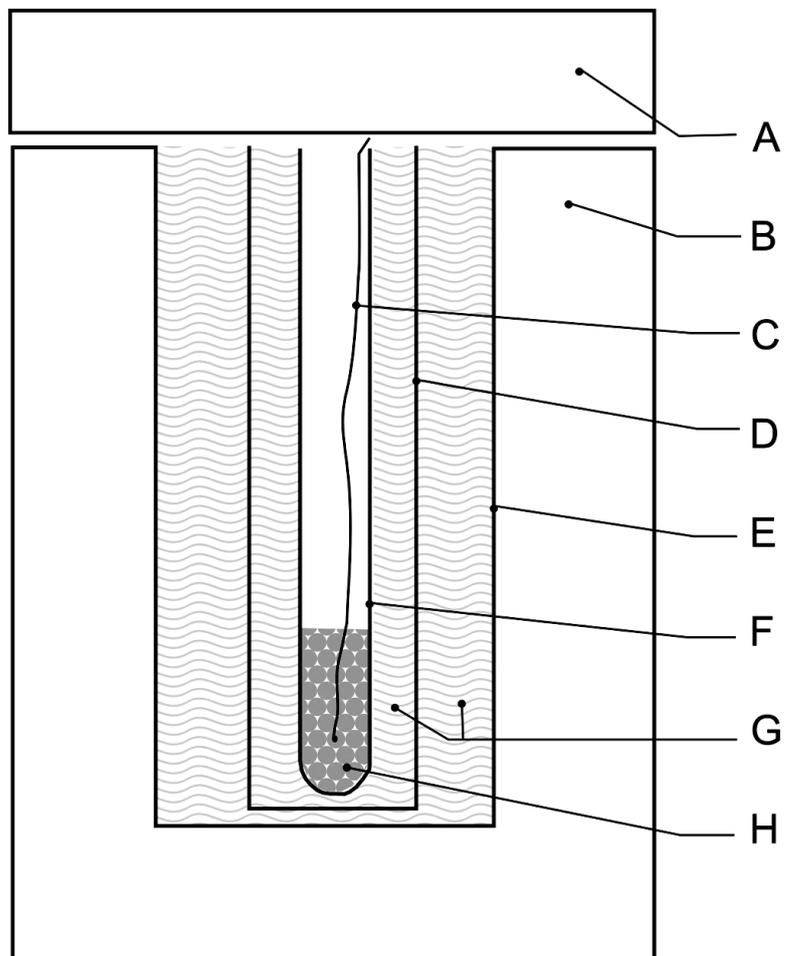
| Stoffe | Temperaturanstieg | Ergebnis |
|---|--------------------------|-----------------|
| PETN | Weniger als 1,5 °C | - |
| RDX | Weniger als 1,5 °C | - |
| TNT | Weniger als 1,5 °C | - |
| Composition B, wiedergewonnen | Weniger als 1,5 °C | - |
| Zweibasiges rauchloses Pulver, 40 % NG | Weniger als 1,5 °C | - |
| Schwarzpulver | Weniger als 1,5 °C | - |
| Bariumstyphnat | Weniger als 1,5 °C | - |
| Raketenmotortreibstoff (60 - 70 % AP, 5 - 16 % Al, 12 - 30 % Binder) | Weniger als 1,5 °C | - |
| Katalysator mit Kupferacetylid | Mehr als 1,5 °C | + |

Abbildung 13.6.2.1: SBAT-HEIZBLOCK



-
- | | | | |
|-----|-----------------------|-----|----------------------------|
| (A) | Metallblock | (B) | Heizelemente |
| (C) | Glasröhrchen | (D) | Bohrung zur Probenaufnahme |
| (E) | Reagenzglas für Probe | (F) | Isoliermaterial |
-

Abbildung 13.6.2.2: SBAT-BOHRUNG



-
- | | | | |
|-----|----------------------------|-----|-----------------------|
| (A) | Isolierdeckel oder -tuch | (B) | Metallblock |
| (C) | Thermoelement | (D) | Glasröhrchen |
| (E) | Bohrung zur Probenaufnahme | (F) | Reagenzglas für Probe |
| (G) | Isoliermaterial | (H) | Prüfsubstanz |
-

13.7 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 3 Prüfmart (d)

13.7.1 Prüfung 3 (d): Kleine Brandprüfung

Diese Prüfung wird angewendet, um das Verhalten eines Stoffes gegenüber Feuer zu bestimmen.

13.7.1.1 *Prüfgeräte und Materialien*

13.7.1.1.1 Feste Stoffe und flüssige Stoffe

Es wird ausreichend mit Kerosin getränktes Sägemehl (ungefähr 100 g Sägemehl und 200 cm³ Kerosin) benötigt, um eine 30 cm x 30 cm große und 1,3 cm dicke Schicht herzustellen. Für nicht schnell entzündbare Stoffe wird die Dicke auf 2,5 cm erhöht. Benötigt werden außerdem ein elektrischer Anzünder und ein dünnwandiger Plastikbecher, der ausreichend groß für die Aufnahme der Probe und mit ihr verträglich ist.

13.7.1.1.2 Alternatives Prüfverfahren (nur feste Stoffe)

Es werden eine Uhr und ein Bogen Kraftpapier 30 cm x 30 cm, der auf eine nicht brennbare Unterlage gelegt wird, verwendet. Einige Gramm feines Treibladungspulvers und eine geeignete Anzündeinrichtung werden so, wie unter dem Abschnitt Prüfverfahren beschrieben und in Abbildung 13.7.1.1 gezeigt, verwendet.

13.7.1.2 *Prüfverfahren*

13.7.1.2.1 Feste Stoffe und flüssige Stoffe

10 g der Probe werden in den Becher gefüllt. Der Becher wird zentrisch auf das mit Kerosin getränkte Sägemehl gestellt und das Sägemehl wird mit einem geeigneten elektrischen Anzünder entzündet. Die Prüfung wird zweimal mit 10 g und zweimal mit 100 g der Probe ausgeführt, es sei denn, es wird eine Explosion beobachtet.

13.7.1.2.2 Alternatives Prüfverfahren (nur feste Stoffe)

Auf den Bogen Kraftpapier wird ein kegelförmiger Haufen des Stoffes geschüttet, die Höhe des Haufens ist gleich dem Radius an der Basis. Eine feine Spur des Treibladungspulvers wird um den zu prüfenden Stoff herum geschüttet und diese Spur wird aus sicherer Entfernung an zwei diagonal gegenüberliegenden Punkten (siehe Abbildung 13.7.1.1) angezündet. Das Kraftpapier wird durch die Spur des Treibladungspulvers entzündet und überträgt die Flamme auf den zu prüfenden Stoff. Die Prüfung wird zweimal mit 10 g und zweimal mit 100 g der Probe ausgeführt, es sei denn, es wird eine Explosion beobachtet.

13.7.1.3 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Die Prüfung wird beobachtet. Als Ergebnis wird eine der folgenden Möglichkeiten registriert:

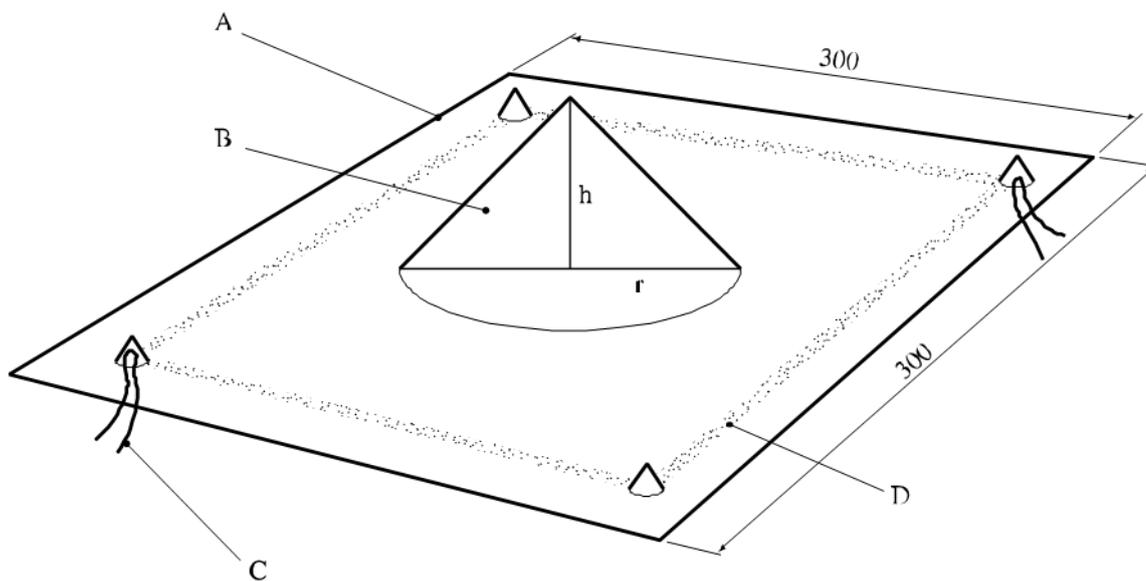
- (a) keine Entzündung;
- (b) Entzündung und Abbrand; oder
- (c) Explosion.

Die Dauer des Abbrandes oder die Zeit bis zur Explosion kann zwecks zusätzlicher Information notiert werden. Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet, wenn eine Explosion des geprüften Stoffes eintritt, und der Stoff wird in der Form, in der er geprüft wurde, als ein instabiler explosiver Stoff angesehen. Andernfalls wird das Prüfergebnis „-“ bewertet.

13.7.1.4 Ergebnisbeispiele

| Stoffe | Beobachtungen | Ergebnis |
|---|----------------------|-----------------|
| flüssige Stoffe | | |
| Nitromethan | Brand | - |
| feste Stoffe | | |
| <i>Alternatives Prüfverfahren</i> | | |
| Sprenggelatine A (92 % Nitroglycerin, 8 % Nitrocellulose) | Brand | - |
| Schwarzpulver NR 1 | Brand | - |
| Bleiazid | Explosion | + |
| Quecksilberfulminat | Explosion | + |

Abbildung 13.6.2.2: SBAT-BOHRUNG



-
- | | | | |
|-----|---|-----|---------------------------------|
| (A) | Bogen Kraftpapier | (B) | Prüfsubstanz |
| (C) | Anzündung durch einen Anzünder und einige Gramm feinen Treibladungspulvers (an zwei gegenüberliegenden Ecken) | (D) | Spur feinen Treibladungspulvers |
-

ABSCHNITT 14

PRÜFSERIE 4

14.1 Einleitung

14.1.1 Die Prüfungen der Prüfserie 4 sind dafür vorgesehen, die Frage „Ist der Gegenstand, der verpackte Gegenstand oder der verpackte Stoff zu empfindlich für die Zuordnung zu einer Unterklasse?“ (Kästchen 16 der Abbildung 10.2) zu beantworten. Zustände, die während der Beförderung auftreten können, schließen hohe Temperatur, hohe relative Feuchtigkeit, niedrige Temperatur, Vibration, Stoß und Fall ein. Die zwei auszuführenden Prüfungen sind folgende:

Prüfung 4 (a): eine Prüfung der thermischen Stabilität für Gegenstände;
und

Prüfung 4 (b): eine Prüfung zur Bestimmung der Gefahr durch Fall.

14.1.2 Die Frage in Kästchen 16 wird mit „Ja“ beantwortet, wenn ein „+“ in einer der Prüfungen 4 (a) oder 4 (b) erzielt wird.

14.2 Prüfverfahren

Die zurzeit angewendeten Prüfverfahren sind in Tabelle 14.1 aufgeführt.

Tabelle 14.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE 4

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------------|--|-----------|
| 4 (a) | Thermische Stabilitätsprüfung für unverpackte und verpackte Gegenstände ^a | 14.4.1 |
| 4 (b) (i) | Stahlrohr-Fallprüfung für flüssige Stoffe ^a | 14.5.1 |
| 4 (b) (ii) | 12-Meter-Fallprüfung für unverpackte und verpackte Gegenstände sowie verpackte Stoffe ^a | 14.5.2 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

14.3 Prüfbedingungen

14.3.1 Die Prüfungen werden mit einem verpackten Stoff, einem verpackten Gegenstand (verpackten Gegenständen) und, wenn eine unverpackte Beförderung vorgesehen ist, mit dem unverpackten Gegenstand durchgeführt. Die Mindestgröße einer Einheit für die Prüfung 4 (a) ist die kleinste verpackte Einheit oder ein einzelner, unverpackt zu befördernder Gegenstand. Das Prüfverfahren 4 (b) (i) wird bei homogenen flüssigen Stoffen angewendet. Das Prüfverfahren 4 (b) (ii) ist auf unverpackte und verpackte Gegenstände und auf verpackte Stoffe, ausgenommen homogene flüssige Stoffe, anzuwenden.

14.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 4 Prüfmart (a)

14.4.1 Prüfung 4 (a:) Thermische Stabilitätsprüfung für unverpackte und verpackte Gegenstände

14.4.1.1 Einleitung

Dieses Prüfverfahren wird angewendet zur Beurteilung der thermischen Stabilität von Gegenständen und verpackten Gegenständen, wenn diese erhöhten Temperaturen ausgesetzt werden, und damit zur Feststellung, ob die geprüfte Einheit zu empfindlich für die Zuordnung zu einer Unterklasse ist. Die Mindestgröße der Einheit, die für diese Prüfung akzeptabel ist, ist die kleinste Verpackungseinheit oder, wenn unverpackt befördert, der unverpackte Gegenstand. Im Allgemeinen ist das Versandstück in der Form zu prüfen, wie es befördert wird. Ist dies nicht möglich (wenn es beispielsweise zu groß für den Ofen ist), ist ein ähnliches, kleineres Versandstück zu verwenden, das mit der größtmöglichen Anzahl von Gegenständen gefüllt ist.

14.4.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Für diese Prüfung wird ein Ofen benötigt, der mit Ventilator sowie Temperaturregelung und -kontrolle versehen ist, um die Temperatur bei $75\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ zu halten. Es ist wünschenswert, dass der Ofen über zwei Temperaturregler oder einen ähnlichen Schutz gegen Temperaturüberschreitungen bei Fehlfunktion eines Reglers verfügt. Die zu prüfende Einheit sollte mit einem Thermoelement ausgestattet sein, das an ein Temperaturlaufzeichnungsgertät zur Messung eines exothermen Temperaturanstiegs angeschlossen ist.

14.4.1.3 Prüfverfahren

Abhängig von der geprüften Einheit wird das Thermoelement entweder auf der Außenseite des unverpackten Gegenstandes oder auf der Außenseite eines Gegenstandes, der sich nahe der Mitte des Versandstücks befindet, platziert. Das Thermoelement wird mit einem Temperaturlaufzeichnungsgertät verbunden. Die zu prüfende Einheit wird zusammen mit dem Thermoelement in den Ofen gestellt, auf 75 °C aufgeheizt und 48 Stunden bei dieser Temperatur belassen. Der Ofen wird dann abgekühlt und die Einheit dem Ofen entnommen, abgekühlt und überprüfht. Die Temperaturen werden registriert und Anzeichen einer Reaktion, einer Beschädigung oder Absonderung vermerkt.

14.4.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der Gegenstand oder verpackte Gegenstand (Gegenstände) als zu empfindlich für die Zuordnung zu einer Unterklasse angesehen, wenn:

- (a) er explodiert;
- (b) er sich entzündet;
- (c) er einen Temperaturanstieg von mehr als 3 °C aufweist;
- (d) die Außenseite des Gegenstandes oder die Außenseite des Versandstücks beschädigt ist; oder
- (e) eine gefährliche Absonderung eintritt, d. h. Explosivstoff außerhalb des Gegenstandes (der Gegenstände) sichtbar ist.

Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn keine äußeren Wirkungen und keine Temperaturerhöhung von mehr als 3 °C auftreten.

14.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Geprüfter Gegenstand | Ergebnis |
|---------------------------------------|-----------------|
| zylindrische Fontänen | - |
| elektrischer Anzünder mit Verzögerung | - |
| Handsignal | - |
| Eisenbahnsignal | - |
| Römisches Licht | - |
| Sicherheitsanzünder | - |
| Signalfackel | - |
| Munition für Handfeuerwaffen | - |
| Nebelkerze | - |
| Nebelgranate | - |
| Rauchtopf | - |
| Rauchsignal | - |

14.5 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie 4 Prüfmart (b)

14.5.1 Prüfung 4 (b) (i): Stahlrohr-Fallprüfung für flüssige Stoffe

14.5.1.1 *Einleitung*

Mit dieser Prüfung wird das explosive Verhalten eines homogenen, energiereichen, flüssigen Stoffes, der sich in einem geschlossenen Stahlrohr befindet, ermittelt, wenn das Rohr aus unterschiedlichen Höhen auf einen Stahlamboss fällt.

14.5.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Das Stahlrohr (Typ A 37) hat einen Innendurchmesser von 33 mm, einen Außendurchmesser von 42 mm und eine Länge von 500 mm (siehe Abbildung 14.5.1.1). Es wird mit dem zu prüfenden flüssigen Stoff gefüllt und am oberen Ende mit einer mit einem Polytetrafluorethylen-Dichtband versehenen Schraubkappe aus Gusseisen verschlossen. Die Kappe besitzt in der Mitte zur Befüllung eine 8-mm-Bohrung, die mit einem Kunststoffstopfen verschlossen wird.

14.5.1.3 *Prüfverfahren*

Die Temperatur und die Dichte des flüssigen Stoffes werden notiert. Der flüssige Stoff wird eine Stunde oder weniger vor Ausführung des Versuches zehn Sekunden lang geschüttelt. Die Fallhöhe wird in Stufen von 0,25 m bis zu einer maximalen Fallhöhe von 5 m variiert. Ziel des Prüfverfahrens ist es, die Maximalhöhe herauszufinden, aus der das Rohr herabfallen kann, ohne dass der flüssige Stoff detoniert. Das Rohr fällt in vertikaler Richtung. Es wird aufgezeichnet, ob und bei welcher Höhe eine der folgenden Reaktionen auftritt:

- (a) Detonation mit Splitterbildung;
- (b) eine Reaktion, die ein Bersten des Rohres bewirkt; oder
- (c) keine Reaktion mit geringer Beschädigung des Rohres.

14.5.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Wenn bei 5 m oder weniger eine Detonation auftritt, wird das Prüfergebnis „+“ bewertet und der flüssige Stoff als zu empfindlich für die Zuordnung zu einer Unterklasse angesehen.

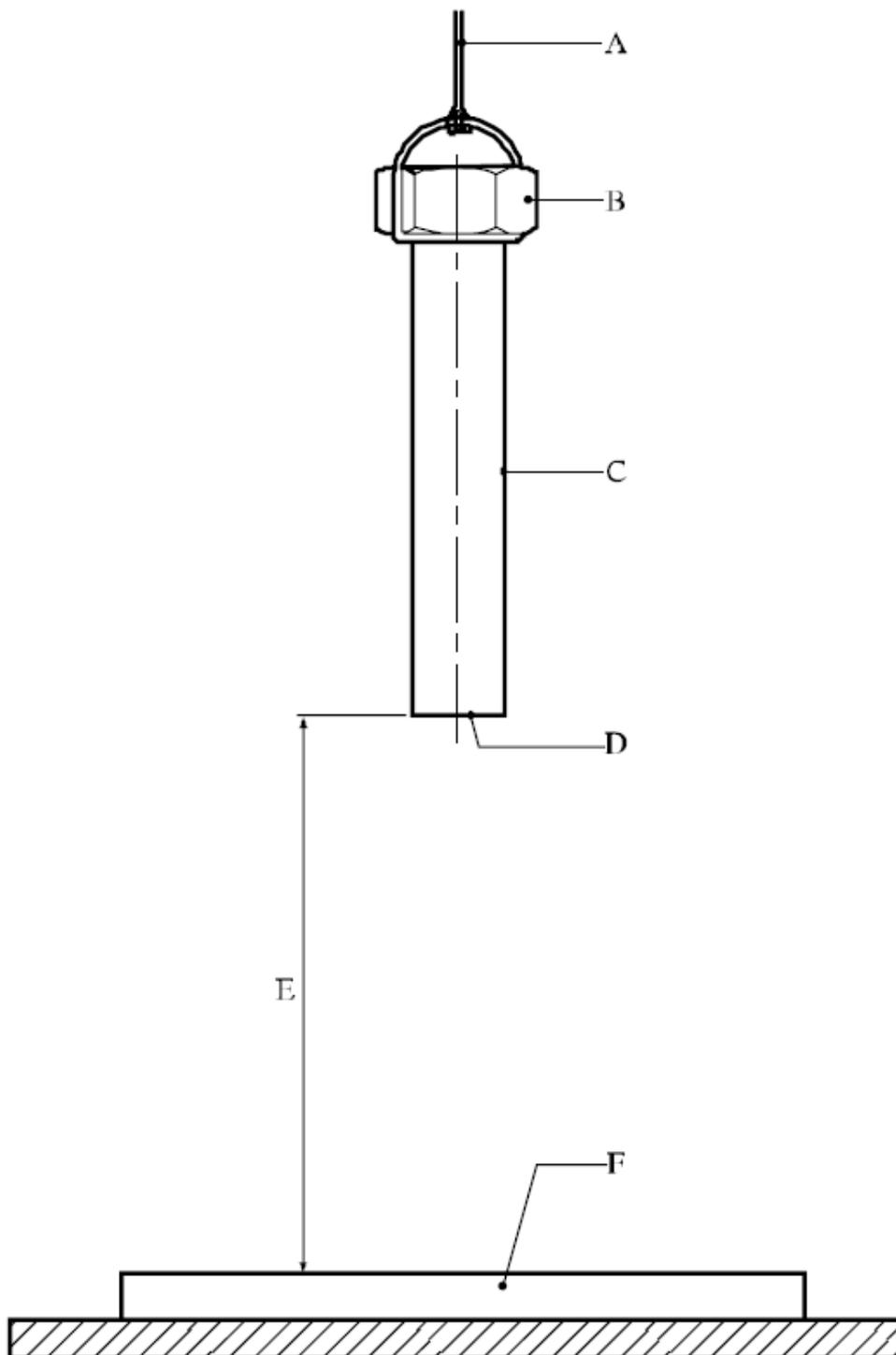
Wird bei 5 m eine lokale Reaktion, aber keine Detonation beobachtet, ist das Ergebnis „-“, aber metallene Verpackungen sind nicht zu verwenden, es sei denn, dass gegenüber der zuständigen Behörde ein zufriedenstellender Nachweis über ihre Eignung für die Beförderung erbracht werden kann.

Wenn bei einer Fallhöhe von 5 m keine Reaktion auftritt, ist das Prüfergebnis „-“ und der flüssige Stoff kann in jeder für flüssige Stoffe geeigneten Verpackung befördert werden.

14.5.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| flüssiger Stoff | Temperatur (°C) | Fallhöhe für Detonation (m) | Ergebnis |
|--|----------------------------|--|-----------------|
| Nitroglycerin | 15 | < 0,25 | + |
| Nitroglycerin/Triacetin/2-NDPA (78/21/1) | 14 | 1,00 | + |
| Nitromethan | 15 | > 5,00 | - |
| Triethylenglykoldinitrat (TEGDN) | 13 | > 5,00 | - |

Abbildung 14.5.1.1: STAHLROHR-FALLPRÜFUNG FÜR FLÜSSIGE STOFFE



-
- | | | | |
|-----|---------------------------------------|-----|---|
| (A) | Auslösung durch Schmelzen des Drahtes | (B) | Schraubkappe aus Gusseisen |
| (C) | Nahtloses Stahlrohr | (D) | Angeschweißter Stahlboden (Dicke: 4 mm) |
| (E) | Fallhöhe von 0,25 m bis 5 m | (F) | Stahlamboss (1 m x 0,50 m; Dicke: 0,15 m) |
-

14.5.2 Prüfung 4 (b) (ii): 12-Meter-Fallprüfung für unverpackte und verpackte Gegenstände sowie verpackte Stoffe

14.5.2.1 Einleitung

Durch diese Prüfung wird ermittelt, ob eine Prüfeinheit (Gegenstand, verpackter Gegenstand (Gegenstände) oder verpackter Stoff (ausgenommen homogene, flüssige Stoffe)) den Aufprall nach einem freien Fall überstehen kann, ohne dass dabei erhebliche Brand- oder Explosionsgefahren auftreten. Sie dient nicht der Feststellung, ob die Verpackung den Aufprall übersteht.

14.5.2.2 Prüfgeräte und Materialien

14.5.2.2.1 Aufprallfläche

Die Aufprallfläche ist eine feste Platte mit ausreichend glatter Oberfläche. Ein Beispiel für eine solche Fläche ist eine Stahlplatte mit einer Mindestdicke von 75 mm, einer Brinellhärte von mindestens 200, festliegend auf einem Betonfundament von mindestens 600 mm Dicke. Die Länge und Breite der Aufprallfläche sollten nicht geringer sein als das 1,5-fache der Abmessungen der zu prüfenden Einheit.

14.5.2.2.2 Andere Geräte

Für den Nachweis der Aufprallart (Position der Prüfeinheit beim Aufprall) und des Prüfergebnisses sind fotografische oder andere Bildaufzeichnungsgeräte zu verwenden. Dort, wo die Aufprallart als wesentlicher Faktor angesehen wird, kann die Prüfstelle Vorrichtungen zur Führung der Prüfeinheit verwenden, um die gewünschte Aufprallart zu gewährleisten. Solche Vorrichtungen sollten weder die Fallgeschwindigkeit noch den Rückprall nach dem Aufschlag wesentlich beeinträchtigen.

14.5.2.2.3 Materialien

In besonderen Fällen können einige der explosiven Gegenstände in einem Packstück mit zu prüfenden explosiven Gegenständen durch inerte Gegenstände ersetzt werden. Diese inerten Gegenstände müssen die gleiche Masse und das gleiche Volumen aufweisen wie die explosiven Gegenstände, die sie ersetzen. Die explosiven Gegenstände sind in einer Position zu platzieren, in der die Auslösung durch den Aufprall am wahrscheinlichsten ist. Wenn ein verpackter Stoff geprüft wird, darf kein Stoff durch Inertmaterial ersetzt werden.

14.5.2.3 Prüfverfahren

Die Prüfeinheit wird aus einer Höhe von 12 m - gemessen vom niedrigsten Punkt der Prüfeinheit bis zur Aufprallfläche - abgeworfen. **Eine von der Prüfstelle vorgeschriebene, sichere Wartezeit nach dem Aufprall ist auch dann einzuhalten, wenn keine wahrnehmbare Zündung oder Entzündung beim Aufprall beobachtet wird.** Die Prüfeinheit ist dann auf Anzeichen einer Zündung oder Entzündung zu untersuchen. Drei Fallprüfungen werden mit dem verpackten Stoff oder Gegenstand gemacht, es sei denn, es tritt vorher ein entscheidendes Ereignis (z. B. Brand oder Explosion) ein. Jede Prüfeinheit wird nur einmal fallen gelassen. Die erfassten Versuchsdaten müssen die Beschreibung der Verpackung und die gemachten Beobachtungen enthalten. Die dokumentierten Ergebnisse müssen Fotografien, aufgezeichnete Bild- und Tonnachweise für eine Entzündung, Angaben zur Zeit des Eintritts einer Reaktion und Angaben zur Heftigkeit mit Begriffen wie Massendetonation oder Deflagration umfassen. Die Aufprallart der Prüfeinheit ist zu notieren. Wird ein

Aufreißen der Verpackung beobachtet, kann dies ebenfalls notiert werden, es hat aber keine Auswirkung auf die Entscheidung.

14.5.2.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der verpackte Stoff oder Gegenstand (Gegenstände) als zu empfindlich für die Zuordnung zu einer Unterklasse angesehen, wenn durch den Aufprall ein Brand oder eine Explosion verursacht wird. Das Aufreißen der Verpackung oder des Gehäuses des Gegenstands allein wird nicht „+“ bewertet. Das Ergebnis wird „-“ bewertet, wenn bei keinem der drei Versuche ein Brand oder eine Explosion auftritt.

14.5.2.5 Ergebnisbeispiele

| Stoffe oder Gegenstände | Anzahl der Fallversuche | Beobachtungen | Ergebnis |
|--|--------------------------------|----------------------|-----------------|
| Kabelschneidladungspatrone; 2 Patronen in einer Metallkiste | 3 | Keine Reaktion | - |
| gegossene Zündladungen (27,2 kg) | 3 | Keine Reaktion | - |
| CBI-Festtreibstoff, 7,11 mm Durchmesser (36,3 kg) | 3 | Keine Reaktion | - |
| Bestandteil (eines Projektils), das einen Detonator, eine Verstärkungsladung und eine Zündeinrichtung besitzt | 1 | Entzündung | + |
| Ammonium-Gelatine-Dynamit (22,7 kg) | 3 | Keine Reaktion | - |
| Ammondynamit 40 % (22,7 kg) | 3 | Keine Reaktion | - |
| Gelatinedynamit 60 % (22,7 kg) | 3 | Keine Reaktion | - |
| Gelatinedynamit 50 % (22,7 kg) | 3 | Keine Reaktion | - |
| Gasgenerator mit Treibladungs-Pulver 61,7 kg netto in einem Aluminiumbehälter | 3 | Keine Reaktion | - |
| Sprengladungen, 20 einzeln verpackte Ladungen in einer Holzkiste | 3 | Keine Reaktion | - |

ABSCHNITT 15

PRÜFSERIE 5

15.1 Einleitung

15.1.1 Die Ergebnisse von drei Prüfarten der Prüfserie 5 werden zur Beantwortung der Frage „Handelt es sich um einen sehr unempfindlichen explosiven Stoff mit Massenexplosionsgefahr?“ (Kästchen 28 der Abbildung 10.3) angewendet. Die Prüfarten sind:

- Prüfart 5 (a): eine Stoßprüfung, um die Empfindlichkeit gegenüber intensiver mechanischer Beanspruchung zu bestimmen;
- Prüfart 5 (b): thermische Prüfungen, durch die die Tendenz zum Übergang einer Deflagration in eine Detonation festgestellt wird;
- Prüfart 5 (c): eine Prüfung, um festzustellen, ob ein in großen Mengen vorliegender Stoff bei Einwirkung eines starken Feuers explodiert.

15.1.2 Die Frage in Kästchen 21 wird mit „Nein“ beantwortet, wenn in einer der drei Prüfarten das Ergebnis ein „+“ ist, d. h. jeder für die Unterklasse 1.5 in Frage kommende Stoff muss eine Prüfung jeder Prüfart bestehen.

15.2 Prüfverfahren

Die zurzeit angewendeten Prüfverfahren sind in Tabelle 15.1 aufgeführt.

Tabelle 15.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE 5

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|-------------|--|-----------|
| 5 (a) | Kapsel-Empfindlichkeitsprüfung ^a | 15.4.1 |
| 5 (b) (i) | DDT-Prüfung (Frankreich) | 15.5.1 |
| 5 (b) (ii) | DDT-Prüfung (USA) ^a | 15.5.2 |
| 5 (b) (iii) | Deflagration-Detonation-Übergangsprüfung | 15.5.3 |
| 5 (c) | Außenbrandprüfung für Unterklasse 1.5 ^a | 15.6.1 |

^a Empfohlene Prüfung.

Von jeder Prüfart ist eine Prüfung durchzuführen.

15.3 Prüfbedingungen

15.3.1 Da die Dichte des Stoffes einen entscheidenden Einfluss auf die Ergebnisse der Prüfungen der Prüfarten 5 (a) und 5 (b) hat, ist die Dichte festzustellen. Die Probenmasse und -dichte sind stets aufzuschreiben.

15.3.2 Die Prüfungen sind bei Umgebungstemperatur durchzuführen, es sei denn, der Stoff wird voraussichtlich Bedingungen ausgesetzt, unter denen er seinen physikalischen Zustand oder seine Dichte verändern kann.

15.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 5 Prüfmart (a)

15.4.1 Prüfung 5 (a): Kapsel-Empfindlichkeitsprüfung

15.4.1.1 Einleitung

Diese Stoßprüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Stoffes gegenüber intensiver mechanischer Beanspruchung zu bestimmen.

15.4.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Versuchsaufbau der Kapsel-Empfindlichkeitsprüfung ist in den Abbildungen 15.4.1.1 und 15.4.1.2 dargestellt und besteht aus einem Papprohr mit einem Minimaldurchmesser von 80 mm, einer Minimallänge von 160 mm und einer Maximalwanddicke von 1,5 mm und ist am unteren Ende mit einer Membrane verschlossen, gerade ausreichend, um die Probe im Papprohr zu halten. Die intensive mechanische Beanspruchung wird durch einen Standarddetonator (siehe Anhang 1) erzeugt, der mit seiner ganzen Länge zentral in das obere Ende des im Rohr befindlichen explosiven Stoffes eingeführt wird. Unterhalb des Rohres befindet sich eine 1,0 mm dicke und 160 mm x 160 mm große Nachweisplatte aus Stahl, die auf einem Stahlring von 50 mm Höhe, 100 mm Innendurchmesser und 3,5 mm Wanddicke liegt (siehe Abbildung 15.4.1.1). Alternativ kann ein Zylinder aus Weichblei (siehe Abbildung 15.4.1.2) mit einem Durchmesser von 51 mm und einer Länge von 102 mm verwendet werden. Die Apparatur wird auf eine quadratische Stahlplatte von 25 mm Dicke und 152 mm Kantenlänge gestellt.

15.4.1.3 Prüfverfahren

Der zu prüfende Stoff wird in drei gleichen Teilmengen in das Rohr eingefüllt. Rieselfähige, körnige Stoffe werden nach dem Einfüllen jeder Teilmenge durch Fallenlassen des Rohres aus einer Höhe von 50 mm verdichtet. Gelartige Stoffe werden sorgfältig von Hand eingefüllt, um die Bildung von Hohlräumen zu vermeiden. Bei besonders hochdichten, patronierten explosiven Stoffen mit einem Durchmesser von mehr als 80 mm wird die Originalpatrone verwendet. Wenn die Originalpatrone für die Prüfung unangemessen lang ist, kann ein Teil der Patrone, welcher nicht kürzer als 160 mm ist, abgeschnitten und geprüft werden. In diesen Fällen wird der Detonator nicht in das Ende der Patrone eingeführt, dass durch das Abschneiden verkürzt wurde. Explosive Stoffe, deren Empfindlichkeit temperaturabhängig sein kann, sind vor der Prüfung mindestens 30 Stunden bei einer Temperatur von 28 °C bis 30 °C zu lagern. Explosive Stoffe, die geprilltes Ammoniumnitrat enthalten und die höheren Umgebungstemperaturen ausgesetzt sein können, sind vor der Prüfung folgendem Temperaturzyklus zu unterwerfen: 25 °C → 40 °C → 25 °C → 40 °C → 25 °C. Das Rohr wird auf die Nachweis-Stahlplatte gestellt und der Standarddetonator wird koaxial in das obere Ende des explosiven Stoffes eingeführt. Der Detonator wird dann aus sicherer Deckung gezündet und die Nachweis-Stahlplatte wird untersucht. Die Prüfung wird dreimal ausgeführt, es sei denn, dass vorher eine Detonation auftritt.

15.4.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Das Ergebnis wird mit „+“ bewertet und der Stoff ist nicht der Unterklasse 1.5 zuzuordnen, wenn in einem Versuch

- (a) die Nachweis-Stahlplatte gerissen oder anderweitig durchschlagen ist (d. h. Licht fällt durch die Beschädigung der Platte) – Beulen oder Verbiegungen der Platte zeigen keine Kapselempfindlichkeit an; oder
- (b) die Mitte des Bleizylinders von seiner ursprünglichen Länge um 3,2 mm oder mehr gestaucht wurde.

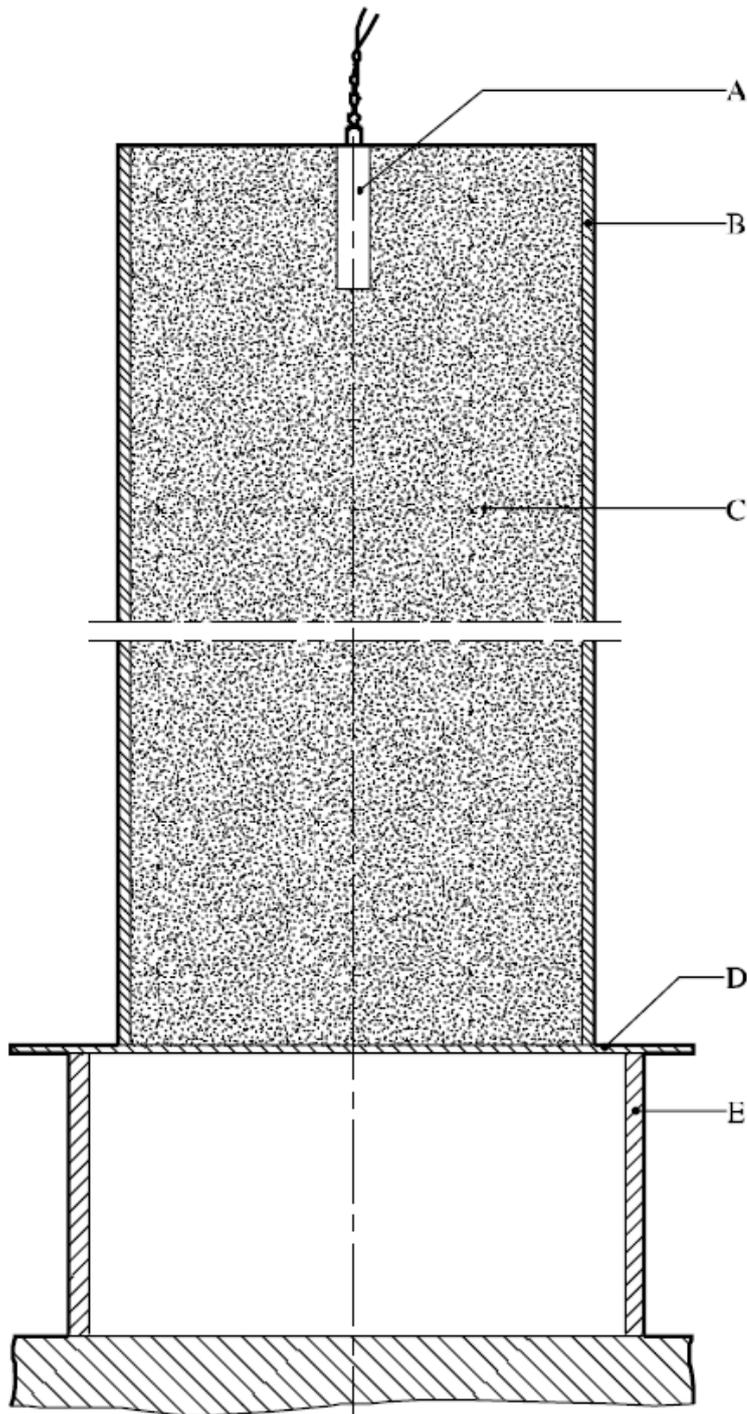
Andernfalls wird das Ergebnis mit „-“ bewertet.

15.4.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Dichte (kg/m³) | Bemerkungen | Ergebnis |
|--|----------------------------------|--------------------|-----------------|
| Ammoniumnitratprills und Heizöl | 840 – 900 | Original | - |
| Ammoniumnitratprills und Heizöl | 750 – 760 | 2 Temperaturzyklen | + |
| Ammoniumnitrat + TNT + verbrennliches Material | 1030 – 1070 | Original | + |
| Ammoniumnitratprills + DNT (oberflächlich aufgebracht) | 820 – 830 | Original | - |
| Ammoniumnitratprills + DNT (oberflächlich aufgebracht) | 800 – 830 | 30 h bei 40 °C | + |
| Ammoniumnitrat + DNT + verbrennliches Material | 970 – 1030 | Original | - |
| Ammoniumnitrat + DNT + verbrennliches Material | 780 – 960 | Original | + |
| Ammoniumnitrat + verbrennliches Material | 840 – 950 | Original | - |
| Ammoniumnitrat + verbrennliches Material | 620 – 840 | Original | + |
| Ammoniumnitrat + Alkalinitrat + Erdalkalinitrat + Aluminium + Wasser + verbrennliches Material | 1300 – 1450 | Original | - |
| Ammoniumnitrat + Alkalinitrat + Erdalkalinitrat + Aluminium + Wasser + verbrennliches Material | 1130 – 1220 | Original | + |
| Ammoniumnitrat + Alkalinitrat + Nitrat + TNT + Aluminium + Wasser + verbrennliches Material | 1500 | Original | - |
| Ammoniumnitrat + Alkalinitrat + Nitrat + TNT + Aluminium + Wasser + verbrennliches Material | 1130 – 1220 | Original | + |
| Ammoniumnitrat/Methanol (90/10), geprillt | | | - |

| Stoff | Dichte (kg/m³) | Bemerkungen | Ergebnis |
|--|----------------------------------|--------------------|-----------------|
| Ammoniumnitrat/Nitromethan, (87/13) | | | + |
| ANFO (94/6), Prills | | | - |
| ANFO (94/6), 200 µm | | | + |
| TNT, gekörnt | | | + |

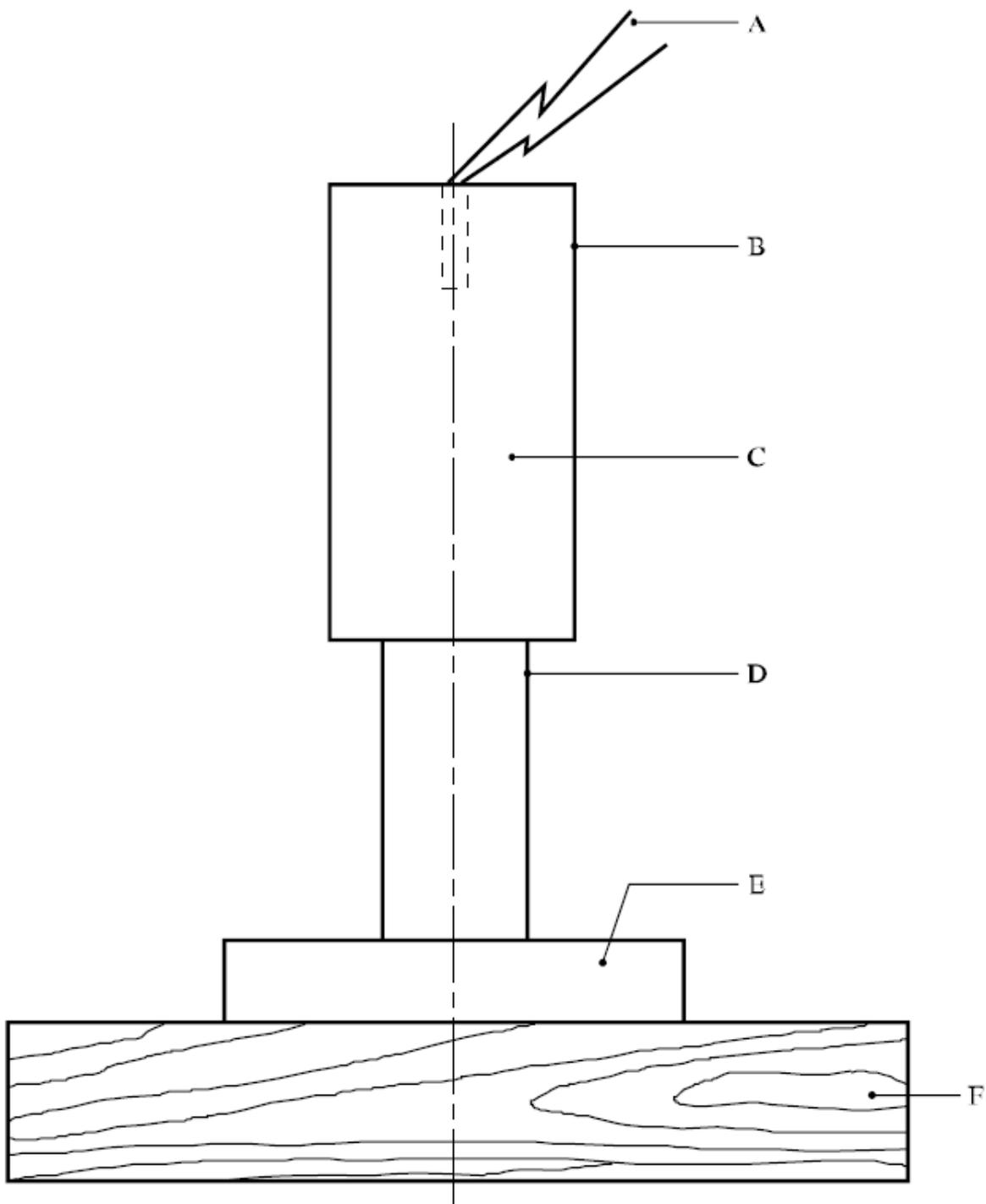
**Abbildung 15.4.1.1: KAPSEL-EMPFINDLICHKEITPRÜFUNG
(unter Verwendung einer Nachweis-Stahlplatte)**



(A) Sprengkapsel
(C) Prüfsubstanz
(E) Stahlring

(B) Papprohr
(D) Nachweisplatte aus normalem Baustahl

**Abbildung 15.4.1.2: KAPSELEMPFINDLICHKEITSPRÜFUNG
(unter Verwendung eines Nachweis-Bleizylinders)**



(A) Elektrische Sprengkapsel
(C) Explosive Probe
(E) Stahlplatte

(B) Papprohr
(D) Bleizylinder
(F) Holzblock

15.5 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie 5 Prüfmart (b)

15.5.1 Prüfung 5 (b) (i): Französische DDT-Prüfung

15.5.1.1 Einleitung

Dieses Prüfverfahren wird angewendet, um festzustellen, ob bei einem Stoff die Tendenz besteht, dass eine Deflagration in eine Detonation übergeht.

15.5.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Das Prüfgerät besteht aus einem nahtlosen Stahlrohr (Typ A37) von 40,2 mm Innendurchmesser, 4,05 mm Wanddicke und einer Länge von 1200 mm. Die statische Druckfestigkeit des Rohres beträgt 74,5 MPa. Wie in Abbildung 15.5.1.1 gezeigt, ist das Rohr durch zwei Schraubkappen verschlossen. Zur Messung der Stoßwellengeschwindigkeit ist eine Sonde eingebracht. Das Rohr wird horizontal auf eine 30 mm dicke Nachweisplatte aus Blei gelegt. Die Probe wird durch einen Glühdraht aus Ni/Cr (80/20), mit einem Durchmesser von 0,4 mm und einer Länge von 30 mm, der sich an einem Ende des Rohres befindet, angezündet.

15.5.1.3 Prüfverfahren

Der zu prüfende Stoff wird in das Rohr eingefüllt und durch Andrücken von Hand verdichtet. Die Temperatur, die Dichte und der Wassergehalt des Stoffes sind aufzuschreiben. Strom von bis zu 8 A wird für maximal drei Minuten verwendet, um den Glühdraht zu erwärmen und den Stoff anzuzünden. Die Prüfung wird dreimal durchgeführt, es sei denn, der Übergang von einer Deflagration in eine Detonation tritt ein, wie der Eindruck auf der Bleinachweisplatte oder die Messung der Detonationsgeschwindigkeit zeigt.

15.5.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff ist nicht der Unterklasse 1.5 zuzuordnen, wenn in einem Versuch eine Detonation auftritt. Folgendes wird als Anzeichen einer Detonation gewertet:

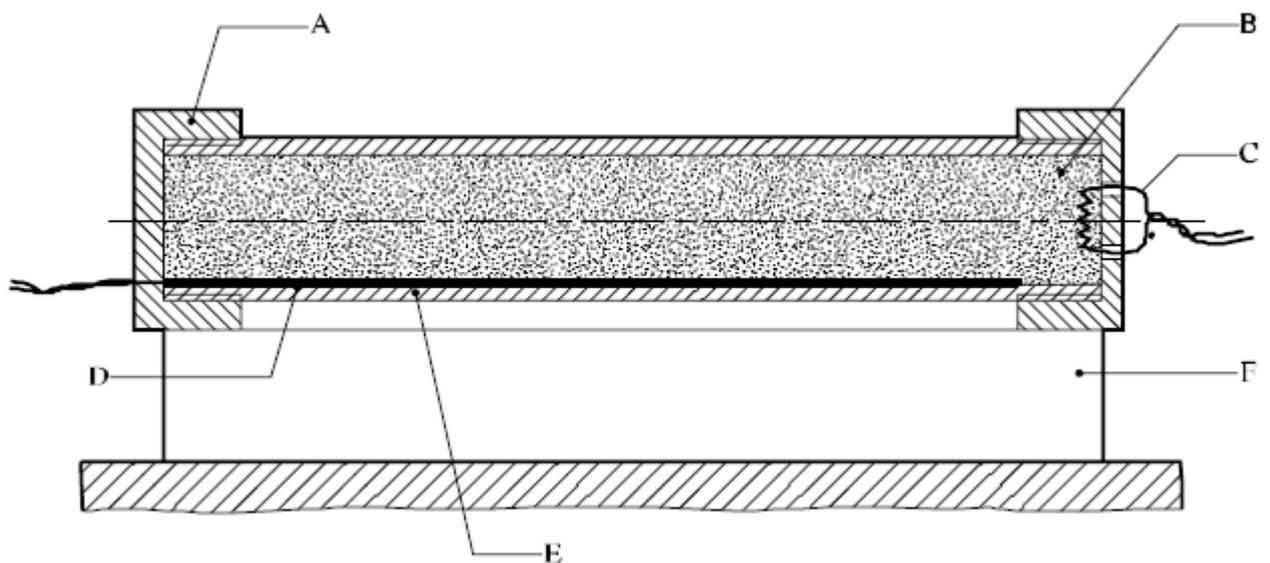
- (a) die Bleinachweisplatte wird in einer für eine Detonation charakteristischen Weise eingedrückt; und
- (b) die gemessene Ausbreitungsgeschwindigkeit ist größer als die Schallgeschwindigkeit in dem explosiven Stoff und konstant in dem Teil des Rohres, der am weitesten von dem Anzünder entfernt ist.

Die Länge der Anlaufstrecke der Detonation und die Detonationsgeschwindigkeit sind zu vermerken. Das Prüfergebnis wird „-“ bewertet, wenn die Nachweisplatte nicht eingedrückt wird und die Ausbreitungsgeschwindigkeit, sofern sie gemessen wird, kleiner als die Schallgeschwindigkeit im Stoff ist.

15.5.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Dichte (kg/m³) | Ergebnis |
|---|----------------------------------|-----------------|
| Aluminiumhaltiges Gel (62,5 % oxidierende Salze, 15 % Aluminium, 15 % anderes Verbrennliches) | 1360 | - |
| ANFO (Korngröße 0,85 mm, Ölretention 15 %) | 860 | - |
| Gelatinedynamit (NG/EGDN 40 %, AN 48 %, Aluminium 8 %, NC) | 1450 | + |
| Gurdynamit (NG 60 %, Gur 40 %) | 820 | + |
| Slurry-Sprengstoff, sensibilisiert | 1570 | - |

Abbildung 15.5.1.1: FRANZÖSISCHE DDT-PRÜFUNG



| | | | |
|-----|-----------------------------|-----|-------------------------|
| (A) | Schraubkappen aus Gusseisen | (B) | Zu prüfender Stoff |
| (C) | Anzündung durch Glühdraht | (D) | Geschwindigkeitssonde |
| (E) | Nahtlos gezogenes Stahlrohr | (F) | Nachweisplatte aus Blei |

15.5.2 Prüfung 5 (b) (ii): USA DDT-Prüfung

15.5.2.1 Einleitung

Dieses Prüfverfahren wird angewendet, um festzustellen, ob bei einem Stoff die Tendenz besteht, dass eine Deflagration in eine Detonation übergeht.

15.5.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 15.5.2.1 wiedergegeben. Der zu prüfende Stoff ist in einem 457 mm langen „3-Zoll-Schedule-80“-Stahlrohr aus Kohlenstoffstahl (A 53 Grade B) mit einem Innendurchmesser von 74 mm und einer Wanddicke von 7,6 mm. Das Rohr ist an einem Ende mit einer „3000-pound“-Rohrkappe aus Schmiedestahl, am anderen Ende durch eine angeschweißte 13 cm x 13 cm große und 8 mm dicke Nachweisplatte aus Stahl verschlossen. Ein Anzünder, bestehend aus 0,5 g Schwarzpulver (100 % gehen durch ein Sieb Nr. 20, 0,84 mm, und 100 % verbleiben auf einem Sieb Nr. 50, 0,297 mm) befindet sich im Mittelpunkt des Probenbehälters. Die Anzündeinrichtung besteht aus einem zylindrischen Behälter mit einem Durchmesser von 21 mm, der aus 0,54 mm dickem Celluloseacetat gefertigt ist und durch zwei Schichten eines durch Nylongewebe verstärkten Celluloseacetat-Bandes zusammengehalten wird. Die Länge der Anzündkapsel beträgt für den 5-g-Anzünder ungefähr 1,6 cm. Die Anzündkapsel enthält eine kleine Drahtschleife, die aus einem 25 mm langen Stück Widerstandsdraht aus einer Nickel/Chrom-Legierung besteht. Der Draht hat einen Durchmesser von 0,30 mm und einen Widerstand von 0,343 Ohm. Die Schleife ist mit zwei isolierten Kupferzuleitungsdrähten verbunden. Diese Zuleitungsdrähte sind durch kleine, mit Epoxydharz abgedichtete Löcher in der Rohrwandung geführt.

15.5.2.3 Prüfverfahren

Nachdem die Probe bei Umgebungstemperatur bis zu einer Höhe von 23 cm in das Rohr eingefüllt wurde, wird der Anzünder (mit seinen durch die kleinen Löcher in der Rohrwandung zu führenden Zuleitungsdrähten) in die Mitte des Rohres eingesetzt. Die Zuleitungsdrähte werden straffgezogen und mit Epoxidharz versiegelt. Der Rest der Probe wird dann eingefüllt und die obere Verschlusskappe aufgeschraubt. Gelatinöse Proben werden so weit wie möglich mit ihrer Beförderungsdichte eingefüllt. Körnige Stoffe werden mit einer Dichte eingefüllt, die durch mehrmaliges Aufstoßen des Rohres auf einer harten Unterlage erzielt wird. Das Rohr wird in eine vertikale Position gebracht und der Anzünder wird durch einen Strom von 15 A ausgelöst, der aus einem 20-V-Transformator entnommen wird. Es sind drei Versuche durchzuführen, es sei denn, der Übergang von einer Deflagration in eine Detonation erfolgt früher.

15.5.2.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

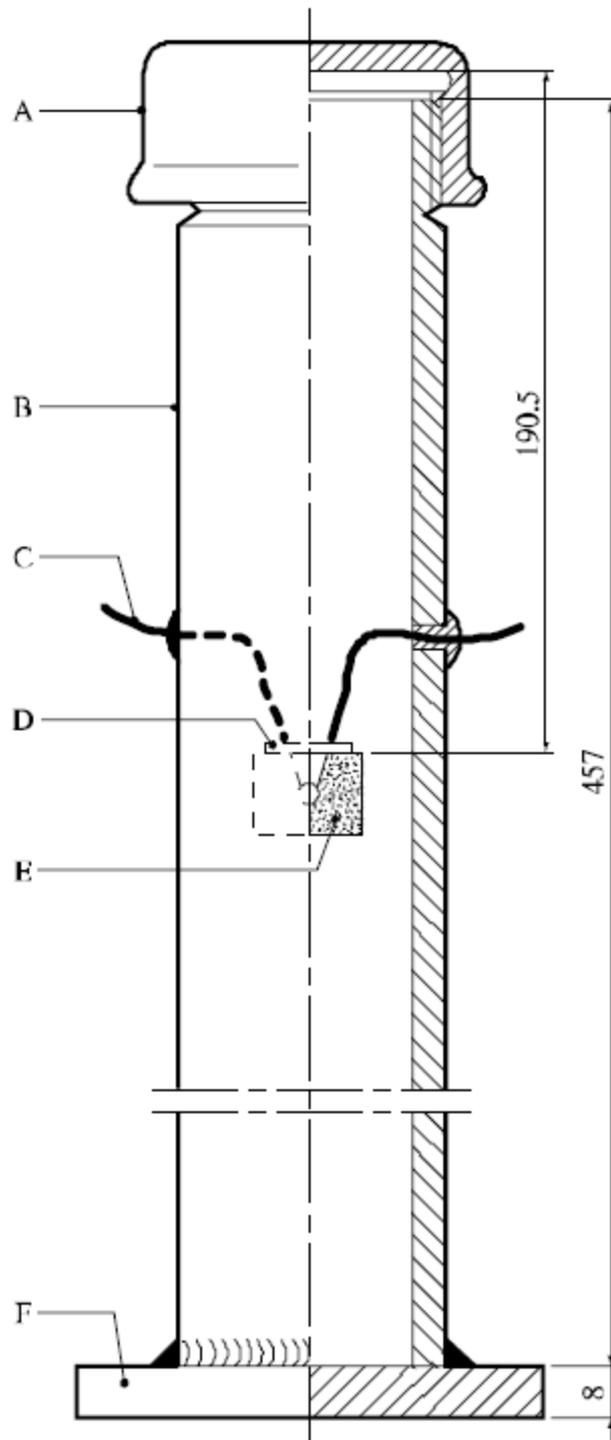
Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff ist nicht der Unterklasse 1.5 zuzuordnen, wenn ein Loch in die Nachweisplatte gesprengt ist. Ist kein Loch in die Nachweisplatte gesprengt, wird das Ergebnis „-“ bewertet.

15.5.2.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Füllichte (kg/m³) | Ergebnis |
|--|---|-----------------|
| Ammoniumnitrat/Brennstoff (94/6) | 795 | - |
| Ammoniumperchlorat (200 µm) ^a | 1145 | - |
| ANFO Brennstoff (mit zusätzlichem Brennstoff geringer Dichte) | 793 | + |
| Sprengstoffemulsion (mit Mikroballons sensibilisiert) | 1166 | - |
| Sprengstoffemulsion (sensibilisiert mit NC) | 1269 | - |
| Sprengstoffemulsion (sensibilisiert mit Öl) | 1339 | - |
| NG - Dynamit ^a | 900 | + |
| PETN (mit 25 % Wasser angefeuchtet) ^a | 1033 | + |

^a *Verwendet für Kalibrierzwecke - nicht zur Klassifizierung in Unterklasse 1.5*

Abbildung 15.5.2.1: USA DDT-PRÜFUNG



-
- | | | | |
|-----|--------------------------------|-----|----------------|
| (A) | Kappe aus Schmiedeeisen | (B) | Stahlrohr |
| (C) | Zuleitungsdrähte des Anzünders | (D) | Dichtung |
| (E) | Anzündeinrichtung | (F) | Nachweisplatte |
-

15.5.3 Prüfung 5 (b) (iii): Prüfung des Übergangs Deflagration in Detonation

15.5.3.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um festzustellen, ob bei einem Stoff die Tendenz besteht, von einer Deflagration in eine Detonation überzugehen.

15.5.3.2 Prüfgeräte und Materialien

In vergleichbaren Prüfungen der DDT-Anfälligkeit werden Rohre mit einem Innendurchmesser von 40 mm, einer Wanddicke von 10 mm und einer Länge von 1000 mm verwendet. Die Bruchfestigkeit des Rohres beträgt 130 MPa (siehe Abbildung 15.5.3.1). Ein Ende des Rohres ist mit einem Metallgewindestopfen verschlossen oder einer anderen Verschlussart wie Bolzen, Schraube oder Schweißen. Die Festigkeit des Rohrverschlusses sollte nicht geringer sein als die Bruchfestigkeit des Rohres. 100 mm von dem Verschluss entfernt wird ein Gewindegewinde für den Anzünder in die Rohrwandung geschnitten. Die Schwarzpulver-Anzündgehäuse sind aus unlegiertem Stahl gefertigt. Ein elektrischer Anzünder wird im Gehäuse montiert. Seine Leitfähigkeit wird durch ein Prüfgerät oder ein Ohmmeter geprüft und dann werden $3 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ Schwarzpulver (SGP Nr. 1) in das Gehäuse geladen und die Gehäuseöffnung wird mit einem Kunststoffband verschlossen.

15.5.3.3 Prüfverfahren

Der Prüfstoff wird bei normaler Schüttdichte in das Rohr gefüllt. Ein Ende der 10 m langen 12-g/m-Sprengschnur wird am offenen Ende des Rohres bis zu einer Tiefe von 100 mm in die Probe eingeführt und dann wird das Rohr mit einem Plastikband verschlossen. Das gefüllte Rohr wird horizontal auf eine Stahlplatte aufgesetzt. Das andere Ende der Sprengschnur ist an einer Aluminiumplatte mit einer Länge von 200 mm, einer Breite von 50 mm und Dicke von 2 mm – 3 mm (Abbildung 15.5.3.1) befestigt. Nachdem sichergestellt ist, dass die Gewinde sauber sind, wird der Anzünder in die Rohrwandung eingeschraubt und dann mit der Zündleitung verbunden. Dann wird die Zündung des Prüfstoffes ausgeführt. Nach dem Zünden wird das Rohr untersucht. Die Art des Bruchs wird aufgeschrieben (Ausbeulen des Rohrs, Brechen in große Splitter und Zerschneiden in kleine Splitter) und das Vorhandensein oder Fehlen von nicht zur Reaktion gebrachtem Material und das Auftreten oder Fehlen von Spuren der Sprengschnur auf der Nachweisplatte werden bestimmt. Es sind drei Versuche durchzuführen, es sei denn, der Übergang von einer Deflagration in eine Detonation tritt früher auf.

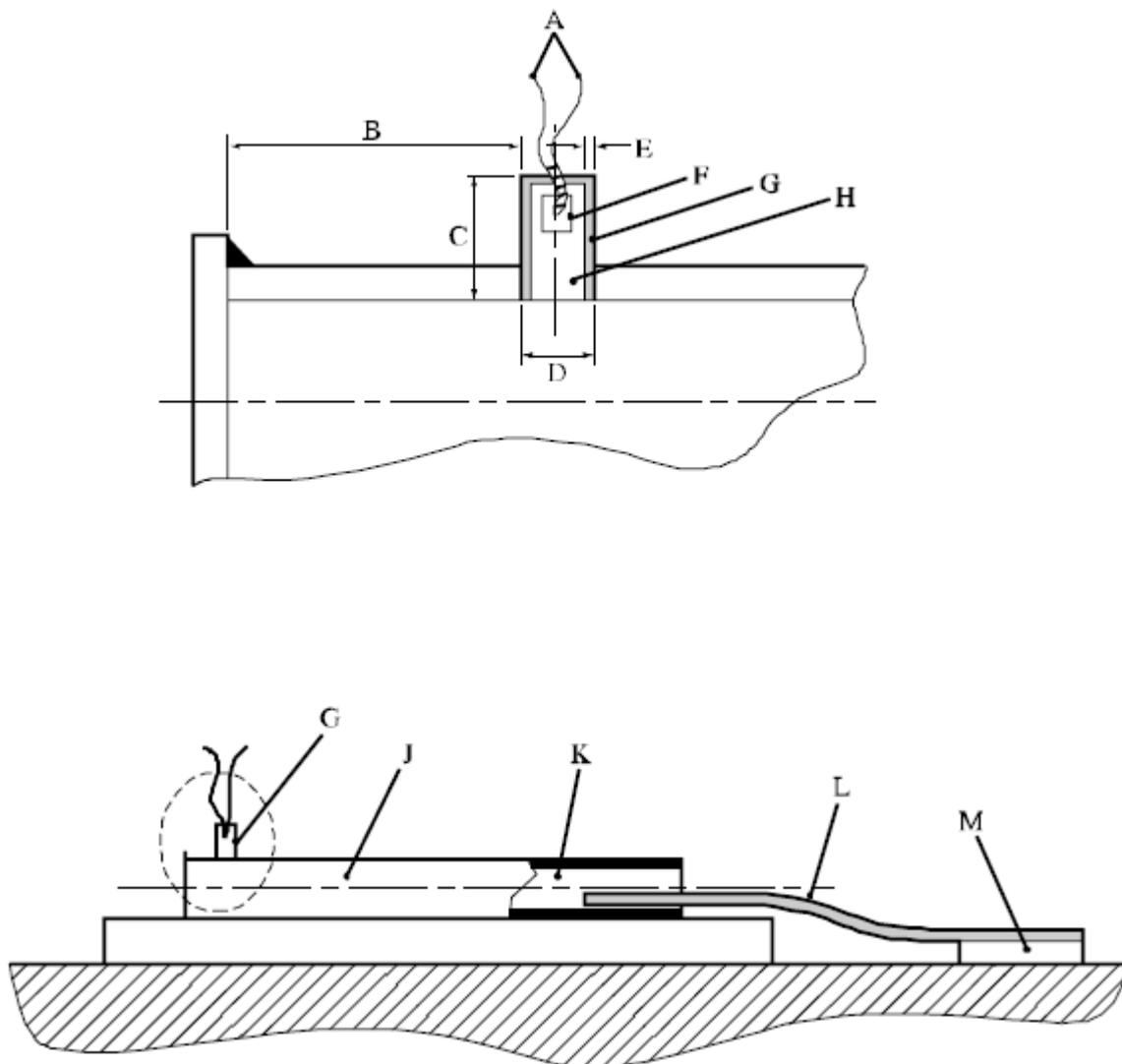
15.5.3.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Prüfergebnisse werden durch den Charakter des Rohrbruchs oder die Explosion der Sprengschnur bewertet. Das Ergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff ist nicht in die Unterklasse 1.5 einzuordnen, wenn eine Zerschneidung des Rohres eintritt. Das Ergebnis wird „-“ bewertet, wenn keine Zerschneidung eintritt.

15.5.3.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Dichte (kg/m³) | Ergebnis |
|--|--------------------------------------|-----------------|
| Ammonal (80,5 % Ammoniumnitrat, 15 % Trotyl, 4,5 % Aluminium) (Pulver) | 1000 | - |
| Ammonal Nr. 1, entpatroniert, (66 % Ammoniumnitrat, 24 % RDX, 5 % Aluminium) | 1100 | + |
| Ammonit 6Zhv (79 % Ammoniumnitrat, 21 % Trotyl) (Pulver) | 1000 | - |
| Granulit AS-4 (91,8 % Ammoniumnitrat, 4,2 % Mineralöl, 4 % Aluminium) | 1000 (1600) | - |
| Granulit ASR-8 (70 % Ammoniumnitrat, 4,20 % Natriumnitrat, 8 % Aluminium, 2 % Mineralöl) | 1000 (1600) | - |
| Ammoniumperchlorat | 1100 | - |
| Ammoniumperchlorat plus 1,5 % verbrennliche Zusätze | 1100 | + |

Abbildung 15.5.3.1: PRÜFUNG DES ÜBERGANGS DEFLAGRATION IN DETONATION



- | | | | |
|-----|--------------------------------------|-----|---|
| (A) | Zuleitungsdrähte des Anzünders | (B) | Entfernung des Anzünders vom Ende des Rohres (100 mm) |
| (C) | Länge des Anzünders (40 mm) | (D) | Außendurchmesser des Anzünders (16 mm) |
| (E) | Dicke des Anzündergehäuses (1 mm) | (F) | Elektrischer Anzünder |
| (G) | Anzünder | (H) | Schwarzpulver |
| (J) | Rohr aus nahtlosem Stahl mit Stopfen | (K) | Probe |
| (L) | Sprengschnur | (M) | Nachweisplatte aus Aluminium |

15.6 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 5 Prüfmart (c)

15.6.1 Prüfung 5 (c): Außenbrandprüfung für Unterklasse 1.5

15.6.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um festzustellen, ob ein versandmäßig verpackter, explosiver Stoff bei Einwirkung eines Brandes explodieren kann.

15.6.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Die folgenden Gegenstände werden benötigt:

- (a) Ein Packstück (oder mehrere Packstücke) mit explosivem Stoff in dem Zustand und in der Form, wie es zur Klassifizierung vorgesehen ist. Das Gesamtvolumen des zu prüfenden Packstücks (oder der zu prüfenden Packstücke) darf nicht kleiner sein als $0,15 \text{ m}^3$; es braucht jedoch 200 kg der Nettomasse des explosiven Stoffes nicht zu überschreiten;
- (b) Ein Metallrost, der die Produkte oberhalb des Brennstoffes trägt und eine angemessene Erwärmung zulässt. Kommt ein Holzlattefeuer zur Anwendung, sollte der Rost 1,0 m oberhalb des Bodens sein; bei einem Ölwannefeuer sollte der Rost 0,5 m oberhalb des Bodens sein;
- (c) Gurte oder Draht, falls erforderlich, um die Versandstücke auf dem Halterost zusammenzuhalten;
- (d) ausreichend Brennstoff, um ein Feuer wenigstens 30 Minuten brennen zu lassen oder solange brennen zu lassen bis der Stoff ganz sicher genügend Zeit hatte, um auf das Feuer zu reagieren;
- (e) geeignete Anzündmittel, um den Brennstoff an wenigstens zwei Seiten zu entzünden, z. B. bei einem Holzfeuer Kerosin, um das Holz zu durchtränken, und pyrotechnische Anzünder mit Holzwolle;
- (f) Film- oder Videokameras, bevorzugt solche mit Hochgeschwindigkeit und Normalgeschwindigkeit zur Aufzeichnung der Ereignisse in Farbe.

15.6.1.3 *Prüfverfahren*

15.6.1.3.1 Packstücke in erforderlicher Anzahl werden in dem Zustand und in der Form, wie sie zur Beförderung aufgegeben werden, so nahe wie möglich aneinander auf dem Metallrost angeordnet. Falls erforderlich, können die Packstücke mit einem Stahlband umreift werden, um sie während der Prüfung zusammenzuhalten. Der Brennstoff ist so unter den Rost zu legen, dass das Feuer die Packstücke einhüllt. Zur Vermeidung von Wärmeverlusten können Vorkehrungen gegen Seitenwinde erforderlich sein. Geeignete Methoden für die Erwärmung sind ein Holzfeuer unter Verwendung eines Stapels aus Holzlatte sowie ein Feuer mit flüssigem Brennstoff und ein Propangasbrenner.

15.6.1.3.2 Die empfohlene Methode ist ein Holzfeuer mit einem ausgeglichenen Luft/Brennstoffverhältnis, wodurch die Bildung von zu viel Rauch, der die Ereignisse verdecken würde, vermieden wird, und das mit ausreichender Intensität und Dauer brennt, um viele Arten verpackter explosiver Stoffe in 10 bis 30 Minuten zur Reaktion zu bringen. Eine geeignete Methode ist die Verwendung von luftgetrockneten Holzlatten (Querschnitt ungefähr 50 mm x 50 mm), die gitterförmig unter dem Rost (1 m vom Boden entfernt) und bis zur Basis der Rostplattform, die die Versandstücke trägt, aufgestapelt werden. Das Holz sollte sich über die Packstücke hinaus bis zu einer Entfernung von wenigstens 1,0 m in jede Richtung ausdehnen und der seitliche Abstand zwischen den Latten sollte ungefähr 100 mm betragen. Es ist ausreichend Brennstoff zu verwenden, um das Feuer wenigstens 30 Minuten brennen zu lassen oder so lange, bis der Stoff oder Gegenstand ganz sicher genügend Zeit hatte, um auf das Feuer zu reagieren.

15.6.1.3.3 Eine mit einem geeigneten flüssigen Brennstoff oder einer Kombination aus Holz und flüssigem Brennstoff gefüllte Wanne oder ein Gasfeuer können als Alternativen zum Holzfeuer verwendet werden, vorausgesetzt, sie sind von gleicher Heftigkeit. Wird flüssiger Brennstoff verwendet, sollte die Wanne bis zu einem Abstand von mindestens 1,0 m in jede Richtung über die Packstücke hinausgehen. Der Abstand zwischen der Rostplattform und der Wanne sollte ungefähr 0,5 m betragen. Bevor dieses Verfahren angewendet wird, muss überlegt werden, ob zwischen dem explosiven Stoff und dem Brennstoff eine Löschwirkung oder ungünstige Wechselwirkung eintreten und die Ergebnisse in Frage stellen kann. Wenn ein Gasfeuer verwendet wird, muss der Rost in korrekter Höhe oberhalb des Brenners sein, um eine entsprechende Umhüllung durch das Feuer zu gestatten.

15.6.1.3.4 Das Anzündsystem ist zu platzieren und der Brennstoff wird an beiden Seiten gleichzeitig angezündet, wobei eine dem Wind zugewandt ist. Wenn die Windgeschwindigkeit 6 m/s überschreitet, ist die Prüfung nicht vorzunehmen. **Nachdem das Feuer gelöscht ist, ist eine von der Prüfstelle vorgeschriebene, sichere Wartezeit einzuhalten.**

15.6.1.3.5 Als Anzeichen einer Explosion gelten Beobachtungen wie lauter Knall oder das Fortschleudern von Wurfteilen*¹ aus der Brandstelle.

15.6.1.3.6 Diese Prüfung wird normalerweise nur einmal durchgeführt, aber wenn das Holz oder anderer für das Feuer verwendeter Brennstoff vollständig aufgebraucht ist und eine merkliche Menge nicht aufgebrauchten explosiven Stoffs in den Überresten oder in der Nachbarschaft des Feuers übriggeblieben ist, ist die Prüfung mit mehr Brennstoff erneut durchzuführen oder eine andere Methode anzuwenden, die die Intensität und/oder die Dauer des Brandes erhöht. Wenn das Ergebnis der Prüfung die Bestimmung einer Unterklasse nicht ermöglicht, ist eine weitere Prüfung durchzuführen.

15.6.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Ein Stoff, der bei dieser Prüfung explodiert, liefert ein „+“-Ergebnis und darf der Unterklasse 1.5 nicht zugeordnet werden.

*¹ Anmerkung BAM: Wurfteile können ganze Gegenstände oder Teile von Gegenständen (z. B. Splitter) sein.

15.6.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Ergebnis |
|---|-----------------|
| ANFO | - |
| ANFO (mit 6 % Aluminiumpulver) | - |
| ANFO (mit 6 % verbrennlichem Material) | - |
| ANFO Emulsion (mit 1 % Mikrohohlkugeln) | - |
| ANFO Emulsion (mit 3,4 % Mikrohohlkugeln) | - |

ABSCHNITT 16

PRÜFSERIE 6

16.1 Einleitung

16.1.1 Die Ergebnisse von vier Prüfungen der Prüfreihe 6 werden angewendet, um festzustellen, welche der Unterklassen 1.1, 1.2, 1.3 und 1.4 bei einem Brand inneren oder äußeren Ursprungs oder bei einer Explosion inneren Ursprungs (Kästchen 32, 33, 34, 35, 36 und 37 der Abbildung 10.3) am ehesten dem Verhalten des Produktes entspricht. Die Ergebnisse sind ebenfalls erforderlich, um zu beurteilen, ob ein Produkt der Verträglichkeitsgruppe S der Unterklasse 1.4 zugeordnet werden kann und ob es aus der Klasse der explosiven Stoffe (Kästchen 38 und 39 der Abbildung 10.3) ausgeschlossen werden sollte oder nicht. Die vier Prüfungen sind:

- Prüfung 6 (a): eine Prüfung mit einem einzelnen Packstück, um festzustellen, ob eine Massenexplosion des Inhaltes stattfindet;
- Prüfung 6 (b): eine Prüfung mit Packstücken mit einem explosiven Stoff oder Gegenständen mit Explosivstoff oder nicht verpackten Gegenständen mit Explosivstoff, um festzustellen, ob eine Explosion von einem Packstück auf ein anderes oder von einem unverpackten Gegenstand auf einen anderen übertragen wird;
- Prüfung 6 (c): eine Prüfung mit Packstücken mit einem explosiven Stoff oder mit explosiven Gegenständen oder mit unverpackten explosiven Gegenständen, um festzustellen, ob es eine Massenexplosion gibt oder eine Gefahr durch gefährliche Wurfteile*¹, Wärmestrahlung und/oder heftigen Abbrand oder irgendeine andere gefährliche Wirkung besteht, wenn sie einem Außenfeuer unterworfen werden; und
- Prüfung 6 (d): eine Prüfung mit einem Packstück mit Gegenständen mit Explosivstoff, auf die die Sondervorschrift 347 des Kapitels 3.3 der Modellvorschriften anzuwenden ist, ohne Einschluss, um zu ermitteln, ob gefährliche Wirkungen außerhalb des Packstücks, hervorgerufen durch nicht beabsichtigte Anzündung oder Zündung des Inhalts, auftreten.

16.2 Prüfverfahren

16.2.1 Die zurzeit angewendeten Prüfverfahren sind in Tabelle 16.1 aufgelistet.

Tabelle 16.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE 6

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|-------|---|-----------|
| 6 (a) | Einzelpackstückprüfung ^a | 16.4.1 |
| 6 (b) | Stapelprüfung ^a | 16.5.1 |
| 6 (c) | Außenbrand-(Bonfire)-Prüfung ^a | 16.6.1 |
| 6 (d) | Einzelpackstückprüfung ohne Einschluss ^a | 16.7.1 |

^a *Empfohlene Prüfung*

^{*1} *Anmerkung BAM: Wurfteile können ganze Gegenstände oder Teile von Gegenständen (z. B. Splitter) sein.*

16.2.2 Die Prüfverfahren 6 (a), 6 (b), 6 (c) und 6 (d) werden normalerweise in alphabetischer Reihenfolge ausgeführt. Es ist jedoch nicht immer notwendig diese Reihenfolge einzuhalten oder alle Prüfverfahren durchzuführen.

- (a) Auf Prüfverfahren 6 (a) kann verzichtet werden, wenn Gegenstände mit Explosivstoff ohne Verpackung eingestuft werden oder wenn das Packstück nur einen Gegenstand enthält (siehe auch Abschnitt 16.2.2 (d));
- (b) Auf Prüfverfahren 6 (b) kann verzichtet werden, wenn in jedem 6 (a)-Prüfverfahren (siehe auch Abschnitt 16.2.2 (d));
 - i) das Äußere des Packstücks nicht durch innere Auslösung beschädigt wird; oder
 - (ii) der Inhalt des Packstücks nicht oder so schwach explodiert, dass eine Übertragung der explosiven Wirkung von einem Packstück auf ein anderes bei Anwendung des Prüfverfahrens 6 (b) ausgeschlossen werden kann.
- (c) Auf das Prüfverfahren 6 (c) kann verzichtet werden, wenn bei Anwendung des Prüfverfahrens 6 (b) eine praktisch gleichzeitige Explosion nahezu des gesamten Inhalts des Stapels erfolgt. In diesem Fall wird das Produkt der Unterklasse 1.1 zugeordnet.
- (d) Das Prüfverfahren 6 (d) dient zur Feststellung, ob eine 1.4S-Zuordnung angemessen ist, und wird nur benutzt, wenn die Sondervorschrift 347 im Abschnitt 3.3 der Modellvorschriften anzuwenden ist. Werden Gegenstände, auf die die Sondervorschrift 347 Anwendung findet, geprüft, kann das Prüfverfahren 6 (d) zuerst durchgeführt werden. Wenn die Ergebnisse der Prüfung 6 (d) erkennen lassen, dass eine 1.4S-Klassifizierung angemessen ist, dann kann auf die Prüfverfahren 6 (a) und 6 (b) verzichtet werden.

16.2.3 Wenn in einer Prüfung des Prüfverfahrens 1 (a) ein Stoff ein „-“-Ergebnis (keine Weiterleitung einer Detonation) liefert, kann auf die Prüfung 6 (a) mit dem Detonator verzichtet werden. Wenn in einer Prüfung des Prüfverfahrens 2 (c) ein Stoff ein „-“-Ergebnis (keine oder langsame Deflagration) liefert, kann auf die Prüfung 6 (a) mit einem Anzünder verzichtet werden.

16.2.4 Erklärungen bestimmter Begriffe, die in der Zuordnung von Unterklassen und Verträglichkeitsgruppen verwendet werden, werden im Glossar des Anhangs B der Modellvorschriften (z. B. Massenexplosion, pyrotechnischer Stoff, Gesamtladung, Gesamtinhalte, explodieren, Explosion der Gesamtinhalte) aufgeführt.

16.3 Prüfbedingungen

16.3.1 Prüfungen der Prüfserie 6 sind mit Packstücken mit explosiven Stoffen und Gegenständen in dem Zustand und in der Form, wie sie zur Beförderung aufgegeben werden, auszuführen. Die geometrische Anordnung der Produkte sollte im Hinblick auf die Verpackungsmethode und die Beförderungsbedingungen wirklichkeitsnah sein. Sie sollte so sein, dass sie Prüfergebnisse mit möglichst heftigen Auswirkungen liefert. Wenn Gegenstände mit Explosivstoff ohne Verpackung eingestuft werden, sind die Prüfungen

auf die unverpackten Gegenstände anzuwenden. Alle Arten von Verpackungen, die Stoffe oder Gegenstände enthalten, sind den Prüfungen zu unterwerfen, es sei denn:

- (a) das Produkt einschließlich der Verpackung kann durch eine zuständige Behörde auf der Grundlage von Prüfergebnissen oder vorhandener Informationen zweifelsfrei einer Unterklasse zugeordnet werden; oder
- (b) das Produkt einschließlich der Verpackung wird der Unterklasse 1.1 zugeordnet.

16.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 6 Prüfmart (a)

16.4.1 Prüfung 6 (a): Einzelpackstückprüfung

16.4.1.1 *Einleitung*

Dies ist eine Prüfung mit einem einzelnen Packstück, um festzustellen, ob eine Massenexplosion des Inhaltes stattfindet.

16.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Die folgenden Gegenstände werden benötigt:

- (a) Ein Zünder, um den Stoff oder Gegenstand zu zünden, oder einen Anzünder, der gerade ausreicht, eine Anzündung des Stoffes oder Gegenstandes zu gewährleisten (siehe 16.4.1.3.2 und 16.4.1.3.3);
- (b) geeignete Einschussmaterialien (siehe 16.4.1.3.4); und
- (c) ein Blech aus 3 mm dickem unlegierten Stahl, das als Nachweisplatte dient.

Ausrüstung zur Messung des Druckstoßes kann verwendet werden.

16.4.1.3 *Prüfverfahren*

16.4.1.3.1 Diese Prüfung bezieht sich auf Packstücke mit explosiven Stoffen und Gegenständen in dem Zustand und in der Form, wie sie zur Beförderung aufgegeben werden. Werden Gegenstände mit Explosivstoff unverpackt eingestuft, so sind die Prüfungen mit unverpackten Gegenständen auszuführen. Die Entscheidung darüber, ob eine Zünd- oder eine Anzündeinrichtung zu verwenden ist, erfolgt auf der Grundlage der folgenden Überlegungen.

16.4.1.3.2 Für verpackte Stoffe:

- (a) wenn der Stoff in einer Detonation reagieren soll, wird er mit einem Standarddetonator (Anhang 1) geprüft;
- (b) Wenn der Stoff in der Form einer Deflagration reagieren soll, ist er mit einem Anzünder zu prüfen, der gerade ausreicht (jedoch nicht mehr als 30 g Schwarzpulver), um eine Anzündung des Stoffes im Packstück sicherzustellen. Der Anzünder ist in der Mitte des Stoffes im Packstück zu platzieren;
- (c) Stoffe, die nicht für eine Verwendung als Explosivstoff vorgesehen sind, jedoch vorerst der Klasse der explosiven Stoffe zugeordnet sind, sind zunächst mit einem Standarddetonator (Anhang 1) und, sofern keine Explosion erfolgt, mit einem Anzünder, wie unter (b) beschrieben, zu prüfen. Liefert ein Stoff ein „-“-Ergebnis (keine Weiterleitung einer Detonation) bei einer Prüfung des Prüfverfahrens 1 (a), kann auf die Prüfung mit einem Detonator verzichtet werden und wenn ein Stoff in einer Prüfung des Prüfverfahrens 2 (c) ein „-“-Ergebnis (keine oder langsame Deflagration) liefert, kann auf die Prüfung mit dem Anzünder verzichtet werden.

16.4.1.3.3 Für verpackte Gegenstände¹:

(a) Gegenstände mit eigenem Zünd- oder Anzündmechanismus:

Die Reaktion eines Gegenstandes nahe der Mitte des Versandstücks wird durch den eigenen Zünd- oder Anzündmechanismus ausgelöst. Ist dies undurchführbar, wird der eigene Zünd- oder Anzündmechanismus durch eine andere Form der Auslösung, die die erforderliche Wirkung hat, ersetzt;

(b) Gegenstände ohne eigenen Zünd- oder Anzündmechanismus:

(i) ein Gegenstand nahe der Mitte des Packstücks wird in vorgesehener Weise ausgelöst; oder

(ii) ein Gegenstand nahe der Mitte des Packstücks wird durch einen anderen Gegenstand, der mit der gleichen Wirkung ausgelöst werden kann, ersetzt.

16.4.1.3.4 Das Packstück wird auf eine auf dem Erdboden liegende Nachweisplatte aus Stahl gestellt. Die bevorzugte Einschlussart besteht aus Behältnissen, die in Form und Größe dem zu prüfenden Packstück ähnlich sind und die völlig mit Erde oder Sand gefüllt sind. Die Behältnisse werden so dicht wie möglich um das zu prüfende Packstück herum geschichtet, so dass die Mindestdicke des Einschlusses in jeder Richtung für ein Packstück, das 0,15 m³ nicht überschreitet, 0,5 m und für ein Packstück, das größer als 0,15 m³ ist, 1 m beträgt. Alternative Einschlussverfahren sind die Verwendung erd- und sandgefüllter Kisten oder Säcke, die um und auf das Packstück gestapelt werden, oder die Verwendung von losem Sand.

16.4.1.3.5 Der Stoff oder Gegenstand ist zu zünden und Beobachtungen über das Folgende sind zu machen: Anzeichen thermischer Wirkungen, Wurfteile, Detonation, Deflagration oder Explosion des Gesamtinhalts des Packstückes. **Eine von der Prüfstelle vorgeschriebene, sichere Wartezeit ist nach der Zündung zu beachten.** Die Prüfung ist dreimal durchzuführen, es sei denn, ein entscheidendes Ergebnis wird früher erhalten (z. B. Explosion des gesamten Inhalts).

16.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Massenexplosion weist auf einen Kandidaten für die Unterklasse 1.1 hin. Anzeichen für einen solchen Hinweis sind:

- (a) ein Krater am Ort der Prüfung;
- (b) eine Beschädigung der Nachweisplatte unterhalb des Packstücks;
- (c) Messung der Druckstoßwirkung; und
- (d) Aufreißen und Verstreuen des Einschlussmaterials.

¹ Vorbehaltlich der Bedingung, dass, bei Vorliegen von Gegenständen, die nur eine sehr kleine Menge eines Stoffes (von Stoffen) der Verträglichkeitsgruppe A enthalten, eine ausreichende Anzahl dieser Gegenstände gleichzeitig gezündet wird, um mindestens 0,2 g Initialsprengstoff zur Explosion zu bringen.

Falls das Produkt der Unterklasse 1.1 zugeordnet wird, ist eine weitere Prüfung nicht erforderlich; andernfalls wird mit dem Prüfverfahren 6 (b) fortgefahren.

16.4.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Verpackung | Zündsystem | Ereignis | Ergebnis |
|--------------------------------------|----------------------------|-------------------|-------------------------|--------------------------------|
| Ammoniumperchlorat (12 µm) | 10-kg-Fass aus Pappe | Detonator | Detonation | Kandidat Unterklasse 1.1 |
| Xylolmoschus | 50-kg-Fass aus Pappe | Detonator | Teilweise Zersetzung | Nicht Unterklasse 1.1 |
| Xylolmoschus | 50-kg-Fass aus Pappe | Anzünder | Teilweise Zersetzung | Nicht Unterklasse 1.1 |
| Einbasiger Treibstoff (ungelocht) | 60-Liter-Fass aus Pappe | Anzünder | Keine Explosion | Nicht Unterklasse 1.1 |
| Einbasiger Treibstoff (gelocht) | 60-Liter-Fass aus Pappe | Anzünder | Explosion | Kandidat Unterklasse 1.1 |

16.5 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 6 Prüfmart (b)

16.5.1 Prüfung 6 (b): Stapelprüfung

16.5.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung mit Packstücken mit einem explosiven Stoff oder Gegenständen oder unverpackten Gegenständen mit Explosivstoff wird angewendet, um festzustellen, ob eine Explosion von einem Packstück auf ein anderes oder von einem unverpackten Gegenstand auf einen anderen übertragen wird.

16.5.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Die folgenden Gegenstände sind erforderlich:

- (a) Ein Zünder, um den Stoff oder Gegenstand zu zünden, oder ein Anzünder, der gerade zur sicheren Anzündung des Stoffes oder Gegenstandes ausreicht (siehe 16.5.1.3.2 und 16.5.1.3.3);
- (b) geeignete Einschussmaterialien (siehe 16.5.1.3.1); und
- (c) ein Blech aus 3 mm dickem unlegierten Stahl, das als Nachweisplatte dient.

Druckstoßmessgeräte können verwendet werden.

16.5.1.3 *Prüfverfahren*

16.5.1.3.1 Diese Prüfung wird auf einen Stapel von Packstücken mit einem explosiven Produkt oder auf einen Stapel unverpackter Gegenstände angewendet, jeweils in dem Zustand und in der Form, wie sie zur Beförderung aufgegeben werden. Werden Gegenstände mit Explosivstoff unverpackt eingestuft, so werden die Prüfungen mit unverpackten Gegenständen ausgeführt. Packstücke oder Gegenstände in ausreichender Anzahl, um ein Gesamtvolumen von 0,15 m³ zu ergeben, werden auf die auf dem Erdboden liegende Nachweisplatte aus Stahl gestapelt. Wenn das Volumen eines einzelnen Packstücks (oder unverpackten Gegenstandes) 0,15 m³ übersteigt, wird die Prüfung mit mindestens einem Akzeptor ausgeführt, der so platziert wird, dass eine Wechselwirkung zwischen den einzelnen Produkten am ehesten möglich ist (siehe 16.3.1). Ist diese Position unbekannt, werden mehrere Akzeptoren verwendet. Die bevorzugte Einschussart besteht aus Behältnissen, die in Form und Größe den zu prüfenden Packstücken ähnlich sind und die völlig mit Erde oder Sand gefüllt sind. Sie sind so nahe wie möglich um das zu prüfende Packstück herum geschichtet, so dass die Mindestdicke des Einschusses 1 m in jeder Richtung beträgt. Alternative Einschussverfahren sind die Verwendung erd- oder sandgefüllter Kisten oder Säcke, die um und auf den Stapel geschichtet werden oder von losem Sand. Wird loser Sand für den Einschuss verwendet, muss der Stapel abgedeckt oder geschützt werden, damit kein Sand in die Zwischenräume zwischen benachbarten Packstücken oder unverpackten Gegenständen fällt. Gegenstände, die unverpackt eingestuft werden, werden wie verpackte Gegenstände mit einem Einschuss versehen. Die Entscheidung darüber, ob eine Zünd- oder eine Anzündeinrichtung zu verwenden ist, erfolgt auf der Grundlage der nachfolgenden Überlegungen.

16.5.1.3.2 Für verpackte Stoffe:

- (a) wenn der Stoff in Form einer Detonation reagieren soll, wird er mit einem Standarddetonator (Anhang 1) geprüft;
- (b) Wenn der Stoff in Form einer Deflagration reagieren soll, wird er mit einem Anzünder geprüft, der gerade ausreicht (jedoch nicht mehr als 30 g Schwarzpulver), eine Anzündung des Stoffes in einem einzelnen Packstück sicherzustellen. Der Anzünder sollte sich in der Mitte des Stoffes im Packstück befinden;
- (c) Stoffe, die nicht für eine Verwendung als Explosivstoffe vorgesehen sind, die jedoch vorerst der Klasse der explosiven Stoffe zugeordnet sind, sind mit dem Anzündsystem zu prüfen, das in dem Prüfverfahren 6 (a) den Nachweis einer Massenexplosion ergeben hat.

16.5.1.3.3 Für verpackte Gegenstände und unverpackte Gegenstände²

- (a) Gegenstände, die mit eigenem Zünd- oder Anzündmechanismus versehen sind:

Die Reaktion eines Gegenstandes nahe der Mitte des Packstücks, das sich nahe der Mitte des Stapels befindet, wird durch das eigene Zünd- oder Anzündmittel des Gegenstandes ausgelöst. Ist dies undurchführbar, wird das eigene Zünd- oder Anzündmittel durch eine andere Form der Auslösung, die die erforderliche Wirkung hat, ersetzt.

- (b) Gegenstände ohne eigenen Zünd- oder Anzündmechanismus:
 - (i) ein Gegenstand nahe der Mitte des Packstücks, das sich nahe der Mitte des Stapels befindet, wird in vorgesehener Weise ausgelöst; oder
 - (ii) ein Gegenstand nahe der Mitte des Packstücks, das sich nahe der Mitte des Stapels befindet, wird durch einen anderen Gegenstand, der mit gleicher Wirkung ausgelöst werden kann, ersetzt.

16.5.1.3.4 Der Ort der Anzündung oder Zündung liegt in einem Packstück, das sich nahe der Mitte des Stapels befindet. Gegenstände, die unverpackt eingestuft werden, werden wie verpackte Gegenstände geprüft.

16.5.1.3.5 Der Stoff oder Gegenstand wird gezündet und Beobachtungen gelten folgenden Reaktionen: Anzeichen thermischer Wirkungen, Wirkungen von Wurfteilen, Detonation, Deflagration oder Explosion des Gesamtinhalts des Packstücks. **Eine von der Prüfstelle vorgeschriebene, sichere Wartezeit ist nach der Zündung einzuhalten.** Die Prüfung ist dreimal durchzuführen, es sei denn, ein entscheidendes Ergebnis wird früher erhalten (z. B. Explosion des gesamten Inhalts). Wenn die Ergebnisse der

² Vorbehaltlich der Bedingung, dass, bei Vorliegen von Gegenständen, die nur eine sehr kleine Menge eines Stoffes (von Stoffen) der Verträglichkeitsgruppe A enthalten, eine ausreichende Anzahl dieser Gegenstände gleichzeitig gezündet wird, um mindestens 0,2 g Initialsprengstoff zur Explosion zu bringen.

empfohlenen Anzahl von Prüfungen keine eindeutige Interpretation der Ergebnisse möglich machen, ist die Anzahl der Prüfungen zu erhöhen.

16.5.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Explodiert bei der Prüfung 6 (b) der Inhalt von mehr als einem Packstück oder von mehr als einem unverpackten Gegenstand praktisch gleichzeitig, wird das Produkt der Unterklasse 1.1 zugeordnet. Anzeichen für einen solchen Vorgang sind:

- (a) ein Krater am Ort der Prüfung, der merklich größer ist als ein solcher, der durch ein Einzelpackstück oder einen unverpackten Gegenstand hervorgerufen wird;
- (b) eine Beschädigung der Nachweisplatte unter dem Stapel, die merklich größer ist als eine solche, die durch ein Einzelpackstück oder einen unverpackten Gegenstand hervorgerufen wird;
- (c) Messung des Druckstoßes, der den durch ein Einzelpackstück oder einen unverpackten Gegenstand hervorgerufenen Stoß beträchtlich überschreitet; und
- (d) heftiges Aufreißen und Verstreuen der Hauptmasse des Einschlußmaterials.

Andernfalls wird mit dem Prüfverfahren 6 (c) fortgefahren.

16.5.1.5 Ergebnisbeispiele

Es werden keine Ergebnisbeispiele angegeben, da diese zu spezifisch für die Verpackung oder den geprüften Gegenstand sind.

16.6 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 6 Prüfmart (c)

16.6.1 Prüfung 6 (c): Außenbrand-(Bonfire)-Prüfung

16.6.1.1 Einleitung

Dies ist eine Prüfung mit Packstücken mit einem explosiven Stoff oder Gegenständen mit Explosivstoff oder unverpackten Gegenständen mit Explosivstoff, um festzustellen, ob bei Einwirkung durch einen Außenbrand eine Massenexplosion oder eine Gefahr durch gefährliche Wurfteile, Wärmestrahlung und/oder heftigen Abbrand oder andere gefährliche Effekte auftritt.

16.6.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Folgende Gegenstände werden benötigt:

- (a) eine Anzahl an Packstücken oder unverpackten Gegenständen, die ausreicht, um ein Gesamtvolumen von mindestens $0,15 \text{ m}^3$ zu ergeben, wenn das Volumen des Packstücks mit dem Stoff oder den Gegenständen oder der unverpackten Gegenstände geringer als $0,15 \text{ m}^3$ ist;
- (b) Drei Packstücke oder unverpackte Gegenstände, wenn das Volumen des Packstücks mit dem Stoff oder den Gegenständen oder des unverpackten Gegenstands gleich oder größer als $0,05 \text{ m}^3$ ist. Ist das Volumen eines Packstücks oder unverpackten Gegenstands größer als $0,15 \text{ m}^3$, kann die zuständige Behörde auf die Forderung der Prüfung von drei Packstücken oder unverpackten Gegenständen verzichten;
- (c) Ein Metallrost, um die Produkte über dem Brennstoff zu halten und eine angemessene Erwärmung zuzulassen. Wird ein Holzfeuer angewendet, sollte der Rost $1,0 \text{ m}$ oberhalb des Bodens sein; bei einem Ölwannefeuer sollte der Rost $0,5 \text{ m}$ oberhalb der Flüssigkeitsoberfläche zu Beginn der Prüfung sein;
- (d) Gurte oder Draht, falls erforderlich, um die Packstücke auf dem Halterost zusammenzuhalten;
- (e) ausreichend Brennstoff, um ein Feuer wenigstens 30 Minuten brennen zu lassen oder bis der Stoff oder Gegenstand ganz sicher genügend Zeit hatte, um auf das Feuer zu reagieren (siehe 16.6.1.3.8);
- (f) geeignete Anzündmittel, um den Brennstoff an wenigstens zwei Seiten zu entzünden, z. B. bei einem Holzfeuer Kerosin, um das Holz zu durchtränken und pyrotechnische Anzünder mit Holzwolle;
- (g) Drei $2000 \text{ mm} \times 2000 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 1100-0 Aluminiumbleche (Brinellhärte 23, Zugfestigkeit 90 MPa) oder Äquivalent, die als Nachweisschirme dienen, gemeinsam mit geeigneten Halteeinrichtungen, die die Schirme in senkrechter Stellung halten. Die Nachweisplatten müssen starr an den Rahmen befestigt sein. Wird mehr als ein Blech für eine Nachweisplatte verwendet, muss jedes Blech an allen Verbindungsstellen befestigt sein;

- (h) Videoausrüstung, welche geeignet ist, die für die Klassifizierung notwendigen Ereignisse aufzuzeichnen. Der Typ, Anzahl und Standort der Kamera(s) müssen geeignet sein alle Ereignisse aufzeichnen, die zu bewerten sind.

Druckaufnehmer, Wärmestahlungsmesser und zugehörige Aufzeichnungseinrichtungen können ebenfalls verwendet werden. Weitere Ausrüstung kann erforderlich sein, wenn die Vorgehensweise in 16.6.1.3.9 befolgt wird.

16.6.1.3 *Prüfverfahren*

16.6.1.3.1 Packstücke oder unverpackte Gegenstände in erforderlicher Anzahl werden in dem Zustand und in der Form, wie sie zur Beförderung aufgegeben werden, so nahe wie möglich aneinander auf dem Metallrost angeordnet. Falls mit gerichteten Effekten zu rechnen ist, werden die Packstücke oder unverpackten Gegenstände so ausgerichtet, dass eine maximale Wahrscheinlichkeit gegeben ist, dass Wurfteile die Nachweisschirme treffen und dass einzelne Flammenstrahlen horizontal ausgerichtet sind. Falls erforderlich, können die Packstücke oder unverpackten Gegenstände mit einem Stahlband umwickelt werden, um sie während der Prüfung zusammenzuhalten. Der Brennstoff ist so unter den Rost zu legen, dass das Feuer die Packstücke oder unverpackten Gegenstände einhüllt. Geeignete Methoden für die Erwärmung sind ein Feuer unter Verwendung von Holz als Brennstoff, von flüssigen oder gasförmigen Brennstoffen oder eine Kombination daraus, das eine Flammentemperatur von mindestens 800 °C erzeugt. Schwankungen der Temperatur unterhalb 800 °C können auftreten und machen die Prüfung nicht ungültig.

16.6.1.3.2 Ein Holzfeuer sollte von ausreichender Intensität und Dauer sein, um die verpackten oder unverpackten Gegenstände abzubrennen und den explosiven Stoff vollständig umzusetzen (siehe 16.6.1.2(e)). Lufttrockene Paletten, Bretter, Latten oder anderes Holz, einzeln oder in Kombination, können gitterförmig unter dem Rost (1,0 m vom Boden entfernt) und bis zur Basis der Rostplattform, die die Packstücke oder unverpackten Gegenstände trägt, gestapelt werden. Das Holz sollte über die Packstücke oder unverpackten Gegenstände wenigstens 1,0 m hinausragen und damit sicherstellen, dass das Feuer die Gegenstände umschließt.

16.6.1.3.3 Als Alternative zum Holzfeuer kann eine Wanne gefüllt mit einem geeigneten flüssigen Brennstoff oder eine Kombination aus Holzfeuer und flüssigem Brennstoff verwendet werden, vorausgesetzt, dieses Feuer ist ebenso intensiv. Wird flüssiger Brennstoff verwendet, so sollte die Wanne bis zu einem Abstand von mindestens 1,0 m in jede Richtung über die Packstücke oder unverpackten Gegenstände hinausgehen. Der Abstand zwischen der Rostplattform und der Wanne sollte ungefähr 0,5 m betragen. Bevor diese Methode angewendet wird, muss überlegt werden, ob zwischen dem explosiven Gut und dem Brennstoff eine Löschwirkung oder ungünstige Wechselwirkung eintreten und die Ergebnisse in Frage stellen kann.

16.6.1.3.4 Wird ein Gas als Brennstoff verwendet, muss die Brandzone bis zu einem Abstand von mindestens 1,0 m in jede Richtung über die Packstücke oder unverpackten Gegenstände hinausgehen. Die Gaszufuhr muss so sein, dass sichergestellt ist, dass das Feuer gleichmäßig um die Packstücke herum brennt. Der Gasbehälter muss groß genug sein, um das Feuer wenigstens 30 Minuten brennen zu lassen. Die Anzündung des Gases geschieht entweder durch ferngesteuert angezündete Pyrotechnik oder durch ferngesteuertes Ausströmen des Gases, das sich an einer bereits bestehenden Anzündquelle entzündet.

16.6.1.3.5 In jedem von drei Quadranten wird ein Nachweisschirm senkrecht im Abstand von 4 m von den Kanten der Packstücke oder unverpackten Gegenstände errichtet. Die Schirme sind so zu platzieren, dass die Mitte auf gleicher Höhe mit der Mitte der Packstücke oder unverpackten Gegenstände ist, oder, wenn diese weniger als 1,0 m oberhalb des Bodens ist, in Kontakt mit dem Boden. Im Falle, dass vor der Prüfung Durch- oder Einschläge in den Nachweisschirmen sind, sind diese zu markieren, so dass sie deutlich von denen, die während der Prüfung entstehen, zu unterscheiden sind.

16.6.1.3.6 Das Anzündsystem ist zu platzieren und der Brennstoff wird an zwei Seiten gleichzeitig angezündet, wobei eine dem Wind zugewandt ist. Wenn die Windgeschwindigkeit 6 m/s überschreitet, ist die Prüfung nicht vorzunehmen. Die von der Prüfbehörde vorgeschriebene sichere Wartezeit ist einzuhalten, bevor das Versuchsgelände betreten wird.

16.6.1.3.7 Beobachtungen werden gemacht über Folgendes:

- (a) Anzeichen einer Explosion;
- (b) potenziell gefährliche Wurfteile; und
- (c) thermische Effekte.

16.6.1.3.8 Diese Prüfung wird normalerweise nur einmal durchgeführt, aber wenn das Holz oder anderer für das Feuer verwendeter Brennstoff vollständig aufgebraucht ist und eine merkliche Menge nicht aufgebrauchten explosiven Stoffs in den Überresten oder in der Nachbarschaft des Feuers übriggeblieben ist, ist die Prüfung mit mehr Brennstoff erneut durchzuführen oder eine andere Methode anzuwenden, die die Intensität und/oder die Dauer des Brandes erhöht. Wenn das Ergebnis die Bestimmung einer Unterklasse nicht ermöglicht, ist eine weitere Prüfung durchzuführen.

16.6.1.3.9 Bei Kandidaten für Patronen für Handfeuerwaffen (Unterklasse 1.4, Verträglichkeitsgruppe S beim Transport, UN Nr. 0012) kann diese Prüfung durch die in Anhang 9 beschriebene spezielle Messung der Energie von Wurfteilen ergänzt oder ersetzt werden. Dies ist anwendbar auf Verhältnisse, bei denen die vorherrschende Gefährdung durch Wurfteile besteht, wie es zum Beispiel von der früheren Prüfung ähnlicher Gegenstände mit Explosivstoff bekannt ist.

16.6.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

16.6.1.4.1 Die folgenden Kriterien werden zur Beantwortung der Fragen in Abbildung 10.3 (Kästchen 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38 und 39) im Hinblick auf die Bewertung der Ergebnisse herangezogen, um so das Produkt zu klassifizieren.

16.6.1.4.2 Wenn eine Massenexplosion erfolgt, wird das Produkt der Unterklasse 1.1 zugeordnet. Eine Massenexplosion liegt vor, wenn ein wesentlicher Anteil explodiert, so dass die praktische Gefahr durch Annahme gleichzeitiger Explosion des gesamten explosiven Inhalts der Packstücke oder unverpackten Gegenstände zu bewerten ist.

16.6.1.4.3 Wenn keine Massenexplosion, aber eine der folgenden Wirkungen eintritt:

- (a) ein Durchschlag durch einen der Nachweisschirme (siehe 16.6.1.3.5);

- (b) ein metallisches Wurfteil mit einer kinetischen Energie von mehr als 20 J, erhalten aus dem Entfernung/Masse-Verhältnis in Abbildung 16.6.1.1;

dann wird das Produkt der Unterklasse 1.2 zugeordnet.

16.6.1.4.4 Wenn keine der Wirkungen eintritt, auf Grund derer das Produkt den Unterklassen 1.1 oder 1.2 zuzuordnen wäre, aber eine der folgenden Reaktionen eintritt:

- (a) ein Feuerball oder eine Stichflamme, der (die) bis über einen der Nachweisschirme hinausreicht;
- (b) ein brennendes Wurfteil, das vom Produkt ausgeht, wird weiter als 15 m, gemessen von den Kanten der Packstücke oder unverpackten Gegenstände, fortgeschleudert;
- (c) eine gemessene Abbrandzeit des Produktes, die kleiner als 35 Sekunden für 100 kg Nettoexplosivstoffmasse ist (siehe 16.6.1.4.8 Bemerkungen für die Berechnung von Zeitmessungen bei der Auswertung von Wärmeflusseffekten). Alternativ, bei Gegenständen und Stoffen geringer Energie: Die Strahlung des brennenden Produktes im Abstand von 15 m, gerechnet von den Kanten der Packstücke oder unverpackten Gegenstände, übersteigt die des Feuers um mehr als 4 kW/m². Die Strahlung wird 5 s lang während des Zeitraums der maximalen Wärmeentwicklung gemessen;

dann wird das Produkt der Unterklasse 1.3 zugeordnet.

16.6.1.4.5 Wenn keine der Wirkungen eintritt, auf Grund derer das Produkt den Unterklassen 1.1, 1.2 oder 1.3 zuzuordnen wäre, aber eine der folgenden Reaktionen eintritt:

- (a) ein Feuerball oder eine Stichflamme, der (die) mehr als 1 m über die Flammen des Feuers hinausreicht;
- (b) ein brennendes Wurfteil, das vom Produkt ausgeht, wird weiter als 5 m, gemessen von den Kanten der Packstücke oder unverpackten Gegenstände, fortgeschleudert;
- (c) ein Einschlag in einem der Nachweisschirme, der tiefer als 4 mm ist;
- (d) ein metallisches Wurfteil mit einer kinetischen Energie von mehr als 8 J, erhalten aus dem Entfernung/Masse-Verhältnis in Abbildung 16.6.1.1;
- (e) eine gemessene Abbrandzeit des Produktes, die kleiner als 330 Sekunden für 100 kg Nettoexplosivstoffmasse ist (siehe 16.6.1.4.8 Bemerkungen für die Berechnung von Zeitmessungen bei der Auswertung von Wärmeflusseffekten);

dann wird das Produkt der Unterklasse 1.4 und einer Verträglichkeitsgruppe anders als S zugeordnet.

16.6.1.4.6 Wenn keine der Wirkungen eintritt, auf Grund derer das Produkt den Unterklassen 1.1, 1.2, 1.3 oder 1.4 Verträglichkeitsgruppe anders als S (siehe Kästchen 32 der Abbildung 10.3) zuzuordnen wäre, dann wird das Produkt der Unterklasse 1.4 und der Verträglichkeitsgruppe S zugeordnet, es sei denn Sondervorschrift 347 des Kapitels 3.3 der Modellvorschriften ist anzuwenden. Bei Kandidaten für Patronen für Handfeuerwaffen (Unterklasse 1.4, Verträglichkeitsgruppe S beim Transport, UN Nr. 0012) kann der Nachweis der kinetischen, nicht 8 J überschreitenden Energie von Wurfteilen, über das in Anhang 9 beschriebene Verfahren herangezogen werden, um den Gegenstand der Verträglichkeitsgruppe S zuzuordnen.

16.6.1.4.7 Wenn überhaupt keine gefährliche Wirkung auftritt, wird das Produkt zum Ausschluss aus der Klasse 1 vorgesehen. Die Möglichkeiten, wie in den Kästchen 38 und 39 in Abbildung 10.3 gezeigt, sind:

- (a) wenn das Produkt ein Gegenstand ist, der zum Zwecke der Erzielung einer praktischen explosiven oder pyrotechnischen Wirkung hergestellt wurde, dann:
 - (i) Wenn außerhalb des Gegenstandes selbst eine Wirkung (Wurfteilwirkung, Feuer, Rauch, Wärme oder lautes Geräusch) auftritt, wird dieser Gegenstand nicht aus der Klasse 1 ausgeschlossen und das Produkt wird im verpackten Zustand der Unterklasse 1.4 und der Verträglichkeitsgruppe S zugeordnet. Paragraf 2.1.1.1 (b) der Modellvorschriften bezieht sich ausdrücklich auf den Gegenstand selbst und nicht auf das Packstück. Aus diesem Grunde ist es in der Regel erforderlich, die Zuordnung auf der Grundlage einer Prüfung des Gegenstandes ohne Verpackung oder Einschluss vorzunehmen. Manchmal werden die aufgeführten Wirkungen in der Prüfung 6 (c) beobachtet, in diesem Falle wird das Produkt ohne weitere Prüfungen als 1.4 S klassifiziert;
 - (ii) Wenn außerhalb des Gegenstandes selbst keine Wirkung (Wurfteilwirkung, Feuer, Rauch, Wärme oder lautes Geräusch) auftritt, wird der unverpackte Gegenstand in Übereinstimmung mit Paragraf 2.1.1.1 (b) der Modellvorschriften aus der Klasse 1 ausgeschlossen. Paragraf 2.1.1.1 (b) bezieht sich ausdrücklich auf den Gegenstand selbst und nicht auf das Packstück. Aus diesem Grunde ist es in der Regel erforderlich, diese Zuordnung auf der Grundlage einer Prüfung des Gegenstandes ohne Verpackung oder Einschluss zu machen.
- (b) Wenn das Produkt nicht zum Zwecke der Erzielung einer praktischen explosiven oder pyrotechnischen Wirkung hergestellt wurde, wird es in Übereinstimmung mit Paragraf 2.1.1.1 der Modellvorschriften aus der Klasse 1 ausgeschlossen.

16.6.1.4.8 Bemerkungen für die Berechnung von Zeitmessungen bei der Auswertung von Wärmeflusseffekten

Bemerkung 1: *Der Wert von 35 Sekunden/100 kg (siehe 16.6.1.4.4 (c)) entspricht einem durchschnittlichen Wärmefluss von 4 kW/m² bei 15 m und basiert auf einer angenommenen Verbrennungswärme von 12500 J/g. Wenn die wahre Verbrennungswärme sich beträchtlich unterscheidet, kann die Abbrandzeit von 35 s korrigiert werden, beispielsweise würde eine wahre Verbrennungswärme von 8372 J/g mit*

einer Abbrandzeit von $(8372/12500) \times 35 \text{ s} = 23,4 \text{ s}$ den gleichen Wärmefluss ergeben. Korrekturen für von 100 kg abweichende Massen werden entsprechend den Skalierungsverhältnissen und Beispielen in Tabelle 16.2 vorgenommen.

Bemerkung 2: Der Wert von 330 Sekunden/100 kg (siehe 16.6.1.4.5 (e)) entspricht einem durchschnittlichen Wärmefluss von 4 kW/m^2 bei 5 m und basiert auf einer angenommenen Verbrennungswärme von 12500 J/g . Wenn die wahre Verbrennungswärme sich beträchtlich unterscheidet, kann die Abbrandzeit von 330 s korrigiert werden; beispielsweise würde eine wahre Verbrennungswärme von 8372 J/g mit einer Abbrandzeit von $(8372/12500) \times 330 \text{ s} = 221 \text{ s}$ den gleichen Wärmefluss ergeben. Korrekturen für von 100 kg abweichende Massen werden entsprechend den Skalierungsverhältnissen und Beispielen in Tabelle 16.2 vorgenommen.

Bemerkung 3: In einigen Abbrandversuchen wird beobachtet, dass einzelne Packstücke oder Gegenstände in getrennt zu erkennenden Vorgängen abbrennen; in solchen Fällen sollen die Abbrandzeiten und Massen jedes einzelnen Vorgangs verwendet werden.

Tabelle 16.2: Wärmeflussvergleichswerte für unterschiedliche Massen

| Masse (kg) | 1.3/1.4 | | 1.4/1.4 S | |
|------------|--|---------------------------------|---|---------------------------------|
| | Fluss (15 m) ^a kW/m ² | Abbrandzeit ^b (s) | Fluss (5 m) ^a kW/m ² | Abbrandzeit ^b (s) |
| 20 | 1,36 | 21,7 | 1,36 | 195 |
| 50 | 2,5 | 29,6 | 2,5 | 266 |
| 100 | 4 | 35 | 4 | 330 |
| 200 | 6,3 | 46,3 | 6,3 | 419 |
| 500 | 11,7 | 63,3 | 11,7 | 569 |

^a Der Wärmefluss wird berechnet auf Basis von $(m/m_0)^{2/3}$.

^b Die Zeiten sind berechnet auf Basis von $(m/m_0)^{1/3}$.

Die Wärmeflusswerte können errechnet werden auf der Grundlage der Gleichung:

$$F = \frac{C \times E}{4\pi R^2 t}$$

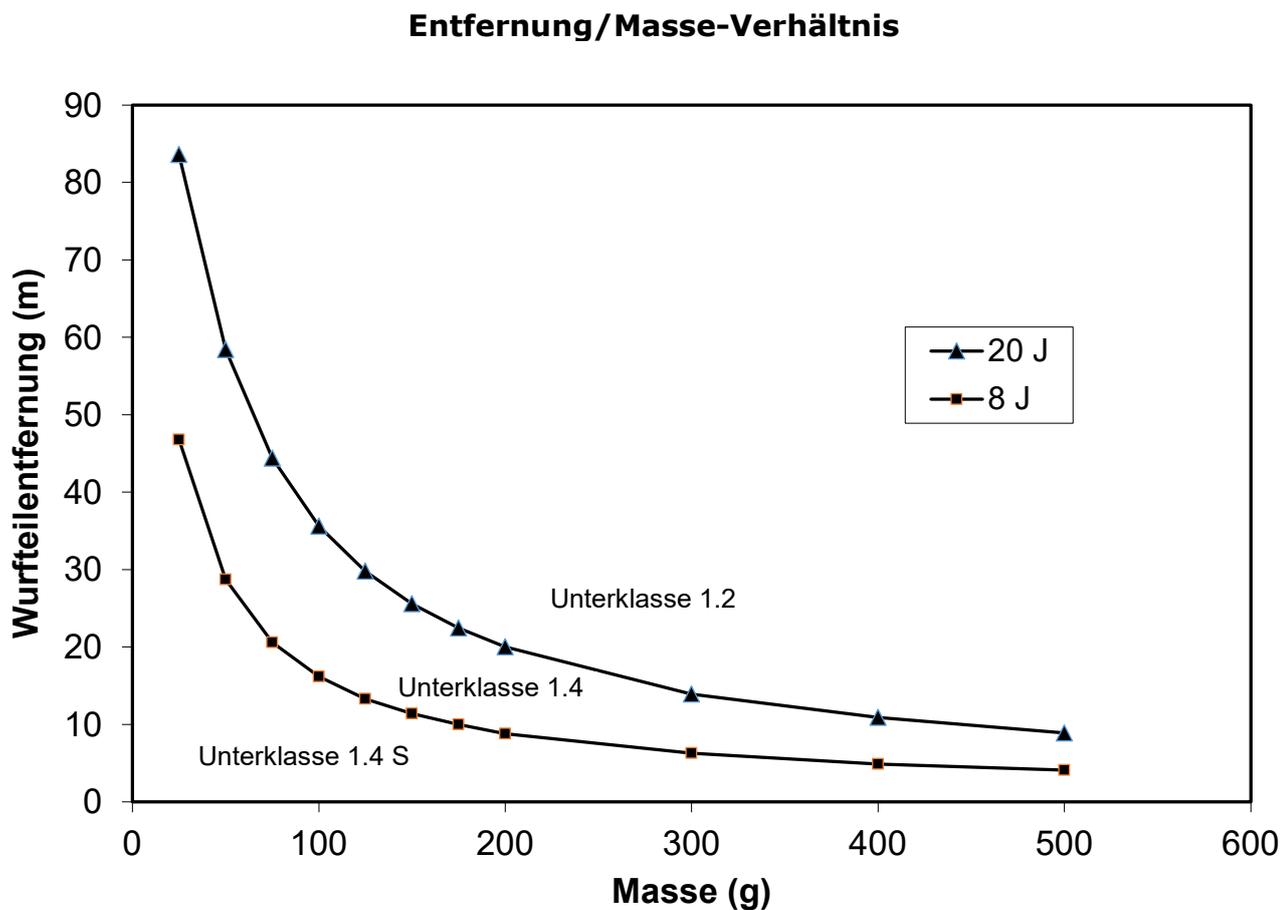
wobei:

- F = Wärmefluss in kW/m²;
- C = Konstante = 0,33;
- E = Gesamtenergieinhalt in kJ;
- R = Entfernung vom Feuer zum Messpunkt in Metern;
- t = beobachtete Abbrandzeit in Sekunden.

16.6.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Verpackung | Ereignis | Ergebnis |
|--------------|----------------------------|----------------------|----------------|
| Xylolmoschus | 3 x 50 kg Fässer aus Pappe | nur langsam brennend | Nicht Klasse 1 |

Abbildung 16.6.1.1: ENTFERNUNG/MASSE-VERHÄLTNIS FÜR METALLISCHE WURFTEILE MIT EINER KINETISCHEN ENERGIE VON 20 J UND 8 J³



| Masse (g) | Wurfteilentfernung (m) | |
|------------------|-------------------------------|------------|
| | 20 J | 8 J |
| 25 | 83,6 | 46,8 |
| 50 | 58,4 | 28,7 |
| 75 | 44,4 | 20,6 |
| 100 | 35,6 | 16,2 |
| 125 | 29,8 | 13,3 |
| 150 | 25,6 | 11,4 |
| 175 | 22,43 | 10 |
| 200 | 20 | 8,8 |
| 300 | 13,9 | 6,3 |
| 400 | 10,9 | 4,9 |
| 500 | 8,9 | 4,1 |

Beispieldaten für metallische Wurfteile mit einer kinetischen Energie von 20 J und 8 J

³ Die in Abbildung 16.6.1.1 aufgeführten Daten basieren auf metallischen Wurfteilen. Nichtmetallische Wurfteile erzielen andere Ergebnisse und können gefährlich sein. Gefahren von nichtmetallischen Wurfteilen sind auch zu berücksichtigen.

16.7 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 6 Prüfmart (d)

16.7.1 Prüfung 6 (d): Einzelpackstückprüfung ohne Einschluss

16.7.1.1 Einleitung

Dies ist eine Prüfung mit einem einzelnen Packstück, um zu ermitteln, ob gefährliche Wirkungen außerhalb des Packstücks, hervorgerufen durch nicht beabsichtigte Anzündung oder Zündung des Inhalts, auftreten.

16.7.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Die folgenden Gegenstände werden benötigt:

- (a) ein Zünder, um den Gegenstand zu zünden oder ein Anzündmittel, das zur sicheren Anzündung des Stoffes oder des Gegenstandes gerade ausreicht (siehe 16.7.1.3.2); und
- (b) ein Blech aus 3 mm dickem, unlegiertem Stahl, das als Nachweisplatte dient.

Ausrüstung für Videoaufnahmen kann verwendet werden.

16.7.1.3 Prüfverfahren

16.7.1.3.1 Diese Prüfung wird angewendet für Packstücke mit Gegenständen mit Explosivstoff in dem Zustand und in der Form, wie sie zur Beförderung aufgegeben werden. Werden explosive Gegenstände unverpackt eingestuft, so sind die Prüfungen mit unverpackten Gegenständen auszuführen. Die Entscheidung darüber, ob eine Zünd- oder eine Anzündeinrichtung zu verwenden ist, erfolgt auf der Grundlage der folgenden Überlegungen.

16.7.1.3.2 Für verpackte Gegenstände:

- (a) Gegenstände mit eigenem Zünd- oder Anzündmittel:

Die Reaktion eines Gegenstandes nahe der Mitte des Packstücks wird durch das eigene Zünd- oder Anzündmittel ausgelöst. Ist dies undurchführbar, wird das eigene Zünd- oder Anzündmittel durch eine andere Form der Auslösung, die die erforderliche Wirkung hat, ersetzt;

- (b) Gegenstände ohne eigenen Zünd- oder Anzündmechanismus:

- (i) ein Gegenstand nahe der Mitte des Packstücks wird in vorgesehener Weise ausgelöst, oder
- (ii) ein Gegenstand nahe der Mitte des Packstücks wird durch einen anderen Gegenstand, der mit der gleichen Wirkung ausgelöst werden kann, ersetzt.

16.7.1.3.3 Das Packstück wird ohne Einschluss auf eine auf dem Erdboden liegende Nachweisplatte aus Stahl gestellt.

16.7.1.3.4 Der Gebergegenstand (donor) wird gezündet und Beobachtungen gelten folgenden Reaktionen: Eindellung oder Perforation der Nachweisplatte unter dem Packstück, ein Blitz oder eine Flamme, die in der Lage sind, danebenliegendes Material anzuzünden, Auseinanderreißen des Packstücks, das das Wegschleudern von explosivem Inhalt verursacht, oder ein Durchschlagen der Verpackung durch ein Wurfteil*². **Eine von der Prüfstelle vorgeschriebene, sichere Wartezeit ist nach der Zündung zu beachten.** Die Prüfung ist dreimal in verschiedenen Ausrichtungen durchzuführen, es sei denn, ein entscheidendes Ergebnis wird früher erhalten. Wenn die Ergebnisse der empfohlenen Anzahl von Prüfungen keine eindeutige Interpretation der Ergebnisse möglich machen, ist die Anzahl der Prüfungen zu erhöhen.

16.7.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Die Zuordnung zur Verträglichkeitsgruppe S erfordert, dass alle gefährlichen Wirkungen, hervorgerufen durch die Reaktion von Gegenständen bei dieser Prüfung, auf das Packstück beschränkt bleiben. Anzeichen für eine gefährliche Wirkung außerhalb des Packstückes sind:

- (a) Eindellung oder Perforation der Nachweisplatte unter dem Packstück;
- (b) ein Blitz oder eine Flamme, der/die das danebenliegende Material wie ein Blatt Papier ($80 \pm 10 \text{ g/cm}^2$) in 25 cm Entfernung vom Packstück anzündet;
- (c) Auseinanderreißen des Packstücks, das das Wegschleudern von explosiven Inhalten verursacht; oder
- (d) ein Wurfteil, das die Verpackung komplett durchschlägt (ein Wurfteil oder Splitter, zurückgehalten oder in der Wand der Verpackung stecken geblieben, wird als nicht gefährlich bewertet).

Die zuständige Behörde kann bei der Ergebnisbewertung die erwartete Wirkung des Zünders berücksichtigen, wenn sie als bedeutend im Vergleich mit den zu prüfenden Gegenständen angesehen wird. Wenn gefährliche Wirkungen außerhalb des Packstücks auftreten, darf das Produkt nicht der Verträglichkeitsgruppe S zugeordnet werden.

*² *Wurfteile können ganze Gegenstände oder Teile von Gegenständen (z. B. Splitter) sein.*

16.7.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Gegenstand | Verpackung | Zündung | Ereignisse | Ergebnis |
|----------------------------------|--|-----------------------|--|--|
| Kartuschen für technische Zwecke | Kiste aus Pappe mit 20 Gegenständen (jeder mit 300 g Treibladung), jeder in einer Kunststofftüte | einer der Gegenstände | Gegenstände nacheinander entzündet, Flammen bis 2 m hoch außerhalb des Packstücks | nicht vereinbar mit Verträglichkeitsgruppe S |
| Zünder, nicht elektrisch | Kiste aus Pappe mit 60 Zündern, jeder in einer Kunststofftüte mit seinem Zündschlauch, gewickelt als 8, mit Schutzkappen auf den Zündern | einer der Gegenstände | Einer der 60 Zünder reagierte und keine sichtbaren Wirkungen außerhalb des Packstücks. | vereinbar mit Verträglichkeitsgruppe S |
| Zünder, elektrisch | Kiste aus Pappe mit 84 Einrichtungen, jede mit seinem Draht gebündelt, sodass die Sprengwirkung eines ausgelösten Zünders abgeschwächt wird. | einer der Gegenstände | Einer der 84 Zünder reagierte. Die Reaktion ließ die Kiste aufbrechen und einige Einrichtungen fielen heraus, aber es wurde entschieden, dass keine gefährlichen Wirkungen außerhalb des Packstücks auftraten. | vereinbar mit Verträglichkeitsgruppe S |

| | | | | |
|---|--|-----------------------------------|--|--|
| Hohlladungen (offene 19-g-Perforatoren) | Kiste aus Pappe mit 50 Ladungen in zwei Lagen, sodass die Ladungen paarweise gegenüber einander lagen. | Zünder mit ca. 60 mm Sprengschnur | Drei Versuche wurden ausgeführt. Bei jedem Versuch wurde die Nachweisplatte durch drei bis vier reagierende Hohlladungen durchlöchert. Die Packstücke zerrissen, die verbliebenen Ladungen wurden über einen weiten Bereich verstreut. | Nicht vereinbar mit Verträglichkeitsgruppe S |
| Zünder, elektrisch | Kiste aus Pappe mit 50 Zündern, jeder mit 450 mm Zünderdraht. Jeder Zünder war in einer Pappinnenschachtel. Die Schachteln waren durch Pappwände voneinander getrennt. | Einer der Gegenstände | Einer der 50 Zünder reagierte, eine der Kistenklappen öffnete sich. Es traten keine gefährlichen Wirkungen außerhalb des Packstücks auf. | Vereinbar mit Verträglichkeitsgruppe S |

ABSCHNITT 17

PRÜFSERIE 7

17.1 Einleitung

Die Frage „Ist es ein extrem unempfindlicher explosiver Gegenstand?“ (Kästchen 23, Abbildung 10.3) wird durch Prüfungen der Prüfserie 7 beantwortet. Jeder Kandidat für die Unterklasse 1.6 muss einer Prüfung aus jeder der elf Prüffarten der Prüfserie 7 unterzogen werden. Die ersten 6 Prüffarten 7 (a) bis 7 (f) werden angewendet, um festzustellen, ob ein Stoff ein extrem unempfindlicher Stoff (EIS^{*1}) ist. Die verbleibenden fünf Prüffarten 7 (g), 7 (h), 7 (j), 7 (k) und 7 (l) werden angewendet, um festzustellen, ob ein Gegenstand, der überwiegend EIS enthält, der Unterklasse 1.6 zugeordnet werden kann.

Die elf Prüffarten sind:

- Prüffart 7 (a): eine Stoßprüfung, um die Empfindlichkeit gegenüber intensiver mechanischer Beanspruchung^{*2} festzustellen;
- Prüffart 7 (b): eine Stoßprüfung mit einer definierten Verstärkungsladung und einem definierten Einschuss, um die Empfindlichkeit gegenüber Stoß festzustellen;
- Prüffart 7 (c): eine Prüfung, um die Empfindlichkeit des explosiven Stoffes gegenüber einer Verschlechterung unter Schlagwirkung festzustellen;
- Prüffart 7 (d): eine Prüfung, um den Reaktionsgrad des explosiven Stoffes gegenüber Schlag oder Durchschlagen, resultierend aus einer vorgegebenen Energiequelle, festzustellen;
- Prüffart 7 (e): eine Prüfung, um die Reaktion des explosiven Stoffes gegenüber Außenbrand festzustellen, wenn das Material eingeschlossen ist;
- Prüffart 7 (f): eine Prüfung, um die Reaktion des explosiven Stoffes in einer Umgebung, in der die Temperatur schrittweise auf 365 °C ansteigt, festzustellen;
- Prüffart 7 (g): eine Prüfung, um die Reaktion eines Gegenstandes im gleichen Zustand, wie er zur Beförderung aufgegeben wird, gegenüber Außenbrand festzustellen;
- Prüffart 7 (h): eine Prüfung, um die Reaktion eines Gegenstandes in einer Umgebung, in der die Temperatur schrittweise auf 365 °C ansteigt, festzustellen;

^{*1} EIS = Extremely Insensitive Substance

^{*2} Im Englischen steht „mechanische Beanspruchung“. Es handelt sich aber um eine detonative Beanspruchung durch einen Standarddetonator.

- Prüfart 7 (j): eine Prüfung, um die Reaktion eines Gegenstandes gegenüber Schlag oder Durchschlagen, resultierend aus einer vorgegebenen Energiequelle, festzustellen;
- Prüfart 7 (k): eine Prüfung, um festzustellen, ob die Detonation eines Gegenstandes eine Detonation in einem benachbarten gleichen Gegenstand auslöst; und
- Prüfart 7 (l) eine Prüfung, um die Empfindlichkeit des Gegenstandes bei direkter Einwirkung eines Aufpralls an verwundbaren (gefährdeten) Bauteilen festzustellen.

Die Antwort in Kästchen 23 lautet „Nein“, wenn in einer Prüfung der Prüfsreihe 7 ein „+“-Ergebnis erzielt wird.

17.2 Prüfverfahren

Die zurzeit angewendeten Prüfverfahren werden in Tabelle 17.1 aufgeführt.

Tabelle 17.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE 7

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|-----------------------------------|---|-----------|
| <i>Prüfungen von Stoffen</i> | | |
| 7 (a) | EIS Kapselprüfung ^a | 17.4.1 |
| 7 (b) | EIS Gap-Prüfung ^a | 17.5.1 |
| 7 (c) (i) | Susan-Schlagprüfung | 17.6.1 |
| 7 (c) (ii) | Bröckligkeitsprüfung ^a | 17.6.2 |
| 7 (d) (i) | EIS Geschossaufschlagprüfung ^a | 17.7.1 |
| 7 (d) (ii) | Bröckligkeitsprüfung | 17.7.2 |
| 7 (e) | EIS Außenbrandprüfung ^a | 17.8.1 |
| 7 (f) | EIS Langsame Aufheizprüfung unter Einschluss ^a | 17.9.1 |
| <i>Prüfungen von Gegenständen</i> | | |
| 7 (g) | 1.6 Gegenstand Außenbrandprüfung ^a | 17.10.1 |
| 7 (h) | 1.6 Gegenstand Langsame Aufheizprüfung ^a | 17.11.1 |
| 7 (j) | 1.6 Gegenstand Geschossaufschlagprüfung ^a | 17.12.1 |
| 7 (k) | 1.6 Gegenstand Stapelprüfung ^a | 17.13.1 |
| 7 (l) | 1.6 Gegenstand Splittereinschlagprüfung ^a | 17.14.1 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

17.3 Prüfbedingungen

17.3.1 Alle explosiven Bauteile müssen während der Prüfungen 7 (g) bis 7 (l) der Prüfserie 7 im Gegenstand vorhanden sein. Kleinere explosive Bauteile, die Stoffe enthalten, die nicht den Prüfungen 7 (a) bis 7 (f) unterzogen werden müssen, müssen besonders gezielt in den Prüfungen 7 (j) bis 7 (l) untersucht werden, wenn davon auszugehen ist, dass diese die schlimmste Reaktion des Prüfgegenstandes hervorrufen können. Damit soll sichergestellt werden, dass die Wahrscheinlichkeit deren unbeabsichtigter Auslösung oder Übertragung auf den 1.6 Gegenstand vernachlässigbar ist.

17.3.2 Ein Stoff, der als explosive Hauptladung in einem Gegenstand der Unterklasse 1.6 vorgesehen ist, ist gemäß den Prüfserien 3 und 7 zu prüfen. Ein Stoff, der als größere (Dimension) Verstärkungsladung in einem Artikel der Unterklasse 1.6 vorgesehen ist, dessen Volumengröße jedoch relativ zu der explosiven Hauptladung, die er zündet, begrenzt ist, ist gemäß Prüfserie 3 und den Prüfungen 7 (c) (ii) und 7 (e) zu prüfen. Die Prüfserie 7 ist mit dem Stoff in der Form (d. h. Zusammensetzung, Körnung, Dichte usw.) durchzuführen, in der er in dem Gegenstand verwendet wird.

17.3.3 Ein Gegenstand, der für eine Zuordnung in die Unterklasse 1.6 vorgesehen ist, ist den Prüfungen der Prüfserie 7 erst dann zu unterziehen, wenn die Ergebnisse der Prüfungen 7 (a) bis 7 (f) für die Stoffe der explosiven Hauptladung und bestimmter Verstärkungsladungen zeigen, dass diese die Anforderungen für die Unterklasse 1.6 erfüllen. Ein Leitfaden zum Prüfverfahren der Stoffe ist in Abschnitt 10.4.3.6 vorgegeben.

17.3.4 Die Prüfungen 7 (g), 7 (h), 7 (j), 7 (k) und 7 (l) sind durchzuführen, um zu bestimmen, ob ein Gegenstand mit einer EIS-Hauptladung und ausreichend unempfindlichen Verstärkungsladungen der Unterklasse 1.6 zugeordnet werden kann. Diese Prüfungen werden auf Gegenstände in dem Zustand und in der Form angewendet, in denen sie zur Beförderung aufgegeben werden, ausgenommen, dass nicht-explosive Bestandteile weggelassen oder ersetzt werden können, wenn die zuständige Behörde davon überzeugt ist, dass dies die Ergebnisse der Prüfungen nicht ungültig macht.

17.3.5 Die Kriterien gemäß der Prüfserie 7 werden für die einzelnen Prüfungen im Anhang 8 (Beschreibung der Kriterien) aufgeführt, um Hilfestellung bei der Bewertung der Ergebnisse der Prüfungen 7 (g), 7 (h), 7 (j), 7 (k) und 7 (l) zu geben. Sie sind der zuständigen Behörde mitzuteilen, um die Zuordnung zur Unterklasse 1.6 zu belegen.

17.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfmart (a)

17.4.1 Prüfung 7 (a): EIS Kapselprüfung

17.4.1.1 *Einleitung*

Diese Stoßprüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines EIS-Kandidaten gegenüber intensiver mechanischer Beanspruchung*³ zu bestimmen.

17.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Der Versuchsaufbau für diese Prüfung ist der gleiche wie für Prüfung 5 (a) (siehe 15.4.1).

17.4.1.3 *Prüfverfahren*

Das Prüfverfahren ist das gleiche wie für Prüfung 5 (a) (siehe 15.4.1).

17.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Das Ergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff ist nicht als ein EIS einzustufen, wenn in einem der Versuche:

- (a) die Nachweis-Stahlplatte gerissen oder anderweitig durchschlagen wurde (d. h. Licht fällt durch die Beschädigung der Platte) - Beulen oder Verbiegungen der Platte zeigen keine Kapselempfindlichkeit an; oder
- (b) die Mitte des Bleizylinders von seiner ursprünglichen Länge um 3,2 mm oder mehr gestaucht wurde.

Andernfalls wird das Ergebnis „-“ bewertet.

17.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Ergebnis |
|--|-----------------|
| HMX/inertes Bindemittel (86/14), gegossen | - |
| HMX/energetisches Bindemittel (80/20), gegossen | + |
| HMX/Aluminium/energetisches Bindemittel (51/19/14), gegossen | - |
| RDX/TNT (60/40), gegossen | + |
| TATB/Kel-F (95/5), gepresst | - |

*³ *Im Englischen steht „mechanische Beanspruchung“. Es handelt sich aber um eine detonative Beanspruchung durch einen Standarddetonator.*

17.5 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfmart (b)

17.5.1 Prüfung 7 (b): EIS Gap-Prüfung

17.5.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines EIS-Kandidaten gegenüber einem festgelegten Stoßniveau^{*4}, d. h. einer festgelegten Geberladung und einer Sperrschicht zu bestimmen.

17.5.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Aufbau für diese Prüfung besteht aus einer explosiven Ladung (Geber), einem Hindernis (Zwischenraum), einem Behälter, der die Prüfladung (Akzeptor) enthält, und einer Nachweisplatte aus Stahl (Zielobjekt).

Folgende Materialien sind zu verwenden:

- (a) UN-Normdetonator oder Äquivalent;
- (b) ein Pressling (95 mm Durchmesser, 95 mm Länge) aus PETN/TNT (Pentolit) 50/50 oder RDX/Wachs 95/5 mit einer Dichte von $1600 \text{ kg/m}^3 \pm 50 \text{ kg/m}^3$;
- (c) Stahlrohr, nahtlos, mit einem Außendurchmesser von $95,0 \text{ mm} \pm 7,0 \text{ mm}$, einer Wanddicke von $9,75 \text{ mm} \pm 2,75 \text{ mm}$ und einem Innendurchmesser von $73,0 \text{ mm} \pm 7,0 \text{ mm}$ und einer Länge von 280 mm *mit den folgenden mechanischen Eigenschaften*^{*5}:
 - Zugfestigkeit = 420 MPa ($\pm 20 \%$ Abweichung)
 - Elongation (Prozent) = 22 ($\pm 20 \%$ Abweichung)
 - Brinellhärte = 125 ($\pm 20 \%$ Abweichung);
- (d) Stoffproben, maschinell auf einen Durchmesser gebracht, der geringfügig kleiner als der Durchmesser des Stahlrohrs ist. Der Luftzwischenraum zwischen Probe und Rohrwand sollte so klein wie möglich sein;
- (e) Rundstab aus Plexiglas (PMMA), 95 mm Durchmesser, 70 mm Länge;

^{*4} Es handelt sich um einen Detonationsstoß.

^{*5} Der kursiv gedruckte Text in (c) bzgl. der mechanischen Eigenschaften wurde mit dem 2. Amendment der x.ten Ausgabe gestrichen. Er dient hier in der deutschen Fassung als Orientierung, welche mechanischen Eigenschaften bis dahin empfohlen wurden.

- (f) Platte aus unlegiertem Stahl, 200 mm x 200 mm x 20 mm, mit den folgenden mechanischen Eigenschaften*⁶:
- Zugfestigkeit = 580 MPa (± 20 % Abweichung)
 - Elongation (Prozent) = 21 (± 20 % Abweichung)
 - Brinellhärte = 160 (± 20 % Abweichung);
- (g) Holzblock, 95 mm Durchmesser und 25 mm dick, mit einem durch die Mitte gebohrten Loch, um den Detonator zu halten.

17.5.1.3 Prüfverfahren

17.5.1.3.1 Wie in Abbildung 17.5.1.1 gezeigt, werden der Detonator, die Geberladung, die Sperrschicht und die Akzeptorladung zentrisch oberhalb der Mitte der Nachweisplatte ausgerichtet. Ein 1,6 mm großer Luftzwischenraum wird durch geeignete Abstandhalter, die die Akzeptorladung nicht überlappen, zwischen dem freien Ende der Akzeptorladung und der Nachweisplatte erhalten. Es ist dafür zu sorgen, dass ein guter Kontakt zwischen dem Detonator und der Geberladung, der Geberladung und der Sperrschicht und der Sperrschicht und der Akzeptorladung sichergestellt ist. Die zu prüfende Probe und die Verstärkerladung sollten während der Prüfung Umgebungstemperatur haben.

17.5.1.3.2 Um das Sammeln der Reststücke der Nachweisplatte zu erleichtern, kann die gesamte Einrichtung über einem Wasserbehälter mit wenigstens 10 cm Luftzwischenraum zwischen der Oberfläche des Wassers und dem Boden der Nachweisplatte, die nur auf zwei Ecken gehalten wird, montiert werden.

17.5.1.3.3 Alternative Sammelverfahren können angewendet werden, aber es ist wichtig, dass ausreichend freier Raum unterhalb der Nachweisplatte ist, so dass der Durchschlag der Platte nicht behindert wird. Die Prüfung wird dreimal durchgeführt, es sei denn, vorzeitig wird ein positives Ergebnis beobachtet.

17.5.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

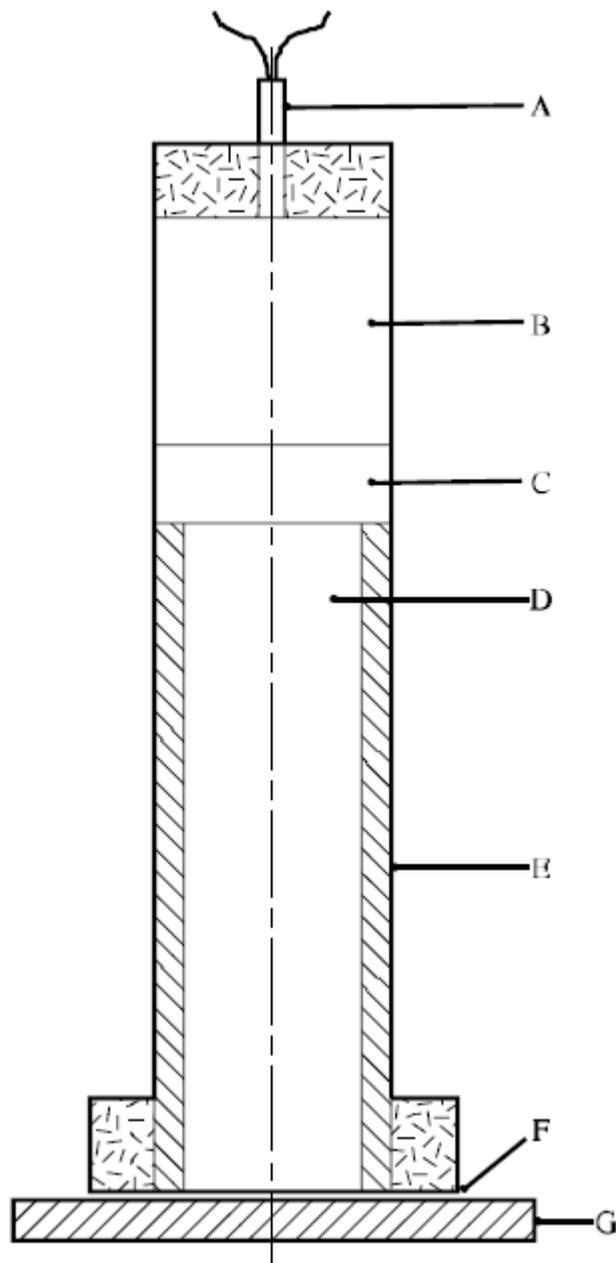
Ein durch die Platte sauber gestanztes Loch zeigt an, dass in der Probe eine Detonation initiiert wurde. Ein Stoff, der in einem Einzelversuch detoniert, ist kein EIS und das Ergebnis wird als „+“ vermerkt.

17.5.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Ergebnis |
|--|----------|
| HMX/inertes Bindemittel (86/14), gegossen | + |
| HMX/energetisches Bindemittel (80/20), gegossen | + |
| HMX/Aluminium/energetisches Bindemittel (51/19/14), gegossen | + |
| RDX/inertes Bindemittel (85/15), gegossen | + |
| RDX/TNT (60/40), gegossen | + |
| TATB/Kel-F (95/5), gepresst | - |
| TNT, gegossen | + |

*⁶ Der kursiv gedruckte Text in (f) bzgl. der mechanischen Eigenschaften wurde mit dem 2. Amendment der x.ten Ausgabe gestrichen. Er dient hier in der deutschen Fassung als Orientierung, welche mechanischen Eigenschaften bis dahin empfohlen wurden.

Abbildung 17.5.1.1: EIS GAP-PRÜFUNG



-
- (A) Detonator
 - (C) PMMA Sperrschicht
 - (E) Stahlrohr
 - (G) Nachweisplatte

- (B) Verstärkungsladung
 - (D) Zu prüfender Stoff
 - (F) Luftzwischenraum
-

17.6 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie 7 Prüfmart (c)

17.6.1 Prüfung 7 (c) (i): Susan-Schlagprüfung

17.6.1.1 Einleitung

Die Susan-Schlagprüfung wird angewendet, um den Grad der explosiven Reaktion bei einem Schlag mit hoher Geschwindigkeit zu bewerten. Diese Prüfung wird durch das Laden der Sprengstoffe in genormte Geschosse und das Feuern der Geschosse bei einer bestimmten Geschwindigkeit gegen ein Zielobjekt ausgeführt.

17.6.1.2 Prüfgeräte und Materialien

17.6.1.2.1 Es werden durch übliche Verfahren hergestellte Explosivstoffkörper mit einem Durchmesser von 51 mm und einer Länge von 102 mm verwendet.

17.6.1.2.2 In der Susan-Schlagprüfung wird das in Abbildung 17.6.1.1 gezeigte Prüfgeschoss verwendet. Das Geschoss hat ein Gesamtgewicht von 5,4 kg und enthält geringfügig weniger als 0,45 kg Explosivstoff. Die Außenabmessungen sind 81,3 mm Durchmesser bei einer Länge von 220 mm.

17.6.1.2.3 Die Geschosse werden von einem 81,3 mm (Innendurchmesser) glatten Geschosslauf abgeschossen. Die Mündung wird ungefähr 4,65 m von der 64 mm dicken, glatten Panzerstahlplatte entfernt positioniert. Die Aufschlaggeschwindigkeit des Geschosses wird durch Anpassen der Treibladungen in der Kanone erzielt.

17.6.1.2.4 Eine schematische Zeichnung der Schießanlage, die den Aufbau der Kanone und die relativen Positionen der Messausrüstung zeigt, wird in Abbildung 17.6.1.2 gezeigt. Die Flugbahn ist ungefähr 1,2 m oberhalb des Bodenniveaus.

17.6.1.2.5 Das Prüfgelände ist mit kalibrierten Druckaufnehmern und Aufzeichnungseinrichtungen ausgestattet. Das Aufzeichnungssystem für den Luftstoßdruck muss einen Frequenzgang von wenigstens 20 kHz haben. Aufschlaggeschwindigkeiten und der Überdruck der Luftstoßwelle werden gemessen. Der Luftstoßdruck wird in einer Entfernung von 3,05 m vom Aufschlagpunkt (Messstellen in Abbildung 17.6.1.2) gemessen.

17.6.1.3 Prüfverfahren

17.6.1.3.1 Die Treibladung in der Kanone ist so zu bemessen, dass eine Geschossgeschwindigkeit von 333 m/s erzielt wird. Das Geschoss wird abgefeuert und die Aufschlaggeschwindigkeit und der Luftstoßdruck, hervorgerufen als ein Ergebnis der Reaktion auf den Aufschlag, werden registriert. Wird eine Geschwindigkeit von 333 m/s (+10 %, -0 %) nicht erzielt, wird die Treibmittelmenge geändert und die Prüfung wiederholt.

17.6.1.3.2 Wenn eine Aufschlaggeschwindigkeit von 333 m/s erreicht ist, wird die Prüfung wiederholt bis genaue Druck-/Zeitaufzeichnungen von wenigstens fünf einzelnen Schüssen erzielt wurden. Bei jeder dieser präzisen Schüsse muss die Aufschlaggeschwindigkeit 333 m/s (+10 %, -0 %) betragen.

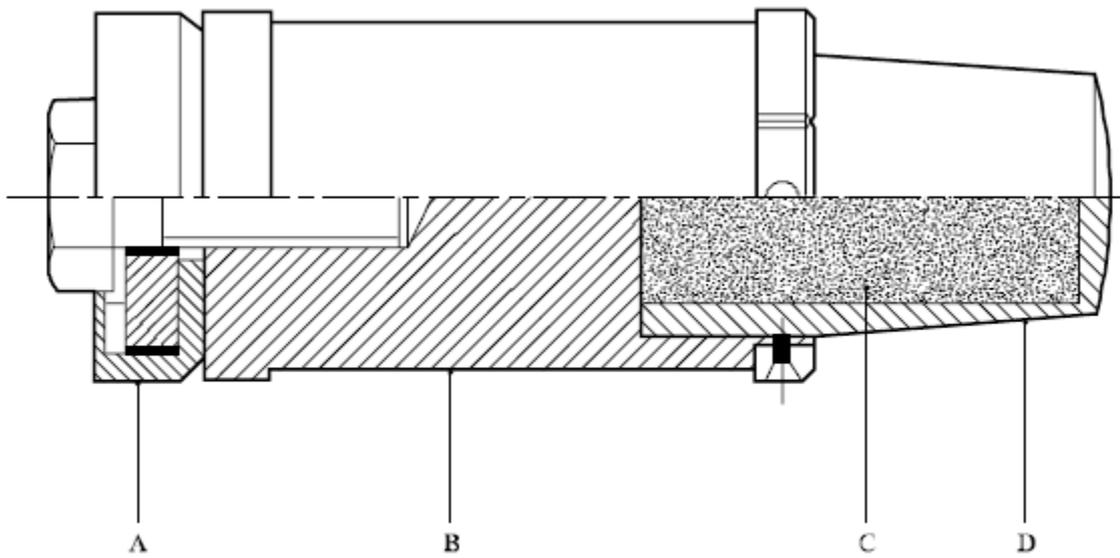
17.6.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Der maximale Luftstoßüberdruck, der von jedem Luftstoß festgestellt wird, wird registriert. Der Durchschnitt der Maximaldrücke, die bei fünf präzisen Schüssen erzielt wurden, wird bestimmt. Ist der Durchschnittsdruck, der bei einem solchen Prüfverfahren erzielt wurde, größer oder gleich 27 kPa, dann ist der Stoff kein EIS-Sprengstoff und das Ergebnis wird als „+“ vermerkt.

