

A. Preizkusi za vnetljive tekočine razredov 3, 6.1 in 8

Preizkus za določitev plamenišča

3300

- (1) Plamenišče se določi z eno od naslednjih naprav:
 - (a) Abel
 - (b) Abel-Pensky
 - (c) Tag
 - (d) Pensky-Martens
 - (e) z napravami v skladu z ISO 3679: 1983 ali ISO 3680: 1983.
- (2) Za določitev plamenišča barv, lepil ali podobnih viskoznih proizvodov, ki vsebujejo topila, se lahko uporabijo le naprave in preizkusne metode, ki so primerne za določitev plamenišča viskoznih tekočin in ustrezajo naslednjim standardom:
 - (a) ISO 3679: 1983
 - (b) ISO 3680: 1983
 - (c) ISO 1523: 1983
 - (d) DIN 53213: 1978, 1. del.

3301

- (1) Preizkusni postopek mora biti v skladu z metodo uravnoteženosti ali z metodo neuravnoteženosti.
- (2) Postopek z metodo uravnoteženosti se izvaja po:
 - (a) ISO 1516: 1981
 - (b) ISO 3680: 1983
 - (c) ISO 1523: 1983
 - (d) ISO 3679: 1983.
- (3) Postopek z metodo uravnoteženosti se izvaja:
 - (a) z napravo Abel po:
 - (i) BS 2000: 1995, del 170
 - (ii) NF MO7-011: 1988
 - (iii) NF T66-009: 1969;
 - (b) z napravo Abel-Pensky po:
 - (i) DIN 51755: 1974, del 1 (za temperature od 5°C do 65°C)
 - (ii) DIN 51755: 1978, del 2 (za temperature pod 5°C)
 - (iii) NF MO7-036: 1984;
 - (c) z napravo Tag po: ASTM D 56: 1993;

3301
(nadalj.)

(d) z napravo Pensky-Martens po:

- (i) ISO 2719: 1988
- (ii) EN 22719: 1994 v nacionalni izdaji (npr. BS 2000, del 404/EN 22719)
- (iii) ASTM D 93: 1994
- (iv) standardu Institute of Petroleum IP 34: 1988.

(4) Preizkusni postopki, navedeni v odstavkih (2) in (3), se uporabijo samo za plamenišča, ki so navedena v posameznih metodah. Pri izbiri ustrezne metode se mora upoštevati možnost kemične reakcije med snovjo in posodo, v kateri je vzorec. Napravo je treba zaradi varnosti postaviti na mesto brez prepiha. Za organske perokside, snovi, ki se razkrojijo same (znane tudi kot »energetiki«), in strupene snovi se zaradi varnosti lahko preizkušajo le majhni vzorci, velikosti približno 2 ml.

(5) Če se pri metodi neuravnoteženosti iz odstavka (3) ugotovi, da je plamenišče $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ali $61^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, se mora za vsako temperaturno območje rezultat potrditi z metodo uravnoteženosti iz odstavka (2).

3302

Če je uvrstitev vnetljive tekočine sporna, velja številka uvrstitve, ki jo je predlagal pošiljatelj, če pri ponovnem preizkusu plamenišča vrednost ne odstopa za več kot 2°C od mejnih vrednosti 23°C in 61°C , navedenih v obr. št. 2301. Če je odstopanje večje od 2°C , se opravi ponovni preizkus, pri čemer velja najnižja od izmerjenih vrednosti pri ponovnih preizkusih.

Preizkus za določanje količine peroksida

3303

Količina peroksida za tekočine se določi takole:

Količino »p« (približno 5g, tehtano na 0,01g natančno) tekočine, ki jo je treba preizkusiti, vlijemo v Erlenmeyerjevo steklenico, dolijemo 20 cm^3 anhidrida očetne kisline in približno 1g trdnega kalijevega jodida v prahu ter mešamo. Po 10 minutah se tekočina v treh minutah segreje na 60°C , potem pustimo, da se 5 minut hladi in dolijemo 25 cm^3 vode. Čez pol ure sproščeni jod titriramo z $0,1\text{ N}$ raztopine natrijevega tiosulfata brez dodatka indikatorja. Popolno razbarvanje opozori na konec reakcije. Če izmerimo porabljeno količino raztopine tiosulfata "n" v cm^3 , dobimo količino peroksida v odstotkih (računano kot H_2O_2) po formuli:

$$\frac{7.n}{100.p}$$

Preizkus gorljivosti

3304

(1) S tem postopkom ugotavljamo, ali snov samodejno zgori, če jo segrejemo pod določenimi pogoji in izpostavimo zunanjemu viru vžiga.