17.6.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Ergebnis |
|--|-----------------|
| HMX/inertes Bindemittel (86/14), gegossen | - |
| HMX/energetisches Bindemittel (80/20), gegossen | + |
| HMX/Aluminium/energetisches Bindemittel (51/19/14), gegossen | + |
| RDX/TNT (60/40), gegossen | + |
| TATB/Kel-F (95/5), gepresst | - |

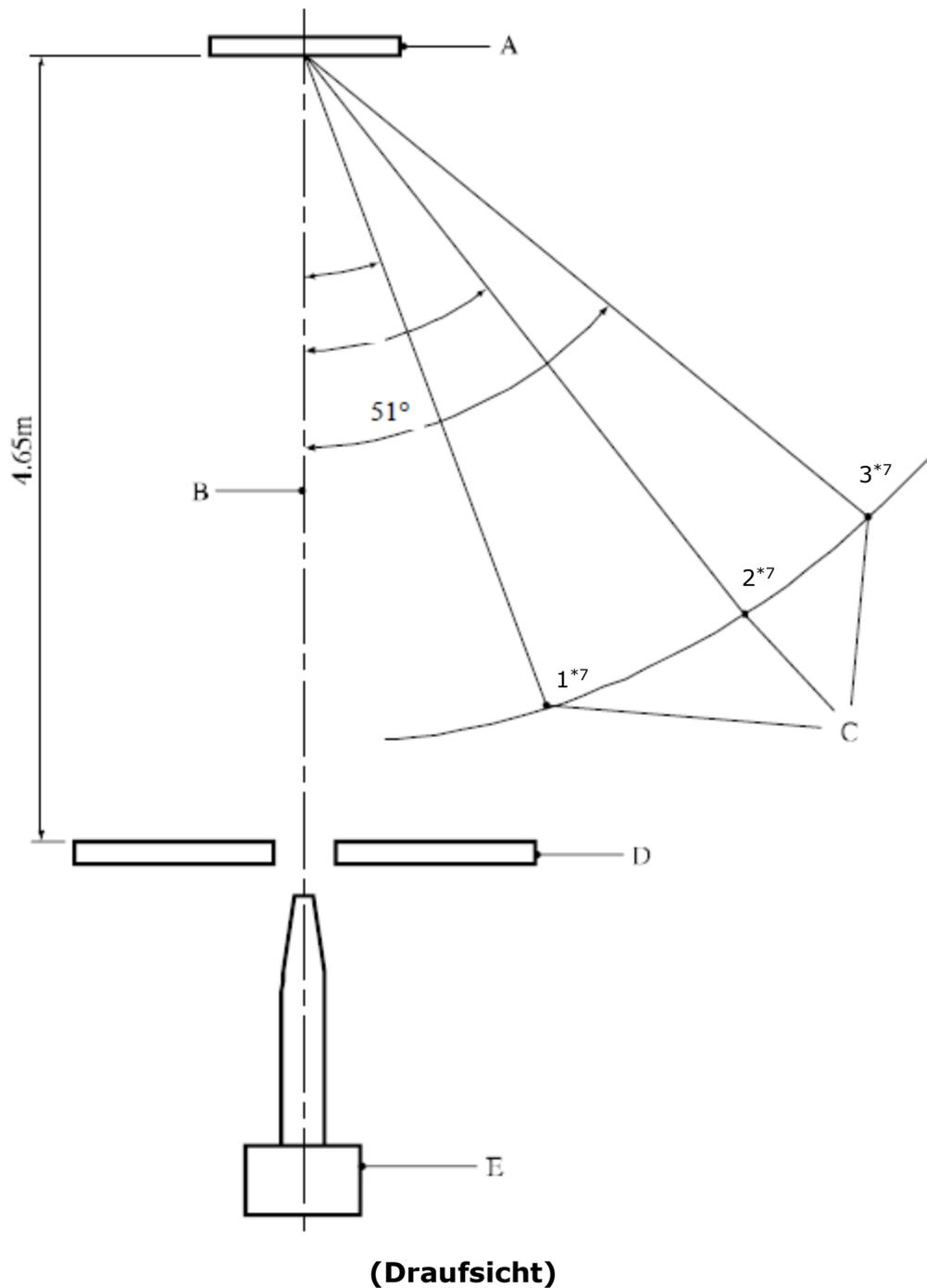
Abbildung 17.6.1.1: SUSAN-GESCHOSS



(A) Lederdichtung
(C) Zu prüfender Sprengstoff

(B) Stahlkörper
(D) Aluminiumkappe

Abbildung 17.6.1.2: SCHEMATISCHER AUFBAU DER SUSAN-PRÜFUNG



- | | | | |
|-----|--|-----|------------------|
| (A) | Zielplatte (6,4 cm dick) | (B) | Flugweg |
| (C) | Luftstoßdruckaufnehmer (3,05 m vom Zielpunkt) | (D) | Schwadenbarriere |
| (E) | 81,3-mm-Kanone | | |

**7 1, 2 und 3 sind Luftstoßdruckaufnehmer (drei Messstellen, jeweils 3,05 m vom Zielpunkt entfernt) und nicht in der englischen Ausgabe angegeben.*

17.6.2 **Prüfung 7 (c) (ii): Bröckligkeitsprüfung**

17.6.2.1 *Einleitung*

Die Bröckligkeitsprüfung wird angewendet, um die Tendenz eines festen EIS-Kandidaten festzustellen, sich unter der Wirkung eines Schlages gefährlich zu verändern.

17.6.2.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Die nachfolgenden Prüfgeräte sind erforderlich:

- (a) eine Waffe zum Verschießen zylindrischer Prüfstücke mit einem Durchmesser von 18 mm mit einer Geschwindigkeit von 150 m/s;
- (b) eine Z30C-13-Edelstahlplatte, 20 mm dick, mit einer Rauheit der Vorderseite von 3,2 Mikron (Normen AFNOR NF E 05-015 und NF E 05-016);
- (c) eine $108 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$ manometrische Bombe bei 20 °C;
- (d) Eine Zündkapsel, die einen Glühdraht und 0,5 g Schwarzpulver mit einer mittleren Korngröße von 0,75 mm enthält. Die Zusammensetzung des Schwarzpulvers ist 74 % Kaliumnitrat, 10,5 % Schwefel und 15,5 % Kohlenstoff. Der Feuchtigkeitsgehalt sollte weniger als 1 % betragen;
- (e) eine zylindrische Probe eines kompakten Stoffes mit einem Durchmesser von $18 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$. Die Länge wird so angepasst, dass eine Masse von $9,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ erzielt wird. Die Probe wird auf eine Temperatur von 20 °C gebracht und gehalten;
- (f) eine Kiste zur Bergung der Bruchstücke.

17.6.2.3 *Prüfverfahren*

17.6.2.3.1 Die Probe wird mit einer Anfangsgeschwindigkeit, die groß genug ist, um so nahe wie möglich an eine Aufschlaggeschwindigkeit von 150 m/s heranzukommen, gegen die Stahlplatte geschossen. Die Masse der nach dem Schlag aufgesammelten Bruchstücke sollte mindesten 8,8 g betragen. Diese Bruchstücke werden in einer manometrischen Bombe gezündet. Es werden drei Prüfungen ausgeführt.

17.6.2.3.2 Die Kurve Druck gegen Zeit $p = f(t)$ wird registriert; dies gestattet es, die Kurve $(dp/dt) = f'(t)$ zu erstellen. Aus dieser Kurve wird der Maximalwert $(dp/dt)_{\max}$ abgelesen. Dies ermöglicht die Bestimmung des Wertes $(dp/dt)_{\max}$, der einer Aufschlaggeschwindigkeit von 150 m/s entspricht.

17.6.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Wenn der durchschnittliche Maximalwert $(dp/dt)_{\max}$, der bei einer Geschwindigkeit von 150 m/s erzielt wurde, größer als 15 MPa/ms ist, ist der geprüfte Stoff kein EIS und das Ergebnis wird als „+“ vermerkt.

17.6.2.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Ergebnis |
|--|-----------------|
| HMX/inertes Bindemittel (86/14), gegossen | - |
| HMX/energetisches Bindemittel (80/20), gegossen | + |
| HMX/Aluminium/energetisches Bindemittel (51/19/14), gegossen | - |
| RDX/TNT (60/40), gegossen | + |
| TATB/Kel-F (95/5), gepresst | - |

17.7 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie 7 Prüfmart (d)

17.7.1 Prüfung 7 (d) (i): EIS Geschossaufschlagprüfung

17.7.1.1 Einleitung

Die Geschossaufschlagprüfung wird angewendet, um die Reaktion eines EIS-Kandidaten auf eine kinetische Energieübertragung, welche mit Schlag und Durchschlag durch eine vorgegebene Energiequelle, d. h. ein 12,7-mm-Geschoss, das sich mit einer bestimmten Geschwindigkeit bewegt, verbunden ist, zu bewerten.

17.7.1.2 Prüfgeräte und Materialien

17.7.1.2.1 Durch normale Techniken hergestellte, explosive Prüfproben werden verwendet. Die Proben sollten eine Länge von 20 cm und einen Durchmesser haben, mit dem sie eng in ein nahtloses Stahlrohr passen, das einen Innendurchmesser von 45 mm ($\pm 10\%$ Abweichung), eine Wanddicke von 4 mm ($\pm 10\%$ Abweichung) und eine Länge von 200 mm hat. Die Rohre werden an den Enden mit Stahlkappen oder Kappen aus Gusseisen, die mindestens so fest wie das Rohr sind, verschlossen und mit einem Drehmoment von 204 Nm angezogen.

17.7.1.2.2 Das Geschoss ist ein genormtes 12,7-mm-Hartkerngeschoss mit einer Geschossmasse von 0,046 kg und wird mit einer Geschwindigkeit von ungefähr 840 m/s ± 40 m/s aus einer 12,7-mm-Waffe verschossen.

17.7.1.3 Prüfverfahren

17.7.1.3.1 Mindestens sechs Prüfgegenstände (explosiver Stoff in einem verschlossenen Stahlrohr) sind für die Prüfungen herzustellen.

17.7.1.3.2 Jeder Prüfgegenstand wird auf ein geeignetes Gestell in einer geeigneten Entfernung von der Mündung der Waffe gestellt. Jeder Prüfgegenstand muss in einer Haltevorrichtung auf seinem Gestell gesichert werden. Diese Vorrichtung muss so sein, dass sich der Gegenstand durch das Geschoss nicht verschieben oder lösen kann.

17.7.1.3.3 Eine Prüfung besteht aus dem Abfeuern eines Geschosses gegen jeden Prüfgegenstand. Es sollten wenigstens drei Prüfungen mit dem Prüfgegenstand durchgeführt werden, der so ausgerichtet ist, dass seine Längsachse senkrecht zur Fluglinie (d. h. Schlag durch die Seite des Rohres) ist. Es sind auch mindestens drei Prüfungen durchzuführen, bei denen der Prüfgegenstand so auszurichten ist, dass dessen Längsachse parallel zur Fluglinie (d. h. Schlag durch die Endkappe) ist.

17.7.1.3.4 Die Reste des Prüfbehälters werden gesammelt. Eine vollständige Fragmentierung des Behälters weist auf eine Explosion oder Detonation hin.

17.7.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Ein Stoff, der in einem der Versuche explodiert oder detoniert, ist kein EIS und das Ergebnis wird als „+“ vermerkt.

17.7.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Ergebnis |
|--|-----------------|
| HMX/inertes Bindemittel (86/14), gegossen | - |
| HMX/energetisches Bindemittel (80/20), gegossen | + |
| HMX/Aluminium/energetisches Bindemittel (51/19/14), gegossen | - |
| RDX/TNT (60/40), gegossen | + |
| TATB/Kel-F (95/5), gepresst | - |

17.7.2 Prüfung 7 (d) (ii): Bröckligkeitsprüfung

17.7.2.1 Einleitung

Die Bröckligkeitsprüfung wird angewendet, um die Reaktion eines sich mit einer bestimmten Geschwindigkeit bewegenden EIS-Kandidaten gegenüber einer kinetischen Energieübertragung, welche mit Schlag und Durchschlagen aus einer vorgegebenen Energiequelle verbunden ist, zu bewerten.

17.7.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Die nachfolgenden Prüfgeräte sind erforderlich:

- (a) eine Waffe, dafür bestimmt, zylindrische Prüfstücke mit einem Durchmesser von 18 mm, mit einer Geschwindigkeit von 150 m/s zu verschießen;
- (b) eine Z30C-13-Edelstahlplatte, 20 mm dick, mit einer Rauheit der Vorderseite von 3,2 Mikron (Normen AFNOR NF E 05-015 und NF E 05-016);
- (c) eine $108 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$ manometrische Bombe bei 20 °C;
- (d) eine Zündkapsel, die einen Glühdraht und 0,5 g Schwarzpulver mit einer mittleren Korngröße von 0,75 mm enthält. Die Zusammensetzung des Schwarzpulvers ist 74 % Kaliumnitrat, 10,5 % Schwefel und 15,5 % Kohlenstoff. Der Feuchtigkeitsgehalt sollte weniger als 1 % betragen;
- (e) eine zylindrische Probe eines kompakten Stoffes mit einem Durchmesser von $18 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$. Die Länge wird so angepasst, dass eine Masse von $9,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ erzielt wird. Die Probe wird auf eine Temperatur von 20 °C gebracht und bei dieser Temperatur gehalten;
- (f) eine Kiste zur Bergung der Bruchstücke.

17.7.2.3 Prüfverfahren

17.7.2.3.1 Die Probe wird mit einer Anfangsgeschwindigkeit, die groß genug ist, um so nahe wie möglich an eine Aufschlaggeschwindigkeit von 150 m/s heranzukommen, gegen die Stahlplatte geschossen. Die Masse der nach dem Schlag aufgesammelten Bruchstücke sollte mindestens 8,8 g betragen. Diese Bruchstücke werden in einer manometrischen Bombe gezündet. Es werden drei Prüfungen ausgeführt.

17.7.2.3.2 Die Kurve Druck gegen Zeit $p = f(t)$ wird registriert; dies gestattet es, die Kurve $(dp/dt) = f'(t)$ zu erstellen. Aus dieser Kurve wird der Maximalwert $(dp/dt)_{\max}$ abgelesen. Dies ermöglicht die Bestimmung des Wertes $(dp/dt)_{\max}$, der einer Aufschlaggeschwindigkeit von 150 m/s entspricht.

17.7.2.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Wenn der durchschnittliche Maximalwert $(dp/dt)_{\max}$, der bei einer Geschwindigkeit von 150 m/s erzielt wurde, größer als 15 MPa/ms ist, ist der geprüfte Stoff kein EIS und das Ergebnis wird als „+“ vermerkt.

17.7.2.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Ergebnis |
|--|-----------------|
| HMX/inertes Bindemittel (86/14), gegossen | - |
| HMX/energetisches Bindemittel (80/20), gegossen | + |
| HMX/Aluminium/energetisches Bindemittel (51/19/14), gegossen | - |
| RDX/TNT (60/40), gegossen | + |
| TATB/Kel-F (95/5), gepresst | - |

17.8 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfmart (e)

17.8.1 Prüfung 7 (e): EIS Außenbrandprüfung

17.8.1.1 *Einleitung*

Die Außenbrandprüfung wird angewendet, um die Reaktion eines EIS-Kandidaten unter Einschluss gegenüber einem Außenbrand zu bestimmen.

17.8.1.2 *Prüfverfahren*

Durch normale Techniken hergestellte, explosive Prüfproben werden verwendet. Die Proben sollten eine Länge von 20 cm und einen Durchmesser haben, mit dem sie eng in ein nahtloses Stahlrohr passen, das einen Innendurchmesser von 45 mm ($\pm 10\%$ Abweichung), eine Wanddicke von 4 mm ($\pm 10\%$ Abweichung) und eine Länge von 200 mm hat. Die Rohre werden an den Enden mit Stahlkappen oder Kappen aus Gusseisen, die mindestens so fest wie das Rohr sind, verschlossen und mit einem Drehmoment von 204 Nm angezogen.

17.8.1.3 *Prüfgeräte und Materialien*

17.8.1.3.1 Das Prüfverfahren ist das gleiche wie für Prüfung 6 (c) (siehe 16.6.1), ausgenommen wie in Abschnitt 17.8.1.3.2 unten vermerkt.

17.8.1.3.2 Die Prüfung wird wie folgt durchgeführt:

- (a) ein Feuer umhüllt fünfzehn unter Einschluss befindliche Proben, die in benachbarten Stapeln von jeweils 3 Proben, auf die zwei Proben gebunden werden, angeordnet werden; oder
- (b) drei Feuer, in denen jeweils fünf Proben horizontal ausgebreitet und mit einem Band zusammengebunden werden.

Es werden Farbfotografien angefertigt, um den Zustand der Proben nach jeder Prüfung festzuhalten. Kraterbildung sowie die Abmessungen und Lage von Splittern des Einschlussrohres werden als Hinweis auf den Reaktionsgrad dokumentiert.

17.8.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Ein explosiver Stoff, der detoniert oder heftig reagiert mit Splittern, die weiter als 15 m geworfen werden, ist kein EIS und das Ergebnis wird als „+“ vermerkt.

17.8.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Ergebnis |
|--|-----------------|
| HMX/ inertes Bindemittel (86/14), gegossen | - |
| HMX/inertes Bindemittel (85/15), gegossen | - |
| HMX/energetisches Bindemittel (80/20), gegossen | + |
| HMX/Aluminium/energetisches Bindemittel (51/19/14), gegossen | - |
| RDX/inertes Bindemittel (85/15), gegossen | + |
| RDX/TNT (60/40), gegossen | + |
| TATB/Kel-F (95/5), gepresst | - |

17.9 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfmart (f)

17.9.1 Prüfung 7 (f): EIS Langsame Aufheizprüfung unter Einschluss

17.9.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Reaktion eines EIS-Kandidaten auf ein schrittweises Ansteigen der Umgebungstemperatur und die Temperatur, bei der die Reaktion eintritt, zu bestimmen.

17.9.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

17.9.1.2.1 Durch normale Techniken hergestellte, explosive Prüfproben werden verwendet. Die Proben sollten eine Länge von 20 cm und einen Durchmesser haben, mit dem sie eng in ein nahtloses Stahlrohr passen, das einen Innendurchmesser von 45 mm ($\pm 10\%$ Abweichung), eine Wanddicke von 4 mm ($\pm 10\%$ Abweichung) und eine Länge von 200 mm hat. Die Rohre werden an den Enden mit Stahlkappen oder Kappen aus Gusseisen, die mindestens so fest wie das Rohr sind, verschlossen und mit einem Drehmoment von 204 Nm angezogen.

17.9.1.2.2 Der Probenaufbau wird in einem Ofen platziert, der in einem Temperaturbereich von 40 °C bis 365 °C für eine kontrollierte Umgebungstemperatur sorgt und in welchem sich die Lufttemperatur mit 3,3 °C pro Stunde über den gesamten Temperaturbereich erhöhen lässt. Durch Luftzirkulation oder andere Mittel ist sicherzustellen, dass die Probe eine einheitliche Umgebungstemperatur hat.

17.9.1.2.3 Vorrichtungen zum Aufzeichnen der Temperatur werden verwendet, um die Temperatur in Intervallen von zehn Minuten oder weniger zu überwachen; permanente Überwachung ist vorzuziehen. Eine Messgeräteausrüstung mit einer Genauigkeit von $\pm 2\%$ über den Prüftemperaturbereich wird verwendet zur Temperaturmessung

(a) der Luft innerhalb des Ofens; und

(b) der Außenfläche des Stahlrohrs.

17.9.1.3 *Prüfverfahren*

17.9.1.3.1 Der Prüfgegenstand ist einem schrittweisen Anstieg der Lufttemperatur mit einer Rate von 3,3 °C pro Stunde unterworfen, bis eine Reaktion eintritt. Die Prüfung kann mit dem auf 55 °C unterhalb der vorausgesagten Reaktionstemperatur vorgeheizten Prüfgegenstand beginnen. Die Temperatur bei einsetzender Reaktion, bei der die Temperatur der Probe die Temperatur des Ofens überschreitet, ist zu registrieren.

17.9.1.3.2 Nach jeder Prüfung werden das Rohr oder Splitter des Rohres im Prüfraum geborgen und in Hinblick auf ein Anzeichen für eine heftige explosive Reaktion geprüft. Es können Farbfotografien aufgenommen werden, um den Zustand der Einheit und der Prüfausrüstung vor und nach der Prüfung zu dokumentieren. Kraterbildung und die Abmessungen und Lage von Splittern können auch als Hinweis auf den Grad der Reaktion dokumentiert werden.

17.9.1.3.3 Es sind für jeden Stoff-Kandidaten drei Prüfungen durchzuführen, es sei denn, ein positives Ergebnis wird früher beobachtet.

17.9.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Ein Stoff, der detoniert oder heftig reagiert (Splitterbildung an einem oder zwei Endkappen und Zersplitterung des Rohres in mehr als drei Stücke), wird nicht als ein EIS angesehen und das Ergebnis wird als „+“ vermerkt.

17.9.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Ergebnis |
|---|-----------------|
| HMX/inertes Bindemittel (86/14), gegossen | - |
| HMX/energetisches Bindemittel (80/20), gegossen | + |
| RDX/TNT (60/40), gegossen | + |
| TATB/Kel-F (95/5), gepresst | - |

17.10 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfmart (g)

17.10.1 Prüfung 7 (g): 1.6 Gegenstand (oder Bauteil) Außenbrandprüfung

17.10.1.1 Einleitung

Die Außenbrandprüfung wird angewendet, um die Reaktion eines wie für den Transport verpackten Gegenstandes, der möglicherweise der Unterklasse 1.6 zuzuordnen ist, gegenüber einem Außenbrand zu bestimmen.

17.10.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Versuchsaufbau für diese Prüfung ist der gleiche wie für Prüfung 6 (c) (siehe 16.6.1.2).

17.10.1.3 Prüfverfahren

17.10.1.3.1 Das Prüfverfahren für diese Prüfung ist das gleiche wie für Prüfung 6 (c) (siehe 16.6.1.3), ausgenommen, dass das Volumen eines einzelnen Gegenstandes 0,15 m³ überschreitet; dann wird nur ein Gegenstand benötigt.

17.10.1.3.2 Farbfotografien sind anzufertigen, um den Zustand der Prüfgegenstände und der Versuchseinrichtung vor und nach dem Versuch zu dokumentieren. Reste von explosiven Substanzen, Fragmentierung, Druckwelle, Projektile, Kraterbildung, Beschädigungen an den Nachweisschirmen und Schubentwicklung werden für die Bewertung des Verhaltens des Gegenstandes dokumentiert.

17.10.1.3.3 Farbvideos, die über die Dauer jeden Versuchs aufgenommen werden, können für die Bewertung des Verhaltens wesentlich sein. Bei der Positionierung der Kamera(s) ist es wichtig, sicherzustellen, dass das Sichtfeld nicht durch Prüfeinrichtungen oder die Messausstattung versperrt ist und dass das Sichtfeld der Kamera alle notwendigen Informationen beinhaltet.

17.10.1.3.4 Um komplexe Gegenstände mit mehreren explosiven EIS-Hauptladungen einzustufen, sind Außenbrandversuche mit den individuellen Bauteilen der Hauptladungen durchzuführen, damit die Reaktion des Gegenstandes vollständig beschrieben und bewertet werden kann.

17.10.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Wenn es eine heftigere Reaktion als einen wie in Anhang 8 beschriebenen Abbrand gibt, wird das Ergebnis als „+“ vermerkt und die Gegenstände werden nicht als Gegenstände der Unterklasse 1.6 klassifiziert.

17.11. Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfmart (h)

17.11.1 Prüfung 7 (h): 1.6 Gegenstand oder Bauteil langsame Aufheizprüfung

17.11.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Reaktion eines Gegenstandes, der ein Kandidat für einen Gegenstand der Unterklasse 1.6 ist, gegenüber schrittweisem Ansteigen der Umgebungswärme, zu bestimmen und die Temperatur herauszufinden, bei der die Reaktion eintritt.

17.11.1.2 Prüfgeräte und Materialien

17.11.1.2.1 Der Prüfgegenstand wird in einem Ofen platziert, der in einem Temperaturbereich von 40 °C bis 365 °C für eine kontrollierte Umgebungstemperatur sorgt. In dem Ofen soll sich die Lufttemperatur mit 3,3 °C pro Stunde über den gesamten Temperaturbereich erhöhen lassen und Temperaturspitzen sollen minimiert werden, damit sichergestellt ist, dass der Prüfgegenstand (durch Zirkulation oder andere Mittel) eine einheitliche Umgebungstemperatur hat. Sekundärreaktionen (wie solche, die durch ausschwitzendes Material und explosive Gase, die in Kontakt mit den Heizvorrichtungen kommen, verursacht werden) machen die Prüfung ungültig, diese können aber durch einen verschlossenen Innencontainer, der die unverpackten Gegenstände umschließt, verhindert werden. Eine Druckentlastungsvorrichtung ist vorzusehen, da aufgrund der Erwärmung während der Prüfung ein erhöhter Luftdruck erzeugt wird.

17.11.1.2.2 Vorrichtungen zum Aufzeichnen der Temperatur (solche mit permanenter Aufzeichnung) werden verwendet, um die Temperatur fortlaufend zu messen, mindestens aber alle zehn Minuten. Eine Messgeräteausrüstung mit einer Genauigkeit von $\pm 2\%$ über den Prüftemperaturbereich wird verwendet zur Temperaturmessung

- (a) im Luftraum, der sich direkt um den Prüfgegenstand befindet; und
- (b) an der Außenfläche des Prüfgegenstandes.

17.11.1.3 Prüfverfahren

17.11.1.3.1 Der Prüfgegenstand wird einem schrittweisen Anstieg der Lufttemperatur mit einer Rate von 3,3 °C pro Stunde unterworfen, bis eine Reaktion der Einheit eintritt. Die Prüfung kann mit dem auf 55 °C unter der vorausgesagten Reaktionstemperatur vorgeheizten Prüfgegenstand beginnen. Die Temperaturen und die verstrichene Prüfzeit werden gemessen und registriert.

17.11.1.3.2 Farbfotografien sind anzufertigen, um den Zustand des Prüfgegenstandes und der Versuchseinrichtung vor und nach dem Versuch zu dokumentieren. Reste von explosiven Substanzen, Fragmentierung, Druckwelle, Projektile, Kraterbildung, Beschädigungen an der Nachweisplatte und Schubentwicklung werden für die Bewertung des Verhaltens des Gegenstandes dokumentiert. Farbvideos, die über die Dauer jeden Versuchs aufgenommen werden, können für die Bewertung des Verhaltens wesentlich sein. Bei der Positionierung der Kamera(s) ist es wichtig, sicherzustellen, dass das Sichtfeld nicht durch Prüfeinrichtungen oder die Messausrüstung versperrt ist und dass das Sichtfeld der Kamera alle notwendigen Informationen beinhaltet.

17.11.1.3.3 Die Prüfung wird zweimal durchgeführt, es sein denn, ein positives Ergebnis wird früher erzielt. Um komplexe Gegenstände mit mehreren explosiven EIS-Hauptladungen einzustufen, sind langsame Aufheizprüfungen mit den individuellen Bauteilen der Hauptladungen durchzuführen, damit die Reaktion des Gegenstandes vollständig beschrieben und bewertet werden kann.

17.11.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Tritt eine Reaktion ein, die heftiger ist als der in Anhang 8 beschriebene Abbrand, wird das Ergebnis als „+“ vermerkt und die Gegenstände werden nicht als Gegenstände der Unterklasse 1.6 klassifiziert.

17.12 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfarm (j)

17.12.1 Prüfung 7 (j): 1.6 Gegenstand oder Bauteil Geschossaufschlagprüfung

17.12.1.1 *Einleitung*

Die Geschossaufschlagprüfung wird angewendet, um die Reaktion eines Kandidaten auf die kinetische Energieübertragung für die Unterklasse 1.6, welche mit Schlag und Durchschlag durch eine vorgegebene Energiequelle verbunden ist, zu bewerten.

17.12.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Drei 12,7-mm-Schussapparate werden benutzt um 12,7 mm panzerbrechende Munition mit einer Geschossmasse von 0,046 kg zu verschießen. Standardtreibladungen benötigen möglicherweise eine Anpassung zur Einstellung einer Geschossgeschwindigkeit innerhalb des Toleranzbereichs. Die Schussapparate werden ferngesteuert ausgelöst und zum Schutz vor Splintern durch ein Loch in einer schweren Stahlplatte abgefeuert. Die Mündung des Schussapparates sollte mindestens 10 m vom Prüfstück entfernt sein, um eine Stabilisierung des Projektils vor dem Einschlag zu ermöglichen und maximal 30 m vom Prüfstück entfernt sein, je nach Explosivstoffmasse des Prüfstücks. Das Prüfstück sollte in einer Halterung befestigt sein, die in der Lage ist, das Prüfstück gegen eine Verschiebung durch die Projektile zu sichern.

17.12.1.3 *Prüfverfahren*

17.12.1.3.1 Ein Gegenstand, der Kandidat für die Unterklasse 1.6 ist, wird einer drei Schuss-Salve bei einer Geschwindigkeit von $840 \text{ m/s} \pm 40 \text{ m/s}$ und einer Feuerrate von 600 Schuss/Minute, unterworfen. Die Prüfung wird in drei verschiedenen räumlichen Anordnungen wiederholt, die Aufschlagstelle an der verwundbarsten Stelle des Prüfgegenstands wird von der zuständigen Behörde festgelegt. Für die Festlegung dieser Bereiche ist die explosive Empfindlichkeit (Explosionsfähigkeit und Empfindlichkeit) mit dem Wissen über den Aufbau des Gegenstandes zu kombinieren, damit die Auslösung mit der möglichst heftigsten Reaktion angegeben werden kann.

17.12.1.3.2 Farbfotografien sind anzufertigen, um den Zustand des Prüfgegenstandes und der Versuchseinrichtung vor und nach dem Versuch zu dokumentieren. Reste von explosiven Substanzen, Fragmentierung, Druckwelle, Projektile, Kraterbildung, Beschädigungen an der Nachweisplatte und Schubentwicklung werden für die Bewertung des Verhaltens des Gegenstandes dokumentiert.

17.12.1.3.3 Farbvideos, die über die Dauer jeden Versuchs aufgenommen werden, können für die Bewertung des Verhaltens wesentlich sein. Bei der Positionierung der Kamera(s) ist es wichtig, sicherzustellen, dass das Sichtfeld nicht durch Prüfeinrichtungen oder die Messausstattung versperrt ist und dass das Sichtfeld der Kamera alle notwendigen Informationen beinhaltet.

17.12.1.3.4 Um komplexe Gegenstände mit mehreren explosiven EIS-Hauptladungen einzustufen, sind Geschossaufschlagprüfungen mit den individuellen Bauteilen der Hauptladungen durchzuführen, damit die Reaktion des Gegenstandes vollständig charakterisiert und bewertet werden kann.

17.12.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Tritt eine Reaktion ein, die heftiger ist als der in Anhang 8 beschriebene Abbrand, wird das Ergebnis als „+“ vermerkt und die Gegenstände werden nicht als Gegenstände der Unterklasse 1.6 klassifiziert.

17.13 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfmart (k)

17.13.1 Prüfung 7 (k): 1.6 Gegenstand Stapelprüfung

17.13.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um zu bestimmen, ob eine Detonation eines Kandidaten für einen Gegenstand der Unterklasse 1.6, wie er für die Beförderung aufgegeben wird, eine Detonation in einem benachbarten gleichen Gegenstand auslöst.

17.13.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Versuchsaufbau ist der gleiche wie für die Prüfung nach 6 (b) (siehe 16.5.1.2) mit einem Versuch mit Einschluss und einem anderen ohne Einschluss. Die Prüfung wird nur mit detonationsfähigen Kandidaten, die für eine Einstufung in die Unterklasse 1.6 vorgesehen sind, durchgeführt. Auf die Gegenstand Stapelprüfung 7 (k) wird für nicht detonationsfähige Kandidaten, die für eine Einstufung in die Unterklasse 1.6 (Nachweise hierfür liegen vor, wenn der Gegenstand eine Detonation nicht unterstützen kann) vorgesehen sind, verzichtet. Bei Gegenständen, die für eine detonative Wirkung bestimmt sind, wird für die Auslösung der Geberladung (Detonator) das eigene Zündmittel des Gegenstandes oder ein vergleichbarer Impuls verwendet. Falls der Gegenstand nicht für eine detonative Wirkung bestimmt ist, aber dennoch in der Lage ist, eine Detonation zu unterstützen, soll für die Initiierung der Geberladung ein Zündsystem verwendet werden, dessen explosive Effekte einen möglichst geringen Einfluss auf den/die Empfängergegenstand/-gegenstände (Akzeptor) haben.

17.13.1.3 Prüfverfahren

Der Versuchsaufbau ist der gleiche wie für die Prüfung nach 6 (b) (siehe 16.5.1.3). Die Prüfung wird zweimal durchgeführt, es sei denn, eine Detonation eines Akzeptors wird vorher beobachtet. Farbfotografien sind anzufertigen, um den Zustand der Prüfgegenstände und der Versuchseinrichtung vor und nach dem Versuch zu dokumentieren. Reste von explosiven Substanzen, Fragmentierung, Druckwelle, Projektile, Kraterbildung, Beschädigungen an der Nachweisplatte und Schubentwicklung werden für die Bewertung, ob ein Akzeptor detoniert ist (einschließlich teilweiser Detonation), dokumentiert. Druckstoßdaten können verwendet werden, um diese Entscheidung zu unterstützen. Farbvideos, die über die Dauer jeden Versuchs aufgenommen werden, können für die Bewertung des Verhaltens wesentlich sein. Bei der Positionierung der Kamera(s) ist es wichtig, sicherzustellen, dass das Sichtfeld nicht durch Prüfeinrichtungen oder die Messausstattung versperrt ist und dass das Sichtfeld der Kamera alle notwendigen Informationen beinhaltet. Der Vergleich der Ergebnisse der zwei Stapelprüfungen mit den Ergebnissen einer kalibrierten einzelnen Geberladung oder mit dem berechneten Detonationsdruck der Geberladung kann bei der Bewertung des Verhaltens des Akzeptors hilfreich sein.

17.13.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Wenn im Stapel eine Detonation von einem Donator zu einem Akzeptor weitergeleitet wird, wird das Prüfergebnis als „+“ vermerkt und der Gegenstand kann nicht der Unterklasse 1.6 zugeordnet werden. Reaktionen des Akzeptorgegenstandes wie keine Reaktion, Abbrand, Deflagration oder Explosion, wie in Anhang 8 beschrieben, werden als negative Ergebnisse bewertet und mit „-“ vermerkt.

17.14 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 7 Prüfmart (I)

17.14.1 Prüfung 7 (I): 1.6 Gegenstand (oder Bauteil) Splittereinschlagprüfung

17.14.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um das Verhalten eines Gegenstandes in seiner Transportkonfiguration zu bestimmen, wenn ein örtlich lokalisierter Stoßimpuls, der typisch für den Splittereinschlag eines in der Nähe detonierenden Gegenstandes ist, auf ihn einwirkt.

17.14.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Um Abweichungen aufgrund von Gierung zu verringern, wird ein Gewehrsystem, mit welchem ein Standard-18,6-g-Stahlsplitter in Form eines geraden kreisförmigen Zylinder mit einer konischen Spitze, wie in Abbildung 17.14.1 beschrieben, auf einen 1.6 Gegenstand geschossen werden kann, empfohlen. Der Abstand zwischen dem Schussgerät und dem Prüfgegenstand muss sicherstellen, dass der Splitter beim Einschlag ballistisch stabil ist. Barrikaden müssen das ferngesteuerte Gewehrsystem vor den möglichen zerstörenden Wirkungen des Prüfgegenstandes schützen.

17.14.1.3 Prüfverfahren

17.14.1.3.1 Die Prüfung wird in zwei unterschiedlichen räumlichen Ausrichtungen wiederholt, damit der Einschlag an der von der zuständigen Behörde festgelegten verwundbarsten Stelle erfolgt. Für die Festlegung dieser Bereiche ist die explosive Empfindlichkeit (Explosionsfähigkeit und Empfindlichkeit) mit dem Wissen über den Aufbau der Gegenstände zu kombinieren, damit die Auslösung mit der möglichst heftigsten Reaktion angegeben werden kann. Üblicherweise würde die erste Prüfung mit dem Ziel eine Nicht-EIS-Verstärkungskomponente und die Zweite mit dem Ziel das Zentrum der explosiven Hauptladung zu treffen, durchgeführt werden. Die räumliche Ausrichtung des Einschlags hat in der Regel an der Außenoberfläche zu erfolgen. Der Geschwindigkeit des Splittereinschlags sollte $2530 \text{ m/s} \pm 90 \text{ m/s}$ betragen.

17.14.1.3.2 Farbfotografien werden verwendet, um den Zustand der Prüfgegenstände und der Versuchseinrichtung vor und nach dem Versuch zu dokumentieren. Reste von explosiven Substanzen, Fragmentierung, Druckwelle, Projektile, Kraterbildung, Beschädigungen an den Nachweisschirmen und Schubentwicklung werden für die Bewertung des Verhaltens des Gegenstandes dokumentiert.

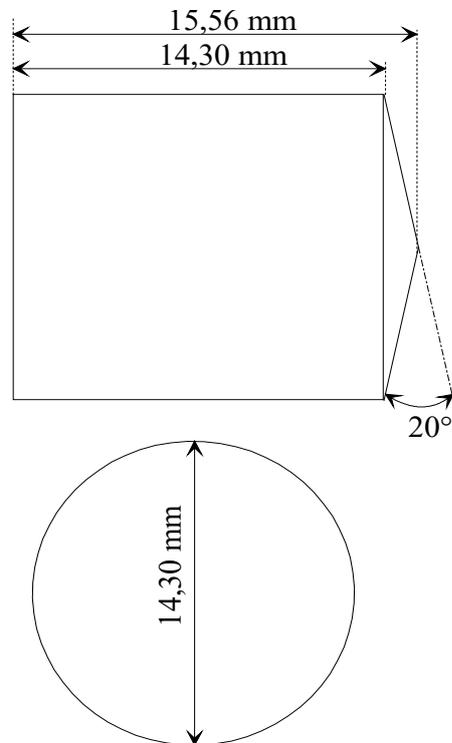
17.14.1.3.3 Farbvideos, die über die Dauer jeden Versuchs aufgenommen werden, können für die Bewertung des Verhaltens wesentlich sein. Bei der Positionierung der Kamera(s) ist es wichtig, sicherzustellen, dass das Sichtfeld nicht durch Prüfeinrichtungen oder die Messausstattung versperrt ist und dass das Sichtfeld der Kamera alle notwendigen Informationen beinhaltet.

17.14.1.3.4 Um komplexe Gegenstände mit mehreren explosiven EIS-Hauptladungen einzustufen, sind Splittereinschlagprüfungen mit den individuellen Bauteilen der Hauptladungen durchzuführen, damit der Gegenstand vollständig charakterisiert und bewertet werden kann.

17.14.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Tritt eine Reaktion ein, die heftiger ist als der in Anhang 8 beschriebene Abbrand, wird das Ergebnis als „+“ vermerkt und die Gegenstände werden nicht als Gegenstände der Unterklasse 1.6 klassifiziert.

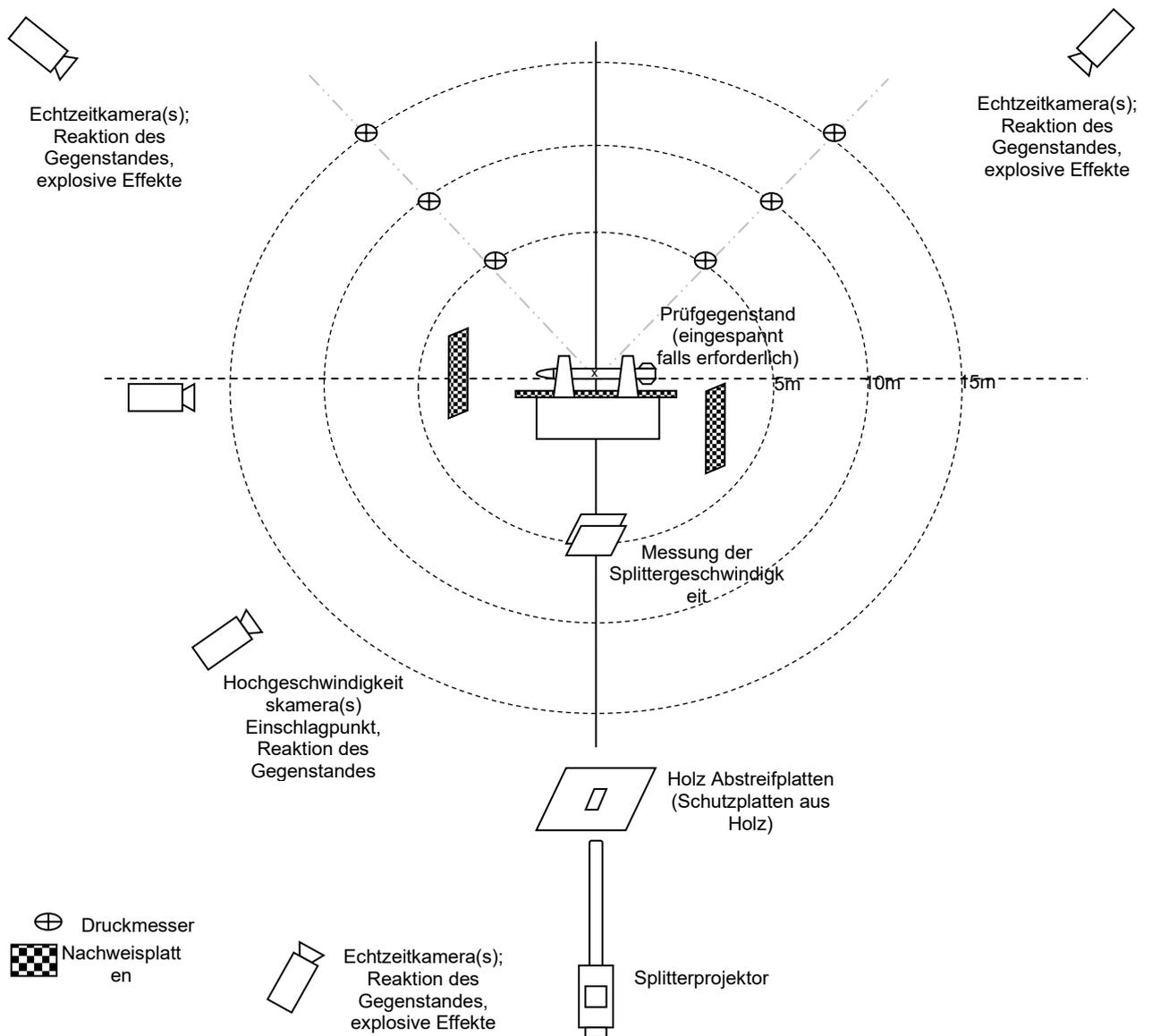
**Abbildung 17.14.1: STANDARD-SPLITTER FÜR DIE 1.6 GEGENSTAND
SPLITTEREINSCHLAGPRÜFUNG**



Bemerkungen:

- Form:** ein konisch endender Zylinder mit dem Verhältnis $\frac{L \text{ (Länge)}}{D \text{ (Durchmesser)}} > 1$ für die Stabilität;
- Toleranzen:** $\pm 0,05 \text{ mm}$ und $\pm 0^\circ 30'$;
- Splittermasse:** 18,6 g;
- Splittermaterial:** ein weicher Kohlenstoffstahl mit einer Brinellhärte (HB) kleiner als 270.

Abbildung 17.14.2: TYPISCHER AUFBAU FÜR DIE 1.6 GEGENSTAND SPLITEREINSCHLAGPRÜFUNG



ABSCHNITT 18

PRÜFSERIE 8

18.1 Einleitung

Die Beurteilung, ob ein Kandidat für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder Ammoniumnitrat-Suspension oder Ammoniumnitrat-Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen (ANE)“ unempfindlich genug ist für eine Aufnahme in die Klasse 5.1, wird durch Prüfungen der Prüfserie 8 beantwortet und jeder dieser Kandidaten soll jede der drei Prüfungen 8 (a), 8 (b) und 8 (c) oder falls ein Stoff die Prüfung 8 (c) nicht besteht und die Zeit bis zur Reaktion länger als 60 Sekunden und der Wasseranteil größer als 14 % ist, müssen die Prüfungen 8 (a), 8 (b) und 8 (e) bestanden werden. Die Prüfarten sind:

- Prüfart 8 (a): eine Prüfung zur Ermittlung der thermischen Stabilität,
- Prüfart 8 (b): eine Stoßprüfung zur Ermittlung der Empfindlichkeit gegen starken Detonationsstoß,
- Prüfart 8 (c): eine Prüfung zur Bestimmung der Wirkung beim Erwärmen unter Einschluss.
- Prüfart 8 (e): eine Prüfung zur Bestimmung des Effekts einer intensiven lokalisierten thermischen Anzündung unter hohem Einschluss

Die Prüfreihe 8 (d) ist in diesem Abschnitt eingefügt worden als eine Methode, um die Eignung von ANEs für den Einschluss in ortsbeweglichen Tanks als ein entzündend (oxidierend) wirkender Stoff zu ermitteln.

18.2 Prüfverfahren

Die zurzeit angewendeten Prüfverfahren sind in Tabelle 18.1 aufgeführt.

Tabelle 18.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE 8

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|-------|--|-----------|
| 8 (a) | Thermische Stabilitätsprüfung für ANE ^a | 18.4 |
| 8 (b) | ANE Gap-Prüfung ^a | 18.5 |
| 8 (c) | Koenen-Prüfung ^a | 18.6 |
| 8 (d) | Rohrprüfungen mit Entlastungsöffnung ^b | 18.7 |
| 8 (e) | CanmetCERL Minimum Burning pressure (MBP)- Prüfung | 18.8 |

^a Diese Prüfung ist für die Klassifizierung vorgesehen.

^b Diese Prüfungen sind vorgesehen, um die Eignung von ANEs für den Einschluss in ortsbeweglichen Tanks als ein entzündend (oxidierend) wirkender Stoff zu ermitteln.

18.3 Prüfbedingungen

18.3.1 Sofern nichts anderes in diesen Prüfungen vorgeschrieben ist, soll der Stoff, wie zur Beförderung vorgesehen, bei der höchsten Temperatur, welche während der Beförderung auftreten kann, geprüft werden (siehe 1.5.4 dieses Prüfhandbuchs).

18.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 8 Prüfmart (a)

18.4.1 **Prüfung 8 (a): Thermische Stabilitätsprüfung für Ammoniumnitrat-Emulsionen, -Suspensionen oder -Gele**

18.4.1.1 *Einleitung*

18.4.1.1.1 Diese Prüfung wird angewendet, um festzustellen, ob ein Kandidat für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder Ammoniumnitrat-Suspension oder Ammoniumnitrat-Gel, Zwischenprodukt für die Sprengstoffherstellung“ bei den während des Transports auftretenden Temperaturen thermisch stabil ist. In der Weise, in der die Prüfmart üblicherweise ausgeführt wird (siehe 28.4.4), ist das 500 ml isolierte Prüfgefäß (Dewargefäß) nur repräsentativ für Verpackungen, IBCs und kleine Tanks. Für die Beförderung von Ammoniumnitrat-Emulsionen, -Suspensionen oder -Gelen wird die Prüfung zur Messung deren thermischer Stabilität während der Tankbeförderung nur angewendet, wenn die Prüfung mit den vorgesehenen Produkten bei einer Temperatur, welche 20 °C höher als die maximale während der Beförderung zu erwartende Temperatur ist oder, falls höher, bei der Temperatur zum Zeitpunkt der Beladung, ausgeführt wird.

18.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

18.4.1.2.1 Der Versuchsaufbau besteht aus einer geeigneten thermostatisch kontrollierten Prüfkammer (ggf. ausgerüstet mit einem Lüfter), passenden isolierten Prüfgefäßen mit Verschlüssen, Temperatursonden und einer Aufzeichnungseinrichtung.

18.4.1.2.2 **Die Prüfung sollte unter Beachtung einer Risikoanalyse, welche die Auswirkungen von Feuer und/oder Explosionen in der Prüfkammer berücksichtigt, und der Verwendung geeigneter Überwachungsmaßnahmen zum Schutz von Personen und Sachgütern durchgeführt werden. Eine Reihe von Prüfungen können gleichzeitig durchgeführt werden.** Das Aufzeichnungssystem ist in einem getrennten Beobachtungsraum unterzubringen.

18.4.1.2.3 Die Prüfkammer muss groß genug sein, um die Luftzirkulation an allen Seiten des isolierten Prüfgefäßes zuzulassen. Die Lufttemperatur in der Prüfkammer ist so zu kontrollieren, dass die erwünschte Temperatur für eine flüssige, inerte Probe in dem isolierten Prüfgefäß bis zu 10 Tagen mit einer Abweichung von nicht mehr als ± 2 °C beibehalten wird. Die Lufttemperatur in der Prüfkammer ist zu messen und zu registrieren.

18.4.1.2.4 Es werden isolierte Prüfgefäße mit einem Volumen von ca. 500 ml und einem Verschlusssystem verwendet. Der Verschluss des Prüfgefäßes soll inert sein.

18.4.1.2.5 Die Wärmeverlustmerkmale des verwendeten Systems, d. h. isoliertes Prüfgefäß und Verschluss, müssen vor der Durchführung der Prüfung bestimmt werden. Da das Verschlusssystem eine bedeutende Auswirkung auf die Wärmeverlustmerkmale hat, können diese bis zu einem gewissen Ausmaß durch Änderung des Verschlusssystems angeglichen werden. Die Wärmeverlustmerkmale werden durch Messung der Halbwertzeit der Abkühlung des Gefäßes, gefüllt mit einem bekannten, inerten, flüssigen Stoff z. B. destilliertem Wasser, bestimmt. Der Wärmeverlust je Masseneinheit L (W/kg·K) wird berechnet aus der Halbwertzeit der Abkühlung $t_{1/2}$ (s) und der spezifischen Wärme c_p (J/kg·K) des Stoffes mit der Formel:

$$L = \ln 2 \times (c_p / t_{1/2})$$

18.4.1.2.6 Mit 400 ml inertem Stoff gefüllte isolierte Prüfgefäße mit einem Wärmeverlust von 100 mW/kg·K oder weniger sind geeignet.

18.4.1.3 *Prüfverfahren*

18.4.1.3.1 Stelle die Prüfkammer auf eine Temperatur 20 °C höher als die maximale während der Beförderung mögliche Temperatur oder, wenn höher, auf die Temperatur bei der Beladung ein. Fülle das Prüfgefäß mit dem zu prüfenden Stoff bis auf ca. 80 % des Fassungsvermögens des Prüfgefäßes oder auf ungefähr 400 ml. Setze die Temperatursonde in die Mitte der Probe. Das Prüfgefäß mit dem Deckel dicht verschließen und in die Prüfkammer einsetzen. Schließe das Temperaturlaufzeichnungssystem an und verschließe die Prüfkammer.

18.4.1.3.2 Die Temperatur der Probe und der Prüfkammer werden fortlaufend überwacht. Die Zeit wird vermerkt, bei der die Proben temperatur eine Temperatur von 2 °C unter der Temperatur der Prüfkammer erreicht. Die Prüfung wird dann für weitere sieben Tage fortgesetzt oder, wenn dies früher eintritt, bis die Proben temperatur auf 6 °C oder mehr über die Temperatur der Prüfkammer ansteigt.

18.4.1.3.3 Nach dem Ende der Prüfung soll die Probe abgekühlt, wird dann aus der Prüfkammer entfernt und vorsichtig so schnell wie möglich entsorgt.

18.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

18.4.1.4.1 Wenn die Proben temperatur innerhalb von sieben Tagen die Temperatur der Prüfkammer in keiner Prüfung um 6 °C oder mehr überschreitet, kann die Ammoniumnitrat-Emulsion, die -Suspension oder das -Gel als thermisch stabil angesehen und weiter geprüft werden als ein Kandidat für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder Ammoniumnitrat-Suspension oder Ammoniumnitratgel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen“.

Ergebnisbeispiele

| Stoffe | Proben- masse (g) | Prüf- temperatur (°C) | Ergebnis | Bemerkungen |
|---|----------------------------------|--------------------------------------|-----------------|---|
| Ammoniumnitrat | 408 | 102 | - | Leichte Verfärbung, zu Klumpen verfestigt, Massenverlust 0,5 % |
| ANE-1 Ammonium- nitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | 551 | 102 | - | Trennung von Öl und kristallisierten Salzen, Massenverlust 0,8 % |
| ANE-2 (sensibilisiert) Ammoniumnitrat 75 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | 501 | 102 | - | Einige Verfärbungen, Massenverlust 0,8 % |
| ANE-Y Ammonium- nitrat 77 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | 500 | 85 | - | Massenverlust 0,1 % |
| ANE-Z Ammonium- nitrat 75 %, Wasser 20 %, Öl/Emulgator 5 % | 510 | 95 | - | Massenverlust 0,2 % |
| ANE-G1 Ammonium- nitrat 74 %, Natrium- nitrat 1 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 9 % | 553 | 85 | - | Keine Temperaturerhöhung |
| ANE-G2 Ammonium- nitrat 74 %, Natrium- nitrat 3 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 7 % | 540 | 85 | - | Keine Temperaturerhöhung |
| ANE-J1 Ammonium- nitrat 80 %, Wasser 13 %, Öl/Emulgator 7 % | 613 | 80 | - | Massenverlust 0,1 % |
| ANE-J2 Ammonium- nitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | 605 | 80 | - | Massenverlust 0,3 % |
| ANE-J4 Ammonium- nitrat 71 %, Natrium- nitrat 11 %, Wasser 12 %, Öl/Emulgator 6 % | 602 | 80 | - | Massenverlust 0,1 % |

18.5 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 8 Prüfmart (b)

18.5.1 Prüfung 8 (b): ANE Gap-Prüfung

18.5.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Kandidaten für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen“ gegenüber einem festgelegten Stoßniveau, d. h. einer festgelegten Geberladung und einer Sperrschicht, zu bestimmen.

18.5.1.2 Prüfgeräte und Materialien

18.5.1.2.1 Der Aufbau für diese Prüfung besteht aus einer explosiven Ladung (Geberladung), einem Hindernis (Sperrschicht), einem Behälter, der die Prüfsubstanz (Akzeptorladung) enthält, und einer Nachweisplatte aus Stahl (Zielobjekt).

Folgende Materialien sind zu verwenden:

- (a) Detonatoren geeigneter Zündstärke, um die Geberladung sicher zu zünden;
- (b) Geberladung ist ein Pressling (95 mm Durchmesser, 95 mm Länge) mit einer Dichte von $1600 \text{ kg/m}^3 \pm 50 \text{ kg/m}^3$ entweder Pentolit (PETN/TNT mit mindestens 50 % PETN) oder Composition B (RDX/TNT mit mindestens 50 % RDX) oder RDX/Wachs (mit mindestens 95 % RDX);
- (c) Stahlrohr, mit einem Außendurchmesser von $95,0 \text{ mm} \pm 7,0 \text{ mm}$, einer Wanddicke von $9,75 \text{ mm} \pm 2,75 \text{ mm}$ und einem Innendurchmesser von $73,0 \text{ mm} \pm 7,0 \text{ mm}$ und einer Länge von 280 mm *mit den folgenden mechanischen Eigenschaften^{*1}*:
 - Zugfestigkeit = 420 MPa ($\pm 20 \%$ Abweichung)
 - Elongation (%) = 22 ($\pm 20 \%$ Abweichung)
 - Brinellhärte = 125 ($\pm 20 \%$ Abweichung);
- (d) Stoffprobe (Akzeptorladung);
- (e) Rundstab aus Polymethylmethacrylat Plexiglas (PMMA), 95 mm Durchmesser, 70 mm lang (Sperrschicht);
- (f) Platte aus unlegiertem Stahl, ungefähr 200 mm x 200 mm x 20 mm, *mit folgenden mechanischen Eigenschaften^{*1}*:
 - Zugfestigkeit = 580 MPa ($\pm 20 \%$ Abweichung)
 - Elongation (%) = 21 ($\pm 20 \%$ Abweichung)
 - Brinellhärte = 160 ($\pm 20 \%$ Abweichung);

^{*1} Der kursiv gedruckte Text in (c) und (f) bzgl. der mechanischen Eigenschaften wurde mit dem 2. Amendment gestrichen. Er dient hier in der deutschen Fassung als Orientierung, welche mechanischen Eigenschaften bis zum 2. Amendment empfohlen wurden.

- (g) Holzblock, 95 mm Durchmesser und ungefähr 25 mm dick mit einem durch die Mitte gebohrten Loch, um den Detonator in der Geberladung zu halten;
- (h) Holzblöcke oder Ähnliches, damit der Aufbau mindestens 100 mm über dem Boden steht.

18.5.1.3 Prüfverfahren

18.5.1.3.1 Wie in Abbildung 18.5.1.1 gezeigt, werden der Detonator, die Geberladung, die PMMA-Sperrschicht und die Akzeptorladung zentrisch (koaxial) oberhalb der Mitte der Nachweisplatte ausgerichtet. Vor dem Einbringen der Stoffprobe, wird das untere Ende des Rohres mit einer Schicht Gewebeklebeband oder etwas Vergleichbarem dicht verschlossen und vorsichtig befüllt, sodass die Bildung von Blasen in der Probe oder von Hohlräumen zwischen der Probe und den Rohrwänden verhindert wird. Die Oberfläche der Probe soll auf dem gleichen Niveau wie der Rand des Rohres sein. Es ist dafür zu sorgen, dass ein guter Kontakt zwischen dem Detonator und der Geberladung, der Geberladung und der Sperrschicht und der Sperrschicht und der Akzeptorladung sichergestellt ist. Die Stoffprobe soll während der Prüfung auf Umgebungstemperatur sein. Der den Detonator haltende Holzblock, die Geberladung, der PMMA-Zylinder (Sperrschicht) und das Stahlrohr sind so zu befestigen, dass sie axial ausgerichtet sind (z. B., indem ein Klebeband an jedem Übergang angebracht wird).

18.5.1.3.2 Der gesamte Aufbau, einschließlich der Nachweisplatte, wird über dem Boden angehoben, so dass mindestens ein 100 mm Luftzwischenraum zur unteren Fläche der Nachweisplatte, welche an zwei Ecken nur von Holzblöcken gehalten wird, besteht, wie in Abbildung 18.5.1.1 gezeigt. Die Anordnung der Blöcke muss sicherstellen, dass dort, wo das Stahlrohr auf der Nachweisplatte steht, ein deutlicher Abstand (*Luftzwischenraum*) besteht. Um das Sammeln der Reststücke der Nachweisplatte zu erleichtern, sollte die gesamte Einrichtung vertikal stehen (z. B. überprüft mittels einer Wasserwaage).

18.5.1.3.3 Die Prüfung wird dreimal durchgeführt, es sei denn, vorzeitig wird ein positives Ergebnis beobachtet.

18.5.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

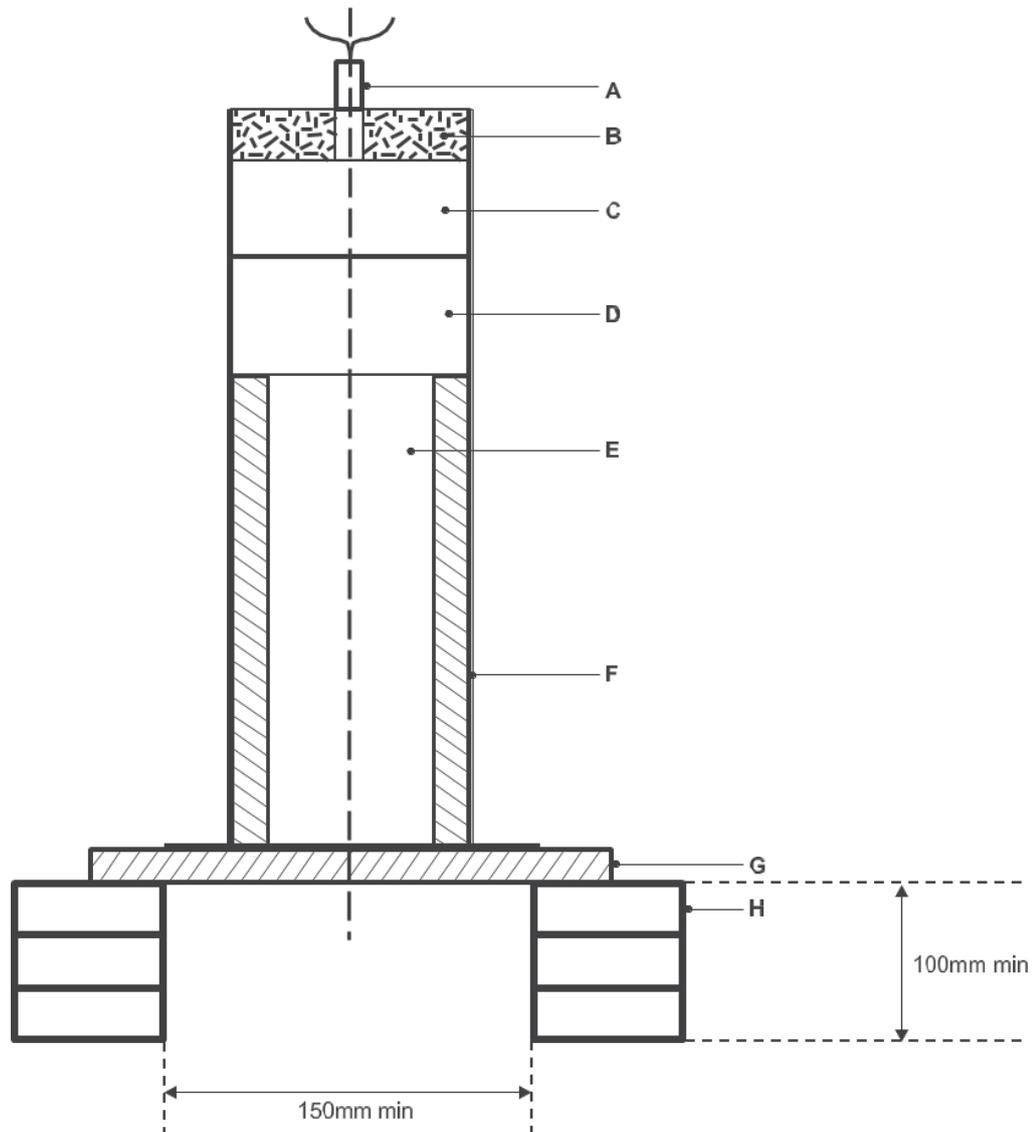
Ein durch die Platte sauber gestanztes Loch zeigt an, dass eine Detonation initiiert und auf die Probe übertragen wurde. Ein Stoff, der detoniert und in irgendeinem Versuch ein Loch in die Nachweisplatte stanzt, ist nicht als „Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen“ zu klassifizieren und das Ergebnis wird als „+“ vermerkt.

18.5.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoffe | Dichte g/cm ³ | Sperr- schicht mm | Ergebnis | Bemerkungen |
|--|-----------------------------|-------------------------|----------|---|
| Ammoniumnitrat (niedrige Dichte) | 0,85 | 35 | - | Rohr zerlegt (große Splitter) Platte durchgebogen Detonationsgeschwindigkeit: 2,3 - 2,8 km/s |
| Ammoniumnitrat (niedrige Dichte) | 0,85 | 35 | - | Rohr zerlegt (große Splitter) Platte zerbrochen |
| ANE-FA Ammonium- nitrat 69 %, Natrium- nitrat 12 %, Wasser 10 %, Öl/Emulgator 8 % | 1,40 | 50 | - | Rohr zerlegt (große Splitter) Platte nicht gelocht |
| ANE-FA | 1,44 | 70 | - | Rohr zerlegt (große Splitter) Platte nicht gelocht |
| ANE-FB Ammonium- nitrat 70 %, Natrium- nitrat 11 %, Wasser 12 %, Öl/Emulgator 7 % | ca. 1,40 | 70 | - | Rohr zerlegt (große Splitter) Platte nicht gelocht |
| ANE-FC (sensibilisiert) Ammoniumnitrat 75 %, Wasser 13 %, Öl/Emulgator 10 % | 1,17 | 70 | + | Rohr zerlegt (kleine Splitter) Platte gelocht |
| ANE-FD (sensibilisiert) Ammoniumnitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | ca. 1,22 | 70 | + | Rohr zerlegt (kleine Splitter) Platte gelocht |
| ANE-1 Ammonium- nitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,4 | 35 | - | Rohr zerlegt in große Splitter Platte gedellt Detonationsgeschwindigkeit: 3,1 km/s |
| ANE-2 (sensibilisiert) Ammoniumnitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,3 | 35 | + | Rohr zerlegt in kleine Splitter Platte gelocht Detonationsgeschwindigkeit: 6,7 km/s |
| ANE-2 (sensibilisiert) Ammoniumnitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,3 | 70 | + | Rohr zerlegt in kleine Splitter Platte gelocht Detonationsgeschwindigkeit: 6,2 km/s |

| Stoffe | Dichte g/cm³ | Sperr- schicht mm | Ergebnis | Bemerkungen |
|---|------------------------------------|----------------------------------|-----------------|---|
| ANE-G1 Ammonium- nitrat 74 %, Natrium- nitrat 1 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 9 % | 1,29 | 70 | - | Rohr zerlegt Platte gedellt Detonationsgeschwindig- keit:1968 m/s |
| ANE-G2 Ammonium- nitrat 74 %, Natrium- nitrat 3 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,32 | 70 | - | Rohr zerlegt Platte gedellt |
| ANE-G3 (sensibilisiert durch chemische Gasbildung) Ammoniumnitrat 74 %, Natriumnitrat 1 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 9 % | 1,17 | 70 | + | Rohr zerlegt Platte gelocht |
| ANE-G4 (sensibilisiert durch Mikrohohlkugeln) Ammoniumnitrat 74 %, Natriumnitrat 3 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,23 | 70 | + | Rohr zerlegt Platte gelocht |
| ANE-G5 Ammonium- nitrat 70 %, Kalzium- nitrat 8 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,41 | 70 | - | Rohr zerlegt Platte gedellt Detonationsgeschwindig- keit:2061 m/s |
| ANE-J1 Ammonium- nitrat 80 %, Wasser 13 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,39 | 70 | - | Rohr zerlegt Platte gedellt |
| ANE-J2 Ammonium- nitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,42 | 70 | - | Rohr zerlegt Platte gedellt |
| ANE-J4 Ammonium- nitrat 71 %, Natrium- nitrat 11 %, Wasser 12 %, Öl/Emulgator 6 % | 1,40 | 70 | - | Rohr zerlegt Platte gedellt |
| ANE-J5 (sensibilisiert durch Mikrohohlkugeln) Ammoniumnitrat 71 %, Natriumnitrat 5 %, Wasser 18 %, Öl/Emulgator 6 % | 1,20 | 70 | + | Rohr zerlegt Platte gelocht Detonationsgeschwindig- keit:5,7 km/s |
| ANE-J6 (sensibilisiert durch Mikrohohlkugeln) Ammoniumnitrat 80 %, Wasser 13 %, Öl/Emulgator 7 % | 1,26 | 70 | + | Rohr zerlegt Platte gelocht Detonationsgeschwindig- keit: 6,3 km/s |

Abbildung 18.5.1.1 ANE GAP-PRÜFUNG



-
- | | | |
|-----------------------|---------------------------------|-----------------|
| (A) Detonator | (B) Holzhalterung für Detonator | (C) Geberladung |
| (D) PMMA-Sperrschicht | (E) Zu prüfender Stoff | (F) Stahlrohr |
| (G) Nachweisplatte | (H) Holzblöcke | |
-

18.6 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie 8 Prüfmart (c)

18.6.1 Prüfung 8 (c): Koenen-Prüfung

18.6.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit eines Kandidaten für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen (ANE)“ gegenüber intensiver Wärmeeinwirkung unter starkem Einschluss zu bestimmen.

18.6.1.2 Prüfgeräte und Materialien

18.6.1.2.1 Das Prüfgerät besteht aus einer nicht wieder verwendbaren Stahlhülse mit wieder verwendbarer Verschraubung, eingesetzt in eine Erwärmungs- und Schutzvorrichtung. Die Hülse ist durch Tiefziehen aus Stahlblech mit der Spezifikation DC04 (EN 10027-1) oder gleichwertig A620 (AISI/SAE/ASTM) oder gleichwertig SPEN (JIS G 3141) hergestellt. Die Abmessungen sind in Abbildung 18.6.1.1 angegeben. Das offene Ende der Hülse ist mit einem Flansch versehen. Die Verschlussplatte mit einer Öffnung, durch die die Zersetzungsgase des zu prüfenden Stoffes entweichen, ist aus warmfestem Chromstahl und ist mit zahlreichen Lochdurchmessern verfügbar. Für diese Prüfung werden die folgenden Durchmesser verwendet:

- 1,5 mm Verschlussplatte für das Verfahren zur Kalibrierung der Heizrate; und
- 2,0 mm Verschlussplatte für die durchzuführende Prüfung.

Die Abmessungen des Gewinderinges und der Mutter (Verschraubung) sind in Abbildung 18.6.1.1 wiedergegeben.

Für die Qualitätskontrolle der Stahlhülsen wird 1 % der Hülsen aus jeder Produktionscharge einer Qualitätskontrolle unterzogen und die folgenden Daten werden überprüft:

- (a) Die Masse der Hülsen soll $26,5 \pm 1,5$ g betragen;
- (b) die Länge der Hülsen soll $75 \pm 0,5$ mm betragen;
- (c) die Wanddicke der Hülsen, in 20 mm Höhe über dem Hülsenboden gemessen, soll $0,5 \pm 0,05$ mm betragen; und
- (d) der Berstdruck, bestimmt bei quasi-statischer Belastung durch eine nicht komprimierbare Flüssigkeit, soll $29 \text{ Pa} \pm 4 \text{ MPa}$ betragen.

18.6.1.2.2 Die Erwärmung erfolgt mit Brenngas (z. B. Propan), das aus einer Gasflasche mit Druckregler über einen Durchflussmesser und einen Verteiler vier Brennern zugeführt wird. Der Gasdruck ist so reguliert, dass er eine Heizrate von $3,3 \pm 0,3$ K/s ergibt, wenn mit dem Kalibrierverfahren gemessen wird. Die Kalibrierung beinhaltet das Erwärmen einer Stahlhülse, gefüllt mit 27 cm^3 Silikonöl mit einer Dichte von $0,96 \text{ g/cm}^3 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ bei $20 \text{ }^\circ\text{C}$ und einer Wärmekapazität von $1,46 \pm 0,02 \text{ J/g}\cdot\text{K}$ bei 25 ° , die mit einer Düsenplatte mit einem Düsendurchmesser von 1,5 mm verschlossen ist. Die Zeit, die die Temperatur des flüssigen Stoffes (gemessen mit einem Thermoelement von 1 mm Durchmesser, das durch die Düsenplatte zentral 43 mm unterhalb des Randes der Stahlhülse platziert wird) benötigt, um von $135 \text{ }^\circ\text{C}$ auf $285 \text{ }^\circ\text{C}$ anzusteigen, wird registriert und die Heizrate ausgerechnet.

18.6.1.2.3 Da die Stahlhülse während der Prüfung zerstört werden kann, wird die Erwärmung in einem geschweißten Schutzkasten vorgenommen. Eine geeignete Konstruktion des Kastens bezüglich Bauart und Abmessungen ist in Abbildung 18.6.1.2 angegeben. Die Stahlhülse wird zwischen zwei Stäben aufgehängt, die durch in die gegenüberliegenden Wände des Schutzkastens gebohrte Löcher geführt sind. Eine geeignete Anordnung der Brenner ist in Abbildung 18.6.1.2 wiedergegeben. Die Brenner werden mit einer Anzündflamme oder einer elektrischen Anzündeinrichtung gleichzeitig angezündet. **Das Prüfgerät wird in einer geschützten Umgebung platziert.** Maßnahmen sind zu treffen, um sicherzustellen, dass die Brennerflammen nicht von Luftzügen beeinträchtigt werden. Für das Absaugen jeglicher während der Prüfung entstehender Gase und des Rauches ist Vorsorge zu treffen.

18.6.1.2.4 Es sollte eine Videokamera vorgesehen werden, um die Prüfung aufzuzeichnen und um sicherzustellen, dass alle Brenner während der Prüfung funktionieren. Die Kamera kann auch dazu dienen, Verstopfung der Düsen durch Feststoffe in der Probe festzustellen.

18.6.1.3 *Prüfverfahren*

18.6.1.3.1 Der Stoff wird bis zu einer Höhe von 60 mm in die Stahlhülse eingefüllt, wobei zur Vermeidung von Hohlräumen mit besonderer Vorsicht zu arbeiten ist. Der Gewinding wird von unten über die Hülse gestreift, die 2-mm-Düsenplatte eingesetzt und die Mutter von Hand festgezogen, nachdem etwas hochtemperaturbeständiges Gleitmittel (z. B. auf Molybdändisulfid-Basis (MoS₂-Basis)) aufgetragen wurde. Es ist wichtig, darauf zu achten, dass kein Stoff zwischen den Hülsenflansch und die Düsenplatte oder in die Gewindegänge gelangt.

18.6.1.3.2 Jede Stahlhülse wird für nur einen Versuch verwendet. Die Düsenplatten, die Gewinderinge und die Muttern können wiederverwendet werden, vorausgesetzt, sie sind unbeschädigt.

18.6.1.3.3 Die Hülse wird in einen fest montierten Schraubstock eingesetzt und die Mutter mit einem Schraubenschlüssel festgezogen. Die Stahlhülse wird danach zwischen zwei Stäben im Schutzkasten aufgehängt. Der Prüfbereich wird von allen Personen verlassen, die Gaszufuhr aufgedreht und die Brenner angezündet. Die Zeit bis zur Reaktion und die Dauer der Reaktion können zusätzliche Informationen, die nützlich für die Ergebnisauswertung sind, liefern. Wenn kein Aufreißen der Hülse auftritt, ist die Erwärmung für wenigstens fünf Minuten fortzusetzen, bevor der Versuch beendet wird. Nach jedem Versuch sind die Teile der Stahlhülse, soweit vorhanden, einzusammeln und zu wiegen, um sicherzustellen, dass alle Teile gefunden wurden.

18.6.1.3.4 Folgende Zerlegungsarten werden unterschieden:

- „0*2“: Stahlhülse unverändert;
- „A“: Stahlhülsenboden aufgebeult;
- „B“: Stahlhülsenboden und -wandung aufgebeult;
- „C“: Stahlhülsenboden ab-/aufgerissen;
- „D“: Wand der Stahlhülse aufgerissen;
- „E“: Stahlhülse in zwei¹ Teile zerlegt;

*2 „0“ (im englischen Text) hier durch „0“ entsprechend der ursprünglichen deutschen Beschreibung der Prüfmethode ersetzt.

¹ Der obere Teil der Stahlhülse, der in der Verschraubung verbleibt, zählt als ein Teil.

- „F“: Stahlhülse in drei¹ oder mehr, hauptsächlich große Teile zerlegt, die in einigen Fällen durch einen schmalen Streifen miteinander verbunden sein können;
- „G“: Stahlhülse in viele, hauptsächlich kleine Teile zerlegt, Verschraubung unbeschädigt; und
- „H“: Stahlhülse in viele, sehr kleine Teile zerlegt, Verschraubung aufgeweitet oder zerlegt.

Beispiele für die Zerlegungsarten „D“, „E“ und „F“ werden in Abbildung 18.6.1.3 gezeigt. Wenn ein Versuchsergebnis einer der Zerlegungsarten „0“ bis „E“ entspricht, wird das Ergebnis als „keine Explosion“ (negativ (-)) bezeichnet. Wenn ein Versuch der Zerlegungsart „F“, „G“ oder „H“ entspricht, wird das Ergebnis als „Explosion“ (positiv (+)) bezeichnet.

18.6.1.3.5 Die Prüfung wird durchgeführt, um negative (-) Ergebnisse in drei Versuchen zu erreichen.

Angesichts der Natur der Ammoniumnitrat-Emulsionen, -Suspensionen oder -Gele und der eventuell unterschiedlichen prozentualen Anteile an Feststoffen in ihnen, können möglicherweise Verstopfungen der Düsenplatten während der Versuche auftreten, welche zu einem falsch positiven „+“ Ergebnis führen. Wenn dieses beobachtet wird, ist der Versuch zu wiederholen (maximal zweimal).

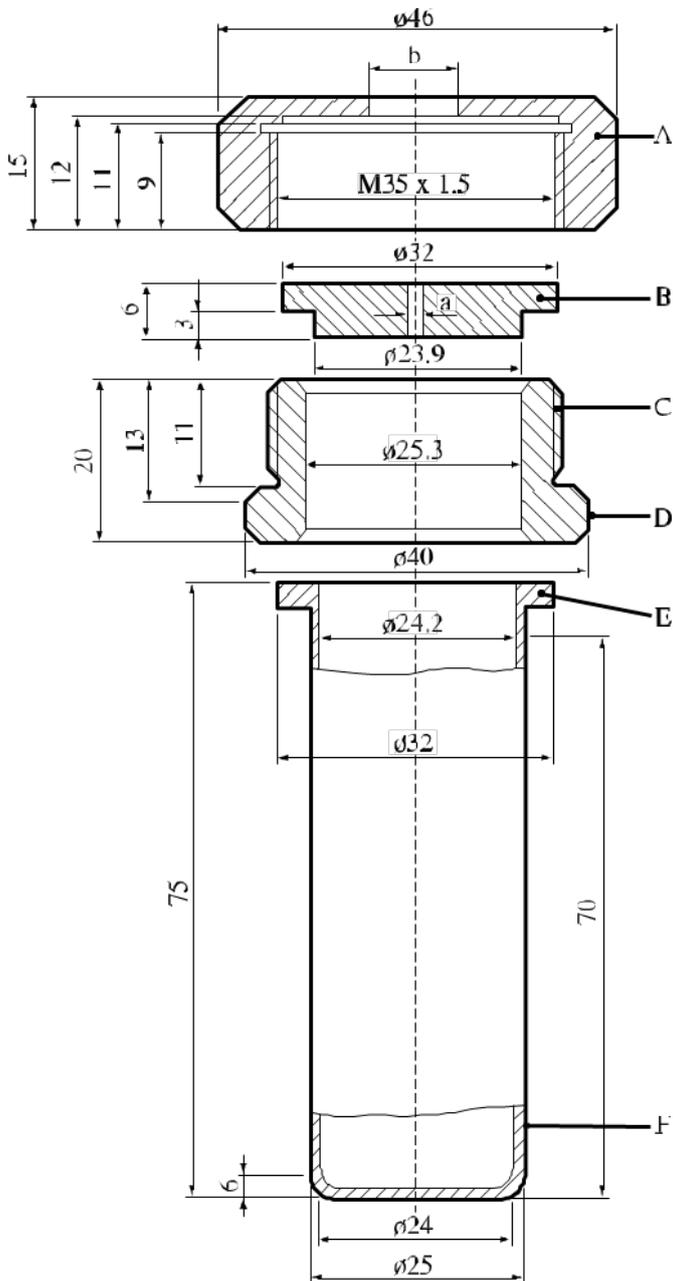
18.6.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Das Ergebnis wird „+“ bewertet, wenn nicht drei negative (-) Ergebnisse in maximal fünf Versuchen erreicht werden können. In einem solchen Fall kann der ANE-Kandidat entweder der Klasse der explosiven Stoffe zugeordnet werden, oder, wenn die Reaktionszeit 60 Sekunden überschreitet und der Stoff mehr als 14 % Wasser enthält, kann er der Prüfung 8 e) (wie in 18.8 beschrieben) unterzogen werden, um festzustellen, ob er der Unterklasse 5.1 zugeordnet werden kann.

18.6.1.5 *Ergebnisbeispiele*

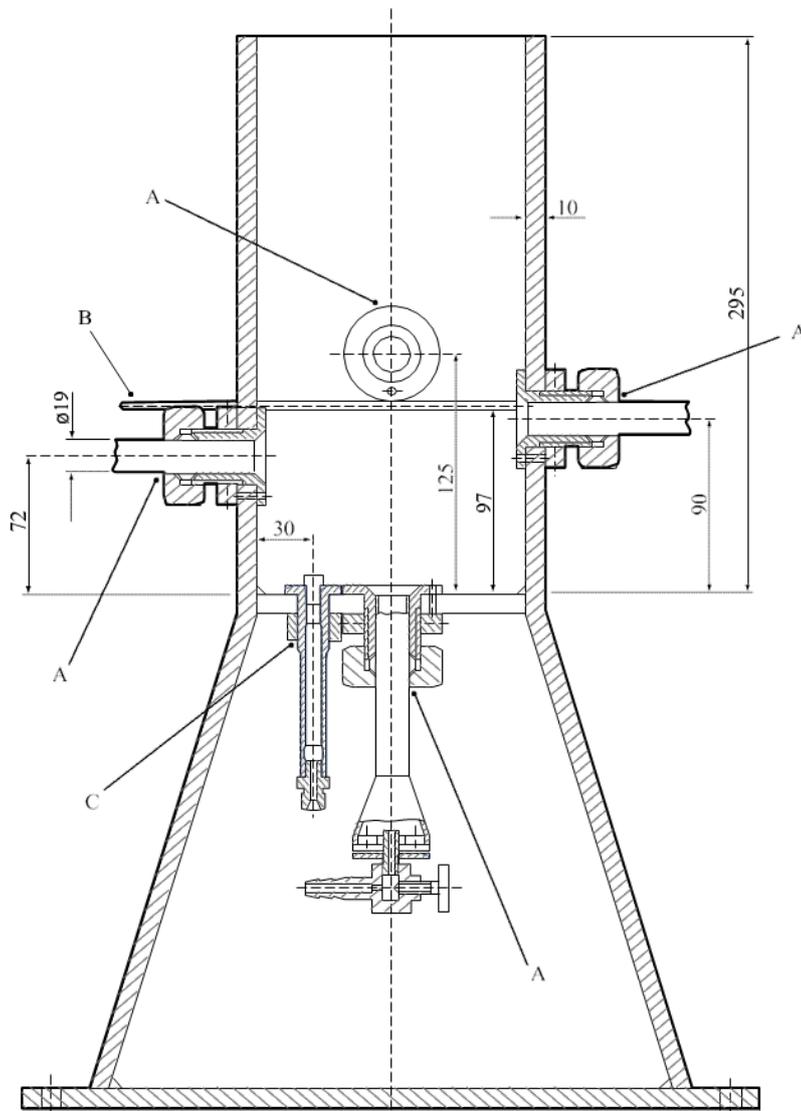
| Stoffe | Ergebnis | Bemerkungen |
|---|-----------------|-----------------------------|
| Ammoniumnitrat (niedrige Dichte) | - | Grenzdurchmesser: < 1 mm |
| ANE-F1 Ammoniumnitrat 71 %, Wasser 21 %, Öl/Emulgator 7 % | - | |
| ANE-F2 Ammoniumnitrat 77 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | - | |
| ANE-F3 Ammoniumnitrat 70 %, Natriumnitrat 11 %, Wasser 12 %, Öl/Emulgator 7 % | - | |
| ANE-F4 Ammoniumnitrat 42 %, Kalziumnitrat 35 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 7 % | - | |
| ANE-F5 Ammoniumnitrat 69 %, Natriumnitrat 13 %, Wasser 10 %, Öl/Emulgator 8 % | - | |
| ANE-F6 Ammoniumnitrat 72 %, Natriumnitrat 11 %, Wasser 10 %, Öl/Emulgator 6 % | - | |
| ANE-F7 Ammoniumnitrat 76 %, Wasser 13 %, Öl/Emulgator 10 % | - | |
| ANE-F8 Ammoniumnitrat 77 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 6 % | - | |
| ANE-1 Ammoniumnitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | - | Grenzdurchmesser: 1,5 mm |
| ANE-2 (sensibilisiert durch Mikrohohlkugeln) Ammoniumnitrat 75 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | + | Grenzdurchmesser: 2 mm |
| ANE-4 (sensibilisiert durch Mikrohohlkugeln) Ammoniumnitrat 70 %, Natriumnitrat 11 %, Wasser 9 %, Öl/Emulgator 5,5 % | + | Grenzdurchmesser: 2 mm |
| ANE-G1 Ammoniumnitrat 74 %, Natriumnitrat 1 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 9 % | - | |
| ANE-G2 Ammoniumnitrat 74 %, Natriumnitrat 3 %, Wasser 16 %, Öl/Emulgator 7 % | - | |
| ANE-J1 Ammoniumnitrat 80 %, Wasser 13 %, Öl/Emulgator 7 % | - | Zerlegungsart „0“ |
| ANE-J2 Ammoniumnitrat 76 %, Wasser 17 %, Öl/Emulgator 7 % | - | Zerlegungsart „0“ |
| ANE-J4 Ammoniumnitrat 71 %, Natriumnitrat 11 %, Wasser 12 %, Öl/Emulgator 6 % | - | Zerlegungsart „A“ |

Abbildung 18.6.1.1: AUFBAU DER PRÜFHÜLSE



- | | | | |
|-----|---|-----|---|
| (A) | Mutter ($b = 10,0$ mm) mit Flächen für Schraubenschlüssel Durchmesser Größe 41 | (B) | Düsenplatte ($a = 1,5$ oder $2,0$ mm) |
| (C) | Gewinding | (D) | Flächen für Schraubenschlüssel Größe 36 |
| (E) | Hülsenflansch | (F) | Stahlhülse |

Abbildung 18.6.1.2: ERWÄRMUNGSVORRICHTUNG



(A) Brenner

(B) Metallhalterung für die Prüfhülse

(C) Anzündflamme

Abbildung 18.6.1.3: BEISPIELE FÜR ZERLEGUNGSARTEN D, E UND F

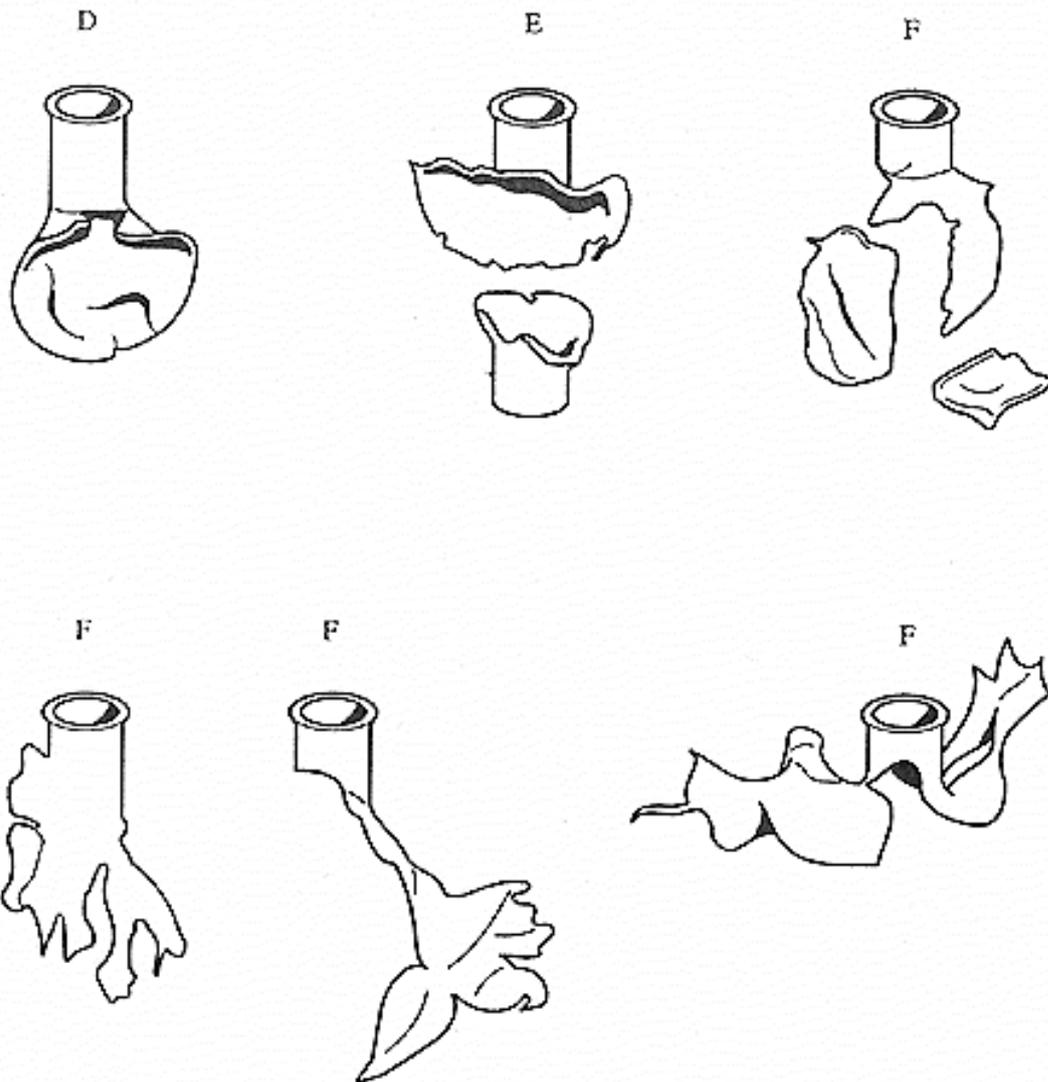


Abbildung 18.6.1.4: Beispiele für Ergebnisse der Koenen-Prüfung



18.7 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie 8 Prüfmart (d)

18.7.1 Prüfung 8 (d) (i): Rohrprüfung mit Entlastungsöffnung

18.7.1.1 Einleitung

Diese Prüfung ist nicht für die Klassifizierung bestimmt, sondern ist im Handbuch zwecks Beurteilung der Eignung für den Einschluss in ortsbeweglichen Tanks als ein entzündend (oxidierend) wirkender Stoff enthalten.

Die Rohrprüfung mit Abzugsöffnung wird angewendet, die Wirkung eines Stoffes, der ein Kandidat für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen (ANE)“ ist, der einem großen Feuer unter Einschluss mit Entlastungsöffnung ausgesetzt wird, zu ermitteln.

18.7.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Folgende Materialien werden gebraucht:

- (a) Ein Stahlrohr mit einem Durchmesser von 310 ± 10 mm und einer Länge von 610 ± 10 mm, dicht angeschweißt an den Boden aus unlegiertem Stahl, der quadratisch mit einer Seitenlänge von 380 mm und $10 \pm 0,5$ mm dick ist. An das obere Ende des Stahlrohrs angeschweißt ist eine Platte aus unlegiertem Stahl mit denselben Abmessungen und einer mittigen Entlastungsöffnung mit einem Durchmesser von 78 mm, um die ein Rohrstutzen mit 152 mm Länge und 78 mm innerem Durchmesser auf der Platte angeschweißt ist (siehe Abbildung 18.7.1.1). Alle Verschweißungen sollen einem einschlägigem ISO-Standard oder Vergleichbarem entsprechen. Alle Bestandteile aus Stahl sollen Schedule 40 carbon steel (A53 Grade)^{*3} oder Vergleichbarem entsprechen.
- (b) Ein Metallrost, um das gefüllte Rohr über dem Feuer zu halten und eine angemessene Erwärmung zuzulassen. Wird ein Holzfeuer angewendet, sollte der Rost ungefähr 1,0 m oberhalb des Bodens sein; bei einem Ölwannefeuer sollte der Rost zu Beginn der Prüfung ungefähr 0,5 m oberhalb der Oberfläche des Brennstoffes sein.
- (c) Ausreichend Brennstoff, um ein Feuer von 800 °C (außen am Boden des Stahlrohres gemessen) zu erzeugen und wenigstens 30 Minuten brennen zu lassen oder nötigenfalls, bis der Stoff ganz sicher genügend Zeit hatte, um auf das Feuer zu reagieren, was erkennbar ist durch Ausstoß von Material, Rauch, Dämpfen, Flammen etc. aus dem oberen Ende des Rohres. Ein kurzzeitiges Absinken der Temperatur unterhalb von 800 °C ist normal und führt nicht zu einer ungültigen Prüfung.
- (d) Geeignete Mittel, um den Brennstoff an wenigstens zwei Seiten zu entzünden, z. B. bei einem Holzfeuer Kerosin, um das Holz zu durchtränken, und Anzünder.

^{*3} Bezeichnung nach DIN EN 10216-1:2004-07: P265TR1/P265TR2, Werkstoffnummer 1.10258/1.10259, aktuelle Norm: DIN EN 10216-1:2014-03.

- (e) Videokameras zur Aufzeichnung der Ereignisse in Farbe;
- (f) Mess- und Aufzeichnungseinrichtungen für die Temperatur, bis zu und über 800 °C, mit einem Thermoelement, welches außen am Fuß des Rohres positioniert ist;
- (g) eine Einrichtung zur Messung der Windgeschwindigkeit, wie ein Anemometer.

18.7.1.3 Prüfverfahren

18.7.1.3.1 Das Rohr wird ohne Stampfen mit dem zu prüfenden Stoff gefüllt. Der Stoff ist vorsichtig einzufüllen zur Vermeidung von Hohlräumen. Das Stahlrohr wird senkrecht auf den Rost gestellt und ist vor Umkippen zu sichern. Der Brennstoff ist so unter den Rost zu legen, dass er sich in jeder Richtung unter dem Rohr erstreckt, so dass das Feuer das Rohr vollständig einhüllt. Zur Vermeidung von Wärmeverlusten können Vorkehrungen gegen Seitenwinde erforderlich sein. Geeignete Methoden für die Erwärmung sind ein Holzfeuer sowie ein Feuer mit flüssigem oder mit gasförmigem Brennstoff, die eine Flammentemperatur von mindestens 800 °C erzeugen.

18.7.1.3.2 Die Prüfung soll nicht durchgeführt werden, wenn die Windgeschwindigkeit durchweg größer als 6 m/s ist.

18.7.1.3.3 Folgende Daten werden dokumentiert:

- (a) Zu Beginn der Prüfung die Windgeschwindigkeit gemäß 18.7.1.3.2;
- (b) Dauer des Feuers mindestens 30 Minuten oder bis die Substanz eindeutig genug Zeit hatte, auf das Feuer zu reagieren, nachdem außen am Fuß des Rohres 800 °C erreicht wurden;
- (c) Temperatur außen am Fuß des Rohres;
- (d) Reaktion des Stoffes auf das Feuer wie in 18.7.1.2 (c) beschrieben;
- (e) Nachweis einer Explosion (z. B. Zerlegung des Rohres in zwei oder mehr Teile);
- (f) Herausschleudern von Fragmenten von Rohrteilen außerhalb des Brandbereichs;
- (g) Nachweis eines Aufreißens (z. B. ein Riss im Rohr oder Trennung des Rohres von der Bodenplatte an der Schweißnaht).

18.7.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Eine Prüfung ist gültig, wenn die in 18.7.1.3.3 (a) bis (d) beschriebenen Voraussetzungen erfüllt wurden.

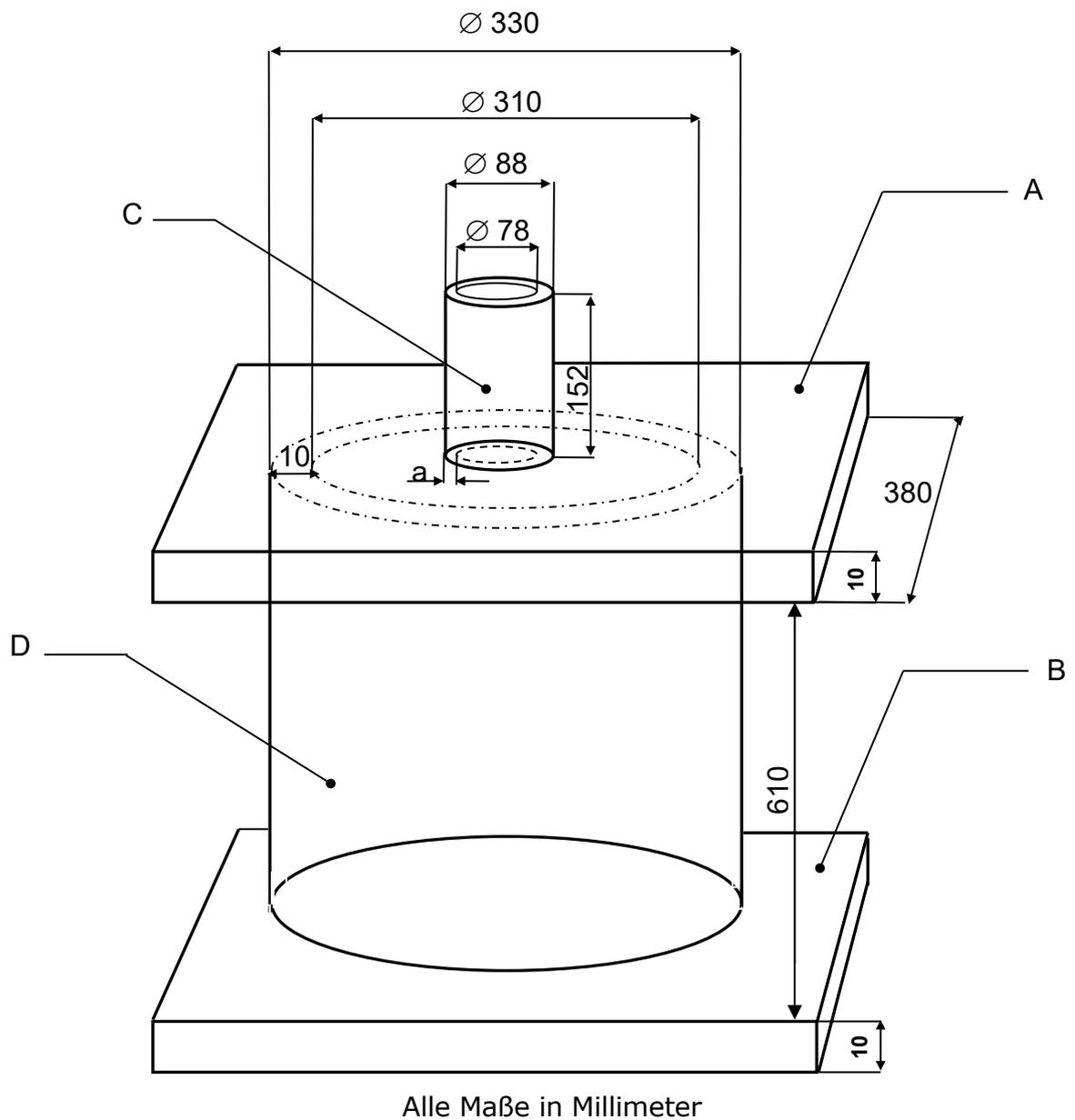
Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff soll nicht in ortsbeweglichen Tanks als ein entzündend (oxidierend) wirkender Stoff eingeschlossen werden, wenn eine Explosion und/oder eine Zersplitterung des Rohres, wie in 18.7.1.3.3 (e) und (f) beschrieben, beobachtet wird.

Das Prüfergebnis wird mit „-“ bewertet, wenn keine Explosion und/oder Zersplitterung des Rohres beobachtet wird. Ein Zersplittern oder Trennung des Rohres von der Bodenplatte wie in 18.7.1.3.3 (g) beschrieben, führt zu dem Ergebnis „-“.

18.7.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Ergebnis |
|--------------|-----------------|
| bleibt frei | |

Abbildung 18.7.1.1: ROHRPRÜFUNG MIT ENTLASTUNGSÖFFNUNG



-
- (A) Deckplatte (Schedule 40 Baustahl (A53 Grade B)^{*4})
 - (B) Bodenplatte
 - (C) Stahlrohrstützen ($a = 0,5$ cm)
 - (D) Stahlrohr
-

^{*4} *Stahlsorte für alle Teile: Bezeichnung nach DIN EN 10216-1:2004-07: P265TR1/P265TR2, Werkstoffnummer 1.10258/1.10259, aktuelle Norm: DIN EN 10216-1:2014-03.*

18.7.2 Prüfung 8 (d) (ii): Modifizierte Rohrprüfung mit Entlastungsöffnung

18.7.2.1 Einleitung

Diese Prüfung ist nicht für die Klassifizierung bestimmt, sondern ist im Handbuch enthalten, um die Eignung eines Kandidaten für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen“ zu beurteilen, welcher in ortsbeweglichen Tanks als entzündend (oxidierend) wirkender Stoff eingeschlossen werden soll.

Die modifizierte Rohrprüfung mit Entlastungsöffnung wird angewendet, die Wirkung eines Stoffes, der ein Kandidat für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen“ ist, der einem großen Feuer unter Einschluss mit Entlastungsöffnung ausgesetzt wird, zu ermitteln.

18.7.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Folgende Materialien werden gebraucht:

- (a) Ein Behälter mit Entlastungsöffnung als Stahlrohr aus gezogenem, unlegiertem Stahl mit einem Innendurchmesser von 265 ± 10 mm, einer Länge von 580 ± 10 mm und einer Wanddicke von $5,0 \pm 0,5$ mm. Beide, die Deck- und Bodenplatte, sind quadratische unlegierte Stahlplatten mit einer Seitenlänge von 300 mm und einer Dicke von $6,0 \pm 0,5$ mm. Die Deck- und die Bodenplatte sind am Rohr befestigt mit einer Hohlkehlschweißnaht mit einer Mindestdicke von 5 mm. Alle Verschweißungen sollen einem einschlägigem ISO-Standard oder Vergleichbarem entsprechen. Die Deckplatte hat eine Entlastungsöffnung mit einem Durchmesser von $85 \pm 1,0$ mm. In die Deckplatte sind zwei weitere kleine Löcher, gerade passend für die Aufnahme von Thermoelementen, gebohrt;
- (b) ein quadratischer Betonblock oder ein vergleichbar festes Fundament mit einer Seitenlänge von ca. 400 mm und einer Dicke von 50 bis 75 mm;
- (c) ein Metallgestell, das den Behälter in einer Höhe von ungefähr 150 mm über dem Betonblock oder dem vergleichbar festen Fundament hält;
- (d) ein Gasbrenner, tauglich zu einem Gasdurchfluss (z. B. Propan) von bis zu 60 g/min. Der Brenner befindet sich auf dem Betonblock oder einem vergleichbar festen Fundament unter dem Gestell. Ein typisches Beispiel für einen brauchbaren Brenner ist ein Mongolischer Wok-Brenner mit 32 Düsen;
- (e) genug Brennstoff damit das Feuer 800 °C erreicht (außen am Fuß des Rohres gemessen) und mindestens 60 Minuten brennt oder nötigenfalls, bis der Stoff ganz sicher genügend Zeit hatte, um auf das Feuer zu reagieren, was erkennbar ist durch Ausstoß von Material, Rauch, Dämpfe, Flammen etc. aus dem oberen Ende des Rohres. Ein

kurzzeitiges Absinken der Temperatur unterhalb von 800 °C ist normal und führt nicht zu einer ungültigen Prüfung;

- (f) ein Metallblech zum Schutz der Flamme gegen Seitenwind. Es kann hergestellt werden aus ca. 0,5 mm dickem, galvanisiertem Metallblech. Der Durchmesser des Windschutzes ist ungefähr 600 mm und die Höhe sollte ungefähr 250 mm sein. Vier justierbare Öffnungen, ca. 150 mm breit und 100 mm hoch sind gleichmäßig um den Windschutz verteilt, um eine angemessene Luftzufuhr zu gewährleisten;
- (g) Gasflasche(n), die über ein Verteilungsrohr mit einem Druckminderer verbunden ist (sind). Der Druckminderer soll den Gasflaschendruck von 600 kPa auf etwa 150 kPa mindern können. Das Gas strömt dann durch ein Gasrotameter, welches in der Lage ist, einen Gasdurchfluss von bis zu 60 g/min zu messen, und durch ein Nadelventil. Ein Magnetventil wird benutzt, um den Gasfluss fernbetätigt an- und abzuschalten. Normalerweise liefern drei 9-kg-Gasflaschen die gewünschte Gasdurchflussrate für die Dauer von bis zu fünf Prüfungen. Gasdruck und -durchfluss werden so geregelt, dass im Kalibrierungsverfahren eine Aufheizrate von $3,3 \pm 0,3$ K/min erreicht wird;
- (h) drei Thermoelemente mit ungefähr 500 (2) und 100 (1) mm langen Edelstahlschutzrohren und glasfaserüberzogenen Zuleitungsdrähten;
- (i) ein Messwerterfassungssystem, das die Messwerte der Thermoelemente aufzeichnen kann;
- (j) Film- oder Video-Kameras, bevorzugt Hochgeschwindigkeits- und Normalgeschwindigkeitskameras zur Aufzeichnung der Ereignisse in Farbe;
- (k) reines Wasser für die Kalibrierung;
- (l) der zu prüfende Kandidat für „Ammoniumnitrat-Emulsion oder -Suspension oder -Gel, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen“;
- (m) eine Einrichtung zur Messung der Windgeschwindigkeit, wie ein Anemometer (Windmesser), zu Beginn der Prüfung;
- (n) Druckaufnehmer, Wärmestrahlungsmesser und zugehörige Aufzeichnungseinrichtungen können ebenfalls verwendet werden.

18.7.2.3 *Kalibrierung*

18.7.2.3.1 Der Behälter wird bis zum 75-%-Niveau (d. h. bis zu einer Höhe von ungefähr 435 mm) mit dem reinen Wasser gefüllt und nach dem Verfahren, das in 18.7.2.4 beschrieben ist, aufgeheizt. Das Wasser wird von der Außentemperatur auf 90 °C aufgeheizt, wobei die Temperatur durch das Thermoelement im Wasser kontrolliert wird. Die Temperatur-Zeit-Daten müssen eine gerade Linie ergeben, deren Steigung die „Kalibrierungsaufheizrate“ für die benutzte Kombination aus Behälter und Wärmequelle ist.

18.7.2.3.2 Gasdruck und -durchfluss müssen für eine Aufheizrate von $3,3 \pm 0,3$ K/min eingeregelt werden.

18.7.2.3.3 Die Kalibrierung muss vor jeder Prüfung einer Prüfsubstanz durchgeführt werden, jedoch kann dieselbe Kalibrierung für eine Prüfung verwendet werden, wenn diese am selben Tag der Kalibrierung stattfindet, vorausgesetzt, es hat keine Änderung in der Behälterkonstruktion oder der Gaszufuhr gegeben. Eine neue Kalibrierung ist notwendig nach jedem Wechsel des Brenners.

18.7.2.4 Prüfverfahren

18.7.2.4.1 Der Betonblock oder das vergleichbar feste Fundament wird auf einem sandigen Untergrund platziert und mit Hilfe einer Wasserwaage nivelliert. Der Gasbrenner wird in die Mitte des festen Fundaments gebracht und mit der Gaszufuhr verbunden. Das Metallgestell wird über den Brenner gestellt.

18.7.2.4.2 Der Behälter wird senkrecht auf das Gestell gesetzt und vor Umfallen gesichert. Der Behälter wird ohne Stampfen bis auf 75 % seines Volumens (d. h. bis zu einer Höhe von ungefähr 435 mm) mit dem zu prüfenden Stoff gefüllt. Die Anfangstemperatur des Stoffes muss aufgezeichnet werden. Der Stoff ist vorsichtig einzufüllen zur Vermeidung von Hohlräumen. Der Windschutz wird unten um den Versuchsaufbau gesetzt, um die Gasflamme vor Wärmeverlust durch Seitenwinde zu schützen.

18.7.2.4.3 Die Positionen der Thermoelemente sind wie folgt:

- (a) das erste 500 mm lange Thermoelement (T1) in der Gasflamme;
- (b) das zweite 500 mm lange Thermoelement (T2) wird so in den Behälter eingebracht, dass die Spitze 80 bis 90 mm vom Boden des Behälters entfernt ist;
- (c) das dritte 100 mm lange Thermoelement (T3) ragt ungefähr 20 mm in den oberen, leeren Raum des Behälters hinein.

Die Thermoelemente werden mit dem Messwerterfasser verbunden und die Zuleitungsdrähte der Thermoelemente und der Messwerterfasser werden angemessen vor dem Versuchsaufbau für den Fall einer Explosion geschützt.

18.7.2.4.4 Gasdruck und -durchfluss werden geprüft und auf die Werte während der Wasser-Kalibrierung, die in 18.7.2.3 beschrieben ist, justiert. Videokameras und die anderen Aufzeichnungsgeräte werden geprüft und gestartet. Das Funktionieren der Thermoelemente wird überprüft und die Messwerterfassung wird gestartet, mit einer Zeiteinstellung, so dass die Abstände der Messwerterfassung der Thermoelemente nicht mehr als zehn Sekunden betragen, besser kürzer. **Die Prüfung ist nicht vorzunehmen, wenn die Windgeschwindigkeit 6 m/s überschreitet; es sei denn, es werden zusätzliche Maßnahmen gegen Seitenwind zum Schutz vor Wärmeverlust ergriffen.**

18.7.2.4.5 Der Gasbrenner kann am Ort oder fernbetätigt gestartet werden und alle Mitarbeiter haben sich sofort in eine geschützte Position zurückzuziehen. Der Fortschritt der Prüfung wird verfolgt durch Kontrolle der Thermoelementsignale und Bilder einer Videoüberwachung. Die Startzeit der Prüfung ist definiert als die Zeit, bei der die Temperatur des Thermoelements T1 in der Flamme beginnt anzusteigen.

18.7.2.4.6 Der Gasbehälter muss groß genug sein, um den Stoff zu einer möglichen Reaktion zu bringen und zu gewährleisten, dass das Feuer über den Zeitpunkt der kompletten Umsetzung des Stoffes hinaus brennt. Wenn das Rohr nicht aufreißt, soll der Versuchseinrichtung genug Zeit zum Abkühlen gegeben werden, bevor sie abgebaut und das Rohr geleert wird.

18.7.2.4.7 Folgende Daten werden dokumentiert:

- (a) Zu Beginn der Prüfung die Windgeschwindigkeit gemäß 18.7.2.4.4;
- (b) Dauer des Feuers mindestens 60 Minuten oder bis die Substanz eindeutig genug Zeit hatte, auf das Feuer zu reagieren, nachdem außen am Fuß des Rohres 800 °C erreicht wurden;
- (c) Temperatur außen am Fuß des Rohres;
- (d) Reaktion des Stoffes auf das Feuer wie in 18.7.2.2 (e) beschrieben;
- (e) Nachweis einer Explosion (z. B. Zerlegung des Rohres in zwei oder mehr Teile);
- (f) Herausschleudern von Fragmenten von Rohrteilen außerhalb des Brandbereichs;
- (g) Nachweis eines Aufreißen (z. B. ein Riss im Rohr oder Trennung des Rohres von der Bodenplatte an der Schweißnaht).

18.7.2.4.8 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Eine Prüfung ist gültig, wenn die in 18.7.2.4.7 (a) bis (d) beschriebenen Voraussetzungen erfüllt werden.

Das Prüfergebnis wird „+“ bewertet und der Stoff soll nicht in ortsbeweglichen Tanks als entzündend (oxidierend) wirkender Stoff eingeschlossen werden, wenn eine Explosion und/oder eine Zersplitterung des Rohres, wie in 18.7.2.4.7 (e) und (f) beschrieben, beobachtet wird.

Das Prüfergebnis wird mit „-“ bewertet, wenn keine Explosion und/oder Zersplitterung des Rohres beobachtet wird. Ein Zersplittern oder Trennung des Rohres von der Bodenplatte wie in 18.7.2.4.7 (g) beschrieben, führt zu dem Ergebnis „-“.

18.7.2.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Ergebnis |
|--|-----------------|
| 76,0 Ammoniumnitrat/17,0 Wasser/5,6 Paraffinöl/1,4 PIBSA-Emulgator | - |
| 84,0 Ammoniumnitrat/9,0 Wasser/5,6 Paraffinöl/1,4 PIBSA-Emulgator | + |
| 67,7 Ammoniumnitrat/12,2 Natriumnitrat/14,1 Wasser/ 4,8 Paraffinöl/1,2 PIBSA-Emulgator | - |
| 67,4 Ammoniumnitrat/15,0 Methylaminnitrat/12,0 Wasser/5,0 Glykol/ 0,6 Verdickungsmittel | - |
| 71,4 Ammoniumnitrat/14,0 Hexaminnitrat/14,0 Wasser/ 0,6 Verdickungsmittel | - |

18.8 Beschreibung der Prüfserie 8 Prüfmart (e)

18.8.1 Prüfung 8 (e): CanmetCERL Minimum Burning Pressure (MBP)-Test

18.8.1.1 *Einleitung*

Mit dieser Prüfung wird die Empfindlichkeit einer als ANE-Kandidat in Frage kommenden Ammoniumnitratemulsion oder -suspension oder eines Gels, Zwischenprodukt für die Herstellung von Sprengstoffen, gegenüber der Wirkung einer intensiven, lokal begrenzten thermischen Zündung unter hohem Einschluss bestimmt. Diese Prüfung kann im Falle eines positiven ("+") Ergebnisses in der Prüfung 8 (c) durchgeführt werden, wenn die Reaktionszeit in dieser Prüfung 60 Sekunden überschritten hat und der Stoff einen Wassergehalt von mehr als 14 % aufweist.

18.8.1.2 *Geräte und Materialien*

18.8.1.2.1 Die Prüfsubstanzen sollten in kleine zylindrische Stahlrohre (sogenannte Prüfzellen) mit einer Nennlänge von 7,6 cm und einem Innendurchmesser von mindestens 1,6 cm gefüllt werden. Jede Prüfzelle sollte entlang der Achse einen 3 mm breiten Schlitz haben, damit die Verbrennungsgase während der Prüfungen entweichen können (Abbildung 18.8.1). Das Innere jeder Prüfzelle sollte mit einer nicht leitenden Hochtemperaturfarbe gestrichen sein. Der Stoff ist vorsichtig in die Zelle einzuführen, um ein Auskristallisieren des Stoffes und das Einbringen von Luftblasen in den Stoff zu vermeiden. Nachdem der Zünddraht in den Stoff eingeführt wurde (siehe 18.8.1.2.2), werden die Enden der Zelle mit Neoprenstopfen Nr. 0 oder ähnlichen Stopfen verschlossen, die an ihrer Innenseite ausgefräst werden müssen, um die Spleißverbinder der Zünddrahtanordnung aufzunehmen.

18.8.1.2.2 Die Zündung erfolgt durch einen Ni/Cr-Draht mit einem Nenndurchmesser von 0,51 mm (Nennwiderstand von $5,5 \Omega \text{ m}^{-1}$ bei 20°C) und einer Länge von 7 cm. Beide Enden des Zünddrahtes sollten mit geeigneten Spleißverbindern auf 50 cm lange blanke Vollkern-Kupferdrähte von 14 AWG (American Wire Gage) (1,628 mm) oder mehr aufgespleißt werden. Der Zünddraht sollte entlang der Achse der Prüfzelle in die Probe eingeführt werden. Anschließend werden die Stopfen eingesetzt.

18.8.1.2.3 Die oben beschriebene Prüfzelle ist so in ein Druckgefäß einzuführen, dass die Achse der Zelle waagrecht gehalten wird und der Schlitz oben liegt (Abbildung 18.8.2). Für diesen Druckbehälter werden ein Mindestvolumen von 4 Litern und eine Betriebsdruckfestigkeit von 20,8 MPa (oder 3000 psig) empfohlen. Der Behälter muss mit zwei isolierten, starren Durchführungselektroden ausgestattet sein, die einen elektrischen Strom von bis zu 20 A führen können und so abgedichtet sind, dass sie eine Druckfestigkeit aufweisen, die der des Behälters selbst entspricht. Das Gefäß sollte außerdem mit einem Einlass und einem Auslass ausgestattet sein. Der Einlass sollte dazu dienen, den Behälter vor der Prüfung auf einen bestimmten Anfangsdruck zu bringen. Der Einfachheit halber wird empfohlen, das Gefäß auch mit einem 0-25 MPa Druckmessumformer auszustatten.

18.8.1.2.4 Ein Gasverteiler, der in der Lage ist, den Druckbehälter mit Hilfe von Argongasflaschen auf einen bestimmten Anfangsdruck zu bringen. Der Einfachheit halber sollte dieser Verteiler mit einem Nadelventil ausgestattet sein, das als Ablassventil verwendet werden kann, um den Anfangsdruck im Behälter einzustellen.

18.8.1.2.5 Eine Stromversorgung, die einen konstanten Strom bis zu 20 A liefern kann. Der Strom kann durch Messung der Spannung an einem Shunt-Widerstand (einige m Ω), der in Reihe mit dem Zündkabel geschaltet ist, überwacht werden.

18.8.1.2.6 Ein Oszilloskop oder ein PC-gestütztes Datenerfassungssystem, das in der Lage ist, das Signal des Druckaufnehmers und den Strom des Zündkabels zu erfassen. Die Erfassungsrate sollte mindestens 100 Hz für Zeiträume von bis zu 5 Minuten betragen.

18.8.1.2.7 Ein Multimeter, das den elektrischen Widerstand im Bereich von 0,1 Ω bis 10 M Ω messen kann.

18.8.1.3 Prüfverfahren

18.8.1.3.1 Eine gemäß 18.8.1.2.1 und 18.8.1.2.2 vorbereitete Prüfzelle wird mit horizontaler Achse in den Druckbehälter eingeführt. Die blanken Kupferdrähte der Zelle werden mit den Elektroden des Gefäßes im Inneren des Gefäßes verbunden, und das Gefäß wird geschlossen.

18.8.1.3.2 Der Prüfer sollte mit dem Multimeter (siehe 18.8.1.2.7) überprüfen, dass kein elektrischer Kontakt zwischen jeder Elektrode und dem Körper des Druckbehälters besteht.

18.8.1.3.3 Der Behälterauslass wird geschlossen, während der Behältereinlass geöffnet wird. Das Gefäß wird dann ungefähr auf den für die Prüfung erforderlichen Anfangsdruck gebracht. Handelt es sich um die erste Prüfung mit einem bestimmten Stoff, sollte dieser Druck als zu erwartender MBP auf Grundlage der Zusammensetzung des Stoffes geschätzt werden. Anschließend wird der Einlass geschlossen und der Behälter mehrere Minuten lang unter Druck belassen, um zu prüfen, ob das System dicht ist. Sobald dies überprüft ist, wird der Druck auf den erforderlichen Anfangswert eingestellt und der Behältereinlass geschlossen.

18.8.1.3.4 Dann wird die Datenerfassung (oder das Oszilloskop) gestartet und ein Strom von 10,5 A oder mehr durch den Zünddraht fließen gelassen. Der Strom sollte so lange fließen, bis sich die Probe entzündet und den Zünddraht schmilzt, jedoch maximal 100 Sekunden lang.

18.8.1.3.5 Wenn die Probe vollständig verbrennt (die Verbrennungsfront erreicht die Wand der Prüfzelle; eine kleine Menge der Probe kann an den Stopfen zurückbleiben), gilt das Ergebnis als "go" und der Druck sollte für die nächste Prüfung verringert werden. Andernfalls gilt das Ergebnis als "no go" und der Druck sollte für den nächsten Test erhöht werden (Abbildung 18.8.3). Die Druckaufzeichnung des Aufnehmers kann auch als Nachweis für eine anhaltende Verbrennung oder deren nicht Vorhandensein verwendet werden (Abbildung 18.8.4).

18.8.1.3.6 Die Schritte 18.8.1.3.1 bis 18.8.1.3.5 werden wiederholt, wobei die Größe der Druckzunahmen (oder -abnahmen) allmählich verringert wird, bis der MBP mit dem gewünschten Genauigkeitsgrad bestimmt wurde (siehe typische Beispiele unten). Es sollten mindestens 12 Prüfungen nach dieser "Up-und-Down"-Methode durchgeführt werden. Der MBP sollte als Mittelwert zwischen dem Ausgangsdruck des höchsten "No-Go"-Ereignisses und dem des niedrigsten "Go"-Ereignisses angegeben werden.

18.8.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Prüfergebnisse

18.8.1.4.1 Das Ergebnis wird mit „+“ bezeichnet und der Stoff soll nicht in die Unterklasse 5.1 eingestuft werden, wenn die MHP kleiner als 5,6 MPa (800 psig) ist.

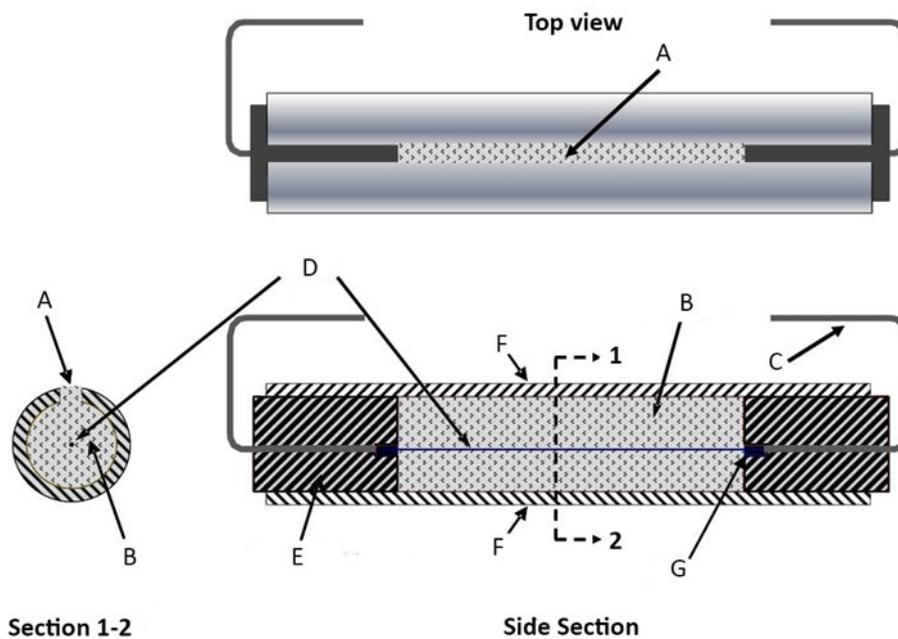
18.8.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoffe | MBP/MPa (psig)^a | Ergebnis |
|---|---------------------------------------|-----------------|
| 1. 72,5 Ammoniumnitrat/6,1 Natriumperchlorat/ 8,1 Wasser/5,3 Öl+Wachs/5,0 Aluminium/ 3,0 Glass μS^{**b} | 0,93 (120) | + |
| 2. 69,4 Ammoniumnitrat/5,7 Natriumnitrat/ 6,4 Natriumperchlorat/7,8 Wasser/5,5 Öl+Wachs/ 5,0 Aluminium/0,2 Plastik μS^{**} | 1,58 (215) | + |
| 3. 72,1 Ammoniumnitrat/11,2 Natriumnitrat/ 11,2 Wasser/5,5 Öl+Wachs | 3,03 (425) | + |
| 4. 69,3 Ammoniumnitrat/10,5 Natriumnitrat/ 14,7 Wasser/5,5 Öl+Wachs | 4,17 (590) | + |
| 5. 83,0 Ammoniumnitrat/11,7 Wasser/5,3 Öl+Wachs | 4,48 (635) | + |
| 6. 66,9 Ammoniumnitrat/10,4 Natriumnitrat/ 17,2 Wasser/5,5 Öl+Wachs | 5,72 (815) | - |
| 7. 79,9 Ammoniumnitrat/14,6 Wasser/5,5 Öl+Wachs | 6,82 (975) | - |
| 8. 77,2 Ammoniumnitrat/17,4 Wasser/5,4 Öl+Wachs | 8,18 (1170) | - |
| 9. 69,8 Ammoniumnitrat/24,8 Wasser/5,4 Öl+Wachs | 14,24 (2050) | - |

^a Der Druck in der Einheit MPa ist absolut, während der Druck in der Klammer in der Einheit psi als Überdruck angegeben wird.

^{**b} μS bezieht sich auf Mikrokugeln

Abbildung 18.8.1: Prüfzelle für die CanmetCERL MBP Prüfung



| | | | | | |
|-----|-------------------|-----|--------------|-----|--------|
| (A) | Schlitz | (D) | Ni/Cr-Draht | (G) | Spleiß |
| (B) | Explosiver Stoff | (E) | Gummistopfen | | |
| (C) | Leiter aus Kupfer | (F) | Stahlrohr | | |

Abbildung 18.8.2: Prüfzelle horizontal unter dem Deckel des Druckbehälters angebracht (Kupferleiter sind mit fest mit den Elektroden des Behälters verbunden)



Abbildung 18.8.3: Typisches Aussehen der Prüfzelle nach einem "go" (links) und einem "no-go" (rechts) Ereignis

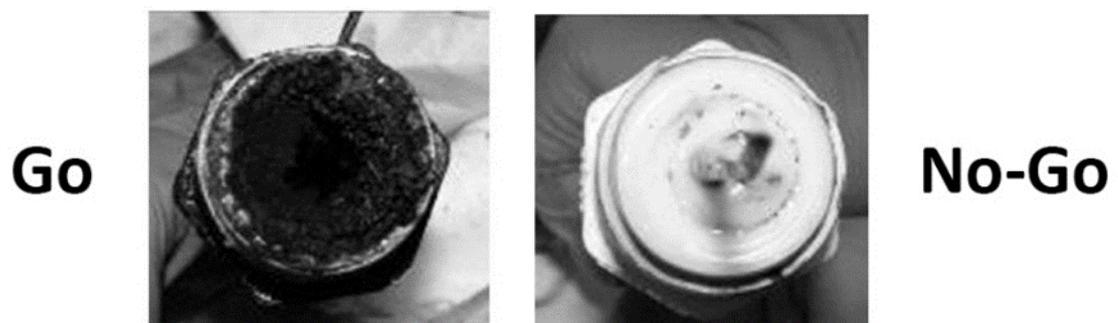
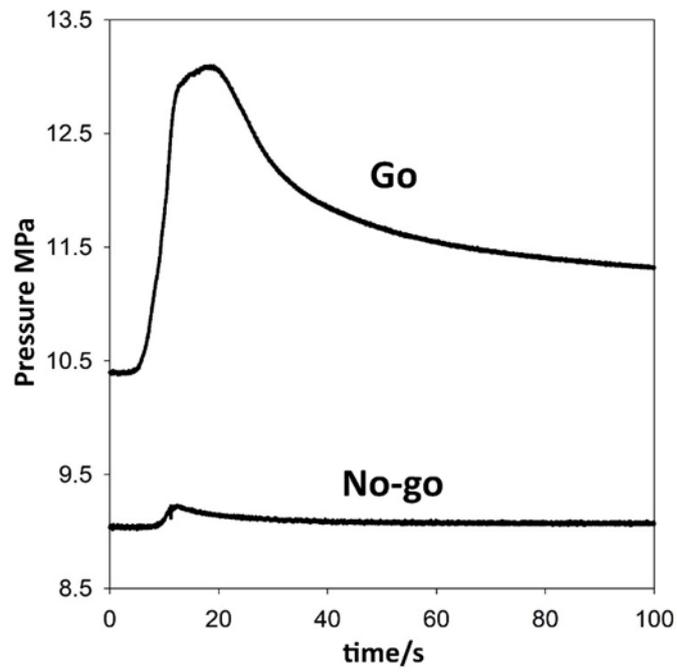


Abbildung 18.8.4: Typische Druckmessungen für "Go" und "No-go" Ereignisse



TEIL II

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF SELBSTZERSETZLICHE STOFFE, ORGANISCHE PEROXIDE UND POLYMERISIERENDE STOFFE

INHALT TEIL II

BEMERKUNG 1: Das Ursprungsland oder die Ursprungsorganisation eines jeden Prüfverfahrens ist in Klammern hinter jedem Prüfnamen angezeigt.

BEMERKUNG 2: Das Prüfverfahren jeder Prüfart, das zur Benutzung empfohlen ist, ist **fettgedruckt** und mit Sternchen gekennzeichnet (siehe Unterabschnitt 1.6 der Allgemeinen Einleitung).

| <u>Abschnitt</u> | <u>Seite</u> |
|--|--------------|
| 20. EINLEITUNG TEIL II | 281 |
| 20.1 ZWECK | 281 |
| 20.2 ANWENDUNGSBEREICH | 281 |
| 20.3 VORVERFAHREN | 284 |
| 20.3.1 Allgemeine Beschreibung | 284 |
| 20.3.2 Prüfarten..... | 284 |
| 20.3.3 Anwendung der Prüfverfahren..... | 284 |
| 20.3.4 Thermische Stabilität von Proben und Festlegung der Temperaturkontrolle für den Transport..... | 288 |
| 20.4 KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN..... | 293 |
| 20.4.1 Allgemeine Beschreibung | 293 |
| 20.4.2 Klassifizierung von selbstzersetzlichen Stoffen..... | 294 |
| 20.4.3 Klassifizierung von organischen Peroxiden | 295 |
| 20.4.4 Klassifizierung von polymerisierenden Stoffen für den Transport..... | 296 |
| 20.4.5 Prüfarten..... | 297 |
| 20.4.6 Anwendung der Prüfverfahren..... | 298 |
| 20.5 BEISPIEL EINES PRÜFBERICHTES | 298 |
| 21. PRÜFSERIE A | 303 |
| 21.1 EINLEITUNG | 303 |
| 21.2 PRÜFVERFAHREN | 303 |
| 21.3 PRÜFBEDINGUNGEN..... | 304 |
| 21.4 BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE A..... | 305 |
| 21.4.1 Prüfung A.1 BAM 50/60 Stahlrohrprüfung (D)..... | 305 |
| 21.4.2 Prüfung A.5 UN Gap-Prüfung (UN) | 310 |
| 21.4.3 Prüfung A.6 *UN Detonationsprüfung (UN) | 313 |
| 22. PRÜFSERIE B | 317 |
| 22.1 EINLEITUNG | 317 |
| 22.2 PRÜFVERFAHREN | 317 |
| 22.3 PRÜFBEDINGUNGEN..... | 317 |
| 22.4 BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE B | 318 |
| 22.4.1 Prüfung B.1 *Detonationsprüfung im Packstück (NL) | 318 |
| 23. PRÜFSERIE C | 321 |
| 23.1 EINLEITUNG | 321 |
| 23.2 PRÜFVERFAHREN | 321 |
| 23.3 PRÜFBEDINGUNGEN..... | 321 |
| 23.4 BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE C | 322 |
| 23.4.1 Prüfung C.1 *Druck/Zeit-Prüfung (GB) | 322 |
| 23.4.2 Prüfung C.2 *Deflagrationsprüfung (NL) | 330 |

INHALT TEIL II (Fortsetzung)

| <u>Abschnitt</u> | | <u>Seite</u> |
|------------------|--|--------------|
| 24. | PRÜFSERIE D | 335 |
| 24.1 | EINLEITUNG..... | 335 |
| 24.2 | PRÜFVERFAHREN | 335 |
| 24.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 335 |
| 24.4 | BESCHREIBUNG DER PRÜFUNG ZUR PRÜFSERIE D | 335 |
| 24.4.1 | Prüfung D.1 *Deflagrationsprüfung in der Verpackung (NL) | 335 |
| 25. | PRÜFSERIE E | 337 |
| 25.1 | EINLEITUNG..... | 337 |
| 25.2 | PRÜFVERFAHREN | 337 |
| 25.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 337 |
| 25.4 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE E | 338 |
| 25.4.1 | Prüfung E.1 *Koenen-Prüfung (D) | 338 |
| 25.4.2 | Prüfung E.2 *Holländische Druckgefäßprüfung (NL) | 346 |
| 25.4.3 | Prüfung E.3 Vereinigte Staaten Druckgefäßprüfung (USA)..... | 351 |
| 26. | PRÜFSERIE F | 355 |
| 26.1 | EINLEITUNG..... | 355 |
| 26.2 | PRÜFVERFAHREN | 355 |
| 26.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 355 |
| 26.4 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE F | 357 |
| 26.4.1 | Prüfung F.1 Ballistische Mörser Mk.IIIId-Prüfung (GB) | 357 |
| 26.4.2 | Prüfung F.2 Ballistische Mörserprüfung (F) | 361 |
| 26.4.3 | Prüfung F.3 BAM Trauzl-Prüfung (D)..... | 368 |
| 26.4.4 | Prüfung F.4 *Modifizierte Trauzl-Prüfung (USA) | 373 |
| 27. | PRÜFSERIE G | 377 |
| 27.1 | EINLEITUNG..... | 377 |
| 27.2 | PRÜFVERFAHREN | 377 |
| 27.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 377 |
| 27.4 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE G..... | 377 |
| 27.4.1 | Prüfung G.1 *Thermische Explosionsprüfung im Packstück (NL) | 377 |
| 27.4.2 | Prüfung G.2 Prüfung der beschleunigenden Zersetzung im Packstück (USA)..... | 380 |
| 28. | PRÜFSERIE H | 383 |
| 28.1 | EINLEITUNG..... | 383 |
| 28.2 | PRÜFVERFAHREN | 383 |
| 28.3 | PRÜFBEDINGUNGEN | 385 |
| 28.4 | BESCHREIBUNGEN DER PRÜFUNGEN ZUR PRÜFSERIE H..... | 388 |
| 28.4.1 | Prüfung H.1 *Vereinigte Staaten SADT/SAPT-Prüfung (USA) | 388 |
| 28.4.2 | Prüfung H.2 *Adiabatische Lagerprüfung (AST) (NL) | 394 |
| 28.4.3 | Prüfung H.3 Isotherme Lagerprüfung (IST) (NL)..... | 402 |
| 28.4.4 | Prüfung H.4 *Wärmestaulagerungsprüfung (D) | 408 |

ABSCHNITT 20

EINLEITUNG TEIL II

20.1 Zweck

20.1.1 Teil II des Prüfhandbuchs stellt das UN-Klassifizierungsschema für selbstzersetzliche Stoffe und organische Peroxide vor und die Bestimmung der Temperatur der selbstbeschleunigten Polymerisation (SAPT) für polymerisierende Stoffe. Für selbstzersetzliche Stoffe und organische Peroxide schließt der Teil II eine Beschreibung von Prüfmethoden, Prüfverfahren und Kriterien ein, die als die am besten geeigneten angesehen werden, um eine korrekte Klassifizierung für diese Stoffe zu erreichen. Der Teil II ist in Verbindung mit den Klassifizierungsprinzipien nach den Abschnitten 20.4.2 und 20.4.3 und dem Fließdiagramm in Abbildung 20.1 dieses Prüfhandbuchs, den Abschnitten 2.4.2.3 und 2.5.3 der Modellvorschriften und den Kapiteln 2.8 und 2.15 des GHS zu verwenden.

20.1.2 Selbstzersetzliche Stoffe und organische Peroxide sind in sieben Typen entsprechend ihrer Gefahren zu klassifizieren. Das Fließschema zur Klassifizierung dieser Stoffe ist in Abbildung 20.1 dargestellt. Die Prüfungen werden in zwei Stufen durchgeführt. **In der ersten Stufe sind zur Sicherheit der Labormitarbeiter Vorversuche im kleinen Maßstab durchzuführen, um die Stabilität und die Empfindlichkeit des Stoffes zu bestimmen.** Die Prüfungen zur Einstufung sind in der zweiten Stufe durchzuführen.

20.2 Anwendungsbereich

20.2.1 Neue Stoffe, die in der Lage sind, sich exotherm zu zersetzen, sind, den Klassifizierungsverfahren für selbstzersetzliche Stoffe, wie in diesem Unterabschnitt beschrieben, zu unterwerfen, es sei denn, dass:

- (a) sie explosive Stoffe sind (siehe Teil I);
- (b) sie oxidierend wirkende Stoffe sind (siehe Abschnitt 34), ausgenommen Gemische oxidierend wirkender Stoffe, die mindestens 5,0 % brennbare organische Stoffe enthalten und die dem in der nachfolgenden Bemerkung beschriebenen Klassifizierungsverfahren zu unterziehen sind;

BEMERKUNG: *Gemische oxidierend wirkender Stoffe, die mindestens 5,0 % brennbare organische Stoffe enthalten und nicht den in Absatz (a), (c), (d) oder (e) aufgeführten Kriterien entsprechen, sind dem Klassifizierungsverfahren für selbstzersetzliche Stoffe zu unterziehen.*

Gemische, welche die Eigenschaften selbstzersetzlicher Stoffe der Typen B bis F besitzen, sind als selbstzersetzliche Stoffe der Unterklasse 4.1 zu klassifizieren. Für Einstufungen nach GHS gilt dies ebenfalls für Typ G.

Gemische, welche die Eigenschaften selbstzersetzlicher Stoffe des Typs G nach den Grundsätzen des Unterabschnitts 20.4.2 (g) dieses Handbuchs besitzen, sind hinsichtlich einer möglichen Klassifizierung

als oxidierende Stoffe (siehe Abschnitt 34 dieses Handbuches) zu prüfen.

- (c) sie organische Peroxide sind (siehe 20.2.2);
- (d) ihre Zersetzungswärme geringer als 300 J/g ist (siehe 20.3.3.3); oder
- (e) ihre Temperatur der selbstbeschleunigenden Zersetzung (SADT) bei einem 50 kg-Packstück > 75 °C ist; oder
- (f) sie polymerisierende Stoffe nach 2.4.2.5 der Modellvorschriften sind.

20.2.2 Neue organische Peroxide sind den Verfahren, wie in diesem Abschnitt dargestellt, zu unterwerfen, es sei denn, sie enthalten:

- (a) nicht mehr als 1,0 % Aktivsauerstoff aus den organischen Peroxiden und nicht mehr als 1,0 % Wasserstoffperoxid; oder
- (b) nicht mehr als 0,5 % Aktivsauerstoff aus den organischen Peroxiden und mehr als 1,0 %, jedoch nicht mehr als 7,0 % Wasserstoffperoxid.

20.2.3 In diesem Zusammenhang ist ein neuer Stoff einer, der einen der folgenden Punkte erfüllt:

- (a) ein neuer selbstzersetzlicher Stoff, der die Definitionen nach 20.2.1 erfüllt oder eine Mischung bereits eingestufte selbstzersetzlicher Stoffe, die sich erheblich von den bereits klassifizierten Stoffen unterscheidet;
- (b) ein Aktivator ist einem bereits klassifizierten selbstzersetzlichen Stoff zugefügt (siehe Paragraphen 2.4.2.3.2.1 und 2.4.2.3.2.2 der Modellvorschriften), der die thermische Stabilität herabsetzt oder die explosiven Eigenschaften verändert; oder
- (c) ein neues organisches Peroxid, das die Definition nach 20.2.2 erfüllt, oder eine Mischung bereits eingestufte organischer Peroxide, die sich erheblich von den bereits klassifizierten Stoffen unterscheidet.

20.2.4 Gemische von Zubereitungen organischer Peroxide, die gegenwärtig bereits einer Gattungseintragung in der Gefahrgutliste des Kapitels 3.2 der Modellvorschriften zugeordnet sind, können dem Typ des organischen Peroxids, der dem gefährlichsten Bestandteil entspricht, gleichgestellt und unter den für diesen Typ geltenden Beförderungsbedingungen befördert werden. Wenn jedoch zwei stabile Bestandteile ein thermisch weniger stabiles Gemisch bilden können, so ist die Temperatur der selbstbeschleunigenden Zersetzung (SADT) des Gemisches und, wenn nötig, die Kontroll- und Notfalltemperatur, die sich aus der SADT ergeben, in Übereinstimmung mit dem Paragraphen 2.5.3.4 der Modellvorschriften zu bestimmen.

20.2.5 Jeder Stoff, der selbstzersetzliche Eigenschaften aufweist (Typ A bis Typ G) sollte nicht dem Prüfverfahren für selbsterhitzungsfähige Stoffe (N.4) unterworfen werden, da bei Anwendung der Prüfkriterien falsch-positive Ergebnisse erhalten werden (das heißt, ein Temperaturanstieg erfolgt aufgrund der thermischen Zersetzung und nicht durch oxidative Selbsterhitzung).

20.2.6 Stoffe, die zur Polymerisation fähig sind, sind dem Klassifizierungsverfahren für polymerisierende Stoffe nach Kapitel 2.4, Abschnitt 2.4.2.5 der Modellvorschriften zu unterwerfen, es sei denn, dass:

- (a) ihre Temperatur der selbstbeschleunigenden Polymerisation (SAPT) unter den Transportbedingungen (mit oder ohne chemische Stabilisierung wie für den Transport vorgesehen) und in der Verpackung (Packstück, Großpackstück (IBC) oder ortsbeweglicher Tank), in der der Stoff oder die Mischung transportiert werden soll, höher als 75 °C ist;
- (b) ihre Reaktionswärme kleiner oder gleich 300 J/g ist; oder
- (c) sie irgendein anderes Kriterium erfüllen, um zu einer der Klassen 1 bis 8 zugeordnet zu werden.

Eine Mischung, die die Kriterien eines polymerisierenden Stoffes erfüllt, ist für den Transport als polymerisierender Stoff der Unterklasse 4.1 zu klassifizieren.

Bemerkung: Erfüllt ein polymerisierender Stoff ein Kriterium, dass zur Einstufung in die Klassen 1 bis 8 führt, ist trotzdem die SAPT zu bestimmen (z. B. rechnerisch oder experimentell), um die Notwendigkeit einer Temperaturkontrolle zu ermitteln (siehe Unterabschnitt 2.4.2.5.2 der Modellvorschriften).

20.3 Vorverfahren

20.3.1 Allgemeine Beschreibung

Für die Sicherheit der Labormitarbeiter ist es unbedingt erforderlich, dass Vorversuche im kleinen Maßstab vor der beabsichtigten Handhabung größeren Mengen durchgeführt werden. Dieses schließt Prüfungen zur Bestimmung der Empfindlichkeit des Stoffes gegenüber mechanischer Beanspruchung (Schlag und Reibung) und gegenüber Wärme und Brand ein.

20.3.2 Prüffarten

Im Allgemeinen können vier Typen von Vorversuchen im kleinen Maßstab angewendet werden, um eine vorläufige Sicherheitsbewertung vornehmen zu können:

- (a) eine Fallgewichtsprüfung, um die Empfindlichkeit gegenüber Schlag zu bestimmen;
- (b) eine Reib- oder Schlagreibprüfung, um die Empfindlichkeit gegenüber Reibung zu bestimmen;
- (c) eine Prüfung, um die thermische Stabilität und die exotherme Zersetzungsenergie zu bewerten;
- (d) eine Prüfung, um den Effekt bei Anzündung zu bewerten.

20.3.3 Anwendung der Prüfverfahren

20.3.3.1 Aus Sicherheitsgründen ist es üblich, zuerst die Prüfungen durchzuführen, die die geringste Materialmenge benötigen.

20.3.3.2 Schlag- und Reibempfindlichkeit können durch Anwendung einer der Prüfungen der Prüfsrie 3 des Aufnahmeverfahrens der Klasse explosive Stoffe*¹ bewertet werden (siehe Teil I).

20.3.3.3 Die thermische Stabilität kann durch Anwendung eines geeigneten kalorimetrischen Verfahrens, wie z. B. mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC)*² oder adiabatischer Kalorimetrie, bestimmt werden. Die exotherme Zersetzungsenergie kann durch Anwendung eines geeigneten kalorimetrischen Verfahrens, wie z. B. mittels DSC, bestimmt werden. Bei der Anwendung solcher Verfahren ist bei der Interpretation der Ergebnisse besondere Sorge zu tragen, wenn:

- (a) die Probenentnahme und Prüfung von Mischungen erfolgt;
- (b) das Material des Probenbehälters das Ergebnis beeinflussen kann;
- (c) endotherme Effekte unmittelbar exothermen Effekten vorgelagert sind;

*¹ Der Begriff explosive Stoffe beinhaltet sowohl die Gefahrgutklasse „Explosive Stoffe und Gegenstände mit Explosivstoff“ des ADR/RID/IMDG-Code sowie die Gefahrenklasse „Explosive Stoffe/Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff“ der Verordnung (EG) Nr. 1272/2008 (CLP-Verordnung).

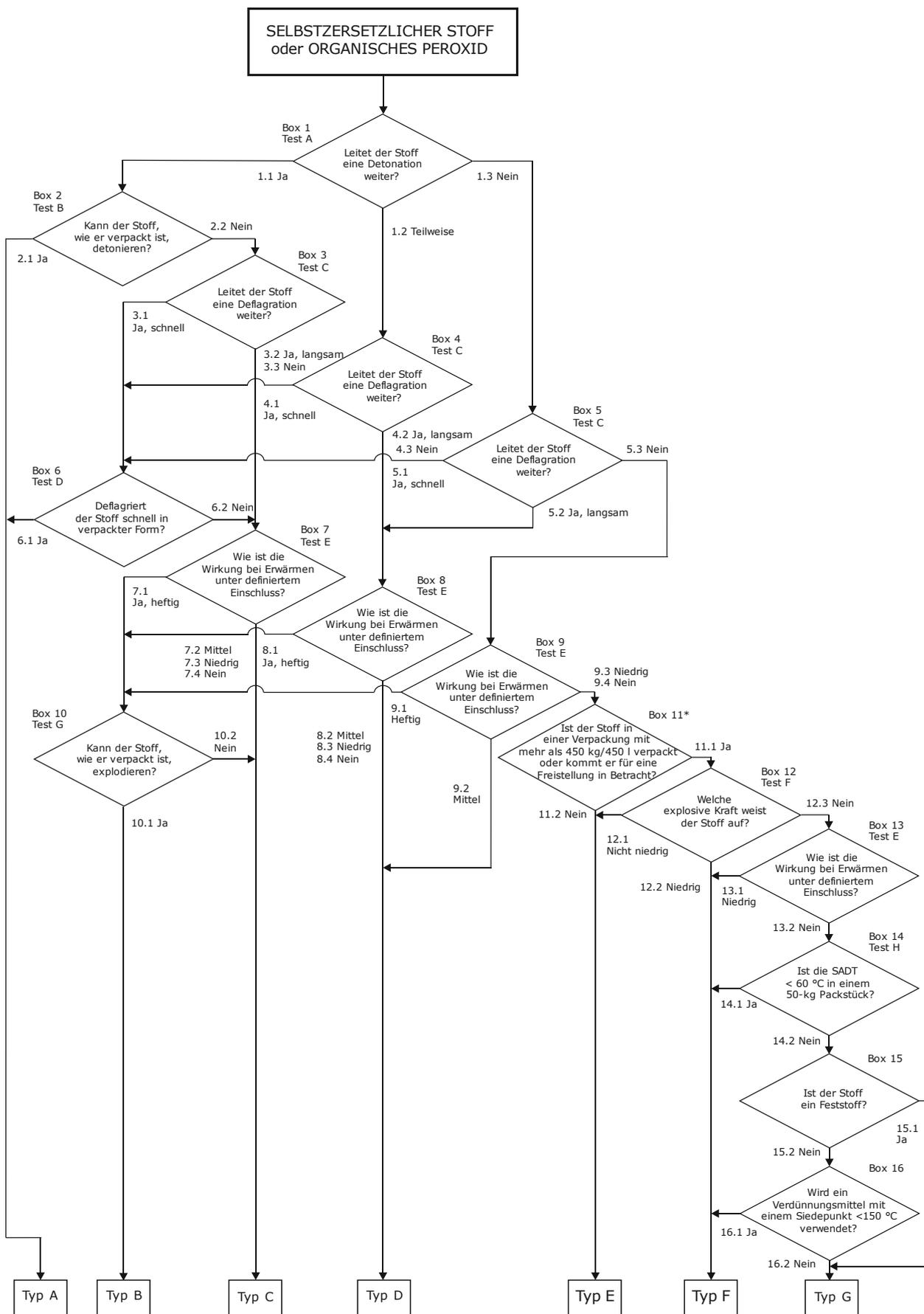
*² Im Weiteren Verwendung der englischen Bezeichnung DSC für Differential Scanning Calorimetry anstatt der Abkürzung DDK für die deutsche Bezeichnung Dynamische Differenzkalorimetrie

- (d) die Verdunstung von Bestandteilen der Probe die Exothermie herabsetzt (normalerweise sind geschlossene Probenbehälter zu verwenden);
- (e) die Anwesenheit von Luft die gemessene Zersetzungsenergie kritisch beeinflussen kann;
- (f) ein großer Unterschied zwischen den spezifischen Wärmekapazitäten der Reaktanden und der Produkte besteht; und
- (g) schnelle Heizraten angewendet werden (bei Anwendung der DSC sollten die Heizraten normalerweise im Bereich von 2 bis 5 K/min liegen).

Bei Anwendung der DSC ist die Onset-Temperatur als die Temperatur definiert, bei der ein erster exothermer Effekt erkennbar ist (d. h. bei der das Wärmestromsignal von der Basislinie abweicht).

20.3.3.4 Jedes geeignete Prüfverfahren kann für die Bewertung des Effektes einer Anzündung angewendet werden, vorausgesetzt, dass genau die Materialien erkannt werden, die heftig unter geringem oder keinem Einschluss reagieren.

Abbildung 20.1: FLIESSDIAGRAMM FÜR SELBSTZERSETZLICHE STOFFE UND ORGANISCHE PEROXIDE



Bemerkung: Für den Transport:

- Typ A: *Nicht für den Transport in dieser Verpackung zugelassen;*
- Typ B: *Zugelassen für den Transport in einer Verpackung mit einer Nettomasse von nicht mehr als 25 kg, zusätzlich muss das Versandstück das Kennzeichnungselement „Explosiv“ tragen;*
- Typ C: *Zugelassen für den Transport in einer Verpackung mit einer Nettomasse von nicht mehr als 50 kg;*
- Typ D: *Zugelassen für den Transport in einer Verpackung mit einer Nettomasse von nicht mehr als 50 kg;*
- Typ E: *Zugelassen für den Transport in einer Verpackung mit einer Nettomasse von nicht mehr als 450 kg/450 l;*
- Typ F: *Kann für die Beförderung in IBCs oder Tanks vorgesehen werden;*
- Typ G: *Eine Freistellung kann in Betracht gezogen werden.*

* Im englischen Original wird bei Box 11 die Prüfserie E angegeben, tatsächlich ist Box 11 eine Entscheidungsfrage.

20.3.4 Thermische Stabilität von Proben und Festlegung der Temperaturkontrolle für den Transport

20.3.4.1 Die Regelungen in diesem Abschnitt sind nur in Übereinstimmung mit den Abschnitten 2.4.2.3.2.4 (b) und 2.5.3.2.5.1 der UN Model Regulations auf Proben anzuwenden, deren SADT nicht bekannt ist.

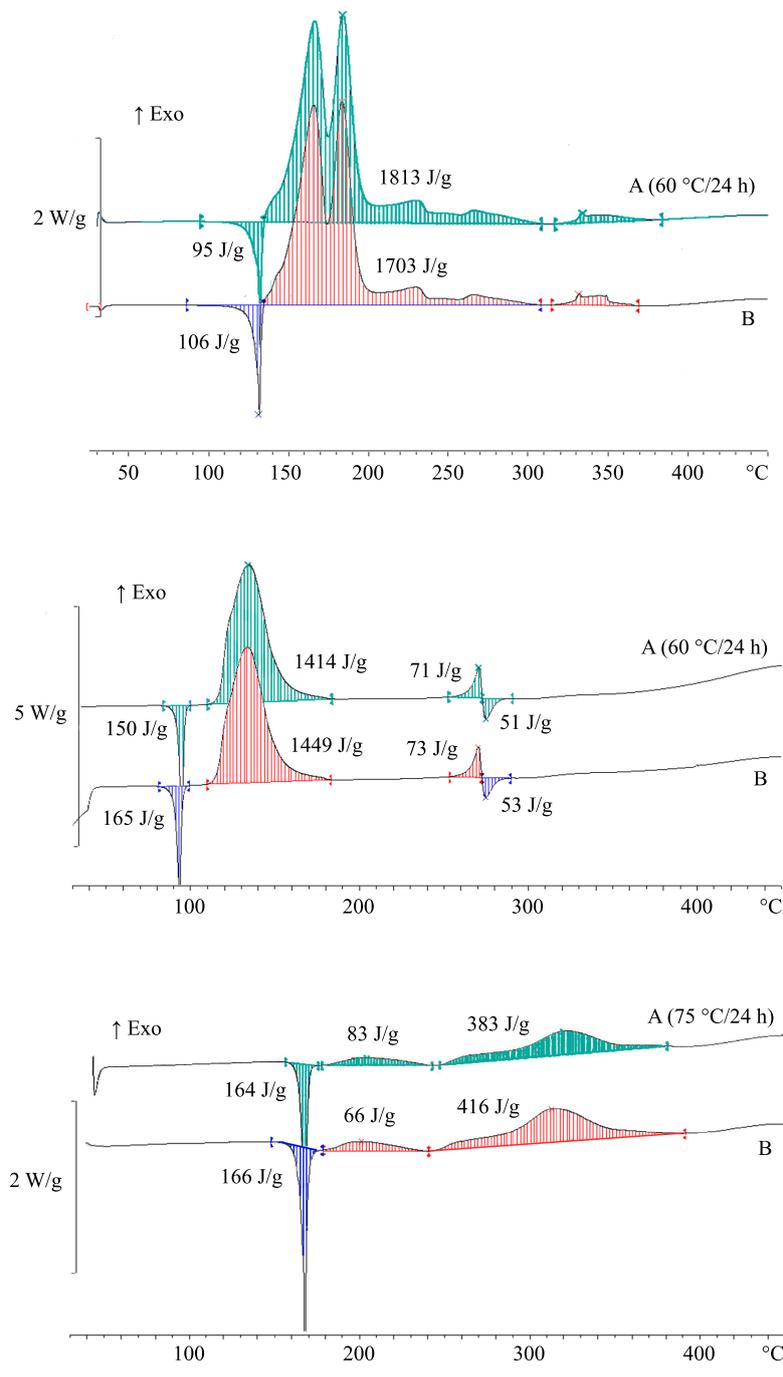
20.3.4.2 Wird der Beginn einer Zersetzung (gemessen mit DSC wie unter Punkt 2.3.3.3 beschrieben) bei 160 °C oder höher detektiert, kann angenommen werden, dass die SADT der Probe größer als 55 °C ist. Entsprechend Abschnitt 2.4.2.3.4 der UN Model Regulations ist in diesem Falle keine Temperaturkontrolle notwendig. Einzelne, d. h. isoliert auftretende Exothermien mit einem Wert kleiner 20 J/g, die vor dem Hauptpeak der Zersetzung auftreten, können vernachlässigt werden.