(2) *Osnova preizkusa:* kovinski blok s konkavno poglobitvijo (zaradi izvajanja preizkusa) se segreje na določeno temperaturo. Določeno količino preizkusnega vzorca vlijemo v to konkavno odprtino. Približamo standardizirani plamen, ga nato odmaknemo in ugotovimo, ali snov samodejno zgori.

3304
(nadalj.)

(3) *Naprava za preizkušanje:* Uporabi se blok iz aluminijeve zlitine ali druge nerjaveče kovine z veliko toplotno prevodnostjo. Blok ima konkavno vdolbino in vrtino, v kateri je termometer. Na blok se pritrdi vrtljiv plinski gorilnik. Ročaj in priključki gorilnika se lahko namestijo pod poljubnim kotom glede na gorilnik. Slika 1 prikazuje primerno preizkusno napravo, ustrezne mere pa so na slikah 1 in 2.

Potrebna je naslednja oprema:

- (a) *merilo*, s katerim preverimo, če je višina osi šobe gorilnika nad zgornjim robom preizkusne posode 2,2 mm (glej sliko 1);
 - (b) *steklen živosrebov termometer* za uporabo v vodoravnem položaju, z občutljivostjo najmanj 1mm/° C, ali druga naprava za stalno merjenje temperature enake občutljivosti, ki omogoča odčitavanje po 0,5° C. Ko je termometer vstavljen v blok, moramo njegovo posodo obdati s termoplastičnim materialom, ki prevaja toploto;
 - (c) *grelna plošča* z regulatorjem temperature (drugi sistemi z regulatorjem temperature se lahko uporabijo za segrevanje kovinskega bloka);
 - (d) *štoparica* ali druga ustreza naprava za merjenje časa;
 - (e) *injekcijska brizgalka*, ki omogoča, da se prostornina 2 ml tekočine napolni z natančnostjo $\pm 0,1$ ml; in
 - (f) *gorivo*: butan.
- (4) *Vzorčenje:* vzorec mora biti značilen za snov, ki se preizkuša. Dati in hraniti ga je treba v zaprti neprepustni posodi. Za preprečevanje izhlapevanje mora biti postopek za zagotavljanje homogenosti čim krajši. Po vsakem odvzemu vzorca moramo posodo takoj zapreti. Če posoda ni bila pravilno zaprta, je treba uporabiti popolnoma nov vzorec.
- (5) *Preizkusni postopek:* preizkus je treba opraviti trikrat.

OPOZORILO - Zaradi nevarnosti eksplozije se ta preizkus ne sme opraviti v majhnem zaprtem prostoru.

- (a) Napravo za preizkušanje moramo postaviti v slabo osvetljen prostor brez prepiha (glej opozorilo), da sta tlenje ali plamen bolj vidna.
- (b) Kovinski blok je treba postaviti na grelno ploščo (ali pa ga ogreti z drugo primerno napravo), tako da se njegova temperatura, ki jo pokaže v bloku nameščen termometer, vzdržuje na predpisani vrednosti z odstopanjem $\pm 1^\circ$ C. Preizkusna temperatura je 60,5/75° C [glej (h)]. Če zračni tlak odstopa od običajnega (101,3 kPa), se preizkusna temperatura za vsake 4 kPa tlačne razlike za 1° pri višjem tlaku zviša, pri nižjem pa zniža. Preveriti je treba, ali je površina kovinskega bloka v popolnoma vodoravnem položaju. Z merilom se preveri, ali je šoba gorilnika v preizkusnem položaju 2,2 mm nad zgornjim robom vdolbine.

3304
(nadalj.)