20.3.4.3 Um die Notwendigkeit einer Temperaturkontrolle festzustellen, kann ein thermischer Belastungstest mittels DSC-Messungen folgendermaßen angewendet werden: Es wird eine DSC-Messung (wie in Abschnitt 20.3.3.3 beschrieben) für die zu transportierende Substanz durchgeführt. Eine zweite Probe der Substanz wird in einem geschlossenen DSC-Probentiegel bei einer definierten Temperatur über eine bestimmte Zeitdauer einer thermischen Belastung ausgesetzt. Üblicherweise wird eine Zeitdauer von 24 Stunden als ausreichend angesehen. Die thermisch belastete Probe wird im Anschluss auf Raumtemperatur abgekühlt bevor eine DSC-Messung mit einer Heizrate, die auch für die Untersuchung der ersten Probe angewandt wurde, durchgeführt wird. Wenn das Zersetzungsverhalten der thermisch belasteten Probe gegenüber der unbelasteten Probe hinsichtlich Onset-Temperatur, Kurvenverlauf und Zersetzungsenergie (mit einer Messunsicherheit von 10 %) unverändert bleibt, wird die Probe als thermisch stabil bei der angewandten Belastungstemperatur angesehen. Im Temperaturbereich bis 250 °C ist eine Abweichung für den Wert der Zersetzungsenergie von 25 % tolerabel, wenn es sich um flache Peaks mit einem Wärmestrommaximum von 0,2 W/g handelt. Treten diese flachen Peaks oberhalb von 250 °C auf, wird eine Abweichung von 40 % toleriert. Wenn der thermische Belastungstest unter Einhaltung dieser Kriterien bei 60 °C bestanden wird, dann ist keine Temperaturkontrolle notwendig.

20.3.4.4 Besteht die Probe den thermischen Belastungstest bei 60 °C nicht, dann kann diese Vorgehensweise bei niedriger Temperatur im Abstand von 10 K-Schritten solange wiederholt werden, bis das Zersetzungsverhalten im Vergleich zur thermischen unbelasteten Probe unverändert bleibt. Diese Temperatur gilt als die bestimmte SADT der Probe. Kontroll- und Notfalltemperaturen können dann nach Abschnitt 28.2.3 und Tabelle 28.2 abgeleitet werden.

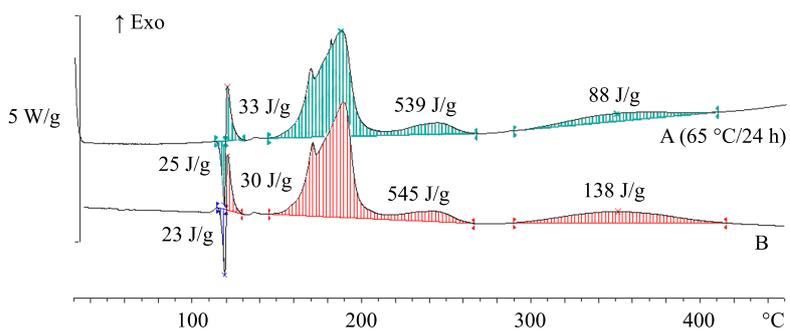
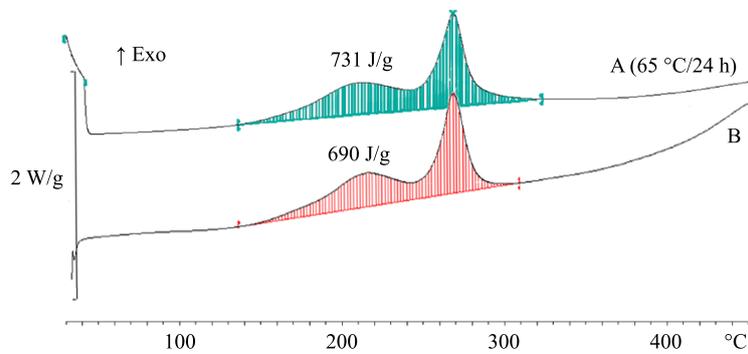
20.3.4.5 Beispiele für Proben, die den thermischen Belastungstest bestanden haben, werden in Abbildung 20.2 gezeigt. Die Abbildung 20.3 zeigt Proben, die den Belastungstest nicht bestanden haben. Abbildung 20.4 zeigt den Ablaufplan für das Vorgehen.

Abbildung 20.2: BEISPIELE FÜR PROBEN, DIE DEN THERMISCHEN BELASTUNGSTEST BESTEHEN



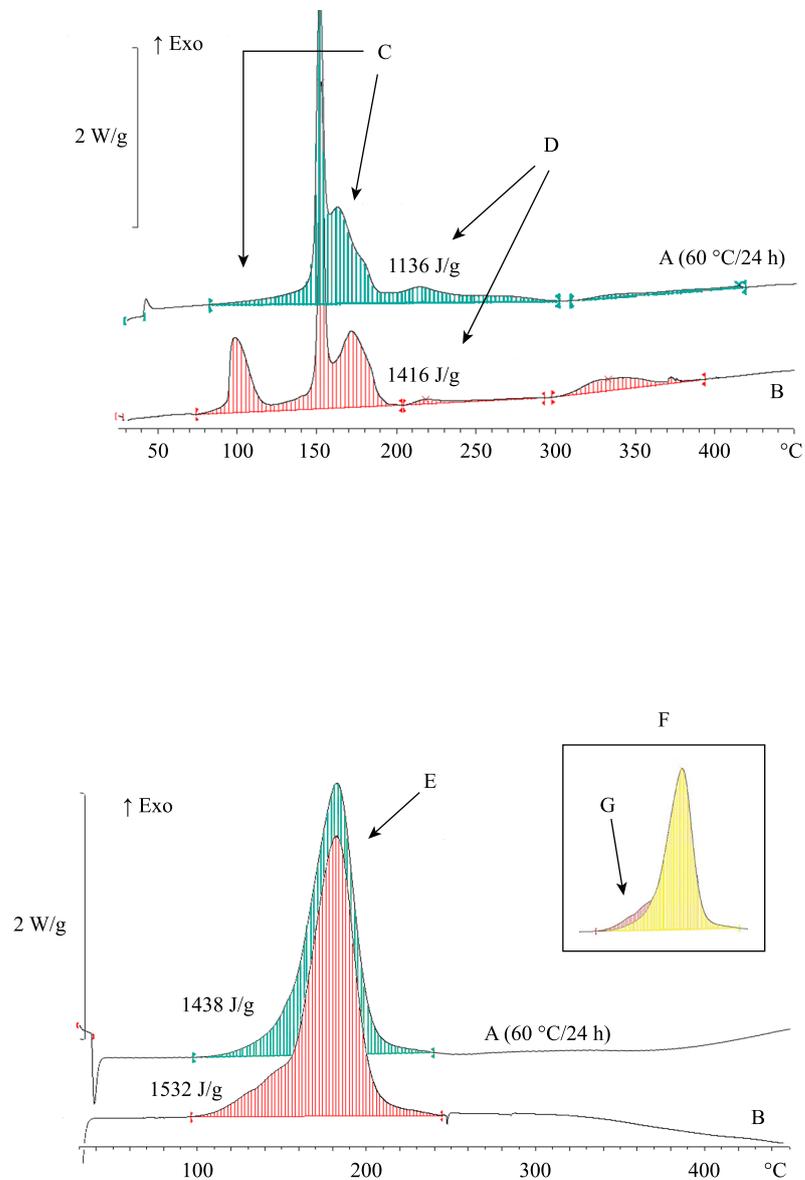
(A) Probe nach der thermischen Belastung (B) Ausgangsprobe

Abbildung 20.2: BEISPIELE FÜR PROBEN, DIE DEN THERMISCHEN BELASTUNGSTEST BESTEHEN (FORTSETZUNG)



(A) Probe nach der thermischen Belastung (B) Ausgangsprobe

Abbildung 20.3: BEISPIELE FÜR PROBEN, DIE DEN THERMISCHEN BELASTUNGSTEST NICHT BESTEHEN



(A) Probe nach der thermischen Belastung

(B) Ausgangsprobe

(C) Aufgrund der veränderten Peakform nicht bestanden

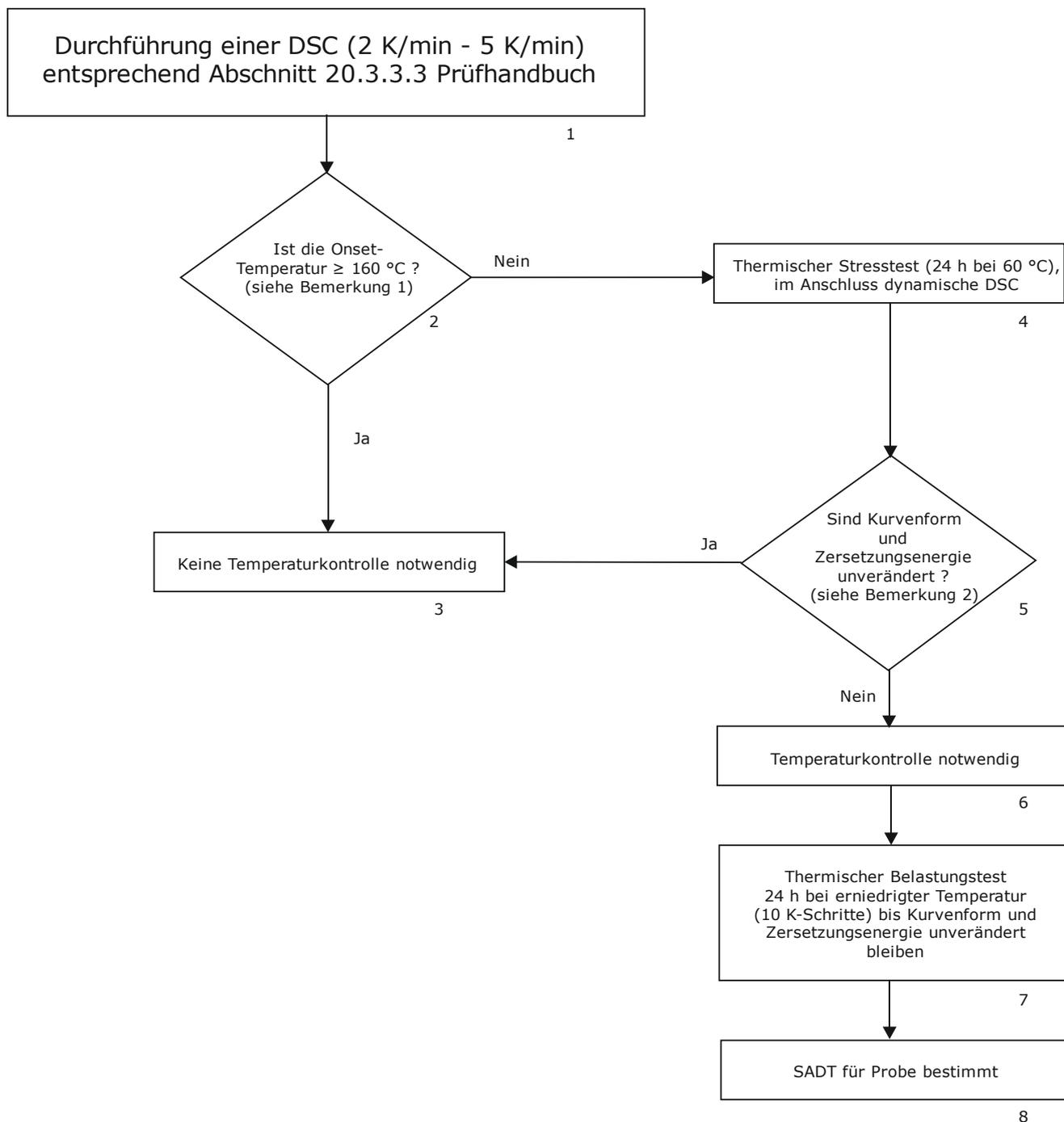
(D) Aufgrund bereits erfolgter Zersetzung nicht bestanden (Energieverlust > 10 %)

(E) Aufgrund der veränderten Peakform nicht bestanden trotz tolerierbarem Energieunterschied

(F) Überlagerte Wärmestromkurven

(G) Fehlende Schulter am Peak nach thermischer Belastung

Abbildung 20.4: ABLAUFPLAN FÜR DIE BESTIMMUNG DER THERMISCHEN STABILITÄT EINER PROBE NACH 20.3.4



Bemerkung 1: Isoliert auftretende kleine exotherme Peaks (< 20 J/g), die der Hauptzersetzung vorgelagert sind, können ignoriert werden.

Bemerkung 2: Toleranz beim Vergleich der Zersetzungswärmen aufgrund der Messunsicherheit: 10 %. Bei flachen Peaks mit einem maximalen Wärmestrom von 0,2 W/g ist bis zu einer Temperatur bis 250 °C eine Abweichung von 25 % tolerierbar, oberhalb von 250 °C ist eine Abweichung von 40 % tolerierbar.

20.4 Klassifizierungsverfahren

20.4.1 Allgemeine Beschreibung

20.4.1.1 Die Klassifizierungsprinzipien von selbstzersetzlichen Stoffen und organischen Peroxiden werden in den Abschnitten 20.4.2 beziehungsweise 20.4.3 wiedergegeben. Das allgemeine Klassifizierungsschema (Fließdiagramm) wird in Abbildung 20.1 gezeigt. Selbstzersetzliche Stoffe und organische Peroxide sind entsprechend ihrer Gefahren in sieben Typen zu klassifizieren. Zur Ermittlung des Stofftyps ist es notwendig, die Eigenschaften, wie in den Kästchen des Fließdiagramms gefordert, zu bestimmen und die zusätzlichen Anforderungen der Klassifizierungsprinzipien zu berücksichtigen. Die Typen reichen von Typ A, der für die Beförderung in der Verpackung, in der er geprüft wurde, nicht zugelassen ist, bis zu Typ G, der von den Bestimmungen für selbstzersetzliche Stoffe oder organische Peroxide ausgenommen ist. Die Klassifizierung der Typen B bis F bezieht sich direkt auf die höchste Masse, die in einer Verpackung erlaubt ist.

20.4.1.2 Einer Zubereitung eines selbstzersetzlichen Stoffes oder eines organischen Peroxids werden explosive Eigenschaften zugeschrieben, wenn die Zubereitung bei Laborprüfungen detoniert, schnell deflagriert oder bei Erwärmung unter Einschluss eine heftige Wirkung zeigt.

20.4.1.3 Die selbstbeschleunigende Zersetzungstemperatur (SADT) wird als die niedrigste Umgebungstemperatur definiert, bei der im Stoff in einer genutzten Verpackung selbstbeschleunigende Zersetzung auftreten kann. Eine SADT ist zu bestimmen, um zu entscheiden, ob

- (a) ein Stoff einer Temperaturkontrolle zu unterwerfen ist;
- (b) ein Stoff den Bedingungen des Typs G entspricht;
- (c) ein Stoff das SADT-Kriterium für selbstzersetzliche Stoffe erfüllt.

20.4.1.4 Die Temperatur der selbstbeschleunigten Polymerisation (SAPT) wird als die niedrigste Temperatur definiert, bei der eine selbstbeschleunigende Polymerisation eines Stoffes in der Verpackung (Packstück, IBC oder transportablen Tank), die für den Transport vorgesehen ist, auftreten kann. Die SAPT ist (z. B. rechnerisch oder experimentell) zu bestimmen, um zu ermitteln, ob eine Temperaturkontrolle notwendig ist.

20.4.1.5 Erforderlichenfalls ist die physikalische Form des Stoffes, wie unter der Definition von flüssigen Stoffen in Paragraph 1.2.1 der Modellvorschriften beschrieben, zu bestimmen¹.

20.4.1.6 Der Stofftyp, die physikalische Form und, ob eine oder keine Temperaturkontrolle erforderlich ist, werden für die Zuordnung eines Stoffes zu einem geeigneten Gattungseintrag benutzt.

¹ Eine Flüssigkeit ist ein Stoff, dessen Dampfdruck bei 50 °C nicht höher als 300 kPa (3 bar) ist; der bei 20 °C und einem Druck von 101,3 kPa nicht vollständig gasförmig vorliegt und der einen Schmelzpunkt oder einen beginnenden Schmelzpunkt von 20 °C oder weniger bei einem Druck von 101,3 kPa besitzt. Ein viskoser Stoff, für den kein genauer Schmelzpunkt bestimmt werden kann, ist dem Test nach ASTM D 4359-90 oder dem Test auf Fließverhalten (Penetrometer-Test), beschrieben in Abschnitt 2.3.4 des Anhang A des Europäischen Übereinkommens über die internationale Beförderung gefährlicher Güter auf der Straße (ADR), zu unterziehen.

20.4.2 **Klassifizierung von selbstzersetzlichen Stoffen**

Selbstzersetzliche Stoffe werden in eine der sieben Kategorien „Typ A bis Typ G“ entsprechend der folgenden Grundsätze klassifiziert²:

- (a) Jeder selbstzersetzliche Stoff, der in seiner Verpackung detonieren oder schnell deflagrieren kann, wird als selbstzersetzlicher Stoff Typ A definiert.
- (b) Jeder selbstzersetzliche Stoff, der explosive Eigenschaften besitzt, und in seiner Verpackung weder detoniert noch schnell deflagriert, aber in der Lage ist, eine thermische Explosion in dieser Verpackung zu durchlaufen, wird als selbstzersetzlicher Stoff Typ B definiert.
- (c) Jeder selbstzersetzliche Stoff, der explosive Eigenschaften besitzt, aber in seiner Verpackung weder detoniert noch schnell deflagriert oder in eine thermische Explosion übergeht, wird als selbstzersetzlicher Stoff Typ C definiert.
- (d) Jeder selbstzersetzliche Stoff, der in der Laborprüfung:
 - (i) teilweise detoniert, nicht schnell deflagriert und bei Erwärmen unter Einschluss keine heftige Wirkung zeigt; oder
 - (ii) überhaupt nicht detoniert, langsam deflagriert und bei Erwärmen unter Einschluss keine heftige Wirkung zeigt; oder
 - (iii) überhaupt nicht detoniert und nicht deflagriert, und bei Erwärmen unter Einschluss eine mittlere Wirkung zeigtwird als selbstzersetzlicher Stoff Typ D definiert.
- (e) Jeder selbstzersetzliche Stoff, der in der Laborprüfung weder detoniert noch deflagriert und bei Erwärmen unter Einschluss nur eine geringe oder keine Wirkung zeigt, wird als selbstzersetzlicher Stoff Typ E definiert.
- (f) Jeder selbstzersetzliche Stoff, der in der Laborprüfung im kavitierten Zustand nicht detoniert, nicht deflagriert, bei Erwärmen unter Einschluss nur eine geringe oder keine Wirkung zeigt, und nur eine geringe oder keine explosive Kraft besitzt, wird als selbstzersetzlicher Stoff Typ F definiert.
- (g) Jeder selbstzersetzliche Stoff, der in der Laborprüfung im kavitierten Zustand nicht detoniert, nicht deflagriert, bei Erwärmen unter Einschluss keinerlei Wirkung zeigt und keinerlei explosive Kraft besitzt, wird als selbstzersetzlicher Stoff Typ G definiert, wenn zusätzlich die folgenden Voraussetzungen erfüllt sind: der Stoff ist thermisch stabil (selbstbeschleunigende Zersetzungstemperatur 60 °C bis 75 °C für ein 50-kg-Versandstück) und im Fall flüssiger Gemische wird ein Verdünnungsmittel zur Desensibilisierung

² Für den Transport: Diese Grundsätze sind zur Klassifizierung von selbstzersetzlichen Stoffen, die nicht in der Tabelle des Unterabschnittes 2.4.2.3.2.3 der Modellvorschriften gelistet sind, anzuwenden.

eingesetzt, dessen Siedepunkt gleich oder höher als 150 °C ist. Ist das Gemisch thermisch instabil oder wird zur Desensibilisierung ein Verdünnungsmittel mit einem Siedepunkt kleiner 150 °C verwendet, ist das Gemisch als Typ F zu definieren.

20.4.3 Klassifizierung von organischen Peroxiden

Organische Peroxide werden in eine der sieben Kategorien „Typ A bis Typ G“ entsprechend der folgenden Grundsätze klassifiziert³:

- (a) Jedes organische Peroxid, das in seiner Verpackung detonieren oder schnell deflagrieren kann, wird als organisches Peroxid Typ A definiert.
- (b) Jedes organische Peroxid, das explosive Eigenschaften besitzt und in seiner Verpackung weder detoniert noch schnell deflagriert, aber in der Lage ist, eine thermische Explosion in dieser Verpackung zu durchlaufen wird als organisches Peroxid Typ B definiert^{*2}.
- (c) Jedes organische Peroxid, das explosive Eigenschaften besitzt, aber in seiner Verpackung weder detoniert noch schnell deflagriert oder in eine thermische Explosion übergeht wird als organisches Peroxid Typ C definiert.
- (d) Jedes organische Peroxid, das in der Laborprüfung:
 - (i) teilweise detoniert, nicht schnell deflagriert und bei Erwärmen keine heftige Wirkung zeigt; oder
 - (ii) überhaupt nicht detoniert, langsam deflagriert und bei Erwärmen keine heftige Wirkung zeigt; oder
 - (iii) überhaupt nicht detoniert und nicht deflagriert, und bei Erwärmen unter Einschluss eine mittlere Wirkung zeigt,wird als organisches Peroxid Typ D definiert.
- (e) Jedes organische Peroxid, das in der Laborprüfung weder detoniert noch deflagriert und bei Erwärmen unter Einschluss nur eine geringe oder keine Wirkung zeigt, wird als organisches Peroxid Typ E definiert.
- (f) Jedes organische Peroxid, das in der Laborprüfung im kavitierten Zustand nicht detoniert, nicht deflagriert, bei Erwärmen unter Einschluss nur eine geringe oder gar keine Wirkung zeigt und nur eine geringe oder keine explosive Kraft besitzt, wird als organisches Peroxid Typ F definiert.

³ Für den Transport: Diese Grundsätze sind zur Klassifizierung von organischen Peroxiden, die nicht in der Tabelle des Unterabschnittes 2.5.3.2.4 der Modellvorschriften gelistet sind, anzuwenden. Anmerkung BAM: Der Versender hat sicherzustellen, dass auch die in Unterabschnitt 2.5.3.2.4 der Modellvorschriften gelisteten organischen Peroxide den Grundsätzen der Klassifizierung entsprechen.

^{*2} In der 7. englischen Ausgabe des Manuals (2019) fehlen die Bewertungskriterien für die Klassifizierung organischer Peroxide nach Typ B. Sie entsprechen den Kriterien angegeben unter 20.4.2 (b) für selbstzersetzliche Stoffe und sind ebenso in Abb. 20.1 erkennbar.

- (g) Jedes organische Peroxid, das in der Laborprüfung im kavitierten Zustand nicht detoniert, nicht deflagriert, bei Erwärmen unter Einschluss keinerlei Wirkung zeigt und keinerlei explosive Kraft besitzt, wird als organisches Peroxid Typ G definiert, wenn zusätzlich die folgenden Voraussetzungen erfüllt sind: es ist thermisch stabil (selbstbeschleunigende Zersetzungstemperatur 60 °C oder höher für ein 50-kg-Versandstück) und im Fall flüssiger Gemische wird ein Verdünnungsmittel zur Desensibilisierung eingesetzt, dessen Siedepunkt gleich oder höher als 150 °C ist. Ist das Gemisch thermisch instabil oder wird zur Desensibilisierung ein Verdünnungsmittel mit einem Siedepunkt niedriger als 150 °C verwendet, ist das Gemisch als organisches Peroxid Typ F zu definieren.

20.4.4 Klassifizierung von polymerisierenden Stoffen für den Transport

20.4.4.1 Polymerisierende Stoffe sind Stoffe, die unter normalen Transportbedingungen ohne Stabilisierung eine stark exotherme Reaktion eingehen können und dabei größere Moleküle oder Polymere bilden. Solche Stoffe gelten für den Transport als polymerisierende Stoffe der Unterklasse 4.1 wenn:

- (a) ihre Temperatur der selbstbeschleunigenden Polymerisation (SAPT) unter Transportbedingungen (mit oder ohne Stabilisierung wie für den Transport vorgesehen) und in der Verpackung (Packstück, IBC oder ortsbeweglichen Tank), in der der Stoff oder die Mischung transportiert werden soll, gleich oder niedriger als 75 °C ist;
- (b) ihre Reaktionswärme größer als 300J/g ist; oder
- (c) sie keine anderen Kriterien für eine Zuordnung zu den Klassen 1 bis 8 erfüllen.

20.4.4.2 Auf Grundlage ihrer SAPT und ihrem physikalischen Zustand werden polymerisierende Stoffe für den Transport klassifiziert als

- (a) Polymerisierender Stoff, fest, stabilisiert
- (b) Polymerisierender Stoff, flüssig, stabilisiert
- (c) Polymerisierender Stoff, fest, stabilisiert, temperaturkontrolliert
- (d) Polymerisierender Stoff, flüssig, stabilisiert, temperaturkontrolliert

20.4.5 Prüfarten

20.4.5.1 Die Abschnitte 20.4.2 und 20.4.3 beziehen sich nur auf solche Eigenschaften für selbstzersetzliche Stoffe und organischer Peroxide, die entscheidend für ihre Klassifizierung sind. Diese Eigenschaften sind experimentell zu bestimmen.

20.4.5.2 Die Prüfverfahren zur Bestimmung des Typs des selbstzersetzlichen Stoffes oder des organischen Peroxids werden in acht Prüfserien, bezeichnet mit den Buchstaben A bis H, gruppiert und sind so ausgelegt, dass die notwendigen Informationen erhalten werden, um die Fragen des Fließdiagramms der Abbildung 20.1 zu beantworten und die Grundsätze für die Klassifizierung anzuwenden.

20.4.5.3 Prüfserie A beinhaltet Laborprüfungen und Kriterien in Bezug auf die Weiterleitung einer Detonation, wie in Kästchen 1 des Fließdiagramms abgefragt.

20.4.5.4 Prüfserie B beinhaltet eine Prüfung und Kriterien in Bezug auf die Weiterleitung einer Detonation des Stoffes in seiner Verpackung, wie in Kästchen 2 des Fließdiagramms abgefragt.

20.4.5.5 Prüfserie C beinhaltet Laborprüfungen und Kriterien in Bezug auf die Weiterleitung einer Deflagration, wie in den Kästchen 3, 4 und 5 des Fließdiagramms abgefragt.

20.4.5.6 Prüfserie D beinhaltet eine Prüfung und Kriterien in Bezug auf die Weiterleitung einer schnellen Deflagration des Stoffes in seiner Verpackung, wie in Kästchen 6 des Fließdiagramms abgefragt.

20.4.5.7 Prüfserie E beinhaltet Laborprüfungen und Kriterien in Bezug auf den Effekt bei Erwärmen unter definiertem Einschluss, wie in den Kästchen 7, 8, 9 und 13 des Fließdiagramms abgefragt.

20.4.5.8 Prüfserie F beinhaltet Laborprüfungen und Kriterien in Bezug auf die explosive Kraft von Stoffen, die für ein Großpackmittel (IBC) oder einen Tank vorgesehen sind oder freigestellt werden sollen (siehe Kästchen 11 des Fließdiagramms), wie in Kästchen 12 des Fließdiagramms abgefragt.

20.4.5.9 Prüfserie G beinhaltet Prüfungen und Kriterien in Bezug auf die Bestimmung der Wirkung einer thermischen Explosion des Stoffes in der Verpackung, wie in Kästchen 10 des Fließdiagramms abgefragt.

20.4.5.10 Prüfserie H beinhaltet Prüfungen und Kriterien in Bezug auf die Bestimmung der selbstbeschleunigenden Zersetzungstemperatur organischer Peroxide, selbstzersetzlicher oder potenziell selbstzersetzlicher Stoffe und für die Bestimmung der SAPT.

20.4.6 Anwendung der Prüfverfahren

20.4.5.1 Die Anordnung der Prüfserien A bis H bezieht sich mehr auf die Folgerichtigkeit der Bewertung der Ergebnisse als auf die Reihenfolge, in der die Prüfungen durchgeführt werden. Die empfohlene Reihenfolge der Laborprüfungen ist: Prüfserie E, H, F, C und dann A. Einige Prüfungen können nicht erforderlich sein - siehe Einleitung zu jeder Prüfserie.

20.4.5.2 Die Prüfungen im Packstück der Prüfserien B, D und G müssen nur durchgeführt werden, wenn dies aufgrund der Ergebnisse der entsprechenden Prüfungen in den Prüfserien A, C und E angezeigt ist.

20.5 Beispiel eines Prüfberichtes

20.5.1 Beispiele für einen Prüfbericht und eine Klassifizierung sind in den Abbildungen 20.5 bzw. 20.6 dargestellt.

20.5.2 Unter Berücksichtigung analytischer Unsicherheiten kann die Konzentration des Stoffes, der klassifiziert werden soll, bis zu 2 % höher als die des geprüften Stoffes sein. Wenn ein organisches Peroxid geprüft wird, ist der Gehalt an Aktivsauerstoff im Berichtsteil „Allgemeine Daten“ anzugeben. Gleichermaßen ist bei der Prüfung eines selbstzersetzlichen Stoffes, wenn ein Aktivator zugesetzt wurde, die Art des Aktivators und dessen Konzentration anzugeben.

20.5.3 Wenn die Ergebnisse der Vorprüfung darauf hinweisen, dass der Stoff sehr empfindlich gegenüber Beanspruchungen (z. B. durch Schlag, Reibung oder Funken) ist, sind diese Ergebnisse im Bericht zu dokumentieren.

Abbildung 20.5: BEISPIEL EINES PRÜFBERICHTS

1. **Name des Stoffes:** tert-BUTYLPEROXYBENZOAT,
technisch rein

2. **Allgemeine Daten**
 - 2.1 Zusammensetzung: 98 % tert-Butylperoxybenzoat
 - 2.2 Molekularformel: $C_{11}H_{14}O_3$
 - 2.3 Aktivsauerstoffgehalt: 8,24 %
 - 2.4 Aktivatorgehalt: Nicht zutreffend
 - 2.5 Physikalischer Zustand: Flüssig
 - 2.6 Farbe: Farblos
 - 2.7 Fülldichte: 1040 kg/m^3
 - 2.8 Teilchengröße: Nicht zutreffend

3. **Detonation (Prüfserie A)**

Kästchen 1 des Fließdiagramms: Leitet der Stoff eine Detonation weiter?

 - 3.1 Prüfverfahren: BAM 50/60 Stahlrohrprüfung (Prüfung A.1)
 - 3.2 Probenbedingungen: Umgebungstemperatur
 - 3.3 Beobachtungen: 30 cm des Rohres zerlegt, nicht reagierter Stoff verbleibt im Rohr
 - 3.4 Ergebnis: Teilweise
 - 3.5 Ausgang: 1.2

4. **Deflagration (Prüfserie C)**

Kästchen 4 des Fließdiagramms: Leitet der Stoff eine Deflagration weiter?

 - 4.1 Prüfverfahren 1: Druck/Zeit-Prüfung (Prüfung C.1)
 - 4.2 Probenbedingungen: Umgebungstemperatur
 - 4.3 Beobachtungen: Zeit 2,5 s
 - 4.4 Ergebnis: Ja, langsam
 - 4.5 Prüfverfahren 2: Deflagrationsprüfung (Prüfung C.2)
 - 4.6 Prüfbedingungen: Temperatur $50 \text{ }^\circ\text{C}$
 - 4.7 Beobachtungen: Deflagrationsrate $0,65 \text{ mm/s}$
 - 4.8 Ergebnis: Ja, langsam
 - 4.9 Gesamtergebnis: Ja, langsam
 - 4.10 Ausgang: 4.2

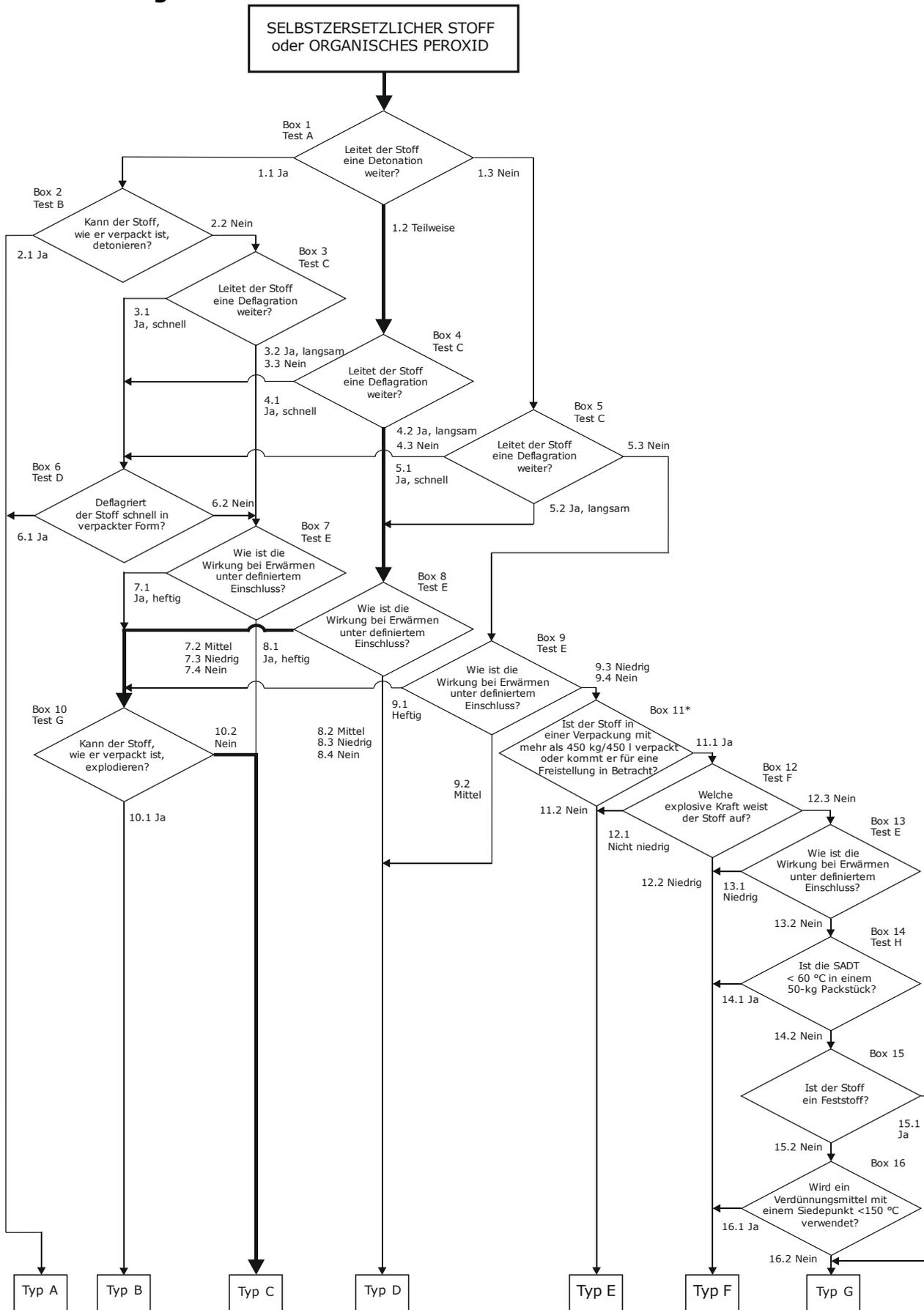
5. **Erwärmung unter Einschluss (Prüfserie E) Kästchen 8 des Fließdiagramms:** Wie ist die Wirkung bei Erwärmen unter definiertem Einschluss?
 - 5.1 Prüfverfahren 1: Koenen-Prüfung (Prüfung E.1)
 - 5.2 Probenbedingungen: Masse $26,0 \text{ g}$
 - 5.3 Beobachtungen: Grenzdurchmesser $3,5 \text{ mm}$
(Zeit bis zur beginnenden Reaktion 19 s ,
Reaktionsdauer 22 s)
 - 5.4 Ergebnis: Heftig
 - 5.5 Prüfverfahren 2: Holländische Druckgefäßprüfung
(Prüfung E.2)
 - 5.6 Probenbedingungen: $10,0 \text{ g}$

| | | |
|------|---|---|
| 5.7 | Beobachtungen: | Grenzdurchmesser 10,0 mm (Zeit bis zur beginnenden Reaktion 110 s, Reaktionsdauer 4 s) |
| 5.8 | Ergebnis: | Heftig |
| 5.9 | Gesamtergebnis: | Heftig |
| 5.10 | Ausgang: | 8.1 |
| 6. | Explosion im Versandstück (Prüfserie G*⁴) Kästchen 10 des Fließdiagramms: | Kann der Stoff, wie er verpackt ist, explodieren? |
| 6.1 | Prüfverfahren: | Thermische Explosionsprüfung in der Verpackung (Prüfung G.1) |
| 6.2 | Probenbedingungen: | 25 kg des Stoffes in Verpackung Typ 6HG2 mit einer Kapazität von 30 Litern |
| 6.3 | Beobachtungen: | Nur Rauchentwicklung, keine Zerlegung der Verpackung |
| 6.4 | Ergebnis: | Keine Explosion (Verpackungsmethode OP5) |
| 6.5 | Ausgang: | 10.2 |
| 7. | Thermische Stabilität (Prüfserie H) | |
| 7.1 | Prüfverfahren: | Vereinigte Staaten SADT-Prüfung (Prüfung H.1) |
| 7.2 | Probenbedingungen: | 20 Liter des Stoffes in Verpackung Typ 6HG2 mit einer Kapazität von 25 Litern |
| 7.3 | Beobachtungen: | Selbstbeschleunigende Zersetzung bei 63 °C, keine selbstbeschleunigende Zersetzung bei 58 °C, selbst- beschleunigende Zersetzungstemperatur 63 °C |
| 7.4 | Ergebnis: | Keine Temperaturkontrolle erforderlich |
| 8. | Zusätzliche Daten (siehe 20.5.3) | |
| 8.1 | Prüfverfahren: | BAM Fallhammerprüfung (Prüfung 3 (a) (ii)) |
| 8.2 | Probenbedingungen: | Umgebungstemperatur |
| 8.3 | Beobachtungen: | Grenzschlagenergie 5 J |
| 8.4 | Ergebnis: | Empfindlich gegenüber Schlag |
| 9. | Vorgeschlagene Zuordnung | |
| 9.1 | Offizielle Benennung für die Beförderung: | ORGANISCHES PEROXID TYP C, FLÜSSIG |
| 9.2 | UN-Nummer: | 3103 |
| 9.3 | Unterklasse: | 5.2 |
| 9.4 | Technischer Name: | tert-Butylperoxybenzoat |
| 9.5 | Konzentration: | ≤ 100 % |

^{*4} Im Englischen wird hier die Prüfserie E genannt und muss dort korrigiert werden.

| | | |
|------|---------------------|--------------------|
| 9.6 | Lösemittel: | Keins |
| 9.7 | Nebengefahr: | Keine |
| 9.8 | Verpackungsgruppe: | II |
| 9.9 | Verpackungsmethode: | OP5 |
| 9.10 | Kontrolltemperatur: | Nicht erforderlich |
| 9.11 | Notfalltemperatur: | Nicht erforderlich |

Abbildung 20.6: KLASSIFIZIERUNG VON TERT-BUTYLPEROXYBENZOAT



* Im englischen Original wird bei Box 11 die Prüfsreihe E angegeben, tatsächlich ist Box 11 eine Entscheidungsfrage.

ABSCHNITT 21

PRÜFSERIE A

21.1 Einleitung

21.1.1 Die Prüfsreihe A beinhaltet Laborprüfungen und Kriterien in Bezug auf die Weiterleitung einer Detonation, wie in Kästchen 1 der Abbildung 20.1 gefordert.

21.2 Prüfverfahren

21.2.1 Die Frage „Leitet der Stoff eine Detonation weiter?“ (Kästchen 1 der Abbildung 20.1) wird auf der Grundlage von Ergebnissen eines der in Tabelle 21.1 aufgeführten Prüfverfahren beantwortet. Wenn ein flüssiger Stoff für einen Tankcontainer oder einen IBC mit einer Kapazität größer als 450 Liter vorgesehen ist, muss eine kavitierte Version einer Prüfung nach der Prüfsreihe A durchgeführt werden (siehe Anhang 3).

Tabelle 21.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE A

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------|------------------------------------|-----------|
| A.1 | BAM 50/60 Stahlrohrprüfung | 21.4.1 |
| A.5 | UN Gap-Prüfung | 21.4.2 |
| A.6 | UN Detonationsprüfung ^a | 21.4.3 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

Alle Prüfungen werden als gleichwertig angesehen und es muss nur ein Prüfverfahren angewendet werden.

21.2.2 Bei organischen Peroxiden und selbstzersetzlichen Stoffen kann eine Kombination einer Prüfung der explosiven Kraft (jede Prüfung der Prüfsreihe F für organische Peroxide und jede Prüfung der Prüfsreihe F, mit Ausnahme des Prüfverfahrens F.4 für selbstzersetzliche Stoffe) mit zwei Prüfungen für die Wirkung von Erwärmung unter Einschluss als Vorverfahren für die Bewertung der Fähigkeit eines Stoffes eine Detonation weiterzuleiten, angewendet werden. Eine Prüfung der Prüfsreihe A muss nicht durchgeführt werden, wenn:

- (a) ein Ergebnis „Nein“ bei der Prüfung der explosiven Kraft erzielt wird; und
- (b) ein Ergebnis „Nein“ oder „Niedrig“ bei der Prüfung E.2 und entweder bei der Prüfung E.1 oder E.3 erzielt wird.

Wenn die Vorprüfung zeigt, dass eine Prüfung nach Prüfsreihe A nicht erforderlich ist, wird die Frage in Kästchen 1 mit „Nein“ beantwortet. Wenn aber der Stoff für einen Tankcontainer oder einen IBC vorgesehen ist oder freigestellt werden soll, ist eine Prüfung nach Prüfsreihe A erforderlich, es sei denn, das Ergebnis einer Prüfung der Prüfsreihe A in Bezug auf die Zubereitung eines Stoffes mit einer höheren Konzentration und dem gleichen physikalische Zustand ist „Nein“.

21.3 Prüfbedingungen

21.3.1 Da die Dichte eines Stoffes einen wichtigen Einfluss auf die Ergebnisse der Prüferie A hat, ist sie immer zu dokumentieren. Die Füllichte von festen Stoffen, ist durch das Messen des Rohrvolumens und der Probenmasse zu bestimmen.

21.3.2 Wenn eine Mischung sich entmischen kann, ist die Prüfung so durchzuführen, dass der Initiator (Booster, Verstärkungsladung) mit dem potenziell explosivsten Teil der Mischung, sofern bekannt, in Kontakt ist.

21.3.3 Die Prüfungen sind bei Umgebungstemperatur durchzuführen, es sei denn, der Stoff ist möglicherweise Bedingungen ausgesetzt, unter denen er seinen physikalischen Zustand oder seine Dichte ändern kann. Organische Peroxide und selbstzersetzliche Stoffe, bei denen eine Temperaturkontrolle erforderlich ist, sind bei der Kontrolltemperatur, wenn diese niedriger als die Umgebungstemperatur ist, zu prüfen.

21.3.4 ***Das Vorverfahren ist vor der Durchführung dieser Prüfungen durchzuführen (siehe Abschnitt 20.3).***

21.3.5 Wird ein neuer Satz Stahlrohre verwendet, sind Kalibrierungen unter Verwendung von Wasser (für Prüfungen von flüssigen Stoffen) oder einem inerten organischen festen Stoff (für Prüfungen von festen Stoffen) durchzuführen, um die durchschnittliche, nur von der Verstärkungsladung stammende, Zerlegungslänge zu bestimmen. Das Kriterium zwischen „Nein“ und „Teilweise“ ist bei dem 1,5-fachen dieser Zerlegungslänge festzulegen.

21.4 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie A

21.4.1 Prüfung A.1: BAM 50/60 Stahlrohrprüfung

21.4.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Fähigkeit eines Stoffes, eine Detonation weiterzuleiten, zu bestimmen, wenn er unter Einschluss in einem Stahlrohr einer detonierenden Verstärkungsladung ausgesetzt wird. Sie kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 1 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

21.4.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Für die Prüfung ist ein nahtlos gezogenes Stahlrohr mit einer Länge von 500 mm, einem Außendurchmesser von 60 mm und einer Wanddicke von 5 mm (z. B. nach DIN 2448), hergestellt aus Stahl St. 37,0 mit einer Zugfestigkeit von 350 N/mm² bis 480 N/mm² (z. B. nach DIN 1629) zu verwenden. Das Rohr ist durch eine Schraubkappe aus Temperguss oder durch eine geeignete Plastikkappe, die über das offene Ende des Rohres geschoben wird, verschlossen. Die Verstärkungsladung besteht aus einem zylindrischen Presskörper aus 50 g RDX/Wachs (95/5), gepresst mit einem Druck von 1500 bar und mit den Abmessungen, die in Abbildung 21.4.1.1 gezeigt werden. Der obere Teil der Verstärkungsladung hat eine axiale Öffnung von 7 mm Durchmesser und 20 mm Tiefe zur Aufnahme eines Detonators ausreichender Stärke, um die Verstärkungsladung zuverlässig zu zünden. Stoffe, die mit Stahl St. 37,0 gefährlich reagieren können, werden in Rohren mit einer Innenauskleidung aus Polyethylen geprüft¹.

21.4.1.3 Prüfverfahren

21.4.1.3.1 Normalerweise wird der Stoff im Anlieferungszustand in das Stahlrohr eingefüllt, die Probenmasse bestimmt und, wenn es sich um einen festen Stoff handelt, die Fülldicke unter Verwendung des gemessenen Innenvolumens des Rohres errechnet. Klumpen werden zerdrückt und pastenähnliche oder gelartige Stoffe sorgfältig eingegeben, um Hohlräume zu vermeiden. In allen Fällen muss die Fülldicke des Stoffes im Rohr - so nahe wie möglich - der Dichte bei der Beförderung entsprechen. Die Verstärkungsladung wird zentrisch im oberen Ende des Rohres platziert, so dass sie von der Stoffprobe umgeben ist. Werden flüssige Stoffe geprüft, ist die Verstärkungsladung von dem flüssigen Stoff durch das Einwickeln in eine dünne Aluminiumfolie oder ein geeignetes Kunststoffmaterial zu trennen. Dann wird die umwickelte Verstärkungsladung mit der dehnbaren Eisenkappe mittels dünner Drähte verbunden, die durch vier zusätzliche Bohrungen in der Kappe gezogen werden. Die Kappe wird sorgfältig auf das Rohr geschraubt und der Detonator durch das zentrische Loch in der Schraubkappe in die Verstärkungsladung eingesetzt. Dann wird der Detonator gezündet.

21.4.1.3.2 Mindestens zwei Prüfungen, die instrumentiert sein können (z. B. durch eine kontinuierliche Geschwindigkeitsmesssonde), werden durchgeführt, es sei denn, es wird eine Detonation des Stoffes beobachtet. Eine instrumentierte dritte Prüfung kann erforderlich sein, wenn aus zwei nicht instrumentierten Prüfungen keine Schlussfolgerung gezogen werden kann.

¹ In speziellen Fällen kann reines Aluminium oder Stahl 1.4571 nach DIN 17440 als Rohrmaterial verwendet werden.

21.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

21.4.1.4.1 Die Prüfergebnisse werden bewertet nach:

- (a) der Art der Zerlegung des Rohres;
- (b) der Vollständigkeit der Reaktion des Stoffes; und
- (c) bei Instrumentierung, der gemessenen Weiterleitungsrate (Detonationsgeschwindigkeit) im Stoff.

Die Prüfung mit der strengsten Bewertung ist für die Klassifizierung zu verwenden.

21.4.1.4.2 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

- „Ja“: Das Rohr ist vollständig zerlegt, oder
das Rohr ist an beiden Enden zerlegt, oder
eine Geschwindigkeitsmessung zeigt, dass die Weiterleitungsrate im nicht zerlegten Teil des Rohres konstant und höher als die Schallgeschwindigkeit im Stoff ist.
- „Teilweise“: Das Rohr ist nur an der Initiatorseite zerlegt und die durchschnittliche Zerlegungslänge des Rohres (Mittelwert aus zwei Prüfungen) ist mehr als 1,5-mal größer als die durchschnittliche Zerlegungslänge, die mit einem inerten Material mit dem gleichen physikalischen Zustand gefunden wurde; und
ein merklicher Teil nicht umgesetzten Stoffs bleibt zurück oder eine Geschwindigkeitsmessung zeigt, dass die Weiterleitungsrate im nicht zerlegten Teil des Rohres niedriger ist als die Schallgeschwindigkeit im Stoff.
- „Nein“: Das Rohr ist nur an der Initiatorseite zerlegt und die durchschnittliche Zerlegungslänge (Mittelwert aus zwei Prüfungen) ist nicht mehr als 1,5-mal größer als die durchschnittliche Zerlegungslänge, die mit einem inerten Material mit dem gleichen physikalischen Zustand gefunden wurde; und
ein merklicher Teil nicht umgesetzten Stoffs bleibt zurück oder eine Geschwindigkeitsmessung zeigt, dass die Weiterleitungsrate im nicht zerlegten Teil des Rohres niedriger ist als die Schallgeschwindigkeit im Stoff.

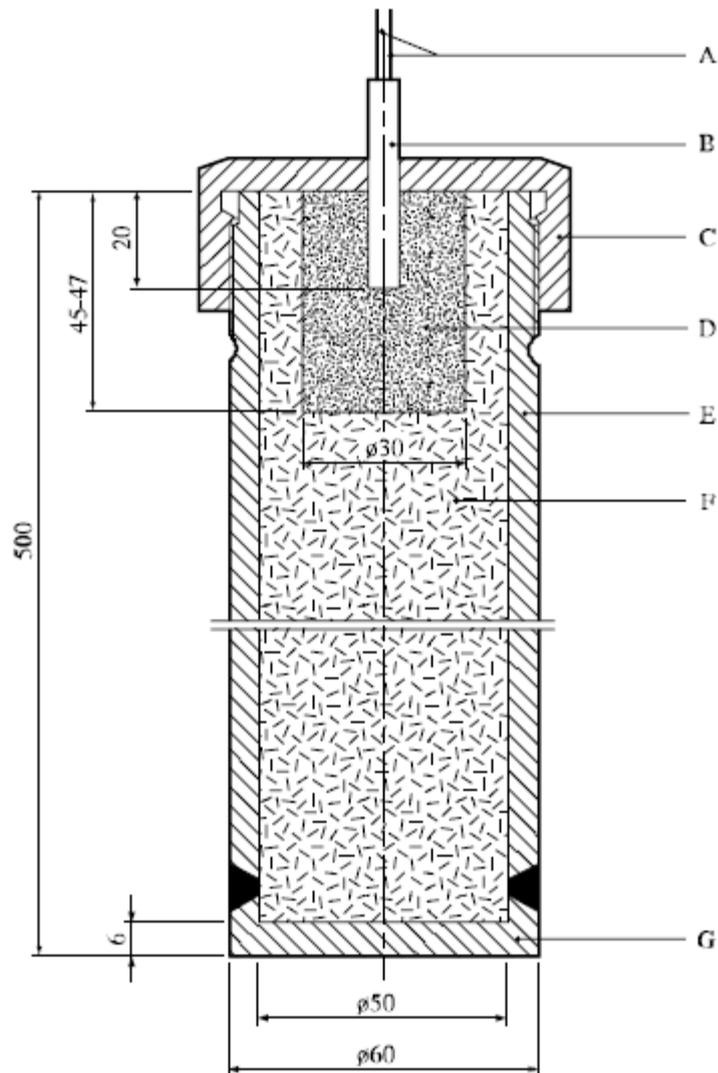
21.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Füllichte (kg/m³) | Zerlegte Länge (cm) | Ergebnis |
|---|---|------------------------------------|-------------------|
| Azodicarbonamid | 627 | 15 | Nein |
| 2,2'-Azodi(2,4-dimethylvaleronitril) | 793 | 16 | Nein |
| Benzol-1,3-disulfohydrazid | 640 | 50 | Ja |
| Benzolsulfohydrazid | 630 | 17 | Nein |
| tert-Butylperoxybenzoat | - | 30 | Teilweise |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | - | 18 | Nein |
| 3-Chlorperoxybenzoesäure, nicht mehr als 86 % mit 3-Chlorbenzoesäure | 610 | 24,6 ^a | Ja |
| Cumylhydroperoxid, 84 % in Cumol | - | 15 | Nein |
| Cyclohexanonperoxid(e) | 620 | 50 | Ja |
| 2-Diazo-1-naphthol-5-sulfochlorid | 690 | 20 | Nein ^b |
| Dibenzoylperoxid | 730 | 30,12 ^a | Ja |
| Dibenzoylperoxid, 75 % mit Wasser | 740 | 20 | Nein |
| Di-tert-butylperoxid | - | 16 | Nein |
| Dicetylperoxidicarbonat | 590 | 13 | Nein |
| Dicumylperoxid | 520 | 14 | Nein |
| Diisopropylperoxidicarbonat | 790 | 50 | Ja |
| Dilauroylperoxid | 580 | 25 | Teilweise |
| Dimyristylperoxidicarbonat | 460 | 20 | Nein |
| Dimyristylperoxidicarbonat, 42 % stabile Dispersion in Wasser | - | 15 | Nein |
| N,N'-Dinitrosopentamethylentetramin, 90 % mit Mineralöl | 590 | 50 | Ja ^c |
| N,N'-Dinitrosopentamethylentetramin, 80 % mit 17 % anorganischem festen Stoff und 3 % Mineralöl | 500 | 50 | Ja |
| N,N'-Dinitrosopentamethylentetramin, 75 % mit 15 % Calciumcarbonat und 10 % Mineralöl | - | 26 | Teilweise |

| Stoffe | Füllichte (kg/m³) | Zerlegte Länge (cm) | Ergebnis |
|-----------------------|---|------------------------------------|-----------------|
| <i>Inerte Stoffe:</i> | | | |
| Luft | - | 8 | |
| Dimethylphthalat | - | 13 | |
| Puderzucker | 682 | 14 | |
| Sand | - | 13 | |
| Wasser | - | 14 | |

- a *Beide Enden zerlegt.*
b *Der Stoff reagiert vollständig durch Deflagration.*
c *Detonationsgeschwindigkeit 3040 m/s.*

Abbildung 21.4.1.1: BAM 50/60 STAHLROHRPRÜFUNG



- (A) Detonatordrähte
- (B) Detonator, eingesetzt 20 mm in die Verstärkungsladung
- (C) Schraubkappe aus dehnbarem Gusseisen oder eine Kappe aus Kunststoff
- (D) Verstärkungsladung aus RDX/Wachs (95/5) mit einem Durchmesser von 30 mm und einer Länge von annähernd 46 mm
- (E) Stahlrohr 500 mm lang mit Innendurchmesser von 50 mm, Außendurchmesser von 60 mm
- (F) Zu prüfender Stoff
- (G) Geschweißter Stahl mit 6 mm dickem Boden

21.4.2 Prüfung A.5: UN Gap-Prüfung

21.4.2.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Fähigkeit eines Stoffes, eine Detonation weiterzuleiten, zu bestimmen, wenn er unter Einschluss in einem Stahlrohr einer detonierenden Verstärkungsladung ausgesetzt wird. Sie kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 1 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

21.4.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Das Prüfgerät ist in Abbildung 21.4.2.1 dargestellt. Die Prüfprobe ist in einem getemperten, nahtlosen Stahlrohr mit einem Außendurchmesser von $48 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$, einer Wanddicke von 4 mm und einer Länge von $400 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$ enthalten. Kann der zu prüfende Stoff mit Stahl reagieren, kann die Innenseite des Rohres mit einem Fluorkohlenstoffharz überzogen werden. Der Boden des Rohres wird durch eine Plastikfolie, die straff über den Boden gezogen (so dass sie sich plastisch verformt) und fest fixiert wird, geschlossen. Die Plastikfolie muss mit dem zu untersuchenden Stoff verträglich sein. Die Verstärkungsladung besteht aus 160 g RDX/Wachs (95/5) oder PETN/TNT, mit einem Mindestgehalt von 50 % an PETN in der Mischung, mit einem Durchmesser von $50 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$, einer Dichte von $1600 \text{ kg/m}^3 \pm 50 \text{ kg/m}^3$. Die Verstärkungsladungen können in einem oder mehreren Stücken gepresst werden, solange die gesamte Ladung innerhalb der Spezifizierungen ist. Die PETN/TNT-Ladung wird gegossen. Eine Nachweisplatte aus unlegiertem, weichem Stahl, $150 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$ im Quadrat und 3 mm dick, kann auf das obere Ende des Stahlrohres gelegt und von diesem durch einen $1,6 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ dicken Abstandshalter getrennt werden.

21.4.2.3 Prüfverfahren

21.4.2.3.1 Die Probe wird vom oberen Ende in das Rohr eingefüllt. Feste Stoffe werden mit einer Dichte eingefüllt, wie sie sich beim Aufstoßen des Rohres ergibt, bis eine weitere Verdichtung nicht mehr wahrnehmbar ist (Füllichte).

21.4.2.3.2 Das Rohr wird in vertikaler Position und die Verstärkungsladung in direktem Kontakt mit der Folie, die den Boden des Rohres verschließt, platziert. An die Verstärkungsladung wird ein Detonator eingesetzt und gezündet. Zwei Prüfungen sind durchzuführen, es sei denn, eine Detonation des Stoffes wird beobachtet.

21.4.2.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

21.4.2.4.1 Die Prüfergebnisse werden auf der Grundlage des Zerlegungsmusters des Rohres bewertet. Die Nachweisplatte wird nur verwendet, um zusätzliche Informationen über die Heftigkeit der Reaktion zu liefern. Die Prüfung mit der strengsten Bewertung ist für die Klassifizierung zu verwenden.

21.4.2.4.2 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

„Ja“: Das Rohr ist vollständig zerlegt.

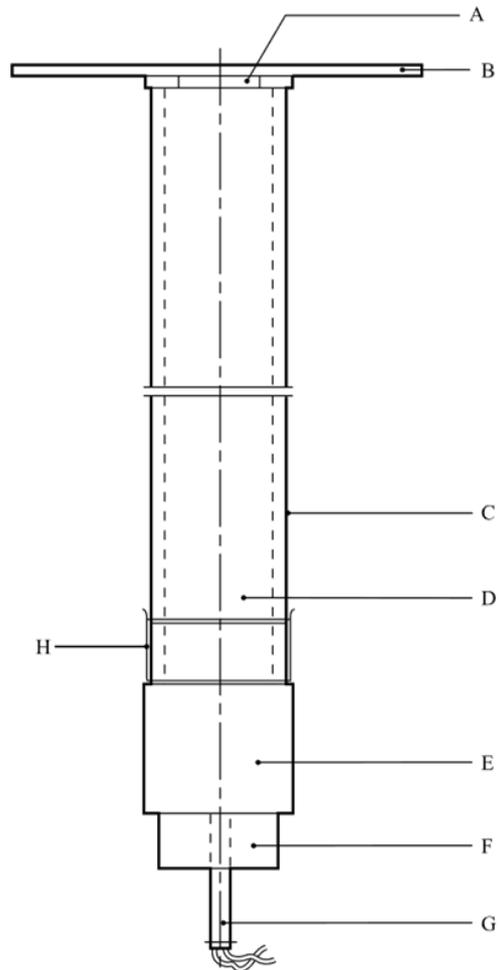
„Teilweise“: Das Rohr ist nicht über die gesamte Länge zerlegt, aber die durchschnittliche Zerlegungslänge des Rohres (Mittelwert aus zwei Prüfungen) ist mehr als 1,5-mal größer als die durchschnittliche Zerlegungslänge, die mit einem inerten Material mit dem gleichen physikalischen Zustand gefunden wurde.

„Nein“: Das Rohr ist nicht über die gesamte Länge zerlegt und die durchschnittliche Zerlegungslänge des Rohres (Mittelwert aus zwei Prüfungen) ist nicht mehr als 1,5-mal größer als die durchschnittliche Zerlegungslänge, die mit einem inerten Material mit dem gleichen physikalischen Zustand gefunden wurde.

21.4.2.5 Ergebnisbeispiele

| Stoffe | Füllichte (kg/m³) | Zerlegte Länge (cm) | Ergebnis |
|---|---|------------------------------------|-----------------|
| 2,2'-Azodi(isobutyronitril) | 366 | 40 | Ja |
| tert-Butylperoxybenzoat | - | 25 | Teilweise |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | - | 25 | Teilweise |
| Dibenzoylperoxid, 75 % mit Wasser | 685 | 40 | Ja |
| 2,5-Di-(tert-butylperoxy)-2,5-dimethylhexin-3 | - | 34 | Teilweise |
| Dilauroylperoxid | 564 | 28 | Nein |

Abbildung 21.4.2.1: UN GAP-PRÜFUNG



-
- | | | | |
|-----|---|-----|--------------------|
| (A) | Abstandhalter | (B) | Nachweisplatte |
| (C) | Stahlrohr | (D) | Zu prüfender Stoff |
| (E) | RDX/Wachs- oder PETN/TNT- Verstärkungsladung | (F) | Detonatorhalter |
| (G) | Detonator | (H) | Plastikmembrane |
-

21.4.3 Prüfung A.6: UN Detonationsprüfung

21.4.3.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Fähigkeit eines Stoffes, eine Detonation weiterzuleiten, zu bestimmen, wenn er unter Einschluss in einem Stahlrohr einer detonierenden Verstärkungsladung ausgesetzt wird. Sie kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 1 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

21.4.3.2 Prüfgeräte und Materialien

Das Prüfgerät ist in Abbildung 21.4.3.1 dargestellt. Es ist für feste Stoffe und flüssige Stoffe gleich. Die Prüfprobe ist in einem getemperten, nahtlosen Stahlrohr mit einem Außendurchmesser von $60 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$, einer Wanddicke von $5 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ und einer Länge von $500 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$ enthalten. Kann der Prüfstoff mit Stahl reagieren, kann die Innenseite des Rohres mit einem Fluorkohlenwasserstoffharz überzogen werden. Der Boden des Rohres wird durch eine Kunststoffolie, die in geeigneter Weise befestigt wird, verschlossen. Die Kunststoffolie muss mit dem zu untersuchenden Stoff verträglich sein. Die Verstärkungsladung besteht aus 200 g RDX/Wachs (95/5) oder PETN/TNT, mit einem Mindestgehalt von 50 % an PETN in der Mischung, mit einem Durchmesser von $60 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ und einer Dichte von $1600 \text{ kg/m}^3 \pm 50 \text{ kg/m}^3$. Die Verstärkungsladungen können in einem oder mehreren Stücken gepresst sein, solange die gesamte Ladung innerhalb der Spezifizierung bleibt. Die PETN-/TNT-Ladung wird gegossen. Das Rohr kann instrumentiert sein, z. B. mit einer durchgängigen Geschwindigkeitsmesssonde aus Draht, um die Weiterleitungsgeschwindigkeit im Stoff zu messen. Zusätzliche Informationen über das explosive Verhalten der Probe können durch die Verwendung einer Nachweisplatte gewonnen werden, wie in Abbildung 21.4.3.1 dargestellt. Die Nachweisplatte aus unlegiertem, weichem Stahl, 150 mm im Quadrat und 3 mm dick, kann auf das obere Ende des Stahlrohres gelegt und von diesem durch einen 1,6 mm dicken Abstandshalter getrennt werden.

21.4.3.3 Prüfverfahren

Die Probe wird vom oberen Ende her in das Rohr eingefüllt. Feste Stoffe werden mit einer Dichte eingefüllt, wie sie sich beim Aufstoßen des Rohres ergibt, bis eine weitere Verdichtung nicht mehr wahrnehmbar ist (Fülldichte). Die Probenmasse wird bestimmt und, wenn es sich um feste Stoffe handelt, die Fülldichte errechnet. Das Rohr wird in vertikaler Position platziert und die Verstärkungsladung in direktem Kontakt mit der Abdeckung, die den Boden des Rohres verschließt, gebracht. In die Verstärkungsladung wird ein Detonator eingeführt und gezündet. Zwei Prüfungen sind durchzuführen, es sei denn, eine Detonation des Stoffes wird schon im ersten Versuch beobachtet.

21.4.3.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

21.4.3.4.1 Die Prüfergebnisse werden bewertet nach:

- (a) der Art der Zerlegung des Rohres; und
- (b) bei Instrumentierung, der gemessenen Weiterleitungsrate im Stoff.

Die Prüfung mit der strengsten Bewertung ist für die Klassifizierung zu verwenden.

21.4.3.4.2 Die Prüfkriterien sind folgende:

„Ja“: Das Rohr ist vollständig zerlegt.

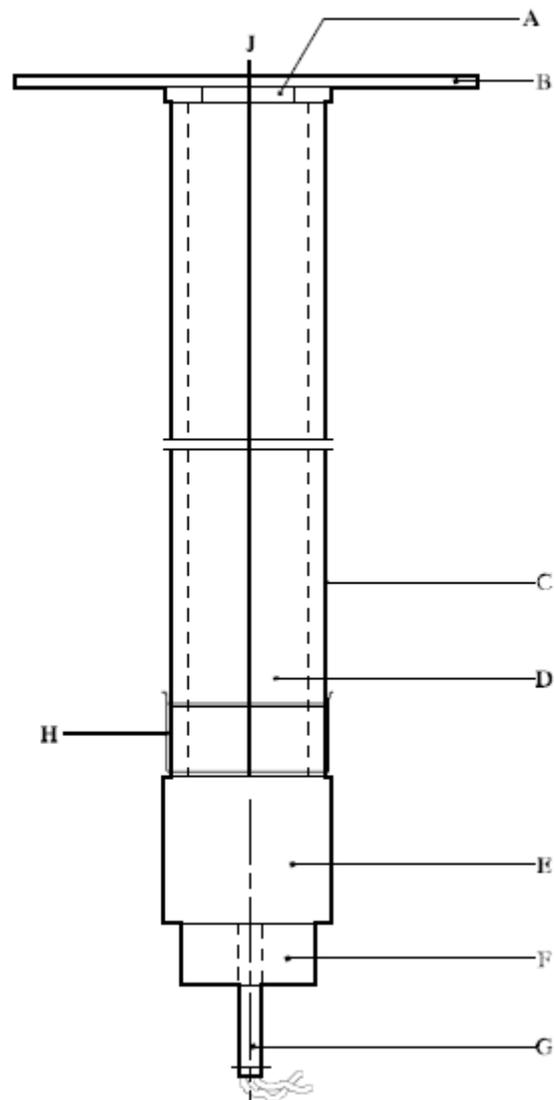
„Teilweise“: Das Rohr ist nicht über seine gesamte Länge zerlegt, aber die durchschnittliche Zerlegungslänge des Rohres (Mittelwert aus zwei Prüfungen) ist mehr als 1,5-mal größer als die durchschnittliche Zerlegungslänge, die mit einem inerten Material mit dem gleichen physikalischen Zustand gefunden wurde.

„Nein“: Das Rohr ist nicht über seine gesamte Länge zerlegt und die durchschnittliche Zerlegungslänge des Rohres (Mittelwert aus zwei Prüfungen) ist nicht mehr als 1,5-mal größer als die durchschnittliche Zerlegungslänge, die mit einem inerten Material mit dem gleichen physikalischen Zustand gefunden wurde.

21.4.3.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Füllichte (kg/m³) | Zerlegte Länge (cm) | Ergebnis |
|---|---|------------------------------------|-----------------|
| 2,2'-Azodi(isobutyronitril) | 346 | 50 | Ja |
| tert-Butylperoxybenzoat | - | 28 | Teilweise |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | - | 23 | Nein |
| Dibenzoylperoxid, 75 % mit Wasser | 697 | 22 | Nein |
| 2,5-Di-(tert-butylperoxy)-2,5-dimethylhexin-3 | 870 | 30 | Teilweise |
| Dilauroylperoxid | 580 | 32 | Teilweise |

Abbildung 21.4.3.1: UN DETONATIONSPRÜFUNG



-
- | | | | |
|-----|---|-----|--------------------|
| (A) | Abstandhalter | (B) | Nachweisplatte |
| (C) | Stahlrohr | (D) | Zu prüfender Stoff |
| (E) | RDX/Wachs- oder PETN/TNT-Verstärkungsladung | (F) | Detonatorhalter |
| (G) | Detonator | (H) | Plastikmembrane |
| (J) | Geschwindigkeitsmesssonde | | |
-

ABSCHNITT 22

PRÜFSERIE B

22.1 Einleitung

Die Prüfserie B beinhaltet eine Prüfung und Kriterien in Bezug auf die Weiterleitung der Detonation eines Stoffes in seiner Verpackung. Die Prüfung ist nur für Stoffe erforderlich, die eine Detonation weiterleiten (Kästchen 1 der Abbildung 20.1).

22.2 Prüfverfahren

22.2.1 Die Frage „Kann der Stoff, wie er verpackt ist, detonieren?“ (Kästchen 2 der Abbildung 20.1) wird auf Grundlage der Ergebnisse des Prüfverfahrens in Tabelle 22.1 beantwortet.

Tabelle 22.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE B

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------|--|-----------|
| B.1 | Detonationsprüfung im Packstück ^a | 22.4.1 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

22.2.2 Diese Prüfung ist nur für Stoffe erforderlich, für welche die Antwort zur Frage in Kästchen 1 der Abbildung 20.1 „Ja“ lautet.

22.3 Prüfbedingungen

22.3.1 Die Prüfung aus Prüfserie B ist nur auf verpackte Stoffe (nicht größer als 50 kg) in dem Zustand und in der Form, in der sie klassifiziert werden sollen, anzuwenden.

22.3.2 ***Das Vorverfahren ist vor der Durchführung dieser Prüfungen durchzuführen (siehe Abschnitt 20.3).***

22.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie B

22.4.1 Prüfung B.1: Detonationsprüfung im Packstück

22.4.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Fähigkeit eines verpackten Stoffes eine Detonation weiterzuleiten, zu bestimmen. Sie erfordert, dass der verpackte Stoff dem Stoß einer detonierenden Verstärkungsladung ausgesetzt wird. Sie wird angewendet, um die Frage in Kästchen 2 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

22.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Ein Detonator, eine Sprengschnur, Plastiksprengstoff und geeignetes Verdämmungsmaterial sind erforderlich. Eine Platte aus unlegiertem, weichem Stahl von ungefähr 1 mm Dicke, die mindestens 0,2 m in jede Richtung größer ist als die Bodenabmessungen des Packstückes, dient als Nachweisplatte unterhalb des Packstückes.

22.4.1.3 *Prüfverfahren*

Die Prüfung wird auf verpackte Stoffe angewendet, in dem Zustand und in der Form, in der sie klassifiziert werden sollen. Das Packstück wird auf der Nachweisplatte aus Stahl platziert, deren Kanten durch Ziegelsteine oder anderes geeignetes Material so gehalten werden, dass ein ausreichender, freier Luftraum unterhalb der Nachweisplatte gewährleistet ist, so dass ein Durchschlagen nicht behindert wird. Zwei Ladungen des Plastiksprengstoffes (jede maximal 100 g, aber insgesamt nicht mehr als 1 % Masse des Stoffes im Packstück) werden oben auf dem Stoff im Packstück platziert. Für flüssige Stoffe können Halterungen aus Metalldraht benötigt werden, um sicherzustellen, dass sich die beiden explosiven Ladungen korrekt in der Mitte eines jeden der zwei halbkreisförmigen oder dreieckigen Teile auf der Oberfläche befinden (siehe Abbildung 22.4.1.1). Jede Ladung wird mittels einer Detonationsschnur über den Detonator gezündet. Beide Teile der Detonationsschnur sollten gleich lang sein. Die bevorzugte Verdämmungsvariante ist loser Sand, der mindestens als 0,5 m dicke Schicht in jede Richtung um das zu prüfende Packstück herum aufgeschüttet wird. Alternativ können Kisten, Säcke oder Fässer, die mit Sand gefüllt sind, zur Verdämmung verwendet werden. Diese müssen auf und um das Packstück herum mit der gleichen Schichtdicke (mindestens 0,5 m) platziert sein. Die Prüfung wird zweimal durchgeführt, es sei denn, es wird eine Detonation beobachtet. Eine instrumentierte dritte Prüfung kann notwendig sein, wenn aus den beiden nicht instrumentierten Prüfungen keine Schlüsse gezogen werden können.

22.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

22.4.1.4.1 Die Prüfergebnisse werden anhand des Nachweises einer Detonation bewertet durch:

- (a) Kraterbildung am Ort der Prüfung;
- (b) Beschädigung der Nachweisplatte unterhalb des Produktes;
- (c) Aufreißen und Verstreuen der Hauptmenge des Verdämmungsmaterials; und
- (d) bei Instrumentierung, gemessene Weiterleitungsrate im Stoff.

22.4.1.4.2 Die Prüfkriterien sind folgende:

„Ja“: Bildung eines Kraters am Ort der Prüfung oder eine Perforation der Nachweisplatte unterhalb des Produktes; beides in Kombination mit einem Zerreißen und Verstreuern der Hauptmenge des Verdämmungsmaterials; oder die Weiterleitungsgeschwindigkeit in der unteren Hälfte des Packstückes ist konstant und liegt über der Schallgeschwindigkeit im Stoff.

„Nein“: Keine Kraterbildung am Prüfort, keine Perforation der Nachweisplatte unterhalb des Packstückes und die Geschwindigkeitsmessung (wenn durchgeführt) zeigt, dass die Weiterleitungsrate niedriger ist als die Schallgeschwindigkeit im Stoff und, für feste Stoffe, das Vorhandensein von unreaktiertem Stoff nach der Prüfung.

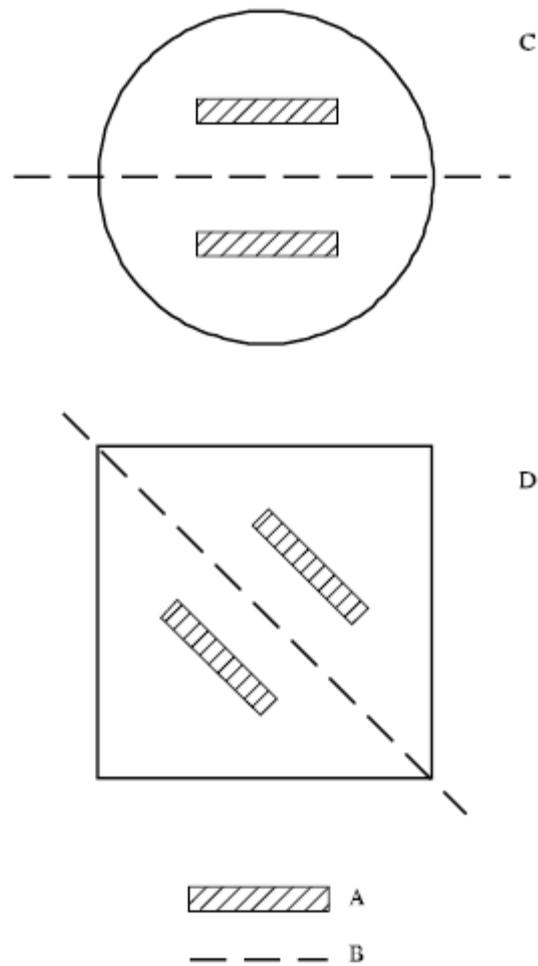
22.4.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Füllichte (kg/m³) | Verpackung | Ergebnis |
|---|---|-------------------|-------------------|
| Dibenzoylperoxid | 730 | 1G, 25 kg | Ja ^a |
| Dicyclohexylperoxycarbonat | 600 | 1G, 5 kg | Nein ^b |
| Dicyclohexylperoxycarbonat, mit 10 % Wasser | 600 | 1G, 5 kg | Nein ^b |

^a Zweifach durchgeführt. Feststellung einer Detonation durch Kraterbildung.

^b Zweifach durchgeführt. Weiterleitungsgeschwindigkeit gemessen anstelle der Verwendung einer Nachweisplatte.

Abbildung 22.4.1.1: DETONATIONSPRÜFUNG IM PACKSTÜCK



-
- (A) Verstärkerladungen
 - (B) Symmetrielinie
 - (C) Kopfansicht des zylindrischen Packstückes
 - (D) Kopfansicht des rechteckigen Packstückes
-

ABSCHNITT 23

PRÜFSERIE C

23.1 Einleitung

Prüfserie C beinhaltet Laborprüfungen und Kriterien in Bezug auf die Weiterleitung einer Deflagration, wie in den Kästchen 3, 4 und 5 der Abbildung 20.1 gefordert.

23.2 Prüfverfahren

23.2.1 Die Frage „Leitet der Stoff eine Deflagration weiter?“ (Kästchen 3, 4 und 5 der Abbildung 20.1) wird auf Grundlage der Ergebnisse nach einem oder, wenn nötig, nach beiden Prüfverfahren in Tabelle 23.1 beantwortet.

Tabelle 23.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE C

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------|-----------------------------------|-----------|
| C.1 | Druck/Zeit-Prüfung ^a | 23.4.1 |
| C.2 | Deflagrationsprüfung ^a | 23.4.2 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

23.2.2 Die Antwort ist „Ja, schnell“, wenn dies in einer der Prüfungen nachgewiesen wird. Die Antwort ist „Ja, langsam“, wenn das Ergebnis der Deflagrationsprüfung „Ja, langsam“ und das Ergebnis der Druck/Zeit-Prüfung nicht „Ja, schnell“ ist. Die Antwort ist „Nein“, wenn das Ergebnis der Deflagrationsprüfung „Nein“ und der Druck/Zeit-Prüfung nicht „Ja, schnell“ ist.

23.3 Prüfbedingungen

23.3.1 Das Vorverfahren (siehe Abschnitt 20.3) sollte vor der Durchführung dieser Prüfungen durchgeführt werden.

23.4 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie C

23.4.1 Prüfung C.1: Druck/Zeit-Prüfung

23.4.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Fähigkeit eines Stoffes¹, unter Einschluss eine Deflagration weiterzuleiten, zu ermitteln. Sie kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 3, 4 und 5 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

23.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

23.4.1.2.1 Die Druck/Zeit-Bombe (Abbildung 23.4.1.1) besteht aus einem zylindrischen Druckgefäß aus Stahl mit einer Länge von 89 mm und einem Außendurchmesser von 60 mm. Auf gegenüberliegenden Seiten sind (unter Reduzierung des Gefäßquerschnitts auf 50 mm) zwei Flachseiten angefräst, um ein Einspannen des Gefäßes während des Einbaus des Anzünd- und des Entlastungsstopfen zu ermöglichen. Das zylindrische Druckgefäß hat eine Innenbohrung von 20 mm Durchmesser. Die Bohrung ist an beiden Enden über eine Tiefe von 19 mm aufgeweitet, um ein Gewinde mit der Größe 1" BSP (British standard pipe thread) aufzunehmen. Seitlich des aufrecht stehenden Zylinders wird, 35 mm von einem Ende entfernt, ein Adapter für den Druckaufnehmer in Form eines Seitenarms so eingeschraubt, dass zwischen ihm und den gefrästen Seitenflächen ein Winkel von 90° gebildet wird. Der Sitz für den Seitenarm ist bis zu einer Tiefe von 12 mm aufgebohrt und mit einem 1/2"-BSP-Innengewinde versehen. Der Seitenarm trägt an einem Ende das korrespondierende Außengewinde zur Verschraubung. Zur Gewährleistung eines gasdichten Abschlusses wird eine Unterlegscheibe verwendet. Der eingeschraubte Seitenarm hat eine Länge von 59 mm außerhalb des zylindrischen Druckgefäßes. Der Seitenarm besitzt eine durchgängige Bohrung von 6 mm Durchmesser. Das nicht im Druckgefäß eingeschraubte Ende des Seitenarms ist aufgebohrt und mit einem Innengewinde zur Aufnahme eines geeigneten Druckaufnehmers versehen. Jede Druckmesseinrichtung kann verwendet werden, vorausgesetzt, dass sie durch die heißen Gase oder Zersetzungsprodukte nicht beeinträchtigt wird und in der Lage ist, auf einen Druckanstieg von 690 kPa auf 2070 kPa in höchstens 5 ms zu reagieren.

23.4.1.2.2 Das vom Seitenarm am weitesten entfernte Ende des Druckgefäßes wird mit einem Anzündstopfen verschlossen, der zwei Elektroden aufweist. Dabei ist eine Elektrode gegenüber dem Anzündstopfen isoliert und die andere mit dem Anzündstopfen leitend verbunden. Das gegenüberliegende Ende des Druckgefäßes ist mit einer 0,2 mm dicken Aluminium-Berstscheibe (Berstdruck rund 2200 kPa) verschlossen und wird durch einen Verschlussstopfen, der eine 20-mm-Bohrung aufweist, fixiert. Um eine gute Abdichtung zu gewährleisten, sind beide Stopfen mit einem geeigneten verformbaren Dichtring oder einem Gummiring auszustatten. Eine Haltevorrichtung (Abbildung 23.4.1.2) hält die Apparatur während ihrer Verwendung in der richtigen Position. Sie besteht aus einer 235 mm x 184 mm x 6 mm großen Grundplatte aus unlegiertem Stahl und einem 185 mm langen Vierkantrohr mit einem quadratischen Querschnitt von 70 mm x 70 mm x 4 mm (Quadrat-Hohlprofil).

23.4.1.2.3 An zwei sich gegenüber liegenden Seiten des Quadrat-Hohlprofils wird an einem Ende jeweils ein Teil so eingeschnitten, dass eine Form mit zwei flachseitigen Beinen, die einen 86 mm langen Hohlkörper mit quadratischem Querschnitt tragen, entsteht. Die Enden dieser flachen Seitenbeine werden so abgeschnitten, dass die

¹ Wenn flüssige Stoffe geprüft werden, können variable Ergebnisse erzielt werden, da der Stoff zwei Druckmaxima haben kann.

Haltevorrichtung mit der Horizontalen einen Winkel von 60° bildet. Sie sind an die Grundplatte angeschweißt.

23.4.1.2.4 Ein 22 mm breiter und 46 mm tiefer Schlitz wird in eine Seite am oberen Teils der Haltevorrichtung gefräst, so dass die Druck/Zeit-Bombe, wenn sie mit dem Anzündstopfen zuerst in die Halterung eingesetzt wird, mit ihrem Seitenarm in diesem Schlitz sitzt. Auf die untere Innenseite der Halterung wird ein 30 mm breiter und 6 mm dicker Streifen aus Flachstahl aufgeschweißt, der als Abstandhalter dient. Zwei in die gegenüber liegende Seite eingeschraubte 7-mm-Flügelschrauben halten das Druckgefäß fest in ihrer vorgesehenen Stellung. Zwei 12 mm breite Streifen aus 6 mm dickem Stahl, die am unteren Ende des Quadratprofils angeschweißt sind, stützen das Druckgefäß von unten.

23.4.1.2.5 Das Anzündsystem besteht aus einer elektrischen Anzündpille, wie sie üblicherweise in Niederspannungsdetonatoren Verwendung findet und einem 13 mm x 13 mm großen, quadratischen Stück „primed cambric“. Anzündpillen mit gleichwertigen Eigenschaften können verwendet werden. „Primed cambric“ besteht aus einem Leinengewebe, das auf beiden Seiten mit einem pyrotechnischen Satz aus Kaliumnitrat/Silizium/schwefelfreiem Schwarzpulver beschichtet ist².

23.4.1.2.6 Die Vorbereitung der Anzündapparatur für feste Stoffe beginnt mit der Trennung der Messingkontakte einer elektrischen Anzündpille von ihrem Isolator (siehe Abbildung 23.4.1.3). Der freigelegte Teil der Isolierung wird dann herausgeschnitten. Die Anzündpille wird dann unter Verwendung der Anschlüsse des Anzündstopfens so befestigt, dass die Spitze der Anzündpille sich 13 mm oberhalb der Oberfläche des Anzündstopfens befindet. Ein ungefähr 13 mm x 13 mm großes Stück „primed cambric“ wird in der Mitte durchstoßen, über die befestigte Anzündpille gesteckt, zusammengerollt und mit einem dünnen Baumwollfaden zusammengebunden.

23.4.1.2.7 Bei flüssigen Proben wird das „primed cambric“ mit einer einzelnen Plastikhülle oder Ähnlichem so umhüllt, dass das „primed cambric“ nicht in Kontakt mit der flüssigen Substanz ist. Die Widerstandsdrähte werden dann auf den Anschlüssen des Anzündstopfens so befestigt, dass sich die Spitze des „primed cambric“ oberhalb der Oberfläche des Anzündstopfens befindet.

23.4.1.3 Prüfverfahren

23.4.1.3.1 Die vollständig zusammengebaute Prüfapparatur mit Druckaufnehmer, jedoch ohne Aluminium-Berstscheibe, wird mit dem Anzündstopfen nach unten in die Haltevorrichtung eingesetzt. 5,0 g³ des Stoffes werden so in das Prüfgerät eingefüllt, dass er mit dem Anzündstopfen in Berührung kommt. Normalerweise wird keine Verdichtung vorgenommen, es sei denn, leichtes Anstoßen ist notwendig, um die 5,0 g der Probe in die Apparatur einfüllen zu können. Wenn es nicht möglich ist, die gesamte 5,0-g-Probe auch unter leichtem Aufstoßen in das Druckgefäß einzufüllen, wird soviel von der Probe gezündet, wie unter voller Ausnutzung der Kapazität des Druckgefäßes eingefüllt werden kann. Die verwendete Probenmenge ist zu notieren. Die Dichtung oder der Gummiring und

² *Erhältlich von einer nationalen Kontaktstelle für Prüfungsdetails im Vereinigten Königreich (siehe Anhang 4).*

³ **Wenn vorbereitende Prüfungen für die Handhabungssicherheit (z. B. Erwärmen in einer Flamme) oder Abbrandprüfungen (z. B. eine Prüfung der Serie 3 Prüfmethode (d)) anzeigen, dass eine schnelle Reaktion zu erwarten ist, ist die Probenmenge auf 0,5 g zu reduzieren, bis die Heftigkeit der Reaktion unter Einschluss bekannt ist. Wenn es notwendig ist, eine 0,5-g-Probe zu verwenden, ist die Probenmenge schrittweise zu erhöhen, bis entweder ein „Ja, schnell“-Ergebnis erzielt oder die Prüfung mit einer 5,0-g-Probe durchgeführt wird.**

die Aluminium-Berstscheibe werden eingesetzt und der Haltestopfen wird fest angeschraubt. Die gefüllte Druckbombe wird mit der Berstscheibe nach oben in die Haltevorrichtung eingesetzt, die in einer geeigneten, verstärkten Rauchabzugsvorrichtung oder in einem geeigneten Prüfstand aufgestellt ist. Eine Stromquelle wird mit den äußeren Kontakten des Anzündstopfens verbunden und die Ladung gezündet. Das Signal des Druckaufnehmers wird mit einem geeigneten Datenerfassungssystem aufgezeichnet, welches sowohl die Auswertung als auch die dauerhafte Aufzeichnung des Druck-Zeitverlaufs erlaubt.

23.4.1.3.2 Die Prüfung wird dreimal durchgeführt. Die Zeit, in der der Druck von 690 kPa auf 2070 kPa Überdruck steigt, wird notiert. Der kürzeste Zeitwert ist für die Klassifizierung anzuwenden.

23.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

23.4.1.4.1 Die Prüfergebnisse werden danach ausgewertet, ob ein Überdruck von 2070 kPa erreicht wird und, wenn dies der Fall ist, welche Zeitdauer für den Anstieg von 690 kPa auf 2070 kPa Überdruck benötigt wurde.

23.4.1.4.2 Die Prüfkriterien sind folgende:

„Ja, schnell“: Die Zeit für einen Druckanstieg von 690 kPa auf 2070 kPa Überdruck ist kleiner als 30 ms.

„Ja, langsam“: Die Zeit für einen Druckanstieg von 690 kPa auf 2070 kPa Überdruck ist größer als oder gleich 30 ms.

„Nein“: Ein Druckanstieg auf 2070 kPa Überdruck wird nicht erreicht.

BEMERKUNG: Wenn nötig, ist die Deflagrationsprüfung, Prüfung C.2, durchzuführen, um zwischen „Ja, langsam“ und „Nein“ zu unterscheiden.

23.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Maximal- druck (kPa) (Über- druck^{*a}) | Zeit für einen Druckanstieg von 690 auf 2070 kPa (Überdruck^{*a}) (ms) | Ergebnis |
|--|--|---|-----------------|
| Azodicarbonamid | > 2070 | 63 | Ja, langsam |
| Azodicarbonamid, 67 % mit Zinkoxid | > 2070 | 21 | Ja, schnell |
| 2,2'-Azodi (isobutyronitril) | > 2070 | 68 | Ja, langsam |
| 2,2'-Azodi (2-methylbutyronitril) | > 2070 | 384 | Ja, langsam |
| tert-Butylhydroperoxid, 70 % mit Wasser | 1380 | - | Nein |
| tert-Butylperoxybenzoat | > 2070 | 2500 | Ja, langsam |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | > 2070 | 4000 | Ja, langsam |
| Cumylhydroperoxid, 80 % in Cumol | < 690 ^a | - | Nein |
| 2-Diazo-1-naphthol-5-sulfohydrazid | > 2070 | 14 | Ja, schnell |
| Dibenzoylperoxid | > 2070 | 1 | Ja, schnell |

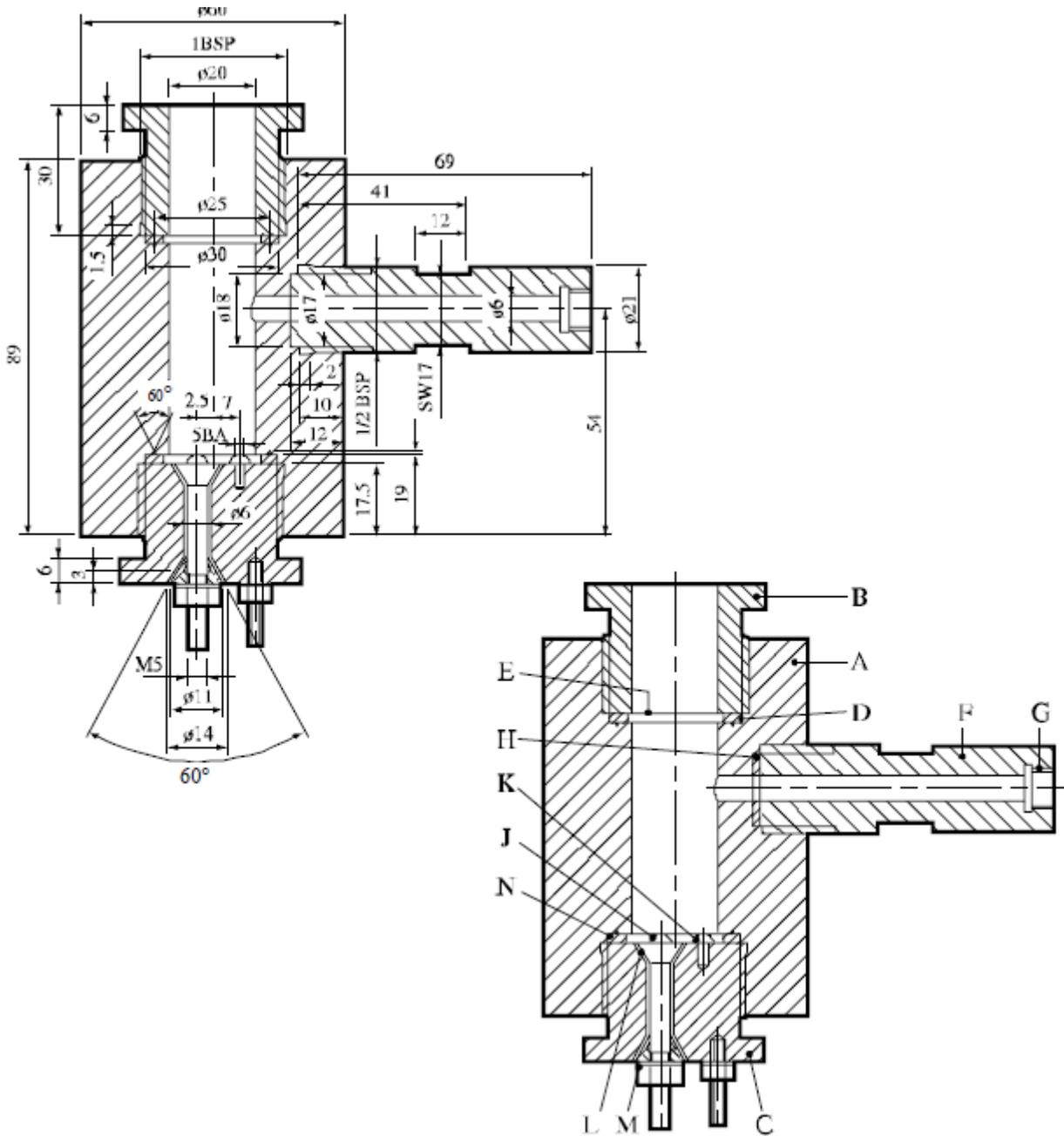
| | | | |
|--|--------------------|-----|-------------|
| Di-tert-butylperoxid | > 2070 | 100 | Ja, langsam |
| Dicetylperoxydicarbonat | < 690 | - | Nein |
| Dicumylperoxid | < 690 ^a | - | Nein |
| Dicumylperoxid, mit 60 % inertem Feststoff | < 690 ^a | - | Nein |
| 2,5-Diethoxy-4-morpholinobenzen- diazonium tetrafluoroborat, 97 % | > 2070 | 308 | Ja, langsam |
| Dilauroylperoxid | 900 | - | Nein |

| Stoff | Maximal- druck (kPa) (Über- druck^{*a}) | Zeit für einen Druckanstieg von 690 auf 2070 kPa (Überdruck^{*a}) (ms) | Ergebnis |
|--|--|---|-----------------|
| 2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert- butylperoxy)-hexin-3 | > 2070 | 70 | Ja, langsam |
| Magnesiummonoperoxyphthalathexa- hydrat, 85 % mit Magnesiumphthalat | 900 | - | Nein |
| 4-Nitrosophenol | > 2070 | 498 | Ja, langsam |

^a Keine Anzündung

^{*a} Im englischen Original nicht so bezeichnet, muss aber korrekterweise als Überdruck angegeben werden.

Abbildung 23.4.1.1: PRÜFGERÄT



- | | | | |
|-----|----------------------------|-----|-------------------------------|
| (A) | Druckgefäßkörper | (B) | Haltestopfen für Berstscheibe |
| (C) | Anzündstopfen | (D) | formbare Dichtung |
| (E) | Berstscheibe | (F) | Adapter für Druckaufnehmer |
| (G) | Gewinde für Druckaufnehmer | (H) | Dichtring |
| (J) | Isolierte Elektrode | (K) | Elektrode, geerdet |
| (L) | Isolierung | (M) | Stahlkegel |
| (N) | Dichtung für die Windung | | |

Abbildung 23.4.1.2: HALTEVORRICHTUNG

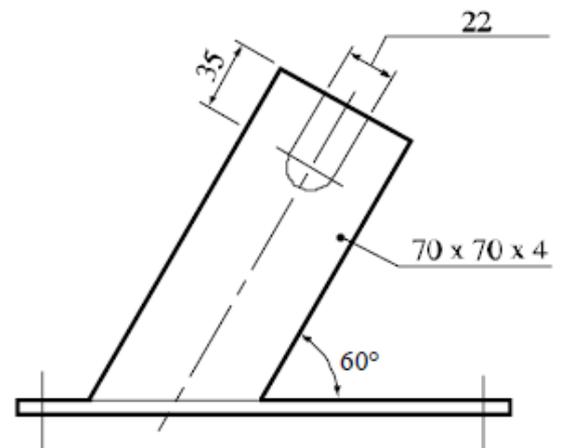
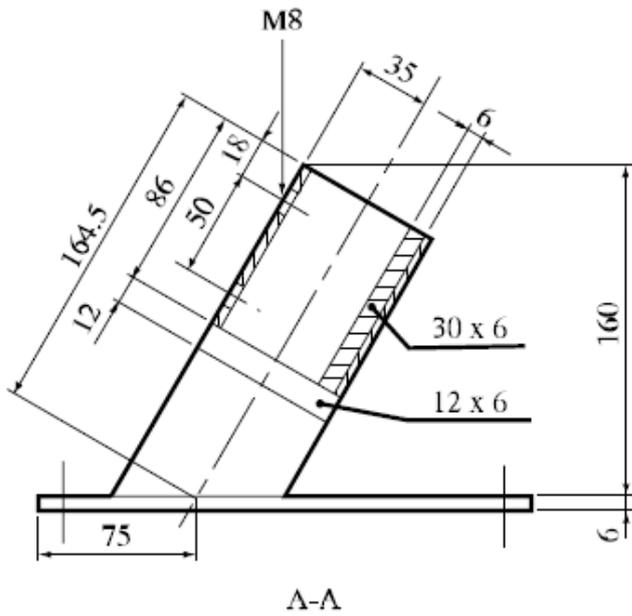
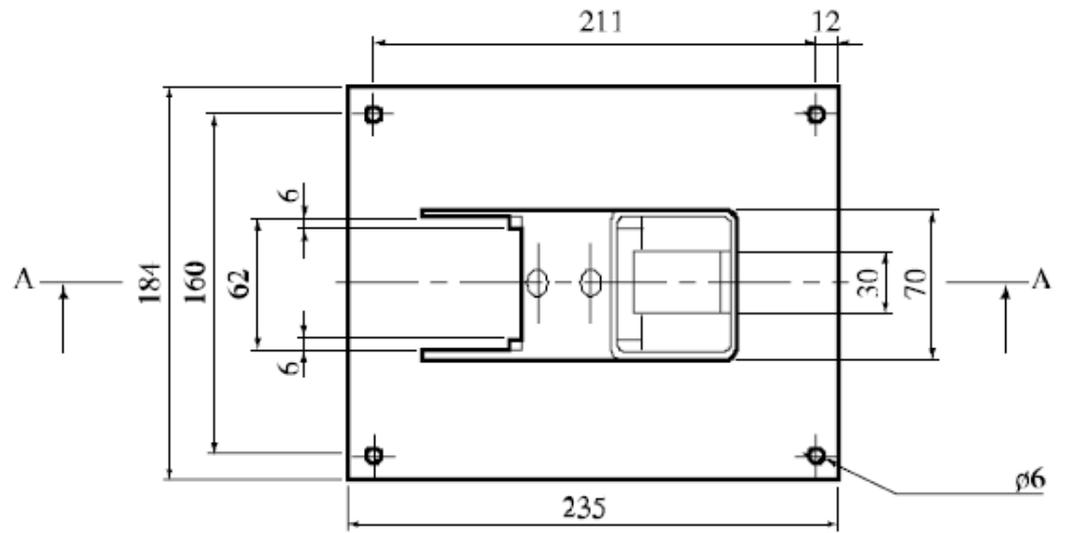


Abbildung 23.4.1.3: ANZÜNDSYSTEM FÜR FESTE STOFFE



A



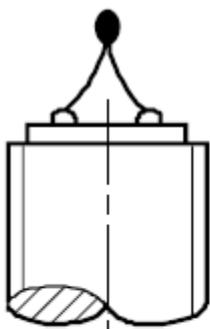
B



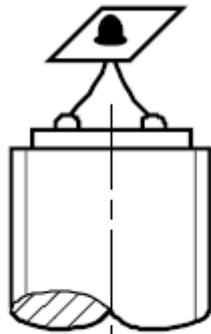
C



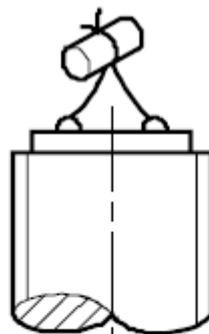
D



E



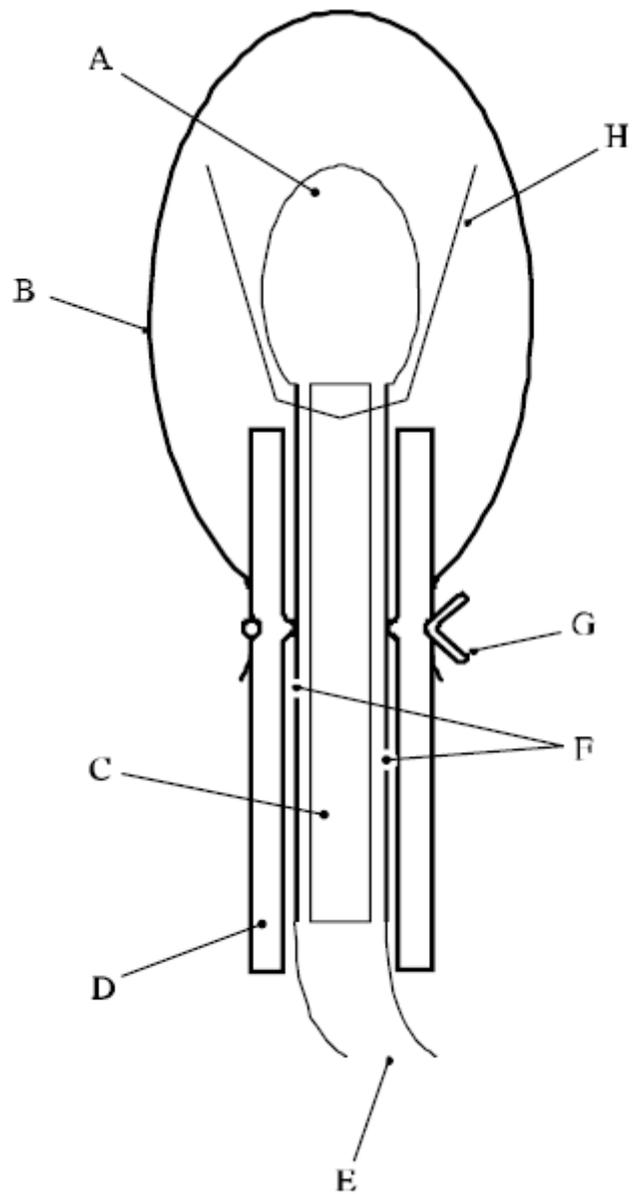
F



G

-
- (A) Elektrisch auszulösende, handelsübliche Anzündpille
 - (B) Kontakte aus Messingfolie durch Pappisolierung getrennt
 - (C) Isolator herausgeschnitten
 - (D) „Primed cambric“ SR 252, 13 mm x 13 mm mit zentralem Loch
 - (E) Anzündpille an die Elektroden des Anzündstopfens angelötet
 - (F) „Cambric“ an der Anzündpille positioniert
 - (G) „Cambric“ zusammengerollt und mit Faden zusammengebunden
-

Abbildung 23.4.1.4: ANZÜNDSYSTEM FÜR FLÜSSIGE STOFFE



-
- | | | | |
|-----|--|-----|------------------|
| (A) | Anzündpille | (B) | PVC-Ummantelung |
| (C) | Isolator | (D) | Silikongummrohr |
| (E) | Zündleitungen | (F) | Kontaktfolien |
| (G) | Draht für flüssigkeitsdichten Verschluss | (H) | „Primed cambric“ |
-

23.4.2 **Prüfung C.2: Deflagrationsprüfung**

23.4.2.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Fähigkeit eines Stoffes eine Deflagration weiterzuleiten, zu bestimmen. Sie kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 3, 4 und 5 der Abbildung 20.1. zu beantworten.

23.4.2.2 *Prüfgeräte und Materialien*

23.4.2.2.1 Diese Prüfung wird mit einem Dewar-Gefäß durchgeführt (siehe Abbildung 23.4.2.1), welches mit vertikalen Beobachtungsfenstern auf den gegenüber liegenden Seiten ausgestattet ist. Die Fenster sind nicht erforderlich, wenn Thermoelemente für die Messung der Deflagrationsrate verwendet werden. Ein Zeitmesser mit der Genauigkeit von 1 s wird verwendet, um die Deflagrationsrate zu messen.

23.4.2.2.2 Das Dewar-Gefäß hat ein Volumen von ungefähr 300 cm³, einen Innendurchmesser von 48 mm ± 1 mm, einen Außendurchmesser von 60 mm und eine Länge zwischen 180 mm und 200 mm. Die Halbwertszeit für das Abkühlverhalten des Dewars sollte größer als 5 Stunden sein. Für die Bestimmung der Halbwertszeit ist Wasser oder eine andere geeignete Substanz bis zu einer Höhe von 20 mm unterhalb des Randes (im Allgemeinen 265 cm³) des Dewar-Gefäßes einzufüllen und dieses mit einem enganliegenden Korke zu verschließen. Horizontale Abstufungsmarkierungen sind 50 mm und 100 mm vom Kopfende des Gefäßes entfernt anzubringen. Die Zeit, die die Zersetzungsfront benötigt, um sich von der 50-mm-Markierung bis zur 100-mm-Markierung auszubreiten, ergibt die Deflagrationsrate. Ein Glasthermometer mit einer Genauigkeit von 0,1 °C wird verwendet, um die Temperatur des Prüfstoffes vor der Anzündung zu messen. Alternativ können durch die Benutzung von zwei Thermoelementen in Entfernungen von 50 mm und 100 mm vom Kopfende des Dewar-Gefäßes die Deflagrationsrate und die Probestemperatur bestimmt werden.

23.4.2.2.3 Jede Gasflamme mit einer Flammenlänge von wenigstens 20 mm kann für die Anzündung des Stoffes verwendet werden.

23.4.2.2.4 Für den Schutz der Mitarbeiter ist die Prüfung in einer explosions sicheren Rauchabzugskammer oder in einer gut belüfteten Prüfzelle durchzuführen. Die Kapazität der Abluftanlage muss groß genug sein, um die Zersetzungsprodukte bis zu dem Ausmaß zu verdünnen, dass keine explosionsfähigen Atmosphären mit Luft entstehen. Ein Schutzschild ist zwischen Versuchspersonal und dem Dewar-Gefäß aufzustellen.

23.4.2.3 *Prüfverfahren*

23.4.2.3.1 **Wenn vorbereitende Prüfungen für die Handhabungssicherheit (z. B. Erwärmen in einer Flamme) oder eine kleine Abbrandprüfung (z. B. eine Prüfung der Prüfmethode 3(d)) anzeigen, dass eine schnelle Reaktion zu erwarten ist, sind Vorab-Versuche in Borsilikatglasrohren mit geeigneten Sicherheitsvorkehrungen vor der Prüfung im Dewar-Gefäß durchzuführen.** In diesem Falle wird empfohlen, dass die Prüfung zuerst in einem Rohr mit 14 mm Durchmesser und anschließend in einem Rohr mit einem Durchmesser von 28 mm durchgeführt wird. Wenn die Deflagrationsrate in einer dieser Probeprüfungen 5 mm/s überschreitet, kann der Stoff sofort als schnell deflagrierend klassifiziert werden und die Hauptprüfung mit einem Dewar-Gefäß kann entfallen.

23.4.2.3.2 Das Dewar-Gefäß und der Stoff werden auf die Notfalltemperatur gebracht, wie in den Modellvorschriften festgelegt. Wenn der Stoff stabil genug ist, um keine Notfalltemperatur zu erfordern, wird eine Prüftemperatur von 50 °C verwendet. Das Dewar-Gefäß wird bis zu einer Höhe von 20 mm unterhalb des Rands mit dem Stoff gefüllt. Körnige Stoffe werden so in das Gefäß gefüllt, dass die Schüttdichte des Stoffes vergleichbar mit der Dichte in der vorgesehenen Verpackung ist und keine Klumpen auftreten.

23.4.2.3.3 Pastenförmige Materialien werden so in das Gefäß eingefüllt, dass keine Lufttaschen in der zu prüfenden Probe vorhanden sind. Die Füllhöhe soll ungefähr 20 mm unterhalb des Randes des Dewar-Gefäßes sein. Die Masse und die Temperatur des Stoffes werden notiert. Das Dewar-Gefäß wird in der Prüfzelle oder in der Rauchkammer hinter einem Schirm platziert, hinter dem der Stoff am Kopfende mittels eines Gasbrenners erwärmt wird. In dem Moment, da die Entzündung beobachtet wird oder alternativ, wenn keine Entzündung innerhalb von fünf Minuten auftritt, wird der Gasbrenner entfernt und gelöscht. Die Zeitdauer, die die Reaktionszone benötigt, um die Entfernung zwischen zwei Markierungen zu passieren, wird mit einem Zeitmesser gemessen. Wenn die Reaktion vor dem Erreichen der unteren Markierung aufhört, wird der Stoff als nicht deflagrierend angesehen. Die Prüfung wird zweimal durchgeführt und der kürzeste Zeitabstand für die Errechnung der Deflagrationsrate verwendet. Alternativ kann die Rate durch das Einsetzen von Thermoelementen im Zentrum des Dewars in Entfernungen von 50 mm und 100 mm vom Kopfende des Dewar-Gefäßes bestimmt werden. Die mit den Thermoelementen gemessenen Temperaturen werden kontinuierlich aufgezeichnet. Das Durchlaufen der Reaktionsfront verursacht einen steilen Anstieg der Temperaturkurve. Die Zeit zwischen den Temperaturanstiegen wird bestimmt.

23.4.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

23.4.2.4.1 Die Prüfergebnisse werden danach interpretiert, ob eine Reaktionszone abwärts durch den Stoff weitergeleitet wird und, wenn dies so ist, wie hoch die Deflagrationsrate ist. Die Beteiligung von Luftsauerstoff an der Reaktion an der Probenoberfläche ist vernachlässigbar, nachdem die Reaktionszone sich über eine Wegstrecke von 30 mm ausgebreitet hat. Die Reaktionszone erlischt, wenn der Stoff unter den Prüfbedingungen nicht deflagriert. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Reaktionszone (Deflagrationsrate) ist ein Maßstab für die Anfälligkeit des Stoffes gegenüber einer Deflagration unter atmosphärischem Druck.

23.4.2.4.2 Die Prüfkriterien sind folgende:

„Ja, schnell“: Die Deflagrationsrate ist größer als 5,0 mm/s.

„Ja, langsam“: Die Deflagrationsrate ist kleiner oder gleich 5,0 mm/s und größer oder gleich 0,35 mm/s.

„Nein“: Die Deflagrationsrate ist kleiner als 0,35 mm/s oder die Reaktion stoppt, bevor die untere Markierung erreicht wird.

BEMERKUNG: Die Druck/Zeit-Prüfung, Prüfung C.1, wird ausgeführt, wenn „Ja, schnell“ nicht erzielt wird.

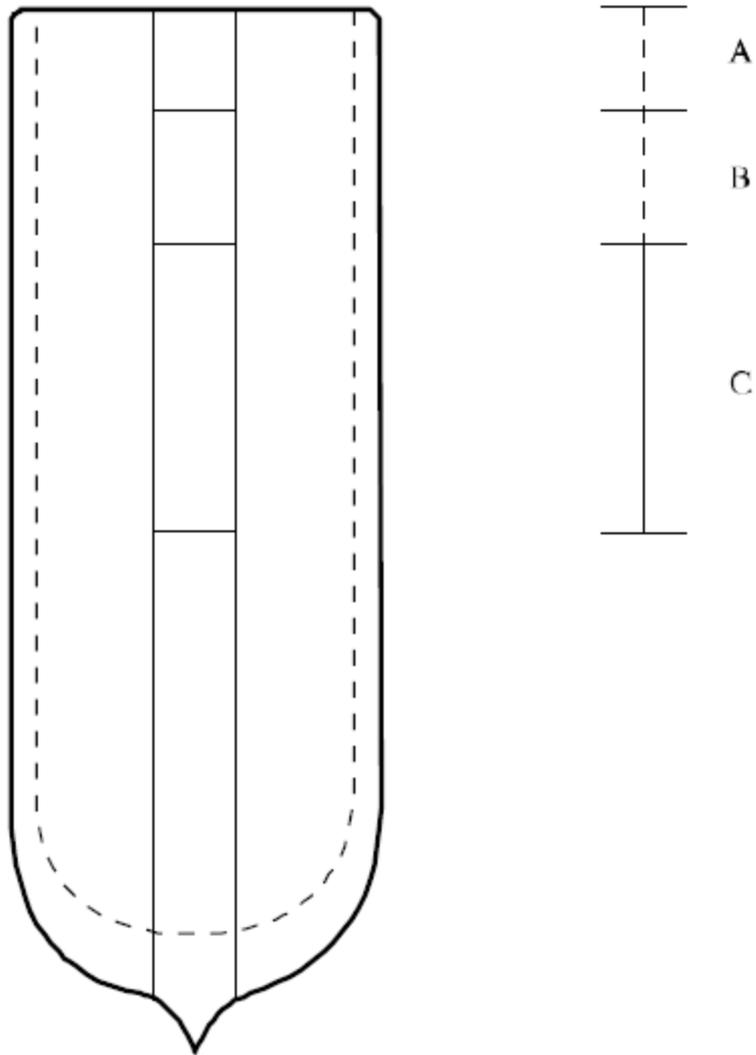
23.4.2.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Proben- masse (g) | Temperatur (°C) | Deflagrations- rate (mm/s) | Ergebnis |
|---|-------------------------|--------------------|-------------------------------|----------------|
| Azodicarbonamid | 174 | 50 | 0,35 | Ja, langsam |
| 2,2'-Azodi(isobutyronitril) | 101 | 45 | ^a | Nein |
| tert-Butylperoxybenzoat | 276 | 50 | 0,65 | Ja, langsam |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 237 | 25 | 0,74 | Ja, langsam |
| tert-Butylperoxy-3,5,5-trimethylhexanoat, 75 % in Lösungsmittel | 238 | 50 | 0,27 | Nein |
| Cumylhydroperoxid, 80 % in Cumol | 273 | 50 | 0,12 | Nein |
| Dibenzoylperoxid | 158 | 20 | 100 ^b | Ja, schnell |
| Di-tert-butylperoxid | 212 | 50 | 0,27 | Nein |
| Di-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxy-dicarbonat | 123 | 35 | 4,3 | Ja, langsam |
| Dicetylperoxydicarbonat | 159 | 35 | keine Anzündung | Nein |
| Dicumylperoxid | 292 | 50 | keine Anzündung | Nein |
| Dicyclohexylperoxydicarbonat | - | 26 | 26 | Ja, schnell |
| Dicyclohexylperoxydicarbonat, 90 % mit Wasser | - | 15 | 13 | Ja, schnell |
| Dilauroylperoxid | 130 | 45 | keine Anzündung | Nein |
| Dilauroylperoxid, 42 % stabile Dispersion in Wasser | 265 | 45 | keine Anzündung | Nein |
| 2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)-hexin-3 | 235 | 50 | 2,9 | Ja, langsam |
| 2,5-Dimethyl-2,5-di-(benzoylperoxy)-hexan | 231 | 50 | 6,9 | Ja, schnell |
| 4-Nitrosophenol | 130 | 35 | 0,90 | Ja, langsam |

^a Pulsierende Flamme gefolgt von Auslösen der Flamme; keine stabile Weiterleitung unter Prüfbedingungen.

^b Durchgeführt in einer Vorab-Prüfung unter Benutzung eines Glasrohres mit einem Durchmesser von 14 mm bei 20 °C anstelle von 50 °C.

Abbildung 23.4.2.1: DEWAR-GEFÄSS MIT BEOBACHTUNGSFENSTERN



-
- (A) Füllhöhe 20 mm unterhalb des Randes (B) 30 mm Bereich für nachzuweisende Deflagration
- (C) 50 mm Bereich für Messung der Deflagrationsrate
-

ABSCHNITT 24

PRÜFSERIE D

24.1. Einleitung

Die Prüfserie D umfasst eine Prüfung und Kriterien in Bezug auf die Weiterleitung einer schnellen Deflagration eines Stoffes in seiner Verpackung. Diese Prüfung wird nur für Stoffe gefordert, die in einer Prüfung der Prüfserie C schnell deflagrieren.

24.2 Prüfverfahren

24.2.1 Die Frage „Deflagriert der Stoff schnell in verpackter Form?“ (Kästchen 6 der Abbildung 20.1) wird auf der Grundlage der Ergebnisse des Prüfverfahrens in Tabelle 24.1 beantwortet.

Tabelle 24.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE D

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------|--|-----------|
| D.1 | Deflagrationsprüfung im Packstück ^a | 24.4.1 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

24.2.2 Diese Prüfung ist nur für die Stoffe erforderlich, für welche die Antwort aus der Prüfung der Prüfserie C „Ja, schnell“ ist.

24.3 Prüfbedingungen

24.3.1 Die Prüfung der Prüfserie D ist auf Stoffe in der Verpackung (nicht mehr als 50 kg) in dem Zustand und in der Form, in der sie klassifiziert werden sollen, anzuwenden.

24.3.2 ***Das Vorverfahren (siehe Abschnitt 20.3) ist vor Durchführung dieser Prüfungen durchzuführen.***

24.4 Beschreibung der Prüfung zur Prüfserie D

24.4.1 ***Prüfung D.1: Deflagrationsprüfung in der Verpackung***

24.4.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Fähigkeit eines verpackten Stoffes zu bestimmen, eine Deflagration schnell weiterzuleiten. Sie wird angewendet, um die Frage in Kästchen 6 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

24.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Ein Anzünder, gerade ausreichend, um eine Entzündung des Stoffes sicherzustellen (z. B. ein Anzünder mit maximal 2 g eines langsam brennenden, in Kunststoffolie eingewickelten pyrotechnischen Satzes), und geeignetes Verdämmungsmaterial werden benötigt.

24.4.1.3 Prüfverfahren

Diese Prüfung wird auf verpackte Stoffe angewendet, in dem Zustand und in der Form, in der sie klassifiziert werden sollen. Das Packstück wird auf den Boden gestellt und der Anzünder in das Zentrum des Stoffes gesetzt. Für flüssige Stoffe kann eine Halterung aus Metalldrähten benötigt werden, um den Anzünder an dem geforderten Platz zu befestigen. Der Anzünder ist vor dem flüssigen Stoff zu schützen. Die Prüfung wird unter Verdämmung durchgeführt. Die bevorzugte Verdämmungsvariante ist loser Sand, der mindestens als 0,5 m dicke Schicht in jede Richtung um das zu prüfende Packstück herum aufgeschüttet wird. Alternativ können Kisten oder Säcke, die mit Erde oder Sand gefüllt sind, zur Verdämmung verwendet werden. Diese müssen auf und um das Packstück herum mit der gleichen Schichtdicke (mindestens 0,5 m) platziert sein. Die Prüfung wird dreimal durchgeführt, es sei denn, es wird eine Explosion beobachtet. **Wenn nach dem Anzünden keine Deflagration beobachtet wird, ist an das Packstück für wenigstens 30 Minuten nicht heranzugehen. Es wird empfohlen, ein Thermoelement in der Nähe des Anzünders einzusetzen, um seine Funktion zu überwachen und um zu kontrollieren, wann es sicher genug ist, sich dem Packstück zu nähern.**

24.4.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

24.4.1.4.1 Die Prüfergebnisse werden auf der Grundlage des Nachweises einer schnellen Deflagration des zu prüfenden Stoffes bewertet nach:

- (a) Der Fragmentierung des Packstückes und
- (b) Dem Aufreißen und Verstreuung der Hauptmenge des Verdämmungsmaterials.

24.4.1.4.2 Die Prüfkriterien sind folgende:

„Ja“: Eine Fragmentierung der inneren oder äußeren Verpackung in mehr als drei Stücke (ausgenommen die unteren und oberen Teile der Verpackung) zeigt, dass der zu prüfende Stoff schnell in diesem Packstück deflagriert ist.

„Nein“: Keine Fragmentierung oder eine Fragmentierung der inneren oder äußeren Verpackung in nicht mehr als drei Stücke (ausgenommen die unteren und oberen Teile der Verpackung) zeigt, dass der zu prüfende Stoff nicht schnell im Packstück deflagriert ist.

24.4.1.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Verpackung | Anzahl der Fragmente | Ergebnis |
|-----------------------------------|------------|----------------------|----------|
| Dibenzoylperoxid | 1A2, 25 kg | > 40 | Ja |
| Dibenzoylperoxid | 4G, 25 kg | > 40 | Ja |
| Dibenzoylperoxid, 94 % mit Wasser | 1A2, 25 kg | > 40 | Ja |
| Dibenzoylperoxid, 75 % mit Wasser | 4G, 25 kg | keine Fragmentierung | Nein |

ABSCHNITT 25

PRÜFSERIE E

25.1 Einleitung

25.1.1 Prüfserie E umfasst Laborprüfungen und Kriterien für die Bestimmung des Effektes bei Erwärmung unter definiertem Einschluss, wie in den Kästchen 7, 8, 9 und 13 der Abbildung 20.1 gefordert.

25.2 Prüfverfahren

25.2.1 Die Frage „Wie ist die Wirkung bei Erwärmen unter definiertem Einschluss?“ (Kästchen 7, 8, 9 und 13 der Abbildung 20.1) wird auf der Grundlage von Kombinationen der Ergebnisse der Prüfverfahren in Tabelle 25.1. beantwortet.

Tabelle 25.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE E

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------|---|-----------|
| E.1 | Koenen-Prüfung ^a | 25.4.1 |
| E.2 | Holländische Druckgefäßprüfung ^b | 25.4.2 |
| E.3 | Vereinigte Staaten Druckgefäßprüfung | 25.4.3 |

^a *Empfohlene Prüfung für selbstzersetzliche Stoffe in Kombination mit einer der anderen Prüfungen.*

^b *Empfohlene Prüfung für organische Peroxide in Kombination mit einer der anderen Prüfungen.*

25.2.2 Die Kombination der Koenen-Prüfung und entweder der Holländischen Druckgefäßprüfung oder der Vereinigte Staaten Druckgefäßprüfung ist für selbstzersetzliche Stoffe anzuwenden. Die Kombination der Holländischen Druckgefäßprüfung und entweder der Koenen-Prüfung oder der Vereinigte Staaten Druckgefäßprüfung ist für organische Peroxide zu verwenden. Für die Klassifizierung ist die höchste Gefahrenbewertung zu verwenden.

25.3 Prüfbedingungen

25.3.1 **Das Vorverfahren (siehe Abschnitt 20.3) ist vor der Durchführung dieser Prüfungen auszuführen.**

25.4 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie E

25.4.1 Prüfung E.1: Koenen-Prüfung

25.4.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit von Stoffen gegenüber intensiver Wärmeeinwirkung unter starkem Einschluss zu bestimmen. Sie kann in Verbindung mit einem weiteren Prüfverfahren der Prüfserie E (Erwärmung unter Einschluss) zur Beantwortung der Frage in den Kästchen 7, 8, 9 und 13 der Abbildung 20.1 eingesetzt werden.

25.4.1.2 Prüfgeräte und Materialien

25.4.1.2.1 Das Prüfgerät besteht aus einer nicht wieder verwendbaren Stahlhülse mit wieder verwendbarer Verschraubung, eingesetzt in einer Erwärmungs- und Schutzvorrichtung. Die Hülse ist durch Tiefziehen aus Stahlblech mit der Spezifikation DC04 (EN 10027-1) oder gleichwertig A620 (AISI/SAE/ASTM) oder gleichwertig SPCEN (JIS G 3141) hergestellt. Die Abmessungen sind in Abbildung 25.4.1.1 angegeben. Das offene Ende der Hülse ist mit einem Flansch versehen. Die Verschlussplatte mit einer Öffnung, durch die die Zersetzungsgase des zu prüfenden Stoffes entweichen, ist aus warmfestem Chromstahl. Für die Klassifizierung werden folgende Lochdurchmesser verwendet: 1,0 – 1,5 – 2,0 – 2,5 – 3,0 – 5,0 – 8,0 – 12,0 – 20,0 mm. Zusätzlich können andere Durchmesser für die Gefahrenbewertung verwendet werden. Die Abmessungen des Gewinderinges und der Mutter (Verschraubung) sind in Abbildung 25.4.1.1 wiedergegeben.

Für die Qualitätskontrolle der Stahlhülsen wird 1 % der Hülsen aus jeder Produktionscharge einer Qualitätskontrolle unterzogen und die folgenden Daten werden überprüft:

- (a) Die Masse der Hülsen soll $26,5 \text{ g} \pm 1,5 \text{ g}$ betragen. Hülsen, die in einer Prüfreihe verwendet werden, sollen sich um nicht mehr als 1 g in ihrer Masse unterscheiden;
- (b) die Länge der Hülsen soll $75 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ betragen;
- (c) die Wanddicke der Hülsen, in 20 mm Höhe über dem Hülsenboden gemessen, soll $0,5 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ betragen; und
- (d) der Berstdruck, bestimmt bei quasi-statischer Belastung durch eine nicht komprimierbare Flüssigkeit, soll $29 \text{ MPa} \pm 4 \text{ MPa}$ betragen.

25.4.1.2.2 Die Erwärmung erfolgt mit Propan, das aus einer Gasflasche mit Druckregler über einen Durchflussmesser und einen Verteiler vier Brennern zugeführt wird. Andere Brenngase können verwendet werden, vorausgesetzt, die festgelegte Heizrate wird erreicht. Der Gasdruck wird so reguliert, dass er eine Heizrate von $3,3 \text{ K/s} \pm 0,3 \text{ K/s}$ ergibt, wenn mit dem Kalibrierverfahren gemessen wird. Bei der Kalibrierung wird eine Stahlhülse, die mit 27 cm^3 Silikonöl (Dichte $0,96 \text{ g/cm}^3 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ bei 20 °C und Wärmekapazität $1,46 \text{ J/g K} \pm 0,02 \text{ J/g K}$ bei 25 °C) gefüllt ist, und mit einer Düsenplatte (Düsendurchmesser 1,5 mm) verschlossen ist, erwärmt. Die Temperaturmessung in der Flüssigkeit erfolgt mit einem Thermoelement (Durchmesser 1 mm), das mittig und 43 mm unterhalb des Randes der Stahlhülse platziert wird. Aus der Zeit, in der die Temperatur von 135 °C auf 285 °C ansteigt, wird die Heizrate berechnet.

25.4.1.2.3 Da die Stahlhülse während der Prüfung zerstört werden kann, wird die Erwärmung in einem geschweißten Schutzkasten vorgenommen, dessen Bauart und Abmessungen in Abbildung 25.4.1.2 angegeben sind. Die Stahlhülse wird zwischen zwei Stäben aufgehängt, die durch in die gegenüberliegenden Wände des Schutzkastens gebohrte Löcher geführt sind. Die Anordnung der Brenner ist in Abbildung 25.4.1.2 wiedergegeben. Die Brenner werden mit einer Anzündflamme oder einer elektrischen Anzündeinrichtung gleichzeitig angezündet. **Das Prüfgerät wird in einer geschützten Umgebung platziert.** Es sind Maßnahmen zu treffen, um sicherzustellen, dass die Brennerflammen nicht von störenden Luftströmungen beeinträchtigt werden. Für das Absaugen jeglicher während der Prüfung entstehender Gase und des Rauches ist Vorsorge zu treffen.

25.4.1.3 Prüfverfahren

25.4.1.3.1 Die Hülse wird vom Boden bis zu einer Höhe von 60 mm gefüllt. Zu prüfende Feststoffe, die aus einer Schmelze erhalten werden, sind aufzuschmelzen und entsprechend dem Innendurchmesser der Hülse und mit einer Höhe von 60 mm zu gießen und dann in die Hülse einzubringen. Pulver werden in annähernd drei gleichen Teilmengen eingefüllt, dabei wird nach jeder Befüllung jeweils mit einer Kraft von 80 N angedrückt¹. Flüssigkeiten und Gele werden in die Hülse bis zu einer Höhe von 60 mm eingefüllt. Bei Gelen ist besondere Sorgfalt notwendig, um die Bildung von Hohlräumen zu vermeiden. Die insgesamt bis zur vorgeschriebenen Höhe eingefüllte Probenmenge wird bestimmt. Die gleiche Probenmenge sollte bei den nachfolgenden Versuchen eingesetzt werden. Der Gewindingring wird von unten über die Hülse gestreift, die entsprechende Düsenplatte eingesetzt und die Mutter von Hand fest angezogen, nachdem etwas Gleitmittel auf Molybdändisulfid-Basis (MoS₂-Basis) aufgetragen wurde. Es muss darauf geachtet werden, dass kein Stoff zwischen den Hülsenflansch und die Düsenplatte oder in die Gewindgänge gelangt.

25.4.1.3.2 Für Düsenplatten mit einer Öffnung von 1,0 mm bis 8,0 mm Durchmesser sind Muttern mit einer Öffnung von 10,0 mm Durchmesser zu verwenden. Wenn der Durchmesser der Öffnung der Düsenplatte größer als 8,0 mm ist, muss der Durchmesser der Öffnung der Mutter 20 mm betragen. Jede Stahlhülse wird für nur einen Versuch verwendet. Die Düsenplatten, die Gewindinge und Muttern können wiederverwendet werden, vorausgesetzt, sie sind unbeschädigt.

25.4.1.3.3 Die Hülse wird in einen fest montierten Schraubstock eingesetzt und die Mutter mit einem Schraubenschlüssel festgezogen. Die Stahlhülse wird danach zwischen den zwei Stäben im Schutzkasten aufgehängt. Der Prüfbereich wird von allen Personen verlassen, die Gaszufuhr geöffnet und die Brenner werden angezündet. Die Zeit bis zum Reaktionseintritt und die Dauer der Reaktion können zusätzliche Informationen, die nützlich für die Ergebnisauswertung sind, liefern. Wenn kein Aufreißen der Hülse beobachtet wird, ist die Erwärmung für wenigstens fünf Minuten fortzusetzen, bevor der Versuch beendet wird. Nach jedem Versuch sind die Teile der Stahlhülse, soweit vorhanden, einzusammeln und zu wiegen.

¹ **Aus Sicherheitsgründen, z. B., wenn der Stoff reibempfindlich ist, braucht er nicht angedrückt zu werden.** In Fällen, in denen die physikalische Form der Probe sich durch Komprimieren verändern kann oder das Komprimieren der Probe nicht den Einsatzbedingungen entspricht, z. B. bei faserigen Materialien, können geeignete Einfüllverfahren angewendet werden.

25.4.1.3.4 Folgende Zerlegungsarten (Art der Fragmentierung) werden unterschieden:

- „0*2*1“: Stahlhülse unverändert;
- „A“: Stahlhülsenboden aufgebeult;
- „B“: Stahlhülsenboden und -wandung aufgebeult;
- „C“: Stahlhülsenboden ab-/aufgerissen;
- „D“: Wand der Stahlhülse aufgerissen;
- „E“: Stahlhülse in zwei²Teile zerlegt;
- „F“: Stahlhülse in drei² oder mehr hauptsächlich große Teile zerlegt, die in einigen Fällen durch einen schmalen Streifen miteinander verbunden sein können;
- „G“: Stahlhülse in viele, hauptsächlich kleine Teile zerlegt, Verschraubung unbeschädigt; und
- „H“: Stahlhülse in viele, sehr kleine Teile zerlegt, Verschraubung aufgeweitet oder zerlegt.

Beispiele für die Zerlegungsarten „D“, „E“ und „F“ werden in Abbildung 25.4.1.3 gezeigt. Wenn ein Versuch einer der Zerlegungsarten „0“ bis „E“ entspricht, wird das Ergebnis als „keine Explosion“ bezeichnet. Wenn ein Versuch der Zerlegungsart „F“, „G“ oder „H“ entspricht, wird das Ergebnis als „Explosion“ bezeichnet.

25.4.1.3.5 Die Versuchsreihe wird mit einem Einzelversuch unter Verwendung einer Düsenplatte mit einem bestimmten Durchmesser gestartet. Wenn bei diesem Versuch das Ergebnis „Explosion“ beobachtet wird, wird die Reihe mit Einzelversuchen mit steigenden Durchmessern so lange fortgesetzt bis in drei Versuchen mit gleichem Durchmesser nur negative Ergebnisse erhalten werden. Wenn bei dem ersten Versuch „keine Explosion“ erfolgt, wird die Versuchsreihe mit Einzelversuchen unter Verwendung von Düsenplatten mit abnehmenden Durchmessern und schließlich mit 1,0 mm Durchmesser fortgesetzt, bis man bei einem dieser Durchmesser das Ergebnis „Explosion“ erhält. Nun werden Versuche mit größer werdenden Durchmessern durchgeführt, bis in drei Prüfungen bei gleichem Durchmesser nur negative Ergebnisse erzielt werden. Der Grenzdurchmesser für einen Stoff ist der größte Durchmesser der Düsenöffnung, bei dem das Ergebnis „Explosion“ erzielt wird. Wenn keine „Explosion“ bei einem Durchmesser von 1,0 mm beobachtet wird, wird der Grenzdurchmesser als kleiner als 1,0 mm notiert.

25.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

25.4.1.4.1 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

- „Heftig“: Der Grenzdurchmesser ist größer als oder gleich 2,0 mm.
- „Mittel“: Der Grenzdurchmesser ist gleich 1,5 mm.
- „Niedrig“: Der Grenzdurchmesser ist gleich oder kleiner als 1,0 mm und die Zerlegungsart unterscheidet sich in einer der Prüfungen vom Typ „0“.
- „Nein“: Der Grenzdurchmesser ist kleiner als 1,0 mm und die Zerlegungsart entspricht in allen Prüfungen dem Typ „0“.

*¹ „0“ (im englischen Text) ist hier durch „0“ entsprechend der ursprünglichen deutschen Beschreibung der Prüfmethode ersetzt.

² Der obere Teil der Stahlhülse, der in der Verschraubung verbleibt, zählt als ein Teil.

25.4.1.5 Ergebnisbeispiele

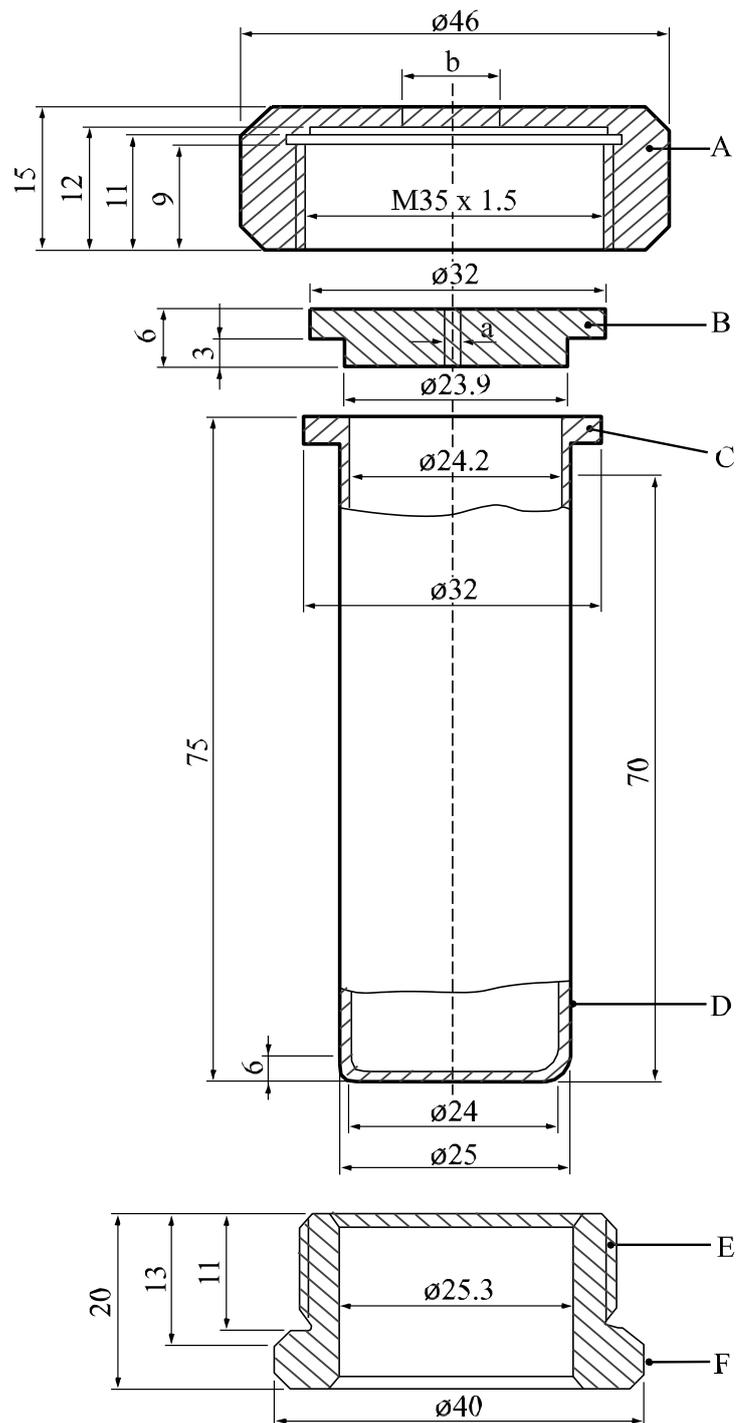
| Stoff | Proben- masse (g) | Grenz- durchmesser (mm) | Art der Fragmentierung ^a | Ergebnis |
|---|----------------------------------|--|--|-----------------|
| Azodicarbonamid | 20,0 | 1,5 | „F“ | Mittel |
| Azodicarbonamid, 67 % mit Zinkoxid | 24,0 | 1,5 | „F“ | Mittel |
| 2,2'-Azodi(2,4-dimethyl- valeronitril) | 17,5 | < 1,0 | „0“ | Nein |
| 2,2'-Azodi(isobutyronitril) | 15,0 | 3,0 | „F“ | Heftig |
| Benzen-1,3- disulfohydrazid | | 12,0 | „F“ | Heftig |
| Benzen-1,3- disulfohydrazid, 70 % mit Mineralöl | | 2,0 | „F“ | Heftig |
| Benzensulfohydrazid | 18,5 | 1,0 | „F“ | Niedrig |
| tert-Butylperoxybenzoat | 26,0 | 3,5 | „F“ | Heftig |
| tert-Butylperoxy-2- ethylhexanoat | 24,2 | 2,0 | „F“ | Heftig |
| Cumylhydroperoxid, 84,1 % in Cumol | 27,5 | 1,0 | „F“ | Niedrig |
| 2-Diazo-1-naphthol-5- sulfochlorid | 19,0 | 2,5 | „F“ | Heftig |
| Dibenzoylperoxid | 17,5 | 10,0 | „F“ | Heftig |
| Dibenzoylperoxid, 75 % mit Wasser | 20,0 | 2,5 | „F“ | Heftig |
| Di-tert-butylperoxid | 21,5 | < 1,0 | „0“ | Nein |
| Dicetylperoxydicarbonat | 16,0 | < 1,0 | „0“ | Nein |
| 2,4- Dichlorobenzoylperoxid | 21,0 | 6,0 ^b | „F“ | Heftig |
| Dicumylperoxid | 18,0 | < 1,0 | „0“ | Nein |
| Diisopropylperoxy- dicarbonat | 21,0 | 8,0 | „F“ | Heftig |
| Dilauroylperoxid | 14,0 | < 1,0 | „0“ | Nein |
| 2,5-Dimethyl-2,5-di- (tert-butylperoxy)-hexan | 23,0 | 1,5 | „F“ | Mittel |
| Dimyristylperoxy- dicarbonat | 16,0 | < 1,0 | „0“ | Nein |

| Stoff | Proben- masse (g) | Grenz- durchmesser (mm) | Art der Fragmentierung ^a | Ergebnis |
|---|----------------------------------|--|--|-----------------|
| N,N'-Dinitroso-N,N'- dimethyl- terephthalamid, 70 %, mit Mineralöl | 18,0 | 4,0 | „F“ | Heftig |
| Diperoxyisophthalsäure | 18,0 | 24,0 | „H“ | Heftig |
| Bernsteinsäureperoxid | 18,0 | 6,0 | „F“ | Heftig |
| 4-Nitrosophenol | 17,0 | < 1,0 | „A“ | Niedrig |

^a Beim Grenzdurchmesser.

^b Mit einer Probenmasse von 13 g ist der Grenzdurchmesser < 1,0 mm.

Abbildung 25.4.1.1: AUFBAU DER PRÜFHÜLSE



-
- (A) Mutter ($b = 10,0$ mm oder $20,0$ mm) mit Flächen für Schraubenschlüssel Größe 41
 - (B) Düsenplatte ($a = 1,0$ mm bis $20,0$ mm Durchmesser)
 - (C) Hülsenflansch
 - (D) Stahlhülse
 - (E) Gewinding
 - (F) Flächen für Schraubenschlüssel Größe 36
-

Abbildung 25.4.1.2: ERWÄRMUNGS- UND SCHUTZVORRICHTUNG

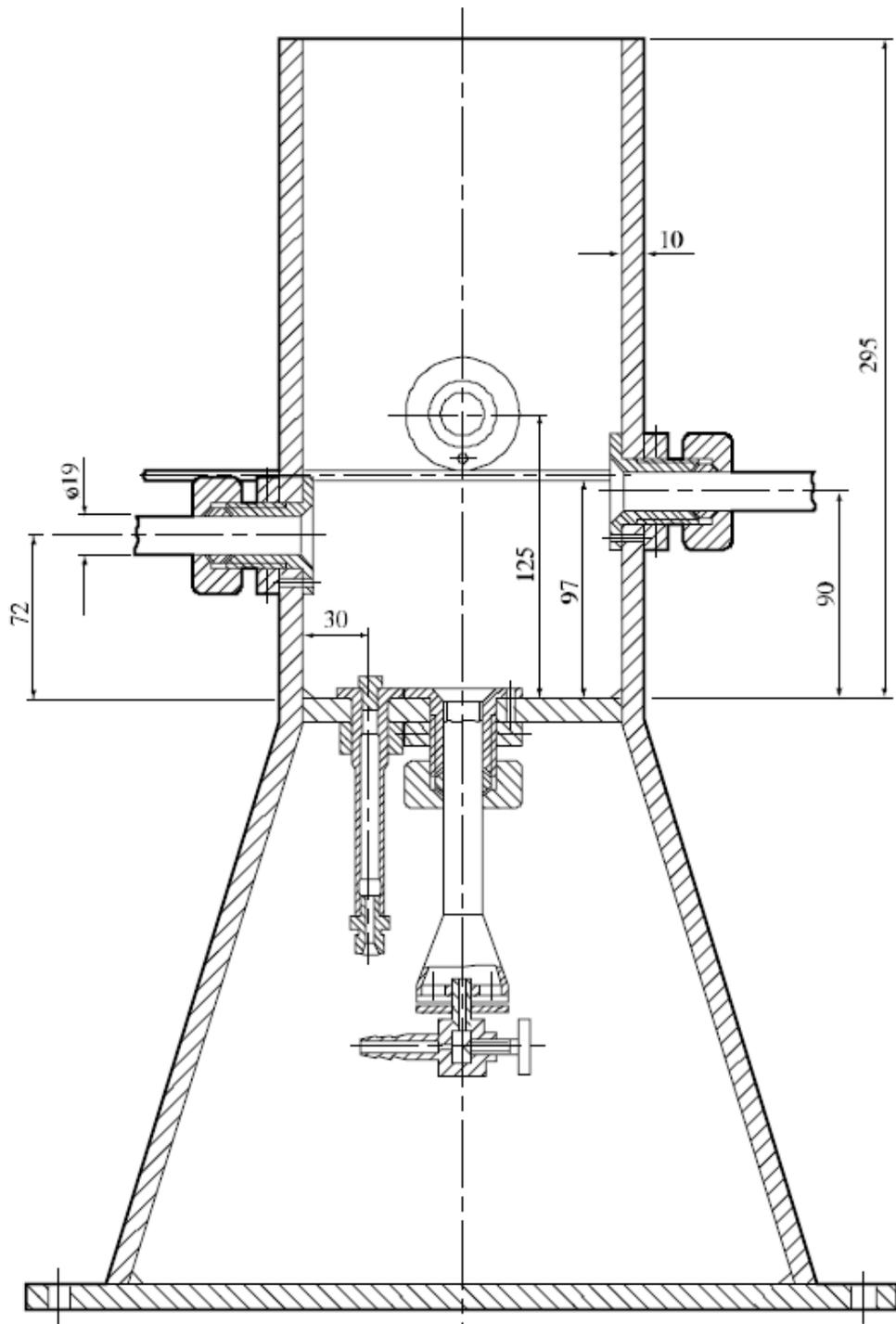
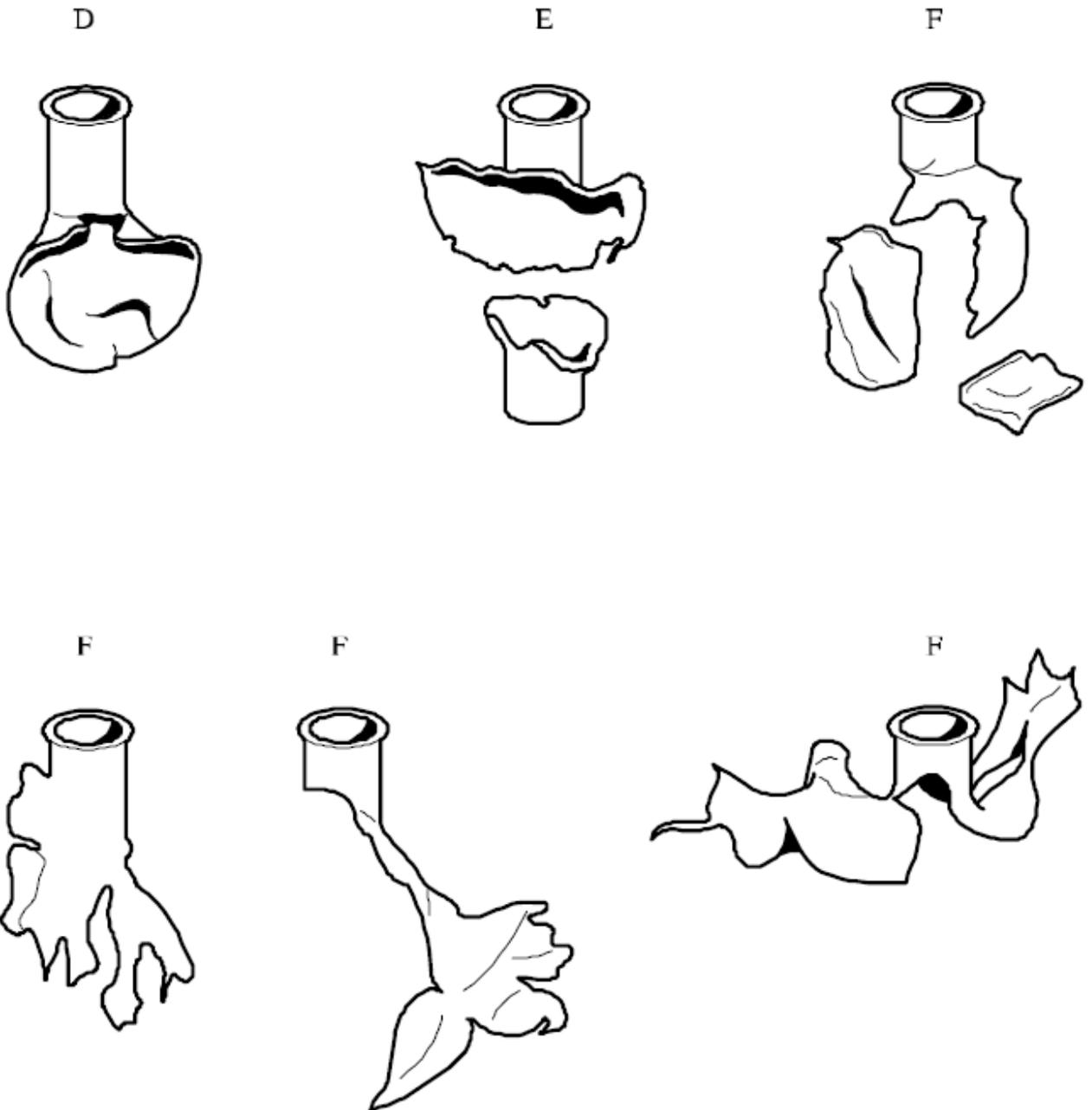


Abbildung 25.4.1.3: BEISPIELE DER ZERLEGUNGSARTEN D, E und F



25.4.2 **Prüfung E.2: Holländische Druckgefäßprüfung**

25.4.2.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit von Stoffen gegenüber intensiver Wärmeeinwirkung unter definiertem Einschluss zu bestimmen. Sie kann in Verbindung mit einem weiteren Prüfverfahren der Prüfserie E (Erwärmung unter Einschluss) zur Beantwortung der Frage in den Kästchen 7, 8, 9 und 13 der Abbildung 20.1 eingesetzt werden.

25.4.2.2 *Prüfgeräte und Materialien*

25.4.2.2.1 Beschreibung des Druckgefäßes

Die Abbildung 25.4.2.1 zeigt das verwendete Gerät. Das Druckgefäß besteht aus rostfreiem Stahl des Typs AISI 316. Es werden acht Düsenplatten verwendet, die Durchmesser der Öffnungen betragen: 1,0 - 2,0 - 3,5 - 6,0 - 9,0 - 12,0 - 16,0 und 24,0 mm. Zusätzlich können andere Durchmesser für die Gefahrenbewertung verwendet werden. Diese Düsenplatten haben eine Dicke von $2,0 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$. Die Berstscheiben sind aus Aluminium und haben einen Durchmesser von 38 mm (siehe Abbildung 25.4.2.2). Sie besitzen einen Nennberstdruck von $620 \text{ kPa} \pm 60 \text{ kPa}$ bei 22 °C .

25.4.2.2.2 Heizvorrichtung

Das Druckgefäß wird mit technisch reinem Butan aus einer Gasflasche, die mit einem Druckregler ausgestattet ist, erwärmt. Ein Teclu-Brenner wird verwendet. Es können auch andere Gase mit einem geeigneten Brenner verwendet werden, vorausgesetzt, dass eine Heizrate von $3,5 \text{ K/s} \pm 0,3 \text{ K/s}$ erzielt wird. Die Heizrate ist durch Erwärmung von 10 g Silikonöl (Dichte $0,96 \text{ g/cm}^3 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ bei 20 °C und Wärmekapazität $1,46 \text{ J/g}\cdot\text{K} \pm 0,02 \text{ J/g}\cdot\text{K}$ bei 25 °C) oder einem vergleichbaren Stoff im Druckgefäß zu überprüfen, dabei ist die Temperatur zu messen. Die Zeit, die benötigt wird, um das Öl von 50 °C auf 200 °C zu erwärmen, wird gemessen und daraus die Heizrate berechnet.