- (c) Butanski plinski gorilnik se odstrani iz preizkusnega položaja (položaj "zunaj") in prižge. Plamen mora biti visok od 8 do 9 mm, s premerom približno 5 mm.
- (d) Z injekcijsko brizgalko se iz posode vzame najmanj 2 ml vzorca, nato se v vdolbino naprave hitro vbrizga $2 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ vzorca in sproži štoparica.
- (e) Po 60-sekundnem segrevanju se predvideva, da je vzorec dosegel stalno temperaturo. Če se vzorec ni vnel, je treba plamen plinskega gorilnika namestiti v preizkusni položaj nad tekočino. V tem položaju ga je treba držati 15 sekund in potem prestaviti nazaj v položaj "zunaj", pri čemer je treba opazovati obnašanje vzorca. Plamen plinskega gorilnika mora biti prižgan med celotnim preizkusom.
- (f) Pri vsakem preizkusu je treba opazovati in zapisovati:
 - (i) ali se vzorec vžge in samodejno zgori, preden se plinski gorilnik namesti v preizkusni položaj;
 - (ii) ali se vzorec vžge, ko je plamen plinskega gorilnika v preizkusnem položaju, in če se, koliko časa gori, potem ko se plamen vrne v položaj "zunaj".
- (g) Če s postopkom iz odstavka (6) ugotovimo, da vzorec ni samodejno zgorel, je treba vse preizkuse ponoviti z novimi vzorci, vendar s 30-sekundnim segrevanjem.
- (h) Če s postopkom iz odstavka (6) ugotovimo, da pri preizkusni temperaturi $60,5^{\circ} \text{C}$ vzorec ni samodejno zgorel, je treba vse preizkuse ponoviti z novimi vzorci, vendar pri preizkusni temperaturi 75°C .

(6) **Razlaga ugotovitev:** Po preizkusu se snov uvrsti med samodejno ali nesamodejno gorljive snovi, če so vsaj na enem od vzorcev v enem od časov segrevanja pojavijo naslednje reakcije:

- (a) vzorec se vžge in gori samodejno, medtem ko je plamen plinskega gorilnika v položaju "zunaj";
- (b) vzorec se vžge, potem ko je bil plamen plinskega gorilnika 15 sekund v preizkusnem položaju, in gori več kot 15 sekund samodejno naprej, potem ko je plamen plinskega gorilnika spet v položaju "zunaj".