25.4.2.3 *Prüfverfahren*

25.4.2.3.1 Für eine normale Prüfung sind 10 g des Stoffes in das Gefäß einzufüllen. Der Boden des Gefäßes ist gleichmäßig mit dem Stoff zu bedecken. Dann werden die Berstscheibe, die ausgewählte Düsenplatte und der Haltering platziert. Die Flügelmuttern werden von Hand und die Überwurfmutter mit einem Schlüssel festgezogen. Die Berstscheibe ist mit ausreichend Wasser zu bedecken, um sie bei niedriger Temperatur zu halten. Das Druckgefäß wird auf einen Dreifuß gestellt (mit einem Innenringdurchmesser von 67 mm), der sich innerhalb eines Schutzzylinders befinden kann. Der Ring in der Mitte des Gefäßes ruht auf dem Dreifuß.

25.4.2.3.2 Der Brenner wird angezündet, der Gasfluss wird auf die geforderte Geschwindigkeit eingeregelt und der Luftstrom so eingestellt, dass die Farbe der Flamme blau und der innere Kegel der Flamme hellblau ist. Der Dreifuß sollte so hoch sein, dass der innere Kegel gerade den Grund des Gefäßes berührt. Der Brenner wird dann durch eine Öffnung im Schutzgehäuse unter dem Gefäß platziert. **Der Prüfbereich sollte sehr gut belüftet und jeder Zutritt während der Prüfung untersagt sein.** Während des Versuches erfolgt die Beobachtung des Druckgefäßes außerhalb des Prüfbereiches, entweder durch einen Spiegel oder durch eine mit Panzerglas ausgestattete Wandöffnung. Die Zeit bis zum Reaktionseintritt und die Dauer der Reaktion können zusätzliche, für die

Auswertung der Ergebnisse nützliche Informationen liefern. Schließlich wird der Behälter in Wasser gekühlt und gesäubert.

25.4.2.3.3 Die Versuchsreihe wird mit einem Einzelversuch unter Verwendung einer Düsenplatte mit einem bestimmten Durchmesser begonnen. Wenn kein Aufreißen der Scheibe mit dieser Öffnung auftritt, werden so lange Einzelversuche mit abnehmenden Durchmessern durchgeführt, bis ein Aufreißen der Scheibe auftritt. In Fällen, in denen bei einer Düsenplatte mit einer Öffnung von 1,0 mm kein Aufreißen der Scheibe beobachtet wird, erfolgt die nächste Prüfung mit einer Öffnung von 1,0 mm und einer Probenmenge von 50,0 g anstelle von 10,0 g des Stoffes. Wenn weiterhin kein Aufreißen der Scheibe beobachtet wird, wird der Versuch so lange wiederholt, bis drei aufeinanderfolgende Versuche ohne Aufreißen erzielt werden. Im Falle eines Aufreißen der Scheibe, werden die Versuche auf dem nächsthöheren Niveau (10 g anstelle von 50 g oder nächsthöherer Durchmesser der Öffnung) durchgeführt, bis das Niveau gefunden wird, bei dem kein Aufreißen in drei aufeinander folgenden Versuchen auftritt.

25.4.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

25.4.2.4.1 Der relative Empfindlichkeitsgrad eines Stoffes bei Erwärmung in einem Druckgefäß wird durch den Grenzdurchmesser der Düsenplatte ausgedrückt. Dies ist die Öffnung mit dem größten Durchmesser in Millimetern ausgedrückt, bei dem, in drei Prüfungen, die Berstscheibe wenigstens einmal gerissen ist, während sie in drei folgenden Prüfungen mit dem nächstgrößeren Durchmesser nicht aufreißt.

25.4.2.4.2 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

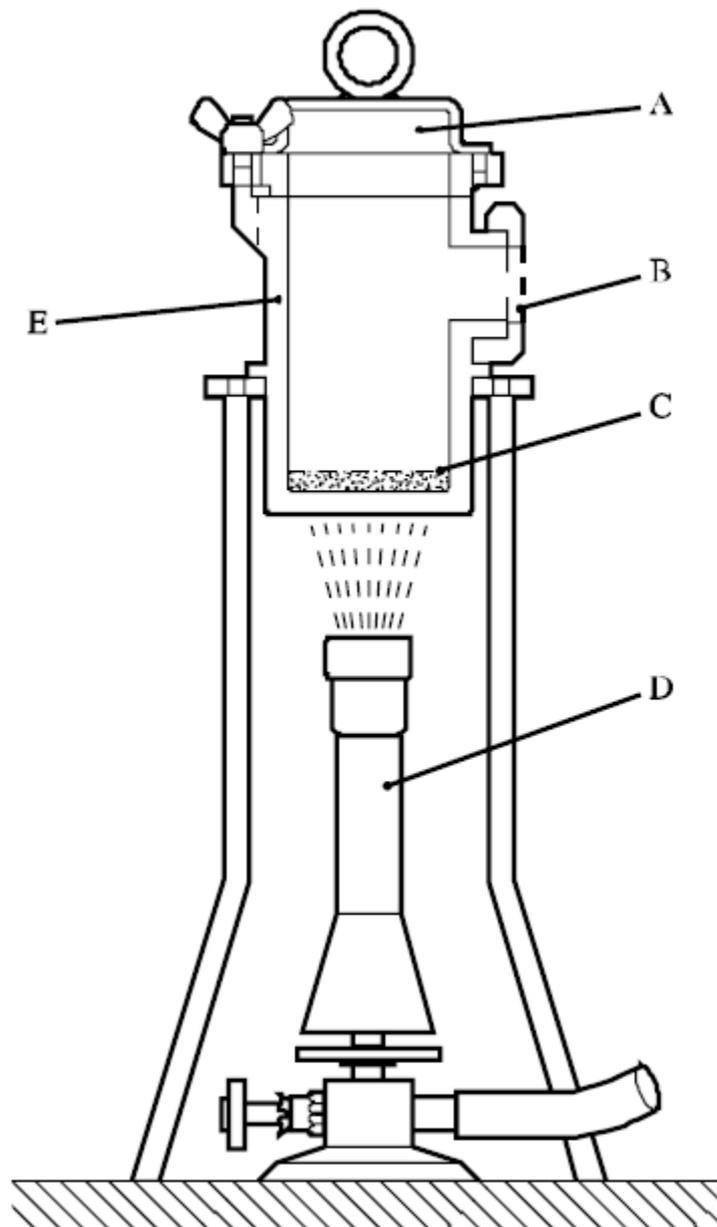
- „Heftig“: Aufreißen der Scheibe bei einer Öffnung von 9,0 mm oder größer und einer Probemasse von 10,0 g.
- „Mittel“: Kein Aufreißen der Scheibe bei einer Öffnung von 9,0 mm, aber Aufreißen der Scheibe bei einer Öffnung von 3,5 mm oder größer, aber kleiner als 9,0 mm und einer Probemasse von 10,0 g.
- „Niedrig“: Kein Aufreißen der Scheibe mit einer Öffnung von 3,5 mm und einer Probemasse von 10,0 g, aber Aufreißen der Scheibe bei einer Öffnung von 1,0 mm oder größer, aber kleiner als 3,5 mm und einer Probemasse von 10,0 g oder Aufreißen der Scheibe bei einer Öffnung von 1,0 mm und einer Probemasse von 50,0 g.
- „Nein“: Kein Aufreißen der Scheibe bei einer Öffnung von 1,0 mm und einer Probemasse von 50,0 g.

25.4.2.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoffe | Grenzdurchmesser (mm) | Ergebnis |
|--|----------------------------------|-----------------|
| Azodicarbonamid | 1,5 | Niedrig |
| 2,2'-Azodi-(2,4-dimethylvaleronitril) | 6,0 | Mittel |
| 2,2'-Azodi(isobutyronitril) | 5,5 | Mittel |
| 2,2'-Azodi(2-methylbutyronitril) | 6,0 | Mittel |
| tert-Butylperoxybenzoat | 9,0 | Heftig |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 6,0 | Mittel |
| Cumylhydroperoxid, 80 % in Cumol | 1,0 | Niedrig |
| Dibenzoylperoxid, 75 % in Wasser | 6,0 | Mittel |
| Di-tert-butylperoxid | 3,5 | Mittel |
| Dicetylperoxydicarbonat | 1,0 | Niedrig |
| Dicumylperoxid | 3,5 | Mittel |
| 2,5-Diethoxy-4-morpholinobenzen-diazonium-zinkchlorid, 90 % | < 1,0 ^a | Nein |
| 2,5-Diethoxy-4-morpholinobenzen-diazonium-tetrafluoroborat, 97 % | < 1,0 | Nein |
| 2,5-Diethoxy-4-(phenylsulfonyl)-benzen-zinkchlorid, 67 % | < 1,0 ^a | Nein |
| Dilauroylperoxid | 2,0 | Niedrig |
| Dilauroylperoxid, 42 %, stabile Lösung in Wasser | < 1,0 ^a | Nein |
| 3-Methyl-4-(pyrrolidin-1-yl)benzendiazonium-tetrafluoroborat, 95 % | < 1,0 ^a | Nein |
| 4-Nitrosophenol | 1,0 ^a | Niedrig |

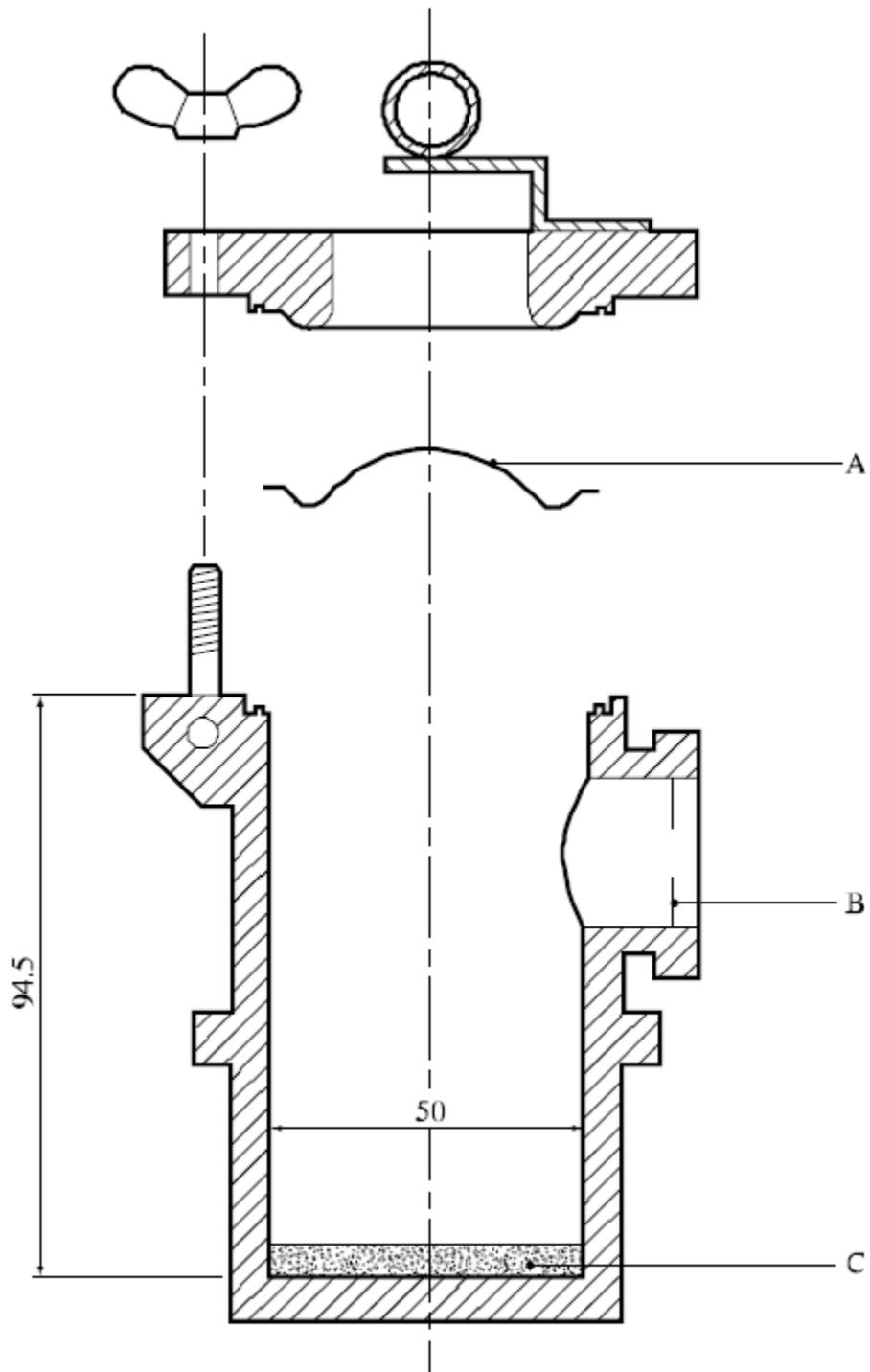
^a Prüfung durchgeführt mit einer 50-g-Probe.

Abbildung 25.4.2.1: HOLLÄNDISCHE DRUCKGEFÄSSPRÜFUNG



-
- (A) Berstscheibe
 - (B) Düsenplatte
 - (C) Prüfprobe (10 g oder 50 g)
 - (D) Teclu-Brenner
 - (E) Druckgefäß mit einem Innendurchmesser von 50 mm und einer Innenhöhe von 94,5 mm
-

Abbildung 25.4.2.2: EINBAU DER BERSTSCHEIBE



-
- (A) Berstscheibe
 - (B) Düsenplatte
 - (C) Prüfprobe
-

25.4.3 Prüfung E.3: Vereinigte Staaten Druckgefäßprüfung

25.4.3.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die Empfindlichkeit von Stoffen gegenüber intensiver Wärmeeinwirkung unter definiertem Einschluss zu bestimmen. Sie kann in Verbindung mit einem weiteren Prüfverfahren der Prüfserie E (Erwärmung unter Einschluss) zur Beantwortung der Frage in den Kästchen 7, 8, 9 und 13 der Abbildung 20.1 eingesetzt werden.

25.4.3.2 Prüfgeräte und Materialien

Die folgenden Prüfgeräte und Materialien werden verwendet:

- (a) Prüfgefäß: zylindrisches Druckgefäß aus rostfreiem Stahl 316 (siehe Abbildung 25.4.3.1);
- (b) Druckgefäßhalter (siehe Abbildung 25.4.3.2);
- (c) elektrische Heizung (z. B. 700 W);
- (d) Probehalter: Aluminiumkapsel 28 mm x 30 mm;
- (e) Berstscheiben: 38-mm-Aluminiumberstscheiben mit einem Nennberstdruck von $620 \text{ kPa} \pm 50 \text{ kPa}$ bei 22 °C ;
- (f) 2 mm dicke Düsenplatten mit den folgenden Öffnungsdurchmessern (mm): 1,0; 1,2; 2,0; 3,0; 3,5; 5,0; 6,0; 8,0; 9,0; 12,0; 16,0 und 24,0.

25.4.3.3 Prüfverfahren

25.4.3.3.1 Der allgemeine Aufbau des Prüfgerätes ist in Abbildung 25.4.3.1 wiedergegeben. Die Heizrate ist durch Erwärmung von 5,0 g Silikonöl (Dichte $0,96 \text{ g/cm}^3 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ bei 20 °C und Wärmekapazität $1,46 \text{ J/gK} \pm 0,02 \text{ J/gK}$ bei 25 °C) in einer Probenkapsel in dem Druckgefäß zu prüfen, dabei wird die Öltemperatur gemessen. Die Zeit, die benötigt wird, um das Silikonöl von 50 °C auf 200 °C zu erwärmen, wird gemessen und daraus die Heizrate berechnet. Die Heizrate sollte $0,5 \text{ K/s} \pm 0,1 \text{ K/s}$ betragen. Eine Düsenplatte mit einem Öffnungsdurchmesser, der größer ist als die erwartete Öffnung für ein Aufreißen, wird ausgewählt und in die Seitenöffnung eingesetzt.

25.4.3.3.2 Eine Probe von 5,0 g des zu prüfenden Stoffes wird sorgfältig in die Aluminiumkapsel eingewogen. Die Kapsel wird dann in das Druckgefäß überführt und mit Hilfe von Pinzetten in dessen Zentrum positioniert. Die Berstscheibe wird eingesetzt und durch Festziehen der Flanschschrauben gesichert. Wasser wird über die Berstscheibe gegossen, um die Scheibe relativ kühl zu halten. Die Heizung ist mindestens 30 Minuten vor Prüfbeginn mit der zutreffenden Einstellung einzuschalten. Das Druckgefäß wird in den Halter ein- und auf den vorgewärmten Block aufgesetzt. Der Plattenhalter schützt das Prüfgefäß vor dem Umfallen. Er schützt ebenfalls davor, dass Zersetzungsdämpfe die heiße Platte erreichen. Die Zeit bis zur Zersetzung wird aufgezeichnet.

25.4.3.3.3 Wenn die Scheibe nicht reißt, wird der Versuch unter Verwendung einer Düsenplatte mit kleinerem Öffnungsdurchmesser wiederholt, bis ein Aufreißen der Scheibe auftritt. Im Falle, dass ein Bersten der Scheibe auftritt, wird der Versuch mit einer Düsenplatte mit dem nächsthöherem Öffnungsdurchmesser wiederholt, bis der Durchmesser gefunden ist, bei dem kein Aufreißen in drei aufeinander folgenden Versuchen auftritt.

25.4.3.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

25.4.3.4.1 Der kleinste Öffnungsdurchmesser der Düsenplatte, der während der Zersetzung kein Bersten der Berstscheibe verursacht, wird als USA-PVT-Nummer benannt. Dieser Wert wird als Maß für die Wirkung eines Stoffes bei Erwärmung unter definiertem Einschluss verwendet. USA-PVT-Bewertungen für alle Stoffe beruhen auf den gleichen Prüfbedingungen und der gleichen Heizrate.

25.4.3.4.2 Die Wirkung des Erwärmens eines Stoffes unter Einschluss ist durch die folgenden Kriterien definiert:

„Heftig“: Stoffe mit den USA-PVT-Nummern 9.0 bis 24.0

„Mittel“: Stoffe mit den USA-PVT-Nummern 3.5 bis 8.0

„Niedrig“: Stoffe mit den USA-PVT-Nummern 1.2 bis 3.0

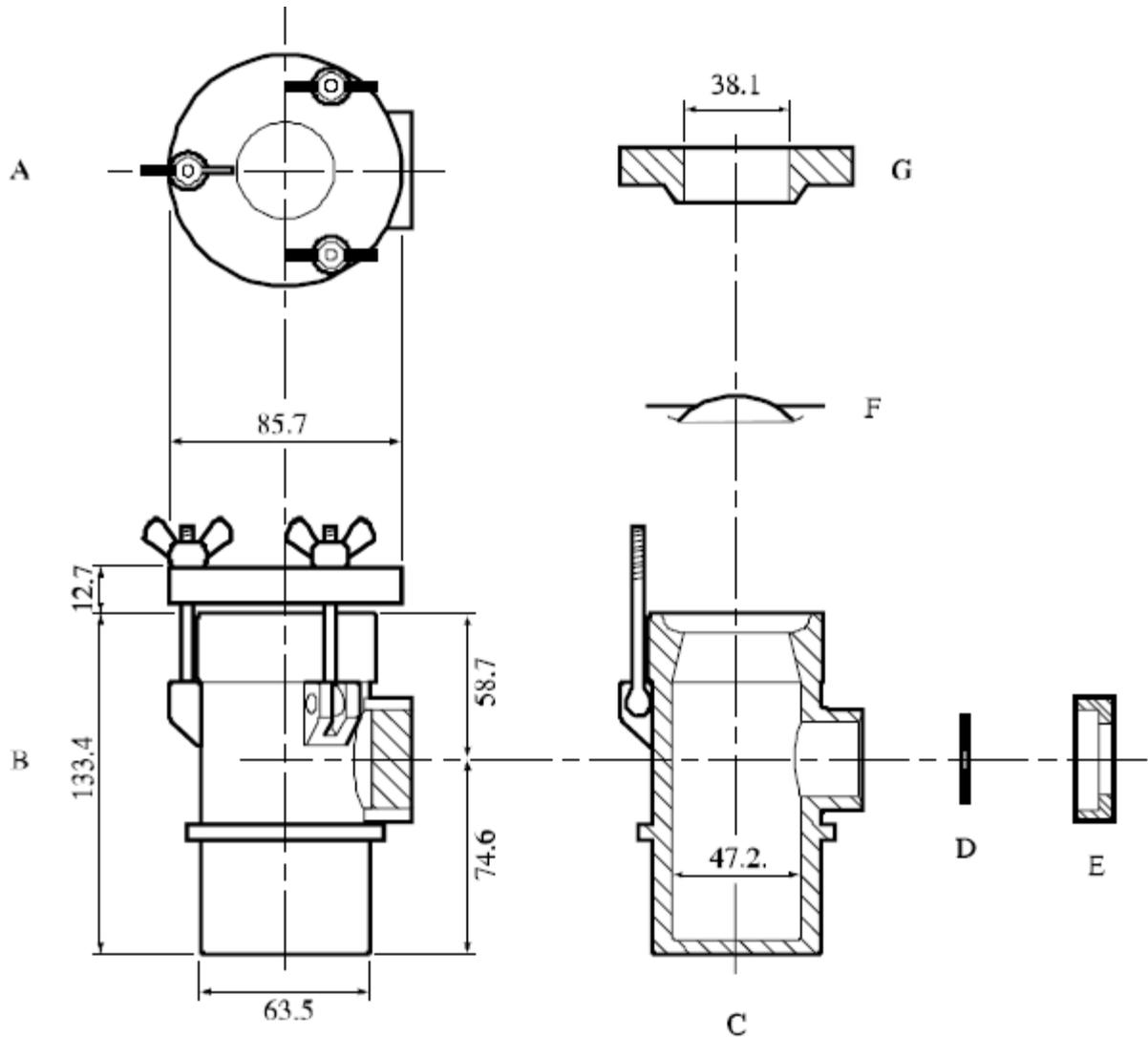
„Nein“: Stoffe mit der USA-PVT-Nummer 1.0

25.4.3.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | USA-PVT-Nr. | Ergebnis |
|---|--------------------|-----------------|
| tert-Butylhydroperoxid, 70 % mit Wasser | 1.0 | Nein |
| tert-Butylperoxyacetat, 75 % in Lösung | 8.0 | Mittel |
| tert-Butylperoxybenzoat | 8.0 | Mittel |
| tert-Butylperoxyisopropylcarbonat, 75 % in Lösung | 2.0 | Niedrig |
| tert-Butylperoxypivalat, 75 % in Lösung | 4.5 ^a | Mittel |
| Cumylhydroperoxyd, 85 % in Cumol | 1.0 | Nein |
| Dibenzoylperoxid | 18.0 ^a | Heftig |
| Di-tert-Butylperoxid | 1.0 | Nein |
| Dicumylperoxid | 2.0 | Niedrig |
| Dicumylperoxid, mit 60 % inertem festen Stoff | 1.0 | Nein |
| Dilauroylperoxid | 6.0 | Mittel |
| 2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)-hexin-3 | 9.0 | Heftig |

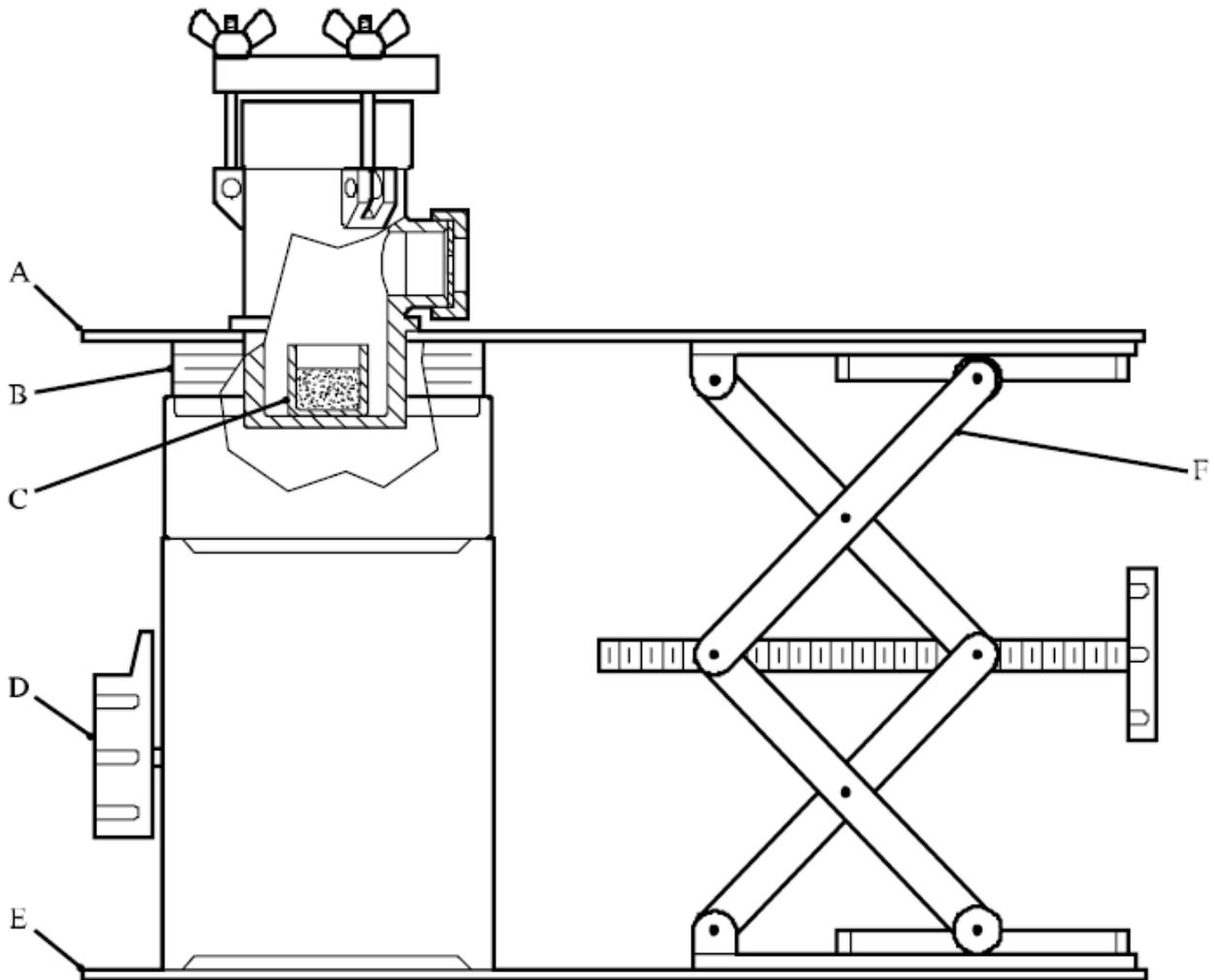
^a Zwischendurchmesser, werden nicht länger verwendet.

Abbildung 25.4.3.1: VEREINIGTE STAATEN DRUCKGEFÄSSPRÜFUNG



- (A) Draufsicht Deckel
- (B) Seitenansicht des Aufbaus
- (C) Körper des Druckgefäßes
- (D) Düsenplatte
- (E) Haltemutter der Düsenplatte
- (F) Berstscheibe
- (G) Deckel

Abbildung 25.4.3.2: PRÜFGERÄT UND UNTERGESTELL (Seitenansicht)



-
- (A) Schirm
 - (B) Wärmeisolierung
 - (C) Probekapsel
 - (D) Elektrische Heizung
 - (E) Grundfläche
 - (F) Laborhebevorrichtung
-

ABSCHNITT 26

PRÜFSERIE F

26.1 Einleitung

26.1.1 Die Prüfsreihe F umfasst Laborprüfungen und Kriterien, welche die explosive Kraft von Stoffen betreffen, wie in Kästchen 12 der Abbildung 20.1 gefordert. Sie ist auf diejenigen Stoffe anzuwenden, die für eine Verpackung in Großpackmitteln (IBC) oder Tankcontainern vorgesehen sind. Ebenso ist sie für selbstzersetzliche Stoffe oder organische Peroxide, die zur Freistellung von den Vorschriften (siehe Kästchen 11 der Abbildung 20.1) vorgesehen sind, anzuwenden. Stoffe, für die diese Möglichkeiten nicht bestehen, können ohne weitere Prüfung dem Typ E zugeordnet werden.

26.1.2 Alle Prüfungen können auch für Stoffe angewendet werden, die im Screening auf ihre Fähigkeit zur Weiterleitung einer Detonation geprüft werden (siehe 21.2.2).

26.2 Prüfverfahren

Die Frage „Welche explosive Kraft weist der Stoff auf?“ (Kästchen 12 der Abbildung 20.1) wird auf Grundlage des Ergebnisses von einem der Prüfverfahren in Tabelle 26.1 beantwortet.

Tabelle 26.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE F

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------|--|-----------|
| F.1 | Ballistische Mörser Mk.IIIId-Prüfung | 26.4.1 |
| F.2 | Ballistische Mörserprüfung | 26.4.2 |
| F.3 | BAM Trauzl-Prüfung | 26.4.3 |
| F.4 | Modifizierte Trauzl-Prüfung ^a | 26.4.4 |

^a Empfohlene Prüfung.

26.3 Prüfbedingungen

26.3.1 **Das Vorverfahren (siehe Abschnitt 20.3) ist vor der Durchführung dieser Prüfungen auszuführen.**

26.3.2 Die Ergebnisse, die bei den Prüfungen F.1 bis F.4 erzielt werden, hängen von der Empfindlichkeit des Stoffes gegenüber einem Detonationsstoß und der Stärke des verwendeten Detonators ab. Wenn die Ergebnisse viel niedriger als die mit ähnlichen Stoffen erzielten sind, kann ein stärkeres Zündsystem mit einer geeigneten Anpassung (z. B. durch Zünden mit inerten Proben) an die Prüfkriterien verwendet werden.

26.3.3 Die Prüfungen sind bei Umgebungstemperatur durchzuführen. Liegt jedoch die Kontrolltemperatur unterhalb der Umgebungstemperatur, sind angemessene Sicherheitsvorkehrungen zu treffen. Wird der Stoff unter Temperaturkontrolle als fester Stoff befördert, ist er aber bei der Umgebungstemperatur flüssig, ist die Prüfung knapp unterhalb des Schmelzpunktes durchzuführen.

26.4 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie F

26.4.1 Prüfung F.1: Ballistische Mörser Mk.IIIId-Prüfung

26.4.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die explosive Kraft eines Stoffes zu messen. Ein Detonator wird im Stoff, der in einer Bohrung des Mörsers eingeschlossen ist, gezündet. Der Rückstoß (Schwingung) des Mörsers wird gemessen. Die Kraft wird als prozentualer Wert im Vergleich mit dem Wert für Pikrinsäure, als Explosivstoff-Standard, unter Berücksichtigung der Wirkung des Detonators, berechnet. Die Prüfung kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 12 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

26.4.1.2 Prüfgeräte und Materialien

26.4.1.2.1 Der Mörser besteht aus einem Stahlzylinder mit einer Länge von 457 mm und einem Außendurchmesser von 203 mm. Er ist an einem Ende geschlossen und weist eine 229 mm lange Bohrung mit einem Innendurchmesser von 25 mm und einer konischen Öffnung auf. Der Mörser ist an vier Drähten aus Edelstahl aufgehängt, die an beiden Enden durch Spannschrauben und Drehzapfen befestigt sind, um diesem ein freies Schwingen zu erlauben. Das Gesamtgewicht beträgt ungefähr 113,2 kg und die Länge der Aufhängung beträgt 2.080 mm. Ein Schreibstift, der am äußersten Ende eines mit dem Mörser verbundenen frei hängenden Gelenkarms befestigt ist, zeichnet auf einem horizontalen Tisch eine Linie entsprechend der horizontalen Schwingung des Mörsers auf. Der Körper des Mörsers ist aus zwei Teilen gefertigt. Die äußere Hülle ist aus weichem, unlegiertem Stahl und der innere Zylinder aus Vibrac V30 Stahl, wärmebehandelt bis zu einer Zugfestigkeit von 772 MPa. Dieser Zylinder wird durch eine ringförmige Halteplatte festgehalten (Abbildung 26.4.1.1).

26.4.1.2.2 Der für die Verdämmung verwendete Sand ist sauberer, trockener Quarzsand, der durch ein BS 600 Mikronsieb passt und auf einem BS 260 Mikronsieb zurückgehalten wird. Die Pikrinsäure wird in Form reiner, trockener Kristalle in der gleichen Weise gesiebt. Borsäure (analysenrein) wird durch ein BS 500 Mikronsieb gesiebt. Die Ladungsbeutel sind zylindrisch, haben einen Durchmesser von 25 mm und sind aus dünnem Papier hergestellt. Der innere Ladungsbeutel ist 90 mm und der äußere Ladungsbeutel 200 mm lang.

26.4.1.2.3 Der Detonator ist eine Aluminiumhülse mit flachem Boden und enthält 0,6 g PETN.

26.4.1.3 Prüfverfahren

26.4.1.3.1 Normalerweise wird mit dem Stoff eine Schlag-, Reibungs- und elektrische Funken-Prüfung durchgeführt, bevor er im Mörser geprüft wird. 10,0 g \pm 0,01 g des Stoffes werden in den inneren Ladungsbeutel gedrückt. Mit einem Phosphor-Bronze-Stab wird ein 6-mm-Hohlraum im Stoff geschaffen, in den dann der Detonator gesetzt wird. Der Hals des Ladungsbeutels wird um den Detonator gewunden. Die Ladung wird dann in den äußeren Beutel eingesetzt und mit einem besonderen Werkzeug auf den Boden gedrückt. 57 g des gesiebten Sandes werden in den äußeren Beutel geschüttet und durch Klopfen sanft zusammengedrückt. Der Hals des äußeren Beutels wird um die Detonatordrähte gewunden und die gesamte Ladung in die Bohrung des Mörsers eingesetzt und mit einem speziellen Werkzeug angedrückt. Der Detonator wird gezündet und der gesamte horizontale Ausschlag gemessen. Die Prüfung wird dreimal durchgeführt und die Durchschnittsschwingung (S_m) für den Stoff errechnet.

26.4.1.3.2 Für flüssige Stoffe wird ein zylindrisches Glasgefäß¹ mit einem Volumen von ungefähr 16 ml anstelle des Ladungsbeutels aus Papier verwendet. Das offene Ende des Gefäßes ist auf ein enges Rohr mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Länge von 8 mm zu reduzieren. Der Normdetonator, umhüllt von einem Schlauchstück aus Polyethylen in geeigneter Länge, stellt einen genau passenden Verschluss im Hals des Gefäßes dar. Das Gefäß wird dann, wie für feste Stoffe, in den äußeren Ladungsbeutel eingesetzt.

26.4.1.3.3 Die Standardwerte der Pikrinsäure und des Detonators, die für Ladungsbeutel aus Papier festgelegt worden sind, können für die Vergleichskraftberechnung für in Glasgefäßen gezündete flüssige Stoffe verwendet werden.

26.4.1.3.4 Wenn ein neuer Innenzylinder in das Außengehäuse des Mörsers eingesetzt wird, wird der mittlere Ausschlag (Mittelwert von 10 Versuchen), den Borsäure (B_m) und Pikrinsäure (P_m) liefern, bestimmt.

26.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

26.4.1.4.1 Die explosive Kraft (P) wird mit der Formel $P = 100 \times \left(\frac{S_m^2 - B_m^2}{P_m^2 - B_m^2} \right)$

als prozentualer Wert (gerundet auf die nächste ganze Zahl) des Wertes, den die Pikrinsäure liefert, berechnet.

26.4.1.4.2 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

„Nicht niedrig“: Werte für die explosive Kraft von 7 % oder größer als die von Pikrinsäure gelieferten.

„Niedrig“: Werte für die explosive Kraft von weniger als 7 % als die von Pikrinsäure gelieferten, aber mehr als 1 % als die von Pikrinsäure gelieferten.

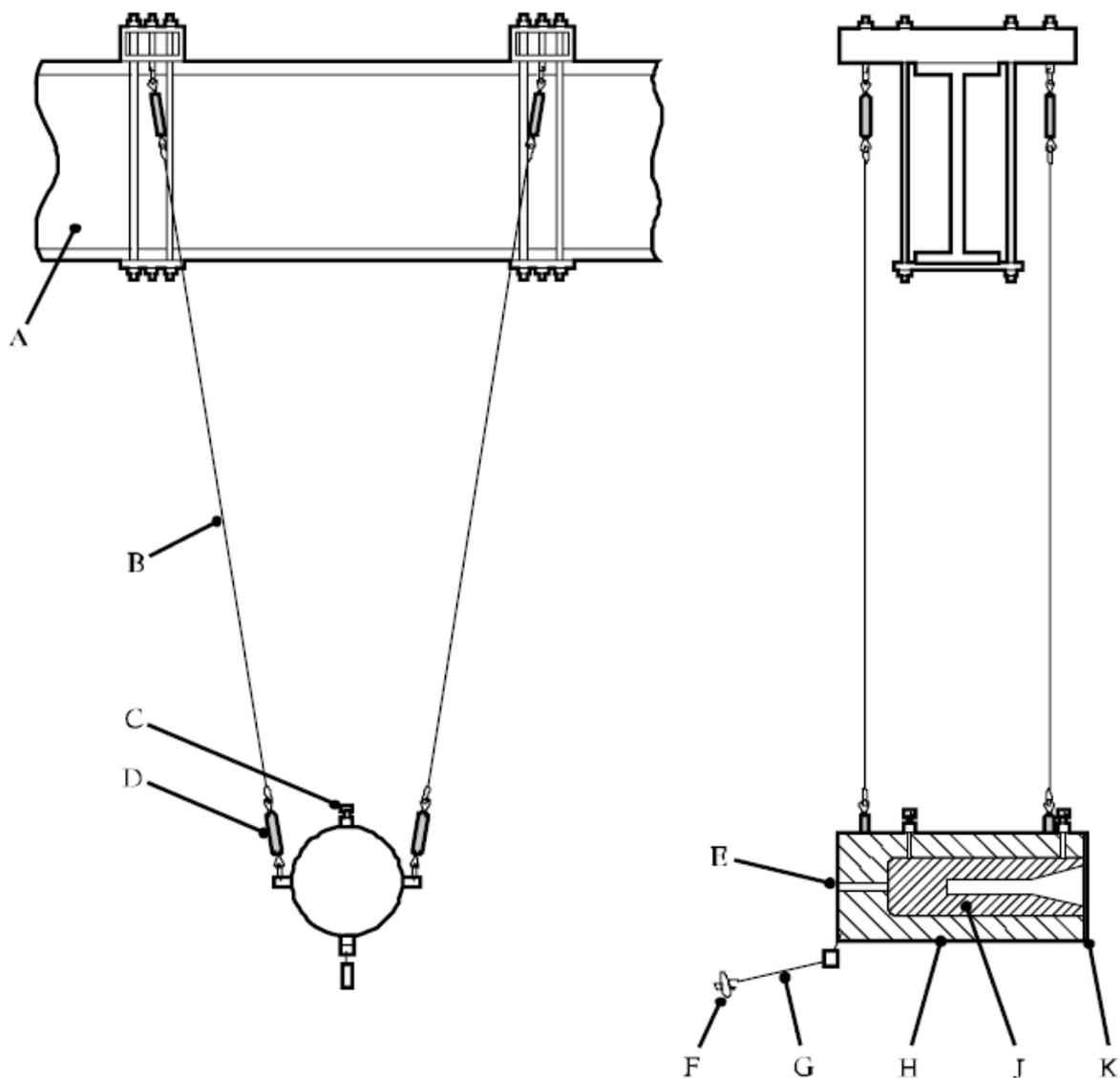
„Nein“: Werte für die explosive Kraft von 1 % oder weniger als die von Pikrinsäure gelieferten.

¹ Die Nutzung von Glasgefäßen für kraftvolle explosive Stoffe kann zur Zerstörung des inneren Zylinders des Mörsers führen. Testschüsse mit Pikrinsäure in Glasgefäßen verursachten starke Abnutzungen, ergaben aber dieselben Ergebnisse wie mit abgefeuerter Pikrinsäure in Ladungsbeuteln aus Papier.

26.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Mittelwert % von Pikrinsäure | Ergebnis |
|---|---|-----------------|
| tert-Butylhydroperoxid, 70 % mit Wasser | 2 | Niedrig |
| tert-Butylperoxybenzoat | 13 | Nicht niedrig |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 8 | Nicht niedrig |
| Cumylhydroperoxid, 80 % in Cumol | 4 | Niedrig |
| Dibenzoylperoxid | 8 | Nicht niedrig |
| Dibenzoylperoxid, 75 % mit Wasser | 6 | Niedrig |
| Di-tert-butylperoxid | 8 | Nicht niedrig |
| Dicetylperoxydicarbonat | 1 | Nein |
| Dicumylperoxid, mit 60 % inertem festem Stoff | 1 | Nein |
| Dilauroylperoxid | 1 | Nein |
| 2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexin-3 | 17 | Nicht niedrig |
| Magnesiummonoperoxyphthalathexahydrat, 85 % mit Magnesiumsulphat | 1 | Nein |

Abbildung 26.4.1.1: BALLISTISCHER MÖRSER MK.IIID



- | | | | |
|-----|---|-----|--------------------------|
| (A) | Aufhängungsbalken | (B) | Aufhängungsdraht |
| (C) | Einstellschraube für Innenzylinder | (D) | Spannschrauben |
| (E) | Hilfsbohrung für die Entfernung des inneren Zylinders | (F) | Stifthalter |
| (G) | Beweglicher Stiftarm | (H) | Außengehäuse des Mörsers |
| (J) | Innenzylinder | (K) | Ringförmige Halteplatte |

26.4.2 **Prüfung F.2: Ballistische Mörserprüfung**

26.4.2.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um die explosive Kraft eines Stoffes zu messen. Ein Detonator wird im Stoff, der durch ein Stahlprojektil in der Bohrung eines Mörsers eingeschlossen ist, gezündet. Der Rückstoß (Schwingung) des Mörsers wird gemessen. Die Kraft wird als prozentualer Wert im Vergleich mit dem Wert für Pikrinsäure, als Explosivstoff-Standard, berechnet. Die Prüfung kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 12 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

26.4.2.2 *Prüfgeräte und Materialien*

26.4.2.2.1 Mörser

Der Mörser besteht aus Chromnickelstahl und hat eine Masse von $248,50 \text{ kg} \pm 0,25 \text{ kg}$. Er ist zylindrisch und die axiale Bohrung besteht, von vorn nach hinten betrachtet, aus dem Projektilhalter, der Schuskkammer und einem Zugang für die Zuleitungsdrähte des Detonators. Die Dimensionen des Mörsers verändern sich während des Gebrauchs (im Besonderen vergrößert sich die Schuskkammer), was zu einem verminderten Rückstoß beim Abschießen einer gegebenen Ladung führt. Die verwendete Referenzladung ist 10,00 g Pikrinsäure (siehe 26.4.2.2.7). Der verwendete Mörser wird durch einen neuen ersetzt, wenn die durchschnittlich erhaltene Energie der letzten 10 Schüsse geringer als 90 % der mit den ersten 10 Schüssen produzierten Durchschnittsenergie ist (bei ähnlichen Temperaturen und unter Verwendung eines Projektils in gutem Zustand).

26.4.2.2.2 Ballistisches Pendel

Der Mörser ist an Stahlarmen aufgehängt, die an einem Rollenlager mit horizontaler Achse befestigt sind. Das Mörserpendel ist durch das Anbringen eines Stahlgewichtes auf der Unterseite ballistisch gemacht. Die Abbildung 26.4.2.1 zeigt eine Darstellung des ballistischen Mörserpendels, der folgende grundsätzliche Merkmale hat:

- | | |
|--|--------|
| a) Schwingungsperiode | 3,47 s |
| b) Schwingungsmasse | 479 kg |
| c) Abstand zwischen Rotations- und Mörserachse | 2,99 m |

Um den Rückstoß zu messen, wird ein Cursor auf dem graduierten Abschnitt, der von einem am Mörser angebrachten Seitenarm verschoben wird, verwendet. Die auf dem Abschnitt markierte Skala ist proportional zu $(1 - \cos A)$, A ist der Rückstoßwinkel des Pendels, d. h., er ist proportional der erbrachten Arbeitsleistung.

26.4.2.2.3 Projektil

Das Projektil ist ein Stahlzylinder. Die Durchmesser (Durchmesser 127 mm, Länge 162 mm) sind in der Praxis so eingestellt, dass sie die folgenden Bedingungen erfüllen:

- (a) Der Zwischenraum zwischen dem Projektil, wenn es neu ist, und der Aufnahmeöffnung im Mörser muss geringer sein als 0,1 mm;
- (b) Die Masse des Projektils sollte, wenn es neu ist, $16,00 \text{ kg} \pm 0,01 \text{ kg}$ betragen.

Ein abgenutztes Projektil ist zu ersetzen, wenn der Zwischenraum zwischen ihm und der Aufnahmeöffnung im Mörser 0,25 mm überschreitet. Beim Abschuss wird das Projektil normalerweise mit einer Geschwindigkeit zwischen 100 km/h und 200 km/h ausgestoßen. Durch die Verwendung eines Behälters, der mit stoßaufnehmendem Material ausgekleidet ist, kann das Projektil gestoppt werden, ohne dass es beschädigt wird.

26.4.2.2.4 Probenbehälter

Wenn flüssige Stoffe geprüft werden, sind Glasampullen von 16 g Masse mit einer Einfüllöffnung und einer Aussparung für die Aufnahme des Detonators (siehe Abbildung 26.4.2.3) zu verwenden, um die Prüfproben aufzunehmen. Andere Stoffe (fest, gekörnt, pastenartig, etc.) werden in zylindrische Probenbehälter, 20 mm im Durchmesser, hergestellt aus Stanniolfolie mit einer Dicke von 0,03 mm und einer Masse von ungefähr 2 g, eingefüllt. Dies trifft beispielsweise auf Pikrinsäure-Ladungen zu.

26.4.2.2.5 Unterstützungen

Eine ringförmige Unterstützung aus Stahldraht mit drei Füßen, gezeigt in Abbildung 26.4.2.2, wird verwendet, um die Ladung in der Schusskammer zu zentrieren (um den Verschleiß des Mörsers zu reduzieren).

26.4.2.2.6 Detonatoren

Diese sind Europäische Standarddetonatoren, geladen mit 0,6 g PETN, wie in Anhang 1 gezeigt.

26.4.2.2.7 Pikrinsäure (Referenzstoff)

Dies ist reine, zerkleinerte Pikrinsäure, Korngröße kleiner als 0,5 mm, getrocknet bei 100 °C und aufbewahrt in einem sorgfältig verschlossenen Gefäß.

26.4.2.3 *Prüfverfahren*

26.4.2.3.1 Vorbereitung der Ladung

26.4.2.3.1.1 Kompakte feste Stoffe müssen in Form zylindrischer Blöcke geprüft werden, Durchmesser $20 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$, mit einer mittigen Aussparung an einem Ende (Durchmesser $7,3 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$, Tiefe 12 mm), um den Detonator aufzunehmen. Die Masse des Blockes sollte $10,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ betragen. Um die Ladung vorzubereiten, wird der Block in Stanniolfolie gewickelt, Dicke 0,03 mm, Masse ungefähr 2 g. Der Detonator wird in der Aussparung platziert und das Ende der Folienverpackung um den Kopf des Detonators gepresst (siehe Abbildung 26.4.2.3).

26.4.2.3.1.2 Andere Stoffe als flüssige Stoffe werden bei normaler Dichte in Umwicklungen aus Stanniolfolie gepackt, jede Prüfladung wiegt $10,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$. Der Detonator wird ungefähr 12 mm tief in den Stoff eingesetzt. Das Ende der Folienverpackung wird um den Kopf des Detonators gewickelt (siehe Abbildung 26.4.2.3).

26.4.2.3.1.3 Bei flüssigen Stoffen wird eine Ladung von $10,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ der Prüfsubstanz in eine Glasampulle gesetzt. Der Detonator wird in der Aussparung platziert. Falls notwendig, kann Metalldraht verwendet werden, um ihn in seiner Position zu halten (aber unter keinen Umständen brennbares Material).

26.4.2.3.1.4 Ladungen von $10,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ Pikrinsäure, mit normaler Dichte, werden ebenfalls in Folienumwicklungen vorbereitet. Der Detonator wird mit einer Tiefe von ungefähr 12 mm in die Pikrinsäure eingesetzt. Das Ende der Folienverpackung wird um den Kopf des Detonators gewunden.

26.4.2.3.2 Probelauf

26.4.2.3.2.1 Die Ladung, die im Ladungshalter sitzt (siehe 26.4.2.2.5), wird in die Schusskammer gepresst. Der Kopf des Detonators befindet sich in Kontakt mit der hinten liegenden Seite der Kammer (siehe Abbildung 26.4.2.3).

26.4.2.3.2.2 Das Projektil wird mit einem beständigen Qualitätsfett eingefettet, eingesetzt und in die Aussparung des Mörsers eingeschoben. Um jegliche Streuung der Ergebnisse zu vermeiden, wie durch Verdrehung des Mörsers oder des Projektils, wird die Position des Projektils im Verhältnis zur Aussparung im Mörser geprüft und aufgeschrieben.

26.4.2.3.2.3 Der Cursor (siehe 26.4.2.2.2) ist in Kontakt mit dem beweglichen Arm so zu platzieren, dass der Rückstoß des Pendels gemessen werden kann. Nach dem Schuss wird die Abweichung (D) des Pendels notiert, d. h. der Punkt, bei dem der Cursor am Ende der Schwingung auf dem Skalenabschnitt verbleibt.

26.4.2.3.2.4 Das Projektil und die Bohrung sind danach sorgfältig zu säubern.

26.4.2.4 Prüfverfahren

26.4.2.4.1 Zuerst werden vier Schüsse mit Pikrinsäure durchgeführt. Der Durchschnitt der vier erzielten Schwingungsabweichungen wird errechnet. Dieser Durchschnitt sollte einen Wert von ungefähr 100 haben, in der willkürlichen Kräfteinheit, die für die Skala des Abschnittes angenommen wurde, auf der der Rückstoß des Pendels gemessen wird. Die Ergebnisse der vier Schüsse sollten nicht um mehr als eine Einheit abweichen. Wenn dies der Fall ist, entspricht der Wert D_0 dem Durchschnitt der vier gemessenen Abweichungen. Wenn eines der Ergebnisse um mehr als eine Einheit vom Durchschnitt abweicht, scheidet dieses aus und der Wert D_0 entspricht dem Durchschnitt der anderen drei Ergebnisse.

26.4.2.4.2 Die Umgebungstemperatur wird aufgeschrieben.

26.4.2.4.3 Das Prüfverfahren wird dann mit nicht weniger als drei Schüssen mit dem zu prüfenden Stoff wiederholt; die erzielten Abweichungen sind D_1, D_2, D_3 etc. Die entsprechenden Kräfte, ausgedrückt als prozentualer Wert in Bezug auf den Wert für Pikrinsäure, werden ausgerechnet mit der Gleichung:

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

oder, für in Glasampullen abgeschossene flüssige Stoffe:

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

26.4.2.4.4 Der Durchschnittswert von T_k wird dann errechnet. Das Ergebnis, das auf die nächste ganze Zahl aufgerundet wird, wird „ballistische Mörserkraft“ (BMP) des Stoffes genannt.

BEMERKUNG: Sind während des gleichen halben Tages verschiedene Stoffe in Folge zu prüfen, wird an dem halben Tag nur eine Reihe von vier Schüssen mit Pikrinsäure durchgeführt.

26.4.2.5 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

26.4.2.5.1 Das Ergebnis der Prüfung wird mit den einzelnen Werten für T_1 , T_2 , T_3 ... und dem Wert der BMP bei Umgebungstemperatur angegeben. Nachfolgend wird zusammengefasst nur der BMP-Wert angegeben.

26.4.2.5.2 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

„Nicht niedrig“: BMP-Werte von 7 oder mehr.

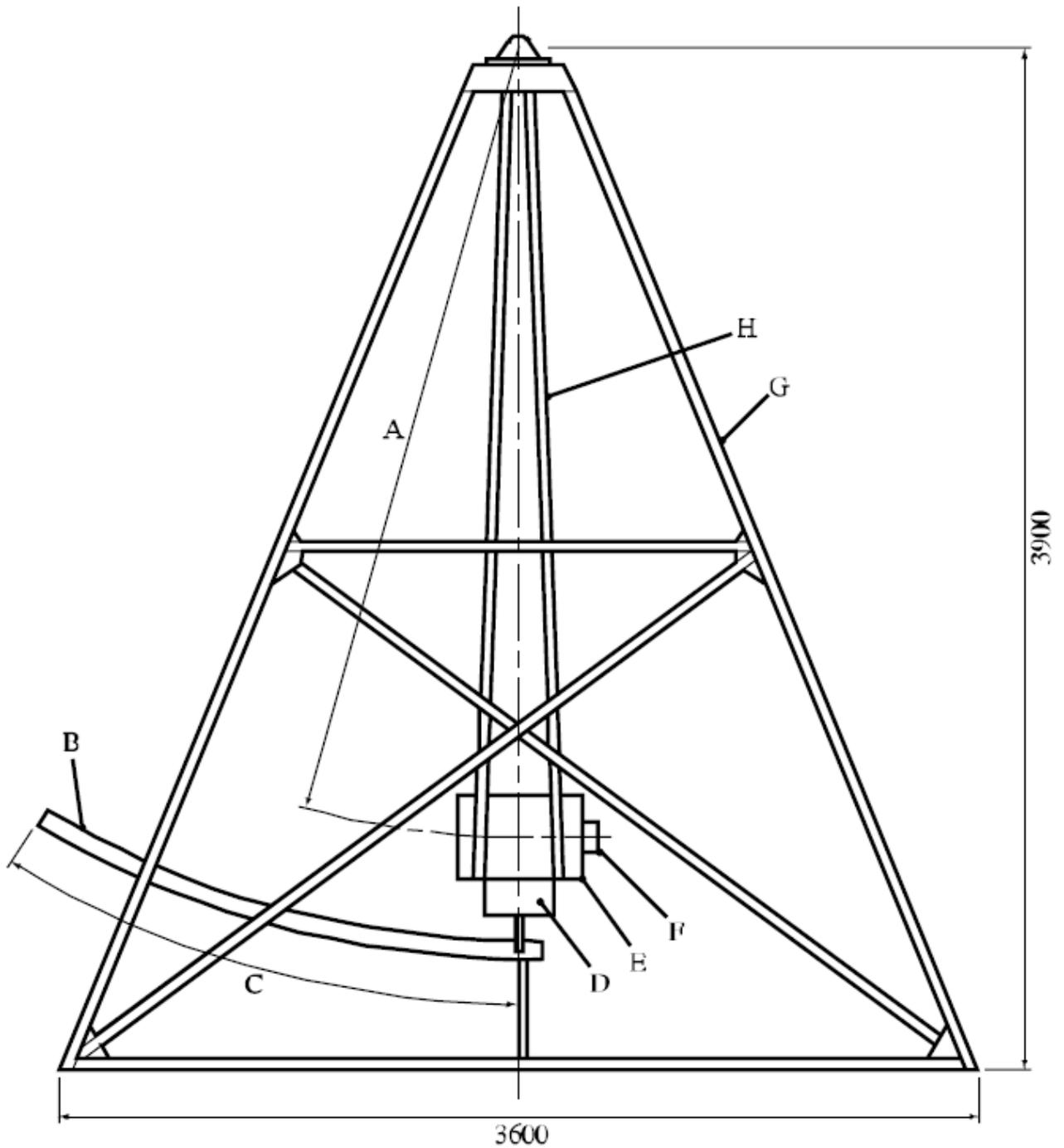
„Niedrig“: BMP-Werte weniger als 7 aber mehr als 1.

„Nein“: BMP-Werte 1 oder weniger.

26.4.2.6 *Ergebnisbeispiele*

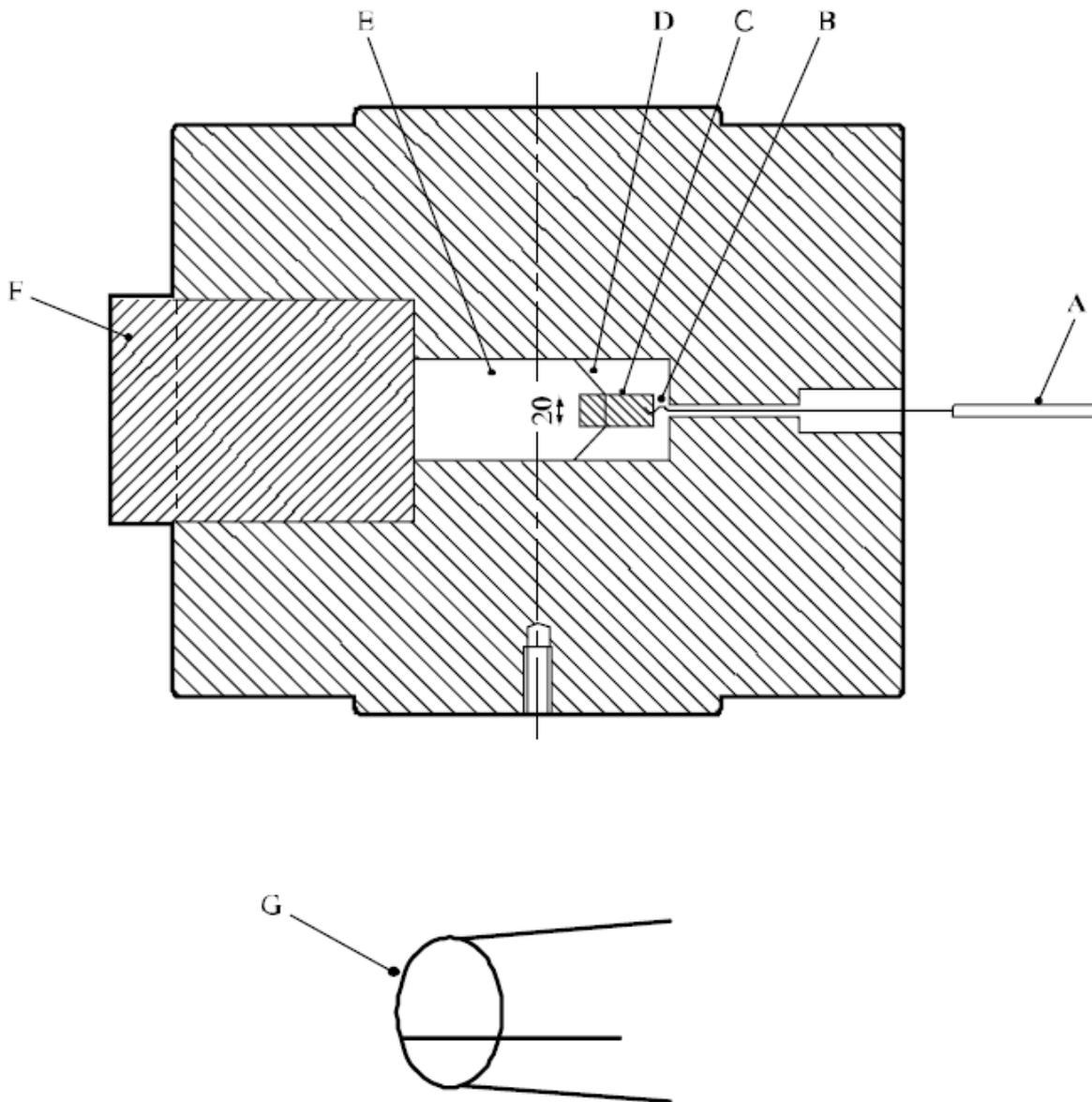
| Stoff | BMP-Wert | Ergebnis |
|--|-----------------|-----------------|
| 2,2'-Azodi(isobutyronitril) | 13 | Nicht niedrig |
| tert-Butylperoxybenzoat | 16 | Nicht niedrig |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 7 | Nicht niedrig |
| Dibenzoylperoxid | 16 | Nicht niedrig |
| Dibenzoylperoxid, 75 % in Wasser | 8 | Nicht niedrig |
| Di-tert-butylperoxid | 7 | Nicht niedrig |
| Dilauroylperoxid | 5 | Niedrig |
| p-Menthylhydroperoxid, 55 % in p-Menthan | 3 | Niedrig |
| Peroxyessigsäure, 36 % in einer Mischung mit 19 % Wasser, 36 % Essigsäure und 6 % Wasserstoffperoxid, stabilisiert | 27 | Nicht niedrig |
| Pinanylhydroperoxid, 54 % in Pinan | 2 | Niedrig |
| Pikrinsäure | 100 | |
| Trinitrotoluol | 95 | |
| Sand | 1 | |

Abbildung 26.4.2.1: BALLISTISCHE MÖRSEPRÜFUNG



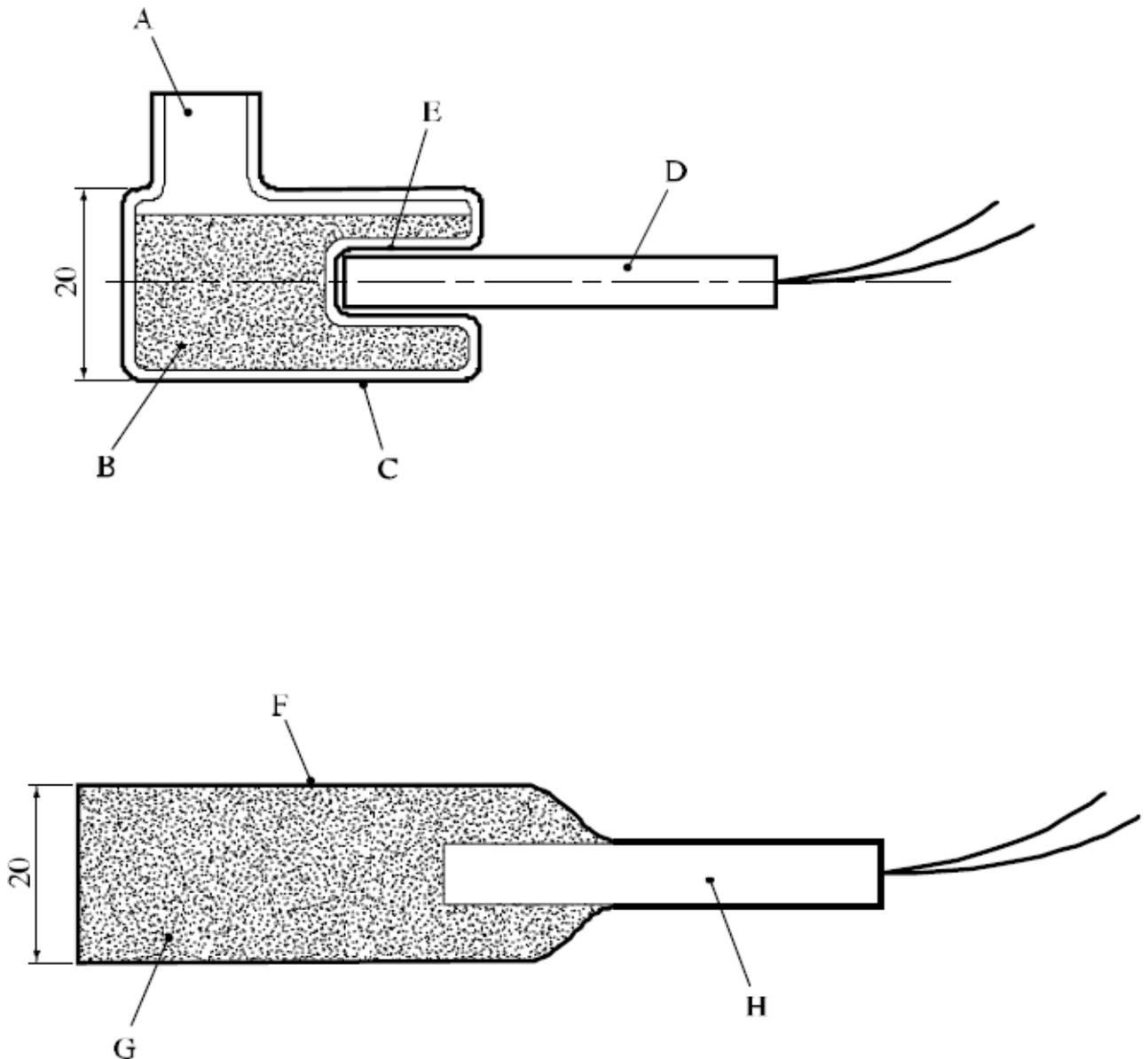
- | | | | |
|-----|---------------------------------|-----|------------------|
| (A) | 2905 mm Abstand zwischen Achsen | (B) | Skaleneinteilung |
| (C) | 30° Schwingungswinkel | (D) | Gewicht |
| (E) | Mörser | (F) | Projektile |
| (G) | Rahmen | (H) | Schwingarm |

Abbildung 26.4.2.2: MÖRSER (oben) UND LADUNGSHALTER (unten)



-
- | | | | |
|-----|-----------------------------|-----|---------------|
| (A) | Zum Anzünder | (B) | Detonator |
| (C) | Ladung 20 mm Durchmesser | (D) | Ladungshalter |
| (E) | Schusskammer | (F) | Projektile |
| (G) | Detailansicht Ladungshalter | | |
-

Abbildung 26.4.2.3: LADUNG FÜR FLÜSSIGE STOFFE (oben) UND ANDERE STOFFE AUSSER FLÜSSIGE STOFFE (unten)



| | | | |
|-----|--|-----|--|
| (A) | Füllöffnung | (B) | Ladung von 20 mm Durchmesser, 10 g Stoff enthaltend |
| (C) | Glasampulle (16 g) | (D) | 0,6 g PETN Detonator |
| (E) | Detonator-Aussparung | (F) | 2 g Folienumwicklung |
| (G) | Ladung von 20 mm Durchmesser, 10 g Stoff enthaltend | (H) | 0,6 g PETN Detonator |

26.4.3 Prüfung F.3: BAM Trauzl-Prüfung

26.4.3.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die explosive Kraft eines Stoffes zu messen. Ein Detonator wird im Stoff, der in einem Hohlraum in einem Bleiblock eingeschlossen ist, gezündet. Die explosive Kraft wird durch die Ausbauchung des Volumens der Aussparung im Bleiblock pro 10 g Stoff ausgedrückt. Diese Prüfung kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 12 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

26.4.3.2 Prüfgeräte und Materialien

26.4.3.2.1 Die Zündung des Stoffes wird durch einen Europäischen Standarddetonator mit 0,6 g PETN (siehe Anhang 1) erreicht.

26.4.3.2.2 Für die Prüfung werden standardisierte Trauzl-Bleiblöcke von zylindrischer Form mit einer Höhe von 200 mm und einem Durchmesser von 200 mm verwendet. Diese haben eine axiale Aussparung von 25 mm Durchmesser und 125 mm Tiefe mit einem Volumen von 61 cm³, siehe Abbildung 26.4.3.1. Die Bleiblöcke werden durch Gießen von reinem Weichblei bei einer Gusstemperatur von 390 °C bis 400 °C in Gussformen gefertigt. Die Qualität einer Gussreihe von Bleiblöcken wird durch drei Testschüsse mit jeweils 10 cm³ kristalliner Pikrinsäure (Ladungsdichte 1,0 g/cm³) geprüft. Der Mittelwert der drei Nettoausbauchungswerte sollte zwischen 287 cm³ und 300 cm³ liegen.

26.4.3.3 Prüfverfahren

26.4.3.3.1 Feste Stoffe werden durch Einhüllen in ein gewogenes Stück Stanniolfolie zu zylindrischen Prüfkörpern mit einem Volumen von 10 cm³ geformt. Die Masse des Prüfkörpers wird bestimmt. Die Prüfkörper besitzen einen äußeren Durchmesser von 24,5 mm, eine Höhe von 22,2 mm und eine koaxiale Aussparung von 7 mm Durchmesser und 12 mm Tiefe, um den Detonator aufzunehmen. Der Prüfkörper wird in einer Vorrichtung vorbereitet, die aus einem Stempel, einer zweiteiligen Matrize, einem Spannrahmen und einem Bodenstück (Abbildung 26.4.3.2) besteht. Hierzu wird ein trapezförmiges Stanniolblättchen (Dicke ca. 0,01 mm) von 55 mm Breite um den Stempel gewickelt. Der Stempel mit seiner Stanniolhülle wird dann bis zum Anschlag an das Bodenstück in die Matrize eingeführt. Die Matrize wird mit Hilfe des Rahmens gespannt und der Stempel wird langsam aus der Stanniolhülle herausgezogen, nachdem er fest gegen das Bodenstück gepresst wurde. Der Boden der Stanniolhülle wird unter Verwendung eines dünnen Holzstabes in der Mitte vorsichtig durchstoßen. Mit dem offenen Teil nach unten wird der Standarddetonator PETN 0,6 g in das Bodenstück eingeführt, so dass die Zünddrähte durch das Loch in der Einstellschraube gezogen werden können, bis der Detonator die Schraube erreicht. Die Schraube ist so eingestellt, dass der Detonator 12,0 mm über das Basisstück herausragt. Der zu prüfende Stoff wird unter leichtem Andrücken mit einem Holzstab in die Stanniolhülle eingefüllt. Der überstehende Stanniolrand wird nach innen umgelegt und der Stempel wird bis zum Bund in die Matrize gedrückt. Nach Herausziehen des Stempels, wird der fertige Prüfkörper in der Stanniolhülle aus der Matrize genommen.

26.4.3.3.2 Flüssige Stoffe werden in dünnwandigen Glaszylindern ähnlicher Form und einer solchen Größe, dass sie das Volumen der Probe von 10 cm³ und den Detonator aufnehmen können, geprüft. Der Detonator wird 12 mm tief in den flüssigen Stoff eingesetzt. Der Hals des Gefäßes muss ausreichend lang sein, um den Detonator in mittiger Position zu halten. Nachdem die Probenmasse bestimmt wurde, wird die Prüfladung vorsichtig bis auf den Boden in die Aussparung des Bleiblocks eingeführt. Die Bleiblocke werden in einem temperierten Raum gelagert, so dass die Temperatur, die unmittelbar vor dem Einführen der Ladung in der Tiefe der Aussparung gemessen wird, im Bereich von 10 °C bis 20 °C liegt. Für die Prüfung sollte der Bleiblock auf einem flachen, massiven Stahlgestell, das auf dem Boden liegt, ruhen. Zum Zwecke der Verdämmung wird der verbleibende Raum in der Aussparung mit trockenem Quarzsand gefüllt, der durch ein Sieb mit 144 Maschen pro cm² hindurchgeht; die gravimetrische Dichte sollte 1,35 g/cm³ betragen. Der Bleiblock wird dann seitlich dreimal mit einem Hammer von 2 kg Masse angeschlagen und der auf der Oberfläche verbleibende Sand entfernt.

26.4.3.3.3 Der Detonator wird gezündet und der Block danach von Rückständen befreit. Das Volumen der vergrößerten Aussparung wird unter Verwendung von Wasser gemessen und die Ausbauchung, die durch eine 10-g-Probe verursacht würde, unter Anwendung folgender Formel errechnet:

$$10 \times \frac{\text{Volumen der vergrößerten Aussparung(cm}^3\text{)} - 61}{\text{Masse der Probe(g)}}$$

26.4.3.3.4 Normalerweise wird die Prüfung zweifach durchgeführt und der erzielte Wert der größten Ausbauchung für die Bewertung angewendet.

26.4.3.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

26.4.3.4.1 Die explosive Kraft wird in Form der Vergrößerung des Volumens der Aussparung im Bleiblock pro 10 g Stoff ausgedrückt. Bei einer vorgegebenen Zündstärke vergrößert sich die explosive Kraft mit dem Volumen der Ausbauchung.

26.4.3.4.2 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

- „Nicht niedrig“: Die Ausbauchung des Bleiblocks beträgt 25 cm³ oder mehr pro 10 g Probe.
- „Niedrig“: Die Ausbauchung des Bleiblocks beträgt weniger als 25 cm³ aber mehr oder gleich 10 cm³ pro 10 g Probe.
- „Nein“: Die Ausbauchung des Bleiblocks beträgt weniger als 10 cm³ pro 10 g Probe.

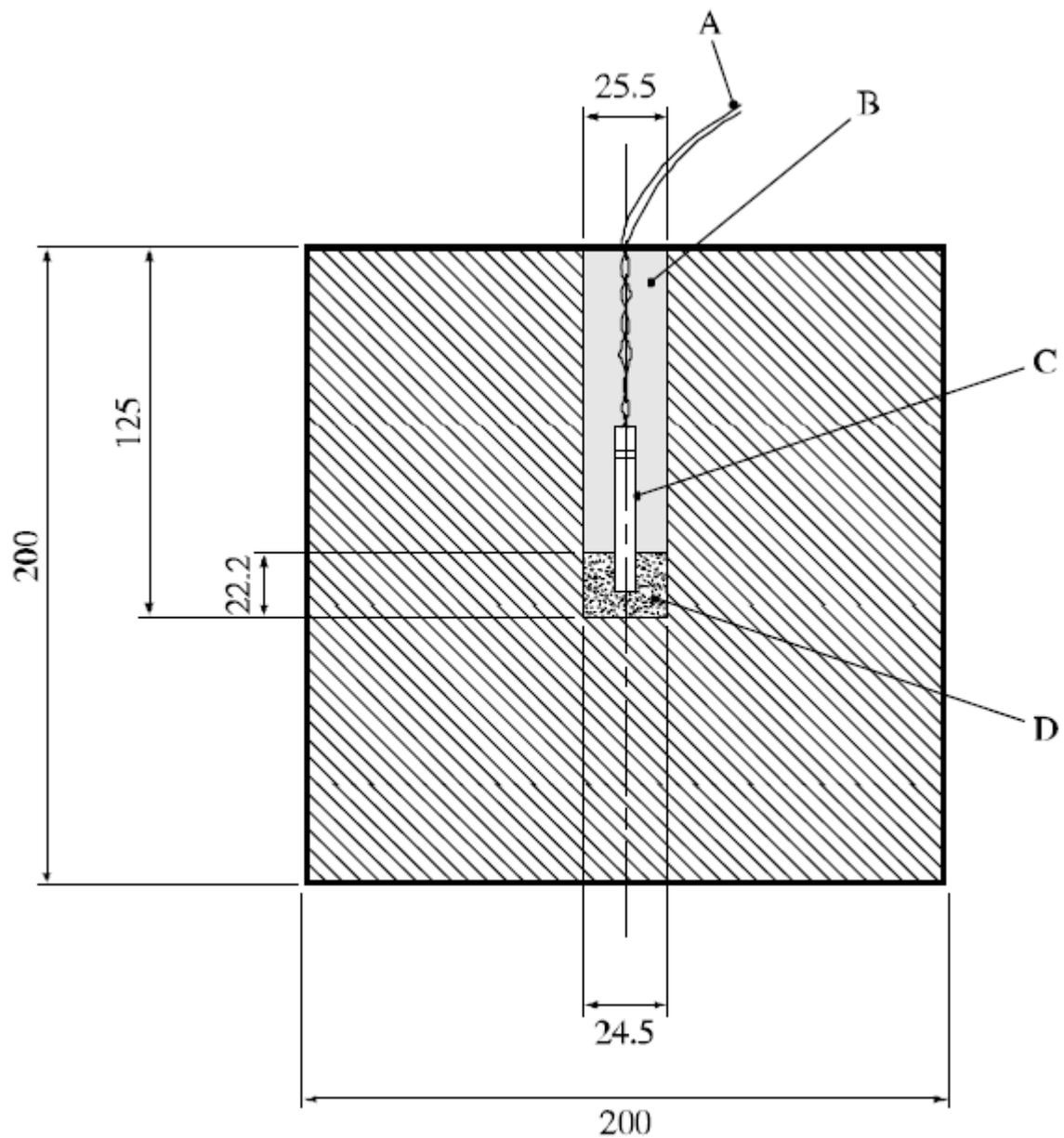
26.4.3.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Proben- masse (g) | Ausbauchung (cm³/10g) | Ergebnis |
|---|----------------------------------|---|-----------------|
| Azodicarbonamid | | 9 | Nein |
| 2,2'-Azodi(isobutyronitril) | | 26 ^a | Nicht niedrig |
| Benzen-1,3-disulfohydrazid | | 50 ^a | Nicht niedrig |
| Benzen-1,3-disulfohydrazid 70 % mit Mineralöl | | 11 ^a | Niedrig |
| Benzensulfohydrazid | 8,4 | 8 | Nein |
| tert-Butylperoxybenzoat | 9,1 | 32 ^a | Nicht niedrig |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 7,2 | 28 ^a | Nicht niedrig |
| 3-Chlorperoxybenzoesäure, nicht mehr als 86 % mit 3-Chlorbenzoesäure | 7,1 | 42 ^a | Nicht niedrig |
| Cumylhydroperoxid, 84,1 % in Cumol | 9,3 | 10 | Niedrig |
| Cyclohexanonperoxid(e) | 6,4 | 50 ^a | Nicht niedrig |
| Dibenzoylperoxid | 8,0 | 31 ^a | Nicht niedrig |
| Dibenzoylperoxid, 75 % mit Wasser | 8,0 | 21 ^a | Niedrig |
| Di-tert-Butylperoxid | 7,2 | 28 ^a | Nicht niedrig |
| Dicetylperoxydicarbonat | 7,3 | 5 ^a | Nein |
| Dicumylperoxid | 6,9 | 12 ^a | Niedrig |
| Diisopropylperoxydicarbonat | 7,8 | 78 ^a | Nicht niedrig |
| Dilauroylperoxid | 8,0 | 11 ^a | Niedrig |
| Dimyristylperoxydicarbonat | 7,4 | 11 | Niedrig |
| Dimyristylperoxydicarbonat, 42 %, stabile Dispersion in Wasser | 7,8 | 5 ^a | Nein |
| N,N'-Dinitrosopentamethylentetramin | | 147 ^a | Nicht niedrig |
| N,N'-Dinitrosopentamethylentetramin 80 %, mit 17 % anorganischem festen Stoff und 3 % Mineralöl | 10,2 | 7 ^b | Nein |
| Diperoxyisophthalsäure | 8,7 | 144 | Nicht niedrig |
| 4-Nitrosophenol | 7,3 | 11 | Niedrig |
| Borsäure | | 0 | |
| Dimethylphthalat | | 5 | |
| Wasser | | 6 | |

^a Bestimmt bei der Verwendung von Prüfproben von 11 cm³ Volumen und einer geringfügig stärkeren Prüfsprengkapsel mit einem Kupferrohr von 6,85 mm Außendurchmesser und 45 mm Länge, mit flachem Boden, 0,5 g PETN mit 10 % Wachs, 0,2 g Tetryl, und 0,5 g Quecksilberfulminat als explosive Ladung enthaltend, alles gepresst bei 400 bar.

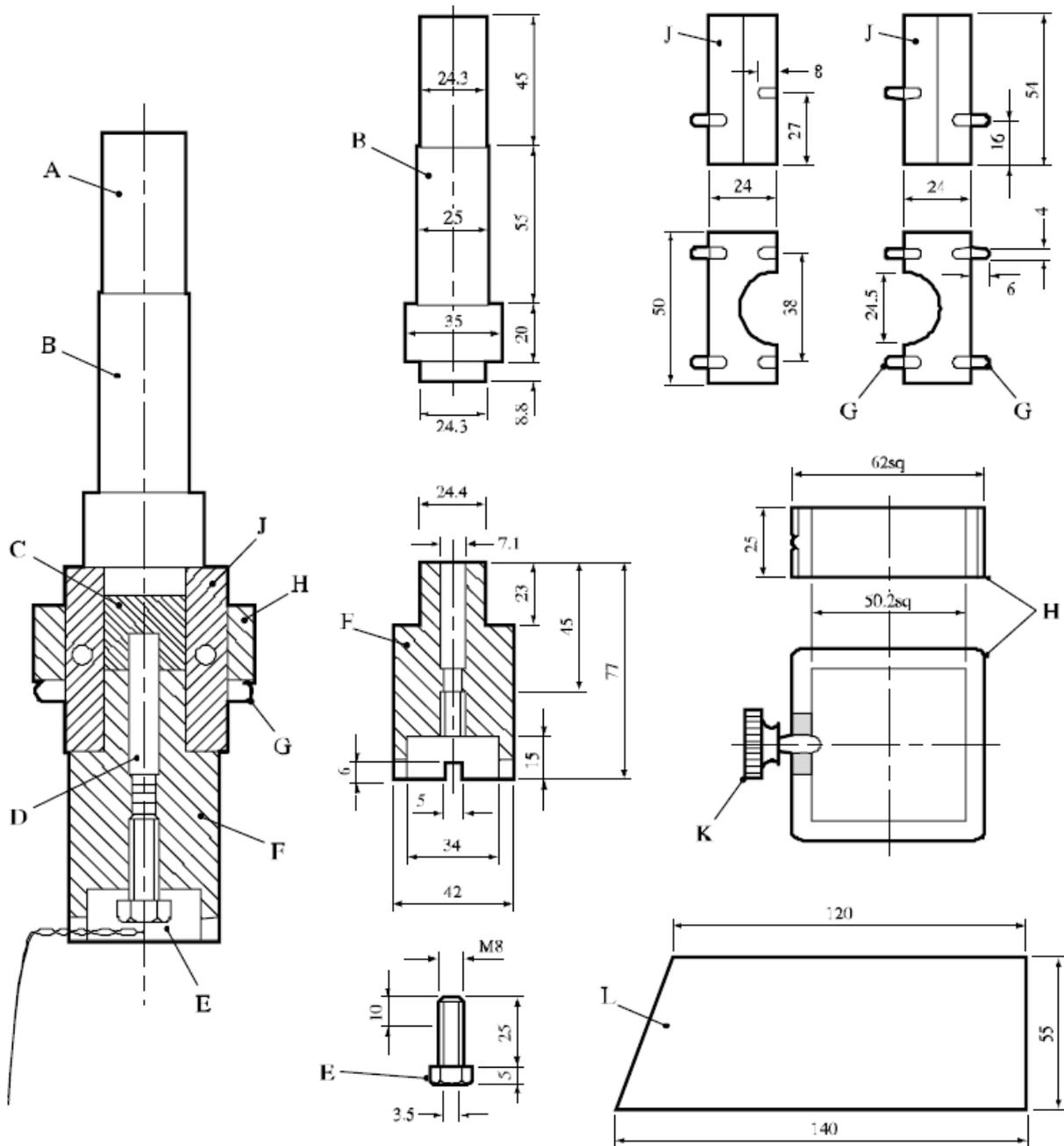
^b Zündung mit drei Detonatoren ergibt 123 cm³/10 g, nicht niedrig

Abbildung 26.4.3.1: BAM TRAUZL-PRÜFUNG



-
- | | | | |
|-----|--------------------------------|-----|-----------------------|
| (A) | Detonatordrähte | (B) | Trockensandverdümmung |
| (C) | Europäischer Standarddetonator | (D) | Prüfprobe |
-

**Abbildung 26.4.3.2: VORRICHTUNG ZUR HERSTELLUNG DER LADUNGEN
(10 cm³ Volumen, 24,6 mm Durchmesser und 22,2 mm Höhe)
FÜR DIE BAM TRAUZL-PRÜFUNG**



- (A) Endstück des Stempels zum Wickeln der Stanniolhülle
 (C) Prüfprobe
 (E) Einstellschraube (axiale Bohrung 3,5 mm, Schlitz 1 mm, 100 mm lang)
 (G) Stifte
 (J) Matrizze
 (L) Stanniolblättchen

- (B) Stempel
 (D) Detonator
 (F) Bodenstück
 (H) Spannrahmen
 (K) Rändelschraube

26.4.4 Prüfung F.4: Modifizierte Trauzl-Prüfung

26.4.4.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um die explosive Kraft eines Stoffes zu messen. Ein Detonator wird im Stoff, der in einem Hohlraum in einem Bleiblock eingeschlossen ist, gezündet. Die explosive Kraft wird in Form der durchschnittlichen Volumenzunahme der Bohrung im Bleiblock im Vergleich zum Wert für einen inerten Stoff mit ähnlichen physikalischen Eigenschaften ausgedrückt. Die Prüfung kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 12 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

26.4.4.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Bleiblock wird aus einer gegossenen oder extrudierten Bleistange mit einem Durchmesser von $50 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ und einer Länge von 70 mm durch Bohren einer Öffnung mit einem Durchmesser von 25,4 mm und einer Länge von 57,2 mm, wie in Abbildung 26.4.4.1 gezeigt, hergestellt. Die Öffnung wird mit einem Bohrer mit abgeflachter Spitze geschnitten, um einem Durchstoßen des Bleiblockes vorzubeugen. Die verwendete Sprengkapsel ist ein Nr. 8 (USA) - Standarddetonator (siehe Anhang 1). Aufbau A wird für flüssige Stoffe und Pasten verwendet und Aufbau B für feste Stoffe (siehe Abbildung 26.4.4). Das Probengefäß, das für Aufbau A verwendet wird, ist ein handelsübliches 12-ml-Glasgefäß mit einem Außendurchmesser von 21 mm. Das für den Aufbau B verwendete Gefäß ist ein handelsübliches 16-ml-Glasgefäß, mit einem Außendurchmesser von 24,9 mm. Die Polyethylenstopfen entsprechen dem Standard und werden mit den Glasgefäßen geliefert. Das für die Positionierung der Sprengkapsel in den Aufbauten A und B verwendete Glasröhrchen ist ein Reagenzglas aus Borsilikat. Es hat einen Außendurchmesser von 10 mm und ist 75 mm lang. Ein in der Mitte des Polyethylenstopfens gebohrtes Loch mit einem Durchmesser von 10 mm hält das Glasröhrchen sicher an seinem Platz. Zwei „O“-Ringe aus Gummi (16,5 mm Innendurchmesser, 2,5 mm Querschnittsdurchmesser) werden verwendet, um das Glasgefäß in der Mitte der Bohrung des Bleiblocks in Aufbau A festzuhalten.

26.4.4.3 Prüfverfahren

Eine Probe von 6,0 g wird in das Probengefäß, das wie vorgeschrieben aufgebaut und im Bleiblock positioniert ist, gesetzt. Der Bleiblock wird auf eine feste Oberfläche in einer geschützten Umgebung aufgestellt und die Sprengkapsel vollständig eingesetzt. Wenn die Umgebung geräumt ist, wird die Kapsel gezündet. Das Volumen der Ausbauchung im Bleiblock wird vor und nach der Prüfung unter Verwendung von Wasser mit einer Genauigkeit von 0,2 ml gemessen. Drei Prüfungen werden mit dem Stoff und mit dem inerten Referenzstoff unter Verwendung des gleichen Aufbaus durchgeführt.

26.4.4.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Die explosive Kraft der Prüfprobe wird als durchschnittliche Volumenzunahme der Aussparung im Bleiblock im Vergleich zur Volumenzunahme für eine inerte Referenzsubstanz ausgedrückt.

26.4.4.4.1 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

„Nicht niedrig“: Die durchschnittliche Bleiblockausbauchung (netto) ist gleich oder größer als 12 cm^3 .

- „Niedrig“: Die durchschnittliche Bleiblockausbauchung (netto) ist kleiner als 12 cm³ aber größer als 3 cm³.
- „Nein“: Die durchschnittliche Bleiblockausbauchung (netto) ist 3 cm³ oder kleiner.

26.4.4.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Durchschnittliche Nettoausbauchung (cm ³) | Ergebnis |
|--|---|---------------|
| 2,2-Azodi(isobutyronitril) | 18 | Nicht niedrig |
| 2,2'Azodi(2-methylbutyronitril) | 14 | Nicht niedrig |
| tert-Butylhydroperoxid, 72 % mit Wasser | 25 | Niedrig |
| tert-Butylperoxyacetat, 75 % in Lösung | 19 | Nicht niedrig |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 10 | Niedrig |
| Cumylhydroperoxid, 85 % in Cumol | 5 | Niedrig |
| Dibenzoylperoxid | 16 | Nicht niedrig |
| Di-tert-Butylperoxid | 12 | Nicht niedrig |
| Di-sec-Butylperoxydicarbonat | 23 ^a | Nicht niedrig |
| Diisopropylperoxydicarbonat | 45 ^a | Nicht niedrig |
| 2,5-Dimethyl-2,5-di(tert-butylperoxy)hexin-3 | 31 | Nicht niedrig |
| 2,4-Dimethyl-2,5-di-(benzoylperoxy)hexan | 9 | Niedrig |
| Di-n-Propylperoxydicarbonat | 32 ^a | Nicht niedrig |

Ausbauchung mit inerten Referenzstoffen in Aufbau A

| | |
|--|------|
| Luft | 6 |
| Dimethylphthalat | 10 |
| Mineralstoffe | 10,5 |
| Paste von 60 % CaCO ₃ + 40 % Dimethylphthalat | 8 |
| Wasser | 10 |

Ausbauchung mit inerten Referenzstoffen in Aufbau B

| | |
|--------------------------|-----|
| Luft | 5,5 |
| Benzoessäure | 7 |
| Calciumcarbonat (Pulver) | 5 |
| Kaolinton | 6 |

^a Durchgeführt bei Umgebungstemperatur.

Abbildung 26.4.4.1: MODIFIZIERTE TRAUZL-PRÜFUNG

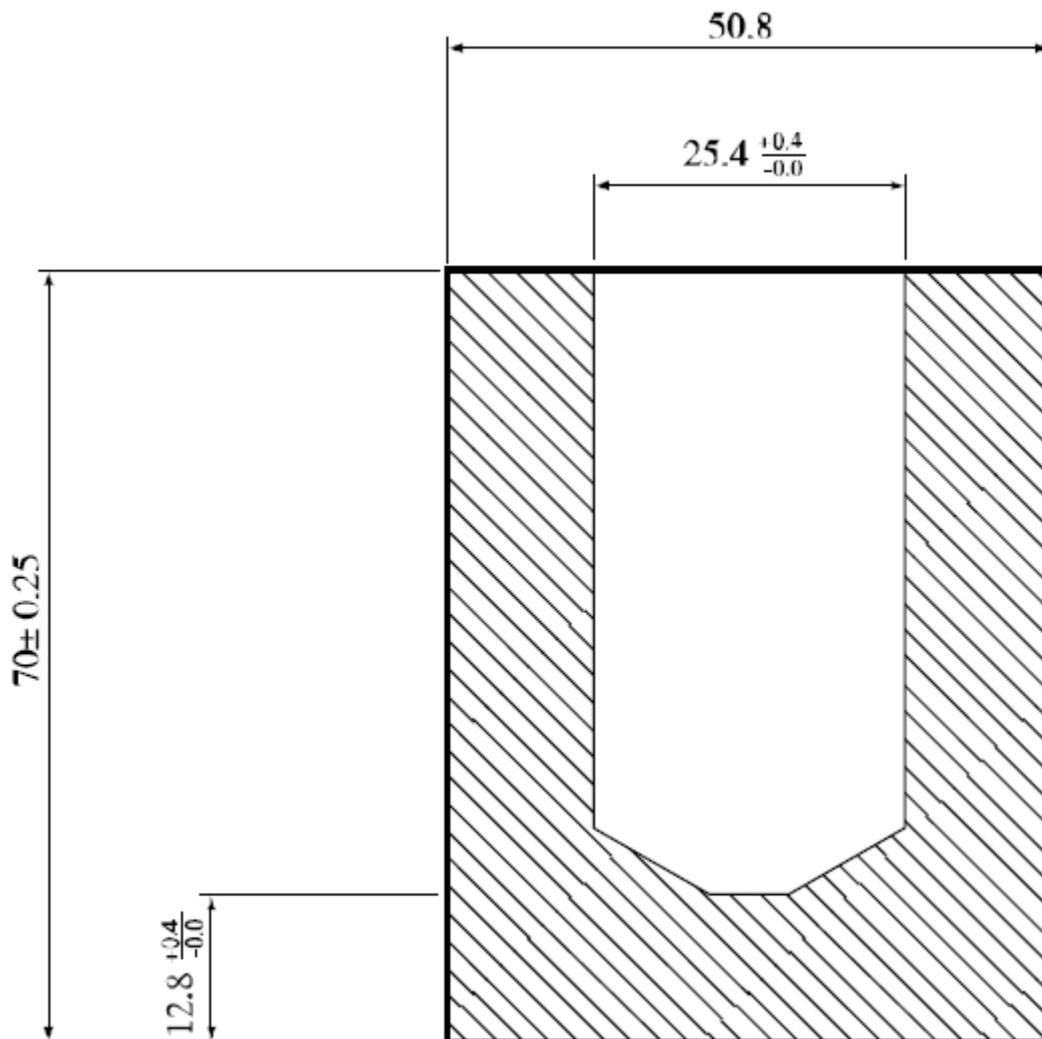
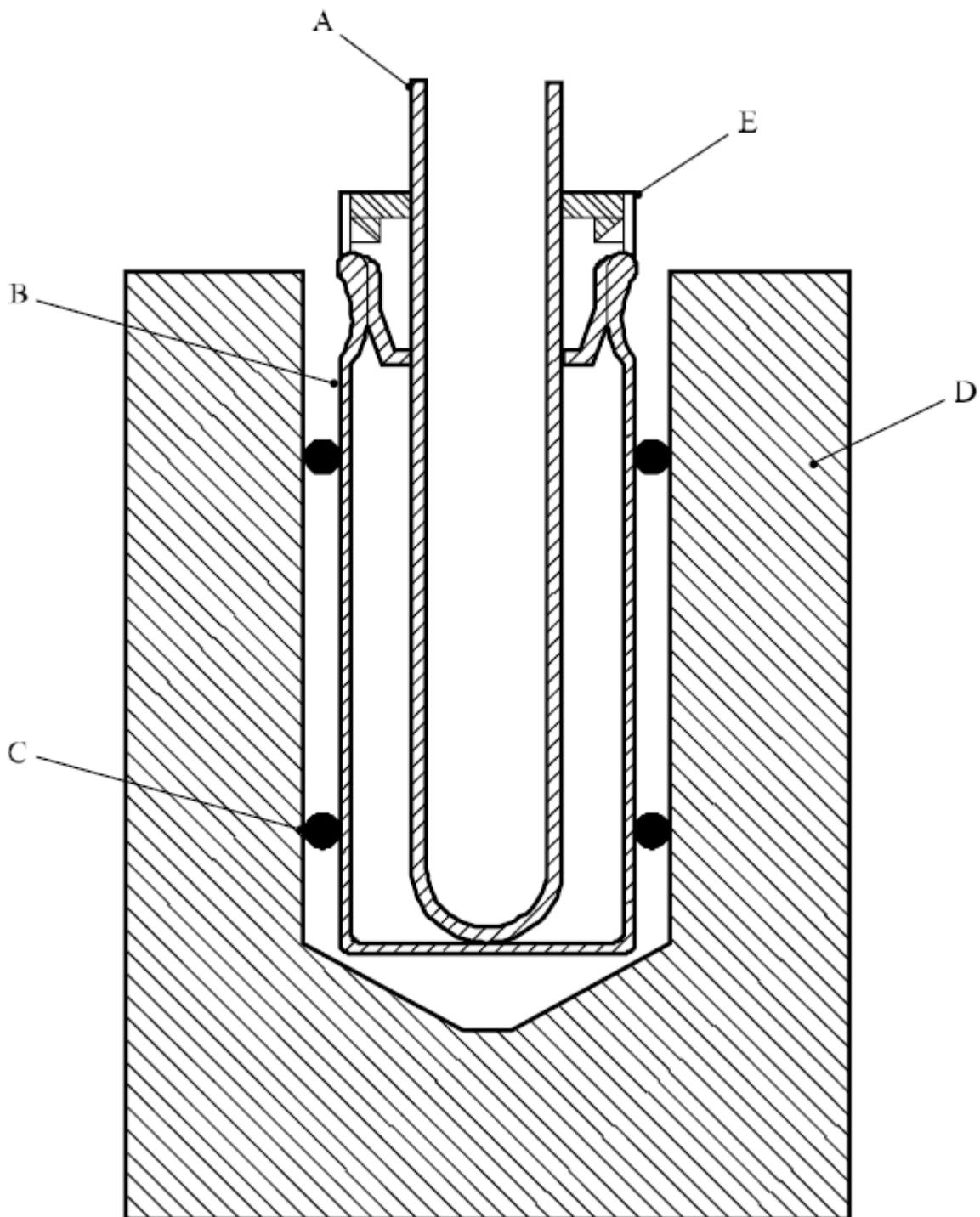


Abbildung 26.4.4.2: AUFBAUTEN A UND B



-
- (A) Glasrohr
 - (B) Glasbehälter (12 ml Aufbau A, 16 ml Aufbau B)
 - (C) „O“-Ring (nur Aufbau A)
 - (D) Bleiblock
 - (E) Stopfen
-

ABSCHNITT 27

PRÜFSERIE G

27.1 Einleitung

27.1.1 Prüfsreihe G umfasst Prüfungen und Kriterien für die Bestimmung der Wirkung einer thermischen Explosion eines Stoffes in seiner Verpackung, wie in Kästchen 10 der Abbildung 20.1 gefordert. Die Prüfung wird nur für Stoffe angewendet, die eine heftige Wirkung bei Prüfungen mit Erwärmung unter definiertem Einschluss zeigen (Prüfsreihe E).

27.2 Prüfverfahren

27.2.1 Die Frage „Kann der Stoff, wie er verpackt ist, explodieren?“ (Kästchen 10 der Abbildung 20.1) wird auf Grundlage der Ergebnisse einer der Prüfverfahren in Tabelle 27.1 beantwortet.

Tabelle 27.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE G

| Code | Prüfverfahren | Abschnitt |
|------|--|-----------|
| G.1 | Thermische Explosionsprüfung im Packstück ^a | 27.4.1 |
| G.2 | Selbstbeschleunigende Zersetzungsprüfung im Packstück | 27.4.2 |

^a *Empfohlene Prüfung.*

27.2.2 Beide Prüfungen werden als gleichwertig für alle Stoffe angesehen, ausgenommen sind wasserbefeuchtete, feste Stoffe. Bei wasserbefeuchteten, festen Stoffen haben, im Falle, dass die beiden Prüfergebnisse nicht übereinstimmen, die Ergebnisse der Prüfung G.1 Vorrang vor den Ergebnissen der Prüfung G.2.

27.3 Prüfbedingungen

27.3.1 Die Prüfung der Prüfsreihe G ist auf Stoffe in ihrer Verpackung (nicht mehr als 50 kg) in dem Zustand und in der Form anzuwenden, wie sie für die Klassifizierung vorgesehen sind.

27.3.2 ***Das Vorverfahren (siehe Abschnitt 20.3) ist vor der Durchführung dieser Prüfungen durchzuführen.***

27.4 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfsreihe G

27.4.1 ***Prüfung G.1: Thermische Explosionsprüfung im Packstück***

27.4.1.1 *Einleitung*

Diese Prüfung wird angewendet, um das Potential einer thermischen Explosion in einem Packstück zu bestimmen. Sie kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 10 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

27.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

27.4.1.2.1 Eine Verpackung (nicht größer als für 50 kg Stoff benötigt), Stoff, eine geeignete Heizvorrichtung (z. B. 2 kW für 25 kg Stoff) und eine Ausrüstung zur Messung von Temperaturen.

27.4.1.3 *Prüfverfahren*

Diese Prüfung gilt für verpackte Stoffe in dem Zustand und in der Form, in denen sie zur Klassifizierung vorgesehen sind. Um eine thermische Explosion zu erzielen, wird der Stoff in der Verpackung so homogen wie möglich mit einer elektrischen Heizspule innerhalb der Packstücks erwärmt. Die Oberflächentemperatur der Heizspule sollte nicht so hoch sein, dass eine vorzeitige Zündung des Stoffes stattfinden kann. Es kann notwendig sein, mehr als eine Heizspule zu verwenden. Das Versandstück ist auf einem Ständer zu montieren, damit es aufrecht steht. Das Heizsystem wird eingeschaltet und die Temperatur des Stoffes fortwährend aufgezeichnet. Die Heizrate sollte ungefähr 60 °C/Stunde betragen. Der Temperaturunterschied zwischen dem Stoff an der Ober- und Unterseite des Versandstückes sollte so klein wie möglich sein. **Es ist ratsam, Vorkehrungen für die Zerstörung des Packstückes aus der Ferne zu treffen, falls die Heizung ausfällt.** Die Prüfung ist zweimal durchzuführen, es sei denn, es wird eine Explosion beobachtet.

27.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

27.4.1.4.1 Es wird beobachtet, ob eine Explosion mit Fragmentierung des zu prüfenden Packstückes erfolgt. Die erhaltenen Ergebnisse sind nur für das geprüfte Packstück gültig.

27.4.1.4.2 Die Prüfkriterien sind wie folgt:

„Ja“: Eine Fragmentierung der inneren und/oder äußeren Verpackung(en) in mehr als drei Teile, ausgenommen Boden und obere Teile der Verpackung(en), zeigt, dass der zu prüfende Stoff eine Explosion im Packstück auslösen kann.

„Nein“: Keine Fragmentierung oder eine Fragmentierung in nicht mehr als drei Teile zeigt, dass der zu prüfende Stoff nicht im Packstück explodiert.

27.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Verpackungen | Anzahl der Fragmente^a | Ergebnis |
|---|---------------------|---|-----------------|
| 2,2'-Azodi-(isobutyronitril) | 4G, 30 kg | N. F. | Nein |
| tert-Butylperoxybenzoat | 1B1, 25 Liter | > 30 | Ja |
| tert-Butylperoxybenzoat | 6HG2, 30 Liter | N.F. | Nein |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 1B1, 25 Liter | > 5 | Ja |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 6HG2, 30 Liter | N. F. | Nein |
| tert-Butylperoxyisopropylcarbonat | 1B1, 25 Liter | > 80 | Ja |
| tert-Butylperoxyisopropylcarbonat | 6HG2, 30 Liter | > 20 | Ja |
| tert-Butylperoxypivalat, 75 % in Lösung | 6HG2, 30 Liter | N. F. | Nein |
| Dibenzoylperoxid, 75 % mit Wasser | 4G, 25 kg | N. F. | Nein |
| 2,2-Di-(tert-Butylperoxy)butan, 50 % in Lösung | 3H1, 25 Liter | N. F. | Nein |
| 2,2-Di-(tert-Butylperoxy)butan, 50 % in Lösung | 6HG2, 30 Liter | N. F. | Nein |

^a *N.F. bedeutet keine Fragmentierung.*

27.4.2 Prüfung G2: Prüfung der beschleunigenden Zersetzung im Versandstück

27.4.2.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet, um das Potential einer thermischen Explosion im Packstück zu bestimmen. Sie kann angewendet werden, um die Frage in Kästchen 10 der Abbildung 20.1 zu beantworten.

27.4.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Die Ausrüstung für diese Prüfung ist eine typische SADT-Prüfkammer, wie sie in Abbildung 27.4.2.1 dargestellt und für die Prüfung H.1 im Abschnitt 28 beschrieben ist.

27.4.2.3 Prüfverfahren

Die Prüfung wird in Übereinstimmung mit dem für die Prüfung H.1 in Abschnitt 28 beschriebenen Prüfverfahren durchgeführt. Die Temperatur der Prüfkammer kann ungefähr 10 °C über der SADT, falls diese bekannt ist, eingestellt werden. Die SADT-Prüfkammer ist so gestaltet, dass jeder merkliche Druck, der sich während der Zersetzung einer Prüfprobe aufbaut, leicht abgeführt werden kann. Die Abdeckungen der Testkammer werden nur aufgelegt und allein durch die Schwerkraft gehalten.

27.4.2.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

27.4.2.4.1 Das Zusammenspiel der Faktoren: Zustand der Probe, Packstück, Prüfkammer und die unmittelbare Umgebung bestimmen das Ausmaß der Heftigkeit einer Zersetzungsreaktion in der geprüften Produkt/Packstück-Anordnung.

27.4.2.4.2 Die Prüfkriterien werden durch den Zustand der Prüfkammer, des Packstücks und durch das Auftreten einer Explosion definiert und sind wie folgt:

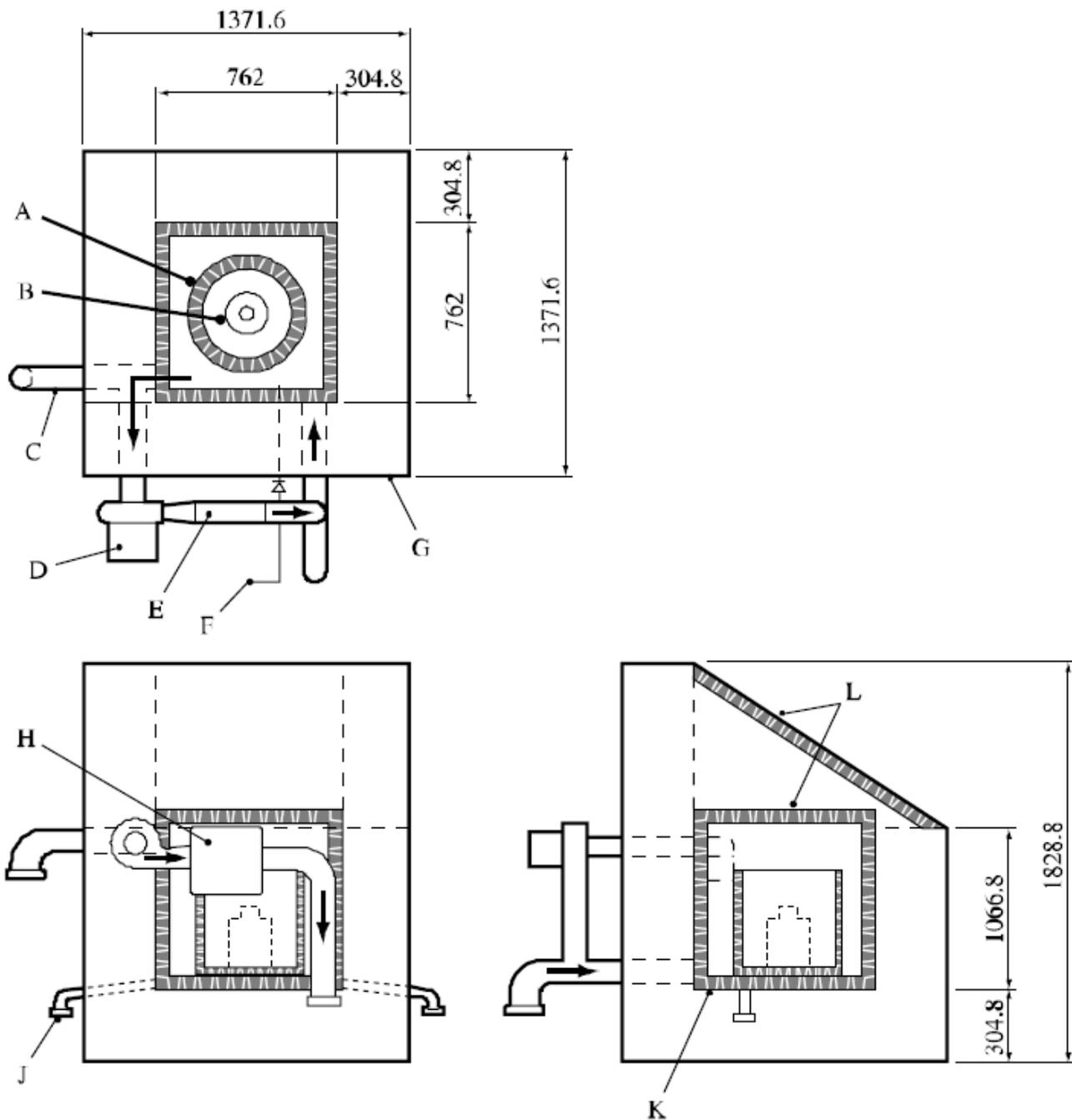
„Ja“: Ein erhebliches Aufreißen des Inneren der Prüfkammer wird festgestellt. Die äußere Hülle wird abgehoben und um wenigstens zwei Meter fortgeschleudert, was für einen erheblichen Druck in der Prüfkammer spricht. Das zu prüfende Packstück wird schwer beschädigt und zerbricht in wenigstens 3 Teile.

„Nein“: Leichtes oder kein Aufreißen der Prüfkammer. Die äußere Hülle wird abgehoben, aber nicht weiter als zwei Meter fortgeschleudert. Das zu prüfende Packstück kann aufgerissen und beschädigt sein, z. B. eine aufgerissene Innenverpackung, gerissener Karton, etc.

27.4.2.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Versandstück | Ergebnis |
|---|---------------------|-----------------|
| tert-Butylperoxyacetat, 75 % in Lösung | 6HG2, 20 Liter | Ja |
| tert-Butylperoxybenzoat | 6HG2, 20 Liter | Nein |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat | 6HG2, 20 Liter | Nein |
| tert-Butylperoxyisopropylcarbonat, 75 % in Lösung | 6HG2, 20 Liter | Nein |
| tert-Butylperoxypivalat, 75 % in Lösung | 6HG2, 20 Liter | Nein |
| Dibenzoylperoxid | 4G, 0,454 kg | Ja |
| 2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)-hexin-3 | 6HG2, 20 Liter | Ja |

Abbildung 27.4.2.1: BESCHLEUNIGENDE ZERSETZUNGSPRÜFUNG IM VERSANDSTÜCK



- | | | | |
|-----|--------------------------|-----|------------------------|
| (A) | Prüfcontainer | (B) | Zu prüfendes Packstück |
| (C) | Luftkanal | (D) | Ventilator |
| (E) | Heizspule | (F) | Kohlendioxid |
| (G) | Spannrahmen | (H) | Luftumwälzer |
| (J) | Rohrhalterung mit Kappen | (K) | Isolierung |
| (L) | Isolierte Abdeckungen | | |

ABSCHNITT 28

PRÜFSERIE H

28.1 Einleitung

28.1.1 Diese Prüfserie beinhaltet Prüfverfahren für die Bestimmung der selbstbeschleunigenden Zersetzungstemperatur (SADT) und der Temperatur der selbstbeschleunigenden Polymerisation (SAPT). Die SADT wird als niedrigste Temperatur definiert, bei der eine selbstbeschleunigende Zersetzung eines Stoffes in seiner Verpackung auftreten kann. Die SAPT wird als niedrigste Temperatur definiert, bei der eine selbstbeschleunigende Polymerisation eines Stoffes in seiner Verpackung auftreten kann. Die SADT und die SAPT sind Werte, die sich jeweils aus dem kombinierten Einfluss der Umgebungstemperatur, der Reaktionskinetik, der Größe des Packstückes und den Wärmeübertragungseigenschaften des Stoffes und seiner Verpackung ergeben. Für die Interpretation der Ergebnisse können die folgenden Modelle verwendet werden¹:

- (a) Semenov-Modell, der Hauptwiderstand für den Wärmefluss liegt an der Grenzfläche, d. h. durch die Verpackung. Das Modell ist allgemein für homogene Flüssigkeiten anwendbar. Es kann ebenso für Feststoffe in einer Verpackung angewandt werden (ausgenommen sind IBCs);
- (b) Frank-Kamenetskii-Modell, der Hauptwiderstand für den Wärmefluss liegt in der Substanz selbst. Das Modell ist allgemein für Feststoffe in größeren Packstücken, IBCs oder Tanks anwendbar;
- (c) Thomas-Modell, der Wärmewiderstand liegt sowohl an der Grenzfläche als auch in der Substanz, es ist eine Kombination der beiden oben genannten Fälle;
- (d) Nicht-stationäre Modelle, z. B. Finite-Elemente-Methoden (FEM), oder Computational Fluidic Dynamics (CFD) kombiniert mit thermokinetischen Methoden.

28.1.2 Der Text ist in Verbindung mit den im Unterabschnitt 2.5.3.4 der Modellvorschriften angegebenen Vorschriften für eine Temperaturkontrolle anzuwenden.

28.1.3 Sowohl die SADT als auch die SAPT können durch Faktoren wie Alterung der Probe, Vorhandensein von Stabilisatoren oder Verunreinigungen in der Probe (das kann auch der Kontakt zwischen Substanz und Verpackungsmaterial sein) beeinflusst sein. Diese möglicherweise vorhandenen Einflussfaktoren sollten bei der Bewertung der Ergebnisse der SADT- oder SAPT-Bestimmung berücksichtigt werden.

28.2 Prüfverfahren

28.2.1 Die Prüfserie H umfasst Prüfungen und Kriterien, die die thermische Stabilität von Stoffen betrachten. Sie umfasst ebenso Prüfungen und Kriterien mit denen bestimmt werden kann, ob ein Stoff die Definition für einen selbstzersetzlichen oder polymerisierenden Stoff erfüllt.

¹ Referenzen: *N.N. Semenov, Z. Physik, 48, 1928, 571.*
D.A. Frank-Kamenetskii, Zhur. Fiz. Khim., 13, 1939, 738.
P.H. Thomas, Trans. Faraday Soc., 54, 1958, 60.

28.2.2 Jede der Prüfungen hat entweder die Lagerung bei einer festgesetzten Außentemperatur mit Beobachtung jeder einsetzenden Reaktion zum Gegenstand oder sie umfasst die Lagerung unter quasi-adiabatischen Bedingungen und die Messung der Wärmeproduktionsrate in Abhängigkeit von der Temperatur. Die in der Prüfsérie H enthaltenen Prüfverfahren werden in Tabelle 28.1 wiedergegeben. Jedes dieser aufgeführten Prüfverfahren ist auf feste Stoffe, flüssige Stoffe, Pasten und Dispersionen anwendbar.

Tabelle 28.1: PRÜFVERFAHREN FÜR PRÜFSERIE H

| Code | Prüfname | Abschnitt |
|------|---|-----------|
| H.1 | Vereinigte Staaten SADT/SAPT-Prüfung ^a | 28.4.1 |
| H.2 | Adiabatische Lagerprüfung (AST) ^b | 28.4.2 |
| H.3 | Isotherme Lagerprüfung (IST) ^b | 28.4.3 |
| H.4 | Wärmestaulagerungsprüfung ^c | 28.4.4 |

^a *Empfohlene Prüfung für Stoffe in Packstücken.*

^b *Empfohlene Prüfung für Stoffe in Packstücken, IBCs oder Tanks.*

^c *Empfohlene Prüfung für Stoffe in Packstücken, IBCs oder kleinen Tanks.*

Die Liste der Prüfungen ist nicht erschöpfend. Andere Prüfungen können angewendet werden, vorausgesetzt sie ergeben die korrekte SADT oder SAPT des Stoffes in der zum Einsatz vorgesehenen Verpackung.

28.2.3 Wenn eine Temperaturkontrolle erforderlich ist (siehe Tabelle 28.2), werden die Kontroll- und Notfalltemperaturen unter Verwendung der Tabelle 28.3 von der SADT oder der SAPT abgeleitet.

Tabelle 28.2: KRITERIEN FÜR DIE TEMPERATURKONTROLLE

| Art des Stoffes | Kriterium für Temperaturkontrolle |
|--|-----------------------------------|
| Selbstzersetzlicher Stoff | SADT ≤ 55 °C |
| Organisches Peroxid, Typ B und C | SADT ≤ 50 °C |
| Organisches Peroxid, Typ D, Mittlerer Effekt bei Erwärmung unter Einschluss ^a | SADT ≤ 50 °C |
| Organisches Peroxid, Typ D Niedriger oder kein Effekt bei Erwärmung unter Einschluss ^a | SADT ≤ 45 °C |
| Organisches Peroxid, Typ E und F | SADT ≤ 45 °C |
| Polymerisierender Stoff im Packstück oder IBC | SAPT ≤ 50 °C |
| Polymerisierender Stoff im ortsbeweglichen Tank | SAPT ≤ 45 °C |

^a *Bestimmt in Prüfsérie E, beschrieben im Prüfhandbuch, Teil II.*

Tabelle 28.3: ABLEITUNG VON KONTROLL- UND NOTTEMPERATUREN

| Art des Behälters | SADT/SAPT ^a | Kontrolltemperatur | Notfalltemperatur |
|-----------------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------|
| Einzelverpackungen und IBCs | ≤ 20 °C | 20 °C unter SADT/SAPT | 10 °C unter SADT/SAPT |
| | über 20 °C bis 35 °C | 15 °C unter SADT/SAPT | 10 °C unter SADT/SAPT |
| | über 35 °C | 10 °C unter SADT/SAPT | 5 °C unter SADT/SAPT |
| Ortsbewegliche Tanks | ≤ 45 °C | 10 °C unter SADT/SAPT | 5 °C unter SADT/SAPT |

^a D. h. die SADT/SAPT des Stoffes in seiner Verpackung.

28.2.4 Wird ein Stoff daraufhin geprüft, ob es sich um einen selbstzersetzlichen Stoff handelt, ist eine Prüfung der Prüfserie H oder eine geeignete Alternativprüfung durchzuführen, um zu bestimmen, ob seine SADT kleiner oder gleich 75 °C ist, wenn er in einem 50-kg-Packstück verpackt wird².

28.2.5 Wird ein Stoff daraufhin geprüft, ob es sich um einen polymerisierenden Stoff handelt, ist eine Prüfung der Prüfserie H oder eine geeignete Alternativprüfung durchzuführen, um zu bestimmen, ob seine SAPT in einem Packstück, einem IBC oder einem ortsbeweglichen Tank kleiner oder gleich 75 °C ist.

28.2.6 Die für größere Packstücke erzielten Ergebnisse sind auf kleinere Packstücke von ähnlichem Aufbau und Material anwendbar, vorausgesetzt, dass der Wärmeverlust pro Masseneinheit nicht kleiner ist als bei dem größeren Packstück.

28.3 Prüfbedingungen

28.3.1 Für organische Peroxide und selbstzersetzliche Stoffe ist vor der Bestimmung der SADT das Vorverfahren (siehe Abschnitt 20.3) durchzuführen und die Wirkung der Erwärmung unter Einschluss (Prüfserie E) zu bestimmen. **Sicherheitsvorkehrungen sind vorzunehmen, welche die Möglichkeit eines verhängnisvollen Versagens des Prüfgefäßes berücksichtigen. Gleiches trifft auf Gefahren zu, die von der Zündung sich bildender Brennstoff-Luft-Gemische und der Freisetzung giftiger Zersetzungsprodukte ausgehen. Stoffe, die detonationsfähig sind bzw. zur Detonation neigen, sind nur mit besonderen Vorsichtsmaßnahmen zu prüfen.**

28.3.2 Die ausgewählte Prüfung ist so durchzuführen, dass sie sowohl hinsichtlich der Verpackungsgröße als auch des Verpackungsmaterials repräsentativ ist. Bei Verpackungen aus Metall, IBCs oder Tanks kann es notwendig sein, eine repräsentative Menge des Metalls in die zu untersuchende Probe einzubeziehen, d. h. repräsentativ sowohl hinsichtlich des Metalls (der Metalle) als auch repräsentativ für die Kontaktfläche.

² Anmerkung BAM: D. h. für diese Prüfung ist von einem Wärmeverlust pro Masseneinheit auszugehen, der einem 50 kg-Packstück entspricht, unabhängig davon, ob der Stoff tatsächlich für kleinere oder größere Verpackungen vorgesehen ist.

28.3.3 Besondere Sorgfalt ist beim Umgang mit bereits geprüften Proben erforderlich, da Veränderungen eingetreten sein können, die den Stoff instabiler und empfindlicher gemacht haben. Geprüfte Proben sind nach der Prüfung so schnell wie möglich zu vernichten.

28.3.4 Proben, die bei einer bestimmten Temperatur geprüft wurden und offensichtlich nicht reagiert haben, können unter der Voraussetzung besonderer Sorgfalt, nochmals eingesetzt werden, allerdings nur für orientierende Voruntersuchungen. Für eine finale Bestimmung der SADT oder SAPT sind frische Proben zu verwenden.

28.3.5 Wenn nicht das vollständige Packstück geprüft wird, sollte der Kennwert für den Wärmeverlust, der für die Bestimmung der SADT oder der SAPT verwendet wird, repräsentativ für das Packstück, den IBC oder den Tank sein. Für alle Varianten von Packstücken bis 50 kg Feststoff oder 200 kg/225 l Flüssigkeit und für IBCs bis zu 1250 l Flüssigkeit ist ein Standardwert für den Wärmeverlust pro Masseinheit in Tabelle 28.4 angegeben. Für andere Packstücke, IBCs oder Tanks muss der tatsächliche Wärmeverlust pro Masseinheit bestimmt werden. Dies gilt auch, wenn der Wärmeverlust pro Masseinheit für eine Verpackung und deren Kapazität, wie sie in der Tabelle 28.4 aufgeführt ist, von den Standardwerten abweicht. In diesen Fällen kann der Wärmeverlust pro Masseinheit des Packstücks, IBCs oder Tanks durch Berechnung bestimmt werden. Zu berücksichtigen ist dabei die Substanzmenge, die Dimensionen des Packstückes, die Wärmeleitung im Stoff, die Wärmeleitung in der Verpackung und der Wärmeübergang an der Außenseite der Verpackung in die Umgebung (siehe Bemerkung). Der Wärmeverlust pro Masseinheit kann auch durch Messen der Halbwertszeit bei Abkühlung des mit dem Stoff oder mit einem anderen Stoff mit ähnlichen physikalischen Eigenschaften gefüllten Packstückes bestimmt werden. Der Wärmeverlust pro Masseinheit L (W/kg·K) kann aus der Halbwertszeit bei Abkühlung $t_{1/2}$ (s) und der spezifischen Wärme C_p (J/kg·K) des Stoffes unter Verwendung der nachfolgenden Formel errechnet werden:

$$L = \ln 2 \times \left(\frac{C_p}{t_{1/2}} \right)$$

BEMERKUNG: Für Berechnungen kann ein Wärmedurchgangskoeffizient (z. B. für den Wärmefluss von der Außenseite der Verpackung in die Umgebung) von $5 \text{ W/m}^2\text{K}$ verwendet werden.

28.3.6 Die Halbwertszeit bei Abkühlung kann durch Messung der Zeitspanne, in der sich die Temperaturdifferenz zwischen der Probe und seiner Umgebung um einen Faktor 2 verringert, bestimmt werden. Beispielsweise kann bei flüssigen Stoffen die Verpackung mit Silikonöl (Dichte $0,96 \text{ g/l} \pm 0,02 \text{ g/l}$ bei $20 \text{ }^\circ\text{C}$ und Wärmekapazität $1,46 \text{ J/g}\cdot\text{K} \pm 0,02 \text{ J/g}\cdot\text{K}$ bei $20 \text{ }^\circ\text{C}$) oder mit Dimethylphthalat gefüllt und auf ungefähr $80 \text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt werden. Es sollte kein Wasser verwendet werden, da durch Verdampfung/Kondensation fehlerhafte Ergebnisse erzielt werden können. Für Feststoffe kann das Packstück z. B. mit schwerem Soda (Natriumcarbonat mit einer Schüttdichte größer 1 g/cm^3) gefüllt werden und auf ca. $80 \text{ }^\circ\text{C}$ aufgeheizt werden. Das Temperaturgefälle wird in der Mitte des Packstückes über den Temperaturbereich, der die erwartete SADT oder SAPT einschließt, gemessen.

Für die Skalierung kann es notwendig sein, die Temperatur des Stoffes und der Umgebung kontinuierlich aufzuzeichnen und dann eine lineare Regression anzuwenden, um die Koeffizienten der folgenden Gleichung zu erhalten:

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

| | | |
|--------|----------------|--|
| wobei: | T | = Temperatur im Stoff (°C); |
| | T _a | = Umgebungstemperatur (°C); |
| | c ₀ | = ln{anfängliche Temperatur im Stoff- anfängliche Umgebungstemperatur}; und |
| | c | = L/C _p ; |
| | t | = Zeit (s). |

28.3.7 Standardwerte für den Wärmeverlust von Packstücken, IBCs and Tanks werden in Tabelle 28.4 aufgeführt. Der tatsächliche Wärmeverlustwert einer Verpackung ist abhängig von seiner geometrischen Form, der Wandstärke, der Oberflächenbeschichtung usw..

Tabelle 28.4: WÄRMEVERLUST PRO MASSENEINHEIT VON PACKSTÜCKEN, IBCs UND TANKS

| Art des Behälters | Normale Kapazität Masseneinheit, L | Wärmeverlust pro (mW/K·kg) ^a |
|-----------------------------|---------------------------------------|--|
| <i>Für flüssige Stoffe:</i> | | |
| Packstücke | bis 200 kg/225 l | 40 ^b |
| Packstücke | größer als 200 kg/225 l | kein Standardwert ^c |
| IBCs | bis 1250 l | 30 |
| IBCs | größer als 1250 l | kein Standardwert ^c |
| Tanks | - | kein Standardwert ^c |
| <i>Für feste Stoffe</i> | | |
| Packstücke | bis 50 kg | 30 ^b |
| Packstücke | größer als 50 kg | kein Standardwert ^c |
| IBCs | - | kein Standardwert ^c |
| Tanks | - | kein Standardwert ^c |

^a Der Wärmeverlust des im H.4-Test verwendeten Dewars sollte so gut als möglich dem in der Tabelle gelisteten Wert entsprechen.

^b Wenn die SADT im Sinne eines Ausschlusskriteriums oder für die Klassifizierung bestimmt wird, wobei in diesen Fällen die SADT auf ein 50 kg-Packstück zu beziehen ist, ist ein Wert von 60 mW/K·kg für Flüssigkeiten und ein Wert von 30 mW/kg·K für feste Stoffe zu verwenden. Das trifft zu, wenn die SADT verwendet wird, um einen neuen Stoff von der Unterklasse 4.1 Selbstzersetzliche Stoffe auszuschließen (siehe 20.2.1(e)) und es trifft auch zu, wenn ein Stoff als Selbstzersetzlicher Stoff Typ G (siehe 20.4.2(g)) oder als Organisches Peroxid Typ G (siehe 20.4.3 (g)) klassifiziert wird.

^c Der Wert ist für die vorliegende Konfiguration zu bestimmen.

28.4 Beschreibungen der Prüfungen zur Prüfserie H

28.4.1 Prüfung H.1: Vereinigte Staaten SADT/SAPT-Prüfung

28.4.1.1 *Einleitung*

Dieses Prüfverfahren bestimmt die minimale konstante Temperatur der Luftumgebung, bei der für einen Stoff in einer spezifischen Verpackung eine selbstbeschleunigende Zersetzung oder Polymerisation auftritt. Verpackungen bis zu 225 Litern können mit diesem Prüfverfahren geprüft werden. Zusätzlich kann ein Hinweis auf die Explosionsgefahr aus der Zersetzungsreaktion erhalten werden.

28.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

28.4.1.2.1 Die Prüfsubstanz und die Verpackung sollten repräsentativ für die beabsichtigte kommerzielle Nutzung sein. Die Verpackung stellt einen wesentlichen Teil der Prüfung dar.

28.4.1.2.2 Das Prüfgerät besteht aus einer Prüfkammer, in der die Luft, die das zu prüfende Packstück umgibt, für eine Zeitspanne von wenigstens zehn Tagen bei einer konstanten Temperatur gehalten werden kann.

28.4.1.2.3 Die Prüfkammer sollte so gestaltet sein, dass:

- (a) sie gut isoliert ist;
- (b) eine konstante Lufttemperatur mit einer Abweichung von ± 2 °C zur geforderten Temperatur durch eine temperierte, kontrollierte Luftzirkulation eingehalten wird; und
- (c) der minimale Abstand des Packstücks von der Wand in alle Richtungen 100 mm beträgt.

Jede Art Ofen kann verwendet werden, vorausgesetzt, die Erfordernisse an die Temperaturkontrolle werden erfüllt und eine Entzündung von Zersetzungsprodukten wird vermieden. Beispiele für Öfen, die für kleine bzw. für große Packstücke geeignet sind, werden unten beschrieben.

28.4.1.2.3.1 Beispiel 1

Ein Ofen für kleine Packstücke kann aus einem oben offenen 220-L-Stahlfass konstruiert werden. Darin können Packstücke bis zu einer Kapazität von 25 Litern aufgenommen werden. Einzelheiten der Konstruktion werden in Abbildung 28.4.1.1 dargestellt. Größere Packstücke können geprüft werden, sofern zwischen dem Versandstück und der Ofenwand ein Abstand von 100 mm eingehalten wird.

28.4.1.2.3.2 Beispiel 2

Ein nicht wieder verwendbarer Ofen für große Packstücke kann aus 50 mm x 100 mm Kanthölzern, die einen würfelförmigen Rahmen mit 1,2 m Seitenlänge bilden, gebaut werden. Der Rahmen ist innen und außen mit 6 mm dicken, wasserfesten Sperrholzplatten verkleidet und allseitig mit 100 mm Glaswolle isoliert. Details der Konstruktion sind in Abbildung 28.4.1.2 dargestellt. Eine Seite des Rahmens soll mittels

Scharnieren zu öffnen sein, um das Be- und Entladen der zu untersuchenden Packstücke zu ermöglichen. Der Boden soll mit hochkant gestellten 50 mm x 100 mm Kanthölzern in einem Abstand von 200 mm, gerechnet jeweils von der Kantholzmitte, versehen werden, um das Packstück in entsprechendem Abstand über dem Boden zu halten und eine ungehinderte Luftzirkulation um das Versandstück zu gewährleisten. Diese Kanthölzer sollen senkrecht zur Tür verlaufen, damit mit einem Gabelstapler die Packstücke (Fässer) bewegt werden können. Ein Umwälzlüfter sollte an der Seite, die der Tür gegenüber liegt, angebracht werden. Der Luftstrom sollte von einer oberen Ecke des Ofens zu der diagonal gegenüber in der unteren Ecke liegenden Abblasöffnung führen. Für die Erwärmung der Luft ist ein elektrischer Heizkörper von 2,5 kW geeignet. Thermolemente sind in der Luftansaug- und -auslassleitung zu platzieren, ebenso wie im oberen, mittleren und unteren Raum des Ofens. Für Stoffe mit einer SADT oder SAPT unterhalb der Umgebungstemperatur ist die Prüfung in einer Kühlkammer durchzuführen oder Trockeneis ist für die Kühlung des Ofens zu verwenden.

28.4.1.2.3.3 Beispiel 3

Für Versuche, die bei Temperaturen bis zu 75 °C durchgeführt werden sollen, kann eine doppelwandige Metallkammer (der minimale Abstand zwischen Packstück und Wand muss 100 mm betragen) verwendet werden. Durch den Doppelmantel zirkuliert eine Wärmeträgerflüssigkeit, deren Temperatur durch einen Thermostat geregelt ist. Die Versuchskammer ist lose mit einer isolierten Abdeckung (z. B. mit einer 10 mm dicken PVC-Platte) verschlossen. Die gewünschte Temperatur darf für eine flüssige, inerte Probe nicht mehr als ± 2 K innerhalb von 10 Tagen abweichen.

28.4.1.2.4 Das Packstück ist mit einer Thermohülse auszustatten, die das Thermolement oder ein Widerstandsthermometer (RTD) mittig im Packstück positioniert. Die Thermohülse kann aus Glas, Edelstahl oder einem anderen Material hergestellt sein, sollte aber in einer Form eingeführt sein, welche die Festigkeit des Versandstücks oder die Entlüftungskapazität nicht verringert.

28.4.1.2.5 Das Equipment zum kontinuierlichen Messen und Aufzeichnen der Temperatur ist vor Feuer und Explosionsgefahren zu schützen.

28.4.1.2.6 Die Prüfungen sind in einem Bereich durchzuführen, der adäquaten Schutz vor Feuer, Explosionsgefahren und giftigen Gasen bietet. Ein Sicherheitsabstand von z. B. 90 m von öffentlichen Straßen und bewohnten Gebäuden wird empfohlen. Sollten giftige Gase auftreten, können größere Sicherheitsabstände notwendig sein.

28.4.1.3 Prüfverfahren

28.4.1.3.1 Das Packstück wird gewogen. In das zu prüfende Packstück wird ein Thermolement oder ein Widerstandsthermometer so eingesetzt, dass die Temperatur in der Mitte der Probe überwacht werden kann. Wenn die geforderte Ofentemperatur unterhalb der Umgebungstemperatur ist, wird der Ofen eingeschaltet und das Innere des Ofens wird auf die geforderte Temperatur gekühlt, bevor das Packstück hineingesetzt wird. Wenn die erforderliche Ofentemperatur gleich oder oberhalb der Umgebungstemperatur ist, wird das Packstück bei Umgebungstemperatur in den Ofen eingesetzt und der Ofen dann eingeschaltet. Der minimale Abstand zwischen dem Packstück und den Seiten des Ofens sollte 100 mm betragen.

28.4.1.3.2 Die Probe wird erwärmt und die Temperatur der Probe und der Prüfkammer werden kontinuierlich überwacht. Es wird die Zeit notiert, bei der die Probe eine Temperatur von 2 °C unter der Temperatur der Prüfkammer erreicht. Die Prüfung wird für weitere sieben Tage fortgesetzt oder, falls dies vorher geschieht, bis zum Zeitpunkt bei dem die Probentemperatur die Temperatur der Prüfkammer um 6 °C oder mehr überschreitet.

28.4.1.3.3 Wenn die Prüfung beendet ist, wird die Probe abgekühlt und aus der Prüfkammer entfernt. Die Temperaturänderung über die Zeit wird aufgezeichnet. Wenn das Packstück unversehrt ist, wird der prozentuale Massenverlust vermerkt und jede Veränderung in der Zusammensetzung notiert. Die Probe wird so schnell wie möglich vernichtet.

28.4.1.3.4 Wenn die Temperatur der Probe die Ofentemperatur nicht um 6 °C oder mehr übersteigt, wird die Prüfung mit einer neuen Probe in einem Ofen mit einer um 5 °C höheren Temperatur wiederholt. Die SADT oder die SAPT wird als die niedrigste Ofentemperatur definiert, bei der die Probentemperatur die Ofentemperatur um 6 °C oder mehr überschreitet. Wenn geprüft wird, ob für den Stoff eine Temperaturkontrolle notwendig ist, sind ausreichend Versuche durchzuführen, um die SADT auf 5 °C genau zu bestimmen bzw. es sind ausreichend Versuche durchzuführen, um zu bestimmen, ob die SADT bzw. die SAPT größer ist als die in Tabelle 28.2 für die Art des Stoffes angegebene Temperatur.

Wird ein Stoff darauf geprüft, ob er das SADT-Kriterium für einen selbstzersetzlichen Stoff erfüllt, sind ausreichend Versuche durchzuführen, um festzustellen, ob die SADT für ein Packstück von 50 kg 75 °C ist oder ob sie kleiner als 75 °C ist. Wird ein Stoff darauf geprüft, ob er das SAPT-Kriterium für einen polymerisierenden Stoff erfüllt, sind ausreichend Versuche durchzuführen, um festzustellen, ob die SAPT im verwendeten Packstück 75 °C ist oder ob sie kleiner als 75 °C ist.

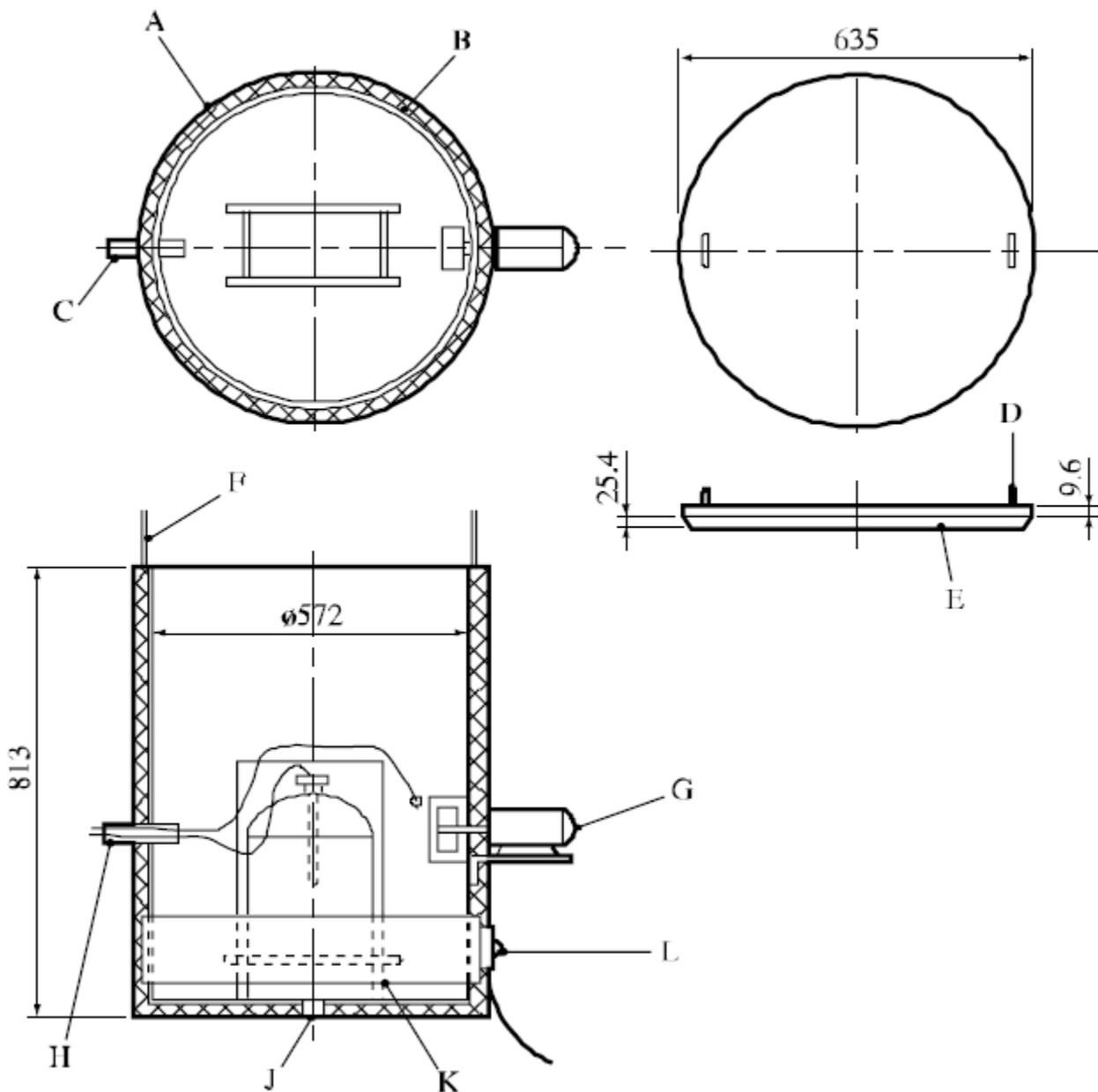
28.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

28.4.1.4.1 Die SADT oder die SAPT wird als die niedrigste Temperatur festgelegt, bei der die Probentemperatur die Ofentemperatur um 6 °C oder mehr übersteigt. Wenn die Probentemperatur die Ofentemperatur in keinem der Versuche um 6 °C oder mehr übersteigt, ist festzuhalten, dass die SADT oder die SAPT höher ist als die höchste verwendete Ofentemperatur.

28.4.1.5 *Ergebnisbeispiele*

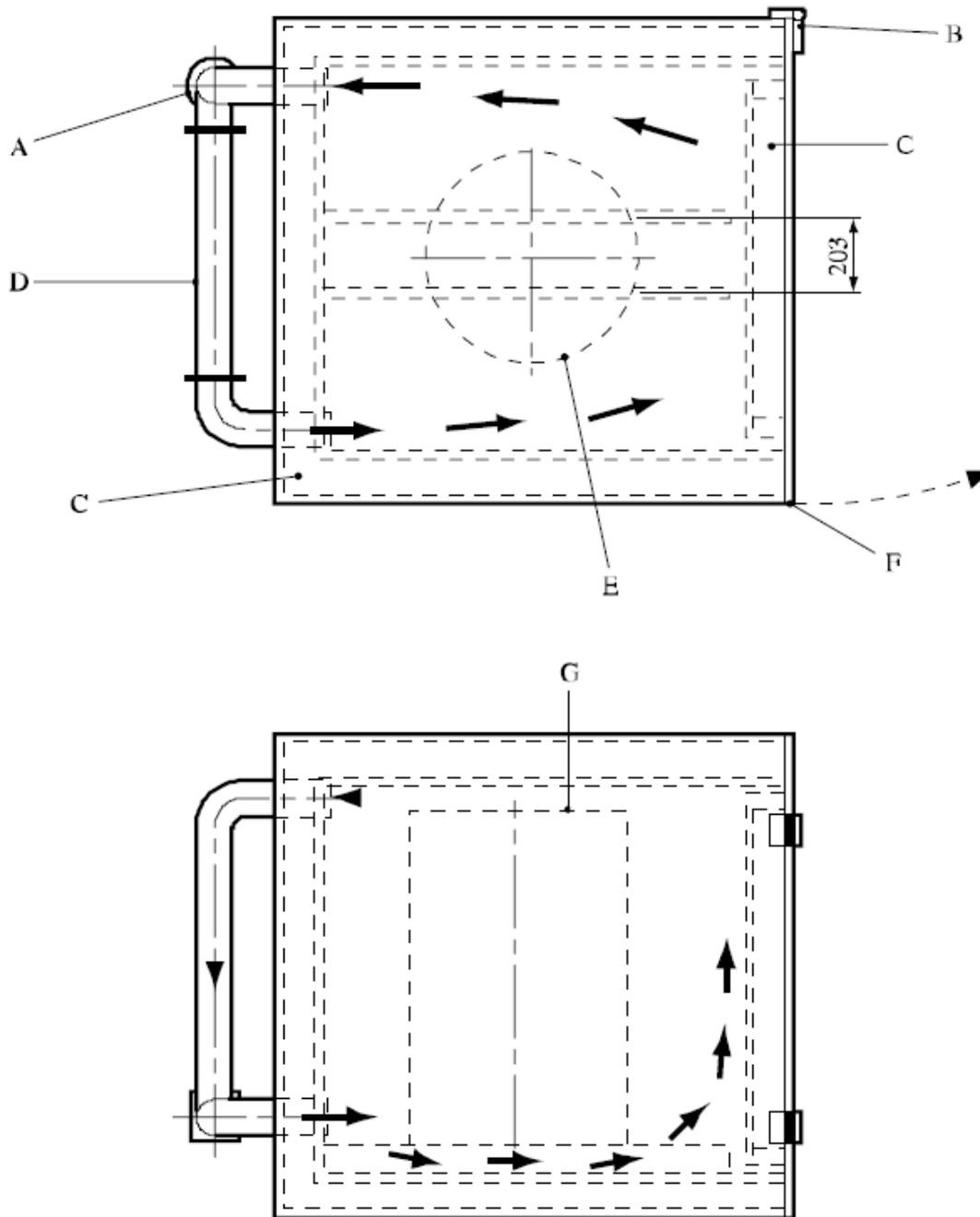
| Stoff | Probenmasse (kg) | Verpackung | SADT/SAPT (°C) |
|--|-----------------------------|---------------------|---------------------------|
| tert-Amylperoxybenzoat | 18,2 | 6HG2, 22,8 Liter | 65 |
| tert-Butylperoxyacetat (60 %) | 7,2 | 6HG2, 22,8 Liter | 75 |
| Dibenzoylperoxid | 0,45 | 1G | 70 |
| Di-(4-tert-butylcyclohexyl)- peroxydicarbonat | 43 | 1G | 40 |
| 2,5-Diethoxy-4-morpholinobenzen- diazonium-zinkchlorid (66 %) | 30 | 1G, 50 Liter | 50 |
| 2-(N-Ethoxycarbonyl-N- phenylamino)-3-methoxy- 4-(N-methyl-N-cyclohexyl-amino)- benzediazodium-zinkchlorid (62 %) | 10 | 6HG1, 25 Liter | 50 |
| Didecanoylperoxid, technisch rein | 20 | 1G | 40 |
| 2,2'-Azodi-(isobutyronitril) | 50 | 1G | 50 |

Abbildung 28.4.1.1: OFEN FÜR KLEINE PACKSTÜCKE (Beispiel 1)



- | | | | |
|-----|--------------------------------|-----|-----------------------------|
| (A) | Isolierung 25 mm dick | (B) | Oben offenes 220-Liter-Fass |
| (C) | 19-mm-Rohr | (D) | 9,6 mm Bolzen zum Fixieren |
| (E) | Isolierung auf dem Stahldeckel | (F) | 3-mm-Kontrollkabel |
| (G) | Ventilator | (H) | Thermoelemente und Regler |
| (J) | Abfluss | (K) | 25-mm-Winkelstand |
| (L) | 2-kW-Fasheizung | | |

**Abbildung 28.4.1.2: OFEN FÜR GROSSE PACKSTÜCKE
(Draufsicht und Seitenansicht) (Beispiel 2)**



- | | | | |
|-----|------------------------------|-----|----------------|
| (A) | Ventilator | (B) | Scharniere (2) |
| (C) | Isolierung | (D) | Heizung |
| (E) | Fass | (F) | Verriegelung |
| (G) | Fass (z. B. 0,58 m x 0,89 m) | | |

28.4.2 Prüfung H.2: Adiabatische Lagerprüfung (AST)

28.4.2.1 Einleitung

28.4.2.1.1 Dieses Prüfverfahren bestimmt die Wärmeproduktionsgeschwindigkeit eines reagierenden Stoffes in Abhängigkeit von der Temperatur. Die gewonnenen Werte für die Wärmeentwicklung werden zusammen mit dem für das Packstück charakteristischen Wärmeverlustwert betrachtet, um die SADT oder SAPT eines Stoffes in seiner Verpackung zu bestimmen. Dieses Prüfverfahren ist für jeden Verpackungstyp, eingeschlossen IBCs und Tanks, geeignet. Es gibt zwei Varianten der adiabatischen Lagerprüfung:

- (a) Offene Variante: Ein Dewar, der in einem Ofen steht, wird verwendet. Dieser Versuchsaufbau verwendet eine Kapillare um einen Druckaufbau zu verhindern und ein Kühlsystem, um den Temperaturanstieg infolge eines thermischen Runaways zu begrenzen.
- (b) Geschlossene Variante: Ein Versuchsgefäß (z. B. ein Dewar oder ein dünnwandiges Versuchsgefäß) wird in einen Autoklaven gestellt, der sich in einem Ofen befindet. In diesem Fall wird die Druckfreisetzung in die Umgebung während des Versuches durch den Autoklav verhindert.

28.4.2.1.2 Der kleinste, mit dieser Methode detektierbare Temperaturanstieg hängt von den Eigenschaften der Probe ab. Im Allgemeinen korrespondiert er mit einer Wärmeproduktionsgeschwindigkeit von 15 mW/kg. Bei der offenen Versuchsvariante ist die obere Grenze des detektierbaren Temperaturanstieges durch die Kühlkapazität des Kühlsystems festgelegt, die noch eine sichere Abkühlung der Probe erlaubt (bis zu 500 W/kg wenn Wasser als Kühlmedium verwendet wird). Bei der geschlossenen Versuchsvariante kann diese Grenze vernachlässigt werden, wenn der Versuch in einem Hochdruck-Autoklav durchgeführt wird. Der maximal zugelassene Fehler bei der Bestimmung der Wärmeproduktionsrate ist 30 % bei 15 mW/kg und 10 % im Bereich von 100 mW/kg bis 10 W/kg. Die Nachweisgrenze des adiabatischen Tests sollte geeignet sein, den Wärmeverlust des betrachteten Packstückes (z. B. 100 mW/kg bis 500 mW/kg für $L = 60 \text{ mW/K}\cdot\text{kg}$) abzubilden. Wenn die im adiabatischen Versuch bestimmte Wärmeproduktionsgeschwindigkeit über einen größeren Bereich extrapoliert werden muss, wird empfohlen, die Daten mit zusätzlichen isothermen Tests zu überprüfen.

28.4.2.1.3 Bei der offenen Variante der adiabatischen Lagerprüfung kann eine Explosion eintreten, wenn die Kühlung zu einem Zeitpunkt aktiviert wird, bei dem die Wärmeproduktionsgeschwindigkeit bereits die Kühlkapazität des Systems übersteigt. Bei der geschlossenen Variante der adiabatischen Lagerprüfung kann eine Explosion zum Bersten des Autoklavs oder zum Aufreißen angeschlossener Leitungen und Armaturen führen. **Um mögliche Gefährdungen durch eine Explosion und durch eine mögliche nachfolgend auftretende Gasexplosion der Zersetzungsprodukte (Sekundär-explosion) auf ein Minimum zu reduzieren, ist der Prüfstandort sorgfältig auszuwählen.**

28.4.2.2 Prüfgeräte und Materialien

28.4.2.2.1 Offene Variante

Das Prüfgerät besteht aus einem Dewar-Glasgefäß (maximal 3 Liter), welches die Probe aufnimmt, einem isolierten Ofen mit einer Differenzregelung, um eine Abweichung der Ofen- gegenüber der Proben-temperatur von 0,1 °C einzuhalten, und einer Abdeckung für

das Dewar-Gefäß aus inertem Material. In besonderen Fällen müssen Probengefäße aus einem anderen Material als Glas verwendet werden. Eine Heizschlange und ein Kühlrohr aus inertem Material führen durch den Deckel in die Probe. Einem Druckaufbau im Dewar-Gefäß wird durch einen ausreichend langen Kapillarschlauch aus einem inertem Material (z. B. ein 2 m langer PTFE-Kapillarschlauch), der durch die isolierte Abdeckung führt, vorgebeugt. Für die Erwärmung des Stoffes im Dewar auf eine vorher ausgewählte Temperatur oder für die Kalibrierung wird ein Heizgerät mit konstanter Heizleistung verwendet. Die Erwärmung im Dewar und die Kühlung können bei festgesetzten Temperaturen automatisch abgebrochen oder eingeleitet werden. Zusätzlich zum Kühlsystem wird eine sekundäre Sicherheitsvorrichtung verwendet, um die Stromversorgung des Ofens bei einer festgesetzten Temperatur zu unterbrechen. Eine schematische Zeichnung eines offenen Prüfgerätes wird in Abbildung 28.4.2.1 dargestellt.

28.4.2.2.2 Geschlossene Variante

28.4.2.2.2.1 Das Prüfgerät besteht aus einem geeigneten inertem Gefäß (z. B. einem Dewar oder einer dünnwandigen Testzelle) zur Aufnahme der Probe, einem Hochdruck-Autoklav und einem isolierten Ofen, der mit einer Differenztemperaturregelung ausgestattet ist. Die Verwendung von dünnwandigen Testzellen erfordert den Einsatz eines Druckregelsystems, um den Druck zwischen Zellinnerem und der äußeren Umgebung (Autoklav) auszugleichen.

28.4.2.2.2.2 Der Phi-Faktor (Summe der Wärmekapazität des Probengefäßes und der Probe, geteilt durch die Wärmekapazität der Probe) des Aufbaus sollte bekannt sein und bei der Auswertung der Messergebnisse berücksichtigt werden. Für den Versuch sollte eine passende Kombination von Phi-Faktor, Isolierung und Probenmenge gewählt werden. Die Wärmeverluste der Apparatur und die Empfindlichkeit des Systems sollten ebenso berücksichtigt werden. Eine inerte Heizwendel kann direkt in die Probe eingesetzt werden. Zusätzlich zum Einsatz eines Hochdruck-Autoklaven wird eine sekundäre Sicherheitseinrichtung verwendet, um die Stromversorgung zum Ofen bei einer festgesetzten Temperatur zu unterbrechen.

28.4.2.2.2.3 Die geschlossene Variante der adiabatischen Lagerprüfung wird bevorzugt, wenn Stoffe untersucht werden, die bei der angewandten Temperatur höhere Dampfdrücke besitzen. Mit diesem Testaufbau kann einem Masseverlust aufgrund der Verdampfung des Stoffes vorgebeugt werden. Ebenso wird mit dem Testaufbau einem Masseverlust vorgebeugt, wenn sich ein Stoff mit einem heftigen Druckaufbau zersetzt (bei Verwendung der offenen Variante würde der isolierte Deckel des Aufbaus weggeschleudert oder die Probe aus dem Probengefäß ausgetragen werden). Nach Beendigung des Versuches ist die Probe auszuwiegen, um eventuelle Masseverluste festzustellen. Undichtigkeiten im Geräteaufbau und die daraus resultierende Kühlung durch Verdampfung können zu einem signifikanten Verlust der Empfindlichkeit des Tests und zu erheblichen Fehlern im Ergebnis führen. Ob eine offene Testvariante geeignet ist, kann anhand des gemessenen Masseverlustes eingeschätzt werden.

28.4.2.2.3 Die Temperatur des Stoffes wird in dessen Zentrum mit Hilfe von Thermoelementen oder Platin-Widerstandsthermometern (RTD), die in einem Stahl- oder Glasrohr platziert sind, gemessen. Die Temperatur der Umgebung wird auf gleicher Höhe wie die Proben temperatur gemessen. Dazu werden ebenfalls Thermoelemente oder Platin-Widerstandsthermometer verwendet. Eine kontinuierliche Temperaturmessung und -aufzeichnung sind erforderlich, um die Temperatur im Stoff und die Temperatur (der Luft) im Ofen zu überwachen. Diese Vorrichtung ist vor Feuer und Explosion zu schützen. Für Stoffe mit einer SADT oder SAPT unterhalb der Umgebungstemperatur, ist die Prüfung mit einer wirksamen Kühlung durchzuführen.

28.4.2.3 Prüfverfahren

28.4.2.3.1 Validierungsverfahren

(a) Das Validierungsverfahren A ist wie folgt:

(i) Fülle das Dewargefäß mit einem geeigneten anorganischen Salz, das möglichst ähnliche physikalische Eigenschaften wie die Testsubstanz besitzt (z. B. Natriumchlorid oder schweres Soda). Alternativ kann auch ein Öl mit bekannter spezifischer Wärmekapazität bei der interessierenden Temperatur (z. B. Silikonöl, Dichte $0,96 \text{ g/cm}^3 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ bei $20 \text{ }^\circ\text{C}$; Wärmekapazität $1,46 \text{ J/g}\cdot\text{K} \pm 0,02 \text{ J/g}\cdot\text{K}$ bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$) eingesetzt werden.

(ii) Der Dewar wird in die Haltevorrichtung des Ofens eingesetzt. Die für die Validierung verwendete Substanz wird dann in $20 \text{ }^\circ\text{C}$ -Schritten unter Verwendung des internen Heizsystems bei einer bekannten Heizleistung, z. B. $0,333 \text{ W}$ oder $1,000 \text{ W}$, erwärmt. Die Wärmeverluste werden bei $40 \text{ }^\circ\text{C}$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$, $80 \text{ }^\circ\text{C}$ und $100 \text{ }^\circ\text{C}$ bestimmt.

(iii) Die Daten werden genutzt, um die Wärmekapazität des Dewar-Gefäßes und des Prüfaufbaus unter Verwendung des in 28.4.2.4 wiedergegebenen Verfahrens zu bestimmen.

(b) Das Validierungsverfahren B ist wie folgt:

(i) Um das Validierungsverfahren B durchzuführen, muss der Prüfaufbau gut charakterisiert sein (z. B., indem Validierungsverfahren A zuerst durchgeführt wird).

(ii) Der Prüfaufbau muss unter Nutzung der unter 28.4.2.4 beschriebenen Methode mit mindestens zwei Standardstoffen oder Standardgemischen validiert sein. Geeignete Standards sind eine Lösung von Dicumylperoxid in Ethylbenzol³ (40:60 % w/w, SADT bei einem Wärmeverlust von 60 mW/K kg ist $90 \text{ }^\circ\text{C}$), oder irgendeine andere Substanz, die in den Ergebnistabellen im Kapitel 28 aufgeführt sind.

28.4.2.3.2 Prüfverfahren

Das Prüfverfahren ist wie folgt:

(a) Fülle das Dewar-Gefäß/die Testzelle mit einer abgewogenen Probe, einschließlich einer repräsentativen Menge an Verpackungsmaterial (wenn notwendig), und setze es im Ofen in die für das Gefäß vorgesehene Halterung ein.

³ Referenz: *S. Dürrstein; C. Kappler; I. Neuhaus; M. Malow; H. Michael-Schulz; M. Gödde, 2016, Modell-based prediction of the adiabatic induction period and SADT of dicumyl peroxide solution and comparison to large-scale experiments performed using 216.5-liter barrels in the H.1 test, Chemical Engineering Transactions, 48, 475-480.*

- (b) Starte die Temperaturaufzeichnung und erhöhe dann die Probentemperatur auf eine vorgegebene Temperatur, bei der eine erkennbare Selbsterhitzung auftreten kann. Die spezifische Wärme des Stoffes kann entweder aus dem Temperaturanstieg, der Heizzeit und der Heizleistung errechnet oder durch eine andere geeignete kalorimetrische Testmethode vorab bestimmt werden.
- (c) Erwärme die Probe auf die vorgesehene Temperatur, behalte die Ofentemperatur bei und zeichne die Probentemperatur auf. Wenn keine Temperaturerhöhung aufgrund einer Selbsterwärmung nach der temperaturmäßigen Gleichgewichtseinstellung des Systems zu beobachten ist (z. B. innerhalb von 24 Stunden bei einem offenen System), erhöhe die Temperatur um 5 °C. Wiederhole diese Vorgehensweise, bis eine Selbsterwärmung beobachtet wird.

Bei Verwendung der geschlossenen Variante kann mit einer Heizleistung < 0,5 W/kg so lange aufgeheizt werden, bis eine Selbsterwärmung detektiert wird. Die auf die Masse normierte Heizleistung sollte kleiner sein als die Detektionsgrenze für die Selbsterwärmung des Testaufbaus oder des Autoklavs.

- (d) Wird eine Selbsterwärmung beobachtet, darf sich die Probe unter adiabatischen Bedingungen so lange selbst erwärmen, bis die maximale Ofentemperatur erreicht ist oder bis zu einer vorab festgelegten Temperatur, bei der die Kühlung aktiviert wird;

Bei Verwendung der offenen Variante sollte diese Temperatur so gesetzt werden, dass die Wärmeproduktionsgeschwindigkeit nicht die Kühlkapazität des Systems übersteigt;

Bei der geschlossenen Variante ist diese Temperatur gewöhnlicherweise die vorher festgelegte maximale Temperatur des Ofens. Es ist nicht ausgeschlossen, dass die Probentemperatur unter nicht adiabatischen Bedingungen diese Temperatur übersteigen kann.

28.4.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

28.4.2.4.1 Berechne die Geschwindigkeit des Temperaturabfalles A (K/h) im Dewar-Gefäß für die unterschiedlichen Temperaturen, die im Validierungsverfahren verwendet wurden. Zeichne eine Kurve durch diese Werte, um die Geschwindigkeit des Temperaturabfalls bei einer anderen als im Kalibrierverfahren verwendeten Temperatur zu bestimmen.

28.4.2.4.2 Berechne die Wärmekapazität, H (J/K), des Dewar-Gefäßes unter Verwendung der Formel:

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

- wobei: E_1 = Verwendete Leistung der internen Heizung (W)
 A = Geschwindigkeit des Temperaturabfalls bei Berechnungstemperatur (K/h)

- B = Anstieg der Temperaturkurve (die bei der Aufheizung der bei der Validierung eingesetzten Substanz beobachtet wird) bei Berechnungstemperatur (K/h)
- M₁ = Masse der für die Validierung eingesetzten Substanz (kg)
- C_{p1} = Spezifische Wärme der für die Validierung eingesetzten Substanz (J/kg K)

28.4.2.4.3 Bestimme den Wärmeverlust K (W) unter Verwendung von:

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

bei jeder geforderten Temperatur und zeichne eine Kurve durch diese Werte.

28.4.2.4.4 Berechne die spezifische Wärme C_{p2} (J/kg·K) des Stoffes unter Verwendung von:

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

- wobei: E₂ = Verwendete Leistung der internen Heizung (W)
- C = Anstieg der Heizkurve (die bei Verwendung der Probe beobachtet wird) bei der Berechnungstemperatur (K/h)
- M₂ = Probenmasse (kg)

28.4.2.4.5 Berechne die Wärmeentwicklung Q_T (W/kg) des Stoffes in Abständen von 5 °C unter Verwendung folgender Formel für jede Temperatur:

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

- wobei: D = Anstieg der Kurve während der Selbsterhitzung bei der Berechnungstemperatur (K/h)

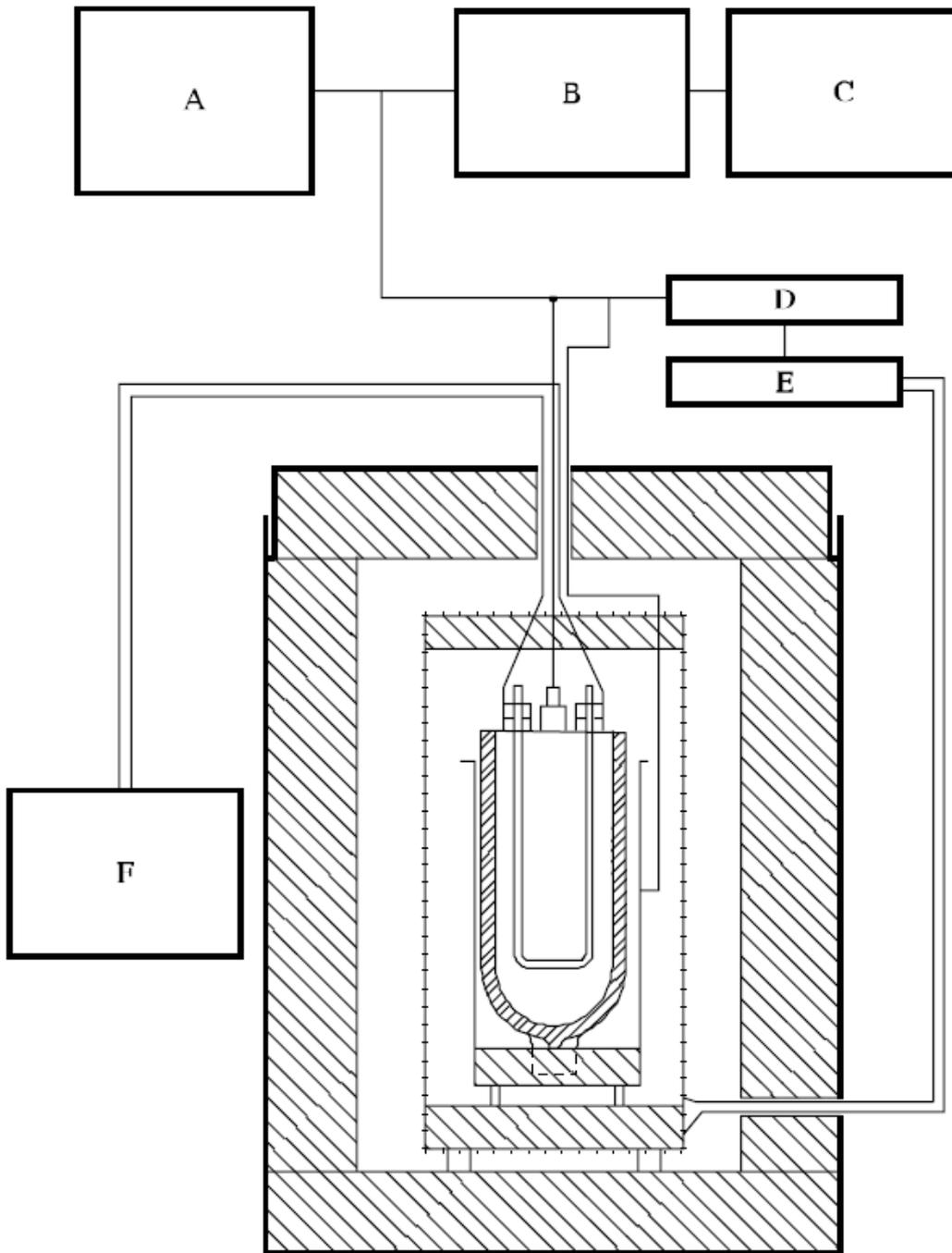
28.4.2.4.6 Zeichne die errechneten Wärmeentwicklungsraten pro Masseneinheit (Q_T) als Funktion der Temperatur in ein Diagramm mit linearer Skalierung und lege eine Ausgleichskurve durch diese Punkte. Bestimme die Wärmeverluste pro Masseneinheit L (W/K·kg) für das spezifische Packstück, den IBC oder Tank (siehe 28.3.5). Zeichne anschließend eine Gerade mit dem Anstieg L tangential an die Wärmeentwicklungskurve. Der Schnittpunkt der Geraden mit der Abszisse ist die kritische Umgebungstemperatur, d. h. die höchste Temperatur, bei welcher der Stoff, so wie er verpackt ist, keine selbstbeschleunigende Zersetzung zeigt. Die SADT oder SAPT ist die kritische Umgebungstemperatur (°C), aufgerundet auf das nächsthöhere Vielfache von 5 °C. Ein Beispiel ist in Abbildung 28.4.2.2 dargestellt.

28.4.2.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Masse (kg) | Verpackung | Wärmeverlust pro Massen- einheit (mW/K·kg) | SADT/ SAPT (°C) |
|---|-----------------------|-------------------|---|--------------------------------|
| Azodicarbonamid ^a | 30 | 1G | 100 | > 75 |
| tert-Butylperoxybenzoat ^a | 25 | 6HG2 | 70 | 55 |
| tert-Butylperoxy-2- ethylhexanoat ^a | 25 | 6HG2 | 70 | 40 |
| tert-Butylperoxypivalat ^a | 25 | 6HG2 | 70 | 25 |
| N-Vinylformamid | 1000 | 31H1 | 33 | 55 |

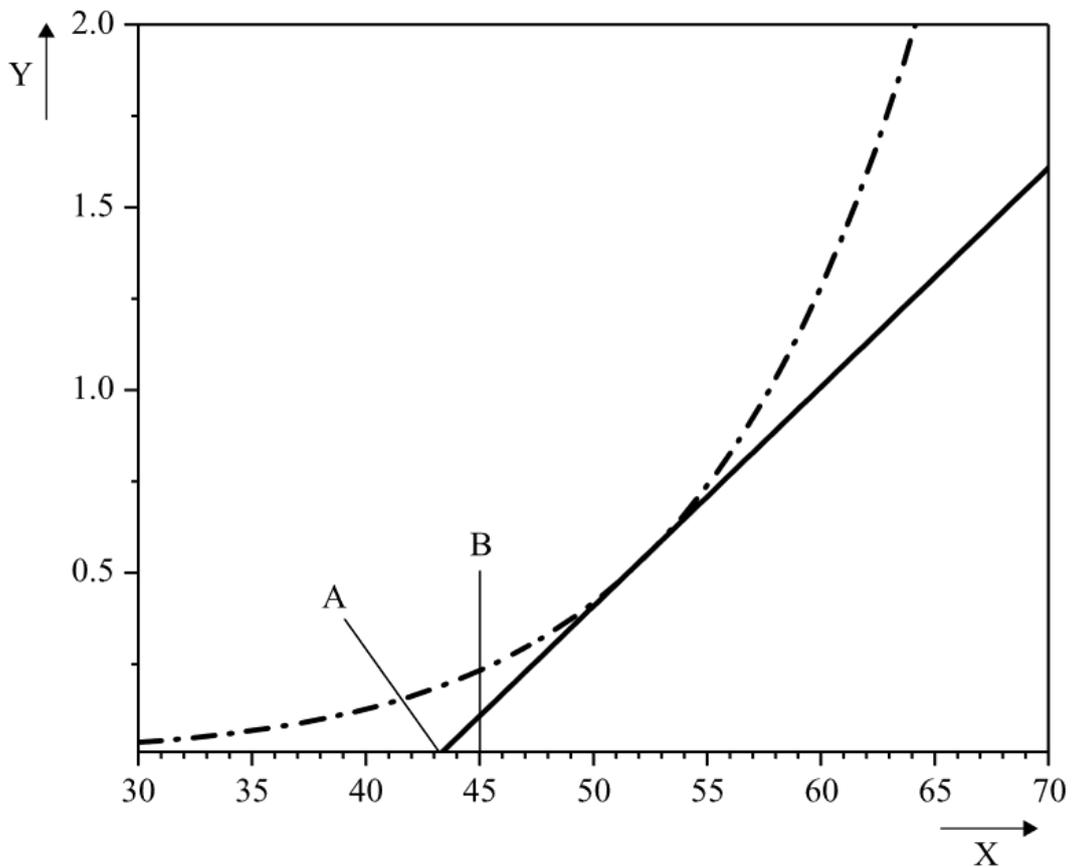
^a Bei diesen älteren Beispielen wurden Wärmeverlustwerte verwendet, die größer sind als die heutzutage für die Klassifizierung empfohlenen Wärmeverlustwerte (siehe Tabelle 28.4).

Abbildung 28.4.2.1: ADIABATISCHE LAGERPRÜFUNG



- (A) Multi-point-Aufzeichnung und Temperaturkontrolleinheit (10 mV)
- (B) Externe Nullpunkteinstellung
- (C) Aufzeichnungseinrichtung für höchste Genauigkeit
- (D) Kontrolleinheit
- (E) Relais
- (F) Interne Heizung

Abbildung 28.4.2.2: BEISPIEL FÜR DIE BESTIMMUNG DER SADT ODER SAPT



— · — · Verlauf Wärmeproduktion

— Verlauf Wärmeabfuhr
 $L = 0,06 \text{ W/K}\cdot\text{Kg}$

(A) Kritische Umgebungstemperatur
 (Schnittpunkt der Wärmeabfuhr-
 kurve mit der Abzisse)

(B) SADT or SAPT (Kritische
 Umgebungstemperatur
 aufgerundet auf das nächsthöhere
 Vielfache von 5 °C)

(X) Temperatur in °C

(Y) Wärmestrom in W/kg

28.4.3 Prüfung H.3: Isotherme Lagerprüfung (IST)

28.4.3.1 Einleitung

28.4.3.1.1 Dieses Prüfverfahren bestimmt die Wärmeproduktionsgeschwindigkeit eines reagierenden oder sich zersetzenden Stoffes bei konstanter Temperatur. Die gewonnenen Werte für die Wärmeentwicklung werden zusammen mit dem für das Packstück charakteristischen Wärmeverlustwert betrachtet, um die SADT oder SAPT eines Stoffes in seiner Verpackung zu bestimmen. Dieses Prüfverfahren ist für jeden Verpackungstyp, eingeschlossen IBCs und Tanks, geeignet. Einige Substanzen können einen Anstieg in der Wärmeproduktionsgeschwindigkeit mit fortschreitender Zersetzung (z. B. aufgrund von Autokatalyse oder induzierter Zersetzung) zeigen. Diese Eigenschaft wird ebenfalls durch dieses Prüfverfahren detektiert.

28.4.3.1.2 Die üblicherweise robuste Konstruktion der zur Verfügung stehenden Geräte, die relativ kleine Probenmenge und die gut definierten Arbeitsbedingungen ermöglichen es, die Prüfung in einem gewöhnlichen Labor durchzuführen. Die Auswirkungen einer thermischen Explosion, z. B. eine Fragmentierung des Probengefäßes und ein Druckaufbau sollten auf das Gerätinnere beschränkt sein.

28.4.3.2 Prüfgeräte und Materialien

28.4.3.2.1 Isotherme Kalorimetrie (IC)

Alle geeigneten isothermen Kalorimeter können verwendet werden. Das Gerät sollte Wärmeströme im Bereich von 1 mW/kg bis 1500 mW/kg in einem Temperaturbereich zwischen -20 °C und 200 °C messen können. Der maximale Fehler des gemessenen Wärmestromes sollte kleiner als 5 % sein. Das Gerät sollte zudem in der Lage sein, die eingestellte Temperatur mit einer Abweichung von 0,2 °C zu halten. Die Probenmenge sollte mindestens 200 mg betragen. Druckbeständige Probengefäße sollten verwendet werden und diese sollten aus einem Material bestehen, welches nicht katalytisch auf das Zersetzungsverhalten der Probe wirkt. Das kann durch eine entsprechende Materialauswahl oder durch eine geeignete Passivierung des Probengefäßes erreicht werden.

28.4.3.2.2 Das Probengefäß wird auf den Wärmeflussensoren positioniert oder ist von diesen umgeben. Die Menge im Probengefäß ist wenigstens 200 mg. Das Material sollte kompatibel mit der Probe sein. Wenn eine externe Referenz verwendet wird, sollte diese identisch zur Probe gehandhabt werden.

28.4.3.2.3 Der Wärmestrom der Probe wird als Funktion der Zeit mit einem Schreiber oder Computer kontinuierlich aufgezeichnet (Differenzmessung).

28.4.3.3 Prüfverfahren

28.4.3.3.1 Kalibrierverfahren

Für den verwendeten Geräteaufbau und den Temperaturbereich der Messung muss vor der Messung die Basislinie und die Empfindlichkeit des Wärmeflussensors durch ein entsprechendes Kalibrierverfahren bestimmt werden.

28.4.3.3.2 Prüfverfahren

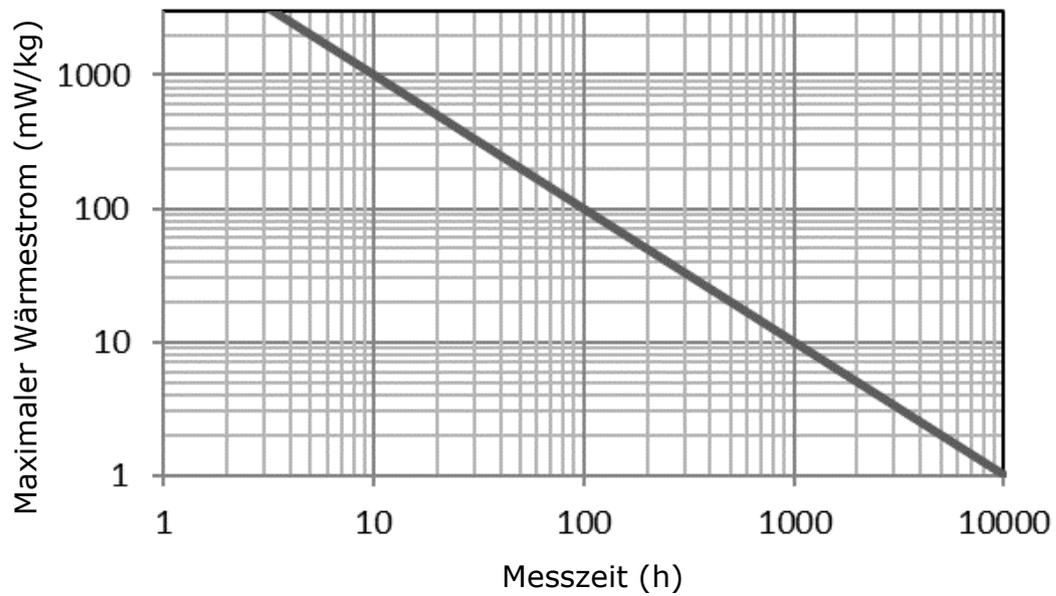
Das Prüfverfahren ist wie folgt:

- (a) Stelle das Gerät auf die gewünschte Prüftemperatur ein. Diese sollte so gewählt werden, dass der Wärmestrom im Bereich von 5 mW/kg bis 1000 mW/kg Probe liegt. Für Messungen, die in Bezug zu einem Transport in einem Tank stehen, ist die Prüftemperatur so zu wählen, dass der maximale Wärmestrom zwischen 1 mW/kg und 100 mW/kg liegt;
- (b) Fülle das Probengefäß mit der abgewogenen Probe und mit einer repräsentativen Menge Verpackungsmaterial (wenn Metall)⁴ und setze das Probengefäß in das Gerät;
- (c) Starte die Aufzeichnung des Wärmestromes. Die Dauer eines Testes hängt von der Testtemperatur und der Geschwindigkeit der Wärmeproduktion ab. Die in Abbildung 28.4.3.1 angegebene Messzeit kann als Anleitung dienen, wenn dadurch nicht unrealistische Messzeiten (z. B. größer als 1000 Stunden) generiert werden. Die angegebenen Messzeiten sollen einen gewissen Umsetzungsgrad der Substanz absichern, damit auch autokatalytische Effekte berücksichtigt werden⁵;
- (d) Nach Prüfende ist die Änderung der Probenmasse zu bestimmen.
- (e) Die Prüfung wird mit neuen Proben im Abstand von 5 °C wiederholt, so dass wenigstens fünf Ergebnisse mit einem maximalen Wärmestrom zwischen 5 mW/kg und 1000 mW/kg oder für Tanks zwischen 1 mW/kg und 100 mW/kg vorhanden sind.

⁴ Anmerkung BAM: *Im englischen Text wird sich nur auf das Material Metall bezogen. Gemeint ist, dass das Verpackungsmaterial mit in das Probengefäß gefüllt werden soll, falls mögliche Wechselwirkungen zwischen Stoff und Verpackungsmaterial untersucht werden sollen.*

⁵ Referenzen: *J.L.C. van Geel, Investigations into Self-Ignition Hazard of Nitrate Ester Propellants, Thesis, Technical University of Delft, The Netherlands, 1969.*
R.B. Barendregt, Thermal Investigation of Unstable Substances, Including a Comparison of Different Thermal Analytical Techniques, Thesis, Technical University of Delft, The Netherlands, 1981.

Abbildung 28.4.3.1: MESSZEIT ALS FUNKTION DES MAXIMAL GEMESSENEN WÄRMESTROMES



28.4.3.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

28.4.3.4.1 Zeichne die gemessene⁶ maximale Wärmeproduktionsgeschwindigkeit pro Masseneinheit als eine Funktion der Prüftemperatur in ein Diagramm mit linearer Skalierung und lege eine Ausgleichskurve durch diese Punkte. Bestimme die Wärmeverluste pro Masseneinheit, L (mW/K·kg) des spezifischen Packstückes, IBCs oder Tanks (siehe 28.3.5). Zeichne eine Gerade mit dem Anstieg L tangential an die Wärmeentwicklungskurve. Der Schnittpunkt der Geraden mit der Abszisse ist die kritische Umgebungstemperatur, d. h. die höchste Temperatur, bei welcher der Stoff, so wie er verpackt ist, keine selbstbeschleunigende Zersetzung zeigt. Die SADT oder SAPT ist die kritische Umgebungstemperatur (°C), aufgerundet auf das nächsthöhere Vielfache von 5 °C. Ein Beispiel wird in Abbildung 28.4.3.2 wiedergegeben.

28.4.3.5 Ergebnisbeispiele

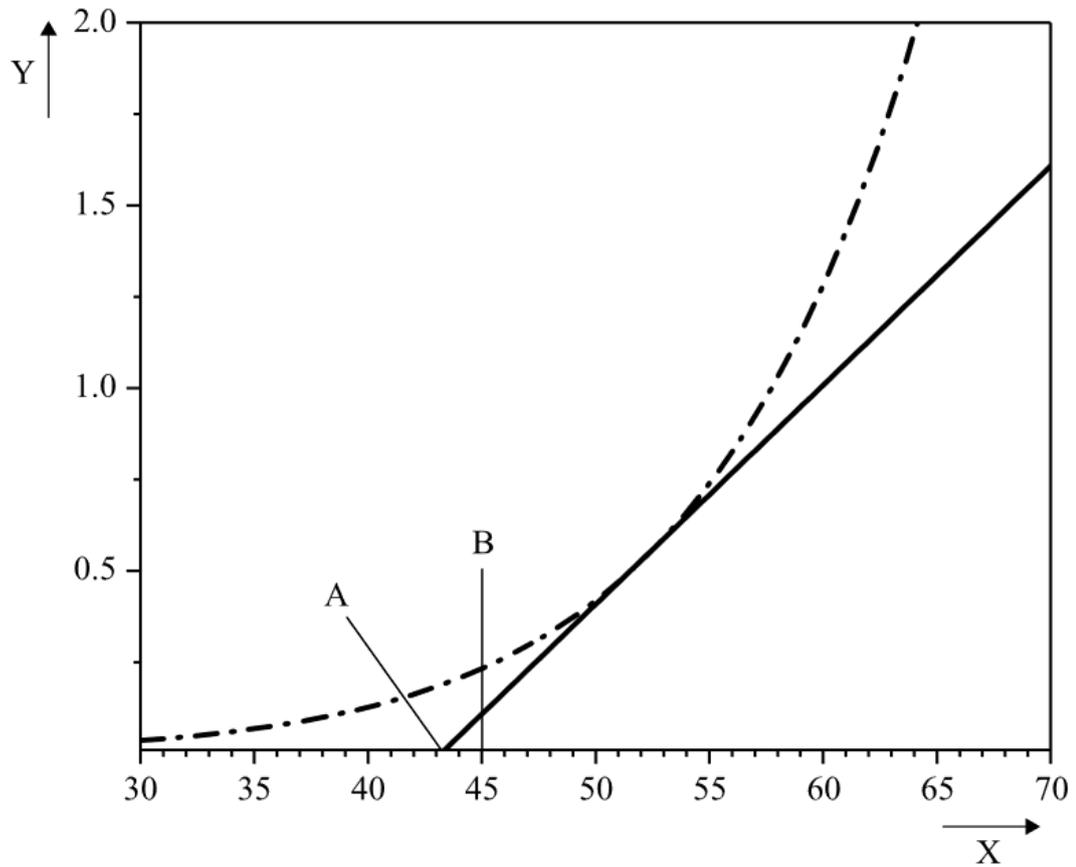
| Stoff | Masse (kg) | Verpackung | Wärmeverlust pro Masseneinheit (mW/kg·K) | SADT/SAPT (°C) |
|---|-------------------|-------------------|---|-----------------------|
| Azodicarbonamid ^a | 30 | 1 G | 100 | > 75 |
| tert-Butylperoxybenzoat ^a | 25 | 6HG2 | 70 | 55 |
| tert-Butylperoxy-2-ethylhexanoat ^a | 25 | 6HG2 | 70 | 40 |
| tert-Butylperoxypivalat ^a | 25 | 6HG2 | 70 | 25 |
| 2,5-Diethoxy-4-morpholinobenzendiazonium-zinkchlorid (90 %) ^a | 25 | 1G | 150 | 45 |
| 2,5-Diethoxy-4-morpholinobenzendiazonium-tetrafluoroborat (97 %) ^a | 25 | 1G | 15 | 55 |
| 2,5-Diethoxy-4-(phenylsulphonyl)-benzendiazonium-zinkchlorid (67 %) ^a | 25 | 1G | 15 | 50 |
| 2-(N-Ethoxycarbonyl-N-phenylamino)-3-methoxy-4-(N-methyl-N-cyclohexylamino)-benzendiazonium-zinkchlorid (62 %) ^a | 25 | 1G | 15 | 45 |
| 3-Methyl-4-(pyrrolidin-1-yl)-benzendiazonium-tetrafluoroborat (95 %) ^a | 25 | 1G | 15 | 55 |

⁶ Anmerkung BAM: Im englischen Text steht „calculated“, gemeint ist die gemessene maximale Wärmeproduktionsgeschwindigkeit

| Stoff | Masse (kg) | Verpackung | Wärmeverlust pro Masseneinheit (mW/kg·K) | SADT/SAPT (°C) |
|-----------------------------------|-----------------------|-------------------|---|---------------------------|
| Cuymylperoxyneodecanoat (75 %) | 25 | 3H1 | 40 | 10 |
| tert.-Butylperoxyneodecanoat | 25 | 3H1 | 40 | 15 |
| N-Vinylformamid | 1000 | 31H1 | 33 | 55 |

^a Bei diesen älteren Beispielen wurden Wärmeverlustwerte verwendet, die größer sind als die heutzutage für die Klassifizierung empfohlenen Wärmeverlustwerte (siehe Tabelle 28.4).

Abbildung 28.4.3.2: BEISPIEL FÜR DIE BESTIMMUNG DER SADT ODER SAPT



— · — · Verlauf Wärmeproduktion

— Verlauf Wärmeabfuhr
 $L = 0,06 \text{ W/K}\cdot\text{kg}$

(A) Kritische Umgebungstemperatur
 (Schnittpunkt der Wärmeabfuhr-
 kurve mit der Abzisse)

(B) SADT or SAPT (Kritische
 Umgebungstemperatur
 aufgerundet auf das nächsthöhere
 Vielfache von 5 °C)

(X) Temperatur in °C

(Y) Wärmestrom in W/kg

28.4.4 **Prüfung H.4: Wärmestaulagerungsprüfung**

28.4.4.1 *Einleitung*

28.4.4.1.1 Mit diesem Prüfverfahren wird die minimale konstante Umgebungstemperatur der Luft bestimmt, bei der sich thermisch instabile Stoffe unter Bedingungen, die für den verpackten Stoff repräsentativ sind, exotherm zersetzen oder polymerisieren. Dieses Prüfverfahren basiert auf der Semenov-Theorie der thermischen Explosion, d. h. es wird davon ausgegangen, dass das hauptsächliche Hindernis für den Wärmefluss die Behälterwand ist. Dieses Prüfverfahren kann sowohl für die Bestimmung der SADT oder SAPT eines flüssigen Stoffes in seiner Verpackung, einschließlich IBCs und kleine Tanks (bis 2 m³), als auch für feste Stoffe in ihrer Verpackung bis 50 kg, angewendet werden.

28.4.4.1.2 Die Aussagekraft des Prüfverfahrens hängt von der Auswahl eines geeigneten Dewar-Gefäßes mit Wärmeverlustmerkmalen pro Masseneinheit ab, die vergleichbar den Wärmeverlustmerkmalen des vorgesehenen Packstückes sind.

28.4.4.2 *Prüfgeräte und Materialien*

28.4.4.2.1 Der Versuchsaufbau besteht aus einer geeigneten Prüfkammer, einem passenden Dewar-Gefäß mit Abdeckung, Temperatursensoren und einer Messeinrichtung.

28.4.4.2.2 **Die Prüfung ist in einer sowohl Feuer als auch Überdruck widerstehenden Prüfkammer durchzuführen und diese ist vorzugsweise mit einem Druckentlastungssystem, z. B. einer lose aufliegenden Platte, auszustatten.** Das Aufzeichnungssystem ist in einem getrennten Beobachtungsraum unterzubringen.

28.4.4.2.3 Für Prüfungen bei Temperaturen bis zu 75 °C kann ein Doppelmantelgefäß aus Metall (ca. 250 mm Innendurchmesser, 320 mm Außendurchmesser und 480 mm hoch, hergestellt aus 1,5 mm bis 2,0 mm dickem Edelstahl), verwendet werden, wobei eine Flüssigkeit aus einem temperaturkontrollierten Bad mit der gewünschten Temperatur im Doppelmantel zirkuliert. Die Prüfkammer ist mit einem lose aufliegenden, isolierenden Deckel (z. B. aus 10 mm dickem PVC) abgedeckt. Die Temperatur der Luft in der doppelwandigen Metallkammer sollte so geregelt werden können, dass die gewünschte Temperatur mit einer maximalen Abweichung von ± 1 °C über einen Zeitraum von 10 Tagen für eine inerte, flüssige Probe gehalten werden kann. Die Temperatur der Luft in der doppelwandigen Metallkammer und die Temperatur im Dewar-Gefäß ist zu messen und aufzuzeichnen.

28.4.4.2.4 Wahlweise, und insbesondere für Prüfungen bei Temperaturen über 75 °C, kann ein temperaturkontrollierbarer Trockenschrank (der mit einem Ventilator ausgestattet sein kann) verwendet werden. Dieser sollte groß genug sein, um eine Luftzirkulation an allen Seiten des Dewar-Gefäßes zu ermöglichen. Die Lufttemperatur im Schrank ist so zu regeln, dass eine flüssige, inerte Probe im Dewar-Gefäß bis zu 10 Tagen bei einer gewünschten Temperatur mit einer Abweichung von nicht mehr als ± 1 °C gehalten werden kann. Die Temperatur der Luft im Trockenschrank und die Temperatur im Dewar-Gefäß ist zu messen und aufzuzeichnen. Es wird empfohlen, dass die Tür des Trockenschrankes mit einem Magnetverschluss ausgestattet oder durch eine locker schließende, isolierend wirkende Abdeckung ersetzt wird. Der Schrank kann durch eine geeignete Stahlauskleidung geschützt werden. Das Dewargefäß kann in einem Drahtkäfig untergebracht werden.

28.4.4.2.5 Für Prüfungen bei Temperaturen unterhalb der Umgebungstemperatur kann eine doppelwandige Kammer (z. B. ein Gefrierschrank) geeigneter Größe, die mit einer lose verschlossenen Tür oder einer lose aufsitzenden Abdeckung (z. B. mit einem Magnetverschluss) versehen ist, verwendet werden. Die Lufttemperatur in der Kammer ist mit einer Genauigkeit von ± 1 °C zur festgelegten Temperatur zu regeln. Die Temperatur der Luft in der Kammer und die Temperatur im Dewar-Gefäß ist zu messen und aufzuzeichnen.

28.4.4.2.6 Es werden Dewar-Gefäße, die jeweilige Abdeckung eingeschlossen, mit Wärmeverlustmerkmalen verwendet, die repräsentativ sind für die maximale Größe des vorgesehenen Packstückes (siehe Tabelle 28.4). Die Abdeckung des Dewar-Gefäßes sollte aus inertem Material bestehen. Insbesondere für feste Stoffe können Kork oder Gummistopfen verwendet werden. Eine Abdeckung für die Untersuchung von flüssigen Stoffen mit niedriger oder mittlerer Flüchtigkeit und von befeuchteten Feststoffen ist in Abbildung 28.4.4.1 dargestellt. Proben, die bei der Prüftemperatur sehr flüchtig sind, sollten in einem druckfesten Gefäß, dessen Material kompatibel zum untersuchten Stoff und das mit einem Druckentlastungsventil ausgestattet ist, untersucht werden. Das druckfeste Gefäß wird in das Dewargefäß gesetzt. Der Einfluss der Wärmekapazität dieses druckfesten Gefäßes ist durch Berechnung zu berücksichtigen.

28.4.4.2.7 Die Wärmeverlustmerkmale des verwendeten Systems, d. h. vom Dewar-Gefäß und der Abdeckung, müssen vor der Durchführung der Prüfung bekannt sein (siehe 28.3.6). Kleine Anpassungen des Wärmeverlustes eines Dewar-Gefäßes können durch Variation der Abdeckung erreicht werden. Um die geforderte Empfindlichkeit zu erreichen, sind Dewar-Gefäße mit einem Fassungsvermögen kleiner 300 ml nicht zu verwenden.

28.4.4.2.8 Es sind Dewar-Gefäße mit einem Volumen zwischen 300 ml und 500 ml, die zu 80 % mit einem flüssigen Stoff gefüllt und durch einen Wärmeverlust wie in Tabelle 2.4 angegeben charakterisiert sind, zu verwenden. Für größere Packstücke, IBCs oder kleine Tanks sind größere Dewargefäße mit geringeren Wärmeverlusten pro Masseinheit zu verwenden (siehe Tabelle 28.4).

28.4.4.3 *Prüfverfahren*

28.4.4.3.1 Bringe die Prüfkammer auf die ausgewählte Lagertemperatur. Fülle das Dewar-Gefäß zu 80 % seiner Kapazität mit dem zu prüfenden Stoff und notiere die Probenmasse. Feste Stoffe sind geringfügig zusammendrücken. Im Falle eines Dewar-Gefäßes in zylindrischer Form ist der Temperatursensor mittig und bis zu einer Tiefe von einem Drittel der Innenhöhe, gemessen vom Boden, in das Gefäß einzusetzen. Verschließe den Dewar mit dem Deckel und setze das Dewar-Gefäß in die Prüfkammer, schließe das Temperaturlaufzeichnungssystem an und schließe die Prüfkammer.

28.4.4.3.2 Die Probe wird erwärmt und die Temperatur der Probe und der Prüfkammer werden kontinuierlich überwacht. Es wird die Zeit notiert, bei der die Probe eine Temperatur erreicht, die 2 °C unterhalb der Temperatur der Prüfkammer ist. Die Prüfung wird für weitere sieben Tage fortgesetzt oder, falls dies vorher geschieht, bis die Probentemperatur 6 °C oder mehr oberhalb der Temperatur der Prüfkammer liegt.

28.4.4.3.3 Wenn nach der Untersuchung noch Probe vorliegt, kühle sie ab und nimm sie aus der Prüfkammer. Entsorge sie vorsichtig und so schnell wie möglich. Der prozentuale Massenverlust und die Änderung in der Zusammensetzung können bestimmt werden.

28.4.4.3.4 Wenn geprüft wird, ob für den Stoff eine Temperaturkontrolle nötig ist, führe ausreichend Prüfungen mit jeweils frischer Probe in 5 °C Schritten durch, um die SADT oder SAPT auf 5 °C genau festzustellen oder um zu bestimmen, ob die SADT oder SAPT kleiner oder gleich der nach Tabelle 28.2 erforderlichen Temperatur ist. Wenn der Stoff darauf geprüft wird, ob er das SADT-Kriterium für einen selbstzersetzlichen Stoff erfüllt, führe ausreichend Prüfungen durch, um zu bestimmen, ob die SADT für ein 50 kg-Packstück 75 °C oder kleiner ist. Wenn der Stoff darauf geprüft wird, ob er das SAPT-Kriterium für einen polymerisierenden Stoff erfüllt, führe ausreichend Prüfungen durch, um zu bestimmen, ob die SAPT im verwendeten Packstück 75 °C oder kleiner ist.

28.4.4.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

28.4.4.4.1 Die SADT oder SAPT entspricht der niedrigsten Temperatur der Prüfkammer (innerhalb einer Versuchsreihe), bei der die Proben­temperatur die Temperatur der Prüfkammer um 6 °C oder mehr im Untersuchungszeitraum von 7 Tagen (siehe 28.4.4.3.2) überschreitet. Wenn die Proben­temperatur die Temperatur der Prüfkammer in keiner Prüfung um 6 °C oder mehr überschreitet, wird die SADT oder SAPT als größer als die höchste angewendete Lagerungstemperatur bewertet.

28.4.4.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Probemasse (kg) | Dewar Wärmeverlust (mW/kg·K) | SADT/SAPT (°C) |
|---|----------------------------|---|---------------------------|
| Azodicarbonamid ^c | 0,28 | 74 | > 75 |
| Azodicarbonamid, 90 % mit 10 % Aktivator ^c | 0,21 | 70 | 55 |
| 2,2'-Azodi(isobutyronitril) ^{c 7} | 0,18 | 62 | 50 |
| Benzen-1,3-disulfonylhydrazid, 50 % ^c | 0,52 | 81 | 70 |
| tert-Butylhydroperoxid, 80 % mit 12 % Di-tert-butylperoxid ^c | 0,30 | 72 | 100 ^a |
| tert-Butylperoxyneodecanoat, 40 % ^c | 0,42 | 65 | 25 |
| tert-Butylperoxy-3,5,5- trimethylhexanoat ^c | 0,38 | 79 | 60 |
| Dibenzoylperoxid, 50 % | 0,25 | 91 | 60 |
| Di-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxy- dicarbonat ^c | 0,19 | 79 | 45 |
| 2,2-Di-(tert-butylperoxy)-butan, 50 % ^c | 0,31 | 88 | 80 |
| Di-(2-ethylhexyl)-peroxydicarbonat ^c | 0,39 | 64 | 0 |
| 2,5-Diethoxy-4-morpholinobenzon- diazonium-zinkchlorid (66 %) ^c | 0,25 | 58 | 45 |
| Diisotridecylperoxydicarbonat ^c | 0,38 | 80 | 10 |
| Peroxyessigsäure, 15 %, mit 14 % Wasserstoffperoxid (Typ F) ^c | 1,00 | 33 | > 50 ^b |
| Dilaurylperoxid, technisch rein | 0,16 | 26 | 50 |
| Didecanoylperoxide, technisch rein | 0,20 | 28 | 40 |
| N-Vinylformamid | 0,40 | 33 | 55 |

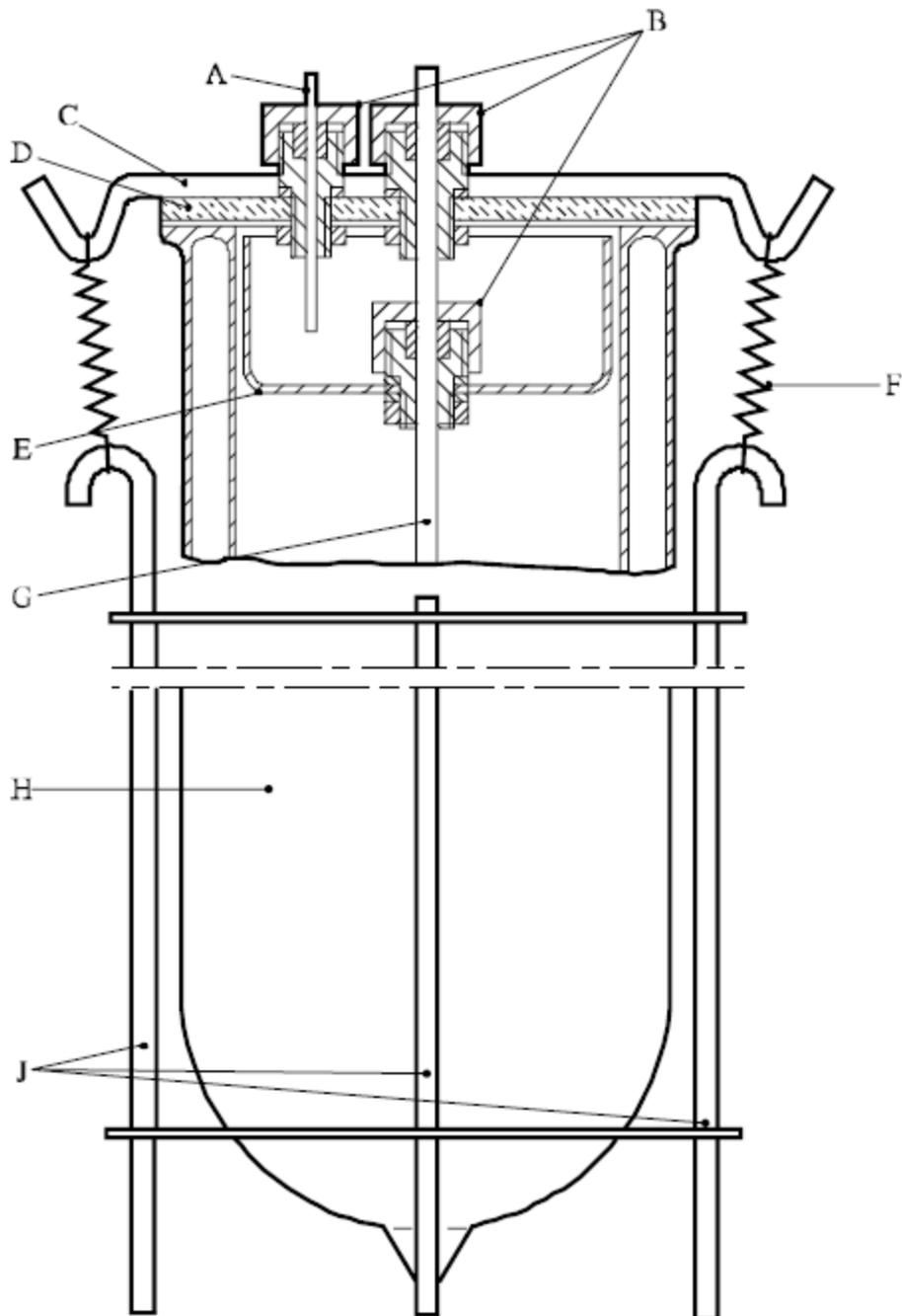
^a In einem Druckgefäß mit einem 2-Liter-Dewar-Gefäß.

^b In einem 1-Liter-Kugel-Dewar-Gefäß.

^c Bei diesen älteren Beispielen wurden Wärmeverlustwerte verwendet, die größer sind als die heutzutage für die Klassifizierung empfohlenen Wärmeverlustwerte (siehe Tabelle 28.4)

⁷ Anmerkung BAM: Im englischen Text fehlt die Anmerkung ^c für diese Verbindung, die aber auch zu den älteren Beispielen zählt.

Abbildung 28.4.4.1: DEWARGEFÄSS MIT ABDECKUNG ZUM PRÜFEN VON FLÜSSIGEN UND ANGEFEUCHTETEN FESTEN STOFFEN



- | | | | |
|-----|----------------------------|-----|--|
| (A) | PTFE-Kapillarrohr | (B) | Spezielle Verschraubungen (PTFE oder Al) mit O-Ring-Dichtung |
| (C) | Metallstreifen | (D) | Glasdeckel |
| (E) | Boden eines Becherglases | (F) | Feder |
| (G) | Glasschutzrohr | (H) | Dewar-Gefäß |
| (J) | Haltevorrichtung aus Stahl | | |

TEIL III

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF DIVERSE GEFAHRENKLASSEN

INHALT TEIL III

BEMERKUNG 1: Das Ursprungsland oder die Ursprungsorganisation eines jeden Prüfverfahrens ist in Klammern hinter jedem Prüfnamen angezeigt.

BEMERKUNG 2: Sofern nicht anders festgelegt, sind alle Prüfverfahren, die im Teil III des Handbuches angegeben sind, empfohlene Prüfungen, da in der Regel nur eine Prüfung für jede Eigenschaft aufgeführt ist.

| <u>Abschnitt</u> | <u>Seite</u> |
|------------------|--|
| 30. | EINLEITUNG TEIL III 419 |
| 30.1 | ZWECK..... 419 |
| 30.2 | ANWENDUNGSBEREICH 420 |
| 31. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN FÜR DIE ENTZÜNDBARKEIT VON AEROSOLEN 421 |
| 31.1 | ZWECK..... 421 |
| 31.2 | ANWENDUNGSBEREICH 422 |
| 31.3 | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN FÜR ENTZÜNDBARE AEROSOLE..... 423 |
| 31.4 | FLAMMSTRAHLPRÜFUNG FÜR SPRÜHAEROSOLE 427 |
| 31.5 | FASSPRÜFUNG..... 432 |
| 31.6 | BRENNBARKEITSPRÜFUNG FÜR SCHAUMAEROSOLE..... 437 |
| 32. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE FLÜSSIGE STOFFE UND ENTZÜNDBARE FLÜSSIGE STOFFE 441 |
| 32.1 | ZWECK..... 441 |
| 32.2 | ANWENDUNGSBEREICH 441 |
| 32.3 | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN 442 |
| 32.4 | PRÜFVERFAHREN ZUR BESTIMMUNG DES FLAMMPUNKTES UND DER VISKOSITÄT 443 |
| 32.5 | PRÜFVERFAHREN ZUR BESTIMMUNG DER LÖSEMITTELABTRENNUNG UND DER SELBSTUNTERHALTENDEN VERBRENNUNG 445 |
| 32.5.1 | Prüfung L.1: Prüfung zur Lösemittelabtrennung (UN) 445 |
| 32.5.2 | Prüfung L.2: Prüfung zur Bestimmung der selbstunterhaltenden Verbrennung (UN)..... 445 |
| 32.6 | PRÜFMETHODEN ZUR BESTIMMUNG DES SIEDEPUNKTS (SIEDEBEGINN) 450 |
| 33. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG ENTZÜNDBARE FESTE STOFFE, DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE FESTE STOFFE, SELBSTZERSETZLICHE STOFFE UND STOFFE, DIE IN BERÜHRUNG MIT WASSER ENTZÜNDBARE GASE ENTWICKLEN 451 |
| 33.1 | EINLEITUNG..... 451 |
| 33.2 | ENTZÜNDBARE FESTE STOFFE 451 |
| 33.2.1 | Zweck 451 |
| 33.2.2 | Anwendungsbereich..... 451 |
| 33.2.3 | Klassifizierungsverfahren für entzündbare feste Stoffe..... 451 |
| 33.2.4 | Prüfung N.1 Prüfverfahren für entzündbare feste Stoffe (UN)..... 454 |

INHALT TEIL III (Fortsetzung)

| Abschnitt | | Seite |
|------------------|---|--------------|
| 33.3 | DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE FESTE STOFFE | 458 |
| 33.4 | SELBSTENTZÜNDLICHE STOFFE..... (PYROPHORE UND SELBSTERHITZUNGSFÄHIGE STOFFE) | 459 |
| 33.4.1 | Zweck..... | 459 |
| 33.4.2 | Anwendungsbereich | 459 |
| 33.4.3 | Klassifizierungsverfahren für selbstentzündliche Stoffe..... | 459 |
| 33.4.4 | Prüfung N.2: Prüfverfahren für pyrophore feste Stoffe (UN)..... | 462 |
| 33.4.5 | Prüfung N.3: Prüfverfahren für pyrophore flüssige Stoffe (UN) | 463 |
| 33.4.6 | Prüfung N.4: Prüfverfahren für selbsterhitzungsfähige Stoffe (UN)..... | 465 |
| 33.5 | STOFFE, DIE IN BERÜHRUNG MIT WASSER ENTZÜNDBARE GASE ENTWICKELN | 468 |
| 33.5.1 | Zweck..... | 468 |
| 33.5.2 | Anwendungsbereich | 468 |
| 33.5.3 | Klassifizierungsverfahren für Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln | 468 |
| 33.5.4 | Prüfung N.5: Prüfverfahren für Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln (UN) | 469 |
| 34 | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF ENTZÜNDEND (OXIDIEREND) WIRKENDE FESTE UND FLÜSSIGE STOFFE | 471 |
| 34.1 | ZWECK | 471 |
| 34.2 | ANWENDUNGSBEREICH..... | 471 |
| 34.3 | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN..... | 471 |
| 34.4 | PRÜFVERFAHREN FÜR ENTZÜNDEND (OXIDIEREND) WIRKENDE STOFFE..... | 472 |
| 34.4.1 | Prüfung O.1: Prüfung für entzündend (oxidierend) wirkende feste Stoffe (UN) | 472 |
| 34.4.2 | Prüfung O.2: Prüfung für entzündend (oxidierend) wirkende flüssige Stoffe (UN)..... | 478 |
| 34.4.3 | Prüfung O.3: Gravimetrische Prüfung für entzündend (oxidierend) wirkende feste Stoffe (UN) | 486 |
| 35 | BESTIMMUNG DER CHEMISCHEN INSTABILITÄT VON GASEN UND GASGEMISCHEN | 497 |
| 35.0 | EINLEITUNG | 497 |
| 35.1 | ZWECK | 497 |
| 35.2 | ANWENDUNGSBEREICH..... | 497 |
| 35.3 | KONZENTRATIONSGRENZEN | 498 |
| 35.3.1 | Generische Konzentrationsgrenzen | 498 |
| 35.3.2 | Spezifische Konzentrationsgrenzen | 498 |
| 35.4 | PRÜFVERFAHREN..... | 501 |
| 35.4.1 | Einleitung..... | 501 |
| 35.4.2 | Prüfgeräte und Materialien | 501 |
| 35.4.3 | Prüfverfahren..... | 502 |
| 35.4.4 | Sicherheitshinweise..... | 503 |
| 35.4.5 | Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse..... | 504 |

INHALT TEIL III (Fortsetzung)

| Abschnitt | | Seite |
|------------------|--|--------------|
| 36. | <i>Reserviert</i> | 507 |
| 37. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF METALLKORROSIVE STOFFE | 509 |
| 37.1 | ZWECK..... | 509 |
| 37.2 | ANWENDUNGSBEREICH..... | 509 |
| 37.3 | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN..... | 509 |
| 37.4 | PRÜFVERFAHREN AUF KORROSIVITÄT GEGENÜBER METALLEN..... | 509 |
| 37.4.1 | Prüfung C.1: Prüfung zur Bestimmung der korrosiven Eigenschaften von flüssigen und festen Stoffen, die sich während der Beförderung verflüssigen können, als metallkorrosive Stoffe, Verpackungsgruppe III/Kategorie 1..... | 509 |
| 37.4.1.1 | Einleitung..... | 509 |
| 37.4.1.2 | Prüfgeräte und Materialien..... | 510 |
| 37.4.1.3 | Prüfverfahren..... | 512 |
| 37.4.1.4 | Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse..... | 513 |
| 38. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF STOFFE UND GEGENSTÄNDE DER KLASSE 9 DES TRANSPORTS | 515 |
| 38.1 | EINLEITUNG..... | 515 |
| 38.2 | AMMONIUMNITRATHALTIGE DÜNGEMITTEL, DIE FÄHIG SIND, SICH SELBSTUNTERHALTEND ZU ZERSETZEN..... | 515 |
| 38.2.1 | Zweck..... | 515 |
| 38.2.2 | Anwendungsbereich..... | 515 |
| 38.2.3 | Klassifizierungsverfahren..... | 515 |
| 38.2.4 | Prüfung S.1: „Trog“-Prüfung zur Bestimmung der selbstunterhaltenden exothermen Zersetzung von nitrathaltigen Düngemitteln..... | 516 |
| 38.3 | LITHIUM-METALL- UND LITHIUM-IONEN-BATTERIEN..... | 521 |
| 38.3.1 | Zweck..... | 521 |
| 38.3.2 | Anwendungsbereich..... | 521 |
| 38.3.4 | Prüfverfahren..... | 532 |
| 38.3.4.1 | Prüfung T.1: Höhensimulation..... | 532 |
| 38.3.4.2 | Prüfung T.2: Thermische Prüfung..... | 532 |
| 38.3.4.3 | Prüfung T.3: Schwingung..... | 533 |
| 38.3.4.4 | Prüfung T.4: Schlag..... | 534 |
| 38.3.4.5 | Prüfung T.5: Äußerer Kurzschluss..... | 537 |
| 38.3.4.6 | Prüfung T.6: Aufprall/Quetschung..... | 538 |
| 38.3.4.7 | Prüfung T.7: Überladung..... | 539 |
| 38.3.4.8 | Prüfung T.8: Erzwungene Entladung..... | 540 |
| 38.3.5 | Prüfzusammenfassung für Lithiumzellen und -batterien..... | 541 |
| 38.4 | STOFFE, ENTZÜNDBARE DÄMPFE ABGEBEND..... | 542 |
| 38.4.1 | Zweck..... | 542 |
| 38.4.2 | Anwendungsbereich..... | 542 |
| 38.4.3 | Klassifizierungsverfahren für Stoffe, die entzündbare Dämpfe abgeben können..... | 542 |
| 38.4.4 | Prüfung U 1: Prüfverfahren für Stoffe, die entzündbare Dämpfe abgeben können..... | 542 |
| 38.4.4.1 | Einleitung..... | 542 |
| 38.4.4.2 | Prüfgeräte und Materialien..... | 542 |

INHALT TEIL III (Fortsetzung)

| <u>Abschnitt</u> | | <u>Seite</u> |
|-------------------------|---|---------------------|
| 38.4.4.3 | Prüfverfahren..... | 542 |
| 38.4.4.4 | Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse..... | 543 |
| 39. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF FESTE AMMONIUMNITRATHALTIGE DÜNGEMITTEL | 545 |
| 39.1 | Zweck | 545 |
| 39.2 | Anwendungsbereich | 545 |
| 39.3 | Definitionen..... | 545 |
| 39.4 | Klassifizierungsverfahren | 545 |
| 39.5 | Klassifizierungskriterien..... | 546 |

ABSCHNITT 30

EINLEITUNG TEIL III

30.1 Zweck

30.1.1 Teil III des Prüfhandbuchs beschreibt die UN-Klassifizierungsschemata für:

- (a) Entzündbare Aerosole (siehe Abschnitt 31 dieses Prüfhandbuchs, Sondervorschrift 63 im Kapitel 3.3 der Modellvorschriften und Kapitel 2.3 des GHS);
- (b) Entzündbare flüssige Stoffe und desensibilisierte flüssige explosive Stoffe (siehe Abschnitt 32 dieses Prüfhandbuchs, Kapitel 2.3 der Modellvorschriften und die Kapitel 2.6 und 2.17 des GHS);
- (c) Entzündbare feste Stoffe und desensibilisierte feste explosive Stoffe (siehe Unterabschnitt 33.2 und 33.3 dieses Prüfhandbuchs, Kapitel 2.4 der Modellvorschriften und die Kapitel 2.7 und 2.17 des GHS);
- (d) Pyrophore und selbsterhitzungsfähige Stoffe (siehe Unterabschnitt 33.4 dieses Prüfhandbuchs, Kapitel 2.4 der Modellvorschriften und die Kapitel 2.9, 2.10 und 2.11 des GHS);
- (e) Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln (siehe Unterabschnitt 33.5 dieses Prüfhandbuchs, Kapitel 2.4 der Modellvorschriften und Kapitel 2.12 des GHS);
- (f) Entzündend (oxidierend) wirkende Stoffe (siehe Abschnitt 34 dieses Prüfhandbuchs, Kapitel 2.5 der Modellvorschriften und die Kapitel 2.13 und 2.14 des GHS);
- (g) Ätzende (korrosive) Eigenschaften von Stoffen (siehe Abschnitt 37 dieses Prüfhandbuchs, Kapitel 2.8 der Modellvorschriften und Kapitel 2.16 des GHS);
- (h) Ammoniumnitrathaltige Düngemittel, die fähig sind, sich selbstunterhaltend zu zersetzen (siehe Unterabschnitt 38.2 und Abschnitt 39 dieses Prüfhandbuchs); und
- (i) Lithiumzellen und -batterien der Klasse 9 des Transports (siehe Unterabschnitt 38.3 dieses Prüfhandbuchs).

30.1.2 Der Abschnitt 36 ist reserviert, um mögliche zukünftige Entwicklungen zu berücksichtigen.

30.2 Anwendungsbereich

Das zutreffende Klassifizierungsverfahren sollte für neue Stoffe oder Gegenstände durchgeführt werden. Der Hersteller oder ein anderer für die Klassifizierung eines neuen Stoffes oder Gegenstandes Verantwortlicher sollte Folgendes mitteilen:

- (a) Hinreichende Information bezüglich der Namen und der Charakteristiken des Stoffes oder Gegenstandes,
- (b) die Ergebnisse aller zutreffenden Prüfungen, die ausgeführt wurden, und
- (c) die vorgeschlagene Klassifizierung einschließlich jeder Nebengefahr.

ABSCHNITT 31

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN FÜR DIE ENTZÜNDBARKEIT VON AEROSOLEN

31.1 Zweck

31.1.1 Dieser Abschnitt des Prüfhandbuches beschreibt das UN-Klassifizierungsschema für die Einstufung von Aerosolen als entweder entzündbar (Unterklasse 2.1/Kategorie 1 oder 2) oder nicht entzündbar (Unterklasse 2.2/Kategorie 3). Der Text ist in Verbindung mit den Klassifizierungsprinzipien der Abschnitte 2.2 und 3.3 (Sonderbestimmung 63) der Modellvorschriften und dem Kapitel 2.3 des GHS anzuwenden. Die Fließdiagramme sind in den Abbildungen 31.1, 31.2 und 31.3 und die Prüfbeschreibungen in den Unterabschnitten 31.4, 31.5 und 31.6 des Prüfhandbuchs angegeben.

31.1.2 Die im Folgenden aufgeführten Prüfverfahren bewerten angemessen die Gefährdungen durch die Entzündbarkeit von Aerosolen, so dass eine sachgerechte Klassifizierung möglich ist.

31.1.3 Für die Zwecke dieses Abschnitts gelten folgende Definitionen:

Aerosole oder Druckgaspackungen sind nicht-wiederbefüllbare Dosen hergestellt aus Metall, Glas oder Kunststoff und enthalten ein Gas, komprimiert, verflüssigt oder gelöst unter Druck, mit oder ohne einer Flüssigkeit, Paste oder Puder, und sind ausgestattet mit einer Entlastungseinrichtung zur Entnahme des Inhalts als Feststoff oder Flüssigkeit in Suspension mit dem Gas, als Schaum, Paste oder Puder oder in flüssigem oder in gasförmigem Zustand (für den Transport müssen diesen Dosen die Anforderungen des Abschnitts 6.2.4 der Modellvorschriften erfüllen).

Entzündbare Komponenten sind entzündbare Flüssigkeiten, entzündbare Feststoffe oder entzündbare Gase oder Gasgemische. Diese Bezeichnung schließt keine pyrophoren, selbsterhitungsfähige oder wasser-reaktiven Substanzen ein.

BEMERKUNG 1: *Als entzündbare Flüssigkeit wird eine Flüssigkeit mit einem Flammpunkt nicht größer als 93 °C bezeichnet. Prüfverfahren für die Bestimmung des Flammpunktes sind in Unterabschnitt 32.4 des Prüfhandbuchs aufgeführt.*

BEMERKUNG 2: *Für die Definition entzündbarer Feststoffe siehe Paragraf 2.4.2.2 der Modellvorschriften und Abschnitt 2.7.1 des GHS. Klassifizierungsverfahren, Prüfverfahren und Kriterien für entzündbare Feststoffe sind im Unterabschnitt 33.2 des Prüfhandbuchs angegeben.*

BEMERKUNG 3: *Ein entzündbares Gas ist ein Gas mit einem Explosionsbereich in Luft bei 20 °C und einem Standarddruck von 101,3 kPa.*

31.2 Anwendungsbereich

31.2.1 Aerosole sind den Klassifizierungsverfahren, wie in der Sondervorschrift 63, Kapitel 3.3 der Modellvorschriften aufgeführt, zu unterziehen. Aerosole für die Bereitstellung und Verwendung sind dem Klassifizierungsschema des Abschnitt 2.3.2 des GHS zu unterziehen. Hinsichtlich der Entzündbarkeit sind sie den Klassifizierungsverfahren, wie in diesem Abschnitt angegeben, zu unterwerfen.

BEMERKUNG: *Aerosole, die nicht dem Klassifizierungsverfahren dieses Unterabschnitts unterworfen werden, sind als extrem entzündbar (Kategorie 1) einzustufen.*

31.3 Klassifizierungsverfahren für entzündbare Aerosole

31.3.1 Aerosole sind entsprechend ihrer Verbrennungsenthalpie oder der Anteile brennbarer Komponenten als nicht-entzündbar, entzündbar oder extrem entzündbar folgendermaßen einzustufen:

- (a) Das Aerosolprodukt ist als extrem entzündbar (Unterklasse 2.1/Kategorie 1) einzustufen, wenn
 - (i) es 85 % oder mehr an brennbaren Komponenten enthält und die Verbrennungsenthalpie größer als oder gleich 30 kJ/g ist; oder
 - (ii) es die Kriterien für extreme Entzündbarkeit von 31.3.2 für Sprühaerosole oder 31.3.4 für Schaumaerosole in erfüllt; und
- (b) Das Aerosol ist als entzündbar (Unterklasse 2.1/Kategorie 2) einzustufen, wenn es die Kriterien für Entzündbarkeit von 31.3.2 für Sprühaerosole oder 31.3.4 für Schaumaerosole in erfüllt; und
- (c) Ein Aerosolprodukt ist als nicht entzündbar einzustufen (Unterklasse 2.2/Kategorie 3), wenn es 1 % oder weniger Anteile an brennbaren Komponenten enthält und die Verbrennungsenthalpie kleiner 20 kJ/g ist.

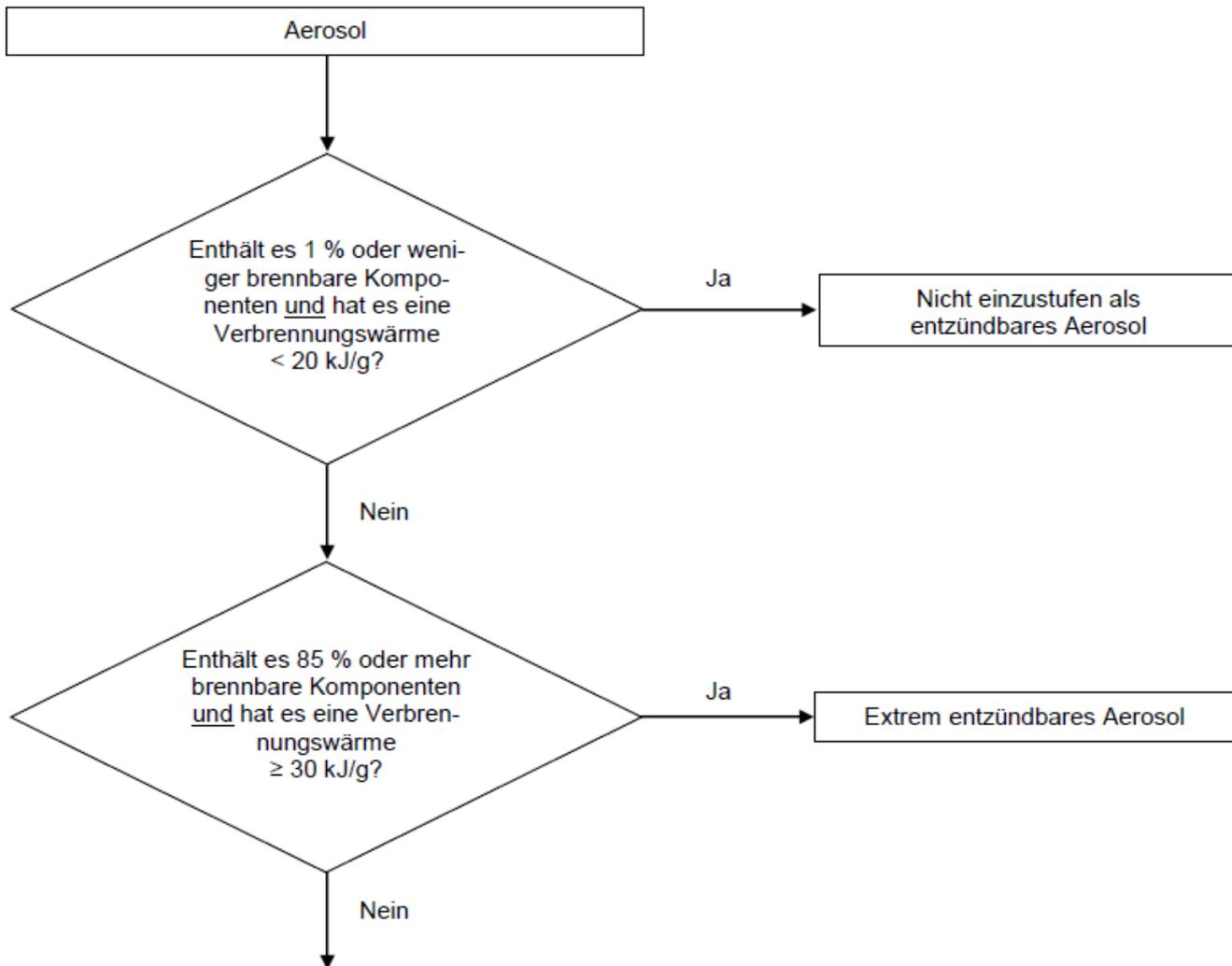
31.3.2 Im Fall von Sprühaerosolen ist die Klassifizierung unter Berücksichtigung der chemischen Verbrennungsenthalpie und der Ergebnisse der Flammstrahlprüfung vorzunehmen (siehe Abschnitt 31.4 des Prüfhandbuchs)

31.3.3 Die chemische Verbrennungsenthalpie ist gemäß einer der Standardmethoden nach ASTM D 240, ISO/FDIS 13943:1999 (E/F) 86.1 bis 86.3 und NFPA 30B zu bestimmen.

31.3.4 Im Fall von Schaumaerosolen ist die Klassifizierung auf Grundlage der Ergebnisse der Schaumbrennbarkeitsprüfungen (siehe Abschnitt 31.6 des Prüfhandbuchs) vorzunehmen.

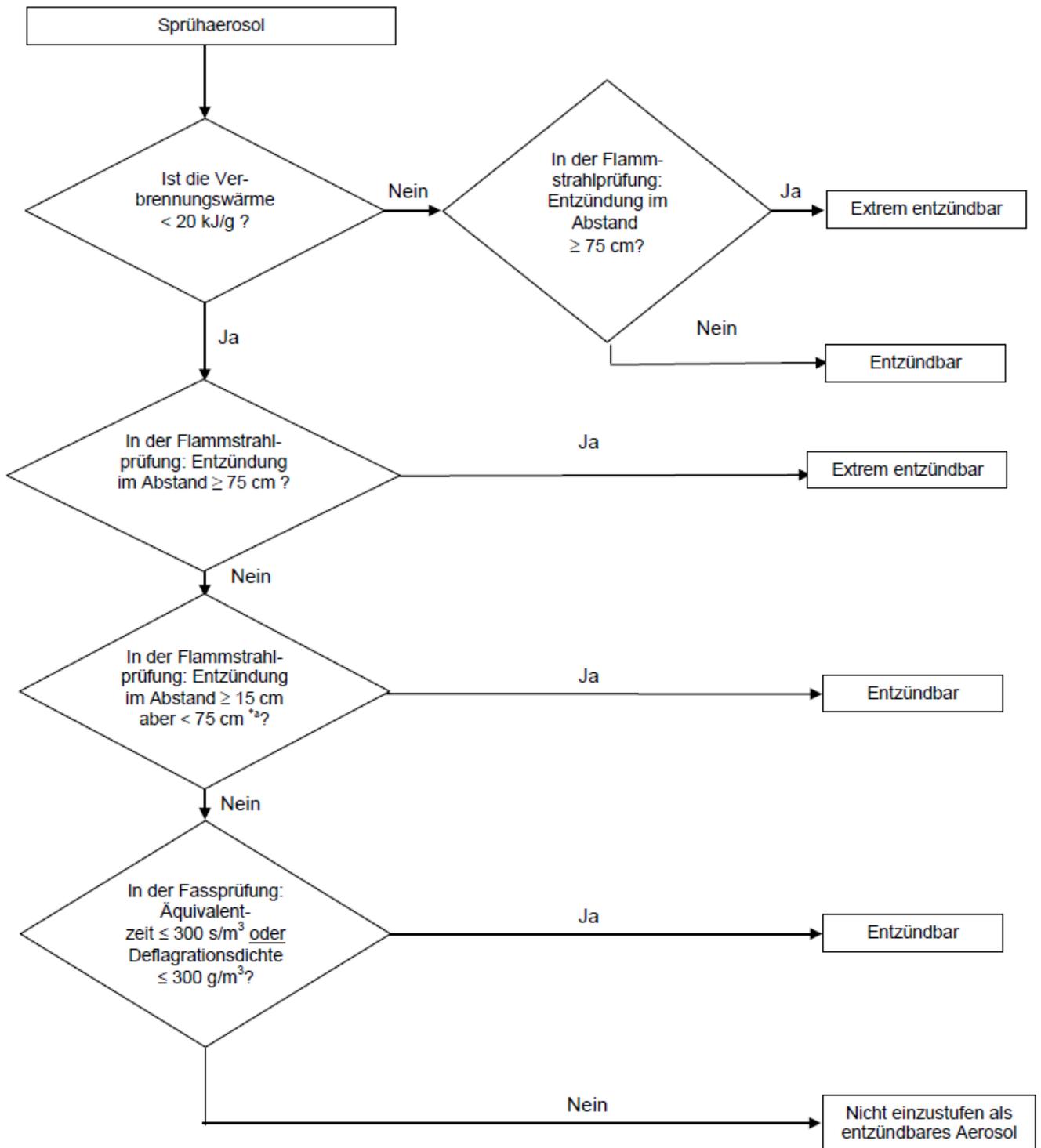
31.3.5 Das Einstufungsverfahren für Aerosole, Sprühaerosole und Schaumaerosole ist in den Abbildungen 31.1, 31.2 und 31.3 zusammenfassend dargestellt.

Abbildung 31.1: KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN FÜR ENTZÜNDBARE AEROSOLE



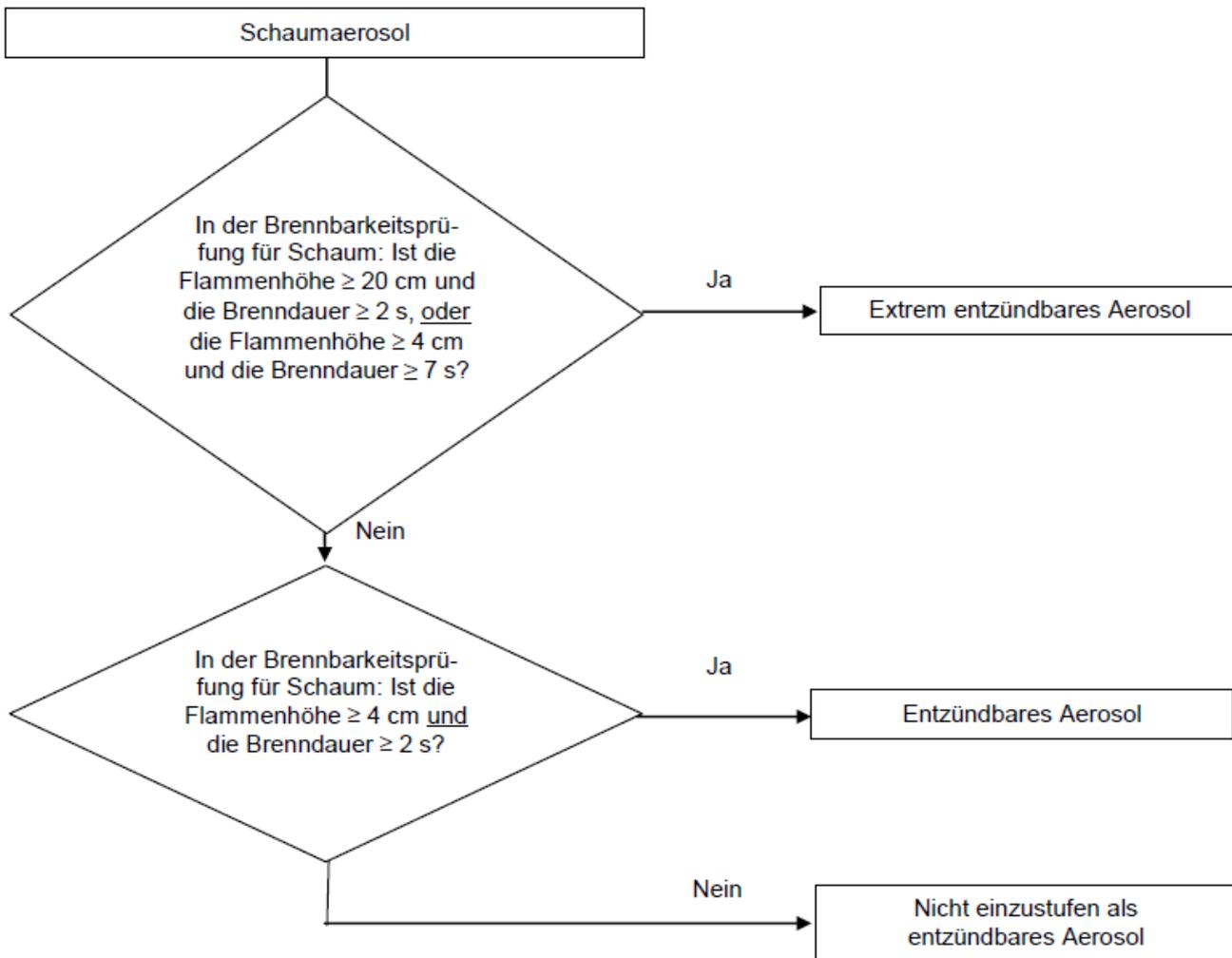
Für Sprayaerosole siehe Abbildung 31.2
Für Schaumaerosole siehe Abbildung 31.3

Abbildung 31.2: KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN FÜR SPRÜHAEROSOLE



*a In der englischen Ausgabe wird auf die Eingrenzung des Zündabstandes „aber < 75 cm“ verzichtet, da sie sich aus dem Fließschema ableitet. Zur eindeutigen Darstellung wurde der Zusatz in der deutschen Ausgabe ergänzt.

Abbildung 31.3: KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN FÜR SCHAUMAEROSOLE



31.4 Flammstrahlprüfung für Sprühaerosole

31.4.1 Einleitung

31.4.1.1 Diese Standardprüfmethode beschreibt das Verfahren zur Bestimmung des Zündabstandes eines Sprühaerosols zur Bewertung der damit verbundenen Flammenrisiken. Das Aerosol wird in Richtung einer Zündquelle gesprüht, die jeweils in Abstandsintervallen von 15 cm steht. Es wird beobachtet, ob sich das Aerosol entzündet und eine anhaltende Flamme entsteht. Eine Zündung mit selbstständiger Verbrennung ist definiert als stabile Flamme, die für mindestens 5 s brennt. Die Zündquelle ist definiert als ein Gasbrenner mit einer blauen, nicht-lumineszierenden Flamme mit 4 cm bis 5 cm Höhe.

31.4.1.2 Diese Prüfung ist anwendbar bei Aerosolerzeugnissen mit einer Sprühweite von 15 cm und mehr. Aerosolprodukte mit einer Sprühweite von weniger als 15 cm, die z. B. Schaum, Mousse, Gel oder Paste abgeben oder mit Dosierhähnen ausgestattet sind, sind von dieser Prüfung ausgenommen. Aerosolprodukte, die Schäume, Mousse, Gels oder Pasten abgeben, werden der Brennbarkeitsprüfung für Schaumaerosole unterzogen.

31.4.2 Prüfgeräte und Materialien

31.4.2.1 Die folgenden Geräte werden benötigt:

| | |
|---|-----------------------|
| Wasserbad mit konstanten 20 °C | Genauigkeit ± 1 °C |
| Kalibrierte Laborwiegeeinrichtung (Waage) | Genauigkeit ± 0,1 g |
| Chronometer (Stoppuhr) | Genauigkeit ± 0,2 s |
| Skalierte Messeinrichtung mit Halterung | Einteilung in cm |
| Gasbrenner mit Halterung | |
| Thermometer | Genauigkeit ± 1 °C |
| Hygrometer | Genauigkeit ± 5 % |
| Druckmesseinrichtung | Genauigkeit ± 0,1 bar |

31.4.3 Verfahren

31.4.3.1 Allgemeine Anforderungen

31.4.3.1.1 Vor der Versuchsdurchführung sind die Druckgaspackungen zu konditionieren und anschließend durch Aerosolentnahme für ca. 1 s vorzubereiten. Ziel dieser Aktion ist die Entfernung nicht-homogenen Materials aus dem Entnahmeventil.

31.4.3.1.2 Die Gebrauchsanweisungen sind strikt einzuhalten, insbesondere, ob die Druckgaspackung in aufrechter oder umgedrehter Position eingesetzt werden soll. Wenn das Schütteln der Dose gefordert wird, ist dieses unmittelbar vor der Prüfung durchzuführen.

31.4.3.1.3 Der Versuch ist in einer zugluftfreien Umgebung mit Lüftung durchzuführen, bei einer Raumtemperatur von 20 °C ± 5 °C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 30 – 80 %.

31.4.3.1.4 Jede Druckgaspackung muss geprüft werden:

- (a) in vollem Zustand nach dem vollständigen Prüfverfahren mit einem Gasbrenner in Abständen zwischen 15 cm und 90 cm vom Ventil der Druckgaspackung;
- (b) mit einem nominellen Füllgrad von 10 % – 12 % (Gewichtsprozent) mit nur einem Versuch, entweder mit einem Abstand von 15 cm zum Ventil der Druckgaspackung, wenn der Sprühstrahl einer vollen Druckgaspackung keine Entzündung bei allen Abständen ergab, oder bei dem Abstand einer zuvor beobachteten Entzündung der vollen Druckgaspackung plus 15 cm.

31.4.3.1.5 Während der Prüfung ist die Druckgaspackung entsprechend der Gebrauchsanweisung zu positionieren. Die Zündquelle ist bauartgerecht zu installieren.

31.4.3.1.6 Das folgende Verfahren erfordert die Prüfung des Aerosols in Intervallen von 15 cm zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung in einem Bereich von 15 cm bis 90 cm. Es ist zweckdienlich, mit einem Abstand von 60 cm zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung zu beginnen. Der Abstand zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung ist um 15 cm zu vergrößern, wenn in 60 cm Abstand eine Entzündung auftritt. Der Abstand ist um 15 cm zu verringern, wenn in 60 cm Abstand zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung keine Entzündung auftritt. Ziel des Verfahrens ist die Bestimmung des maximalen Abstandes zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung, bei dem eine anhaltende Flamme des Sprühaerosols auftritt oder keine Entzündung in einem Abstand von 15 cm zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung beobachtet wird.

31.4.3.2 *Prüfverfahren*

- (a) Mindestens drei volle Druckgaspackungen pro Produkt sind zu konditionieren, indem sie vor jeder Prüfung mindestens 30 min in einem $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ warmen Wasserbad eingetaucht werden. Die Druckgaspackungen müssen mindestens zu 95 % in das Wasserbad eintauchen (sind die Packungen vollständig eingetaucht, sind 30 min Konditionierung ausreichend);
- (b) Den allgemeinen Anforderungen ist nachzukommen. Die Temperatur und relative Luftfeuchtigkeit in der Umgebung sind zu dokumentieren;
- (c) Das Gewicht der Druckgaspackungen ist zu bestimmen und zu dokumentieren;
- (d) Der Innendruck der Druckgaspackung und die anfängliche Entnahmerate bei $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ sind zu bestimmen (Ausschluss fehlerhafter oder nur unvollständig gefüllter Druckgaspackungen);
- (e) Der Gasbrenner ist auf einer ebenen, horizontalen Fläche aufzubauen oder fest mit Hilfe einer geeigneten Halterung zu installieren;
- (f) Der Gasbrenner ist zu entzünden; die Flamme soll nicht-lumineszierend und ca. 4 cm - 5 cm hoch sein;
- (g) Die Austrittsöffnung der Druckgaspackung ist im gewünschten Abstand zur Brennerflamme aufzubauen. Das Aerosol ist in der Ausrichtung zu prüfen, für die die Anwendung ausgelegt ist, z. B. in aufrechter oder umgedrehter Position;

- (h) Die Austrittsöffnung und die Brennerflamme sind auszurichten, so dass die Austrittsöffnung genau in einer Linie der Brennerflamme entgegen gerichtet ist (siehe Abbildung 31.4.1). Der Sprühstrahl muss durch die obere Hälfte der Flamme gehen;
- (i) Den allgemeinen Anforderungen hinsichtlich des Schüttelns der Druckgaspackung ist nachzukommen;
- (j) Das Ventil der Druckgaspackung ist zur Entnahme des Aerosols für 5 s zu betätigen, sofern keine Entzündung eintritt. Wenn eine Entzündung eintritt, ist das Ventil weiter zu betätigen, so dass die Flamme 5 s von Beginn der Entzündung anbrennt;
- (k) Das Ergebnis des Zündversuchs ist für den Abstand zwischen Brennerflamme und Ventil der Druckgaspackung in der dafür vorgesehenen Tabelle zu dokumentieren;
- (l) Wenn keine Entzündung in Schritt (j) aufgetreten ist, ist zu prüfen, ob bei einer alternativen Ausrichtung, z. B. umgedreht für aufrecht zu verwendende Aerosole, der Sprühstrahl des Aerosols zündet;
- (m) Die Schritte (g) bis (l) sind weitere zweimal mit der gleichen Druckgaspackung bei dem gleichen Abstand zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung zu wiederholen (insgesamt dreimal);
- (n) Das Prüfverfahren ist mit dem gleichen Abstand zwischen Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung für zwei weitere Druckgaspackungen des gleichen Produkts zu wiederholen;
- (o) Die Schritte (g) bis (n) des Prüfverfahrens sind je nach den Ergebnissen der einzelnen Versuche bei einem Abstand zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung im Bereich von 15 cm bis 90 cm zu wiederholen (siehe auch 31.4.3.1.4 und 31.4.3.1.5);
- (p) Wenn keine Entzündung in einem Abstand von 15 cm zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung auftritt, ist das Prüfverfahren für die vollen Druckgaspackungen beendet. Das Verfahren ist auch beendet, wenn eine Entzündung oder anhaltende Flamme in einem Abstand von 90 cm beobachtet wird. Wenn keine Entzündung in 15 cm Abstand möglich ist, ist die Nichtzündung zu dokumentieren. Der maximale Abstand zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung, bei dem eine Entzündung und anhaltende Flamme beobachtet werden, ist unter allen Umständen als „Zündabstand“ zu dokumentieren;
- (q) Je ein Versuch ist mit drei Druckgaspackungen mit einem Füllgrad von 10 % bis 12 % durchzuführen. Diese Packungen sind bei einem Abstand zwischen der Brennerflamme und dem Ventil der Druckgaspackung von „Zündabstand der vollen Druckgaspackungen +15 cm“ zu prüfen;
- (r) Die Druckgaspackungen sind bis auf 10 % bis 12 % des nominellen Füllgrades (nach Gewicht) zu entleeren, in dem für jeweils maximal 30 s Aerosol entnommen wird. Zwischen den Entnahmezyklen muss ein Zeitraum von mindestens 300 s liegen. In dieser Zeit sind die Druckgaspackungen zur Konditionierung im Wasserbad zu lagern;
- (s) Die Schritte (g) bis (n) sind für die Druckgaspackungen mit einem Füllgrad von 10 % bis 12 % zu wiederholen, wobei die Schritte (l) und (m) auszulassen sind. Diese Versuche werden in nur einer Ausrichtung

der Druckgaspackungen durchgeführt, z. B. aufrecht oder umgedreht, übereinstimmend mit der Ausrichtung, bei der (wenn überhaupt) eine Entzündung der vollen Druckgaspackungen auftrat;

- (t) Alle Versuchsergebnisse sind in Tabelle 31.4 wie unten dargestellt zu dokumentieren.

31.4.3.2.1 Alle Versuche sind unter einem Abzug in einem Raum durchzuführen, der ggf. gut belüftet werden kann. Die Belüftung des Abzugs und des Raumes kann für mindestens 3 min nach jedem Versuch erfolgen. Es sind alle Sicherheitsvorkehrungen zu treffen, um eine Inhalation der Verbrennungsprodukte zu vermeiden.

31.4.3.2.2 Die Druckgaspackungen mit einem Füllgrad von 10 % bis 12 % des nominellen Füllgrades sind nur einmal zu prüfen. In den Ergebnistabellen braucht nur ein Ergebnis pro Druckgaspackung angegeben zu werden.

31.4.3.2.3 Wenn der Versuch mit den Druckgaspackungen in der Ausrichtung erfolgte, für die die Anwendung ausgelegt ist, und das Ergebnis negativ war, ist der Versuch in der Ausrichtung zu wiederholen, in der am ehesten ein positives Ergebnis erzielt wird.

31.4.4 **Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse**

31.4.4.1 Alle Ergebnisse sind zu dokumentieren. Tabelle 31.4 zeigt ein Muster einer „Ergebnistabelle“.

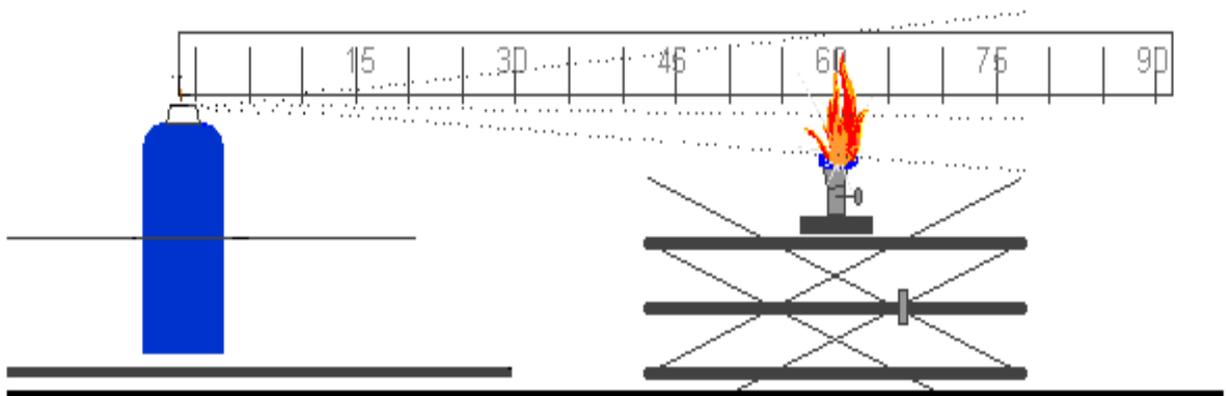
Tabelle 31.4: MUSTER EINER „ERGEBNISTABELLE“

| | | | | | | | |
|--|----------------------------|-------------------|---|-------------------|------------------------------|-------------------|---|
| Datum: | | Temperatur: °C | | | relative Luftfeuchtigkeit: % | | |
| Name des Produkts | | | | | | | |
| Nettovolumen | | Druckgaspackung 1 | | Druckgaspackung 2 | | Druckgaspackung 3 | |
| Anfangsfüllgrad | | % | | % | | % | |
| Abstand der Druckgaspackung | Versuch | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| 15 cm | Entzündung Ja oder Nein | | | | | | |
| 30 cm | Entzündung Ja oder Nein | | | | | | |
| 45 cm | Entzündung Ja oder Nein | | | | | | |
| 60 cm | Entzündung Ja oder Nein | | | | | | |
| 75 cm | Entzündung Ja oder Nein | | | | | | |
| 90 cm | Entzündung Ja oder Nein | | | | | | |
| Beobachtungen – incl. Ausrichtung der Druckgaspackung | | | | | | | |

31.4.4.2 Sprühaerosole sind nachfolgenden Kriterien einzustufen

| Kriterien | UN Modellvorschriften Unterklasse | GHS Kategorie |
|--|--|---------------|
| Entzündung tritt bei einer Entfernung von größer/gleich 75 cm, unabhängig von der Verbrennungsenthalpie auf | 2.1 | 1 |
| Entzündung tritt bei einer Entfernung von weniger als 75 cm und einer Verbrennungsenthalpie von größer/gleich 20 kJ/g auf | 2.1 | 2 |
| Entzündung tritt bei einer Entfernung von größer/gleich 15 cm aber kleiner 75 cm und einer Verbrennungsenthalpie von kleiner 20 kJ/g auf | 2.1 | 2 |
| Keine Entzündung tritt bei der Flammenstrahlprüfung auf und die Verbrennungsenthalpie ist kleiner 20 kJ/g | Fassprüfung gemäß Abschnitt 31.5 ist durchzuführen | |

Abbildung 31.4.1: VERSUCHSAUFBAU FÜR DIE FLAMMSTRAHLPRÜFUNG



31.5 Fassprüfung

31.5.1 Einleitung

31.5.1.1 Dieser Prüfstandard beschreibt eine Methode zur Bewertung der Entzündbarkeit eines Produkts ausgehend von der Zündwilligkeit des Aerosols in einem geschlossenen oder eingegrenzten Volumen. Der Inhalt einer Aerosol-Druckgaspackung wird in einen zylindrischen Versuchsbehälter gesprüht, in dem eine brennende Kerze steht. Wenn eine zu beobachtende Entzündung auftritt, werden die bis zur Entzündung verstrichene Zeit und die bis dahin ausgetragene Masse des Aerosols dokumentiert.

31.5.2 Prüfgeräte und Materialien

31.5.2.1 Die folgenden Geräte werden benötigt:

| | |
|---|---------------------------|
| Chronometer (Stoppuhr) | Genauigkeit $\pm 0,2$ s |
| Wasserbad mit konstanten 20 °C | Genauigkeit ± 1 °C |
| Kalibrierte Laborwiegeeinrichtung (Waage) | Genauigkeit $\pm 0,1$ g |
| Thermometer | Genauigkeit ± 1 °C |
| Hygrometer | Genauigkeit ± 5 % |
| Druckmesseinrichtung | Genauigkeit $\pm 0,1$ bar |
| Zylindrischer Versuchsbehälter | wie unten beschrieben |

31.5.2.2 Versuchsvorbereitungen

31.5.2.2.1 Ein zylindrischer Versuchsbehälter mit einem Volumen von ca. 200 dm³ (55 Gallonen), ca. 600 mm Durchmesser, ca. 720 mm Länge und einem offenen Ende ist wie folgt anzupassen:

- (a) An das offene Ende des Behälters ist ein Verschlusssystem mit einem Klappdeckel anzupassen, oder
- (b) eine Kunststofffolie mit 0,01 mm bis 0,02 mm Dicke wird als Verschluss eingesetzt. Wenn der Versuch mit der Kunststofffolie durchgeführt wird, müssen folgende Anforderungen erfüllt werden:

Die Kunststofffolie ist über das offene Ende des Behälters zu ziehen und mit einem elastischen Band zu fixieren. Die Stärke des Bandes ist so zu wählen, dass es nach der Positionierung um den Behälter bei einer Belastung mit einem Gewicht von 0,45 kg am tiefsten Punkt maximal 25 mm gedehnt wird. In die Kunststofffolie ist ein 25-mm-Schlitz zu schneiden, 50 mm vom Rand des Behälters entfernt. Es ist sicherzustellen, dass die Folie gespannt ist.

- (c) Am anderen Ende des Behälters ist eine Bohrung mit 50 mm Durchmesser und 100 mm Abstand zum Rand so einzubringen, dass die Bohrung nach dem Hinlegen des Behälters für den Versuch am höchsten Punkt ist (siehe Abbildung 31.5.1).

- (d) Auf einem 200 mm x 200 mm Metallgestell ist eine Kerze aus Paraffinwachs mit 20 mm bis 40 mm Durchmesser und 100 mm Höhe zu platzieren. Die Kerze ist zu ersetzen, wenn die Höhe weniger als 80 mm beträgt. Die Kerzenflamme ist gegen das Einsprühen des Aerosols mit einem 150 mm breiten und 200 mm hohen Leitblech zu schützen. Das Leitblech ist in einer Höhe von 150 mm, ausgehend vom unteren Rand, in einem Winkel von 45 ° zu neigen (Abbildung 31.5.2).
- (e) Die Kerze ist mit dem Metallgestell in der Mitte zwischen beiden Enden des Fasses zu installieren (Abbildung 31.5.3).
- (f) Das Fass ist an einem geeigneten Ort auf den Boden oder ein Gestell zu legen, in dem eine Raumtemperatur zwischen 15 °C und 25 °C herrscht. Das zu prüfende Produkt ist in das Fass mit einem Volumen von ca. 200 dm³ zu sprühen, in dem die Kerze montiert ist.

31.5.2.2.2 Üblicherweise wird das Aerosol in einem 90°-Winkel zur vertikalen Achse der Druckgaspackung versprüht. Der Aufbau und das Prüfverfahren beziehen sich auf ein derartiges Aerosolprodukt. Für den Fall abweichender Anwendungsweisen eines Aerosols (z. B. vertikal sprühende Druckgaspackungen) sind die notwendigen Änderungen des Aufbaus und des Prüfverfahrens entsprechend der guten Laborpraxis zu dokumentieren, wie z. B. in ISO/IEC 17025:2005 „Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien“ angegeben^{*1}.

^{*1} *In der englischen Ausgabe wird Bezug auf die frühere Fassung der ISO/IEC 17025 von 1999 genommen. Es wird hier jedoch Bezug auf die aktuelle Fassung von 2005 genommen.*

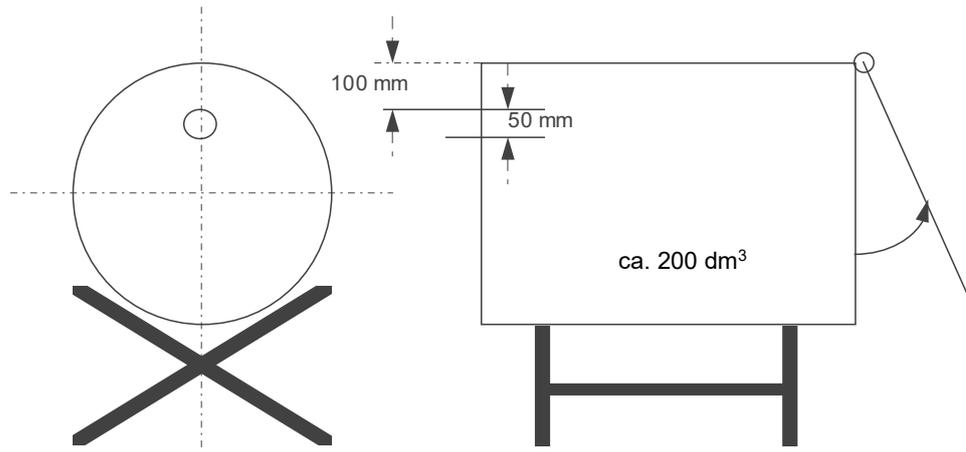


Abbildung 31.5.1: VERSUCHSBEHÄLTER FÜR DIE FASSPRÜFUNG

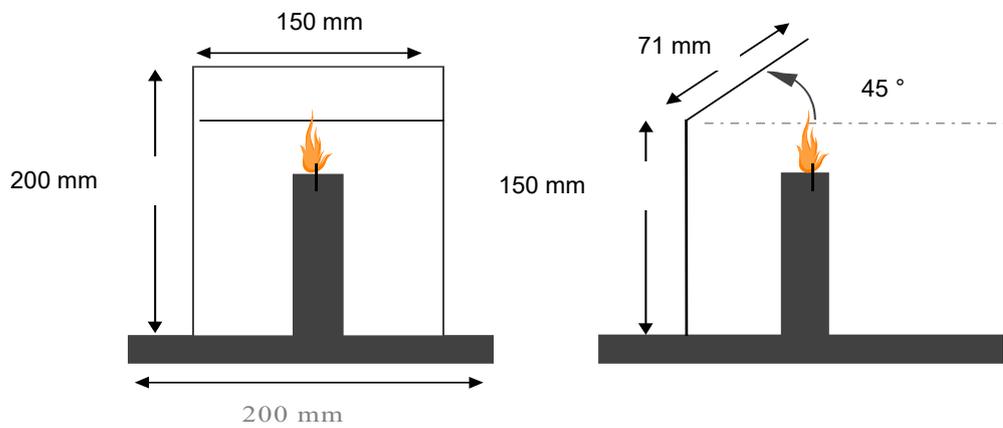


Abbildung 31.5.2: KERZE FÜR DIE FASSPRÜFUNG

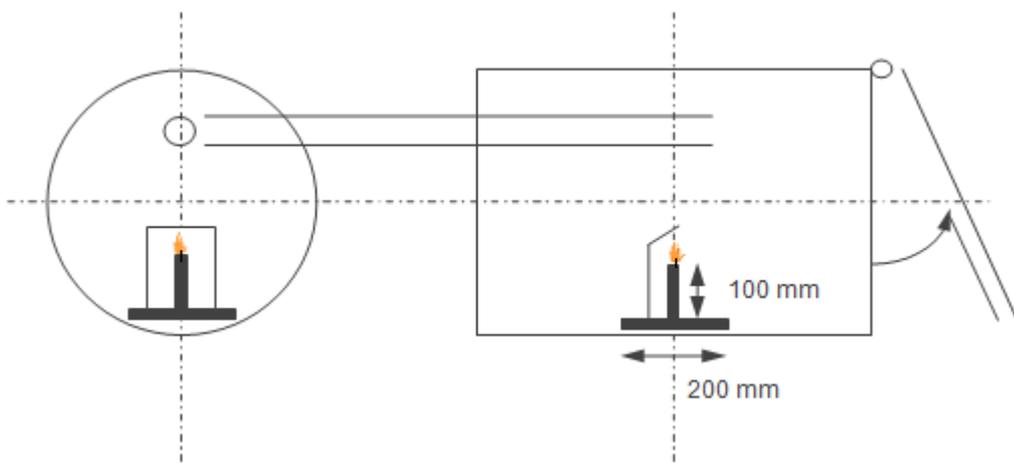


Abbildung 31.5.3: KERZE IN DER METALLHALTERUNG

31.5.3 Verfahren

31.5.3.1 *Allgemeine Anforderungen*

31.5.3.1.1 Vor der Versuchsdurchführung sind die Druckgaspackungen zu konditionieren und anschließend durch Aerosolentnahme für ca. 1 s vorzubereiten. Ziel dieser Aktion ist die Entfernung nicht-homogenen Materials aus dem Entnahmeventil.

31.5.3.1.2 Die Gebrauchsanweisungen sind strikt einzuhalten, insbesondere, ob die Druckgaspackung in aufrechter oder umgedrehter Position eingesetzt werden soll. Wenn das Schütteln der Dose gefordert wird, ist dieses unmittelbar vor der Prüfung durchzuführen.

31.5.3.1.3 Der Versuch ist in einer zugluftfreien Umgebung mit Lüftung durchzuführen, bei einer Raumtemperatur von $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 30 % bis 80 %.

31.5.3.2 *Prüfverfahren*

- (a) Mindestens drei volle Druckgaspackungen pro Produkt sind zu konditionieren, indem sie vor jeder Prüfung mindestens 30 min in einem $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ warmen Wasserbad eingetaucht werden. Die Druckgaspackungen müssen mindestens zu 95 % in das Wasserbad eintauchen (sind die Packungen vollständig eingetaucht, sind 30 min ausreichend);
- (b) Das Volumen des Fasses in dm^3 ist zu messen oder zu berechnen;
- (c) Den allgemeinen Anforderungen ist nachzukommen. Die Temperatur und relative Luftfeuchtigkeit in der Umgebung sind zu dokumentieren;
- (d) Der Innendruck der Druckgaspackung und die anfängliche Entnahmerate bei $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ sind zu bestimmen (Ausschluss fehlerhafter oder nur unvollständig gefüllter Druckgaspackungen);
- (e) Das Gewicht der Druckgaspackungen ist zu bestimmen und zu dokumentieren;
- (f) Die Kerze ist zu entzünden und das Verschlusssystem zu betätigen (Klappdeckel oder Kunststofffolie);
- (g) Das Ventil der Druckgaspackung ist 35 mm oder näher vom Mittelpunkt der Bohrung des Fasses bei einem breit zu versprühenden Aerosol zu positionieren. Der Chronometer (Stoppuhr) ist zu starten und die allgemeinen Gebrauchsanweisungen des Aerosols sind zu befolgen. Der Sprühstrahl ist direkt in die Mitte des gegenüberliegenden Endes (Klappdeckel oder Folie) zu richten. Das Aerosol ist in der Ausrichtung zu prüfen, für die die Anwendung ausgelegt ist, z. B. aufrecht oder umgedreht;
- (h) Es ist so lange in das Fass zu sprühen, bis eine Entzündung auftritt. Die Stoppuhr wird angehalten und die bis dahin verstrichene Zeit dokumentiert. Die Druckgaspackung ist nochmals zu wiegen und das Gewicht zu dokumentieren;
- (i) Das Fass ist zu belüften und von allen Rückständen, die weitere Versuche beeinflussen können, zu befreien. Falls notwendig, sollte das Fass abkühlen;

- (j) Die Versuchsschritte (d) bis (i) sind mit zwei weiteren Druckgaspackungen des gleichen Produkts zu wiederholen (drei insgesamt, Bemerkung: jede Druckgaspackung wird nur einmal geprüft).

31.5.4 **Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse**

31.5.4.1 Es ist ein Prüfbericht mit folgenden Informationen anzufertigen:

- (a) das geprüfte Produkt und seine Hinweise;
- (b) der Innendruck und die Entnahmerate der Druckgaspackung;
- (c) die Temperatur und relative Luftfeuchtigkeit im Raum;
- (d) bei jedem Versuch: die Sprühdauer (in s) bis zur Entzündung (im Falle der Nicht-Zündung ist dieses zu dokumentieren);
- (e) die Masse des Aerosols, die bei jedem Versuch in das Fass gesprüht wurde (in g);
- (f) das aktuelle Volumen des Fasses (in dm³).

31.5.4.2 Die Äquivalenzzeit (t_{eq}), die zu einer Entzündung in einem 1-m³-Behälter führt, kann berechnet werden nach:

$$t_{eq} = \frac{1000 \times \text{Sprühdauer (s)}}{\text{Fassvolumen (dm}^3\text{)}}$$

31.5.4.3 Die Deflagrationsdichte (D_{def}), die zu einer Entzündung in einem 1-m³-Behälter führt, kann ebenfalls berechnet werden nach:

$$D_{def} = \frac{1000 \times \text{Masse des versprühten Produkts (g)}}{\text{Fassvolumen (dm}^3\text{)}}$$

31.5.4.4 Sprayerosole mit einer Verbrennungsenthalpie von weniger als 20 kJ/g, bei denen keine Entzündung in der Flammstrahlprüfung auftreten (siehe Unterabschnitt 31.4 des Prüfhandbuchs), sind entsprechend den folgenden Kriterien einzustufen:

| Kriterien | UN Modellvorschriften Unterklasse | GHS Kategorie |
|---|--|--------------------------|
| Die Äquivalenzzeit ist kleiner/gleich 300 s/m ³ oder die Deflagrationsdichte ist kleiner/gleich 300 g/m ³ | 2.1 | 2 |
| Die Äquivalenzzeit ist größer 300 s/m ³ und die Deflagrationsdichte ist größer 300 g/m ³ | 2.2 | 3 |

31.6 Brennbarkeitsprüfung für Schaumaerosole

31.6.1 Einleitung

31.6.1.1 Dieser Prüfstandard beschreibt eine Methode zur Bewertung der Entzündbarkeit eines Sprühaerosols, welches in Form eines Schaumes, einer Mousse, eines Gels oder einer Paste freigesetzt wird. Ein Aerosol, welches einen Schaum, eine Mousse, ein Gel oder eine Paste absondert, wird auf ein Uhrglas gesprüht (ca. 5 g) und eine Zündquelle (Kerze, Wachspapier, Streichholz oder Feuerzeug) auf dem Glas positioniert. Es wird beobachtet, ob sich der Schaum, die Mousse, das Gel oder die Paste entzündet oder eine anhaltende Flamme gebildet wird. Eine Entzündung wird als eine stabile Flamme mit einer Brenndauer von mindestens 2 s und einer Flammenhöhe von wenigstens 4 cm definiert.

31.6.2 Prüfgeräte und Materialien

31.6.2.1 Die folgenden Geräte werden benötigt:

| | |
|---|---------------------------|
| Skalierte Messeinrichtung mit Halterung | Einteilung in cm |
| Feuerbeständiges Uhrglas mit einem Durchmesser von ca. 150 mm | |
| Chronometer (Stoppuhr) | Genauigkeit $\pm 0,2$ s |
| Kerze, Wachsstock, Streichholz oder Feuerzeug | |
| Kalibrierte Laborwiegeeinrichtung (Waage) | Genauigkeit $\pm 0,1$ g |
| Wasserbad mit konstanten 20 °C | Genauigkeit ± 1 °C |
| Thermometer | Genauigkeit ± 1 °C |
| Hygrometer | Genauigkeit ± 5 % |
| Druckmesseinrichtung | Genauigkeit $\pm 0,1$ bar |

31.6.2.2 Das Uhrglas ist auf eine feuerfeste Unterlage in einer zugluftfreien Umgebung zu stellen, die nach jedem Versuch belüftet werden kann. Die skalierte Messeinrichtung ist genau hinter dem Uhrglas in senkrechter Anordnung mit Hilfe einer Halterung aufzubauen.

31.6.2.3 Die skalierte Messeinrichtung ist so zu stellen, dass der Anfang mit dem Boden des Uhrglases in horizontaler Ausrichtung übereinstimmt.

31.6.3 Verfahren

31.6.3.1 Allgemeine Anforderungen

31.6.3.1.1 Vor der Versuchsdurchführung sind die Druckgaspackungen zu konditionieren und anschließend durch Aerosolentnahme für ca. 1 s vorzubereiten. Ziel dieser Aktion ist die Entfernung nichthomogenen Materials aus dem Entnahmeventil.

31.6.3.1.2 Die Gebrauchsanweisungen sind strikt einzuhalten, insbesondere, ob die Druckgaspackung in aufrechter oder umgedrehter Position eingesetzt werden soll. Wenn das Schütteln der Dose gefordert wird, ist dieses unmittelbar vor der Prüfung durchzuführen.

31.6.3.1.3 Der Versuch ist in einer zugluftfreien Umgebung mit Lüftung durchzuführen, bei einer Raumtemperatur von 20 °C \pm 5 °C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 30 % bis 80 %.

31.6.3.2 Prüfverfahren

- (a) Mindestens vier volle Druckgaspackungen pro Produkt sind zu konditionieren, indem sie vor jeder Prüfung mindestens 30 min in einem $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ warmen Wasserbad eingetaucht werden. Die Druckgaspackungen müssen mindestens zu 95 % in das Wasserbad eintauchen (sind die Packungen vollständig eingetaucht, sind 30 min ausreichend);
- (b) Den allgemeinen Anforderungen ist nachzukommen. Die Temperatur und relative Luftfeuchtigkeit in der Umgebung sind zu dokumentieren;
- (c) Der Innendruck der Druckgaspackung bei $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ ist zu bestimmen (Ausschluss fehlerhafter oder nur unvollständig gefüllter Druckgaspackungen);
- (d) Die Entleerungs- oder Flussrate des zu untersuchenden Aerosolprodukts ist zu bestimmen, so dass die Masse an herausgetragenem Produkt mit hoher Genauigkeit bestimmt werden kann;
- (e) Das Gewicht der Druckgaspackungen ist zu bestimmen und zu dokumentieren;
- (f) Auf der Grundlage der ermittelten Entleerungs- oder Flussrate und unter Einhaltung der Gebrauchsanweisungen des Herstellers sind ca. 5 g des Produkts auf die Mitte des sauberen Uhrglases zu sprühen, so dass ein Hügel nicht höher als 25 mm entsteht;
- (g) Innerhalb von 5 s nach abgeschlossener Entnahme des Produkts ist die Zündquelle am Rand der Probe zu platzieren und der Chronometer (Stoppuhr) zu starten. Falls notwendig kann die Zündquelle nach ca. 2 s wieder entfernt werden, um genau beobachten zu können, ob eine Entzündung stattgefunden hat. Wenn offenkundig keine Entzündung vorliegt, ist die Zündquelle wieder am Rand der Probe zu platzieren;
- (h) Wenn eine Entzündung auftritt, sind folgende Punkte zu dokumentieren:
 - (i) die maximale Höhe der Flamme oberhalb des Bodens vom Uhrglas in cm;
 - (ii) die Brenndauer der Flamme in s;
 - (iii) die Trocknung und Rückwaage der Druckgaspackung und Berechnung der Masse des versprühten Produkts;
- (i) Die Umgebung des Versuchs ist unmittelbar nach jedem Versuch zu belüften;
- (j) Wenn keine Entzündung auftritt und das versprühte Produkt während des Versuchs in der Schaum- oder Pastenform verbleibt, sind die Schritte (e) bis (i) zu wiederholen. Dabei soll das Produkt 30 s, 1 min, 2 min oder 4 min vor dem Anzündversuch stehen bleiben;
- (k) Die Schritte (e) bis (j) sind zwei weitere Male (insgesamt dreimal) mit der gleichen Druckgaspackung zu wiederholen;
- (l) Die Schritte (e) bis (k) sind für zwei weitere Druckgaspackungen (drei insgesamt) des gleichen Produkts zu wiederholen.

31.6.4 **Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse**

31.6.4.1 Es ist ein Prüfbericht mit folgenden Informationen anzufertigen:

- (a) ob das Produkt sich entzündete;
- (b) die maximale Flammenhöhe in cm;
- (c) die Brenndauer der Flamme in s;
- (d) die Masse des geprüften Produkts.

31.6.4.2 Die Schaumaerosole sind entsprechend den folgenden Kriterien einzustufen:

| Kriterien | UN Modellvorschriften Unterklasse | GHS Kategorie |
|---|--|--------------------------|
| Die Flammhöhe ist größer/gleich 20 cm und die Brenndauer größer/gleich 2 s | 2.1 | 1 |
| Die Flammhöhe ist größer/gleich 4 cm und die Brenndauer größer/gleich 7 s | 2.1 | 1 |
| Die Flammhöhe ist größer/gleich 4 cm und die Brenndauer größer/gleich 2 s | 2.1 | 2 |
| Die Flammhöhe ist kleiner/gleich 4 cm und die Brenndauer kleiner/gleich 2 s (falls vorhanden) | 2.2 | 3 |

ABSCHNITT 32

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE FLÜSSIGE STOFFE UND ENTZÜNDBARE FLÜSSIGE STOFFE

32.1 Zweck

Dieser Abschnitt beschreibt das Klassifizierungssystem der Vereinten Nationen für desensibilisierte explosive flüssige Stoffe und entzündbare flüssige Stoffe (Klasse 3 /Kategorie 1 bis 4). Die Ausführungen sind in Verbindung mit den Klassifizierungsprinzipien des Kapitels 2.3 der Modellvorschriften, des Kapitels 2.6 des GHS und den Prüfverfahren der Unterkapitel 32.4 und 32.5 dieses Handbuchs anzuwenden. Die Bemerkung 2 im Abschnitt 2.1.2.2 des GHS ist ebenfalls zu berücksichtigen.

32.2 Anwendungsbereich

32.2.1 Desensibilisierte explosive flüssige Stoffe sind explosive Stoffe, die in Wasser oder anderen flüssigen Stoffen gelöst oder suspendiert sind und so ein homogenes flüssiges Gemisch bilden, um ihre explosiven Eigenschaften zu unterdrücken (siehe 2.3.1.4 der Modellvorschriften).

32.2.2 Stoffe werden nur dann als entzündbare flüssige Stoffe klassifiziert, wenn ihr Flammpunkt nicht über 60 °C, bestimmt nach einem Verfahren im geschlossenen Tiegel, oder nicht über 65,6 °C, bestimmt nach einem Verfahren im offenen Tiegel, liegt; oder wenn Stoffe, die bei erhöhter Temperatur befördert oder für die Beförderung bereitgestellt werden, bei der maximal möglichen Beförderungstemperatur oder darunter entzündbare Dämpfe bilden. Flüssige Stoffe, die einen Flammpunkt über 35 °C, aber nicht über 60 °C haben, können jedoch in manchen Rechtsbereichen (z. B. Beförderung) als nicht entzündbare flüssige Stoffe betrachtet werden, wenn sie nicht selbstunterhaltend verbrennen (d. h. es werden negative Ergebnisse bei der Prüfung L.2 zur Bestimmung der selbstunterhaltenden Verbrennung im Unterabschnitt 32.5.2 dieses Prüfhandbuches erhalten).

32.2.3 Im Kapitel 3.2 der Modellvorschriften namentlich aufgeführte entzündbare flüssige Stoffe sind als chemisch rein anzusehen. In der Praxis sind die Stoffe, die unter diesen Namen befördert werden, oftmals technische Produkte, die zusätzliche Stoffe oder Verunreinigungen enthalten. Deshalb kann es vorkommen, dass flüssige Stoffe, die nicht in der Liste aufgeführt sind, da sie als Reinstoff einen Flammpunkt über 60 °C, bestimmt nach einem Verfahren im geschlossenen Tiegel, oder über 65,6 °C, bestimmt nach einem Verfahren im offenen Tiegel, haben, einer „Gattungseintragung“ oder „nicht anderweitig genannten“ entzündbaren Flüssigkeiten mit einem Flammpunkt an bzw. unter dieser Grenze zugeordnet werden. Vor allem flüssige Stoffe, die als Reinstoff in Verpackungsgruppe III/Kategorie 3 aufgeführt würden, können als technisches Produkt aufgrund vorhandener Zusätze oder Verunreinigungen unter Verpackungsgruppe II/Kategorie 2 fallen.

32.2.4 Aus den genannten Gründen sind die Listen mit Bedacht anzuwenden, da sie lediglich eine Orientierung darstellen. Im Zweifel sollte der Flammpunkt experimentell bestimmt werden.

32.2.5 Flüssige Stoffe werden als nicht selbstunterhaltend verbrennend (keine

Aufrechterhaltung der Verbrennung unter definierten Prüfbedingungen) angesehen, wenn die Prüfung zur Bestimmung der selbstunterhaltenden Verbrennung (siehe Abschnitt 32.5.2) negativ ausfällt oder wenn ihr Brennpunkt nach ISO 2592 größer als 100 °C ist oder wenn es sich um mischbare Lösungen mit einem Wasseranteil von mehr als 90 % Massenanteil handelt.

32.3 Klassifizierungsverfahren

32.3.1 Entzündbare flüssige Stoffe

32.3.1.1 Zur Klassifizierung eines entzündbaren flüssigen Stoffes ist die Tabelle 32.1 heranzuziehen.

32.3.1.2 Für flüssige Stoffe, deren einzige Gefahr die Entzündbarkeit ist, ergibt sich die Verpackungsgruppe aus der Gefahrklassifizierung nach Tabelle 32.1.

32.3.1.3 Für einen flüssigen Stoff mit Zusatzgefahr(en) muss sowohl die nach Tabelle 32.1 bestimmte Verpackungsgruppe als auch die Verpackungsgruppe auf Grund der Schwere der Zusatzgefahr(en) berücksichtigt werden. In diesen Fällen ist die Tabelle der überwiegenden Gefahr in Kapitel 2.0, Unterabschnitt 2.0.3 der Modellvorschriften für die korrekte Klassifizierung der flüssigen Stoffe heranzuziehen. Die Verpackungsgruppe, die den höchsten Gefahrengrad bei unterschiedlichen Gefahren des Stoffes angibt, ergibt dann die Verpackungsgruppe dieses Stoffes.

Tabelle 32.1: KLASSIFIZIERUNG NACH DER GEFAHR DER ENTZÜNDBARKEIT

| Kriterien | Modellvorschriften Verpackungsgruppe | GHS Kategorie |
|--|---|------------------|
| Flammpunkt < 23 °C und Siedebeginn ≤ 35 °C | I | 1 |
| Flammpunkt < 23 °C und Siedebeginn > 35 °C | II | 2 |
| Flammpunkt ≥ 23 °C und ≤ 60 °C und Siedebeginn > 35 °C | III | 3 |
| Flammpunkt > 60 °C und ≤ 93 °C | Nicht anwendbar | 4 |

BEMERKUNG: Das Kriterium des Siedebeginns von > 35 °C für die Verpackungsgruppe III/ Kategorie 3 wird derzeit im GHS nicht verwendet.

32.3.2 Desensibilisierte explosive flüssige Stoffe

32.3.2.1 Dieser Unterabschnitt beschreibt das System der Modellvorschriften zur Klassifizierung von desensibilisierten explosiven flüssigen Stoffen als entzündbare flüssige Stoffe (siehe 2.3.1.4 der Modellvorschriften sowie Bemerkung 2 im Abschnitt 2.1.1 des GHS). Desensibilisierte explosive flüssige Stoffe sind Stoffe, die in Wasser oder anderen flüssigen Stoffen gelöst oder suspendiert sind und so ein homogenes flüssiges Gemisch bilden, um ihre explosiven Eigenschaften zu unterdrücken.

32.3.2.2 Wenn ein Stoff die Kriterien zur Klassifizierung als explosiver Stoff erfüllt, aber so verdünnt wurde, dass er aufgrund der Prüfreihe 6 (siehe Abschnitt 16) von dieser Klasse freigestellt werden kann, soll dieser verdünnte Stoff in die Klasse eingestuft werden, deren Klassifizierungskriterien oder Definitionen er bei der höchsten Konzentration, die ihn noch aus Klasse der Explosiven Stoffe ausnimmt, erfüllt. Wenn sie ausreichend verdünnt sind, können solche Stoffe in manchen Rechtsbereichen (z. B. Beförderung) als ungefährlich angesehen werden (siehe auch 2.1.3.6.3 der Modellvorschriften).

32.3.2.3 Das System zur Klassifizierung von desensibilisierten explosiven flüssigen Stoffen für das Inverkehrbringen und die Verwendung (einschließlich Lagerung) gemäß GHS befindet sich in Abschnitt 51.

32.4 Prüfverfahren zur Bestimmung des Flammpunktes und der Viskosität

32.4.1 Prüfverfahren für nicht-viskose entzündbare flüssige Stoffe

Die folgenden Methoden zur Flammpunktbestimmung für entzündbare flüssige Stoffe können genutzt werden:

Internationale Normen:

ISO 1516
ISO 1523
ISO 2719
ISO 13736
ISO 3679
ISO 3680

Nationale Normen:

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

ASTM D3828-07a, Standard Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester
ASTM D56-05, Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester
ASTM D3278-96(2004)e1, Standard Test Methods for Flash Point of Liquids by Small Scale Closed-Cup Apparatus
ASTM D93-08, Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

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

Französischer Standard NF M 07 - 019
Französischer Standards NF M 07 - 011 / NF T 30 - 050 / NF T 66 - 009
Französischer Standard NF M 07 - 036

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

Standard DIN 51755 (Flammenpunkte unter 65 °C)

Staatliches Komitee für Standardisierung beim Ministerrat, 113813, GSP, Moskau, M-49 Lenin Prospekt, 9:

GOST 12.1.044-84.

32.4.2 Prüfverfahren für viskose entzündbare Stoffe mit einem Flammpunkt kleiner als 23 °C

32.4.2.1 Die Gefahrengruppe von Farben, Lacken, Glasuren, Lasuren, Klebstoffen, Polituren und anderen viskosen entzündbaren Flüssigkeiten mit einem Flammpunkt kleiner als 23 °C wird gemäß Unterabschnitt 2.3.2.2 der Modellverordnung unter Bezugnahme folgender Daten bestimmt:

- (a) Viskosität, ausgedrückt als Auslaufzeit in Sekunden (siehe 32.4.3),
- (b) Flammpunkt im geschlossenen Tiegel (siehe 32.4.2.2), und
- (c) Prüfverfahren zur Lösemittelabtrennung (siehe 32.5.1).

32.4.2.2 Der Flammpunkt im geschlossenen Tiegel ist nach ISO 1523:1983 für Farben und Lacke zu bestimmen. Wenn die Temperatur des Flammpunkts zu niedrig liegt, um Wasser für das Wasserbad zu benutzen, sind folgende Modifizierungen vorzunehmen:

- (a) Ethylenglykol ist im Wasserbad oder in einem anderen geeigneten Gefäß zu verwenden.
- (b) Wenn erforderlich kann ein Kühltank benutzt werden, um die Probe und das Gerät unter die Temperatur zu kühlen, die aufgrund der Methode in Bezug auf den zu erwartenden Flammpunkt notwendig ist. Für niedrigere Temperaturen müssen die Probe und das Gerät auf eine geeignete Temperatur gekühlt werden - z. B., indem Trockeneis langsam zum Ethylenglykol gegeben wird. Die Probe wird ähnlich in einem separaten mit Ethylenglykol gefüllten Gefäß gekühlt.
- (c) Voraussetzung für verlässliche Flammpunkte ist das strikte Einhalten der empfohlenen Heizrate, mit der die Probe während des Versuches erwärmt wird. Abhängig von der Größe des Wasserbades und der darin enthaltenen Menge Ethylenglykol kann eine Teilisolierung des Wasserbades erforderlich sein, um die notwendige niedrige Heizrate einzuhalten.

32.4.3 Viskositätsprüfung

Die Auslaufzeit in Sekunden wird bei 23 °C mit dem Auslaufbecher nach ISO-Norm 2431:1984 mit einer 4-mm-Auslaufdüse bestimmt. Wenn die Auslaufzeit 100 s überschreitet, ist eine zweite Versuchsreihe mit dem Auslaufbecher mit einer 6-mm-Auslaufdüse durchzuführen.

32.5 Prüfverfahren zur Bestimmung der Lösemittelabtrennung und der selbstunterhaltenden Verbrennung

32.5.1 Prüfung L.1: Prüfung zur Lösemittelabtrennung

32.5.1.1 Einleitung

Das Prüfverfahren dient dazu, bei viskosen Stoffen wie Farben, Glasuren, Lacken, Klebstoffen und Polituren die Menge der sich abscheidenden Lösemittelphase zu bestimmen.

32.5.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Ein mit einem Glasstopfen verschließbarer 100-ml-Messzylinder mit einer maximalen Gesamthöhe von 25 cm und einem einheitlichen Innendurchmesser des kalibrierten Bereiches von ca. 3 cm ist erforderlich.

32.5.1.3 Prüfverfahren

Die Farbe ist zu rühren, um eine einheitliche Konsistenz zu erhalten und bis zur 100 ml Marke einzufüllen. Der Messzylinder ist mit dem Stopfen zu verschließen und für 24 Stunden ungestört zu lassen. Nach 24 Stunden wird die Höhe der Flüssigphase, die sich am oberen Rand abgeschieden hat, gemessen.

32.5.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Die Höhe der Flüssigphase, die sich am oberen Rand abgeschieden hat, ist in Prozent der Gesamthöhe der Probe anzugeben. Wenn sich weniger als 3 % an klarer Flüssigphase abscheiden, kann der Stoff in die Verpackungsgruppe III eingestuft werden (siehe Abschnitt 2.3.2.2 der Modellvorschriften) oder nicht Gegenstand der Modellvorschriften sein (siehe 2.3.2.5 der Modellvorschriften).

32.5.2 Prüfung L.2: Prüfung zur Bestimmung der selbstunterhaltenden Verbrennung

32.5.2.1 Einleitung

Mit diesem Prüfverfahren wird bestimmt, ob ein Stoff selbstunterhaltend verbrennt, wenn er nach vorgeschriebenen Prüfbedingungen erwärmt wird und einer Flamme ausgesetzt ist. Ein Metallblock mit einer konkaven Vertiefung (Probenmulde) wird auf eine definierte Temperatur erwärmt. Das festgelegte Volumen des zu prüfenden Stoffes wird in die Probenmulde gefüllt und seine Fähigkeit selbstunterhaltend zu verbrennen, nachdem nach vorgeschriebenem Verfahren eine Gasbrennerflamme angenähert und wieder entfernt wurde, wird registriert.

32.5.2.2 Prüfgeräte und Materialien

32.5.2.2.1 Ein Verbrennungsprüfgerät, bestehend aus einem Block Aluminium-Legierung oder anderem korrosionsresistenten Metall mit hoher Wärmeleitfähigkeit, ist zu verwenden. Der Metallblock hat eine konkave Vertiefung (Probenmulde) und ein Sackloch, um das Thermometer aufzunehmen. Eine kleine Gasbrennerdüse, montiert auf einem Drehzapfen, befindet sich am Metallblock. Der Griff und die Gaszuführung können in jedem beliebigen Winkel zur Gasbrennerdüse angebracht sein. Die Abbildungen 32.5.2.1 und 32.5.2.2 zeigen Schnittzeichnungen einer geeigneten Versuchseinrichtung.

Folgende Ausrüstung ist außerdem erforderlich:

- (a) *Messgerät*, um zu überprüfen, dass der Abstand der Gasdüse zur Oberkante der Probenmulde 2,2 mm beträgt (siehe Bild 32.5.2.1);
- (b) *Thermometer*, Quecksilber-Glastermometer geeignet für horizontalen Einbau mit einer Empfindlichkeit größer als oder gleich 1 mm/°C oder ein anderer Temperaturfühler mit gleicher Empfindlichkeit, der die Temperatur in 0,5 °C-Intervallen angeben kann. Eingebaut in den Metallblock, soll die Thermometerkugel mit Wärmeleitpaste umgeben sein;
- (c) *Heizplatte*, ausgestattet mit einer Temperatur-Regeleinheit. (Zum Heizen des Metallblockes können auch andere Heizeinrichtungen mit geeigneter Temperatur-Regeleinheit verwendet werden);
- (d) *Stoppuhr* oder ein anderes geeignetes Zeitmessgerät;
- (e) *Spritze*, Dosiergenauigkeit 2,0 ml ± 0,1 ml;
- (f) *Brennstoff*, Butan.

32.5.2.2 Die Probe muss repräsentativ für den zu untersuchenden Stoff sein und sie muss vor der Untersuchung in einem dicht geschlossenen Behälter aufbewahrt und bereitgestellt werden. Um den Verlust flüchtiger Bestandteile zu vermeiden, ist die Behandlung der Probe zur Sicherstellung ihrer Homogenität auf ein Minimum zu beschränken. Nach jeder Probenentnahme ist der Behälter sofort wieder dicht zu verschließen, um zu verhindern, dass flüchtige Bestandteile aus dem Behälter entweichen. War der Behälter nicht ordnungsgemäß verschlossen, so ist eine völlig neue Probe zu verwenden.

32.5.2.3 Prüfverfahren

32.5.2.3.1 Es ist unbedingt erforderlich, das Gerät in einem absolut zugfreien Raum¹ und ohne helles Licht aufzustellen, um die Beobachtung der Entzündung, der Flammen usw. leichter erkennen zu können.

32.5.2.3.2 Der Metallblock wird auf die Heizplatte gestellt oder mit anderen geeigneten Heizeinrichtungen erwärmt, so dass seine, auf dem Thermometer angezeigte Temperatur mit einer Toleranz von ± 1 °C zur geforderten Temperatur gehalten werden kann. Die Versuchstemperatur beträgt 60,5 °C oder 75 °C (s. 32.5.2.3.8). Diese Temperatur ist entsprechend der Differenz des aktuellen Luftdruckes zum Normaldruck (101,3 kPa) zu korrigieren, indem sie bei höherem Luftdruck um 1,0 °C pro 4 kPa Abweichung erhöht und bei niedrigerem Luftdruck um 1,0 °C pro 4 kPa Abweichung erniedrigt wird. Es ist sicherzustellen, dass die obere Fläche des Metallblockes exakt horizontal ausgerichtet ist. Mit einem Messgerät ist zu überprüfen, dass sich die Gasbrennerdüse in der Prüfposition 2,2 mm über der Oberkante der Probenmulde befindet.

32.5.2.3.3 Die Gasbrennerflamme ist zu entzünden, wenn sich die Gasbrennerdüse nicht in der Prüfposition befindet (z. B. in der „Aus“-Position, der Probenmulde

¹ **Achtung! Versuche nicht in einem kleinen umschlossenen Bereich (z. B. Glove-Box) durchführen, da Explosionsgefahr besteht.**

abgewandt). Die Größe der Prüfflamme ist auf eine Höhe von 8 mm bis 9 mm und eine Breite von ca. 5 mm einzustellen.

32.5.2.3.4 Mit Hilfe der Spritze werden dem Probenbehälter mindestens 2 ml entnommen, schnell $2,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ in die Probenmulde des Prüfgerätes gefüllt und sofort mit dem Versuch begonnen.

32.5.2.3.5 Nach einer Temperierzeit von 60 s - es wird davon ausgegangen, dass die Probe dann ihre Gleichgewichtstemperatur erreicht hat - und, wenn sich die Probe währenddessen nicht entzündet hat, wird die Gasbrennerflamme in die Prüfposition am Rand des flüssigen Stoffes gebracht. Die Gasbrennerflamme bleibt für 15 s in dieser Position und wird dann in die „Aus“-Position geschwenkt, wobei das Verhalten der Probe beobachtet wird. Die Gasbrennerflamme darf während des Versuches nicht erlöschen.

32.5.2.3.6 Der Versuch ist 3-fach durchzuführen. Bei jedem Versuch ist Folgendes zu beobachten und aufzuzeichnen:

- (a) Ob eine Entzündung und eine selbstunterhaltende Verbrennung oder eine Entflammung der Probe stattfindet oder nicht, bevor die Gasbrennerflamme in die Prüfposition gebracht wird, und
- (b) ob sich die Probe entzündet oder nicht, wenn sich die Gasbrennerflamme in der Prüfposition befindet, und, falls ja, wie lange die Verbrennung anhält, nachdem die Gasbrennerflamme in die Ausgangsposition zurückgebracht wurde.

32.5.2.3.7 Wird eine selbstunterhaltende Verbrennung entsprechend 32.5.2.4 nicht festgestellt, ist die gesamte Versuchsreihe mit einer neuen Probe und einer Temperierzeit von 30 s zu wiederholen.

32.5.2.3.8 Wird eine selbstunterhaltende Verbrennung entsprechend 32.5.2.4 bei $60,5 \text{ °C}$ nicht festgestellt, ist die gesamte Versuchsreihe mit einer neuen Probe und einer Temperatur von 75 °C zu wiederholen.

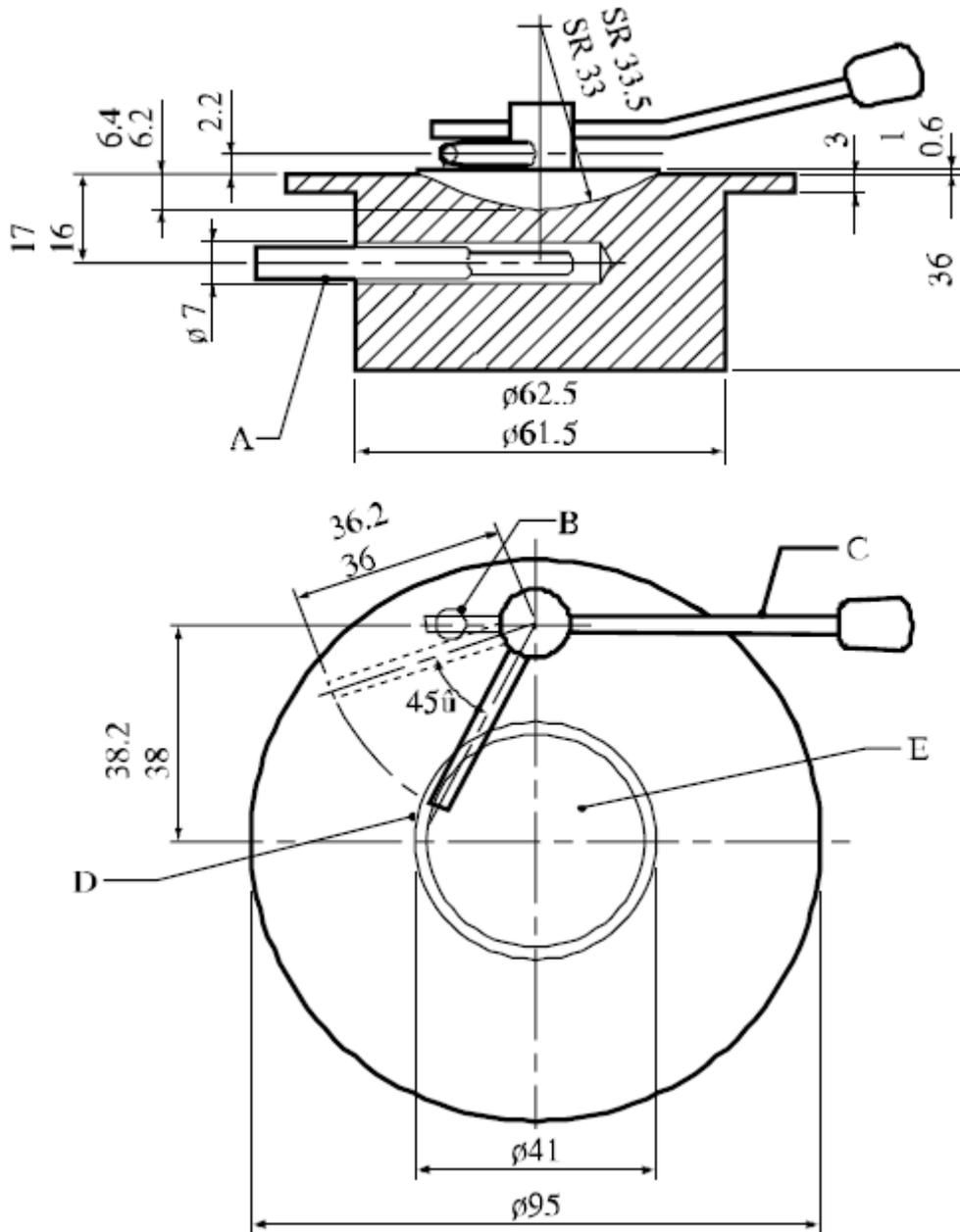
32.5.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Der Stoff ist als nicht selbstunterhaltend verbrennend oder selbstunterhaltend verbrennend einzustufen. Der Stoff ist als selbstunterhaltend verbrennend einzustufen, wenn, unabhängig von der Prüftemperatur und der Temperierzeit, auch nur bei einem Versuch festgestellt wurde, dass:

- (a) Die Probe sich entzündet und selbstunterhaltend verbrennt, wenn sich die Gasbrennerflamme in der Ausgangsposition befindet, oder
- (b) die Probe sich entzündet, während sich die Gasbrennerflamme für 15 s in der Prüfposition befindet und für mindestens 15 s selbstunterhaltend verbrennt, nachdem die Gasbrennerflamme in die Ausgangsposition zurückgeschwenkt wurde.

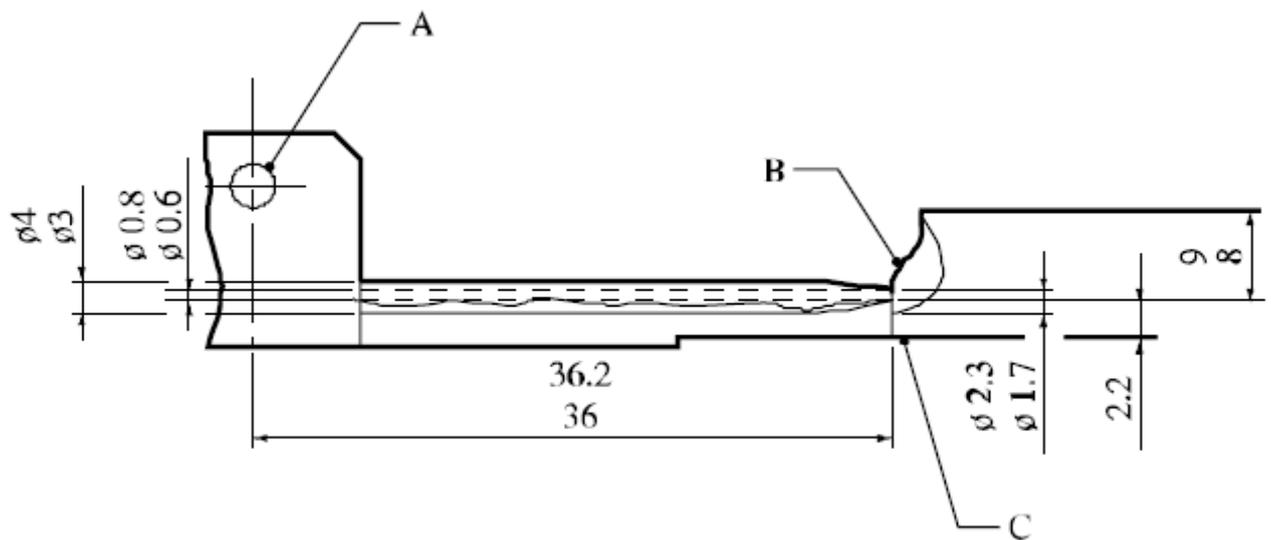
Kurzzeitiges Aufflammen ist nicht als selbstunterhaltende Verbrennung zu werten. Im Allgemeinen kann nach Ablauf der vorgeschriebenen 15 s mit Sicherheit eine Aussage darüber getroffen werden, ob die Verbrennung aufgehört hat oder ob sie sich fortsetzt. In Zweifelsfällen ist der Stoff als selbstunterhaltend verbrennend einzustufen.

Abbildung 32.5.2.1: BRENNBARKEITSPRÜFGERÄT



-
- (A) Thermometer
 - (B) „Aus“ (Ausgangs)-Position
 - (C) Griff
 - (D) Gasbrennerdüse
 - (E) Probenmulde
-

Abbildung 32.5.2.2: GASBRENNERDÜSE UND -FLAMME



-
- (A) Butangasversorgung
 - (B) Gasbrennerflamme
 - (C) Probenmulde
-

32.6 Prüfmethoden zur Bestimmung des Siedepunkts (Siedebeginn)

Die folgenden Methoden zur Bestimmung des Siedebeginns für entzündbare flüssige Stoffe können genutzt werden:

Internationale Normen:

ISO 3924
ISO 4626
ISO 3405

Nationale Normen:

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

Weitere akzeptierte Methoden:

Methode A.2, wie in Teil A des Anhangs zur Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission² beschrieben.

² VERORDNUNG (EG) Nr. 440/2008 DER KOMMISSION vom 30. Mai 2008 zur Festlegung von Prüfmethoden gemäß der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH) (Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaft, Nr. L 142 vom 31. Mai 2008, Seiten 1-739, und L 143 vom 3. Juni 2008, Seite 55).

ABSCHNITT 33

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF ENTZÜNDBARE FESTE STOFFE, DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE FESTE STOFFE, SELBSTZERSETZLICHE STOFFE UND STOFFE, DIE IN BERÜHRUNG MIT WASSER ENTZÜNDBARE GASE ENTWICKELN

33.1 Einleitung

Dieser Abschnitt des Prüfhandbuchs enthält Klassifizierungsverfahren, Prüfverfahren und Kriterien in Bezug auf entzündbare feste Stoffe, desensibilisierte explosive feste Stoffe, selbstzersetzliche Stoffe und Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln.

33.2 Entzündbare feste Stoffe

33.2.1 Zweck

33.2.1.1 Abschnitt 33.2.3 stellt das UN-Klassifizierungssystem für entzündbare feste Stoffe vor (siehe Unterabschnitt 2.4.2.2 der Modellvorschriften und Kapitel 2.7 des GHS). Der Text ist in Verbindung mit den Klassifizierungsprinzipien der Paragraphen 2.4.2.2.2 und 2.4.2.2.3 der Modellvorschriften, Abschnitt 2.7.2 des GHS, dem Fließdiagramm, wie in Abbildung 33.2.3 aufgeführt, und der hier unter 33.2.4 angegebenen Beschreibung des Prüfverfahrens anzuwenden.

33.2.1.2 Um zwischen Stoffen, die entzündet werden können und solchen, die leicht brennen oder deren Brandverhalten besonders gefährlich ist, zu unterscheiden, werden nur solche Stoffe der Klasse der entzündbaren festen Stoffe zugeordnet, deren Abbrandrate einen gewissen Grenzwert überschreitet.

33.2.1.3 Die Prüfverfahren, wie sie hier beschrieben sind, bewerten die relative Gefahr der entzündbaren festen Stoffe in angemessener Weise, so dass eine geeignete Klassifizierung vorgenommen werden kann.

33.2.2 Anwendungsbereich

33.2.2.1 Produkte sind entsprechend der Kriterien, wie in den Paragraphen 2.4.2.2.2 und 2.4.2.2.3 der Modellvorschriften und im Abschnitt 2.7.2 des GHS beschrieben, zu klassifizieren, es sei denn, diese Prüfungen können aus praktischen Gründen nicht durchgeführt werden (z. B. wegen des physikalischen Zustands). Stoffe, die nicht geprüft werden können, sind durch Analogie mit bestehenden Eintragungen zu klassifizieren (siehe Paragraf 2.4.2.2.2.2 der Modellvorschriften).

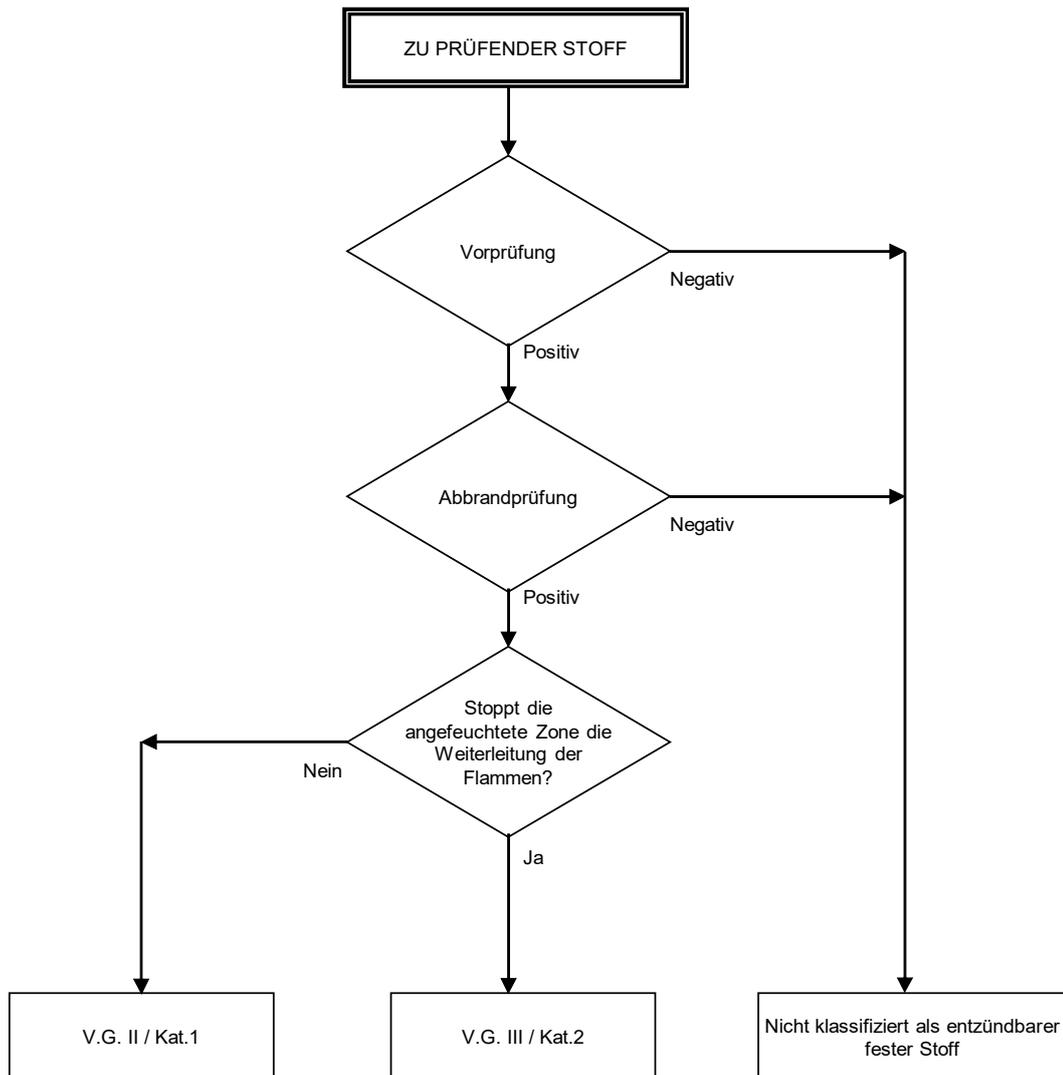
33.2.3 Klassifizierungsverfahren für entzündbare feste Stoffe

33.2.3.1 Eine Vorprüfung ist durchzuführen, um zu bestimmen, ob mittels Zündung durch eine Gasflamme die Ausbreitung eines Brandes mit Flamme oder durch Glimmen stattfindet. Wenn die Ausbreitung innerhalb einer festgelegten Zeit stattfindet, muss die gesamte Prüfung durchgeführt werden, um die Abbrandrate und die Heftigkeit des Abbrands zu bestimmen.

33.2.3.2 Die Prüfungen sind nur bei körnigen, pastenförmigen oder pulverförmigen Stoffen anzuwenden. Wenn bei der Vorprüfung der Stoff sich weder entzündet noch eine Ausbreitung des Brandes mit Flamme oder ein Glimmen stattfindet, ist es nicht

notwendig, die vollständige Abbrandprüfung durchzuführen, weil es sich bei dem Stoff dann nicht um einen entzündbaren festen Stoff handelt. Wenn eine Ausbreitung stattfindet und die Abbrandzeit geringer als die festgelegte Zeit ist, ist die vollständige Abbrandprüfung durchzuführen. Ob der Stoff ein entzündbarer fester Stoff ist und wenn ja, ob er der Verpackungsgruppe II oder III/Kategorie 1 oder 2 zuzuordnen ist, ist auf Grundlage des Prüfergebnisses festzulegen.