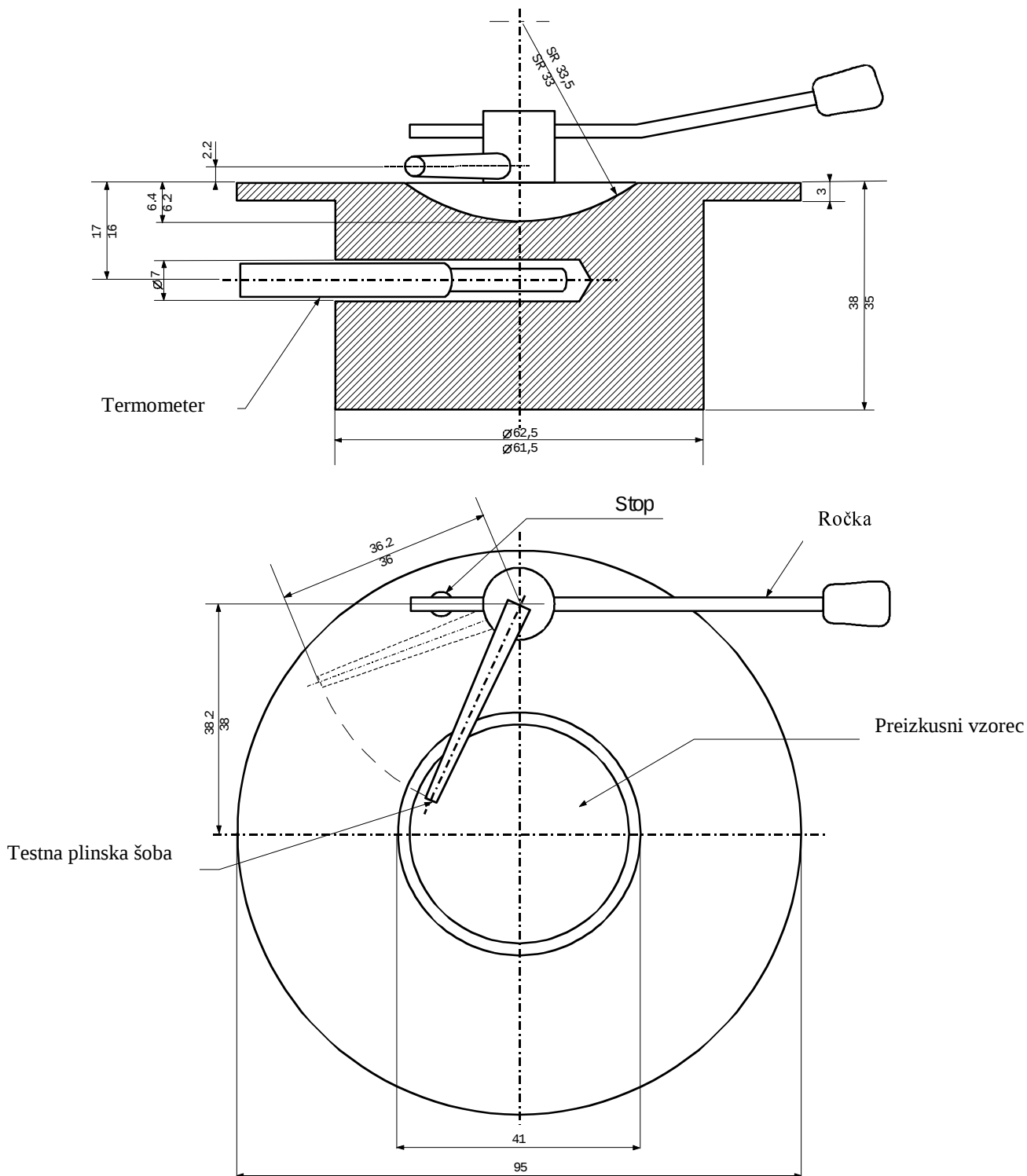
Kratkotrajno vzplamtenje se ne šteje kot samodejno izgorevanje. Na splošno se lahko po preteku predpisanih 15 sekundah ugotovi, ali je izgorevanje prenehalo ali pa se nadaljuje. V dvomljivih primerih se snov označi kot samodejno gorljiva.

- (c) snovi veljajo kot samodejno negorljive, če je njihovo vnetišče po standardu ISO 2592:1973 nad 100°C ali gre za raztopine, ki se mešajo z vodo in vsebujejo več kot 90 masnih odstotkov vode.

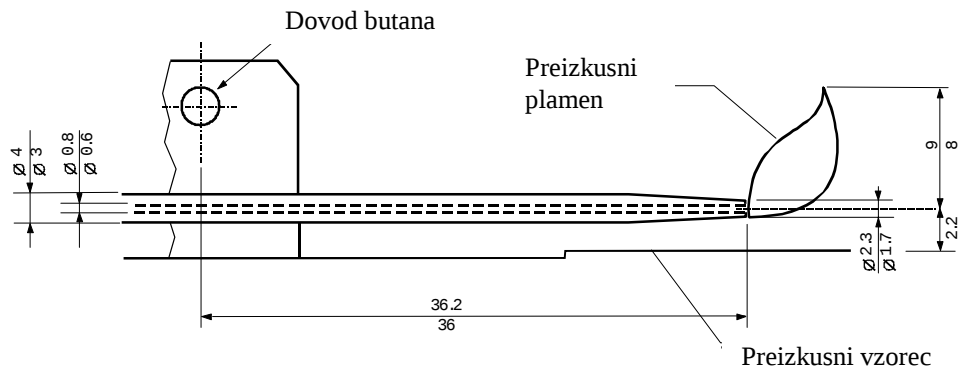
3305-
3309

Dodatek A.3

Oblika in mere naprave za določanje gorljivosti vnetljivih tekočin



Slika 1: Naprava za določanje gorljivosti tekočin (mere so v mm)



Slika 2: Testna plinska šoba in plamen (mere so v mm)

B. Preizkus židkosti

3310 Za preizkus židkosti tekočin ali viskoznosti snovi in zmesi razreda 3 ter pastoznih snovi razreda 4.1 se uporabi naslednji postopek:

(a) *Preizkusna naprava*

Penetrometer ISO 2137-1985 z vodilno palico $47,5 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$;

Preluknjana plošča iz duraluminija s stožčastimi vrtnami in z maso $102,5 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ (glej sliko 3);

Penetracijska posoda z notranjim premerom od 72 do 80 mm za vzorec.

(b) *Preizkusni postopek*

Vzorec vsaj pol ure pred meritvijo nalijemo v penetracijsko posodo. Posoda se tesno zapre in do meritve shrani na mirnem mestu. Vzorec se v neprepustno zaprti penetracijski posodi segreje na $35^\circ \text{C} \pm 0,5^\circ \text{C}$ in šele neposredno (največ 2 minuti) pred meritvijo namesti na mizo penetrometra. Nato nastavimo konica »S« preluknjane plošče na površino tekočine in merimo globino prodiranja v odvisnosti od časa.

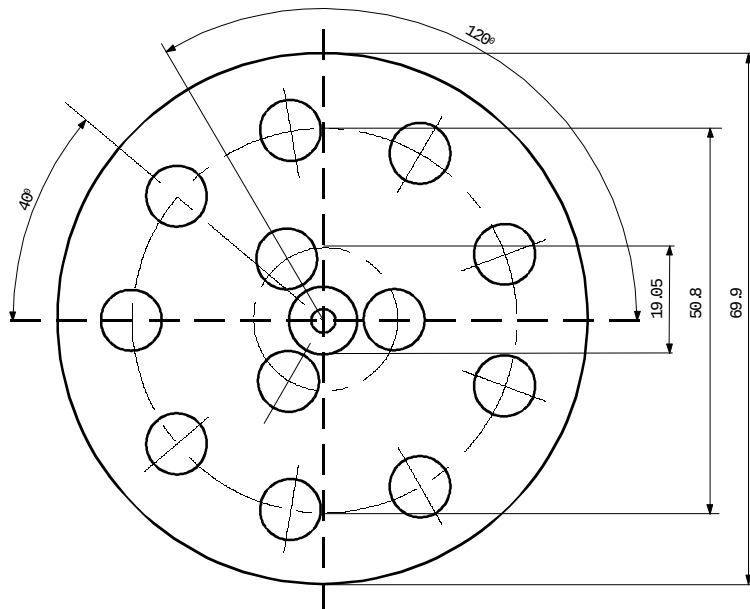
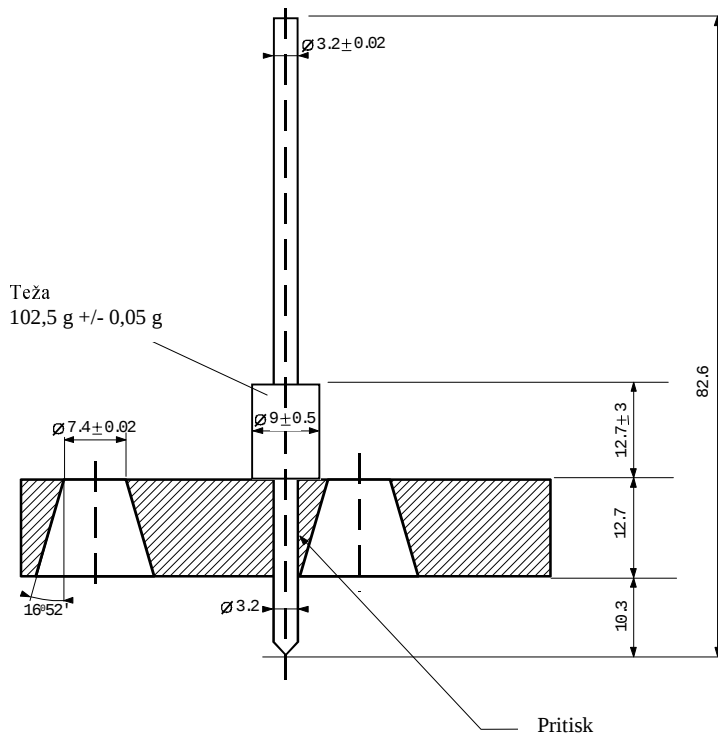
(c) *Vrednotenje rezultatov*