Abbildung 33.2.3 FLIESSSCHEMA FÜR DIE KLASSIFIZIERUNG VON ENTZÜNDBAREN FESTEN STOFFEN, AUSGENOMMEN METALLPULVER



33.2.4 Prüfung N.1: Prüfverfahren für entzündbare feste Stoffe

33.2.4.1 Einleitung

Die Fähigkeit eines Stoffes, einen Brand zu unterstützen, wird dadurch geprüft, dass er angezündet wird und die Abbrandzeit bestimmt wird.

33.2.4.2 Prüfgeräte und Materialien

Eine Form von 250 mm Länge und einem dreieckigen Querschnitt mit einer inneren Höhe von 10 mm und einer inneren Breite von 20 mm wird verwendet, um einen Strang für die Abbrandprüfung zu formen. Die Form wird an beiden Längsseiten von zwei Metallflächen begrenzt, die die dreieckige Form um 2 mm überragen (siehe Abbildung 33.2.4.1). Eine undurchlässige, nicht brennbare Platte mit geringer Wärmeleitfähigkeit ist zu verwenden, um den Strang des Prüfmusters aufzunehmen.

33.2.4.3 Prüfverfahren

33.2.4.3.1 Vorprüfung

Der Stoff in seiner handelsüblichen Form ist zu einem durchgehenden Strang oder zu einer pulverförmigen Schüttung von etwa 250 mm Länge, 20 mm Breite und 10 mm Höhe auf einer kalten, undurchlässigen Platte mit geringer Wärmeleitfähigkeit zu formen. Zum Anzünden der Schüttung wird eine heiße Flamme (Mindesttemperatur 1000 °C) eines Gasbrenners (Minstdurchmesser 5 mm) an ein Ende der Schüttung gehalten bis sich das Pulver entzündet, maximal aber 2 Minuten lang (5 Minuten bei Metallpulvern oder Metalllegierungen). Es muss aufgezeichnet werden, ob sich ein Abbrand über eine Länge von 200 mm der Schüttung innerhalb von zwei Minuten Prüfzeit (oder 20 Minuten für Metallpulver) ausbreitet. Wenn sich der Stoff nicht entzündet und sich keine Verbrennung mit einer Flamme oder mit Glimmen über eine Länge von 200 mm der pulverigen Schüttung innerhalb von zwei Minuten Prüfung (oder 20 Minuten für Metallpulver) ausbreitet, ist der Stoff nicht als entzündbarer fester Stoff zu klassifizieren und eine weitere Prüfung ist nicht erforderlich. Wenn der Stoff eine Verbrennung über eine Länge von 200 mm der pulverigen Schüttung innerhalb von 2 Minuten oder weniger als 20 Minuten für Metallpulver weiterleitet, ist das volle Prüfprogramm nach 33.2.4.3.2 durchzuführen.

33.2.4.3.2 Abbrandprüfung

33.2.4.3.2.1 Der pulverförmige oder körnige Stoff in seiner handelsüblichen Form ist lose in die Form einzufüllen. Die Form wird dann dreimal aus einer Höhe von 20 mm auf eine feste Unterlage fallengelassen. Dann sind die seitlichen Begrenzungen zu entfernen und die überschüssigen Stoffmengen sind abzutrennen; eine nicht brennbare, nicht poröse Platte mit geringer Wärmeleitfähigkeit ist auf die Form zu legen, die Vorrichtung ist zu drehen und die Form zu entfernen. Pastenförmige Stoffe werden in Form eines Stranges von 250 mm Länge und mit einem Querschnitt von etwa 100 mm² auf eine nicht brennbare Platte aufgebracht. Bei einem feuchtigkeitsempfindlichen Stoff ist die Prüfung so schnell wie möglich nach der Entnahme aus dem Behälter zu prüfen. Die Schüttung ist quer zur Zugrichtung in einem Abzug anzuordnen. Die Luftabsaugung muss so hoch sein, dass Rauch nicht in das Labor dringen kann; sie soll auch während des Versuchs nicht verändert werden. Um die Versuchsanordnung herum ist ein Windschutz aufzustellen.

33.2.4.3.2.2 Für Stoffe, die keine Metallpulver sind, ist 1 ml einer Befeuchtungslösung auf die Schüttung 30 bis 40 mm hinter der 100-mm-Messzone aufzubringen. Die Befeuchtungslösung ist Tropfen für Tropfen auf die Schüttung aufzubringen, um sicherzustellen, dass der gesamte Querschnitt der Form befeuchtet ist, ohne dass flüssiger Stoff seitlich verloren geht. Der flüssige Stoff muss über die kürzeste mögliche Länge der Form so aufgebracht werden, dass ein seitlicher Verlust vermieden wird. Bei vielen Stoffen fließt das Wasser über die Seiten der Form hinaus, so dass eine Zugabe von Befeuchtungsmitteln notwendig sein kann.

Zu verwendende Befeuchtungsmittel dürfen keine brennbaren Verdünnungsmittel enthalten und der gesamtaktive Anteil der Befeuchtungslösung darf 1 % nicht übersteigen. Dieser flüssige Stoff kann von oben in die Form in ein Loch von 3 mm Tiefe und 5 mm Durchmesser hinzugefügt werden.

33.2.4.3.2.3 Jede geeignete Zündquelle, wie z. B. eine kleine Flamme oder ein heißer Draht mit einer Mindesttemperatur von 1000 °C kann verwendet werden, um die Schüttung an einem Ende anzuzünden. Nach Abbrand der Schüttung über eine Länge von 80 mm ist die Abbrandzeit über die folgenden 100 mm zu messen. Für Stoffe, die keine Metallpulver sind, ist aufzuzeichnen, ob die befeuchtete Zone die Ausbreitung der Flamme für mindestens vier Minuten zum Stoppen bringt oder nicht. Die Prüfung ist sechsmal, jedes Mal unter Verwendung einer sauberen, kalten Platte auszuführen, es sei denn, es wird vorher ein positives Ergebnis festgestellt.

33.2.4.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

33.2.4.4.1 Pulverförmige, körnige oder pastenförmige Stoffe werden als entzündbare Feststoffe eingestuft, wenn die Abbrandzeit bei einer oder mehreren Prüfungen, die in Übereinstimmung mit dem in Abschnitt 33.2.4.3.2 beschriebenen Prüfverfahren durchgeführt wurden, weniger als 45 s beträgt oder wenn die Abbrandrate mehr als 2,2 mm/s beträgt. Metall- oder Metalllegierungspulver sind einzustufen, wenn sie entzündet werden können und sich die Reaktion über die gesamte Länge (100 mm) des Prüfmusters in zehn Minuten oder weniger ausbreitet.

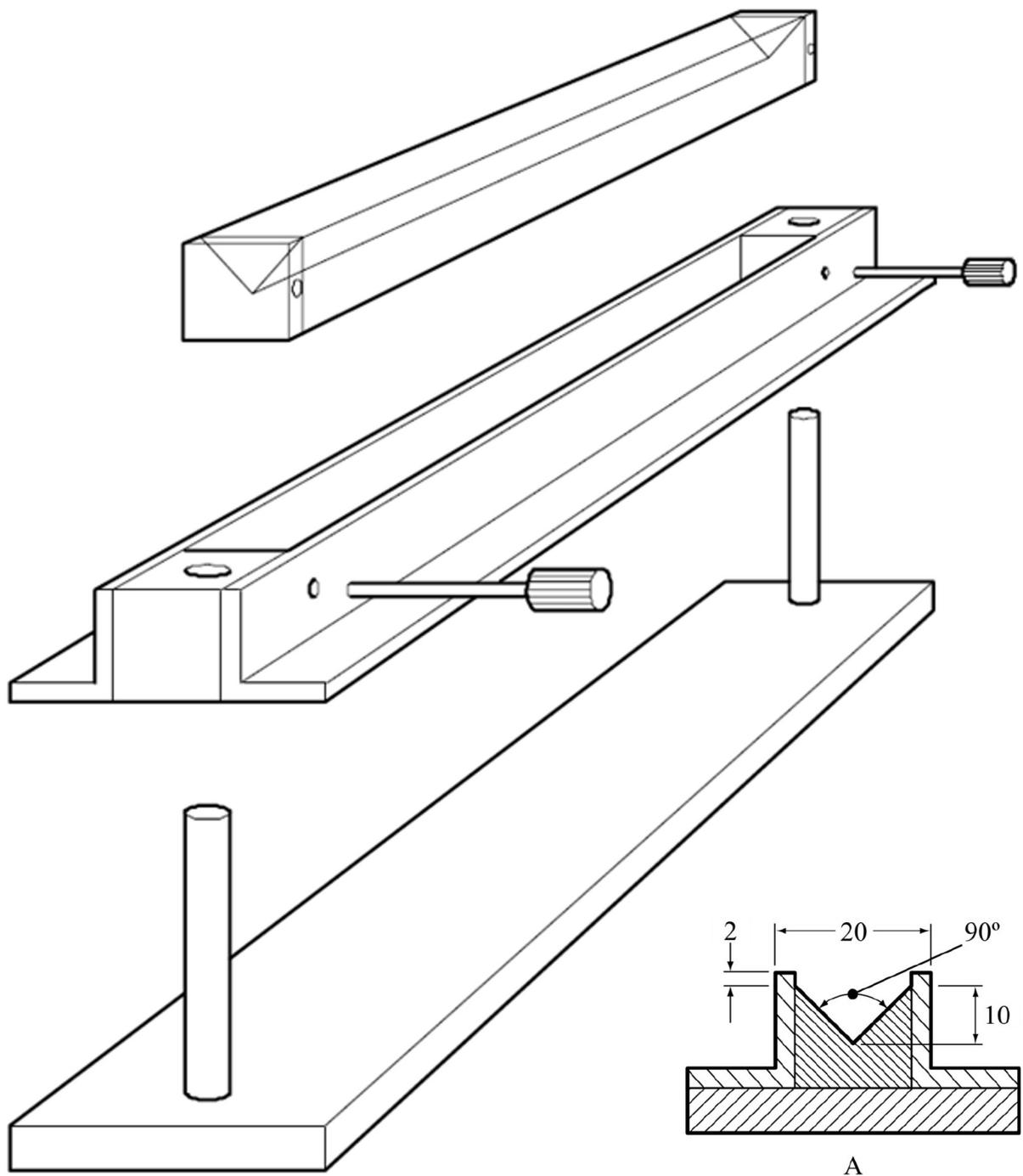
33.2.4.4.2 Entzündbare feste Stoffe (andere als Metallpulver) sind der Verpackungsgruppe II/Kategorie 1 zuzuordnen, wenn die Abbrandzeit kürzer als 45 s ist und die Flamme die befeuchtete Zone passiert. Die Verpackungsgruppe II/Kategorie 1 ist Metall- oder Metalllegierungspulvern zuzuordnen, wenn sich die Reaktionszone über die gesamte Länge (100 mm) des Prüfmusters in fünf Minuten oder weniger ausbreitet.

33.2.4.4.3 Entzündbare feste Stoffe (andere als Metallpulver) sind der Verpackungsgruppe III/Kategorie 2 zuzuordnen, wenn die Abbrandzeit weniger als 45 s beträgt und die befeuchtete Zone die Ausbreitung der Flamme für mindestens vier Minuten zum Stoppen bringt. Die Verpackungsgruppe III/Kategorie 2 ist Metallpulvern zuzuordnen, wenn sich die Reaktion über die gesamte Länge des Prüfmusters (100 mm) in mehr als fünf Minuten aber nicht mehr als zehn Minuten ausbreitet.

33.2.4.4.4 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Abbrandzeit der Vorprüfung (s) | Abbrand- zeit (s) | Zeitver- zögerung (s) | Ergebnis |
|--|---|----------------------------------|--------------------------------------|--|
| Manganethylenbis(dithiocarbamat)- Komplex mit Zinksalz 88 % (Mancozeb) | - | 102 | - | Kein entzünd- barer fester Stoff |
| Manganethylenbis(dithiocarbamat)- Komplex mit Zinksalz 80 % (Mancozeb) | - | 145 | - | Kein entzünd- barer fester Stoff |
| Manganethylenbis(dithiocarbamat)- Komplex mit Zinksalz 75 % (Mancozeb) | Keine Entzündung | - | - | Kein entzünd- barer fester Stoff |

Abbildung 33.2.4.1: FORM UND ZUBEHÖR FÜR DIE BEREITUNG DER SCHÜTTUNG FÜR DIE ABBRANDPRÜFUNG



(A) Querschnitt der 250 mm langen Form

33.3 Desensibilisierte explosive feste Stoffe

33.3.1 Dieser Unterabschnitt stellt das System der Modellvorschriften zur Klassifizierung von desensibilisierten explosiven Stoffen als entzündbare feste Stoffe der Unterklasse 4.1 vor (siehe Unterabschnitt 2.4.2.4 der Modellvorschriften und Bemerkung 2 zum Abschnitt 2.1.2.2 des GHS). Desensibilisierte explosive feste Stoffe sind Stoffe, die so mit Wasser oder Alkohol befeuchtet oder mit anderen Stoffen verdünnt sind, dass ein homogenes festes Gemisch entsteht, um dessen explosive Eigenschaften zu unterdrücken.

33.3.2 Wenn ein Stoff die Kriterien für die Zuordnung zur Klasse der explosiven Stoffe erfüllt, jedoch so verdünnt wird, dass er aufgrund der Prüfserien 6 (siehe Abschnitt 16) von dieser Klasse freigestellt werden kann, ist dieser verdünnte Stoff, wenn er die Klassifizierungskriterien oder die Definition einer anderen Gefahrenklasse erfüllt, mit der höchsten Konzentration, die ihn von der Klasse der Explosivstoffe freistellt, jener Klasse zuzuordnen. Bei ausreichender Verdünnung können diese Stoffe für einige Rechtsbereiche (z. B. Beförderung) als nicht gefährlich betrachtet werden (siehe auch Paragraf 2.1.3.6.3 der Modellvorschriften).

33.3.3 Das System für die Klassifizierung von desensibilisierten explosiven festen Stoffen für das Inverkehrbringen und die Verwendung (einschließlich Lagerung) gemäß dem GHS befindet sich in Abschnitt 51.

33.4 Selbstentzündliche Stoffe (pyrophore und selbsterhitzungsfähige Stoffe)

33.4.1 Zweck

33.4.1.1 Dieser Unterabschnitt stellt das Klassifizierungssystem für selbstentzündliche Stoffe, z. B. pyrophore Flüssigkeiten und selbsterhitzungsfähige feste Stoffe (siehe Abschnitt 2.4.3 der Modellvorschriften und Kapitel 2.9, 2.10 und 2.11 des GHS) vor. Der Text ist in Verbindung mit den in diesen Vorschriften genannten Klassifizierungsprinzipien und den Beschreibungen der Prüfungen unter 33.4.4 bis 33.4.6 anzuwenden.

33.4.1.2 Die Prüfverfahren sind dazu gedacht, zwei Arten von Stoffen mit selbstentzündlichen Eigenschaften zu identifizieren:

- (a) Flüssige oder feste Stoffe, die sich in Berührung mit Luft schon in kleinen Mengen innerhalb von fünf Minuten entzünden. Diese Stoffe sind die am leichtesten selbstentzündlichen Stoffe und werden als pyrophore Stoffe bezeichnet.
- (b) Andere Stoffe, die bei Berührung mit Luft ohne Energiezufuhr selbsterhitzungsfähig sind. Diese entzünden sich nur in großen Mengen (mehrere Kilogramm) und nach einem längeren Zeitraum (Stunden oder Tagen) und werden als selbsterhitzungsfähige Stoffe bezeichnet.

33.4.1.3 Die Prüfverfahren, wie sie hier beschrieben sind, berücksichtigen die entsprechende Gefahr der selbstentzündlichen Stoffe in angemessener Weise, so dass eine geeignete Klassifizierung vorgenommen werden kann.

33.4.2 Anwendungsbereich

33.4.2.1 Stoffe, wie sie für die Beförderung aufgegeben werden, sind den Klassifizierungsverfahren, wie in den Paragraphen 2.4.3.2 und 2.4.3.3 der Modellvorschriften und Kapitel 2.9, 2.10 und 2.11 des GHS beschrieben, zu unterwerfen, es sei denn, diese Prüfungen können aus praktischen Gründen nicht durchgeführt werden (z. B. wegen des physikalischen Zustands).

33.4.3 Klassifizierungsverfahren

33.4.3.1 Pyrophore feste Stoffe

Eine Prüfung ist durchzuführen, um festzustellen, ob sich ein fester Stoff bei Berührung mit Luft innerhalb von fünf Minuten entzündet. Das empfohlene Prüfverfahren ist hier unter 33.4.4 angegeben. Ob ein Stoff ein pyrophorer fester Stoff ist, ist auf Grundlage der Prüfergebnisse zu entscheiden. Alle pyrophoren festen Stoffe sind der Verpackungsgruppe I/Kategorie 1 zuzuordnen.

33.4.3.2 *Pyrophore flüssige Stoffe*

Eine Prüfung ist durchzuführen, um zu bestimmen, ob sich ein flüssiger Stoff bei Berührung mit Luft innerhalb von fünf Minuten entzündet, wenn er auf inertes Trägermaterial aufgetragen wird. Wenn keine Entzündung stattfindet, ist der zweite Teil der Prüfung durchzuführen, um zu bestimmen, ob er ein Filterpapier entzündet oder verkohlt. Das empfohlene Prüfverfahren ist hier unter 33.4.5 angegeben. Ob ein Stoff ein pyrophorer flüssiger Stoff ist, ist auf Grundlage der Prüfergebnisse zu entscheiden. Alle pyrophoren flüssigen Stoffe sind der Verpackungsgruppe I/Kategorie 1 zuzuordnen.

33.4.3.3 *Selbsterhitzungsfähige Stoffe*

33.4.3.3.1 Prüfungen sind durchzuführen, um zu bestimmen, ob Stoffe in einer kubischen Probe mit einer Kantenlänge von 25 mm oder 100 mm bei Prüftemperaturen von 100 °C, 120 °C oder 140 °C eine Selbstentzündung oder gefährliche Erwärmung, die sich durch einen Temperaturanstieg von 60 °C über die Ofentemperatur innerhalb von 24 Stunden bemerkbar macht, zeigen. Das Klassifizierungsprinzip ist in Abbildung 33.4.3.3.1 dargestellt. Diese Kriterien basieren auf der Selbstentzündungstemperatur von Holzkohle, die 50 °C für eine kubische Probe von 27 m³ beträgt. Stoffe mit einer Selbstentzündungstemperatur von mehr als 50 °C für ein Volumen von 27 m³ sind nicht als selbsterhitzungsfähige Stoffe zu klassifizieren. Stoffe mit einer Selbstentzündungstemperatur von mehr als 50 °C für ein Volumen von 450 Litern sind nicht der Verpackungsgruppe II/Kategorie 1 zuzuordnen. Das empfohlene Prüfverfahren ist unter 33.4.6 angegeben.

33.4.3.3.2 Wenn der Stoff keine gefährliche Selbsterhitzung in einer kubischen Probe mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C zeigt, dann ist dieser kein selbsterhitzungsfähiger Stoff.

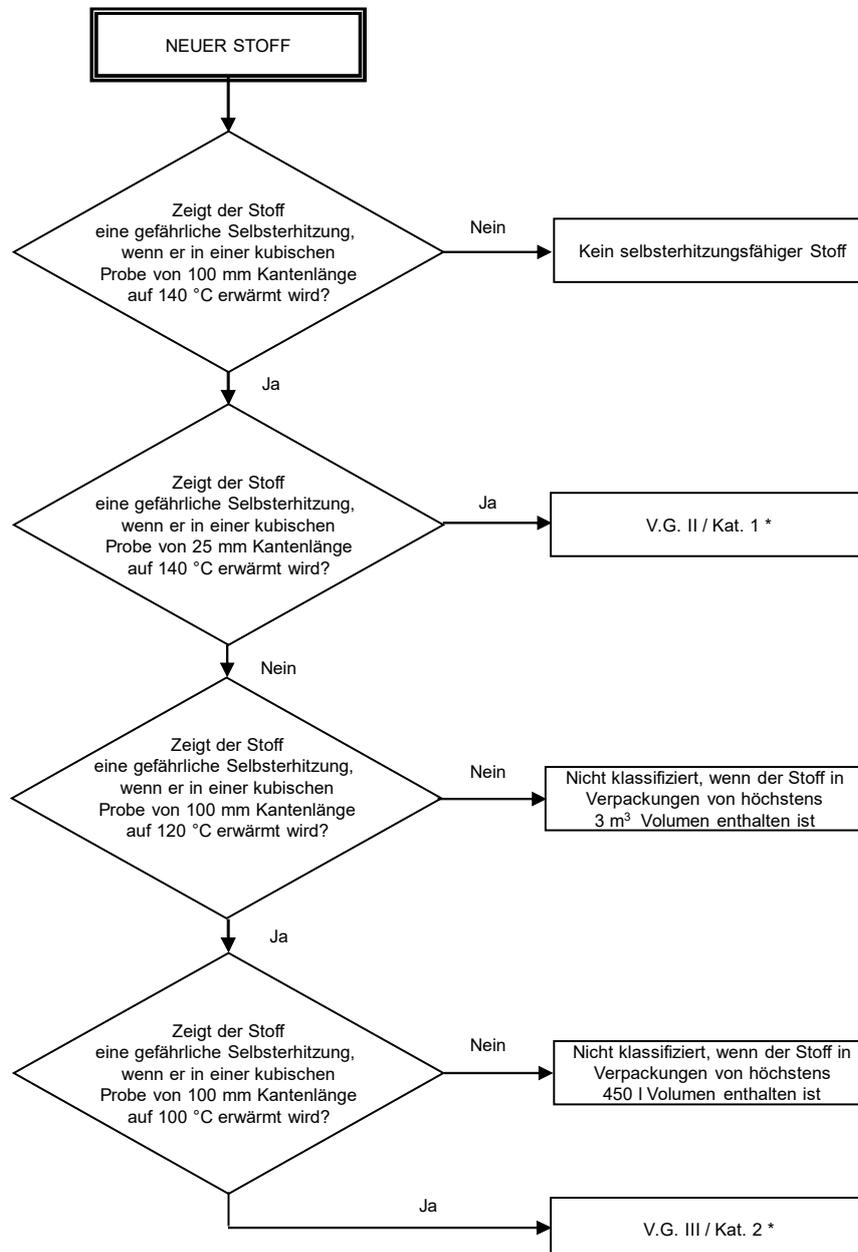
33.4.3.3.3 Wenn der Stoff eine gefährliche Selbsterhitzung in einer kubischen Probe mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C zeigt, dann ist die Prüfung mit dem Stoff in einer kubischen Probe der Kantenlänge 25 mm bei 140 °C durchzuführen, um zu bestimmen, ob er der Verpackungsgruppe II/Kategorie 1 zuzuordnen ist.

33.4.3.3.4 Wenn der Stoff eine gefährliche Selbsterhitzung in einer kubischen Probe mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C zeigt, aber nicht bei einer kubischen Probe von 25 mm Kantenlänge, dann ist die Prüfung mit dem Stoff in einer kubischen Probe von 100 mm Kantenlänge durchzuführen:

- (a) Bei 120 °C, wenn er in Verpackungen mit einem Volumen von höchstens 3 m³ enthalten ist, oder
- (b) bei 100 °C, wenn der Stoff in Verpackungen mit einem Volumen von höchstens 450 Litern enthalten ist.

Ob die Verpackungsgruppe III/Kategorie 2 zuzuordnen ist oder der Stoff kein selbsterhitzungsfähiger Stoff in der verwendeten Verpackung ist, ist auf Grundlage der Prüfergebnisse zu entscheiden.

Abbildung 33.4.3.3.1: KLASSIFIZIERUNG VON SELBSTERHITZUNGSFÄHIGEN STOFFEN



* Stoffe, die eine Selbstentzündungstemperatur von mehr als 50 °C für 27 m³ zeigen, sind nicht als selbsterhitzungsfähige Stoffe zu klassifizieren.

33.4.4 **Prüfung N.2: Prüfverfahren für pyrophore feste Stoffe**

33.4.4.1 *Einleitung*

Die Fähigkeit eines festen Stoffes sich bei Berührung mit Luft zu entzünden, ist durch Kontakt mit Luft und der Bestimmung der Zeit bis zur Entzündung zu prüfen.

33.4.4.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Es ist keine spezielle Laborausrüstung vorgeschrieben.

33.4.4.3 *Prüfverfahren*

1 ml oder 2 ml des zu prüfenden pulverförmigen Stoffes sind aus 1 m Höhe auf eine nicht brennbare Oberfläche auszuschütten und es ist zu beobachten, ob der Stoff sich während des Fallens oder sich beim Setzen innerhalb von fünf Minuten entzündet. Dieses Prüfverfahren ist sechsmal durchzuführen, es sei denn, ein positives Ergebnis wird vorher erhalten.

33.4.4.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Wenn das Prüfmuster sich bei einer der Prüfungen entzündet, ist der Stoff als pyrophor zu bezeichnen und als pyrophorer fester Stoff der Verpackungsgruppe I/ Kategorie 1 zu klassifizieren.

33.4.4.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Entzündungszeit (s) | Ergebnis |
|--|--|------------------------------|
| Manganethylenbis(dithiocarbamat)-Komplex mit Zinksalz 88% (Mancozeb) | Kein Entzünden innerhalb von 5 Minuten | Kein pyrophorer fester Stoff |
| Manganethylenbis(dithiocarbamat)-Komplex mit Zinksalz 80% (Mancozeb) | Kein Entzünden innerhalb von 5 Minuten | Kein pyrophorer fester Stoff |
| Manganethylenbis(dithiocarbamat)-Komplex mit Zinksalz 75% (Mancozeb) | Kein Entzünden innerhalb von 5 Minuten | Kein pyrophorer fester Stoff |

33.4.5 Prüfung N.3: Prüfverfahren für pyrophore flüssige Stoffe

33.4.5.1 *Einleitung*

Die Fähigkeit eines flüssigen Stoffes sich zu entzünden, wenn er auf Trägermaterial aufgetragen und der Luft ausgesetzt wird, oder in Berührung mit Luft Filterpapier zu verkohlen oder zu entzünden, ist zu bestimmen.

33.4.5.2 *Prüfgeräte und Materialien*

Eine Porzellanschale von ca. 100 mm Durchmesser und etwas Diatomeenerde oder Kieselgur werden für den ersten Teil der Prüfung und ein feinporiges Filterpapier für den zweiten Teil benötigt.

33.4.5.3 *Prüfverfahren*

33.4.5.3.1 Eine Porzellanschale von ca. 100 mm Durchmesser wird bei Raumtemperatur mit Diatomeenerde oder Kieselgur bis zu einer Höhe von ca. 5 mm gefüllt. Ungefähr 5 ml des zu prüfenden flüssigen Stoffes sind in die so vorbereitete Porzellanschale einzugießen und es muss beobachtet werden, ob sich der Stoff innerhalb von fünf Minuten entzündet. Diese Prüfung muss sechsmal wiederholt werden, es sei denn, ein positives Ergebnis wird schon vorher beobachtet. Wird ein negatives Ergebnis erhalten, dann ist das Prüfverfahren nach 33.4.5.3.2. durchzuführen.

33.4.5.3.2 0,5 ml des Prüfmusters werden mit einer Spritze auf ein trockenes Filterpapier aufgetragen. Die Prüfung muss bei einer Temperatur von $25\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von $50\% \pm 5\%$ durchgeführt werden. Es muss beobachtet werden, ob eine Entzündung oder Verkohlung des Filterpapiers innerhalb von fünf Minuten nach Auftragen des flüssigen Stoffes eintritt. Die Prüfung muss jeweils mit neuem Filterpapier dreimal wiederholt werden, es sei denn, ein positives Ergebnis wird schon vorher beobachtet.

33.4.5.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Wenn der flüssige Stoff sich im ersten Teil der Prüfung entzündet oder er das Filterpapier entzündet oder verkohlt, ist er als pyrophor zu betrachten und als pyrophorer flüssiger Stoff der Verpackungsgruppe I/Kategorie 1 zu klassifizieren.

33.4.5.5 *Ergebnisbeispiele*

| Stoff | Wirkung bei Luftaussetzung | Wirkung auf Filterpapier | Ergebnis |
|---|-----------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| Diethylaluminiumchlorid/Isopentan (10/90) | Kein Entzünden | Kein Verkohlen | Kein pyrophorer flüssiger Stoff |
| Diethylaluminiumchlorid/Isopentan (15/85) | Kein Entzünden | Verkohlen | Pyrophorer flüssiger Stoff |
| Diethylaluminiumchlorid/Isopentan (95/5) | Kein Entzünden | Verkohlen | Pyrophorer flüssiger Stoff |
| Triethylaluminium/Heptan (10/90) | Kein Entzünden | Kein Verkohlen | Kein pyrophorer flüssiger Stoff |
| Triethylaluminium/Heptan (15/85) | Kein Entzünden | Verkohlen | Pyrophorer flüssiger Stoff |
| Triethylaluminium/Heptan (95/5) | Kein Entzünden | Verkohlen | Pyrophorer flüssiger Stoff |

33.4.6 Prüfung N.4: Prüfverfahren für selbsterhitzungsfähige Stoffe

33.4.6.1 Einleitung

Die Fähigkeit eines Stoffes, einer oxydativen Selbsterhitzung zu unterliegen, ist durch Berührung mit Luft bei Temperaturen von 100 °C, 120 °C oder 140 °C in einem würfelförmigen Drahtnetz mit 25 mm oder 100 mm Kantenlänge zu bestimmen.

33.4.6.2 Prüfgeräte und Materialien

Folgende Prüfgeräte sind erforderlich:

- a) ein Ofen mit Warmluftzirkulation mit einem inneren Volumen von mehr als neun Litern und einer Einrichtung für die Kontrolle der Innentemperatur bei 100 °C, 120 °C oder 140 °C \pm 2 °C;
- b) würfelförmige Probenbehälter von 25 mm und 100 mm Kantenlänge aus nicht rostendem Stahldrahtnetz mit einer Maschenweite von 0,05 mm und einer offenen Fläche (oben); und
- c) Nickel-Chrom/Nickel-Aluminium-Thermoelemente von 0,3 mm Durchmesser; eines in der Mitte der Probe und ein anderes zwischen Probenbehälter und Ofenwand angeordnet.

Jeder Probenbehälter ist in einen würfelförmigen Schutzbehälter aus nicht rostendem Stahldrahtnetz mit einer Maschenweite von 0,60 mm, der geringfügig größer ist als der Probenbehälter, einzusetzen. Um eine Beeinflussung durch Luftzirkulation zu vermeiden, ist der Schutzbehälter in einen zweiten Korb aus Drahtnetz mit einer Maschenweite von 0,595 mm und 150 x 150 x 250 mm Größe einzusetzen.

33.4.6.3 Prüfverfahren

Die pulverförmige oder körnige Probe ist in der handelsüblichen Form in den Probenbehälter bis zum Rand einzufüllen und der Behälter ist danach mehrmals leicht aufzustoßen. Wenn sich die Probe absetzt, muss nachgefüllt werden. Der überstehende Stoff muss auf der Höhe des Randes abgestreift werden. Der Behälter ist in den Schutzkorb einzusetzen und in der Mitte des Ofens aufzuhängen. Die Ofentemperatur ist auf 140 °C einzustellen und für 24 Stunden aufrecht zu erhalten. Die Temperatur der Probe und des Ofens ist ohne Unterbrechung aufzuzeichnen. Die erste Prüfung¹ kann mit einer würfelförmigen Probe von 100 mm Kantenlänge durchgeführt werden. Ein positives Ergebnis wird erhalten, wenn eine Selbstentzündung eintritt oder wenn die Temperatur der Probe die Ofentemperatur um 60 °C übersteigt. Bei beobachtetem negativem Ergebnis ist keine weitere Prüfung notwendig. Wenn ein positives Ergebnis erhalten wird, ist eine zweite Prüfung bei 140 °C mit einem Probenwürfel von 25 mm Kantenlänge durchzuführen, um zu bestimmen, ob oder ob nicht eine Zuordnung zur Verpackungsgruppe II/Kategorie 1 vorzunehmen ist. Wenn mit dem Stoff in einem

¹ Die Prüfungen können in beliebiger Reihenfolge durchgeführt werden. Zum Beispiel wenn erwartet werden kann, dass ein positives Ergebnis bei Verwendung eines Probenwürfels mit 25 mm Kantenlänge erhalten werden wird, kann aus Gründen der Sicherheit und des Umweltschutzes die erste Prüfung mit einem Probenwürfel von 25 mm Kantenlänge durchgeführt werden. Wenn ein positives Ergebnis mit einem Probenwürfel von 25 mm Kantenlänge erhalten wird, ist die Prüfung mit einem Probenwürfel von 100 mm Kantenlänge nicht notwendig.

Probenwürfel von 100 mm Kantenlänge bei 140 °C ein positives Ergebnis erhalten wird, aber nicht mit einem Probenwürfel der Kantenlänge 25 mm, ist eine zusätzliche Prüfung mit dem Stoff in einem Probenwürfel mit der Kantenlänge 100 mm durchzuführen:

- (a) bei 120 °C, wenn der Stoff in Verpackungen mit einem Volumen von mehr als 450 Liter, aber nicht mehr als 3 m³ enthalten ist; oder
- (b) bei 100 °C, wenn der Stoff in Verpackungen mit einem Volumen von nicht mehr als 450 Litern enthalten ist.

33.4.6.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

33.4.6.4.1 Ein positives Ergebnis wird erhalten, wenn eine Selbstentzündung eintritt oder wenn die Temperatur der Probe die Ofentemperatur um 60 °C während 24 Stunden Prüfung übersteigt. Wenn nicht, ist das Ergebnis als negativ zu bewerten.

33.4.6.4.2 Ein Stoff ist nicht als selbsterhitzungsfähig zu klassifizieren, wenn:

- (a) bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C ein negatives Ergebnis erhalten wird;
- (b) bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C ein positives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 25 mm Kantenlänge bei 140 °C ein negatives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 120 °C ein negatives Ergebnis erhalten wird und der Stoff in Verpackungen mit einem Volumen von nicht mehr als 3 m³ enthalten ist;
- (c) bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C ein positives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 25 mm Kantenlänge bei 140 °C ein negatives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 100 °C ein negatives Ergebnis erhalten wird und der Stoff in Verpackungen mit einem Volumen von nicht mehr als 450 Litern enthalten ist.

33.4.6.4.3 Selbsterhitzungsfähige Stoffe, die bei der Prüfung mit einem Probenwürfel mit einer Kantenlänge von 25 mm bei 140 °C ein positives Ergebnis ergeben, sind der Verpackungsgruppe II/Kategorie 1 zuzuordnen.

33.4.6.4.4 Selbsterhitzungsfähige Stoffe sind der Verpackungsgruppe III/Kategorie 2 zuzuordnen, wenn:

- (a) bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C ein positives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 25 mm Kantenlänge bei 140 °C ein negatives Ergebnis erhalten wird und der Stoff in Verpackungen mit einem Volumen von mehr als 3 m³ enthalten ist;
- (b) bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C ein positives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 25 mm Kantenlänge bei 140 °C ein negatives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit

einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 120 °C ein positives Ergebnis erhalten wird und der Stoff in Verpackungen mit einem Volumen von mehr als 450 Litern enthalten ist;

- (c) bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 140 °C ein positives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 25 mm Kantenlänge bei 140 °C ein negatives Ergebnis erhalten wird und bei einer Prüfung mit einem Probenwürfel mit 100 mm Kantenlänge bei 100 °C ein positives Ergebnis erhalten wird.

33.4.6.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Ofen- tempe- ratur (°C) | Proben- würfel Kanten- länge (mm) | Höchste erreichte Tempe- ratur (°C) | Ergebnis |
|---|----------------------------------|---|---|--|
| Kobalt/Molybdän-Katalysator- granulat | 140 | 100 | > 200 | Selbsterhitzungsfähig V. G. III/Kat. 2 ^a |
| | 140 | 25 | 181 | |
| Manganethylenbis(dithiocarbamat) 80 % (Maneb) | 140 | 25 | > 200 | Selbsterhitzungsfähig V. G. II/Kat. 1 |
| Manganethylenbis(dithio- carbamat)-Komplex mit Zinksalz 75 % (Mancozeb) | 140 | 25 | > 200 | Selbsterhitzungsfähig V. G. II/Kat. 1 |
| Nickelkatalysatorgranulat mit 70 % gehärtetem Öl | 140 | 100 | 140 | Nicht selbst- erhitzungsfähig |
| Nickelkatalysatorgranulat mit 50 % Weißöl | 140 | 100 | > 200 | Selbsterhitzungsfähig V. G. III/Kat. 2 ^a |
| | 140 | 25 | 140 | |
| Nickel/Molybdänkatalysator- granulat (verbraucht) | 140 | 100 | > 200 | Selbsterhitzungsfähig V. G. III/Kat. 2 ^a |
| | 140 | 25 | 150 | |
| Nickel/Molybdänkatalysator- granulat (passiviert) | 140 | 100 | 161 | Nicht selbst- erhitzungsfähig |
| Nickel/Vanadiumkatalysator- granulat | 140 | 25 | > 200 | Selbsterhitzungsfähig V.G. II/Kat. 1 |

^a Nicht geprüft bei 100 °C oder 120 °C.

33.5 Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln

33.5.1 Zweck

33.5.1.1 Dieser Abschnitt des Prüfhandbuches stellt das UN-Klassifizierungssystem für Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln vor (siehe Unterabschnitt 2.4.4 der Modellvorschriften und Kapitel 2.12. des GHS). Der Text ist in Verbindung mit den in diesen Vorschriften genannten Klassifizierungsprinzipien und der Prüfbeschreibung, wie unter 33.5.4 angegeben, anzuwenden.

33.5.1.2 Das Prüfverfahren ist vorgesehen, um zu bestimmen, ob eine Reaktion mit Wasser zur Entwicklung einer gefährlichen Gasmenge, die entzündbar sein kann, führt.

33.5.1.3 Die Prüfverfahren, wie sie hier beschrieben sind, berücksichtigen in angemessener Weise die entsprechende Gefahr der Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln (in einigen Fällen wird auf wasserreagierende Stoffe in den Modellvorschriften hingewiesen), so dass eine geeignete Klassifizierung vorgenommen werden kann.

33.5.2 Anwendungsbereich

33.5.2.1 Neue Stoffe sind den Klassifizierungsverfahren zu unterwerfen, wie in den Unterabschnitten 2.4.4.2 und 2.4.4.3 der Modellvorschriften und Kapitel 2.12 des GHS beschrieben.

33.5.3 Klassifizierungsverfahren für Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln

33.5.3.1 Die Prüfmethode kann für feste und flüssige Stoffe angewendet werden. Für den Fall, dass ein pyrophorer Stoff geprüft wird, ist die Prüfung unter Stickstoffatmosphäre durchzuführen. Der Stoff ist in seiner handelsüblichen Form bei Raumtemperatur (20 °C) zu prüfen, in dem man ihn in Berührung mit Wasser bringt. Sollte bei irgendeiner Stufe der Prüfung eine Selbstentzündung des Gases eintreten, sind keine weiteren Prüfungen notwendig und der Stoff ist als Stoff, der in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickelt zu klassifizieren. Findet keine Selbstentzündung des freigesetzten Gases statt, ist die gesamte Prüfung durchzuführen, um die Entwicklungsrate des entzündbaren Gases zu bestimmen. Das empfohlene Prüfverfahren mit möglichen Ergebnissen ist unter 33.5.4 aufgeführt. Auf Grundlage der Prüfergebnisse ist zu entscheiden, ob ein Stoff ein wasserreaktionsfähiger Stoff ist und, wenn er ein solcher Stoff ist, ob er der Verpackungsgruppe I, II oder III/Kategorie 1, 2 oder 3 zuzuordnen ist.

33.5.4 Prüfung N.5: Prüfverfahren für Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln

33.5.4.1 Einleitung

Die Fähigkeit eines Stoffes, in Berührung mit Wasser entzündbare Gase zu entwickeln, ist durch Berührung mit Wasser unter verschiedenen Bedingungen zu prüfen.

33.5.4.2 Prüfgeräte und Materialien

Es ist keine spezielle Laborausrüstung vorgeschrieben.

33.5.4.3 Prüfverfahren

33.5.4.3.1 Der Stoff ist entsprechend den später beschriebenen Prüfverfahren zu prüfen; wenn eine Selbstentzündung bei einer Stufe der Prüfung eintritt, ist kein weiteres Prüfen notwendig. Ist bekannt, dass der Stoff nicht heftig mit Wasser reagiert, ist nach 33.5.4.3.5 fortzufahren.

33.5.4.3.2 Eine kleine Menge des zu prüfenden Stoffes (ungefähr 2 mm Durchmesser) ist in eine Schale mit destilliertem Wasser von 20 °C zu geben. Es ist festzuhalten, ob:

- (a) sich Gas entwickelt, und
- (b) sich das entwickelte Gas selbst entzündet.

33.5.4.3.3 Eine kleine Menge des zu prüfenden Stoffes (ungefähr 2 mm Durchmesser) ist auf die Mitte eines Filterpapieres zu geben, das auf der Oberfläche des Wassers einer mit destilliertem Wasser von 20 °C gefüllten Schale schwimmt, zum Beispiel einer Porzellanschale von 100 mm Durchmesser. Das Filterpapier dient dazu, den Stoff an einer Stelle zu halten, wodurch die Wahrscheinlichkeit einer Selbstentzündung des Gases am größten ist. Es ist festzuhalten, ob:

- (a) sich Gas entwickelt, und
- (b) sich das entwickelte Gas selbst entzündet.

33.5.4.3.4 Mit dem zu prüfenden Stoff ist eine Schüttung von etwa 20 mm Höhe und 30 mm Durchmesser mit einer kleinen Vertiefung auf der Spitze herzustellen. Einige Tropfen Wasser sind in die Vertiefung zu geben. Es ist festzuhalten, ob:

- (a) sich Gas entwickelt, und
- (b) sich das entwickelte Gas selbst entzündet.

33.5.4.3.5 Bei festen Stoffen ist festzustellen, ob sich in der Verpackung Teilchen mit einer Korngröße von weniger als 500 µm Durchmesser befinden. Falls dieses Pulver mehr als ein 1 % (Masse) der Gesamtmasse ausmacht oder falls der Stoff zerbröckelbar ist, muss die ganze Probe vor der Prüfung zu einem Pulver gemahlen werden; damit soll gewährleistet werden, dass der zu prüfende Stoff dem Abrieb entspricht, der bei der Handhabung bzw. Beförderung entstehen kann. Anderenfalls muss der Stoff, wie auch für flüssige Stoffe, in der handelsüblichen Form geprüft werden. Die Prüfung ist dreimal bei Raumtemperatur (20 °C) und Atmosphärendruck durchzuführen. In einen Tropftrichter ist Wasser zu geben und eine genügende Menge des Stoffes (höchstens

25 g), um zwischen 100 ml und 250 ml Gas zu entwickeln, ist abzuwiegen und in einen Erlenmeyerkolben zu geben. Anschließend wird der Hahn des Tropftrichters geöffnet und das Wasser in den Erlenmeyerkolben getropft und eine Stoppuhr gestartet. Das Volumen des sich entwickelnden Gases ist durch geeignete Maßnahmen zu messen. Die zur Entwicklung des Gesamtgasvolumens benötigte Zeit ist festzustellen; wenn möglich zwischenzeitliches Ablesen. Die sich entwickelnde Gasmenge wird über eine Zeit von sieben Stunden in Abständen von je einer Stunde errechnet. Wenn die Gasentwicklung ungleichmäßig oder nach sieben Stunden noch zunimmt, ist die Prüfzeit auf höchstens fünf Tage zu verlängern. Die fünftägige Prüfung kann abgebrochen werden, wenn die Gasentwicklungsrate sich nicht mehr verändert oder gleichmäßig abnimmt und genügend Daten gesammelt worden sind, um eine Zuordnung des Stoffes zu einer Verpackungsgruppe/Kategorie vornehmen zu können, oder zu entscheiden, dass der Stoff entsprechend dieser Gefahrenklasse nicht klassifiziert werden muss. Sollte die chemische Identität des Gases nicht bekannt sein, muss das Gas auf Entzündbarkeit geprüft werden.

33.5.4.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

33.5.4.4.1 Ein Stoff ist entsprechend dieser Gefahrenklasse zu klassifizieren, wenn:

- (a) Selbstentzündung bei einer Stufe des Prüfverfahrens auftritt, oder
- (b) die Entwicklungsrate des entzündbaren Gases größer als ein Liter je Kilogramm des zu prüfenden Stoffes je Stunde ist.

33.5.4.4.2 Die Verpackungsgruppe I/Kategorie 1 ist jedem Stoff zuzuordnen, der bei Raumtemperatur heftig mit Wasser reagiert und sich das entwickelte Gas selbst entzündet, oder, wenn er bei Raumtemperatur leicht mit Wasser reagiert und die Gasentwicklungsrate des entzündbaren Gases mindestens zehn Liter je Kilogramm des zu prüfenden Stoffes innerhalb einer Minute beträgt.

33.5.4.4.3 Die Verpackungsgruppe II/Kategorie 2 ist jedem Stoff zuzuordnen, der bei Raumtemperatur leicht mit Wasser reagiert, so dass die Gasentwicklungsrate des entzündbaren Gases mindestens 20 Liter je Kilogramm des zu prüfenden Stoffes innerhalb einer Stunde beträgt und wenn nicht die Kriterien für die Verpackungsgruppe I/Kategorie 1 erfüllt werden.

33.5.4.4.4 Die Verpackungsgruppe III/Kategorie 3 ist jedem Stoff zuzuordnen, der bei Raumtemperatur langsam mit Wasser reagiert, so dass die Gasentwicklungsrate des entzündbaren Gases mehr als einen Liter je Kilogramm des zu prüfenden Stoffes innerhalb einer Stunde beträgt und wenn nicht die Kriterien für die Verpackungsgruppen I oder II/Kategorie 1 oder 2 erfüllt werden.

33.5.4.5 *Beispiele von Ergebnissen*

| Stoff | Gasentwicklungsrate (Liter/kg·h) | Selbstentzündung des Gases (ja/nein) | Ergebnis |
|---|---|---|--|
| Manganethylenbis(dithiocarbamat)-Komplex mit Zinksalz 88 % (Mancozeb) | 0 | Nicht anwendbar | Entsprechend dieser Gefahrenklasse nicht klassifiziert |

ABSCHNITT 34

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF ENTZÜNDEND (OXIDIEREND) WIRKENDE FESTE UND FLÜSSIGE STOFFE

34.1 Zweck

34.1.1 Dieser Abschnitt des Prüfhandbuches stellt das Klassifizierungsschema für entzündend (oxidierend) wirkende flüssige und feste Stoffe vor (siehe Unterabschnitt 2.5.2 der Modellvorschriften und Kapitel 2.13 und 2.14 des GHS). Der Text ist in Verbindung mit diesen Klassifizierungsprinzipien und der Prüfbeschreibung, wie unter Abschnitt 34.4 angegeben, anzuwenden.

34.2 Anwendungsbereich

34.2.1 Neue Stoffe sind entsprechend den Klassifizierungskriterien einzustufen, es sei denn, es ist nicht praxisgerecht (zum Beispiel wegen der physikalischen Eigenschaften). Stoffe, die nicht geprüft werden können, sind in Analogie zu bestehenden Eintragungen zu klassifizieren.

34.3 Klassifizierungsverfahren

Die Prüfverfahren bewerten die Gefahr der entzündend (oxidierend) wirkenden festen und flüssigen Stoffe in angemessener Weise, so dass eine geeignete Klassifizierung vorgenommen werden kann. Im Falle bestehender Unterschiede zwischen Prüfergebnissen und bekannten Erfahrungswerten, hat die Bewertung nach bekannten Erfahrungswerten gegenüber Prüfergebnissen Vorrang.

34.3.1 *Entzündend (oxidierend) wirkende feste Stoffe*

Die Prüfung ist durchzuführen, um das Potential eines festen Stoffes zu ermitteln, die Abbrandrate oder die Intensität des Abbrandes eines brennbaren Stoffes zu erhöhen, wenn beide Stoffe sorgfältig vermischt sind. Ob ein fester Stoff ein entzündend (oxidierend) wirkender Stoff ist, und wenn, welcher der Verpackungsgruppen I, II oder III/Kategorie 1, 2 oder 3 er zuzuordnen ist, ist auf Grundlage der Prüfergebnisse zu entscheiden. Für den Transport von festen Stoffen, welche mehr als ein Gefahrenmerkmal aufweisen, sind die **Grundlagen zur Ermittlung der überwiegenden Gefahren** in Abschnitt 2.0.3 der Modellvorschriften zu berücksichtigen. Da die Korngröße eine bedeutende Auswirkung auf das Ergebnis hat, ist die Korngröße des festen Stoffes im Prüfbericht anzugeben. Als Ausnahme werden feste ammoniumnitrathaltige Düngemittel nicht auf Grundlage der Ergebnisse der Prüfungen O.1 oder O.3 als entzündend (oxidierend) wirkende Feststoffe eingestuft, da die gefährlichen Eigenschaften nicht ausreichend durch das Ergebnis der Prüfungen auf entzündend (oxidierend) wirkenden Eigenschaften beschrieben werden. Stattdessen werden solche Düngemittel auf der Grundlage erworbener Erfahrung und vorhandener Kenntnisse klassifiziert. Sie werden gemäß dem in Abschnitt 39 aufgeführten Verfahren eingestuft.

34.3.2 **Entzündend (oxidierend) wirkende flüssige Stoffe**

Die Prüfung ist durchzuführen, um das Potential eines flüssigen Stoffes zu ermitteln, die Abbrandrate oder die Intensität des Abbrandes eines brennbaren Stoffes oder für eine spontane Entzündung, wenn beide Stoffe sorgfältig vermischt sind. Das hier empfohlene Prüfverfahren misst die Druckanstiegszeit während der Verbrennung. Ob ein flüssiger Stoff ein entzündend (oxidierend) wirkender Stoff ist, und wenn, welcher der Verpackungsgruppen I, II oder III/Kategorien 1, 2 oder 3 er zuzuordnen ist, ist auf Grundlage der Prüfergebnisse zu entscheiden. Für den Transport von flüssigen Stoffen, welche mehr als ein Gefahrenmerkmal aufweisen, sind die **Grundlagen zur Ermittlung der überwiegenden Gefahren** in Abschnitt 2.0.3 der Modellvorschriften zu berücksichtigen.

34.4 **Prüfverfahren für entzündend (oxidierend) wirkende feste und flüssige Stoffe**

34.4.1 **Prüfung O.1: Prüfung für entzündend (oxidierend) wirkende feste Stoffe**

34.4.1.1 *Einleitung*

Die Prüfung ist durchzuführen, um das Potential eines festen Stoffes zu ermitteln, die Abbrandrate oder die Intensität des Abbrandes eines brennbaren Stoffes zu erhöhen, wenn beide Stoffe sorgfältig vermischt sind. Prüfungen sind mit dem zu bewertenden Stoff, gemischt mit trockener Cellulose in Massenmischungsverhältnissen 1 : 1 und 4 : 1 Prüfmuster zu Cellulose, durchzuführen. Die Brenneigenschaften dieser Mischungen werden mit einer Standardmischung, Massenmischungsverhältnis 3 : 7 Kaliumbromat zu Cellulose, verglichen. Ist die Abbrandzeit gleich oder kürzer als die der Standardmischung, ist diese mit den Abbrandzeiten der Vergleichsstandards der Verpackungsgruppen I oder II/Kategorie 1 oder 2, Massenmischungsverhältnisse (Kaliumbromat : Cellulose) 3 : 2 und 2 : 3, zu vergleichen.

34.4.1.2 *Prüfgeräte und Materialien*

34.4.1.2.1 Als Referenzstoff ist technisch reines Kaliumbromat zu verwenden. Es muss gesiebt, aber nicht gemahlen werden und es ist die Fraktion mit einer nominalen Korngröße im Bereich 0,15 mm bis 0,30 mm als Referenzstoff zu verwenden. Der Referenzstoff ist bei 65 °C bis zur konstanten Masse zu trocknen (mindestens 12 Stunden) und dann zum Abkühlen in einem Exsikkator (mit Trocknungsmittel) bis zum Gebrauch aufzubewahren.

34.4.1.2.2 Getrocknete weiße Cellulose¹ mit einem mittleren Durchmesser der Faser von ungefähr 25 µm, einer Korngröße von weniger als 100 µm, einer Schüttdichte von ungefähr 170 kg/m² und einem pH-Wert zwischen 5 und 7 ist als brennbares Material zu verwenden. Sie ist in einer Schichtdicke von maximal 25 mm bei 105 °C zu einer konstanten Masse zu trocknen (für mindestens 4 Stunden) und dann zum Abkühlen in einem Exsikkator (mit Trocknungsmittel) bis zum Gebrauch aufzubewahren. Der Wassergehalt soll weniger als 0,5 % bezogen auf die Trockenmasse betragen. Wenn nötig, ist die Trocknungszeit, um dieses zu erreichen, zu verlängern.

¹ Durch nationalen Kontakt mit Frankreich sind Angaben zu Bezugsmöglichkeiten zu erhalten (siehe Anhang 4).

34.4.1.2.3 Es wird eine Zündquelle, bestehend aus einem inerten Metalldraht (z. B. Nickel/Chrom), verbunden mit einer elektrischen Stromquelle, die die untenstehenden elektrische Leistungsabnahme erfüllt, benötigt.

Der elektrische Widerstand hängt vom Material des Drahtes ab. Es wird empfohlen den im folgenden beschriebenen Nickel/Chrom- oder Aluchrom-Draht, zu verwenden:

- | | | | |
|-----|----------------------------------|---|----------------------|
| (a) | Länge | = | 30 cm ± 1 cm; |
| (b) | Durchmesser | = | kleiner/gleich 1 mm; |
| (d) | elektrische Leistung des Drahtes | = | 150 W ± 7 W. |

Der Draht ist, so wie in Abbildung 34.4.1.1 beschrieben, zu gestalten.

34.4.1.2.4 Ein Glastrichter mit einer Öffnung von 60°, mit verschlossenem Ausfluss und einem inneren Durchmesser von 70 mm ist zu verwenden, um die Mischung zu einer kegelförmigen Schüttung mit einem Durchmesser von 70 mm auf eine kalte, nicht brennbare, nicht poröse Platte mit geringer Wärmeleitfähigkeit aufzubringen. Eine 150-mm-x-150-mm-Platte mit einer Dicke von 6 mm und einer Wärmeleitfähigkeit von 0,23 W.m⁻¹.K⁻¹ (bei einer Temperatur von 0 °C) ist geeignet. Andere Platten gleicher Wärmeleitfähigkeit können verwendet werden.

34.4.1.2.5 Ein Abzug oder eine andere Art der Ventilation ist erforderlich, wobei der Luftstrom 0,5 m/s oder weniger sein soll. **Das Rauchabzugssystem muss geeignet sein, giftigen Rauch aufzunehmen.**

34.4.1.2.6 Bei dem Stoff ist festzustellen, ob Teilchen mit einer Korngröße von weniger als 500 µm Durchmesser vorhanden sind. Falls dieses Pulver mehr als 10 % (Masse) der Gesamtmasse ausmacht oder falls der Stoff zerbröckelbar ist, muss die ganze Probe vor der Prüfung zu einem Pulver gemahlen werden; damit soll gewährleistet werden, dass der zu prüfende Stoff dem Abrieb entspricht, der bei der Handhabung bzw. Beförderung entstehen kann.

BEMERKUNG: Bei Vorliegen einer beschichteten Probe mit einem signifikanten Anteil (> 10 Masseprozent) von Teilchen kleiner als 500 µm, bei der die Beschichtung die oxidierenden Eigenschaften reduzieren oder unterdrücken soll, sind zwei Versuchsreihen durchzuführen: eine Versuchsreihe mit der Probe in angelieferter Form und eine Versuchsreihe mit Teilchen kleiner 500 µm, die durch Sieben der angelieferten Probe erhalten werden. Die Probe darf vor dem Sieben oder Testen nicht gemahlen werden. Die endgültige Klassifizierung sollte auf dem Testergebnis mit der schärfsten Klassifizierung basieren.

34.4.1.3 Prüfverfahren

34.4.1.3.1 30,0 g ± 0,1 g Mischungen des Referenzstoffes und Cellulose sind in den Verhältnissen Kaliumbromat zu Cellulose von 3 : 7, 2 : 3 und 3 : 2, bezogen auf die Masse, herzustellen. 30,0 g ± 0,1 g Mischungen des zu prüfenden Stoffes, mit der in Abschnitt 34.4.1.2.6 untersuchten Teilchengröße und Cellulose in den Verhältnissen Oxidationsmittel zu Cellulose von 4 : 1 und 1 : 1, bezogen auf die Masse, sind herzustellen. Jede Mischung ist ohne große Beanspruchung so sorgfältig wie möglich mechanisch zu mischen. Jedes Prüfgemisch ist eigens herzustellen, unmittelbar zu verwenden und nicht aus einer Charge zu entnehmen.

34.4.1.3.2 Unter Verwendung des Glastrichters ist die Mischung zu einer kegelförmigen Schüttung mit einem Bodendurchmesser von 70 mm so zu formen und aufzubringen, dass der kreisförmig ausgelegte Zünddraht, der sich auf der Platte mit geringer Wärmeleitfähigkeit befindet, bedeckt wird. Die Platte ist in eine belüftete Umgebung zu stellen und die Prüfung bei Atmosphärendruck und einer Umgebungstemperatur von $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ durchzuführen.

34.4.1.3.3 Strom ist auf den Zünddraht zu geben und für die Dauer der Prüfung oder für drei Minuten, wenn sich das Gemisch nicht entzündet und brennt, aufrechtzuerhalten. Die Abbrandzeit ist von dem Zeitpunkt an aufzuzeichnen, wenn der Strom angestellt wird bis zum Ende der Hauptreaktion (z. B. Flamme, Weißglut oder glühende Verbrennung). Eine zwischenzeitliche Reaktion, wie Funkensprühen oder Spritzen nach der Hauptreaktion, ist nicht zu berücksichtigen. Wenn der Hitzedraht während der Prüfung bricht, ist die Prüfung zu wiederholen, es sei denn, der zerbrochene Draht beeinflusst nicht eindeutig das Ergebnis. Die Prüfung ist fünfmal mit dem Stoff durchzuführen. Um die Zuordnung zu einer Verpackungsgruppe/Kategorie vornehmen zu können oder zu bestimmen, ob der Stoff nicht als entzündend (oxidierend) wirkender fester Stoff einzustufen ist, sind fünf Versuche mit jeder geforderten Referenzmischung durchzuführen.

34.4.1.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

34.4.1.4.1 Die Ergebnisse werden bewertet nach:

- (a) dem Vergleich des Mittelwertes der Abbrandzeit mit der der Referenzgemische und
- (b) ob die Mischung des Stoffes mit Cellulose sich entzündet und brennt.

34.4.1.4.2 Die Kriterien zur Bestimmung der entzündend (oxidierend) wirkenden Eigenschaften eines Stoffes sind:

- (a) Verpackungsgruppe I/Kategorie 1:

Jeder Stoff, der bei den Mischungsverhältnissen von 4 : 1 oder 1 : 1 – Prüfmuster zu Cellulose (bezogen auf ihre Masse) – geprüft wurde und kürzere mittlere Abbrandzeiten als die mittlere Abbrandzeit einer Mischung von Kaliumbromat mit Cellulose im Verhältnis 3 : 2, bezogen auf ihre Masse, aufweist.

- (b) Verpackungsgruppe II/Kategorie 2:

Jeder Stoff, der bei den Mischungsverhältnissen von 4 : 1 oder 1 : 1 – Prüfmuster zu Cellulose (bezogen auf ihre Masse) – geprüft wurde und dessen mittlere Abbrandzeiten gleich oder kürzer sind als die mittlere Abbrandzeit einer Mischung von Kaliumbromat mit Cellulose im Verhältnis 2 : 3, bezogen auf ihre Masse, und wenn die Kriterien der Verpackungsgruppe I/Kategorie 1 nicht erfüllt sind.

(c) Verpackungsgruppe III/Kategorie 3:

Jeder Stoff, der bei den Mischungsverhältnissen von 4 : 1 oder 1 : 1 – Prüfmuster zu Cellulose (bezogen auf ihre Masse) – geprüft wurde und dessen mittlere Abbrandzeiten gleich oder kürzer sind als die mittlere Abbrandzeit einer Mischung von Kaliumbromat mit Cellulose im Verhältnis 3 : 7, bezogen auf ihre Masse, und wenn die Kriterien der Verpackungsgruppen I und II/Kategorien 1 und 3 nicht erfüllt sind.

(d) Kein entzündend (oxidierend) wirkenden fester Stoff:

Jeder Stoff, der bei beiden Mischungsverhältnissen von 4 : 1 oder 1 : 1 – Prüfmuster zu Cellulose (bezogen auf ihre Masse) – geprüft wurde und der sich nicht entzündet oder abbrennt, oder längere mittlere Abbrandzeiten verglichen mit einer Mischung von Kaliumbromat mit Cellulose im Verhältnis 3 : 7, bezogen auf ihre Masse, aufweist.

Für den Transport sind für Stoffe, die andere Gefahren, z. B. Giftigkeit oder Ätzwirkung besitzen, die Grundlagen zur Ermittlung der überwiegenden Gefahren des Abschnitts 2.0.3 der Modellvorschriften zu beachten.

34.4.1.5 Ergebnisbeispiele

BEMERKUNG: Die aufgeführten Prüfungsergebnisse dienen nur zur Veranschaulichung, da die Ergebnisse für einen bestimmten entzündend (oxidierend) wirkenden Stoff z. B. von der Korngröße abhängen.

| Stoff | Mittelwert der Abbrandzeiten (s) | | | Ergebnisse |
|------------------------------|----------------------------------|-------|--------|--|
| | 4 : 1 | 1 : 1 | Andere | |
| Ammoniumdichromat | 55 | 189 | | V.G. III/Kat. 3 ^a |
| Ammoniumnitrat (kristallin) | 161 | 74 | | V.G. III/Kat. 3 |
| Calciumnitrat (wasserfrei) | 10 | 25 | | V.G. II/Kat. 2 ^b |
| Calciumnitrat (tetrahydrat) | 268 | 142 | | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden fester Stoff |
| Cerammoniumnitrat | 10 | 36 | | V.G. II/Kat. 2 ^c |
| Chromtrioxid | 3 | 33 | | V.G. I/Kat. 1 ^a |
| Cobaltnitrat (hexahydrat) | 205 | 390 | | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden fester Stoff |
| Nickelnitrat | 101 | 221 | | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden fester Stoff ^b |
| Kaliumnitrit | 8 | 15 | | V.G. II/Kat. 2 |
| Kaliumperchlorat | 9 | 33 | | V.G. II/Kat.2 |
| Kaliumpermanganat | 17 | 51 | | V.G. II/Kat. 2 |
| Natriumchlorat | 5 | 13 | | V.G. II/Kat. 2 |
| Natriumnitrit | 15 | 22 | | V.G. II/Kat. 2 ^b |
| Natriumnitrat | 56 | 39 | | V.G. II/Kat. 2 ^b |
| Strontiumnitrat (wasserfrei) | 107 | 237 | | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden fester Stoff ^b |

Abbrandzeiten für Referenzstoff-Mischungen mit Cellulose

| | |
|------------------------------|-------|
| 3 : 7 Kaliumbromat/Cellulose | 100 s |
| 2 : 3 Kaliumbromat/Cellulose | 54 s |
| 3 : 2 Kaliumbromat/Cellulose | 4 s |

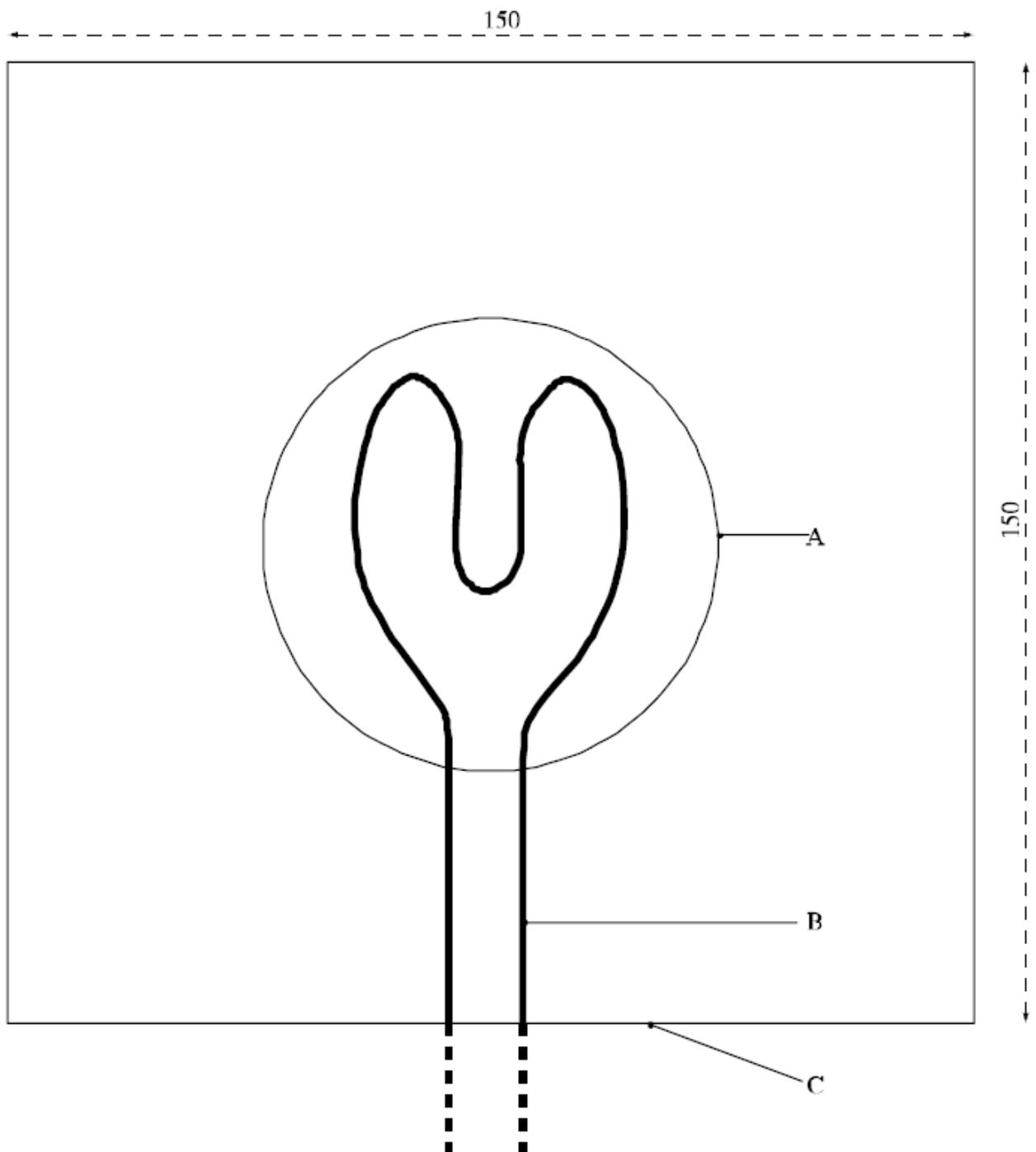
^a Gegenwärtig V.G. II aber Grenzfall.

^b Gegenwärtig V.G. III.

^c Gegenwärtig nicht klassifiziert.

V.G. bedeutet Verpackungsgruppe
Kat. bedeutet Kategorie

Abbildung 34.4.1.1: PRÜFPLATTE UND DRAHT ZUM ENTZÜNDEN



-
- (A) Boden des Probenkegels (70 mm Durchmesser)
 - (B) Heizdraht
 - (C) Platte mit geringer Wärmeleitfähigkeit
-

34.4.2 Prüfung O.2: Prüfung für entzündend (oxidierend) wirkende flüssige Stoffe

34.4.2.1 Einleitung

Die Prüfung ist durchzuführen, um das Potential eines flüssigen Stoffes zu ermitteln, die Abbrandrate oder die Intensität des Abbrandes eines brennbaren Stoffes zu erhöhen, wenn beide Stoffe sorgfältig vermischt sind, oder ob sich eine Mischung bildet, die sich spontan entzündet. Der flüssige Stoff wird in einem Massenverhältnis 1 zu 1 mit Cellulose gemischt, die Mischung in einem Druckgefäß erwärmt und der Druckanstieg bestimmt.²

34.4.2.2 Prüfgeräte und Materialien

34.4.2.2.1 Ein Druckgefäß, wie bei der Zeit/Druckprüfung (siehe Teil I, Prüfung 1 (c) (i)) wird benötigt. Es besteht aus einem zylindrischen Druckgefäß aus Stahl mit einer Länge von 89 mm und einem Außendurchmesser von 60 mm. Auf gegenüberliegenden Seiten sind (unter Reduzierung des Gefäßquerschnitts auf 50 mm) zwei Flachseiten angefräst, um eine Einspannung des Gefäßes während des Einbaus der Anzünd- und Entlastungsstopfen zu ermöglichen. Die Bombe, die eine Bohrung von 20 mm Durchmesser aufweist, ist an beiden Enden innen eingeschnitten und bis zu einer Tiefe von 19 mm aufgebohrt für die Aufnahme von 1" British Standard Pipe (BSP). In die gerundete Seitenfläche des Druckgefäßes wird, 35 mm von einem Ende entfernt, ein Adapter für den Druckaufnehmer in Form eines Seitenarms so eingeschraubt, dass zwischen ihm und den gefrästen Seitenflächen ein Winkel von 90° gebildet wird. Der Sitz für den Seitenarm ist bis zu einer Tiefe von 12 mm aufgebohrt und er enthält ein 1/2"-BSP-Innengewinde zur Aufnahme des Gewindes, das der Seitenarm an einem seiner Enden trägt. Gegebenenfalls wird zur Gewährleistung eines gasdichten Abschlusses eine Dichtung aus inertem Material verwendet. Der Adapter für den Druckaufnehmer hat außerhalb des Bombenkörpers eine Länge von 55 mm und weist eine Bohrung von 6 mm auf. Das Ende des Seitenarms ist aufgebohrt und mit einem Innengewinde zur Aufnahme eines geeigneten Druckaufnehmers versehen. Jede Druckmesseinrichtung kann verwendet werden, vorausgesetzt, dass sie durch die heißen Gase oder Zersetzungsprodukte nicht beeinträchtigt wird und in der Lage ist, auf einen Druckanstieg von 690 auf 2070 kPa in höchstens 5 ms zu reagieren.

34.4.2.2.2 Das vom Seitenarm am weitesten entfernte Ende des Druckgefäßes wird mit einem Anzündstopfen verschlossen, der zwei Elektroden aufweist, wobei eine Elektrode gegenüber dem Anzündstopfen isoliert und die andere mit dem Anzündstopfen leitend verbunden ist. Das gegenüberliegende Ende des Druckgefäßes ist mit einer 0,2 mm dicken Aluminium-Berstscheibe (Berstdruck rund 2200 kPa) verschlossen und wird durch einen Verschlussstopfen, der eine 20-mm-Bohrung aufweist, fixiert. Um einen gasdichten Abschluss zu gewährleisten, wird gegebenenfalls am Anzündstopfen eine Dichtung aus inertem Material verwendet. Eine Haltevorrichtung (Abbildung 34.4.2.2) hält die Apparatur während der Verwendung in der richtigen Stellung. Sie besteht aus einer 235 mm x 184 mm x 6 mm großen Grundplatte aus unlegiertem Stahl und einem 185 mm langen Vierkantrohr mit einem quadratischen Querschnitt von 70 mm x 70 mm x 4 mm (Quadrat-Hohlprofil).

² In manchen Fällen können Stoffe auf Grund chemischer Reaktionen einen (zu hohen oder zu niedrigen) Druckanstieg erzeugen, der nicht auf die entzündend (oxidierend) wirkenden Eigenschaften des Stoffes zurückzuführen ist. In diesen Fällen muss die Prüfung gegebenenfalls mit einem inerten Stoff, z. B. Diatomit (Kieselgur), anstelle der Cellulose wiederholt werden, um die Art der Reaktion festzustellen.

34.4.2.2.3 An zwei sich gegenüber liegenden Seiten des Quadrat-Hohlprofils wird an einem Ende jeweils ein Teil so eingeschnitten, dass eine Form mit zwei flachseitigen Beinen, die einen 86 mm langen Hohlkörper mit quadratischem Querschnitt tragen, entsteht. Die Enden dieser flachen Seitenbeine werden so abgeschnitten, dass die Haltevorrichtung mit der Horizontalen einen Winkel von 60° bildet, und an die Grundplatte angeschweißt. Ein 22 mm breiter und 46 mm tiefer Schlitz wird in eine Seite am oberen Teil der Haltevorrichtung gefräst, so dass die Druck/Zeit-Bombe, wenn es mit dem Anzündstopfen zuerst in die Halterung eingesetzt wird, mit ihrem Seitenarm in dem Schlitz sitzt. Auf die untere Innenseite der Halterung wird ein 30 mm breiter und 6 mm dicker Streifen aus Flachstahl aufgeschweißt, der als Abstandhalter dient. Zwei in die gegenüberliegende Seite eingeschraubte 7-mm-Flügelschrauben halten die Druckbombe fest in ihrer vorgesehenen Stellung. Zwei 12 mm breite Streifen 6 mm dicken Stahls, die am unteren Ende des Quadratprofils angeschweißt sind, stützen die Druckbombe von unten.

34.4.2.2.4 Die Zündvorrichtung besteht aus einem 25 cm langem Nickel/Chrom-Draht mit einem Durchmesser von 0,6 mm und einem Widerstand von 3,85 Ohm/m. Der Draht wird mit Hilfe eines Stabes von 5 mm Durchmesser zu einer Wendel gedreht und wird an den am Zündstopfen befindlichen Elektroden befestigt. Die Wendel sollte einer der Darstellungen in Abbildung 34.4.2.3 entsprechen. Die Unterseite der Zündwendel sollte 20 mm vom Boden des Gefäßes entfernt sein. Wenn die Elektroden nicht nachstellbar sind, sollten die Enden des Zünddrahtes zwischen der Wendel und dem Boden des Gefäßes mit einer Keramikummüllung isoliert werden. Der Draht wird durch konstante Stromversorgung von mindestens 10 A erwärmt.

34.4.2.2.5 Getrocknete weiße Cellulose³ mit einem mittleren Durchmesser der Faser von ungefähr 25 µm, einer Korngröße von ungefähr 100 µm, einer Schüttdichte von 150 bis 200 kg/m² und einem pH-Wert zwischen 5 und 7,5 ist als brennbares Material zu verwenden. Sie wird in einer Schicht von nicht mehr als 25 mm Dicke bei 105 °C 4 Stunden lang bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und in einem Exsikkator mit Trocknungsmittel aufbewahrt, bis sie vollkommen abgekühlt ist und verwendet wird. Der Wassergehalt der getrockneten Cellulose sollte weniger als 0,5 % der Trockenmasse betragen. Gegebenenfalls sollte die Trocknungszeit verlängert werden.

34.4.2.2.6 Es werden 50%ige Perchlorsäure, 40%ige wässrige Natriumchloratlösung und 65%ige wässrige Salpetersäure als Referenzstoffe gefordert.

34.4.2.2.7 Die Konzentration des zu prüfenden Stoffes ist in dem Prüfbericht anzugeben. Wenn gesättigte Lösungen geprüft werden, sind sie bei 20 °C herzustellen.

34.4.2.3 *Prüfverfahren*

34.4.2.3.1 Die vollständig zusammengebaute Prüfapparatur mit Druckaufnehmer und Heizsystem, jedoch ohne die Berstscheibe, wird mit dem Anzündstopfen nach unten in die Haltevorrichtung eingesetzt. Die Dichtigkeit des leeren Druckgefäßes sollte vorher geprüft werden. 2,5 ± 0,01 g des zu prüfenden flüssigen Stoffes werden mit 2,50 ± 0,01 g getrockneter Cellulose in einem Becherglas mit einem Rührstab aus Glas oder mit einem anderen geeigneten nicht-metallischen Werkzeug (z. B. Porzellan, Achat...) wenigstens 2 Minuten gemischt. Die Zeit des Mischens sollte mit einem Timer überwacht werden und für alle Mischungen gleich sein.

³ *Durch nationalen Kontakt mit Frankreich sind Angaben zu den Prüfungsdetails zu erhalten (siehe Anhang 4).*

Aus Sicherheitsgründen sollte der Mischvorgang mit einem Schutzschirm zwischen Experimentator und Gemisch durchgeführt werden (wenn die Mischung sich während des Mischens oder der Füllung entzündet, ist ein weiteres Prüfen nicht notwendig). Das Gemisch wird in kleinen Portionen mit leichtem Aufstoßen in das Druckgefäß gefüllt, wobei darauf geachtet werden muss, dass das Gemisch die Anzündwendel ausreichend umhüllt und damit ein guter Kontakt gewährleistet ist. Es ist wichtig, dass sich die Wendel während des Füllens nicht verformt und dass sie nach dem Befüllen vollständig bedeckt ist. Die Berstscheibe wird in die vorgesehene Druckgefäßöffnung eingesetzt und der Haltestopfen wird fest angeschraubt. Die gefüllte Druckbombe wird mit der Berstscheibe nach oben in die Haltevorrichtung eingesetzt, die in einer geeigneten, verstärkten Rauchabzugsvorrichtung oder in einem geeigneten Prüfstand aufgestellt ist. Die Stromstärke beträgt $10 \pm 0,5$ A. Die elektrische Leistung wird vor dem Befüllen eingestellt und sollte für jede Prüfsequenz unverändert bleiben bis der Draht bricht.

Die Zeit zwischen dem Beginn des Mischens und dem Anschalten des Stroms sollten so kurz wie möglich sein und für jede Prüfserie gleich sein.

34.4.2.3.2 Das vom Druckaufnehmer erzeugte Signal wird durch ein geeignetes Messdatenerfassungssystem aufgezeichnet, das sowohl die Messung als auch die Aufzeichnung eines Zeit-Druck-Profiles ermöglicht (z. B. ein Transientenrecorder in Verbindung mit einem Schreiber). Das Gemisch wird mindestens 60 s lang oder so lange, bis die Berstscheibe aufreißt, erwärmt. **Reißt die Scheibe nicht auf, so sollte man das Gemisch abkühlen lassen, bevor das Prüfgerät vorsichtig abgebaut werden kann, wobei Vorkehrungsmaßnahmen gegen einen eventuellen Druckaufbau getroffen werden sollten.** Die Prüfung wird fünfmal mit der Mischung und jedem der Referenzstoffe durchgeführt. Die Zeit, in der der Druck von 690 kPa auf 2070 kPa steigt, wird notiert. Der Mittelwert der Druckanstiegszeit wird für die Klassifizierung verwendet.

34.4.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

34.4.2.4.1 Die Prüfergebnisse werden danach bewertet

- (a) ob die Mischung aus dem Stoff und Cellulose sich selbst entzündet und brennt, und
- (b) dem Vergleich des Mittelwertes der Zeit für den Druckanstieg von 690 kPa bis 2070 kPa Überdruck mit dem der Referenzgemische.

34.4.2.4.2 Die Prüfkriterien zur Bestimmung der entzündend (oxidierend) wirkenden Eigenschaften eines Stoffes sind:

- (a) Verpackungsgruppe I/Kategorie 1:
 - (i) Jeder Stoff, der sich in der 1 : 1-Mischung (geprüfter Stoff/Cellulose, bezogen auf ihre Masse) selbst entzündet, oder
 - (ii) die mittlere Druckanstiegszeit einer 1 : 1-Mischung (geprüfter Stoff/Cellulose, bezogen auf ihre Masse) ist geringer als bei einer 1 : 1-Mischung, bezogen auf die Masse, von 50%iger Perchlorsäure zu Cellulose.

- (b) Verpackungsgruppe II/Kategorie 2:
 - (i) Jeder Stoff, der in der 1 : 1-Mischung (geprüfter Stoff/Cellulose, bezogen auf ihre Masse) eine mittlere Druckanstiegszeit von kleiner oder gleich der mittleren Druckanstiegszeit einer 1 : 1-Mischung, bezogen auf die Masse, einer 40%igen wässrigen Lösung von Natriumchlorat und Cellulose, aufweist, und
 - (ii) die Kriterien der Verpackungsgruppe I/Kategorie I nicht erfüllt sind.
- (c) Verpackungsgruppe III/Kategorie 3:
 - (i) Jeder Stoff, der in der 1 : 1-Mischung (geprüfter Stoff/Cellulose, bezogen auf ihre Masse) eine mittlere Druckanstiegszeit von kleiner oder gleich der mittleren Druckanstiegszeit einer 1 : 1-Mischung, bezogen auf die Masse, einer 65%igen wässrigen Salpetersäure und Cellulose, aufweist, und
 - (ii) wenn die Kriterien der Verpackungsgruppen I und II/Kategorien 1 und 2 nicht erfüllt sind.
- (d) Kein entzündend (oxidierend) wirkenden flüssiger Stoff:
 - (i) Jeder Stoff, der in der 1 : 1-Mischung (geprüfter Stoff/Cellulose, bezogen auf ihre Masse) nur einen mittleren Druckanstieg von weniger als 2070 kPa Überdruck erreicht, oder
 - (ii) eine mittlere Druckanstiegszeit größer als die durchschnittliche Druckanstiegszeit einer 1 : 1-Mischung einer 65%igen wässrigen Salpetersäure zu Cellulose, aufweist.

Für den Transport sind für Stoffe, die andere Gefahren, z. B. Giftigkeit oder Ätzwirkung besitzen, die Grundlagen zur Ermittlung der überwiegenden Gefahren des Abschnitts 2.0.3 der Modellvorschriften zu beachten.

34.4.2.5 Ergebnisbeispiele

| Stoff | Mittelwert der Druckanstiegszeit für eine 1 : 1-Mischung mit Cellulose (ms) | Ergebnisse |
|---|---|--|
| Ammoniumdichromat, gesättigte wässrige Lösung | 20800 | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden flüssiger Stoff |
| Calciumnitrat, gesättigte wässrige Lösung | 6700 | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden flüssiger Stoff |
| Eisen(III)nitrat, gesättigte wässrige Lösung | 4133 | V.G. III/Kat. 3 |
| Lithiumperchlorat, gesättigte wässrige Lösung | 1686 | V.G. II/Kat. 2 |
| Magnesiumperchlorat, gesättigte wässrige Lösung | 777 | V.G. II/Kat. 2 |
| Nickelnitrat, gesättigte wässrige Lösung | 6250 | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden flüssiger Stoff |
| Salpetersäure, 65 % | 4767 ^a | V.G. III/Kat. 3 ^b |
| Perchlorsäure, 50 % | 121 ^a | V.G. II/Kat. 2 |
| Perchlorsäure, 55 % | 59 | V.G. I/Kat. 1 |
| Kaliumnitrat, 30 % wässrige Lösung | 26690 | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden flüssiger Stoff |
| Silbernitrat, gesättigte wässrige Lösung | ^c | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden flüssiger Stoff |
| Natriumchlorat, 40 % wässrige Lösung | 2555 ^a | V.G. II/Kat. 2 |
| Natriumnitrat, 45 % wässrige Lösung | 4133 | V.G. III/Kat. 3 |
| <i>Inerter Stoff</i> | | |
| Wasser : Cellulose | ^c | |

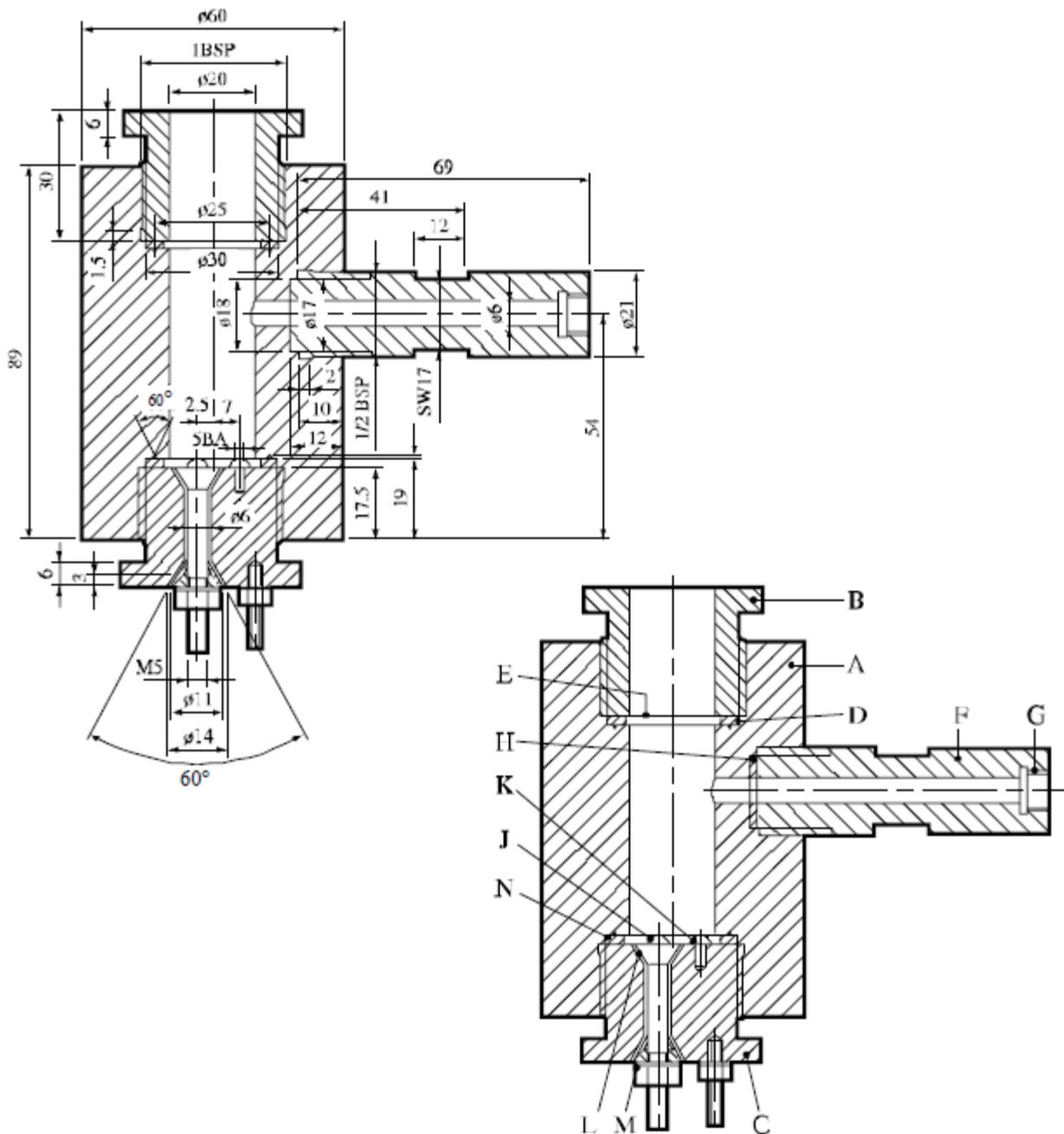
^a Mittelwert aus vergleichenden Versuchen verschiedener Laboratorien.

^b Verpackungsgruppe III nach der Prüfung, aber im Transport Klasse 8 nach der Tabelle zur Ermittlung der überwiegenden Gefahren (siehe Abschnitt 2.0.3 der Modelvorschriften).

^c Höchstdruck von 2070 kPa nicht erreicht.

V.G. bedeutet Verpackungsgruppe
Kat. bedeutet Kategorie

Abbildung 34.4.2.1: DRUCKGEFÄSS



- | | | | |
|-----|----------------------------|-----|-------------------------------|
| (A) | Druckgefäßkörper | (B) | Haltestopfen für Berstscheibe |
| (C) | Anzündstopfen | (D) | Dichtungsring aus Weichblei |
| (E) | Berstscheibe | (F) | Adapter für Druckaufnehmer |
| (G) | Gewinde für Druckaufnehmer | (H) | Dichtungsring aus Kupfer |
| (J) | Isolierte Elektrode | (K) | Elektrode, geerdet |
| (L) | Isolierung | (M) | Stahlkegel |
| (N) | Dichtungsnut | | |

Abbildung 34.4.2.2: HALTEVORRICHTUNG

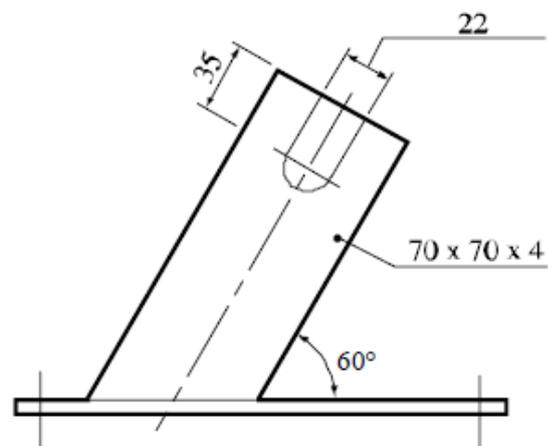
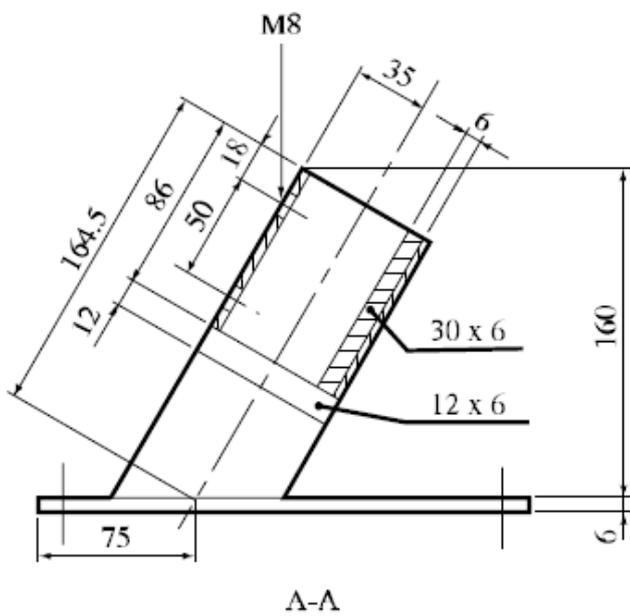
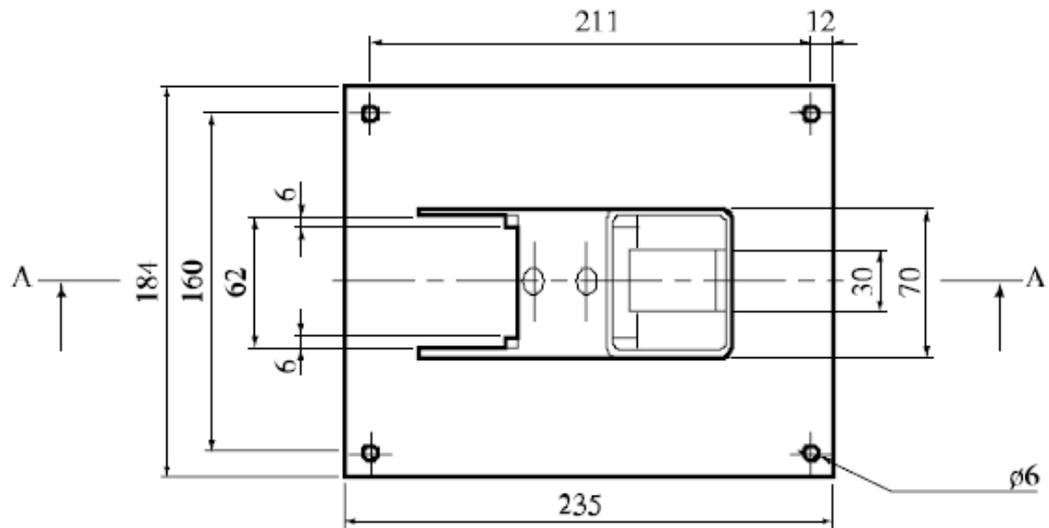
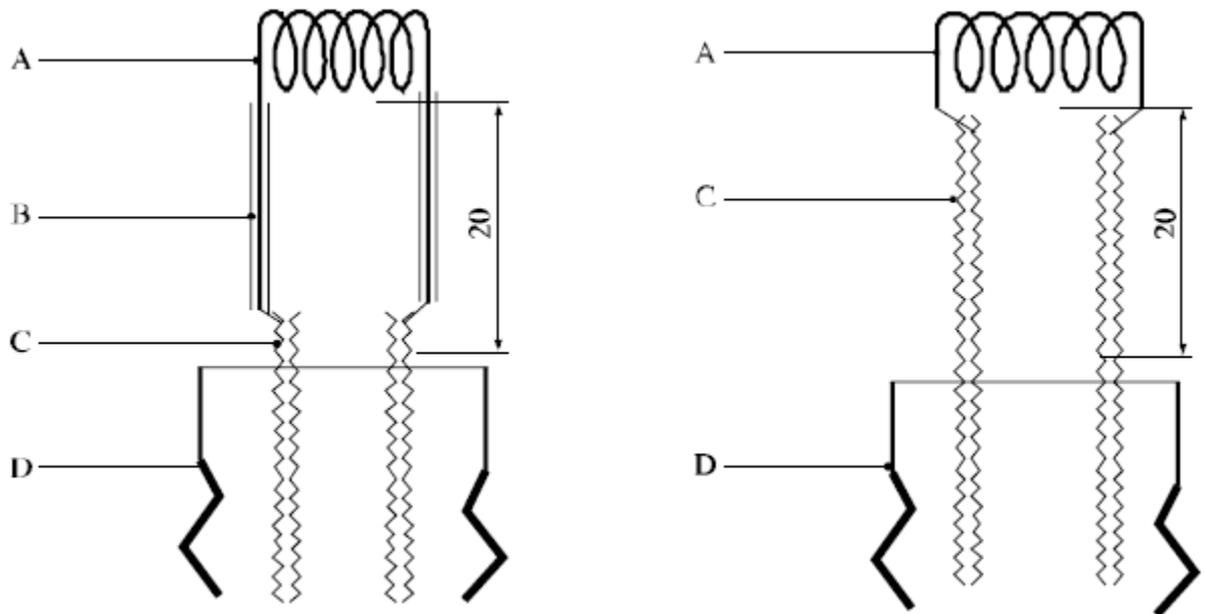


Abbildung 34.4.2.3: ANZÜNDVORRICHTUNG



BEMERKUNG: Eine von beiden Vorrichtungen kann verwendet werden.

-
- (A) Anzündwendel
 - (B) Isolierung
 - (C) Elektroden
 - (D) Anzündstopfen
-

34.4.3 Prüfung O.3: Gravimetrische Prüfung für entzündend (oxidierend) wirkende feste Stoffe

34.4.3.1 Einleitung

Die Prüfung ist durchzuführen, um das Potential eines festen Stoffes zu ermitteln, die Abbrandrate oder die Intensität des Abbrandes eines brennbaren Stoffes zu erhöhen, wenn beide Stoffe sorgfältig vermischt sind. Prüfungen sind mit dem zu bewertenden Stoff, gemischt mit trockener Cellulose in Massenmischungsverhältnissen 1 : 1 und 4 : 1 Prüfmuster zu Cellulose, durchzuführen. Die Abbrandraten dieser Mischungen werden mit einer Referenzmischung, Massenmischungsverhältnis 1 : 2 Calciumperoxid zu Cellulose, verglichen. Der Massenverlust der Mischungen während des Abbrandes wird mittels einer Waage, verbunden mit einem geeigneten Datenerfassungssystem, bestimmt und als Funktion der Zeit aufgezeichnet. Ist die Abbrandrate (g/s) gleich oder größer als die Abbrandrate der Referenzmischung für Verpackungsgruppe III/Kategorie 3, so ist diese nachfolgend mit den Abbrandraten der Referenzmischungen für die Verpackungsgruppen I oder II/Kategorien 1 oder 2 zu vergleichen (siehe Tabelle in 34.4.3.4).

Das global harmonisierte System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien (GHS) der Vereinten Nationen verweist in der Gefahrenklasse „oxidierende Feststoffe“ ebenfalls auf diese Klassifizierungsprüfung. Für die Bewertung der oxidierenden Wirkung verwendet das GHS drei Kategorien, die exakt den Verpackungsgruppen im Regelwerk für den Transport gefährlicher Güter entsprechen. Die GHS-Kategorien 1, 2 und 3 entsprechen also unmittelbar den Verpackungsgruppen I, II und III.

Es ist dringend empfohlen, sich vor der Prüfung über potentielle explosive Eigenschaften der Prüfsubstanz zu informieren; entsprechende Voruntersuchungen sind im Anhang 6 zu finden. Diese Prüfung ist nicht anzuwenden für explosive oder entzündliche Stoffe sowie organische Peroxide.

34.4.3.2 Materialien

34.4.3.2.1 Als Referenzsubstanz, entzündend (oxidierend), für diese Prüfung ist technisch reines, feinkörniges Calciumperoxid mit einer Konzentration von 75 % ± 1,0 % erforderlich. Die Konzentration an Verunreinigungen, wie z. B. Chloride oder Verbindungen, die während des Brandes Wasser bilden, muss gering sein, da diese das Brennverhalten der Kegelschüttung der Referenzmischung beeinflussen können. Calciumperoxid mit nachfolgender Spezifikation kann ohne weitere Vorbehandlung benutzt werden⁴.

| | |
|---------------------|---|
| CaO ₂ | : 75 % ± 1,0 % |
| Ca(OH) ₂ | : 20 % bis 25 % |
| CaCO ₃ | : 0 % bis 5 % |
| Chlorid | : max. 500 ppm |
| Teilchengröße | : min. 99 % < 75 µm, und davon min. 50 % < 20 µm |

⁴ Durch den nationalen Kontakt für Prüfungsdetails in Deutschland erhältlich (siehe Anhang 4).

34.4.3.2.2 Getrocknete weiße Cellulose⁵ mit einem mittleren Durchmesser der Faser von ungefähr 25 µm, einer Korngröße von weniger als 100 µm, einer Schüttdichte von ungefähr 170 kg/m² und einem pH-Wert zwischen 5 und 7 ist als brennbares Material zu verwenden. Sie ist in Schichtdicken von maximal 25 mm bei 105 °C bis zur konstanten Masse zu trocknen (für mindestens 4 Stunden) und dann zum Abkühlen in einem Exsikkator (mit Trocknungsmittel) bis zum Gebrauch aufzubewahren. Der Wassergehalt soll weniger als 0,5 % bezogen auf die Trockenmasse betragen. Wenn nötig ist die Trocknungszeit, um dieses zu erreichen, zu verlängern. Die Schüttdichte der Cellulose, wie sie für die Prüfung benutzt wird, sollte so (ausreichend hoch) sein, dass die Prüfmischung für Verpackungsgruppe III/Kategorie 3 (30,0 g ± 0,1 g) komplett in den konischen Trichter eingebracht werden kann.

34.4.3.2.3 Bei dem Stoff, wie er befördert wird, ist festzustellen, ob irgendwelche Teilchen mit einer Korngröße von weniger als 500 µm Durchmesser vorhanden sind. Falls dieses Pulver mehr als 10 % der Gesamtmasse ausmacht oder falls der Stoff leicht zu zerreiben ist, muss die ganze Probe vor der Prüfung zu einem Pulver (< 500 µm) gemahlen werden. Damit soll gewährleistet werden, dass der zu prüfende Stoff dem Abrieb entspricht, der bei der Handhabung bzw. Beförderung entstehen kann. Da die Teilchengröße die entzündbaren (oxidierenden) Eigenschaften eines Stoffes beeinflusst, kann ein grobkörniger Stoff in Verpackungsgruppe III eingestuft werden, wogegen eine feinere Form des gleichen Stoffes eine schnellere Abbrandrate zeigen kann. Daraus können unterschiedliche GHS-Klassifizierungen und Verpackungsgruppenzuordnungen für den Transport für verschiedene Formen des gleichen Materials resultieren.

BEMERKUNG: Bei Vorliegen einer beschichteten Probe mit einem signifikanten Anteil (> 10 Masseprozent) von Teilchen kleiner als 500 µm, bei der die Beschichtung die oxidierenden Eigenschaften reduzieren oder unterdrücken soll, sind zwei Versuchsreihen durchzuführen: eine Versuchsreihe mit der Probe in angelieferter Form und eine Versuchsreihe mit Teilchen kleiner 500 µm, die durch Sieben der angelieferten Probe erhalten werden. Die Probe darf vor dem Sieben oder Testen nicht gemahlen werden. Die endgültige Klassifizierung sollte auf dem Testergebnis mit der schärfsten Klassifizierung basieren.

34.4.3.3 Prüfgeräte⁶

34.4.3.3.1 Eine geeignete Waage mit angemessenem Messbereich, genügender Genauigkeit und der Möglichkeit des Datentransfers, ausgerüstet mit einer Schnittstelle (z. B. USB oder RS232) zwecks Datenerfassung und -übertragung, ist erforderlich. Die benötigten Daten (Zeit und Masse) werden vorzugsweise mit einer Abtastrate von wenigstens fünf Hertz aufgenommen. Jede geeignete Software, die in der Lage ist, die Datenausgabe der Waage zu erfassen, kann verwendet werden. Es wird empfohlen, die Abtastrate der Software und die Zeitmessung mit einer Stoppuhr zu überprüfen.

⁵ Durch nationalen Kontakt mit Frankreich sind Angaben zu den Prüfungsdetails zu erhalten (siehe Anhang 4).

⁶ Technische Informationen über einen geeigneten Versuchsaufbau und -geräte sowie ein Video für Trainingszwecke sind beim nationalen Kontakt für Prüfungsdetails in Deutschland erhältlich (siehe Anhang 4).

34.4.3.3.2 Es wird eine Zündquelle bestehend aus einem inerten Metalldraht verbunden mit einer elektrischen Stromquelle benötigt, die die nachfolgend aufgeführte Leistung bereit- und aufrechterhalten kann. Der elektrische Widerstand hängt vom Material des

Drahtes ab. Es wird empfohlen, Nickel/Chrom- oder AluChrom-Drähte mit den folgenden Charakteristika zu verwenden:

- | | | | |
|-----|----------------------------------|---|---------------------|
| (a) | Länge | = | 30 cm ± 1 cm |
| (b) | Durchmesser | = | kleiner/gleich 1 mm |
| (c) | Elektrische Leistung des Drahtes | = | 150 W ± 7 W |

Der Draht ist, so wie in Abbildung 34.4.3.2 beschrieben, zu formen. Es ist besonders wichtig, dass die Verbindung zwischen Stromversorgung und Heizdraht ausreichend flexibel ist, um jegliche Beeinflussung einer korrekten Funktion der Waage zu vermeiden.

34.4.3.3.3 Ein Trichter (z. B. Glas) mit einer Öffnung von 60°, mit verschlossenem Ausfluss und einem inneren Durchmesser von 70 mm ist zu verwenden, um die Mischungen zu einer kegelförmigen Schüttung mit einem unteren Durchmesser von 70 mm auf eine kalte, nicht brennbare, undurchlässige Platte mit geringer Wärmeleitfähigkeit aufzubringen.

34.4.3.3.4 Eine isolierende Prüfplatte ist notwendig, um Energieverlust durch Wärmeleitung zu vermeiden. Eine 150 mm x 150 mm Platte mit einer Dicke von zumindest 6 mm und einer Wärmeleitfähigkeit von $\leq 0,23 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ (bei einer Temperatur von 0 °C) ist geeignet. Andere Platten mit ähnlicher Wärmeleitfähigkeit können verwendet werden. Zwecks Verlängerung der Lebensdauer der Prüfplatte kann diese mit dünnem Keramikpapier oder -folie mit ebenso niedriger Wärmeleitfähigkeit abgedeckt werden.

34.4.3.3.5 Ein Abzug oder eine andere geeignete Art der Ventilation ist erforderlich, wobei der Luftstrom $\leq 0,5 \text{ m/s}$ sein soll. **Das Rauchabzugssystem muss geeignet sein, allen giftigen Rauch aufzunehmen.**

34.4.3.3.6 Für den Aufbau der Auflage für den Brandversuch auf der Waage sind erforderlich: eine Grundplatte aus festem Material (Stahl oder anders geeignetes Material), eine Positionierungsplatte aus feuerbeständigem Material (empfohlen wird das gleiche Material wie für die Prüfplatte) und Führungsstangen (siehe auch Abbildung 34.4.3.1).

34.4.3.3.7 Der Luftstrom von der Ventilation (Abzug) darf die Waage und damit die Prüfergebnisse nicht beeinflussen. Ein Windschutz, der die komplette Prüfapparatur vor Zugluft von der Ventilation (Abzug) oder aus der Umgebung schützt, ist dabei das bevorzugte Behelfsmittel.

34.4.3.3.8 Es ist zwingend erforderlich, dass die kegelförmige Schüttung immer mittig auf der Waage platziert wird. Es ist auch wichtig, die Waage während der Prüfung vor Erwärmung und brennenden (Substanz)Teilchen zu schützen. Um das zu erreichen, wird der folgende grundsätzliche Aufbau empfohlen (die Buchstaben in Klammern beziehen sich auf die Abbildung 34.4.3.1):

- (a) Zwei Platten werden benutzt, um immer die gleiche Position auf der Waage sicher zu stellen und um die Waage zu schützen. Die Grundplatte (H) ist größer als die Waage und aus festem Material hergestellt. Es wird empfohlen, an der Unterseite der Grundplatte Puffer (z. B. Scheiben aus Filz o. ä.) zur Verminderung von Vibrationen aus der Umgebung anzubringen. Zwei bis vier Führungsstangen (G) aus Metall werden, wie in Abb. 34.4.3.1 zu sehen, auf der Grundplatte befestigt, um sicher zu stellen, dass sowohl die Positionierungsplatte (F) als auch die Prüfplatte (C) während der Prüfung immer die gleiche Position auf der Waage einnehmen. Die Grundplatte sollte so starr sein, die Führungsstangen immer in einer stabilen Position halten zu können (z. B. 4 mm Stahl oder 16 mm Polyamid). Die Waage muss immer in der gleichen, mittigen Position auf der Grundplatte platziert werden.
- (b) Die Positionierungsplatte (F) wird aus feuerbeständigem Material geringer Leitfähigkeit, ähnlich dem der Prüfplatte, hergestellt (siehe 34.4.3.3.4). Die in die Positionierungsplatte gebohrten Löcher sollten im Durchmesser ungefähr 8 mm größer sein als es die Führungsstangen selbst sind.
- (c) Die Führungsstangen müssen immer zentral in die Bohrlöcher der Grundplatte eingesetzt werden, um jeden Kontakt zwischen der Positionierungsplatte (F) und den Führungsstangen und damit die Beeinflussung der Funktion der Waage zu verhindern. Auf der Positionierungsplatte (F) sollten Markierungen zur genauen Positionierung der Prüfplatte (C), mittig auf der Waage, aufgebracht werden.
- (d) Die elektrische Verbindung zwischen der Stromversorgung und dem Heizdraht muss flexibel genug sein, um Störungen der freien Bewegung der Waage zu vermeiden. Dies kann durch Verwendung eines flexiblen Drahtes und einer geeigneten Abstützung nahe der Prüfplatte erreicht werden. Wird Draht in Form einer Spirale zwischen der Abstützung und der Prüfplatte verwendet, erhöht sich die freie Beweglichkeit des Drahtes zusätzlich.
- (e) Der Windschutz (D) kann mit der Grundplatte fest verbunden sein oder um das gesamte Equipment platziert werden. Der Windschutz darf keine Luftspalte am Boden haben. Er sollte geschlossen und ungefähr 10 cm höher sein als das Equipment, um Luftströme von oben zu vermeiden.

34.4.3.4 Prüfverfahren

Folgende Proben werden benötigt:

| Probe | Bestandteile | Massenmischungsverhältnis |
|---------------------------------------|--------------------------------|----------------------------------|
| Prüfsubstanzmischung 1 : 1 | Prüfsubstanz und Cellulose | 1 : 1 |
| Prüfsubstanzmischung 4 : 1 | Prüfsubstanz und Cellulose | 4 : 1 |
| Referenzmischung für V.G. I/ Kat. 1 | Referenzsubstanz und Cellulose | 3 : 1 |
| Referenzmischung für V.G. II/ Kat. 2 | Referenzsubstanz und Cellulose | 1 : 1 |
| Referenzmischung für V.G. III/ Kat. 3 | Referenzsubstanz und Cellulose | 1 : 2 |

V.G. bedeutet Verpackungsgruppe
Kat. bedeutet Kategorie

34.4.3.4.1 30,0 g ± 0,1 g jeder Referenzmischung und 30,0 g ± 0,1 g beider Mischungen mit der Prüfsubstanz werden hergestellt. Jede Mischung ist ohne große Beanspruchung so sorgfältig wie möglich mechanisch mindestens eine Minute zu mischen. Jedes Gemisch ist einzeln herzustellen, unmittelbar zu verwenden und nicht aus einer (schon früher vorbereiteten) Charge zu entnehmen.

34.4.3.4.2 Unter Verwendung des Glastrichters ist die Mischung zu einer kegelförmigen Schüttung mit einem Bodendurchmesser von 70 mm zu formen. Danach den Trichter leicht aufstoßen, den Trichter mit der Prüfplatte, einschließlich Keramikpapier oder -folie, sofern vorhanden, abdecken und beides umdrehen. Den Trichter leicht anstoßen und dann entfernen. Die Schüttung muss jetzt die Heizdrahtschleife, die sich auf der Prüfplatte befindet, bedecken. Die Prüfung ist bei Atmosphärendruck, 20 °C ± 5 °C Umgebungstemperatur und einer relativen Luftfeuchte < 60 % durchzuführen, um die Absorption von Feuchtigkeit durch die Cellulose gering zu halten.

34.4.3.4.3 Die, wie oben beschrieben, im ventilierten Bereich aufgestellte Waage wird auf den Nullpunkt gestellt. Leistung wird auf den Heizdraht gegeben und über den gesamten Prüfzeitraum aufrechterhalten, oder wenigstens für drei Minuten, sofern sich die Mischung nicht entzünden lässt und nicht brennt. Die Datenerfassung muss schon einige Sekunden bevor die Leistung auf den Heizdraht gegeben wird gestartet werden. Sie muss bis zum Ende der Reaktion erfolgen bzw. bis die Massenabnahme < 1 g/min ist. Sollte der Heizdraht brechen, muss die Prüfung wiederholt werden, um zu vermeiden, dass ein früher Bruch ggf. das Prüfergebnis beeinflusst.

34.4.3.5 *Prüfkriterien und Verfahren der Ergebnisbewertung*

34.4.3.5.1 Die Ergebnisse werden bewertet nach:

- (a) dem Vergleich der mittleren Abbrandrate mit denen der Referenzmischungen
- (b) ob die Mischung der Prüfsubstanz mit Cellulose entzündet wird und brennt

34.4.3.5.2 Der Abbrand der kegelförmigen Schüttung kann in drei Phasen unterteilt werden:

- (a) Startphase: Zwischen 0 % und 20 % des kompletten Massenverlustes.
- (b) Hauptbrandphase: Zwischen 20 % und 80 % des kompletten Massenverlustes.
- (c) Ende der Reaktion: Zwischen 80 % Massenverlust und dem Ende der Reaktion.

Während der Hauptbrandphase ist der Massenverlust pro Zeiteinheit recht konstant. Aus diesem Grund kann eine lineare Regression (basierend auf dem Ansatz der kleinsten Quadrate) zur Nachprüfung der Qualität der gesammelten Daten verwendet werden.

34.4.3.5.2.1 Die Abbrandrate (BR) hängt ab von der Brandintensität und der Menge an Cellulose in der Mischung. Für die Zwecke dieses Tests ist definiert als der Quotient aus 60 % der Gesamtmenge an Cellulose in der Kegelschüttung und der Hauptbrandzeit t_{20-80} . Die Zeit t_{20-80} ist die Zeit zwischen 20 % und 80 % des Gesamtverlustes an Masse.

Der Gesamtmasseverlust ist die Differenz aus der Masse vor der Entzündung und dem Ende der Verbrennung, definiert als die Zeit nach welcher die Massenverlustrate kleiner als 1 g pro Minute ist.

Die Abbrandrate BR_{20-80} wird somit nach folgender Gleichung berechnet:

$$BR_{20-80} = \frac{0,6 \times m_{Cellulose}}{t_{20-80}}$$

Mit:

BR_{20-80} = Abbrandrate zwischen 20 % und 80 % in g/s,

$m_{Cellulose}$ = Masse an Cellulose in der Mischung in Gramm,

t_{20-80} = Brandzeit zwischen 20 % und 80 % der Gesamtmasse in Sekunden.

Fünf zuverlässig auswertbare Prüfungen sollen von jedem Referenzgemisch und Prüfsbstanzgemisch durchgeführt werden. Der Verlauf jeder Abbrandprüfung muss durch Darstellung des Massenverlustes als Funktion der Zeit überprüft werden. Die graphische Darstellung kann auch zur Entscheidungsfindung insbesondere im Zweifelsfalle genutzt werden. Der Korrelationskoeffizient (R^2) für jeden dargestellten Massenverlust über die Zeit muss zumindest 0,90 im Bereich zwischen 20 % und 80 % des Massenverlustes sein. Anderenfalls muss der Versuch wiederholt werden. Die Standardabweichung der Abbrandrate für diese fünf Versuche darf 20 % nicht überschreiten.

34.4.3.5.3 Die Prüfkriterien für die Ermittlung der Verpackungsgruppen/Kategorien auf Basis der entzündend (oxidierenden) Eigenschaften sind wie folgt:

- (a) Verpackungsgruppe I/Kategorie 1:
Jeder Stoff, der bei den Mischungsverhältnissen von 4 : 1 oder 1 : 1 - Prüfsbstanz zu Cellulose (bezogen auf ihre Masse) - geprüft wurde und eine schnellere mittlere Abbrandrate als die mittlere Abbrandrate einer Mischung von Calciumperoxid mit Cellulose im Verhältnis 3 : 1, bezogen auf ihre Masse, aufweist.
- (b) Verpackungsgruppe II/Kategorie 2:
Jeder Stoff, der bei den Mischungsverhältnissen von 4 : 1 oder 1 : 1 - Prüfsbstanz zu Cellulose (bezogen auf ihre Masse) - geprüft wurde und dessen mittlere Abbrandrate gleich oder größer ist als die mittlere Abbrandrate einer Mischung von Calciumperoxid mit Cellulose im Verhältnis 1 : 1, bezogen auf ihre Masse, und wenn die Kriterien der Verpackungsgruppe I/Kategorie 1 nicht erfüllt sind.
- (c) Verpackungsgruppe III/Kategorie 3:
Jeder Stoff, der, bei den Mischungsverhältnissen von 4 : 1 oder 1 : 1 -

Prüfsubstanz zu Cellulose (bezogen auf ihre Masse) - geprüft wurde und dessen mittlere Abbrandrate gleich oder größer ist als die mittlere Abbrandrate einer Mischung von Calciumperoxid mit Cellulose im Verhältnis 1 : 2, bezogen auf ihre Masse, und wenn die Kriterien der Verpackungsgruppen I und II/Kategorien 1 und 2 nicht erfüllt sind.

- (d) Kein entzündend (oxidierend) wirkenden flüssiger Stoff:
Jeder Stoff, der, bei beiden Mischungsverhältnissen von 4 : 1 oder 1 : 1 - Prüfmuster zu Cellulose (bezogen auf ihre Masse) - geprüft wurde und der sich nicht entzündet und nicht abbrennt, oder eine langsamere mittlere Abbrandrate verglichen mit einer Mischung von Calciumperoxid mit Cellulose im Verhältnis 1 : 2, bezogen auf ihre Masse, aufweist.

Für den Transport sind für Stoffe, die andere Gefahren, z. B. Giftigkeit oder Ätzwirkung besitzen, die Grundlagen zur Ermittlung der überwiegenden Gefahren des Abschnitts 2.0.3 der Modellvorschriften zu beachten.

34.4.3.5.5 Wird ein falsch-positives Ergebnis vermutet, sind Ergebnisse für eine Mischung der Prüfsubstanz mit einem inerten Material und/oder Prüfungen unter inerter Atmosphäre bei der Interpretation der Prüfergebnisse mit zu berücksichtigen.

34.4.3.5.6 Sollte die Massenverlustkurve andeuten, dass der Versuch falsch bzw. ungültig ist, muss das Mischverfahren oder der Versuchsaufbau, insbesondere hinsichtlich der freien Beweglichkeit der Waage, überprüft werden.

34.4.3.6 Beispiele von Ergebnissen

BEMERKUNG: Die in der Tabelle aufgeführten Ergebnisse dienen nur zur Veranschaulichung, da die Ergebnisse für einen bestimmten entzündend (oxidierend) wirkenden Stoff z. B. von der Korngröße abhängen. Die beispielhaften Prüfergebnisse sind nicht als Grundlage für die Klassifizierung bestimmt (siehe auch 2.14.4.2.1, Kapitel 2.14 in Teil 2 des GHS bzw. 2.5.2.1.1, Kapitel 2.5 der Modellvorschriften).

| Stoff | Teilchengröße (Medianwert) D50 [μm] | Ergebnisse |
|------------------------------|---|--|
| Ammoniumdichromat | 300 | V.G. III/ Kat. 3 ¹ |
| Calciumnitrat (tetrahydrate) | 1050 | V.G. III ¹ |
| Cobaltnitrat (hexahydrate) | 1200 | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden fester Stoff ¹ |
| Nickelnitrat | 1200 | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden fester Stoff ¹ |
| Kaliumnitrat | 200 | V.G. I/ Kat. 1 ^{2,a} |
| Kaliumperchlorat | 220 | V.G. II/ Kat. 2 ¹ |
| Kaliumperchlorat | 30 | V.G. II/ Kat. 2 ² |
| Kaliumpermanganat | 200 | V.G. I/ Kat. 1 ^{1,2,a} |
| Natriumchlorat | 220 | V.G. I/ Kat. 1 ^{2,a} |
| Natriumnitrit | 320 | V.G. II/ Kat. 2 ^{1,b} |
| Natriumnitrat | 200 | V.G. II/ Kat. 2 ^{1,b} |
| Strontiumnitrat (wasserfrei) | 250 | Kein entzündend (oxidierend) wirkenden fester Stoff ¹ |

^a Gegenwärtig Verpackungsgruppe II.

^b Gegenwärtig Verpackungsgruppe III.

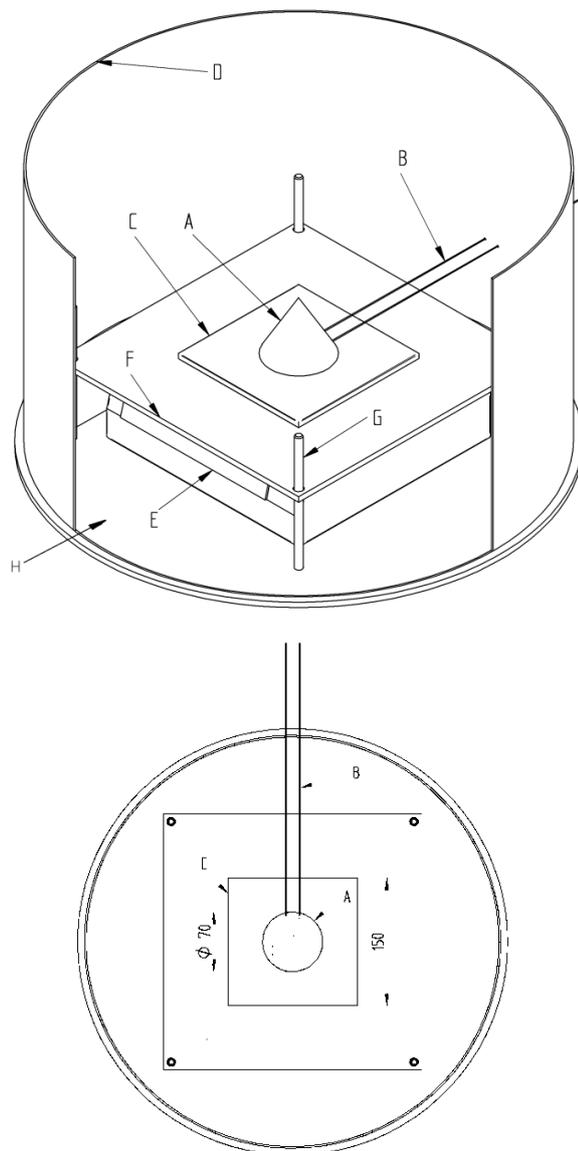
¹ Solvay

² BAM

V.G. bedeutet Verpackungsgruppe

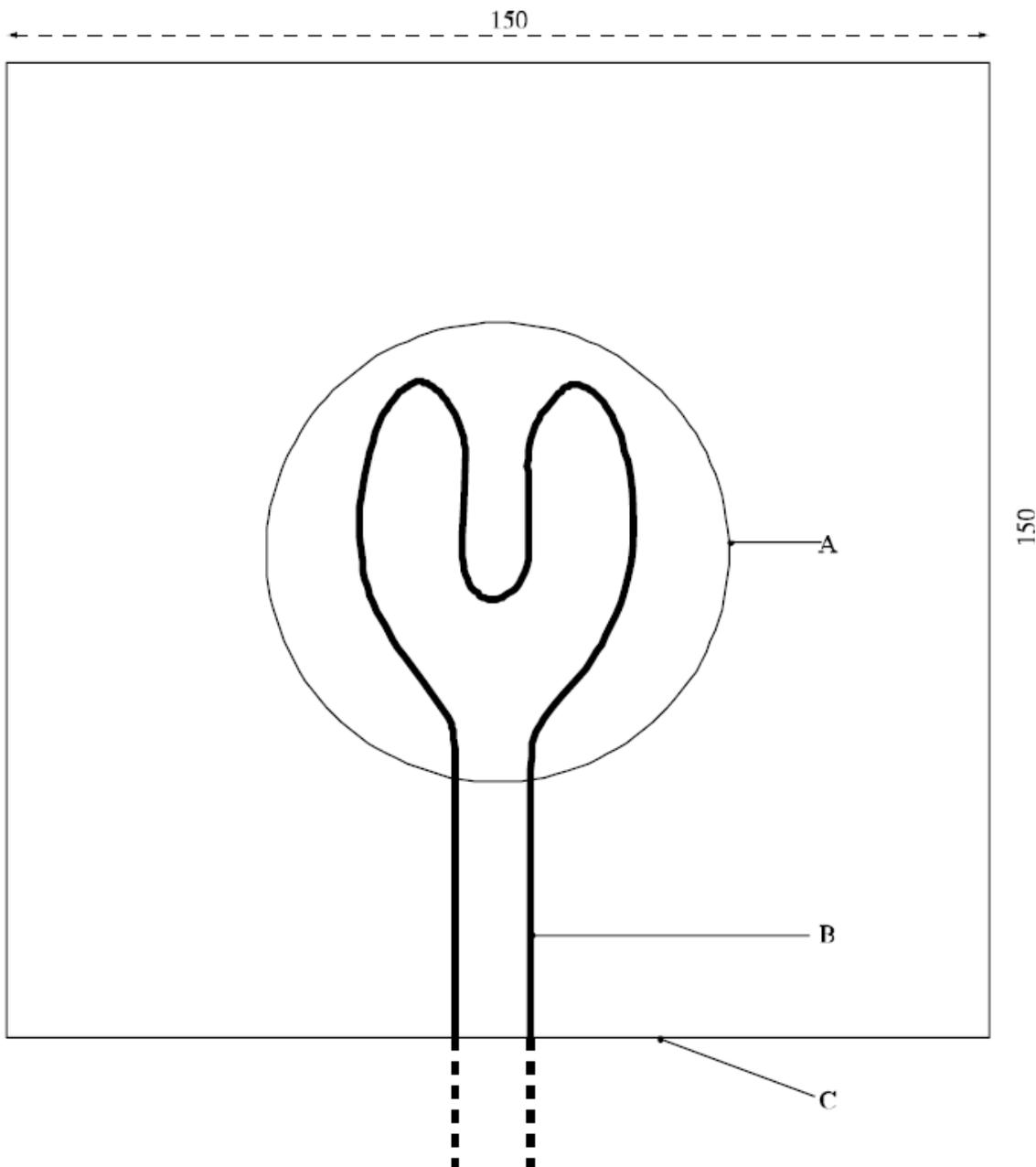
Kat. bedeutet Kategorie

Abbildung 34.4.3.1: UN O.3 VERSUCHSAUFBAU



-
- (A) kegelförmige Schüttung
 - (B) Heizdraht
 - (C) Prüfplatte
 - (D) Windschutz
 - (E) Waage mit Schnittstelle
 - (F) Positionierungsplatte
 - (G) Führungsstangen zur Fixierung der Positionierungsplatte (F) und der Prüfplatte (C) an definierter Stelle auf der Waage
 - (H) Grundplatte
-

Abbildung 34.4.3.2: PRÜFPLATTE UND DRAHT ZUM ENTZÜNDEN



-
- (A) Boden der kegelförmigen Schüttung
 - (B) Heizdraht
 - (C) Prüfplatte
-

ABSCHNITT 35

BESTIMMUNG DER CHEMISCHEN INSTABILITÄT VON GASEN UND GASGEMISCHEN

35.0 Einleitung

Dieser Abschnitt stellt das Klassifizierungsschema der Vereinten Nationen für die chemische Instabilität von Gasen und Gasgemischen vor. Der Text ist in Verbindung mit den Klassifizierungsgrundsätzen, vorgestellt in Kapitel 2.2 des Global harmonisierten Systems zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien (GHS), und den Prüfmethode dieses Abschnitts anzuwenden.

35.1 Zweck

35.1.1 Diese Prüfmethode wird zur Bestimmung der chemischen Instabilität eines Gases oder eines Gasgemischs durch Zündversuche in geschlossenen Druckgefäßen bei Umgebungstemperatur sowie erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck eingesetzt.

35.1.2 Für die Zielsetzung dieser Prüfmethode gelten folgende Definitionen:

Chemische Instabilität beschreibt die Neigung eines Gases oder eines Gasgemischs auch in Abwesenheit eines Reaktionspartners (z. B. Luft oder Sauerstoff) gefährlich durch Zerfall zu reagieren und dabei einen Temperatur- und/oder Druckanstieg zu verursachen;

Prüfgas beschreibt das Gas oder Gasgemisch, welches hinsichtlich dieser Prüfmethode bewertet wird;

Zugehöriger Anfangsdruck beschreibt den Druck, bei dem der Versuch bei einer Temperatur von 65 °C durchgeführt wird. Für Prüfgase, die vollständig gasförmig sind, ist der zugehörige Anfangsdruck der Druck, der sich bei einer Temperatur von 65 °C, bezogen auf den maximalen (Füll-)Druck bei Umgebungstemperatur, aufbaut. Für verflüssigte Prüfgase ist der zugehörige Anfangsdruck der Dampfdruck bei einer Temperatur von 65 °C.

35.2 Anwendungsbereich

35.2.1 Die Prüfmethode deckt nicht die Zersetzung von Gasen unter Prozessbedingungen in Chemieanlagen oder mögliche gefährliche Reaktionen zwischen verschiedenen Gasen in Gasgemischen ab.

35.2.2 Gasgemische, in denen die Einzelkomponenten untereinander gefährlich miteinander reagieren können, z. B. entzündbare und oxidierend wirkende Gase, werden nicht als chemisch instabil im Sinne dieser Prüfmethode angesehen.

35.2.3 Wenn die Berechnungen in Übereinstimmung mit ISO 10156:2010 ergeben, dass ein Gasgemisch nicht entzündbar ist, ist eine Durchführung der Versuche zur Bestimmung der chemischen Instabilität zum Zwecke der Klassifizierung nicht notwendig.

35.2.4 Es sollte die Expertenmeinung eingeholt werden, um zu entscheiden, ob ein entzündbares Gas oder Gasgemisch ein Kandidat für die Klassifizierung als chemisch instabil ist, um unnötige Untersuchungen der Gase zu vermeiden, wenn sie zweifelsfrei stabil sind. Funktionelle Gruppen, die auf chemische Instabilität der Gase hinweisen, sind

Dreifachbindungen, benachbarte oder konjugierte Doppelbindungen, halogenierte Doppelbindungen und angespannte Ringe.

35.3 Konzentrationsgrenzen

35.3.1 Generische Konzentrationsgrenzen

35.3.1.1 Gasgemische, die nur ein chemisch instabiles Gas enthalten, werden nicht als chemisch instabil betrachtet und müssen daher nicht zum Zwecke der Klassifizierung geprüft werden, wenn die Konzentration des chemisch instabilen Gases unterhalb der höheren der beiden folgenden generischen Konzentrationen ist:

- (a) der unteren Explosionsgrenze (UEG) des chemisch instabilen Gases; oder
- (b) 3 Mol-%.

35.3.2 Spezifische Konzentrationsgrenzen

35.3.2.1 Die folgenden Tabellen enthalten Informationen für einige Gase hinsichtlich ihrer Klassifizierung als chemisch instabil. Spezifische Konzentrationsgrenzen dieser Gase in Gasgemischen sind angegeben. Gasgemische, die nur ein chemisch instabiles Gas mit Konzentrationen unterhalb der spezifischen Konzentration enthalten, gelten nicht als chemisch instabil und müssen daher nicht zum Zwecke der Klassifizierung geprüft werden.

Tabelle 35.1 Informationen zu Gasen hinsichtlich ihrer chemischen Instabilität und ihrer Konzentrationsgrenzen in Gasgemischen, unterhalb derer die Gemische nicht als chemisch instabil klassifiziert werden

| Informationen zum Reinstgas | | | | | Informationen zu seinen Gasgemischen |
|-----------------------------|---------------------------------|----------|--------------|---|--|
| Chemischer Name | Summenformel | CAS-Nr. | UN Nr. | Klassifizierung | Spez. Konzentrationsgrenze (siehe Anmerkungen 1 und 2) |
| Acetylen | C ₂ H ₂ | 74-86-2 | 1001 3374 | Chem. inst. Kat. A | Siehe Tabelle 35.2 Für andere Gemische: Partialdruck von 1 bar abs. |
| Bromtrifluorethen | C ₂ BrF ₃ | 598-73-2 | 2419 | Chem. inst. Kat. B | 8,4 Mol-% (UEG) |
| 1,2-Butadien | C ₄ H ₆ | 590-19-2 | 1010 | Nicht als chem. inst. klassifiziert | |
| 1,3-Butadien | C ₄ H ₆ | 106-99-0 | 1010 | Nicht als chem. inst. klassifiziert | |
| 1-Butin, Ethylacetylen | C ₄ H ₆ | 107-00-6 | 2452 | Chem. inst. Kat. B | Die spez. Konzentrations- grenzen von Acetylen können angewendet werden, siehe Tabelle |

| Informationen zum Reinstgas | | | | | Informationen zu seinen Gasgemischen |
|-----------------------------|---------------------------------|----------|--------|--------------------|--|
| Chemischer Name | Summenformel | CAS-Nr. | UN Nr. | Klassifizierung | Spez. Konzentrationsgrenze (siehe Anmerkungen 1 und 2) |
| | | | | | 35.2. Für andere Gemische: Partialdruck von 1 bar abs. |
| Chlortrifluorethen | C ₂ ClF ₃ | 79-38-9 | 1082 | Chem. inst. Kat. B | 4,6 Mol-% (UEG) |
| Ethylenoxid | C ₂ H ₄ O | 75-21-8 | 1040 | Chem. inst. Kat. A | 15,0 Mol-% für Gemische mit Edelgasen. 30,0 Mol-% für andere Gemische |
| Vinylmethylether | C ₃ H ₆ O | 107-25-5 | 1087 | Chem. inst. Kat. B | 3,0 Mol-% |
| Propadien | C ₃ H ₄ | 463-49-0 | 2200 | Chem. inst. Kat. B | Die spez. Konzentrationsgrenzen von Acetylen können angewendet werden, siehe Tabelle 35.2. Für andere Gemische: Partialdruck von 1 bar abs. |
| Propin | C ₃ H ₄ | 74-99-7 | 3161 | Chem. inst. Kat. B | Die spez. Konzentrationsgrenzen von Acetylen können angewendet werden, siehe Tabelle 35.2. Für andere Gemische: Partialdruck von 1 bar abs. |
| Tetrafluorethen | C ₂ F ₄ | 116-14-3 | 1081 | Chem. inst. Kat. B | 10,5 Mol-% (UEG) |
| Trifluorethen | C ₂ HF ₃ | 359-11-5 | 1954 | Chem. inst. Kat. B | 10,5 Mol-% (UEG) |

| Informationen zum Reinstgas | | | | | Informationen zu seinen Gasgemischen |
|-----------------------------|----------------------------------|----------|--------|--------------------|--|
| Chemischer Name | Summenformel | CAS-Nr. | UN Nr. | Klassifizierung | Spez. Konzentrationsgrenze (siehe Anmerkungen 1 und 2) |
| Vinylbromid | C ₂ H ₃ Br | 593-60-2 | 1085 | Chem. inst. Kat. B | 5,6 Mol-% (UEG) |
| Vinylchlorid | C ₂ H ₃ Cl | 75-01-4 | 1086 | Chem. inst. Kat. B | 3,8 Mol-% (UEG) |
| Vinylfluorid | C ₂ H ₃ F | 75-02-5 | 1860 | Chem. inst. Kat. B | 3,0 Mol-% |

Anmerkung 1: Der maximale Druck sollte begrenzt werden, um Kondensation zu vermeiden.

Anmerkung 2: Die Prüfmethode ist nicht auf verflüssigte Gasgemische anwendbar. Für den Fall, dass die Gasphase oberhalb der Flüssigphase nach der Entnahme chemisch instabil sein kann, ist das über das Sicherheitsdatenblatt bekannt zu machen.

Tabelle 35.2 Spezifische Konzentrationsgrenzen für binäre Gasgemische mit Acetylen. Diese Konzentrationsgrenzen können auch auf 1-Butin (Ethylacetylen), Propadien und Propin angewendet werden.

| Konzentrationsgrenze für Acetylen in Mol-% | Maximaler (Füll-)Druck in bar für ein Gemisch mit | | | | | | |
|--|---|-----------------|-----------------|----------------|-----------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | N ₂ | CO ₂ | NH ₃ | H ₂ | CH ₄ | C ₃ H ₈ | C ₂ H ₄ |
| 3,0 | 200,0 | | | | 200,0 | | |
| 4,0 | 100,0 | | | | | | |
| 5,0 | | | | 40,0 | | | 40,0 |
| 6,0 | 80,0 | | | | | | |
| 8,0 | 60,0 | | | | | | |
| 10,0 | 50,0 | 38,0 | 5,6 | 20,0 | 100,0 | 6,0 | 20,0 |
| 15,0 | 30,0 | 30,0 | | 10,0 | | | 10,0 |
| 20,0 | 25,0 | 20,0 | 6,2 | 5,0 | 50,0 | 6,6 | 7,5 |
| 25,0 | 20,0 | 15,0 | | | | | 5,0 |
| 30,0 | 10,0 | 10,0 | 6,9 | | 25,0 | 7,3 | |
| 35,0 | | | 7,3 | | | | |
| 40,0 | | | | | 15,0 | 8,2 | |
| 45,0 | | | | | | | |
| 50,0 | | | | | 5,0 | 9,3 | |
| 60,0 | | | | | | 10,8 | |

35.4 Prüfverfahren

35.4.1 Einleitung

35.4.1.1 Die Zerfallsneigung eines Gases ist stark abhängig von Druck, Temperatur und bei Gasgemischen von der Konzentration des chemisch instabilen Gases. Die Möglichkeit von Zerfallsreaktionen ist unter Bedingungen zu beurteilen, die für die Handhabung, Nutzung und den Transport relevant sind. Daher sollten zwei Arten von Versuchen durchgeführt werden:

- (a) bei Umgebungstemperatur und -druck,
- (b) bei 65 °C und dem zugehörigen Anfangsdruck.

35.4.2 Prüfgeräte und Materialien

35.4.2.1 Die Versuchsanlage (siehe Abbildung 35.1) besteht aus einem druckfesten Versuchsautoklav (beheizbar) aus rostfreiem Stahl; einer Zündquelle; einem Messwertaufzeichnungs- und -aufzeichnungssystem für die Aufzeichnung des Druckes im Zündautoklav; einer Gasversorgung; einem Druckentlastungssystem mit Berstscheibe und zusätzlicher Verrohrung, angeschlossen an fernbedienbare Ventile und Hähne.

(a) druckfester Versuchsautoklav

Der Versuchsautoklav ist ein zylindrischer rostfreier Stahlautoklav mit einem inneren Volumen von ca. 1 dm³ und einem inneren Durchmesser von 80 mm. Ein explodierender Drahtzünder ist in den Boden des Autoklavs eingeschraubt. Der Autoklav ist ausgestattet mit einem Heizmantel, der an eine Temperaturegelung zur Beheizung der äußeren Autoklavwand mit einer Genauigkeit von ± 2 K angeschlossen ist. Der Versuchsautoklav ist mit einem temperaturbeständigen Isolationsmaterial ausgestattet, um Wärmeverluste und Temperaturgradienten zu vermeiden. Der Versuchsautoklav muss bis 500 bar (50 MPa) druckfest sein.

(b) explodierender Drahtzünder

Die Zündquelle ist ein explodierender (durchbrennender) Drahtzünder gleich dem in ASTM E 918 und EN 1839 beschriebenen. Der Zünder besteht aus zwei isolierten Elektroden mit einem Abstand von 3 mm bis 6 mm, auf deren Ende ein Nickelindraht mit einem Durchmesser von 0,12 mm gehalten wird. Die Zündenergie wird durch einen 1,5 kVA/230 (115) V Trenntransformator bereitgestellt, der kurzzeitig an die Elektroden angeschlossen wird. Der Zünddraht schmilzt und ein elektrischer Lichtbogen brennt zwischen den beiden Elektroden für eine Zeitdauer, die maximal der Dauer der Halbwelle der Netzspannung (10 (8,3) ms) entspricht. Eine elektrische Kontrolleinheit erlaubt die Weiterleitung der Halbwellennetzspannung an den Zünder für unterschiedliche Zeitspannen. Die resultierende Energie sollte in einem Bereich von 15 J \pm 3 J liegen. Die Energie kann durch die Aufzeichnung der Strom- und Spannungsverläufe während der Zündung gemessen werden.

(c) Druck- und Temperaturaufzeichnungssystem

Der Druck im Zündautoklav sollte mit einem kalibrierten piezoresistiven Druckmesswandler gemessen werden. Der Messbereich sollte 20mal höher als der Anfangsdruck sein. Die Sensitivität sollte wenigstens 0,1 % des Messbereichsendwerts betragen und die Genauigkeit unter 0,5 % des Messbereichsendwerts liegen.

Die Temperatur des Zündautoklavs sollte mit einem 3 mm Mantelthermoelement Typ „K“ (NiCr/NiAl) 50 mm unterhalb des Deckels im Autoklav gemessen und geregelt werden.

Nach der Zündung sollte das digitalisierte Drucksignal mit einem Computer aufgezeichnet werden. Der Anfangsdruck (p_0) und der höchste Druck (p_{ex}) werden aus den Rohdaten abgeleitet.

(d) Gasversorgung

Zwei unterschiedliche Arten der Gasversorgung sind notwendig, eine für Prüfgase, die vollständig gasförmig sind und eine für verflüssigte Prüfgase. Prüfgase, die vollständig gasförmig vorliegen, werden volumetrisch oder mit Durchflussmessung, verflüssigte Gase werden gravimetrisch gefüllt.

(e) Berstscheibe

Die Berstscheibe dient dem Schutz des Versuchsautoklavs. Sie ist über ein Druckentlastungsrohr mit einem Abgassystem verbunden. Der freie Durchmesser der Berstscheibe muss wenigstens 10 mm, der innere Durchmesser des Rohres wenigstens 15 mm betragen. Der Öffnungsdruck der Berstscheibe sollte 250 bar (25 MPa) betragen.

(f) Zusätzliche Verrohrung und Ventile

Die Verrohrung und Ventile, die unmittelbar an den Versuchsautoklav angeschlossen sind, sollten bis 500 bar (50 MPa) druckfest sein. Die Versuchsanlage sollte mit fernsteuerbaren Ventilen betrieben werden.

35.4.3 Prüfverfahren

35.4.3.1 Das Prüfgas wird bei geregelter Temperatur und regeltem Druck in einen druckfesten, rostfreien Edelstahlautoklav geleitet. Der Autoklav ist mit einer Berstscheibe ausgestattet. Die Zündung des Prüfgases wird mit einem explodierenden Drahtzünder erreicht. Ob eine Zerfallsreaktion auftrat, wird aus der erzielten Drucksteigerung abgeleitet.

35.4.3.2 Die Versuche sollten in folgenden Schritten durchgeführt werden:

(a) Versuche bei Umgebungstemperatur und -druck

Für die Versuche bei 20 °C und 1,01 bar (101,3 kPa) sollte der explodierende Drahtzünder in der Mitte des Versuchsautoklavs angeordnet werden. Der Autoklav und die Verrohrung werden evakuiert. Das Prüfgas wird über die ferngesteuerten Ventile in den Versuchsautoklav geleitet, bis der Umgebungsdruck (Anfangsdruck) erreicht wird. Nach dem Schließen der Ventile wird der Zünder

ausgelöst. Die Zündenergie sollte ungefähr 15 J betragen, um eine Überinitiierung bei dem relativ geringen Druck zu vermeiden. Kriterium für eine Reaktion ist ein Druckanstieg von mehr als 20 % nach der Zündung ($f = p_{\text{ex}}/p_0 > 1,2$). Wenn kein solcher Druckanstieg aufgetreten ist, ist der Versuch zwei weitere Male durchzuführen.

Wenn das Prüfgas in einem der Versuche einen Druckanstieg von mehr als 20 % aufzeigt, ist es als „chemisch instabil bei 20 °C und einem Standarddruck von 101,3 kPa“ zu klassifizieren. Weitere Versuche sind nicht erforderlich.

(b) Versuche bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck

Wenn in den Versuchen nach 35.4.3.2 (a) kein Druckanstieg von mehr als 20 % aufgetreten ist, sind weitere Versuche bei 65 °C und dem zugehörigen Anfangsdruck durchzuführen. Das Verfahren ist das Gleiche wie in 34.4.3.2 (a) beschriebene, aber es ist Vorsicht geboten bei potentiell chemisch instabilen Gasen unter Druck. Die Zündenergie sollte ungefähr 15 J betragen. Wenn kein Druckanstieg von mehr als 20 % aufgetreten ist, ist der Versuch zwei weitere Male durchzuführen.

Wenn das Prüfgas in einem der Versuche einen Druckanstieg von mehr als 20 % aufzeigt, ist es als „chemisch instabil bei Temperaturen höher als 20 °C und/oder einem Druck höher als 101,3 kPa“ zu klassifizieren.

35.4.4 Sicherheitshinweise

35.4.4.1 Es muss eine adäquate Abschirmung der Versuchsapparatur gewährleistet werden, um Verletzungen im Falle des Versagens von Bauteilen zu vermeiden. Die Apparatur ist so aufzubauen, dass das Bedienungspersonal nicht im selben Raum sein muss, solange der Autoklav Prüfgas enthält. Alternativ kann die Versuchsapparatur durch eine explosions sichere Wand vom Bedienungspersonal getrennt werden. Die Aktivierung der Zündquelle sollte nur von einem vom Autoklav abgeschirmten Standort aus möglich sein.

35.4.4.2 Der Versuchsautoklav muss mit einer Berstscheibe ausgestattet sein, angeschlossen an ein Druckentlastungsrohr, um ein sicheres Ablassen des Abgases zu ermöglichen. Dabei ist zu beachten, dass das Abgas selbst gefährlich sein kann (z. B. entzündbar oder toxisch).

35.4.4.3 Der Druckgasbehälter mit dem Prüfgas sollte mit einem Rückschlagventil ausgestattet sein und vor dem Auslösen der Zündung getrennt von der Versuchsapparatur aufbewahrt werden, damit eine Rückzündung in den Behälter vermieden wird. Das Behälterventil ist sofort nach dem Füllvorgang zu schließen.

35.4.4.4 Einige chemisch instabile Gase können insbesondere bei höheren Drücken sehr heftig explodieren. Daher wird dringend empfohlen, mit den Versuchen bei Umgebungsdruck zu beginnen.

35.4.5 **Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse**

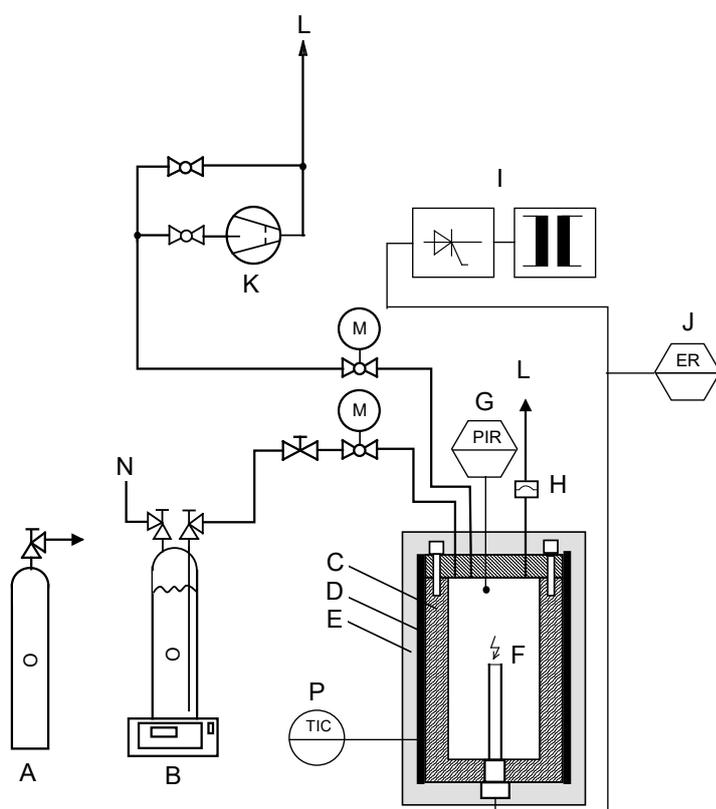
35.4.5.1 Chemisch instabile Gase oder Gasgemische müssen als „chemisch instabil bei 20 °C und Standarddruck von 101,3 kPa“ oder „chemisch instabil bei einer Temperatur höher als 20 °C und/oder einem Druck höher als 101,3 kPa“ entsprechend der folgenden Versuchsergebnisse klassifiziert werden:

- (a) Das Gas ist als „chemisch instabil bei 20 °C und einem Standarddruck von 101,3 kPa“ zu klassifizieren, wenn der Versuch bei 20 °C und 1,01 bar (101,3 kPa) einen Druckanstieg von mehr als 20 % bezogen auf den absoluten Anfangsdruck aufweist.
- (b) Das Gas ist als „chemisch instabil bei einer Temperatur höher als 20 °C und/oder einem Druck höher als 101,3 kPa“ zu klassifizieren, wenn der Versuch bei 65 °C und dem zugehörigen Anfangsdruck einen Druckanstieg von mehr als 20 % bezogen auf den absoluten Anfangsdruck, aber keinen solchen Druckanstieg bei 20 °C und 1,01 bar (101,3 kPa) aufweist.

35.4.5.2 Das Gas ist entsprechend dieser Prüfmethode nicht (d. h. es ist chemisch stabil) zu klassifizieren, wenn es keinen Druckanstieg von mehr als 20 % bezogen auf den absoluten Anfangsdruck in irgendeinem der Versuche zeigte.

Anmerkung: *Chemisch instabile Gase, die nicht diesem Klassifizierungsverfahren in diesem Abschnitt unterzogen wurden, sollten als chemisch instabil, Kategorie A (siehe Kapitel 2.2 des GHS) eingestuft werden.*

Abbildung 35.1: VERSUCHSAPPARATUR



| | | | |
|-----|---|-----|--|
| (A) | Prüfgasversorgung (gasförmig) | (B) | Prüfgasversorgung (verflüssigt) |
| (C) | Druckfester Versuchsaufklav | (D) | Geregelte elektrische Heizung |
| (E) | Wärmeisolation | (F) | Explodierender Drahtzündler |
| (G) | Druckmesswandler, Druckanzeige und -registrierung (PIR) | (H) | Berstscheibe |
| (I) | Elektronische Zündvorrichtung | (J) | Energieaufzeichnung (ER) |
| (K) | Vakuumpumpe | (L) | Abgas |
| (M) | Motorbetriebenes Ventil | (N) | Komprimiertes Helium |
| (P) | Prüfgas | (Q) | Temperatursensor, Temperaturanzeige und -kontrolle (TIC) |

[36. Reserviert]

ABSCHNITT 37

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF METALLKORROSIVE STOFFE

37.1 Zweck

37.1.1 Dieser Abschnitt stellt das Klassifizierungsschema für die Klassifizierung von metallkorrosiven Stoffen vor (siehe Abschnitte 2.8.1 und 2.8.2 der Modellvorschriften und Kapitel 2.16 des GHS).

37.1.2 Das Prüfverfahren für korrosive Stoffe wird im Unterabschnitt 37.4 dieses Prüfhandbuches angegeben. Das Prüfverfahren zur Bestimmung der Ätzwirkung auf die Haut wird in der OECD Richtlinie 404 oder 435 zur Verfügung gestellt, wobei die Kriterien für die Klassifizierung im Kapitel 2.8 der Modellvorschriften und Kapitel 3.2 des GHS angegeben werden. Wenn ein Stoff eine Ätzwirkung gegenüber Haut aufweist, ist es, für Zwecke der Klassifizierung, nicht notwendig die Korrosivität gegenüber Metallen zu ermitteln.

37.1.3 Bei der Zuordnung der Verpackung zu einem Stoff oder Gemisch gemäß Kapitel 2.8 Absatz 2.8.2.2 der Modellvorschriften sind Erfahrungen von Menschen mit unfallbedingter Exposition zu berücksichtigen. Liegen keine Erfahrungen an Menschen vor, so erfolgt die Zuordnung aufgrund von Daten, die aus Versuchen gemäß OECD-Prüfrichtlinie 404 oder 435 gewonnen wurden. Ein Stoff oder ein Gemisch, welches gemäss der OECD-Prüfrichtlinien 430 oder 431 als nicht ätzend eingestuft wurde, kann für Einstufungszwecke ohne weitere Prüfungen als nicht hautätzend angesehen werden.

37.2 Anwendungsbereich

37.2.1 Neue Stoffe sind den Klassifizierungsverfahren, wie in Paragraf 2.8.2.5 (c) (ii) der Modellvorschriften und Paragraf 2.16.2 des GHS beschrieben, zu unterwerfen, es sei denn, es ist undurchführbar (zum Beispiel wegen der physikalischen Eigenschaften). Stoffe, die nicht geprüft werden können, sind in Analogie zu klassifizieren.

37.3 Klassifizierungsverfahren

Die folgenden Prüfverfahren wurden entwickelt, um die Korrosionsgefahr durch eine geeignete Klassifizierung zu bewerten.

37.4 Prüfverfahren auf Korrosivität gegenüber Metallen

37.4.1 Prüfung C.1: Prüfung zur Bestimmung der korrosiven Eigenschaften von flüssigen und festen Stoffen, die sich während der Beförderung verflüssigen können, als metallkorrosive Stoffe, Verpackungsgruppe III/Kategorie 1

37.4.1.1 Einleitung

Dieser Test wird eingesetzt, um die korrosiven Eigenschaften eines flüssigen oder eines festen Stoffes, der sich bei der Beförderung verflüssigen kann, zu bestimmen und um zu bestimmen, ob es ein metallkorrosiver Stoff der Verpackungsgruppe III, Kategorie 1 ist.

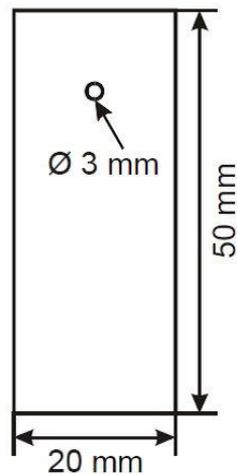
37.4.1.2 Prüfgeräte und Materialien

Die in das zu klassifizierende Medium ausgelagerten Metallproben müssen aus 2 mm dicken Platten bestehen und aus folgendem Material hergestellt sein:

- (a) Aluminium, nicht beschichtet, der Typen 7075-T6 oder AZ5GU-T6 und
- (b) Stahl der Typen S235JR+CR (1,0037 bzw. St 37-2). S275J2G3+CR (1,0144 bzw. St 44-3), ISO 3574, vereinheitlichtes Nummerierungssystem (UNS*) G10200 oder SAE 1020 (siehe Abbildung 37.4.1.1).

* UNS steht für Unified Numbering System.

Abbildung 37.4.1.1: METALLPROBE



Mindestens drei Sätze der Metallproben müssen für jedes Metall (Aluminium, Stahl) verwendet werden. Ein becherähnliches Reaktionsgefäß (Auslagerungsgefäß) (aus Glas oder PTFE) wie in Abbildung 37.4.1.2 gezeigt, mit drei Hälsen passender Größe (z. B. NS92/32 wie auch ein Hals NS14) zum Einbringen der Metallproben, wie in Abbildung 37.4.1.1 dargestellt, und einem vierten Hals passender Größe zur Aufnahme eines Rückflußkühlers, muss verwendet werden. Der Zutritt von Luft in das Auslagerungsgefäß muss sichergestellt sein. Aluminium- und Stahlproben müssen in verschiedenen Auslagerungsgefäßen geprüft werden. Um den Verlust von flüssigen Stoffen zu verhindern, muss ein Rückflußkühler angebracht sein (siehe Abbildung 37.4.1.2).

Abbildung 37.4.1.2: AUSLAGERUNGSGEFÄSS MIT RÜCKFLUSSKÜHLER



Zur ordnungsgemäßen Durchführung der Prüfung muss von dem zu klassifizierenden Stoff mindestens ein Volumen von 1,5 Litern verwendet werden, um sicherzustellen, dass während der gesamten Auslagerungszeit genug reaktionsfähiges Material vorhanden ist. Sehr lange Prüfzeiträume ohne Wechsel der Prüfsubstanz können negative Ergebnisse liefern. Um richtige Ergebnisse zu erhalten und um Wiederholungsprüfungen zu vermeiden, sollten folgende Punkte beachtet werden:

- (a) Frische Prüfsubstanz muss während des gesamten Verlaufs der Prüfung zur Verfügung stehen.
- (b) Das Volumen sollte groß genug sein, um tiefgreifende Veränderungen der Korrosionsfähigkeit der Prüfsubstanz während der Prüfung zu vermeiden.

BEMERKUNG: Wenn mit Problemen zu rechnen ist, sollte die Zusammensetzung der Prüfsubstanz nach der Prüfung durch Analysen überprüft werden, um das Ausmaß der Änderung der Zusammensetzung der Prüfsubstanz, wie sie durch Verdampfen oder Zersetzung auftreten können, zu bestimmen.

37.4.1.3 Prüfverfahren

Die Metallproben müssen mit Schmirgelpapier poliert werden, das eine Rauigkeit von 120 aufweist. Nach Entfernung der Polierrückstände mit Alkohol in einem Ultraschallbad und entfetten mit Aceton müssen die Metallproben auf $\pm 0,0002$ g genau ausgewogen werden. Die Oberfläche darf nicht chemisch vorbehandelt werden (Einlegen, Ätzen usw.), um Oberflächenveränderungen zu verhindern (inhibieren, passivieren). Die Metallproben sind im Auslagerungsgefäß durch nicht-verpresste PTFE-Fäden zu befestigen. Metalldrähte dürfen nicht verwendet werden. Die Prüfung mit den so vorbereiteten Metallproben muss noch am selben Tag begonnen werden, um die erneute Bildung einer Oxidschicht zu vermeiden, es sei denn, die Proben werden durch geeignete Maßnahmen für die weitere Prüfung konserviert. Für jede Prüfung ist eine Metallprobe in die Prüfsubstanz ganz einzutauchen, eine weitere nur bis zur Hälfte und eine dritte darf sich nur im Gasraum des Auslagerungsgefäßes befinden. Die Eintauchtiefe der Metallprobe, die gänzlich in die Prüfsubstanz eingetaucht ist, muss von der oberen Ecke der Metallprobe bis zur Oberfläche der Prüfsubstanz mindestens 10 mm betragen. Verluste von flüssigen Stoffen sind zu berücksichtigen.

Die Prüftemperatur von $55 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ muss während des gesamten Verlaufs der Prüfung, auch in der Gasphase, beibehalten werden.

Die Metallproben müssen diesen stabilen Bedingungen für mindestens eine Woche (168 ± 1 Stunde) ausgesetzt sein.

Nach Beendigung der Prüfung müssen die Metallproben abgespült und mit einer Bürste von Resten der Prüfsubstanz gesäubert werden, wobei Bürsten mit synthetischen oder natürlichen Borsten zu verwenden sind (keine mit Metallborsten). Reste, die sich nicht mit mechanischen Mitteln beseitigen lassen (anhaltende Korrosionsprodukte oder Anlagerungen) dürfen durch Einlegen in eine gegenüber den Metallproben in ihrer Reaktivität

eingeschränkten Reinigungslösung entfernt werden. In diesen Fällen ist eine nicht ausgelagerte Metallprobe als Referenz genau so zu behandeln wie die ausgelagerten Metallproben (Zeit, Temperatur, Konzentration, Oberflächenvorbereitung), um den Massenverlust, der durch die Reinigungslösung verursacht wird, zu ermitteln. Der ermittelte Massenverlust durch die Reinigungslösung ist vor der Bewertung der Korrosionsrate abzuziehen. Nach dem letzten Reinigen mit Alkohol und Aceton im Ultraschallbad und nachdem sie getrocknet sind, müssen die Metallproben ausgewogen werden. Die resultierende Masse unter Berücksichtigung der spezifischen Masse des Metalls liefert die Korrosionsrate.

37.4.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Zwei Arten von Korrosionsverhalten sind zu berücksichtigen.

37.4.1.4.1 *Bewertung der Prüfung bei Flächenkorrosion*

Im Falle der Flächenkorrosion ist der Massenverlust der am meisten korrodierten Metallprobe zu verwenden. Die Prüfung ist als positiv zu bewerten, wenn bei irgendeiner der Metallproben der Massenverlust der Metallprobe größer ist als die Masse, die in der untenstehenden Tabelle angegeben ist:

Tabelle 37.4.1.1: Minimaler Massenverlust der Metallproben nach unterschiedlichen Auslagerungszeiten

| Auslagerungszeit (Tage) | Massenverlust (%) |
|-------------------------|-------------------|
| 7 | 13,5 |
| 14 | 26,5 |
| 21 | 39,2 |
| 28 | 51,5 |

BEMERKUNG: Diese Werte wurden berechnet auf Grundlage einer Korrosionsrate von 6,25 mm/Jahr.

37.4.1.4.2 *Bewertung der Prüfung bei Lochkorrosion*

Tritt neben oder anstelle der Flächenkorrosion Lochkorrosion auf, ist die Tiefe des tiefsten Loches bzw. die größte Reduzierung der Dicke der Metallproben entweder zusätzlich oder allein zur Bewertung der Korrosionsrate zu verwenden. Wenn das tiefste Loch (mit metallographischen Methoden zu ermitteln) die Werte der untenstehenden Tabelle überschreitet, ist das Ergebnis als positiv zu bewerten.

Tabelle 37.4.1.2: Minimale Lochtiefe nach Auslagerungszeit

| Auslagerungszeit (Tage) | min. Lochtiefe (µm) |
|-------------------------|---------------------|
| 7 | 120 |
| 14 | 240 |
| 21 | 360 |
| 28 | 480 |

ABSCHNITT 38

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF STOFFE UND GEGENSTÄNDE DER KLASSE 9 DES TRANSPORTS

38.1 Einleitung

Dieser Abschnitt enthält Klassifizierungsverfahren, Prüfverfahren und Kriterien in Bezug auf Stoffe und Gegenstände der Beförderungsklasse 9.

38.2 Ammoniumnitrathaltige Düngemittel, die fähig sind, sich selbstunterhaltend zu zersetzen

38.2.1 Zweck

38.2.1.1 Dieser Abschnitt des Prüfhandbuches stellt das UN-Klassifizierungsschema für ammoniumnitrathaltige Düngemittel der Beförderungsklasse 9 vor (siehe UN 2071 und Sondervorschrift 193 der Modellvorschriften). Das Prüfverfahren ist vorgesehen, um festzustellen, ob ein ammoniumnitrathaltiges Düngemittel fähig ist, sich selbstunterhaltend zu zersetzen.

38.2.2 Anwendungsbereich

Neue Produkte, wie sie für die Beförderung aufgegeben werden, sind dem Klassifizierungsverfahren zu unterwerfen, wenn die Zusammensetzung der Definition für UN 2071 entspricht. Das Klassifizierungsverfahren ist durchzuführen, bevor ein neues Produkt zur Beförderung aufgegeben wird.

38.2.3 Klassifizierungsverfahren

38.2.3.1 Das Prüfverfahren ist durchzuführen, um zu bestimmen, ob eine Zersetzung, ausgelöst an einer bestimmten Stelle, sich durch die gesamte Masse fortpflanzt. Das empfohlene Prüfverfahren ist in 38.2.4 angegeben. Ob der Stoff ein ammoniumnitrathaltiges Düngemittel der Beförderungsklasse 9 ist oder nicht, ist auf Grundlage der Prüfergebnisse zu entscheiden.

38.2.3.2 Alle ammoniumnitrathaltigen Düngemittel der Klasse 9 sind der Verpackungsgruppe III zuzuordnen.

38.2.3.3 Das gesamte Klassifizierungsverfahren für ammoniumnitrathaltige Düngemittel ist in Abschnitt 39 festgelegt.

38.2.4 Prüfung S.1: „Trog“-Prüfung zur Bestimmung der selbstunterhaltenden exothermen Zersetzung von nitrathaltigen Düngemitteln

38.2.4.1 Einleitung

Ein Dünger wird als zur selbstunterhaltenden Zersetzung fähig angesehen, wenn sich die an einer Stelle eingeleitete Zersetzung durch die gesamte Masse fortpflanzt. Die Neigung eines Düngers, wie er für die Beförderung aufgegeben wird, sich auf diese Weise zu zersetzen, kann mit Hilfe der „Trog“-Prüfung ermittelt werden. In dieser Prüfung wird in der Düngemittelschicht eine örtlich begrenzte Zersetzung in einem horizontal aufgestellten Trog eingeleitet. Die Geschwindigkeit, mit der sich die Zersetzung durch den Trog fortpflanzt, wird nach Entfernung der die Zersetzung einleitenden Wärmequelle gemessen.

38.2.4.2 Prüfgeräte und Materialien

38.2.4.2.1 Das Prüfgerät (Abbildung 38.2.4.1) besteht aus einem oben offenen Trog mit den Innenmaßen 150 x 150 x 500 mm. Der Trog ist aus einem Drahtnetz (möglichst aus Edelstahl) mit der Maschenweite 1,5 mm und der Drahtstärke von 1 mm, unterstützt durch ein Gestell mit z. B. 15 mm breiten und 2 mm dicken Stahlstangen. Das Drahtnetz kann an jedem Ende des Trogs durch Edelstahlplatten 150 x 150 mm und der Dicke von 1,5 mm ersetzt werden. Der Trog ist auf eine geeignete Unterlage zu stellen. Düngemittel mit einer solchen Korngrößenverteilung, dass ein wesentlicher Teil durch das Sieb des Trogs hindurchfallen würde, sollten in einem Trog mit einer geringeren Maschenweite geprüft werden oder in einem Trog, der mit einem Drahtnetz geringerer Maschenweite ausgelegt ist. Während der Versuchseinleitung muss so viel Wärme aufgewendet werden, dass eine gleichförmige Zersetzungsfront gewährleistet ist.

38.2.4.2.2 Zwei alternative Prüfverfahren werden empfohlen. Diese sind:

Elektrische Heizung. Ein in einer Edelstahlhülle befindliches Heizelement (Leistung 250 Watt) wird an dem einen Ende des Troges innen angebracht (Abbildung 38.2.4.2). Die Abmessungen der Edelstahlhülle sind 145 mm x 145 mm x 10 mm mit einer Wandstärke von ungefähr 3 mm. Diejenige Seite des Heizelementes, die mit dem Düngemittel nicht in Berührung kommt, muss mit einem Hitzeschild (Asbestplatte 5 mm dick) geschützt sein. Die Heizfläche der Hülle kann durch eine Aluminiumhülle oder eine Edelstahlplatte geschützt werden.

Gasbrenner. Eine Stahlplatte (Wandstärke 1 bis 3 mm) ist innerhalb des Troges an einem Ende und in Berührung mit dem Drahtnetz einzusetzen (Abbildung 38.2.4.1). Die Platte ist durch zwei am Troggestell befestigte Brenner so zu erwärmen, dass sie in der Lage sind, Plattentemperaturen von 400 bis 600 °C zu gewährleisten, d. h. bei dunkler Rotglut.

38.2.4.2.3 Um eine Wärmeübertragung über die Außenfläche des Troges zu verhindern, ist ein Schutzschild, bestehend aus einer Stahlplatte (2 mm dick), in einem Abstand von etwa 5 cm vom beheizten Ende des Troges anzubringen.

38.2.4.2.4 Das Prüfgerät kann eine längere Lebensdauer haben, wenn es aus Edelstahl gefertigt ist. Dies gilt insbesondere für das Drahtnetz des Troges.

38.2.4.2.5 Die Zersetzungsfortpflanzung kann durch Verwendung von Thermoelementen im Stoff und die Zeit, bei der ein plötzlicher Temperaturanstieg eintritt, wenn die Reaktionsfront die Thermoelemente erreicht, gemessen werden.

38.2.4.3 *Prüfverfahren*

38.2.4.3.1 Das Prüfgerät muss entweder unter einer Abzugshaube, um die giftigen Zersetzungsgase abzuführen, oder in einer offenen Umgebung, wo die Dämpfe leicht verteilt werden können, aufgestellt werden. Auch wenn keine Explosionsgefahr bei der Durchführung der Prüfung gegeben ist, ist es empfehlenswert, ein Schutzschild zwischen dem Beobachter und dem Prüfgerät zu haben, z. B. aus geeignetem, durchsichtigem Kunststoff.

38.2.4.3.2 Der Dünger wird in der Form, wie er zur Beförderung aufgegeben wird, in den Trog eingefüllt und an einem Ende die Zersetzung mit Hilfe eines elektrischen Heizkörpers oder eines Gasbrenners, wie voran beschrieben, eingeleitet. Die Erwärmung muss so lange dauern, bis eine Zersetzung des Düngemittels gut in Gang kommt und ein Fortschreiten der Zersetzungsfront (über eine Länge von etwa 3 bis 5 cm) beobachtet wird. Falls das zu prüfende Düngemittel thermisch sehr stabil ist, kann es erforderlich sein, die Zeit der Erwärmung auf zwei Stunden auszudehnen. Zeigen Düngemittel Anzeichen des Schmelzens, muss die Erwärmung vorsichtig, z. B. durch Verwendung geringerer Heizleistung durch eine kleinere Flamme, durchgeführt werden.

38.2.4.3.3 Etwa 20 Minuten nach Beendigung des Heizvorgangs wird die Stelle der Zersetzungsfront aufgezeichnet. Die Stelle der Zersetzungsfront kann durch unterschiedliche Verfärbung bestimmt werden, z. B. braun (nicht zersetztes Düngemittel) zu weiß (zersetztes Düngemittel), oder durch die Temperatur, die durch das angrenzende Paar von Thermoelementen, die die Reaktionsfront umgeben, ermittelt wird. Das Fortschreiten der Zersetzung kann entweder durch Beobachtung und Zeitmessung oder durch Thermoelement-Aufzeichnungen bestimmt werden. Es ist aufzuzeichnen, ob nach Abbruch keine fortschreitende Zersetzung oder ob eine Zersetzung durch den gesamten Stoff stattfindet.

38.2.4.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

38.2.4.4.1 Wenn sich die fortschreitende Zersetzung durch die gesamte Probe fortsetzt, weist das Düngemittel eine selbstunterhaltende Zersetzung auf.

38.2.4.4.2 Wenn sich die fortschreitende Zersetzung nicht durch die gesamte Probe fortsetzt, weist das Düngemittel keine Gefahr der selbstunterhaltenden Zersetzung auf.

38.2.4.4.3 Ergebnisbeispiele

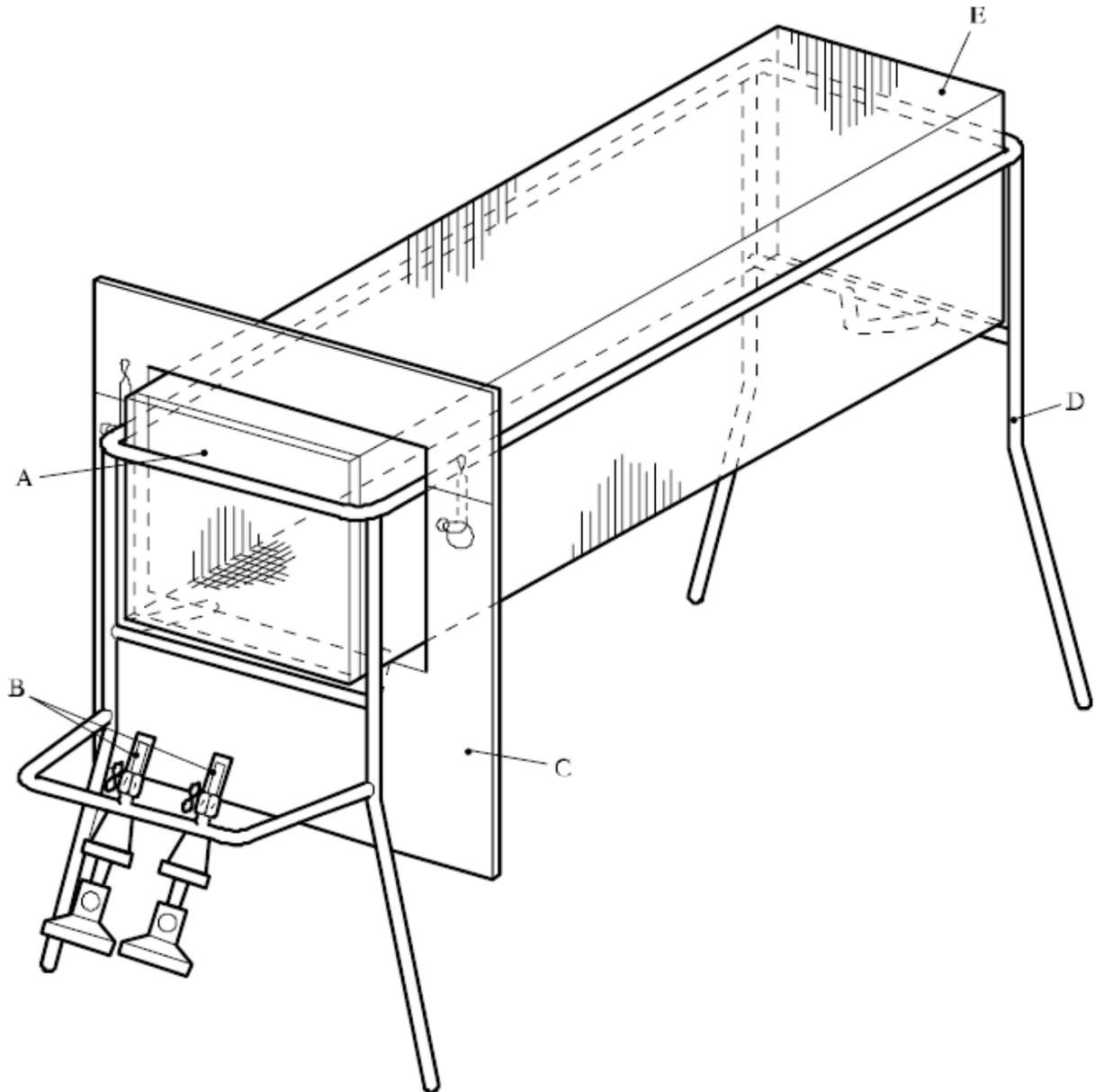
BEMERKUNG: Der NPK-Anteil eines Düngemittels kann nicht als Maß für seine Fähigkeit gelten, sich fortschreitend selbst zu zersetzen, da dies von den vorhandenen chemischen Bestandteilen abhängt.

| Stoff | Länge der Zersetzungsfront (cm) | Ergebnis |
|---|--|-----------------|
| Komponentendünger NPK 17-11-22 ^a | 50 | + |
| Komponentendünger NPK 15-11-8 ^a | 10 | - |
| Komponentendünger NPK 14-14-14 ^a | 10 | - |
| Komponentendünger NPK 21-14-14 ^a | 10 | - |
| Komponentendünger NPK 12-12-18 ^b | 50 | + |

^a enthält Chlorid.

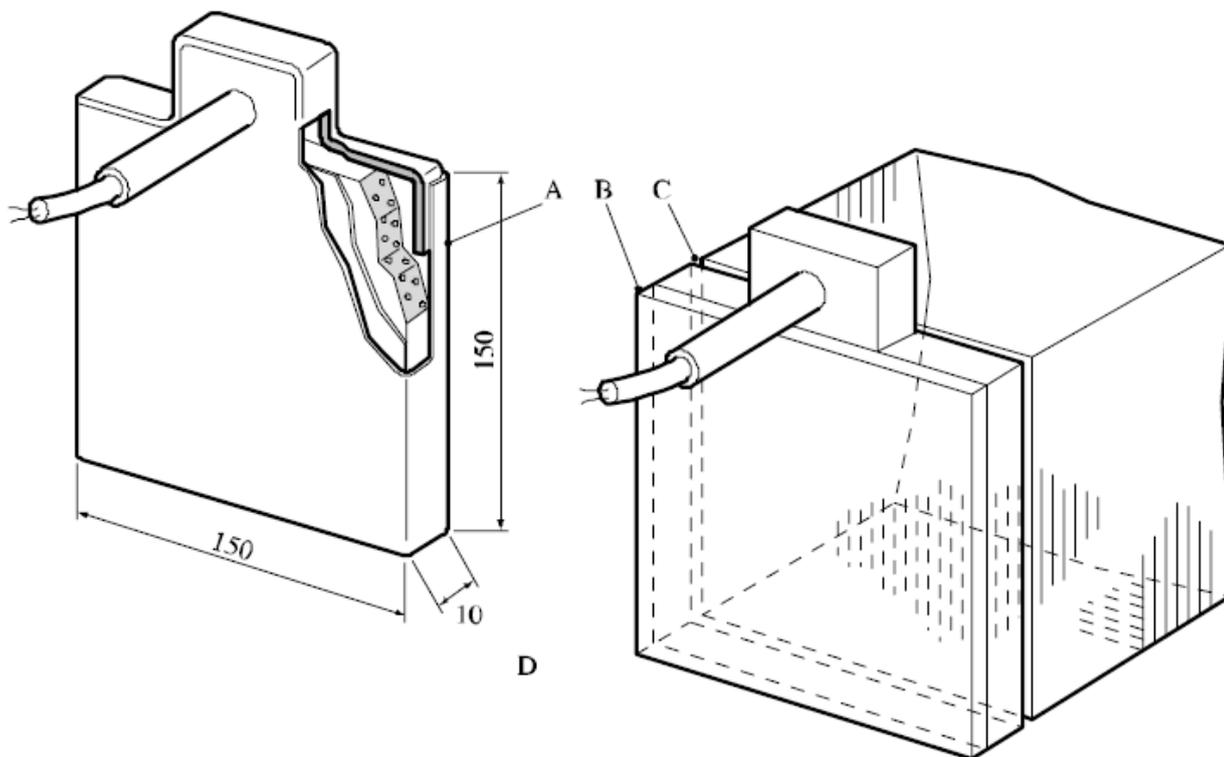
^b enthält Spuren von Kobalt und Kupfer, aber weniger als 1 % Chlorid.

Abbildung 38.2.4.1: TROG AUS DRAHTNETZ MIT BEFESTIGTEN BRENNERN



-
- | | |
|-----|---|
| (A) | Stahlplatte (150 mm x 150 mm und 1 mm bis 3 mm Dicke) |
| (B) | Gasbrenner (z. B. Teclu oder Bunsen) |
| (C) | Hitzeschild (2 mm Dicke) |
| (D) | Gestell (z. B. aus 15 mm breiten, 2 mm dicken Stahlstangen) |
| (E) | Drahtnetz (150 mm x 150 mm x 500 mm) |
-

**Abbildung 38.2.4.2: ELEKTRISCHE HEIZUNGSEINRICHTUNG
(LEISTUNG 250 WATT)**



- | | |
|-----|--|
| (A) | Aluminium oder Edelstahlplatte (Wandstärke 3 mm) |
| (B) | Isolierplatte (Wandstärke 5 mm) |
| (C) | Aluminium oder Edelstahlplatte (Wandstärke 3 mm) |
| (D) | Lage der Heizungseinrichtung im Trog |

38.3 Lithium-Metall- und Lithium-Ionen-Batterien

38.3.1 Zweck

In diesem Abschnitt werden die Prüfverfahren zur Klassifizierung von Lithium-Metall- sowie Lithium-Ionen-Zellen und -Batterien (siehe UN 3090, UN 3091, UN 3480 und UN 3481 sowie die anzuwendenden Sondervorschriften des Kapitels 3.3 der Modellvorschriften) dargestellt.

38.3.2 Anwendungsbereich

38.3.2.1 Alle Zelltypen sind den Prüfungen T.1 bis T.6 und T.8 zu unterziehen. Alle nicht-wiederaufladbaren Batterietypen, einschließlich solcher, die aus bereits geprüften Zellen zusammengestellt wurden, sind den Prüfungen T.1 bis T.5 zu unterziehen. Alle wiederaufladbaren Batterietypen, einschließlich solcher, die aus bereits geprüften Zellen zusammengestellt wurden, sind den Prüfungen T.1 bis T.5 und T.7 zu unterziehen. Zusätzlich sind wiederaufladbare einzellige Batterien mit Überladungsschutz der Prüfung T.7 zu unterziehen. Eine Komponentenzelle, die nicht getrennt von der Batterie, von der sie ein Bestandteil ist, befördert wird, braucht nur gemäß den Prüfungen T.6 und T.8 geprüft werden. Eine Komponentenzelle, die getrennt von der Batterie befördert wird, ist den Prüfungen T.1 bis T.6 und T.8 zu unterziehen. Wird eine Zelle oder Batterie, die ein integraler Bestandteil der Ausrüstung ist und die dazu dient, diese mit Energie zu versorgen, nur in der Ausrüstung eingebaut befördert, kann in Übereinstimmung mit den anzuwendenden Prüfungen geprüft werden, wenn sie in der Ausrüstung installiert ist.

38.3.2.2 Lithium-Metall- sowie Lithium-Ionen-Zellen und -Batterien müssen vor der Beförderung eines bestimmten Zell- oder Batterietyps den Prüfungen gemäß den Festlegungen der Sondervorschriften 188 und 230 des Kapitels 3.3 der Modellvorschriften unterzogen werden. Zellen bzw. Batterien, die sich von einem geprüften Typ dadurch unterscheiden, dass sie

- (a) für Primärzellen und -batterien, eine Veränderung um mehr als 0,1 g oder 20 Masse-% je nachdem, was größer ist, der Masse der Kathode, der Masse der Anode bzw. der Masse des Elektrolyten aufweisen; oder^{*1}
- (b) für wiederaufladbare Zellen und Batterien eine Veränderung der Nennenergie in Wattstunden (Wh)^{*2} um mehr als 20 % oder einen Anstieg der Nennspannung in Volt (V)^{*2} um mehr als 20 % aufweisen; oder
- (c) eine Veränderung, die zu einem Versagen bei einer der Prüfungen führen würde,

müssen als neuer Typ betrachtet und den geforderten Prüfungen unterzogen werden.

BEMERKUNG: Die Art der Veränderung, die zur Zuordnung zu einem anderen als einem bereits geprüften Typ, aufgrund eines möglichen Versagens bei einer der Prüfungen, führen würde, kann beinhalten, ist aber nicht begrenzt auf:

^{*1} Abweichend von der englischen Version ist hier ein „oder“ eingefügt worden.

^{*2} Abweichend von der englischen Version sind hier die Einheiten „Wh“ und „V“ eingefügt worden.

- (a) *eine Änderung des Materials der Anode, der Kathode, des Separators oder des Elektrolyts;*
- (b) *eine Änderung von Schutzvorrichtungen einschließlich Hardware und Software;*
- (c) *eine Änderung der Sicherheitsvorkehrungen der Zellen und Batterien, wie eine Druckentlastungseinrichtung;*
- (d) *eine Änderung der Anzahl der Komponentenzellen;*
- (e) *eine Änderung der Verbindungsart der Komponentenzellen; und*
- (f) *für Batterien, die gemäß Prüfung T.4 mit einer Spitzenbeschleunigung von weniger als 150 g_n zu prüfen sind, eine Veränderung der Masse, die einen nachteiligen Einfluss auf das Ergebnis der Prüfung T.4 hat und zu einem Versagen führen kann.*

Im Fall, dass ein Zell- oder Batterietyp nicht einem oder mehreren Prüfkriterien genügt, müssen entsprechende Schritte zur Beseitigung des Mangels oder der Mängel, die das Versagen verursacht haben, unternommen werden, ehe Zellen oder Batterien dieses Typs abermals geprüft werden.

38.3.2.3 Im Sinne dieser Klassifizierung gelten folgende Definitionen*³:

Lithiumgesamtanteil bedeutet die Summe der in den zu einer Batterie zusammengefassten Zellen enthaltenen Lithiumanteile in Gramm.

Batterie bedeutet zwei oder mehrere Zellen oder Batterien, die elektrisch miteinander verbunden und mit für deren Gebrauch notwendigen Vorrichtungen ausgerüstet sind, wie Gehäuse, Anschlüsse, Kennzeichnung oder Schutzvorrichtungen. Einheiten mit zwei oder mehr Zellen, die im Allgemeinen als „Batteriepacks“, „Module“ oder „Batteriebaueinheiten“ bezeichnet werden und welche die primäre Aufgabe haben, als Energiequelle für einen anderen Teil der Ausrüstung zu dienen, werden im Sinne der Modellvorschriften und dieses Handbuchs als Batterien betrachtet. Siehe Definitionen für „Zelle“ und „einzellige Batterie“.

Knopfzelle oder *Knopfbatterie* bedeutet eine runde, kleine Zelle oder Batterie, deren Gesamthöhe kleiner als ihr Durchmesser ist.

Zelle bedeutet eine einzelne, ummantelte elektrochemische Einheit (eine positive und eine negative Elektrode), die zwischen ihren beiden Polen eine Spannungsdifferenz aufweist, und Schutzeinrichtungen enthalten kann. Siehe Definitionen für Batterie und einzellige Batterie.

Komponentenzelle bedeutet eine in einer Batterie befindliche Zelle. Eine Komponentenzelle wird nicht als einzellige Batterie betrachtet.

Zyklus bedeutet einen vollständigen Lade- bzw. Entladevorgang einer wiederaufladbaren Zelle oder Batterie.

*³ *Die Reihenfolge der Definitionen ist nicht alphabetisch, sondern entspricht der Reihenfolge der englischen Ausgabe.*

Zerlegung bedeutet das Bersten der Zelle oder des Batteriegehäuses, wobei Festkörper ausgestoßen werden.

BEMERKUNG: Während einer Zellen- oder Komponentenzellenprüfung ist der Ausstoß von internen Bestandteilen akzeptabel. Die Energie der ausgestoßenen Bestandteile muss begrenzt sein und wird folgendermaßen gemessen:

- (a) Ein Drahtgeflecht (ausgeglühter Aluminiumdraht mit einem Durchmesser von 0,25 mm und einer Maschendichte von 6 bis 7 Drähten pro Zentimeter), das sich in einem Abstand von 25 cm zur Zelle oder Batterie befindet, darf nicht durchdrungen werden; oder
- (b) Indem eine Messmethode verwendet wird, die nachweislich der im Unterabschnitt (a) beschriebenen gleichwertig ist.

Ausfluss/Ausströmung bedeutet einen flüssigen Stoff oder ein Gas, der bzw. das freigesetzt wird, wenn eine Zelle oder Batterie undicht ist bzw. entgast.

Feuer bedeutet, dass Flammen von der Prüfzelle oder -batterie abgegeben werden.

Erster Zyklus bedeutet den Vorgang der ersten Ladung und Entladung nach Beendigung aller Fertigungsprozesse.

Vollständig geladen bedeutet eine wiederaufladbare Zelle oder Batterie, die elektrisch bis zu ihrer vorgesehenen konstruktionsbedingten Nennkapazität geladen wurde.

Vollständig entladen bedeutet entweder:

eine Primärzelle oder -batterie, die elektrisch entladen wurde, um 100 % ihrer Nennkapazität zu eliminieren; oder

eine wiederaufladbare Zelle oder Batterie, die elektrisch auf die vom Hersteller festgelegte Endspannung entladen wurde.

Große Batterie bedeutet eine Lithium-Metall-Batterie oder Lithium-Ionen-Batterie mit einer Bruttomasse von mehr als 12 kg.

Große Zelle bedeutet eine Zelle mit einer Bruttomasse von mehr als 500 g.

Undichtheit bedeutet das sichtbare Freiwerden von Elektrolyt oder anderem Material einer Zelle oder Batterie oder einen Materialverlust (ausgenommen Batteriegehäuse, Handhabungseinrichtungen oder Kennzeichnungen) von einer Zelle oder Batterie in der Art, dass der Massenverlust die Werte der Tabelle in 38.3.1 übersteigt.

Lithiumanteil wird bezogen auf Lithiummetall- sowie Lithiumlegierungszellen und -batterien und bedeutet für eine Zelle die Masse des Lithiums in der Anode einer Zelle aus Lithiummetall oder Lithiumlegierung, die für eine Primärzelle gemessen wird, wenn sich die Zelle im nicht entladenen Zustand befindet bzw. die für eine wiederaufladbare Zelle ermittelt wird, wenn sie vollständig geladen ist. Der Lithiumanteil einer Batterie ist die Summe aller Lithiumanteile der Komponentenzellen einer Batterie in Gramm.

Lithiumionenzelle oder -batterie bedeutet eine wiederaufladbare elektrochemische Zelle oder Batterie, bei der sowohl die positive als auch die negative Elektrode Interkalationsverbindungen darstellen (interkaliertes Lithium gibt es in ionischer oder quasi-atomarer Form mit dem Gitter des Elektrodenmaterials) und die so beschaffen sind, dass in beiden Elektroden kein metallisches Lithium enthalten ist. Eine Lithiumpolymerzelle oder -batterie, bei der dieselben chemischen Vorgänge erfolgen wie bei einer Lithiumionenzelle oder -batterie, wie hier beschrieben, ist als Lithiumionenzelle oder -batterie zu betrachten.

Massenverlust bedeutet einen Verlust von Masse, der höher ausfällt als der Wert, der in der unten unter 38.3.1 wiedergegebenen Tabelle angegeben ist.

Tabelle 38.3.1: Grenzwerte für Massenverlust

| Masse M der Zelle oder Batterie | Grenzwert für Massenverlust |
|--|------------------------------------|
| M < 1 g | 0,5 % |
| 1g ≤ M ≤ 75 g | 0,2 % |
| M > 75 g | 0,1 % |

BEMERKUNG: Zum Berechnen des Massenverlusts ist das folgende Verfahren anzuwenden:

$$\text{Massenverlust (\%)} = \frac{(M_1 - M_2)}{M_1} \times 100$$

Dabei bedeutet M_1 die Masse vor der Prüfung und M_2 die Masse nach der Prüfung. Wenn der Massenverlust nicht die Werte, die in der unter 38.3.1 wiedergegebenen Tabelle angegeben sind, überschreitet, ist das als „kein Massenverlust“ zu betrachten.

Nennenergie oder Watt-Stunden-Rate angegeben in Wattstunden bedeutet den Energiewert einer Zelle oder Batterie, der unter festgelegten Bedingungen ermittelt und vom Hersteller angegeben wurde. Die Nennenergie wird berechnet durch Multiplikation der Nennspannung mit der Nennkapazität angegeben in Amperestunden.

Nennspannung bedeutet den ungefähren Wert der Spannung, die verwendet wird, um eine Zelle oder Batterie zu bezeichnen oder zu identifizieren.

Spannung bei offenem Kreislauf bedeutet die Spannung zwischen den Polen einer Zelle oder Batterie, wenn kein externer Strom fließt.

Primärzelle oder -batterie bedeutet eine Zelle oder Batterie, die nicht auf elektrische Ladung bzw. Entladung ausgelegt ist.

Prismatische Zelle oder Batterie bedeutet eine Zelle oder Batterie deren Enden ähnliche, gleiche oder parallele gradlinige Formen aufweisen und deren Seiten Parallelogramme sind.

Schutzvorrichtungen bedeuten Vorrichtungen wie beispielsweise Sicherungen, Dioden und Strombegrenzer, mit denen der Stromfluss unterbrochen, in eine Richtung gesperrt oder in einem Stromkreis begrenzt werden kann.

Nennkapazität bedeutet die Kapazität in Amperestunden oder Milliamperestunden einer Zelle oder Batterie, gemessen anhand der vom Hersteller vorgegebenen Last, Temperatur und des Spannungsgrenzpunktes.

BEMERKUNG: Die folgenden IEC-Normen liefern eine Anleitung und Methoden zur Bestimmung der Nennkapazität:

- (1) IEC 61960 (erste Ausgabe 2003-12): Sekundär-Zellen und -Batterien, die Alkalien oder andere nicht-saure Elektrolyte enthalten – Sekundär-Lithiumzellen und -batterien für ortsbewegliche Anwendungen;
- (2) IEC 62133 (erste Ausgabe 2002-10): Sekundär-Zellen und -Batterien, die Alkalien oder andere nicht-saure Elektrolyte enthalten – Sicherheitsbestimmungen für ortsbewegliche versiegelte Sekundär-Zellen und für Batterien, die aus solchen gemacht sind, für die Verwendung in ortsbeweglichen Anwendungen;
- (3) IEC 62660-1 (erste Ausgabe 2011-01): Sekundär-Lithium-Ionenzellen zum Antrieb von elektrischen Straßenfahrzeugen – Teil 1: Leistungsprüfung.

Wiederaufladbare Zelle oder Batterie bedeutet eine Zelle oder Batterie, die so ausgelegt ist, dass sie elektrisch wieder aufgeladen werden kann.

Riss bedeutet das mechanische Versagen eines Zellbehälters oder Batteriegehäuses, das durch eine interne oder externe Ursache ausgelöst wurde und zu einer Freilegung oder einem Auslaufen führt, ohne dass dabei Festkörper ausgestoßen werden.

Kurzschluss bedeutet eine direkte Verbindung zwischen den Plus- und Minuspolen einer Zelle oder Batterie, die dem Stromfluss faktisch eine widerstandsfreie Strecke bietet.

Einzellige Batterie bedeutet eine Zelle, extern ausgerüstet mit Vorrichtungen, die notwendig sind für deren Gebrauch in Geräten oder einer anderen Batterie für deren Antrieb sie ausgelegt ist, wie Schutzvorrichtungen. Siehe Definitionen für Zelle und Batterie.

BEMERKUNG: Eine einzellige Batterie wird als „Zelle“ betrachtet und muss geprüft werden gemäß den Prüfanforderungen für „Zellen“ im Sinne der Modellvorschriften und dieses Handbuchs.

Kleine Batterie bedeutet eine Lithium-Metall-Batterie oder Lithium-Ionen-Batterie mit einer Bruttomasse von höchstens 12 kg.

Kleine Zelle bedeutet eine Zelle mit einer Bruttomasse von höchstens 500 g.

Typ bedeutet ein bestimmtes elektrochemisches System und physikalisches Design von Zellen bzw. Batterien.

Nicht entladen bedeutet eine Primärzelle oder -batterie, die weder vollständig noch teilweise entladen worden ist.

Öffnen bedeutet die Freisetzung von übermäßigem innerem Druck einer Zelle oder Batterie, wie sie nach deren Bauart vorgesehen ist, um einen Riss oder eine Zerlegung auszuschließen.

Watt-Stunden-Rate, siehe Nennenergie.

38.3.3 Wird ein Zell- oder Batterietyp gemäß diesem Unterabschnitt geprüft, sind die im Folgenden aufgeführte Anzahl und die Bedingungen für jeden Zell- und Batterietyp zu beachten:

- (a) Bei der Prüfung von Primärzellen und -batterien gemäß den Prüfungen T.1 bis T.5 ist Folgendes mit der angegebenen Anzahl zu prüfen:
 - (i) zehn Zellen in nicht entladene Zustand;
 - (ii) zehn Zellen in vollständig entladene Zustand;
 - (iii) vier kleine Batterien in nicht entladene Zustand;
 - (iv) vier kleine Batterien in vollständig entladene Zustand;
 - (v) vier große Batterien in nicht entladene Zustand; und
 - (vi) vier große Batterien in vollständig entladene Zustand.

- (b) Bei der Prüfung von wiederaufladbaren Zellen und Batterien gemäß den Prüfungen T.1 bis T.5 ist Folgendes mit der angegebenen Anzahl zu prüfen:
 - (i) fünf Zellen im ersten Zyklus in vollständig geladene Zustand;
 - (ii) fünf Zellen nach 25 Zyklen, die mit dem vollständig geladene Zustand enden;
 - (iii) vier kleine Batterien im ersten Zyklus in vollständig geladene Zustand;
 - (iv) vier kleine Batterien nach 25 Zyklen, die mit dem vollständig geladene Zustand enden;
 - (v) zwei große Batterien im ersten Zyklus in vollständig geladene Zustand; und
 - (vi) zwei große Batterien nach 25 Zyklen, die mit dem vollständig geladene Zustand enden.

- (c) Bei der Prüfung von Primärzellen und wiederaufladbaren Zellen gemäß der Prüfung T.6 ist Folgendes mit der angegebenen Anzahl zu prüfen:
 - (i) für Primärzellen, fünf Zellen in nicht entladene Zustand und fünf Zellen in vollständig entladene Zustand;
 - (ii) für Komponentenzellen von Primärbatterien, fünf Zellen in nicht entladene Zustand und fünf Zellen in vollständig entladene Zustand;

- (iii) für wiederaufladbare Zellen, fünf Zellen im ersten Zyklus bei 50 % ihrer konstruktionsbedingten Nennkapazität und fünf Zellen nach 25 Zyklen, die bei 50 % ihrer konstruktionsbedingten Nennkapazität enden; und
 - (iv) für Komponentenzellen von wiederaufladbaren Batterien, fünf Zellen im ersten Zyklus bei 50 % ihrer konstruktionsbedingten Nennkapazität und fünf Zellen nach 25 Zyklen, die bei 50 % ihrer konstruktionsbedingten Nennkapazität enden.
- (d) Bei der Prüfung von wiederaufladbaren Batterien gemäß der Prüfung T.7 ist Folgendes mit der angegebenen Anzahl zu prüfen:
- (i) vier kleine Batterien im ersten Zyklus in vollständig geladenem Zustand;
 - (ii) vier kleine Batterien nach 25 Zyklen, die mit dem vollständig geladenen Zustand enden;
 - (iii) zwei große Batterien im ersten Zyklus in vollständig geladenem Zustand; und
 - (iv) zwei große Batterien nach 25 Zyklen, die mit dem vollständig geladenen Zustand enden.

Batterien oder einzellige Batterien, die nicht mit einem Batterieüberladungsschutz ausgerüstet, aber ausschließlich für den Gebrauch als Komponente in einer anderen Batterie, einem Fahrzeug oder in Ausrüstungen vorgesehen sind, welche eine solche Schutzeinrichtung aufweist, unterliegen nicht den Anforderungen dieser Prüfung.

- (e) Bei der Prüfung von Primärzellen und wiederaufladbaren Zellen und Komponentenzellen gemäß der Prüfung T.8 ist Folgendes mit der angegebenen Anzahl zu prüfen:
- (i) für Primärzellen, zehn Zellen in vollständig entladenem Zustand;
 - (ii) für Primärkomponentenzellen, zehn Komponentenzellen in vollständig entladenem Zustand;
 - (iii) für wiederaufladbare Zellen, zehn Zellen im ersten Zyklus in vollständig entladenem Zustand;
 - (iv) für wiederaufladbare Komponentenzellen, zehn Komponentenzellen im ersten Zyklus in vollständig entladenem Zustand;
 - (v) für wiederaufladbare Zellen, zehn Zellen nach 25 Zyklen, die mit dem vollständig entladene Zustand enden; und
 - (vi) für wiederaufladbare Komponentenzellen, zehn Komponentenzellen nach 25 Zyklen, die mit dem vollständig entladene Zustand enden.

- (f) Bei der Prüfung einer Batteriebaueinheit, deren Lithiumgesamtanteil aller Anoden, wenn vollständig geladen, höchstens 500 g oder, im Falle einer Lithium-Ionen-Batterie, deren Watt-Stunden-Rate höchstens 6200 Wh beträgt und die zusammengesetzt ist aus Batterien, die alle anzuwendenden Prüfungen bestanden haben, ist eine zusammengesetzte Batterie in vollständig geladenem Zustand gemäß den Prüfungen T.3, T.4, T.5 und zusätzlich T.7 im Falle einer wiederaufladbaren Batterie, zu prüfen.
- (g) Werden Batterien, die alle anzuwendenden Prüfungen bestanden haben, elektrisch miteinander zu einer Batterie verbunden, deren Lithiumgesamtanteil aller Anoden, wenn vollständig geladen, mehr als 500 g oder, im Falle einer Lithium-Ionen-Batterie, deren Watt-Stunden-Rate mehr als 6200 Wh beträgt, ist diese zusammengesetzte Batterie nicht abermals zu prüfen, wenn die zusammengesetzte Batterie von solch einem Typ ist, für den nachgewiesen wurde, dass:
- (i) Überladung;
 - (ii) Kurzschlüsse; und
 - (iii) übermäßige Entladung zwischen den Batterien
- verhindert werden.

Für eine zusammengebaute Batterie, die nicht mit einem Batterieüberladungsschutz ausgestattet ist, aber ausschließlich für den Gebrauch als Komponente in einer anderen Batterie, in Ausrüstungen oder einem Fahrzeug vorgesehen ist, welche eine solche Schutzeinrichtung aufweist:

- ist der Überladungsschutz wie jeweils zutreffend auf Batterie-, Ausrüstungs- oder Fahrzeugebene zu prüfen, und
- ist die Verwendung von Ladesystemen ohne Überladungsschutz durch technische Maßnahmen physisch oder durch Prozesssteuerung zu verhindern.

38.3.3.1 Die Bestimmungen 38.3.2.1 und 38.3.3 sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst.

Tabelle 38.3.2: Übersichtstabelle der erforderlichen Prüfungen für Primärzellen und Batterien

| Primärzellen und Batterien | | | | | | | | | | |
|---|--------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|--------------------|
| | | T.1 | T.2 | T.3 | T.4 | T.5 | T.6 | T.7 | T.8 | Summe ^c |
| Nicht getrennt von der Batterie beförderte Zellen | Nicht entladener Zustand | | | | | | 5 | | | 20 |
| | Vollständig entladener Zustand | | | | | | 5 | | 10 | |
| Zellen | Nicht entladener Zustand | 10 | | | | | 5 | | | 40 |
| | Vollständig entladener Zustand | 10 | | | | | 5 | | 10 | |
| Einzellige Batterien ^a | Nicht entladener Zustand | 10 | | | | | 5 | | | 40 |
| | Vollständig entladener Zustand | 10 | | | | | 5 | | 10 | |
| Kleine Batterien | Nicht entladener Zustand | | | 4 | | | | | | 8 |
| | Vollständig entladener Zustand | | | 4 | | | | | | |
| Große Batterien | Nicht entladener Zustand | | | 4 | | | | | | 8 |
| | Vollständig entladener Zustand | | | 4 | | | | | | |
| Batterien mit geprüften Batterien ≤ 500 g Li | Nicht entladener Zustand | | | 1 | | | | | | 1 |
| Batterien mit geprüften Batterien > 500 g ^b Li | | | | | | | | | | 0 |

- ^a Eine einzellige Batterie, die eine geprüfte Zelle enthält, muss nicht geprüft werden, es sei denn, eine Änderung des Zell-Designs könnte zum Versagen bei einer der Prüfungen führen.
- ^b Wenn die zusammengesetzte Batterie von einem Typ ist, der nachweislich Folgendes verhindert:
- (i) Überladung;
 - (ii) Kurzschlüsse; und
 - (iii) übermäßige Entladung zwischen den Batterien.
- ^c Die Summe entspricht der Anzahl der erforderlichen Prüfungen und nicht der Anzahl der geprüften Zellen oder Batterien.

Tabelle 38.3.3: Übersichtstabelle der erforderlichen Prüfungen für wiederaufladbare Zellen und Batterien

| Wiederaufladbare Zellen und Batterien | | | | | | | | | | | |
|---|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------------------|-----|--------------------|----|
| | | T.1 | T.2 | T.3 | T.4 | T.5 | T.6 | T.7 ^a | T.8 | Summe ^d | |
| Nicht getrennt von der Batterie beförderte Zellen | Erster Zyklus, 50 % geladener Zustand | | | | | | 5 | | | 30 | |
| | 25. Zyklus, 50 % geladener Zustand | | | | | | 5 | | | | |
| | Erster Zyklus, vollständig entladener Zustand | | | | | | | | 10 | | |
| | 25. Zyklus, vollständig entladener Zustand | | | | | | | | 10 | | |
| Zellen | Erster Zyklus, vollständig geladener Zustand | 5 | | | | | | | | | 40 |
| | 25. Zyklus, vollständig geladener Zustand | 5 | | | | | | | | | |
| | Erster Zyklus, 50 % geladener Zustand | | | | | | 5 | | | | |
| | 25. Zyklus, 50 % geladener Zustand | | | | | | 5 | | | | |
| | Erster Zyklus, vollständig entladener Zustand | | | | | | | | 10 | | |
| | 25. Zyklus, vollständig entladener Zustand | | | | | | | | 10 | | |
| Einzellige Batterien ^b | Erster Zyklus, vollständig geladener Zustand | 5 | | | | | | 4 | | | 48 |
| | 25. Zyklus, vollständig geladener Zustand | 5 | | | | | | | | | |
| | Erster Zyklus, 50 % geladener Zustand | | | | | | 5 | | | | |
| | 25. Zyklus, 50 % geladener Zustand | | | | | | 5 | | | | |
| | 25. Zyklus, vollständig geladener Zustand | | | | | | | 4 | | | |
| | Erster Zyklus, vollständig entladener Zustand | | | | | | | | 10 | | |
| | 25. Zyklus, vollständig entladener Zustand | | | | | | | | 10 | | |
| Kleine Batterien | Erster Zyklus, vollständig geladener Zustand | 4 | | | | | | 4 | | 16 | |
| | 25. Zyklus, vollständig geladener Zustand | 4 | | | | | | 4 | | | |
| Große Batterien | Erster Zyklus, vollständig geladener Zustand | 2 | | | | | | 2 | | 8 | |
| | 25. Zyklus, vollständig geladener Zustand | 2 | | | | | | 2 | | | |

| | | T.1 | T.2 | T.3 | T.4 | T.5 | T.6 | T.7 ^a | T.8 | Summe ^d |
|--|-------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------------------|-----|--------------------|
| Batterien mit geprüften Batterien ≤ 6200 Wh oder ≤ 500 g Li | Vollständig geladener Zustand | | | 1 | | | | 1 | | 2 |
| Batterien mit geprüften Batterien > 6200 Wh oder > 500 g Li ^c | | | | | | | | | | 0 |

- ^a Batterien oder einzellige Batterien, die nicht mit einem Batterieüberladungsschutz ausgerüstet, aber ausschließlich für den Gebrauch als Komponente in einer anderen Batterie oder in Ausrüstungen vorgesehen sind, welche eine solche Schutzeinrichtung aufweist, unterliegen nicht den Anforderungen dieser Prüfung;
- ^b Mit Ausnahme der Prüfung T.7 (Überladung) muss eine einzellige Batterie, die eine geprüfte Zelle enthält, nicht geprüft werden, es sei denn, eine Änderung des Zell-Designs könnte zum Versagen bei einer der Prüfungen führen;
- ^c Wenn die zusammengesetzte Batterie von einem Typ ist, der nachweislich Folgendes verhindert:
- (i) Überladung;
 - (ii) Kurzschlüsse; und
 - (iii) übermäßige Entladung zwischen den Batterien.
- ^d Die Summe entspricht der Anzahl der erforderlichen Prüfungen und nicht der Anzahl der geprüften Zellen oder Batterien.

38.3.4 Prüfverfahren

Die Prüfungen T.1 bis T.5 sind nacheinander an derselben Zelle oder Batterie durchzuführen. Die Prüfungen T.6 und T.8 sind an Zellen oder Batterien durchzuführen, die zuvor noch keinen Prüfungen unterzogen worden sind. Die Prüfung T.7 kann an unbeschädigten Batterien, die für die Prüfungen T.1 bis T.5 verwendet wurden, zum Zweck der Prüfung an Batterien nach Durchlaufen der Zyklen durchgeführt werden.

38.3.4.1 Prüfung T.1: Höhensimulation

38.3.4.1.1 Zweck

Bei dieser Prüfung wird der Lufttransport unter Unterdruckbedingungen simuliert.

38.3.4.1.2 Prüfverfahren

Prüfzellen und -batterien sind mindestens sechs Stunden bei einem Druck von 11,6 kPa oder weniger und Umgebungstemperatur ($20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$) zu lagern.

38.3.4.1.3 Anforderung

Zellen und Batterien erfüllen diese Anforderung, wenn keine Undichtheit, kein Öffnen, keine Zerlegung, kein Riss sowie kein Feuer auftritt und wenn die Spannung jeder Prüfzelle oder -batterie bei einem offenen Kreislauf nach der Prüfung nicht weniger als 90 % der unmittelbar vor dem Prüfverfahren gemessenen Spannung beträgt. Die Anforderung bezüglich der Spannung ist nicht anzuwenden auf Prüfzellen und -batterien in vollständig entlademem Zustand.

38.3.4.2 Prüfung T.2: Thermische Prüfung

38.3.4.2.1 Zweck

Diese Prüfung bewertet die Unversehrtheit der Dichtungen von Zellen und Batterien sowie innere elektrische Verbindungen. Beim Durchführen der Prüfung kommen schnelle und extreme Temperaturänderungen zur Anwendung.

38.3.4.2.2 Prüfverfahren

Prüfzellen und -batterien werden zunächst mindestens sechs Stunden bei einer Temperatur von $72\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ und anschließend sechs Stunden lang bei einer Temperatur von $-40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ gelagert. Die maximal zulässige Zeit zwischen den beiden Temperaturextrema beträgt 30 Minuten. Dieses Prüfverfahren muss wiederholt werden, bis zehn vollständige Zyklen abgeschlossen wurden, und alle Prüfzellen und -batterien sind anschließend 24 Stunden bei Umgebungstemperatur ($20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$) zu lagern. Für große Zellen und Batterien sollte die Dauer des Ausgesetztseins bei den extremen Prüftemperaturen mindestens 12 Stunden betragen.

38.3.4.2.3 Anforderung

Zellen und Batterien erfüllen diese Anforderung, wenn keine Undichtheit, kein Öffnen, keine Zerlegung, kein Riss sowie kein Feuer auftritt und wenn die Spannung jeder Prüfzelle oder -batterie bei einem offenen Kreislauf nach der Prüfung nicht weniger als 90 % der unmittelbar vor dem Prüfverfahren gemessenen Spannung beträgt. Die Anforderung bezüglich der Spannung ist nicht anzuwenden auf Prüfzellen und -batterien in vollständig entlademem Zustand.

38.3.4.3 Prüfung T.3: Schwingung

38.3.4.3.1 Zweck

Bei dieser Prüfung werden Schwingungen während der Beförderung simuliert.

38.3.4.3.2 Prüfverfahren

Zellen und Batterien sind sicher an der Basis des Schwingungsgenerators zu befestigen, ohne dass dabei die Zellen deformiert werden, in solch einer Weise, dass die Schwingung des Schwingungsgenerators unverändert übertragen wird. Die Schwingung muss eine sinusförmige Wellenform aufweisen und logarithmisch innerhalb von 15 Minuten in einem Bereich von 7 Hz auf 200 Hz ansteigen sowie wieder auf 7 Hz abfallen. Dieser Zyklus ist innerhalb von drei Stunden 12mal zu wiederholen für jede der drei rechtwinklig zueinander angeordneten Befestigungsmöglichkeiten der Zelle oder Batterie^{*4}. Eine der Schwingungsrichtungen muss im rechten Winkel zur Polfläche liegen.

Der logarithmische Frequenzbereich muss sich für Zellen und Batterien mit einer Bruttomasse von höchstens 12 kg (Zellen und kleine Batterien) zu dem für Batterien mit einer Bruttomasse von mehr als 12 kg (große Batterien) unterscheiden.

Für Zellen und kleine Batterien:

Von 7 Hz ist eine Spitzenbeschleunigung von 1 g_n beizubehalten, bis 18 Hz erreicht werden. Die Amplitude wird bei 0,8 mm (1,6 mm Gesamtausschlag) gehalten und die Frequenz erhöht, bis eine Spitzenbeschleunigung von 8 g_n (ungefähr 50 Hz) erreicht wird. Die Spitzenbeschleunigung wird bei 8 g_n gehalten und die Frequenz erhöht, bis 200 Hz erreicht werden.

Für große Batterien:

Von 7 Hz ist eine Spitzenbeschleunigung von 1 g_n beizubehalten, bis 18 Hz erreicht werden. Die Amplitude wird bei 0,8 mm (1,6 mm Gesamtausschlag) gehalten und die Frequenz erhöht, bis eine Spitzenbeschleunigung von 2 g_n (ungefähr 25 Hz) erreicht wird. Die Spitzenbeschleunigung wird bei 2 g_n gehalten und die Frequenz erhöht, bis 200 Hz erreicht werden.

38.3.4.3.3 Anforderung

Zellen und Batterien erfüllen diese Anforderung, wenn keine Undichtheit, kein Öffnen, keine Zerlegung, kein Riss sowie kein Feuer während der Prüfung und nach der Prüfung auftritt und wenn die Spannung jeder Prüfzelle oder -batterie bei einem

^{*4} *In der englischen Ausgabe werden hier nur die Zellen genannt. Da diese Prüfung jedoch sowohl für Zellen als auch für Batterien durchzuführen ist, werden in der deutschen Ausgabe der Vollständigkeit halber auch die Batterien aufgeführt.*

offenen Kreislauf direkt nach der Prüfung in ihrer dritten rechtwinkligen Befestigungsmöglichkeit nicht weniger als 90 % der unmittelbar vor dem Prüfverfahren gemessenen Spannung beträgt. Die Anforderung bezüglich der Spannung ist nicht anzuwenden auf Prü fzellen und -batterien im vollständig entladenen Zustand.

38.3.4.4 Prüfung T.4: Schlag

38.3.4.4.1 Zweck

Diese Prüfung bewertet die Beständigkeit von Zellen und Batterien gegen kumulative Schläge.

38.3.4.4.2 Prüfverfahren

Prü fzellen und -batterien sind mit einer starren Vorrichtung, die als Auflage für alle Befestigungsflächen jeder Prü fzelle und -batterie^{*5} dient, an der Schlagprüfvorrichtung zu befestigen.

Jede Zelle ist einem halbsinusförmigen Schlag mit einer Spitzenbeschleunigung von 150 g_n und einer Pulsdauer von sechs Millisekunden auszusetzen. Alternativ dürfen große Zellen einem halbsinusförmigen Schlag mit einer Spitzenbeschleunigung von 50 g_n und einer Pulsdauer von 11 Millisekunden ausgesetzt werden.

Jede Batterie ist einem halbsinusförmigen Schlag mit einer Spitzenbeschleunigung in Abhängigkeit der Masse der Batterie auszusetzen. Die Pulsdauer soll sechs Millisekunden für kleine Batterien und 11 Millisekunden für große Batterien betragen. Die unten wiedergegebenen Formeln sind vorgesehen, um die richtige Mindest-Spitzenbeschleunigung zu berechnen.

^{*5} In der englischen Ausgabe werden hier nur die Prüfbatterien genannt. Da diese Prüfung jedoch sowohl für Zellen als auch für Batterien durchzuführen ist, werden in der deutschen Ausgabe der Vollständigkeit halber auch die Prü fzellen aufgeführt.

| Batterie | Mindest-Spitzenbeschleunigung | Pulsdauer |
|-------------------------|--|--------------|
| Kleine Batterien | 150 g_n oder Ergebnis der Formel $\text{Beschleunigung}(g_n) = \sqrt{\left(\frac{100850}{\text{Masse}^*}\right)}$ was kleiner ist | 6 ms |
| Große Batterien | 50 g_n oder Ergebnis der Formel $\text{Beschleunigung}(g_n) = \sqrt{\left(\frac{30000}{\text{Masse}^*}\right)}$ was kleiner ist | 11 ms |

* **Masse in Kilogramm**

BEMERKUNG: IEC Standard 60068-2-27 (Vierte Ausgabe 2008-02): Umweltprüfungen - Teil 2-27: Prüfungen - Prüfung Ea und Leitfaden: Schlag stellt Leitlinien zur Toleranz für die Beschleunigung und Pulsdauer bereit.

Der Zusammenhang zwischen Mindest-Spitzenbeschleunigung und Masse ist für kleine Batterien in Abbildung 38.3.4.1 und für große Batterien in Abbildung 38.3.4.2 dargestellt.

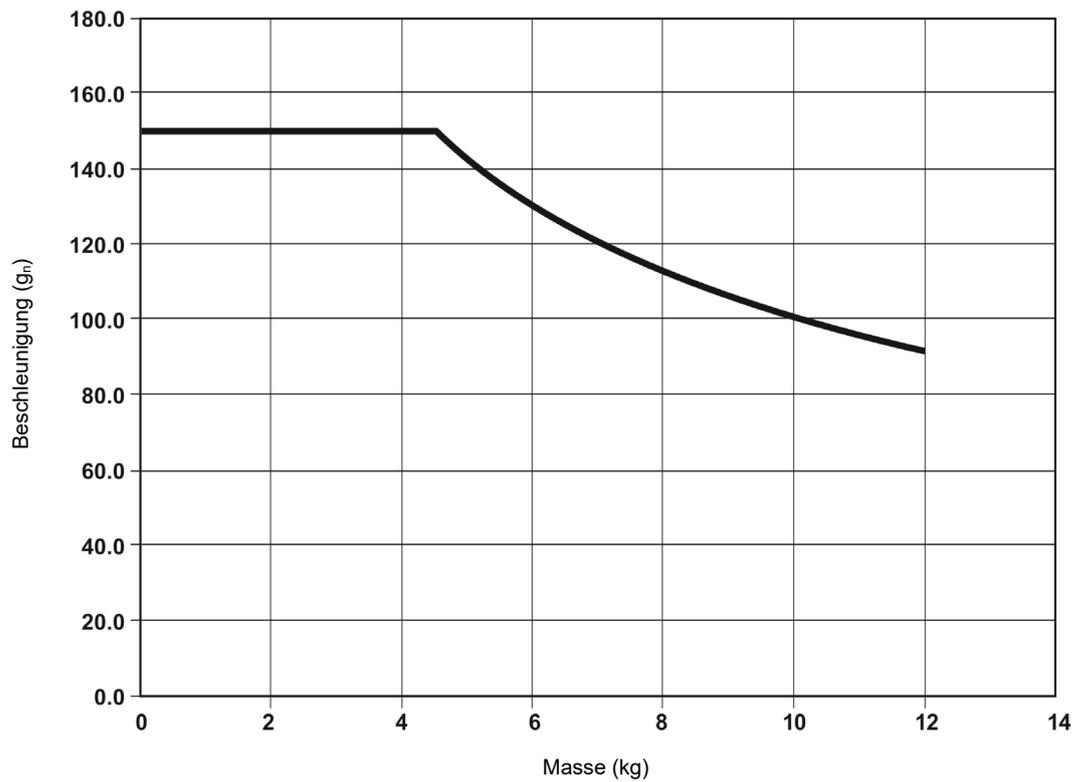


Abbildung 38.3.4.1: ZUSAMMENHANG ZWISCHEN MINDEST-SPITZENBESCHLEUNIGUNG UND MASSE FÜR KLEINE BATTERIEN (weniger als 12 kg)

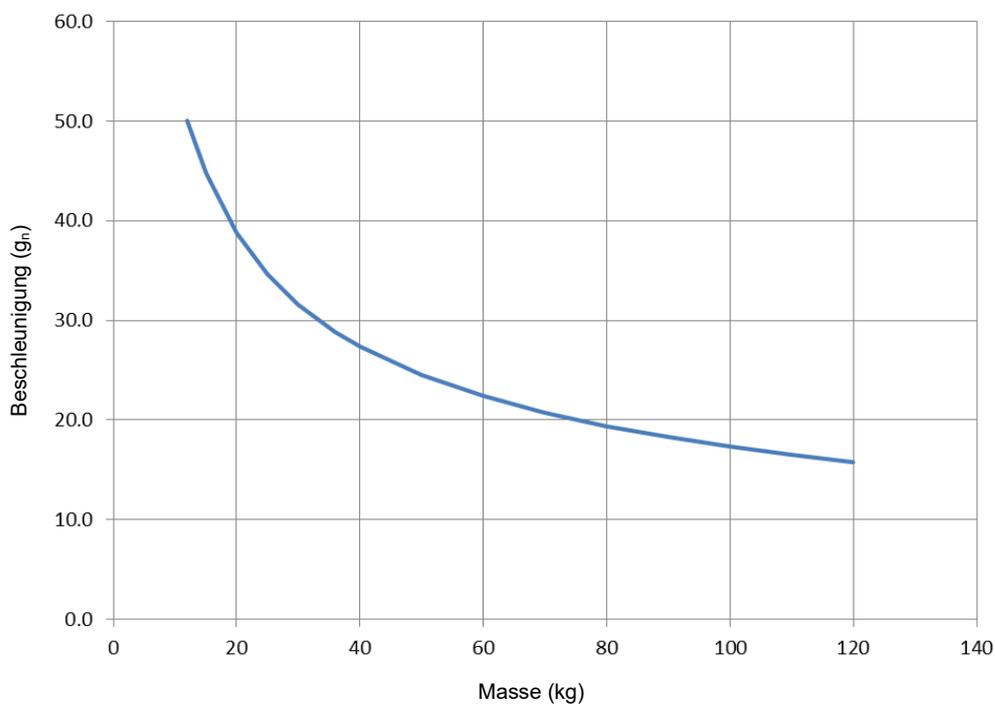


Abbildung 38.3.4.2: ZUSAMMENHANG ZWISCHEN MINDEST-SPITZENBESCHLEUNIGUNG UND MASSE FÜR GROBE BATTERIEN (gleich oder mehr als 12 kg)

An jeder Zelle oder Batterie sind drei solcher Schläge in positiver Richtung gefolgt von drei solcher Schläge in negativer Richtung für jede der drei rechtwinklig zueinander angeordneten Befestigungsmöglichkeiten der Zelle oder Batterie, insgesamt 18 solcher Schläge, durchzuführen.

38.3.4.4.3 Anforderung

Zellen und Batterien erfüllen diese Anforderung, wenn keine Undichtheit, kein Öffnen, keine Zerlegung, kein Riss sowie kein Feuer auftritt und wenn die Spannung jeder Prü fzelle oder -batterie bei einem offenen Kreislauf nach der Prüfung nicht weniger als 90 % der unmittelbar vor dem Prüfverfahren gemessenen Spannung beträgt. Die Anforderung bezüglich der Spannung ist nicht anzuwenden auf Prü fzellen und -batterien in vollständig entladendem Zustand.

38.3.4.5 Prüfung T.5: Äußerer Kurzschluss

38.3.4.5.1 Zweck

Bei dieser Prüfung wird ein möglicher äußerer Kurzschluss simuliert.

38.3.4.5.2 Prüfverfahren

Die zu prüfende Zelle oder Batterie ist für eine Zeitdauer aufzuheizen, die notwendig ist, um eine homogene und stabilisierte Temperatur von $57\text{ °C} \pm 4\text{ °C}$, gemessen am äußeren Gehäuse, zu erreichen. Diese Zeitdauer ist abhängig von der Größe und der Konstruktion der Zelle oder Batterie und sollte bewertet und dokumentiert werden. Wenn diese Bewertung nicht möglich ist, soll die Aufheizzeit für kleine Zellen und kleine Batterien mindestens sechs Stunden und für große Zellen und große Batterien mindestens 12 Stunden betragen. Dann ist die Zelle oder Batterie einem Kurzschlusszustand mit einem äußeren Gesamtwiderstand von weniger als 0,1 Ohm bei einer Temperatur von $57\text{ °C} \pm 4\text{ °C}$ auszusetzen.

Dieser Kurzschlusszustand muss mindestens eine Stunde bestehen bleiben, nachdem das äußere Gehäuse der Zelle oder Batterie wieder eine Temperatur von $57\text{ °C} \pm 4\text{ °C}$ erreicht hat oder, im Fall von großen Batterien, auf die Hälfte der während der Prüfung maximalen beobachteten Temperaturerhöhung abgefallen ist und unterhalb dieses Wertes verbleibt.

Der Kurzschluss und die Abkühlungsphase müssen mindestens bei Umgebungstemperatur durchgeführt werden.

38.3.4.5.3 Anforderung

Zellen und Batterien erfüllen diese Anforderung, wenn ihre äußere Temperatur 170 °C nicht überschreitet und wenn keine Zerlegung, kein Riss sowie kein Feuer während der Prüfung sowie innerhalb von sechs Stunden nach der Prüfung auftritt.

38.3.4.6 Prüfung T.6: Aufprall/Quetschung*⁶

38.3.4.6.1 Zweck

Bei dieser Prüfung wird eine mechanische Beschädigung durch Aufprall oder Quetschung simuliert, die zu einem internen Kurzschluss führen kann.

38.3.4.6.2 Prüfverfahren - Aufprall (anzuwenden für zylindrische Zellen mit einem Durchmesser von mindestens 18 mm)

BEMERKUNG: Durchmesser bezieht sich hier auf den Design-Durchmesser (z. B. der Durchmesser von 18650 Zellen ist 18,0 mm).

Die Prü fzelle oder Komponentenzelle ist auf einer flachen, glatten Oberfläche zu platzieren. Ein Stab mit einem Durchmesser von $15,8 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ und mindestens 6 cm Länge oder mit einer Länge entsprechend der längsten Abmessung der Zelle, je nach dem was größer ist, aus rostfreiem Stahl vom Typ 316 ist quer über die Mitte der Prü fzelle zu legen. Ein Gewicht von $9,1 \text{ kg} \pm 0,1 \text{ kg}$ ist aus einer Höhe von $61 \text{ cm} \pm 2,5 \text{ cm}$ auf den Schnittpunkt von Stab und Prü fzelle in einer kontrollierten Art unter Verwendung einer nahezu reibungsfreien, vertikalen Gleitschiene oder eines Rohres mit minimalem Widerstand gegenüber dem fallenden Gewicht, fallenzulassen. Die vertikale Gleitschiene oder das Rohr, das zur Führung des fallenden Gewichts verwendet wird, muss in einem Winkel von 90° zur horizontalen Auflagefläche ausgerichtet sein.

Die Prü fzelle ist dem Aufprall mit ihrer Längsseite parallel zur flachen Oberfläche und rechtwinklig zur Längsachse des Stabes mit einem Durchmesser von $15,8 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$, der mit seiner runden Oberfläche über der Mitte der Prü fzelle liegt, auszusetzen. Für jeden durchzuführenden Aufschlag ist eine neue Prü fzelle zu verwenden.

38.3.4.6.3 Prüfverfahren - Quetschung (anzuwenden für prismatische Zellen, Pouch-Zellen, Knopfzellen und zylindrischen Zellen mit einem Durchmesser von weniger als 18,0 mm)

BEMERKUNG: Durchmesser bezieht sich hier auf den Design-Durchmesser (z. B. der Durchmesser von 18650 Zellen ist 18,0 mm).

Eine Zelle oder Komponentenzelle ist zwischen zwei flachen Oberflächen zu quetschen. Die Quetschung hat gleichmäßig von der ersten Berührung mit einer Geschwindigkeit von annähernd $1,5 \text{ cm/s}$ zu erfolgen. Die Quetschung ist fortzusetzen bis eine der folgenden Möglichkeiten erreicht ist:

- (a) die ausgeübte Kraft erreicht $13 \text{ kN} \pm 0,78 \text{ kN}$;
Beispiel: Die Kraft ist mit einer hydraulischen Presse auszuüben, die einen Kolbendurchmesser von 32 mm aufweist, bis ein Druck von 17 MPa durch die hydraulische Presse erreicht wird.
- (b) die Spannung der Zelle fällt um mindestens 100 mV; oder
- (c) die Zelle ist bis zu 50 % ihrer ursprünglichen Dicke verformt.

*⁶ In der englischen Ausgabe werden hier die Begriffe „sample cell“, „test sample“ oder „sample“ verwendet, die jedoch in der deutschen Ausgabe einheitlich als Prü fzelle oder Komponentenzelle übersetzt werden.

Ist einmal der maximale Druck erreicht, die Spannung um 100 mV oder mehr gefallen oder die Zelle auf mindestens 50 % ihrer ursprünglichen Dicke verformt, ist der Druck zu entspannen.

Eine prismatische Zelle oder eine Pouch-Zelle soll gequetscht werden, in dem die Kraft auf ihre Breitseite ausgeübt wird. Eine Knopfzelle soll gequetscht werden, in dem die Kraft auf ihre flache Oberfläche ausgeübt wird. Für zylindrische Zellen soll die Quetschkraft rechtwinklig auf ihre Längsachse ausgeübt werden.

Jede Prü fzelle oder Komponentenzelle ist nur einer Quetschung zu unterziehen. Die Prü fzelle oder Komponentenzelle ist für weitere sechs Stunden nach der Prüfung zu beobachten. Die Prüfung ist an Zellen oder Komponentenzellen durchzuführen, die zuvor noch keinen Prüfungen unterzogen worden sind.

38.3.4.6.4 Anforderung

Zellen und Komponentenzellen erfüllen die Anforderung, wenn ihre äußere Temperatur 170 °C nicht überschreitet und wenn keine Zerlegung sowie kein Feuer während dieser Prüfung sowie innerhalb von sechs Stunden nach der Prüfung auftritt.

38.3.4.7 *Prüfung T.7: Überladung*

38.3.4.7.1 Zweck

Diese Prüfung beurteilt die Fähigkeit einer wiederaufladbaren Batterie oder einer einzelligen wiederaufladbaren Batterie zum Widerstehen eines Überladungszustandes.

38.3.4.7.2 Prüfverfahren

Der Ladestrom muss zweimal so hoch sein wie der vom Hersteller empfohlene maximale konstante Ladestrom. Für die minimale Prüfspannung gilt Folgendes:

- (a) Wenn der Hersteller eine Ladespannung von höchstens 18 V empfiehlt, muss die minimale Prüfspannung die zweifache maximale Ladespannung der Batterie sein oder 22 V betragen, je nachdem welche Spannung den geringeren Wert darstellt.
- (b) Wenn der Hersteller eine Ladespannung von mehr als 18 V empfiehlt, muss die minimale Prüfspannung das 1,2fache der maximalen Ladespannung betragen.

Die Prüfungen sind bei Umgebungstemperatur durchzuführen. Die Dauer der Prüfung beträgt 24 Stunden.

38.3.4.7.3 Anforderung

Wiederaufladbare Batterien erfüllen diese Anforderung, wenn keine Zerlegung sowie kein Feuer während dieser Prüfung sowie innerhalb von sieben Tagen nach der Prüfung auftritt.

38.3.4.8 *Prüfung T.8: Erzwungene Entladung*

38.3.4.8.1 Zweck

Bei dieser Prüfung wird die Fähigkeit einer Primärzelle oder einer wiederaufladbaren Zelle zum Widerstehen eines erzwungenen Entladungszustandes ermittelt.

38.3.4.8.2 Prüfverfahren

Bei jeder Zelle muss eine Entladung bei Umgebungstemperatur erzwungen werden, indem sie in Serie mit einem 12-V-Gleichstromnetzgerät bei einem Anfangsstrom, der dem vom Hersteller empfohlenen maximalen Entladestrom entspricht, verbunden wird.

Der vorgeschriebene Entladestrom wird durch Verbindung mit einem Widerstand geeigneter Größe und geeigneten Nennwertes in Serie mit der Prüfzelle erhalten. Jede Zelle muss erzwungen entladen werden für eine Dauer (in Stunden), die der Nennkapazität dividiert durch den Anfangsprüfstrom (in Ampere) entspricht.

38.3.4.8.3 Anforderung

Primäre und wiederaufladbare Zellen erfüllen diese Anforderung, wenn keine Zerlegung sowie oder kein Feuer während dieser Prüfung sowie innerhalb von sieben Tagen nach der Prüfung auftritt.

38.3.5 **Prüfzusammenfassung für Lithiumzellen und -batterien**

Die folgende Prüfzusammenfassung muss erstellt werden:

| Prüfzusammenfassung für Lithiumzellen oder -batterien gemäß Unterabschnitt 38.3 des UN-Prüfhandbuchs |
|---|
| <p>Die folgenden Informationen müssen in dieser Prüfzusammenfassung bereitgestellt werden:</p> <ul style="list-style-type: none">(a) Name des Zellen-, Batterie- oder Produktherstellers, soweit zutreffend;(b) Kontaktinformationen des Zellen-, Batterie- oder Produktherstellers, inklusive Adresse, Telefonnummer, E-Mail-Adresse und Website für weitere Informationen;(c) Name des Prüflabors, inklusive Adresse, Telefonnummer, E-Mail-Adresse und Website für weitere Informationen;(d) eine eindeutige Prüfberichtsidentifikationsnummer;(e) Datum des Prüfberichts;(f) Eine Beschreibung der Zelle oder Batterie, die mindestens Folgendes enthält:<ul style="list-style-type: none">(i) Lithium-Ionen- oder Lithiummetallzelle oder -batterie;(ii) Masse der Zelle oder Batterie;(iii) Watt-Stunden-Bewertung oder Lithiumgehalt;(iv) Physikalische Beschreibung der Zelle/Batterie; und(v) Modellnummer der Zelle oder Batterie oder alternativ, wenn die Prüfzusammenfassung für ein Erzeugnis erstellt wurde, das eine Zelle oder Batterie enthält, die Modellnummer des Erzeugnisses.(g) Liste der durchgeführten Prüfungen und Ergebnisse (d. h. bestanden/nicht bestanden);(h) Verweis auf Prüfanforderungen für zusammengesetzte Batterien, falls zutreffend (d. h. 38.3.3 (f) und 38.3.3 (g));(i) Verweis auf die verwendete überarbeitete Ausgabe des Handbuchs über Prüfungen und Kriterien und etwaige Änderungen dazu; und(j) Name und Titel der verantwortlichen Person als Hinweis auf die Gültigkeit der bereitgestellten Informationen. |

38.4 Stoffe, entzündbare Dämpfe abgebend

38.4.1 Zweck

In diesem Abschnitt des Prüfhandbuches wird das Prüfverfahren dargestellt, mit welchem festgestellt wird, ob während des Handlings, der Beförderung und der Lagerung Stoffe der Klasse 9, entzündbare Dämpfe abgebend (siehe UN 2211), in der Lage sind, eine gefährliche Konzentration entzündbarer Dämpfe in geschlossenen Containern abzugeben, die zur Bildung einer entzündbaren Atmosphäre führt, und in der Folge entschieden, ob eine Klassifizierung erfolgen muss oder nicht.

38.4.2 Anwendungsbereich

Der Anwendungsbereich dieses Prüfverfahrens ist es, festzustellen, wann Polymerkügelchen mit eingeschlossenem Blähmittel, entsprechend der Beschreibung von UN 2211, diesen UN-Nummern nicht zugeordnet werden müssen.

38.4.3 Klassifizierungsverfahren für Stoffe, die entzündbare Dämpfe abgeben können

Polymerkügelchen mit eingeschlossenem Blähmittel müssen nach den weiter unten beschriebenen Verfahren geprüft werden, um festzustellen, ob eine Klassifizierung zur UN 2211 erfolgen muss.

38.4.4 Prüfung U 1: Prüfverfahren für Stoffe, die entzündbare Dämpfe abgeben können

38.4.4.1 Einleitung

Die Fähigkeit zur Abgabe von entzündbaren Dämpfen wird bestimmt, indem der Stoff bei einer bestimmten Temperatur für eine festgelegte Zeit in eine hermetisch dicht verschlossene Glasflasche gegeben wird und anschließend die Identität und die Konzentration der entzündbaren Dämpfe bestimmt werden.

38.4.4.2 Prüfgeräte und Materialien

Einen Serum-Kolben mit einem Septum aus Polytetrafluorethylen mit einem Volumen vom 50 ml, damit sich genügend Probenmenge für die Analysen bilden kann. Einen Wärmeschrank für die Lagerung der Proben für die vorgeschriebene Zeit und bei der vorgeschriebenen Temperatur. Einen Gaschromatograph (GC), ausgestattet mit einer Vorrichtung zur Bestimmung der Konzentration an entzündbaren Dämpfen in der Gasphase.

38.4.4.3 Prüfverfahren

Ein 50-ml-Serum-Kolben wird mit dem Stoff in der Form, in der er befördert wird, bis zu einem Füllungsgrad von 50 Volumen-% gefüllt und mit einem Septum aus Polytetrafluorethylen fest verschlossen. Der fest verschlossene Kolben wird für 14 Tage in einen Wärmeschrank mit mindestens 50 °C gegeben. Unter diesen Bedingungen ist das Gas zweimal mit Hilfe der Gaschromatographie zu analysieren und die durchschnittliche Konzentration an entzündbaren Dämpfen zu errechnen. Die Prüfung muss für drei Proben desselben Stoffs durchgeführt werden.

38.4.4.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Ein Stoff muss nicht als „Schäumbare Polymerkügelchen“ klassifiziert werden, wenn die Konzentration an entzündbaren Dämpfen kleiner oder gleich der Unteren Explosionsgrenze (UEG) des entzündbaren Dampfes in allen drei Proben ist.

ABSCHNITT 39

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF FESTE AMMONIUMNITRATHALTIGE DÜNGEMITTEL

39.1 Zweck

Dieser Abschnitt stellt das Klassifizierungsschema der Vereinten Nationen für die Einstufung von festen ammoniumnittrathaltigen Düngemitteln vor, wie in den Modellvorschriften in Kapitel 3.3, Sondervorschriften 307 und 193 vorgegeben.

39.2 Anwendungsbereich

Jede neue feste ammoniumnittrathaltige Zusammensetzung eines Düngemittels ist dem in 39.4 dargestellten Klassifizierungsverfahren zu unterwerfen.

39.3 Definitionen

39.3.1 Ein ammoniumnittrathaltiges Düngemittel ist eine einheitliche Mischung, welche Ammonium (NH_4^+)- und Nitrat (NO_3^-)-Ionen enthält. Siehe auch 39.3.3.

39.3.2 Ein Mehrnährstoffdüngemittel ist eine einheitliche Mischung, welche mindestens zwei der drei Primärnährstoffe Stickstoff (N), Phosphor (P) und Kalium (K) enthält.

39.3.3 Bei der Bestimmung des Ammoniumnitratgehaltes müssen alle Nitrat-Ionen, für die eine äquivalente Menge an Ammonium-Ionen im Düngemittel vorhanden ist, als Ammoniumnitrat berechnet werden.

39.3.4 Brennbare Stoffe mit Bezug auf Paragraf 39.4 schließen auch anorganische Stoffe mit ein, die oxidiert werden können, z. B. elementarer Schwefel. Für organische Stoffe ist der Gehalt an brennbaren Stoffen als Kohlenstoffgehalt zu berechnen.

39.3.5 Materialien, welche inkompatibel mit Ammoniumnitrat sein können, sind Harnstoff, Säuren, Superphosphate mit freier Säure, elementarer Schwefel, Sulfide und die meisten Übergangsmetalle, einschließlich Schwermetalle (z. B. Kupfer) und Chloride. Hinweis: Diese Auflistung ist nicht abschließend.

39.4 Klassifizierungsverfahren

39.4.1 Feste ammoniumnittrathaltige Düngemittel werden auf Grundlage ihrer Zusammensetzung und der Erfahrung und der Kenntnis ihres gefährlichen Verhaltens eingestuft. Bisweilen ist die Einstufung durch die Prüfung der Fähigkeit zur selbstunterhaltenden Zersetzung oder der explosiven Eigenschaften zu vervollständigen. Diese Grundsätze sind im Flussdiagramm in 39.5 kurz dargestellt.

39.4.2 Die UN 2067 kann nur verwendet werden für ammoniumnittrathaltige Düngemittel, die bei der Prüfung keine explosiven Eigenschaften im Sinne der Prüfserie 2 dieses Prüfhandbuchs zeigen.

39.4.3 Ammoniumnittrathaltige Düngemittel, die nicht die Anforderungen für eine Einstufung in die UN 2067 erfüllen, können einer anderen geeigneten UN-Nummer der Klasse 1 oder der Klasse 5, Unterklasse 5.1 zugeordnet werden, vorausgesetzt, die Eignung für den Transport wurde nachgewiesen und durch die zuständige Behörde bestätigt. Dieses könnte zum Beispiel der Fall sein, wenn z. B. bei einem Unfall eine

Kontamination eingetreten ist, sodass das Düngemittel unter einer geeigneten UN-Nummer z. B. der Klasse 1 mit Zustimmung der zuständigen Behörde transportiert werden kann.

39.4.4 Ammoniumnitrathaltige Düngemittel, welche die entsprechenden Rahmenezusammensetzungen*¹ für die Aufnahme in die Klasse der explosiven Stoffe, wie in 39.5 dargestellt, erfüllen, sind unabhängig von den Ergebnissen der Prüfreihe 2 dieses Prüfhandbuchs in diese Klasse einzustufen.

39.4.5 Ammoniumnitrathaltige Düngemittel, welche die entsprechenden Rahmenezusammensetzungen für die Einstufung als entzündend (oxidierend) wirkende feste Stoffe, wie in 39.5 dargestellt, erfüllen oder anderweitig als entzündend (oxidierend) wirkende feste Stoffe eingestuft sind, sind nicht von diesem Klassifizierungsverfahren*² auf Grundlage der Ergebnisse der Prüfungen O.1 und/oder O.3 in Abschnitt 34 dieses Prüfhandbuchs ausgenommen. Siehe auch Paragraf 34.3.1 in Abschnitt 34 dieses Prüfhandbuchs.

39.4.6 Düngemittel, welche 70 % oder mehr Ammoniumnitrat enthalten, dürfen kein Ammoniumsulfat als Nährstoff enthalten, es sei denn, sie sind Mehrnährstoffdünger mit weniger als 90 % Ammoniumnitrat und mit mindestens 10 % anorganischen Materialien (ausgenommen Ammoniumnitrat und Ammoniumsulfat).

39.4.7 Mehrnährstoffdünger, welche die entsprechenden Rahmenezusammensetzungen für eine mögliche Einstufung in die Klasse 9 erfüllen, sind auf ihre Fähigkeit zur selbstunterhaltenden Zersetzung gemäß der in Paragraf 38.2.4 dieses Prüfhandbuchs vorhandenen Methode (Prüfung S.1, „Trog“-Prüfung) zu prüfen und entsprechend der dort und in 39.5 vorgegebenen Kriterien einzustufen.

39.5 Klassifizierungskriterien

39.5.1 Ammoniumnitrathaltige Düngemittel sind mit Bezug auf das unten aufgeführte Flussdiagramm zu klassifizieren.

*¹ „Composition limits“ wurde mit „Rahmenezusammensetzungen“ übersetzt, da dieser Begriff im Deutschen gebräuchlich ist.

*² Zum besseren Verständnis wurde der Begriff „Classification“ mit „Klassifizierungsverfahren“ übersetzt.

Abbildung 39.1 (a): Klassifizierungskriterien für feste ammoniumnitratehaltige Düngemittel

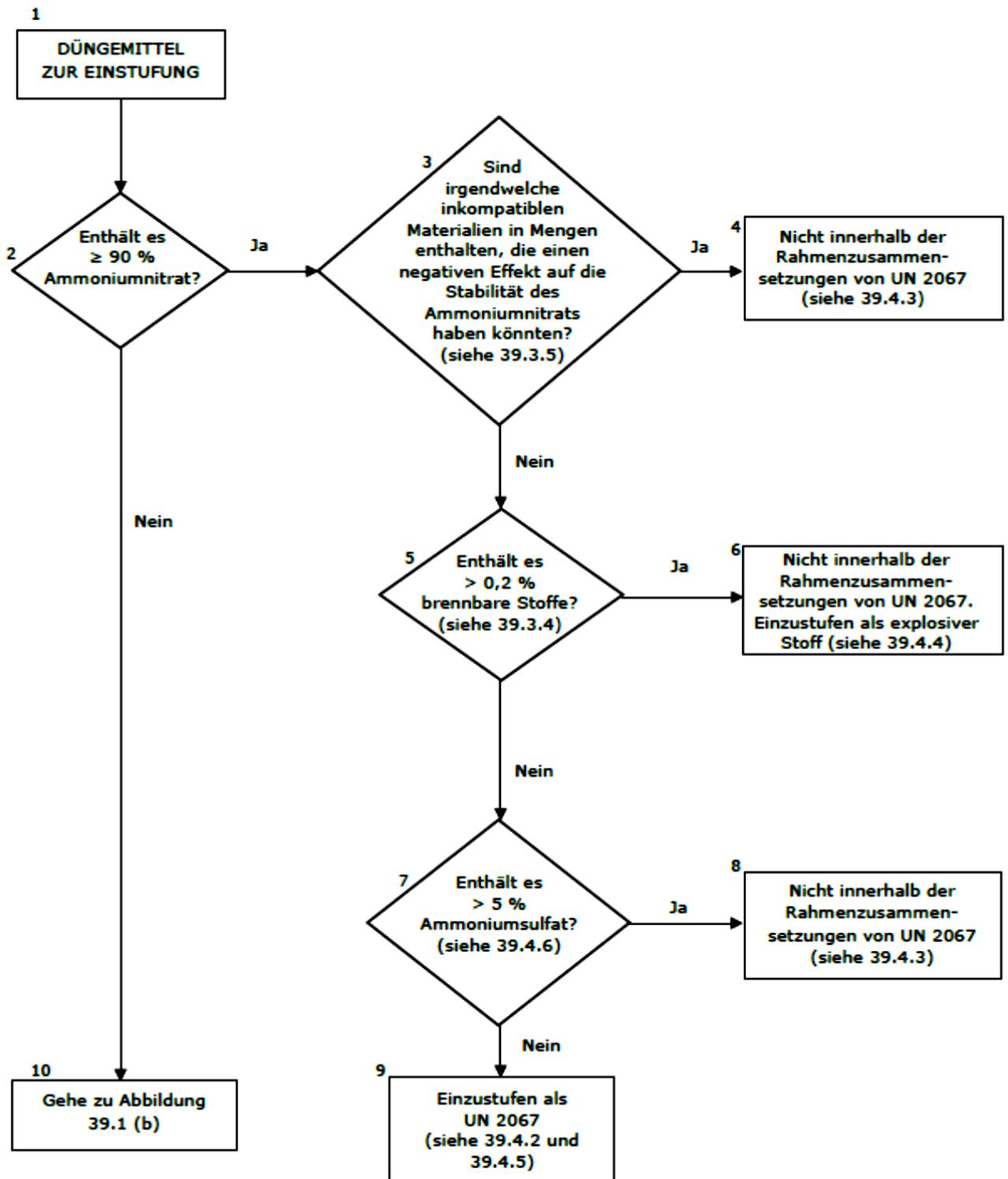


Abbildung 39.1 (b): Klassifizierungskriterien für feste ammoniumnitratehaltige Düngemittel (Fortsetzung)

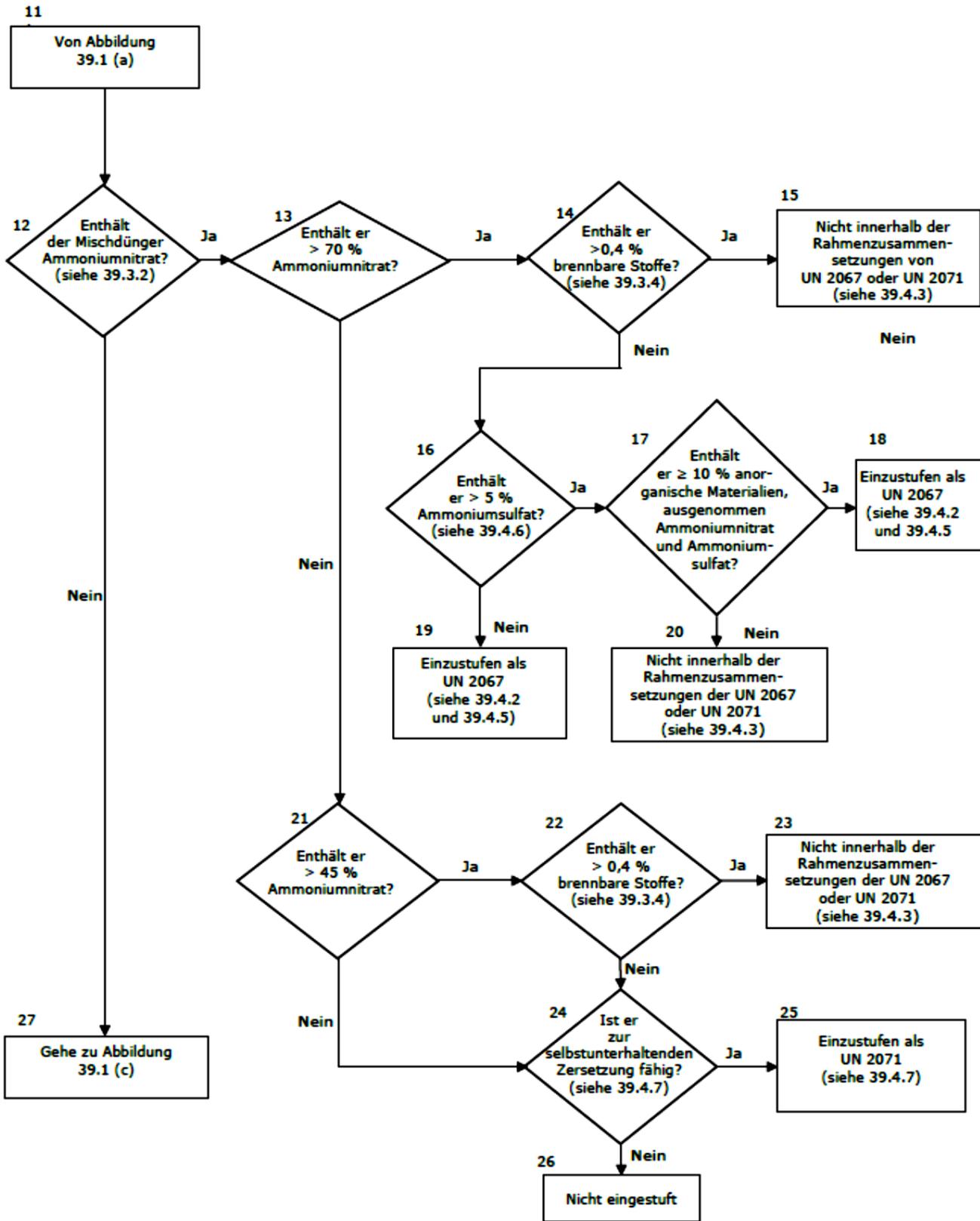
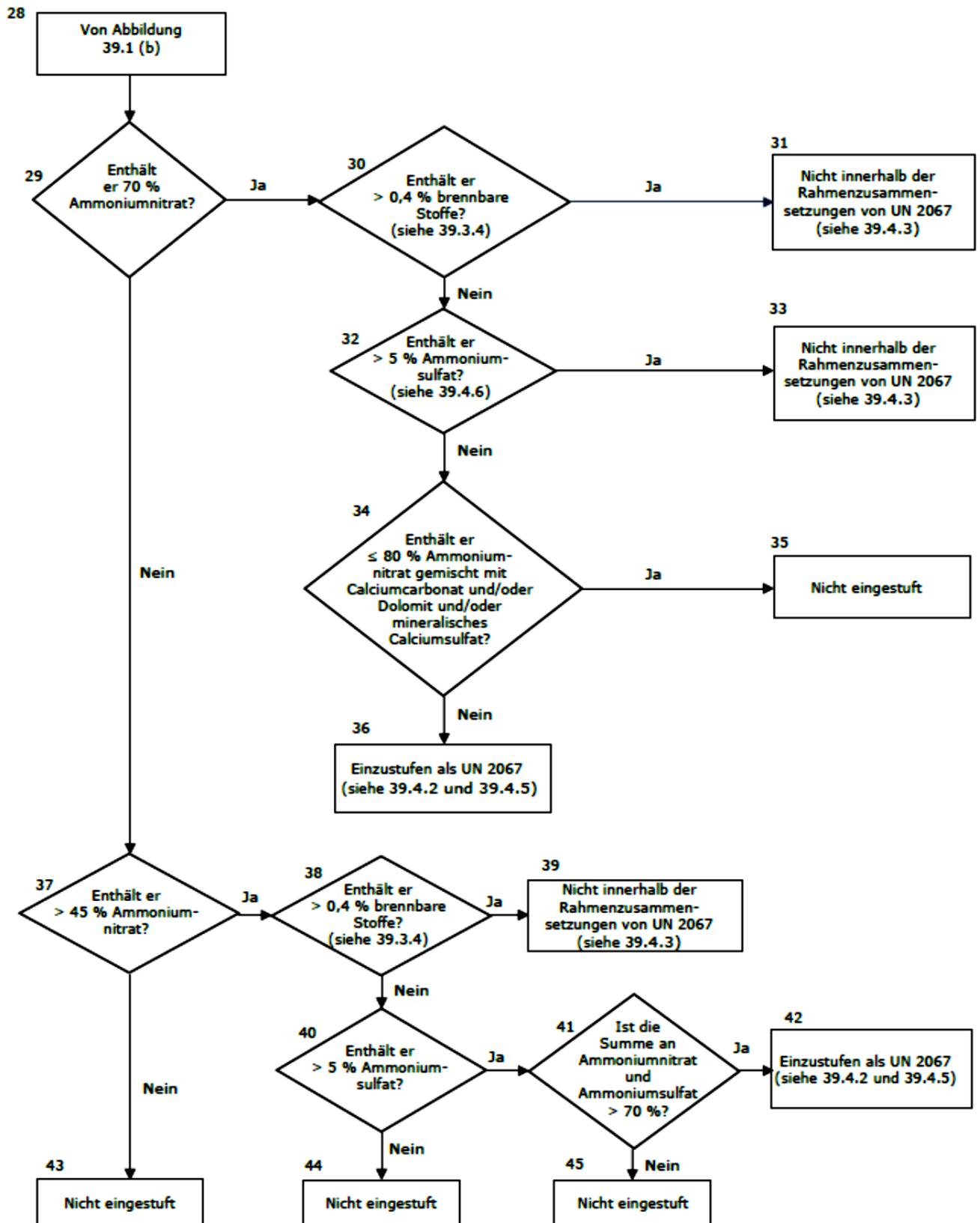


Abbildung 39.1 (c): Klassifizierungskriterien für feste ammoniumnitrathaltige Düngemittel (Fortsetzung)



TEIL IV

PRÜFMETHODEN IN BEZUG AUF DIE TRANSPORTAUSRÜSTUNG

INHALT TEIL IV

| <u>Abschnitt</u> | | <u>Seite</u> |
|-------------------------|--|---------------------|
| 40. | EINLEITUNG TEIL IV | 555 |
| 40.1 | ZWECK..... | 555 |
| 40.2 | ANWENDUNGSBEREICH | 555 |
| 41. | DYNAMISCHE LONGITUDINALE STOSSPRÜFUNG FÜR ORTSBEWEGLICHE TANKS UND UN-GASCONTAINER MIT MEHREREN ELEMENTEN (MEGCs) | 557 |
| 41.1 | ALLGEMEINES | 557 |
| 41.2 | ZULÄSSIGE BAUABWEICHUNGEN | 557 |
| 41.3 | VERSUCHSEINRICHTUNG | 559 |

ABSCHNITT 40

EINLEITUNG TEIL IV

40.1 Zweck

40.1.1 Der Teil IV des Prüfhandbuchs zeigt das Schema der Vereinten Nationen für dynamische und longitudinale Stoßprüfungen für ortsbewegliche Tanks und MEGCs (siehe Abschnitt 41 dieses Handbuchs und 6.7.2.19.1, 6.7.3.15.1, 6.7.4.14.1 und 6.7.5.12.1 der Modellvorschriften).

40.2 Anwendungsbereich

40.2.1 Die Prüfmethode von diesem Teil sollten angewendet werden, wenn es von den Modellvorschriften gefordert wird.

ABSCHNITT 41

DYNAMISCHE LONGITUDINALE STOßPRÜFUNG FÜR ORTSBEWEGLICHE TANKS UND UN-GASCONTAINER MIT MEHREREN ELEMENTEN (MEGCs)

41.1 Allgemeines

41.1.1 Diese Prüfmethode ist geeignet zum Nachweis der Fähigkeit von ortsbeweglichen Tanks und MEGCs, den Auswirkungen eines longitudinalen Stoßes zu widerstehen, wie es in 6.7.2.19.1, 6.7.3.15.1, 6.7.4.14.1 und 6.7.5.12.1 der Modellvorschriften gefordert wird.

41.1.2 Ein repräsentativer Prototyp von jedem Baumuster eines ortsbeweglichen Tanks oder MEGC, welcher die Definition eines „Containers“ der internationalen Vereinbarung für sicherere Container (CSC) in der Fassung von 1972 erfüllt, soll einer dynamischen longitudinalen Stoßprüfung unterzogen werden und deren Anforderungen erfüllen. Die Prüfung soll mit Einrichtungen, die von der zuständigen Behörde zugelassen sind, ausgeführt werden.

41.1.3 Der für die longitudinale Stoßprüfung vorgesehene ortsbewegliche Tank oder MEGC soll vor Beginn der Stoßprüfung trocken sein. Trifft bei einer Prüfeinrichtung der Fall zu, dass die Identifikation einer potentiellen Ursache für eine Leckage negativ durch Wetterbedingungen wie einsetzendem Schneefall oder Regen beeinflusst wird, dann soll die Stoßprüfung beendet werden. Die Stoßprüfung soll nur dann wieder aufgenommen werden, wenn der ortsbewegliche Tank oder MEGC trocken ist, und es nicht mehr schneit oder regnet.

41.2 Zulässige Bauabweichungen

Folgende Abweichungen im Design eines ortsbeweglichen Tanks oder MEGCs eines bereits geprüften Prototyps sind ohne zusätzliche Prüfung zulässig:

41.2.1 *Ortsbewegliche Tanks*

- a) eine Verminderung von nicht mehr als 10 % oder eine Steigerung von nicht mehr als 20 % der Kapazität, die aus Abweichungen in Durchmesser und Länge resultiert;
- b) eine Verminderung der maximalen zulässigen Gesamtmasse;
- c) eine Erhöhung der Wanddicke, unabhängig von Auslegungsdruck und -temperatur;
- d) eine Veränderung der Qualität des für die Konstruktion verwendeten Materials, sofern die zulässige Streckgrenze der des bereits geprüften ortsbeweglichen Tanks entspricht oder diese übertrifft;
- e) eine Lageveränderung oder eine Modifikation von Stützen und Mannlöchern.

41.2.2 MEGCs

- (a) eine Verminderung der maximalen Auslegungstemperatur, ohne Beeinträchtigung der Wanddicke;
- (b) eine Steigerung der minimalen Auslegungstemperatur, ohne Beeinträchtigung der Wanddicke;
- (c) eine Verminderung der maximal zulässigen Bruttomasse;
- (d) eine Verminderung der Masse jedes einzelnen Elements und seiner Beladung oder eine Verminderung der Gesamtmasse der Elemente und ihrer Beladung;
- (e) eine Erhöhung von nicht mehr als 10 % oder eine Verminderung von nicht mehr als 40 % des Durchmessers der Elemente;
- (f) eine Veränderung von nicht mehr als 10 % der Länge der Elemente;
- (g) eine Verminderung von nicht mehr als 3,1 Meter (10 Fuß) der Länge des Rahmenwerkes des MEGC;
- (h) eine Verminderung von nicht mehr als 50 % der Höhe des MEGC;
- (i) eine Verminderung von nicht mehr als 50 % der Anzahl der Elemente;
- (j) eine Zunahme in der Dicke der Werkstoffe vom Rahmenwerk, vorausgesetzt die Dicke bleibt weiterhin in dem erlaubten Umfang, der durch die Einzelheiten des Schweißverfahrens vorgegeben ist;
- (k) eine Veränderung der Betriebsausrüstung sowie der Sammelleitung, so dass die Gesamtmasse der Betriebsausrüstung und der Sammelleitung sich nicht um mehr als 10 % der maximal zulässigen Bruttomasse ändert (aber im Ergebnis nicht um mehr als die maximal zulässige Bruttomasse im Vergleich zu der des bereits getesteten Prototypen);
- (l) die Verwendung verschiedener Güteklassen vom gleichen Werkstofftyp für die Konstruktion des Rahmenwerkes, vorausgesetzt, dass:
 - (i) die Ergebnisse der Entwurfsberechnungen für die unterschiedlichen Güteklassen, unter Berücksichtigung der ungünstigsten spezifizierten Werte der mechanischen Eigenschaften für die Güteklasse, erfüllen oder übertreffen; und
 - (ii) die alternative Güteklasse durch die Einzelheiten des Schweißverfahrens zulässig ist.

BEMERKUNG: Für zulässige Entwurfsvarianten von MEGC, für die zusätzliche Stoßprüfungen nicht erforderlich sind, müssen die montierten Vorrichtungen zum Befestigen der Elemente im Rahmenwerk dieselben bleiben wie die des bereits geprüften Prototypen des MEGC-Entwurfs.

41.3 Versuchseinrichtung

41.3.1 Prüfplattform

Die Prüfplattform kann jede geeignete Konstruktion sein, die ohne signifikante Beschädigung einem Stoß der beschriebenen Stärke mit einem für den Versuch sicher fixierten Prototyp widerstehen kann. Die Prüfplattform soll:

- a) so beschaffen sein, dass der Prototyp so dicht wie möglich an dem Ende, an dem der Stoß eingeleitet wird, montiert werden kann;
- b) mit vier leistungsfähigen Befestigungselementen zur Sicherung des Prototyps nach ISO 1161:1984 (ISO-Container der Reihe 1 - Eckbeschläge Spezifikation) ausgerüstet sein; und
- c) mit einem Pufferelement ausgerüstet sein, um die Stoßdauer geeignet einstellen zu können.

41.3.2 Stoßerzeugung

41.3.2.1 Der Stoß soll erzeugt werden durch

- a) Auflaufen der Prüfplattform auf eine stationäre Masse; oder
- b) Auflaufen einer bewegten Masse auf die Prüfplattform.

41.3.2.2 Wenn die stationäre Masse aus zwei oder mehr zusammengekoppelten Schienenfahrzeugen besteht, dann muss jedes dieser Fahrzeuge mit Pufferelementen ausgerüstet sein. Freies Spiel zwischen den Fahrzeugen soll vermieden werden und die Bremsen von jedem Fahrzeug sollen angezogen sein.

41.3.3 Mess- und Aufzeichnungssystem

41.3.3.1 Soweit nichts anderes vorgegeben ist, soll das Mess- und Aufzeichnungssystem der ISO 6487:2002 (Straßenfahrzeuge – Messmethoden für Aufprallversuche – Optische Geräte) entsprechen.

41.3.3.2 Die folgende Ausrüstung soll für die Prüfung zur Verfügung stehen:

- a) Zwei Beschleunigungsaufnehmer mit einer minimalen Amplitudenweite von 200 g, einer maximalen unteren Frequenzgrenze von 1 Hz, einer minimalen oberen Frequenzgrenze von 3000 Hz und einer Eigenfrequenz, die mindestens dem Fünffachen der Abtastfrequenz entspricht. Jeder Beschleunigungsaufnehmer soll starr am zu prüfenden Container am äußeren Ende oder stirnseitig an den zwei angrenzenden unteren Eckbeschlägen, die der Stoßquelle am nächsten liegen, befestigt sein. Die Beschleunigungsaufnehmer sollen so ausgerichtet sein, dass sie die Beschleunigung in der Längsachse des Containers messen können. Die bevorzugte Befestigungsmethode für jeden Beschleunigungsaufnehmer ist die Verschraubung auf einer Montageplatte, welche an den Eckbeschlägen befestigt wird;
- b) eine Geschwindigkeitsmesseinrichtung für die sich bewegende Prüfplattform oder die sich bewegende Masse im Moment des Stoßes;
- c) Ein analog/digitaler Wandler als Erfassungssystem, welcher die Stoßgröße als Funktion der Beschleunigung über der Zeit mit einer

- minimalen Abtastfrequenz von 1000 Hz darstellen kann. Aliasing-Effekte dürfen 1 % nicht übersteigen, gegebenenfalls ist der Einsatz eines Anti-Aliasing-Filters im Messdatenerfassungssystem notwendig; und
- d) ein Mittel zur Speicherung des Verlaufs der Beschleunigung über der Zeit in elektronischer Form zum Zwecke der Nachverfolgbarkeit und Analyse.

41.3.4 Prüfverfahren

41.3.4.1 Der Prototyp kann im Einzelnen wie folgt vor oder nach der Montage auf der Prüfplattform befüllt werden:

- a) Ortsbewegliche Tanks: Der Tank soll mit Wasser oder irgendeiner anderen drucklosen Substanz bis ungefähr 97 % des Tankvolumens gefüllt sein. Der Tank soll während der Prüfung drucklos sein. Wenn es aus Gründen der Überladung nicht wünschenswert ist, den Tank bis zu 97 % der Kapazität zu füllen, dann soll dieser so gefüllt werden, dass die Masse des Prototyps (Tara + Produkt) so nah wie möglich an das Maximum der Bruttomasse (R) heranreicht.
- b) MEGCs: Jedes Element soll mit einer gleichen Menge Wassers oder einer anderen drucklosen Substanz gefüllt sein. Der MEGC soll so gefüllt sein, dass seine Masse so nah wie möglich an das Maximum der Bruttomasse (R) heranreicht, aber in keinem Fall zu mehr als 97 % seines Volumens. Der MEGC soll während des Tests drucklos sein. Das Befüllen eines MEGC ist nicht erforderlich, wenn sein TARA gleich oder höher als 90 % der Bruttomasse (R) ist.

41.3.4.2 Die Masse des Prototyps soll gemessen und aufgezeichnet werden.

41.3.4.3 Der Prototyp muss so platziert sein, dass daraus die strengsten Prüfbedingungen resultieren. Der ortsbewegliche Tank oder MEGC soll so auf der Prüfplattform befestigt sein, dass er so nahe wie möglich am Aufschlagende unter Nutzung aller vier Eckbeschläge zur Verhinderung von Bewegungen in allen Richtungen gesichert wird. Jeglicher Spielraum zwischen den Eckbeschlägen des Prototyps und den Sicherungseinrichtungen am Aufprallende der Prüfplattform soll minimiert werden. Insbesondere sollen die gestoßenen Massen ungehindert zurückprallen können.

41.3.4.4 Ein Stoß soll so erzeugt werden (siehe 41.3.2), dass für einen einzelnen Stoß das gemessene „Shock Response Spectrum“ (SRS-Kurve) (siehe 41.3.5.1) von beiden Eckbeschlägen am Aufprallende gleich oder höher liegt als die Minimum-SRS-Kurve, welche in Abbildung 41.3.5.1 gezeigt ist, wobei das Spektrum alle Frequenzen von 3 Hz bis zu 100 Hz umfasst. Um dieses Ergebnis zu erreichen kann es erforderlich sein, wiederholte Stöße durchzuführen, aber die Prüfergebnisse jedes einzelnen Stoßes sollen individuell berücksichtigt werden.

41.3.4.5 Im Anschluss an einen Stoß, beschrieben in 41.3.4.4, soll der Prototyp bewertet und die Ergebnisse aufgezeichnet werden. Zum Bestehen der Prüfung darf der ortsbewegliche Tank oder MEGC keine Leckage, dauerhafte Verformung oder Beschädigung zeigen, welche ihn ungeeignet für die Nutzung machen würde. Ebenso soll der ortsbewegliche Tank oder MEGC den maßlichen Anforderungen in Bezug auf Handhabung, Sicherung und Umschlag von einem Transportmittel zu einem anderen entsprechen.

41.3.5 **Aufbereitung und Analyse der Daten**

41.3.5.1 *Datenaufbereitung*

- a) Die Beschleunigungsdaten über die Zeit von jedem Kanal sollen zum "Shock Responce Spectrum" (SRS) aufbereitet werden, sicherstellend, dass die Spektren in der Form der gleichmäßigen statischen Beschleunigung als Funktion der Frequenz gezeigt und gedruckt werden. Der größte absolute Wert der Beschleunigung soll für jeden der spezifischen Eigenfrequenzwerte (break points) aufgezeichnet werden. Die Datenaufbereitung soll folgenden Kriterien genügen:
- (i) Wenn erforderlich, soll der korrigierte Verlauf der Stoßbeschleunigung über der Zeit, entsprechend der Prozedur nach 41.3.5.2, skaliert werden.
 - (ii) Der Verlauf der Beschleunigung über die Zeit soll den Zeitraum von 0,05 s vor dem Start des Stoßereignisses bis 2 s danach umfassen.
 - (iii) Die Analyse soll den Frequenzbereich von 2 Hz bis 100 Hz umfassen und die Berechnung der Punkte der Stoß-Antwort-Kurve soll anhand von mindestens 30 Eigenfrequenzpunkten pro Oktave erfolgen. Jeder Eigenfrequenzwert in dem Bereich soll eine Eigenfrequenz repräsentieren.
 - (iv) Bei der Berechnung soll eine Dämpfungsrate von 5 % zugrunde gelegt werden.
- b) Die Berechnung der Punkte der SRS-Kurve soll wie unten beschrieben erfolgen. Für jeden Eigenfrequenzpunkt:
- (i) Unter Verwendung der folgenden Formel soll eine Matrix der relativen Auslenkungswerte unter Einbeziehung aller Datenpunkte des Verlaufs der eingeleiteten Stoßbeschleunigung über der Zeit berechnet werden:

$$\xi_i = -\frac{\Delta t}{\omega_d} \sum_{k=0}^i \ddot{X}_k e^{-\zeta \omega_n \Delta t (i-k)} \sin [\omega_d \Delta t (i-k)]$$

mit:

- Δt = Zeitintervall zwischen Beschleunigungswerten;
- ω_u = ungedämpfte Eigenfrequenz (Radiant/Sekunde);
- ω_d = gedämpfte Eigenfrequenz = $\omega_n \sqrt{1 - \zeta^2}$;
- \ddot{X}_k = k-ter Wert der Beschleunigungsdaten;
- ζ = Dämpfungsverhältnis;
- i = ganze Zahl; $i = 1$ bis n (Anzahl der Beschleunigungswerte);
- k = Abbruchzähler für i .

- (ii) Die in Schritt (i) erhaltenen Auslenkungswerte sollen in die folgende Formel zur Berechnung einer Matrix der relativen Beschleunigungen eingesetzt werden:

$$\ddot{\xi}_i = 2\zeta\omega_n \Delta t \sum_{k=0}^i \ddot{x}_k e^{-\zeta\omega_n \Delta t (i-k)} \cos [\omega_d \Delta t (i-k)] + \omega_n^2 (2\zeta^2 - 1) \xi_i$$

- (iii) Der aus der Matrix nach Schritt (ii) ermittelte maximale absolute Beschleunigungswert für den Eigenfrequenzpunkt soll beibehalten werden. Dieser Wert wird zum SRS-Kurvenpunkt für diesen einzelnen Eigenfrequenzpunkt. Schritt (i) soll für jede Eigenfrequenz so lange wiederholt werden, bis alle Eigenfrequenzpunkte ausgewertet worden sind.

- (iv) Die Prüfungs-SRS-Kurve soll ermittelt werden.

41.3.5.2 Methode für den Abgleich gemessener Beschleunigung über der Zeit zur Kompensation für Unter- oder Übermassen von Containern

Wo die Summe der Massen aus Nutzmasse und Taramasse des zu prüfenden Containers nicht der maximalen Nennmasse des zu prüfenden Containers entspricht, soll ein Maßstabsfaktor zur gemessenen Beschleunigung über der Zeit angewendet werden:

Die korrigierten Beschleunigungs-Zeit-Werte, $\text{Acc}(t)_{(\text{corrected})}$, sollen aus der gemessenen Beschleunigung über der Zeit mittels Anwendung folgender Formel berechnet werden:

$$\text{Acc}(t)_{(\text{corrected})} = \text{Acc}(t)_{(\text{measured})} \times \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{\Delta M}{M1 + M2}}}$$

mit:

| | |
|-------------------------------------|--|
| $\text{Acc}(t)_{(\text{measured})}$ | = real gemessener Beschleunigungs-Zeit-Wert; |
| M1 | = Masse der Prüfplattform, ohne Container; |
| M2 | = reale Test-Masse (einschließlich Tara) des Containers; |
| R | = max. Nennmasse (einschließlich Tara) des Containers; |
| ΔM | = R - M2. |

Die Werte für die Prüfungs-SRS-Kurve sollen aus den $\text{Acc}(t)_{(\text{corrected})}$ - Werten erzeugt werden.

41.3.6 Fehlerhafte Instrumentierung

Wenn das erhaltene Signal von einem Beschleunigungsmessgerät fehlerhaft ist, kann die Prüfung mit der SRS-Kurve des funktionierenden Beschleunigungsmessgerätes nach drei hintereinander folgenden Stößen für gültig erklärt werden, vorausgesetzt, dass die SRS-Kurven von jedem der drei Stöße die Minimum-SRS-Kurve erfüllen oder übertreffen.

41.3.7 Alternative Methode zur Validierung der Prüfschärfe

41.3.7.1 Wenn das Design eines Prototyps von anderen ortsbeweglichen Tanks oder MEGCs, welche erfolgreich dieser Prüfung unterzogen wurden, signifikant abweicht und deren erhaltene SRS-Kurven korrekte Merkmale beinhalten, wobei diese unter der Minimum-SRS-Kurve lagen, kann die Prüfschärfe akzeptiert werden, wenn drei aufeinanderfolgende Stöße wie folgt durchgeführt werden:

- (a) der erste Stoß mit einer Geschwindigkeit höher als 90 % der kritischen Geschwindigkeit gemäß 41.3.7.2; und
- (b) der zweite und dritte Stoß bei einer Geschwindigkeit höher als 95 % der kritischen Geschwindigkeit gemäß 41.3.7.2.

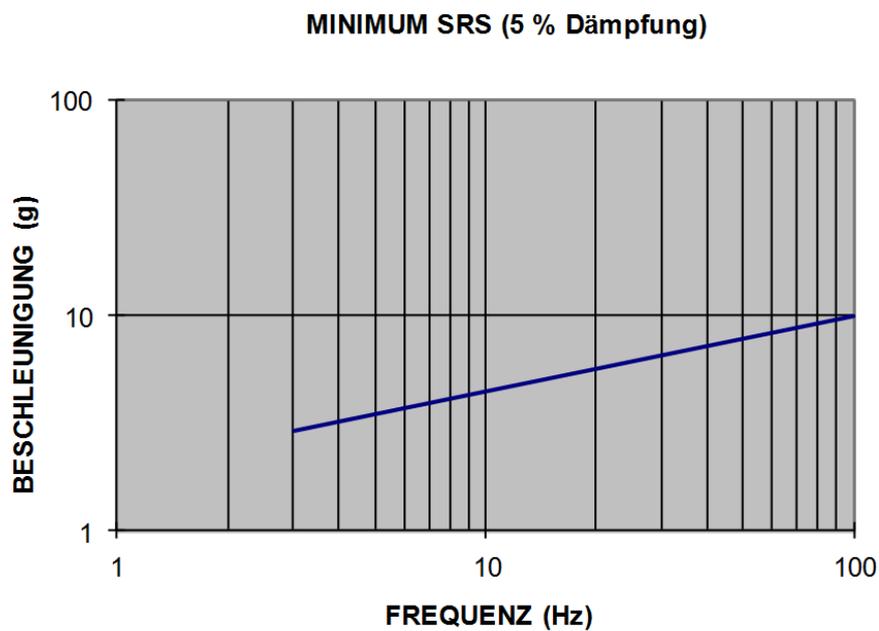
41.3.7.2 Die Prüfmethode, beschrieben in 41.3.7.1, soll nur genutzt werden, wenn die „kritische Geschwindigkeit“ der Plattform vorher bestimmt worden ist. Die kritische Geschwindigkeit ist die Geschwindigkeit, bei der die Dämpfungsgeräte der Plattform ihren maximalen Weg und ihre maximale Energieaufnahmekapazität erreichen, bei der die Minimum-SRS-Kurve normalerweise erreicht oder überschritten ist. Die kritische Geschwindigkeit soll auf Grundlage von mindestens fünf dokumentierten Prüfungen mit fünf unterschiedlichen Prototypdesigns bestimmt werden. Jede Prüfung soll mit der gleichen Ausrüstung, dem gleichen Messsystem und nach dem gleichen Verfahrensablauf durchgeführt werden.

41.3.7 Datenaufzeichnung

Bei der Anwendung des Verfahrens sollen mindestens die folgenden Daten aufgezeichnet werden:

- a) Datum, Zeit, Umgebungstemperatur und Prüfort;
- b) Taragewicht des Prototyps, maximale Gesamtmasse, die getestete Zuladungsmasse;
- c) Hersteller des Prototyps, Typ, Registriernummer soweit vorhanden, zertifizierte Baucodes bzw. Zulassungen, wenn vorhanden;
- d) Masse der Prüfplattform;
- e) Stoßgeschwindigkeit;
- f) Stoßrichtung zum Prototyp; und
- g) für jeden Stoß eine Beschleunigungs-Zeit-Kurve für jeden instrumentierten Eckbeschlag.

Abbildung 41.3.5.1: MINIMUM-SRS-KURVE



Gleichung für die Erzeugung der oben dargestellten Minimum-SRS-Kurve:

$$ACCEL = 1,95 \text{ } FREQ^{0,355}$$

Tabelle 41.3.5.1: TABELLARISCHE DARSTELLUNG AUSGEWÄHLTER DATENPUNKTE DER OBIGEN MINIMUM-SRS-KURVE

| FREQUENZ (Hz) | BESCHLEUNIGUNG (g) |
|----------------------|---------------------------|
| 3 | 2,88 |
| 10 | 4,42 |
| 100 | 10,0 |

TEIL V

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF ANDERE BEREICHE ALS DEN TRANSPORT

INHALT TEIL V

| <u>Abschnitt</u> | | <u>Seite</u> |
|-------------------------|--|---------------------|
| 50. | EINLEITUNG TEIL V | 569 |
| 50.1 | ZWECK | 569 |
| 50.2 | ANWENDUNGSBEREICH | 569 |
| 51. | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF DIE GEFAHRENKLASSE DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE STOFFE | 571 |
| 51.1 | ZWECK | 571 |
| 51.2 | ANWENDUNGSBEREICH | 571 |
| 51.3 | KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN | 572 |
| 51.4 | ABBRANDRATE (AUSSENBRANDPRÜFUNG) (D) | 572 |
| 51.4.1 | Einleitung | 572 |
| 51.4.2 | Prüfgeräte und Materialien | 573 |
| 51.4.3 | Verfahren | 574 |
| 51.4.4 | Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse | 574 |
| 51.4.5 | Ergebnisbeispiele | 577 |
| 51.4.6 | Beispiel für die Berechnung | 577 |

ABSCHNITT 50

EINLEITUNG TEIL V

50.1 Zweck

Teil V des Handbuchs enthält die Schemata der Vereinten Nationen für die Einstufung von desensibilisierten explosiven Stoffen für das Inverkehrbringen bzw. zur Verfügungstellen und die Verwendung (einschließlich Aufbewahrung) im Sinne des GHS.

50.2 Anwendungsbereich

Die Prüfverfahren dieses Teils sollen verwendet werden, wenn das GHS dieses fordert.

ABSCHNITT 51

KLASSIFIZIERUNGSVERFAHREN, PRÜFVERFAHREN UND KRITERIEN IN BEZUG AUF DIE GEFAHRENKLASSE DESENSIBILISIERTE EXPLOSIVE STOFFE

51.1 Zweck

51.1.1 Dieser Abschnitt enthält das Schema der Vereinten Nationen für die Einstufung von flüssigen und festen desensibilisierten explosiven Stoffen, siehe Kapitel 2.17 des Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals (GHS). Der Text soll zusammen mit den Einstufungsgrundsätzen des Kapitels 2.17 des GHS und den im Unterabschnitt 16.4 und 16.5 dieses Handbuchs festgelegten Prüfarten der Prüfsreihe 6 verwendet werden.

Für die Prüfung von flüssigen desensibilisierten explosiven Stoffen im Bereich des Transports wird auf den Abschnitt 32, Unterabschnitt 32.3.2 dieses Handbuchs und auf Kapitel 2.3, Unterabschnitt 2.3.1.4 der Modellvorschriften verwiesen. Die Prüfung von festen desensibilisierten explosiven Stoffen für den Bereich des Transports wird im Abschnitt 33, Unterabschnitt 33.2.3 dieses Handbuchs und in Kapitel 2.4, Unterabschnitt 2.4.2.4 der Modellvorschriften behandelt.

51.2 Anwendungsbereich

51.2.1 Desensibilisierte explosive Stoffe sind feste oder flüssige explosive Stoffe oder Mischungen, welche phlegmatisiert sind, um ihre explosiven Eigenschaften derart zu unterdrücken, dass sie von der Gefahrenklasse "Explosive Stoffe" (Kapitel 2.1 des GHS) ausgeschlossen werden können. Desensibilisierte explosive Stoffe sollen zuerst entsprechend den Prüfreiheiten 1 (Prüfart 1 (a)), 2 und 6 (Prüfart (a) beziehungsweise (b)) dieses Handbuchs¹ geprüft werden.

51.2.2 Jeder explosive Stoff, solange er sich im desensibilisierten Zustand befindet, ist dieser Klasse zuzuordnen, es sei denn, in diesem Zustand:

- (a) wird er zur Erzielung einer praktischen explosiven oder pyrotechnischen Wirkung hergestellt;
- (b) zeigt er eine Gefahr der Massenexplosion in den Prüfarten (a) oder (b) der Prüfsreihe 6 oder die korrigierte Abbrandrate gemäß 51.4 ist größer als 1200 kg/min;
- (c) ist die exotherme Zersetzungsenergie kleiner als 300 J/g².

¹ Explosive Stoffe wie in Kapitel 2.1 des GHS definiert, die als zu sensitiv betrachtet werden, um sie einer Unterklasse zuzuordnen, können durch Desensibilisierung stabilisiert werden und folglich auch als desensibilisierte explosive Stoffe, sofern sie alle Kriterien des Kapitels 2.17 des GHS erfüllen, eingestuft werden. In diesem Fall soll der desensibilisierte explosive Stoff gemäß Prüfreihe 3 (Teil I dieses Handbuchs) geprüft werden, da Informationen über die mechanische Empfindlichkeit voraussichtlich für die Festlegung der Bedingungen der sicheren Handhabung und Verwendung wichtig sind. Die Prüfergebnisse sollen im Sicherheitsdatenblatt mitgeteilt werden.

² Die exotherme Zersetzungsenergie ist mit dem bereits desensibilisierten explosiven Stoff (z. B. der homogenen festen oder flüssigen Mischung, welche aus dem explosiven Stoff und dem(den) Stoff(en), mit welchem(n) die explosiven Eigenschaften unterdrückt werden

51.3 Klassifizierungsverfahren

51.3.1 Bevor mit verpackten Stoffen oder Mischungen die Abbrandprüfung durchgeführt wird, werden die Prüfarten (a) und (b) der Prüfserie 6 in alphabetischer Reihenfolge durchgeführt. Die Stoffe oder Mischungen werden zuerst mit einem Standarddetonator (Anhang 1 des Handbuchs) und, falls keine Explosion beobachtet wird, mit einem geeigneten Anzünder (jedoch nicht mehr als 30 g Schwarzpulver), um die Anzündung des Stoffes oder der Mischung in der Verpackung sicherzustellen, geprüft. Das Anzündsystem, welches in der Prüfung 6 (a) ein positives Ergebnis gibt, wird auch für die Prüfung 6 (b) verwendet.

51.3.2 Es ist jedoch nicht immer notwendig die Prüfungen aller Prüfverfahren durchzuführen. Auf die Prüfung 6 (b) kann verzichtet werden, wenn in jeder Prüfung 6 (a):

- (a) das Äußere des Packstücks nicht durch eine innere Detonation und/oder Anzündung beschädigt wurde; oder
- (b) der Inhalt des Packstücks nicht oder so schwach explodiert, dass seine Übertragung der explosiven Wirkung von einem Packstück auf ein anderes bei Anwendung der Prüfung 6 (b) ausgeschlossen werden kann.

51.3.3 Wenn ein Stoff oder eine Mischung in der Prüfung 1 (a) der Prüfreihe 1 ein negatives Ergebnis (keine Weiterleitung der Detonation) ergibt, kann auf die Prüfung 6 (a) mit einem Zünder verzichtet werden³. Wenn ein Stoff oder eine Mischung ein negatives Ergebnis (keine oder eine langsame Deflagration) in der Prüfung 2 (c) der Prüfreihe 2 ergibt, kann auf die Prüfung 6 (a) mit einem Anzünder verzichtet werden.

51.3.4 Die Prüfung zur Bestimmung der Abbrandrate mittels Großversuch ist nicht erforderlich, wenn in der Prüfung 6 (b) praktisch gleichzeitig der gesamte Inhalt des Stapels explodiert. In solchen Fällen wird das Produkt der Untergruppe 1.1 zugeordnet.

51.4 Abbrandrate (Außenbrandprüfung)

51.4.1 Einleitung

51.4.1.1 Das Prüfverfahren zur Bestimmung der Abbrandrate (auf 10 000 kg skalierte Abbrandrate) wird verwendet, um das Verhalten von Stoffen oder Mischungen, wie für die Aufbewahrung und Verwendung verpackt, für den Fall, dass sie in ein Außenfeuer verwickelt sind, zu bestimmen. Diese Prüfung wird mit mehreren Packstücken der Stoffe oder der Mischungen durchgeführt, um zu bestimmen:

- (a) ob die Gefahr einer Massenexplosion oder von gefährlichen Wurfteilen oder von zu schnellem Abbrand besteht;
- (b) eine Abbrandrate (skaliert auf 10 000 kg), welche von der Gesamtmasse abhängt.

sollen, hergestellt wurde) zu bestimmen. Die exotherme Zersetzungsenergie kann durch Anwendung eines geeigneten kalorimetrischen Verfahrens bestimmt werden (siehe Abschnitt 20, Unterabschnitt 20.3.3.3 in Teil II dieses Handbuchs).

³ *Wenn die Prüfung 1 (a) nicht durchgeführt wurde, kann auf die Prüfung 6 (a) der Prüfreihe 6 nicht verzichtet werden.*

51.4.1.2 Die Abbrandrate ist definiert als die auf eine Masse von 10 000 kg verpacktes Material extrapolierte Abbrandrate. In der Praxis wird diese Abbrandrate bestimmt, in dem sowohl ein einzelnes Packstück als auch Stapel von Packstücken verwendet werden, gefolgt von einem Extrapolationsverfahren. Die Prüfungen werden mit den Stoffen oder den Mischungen in Packstücken, wie sie für die Aufbewahrung und Verwendung vorgesehen sind, durchgeführt. Alle Arten der Verpackungen sind den Prüfungen zu unterziehen, es sei denn:

- (a) ein Stoff oder eine Mischung, verpackt wie für das Inverkehrbringen (bzw. wie diese zur Verfügung gestellt werden) und die Verwendung vorgesehen, kann eindeutig durch eine zuständige Behörde einer Abbrandrate und Kategorie auf Basis von Prüfergebnissen anderer Prüfungen oder vorhandenen Informationen zugeordnet werden; oder
- (b) der Stoff oder die Mischung, verpackt wie für das Inverkehrbringen (bzw. wie diese zur Verfügung gestellt werden) und die Verwendung vorgesehen, wird der Gefahrenklasse „Explosive Stoffe/Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff*¹“, Untergruppe 1.1 zugeordnet.

51.4.1.3 Die korrigierte Abbrandrate (skaliert auf 10 000 kg) wird für die Einstufung in vier unterschiedliche Kategorien verwendet.

51.4.2 Prüfgeräte und Materialien

51.4.2.1 Die Prüfung wird mit verpackten Stoffen oder Gemischen in dem Zustand und in der Form, in welcher sie für das Inverkehrbringen (bzw. wie diese zur Verfügung gestellt werden) und die Verwendung (einschließlich Aufbewahrung) vorgesehen sind, durchgeführt. Es werden die folgenden Gegenstände benötigt:

- (a) eine Anzahl von 1, 6 und 10 Packstücken, bei einer Nettomasse von 25 kg an desensibilisiertem explosivem Stoff in jedem Packstück;
- (b) eine Anzahl von 1, 3 und 6 Packstücken, bei einer Nettomasse zwischen 25 kg und 50 kg an desensibilisiertem explosivem Stoff in jedem Packstück;
- (c) eine Anzahl von 1 bis zu 6 Packstücken, bei einer Nettomasse von mehr als 50 kg an desensibilisiertem explosivem Stoff in jedem Packstück, die Gesamtnettomasse soll nicht größer als 500 kg sein;
- (d) Um das Erdreich zu schützen, ein oder zwei Wannen geeigneter Größe und Höhe, welche die Holzpaletten und Packstücke aufnehmen;
- (e) Holzpaletten (z. B. gemäß DIN 15146), mit zwischen, unter und über die Packstücke verteilter Holzwolle;
- (f) eine geeignete Anzündung, die das Anzünden der Holzpalette/Holzwolle und damit der zu prüfenden Packstücke sicherstellt (die gleichmäßige Verteilung einer Mischung von Benzin und Diesel 10/90 über die Packstücke und die Holzwolle ist zu empfehlen);

*¹ Die Gefahrenklasse „Explosives“ des GHS wurde entsprechend der Verordnung EG Nr. 1272/2008 (CLP-Verordnung) übersetzt.

- (g) Film- und/oder Video-Kameras und eine geeignete Messeinrichtung für die Bestimmung der Wärmestrahlung, z. B. Infrarotsensoren und/oder Thermokameras.

51.4.2.2 Die Anzahl der Prüfungen und/oder die Gesamtmasse (falls erforderlich) wird erhöht, wenn die Prüfergebnisse zweifelhaft sind und die entsprechenden Gefahren nicht eindeutig definiert werden können.

51.4.3 Verfahren

51.4.3.1 Die Prüfung beginnt mit einem Einzelpackstück und dann wird die Anzahl der Packstücke sukzessive, wie in 51.4.2.1 (a), (b) oder (c) beschrieben, erhöht. Üblicherweise wird die Abbrandprüfung nur einmal mit jeder Anzahl an Packstücken durchgeführt. Die erforderliche Anzahl an Packstücken, in dem Zustand und in der Form, in welcher sie für das Inverkehrbringen (bzw. wie diese zur Verfügung gestellt werden) und die Verwendung (einschließlich Aufbewahrung) vorgesehen sind, werden so auf den ebenen Holzpaletten angeordnet, dass die heftigsten Ergebnisse zu erwarten sind. Die Paletten werden in einer (oder falls notwendig in zwei) Wannen platziert. Eine Wanne muss mindestens eine vollständige Palette, einschließlich eines allseitigen Abstands von 10 cm um die Palette herum, aufnehmen. Brennbares Material (Holzwohle, Papier etc.) wird unter und um die Packstücke so platziert, dass eine optimale Anzündung sichergestellt ist (siehe 51.4.2.1 (f)).

Bemerkung: Eine Masse von ca. 10 kg trockener Holzwohle ist üblicherweise ausreichend. Die Holzpaletten und die trockene Holzwohle werden mit einer flüssigen Mischung von Brennstoff (ca. 10 Liter, siehe 51.4.2.1 (f)) getränkt.

51.4.3.2 Die Wärmestrahlung wird während der Prüfung mit einem geeigneten Verfahren an mindestens drei Stellen mit drei unterschiedlichen Abständen vom Brandherd gemessen (die Abstände hängen von der Empfindlichkeit des Verfahrens (Sensoren, Thermokamera usw.)) ab und werden vor der Prüfung berechnet).

51.4.3.3 Die Signale sind kontinuierlich aufzuzeichnen. Als Beginn des Abbrandes ist der Zeitpunkt definiert, an dem eine Reaktion der Substanz wahrzunehmen ist. Das Ende des Abbrands wird über die aufgezeichneten Bestrahlungskurven bestimmt.

51.4.3.4 Falls eine Massenexplosion oder einzelne Explosionen oder metallische Wurfteile (Fragmente) beobachtet werden, sind diese im Bericht zu vermerken.

51.4.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

51.4.4.1 Die Abbrandraten A und A_{10t} werden wie folgt bestimmt:

- (a) Der Beginn des Abbrandes ist als der Zeitpunkt definiert, an dem eine Reaktion der Substanz wahrzunehmen ist. Das Ende des Abbrandes ist als der Zeitpunkt charakterisiert, an dem die auf den Abbrand des Stoffs oder des Gemischs basierende Bestrahlungsstärke I auf einen Wert von weniger als 5 % der maximalen Bestrahlungsstärke (I_{max}) (siehe Abbildung 51.4.1) gesunken ist;
- (b) Falls vorhanden, ist der Einfluss von übriggebliebenen oder noch brennenden Materialien in der Bewertung zu berücksichtigen;

- (c) Die Abbrandzeit t ist die Zeitspanne zwischen dem Beginn und dem Ende des Feuers;
- (d) Die Abbrandrate A [kg/min] kann für jede geprüfte Masse m [kg] und deren entsprechender Abbrandzeit t [min] mit der Gleichung berechnet werden:

$$A = \frac{m}{t}$$

- (a) Es wird $\log A$ gegen $\log m$ aufgetragen, wobei A die bestimmte Abbrandrate und m die Masse des in der Prüfung verwendeten Stoffes oder des Gemisches ist. Die erhaltenen Prüfergebnisse werden mittels dieses Graphen für eine Masse von 10 000 kg auf eine nicht korrigierte Abbrandrate A_{10t} entsprechend der folgenden Gleichung extrapoliert:

$$A_{10t} = \left(\frac{10000 \text{ kg}}{m} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot A$$

51.4.4.2 Die korrigierte Abbrandrate A_C wird wie folgt berechnet:

- (a) Die in dem Stoff vorhandene Energie wird teilweise in Wärmestrahlung umgewandelt. Der durchschnittliche prozentuale Wärmewirkungsgrad η im Abstand zum Feuer wird aus der gemessenen Wärmestrahlung ($Dosis_{gemessen}$) und der theoretisch maximalen Energiefreisetzung ($Dosis_{berechnet}$) bestimmt;

$$\eta = \frac{Dosis_{gemessen}}{Dosis_{berechnet}}$$

- (b) Die theoretisch maximale Energiefreisetzung wird durch Multiplikation der jeweiligen Masse m [kg] der geprüften Substanz mit deren Brennwert H_v [kJ/kg]⁴ berechnet;

$$Dosis_{berechnet} = H_v \cdot m$$

- (c) Der Energieanteil, welche wirklich in Wärmestrahlung umgewandelt wird, wird durch Integration der Fläche unterhalb der Kurve der gemessenen Wärmestrahlung bestimmt;

$$Dosis_{gemessen} = f(t) = \left[\sum_{t=Start}^{Ende} \frac{(I_{(t+\Delta t)} + I_t)}{2} \cdot \Delta t \right] \cdot 4 \pi \cdot r^2$$

Die numerische Integration der Wärmestrahlungsintensitäten I_t [W/m²] über die gesamte Abbrandzeit ergibt $Dosis_{gemessen}$ [kJ] in der Entfernung r [m].

⁴ Ist mittels eines geeigneten Verfahrens (z. B. Verbrennungskalorimeter) zu bestimmen.

- (d) In einem Diagramm wird dazu die Wärmestrahlungsintensität I [kW/m^2] als eine Funktion der Zeit dargestellt. Durch Integration der ausgeglichenen und begradierten Kurve von 1 % bis zu 5 % von I_{max} wird die Gesamtwärmestrahlungsdosis berechnet;
- (e) I_{relevant} ergibt sich aus dem Maximum der Kurve der Wärmestrahlung, berechnet als der Durchschnittswert der Wärmestrahlung durch Umwandlung der integrierten Fläche in ein flächengleiches Rechteck über die gleiche Zeitspanne;
- (f) Der Formfaktor f , welcher bei der maximalen Brandintensität berücksichtigt werden muss, kann durch folgende Gleichung ermittelt werden;

$$f = \frac{I_{\text{relevant}}}{I_{\text{berechnet}}}$$

- (g) Die korrigierte Abbrandrate A_c wird wie folgt berechnet:

$$A_c = A_{10t} \cdot \frac{H_v}{33500} \cdot \frac{\eta}{0,25} \cdot \frac{f}{2,78}$$

wobei H_v der Brennwert des Stoffes [kJ/kg] (z. B. die Reaktionsenthalpie der Verbrennungsreaktion), η der Wärmewirkungsgrad und f der Formfaktor sind. A_c ist die korrigierte Abbrandrate [kg/min] für eine Masse von 10 000 kg.

51.4.4.3 Werden eine Massenexplosion oder einzelne Explosionen oder metallische Wurfteile (Fragmente) beobachtet, wird der Stoff oder das Gemisch in die Gefahrenklasse "Explosive Stoffe/Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff" eingestuft.

51.4.4.4 Die Prüfergebnisse werden für eine Masse von 10 000 kg des verpackten Stoffes oder Gemisches auf Grundlage der korrigierten Abbrandrate A_c bewertet.

51.4.4.5 Die Prüfkriterien für die Bewertung des Abbrandverhaltens der Stoffe oder Gemische sind:

Kategorie 1: Jeder Stoff oder jedes Gemisch mit einer korrigierten Abbrandrate A_c gleich oder größer als 300 kg/min aber nicht größer als 1200 kg/min ;

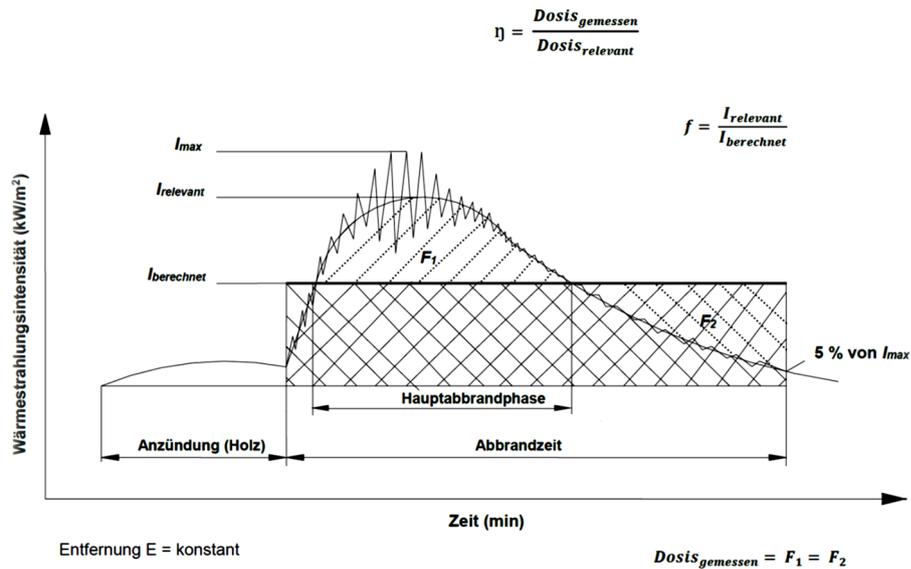
Kategorie 2: Jeder Stoff oder jedes Gemisch mit einer korrigierten Abbrandrate A_c gleich oder größer als 140 kg/min aber kleiner als 300 kg/min ;

Kategorie 3: Jeder Stoff oder jedes Gemisch mit einer korrigierten Abbrandrate A_c gleich oder größer als 60 kg/min aber kleiner als 140 kg/min ;

Kategorie 4: Jeder Stoff oder jedes Gemisch mit einer korrigierten Abbrandrate A_c kleiner als 60 kg/min .

Jeder Stoff oder jedes Gemisch mit einer korrigierten Abbrandrate größer als 1200 kg/min ist als ein explosiver Stoff (siehe Kapitel 2.1 des GHS) einzustufen.

Abbildung 51.4.1: Messung der Wärmestrahlung als Funktion der Zeit



51.4.5 Ergebnisbeispiele

51.4.5.1 Eine Zusammenstellung der Prüfergebnisse und der Klassifizierungsdaten von mehr als 200 industriellen Nitrocellulose Produkten befindet sich im Anhang 11.

51.4.6 Beispiel für die Berechnung

NC-Zubereitung (Stickstoffgehalt 10,7 % bis 11,2 %) befeuchtet mit 30 % Isopropanol:

Masse der geprüften NC-Zubereitung: $m = 285 \text{ kg}$

Abbrandzeit: $t = 9,7 \text{ min}$

Formfaktor: $f = 3,73$

Wärmewirkungsgrad: $\eta = 0,24$

Brennwert des Stoffes: $H_v = 15626 \text{ kJ/kg}$

Berechnung der Abbrandrate A:

$$A = \frac{m}{t} = \frac{285 \text{ kg}}{9,7 \text{ min}} = 29,4 \frac{\text{kg}}{\text{min}}$$

Berechnung der Abbrandrate A_{10t} :

$$A_{10t} = \left(\frac{10000 \text{ kg}}{m} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot A = \left(\frac{10000 \text{ kg}}{285 \text{ kg}} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot 29,4 \frac{\text{kg}}{\text{min}} = 315 \frac{\text{kg}}{\text{min}}$$

Berechnung der korrigierten Abbrandrate A_c :

$$A_c = A_{10t} \cdot \frac{H_v}{33500} \cdot \frac{\eta}{0,25} \cdot \frac{f}{2,78} = 315 \frac{\text{kg}}{\text{min}} \cdot \frac{15626 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}}{33500 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}} \cdot \frac{0,24}{0,25} \cdot \frac{3,73}{2,78} = 189 \frac{\text{kg}}{\text{min}}$$

Der desensibilisierte explosive Stoff wird in Kategorie 2 eingestuft.