Snovi ne spadajo v razred 3, ampak v razred 4.1 ADR, če je po namestitvi konice »S« na površino vzorca vrednost prodiranja, odčitana na merilni napravi:

- (i) po času $5 \text{ s} \pm 0,1 \text{ s}$ manj kot $15 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$ ali
- (ii) po času $5 \text{ s} \pm 0,1 \text{ s}$ več kot $15 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$, dodatno prodiranje po preteku nadaljnjih $55 \text{ s} \pm 0,5 \text{ s}$ pa manj kot $5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$.

OPOMBA: Zaradi valovanja vzorca v penetracijski posodi ob namestitvi konice »S« pogosto ni mogoče doseči mirne površine za začetek merjenja. Zato se lahko ob dotiku preluknjane plošče površina mnogih vzorcev elastično preoblikuje in v prvih sekundah ustvari vtis močnega prodiranja. V tem primeru je odločilno določanje merilnih rezultatov v skladu s točko (b).

Slika 3: Penetrometer



Odstopanja, ki niso določena so $\pm 0,1 \text{ mm}$

C. Preizkusi strupenosti za okolje, obstojnosti in bioakumulacije snovi v vodi za uvrstitev v razred 9

OPOMBA: Uporabljeni preizkusni postopki morajo ustrezati tistim, ki sta jih sprejeli Organizacija za ekonomsko sodelovanje in razvoj (OECD) in Evropska komisija (EC), če se uporabljajo druge metode, morajo biti mednarodno priznane, enakovredne metodam OECD/EC in navedene v poročilu o preizkusu.

3320 **Akutna strupenost za ribe**

S preizkusom ugotovimo, pri kateri koncentraciji pogine 50 % poskusnih živali. To je t.i. vrednost LC₅₀, ki določa koncentracijo snovi v vodi, pri kateri v neprekinjenem času najmanj 96 ur pogine 50 % rib preizkusne skupine. Primerne ribje vrste so: *Brachydanio rerio*, *Pimephales promelas* in *Onchorynchus mykiss*.

Ribe izpostavimo preizkusni snovi, ki jo v različnih koncentracijah dodajamo vodi (in kontrolnemu polnjenju). Spremembe zapisujemo najmanj vsakih 24 ur. Na koncu 96-urne izpostavljenosti, in če je mogoče, pri vsakem opazovanju, izračunamo koncentracijo, pri kateri pogine 50 % rib. Poleg tega določimo koncentracijo, pri kateri po 96-urni izpostavljenosti ne opazimo nobenih učinkov (NOEC - No Observed Effect Concentration).

3321 **Akutna strupenost za listonožce (daphnia)**

S preizkusom ugotovimo, pri kateri koncentraciji snovi v vodi 50 % listonožcev ne more več plavati (EC₅₀). Primerni poskusni vrsti sta *Daphnia magna* in *Daphnia pulex*. Listonožce za 48 ur izpostavimo preizkusni snovi, ki jo v različnih koncentracijah dodamo vodi. Določimo tudi koncentracijo, pri kateri po 48-urni izpostavljenosti ne opazimo nobenih učinkov (NOEC).

3322 **Zaviranje rasti alg**

S preizkusom ugotovimo učinek kemikalij na rast alg pri standardnih pogojih. Po 72 urah primerjamo spremembo biološke mase in stopnja rasti alg s spremembami pri enakih pogojih, vendar brez kemikalije, ki se preizkuša. Določimo koncentracijo, pri kateri se rast alg (IC_{50r}) in nastajanje biološke mase (IC_{50b}) zmanjšata za 50 %.

3323 **Preizkus hitrega biološkega razkroja**

S preizkusom ugotavljamo stopnjo biološkega razkroja v aerobnih standardnih razmerah. Majhno koncentracijo preizkusne snovi dodamo hranljivi raztopini z aerobnimi bakterijami. Napredovanje razkroja spremljamo 28 dni, s parametri, ki so predpisani za uporabljen preizkusni postopek. Možnih je več enakovrednih preizkusnih postopkov. Parametri obsegajo zmanjšanje raztopljenega organskega ogljika (ROO), nastanek ogljikovega dioksida in zmanjšanje količine kisika.