Referenzen

- [1] Richtlinie für das Zuordnen sonstiger explosionsgefährlicher Stoffe zu Lagergruppen – SprengLR 011.
- [2] Thermal radiation hazards from organic peroxides, Roberts, T.A. and Merrifield, R., J. Loss. Prev. Process Ind. 1990, 3, 244.
- [3] Thermal radiation hazard and separation distances for industrial cellulose nitrate, Roberts, T.A. and Merrifield, R., J. Loss. Prev. Process Ind. 1992, 5,311.
- [4] Storage of Organic Peroxides, Publication Series on Dangerous Substances 8 (PGS 8), Ministries of Social Affairs and of the Interior, The State Secretary of Housing, Spatial Planning and Environment (VROM), The Netherlands 2006.
- [5] The storage and handling of organic peroxides, Guidance Note CS21, Health and Safety Executive, 1998, United Kingdom

ANHÄNGE

INHALT ANHÄNGE

| <u>Anhang</u> | | <u>Seite</u> |
|----------------------|---|---------------------|
| 1 | SPEZIFIKATIONEN VON STANDARDDETONATOREN..... | 583 |
| 2 | BRUCETON- UND PROBENVERGLEICHsverfahren | 587 |
| 3 | KAVITATION VON PROBEN..... | 593 |
| 4 | NATIONALE KONTAKTE FÜR PRÜFUNGSDETAILS | 597 |
| 5 | BEISPIEL FÜR EIN PRÜFVERFAHREN ZUR DIMENSIONIERUNG VON DRUCKENTLASTUNGSEINRICHTUNGEN..... | 599 |
| 6 | VORUNTERSUCHUNGEN | 605 |
| 7 | PRÜFUNGEN VON BLITZKNALLSÄTZEN | 613 |
| 8 | REAKTIONSARTEN..... | 629 |
| 9 | BALLISTISCHE PRÜFUNG DER ENERGIE VON WURFTEILEN FÜR PATRONEN FÜR HANDFEUERWAFFEN (UN 0012) | 633 |
| 10 | STABILITÄTSTESTS FÜR NITROCELLULOSE GEMISCHE..... | 635 |
| 11 | ZUSAMMENSTELLUNG DER KLASSIFIZIERUNGSERGEBNISSE VON INDUSTRIELLER NITROCELLULOSE FÜR DIE LIEFERKETTE UND VERWENDUNGZWECKE NACH KAPITEL 2.17 DES GHS; WELCHE FÜR DIE EINSTUFUNG INDUSTRIELLER NITROCELLULOSEPRODUKTE VERWENDET WERDEN KÖNNEN | 645 |

ANHANG 1

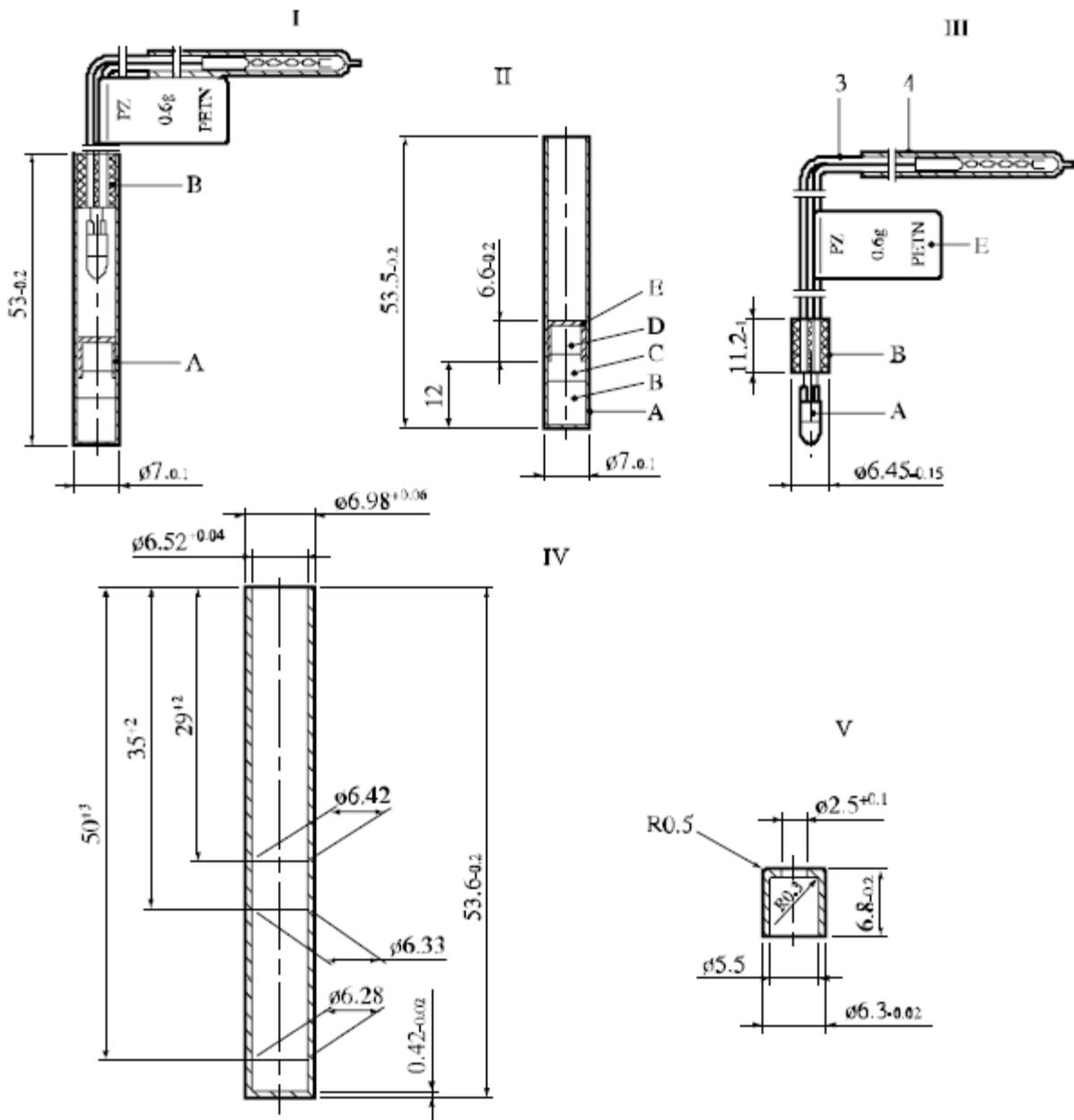
SPEZIFIKATIONEN VON STANDARDDETONATOREN

A1.1 Beschreibung des elektrischen Standarddetonators 0,6 g PETN

| Zeichnung Nr. | Teil Nr. | Teil | Beschreibung | Bemerkungen |
|---------------|----------|--------------------|--|--|
| I | A | Sprengkapsel | | |
| | B | Anzündpille | Sie darf keine Komprimierung erfahren. Empfohlene Menge pyrotechnischen Satzes zur Bildung der Pille: 20 mg bis 50 mg | Beispiel: elektrische Anzündpille von der Fa. DNAG, Deutschland, T 10 - U - mit Aluminiumüberzug |
| II | A | Hülse | Tiefgezogene Hülse aus reinem Kupfer (5 % Zink) oder anderen Legierungen, deren Zusammensetzung im Bereich zwischen der oben angeführten Legierung und dem von reinem Kupfer liegen muss. Die Abmessungen der Hülse sind in der Abbildung angegeben. Falls erforderlich, werden die Hülsen für die Herstellung der Standardsprengkapseln durch Überprüfung der genauen Abmessungen jeder zu verwendenden Hülse ausgewählt. | |
| | B | (a) Sekundärladung | Basisladung: 0,40 g ($\pm 0,01$ g) PETN; bei 440 bar zusammengespresst; | Das PETN darf bis zu 0,5 % kohlenstoffhaltige Substanz zur Vermeidung elektrostatischer Aufladung während der Handhabung und zur Verbesserung der Fließigenschaften enthalten. |
| | C | | Zwischenladung 0,20 g ($\pm 0,01$ g) PETN; bei 20 bar zusammengespresst. | Gesamthöhe der Sekundärladung 12,3 mm ($\pm 0,6$ mm) |

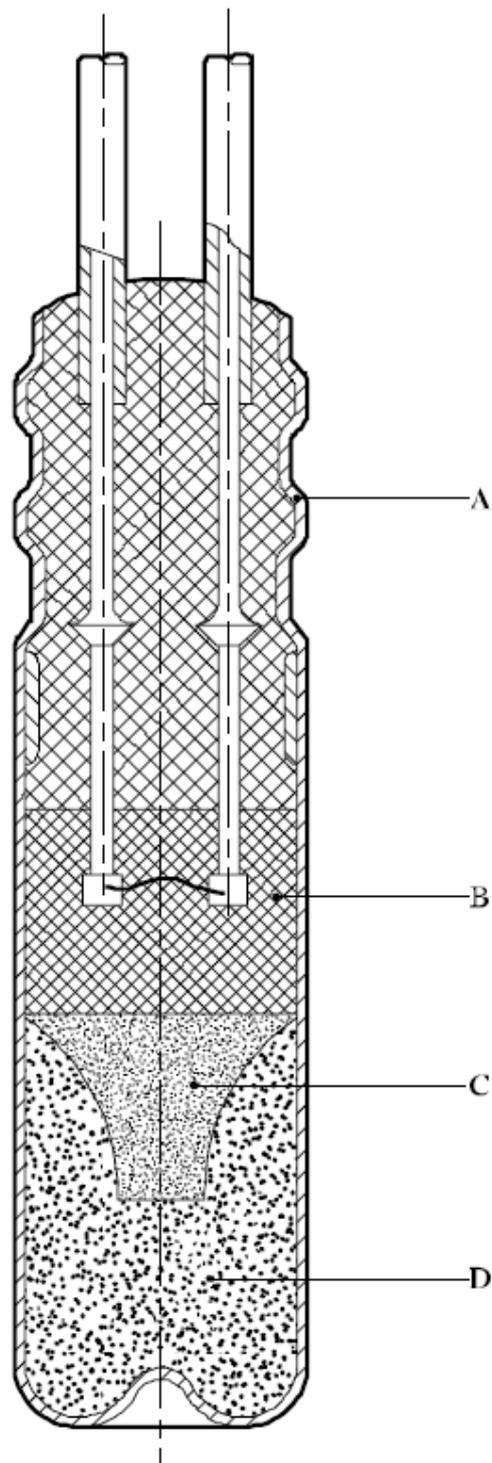
| | | | | |
|-----|------------------|---|--|--|
| III | D | Primär- ladung (Initial- ladung) | Freie Wahl des Stoffs und seiner Menge. Es sollte jedoch mindestens die doppelte Menge der zur Zündung erforderlichen Mindestmenge verwendet werden. Die Gesamtsauerstoffbilanz der Primär- und Sekundärladung sollte nicht negativer als - 9,5 % O ₂ sein. | Beispiel: 0,30 ± 0,01 g Bleiazid, dextriniert mit einer Reinheit von 88 %, bei 440 bar zusammengepresst |
| | E | Innenhülse (durch- löchert) | - | Es ist nicht notwendig, eine durchlöcherter Innenhülse zu verwenden. Das Pressen der Primärladung auf den hochverdichteten Teil der Sekundärladung ist ausgeschlossen. |
| | A | Anzündpille | - | Beispiel: elektrische Anzündpille von der Fa. DNAG, Deutschland, T 10 - U - mit Aluminiumüberzug |
| | B | Verschluss- stopfen | - | Keine speziellen Anforderungen. Er sollte jedoch (zur Vermeidung der Bildung von Kupferazid und zur Sicherstellung der geforderten Zündstärke) absolut dicht abschließen. Die handelsübliche Ausführung ist ausreichend. |
| | C | Zünderdraht | - | Freie Wahl, sofern die elektrischen Risiken (statische Elektrizität, Streuströme) beachtet werden. Jedoch ist die Verwendung einer Isolierhülse aus Kunststoff innerhalb der Sprenghülse nicht erlaubt. |
| | D | Kurzschluss- hülse | Kunststoffrohr | |
| E | Kennzeich- en | | | |

Abbildung A1.1: STANDARDDETONATOR (EUROPÄISCH)



| | | | |
|-----|---|-----|-------------------------------------|
| I | Elektrische Sprengkapsel (Standardsprengkapsel) | II | Sprengkapsel (Standardsprengkapsel) |
| III | Anzündpille | IV | Hülse |
| V | Innenhülse | | |
| (A) | Sprengkapsel | (B) | Anzündpille |
| (C) | Zwischenladung | (D) | Initialladung |
| (E) | Innenhülse | | |

Abbildung A1.2: STANDARDDETONATOR NR. 8 (USA)



-
- (A) Aluminiumhülse (Material - 5052 Aluminiumlegierung; Länge 31,8 mm; Außendurchmesser 7,06 mm; Wanddicke 0,19 mm)
(B) Brückendraht und Anzündladung
(C) Initiaalladung (0,195 g Bleiazid, dextriniert)
(D) Basisladung (0,447 g PETN gepresst bei 28 MPa)
-

ANHANG 2

BRUCETON- UND PROBENVERGLEICHsverfahren

A2.1 Bruceton-Verfahren

A2.1.1 Einleitung

Das Bruceton-Verfahren dient der Bestimmung des Niveaus der Anregung, bei der mit 50 % Wahrscheinlichkeit ein positives Ergebnis erhalten wird.

A2.1.2 Prüfverfahren

Das Verfahren ist gekennzeichnet durch die Anwendung verschiedener Niveaus der Anregung und die damit verbundene Bestimmung, ob ein positives oder negatives Ereignis eintritt. Die Durchführung der Versuche wird um die zu erwartende kritische Region konzentriert, indem die Anregung für den folgenden Versuch um eine Stufe erniedrigt wird, wenn ein positives Ergebnis erhalten wurde bzw. indem die Anregung für den folgenden Versuch um eine Stufe erhöht wird, wenn ein negatives Ergebnis erhalten wurde. Üblicherweise werden etwa fünf Vorversuche durchgeführt, um ein Startanregungsniveau in der näherungsweise richtigen Region zu finden. Danach werden 25 Versuche zur Bestimmung der Daten für die Berechnung ausgeführt.

A2.1.3 Berechnung der Ergebnisse

Zur Bestimmung des Niveaus, bei dem die Wahrscheinlichkeit ein positives Ergebnis zu erhalten bei 50 % (H_{50}) liegt, werden nur die positiven (+) oder nur die negativen (-) Ergebnisse verwendet, je nachdem, welche Ergebnisse weniger auftreten. Ist die Anzahl gleich, kann eins von beiden verwendet werden. Die Ergebnisse werden in einer Tabelle festgehalten (wie z. B. in Tabelle A2.1) und, wie in Tabelle A2.2 aufgeführt, zusammengefasst. Spalte 1 der Tabelle A2.2 enthält die Fallhöhen in aufsteigender Reihenfolge, beginnend mit der niedrigsten Fallhöhe, für die ein Prüfergebnis vorliegt. In Spalte 2 ist mit „i“ eine Zahl angegeben, die der Zahl gleich großer Intervalle oberhalb der Grund- oder Nulllinie entspricht. Spalte 3 enthält die Anzahl der positiven ($n(+)$) oder negativen ($n(-)$) Ergebnisse für jede Fallhöhe. Spalte 4 enthält das Ergebnis der Multiplikation von „i“ mit „n“ und die Spalte 5 das Ergebnis der Multiplikation von „i²“ mit „n“. Der Mittelwert wird mit der folgenden Gleichung berechnet:

$$H_{50} = c + d \times \left(\frac{A}{N_s} \pm 0,5 \right)$$

mit $N_s = \sum n_i$, $A = \sum (i \times n_i)$, c = niedrigste Fallhöhe und d = Höhenintervall.

Werden die negativen Ergebnisse verwendet, ist das Vorzeichen innerhalb der Klammern positiv; werden die positiven Ergebnisse benutzt, ist es negativ.

Die Standardabweichung s kann folgendermaßen bestimmt werden:

$$s = 1,62 \times d \times \left(\frac{N_s \times B - A^2}{N_s^2} + 0,029 \right)$$

mit $B = \sum (i^2 \times n_i)$.

A2.1.4 Ergebnisbeispiele

Unter Verwendung der Daten aus Tabelle A2.2, einer niedrigsten Fallhöhe von 10 cm, einem Höhenintervall von 5 cm, der Summe $i \cdot n(-)$ von 16, der Summe $i^2 \cdot n(-)$ gleich 30, und der Summe $n(-)$ gleich 12, berechnet sich die mittlere Höhe zu:

$$H_{50} = 10 + 5 \times \left(\frac{16}{12} + 0,5 \right) = 19,2 \text{ cm}$$

und die Standardabweichung zu:

$$s = 1,62 \times 5 \times \left(\frac{12 \times 30 - 16^2}{12^2} + 0,029 \right) = 6,1.$$

Literatur: *W.J. Dixon and F.V. Massey, Jr. "Introduction to Statistical Analysis, McGraw-Hill Book Co., Toronto, 1969.*

Tabelle A2.1: ERFASSTE ERGEBNISSE

| Fall- höhe (cm) | FALLERGEBNIS | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | HÄUFIGKEIT | | |
|-----------------------|--------------|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|------------|----|----|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 | + | - | |
| 30 | | | | | | | | + | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 1 | |
| 25 | | | | | | | - | | + | | | | + | | | | + | | + | | | | | | | | 4 | 1 |
| 20 | | | | + | | - | | | | + | | - | | + | | - | | - | | + | | + | | | | 5 | 4 | |
| 15 | + | | - | | - | | | | | | | - | | | - | | | | | | - | | + | | + | 3 | 5 | |
| 10 | | - | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | - | | | | 2 |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 13 | 12 |

Tabelle A2.2: ZUSAMMENFASSUNG DER ERGEBNISSE

| Höhe (cm) | BERECHNUNGEN AUF DER BASIS DER NEGATIVEN ERGEBNISSE | | | |
|-----------|--|---------------------|-------------|---------------------------|
| | i(-) | n(-) | i(-) · n(-) | i ² (-) · n(-) |
| 25 | 3 | 1 | 3 | 9 |
| 20 | 2 | 4 | 8 | 16 |
| 15 | 1 | 5 | 5 | 5 |
| 10 | 0 | 2 | 0 | 0 |
| Summen | | N _s = 12 | A = 16 | B = 30 |

A2.2 Probenvergleichsverfahren

A2.2.1 Einleitung:

Dieses Verfahren kann auf alle jene Prüfungen angewendet werden, bei der auch das Bruceton-Verfahren angewendet wird. Das Probenvergleichsverfahren (SCT) ist ein nicht parametrisiertes Verfahren, das speziell entwickelt wurde, um eine hohe Aussagefähigkeit bei geringen Differenzen in der Empfindlichkeit zu erhalten, in Fällen, bei denen die Mittelwerte des Bruceton-Verfahrens dicht beieinander liegen.

A2.2.2 Prüfverfahren:

Die Proben eines Explosivstoffs A werden mit dem normalen Bruceton-Verfahren, zusätzlich aber abwechselnd mit Stoffprobe B, getestet. Jedoch, an Stelle von dem zu durchlaufendem Aufwärts- und Abwärtsprogramm, wird jede Probe des Explosivstoffs B bei dem gleichen Niveau der Anregung geprüft wie in dem unmittelbar vorhergegangenen Versuch mit Stoffprobe A. Somit wird bei jedem Niveau der Anregung während des Versuchsablaufs ein Versuch mit Stoffprobe A und einer mit Stoffprobe B durchgeführt. In den Fällen, in denen beide Proben jeweils reagieren oder beide Proben nicht reagieren, wird das Versuchsergebnis für die Schätzung nicht herangezogen. Nur die Paare von Versuchen, die unterschiedliche Ergebnisse zeigen, werden für die Schätzung verwendet.

A2.2.3 Berechnung der Ergebnisse:

Wenn n -Paare von Versuchen mit unterschiedlichen Ergebnissen vorhanden sind und x die Anzahl von positiven Reaktionen der am wenigsten empfindlichen Probe aus diesen Paaren ist, d. h. $x < (n - x)$, dann wird der Vertrauensbereich $K\%$, der aussagt, dass die Probe weniger empfindlich ist, auf der Grundlage der Bernoulli-Verteilung berechnet. K kann abgeschätzt werden mit:

$$K = 100 \times \left(1 - 2^{-n} \times \left(\sum_{i=0}^x \frac{n!}{i! \times (n-i)!} \right) \right)$$

In der untenstehenden Tabelle sind verschiedene beispielhafte Werte von K für verschiedene Serien von Werten von x und n dargestellt.

| $x \backslash n$ | 15 | 20 | 25 | 30 |
|------------------|----|----|----|----|
| 2 | 99 | | | |
| 3 | 98 | 99 | | |
| 4 | 94 | 99 | | |
| 5 | 85 | 98 | 99 | |
| 6 | 70 | 94 | 99 | |
| 7 | | 87 | 98 | 99 |
| 8 | | 75 | 95 | 99 |
| 9 | | 59 | 89 | 98 |
| 10 | | | 79 | 95 |

In den Fällen, in denen es keine wirklichen Unterschiede zwischen zwei Proben gibt, wird das Verhältnis von Ereignissen, in denen die Paare der Ergebnisse gleich sind, ansteigen und gleichzeitig wird $(n - 2x)$ bei Fortführung der Versuche keine ausgeprägte Tendenz zur Erhöhung zeigen.

A2.2.4 Ergebnisbeispiele:

HMX, gemischt mit 0,01 % Feinsand mit einer Körnung von 45 – 63 µm, wird verglichen mit unverfälschtem HMX. Es ergab sich ein $x = 3$ bei $n = 13$ und damit einen Hinweis darauf, dass der zuerst erwähnte Stoff empfindlicher ist, mit einem Vertrauensbereich von:

$$K = 100 \times \left(1 - 2^{-13} \times \left(\sum_{i=0}^3 \frac{13!}{i! \times (13-i)!} \right) \right) = 100 \times \left(1 - \frac{1 + 13 + 78 + 286}{8192} \right) = 95,4\%$$

Der Vergleich einer zweifelhaften Probe von gemahlenem HMX mit einer normalen Probe ergab ein $x = 6$ bei $n = 11$ und damit einen Hinweis darauf, dass die erste empfindlicher war als die zweite. Der Vertrauensbereich betrug:

$$K = 100 \times \left(1 - 2^{-11} \times \left(\sum_{i=0}^6 \frac{11!}{i! \times (11-i)!} \right) \right) = 100 \times \left(1 - \frac{1 + 11 + 55 + 165 + 330 + 462 + 462}{2048} \right) = 27,4\%$$

Damit ergibt sich kein Beweis dafür, dass die zweifelhafte Probe sich anders verhält als die normale.

BEMERKUNG: Der einfachste Weg um K zu bestimmen, ist die Verwendung der Beziehung $K = 100 \times \{0,5 + G(z)\}$, wobei $G(z)$ die Fläche unter der Gaußverteilung zwischen dem Koordinatenursprung und dem Wert auf der Abszissenachse z mit $z = n^{0,5} - (2x+1)/n^{0,5}$ ist. Für $n = 13$ und $x = 3$ ergibt sich zum Beispiel $z = 1,6641$, $G(z) = 0,452$ und $K = 95,2\%$.

Literatur: H J Scullion, *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology*, 1975, 25, 503 - 508.

ANHANG 3

KAVITATION VON PROBEN

A3.1 Deutsches Verfahren

Wenn ein flüssiger Stoff in kavitiertem Zustand zu prüfen ist, kann die Kavitation durch das Durchleiten eines konstanten Stromes von Gasblasen durch diesen flüssigen Stoff erreicht werden. Das Prüfverfahren ist wie folgt zu modifizieren (siehe Abbildung A3.1).

Der Boden des Stahlrohres (verlängert um 100 mm) ist anstatt der normalen angeschweißten Platte mit einer Schraubkappe und einem PTFE-Dichtungsring verschlossen. Ein kurzes Stahlröhrchen (ca. 5 mm innerer Durchmesser) wird in eine in die Schraubkappe eingebrachte zentrale Bohrung eingeschweißt. Am inneren Ende dieses Stahlröhrchens wird eine Glasfritte mittels eines flexiblen Kunststoff-Schlauches so befestigt, dass die Glasfritte zentral positioniert und so nah als möglich mit dem Boden der Kappe verbunden ist. Die poröse Schicht der Glasfritte sollte einen Durchmesser von mindestens 35 mm und eine Porengröße im Bereich von 10 bis 16 μm (Porosität 4) haben. Die Strömungsrate des Luft-, Sauerstoff- oder Stickstoffstromes sollte im Bereich 28 ± 5 l/h sein. Um einen möglichen Druckaufbau zu verhindern, ist die obere Verschlusskappe mit vier zusätzlichen Bohrungen (\varnothing 10 mm) zu versehen.

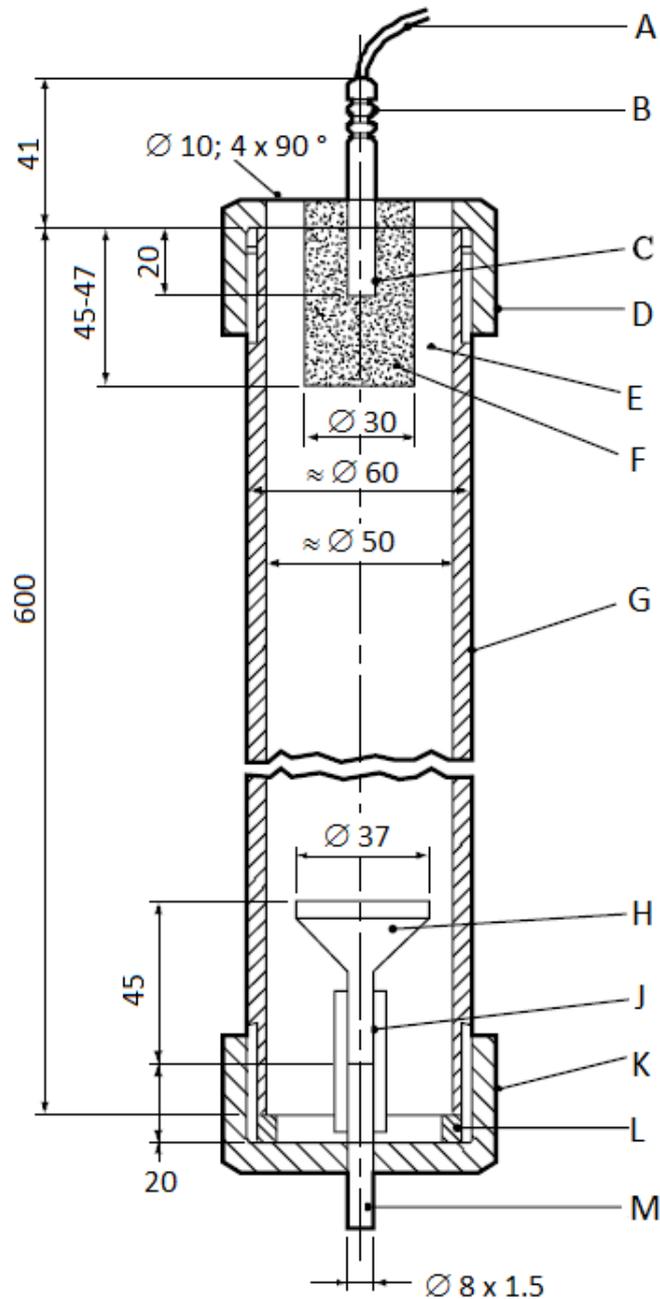
A3.2 USA-Verfahren

Die Vorrichtung für die Detonationsversuche für kavitierte flüssige Stoffe ist dieselbe wie für feste Stoffe und nicht kavitierte flüssige Stoffe, außer dass für die Einleitung von Blasen in die flüssige Probe eine Vorrichtung vorgesehen ist. Ein Beispiel für den experimentellen Aufbau wird in Abbildung A3.2 gegeben. Die Blasen werden mittels einer sich am Boden der Probe befindenden Schleife (Durchmesser 23,5 mm) aus Vinyl-Kunststoffschlauch, wie er für medizinische Katheter benutzt wird, mit einem äußeren Durchmesser von 1,8 mm und einer Wandstärke von 0,4 mm, eingebracht. Die Schleife ist perforiert mit zwei Reihen von Löchern, die zueinander diametral gegenüberliegen, wobei der Abstand zwischen den Löchern einer Reihe 3,2 mm beträgt. Die Löcher werden durch Einstechen mit einer Nadel (Durchmesser 1,3 mm) durch die Schlauchwand erzeugt. Wegen der Elastizität des Schlauches schließen sich die Löcher nach Herausziehen der Nadel fast vollständig, so dass der tatsächliche Lochdurchmesser wesentlich kleiner als 1 mm ist. Der Schlauch wird an einem Ende der Schleife mit Epoxid-Kitt abgedichtet und ein Schlauchstück vom anderen Ende der Schleife führt durch ein Loch im Stahlrohr, das mit Epoxid-Kitt abgedichtet wird, heraus zur Luftversorgung. Die Luft wird mit einem Druck von 30 bis 100 kPa geliefert, um eine Strömungsrate von 1,2 l/min zu erreichen.

A3.3 Französisches Verfahren

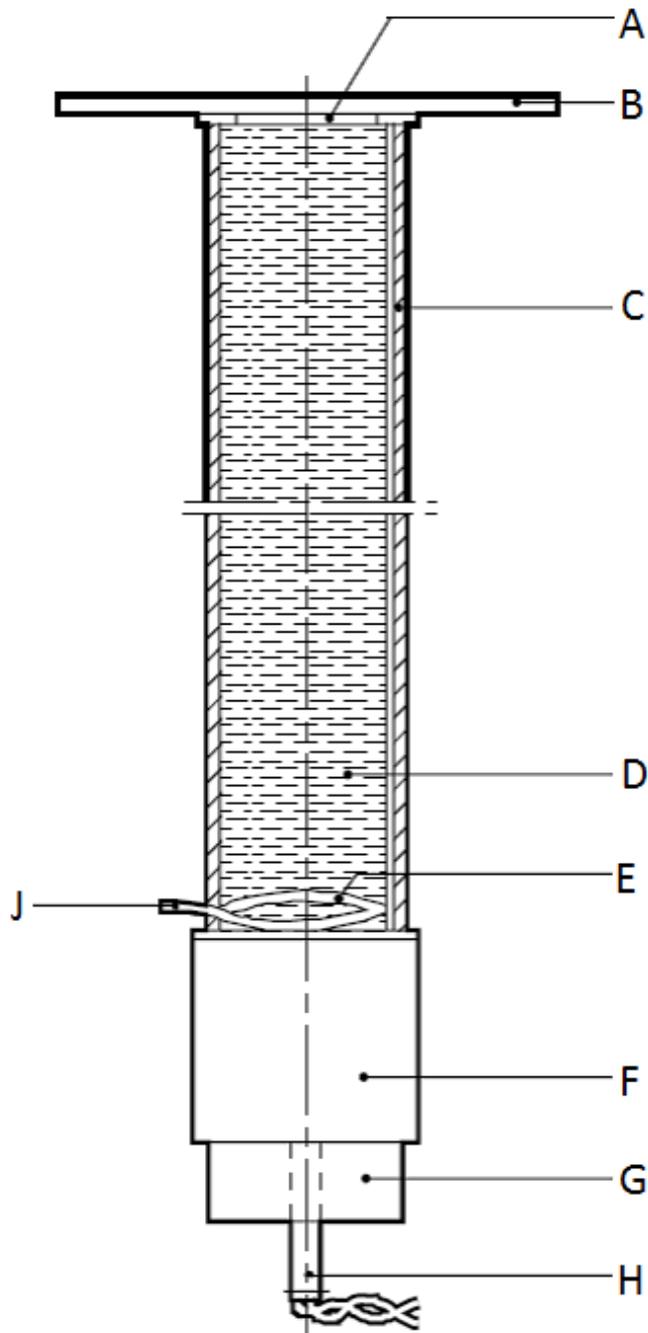
Dieses Verfahren verwendet Mikro-Glashohlkugeln, die gewöhnlich genutzt werden, um Emulsionssprengstoffe zu sensibilisieren, z. B. Hohlkugeln aus Borsilikatglas, Schüttdichte 0,15, durchschnittlicher Durchmesser 50 μm , maximaler Durchmesser 200 μm , mit einem Anteil von 25 % mit einem Durchmesser kleiner 30 μm . Das Verfahren ist anwendbar für flüssige Stoffe und Pasten. Mikro-Glashohlkugeln werden, wenn notwendig, mit Hilfe einer kleinen Menge Dispersionsmittel, das mit der Prüfsubstanz verträglich ist, im Verhältnis von 500 mg pro Liter der Prüfsubstanz zugefügt. Die Mischung wird geschüttelt, bis sich eine stabile homogene Dispersion bildet, und wird dann in das zu schießende Rohr gefüllt.

Abbildung A3.1: DEUTSCHES KAVITATIONSVERFAHREN



| | | | |
|-----|---|-----|---|
| (A) | Leitungsdrähte | (B) | elektrischer Anzünder |
| (C) | Detonator | (D) | Schraubkappe aus dehnbarem Gusseisen oder eine Kappe aus Kunststoff |
| (E) | zu prüfende Substanz | (F) | Verstärkungsladung RDX/Wachs (95/5) |
| (G) | Stahlrohr nach DIN 2441 Material St 37 nach DIN 1629 Blatt 3 | (H) | Glasfritte |
| (J) | flexibler Kunststoffschlauch | (K) | Schraubkappe aus Stahl St 35 |
| (L) | PTFE-Dichtring | (M) | Stahlröhrchen |

Abbildung A3.2: USA KAVITATIONSVERFAHREN



-
- | | | | |
|-----|--------------------------|-----|-------------------------|
| (A) | Abstandhalter | (B) | Nachweisplatte |
| (C) | Stahlrohr | (D) | zu prüfende Substanz |
| (E) | Blasenerzeuger | (F) | Formkörper aus Pentolit |
| (G) | Halter für den Detonator | (H) | Detonator |
| (J) | Luftzufuhr | | |
-

ANHANG 4

NATIONALE KONTAKTE FÜR PRÜFUNGSDETAILS

| Land | Zeichen | Adresse |
|-------------------------|---------|---|
| KANADA | C | Canadian Explosives Research Laboratory Department of Natural Resources CANMET Complex, Bells Corners Ontario, Canada K1A 0G1 |
| FRANKREICH | F | INERIS/CERT Parc Technologique ALATA B.P. 2 60550 Verneuil-en-Halatte France |
| DEUTSCHLAND | D | Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) Abteilung 2 Unter den Eichen 87 D - 12205 Berlin Germany |
| NIEDERLANDE | NL | TNO P.O. Box 45 2280 AA Rijswijk The Netherlands |
| JAPAN | J | Physical & Chemical Analysis Center Nippon Kaiji Kentei Kyokai (NKKK) 1-14-2 Sachiura, Kanazawa-ku Yokohama 236-0003, Japan |
| Polen | PL | Institute of Industrial Organic Chemistry Laboratory of Dangerous Properties of Materials 6, Annopol Street 03 - 236 Warsaw Poland |
| RUSSISCHE FÖDERATION | RUS | The State Committee of the Russian Federation on Defensive Branches of Industry Central Scientific and Design Bureau 20 Goncharnaya Street Moscow, 109240 Russian Federation |
| SPANIEN | E | Laboratorio Oficial J.M. Madariaga (LOM) Erik Kandel, 1 (Tecnogetafe) E-28906 Getafe (Madrid) Spain |

NATIONALE KONTAKTE FÜR PRÜFUNGSDETAILS (Fortsetzung)

| Land | Zeichen | Adresse |
|--------------------------------------|---------|--|
| SCHWEDEN | S | Swedish Civil Contingencies Agency Section for the Safe Handling of Hazardous Substances S-651 81 Karlstad Sweden |
| SCHWEIZ | CH | Eidg. Gefahrgutinspektorat Richtistrasse 15 CH-8304 Wallisellen Switzerland |
| VEREINIGTES KÖNIGREICH | GB | HSE, Health and Safety Laboratory Harpur Hill, Buxton Derbyshire SK17 9JN United Kingdom |
| VEREINIGTE STAATEN VON AMERIKA | USA | Associate Administrator for Hazardous Materials Safety Pipeline and Hazardous Materials Safety Administration US Department of Transportation 1200 New Jersey Avenue, SE Washington, D.C. 20590 USA |

ANHANG 5

BEISPIEL FÜR EIN PRÜFVERFAHREN ZUR DIMENSIONIERUNG VON DRUCKENTLASTUNGSEINRICHTUNGEN

A5.1 Einleitung

Dieses Beispiel eines Verfahrens zur Dimensionierung von Druckentlastungseinrichtungen wird zur Bestimmung der notwendigen Notfall-Entlastungskapazität verwendet, die an einem speziellen Großpackmittel (IBC) oder Tank für ein bestimmtes organisches Peroxid des Typs F oder einen bestimmten selbstzersetzlichen Stoff des Typs F oder für deren Zubereitungen vorhanden sein muss. Die Methode basiert auf experimentellen Daten, die aufzeigen, dass für Zubereitungen organischer Peroxide oder selbstzersetzlicher Stoffe das Verhältnis der zumindest erforderlichen Notfall-Entlastungsfläche zum Volumen des IBC oder des Tanks konstant ist und unter Verwendung eines maßstabsreduzierten Behälters (Modelltank) mit einem Volumen von 10 Litern bestimmt werden kann. In den Prüfungen werden Heizraten zum Erwärmen des Modelltanks verwendet, die entweder äquivalent zu denen bei vollständigem Feuereinschluss oder, im Falle von isolierten IBC oder Tanks, zum Wärmedurchgang durch die Isolation unter der Annahme von 1 % Isolationsverlust sind (siehe Absätze 4.2.1.13.8. und 4.2.1.13.9 der Modellvorschriften). Andere Methoden können unter der Voraussetzung benutzt werden, dass sie die Notfall-Druckentlastungseinrichtung(en) auf einem IBC oder Tank adäquat bestimmen, um all das Material, das sich während der selbstbeschleunigenden Zersetzung oder während einer Zeitspanne von nicht weniger als einer Stunde bei vollständigem Feuereinschluss entwickelt zu entlasten.

Warnung: Die Methode berücksichtigt nicht die Möglichkeit der Auslösung einer Deflagration. Wenn diese Möglichkeit besteht, besonders wenn eine Auslösung in der Dampfphase in die Flüssigphase übertragen werden kann, sollten Prüfungen durchgeführt werden, die dies berücksichtigen.

A5.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Modelltank besteht aus einem Edelstahl-Versuchsbehälter mit einem Bruttovolumen von 10 Litern. Das Tankoberteil ist versehen entweder mit einer 1-mm-Öffnung, die das Druckentlastungsventil (PRV) des IBC oder Tanks simuliert, oder mit einem realen PRV mit einem Durchmesser, der entsprechend dem Verhältnis von Entlastungsfläche zum Behältervolumen ausgelegt ist. Eine zweite Öffnung simuliert die Notfall-Entlastungsöffnung und ist mit einer Berstscheibe verschlossen. Der Durchmesser dieser Entlastungsöffnung kann unter Verwendung von Düsenplatten mit unterschiedlichen Öffnungen variiert werden. Der Berstdruck (Ansprechdruck) der Berstscheibe auf dem 10-Liter-Modelltank soll identisch sein mit dem maximalen Ansprechdruck der Berstscheibe, die auf dem IBC oder Tank installiert ist. Dieser Druck muss geringer sein als der Prüfdruck des betrachteten IBC oder Tank. In der Regel wird der Berstdruck der Berstscheibe so eingestellt, dass sie den unter normalen Einsatzbedingungen auftretenden Drücken, z. B. dem hydrostatischen Druck der Flüssigkeit im Falle des Umkippen des IBC oder Tanks oder vom Aufschwappen des Inhaltes etc. widersteht. Der 10-Liter-Modelltank sollte mit einer Berstscheibe versehen sein, deren Berstdruck (Ansprechdruck) im Bereich derjenigen Berstscheibe(n) liegt, die an dem vorgesehenen IBC oder Tank angebracht sind. Aus Sicherheitsgründen sollte der Modelltank zusätzlich mit einer weiteren Berstscheibe (Berstdruck ungefähr 80 % des Berechnungsdrucks des Modelltanks) mit einer großen Öffnung für eine zusätzliche Notfallentlastung ausgerüstet sein, falls der gewählte Düsendurchmesser zu gering ist.

Die äußere Oberfläche des Modelltanks ist unterhalb des Flüssigkeitsniveaus mit einer elektrischen Heizwicklung oder Heizpatronen versehen, die mit einer Stromversorgung verbunden sind. Der Behälterinhalt sollte unabhängig von der durch das organische Peroxid oder den selbstzersetzlichen Stoff entwickelten Wärme mit einer konstanten Rate erwärmt werden. Der Widerstand der Heizwicklung sollte derart sein, dass mit der verfügbaren Leistung die kalkulierte Heizrate (siehe Punkt 3) erreicht werden kann. Der gesamte Modelltank wird mit Steinwolle, Schaumglas oder Keramikfaser isoliert.

Die Temperatur im Tankinneren wird unter Verwendung von drei Thermoelementen, zwei befinden sich in der Flüssigkeit (in der Nähe des Bodens und im oberen Teil) und eins in der Gasphase, gemessen. Die zwei Thermoelemente in der Flüssigkeit werden genutzt, um die Homogenität der Erwärmung zu überprüfen. Der Druck wird mittels Druckaufnehmer (einer oder mehrere) aufgezeichnet, die fähig sind, langsame und schnelle Druckveränderungen (mindestens 1000 Messpunkte/Sekunde) zu erfassen. Beispiele für Modelltanks sind in Abbildung A5.1 dargestellt. Zusätzliche Informationen können erhalten werden, wenn der Modelltank in einer Wanne aufgestellt wird, um ausgeworfene Feststoffe und Flüssigkeiten zu sammeln.

Die Prüfungen sollten auf einem Versuchsgelände mit ausreichenden Sicherheitsabständen durchgeführt werden. Alternativ können die Prüfungen in einem Bunker durchgeführt werden, vorausgesetzt, er ist mit ausreichenden Ventilations- und Druckentlastungseinrichtungen versehen, um einen Druckaufbau im Bunker zu verhindern. Explosionsgeschützte elektrische Einrichtungen zur Minimierung des Risikos einer Zündung sollten in solch einem Bunker verwendet werden. **Die Prüfungen sollten immer unter Berücksichtigung der Möglichkeit, dass sich die Zersetzungsprodukte entzünden, durchgeführt werden.**

A5.3 Berechnung der zu verwendenden Heizrate für die Prüfung

Ist ein IBC oder Tank nicht isoliert, ist von einer Wärmebelastung der Behälterwand wie in 4.2.1.13.8 der Modellvorschriften angegeben auszugehen. Für isolierte IBC oder Tanks fordern die Modellvorschriften, dass die Wärmebelastung auf die Behälterwand gleich dem Wärmedurchgang durch die Isolation plus der Wärmebelastung auf die Behälterwand unter der Annahme von 1 % Isolationsverlust ist.

Die folgenden Informationen über den IBC oder Tank und das organische Peroxid oder den selbstzersetzlichen Stoff werden für die Berechnung der Heizrate benötigt:

| | | |
|----------|---|--|
| F_r | = Teil des IBC/Tanks, der direkt beheizt wird (1 wenn nicht isoliert, 0,01 wenn isoliert) | [-] |
| M_t | = Gesamtmasse organisches Peroxid bzw. selbstzersetzlicher Stoff und Verdünnungsmittel | [kg] |
| K | = Wärmeleitfähigkeit der Isolationsschicht | [W·m ⁻¹ ·K ⁻¹] |
| L | = Dicke der Isolationsschicht | [m] |
| U | = K/L = Wärmedurchgangskoeffizient | [W·m ⁻² ·K ⁻¹] |
| A | = benetzte (innere) Fläche des IBC oder Tanks | [m ²] |
| c_p | = spezifische Wärme der Zubereitung des organischen Peroxids oder des selbstzersetzlichen Stoffes | [J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹] |
| T_{PO} | = Temperatur der Zubereitung des organischen Peroxids oder des selbstzersetzlichen Stoffes unter Entlastungsbedingungen | [K] |
| q_i | = indirekter Wärmeeintrag | [W] |
| q_d | = direkter Wärmeeintrag | [W] |
| F | = Isolationsfaktor | [-] |

Der Wärmeeintrag, q_i (W), über die indirekt ausgesetzte Oberfläche (isolierter Teil) wird mittels der Gleichungen (1) und (2) berechnet:

$$q_i = 70961 \times F \times [(1 - F_r) \times A]^{0,82} \quad (1)$$

mit: F = Isolationsfaktor;
 $F = 1$ (für nicht isolierte Behälterwände) oder

$$F = 2 \times \frac{U (923 - T_{PO})}{47032} \quad \text{für isolierte Behälterwände.} \quad (2)$$

In die Berechnung von F wird ein Multiplikationsfaktor von 2 eingeführt, um einen Verlust von 50 % der Wirksamkeit der Isolation während eines Ereignisses zu berücksichtigen.

Der Wärmeeintrag, q_d (W), über die direkt ausgesetzte Oberfläche (nicht isolierter Teil) wird mittels Gleichung (3) berechnet:

$$q_d = 70961 \times F \times [F_r \times A]^{0,82} \quad (3)$$

mit: F = Isolationsfaktor = 1 (für nicht isolierte Behälterwände)

Die gesamte Heizrate, dT/dt (K/min), bei vollständigem Feuereinschluss wird nach Gleichung (4) berechnet:

$$dT/dt = \frac{(q_i + q_d)}{M_t C_p} 60 \quad (4)$$

Beispiel 1: Isolierter Tank

Für einen typischen 20 m³ Tank, isoliert:

| | | |
|----------|--|--|
| F_r | = Teil des Tanks, der direkt beheizt wird | = 0,01 |
| M_t | = Gesamtmasse organisches Peroxid und Verdünnungsmittel | = 16268 kg |
| K | = Wärmeleitfähigkeit der Isolationsschicht | = 0,031 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹ |
| L | = Dicke der Isolationsschicht | = 0,075 m |
| U | = K/L = Wärmedurchgangskoeffizient | = 0,4 W·m ⁻² ·K ⁻¹ |
| A | = benetzte (innere) Fläche des Tanks | = 40 m ² |
| C_p | = spezifische Wärme der Zubereitung des organischen Peroxids | = 2000 J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹ |
| T_{PO} | = Temperatur der Zubereitung des organischen Peroxids unter Entlastungsbedingungen | = 100 °C |

$$q_i = 70961 \times 2 \times \frac{0,4 \times (923 - 373)}{47032} \times [(1 - 0,01) \times 40]^{0,82} = 13558 \text{ W}$$

$$q_d = 70961 \times 1 \times [0,01 \times 40]^{0,82} = 33474 \text{ W}$$

$$\frac{dT}{dt} = \frac{(13558 + 33474)}{16268 \times 2000} \times 60 = 0,086 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$$

Beispiel 2: Nicht isolierter IBC

Für einen typischen 1,2 m³ Edelstahl-IBC, nicht isoliert (nur direkter Wärmeeintrag, q_d):

| | | | | |
|-------|---|--|---|--|
| F_r | = | Teil des Tanks, der direkt beheizt wird | = | 1 |
| M_t | = | Gesamtmasse organisches Peroxid und Verdünnungsmittel | = | 1012 kg |
| A | = | benetzte (innere) Fläche des IBC | = | 5,04 m ² |
| C_p | = | spezifische Wärme der Zubereitung des organischen Peroxids | = | 2190 J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹ |

$$q_d = 70961 \times 1 \times [1 \times 5,04]^{0,82} = 267308 \text{ W}$$

$$q_i = 0$$

$$\frac{dT}{dt} = \frac{(0 + 267308)}{1012 \times 2190} \times 60 = 7,2 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$$

A5.4 Prüfverfahren

Der Modelltank wird mit einer solchen Menge (an Zubereitung) eines organischen Peroxids oder eines selbstzersetzlichen Stoffes befüllt, dass derselbe Füllungsgrad (bezogen auf das Behältervolumen) erreicht wird wie für den zu verwendenden IBC oder Tank vorgesehen (maximaler Füllungsgrad 90 % bezogen auf das Volumen). Dann werden die notwendige Düsenplatte¹ und die Berstscheibe angebracht. Zum Beispiel ist es übliche Praxis, einen 20-Tonnen-Tank mit vier Berstscheiben mit einem Durchmesser von jeweils 250 mm auszurüsten. Im Modelltank entspricht dies einem Durchmesser der Düsenöffnung von ca. 11 mm.

Der Modelltank wird mit der gewünschten Heizrate durch Anlegen einer entsprechenden Leistung an die Heizwicklung erhitzt. Es kann anfangs eine höhere Heizrate als berechnet angewendet werden, bis eine Temperatur von 5 °C über der SADT des organischen Peroxids oder des selbstzersetzlichen Stoffes (für ein 50 kg-Packstück) erreicht ist. Die berechnete Heizrate muss angewendet werden, sobald diese Temperatur erreicht wird. Temperatur und Druck im Modelltank werden während der gesamten Prüfung aufgezeichnet. Nach dem Reißen der Berstscheibe sollte das Heizen noch für etwa 30 Minuten fortgesetzt werden, um sicher zu sein, dass alle gefährlichen Effekte gemessen wurden.

Während der Durchführung und nach Ende der Prüfung sollte man sich dem Behälter nicht nähern, bis sich der Inhalt abgekühlt hat.

Der Durchmesser der Druckentlastungsöffnung sollte, sofern notwendig, variiert werden, bis die entsprechende Öffnung ermittelt worden ist, bei der der maximal gemessene Druck nicht den unter Punkt 5, Prüfkriterien und Verfahren der Ergebnisauswertung vorgegebenen Druck übersteigt. Die dabei angewendete Schrittweite sollte sich an den tatsächlich verfügbaren Optionen für den IBC oder Tank beziehen, z. B. größere Entlastungsflächen oder mehrere Entlastungsmöglichkeiten. Wenn nötig, kann die

¹ Es wird empfohlen, entweder Entlastungsversuche im kleinen Maßstab (Größenordnung 100 bis 200 ml) oder Versuche unter Verwendung eines sehr stabilen Behälters (> 100 bar) vor dem eigentlichen 10-Liter-Entlastungsversuch durchzuführen, um Informationen über den maximal zu erwartenden Druckeffekt aus der Prüfsubstanz und über den notwendigen Durchmesser der Druckentlastungsöffnung (Düsenplatte) zu erhalten, der im 10-Liter-Versuch verwendet werden soll.

Konzentration des organischen Peroxids oder der selbstzersetzlichen Stoffe verringert werden. Die Prüfung muss bei der minimalen gesamten Entlastungsfläche, die genügend Entlastungskapazität aufweist, zweifach durchgeführt werden.

A5.5 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Die minimale oder geeignete (wenn es akzeptabel ist, eine größere Entlastungseinrichtung als die zumindest erforderliche zu verwenden) Entlastungsfläche des IBC oder Tanks, A_{IBC} oder A_{Tank} (m^2) kann anhand der im Modelltank ermittelten minimalen oder geeigneten vorhandenen Größe der Entlastungsfläche, wenn der Maximaldruck bei der Entlastung von:

- (a) Tanks nicht höher als der Prüfdruck ist (gemäß 4.2.1.13.4 der Modellvorschriften soll der Tank für einen Prüfdruck von nicht weniger als 0,4 MPa (Überdruck) ausgelegt sein),
- (b) IBC nicht höher als 200 kPa (Überdruck) ist, sofern gemäß 6.5.6.8.4 der Modellvorschriften geprüft wurde, oder höher, wenn dies durch eine Zulassung der zuständigen Behörde bestätigt worden ist,

und den Volumina des Modelltanks und des IBC bzw. Tanks, berechnet werden.

Die minimal notwendige gesamte IBC- oder Tank-Entlastungsfläche ergibt sich wie folgt:

Für IBC:
$$A_{IBC} = V_{IBC} \times \left(\frac{A_{Modelltank}}{V_{Modelltank}} \right)$$

Für Tanks:
$$A_{Tank} = V_{Tank} \times \left(\frac{A_{Modelltank}}{V_{Modelltank}} \right)$$

mit:

| | | | |
|------------------|---|---------------------------------------|-----------|
| $A_{Modelltank}$ | = | Entlastungsfläche 10 Liter Modelltank | [m^2] |
| A_{IBC} | = | Entlastungsfläche IBC | [m^2] |
| A_{Tank} | = | Entlastungsfläche Tank | [m^2] |
| $V_{Modelltank}$ | = | Volumen 10 Liter Modelltank | [m^3] |
| V_{IBC} | = | Volumen IBC | [m^3] |
| V_{Tank} | = | Volumen Tank | [m^3] |

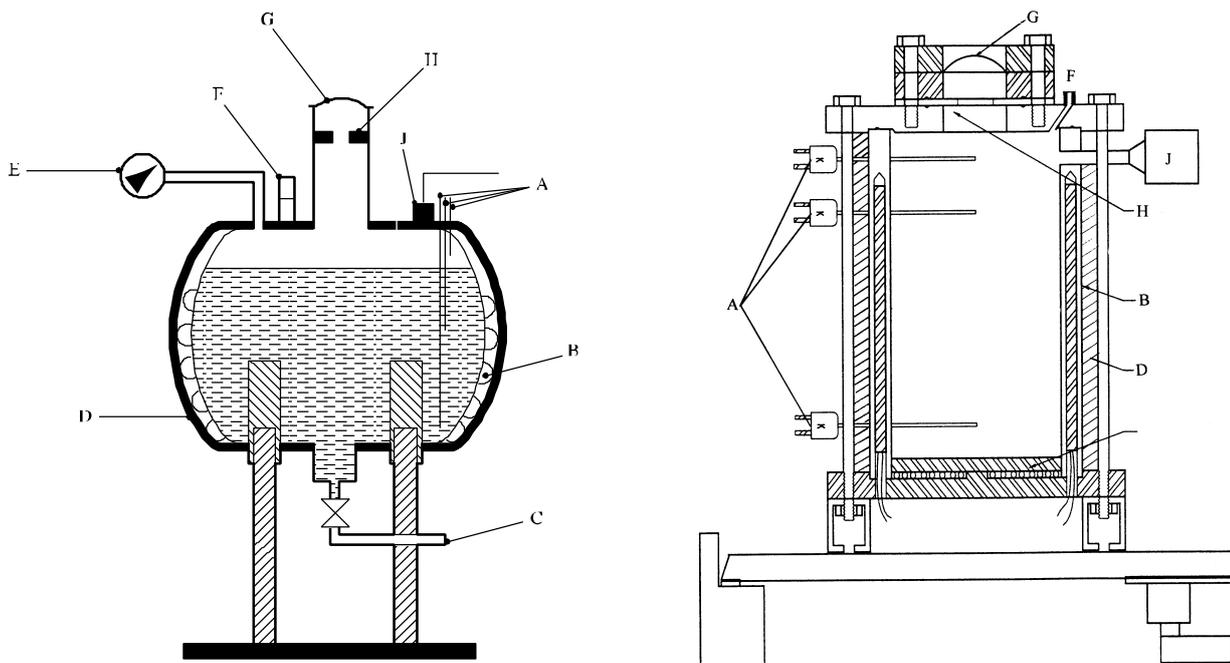
Beispiel:

Für ein typisches organisches Peroxid in einem 20 m^3 Tank (isoliert):

| | | | | |
|------------------------|---|--|---|--------------------------|
| $A_{Modelltank}$ | = | im Versuch gefundene minimal notwendige Öffnungsfläche | = | $9,5 \times 10^{-5} m^2$ |
| $V_{ortsbewegl. Tank}$ | = | Volumen des Tanks | = | $20 m^3$ |
| $V_{Modelltank}$ | = | Volumen Modelltank | = | $0,01 m^3$ |

$$A_{Tank} = 20 \times \frac{9,5 \times 10^{-5}}{0,01} = 0,19 m^2$$

Abbildung A5.1: 10-LITER-BEHÄLTER FÜR ENTLASTUNGSVERSUCH



-
- (A) Thermoelemente (zwei in der Flüssigkeit, eins in der Dampfphase)
 - (B) Heizwicklung/Heizpatrone
 - (C) Abflussleitung, optional
 - (D) Isolation
 - (E) Manometer, optional
 - (F) Druckentlastungsventil, optional
 - (G) Berstscheibe
 - (H) Platte mit Öffnung (Düsenöffnung)
 - (J) Druckaufnehmer oder T-Stück mit Druckentlastungsventil und Aufnehmer
-

ANHANG 6

VORUNTERSUCHUNGEN

A6.1 Zweck

A6.1.1 Die Industrie verwendet Voruntersuchungen, um das Gefahrenpotential von Rohmaterialien, reaktionsfähigen Mischungen und Zwischenprodukten, Produkten und Nebenprodukten zu ermitteln. Die Anwendung solcher Verfahren ist wichtig, um die Sicherheit während der Forschung und der Entwicklung zu garantieren und sicherzustellen, dass neue Produkte und Arbeitsabläufe so sicher wie möglich sind. Diese Verfahren bestehen üblicherweise aus der Kombination einer theoretischen Einschätzung und Prüfungen in kleinem Rahmen und sie ermöglichen in vielen Fällen, dass eine angemessene Gefahrenausschätzung ohne die Notwendigkeit von größeren Klassifizierungsprüfungen durchgeführt wird. Dies führt zu einer Verminderung des benötigten Materials, verringert die nachteilige Wirkung auf die Umgebung und minimiert die Anzahl unnötiger Prüfungen.

A6.1.2 Der Zweck dieses Anhangs ist, Voruntersuchungen beispielhaft darzustellen. Er ist anzuwenden in Verbindung mit Voruntersuchungen, die in den Einleitungen zu den dazugehörigen Prüfreihe aufgeführt werden. Mit einer festgelegten Sicherheitsspanne sagen die Ergebnisse der Voruntersuchungen genau voraus, wann es nicht notwendig ist, eine Klassifizierungsprüfung durchzuführen, da ein negatives Ergebnis erzielt werden würde. Sie werden nur zur Orientierung angeboten und ihre Verwendung ist nicht obligatorisch. Andere Voruntersuchungen können verwendet werden, vorausgesetzt, dass eine ausreichende Korrelation mit den Klassifizierungsprüfungen für einen repräsentativen Stoffbereich erzielt wurde und dass eine angemessene Sicherheitsspanne eingehalten wird.

A6.2 Bereich

A6.2.1 Eine Gefahreinschätzung für neue Stoffe ist durchzuführen, bevor sie dem Klassifizierungsverfahren unterzogen werden. Zur anfänglichen Einschätzung können die Voruntersuchungen, wie in diesem Anhang angegeben, verwendet werden. Wenn die Voruntersuchung auf eine Gefahr hinweist, ist das vollständige Klassifizierungsverfahren anzuwenden.

A6.2.2 Die Voruntersuchungen sind nur auf Stoffe und stabile, homogene Mischungen von Stoffen unter Berücksichtigung ihres physikalischen Zustandes (Beschaffenheit, z. B. feste Nanomaterialien) anzuwenden. Wenn sich eine Mischung trennen kann, sind Voruntersuchungen für jeden reaktionsfähigen Bestandteil der Mischung zusätzlich zu dem der Mischung durchzuführen. Einige potenziell korrosiv wirkende Materialien müssen im festen Zustand nicht unbedingt korrosiv wirken, können sich aber unter normalen Einsatzbedingungen verflüssigen. In solchen Fällen muss über die Notwendigkeit und anderes bezüglich der Prüfung und Klassifizierung entschieden werden.

A6.2.3 Die Bemerkungen 1.1.2 des Abschnitts 1 „Allgemeine Einleitung“ unterstreichen, dass technische Kompetenz der Prüfeinrichtung vorausgesetzt wird.

A6.3 Voruntersuchungen für Stoffe, die explosive Eigenschaften haben können

A6.3.1 Die Voruntersuchung kann für neue Stoffe angewendet werden, bei denen explosive Eigenschaften vermutet werden. Wenn explosive Eigenschaften für selbstzersetzliche Stoffe oder organische Peroxide zu berücksichtigen sind, wird auf Teil II dieses Handbuchs und den Abschnitt 5.1 dieses Anhangs verwiesen. Für Stoffe, die mit der Absicht einer praktischen explosiven oder pyrotechnischen Wirkung hergestellt wurden, ist er nicht anzuwenden.

A6.3.2 Explosive Eigenschaften sind verbunden mit dem Vorhandensein gewisser chemischer Gruppen in einem Molekül, die dahingehend reagieren können, dass sie sehr schnelle Temperatur- oder Druckerhöhungen hervorrufen. Die Voruntersuchung zielt darauf ab, das Vorhandensein solcher reaktiven Gruppen und das Potential für die schnelle Energiefreisetzung herauszufinden. Wenn die Voruntersuchung ergibt, dass das Material ein potenzieller Explosivstoff ist, ist das Aufnahmeverfahren (siehe 10.3) anzuwenden.

BEMERKUNG: Weder eine Prüfreihe 1 (a) Prüfung zur Weiterleitung einer Detonation noch eine Prüfreihe 2 (a) Empfindlichkeitsprüfung gegenüber Detonationsstoß ist erforderlich, wenn die exotherme Zersetzungsenergie des organischen Materials weniger als 800 J/g beträgt. Für organische Stoffe und Mischungen von organischen Stoffen, die eine Zersetzungsenergie von 800 J/g oder mehr haben, müssen die Prüfverfahren 1 (a) und 2 (a) nicht durchgeführt werden, wenn in der ballistischen Mörser-Mk.IIIId-Prüfung (F.1) oder der ballistischen Mörserprüfung (F.2) oder der BAM Trauzl-Prüfung (F.3) bei Initiierung mit einem Standarddetonator Nr. 8 (siehe Anhang 1) das Ergebnis „Nein“ ist. In diesem Fall gelten die Ergebnisse der Prüfverfahren 1 (a) und 2 (a) als mit „-“ bewertet.

A6.3.3 Das Annahmeverfahren für explosive Stoffe braucht nicht angewendet zu werden:

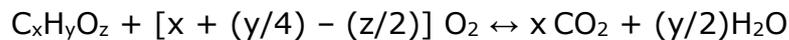
- (a) Wenn im Molekül keine chemischen Gruppen enthalten sind, die mit explosiven Eigenschaften verbunden sind. Beispiele von Gruppen, die auf explosive Eigenschaften hinweisen können, sind in Tabelle A6.1 dargestellt, oder

Tabelle A6.1: BEISPIELE VON CHEMISCHEN GRUPPEN, DIE AUF EXPLOSIVE EIGENSCHAFTEN IN ORGANISCHEN MATERIALIEN HINWEISEN

| Strukturelles Merkmal | Beispiele |
|-----------------------------|--|
| C-C ungesättigt | Acetylene, Acetylide, 1,2-Diene |
| C-Metall, N-Metall | Grignard-Reagenzien, organische Lithiumverbindungen |
| benachbarte Stickstoffatome | Azide, aliphatische Azoverbindungen, Diazoniumsalze, Hydrazine, Sulfonylhydrazide |
| benachbarte Sauerstoffatome | Peroxide, Ozonide |
| N-O | Hydroxylamine, Nitrate, Nitroverbindungen, Nitrosoverbindungen, N-Oxide, 1,2-Oxazole |
| N-Halogen | Chloramine, Fluoramine |
| O-Halogen | Chlorate, Perchlorate, Iodosylverbindungen |

- (b) wenn der Stoff chemische Gruppen enthält, die mit explosiven Eigenschaften verbunden sind, welche Sauerstoff beinhalten, und die errechnete Sauerstoffbilanz kleiner als - 200 ist.

Die Sauerstoffbilanz wird berechnet für die chemische Reaktion:



unter Verwendung der Formel:

$$\text{Sauerstoffbilanz} = -1600 \times \frac{\left(2x + \frac{y}{2} - z\right)}{\text{Molekulargewicht}}, \text{ oder}$$

- (c) für einen organischen Stoff oder eine homogene Mischung organischer Stoffe der/die eine oder mehrere chemische Gruppen enthält/enthalten, die mit explosiven Eigenschaften verbunden sind bzw. darauf hinweisen:
- (i) wenn die exotherme Zersetzungsenergie kleiner als 500 J/g ist, oder
 - (ii) wenn der Beginn der exothermen Reaktion 500 °C oder mehr beträgt, wie in Tabelle A.6.2 angegeben.

Tabelle A6.2 ENTSCHEIDUNG ÜBER DIE ANWENDUNG DES AUFNAHMEVERFAHRENS FÜR EINEN ORGANISCHEN STOFF ODER EINE HOMOGENE MISCHUNG ORGANISCHER STOFFE

| Zersetzungsenergie (J/g) | Onset-Temperatur der Zersetzung (°C) | Anwendung des Aufnahmeverfahrens? (Ja/Nein) |
|--------------------------|--------------------------------------|---|
| < 500 | < 500 | Nein |
| < 500 | ≥ 500 | Nein |
| ≥ 500 | < 500 | Ja |
| ≥ 500 | ≥ 500 | Nein |

Die exotherme Zersetzungsenergie kann unter Anwendung eines geeigneten kalorimetrischen Verfahrens bestimmt werden (siehe 20.3.3.3), oder

- (d) wenn in Mischungen anorganischer entzündend (oxidierend) wirkender Stoffe mit organischen Stoffen die Konzentration des anorganischen entzündend (oxidierend) wirkenden Stoffes:
- (i) weniger als 15 Masse-% ist und die Mischung der Verpackungsgruppe I / Kategorie 1 (hohe Gefahr) oder II / 2 (mittlere Gefahr) zugeordnet wird,
 - (ii) weniger als 30 Masse-% ist und die Mischung der Verpackungsgruppe III / Kategorie 3 (niedrige Gefahr) zugeordnet wird.

A6.3.4 Wenn der Stoff eine Mischung ist und einen bekannten Explosivstoff enthält, ist das Aufnahmeverfahren durchzuführen.

A.6.4 Voruntersuchungen für Mischungen, die entzündbare flüssige Stoffe sein können

A6.4.1 Dieses Prüfverfahren ist nur für möglicherweise brennbare Gemische¹ anzuwenden, die bekannte entzündbare flüssige Stoffe in definierten Konzentrationen enthalten, ungeachtet dessen, dass sie nichtflüchtige Komponenten wie z. B. Polymere, Füllstoffe enthalten können. Der Flammpunkt dieser Mischungen muss nicht experimentell bestimmt werden, wenn der unter Anwendung des Prüfverfahrens in 4.2 berechnete Flammpunkt der Mischung mindestens 5 °C² höher als das entsprechende Klassifizierungskriterium (23 °C bzw. 60 °C) ist und vorausgesetzt, dass:

- (a) die Zusammensetzung der Mischung genau bekannt ist (hat das Produkt eine genau bekannte Bandbreite in der Zusammensetzung, ist die Zusammensetzung, die den niedrigsten berechneten Flammpunkt ergibt, für die Beurteilung heranzuziehen);
- (b) sowohl die untere Explosionsgrenze jeder Komponente (eine geeignete Korrelation muss angewendet werden, wenn diese Daten auf andere Temperaturen als unter den Prüfbedingungen extrapoliert werden sollen) als auch ein Verfahren für die Berechnung der unteren Explosionsgrenze der Mischung bekannt sind;
- (c) die Temperaturabhängigkeit des gesättigten Dampfdrucks und des Aktivitätskoeffizienten für jede Komponente der Mischung bekannt ist;
- (d) die flüssige Phase homogen ist.

A6.4.2 Ein geeignetes Verfahren ist von Gmehling und Rasmussen (Ind. Eng. Chem. Fundament, 21, 186, (1982)) beschrieben. Für eine Mischung, die nichtflüchtige Komponenten wie z. B. Polymere oder Füllstoffe enthalten, ist der Flammpunkt aus den flüchtigen Komponenten zu berechnen. Es wird davon ausgegangen, dass eine nichtflüchtige Komponente den Partialdruck der Lösemittel nur geringfügig senkt und so der berechnete Flammpunkt nur geringfügig unter dem experimentell bestimmten liegt.

¹ Zum gegenwärtigen Zeitpunkt ist die Berechnungsmethode gültig für Mischungen, die bis zu sechs flüchtige Komponenten enthalten. Diese Komponenten können sein: brennbare Flüssigkeiten, wie Kohlenwasserstoffe, Ether, Alkohole, Ester (ausgenommen Acrylate) und Wasser. Das Berechnungsverfahren ist jedoch noch nicht gültig für Mischungen, die halogen-, schwefel- und/oder phosphorhaltige Verbindungen sowie reaktive Acrylate enthalten.

² Ist der berechnete Flammpunkt um weniger als 5 °C höher als das relevante Einstufungskriterium, kann die Berechnungsmethode nicht benutzt werden und der Flammpunkt muss experimentell bestimmt werden.

A6.5 Voruntersuchungen für Stoffe, die entzündbare feste Stoffe sein können

A6.5.1 Stoffe, die selbstzersetzliche Stoffe sein können

Das Klassifizierungsverfahren (siehe Abschnitt 20.4) für selbstzersetzliche Stoffe braucht nicht angewendet zu werden, wenn:

- (a) keine chemischen Gruppen im Molekül vorhanden sind, die mit explosiven oder selbstzersetzlichen Eigenschaften in Verbindung gebracht werden können (Beispiele solcher Gruppen sind in den Tabellen A6.1 und A6.3 dargestellt), oder

Tabelle A6.3: BEISPIELE CHEMISCHER GRUPPEN, DIE AUF SELBSTZERSETZLICHE EIGENSCHAFTEN IN ORGANISCHEN MATERIALIEN HINWEISEN

| Strukturelles Merkmal | Beispiele |
|--|---|
| Sich wechselseitig beeinflussende reaktive Gruppen | Aminonitrile, Halogenaniline, organische Salze entzündend (oxidierend) wirkender Säuren |
| S=O | Sulfonylhalogenide, Sulfonylcyanide, Sulfonylhydrazide |
| P-O | Phospite |
| unter Spannung stehende Ringverbindungen | Epoxide, Aziridine |
| ungesättigte Stoffe | Olefine, Cyanate |

- (b) für einen einzelnen organischen Stoff oder eine homogene Mischung organischer Stoffe die geschätzte SADT größer als 75 °C oder die exotherme Zersetzungsenergie kleiner als 300 J/g ist. Die Temperatur bei einsetzender Reaktion und die Zersetzungsenergie können unter Anwendung eines geeigneten kalorimetrischen Verfahrens (siehe 20.3.3.3) eingeschätzt werden.

A6.5.2 Stoffe, die polymerisierende Stoffe sein können

Vorausgesetzt, dass ein Stoff nicht für eine Polymerisation vorgesehen ist, muss das Klassifizierungsverfahren für polymerisierende Stoffe nicht angewendet werden, sofern:

- (a) Die chemische Struktur des Stoffes keine Doppel- oder Dreifachbindungen oder gespannte Ringe enthält; oder
- (b) Die Verbindung enthält zwar Doppel- oder Dreifachbindungen oder gespannte Ringe, und die molekulare Masse $M(\text{CHON})$ ist, berechnet nur für die Elemente C, H, O und N, größer als 150; oder
- (c) Die Verbindung ist ein fester Stoff mit einem Schmelzpunkt größer als 50 °C.

A6.5.3 *Stoffe, die selbstentzündliche Eigenschaften besitzen können*

A6.5.3.1 Das Klassifizierungsverfahren für *pyrophore feste und flüssige Stoffe* braucht nicht angewendet zu werden, wenn die Erfahrung in der Herstellung oder in der Handhabung zeigt, dass der Stoff sich bei normalen Temperaturen nicht selbst entzündet, wenn er in Kontakt mit Luft kommt (d. h., der Stoff ist bei Raumtemperatur für eine längere Zeit (Tage) stabil).

A6.5.3.2 Das Klassifizierungsverfahren für *selbsterhitzungsfähige Stoffe* braucht nicht angewendet zu werden, wenn die Ergebnisse einer Voruntersuchung hinreichend mit der Klassifizierungsprüfung korreliert werden können und eine geeignete Sicherheitsspanne berücksichtigt wird. Beispiele für Voruntersuchungen sind:

- (a) Die Grever-Ofen Prüfung (VDI Richtlinie 2263, Teil 1, 1990, *Untersuchungsmethoden zur Ermittlung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von Stäuben*) mit einer Onset-Temperatur von 80 K über der Referenztemperatur für ein Volumen von 1 Liter (33.4.6).
- (b) Die Bulk Powder Screening Prüfung (Gibson, N. Harper, D. J. Rogers, R. *Evaluation of the fire and explosion risks in drying powders*, Plant Operations Progress, 4 (3), 181 - 189, 1985) mit einer Onset-Temperatur von 60 K über der Referenztemperatur für ein Volumen von 1 Liter (33.4.6).

A6.5.4 *Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln können*

Das Klassifizierungsverfahren für Stoffe, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln können, braucht nicht angewendet zu werden, wenn:

- (a) Die chemische Struktur des Stoffes kein Metall oder metallähnliche Stoffe enthält, oder
- (b) die Erfahrung bei der Herstellung oder Handhabung zeigt, dass der Stoff nicht mit Wasser reagiert, d. h. der Stoff wird in Wasser hergestellt oder mit Wasser gewaschen, oder
- (c) der Stoff dafür bekannt ist, dass er in Wasser löslich ist, um eine stabile Mischung zu bilden.

A6.6 *Voruntersuchungen für Stoffe, die entzündend (oxidierend) wirkende Stoffe und solche, die organische Peroxide sein können*

A6.6.1 *Stoffe, die entzündend (oxidierend) wirkende Stoffe sein können*

A6.6.1.1 Für *organische Verbindungen* braucht das Klassifizierungsverfahren für entzündend (oxidierend) wirkende Stoffe nicht angewendet zu werden, wenn:

- (a) Die Verbindung keinen Sauerstoff, Fluor oder Chlor enthält, oder
- (b) die Verbindung Sauerstoff, Fluor oder Chlor enthält und diese Elemente chemisch nur an Kohlenstoff oder Wasserstoff gebunden sind.

A6.6.1.2 Für *anorganische Stoffe* braucht das Prüfverfahren in Abschnitt 34 nicht angewendet zu werden, wenn der Stoff keinerlei Sauerstoff- oder Halogenatome enthält.

A6.6.2 *Stoffe, die organische Peroxide sein können*

A6.6.2.1 Organische Peroxide werden definitionsgemäß aufgrund ihrer Struktur und aufgrund ihres Gehaltes an Aktivsauerstoff und Wasserstoffperoxid eingestuft (siehe 20.2.2).

ANHANG 7

PRÜFUNGEN VON BLITZKNALLSÄTZEN

A7.1. HSL-Prüfung von Blitzknallsätzen

A7.1.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet bei pyrotechnischen Sätzen in Pulverform oder enthalten in pyrotechnischen Bauteilen, welche in Feuerwerk als Wasserfälle, zur Erzeugung eines akustischen Effekts, als Zerlegerladung oder als Treibladung verwendet werden, um zu ermitteln, ob diese bei der Klassifizierung von Feuerwerk als Blitzknallsatz bei der Anwendung der "UN default fireworks classification table" in Abschnitt 2.1.3.5.5 der Modellvorschriften zu betrachten sind.

A7.1.2 Prüfgeräte und Materialien

A7.1.2.1 Die Druck/Zeit-Bombe (Abbildung A7.2) besteht aus einem zylindrischen Druckgefäß aus Stahl mit einer Länge von 89 mm und einem Außendurchmesser von 60 mm. Auf gegenüberliegenden Seiten sind (unter Reduzierung des Gefäßquerschnitts auf 50 mm) zwei Flachseiten angefräst, um eine Einspannung des Gefäßes während des Einbaus des Anzündstopfens mit Konus und des Entlastungsstopfens zu ermöglichen. Die Bombe, die eine Bohrung von 20 mm Durchmesser aufweist, ist an beiden Enden innen eingeschnitten und bis zu einer Tiefe von 19 mm aufgebohrt für die Aufnahme von 1" British Standard Pipe (BSP). Ein Druckaufnehmer in Form eines Seitenarms wird in die gerundete Seitenfläche des Druckgefäßes, 35 mm von einem Ende entfernt und im Winkel von 90° zu den gefrästen Seitenflächen, eingeschraubt. Der Sitz für den Seitenarm ist bis zu einer Tiefe von 12 mm aufgebohrt und er enthält 1/2"-BSP-Innengewinde zur Aufnahme des Gewindes, das der Seitenarm an einem seiner Enden trägt. Zur Gewährleistung eines gasdichten Abschlusses wird ein Dichtring verwendet. Der Seitenarm hat außerhalb des Bombenkörpers eine Länge von 55 mm und weist eine Bohrung von 6 mm auf. Das Ende des Seitenarms ist aufgebohrt und mit einem Innengewinde zur Aufnahme eines Membran-Druckaufnehmers versehen. Jede Druckmesseinrichtung kann verwendet werden, vorausgesetzt, sie wird durch die heißen Gase oder Zersetzungsprodukte nicht beeinträchtigt und ist in der Lage, auf einen Druckanstieg von 690 auf 2070 kPa in höchstens 1 ms zu reagieren.

A7.1.2.2 Das vom Seitenarm am weitesten entfernte Ende der Druckbombe wird mit einem Anzündstopfen mit Konus verschlossen, der zwei Elektroden aufweist, wobei eine Elektrode gegenüber dem Anzündstopfen isoliert und die andere mit dem Anzündstopfen leitend verbunden ist. Das gegenüber liegende Ende der Druckbombe ist mit einer 0,2 mm dicken Messing- oder Aluminium-Berstscheibe (Berstdruck ca. 2200 kPa) verschlossen und wird durch einen Verschlussstopfen, der eine 20-mm-Bohrung aufweist, fixiert. Um eine gute Abdichtung zu gewährleisten, werden beide Stopfen mit einer Weichbleidichtung oder einer Dichtung aus geeignetem verformbarem Material (zum Beispiel Polyoxymethylen) versehen.

A7.1.2.3 Eine Haltevorrichtung (Abbildung A7.9^{*1}) hält die Apparatur während der Verwendung in der richtigen Stellung. Sie besteht aus einer 235 mm x 184 mm x 6 mm großen Grundplatte aus unlegiertem Stahl und einem 185 mm langen Vierkanrohr mit einem quadratischen Querschnitt von 70 mm x 70 mm x 4 mm (Quadrat-Hohlprofil). An

^{*1} *Das Original verweist auf eine falsche Abbildung. In der deutschen Ausgabe wurde dies korrigiert.*

zwei sich gegenüberliegenden Seiten des Quadrat-Hohlprofils wird an einem Ende jeweils eine Seite so eingeschnitten, dass eine Form mit zwei flachseitigen Beinen entsteht, die einen 86 mm langen Teil des vollständigen Quadrathohlprofils tragen. Die Enden dieser flachen Seitenbeine werden so abgeschnitten, dass die Haltevorrichtung mit der Horizontalen einen Winkel von 60° bildet.

A7.1.2.4 Ein 22 mm breiter und 46 mm tiefer Schlitz wird in eine Seite des oberen Teils der Haltevorrichtung gefräst, so dass die Druckbombe, wenn sie mit dem Anzündstopfen zuerst in die Halterung eingesetzt wird, mit ihrem Seitenarm in dem Schlitz sitzt. Auf die untere Innenseite der Halterung wird ein 30 mm breiter und 6 mm dicker Streifen aus Flachstahl aufgeschweißt, der als Abstandhalter dient. Zwei in die gegenüberliegende Seite eingeschraubte 7-mm-Flügelschrauben halten die Druckbombe in ihrer vorgesehenen Stellung. Zwei 12 mm breite Streifen 6 mm dicken Stahls, die am unteren Ende des Quadratprofils an den Seitenbeinen angeschweißt sind, stützen die Druckbombe von unten.

A7.1.2.5 Das Anzündsystem besteht aus einer elektrischen Anzündpille mit Anschlussdrähten der Firma Vulcan, wie sie üblicherweise zur Anzündung von pyrotechnischen Sätzen verwendet wird. Andere Anzündpillen mit gleichwertigen Eigenschaften können verwendet werden.

A7.1.2.6 Die Anschlussdrähte der Anzündpille werden so gekürzt, dass sich die Anzündpille 10 mm oberhalb des oberen Endes des Konus des Anzündstopfens befindet (siehe Abb. A7.1). Die Anschlussdrähte der Anzündpille werden mit Madenschrauben fixiert (siehe Abb. A7.3).

A7.1.3 Prüfverfahren

A7.1.3.1 Die vollständig zusammengebaute Prüfapparatur, jedoch ohne die Aluminiumberstscheibe, wird mit dem Anzündstopfen nach unten gehalten. 0,5 g des Stoffes werden in den Konus des Anzündstopfens eingefüllt. Liegt der pyrotechnische Satz in festen Stücken von mehr als 0,5 g vor, so muss der Stoff zerkleinert werden, um ein Stück möglichst nahe an 0,5 g zu erhalten. Falls der pyrotechnische Satz in festen Stücken von weniger als 0,5 g vorliegt, so sollen ganze und zerkleinerte Stücke verwendet werden, um 0,5 g des pyrotechnischen Satzes zu erhalten. Der Bleidichtring und die Aluminium- oder Bronzeberstscheibe werden eingesetzt und der Verschlussstopfen wird fest eingeschraubt. Die befüllte Druckbombe wird mit der Berstscheibe nach oben in die Haltevorrichtung eingesetzt, die in einer geeigneten, verstärkten Rauchabzugsvorrichtung oder in einem geeigneten Prüfstand aufgestellt ist. Eine Zündmaschine wird mit den äußeren Kontakten des Anzündstopfens verbunden und die Ladung gezündet. Das Signal des Druckaufnehmers wird mit einem geeigneten Aufzeichnungssystem erfasst, welches sowohl die Auswertung als auch die dauerhafte Aufzeichnung des Druck/Zeit-Verlaufs ermöglicht (z. B. Speicheroszillogoskop in Verbindung mit einem Schreiber).

A7.1.3.2 Die Prüfung wird dreimal durchgeführt. Die Zeit, in der der Druck von 690 kPa auf 2070 kPa Überdruck steigt, wird notiert. Der kürzeste Zeitwert ist für die Klassifizierung zu verwenden.

A7.1.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

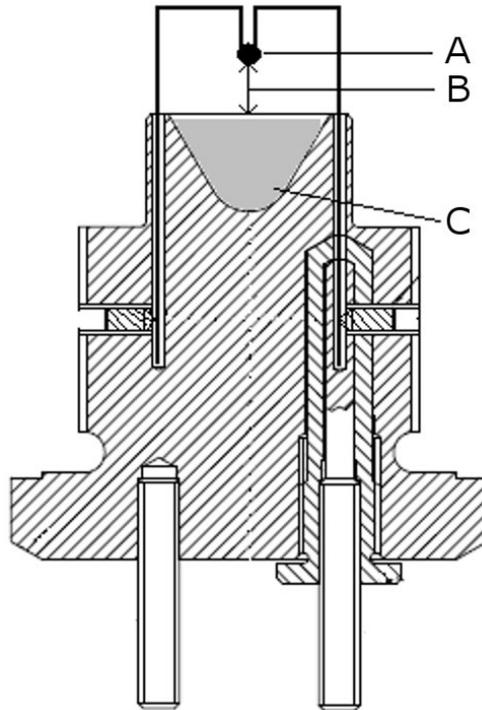
Die Prüfergebnisse werden danach ausgewertet, ob ein Überdruck von 2070 kPa erreicht wird und, wenn dies der Fall ist, welche Zeitdauer für den Anstieg von 690 kPa auf 2070 kPa benötigt wird. Das Ergebnis wird als positiv „+“ bewertet und die pyrotechnischen Sätze in Pulverform, oder enthalten in pyrotechnischen Bauteilen, welche

in Feuerwerk als Wasserfälle, zur Erzeugung eines akustischen Effekts, als Zerlegerladung oder als Treibladung verwendet werden, werden als Blitzknallsätze angesehen, wenn nachgewiesen wurde, dass die kürzeste Zeit für den Druckanstieg kleiner oder gleich 6 ms für 0,5 g des pyrotechnischen Satzes ist.

Ergebnisbeispiele:

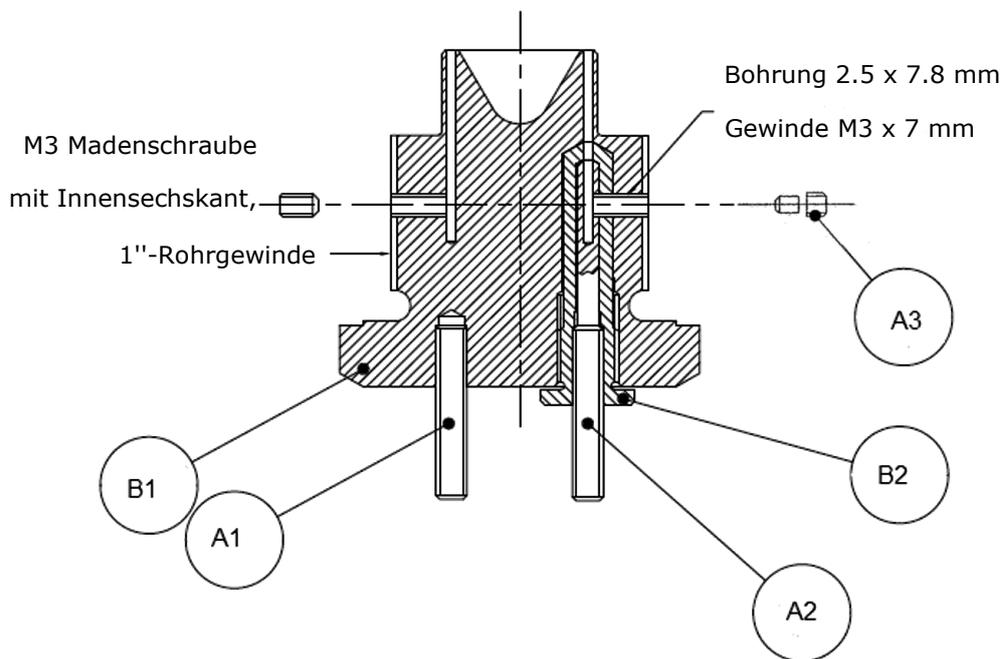
| Stoffe (Massen-%) | Verwendung oder Effekt | kürzeste Zeit für Druckanstieg von 690 bis 2070 kPa [ms] | Ergebnis |
|--|-------------------------------|---|---------------------|
| Kaliumperchlorat/Aluminium (77/23) | Akustisch (Knall) | 0,48 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/ Bariumnitrat/ Aluminium/Magnalium (20/20/45/15) | Akustisch (Knall) | 2,15 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Kaliumbenzoat (71/29) | Akustisch (Pfeifen) | 0,89 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/ Kaliumhydrogenphthalat/Titan (62/25/13) | Akustisch (Pfeifen) | 1,67 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Aluminium (P2000)/Aluminium (P50) (53/16/31) | Wasserfall | 2,73 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Aluminium (P2000)/Aluminium (P50)/Antimonsulfid (50/15/30/5) | Wasserfall | 1,19 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Holzkohle (80/20) | Zerlegerladung | 0,85 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Holzkohle (60/40) | Zerlegerladung | 2,80 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Holzkohle (50/50) | Zerlegerladung | 9,26 | Kein Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/ Kaliumnitrat/Holzkohle (53/26/21) | Zerlegerladung | 1,09 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/ Kaliumnitrat/Holzkohle (53/26/21) (auf Baumwollsamensamen) | Zerlegerladung | 7,39 | Kein Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/ Holzkohle/Aluminium (59/23/18) | Zerlegerladung | 1,14 | Blitzknallsatz |

Abbildung A7.1: PROBENAUFNAHME



| | |
|-----|---------------|
| (A) | Anzünder |
| (B) | 10 mm Abstand |
| (C) | Prüfsubstanz |

Abbildung A7.3: ZUSAMMENBAU



Herstellungs- und Zusammenbauschnitte:

1. Teil B2 in Anzündstopfen einschrauben
 2. Teil A2 in Teil B2 einschrauben
 3. Bohrungen sowie M3-Gewinde (Tiefe 7 mm) von beiden Seiten ausführen
 4. 1"-Rohrgewinde auf Anzündstopfen schneiden
-

Abbildung A7.4: TEIL B1

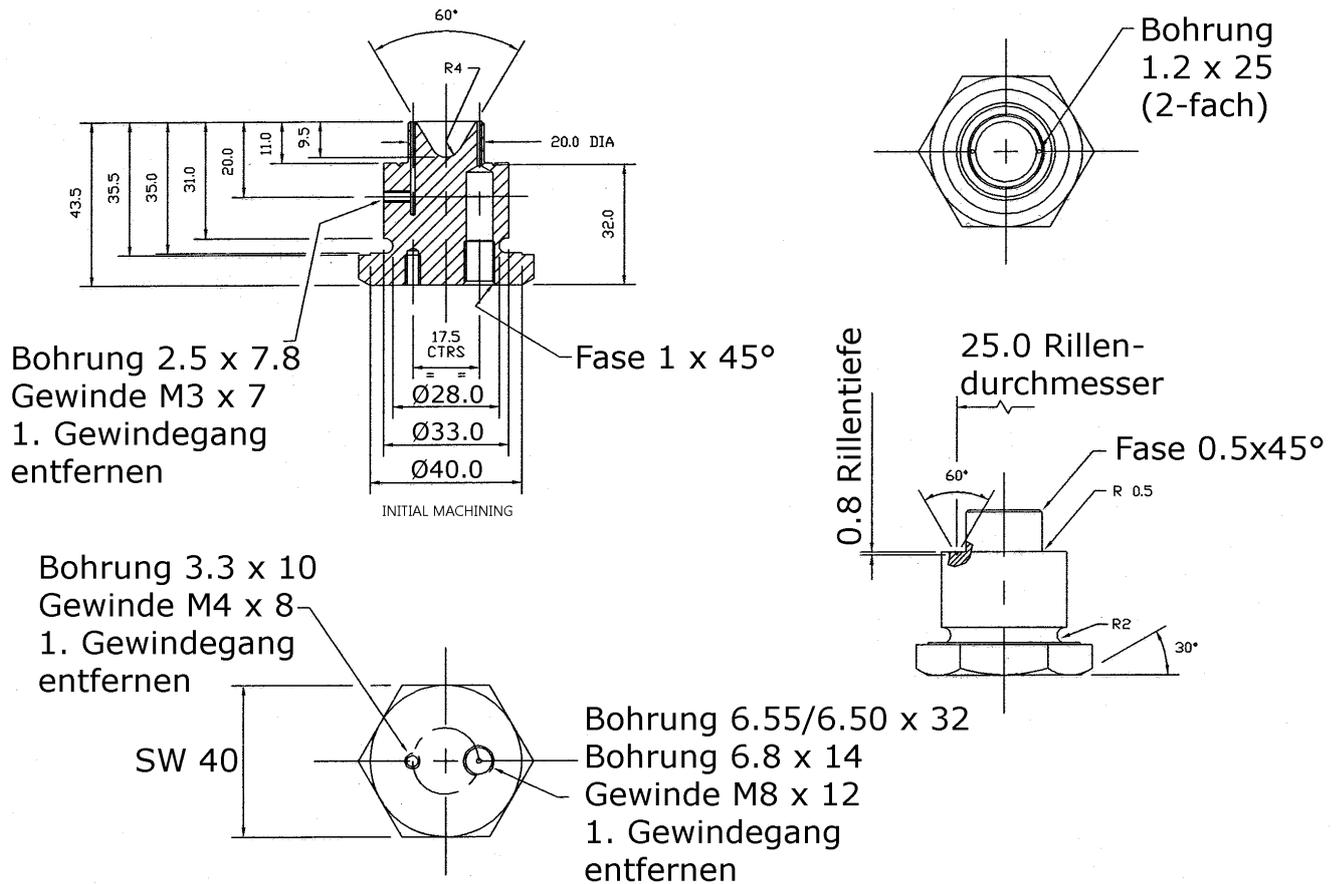


Abbildung A7.5: TEILE A3 UND A2

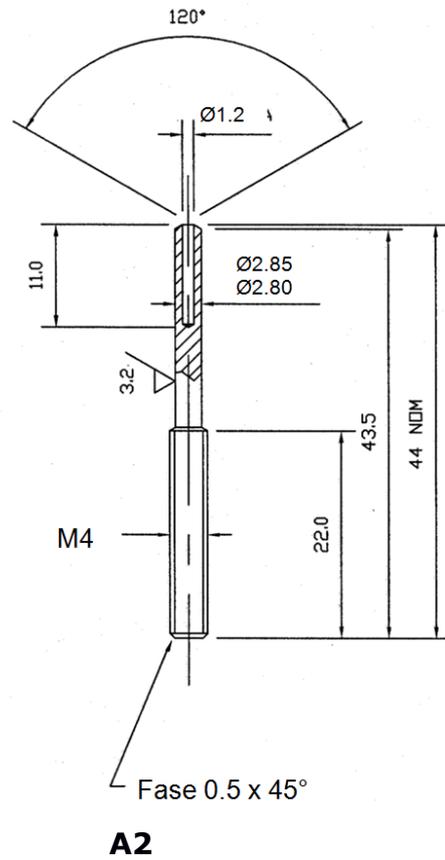
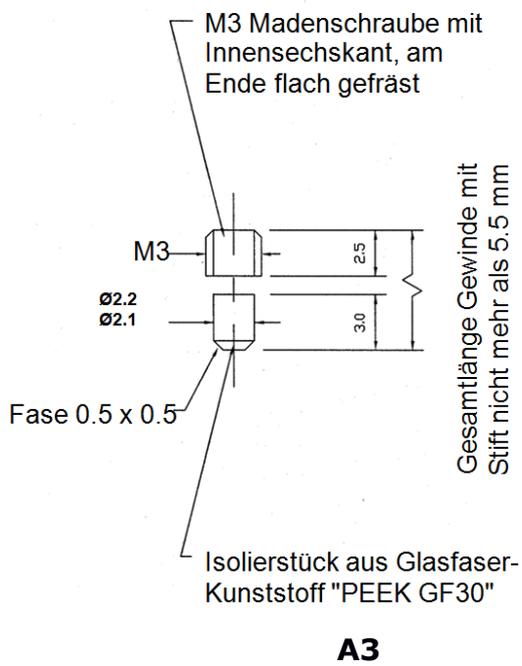


Abbildung A7.8: ZUSAMMENGEBAUTER ANZÜNDSTOPFEN MIT KONUS

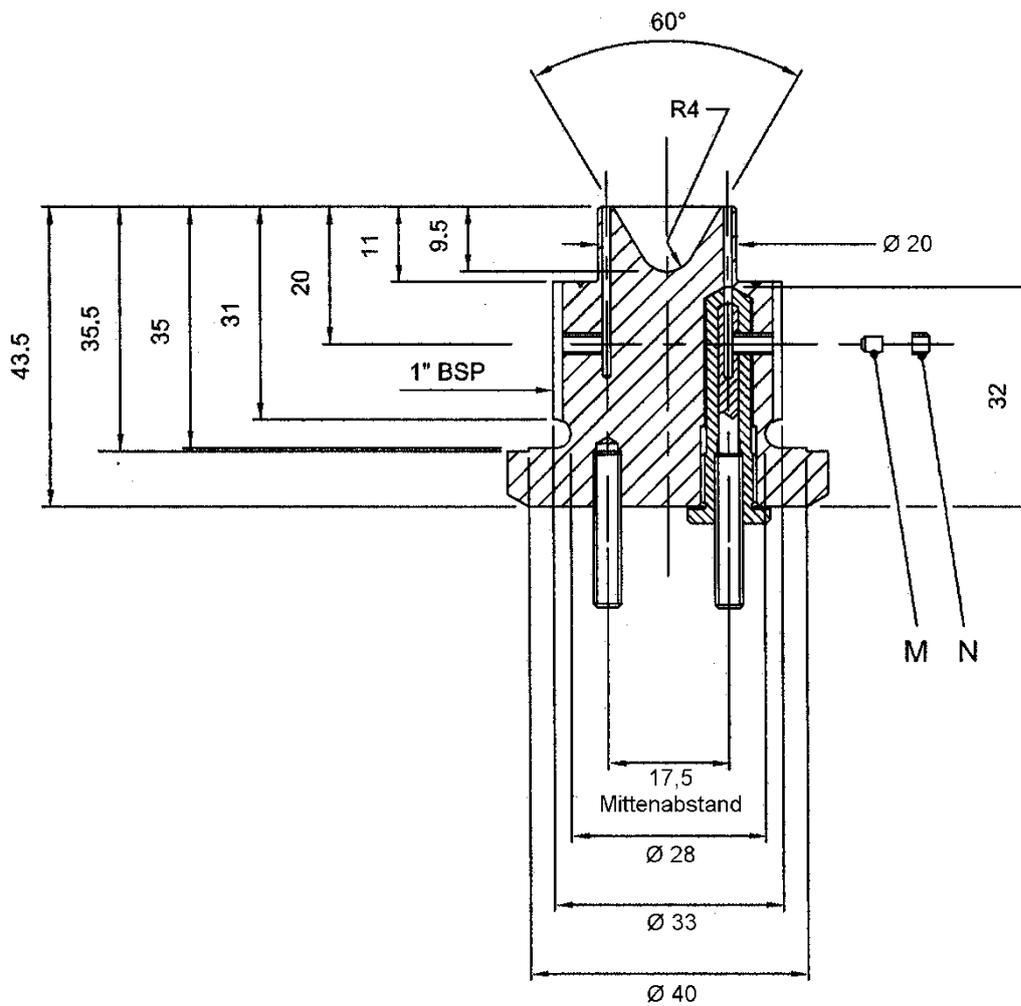
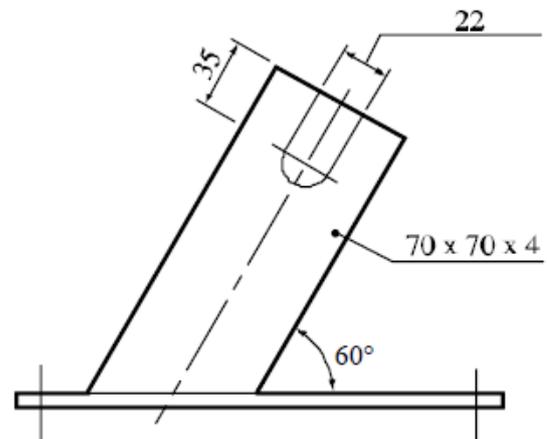
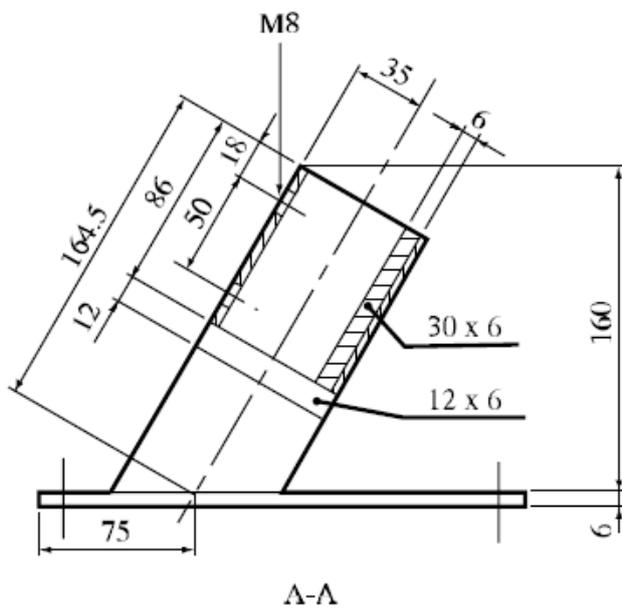
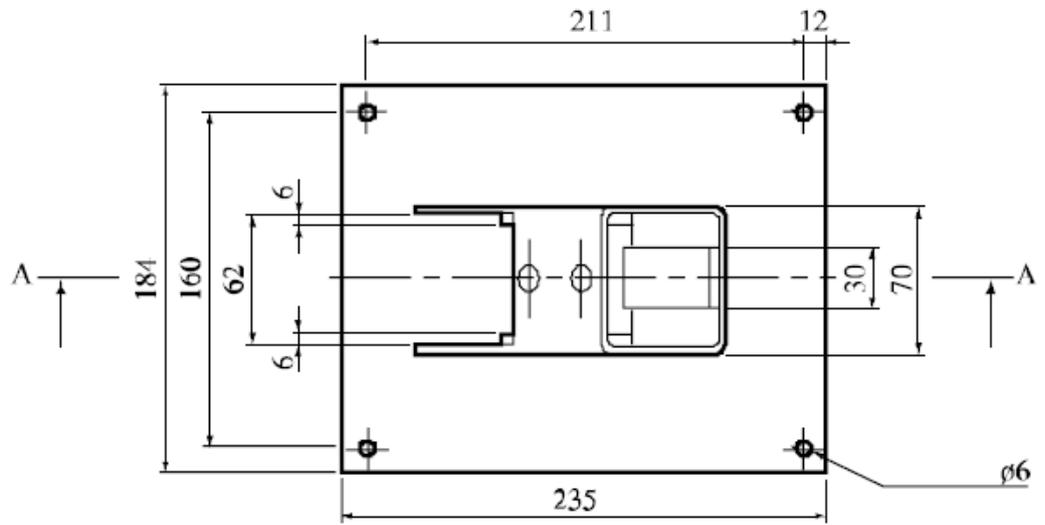


Abbildung A7.9: HALTEVORRICHTUNG



A7.2. US-Prüfung von Blitzknallsätzen

A.7.2.1 Einleitung

Diese Prüfung wird angewendet bei pyrotechnischen Sätzen in Pulverform oder enthalten in pyrotechnischen Bauteilen, welche in Feuerwerk als Wasserfälle, zur Erzeugung eines akustischen Effekts, als Zerlegerladung oder als Treibladung verwendet werden, um zu ermitteln, ob diese bei der Klassifizierung von Feuerwerk als Blitzknallsatz bei der Anwendung der "UN default fireworks classification table" in Abschnitt 2.1.3.5.5 der Modellvorschriften zu betrachten sind.

A7.2.2 Prüfgeräte und Materialien

Der Prüfaufbau besteht aus:

- (a) Einem Probenröhrchen aus Karton oder Pappe mit einem Mindestinnendurchmesser von 25 mm und einer maximalen Höhe von 154 mm bei einer Wandstärke von höchstens 3,8 mm, verschlossen am unteren Ende mit einer dünnen Scheibe aus Karton oder Pappe, einem Stopfen oder einer Kappe, gerade ausreichend, um die Probe im Innern zu halten;
- (b) Einer 1,0 mm dicken 160-x-160-mm-Nachweisplatte aus Stahl entsprechend einer Spezifikation nach S235JR (EN 10025), ST37-2 (DIN 17100), SPCC (JIS G 3141) oder Gleichwertiges mit einer Dehngrenze (oder Streckgrenze) von 185-355 N/mm², einer Zugfestigkeit von 336-379 N/mm² und einer relativen Bruchdehnung von 26 - 46 %;
- (c) Einem elektrischen Anzünder, z. B. eine Zündpille, mit Anschlussdrähten von wenigstens 30 cm Länge;
- (d) Einem Einschlusszylinder aus Baustahl (wiegt ungefähr 3 kg) mit einem Außendurchmesser von 63 mm, einer Mindestlänge von 165 mm und einer Bohrung mit flachem Bohrungsboden mit Innenmaßen von 38 mm Durchmesser und 155 mm Tiefe und einer Rille oder Einkerbung entlang des Radius auf der Fläche mit der Bohrung, geeignet zur Aufnahme der Anschlussdrähte des Anzünders (der Stahlzylinder kann mit einem robusten Handgriff zur einfacheren Handhabung ausgestattet werden);
- (e) Einem Stahlring von ca. 50 mm Höhe mit einem Innendurchmesser von 95 mm; und
- (f) Einer stabilen Metallunterlage, z. B. eine quadratische Platte mit einer Dicke von ca. 25 mm und Kantenlängen von 150 mm.

A7.2.3 Prüfverfahren

A7.2.3.1 Vor Durchführung der Prüfung wird der pyrotechnische Satz während mindestens 24 Stunden in einem Exsikkator bei einer Temperatur von 20 – 30 °C aufbewahrt. Fünfundzwanzig (25) g netto des pyrotechnischen Satzes, der in Pulverform oder gekörnt oder als Beschichtung auf jegliches Substrat, geprüft werden soll, wird eingewogen und dann vorsichtig in ein Probenröhrchen aus Pappe, dessen Boden durch eine Scheibe aus Papier oder Karton, durch einen Stopfen oder durch eine Kappe verschlossen ist, eingefüllt. Nach dem Einfüllen kann das obere Ende durch eine Scheibe

aus Papier oder Karton, durch einen Stopfen oder durch eine Kappe leicht verschlossen werden, um Verschütten beim Transport zum Prüfplatz zu verhindern. Die Füllhöhe der Prüfsubstanz innerhalb des Röhrchens wird abhängig von der Dichte variieren. Die Prüfsubstanz soll zunächst durch leichtes Aufstoßen auf einer nicht funkenziehenden Oberfläche verdichtet werden. Am Ende sollte die Dichte der Prüfsubstanz im Röhrchen so nah wie möglich an der Dichte liegen, wie sie innerhalb eines Feuerwerkskörpers vorliegt.

A7.2.3.2 Die Nachweisplatte aus Stahl wird auf den Stützring platziert. Soweit vorhanden, wird die obere Scheibe aus Papier oder Karton, der Stopfen oder die Kappe des Probenröhrchens aus Pappe entfernt und der elektrische Anzünder in den oberen Bereich des zu prüfenden pyrotechnischen Satzes nach Augenmaß ungefähr 10 mm tief eingeführt. Die Scheibe aus Papier oder Karton, der Stopfen oder die Kappe wird dann eingebracht oder wieder eingebracht, damit der Anzünder an seiner Stelle in dem Probenröhrchen aus Pappe und die Lage seiner Zündpille fixiert wird. Die Anschlussdrähte werden über den Rand und wieder nach unten entlang der Seite gebogen und am Boden abgewinkelt. Das Probenröhrchen wird senkrecht stehend und mittig auf der Nachweisplatte platziert. Der Einschlusszylinder wird über das Probenröhrchen aus Pappe gestülpt. Die Anschlussdrähte werden so positioniert, dass sie durch die Einkerbung am unteren Ende des Einschlusszylinders aus Stahl laufen und bereit sind, mit dem Zündapparat verbunden zu werden. Abschließend wird die Ausrichtung von Einschlusszylinder und Nachweisplatte so korrigiert, dass deren Mitten mit der Mitte des Stahlrings übereinstimmen. Abbildung 10.7 zeigt ein Beispiel des Prüfaufbaus. Die Scheibe aus Papier oder Karton, der Stopfen oder die Kappe am unteren Ende des Probenröhrchens sollte sorgfältig platziert werden, um einen Luftspalt zwischen der Nachweisplatte und dem unteren Ende der Prüfsubstanz zu vermeiden.

A7.2.3.3 Der elektrische Anzünder wird von einem sicheren Ort aus ausgelöst. Nach der Auslösung und einer angemessenen Wartezeit wird die Nachweisplatte geborgen und untersucht. Die Prüfung wird dreimal ausgeführt, es sei denn, es kommt vorher zu einem positiven Ergebnis.

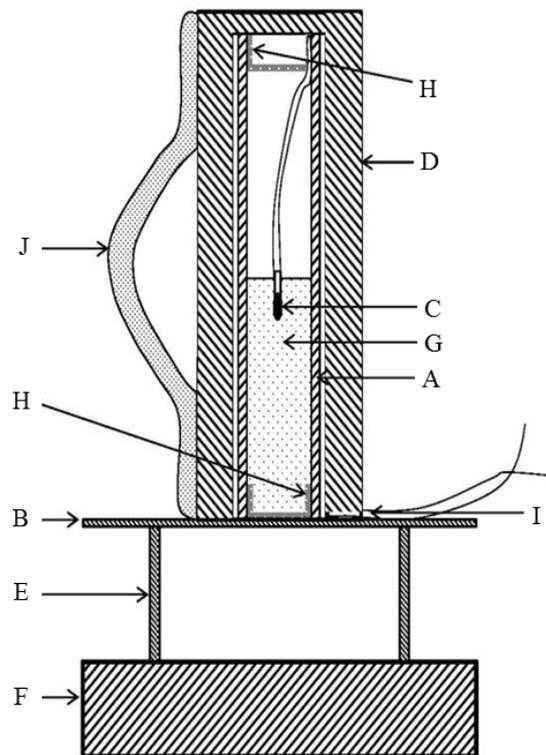
A7.2.4 *Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse*

Das Ergebnis wird als positiv „+“ bezeichnet und der pyrotechnische Satz in Pulverform oder enthalten in pyrotechnischen Bauteilen, welche in Feuerwerk als Wasserfälle, zur Erzeugung eines akustischen Effekts, als Zerlegerladung oder als Treibladung verwendet werden, als Blitzknallsatz betrachtet, wenn:

- (a) In einem der Prüfungen die Nachweisplatte gerissen, perforiert, gelocht oder durchstoßen ist; oder;
- (b) Der Mittelwert der größten Tiefe der eingebeulten Nachweisplatten aller drei Prüfungen 15 mm überschreitet.

| Stoffe (Massen-%) | Verwendung oder Effekt | Beobachtung der Nachweisplatte oder mittlere Tiefe der Einbeulung [mm] | Ergebnis |
|---|-----------------------------------|---|------------------------|
| Kaliumperchlorat/Aluminium (77/23) | Akustisch (Knall) | Gelocht | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Bariumnitrat/ Aluminium/Magnesium (20/20/45/15) | Akustisch (Knall) | 11,3 | Kein Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Kaliumbenzoat (71/29) | Akustisch (Pfeifen) | Gelocht | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/ Kaliumhydrogenphthalat/Titan (62/25/13) | Akustisch (Pfeifen) | Gelocht | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Aluminium (P2000)/Aluminium (P50) (53/16/31) | Wasserfall | Gelocht | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Aluminium (P2000)/Aluminium (P50)/Antimonsulfid (50/15/30/5) | Wasserfall | Gelocht | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Holzkohle (80/20) | Zerlegerladung | Gelocht | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Holzkohle (60/40) | Zerlegerladung | 17,7 | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Holzkohle (50/50) | Zerlegerladung | 6,7 | Kein Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Kaliumnitrat/Holzkohle (53/26/21) | Zerlegerladung | Gerissen | Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Kaliumnitrat/Holzkohle (53/26/21) (auf Baumwollsamensamen) | Zerlegerladung | 12,7 | Kein Blitzknallsatz |
| Kaliumperchlorat/Holzkohle/Aluminium (59/23/18) | Zerlegerladung | Gelocht | Blitzknallsatz |

Abbildung A7.10



-
- | | |
|--|--|
| (A) Probenröhrchen aus Karton oder Pappe | (B) Nachweisplatte aus Stahl |
| (C) Elektrischer Anzünder | (D) Einschlusszylinder aus Baustahl |
| (E) Stahlring | (F) Stabile Metallunterlage |
| (G) Prüfsubstanz | (H) Scheibe aus Papier oder Karton, Stopfen oder Kappe |
| (I) Einkerbung für Anschlussdrähte | (J) Angeschweißter Handgriff (optional) |
-

ANHANG 8

REAKTIONSPORTEN

Die Beschreibungen der Reaktionen sind für die Kriterien der Prüfreihe 7 bestimmt und sind von der zuständigen Behörde zu verwenden, um die Reaktionstypen der Gegenstände zu bestimmen. Da die Gegenstände stark variieren z. B. in Größe, Art, Verpackung und explosiven Stoffen, müssen diese Unterschiede berücksichtigt werden. Um eine Reaktion einem bestimmten Typ zuzuordnen, muss die vorrangige (primäre) Reaktion (in der Tabelle mit P*¹ bezeichnet) für diesen Typ vorliegen. Die gesamten (primären und sekundären) Ereignisse müssen sorgfältig bewertet werden und in ihrer Gesamtheit in die Bewertung der zuständigen Behörde einfließen. Möglicherweise vorhandene sekundäre Ereignisse geben zusätzliche Hinweise.

*¹ auf Englisch „primary evidence“, daher „P“

| Reaktionsart | Beobachtete oder gemessene Effekte | | | | |
|----------------------|--|---|--|--|--|
| | Explosiver Stoff (ES) | Gehäuse | Druckwelle | Zerlegung oder Fortschleudern von ES | Weiteres |
| Detonation | Augenblickliche Umsetzung des gesamten ES sobald die Reaktion einsetzt. | (P) Schnelle plastische Verformung des in Kontakt mit dem ES befindlichen metallischen Gehäuses, mit umfangreicher Splitterbildung mit hoher Belastungsgeschwindigkeit. | (P) Druckwelle mit Stärke und Zeitverlauf in Übereinstimmung mit einem berechneten oder gemessenen Wert von einer Kalibrierprüfung. | Perforation, Zerlegung und/oder plastische Verformung von Nachweisschirmen. | Größe des Bodenkraters entsprechend der Menge an ES im Gegenstand. |
| Teilweise Detonation | | (P) Schnelle plastische Verformung von Teilen, jedoch nicht des gesamten in Kontakt mit dem ES befindlichen metallischen Gehäuses, mit umfangreicher Splitterbildung hoher Belastungsgeschwindigkeit. | (P) Druckwelle mit Stärke und Zeitverlauf kleiner einem berechneten oder gemessenen Wert von einer Kalibrierprüfung. Beschädigung benachbarter Strukturen. | Perforation, Zerlegung und/oder plastische Verformung von benachbarten Nachweisschirmen. Brennender oder unverbrannter ES sind verstreut. | Größe des Bodenkraters entsprechend der umgesetzten Menge an ES. |
| Explosion | (P) Schneller Abbrand von Teilen oder des gesamten ES sobald die Reaktion des Gegenstandes einsetzt. | (P) Umfangreiche Brüche in den metallischen Gehäusen ohne Hinweis auf Splitterbildung mit hoher Belastungsgeschwindigkeit, Bildung eher größerer Fragmente und in geringerer Anzahl als bei Kalibrierprüfungen mit gezielter Umsetzung (Detonation) beobachtet wird.* | Beobachtung oder Messung einer Druckwelle innerhalb des Prüfplatzes mit einem deutlich niedrigeren Spitzendruck und einer deutlich längeren Dauer als der bei einer Kalibrierprüfung gemessene Wert. | Schäden am Nachweisschirm. Verteilung von brennendem oder unverbranntem ES über nennenswert größere Entfernungen. | Bodenkrater. |

| Reaktionsart | Beobachtete oder gemessene Effekte | | | | |
|--------------|---|--|--|---|---|
| | Explosiver Stoff (ES) | Gehäuse | Druckwelle | Zerlegung oder Fortschleudern von ES | Weiteres |
| Deflagration | (P) Abbrand von Teilen oder des gesamten ES | (P) Bersten des Gehäuses in einige große Teile, die Einschlüsse oder anhängende Teile enthalten können.* | Jegliche Beobachtung von Druckwirkungen, welche zeitlich oder räumlich variieren können innerhalb des Prüfplatzes. | (P) Mindestens ein Teil (Gehäuse, Einschluss oder anhängendes Teil) bewegt sich weiter als 15 m mit einer Energie größer 20 J, bezogen auf die Abstands-/Masse-Beziehung der Abbildung 16.6.1.1. Brennender oder unverbrannter ES in nennenswertem Umfang weiter als 15 m verteilt. | (P) Es gibt keinen erkennbaren Hinweis auf eine heftige Reaktion und Beobachtungen zeigen eine Schubwirkung, die den Gegenstand weiter als 15 m bewegen kann. Längerer Reaktionsverlauf als es bei einer Explosion zu erwarten wäre. |
| Abbrand | (P) Abbrand mit geringer Druckwirkung von Teilen oder des gesamten ES | (P) Das Gehäuse kann in einige große Teile bersten, die Einschlüsse oder anhängende Teile enthalten können.* | Beobachtung von unbedeutender Druckwirkung innerhalb des Prüfplatzes. | (P) Kein Teil (Gehäuse, Einschluss, anhängendes Teil oder ES) bewegt sich weiter als 15 m mit einer Energie größer 20 J, bezogen auf die Abstands-/Masse-Beziehung, beschrieben in Abbildung 16.6.1.1. (P) Geringe Mengen brennenden oder unverbrannten ES, bezogen auf die Gesamtmenge im Gegenstand, können verteilt sein, hauptsächlich innerhalb der 15 m, jedoch nicht weiter als 30 m. | (P) Keine Hinweise auf Schubwirkung, die den Gegenstand weiter als 15 m bewegen könnte. Bei einem Raketenmotor eine deutlich längere Reaktionszeit als bei der bestimmungsgemäßen Anzündung. |

| Reaktionsart | Beobachtete oder gemessene Effekte | | | | |
|----------------|--|--|------------|--------------------------------------|----------|
| | Explosiver Stoff (ES) | Gehäuse | Druckwelle | Zerlegung oder Fortschleudern von ES | Weiteres |
| Keine Reaktion | <p>(P) Keine Reaktion des ES ohne andauernde äußere Anregung.</p> <p>(P) Bergung des gesamten oder nahezu des gesamten ES ohne Anzeichen eines anhaltenden Abbrands.</p> | <p>(P) Keine Zerlegung des Gehäuses oder der Verpackung, die größer wäre als die eines vergleichbaren inerten Prüfgegenstandes.*</p> | Keine | Keine | Keine |

** Bemerkung: Mechanische Einwirkungen bewirken unmittelbare Beschädigung und verursachen damit eine Zerstörung des Gegenstandes oder sogar eine Überdruckreaktion mit dem Ergebnis des Fortschleuderns von Teilen, insbesondere Verschlüssen. Diese Beobachtung kann als durch den in dem Gegenstand enthaltenen explosiven Stoff bewirkt fehlinterpretiert werden, was zur Zuordnung zu einer schärferen Reaktionsart führen kann. Der Vergleich der beobachteten Wirkung mit der eines entsprechenden inerten Gegenstandes kann nützlich sein, um die Reaktionsweise des Gegenstandes zu ermitteln.*

ANHANG 9

BALLISTISCHE PRÜFUNG DER ENERGIE VON WURFTEILEN*¹ FÜR PATRONEN FÜR HANDFEUERWAFFEN (UN 0012)

A9.1 Einleitung

Diese Prüfung wird mit Kandidaten für PATRONEN FÜR HANDFEUERWAFFEN (UN 0012) mit einzelnen Patronen durchgeführt und dient dazu zu ermitteln, wie groß die maximal mögliche Energie eines Wurfteils ist, die im Verlauf des Transports durch Auslösung generiert werden könnte. Die Prüfung berücksichtigt ein „worst-case“-Szenario, da die Energie des Wurfteils nicht durch Verpackung abgeschwächt wird und die Patronenhülse in einem festen Widerlager gehalten wird. Es ist nicht erforderlich die Prüfanordnung in der Weise umzukehren, dass die Patronenhülse beschleunigt wird, da Versuche gezeigt haben, dass die Energieübertragung vom Treibmittel auf das Geschoss größer oder gleich der auf die Hülse ist.

A9.2 Prüfgeräte und Materialien

Folgende Gegenstände werden benötigt:

- (a) Eine geeignete Auslösevorrichtung, um Munition auszulösen und
- (b) ein ballistisches Pendel mit einer Auffangeinrichtung für das Geschoss zur Energiebestimmung, oder eine Hochgeschwindigkeitskamera und ein Bildhintergrund mit Maßeinteilung, um die Geschwindigkeit des Geschosses zu ermitteln.

A9.3 Prüfverfahren

Die Prüfung wird mit einzelnen Patronen durchgeführt. Die Patrone wird bestimmungsgemäß über das Anzündhütchen mittels eines Schlagstiftes ausgelöst. Patrone, Auslösevorrichtung und Messeinrichtung werden entlang der Flugbahn so ausgerichtet, dass Parallaxenfehler minimiert werden. Die Prüfung wird dreimal durchgeführt.

A9.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

Die Energie des Geschosses wird entweder über die maximale Auslenkung des ballistischen Pendels bestimmt oder über die Geschwindigkeit (v), diese wird mit der Hochgeschwindigkeitskamera bestimmt, und unter Berücksichtigung der Masse des Geschosses (m) berechnet. Die Energie (E) kann mittels folgender Gleichung berechnet werden:

$$E = \frac{1}{2}mv^2$$

Wenn die Energie des Geschosses 8 J in keinem der Prüfläufe überschreitet, dann kann der Gegenstand in einer geeigneten Verpackung gemäß Abschnitt 3.2 der Modellvorschriften der Eintragung PATRONEN FÜR HANDFEUERWAFFEN (UN 0012) zugeordnet werden.

^{*1} Wurfteile können ganze Gegenstände oder Teile von Gegenständen (z. B. Splitter) sein.

ANHANG 10

STABILITÄTSTESTS FÜR NITROCELLULOSE GEMISCHE

A10.1 Einleitung

A10.1.1 Der Bergmann-Junk-Test und der Methylvioletttest werden verwendet, um zu untersuchen, ob Nitrocellulose-Gemische ausreichend stabil für den Transport sind.

A10.1.2 Der Methylvioletttest ist ein qualitativer Test und bestimmt die Stabilität des Nitrocellulose-Gemisches durch die Farbänderung eines Nachweispapieres (Indikatorpapier) über einen gewissen Zeitraum.

A10.1.3 Der Bergmann-Junk-Test ist ein quantitativer Stabilitätstest, der für alle Arten von Nitrocellulose-Gemischen (NC) anwendbar ist. Die Prüfung bestimmt durch Titration mit Lauge die Menge an NO-Gas pro Gramm NC, welche innerhalb von 2 Stunden bei Erhitzen auf 132 °C entsteht. Der Begriff „NO-Gas“ beinhaltet alle NO-Gase, die bei dem 2-stündigen Erhitzen bei 132 °C entstehen. Der Bergmann-Junk-Test erlaubt eine zuverlässige und reproduzierbare quantitative Bewertung der chemischen Stabilität. Dieser Test ist deshalb die bevorzugte Methode.

A10.2 Bergmann-Junk-Test

A10.2.1 Einleitung

Der Bergmann-Junk-Test ist ein quantitativer Stabilitätstest, der für alle Arten von Nitrocellulose-Gemischen (NC) anwendbar ist. Die Prüfung bestimmt durch Titration mit Lauge die Menge an NO-Gas pro Gramm NC, welche innerhalb von 2 Stunden bei Erhitzen auf 132 °C von 1 (einem) oder 2 (zwei) Gramm NC (bei plastifizierten NC: 3 (drei) Gramm für 1 (eine) Stunde bei 132 °C) entsteht.

A10.2.2 Prüfgeräte und Materialien

A10.2.2.1 Analytische Waage mit einer Genauigkeit von 10 mg oder besser.

A10.2.2.2 Die Bergmann-Junk-Prüfröhrchen bestehen aus Klarglas mit einem Innendurchmesser von ca. 17,5 mm, einem Außendurchmesser von ca. 19,5 mm und einer Länge von 270 mm bis 350 mm, sie sind mit einem Glasaufsatz versehen (Kondensationskammer). Es werden verschiedene geeignete Arten von Glasaufsätzen (Kondensationskammern) kommerziell angeboten (Beispiele siehe Abbildungen A10.1 und A10.2).

A10.2.2.3 Heizbad: Öl- oder geeignetes Flüssigkeitsbad oder ein Metallblock, welches die Temperatur der Prüfröhrchen (Stabilitätsröhrchen) bei 132 °C ± 1 °C oder besser hält. Die Temperatur des Bades ist mit einem kalibrierten Thermometer oder Thermoelement (Genauigkeit 0,1 °C), welches sich in einem der Prüfröhrchen befindet, zu überwachen.

A10.2.2.4 Die folgenden Geräte sind erforderlich:

- (a) 10 cm³ halb-automatische Pipette oder Vergleichbares.

- (b) 250 cm³ Weithals-Erlenmeyer-Kolben.
- (c) 50 cm³ Prüfröhrchen.
- (d) Titrationsbürette 10 ml bis 25 ml; oder eine automatisch arbeitende potentiometrische Titrationsapparatur mit einer pH-Elektrode und einer kalibrierten Bürette der Klasse A.

A10.2.2.5 Natriumhydroxid-Lösung (NaOH-Lösung) mit einer Konzentration von 0,01 mol/l und einer Spezifikation von 0,009998 bis 0,01002 mol/l für die manuelle Titration mit einer Standardbürette oder mit einer Konzentration von 0,1 mol/l für die Titration mit einer automatisch arbeitenden potentiometrischen Titrationsapparatur mit pH-Elektrode und - kalibrierter Bürette der Klasse A. Der Korrekturfaktor (Titer) für die genaue Stoffmengenkonzentration (Molarität) der Natriumhydroxid-Lösung ist zu bestimmen.

A10.2.2.6 Geeignete pH-Indikatoren sind z. B. Methylorange, Methylrot, Methylrot/Metylenblau oder eine R8 B3 farbige Indikatorlösung (Tashiro). Die Lösung besteht aus 1 % Alkohol gemischt mit 8 g Methylrot und 3 g Methylpurpur (falls die manuelle Titration verwendet wird).

A10.2.2.7 Vollständig deionisiertes oder destilliertes Wasser mit einer Leitfähigkeit von < 1 µS/cm (Microsiemens /cm).

A10.2.3 Prüfverfahren

A10.2.3.1 Es werden 1 (ein) oder 2 (zwei) Gramm trockene Nitrocellulose auf 0,01 g genau eingewogen. (*Bei plastifizierter NC werden 3 (drei) Gramm mit einer Genauigkeit von 0,01 g eingewogen*). Der Wassergehalt der Prüfsubstanz muss nach dem Trocknungsprozess und zum Zeitpunkt des Einfüllens in das Röhrchen unter 1 % betragen. (Die gewählten Trocknungsbedingungen müssen sicherstellen, dass eine Zersetzung der Nitrocellulose vermieden wird, z. B. bei 50 °C in einem Vakuumofen). Mit einem Trichter wird diese in das trockene und saubere Röhrchen eingefüllt. Der Bodenbereich wird gründlich abgewischt und der gut mit Silikonfett gefettete Glasaufsatz (Kondensammer) wird aufgesetzt; er kann auch ungefettet sein.

A10.2.3.2 Der kugelförmige Teil des Glasaufsatzes (z. B. Gärröhrchen) wird je nach Typ mit 15 ml bis 50 ml destilliertem Wasser gefüllt. Es muss sichergestellt werden, dass kein Wasser in das Testrohr läuft.

A10.2.3.3 Es ist sicherzustellen, dass das Heizbad eine Temperatur von 132°C ± 1 °C hat, wenn jedes der Teströhrchen in eine der Öffnungen des Bades eingesetzt wird. Die Eintauchtiefe der Teströhrchen hängt von der Art des verwendeten Heizbades ab, muss aber zwischen 110 mm und 220 mm betragen. Der Zeitpunkt des Versuchsbeginns ist zu notieren.

A10.2.3.4 Die Teströhrchen sind zwei Stunden lang auf einer Temperatur von 132 °C ± 1 °C zu halten, es sei denn, es wird eine Rauchbildung beobachtet. Tritt Rauchbildung auf, ist die Prüfung sofort abzubrechen und die Dauer der Heizperiode zu notieren.

A10.2.3.5 Nach zwei Stunden bei 132 °C (*1 Stunde für plastifizierte NC*) wird das Teströhrchen aus dem Bad genommen, in eine Halterung gestellt und hinter einem Schutzschild/-gitter abgekühlt. Während dieser Zeit kann etwas Wasser in das untere

Röhrchen gezogen werden. Nach 30 min Abkühlung wird der Inhalt des Glasaufsatzes in das untere Röhrchen (Teströhrchen) überführt und der Glasaufsatz mit destilliertem Wasser gespült.

A10.2.3.6 Der Inhalt des unteren Röhrchens und das destillierte Wasser für das Spülen (Glasaufsatz/Prüfröhrchen) werden in einen Erlenmeyerkolben überführt. Die Gesamtmenge an Flüssigkeit sollte nicht mehr als 175 ml betragen.

A10.2.3.7 Es wird mit $c_{\text{NaOH}} = 0.01$ mol/l Natriumhydroxid-Lösung titriert bis die Farbe des Indikators umschlägt.

A10.2.3.8 *Berechnungen*



$$V_{\text{NO}} = \frac{c_{\text{NaOH}} \times C_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NO,m}}}{m_{\text{NC}}} = \frac{C_{\text{NaOH}} \times 0,224}{m_{\text{NC}}}$$

wobei:

V_{NO} = Volumen des entwickelten Stickoxids in cm^3/g Nitrocellulose

C_{NaOH} = Konzentration der Natriumhydroxid-Lösung = 0,01 mol/l

C_{NaOH} = Verbrauch an Natriumhydroxid-Lösung in ml.

$V_{\text{NO,m}}$ = Molvolumen von NO-Gas = 22,4 l/mol

m_{NC} = Masse an Nitrocellulose in g

Falls eine Natriumhydroxid-Lösung mit einer Konzentration $c_{\text{NaOH}} = 0,1$ mol/l verwendet wird, ist die Formel:

$$V_{\text{NO}} = \frac{C_{\text{NaOH}} \times 2,24}{m_{\text{NC}}}$$

Die Berechnung basiert auf der Annahme, dass sich Stickoxid als NO entwickelt und dass NO ein ideales Gas ist. Basierend auf dem idealen Gasgesetz nimmt 1 Mol eines idealen Gases ein Volumen von 22,4 l ein.

Die vollständige Abwesenheit von Säuren im Wasser wird durch einen Vortest (Mock-Test) überprüft; gegebenenfalls ist der beim Vortest ermittelte Wert abzuziehen.

Auch können aliquote Anteile von NO-Gas enthaltenem Wasser verwendet werden, was jedoch unterschiedliche Faktoren in der Formel zur Folge hat.

A10.2.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

A10.2.4.1 Das Ergebnis wird als "+" bewertet und der Stoff wird als instabil eingestuft, wenn die abgegebene Menge an NO-Gas größer als 2,5 ml/g NC ist. Wenn

die abgegebene Menge an NO-Gas kleiner oder gleich 2,5 ml/g NC ist, wird das Ergebnis als "-" bewertet und der Stoff als stabil eingestuft.

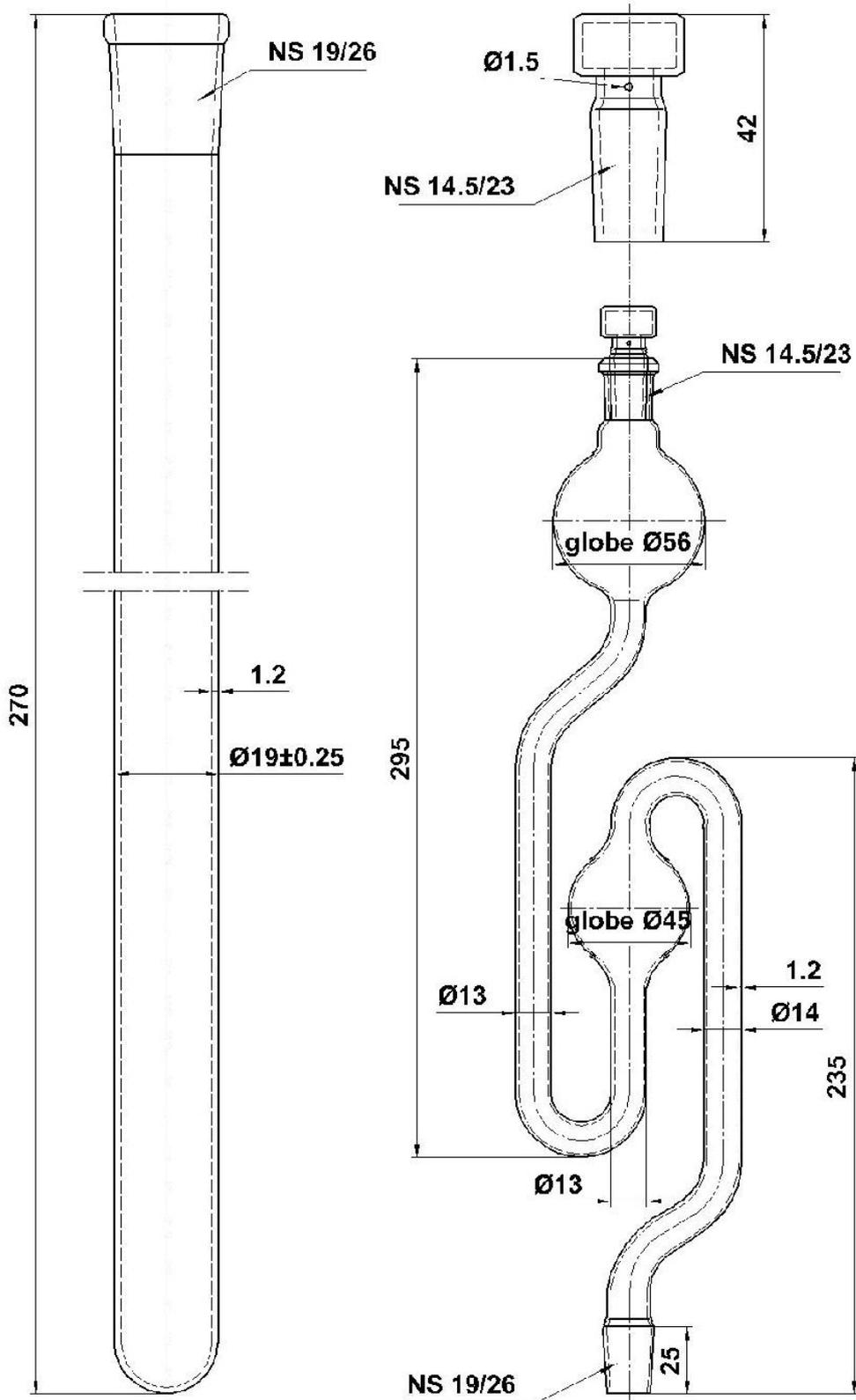
A10.2.5 Ergebnisbeispiele

| Menge an NO-Gas/g NC | Result |
|----------------------|--------|
| 2.6 ml | + |
| 2.5 ml | - |

Abbildung A10.1: Glasaufsatz (Kondensationskammer) Bergmann-Junk-Test Beispiel 1



**Abbildung A10.2: Glasaufsatz (Kondensationskammer) Bergmann-Junk-Test
Beispiel 2**



A10.3 Methylviolettpapier-Test (134,5°C-Wärmeprüfung)

A10.3.1 Einleitung

Die Stabilität von Nitrocellulose wird geprüft, indem die Farbänderung eines Nachweispapiers (Indikatorpapier) über einen bestimmten Zeitraum untersucht wird.

A10.3.2 Prüfgeräte und Materialien

A10.3.2.1 Prüfgeräte

Die folgenden Geräte und Ausrüstungen sollen für die 134,5 °C-Wärmeprüfung (Methylviolettpapier-Test) verwendet werden:

- (a) Analytische Waage mit einer Genauigkeit von 0,01 g oder besser.
- (b) Heizbad: Wasser-Ethylenglycol-Bad, Ölbad, oder Metallblockofen, der in der Lage ist, die Temperatur des Prüfröhrchens (Stabilitätsröhrchen) auf $134,5 \pm 0,5^\circ\text{C}$ zu halten. Die Badtemperatur ist mit einem kalibrierten Thermometer oder Thermoelement (Genauigkeit $0,1^\circ\text{C}$), welches sich in einem mit einem inerten Material (z. B. Sand) gefüllten Prüfröhrchen befindet, zu überprüfen. Das Prüfröhrchen wird in eine der Tauchhülsen plaziert. Der Innendurchmesser jeder Schutzhülse beträgt $19 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$. Die Eintauchtiefe der Prüfröhrchen ist so, dass nicht mehr als 6 mm bis 7 mm der Prüfröhrchen über das Heizbad hinausragen.
- (c) Die Prüfröhrchen bestehen aus Klarglas mit einem Innendurchmesser von ca. 15 mm; einem Außendurchmesser von ca. 18 mm; und einer Länge von ca. 290 mm.
- (d) Ein Pulvertrichter aus Metall oder leitfähigem Kunststoff mit einem langen Hals (um elektrostatisch Aufladung zu vermeiden).
- (e) Korke, die jeweils eine Entlüftungsloch mit einem Durchmesser von 4 mm (oder eine Kerbe mit gleicher Fläche) enthalten.

A10.3.2.2 Materialien

A10.3.2.2.1 Es werden $2,50 \pm 0,01 \text{ g}$ der Probe an trockener Nitrocellulose eingewogen. Der Wassergehalt der Prüfsubstanz muss nach dem Trocknungsprozess und zum Zeitpunkt des Einfüllens in das Röhrchen unter 1 % betragen. Die gewählten Trocknungsbedingungen müssen sicherstellen, dass eine Zersetzung der Nitrocellulose vermieden wird, z. B. bei 50°C in einem Vakuumofen.

A10.3.2.2.2 Standardisierte Indikator Methylviolett-Testpapiere mit einer Länge von $70 \text{ mm} \pm 1,0 \text{ mm}$ und einer Breite von $20 \text{ mm} \pm 0,6 \text{ mm}$ werden entsprechend dem folgendem Verfahren hergestellt und geprüft:

A10.3.2.2.2.1 Herstellung der Indikatorlösung

Herstellung von 100 ml Indikatorlösung (Hinweis: falls andere Mengen benötigt werden, können diese unter Beibehaltung der Mengenverhältnisse hergestellt werden):

0,250 g basisches Rosanilin (CAS-Nummer 362-99-5, Fuchsin) werden in einer Porzellanschale eingewogen und ca. 10 ml einer analytisch reinen Essigsäure hinzugefügt. Die Schale wird in einem Wasserbad erhitzt bis der gesamte Überschuss an Säure entfernt ist. In einem 100 ml Messzylinder werden 0,168 g Kristallviolett (Nummer 548-62-9) in 30 ml hochreinem Wasser gelöst und 5,0 g Glycerin (analytisch rein) hinzugegeben. Der Inhalt der Porzellanschale wird mit Ethanol (mindestens 95 % V/V) in den Messzylinder gegeben, so dass 100 ml Lösung entsteht. Die Lösung wird gründlich gemischt.

A10.3.2.2.2.2 Herstellung von Methylviolettpapier

Es werden Papierbögen vorbereitet indem Filterpapiere (vergleichbar mit Whatman 597, typischerweise 580 mm x 580 mm mit einem Flächengewicht von 8,5 mg/cm²) in quadratische Stücke geschnitten werden, die in eine Schale mit niedrigen Rand passen. Die Schale muss groß genug sein, um einen geschnittenen Papierbogen (Schnittgröße üblicherweise 290 mm x 290 mm) aufzunehmen. Unter einem Abzug wird die Methylviolettlösung in die Schale mit dem niedrigen Rand gegossen. Jeder geschnittene Papierbogen wird einzeln für 30 Sekunden vollständig in die Lösung getaucht. Danach wird der herausgenommen und senkrecht gedreht, bis keine Lösung mehr abtropft (überschüssiger Alkohol verdunstet in etwa einer Minute). Der Bogen wird über Nacht zum Trocknen in einem Raum aufgehängt, der frei von schädlichen Dämpfen ist.

Nach dem Trocknen werden die Bögen in eine Größe von (70 ± 1,0) mm Länge und (20 ± 0,6) mm Breite geschnitten. Nach der Zertifizierung werden diese Streifen in fest verschlossenen Braunglasflaschen oder undurchsichtigen Kunststoffflaschen mit maximal 200 Streifen pro Flasche aufbewahrt. Die Flasche ist geschlossen zu halten, bei Raumtemperatur zu lagern und jederzeit vor direktem Licht zu schützen, außer zur kurzen Entnahme der Indikatorpapiere.

A10.3.2.2.2.3 Zertifizierung des Methylviolettpapiers

A10.3.2.2.2.3.1 Bei mindestens einem Papier aus jeder Flasche (mit maximal 200 Stück) ist der Wassergehalt zu prüfen. Der Wassergehalt soll nach der Trocknung im Ofen zwischen 7,5 % und 15 % Wasser liegen. Falls erforderlich kann das Papier wieder befeuchtet werden, indem es in eine Kammer mit einer kontrollierten relativen Luftfeuchtigkeit von 60 % bis 80 % aufbewahrt wird, bis der korrekte Wassergehalt erreicht ist.

A10.3.2.2.2.3.2 Um sicherzustellen, dass die Reaktivität des Methylviolettpapiers akzeptabel ist, muss mindestens ein Papier aus jeder Flasche (mit maximal 200 Stück) mit Stickstoffdioxid-Gas mit einer bekannten Konzentration in Luft zwischen 1500 ppm und 2500 ppm (V/V) getestet werden. Das Gas kann bereits verdünnt und zertifiziert sein oder es wird durch Verdünnung aus reinem Stickstoffdioxid gewonnen. Die Gaskonzentration muss mit einer Genauigkeit von ± 2,5 % bekannt sein.

A10.3.2.2.2.3.3 Ausgehend von der Konzentration an Stickstoffdioxid-Gas ergibt sich für einen auf 55 min festgelegten Endpunkt die erforderliche Durchflussrate wie folgt:

Durchflussrate (ml/min) = 83636 / Gaskonzentration in ppm (V/V) des Stickstoffdioxid-Gases.

A10.3.2.2.3.4 Die Durchflussrate muss mit einer Genauigkeit von $\pm 1,5$ ml/min des berechneten Wertes während der Zertifizierung des Papiers eingehalten werden. Das Papier wird mit dem standardisierten Gas in einer zylindrischen Durchflusszelle von ca. 30 ml, indem sich ein Papier befindet, geprüft (der Durchmesser der Durchflusszelle entspricht in etwa der Breite des Methylviolett-papiers). Der Endpunkt ist erreicht, wenn das Papier nach 55 min ± 7 min vollständig lachsrosa ist.

A10.3.2.2.3.5 Nur die Chargen, die diese 2 Kriterien (Wassergehalt und Reaktionszeit) erfüllen, werden als zertifiziertes Methylviolett-papier betrachtet. Das Papier ist bei Raumtemperatur und im Dunklen zu lagern. Die maximale Haltbarkeitsdauer der Indikatorpapiere in einer verschlossenen Flasche beträgt 5 Jahre. Sobald die Flasche geöffnet ist, reduziert sich die Haltbarkeit des Flascheninhalts auf ein Jahr. Nach einem Jahr ist der Wassergehalt des Papiers zu überprüfen und ggf. anzupassen. Die Flasche mit den überprüften Indikatorpapieren ist dann wiederum ein Jahr haltbar. Unter keinen Umständen darf die Haltbarkeit des Indikatorpapiers nach der Herstellung über 5 Jahre hinaus verlängert werden.

A10.3.3 Prüfverfahren

A10.3.3.1 Die Probe und das Innere des Teströhrchens dürfen nicht mit bloßen Händen angefasst werden. Es sind zwei Tests durchzuführen. Wenn sich das Ergebnis der beiden Tests um mehr als 5 Minuten unterscheidet, dann ist eine weitere Wiederholung notwendig.

A10.3.3.2 Zwei Portionen der Probe an trockener Nitrocellulose von je $2,5 \pm 0,01$ g werden in die Stabilitätstest-röhrchen überführt, vorzugsweise mit einem Pulvertrichter. Jedes Röhrchen wird leicht geklopft, um das Material abzusetzen. Jegliches Material, das an den Seiten der Röhrchen haftet, wird nach unten gebürstet. Wenn die Füllhöhe der Nitrocellulose höher als 5 cm ist, muss sie mit einem Stab, der einen flachen Kopf hat, auf diese Höhe zusammengedrückt werden. In jedes Röhrchen wird ein Testpapierstreifen senkrecht gestellt, wobei sich das untere Ende des Streifens 25 mm über der Probe befindet. Dann wird jedes Röhrchen mit einem Korken verschlossen. Die beiden Röhrchen werden in das Bad gestellt und auf einer Temperatur von $134,5 \pm 0,5^\circ\text{C}$ gehalten.

A10.3.4 Prüfkriterien und Bewertung der Ergebnisse

A10.3.4.1 Zur Bestimmung der Testzeit werden die Testpapiere nach den ersten 20 min im Bad und danach in 5-minütigen Abständen betrachtet. Für jede Untersuchung der Testpapiere werden die Röhrchen zur Hälfte aus dem Bad gehoben, der Farbwechsel der Testpapiere beobachtet und schnell wieder eingesetzt.

A10.3.4.2 Wenn sich das Testpapier in einem beliebigen Röhrchen vollständig lachsrosa verfärbt hat, gilt der Test als abgeschlossen.

A10.3.4.3 Anschließend wird die Testzeit notiert (wenn z. B. das violette Papier die Farbe nicht vollständig in 25 min gewechselt hat, aber ein vollständiger Wechsel in 30 min stattgefunden hat, wird die Testzeit als 30 min notiert). Der Test wird beendet, wenn der Endpunkt (vollständige Färbung des Streifens in Lachsrosa) bei einem der Papiere erreicht ist.

A10.3.4.4 Das Testergebnis wird als "+" gewertet und die Substanz wird als instabil eingestuft, wenn sich das Testpapier in weniger als 30 min vollständig verfärbt. Wenn der Farbwechsel länger als 30 min dauert, ist das Ergebnis "-" und die Substanz wird als stabil eingestuft.

A10.3.5 Ergebnisbeispiele

| Zeit | Ergebnis |
|-------------|-----------------|
| 25 min | + |
| 35 min | - |

ANHANG 11

ZUSAMMENSTELLUNG DER KLASSIFIZIERUNGSERGEBNISSE VON INDUSTRIELLER NITROCELLULOSE FÜR DIE LIEFERKETTE UND VERWENDUNGZWECKE NACH KAPITEL 2.17 DES GHS; WELCHE FÜR DIE EINSTUFUNG INDUSTRIELLER NITROCELLULOSEPRODUKTE VERWENDET WERDEN KÖNNEN

A11.1 Anforderung an die Verwendung der Prüfergebnisse für die Einstufung von industriellen Nitrocelluloseprodukten.

A11.1.1 Die Prüfergebnisse in diesem Anhang können nur für die Klassifizierung von industriellen Nitrocelluloseprodukten verwendet werden, die in Kartons (4G) oder Fässern (1G) aus Pappe gemäß Verpackungsanweisung P406 verpackt sind. Sie können nicht für andere druckfestere Verpackungen wie Stahlfässer verwendet werden.

A11.1.2 Die Prüfergebnisse in dieser Anlage können nur für industrielle Nitrocelluloseprodukte verwendet werden, die die Prüfanforderungen des Bergmann-Junk-Tests hinsichtlich der thermischen Stabilität erfüllen, indem nachgewiesen wurde, dass die während der Prüfung bei 132 °C abgegebene Menge an nitrosen Dämpfen nicht mehr als 2,5 ml/g NO beträgt. Der Bergmann-Junk-Stabilitätstest ist in Anlage 10 beschrieben.

A11.2 Prüfergebnisse

A11.2.1 Alle industriellen Nitrocelluloseprodukte weltweit können durch ihren Stickstoffgehalt und ihrer Norm-Viskosität (gemäß ISO 14446) charakterisiert werden und sind somit vergleichbar. Auf Grundlage dieser beiden Verfahren werden die Prüfergebnisse in den folgenden Tabellen dargestellt. Es ist dabei zu beachten, dass die Norm-Viskositäten auch für die Veröffentlichung der Lagergruppenklassifizierungen verwendet werden, wobei die Lagergruppenklassifizierung für die Lagerung von industrieller Nitrocellulose in Lagern gilt.

A11.2.2 Auf Basis ihres Stickstoffgehaltes werden drei Typen von industriellen Nitrocelluloseprodukten definiert:

- (a) E-Typen sind esterlösliche Produkte mit einem Stickstoffgehalt von 11,8 bis 12,3 %;
- (b) M-Typen sind mittellösliche Produkte mit einem Stickstoffgehalt von 11,3 bis 11,8 %;
- (c) A-Typen sind alkohollösliche Produkte mit einem Stickstoffgehalt von 10,7 bis 11,3 %.

Die Prüfergebnisse wurden entsprechend in 3 separaten Tabellen (A11.1 bis A11.3) zusammengefasst.

A11.2.3 In der ersten Spalte der Tabellen sind die Typen der industriellen Nitrocellulose angegeben, die gemäß ISO 14446 durch eine Kombination aus zwei Elementen charakterisiert sind:

- (a) Eine 1- oder 2-stellige Zahl, welche die Konzentration der Nitrocelluloselösung mit der geforderten Viskosität von 400 ± 25 mPa.s angibt; und
- (b) einem Buchstaben, der das Lösemittel angibt, in welchem das Nitrocelluloseprodukt löslich ist.
 - (i) E steht für esterlöslich;
 - (ii) M steht für mittellöslich;
 - (iii) A steht für alkohollöslich.

Zum Beispiel wird für die Nitrocellulose Typ 4E in der ersten Tabelle bei einer Konzentration von 4 % eine Viskosität von 400 ± 25 mPa.s erreicht.

Die Viskositäten werden in einem Lösungsmittelgemisch von 95 % Aceton/5 % Wasser mit einem Höppler-Viskosimeter gemessen. Historisch wurden industrielle Nitrocellulose-Typen nur für eine Reihe von Norm-Viskositäten und nicht für alle Norm-Viskositäten entwickelt. Da es technisch möglich ist, Produkte mit allen Norm-Viskositäten herzustellen, wurden alle relevanten Norm-Viskositäten in die Tabellen eingetragen, aber einige Zellen in den Tabellen bleiben deshalb leer.

A11.2.4 Die Ergebnisse der Versuche werden bezogen auf den Anteil an dem Phlegmatisierungsmittel Isopropanol (IPA), Ethanol (ETH), Butanol (BUT) and Wasser sowie bei den NC-Chips mit Weichmachern dargestellt.

A11.3 Zusammenstellung der Einstufung in Kategorien für NC-Normtypen gemäß GHS Kapitel 2.17 desensibilisierte explosive Stoffe^{a)}

Tabelle A11.1: Teil der esterlöslichen E-Typen mit einem Stickstoffgehalt von 11,8 bis 12,3 %

| NC-Typ | IPA 35 % | IPA 30 % | ETH 35 % | ETH 30 % | BUT 35 % | BUT 30 % | Wasser 35 % | NC-Chips mit 20 % Weichmacher |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|-------------|-------------------------------|
| 3E | | | | | | | | |
| 4E | 1 (330) | 1 (760) | 3 | 3 | 1 (530) | 1 (540) | | 1 (1115) |
| 5E | | | | | | | | |
| 6E | 2 | | 3 | | 1 (390) | | | 1 (1115) |
| 7E | 2 | 1 (430) | 3 | 3 | 1 (320) | 1 (420) | | 1 (1115) |
| 8E | 2 | | 3 | | 2 | 1 (420) | | 1 (1115) |
| 9E | 2 | 1 (330) | 3 | 3 | 2 | 1 (420) | | 1 (1115) |
| 10E | 2 | | 3 | | 2 | | | 1 (1115) |
| 11E | | | | | | | | |
| 12E | 3 | 2 | 4 | 3 | 2 | 1 (330) | 4 | 1 (1115) |
| 13E | 3 | | 4 | | 2 | | | 1 (1115) |
| 14E | | | | | | | | |
| 15E | 3 | 2 | 4 | 3 | 2 | 2 | | 1 (1115) |
| 16E | | | | | | | | |
| 17E | | | | | | | | |
| 18E | 3 | | 4 | | 3 | | | 1 (1115) |
| 19E | | | | | | | | |
| 20E | 3 | 3 | 4 | 3 | 3 | | | 1 (1115) |
| 21E | | | | | 3 | 3 | | 1 (1115) |
| 22E | 3 | 3 | 4 | 3 | 3 | 3 | 4 | 1 (1115) |
| 23E | 3 | 3 | 4 | | 3 | | 4 | 1 (1115) |
| 24E | 3 | 3 | 4 | 3 | 3 | 3 | | 1 (1115) |
| 25E | 3 | 3 | 4 | 3 | 3 | 3 | 4 | 1 (1115) |
| 26E | | | | | | | | |
| 27E | 3 | 3 | 4 | 3 | 3 | 3 | | 1 (1115) |
| 28E | 3 | 3 | 4 | | 3 | | | |
| 29E | | | | | | | | |
| 30E | | | | | 3 | 3 | | |
| 31E | 3 | | 4 | | | | | 1 (1115) |
| 32E | 3 | 3 | 4 | 3 | 3 | 3 | | 1 (1115) |
| 33E | | | | | | | | |
| 34E | 4 | 3 | 4 | 3 | 3 | | | 1 (1115) |
| 35E | | | | | | | | |
| 36E | | | | | | | | |
| 37E | | | | | | | | |
| 38E | | | | | | | | |

^{a)}Quelle: Von der BAM durchgeführte Prüfungen von 1981 bis 2011.

Tabelle A11.2: Teil der mittellöslichen M-Typen mit einem Stickstoffgehalt von 11,3 bis 11,8 %

| NC-Type | IPA 35 % | IPA 30 % | ETH 35 % | ETH 30 % | BUT 35 % | BUT 30 % | Wasser 35 % | NC-Chips mit 20 % Weichmacher |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|--------------------|--------------------------------------|
| 12M | | | | | 3 | | | |
| 13M | | | | | | | | |
| 14M | 3 | 3 | 4 | 3 | | | | 1 (1115) |
| 15M | | | | | 3 | 2 | | |
| 16M | | | | | | | | |
| 17M | 3 | 3 | 4 | 3 | 3 | | | 1 (1115) |
| 18M | 3 | 3 | 4 | 3 | 3 | | | 1 (1115) |
| 19M | | | | | | | | |
| 20M | | | | | | | | |
| 21M | 3 | 3 | 4 | 4 | 3 | | | 1 (1115) |
| 22M | | | | | | | | |
| 23M | | | | | | | | |
| 24M | | | | | 3 | 3 | | |
| 25M | | | | | 3 | 3 | | |
| 26M | | | | | | | | |
| 27M | 4 | 3 | 4 | 4 | 3 | 3 | 4 | 1 (1115) |
| 28M | | | | | | | | |
| 29M | | | | | | | | |
| 30M | | | | | 3 | 3 | | |
| 31M | | | | | | | | |
| 32M | | | | | 3 | 3 | | |
| 33M | | | | | | | | |
| 34M | 4 | 3 | 4 | 4 | 4 | | | 1 (1115) |

Tabelle A11.3: Teil der alkohollöslichen A-Typen mit einem Stickstoffgehalt von 10,7 to 11,3 %

| NC-Typ | IPA 35 % | IPA 30 % | ETH 35 % | ETH 30 % | BUT 35 % | BUT 30 % | Wasser 35 % | NC-Chips mit 20 % Weichmacher |
|---------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|--------------------|--------------------------------------|
| 7A | | | | | | | | |
| 8A | | | | | | | | |
| 9A | 4 | 3 | 4 | 3 | 3 | | | 1 (1115) |
| 10A | | | | | | | | |
| 11A | | | | | | | | |
| 12A | | | | | | | | |
| 13A | | | | | | | | |
| 14A | | | | | | | | |
| 15A | 4 | 3 | 4 | 3 | 4 | 2 | | 1 (1115) |
| 16A | | | | | | | | |
| 17A | | | | | | | | |
| 18A | | | | | | | | |
| 19A | | | | | | | | |
| 20A | | | | | | | | |
| 21A | | | | | | | | |
| 22A | | | | | | | | |
| 23A | 4 | 3 | 4 | 4 | 4 | | | 1 (1115) |
| 24A | | | | | 4 | 3 | | |
| 25A | | | | | 4 | 3 | | |
| 26A | | | | | | | | |
| 27A | 4 | 3 | 4 | 4 | 4 | 3 | | 1 (1115) |
| 28A | | | | | | | | |
| 29A | | | | | | | | |
| 30A | 4 | 3 | 4 | 4 | 4 | 3 | 4 | 1 (1115) |
| 31A | 4 | 3 | 4 | 4 | | | | 1 (1115) |
| 32A | 4 | 3 | 4 | 4 | 4 | 3 | | |
| 33A | | 3 | 4 | | | | | 1 (1115) |
| 34A | | | | | | | | |
| 35A | | | | | | | | |