Snov je biološko lahko razkrojljiva, če so v največ 28 dneh izpolnjena naslednja merila, vendar moramo te vrednosti doseči v desetih dneh od dne, ko biološki razkroj prvič preseže 10 %:

Zmanjšanje ROO:	70 %
Tvorba CO ₂ :	60 % računske tvorbe CO ₂
Zmanjšanje O ₂ :	60 % računske potrebe po O ₂

3323
(nadalj.)

Preizkus lahko traja več kot 28 dni, če zgoraj navedeni pogoji niso izpolnjeni, vendar pa mora rezultat vseeno pokazati biološko razkrojljivost določene preizkusne snovi. Za uvrščanje se navadno zahteva rezultat »lahko razkrojljiva«.

Če imamo le podatke KPK in BPK5, je snov lahko razkrojljiva, če je:

$$\frac{BKP5}{COD} \geq 0.5.$$

BPK (biološka potreba po kisiku) je masa raztopljenega kisika, ki je nujen za biološko oksidacijo določene prostornine raztopljenih snovi po predpisanih pogojih. Rezultate izrazimo v gramih BPK na gram preizkusne snovi. Običajno preizkus ob uporabi nacionalnih standardov traja 5 dni.

KPK (kemijska potreba po kisiku) je stopnja oksidacije snovi, izražena kot enakovredna količina reagenta za kisik, ki deluje oksidacijsko in ga porabi preizkusna snov pod določenimi laboratorijskimi pogoji. Rezultate izrazimo v gramih KPK na gram preizkusne snovi. Uporabimo lahko preizkusni postopek v skladu z nacionalnim standardom.

3324

Preizkus bioakumulacijskega potenciala

(1) S preizkusom ugotovimo potencial bioakumulacije, z razmerjem med ravnotežno koncentracijo (c) snovi v topilu in koncentracijo v vodi ali pa s pomočjo faktorja biokoncentracije (BCF).

(2) Razmerje med ravnotežno koncentracijo (c) v topilu in koncentracijo v vodi običajno izražamo z desetiškim logaritmom. Topilo in voda se lahko le zanemarljivo mešata, snov pa v vodi ne sme ionizirati. Običajno se uporablja topilo n -oktanol.

V tem primeru je rezultat:

$$\log P_{ow} = \log_{10} [C_0/C_w],$$

pri tem je P_{ow} porazdelitveni koeficient, ki ga dobimo z deljenjem koncentracije snovi v n -oktanolu (C_0) in koncentracije snovi v vodi (C_w).

Če je $\log P_{ow}$ najmanj 3,0, ima snov bioakumulacijski potencial.

(3) Faktor biokoncentracije (BCF) je razmerje med koncentracijo preizkusne snovi v poskusni živali (ribi) (C_f) in koncentracijo v preizkusni vodi (C_w) v stabilnem stanju.

$$BCF = (C_f)/(C_w).$$

Načelo preizkusa upošteva, da so ribe izpostavljene raztopini ali disperziji z znano koncentracijo preizkusne snovi v vodi. Glede na lastnosti snovi se lahko uporabi pretočni, statični ali polstatični preizkusni postopek. Ribe so določen čas izpostavljene preizkusni snovi. Nato določen čas ribe niso izpostavljene in takrat merimo rast deleža preizkusne snovi v vodi, t.j. stopnja izločitve ali čiščenja.

(Podrobnosti različnih preizkusnih postopkov in računska metoda za vrednost BCF so v OECD (Smernice za preizkus kemikalij, metode 305A do 305E, z dne 12. maja 1981).

Dodatek A.3

3324 (nadalj.) (4) Če ima snov vrednost $\log P_{ow}$ najmanj 3,0 in vrednost BCF manjšo od 100, ima majhen bioakumulacijski potencial ali pa ga sploh nima. Če obstajajo dvomi, ima vrednost BCF prednost pred vrednostjo P_{ow} , kot je prikazano v diagramu poteka v obr. št. 3326.

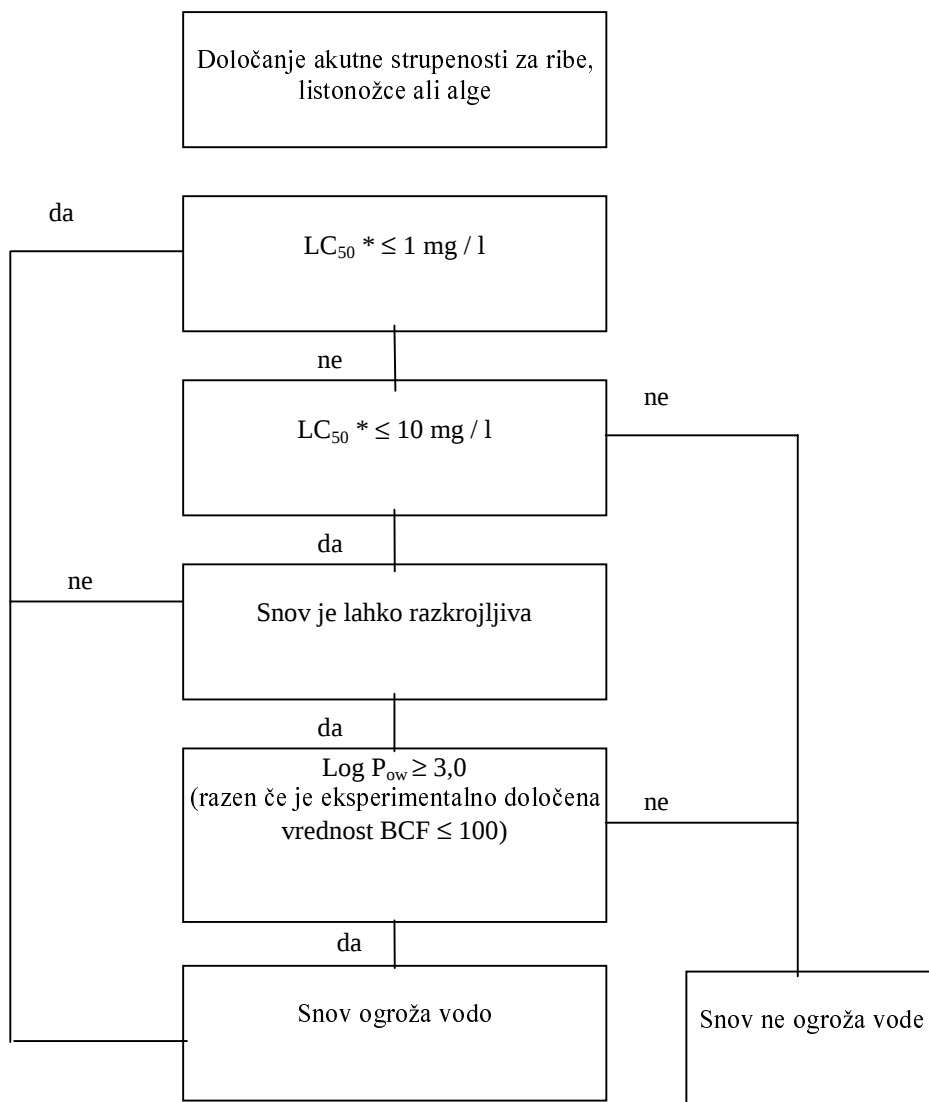
3325 ***Merila***

Snov onesnažuje vodo, če je izpolnjeno eno od naslednjih meril:

če je najmanjša vrednost od:

96-urne LC_{50} za ribe ali 48-urne EC_{50} za listonožce ali 72-urne IC_{50} za alge:

- manjša ali enaka 1 mg/l;
- večja od 1 mg/l, vendar največ 10 mg/l, in snov ni biološko razgradljiva;
- večja od 1 mg/l, vendar največ 10 mg/l, in vrednost $\log P_{ow}$ je najmanj 3,0 (razen če je s preizkusom določena vrednost BCF največ 100).



* Najnižja vrednost od 96-urne LC₅₀, 48-urne EC₅₀ ali 72-urne IC₅₀

BCF = faktor biokoncentracije

